

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶中锰含量的测定 高碘酸钠光度法

GB/T 13248—91

Vulcanized rubber—Determination of manganese content
—Sodium periodate photometric methods

本标准参照采用国际标准 ISO/DIS 7780—1982《橡胶和胶乳中锰含量的测定——高碘酸钠光度法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用高碘酸钠光度法测定硫化橡胶、生胶和混炼胶中的锰含量。

本标准适用于除含氯橡胶以外的硫化橡胶、生胶和混炼胶。本标准第2章“常用法”不受大量填充剂存在的影响。第3章“限定法”适用于测定生胶及含少量(不大于10%)填充剂的硫化橡胶或混炼胶。

2 常用法

2.1 原理

在铂坩埚中将试料灰化。用氟硼酸钠熔融灰分,熔融物用稀硫酸和硝酸处理,除去不溶物。加高碘酸钠煮沸,将锰氧化成高锰酸盐,测定其吸光度。

2.2 试剂和溶液

2.2.1 氟硼酸钠;

2.2.2 高碘酸钠(HG 3—1157);

2.2.3 硫酸($\rho=1.84 \text{ Mg/m}^3$)(GB 625);

2.2.4 硝酸($\rho=1.40 \text{ Mg/m}^3$)(GB 626);

2.2.5 高锰酸钾溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)\approx 0.001 \text{ mol/L}$,称取 0.031 6 g 高锰酸钾(GB 643)溶解在 1 000 mL水中。

2.2.6 锰标准溶液:0.01 mg/mL,称取 0.770 0 g 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)于一小烧杯中,用少量水和 2 mL硫酸溶解后,移至 500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。该溶液至少在一个月內是稳定的。

准确吸取上述溶液 10 mL于 500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液在使用前配制。

2.3 仪器

2.3.1 光度计或分光光度计:可测量波长为 525 nm的吸光度,并配有吸收池。

2.3.2 铂坩埚:容量以 30 mL为宜。

2.3.3 马福炉:温度可控制在 $550\pm 25^\circ\text{C}$ 。

2.3.4 离心机:转速为 4 000 r/min。

2.4 分析步骤

2.4.1 工作曲线的绘制

在若干个 100 mL锥形瓶中各加入 25 mL水,6 mL硫酸和 5 mL硝酸,再分别加入 0~10 mL锰标准溶液和 0.3 g高碘酸钠,加热煮沸 10 min以上,以确保充分显色。冷却后将上述溶液分别转移到

国家技术监督局 1991-11-09 批准

1992-10-01 实施