

9 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a) 采用标准；
- b) 试样的详细情况；
- c) 分析结果；
- d) 在测定中注意到的不正常现象；
- e) 没有包括在本标准中的任何操作，或认为是非强制性的操作；
- f) 试验日期。

GB/T 8296—2008



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8296—2008  
代替 GB/T 8296—1987

## 天然生胶和胶乳 锰含量的测定 高碘酸钠光度法

Raw natural rubber and rubber latices—Determination of manganese content—  
Sodium periodate photometric methods

(ISO 7780:1998, Rubber and rubber latices—Determination of manganese  
content—Sodium periodate photometric methods, MOD)



GB/T 8296—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-32623

定价: 10.00 元

2008-06-04 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

与此同时,使用同样的坩埚但不放试样制备空白试液。然后将试样及空白试样以同样的方式继续处理。

用电加热板或沙浴气炉以慢火加热坩埚及其内装物直至只剩下干的含碳残渣,然后将坩埚移入 $550^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 的马福炉(5.4)中加热至全部炭化。

取出坩埚让其冷却,用细吸管沿着坩埚四周逐滴加入浓硫酸(4.3)至刚好使灰分湿润。慢火加热至停止发烟,再将坩埚放入 $550^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 的马福炉中加热至白色无黑点为止。

再一次用硫酸(4.3)处理灰分,即如前述用细吸管加酸,但为了尽可能保持灰分以硫酸盐的形式存在,应加热至停止发烟为止。让坩埚冷却,再加 $2\text{ g}\sim 3\text{ g}$ 硫酸氢钾(4.1),将坩埚置于耐高温绝热板上,用强火加热直至得到清亮的熔融物为止。让坩埚及其中的熔融物冷却。

### 7.2.2 溶解

在7.2.1所得灰分中加入 $20\text{ mL}$ 稀硫酸(4.4),置坩埚于蒸汽浴上加热至固体物溶解或固体物从坩埚壁上脱落。将坩埚的内装物洗进一小烧杯中,用玻棒将未溶解的固体物移出,再用慢火将溶液煮沸至可溶物完全溶解为止。溶液通过烧结过滤器(5.5)过滤到小锥形瓶中,用2份或3份水冲洗过滤器和不溶物,再加 $3\text{ mL}$ 磷酸(4.5)到锥形瓶中,必要时可再加 $1\text{ mL}$ ,以除去因铁离子而产生的黄色。

加 $0.3\text{ g}$ 高碘酸钠(4.2)于溶液中,加热至沸并在沸点保持 $10\text{ min}$ 。再在 $90^{\circ}\text{C}$ 以上的温度保持 $10\text{ min}$ ,以确保高锰酸盐显色完全。冷却后,如因高锰酸钾沉淀而引起混浊,可用离心机或通过烧结过滤器将沉淀除去。

将溶液定量地移入一个容量 $50\text{ mL}$ 的容量瓶中,用 $20^{\circ}\text{C}$ 的稳定水(4.6)稀释至刻度。混匀后,颜色应稳定几小时,若出现任何褪色现象,应按7.2.1规定的方法再多一次硫酸处理灰分,重新制备试液。

然后按7.4进行操作。

## 7.3 标准曲线的绘制

### 7.3.1 标准配比溶液的制备

制备一系列(8个至10个)标准配比溶液,每个溶液均含有 $20\text{ mL}$ 硫酸(4.4)、 $3\text{ mL}$ 磷酸(4.5)和 $15\text{ mL}$ 稳定水(4.6),在这些溶液中分别加入 $0\text{ mL}$ (补偿溶液)至 $10\text{ mL}$ 锰标准溶液(4.8),再加入 $0.3\text{ g}$ 高碘酸钠(4.2),将溶液煮沸 $10\text{ min}$ 以确保显色完全,最后冷却并用稳定水稀释至 $50\text{ mL}$ 容量瓶的刻度。

### 7.3.2 吸光度测定

光度计或分光光度计(5.1)的样品池先用高锰酸钾溶液(4.7)冲洗,再用稳定水冲洗,最后用相应的标准配比溶液冲洗。将样品池装满标准配比溶液,在最大吸收波长处(约 $525\text{ nm}$ )测定吸光度。

从测得的吸光度中减去补偿溶液的吸光度以校正读数。

### 7.3.3 绘制标准曲线

将测得的每个溶液的读数与相应的锰浓度作坐标绘制标准曲线。应根据当地的条件及所用仪器类型定期校准标准曲线。

## 7.4 测定

将光度计或分光光度计(5.1)的样品池先用高锰酸钾溶液(4.7)冲洗,再用稳定水(4.6)冲洗,最后用试液冲洗。将样品池装满试液,在波长为 $525\text{ nm}$ 处测定试液的吸光度。

从测得的吸光度中减去用同样方式处理的空白试液的吸光度以校正读数。

根据标准曲线求出与校正读数相应的锰浓度,从而计算出试料的锰含量。

## 8 结果的表述

取两次测定值的平均数作为测定结果。

以每千克样品中锰的质量(mg)表示,mg/kg。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
天然生胶和胶乳 锰含量的测定  
高碘酸钠光度法

GB/T 8296—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本  $880\times 1230$  1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

\*

书号:155066·1-32623 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

#### 4.8 锰标准溶液:

相当于含锰 10 mg/L。

任选下列两种溶液:

a) 称取 0.720 g 高锰酸钾置于一小烧杯中,用含有 2 mL 硫酸(4.3)的水溶解。加入用二氧化硫饱和的水直至溶液无色为止。将溶液煮沸 15 min,冷却后移入一只 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

b) 称取 0.770 g 硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )置于一小烧杯中,用含有 2 mL 硫酸(4.3)的水溶解。将溶液移入一 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。该溶液至少可稳定一个月。

吸取 10 mL 的 a) 溶液或 b) 溶液置于另一只 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

这两种标准溶液每 1 L 含锰 10 mg。

此溶液应在使用前现配备。

#### 5 仪器

普通的实验室仪器以及以下仪器、设备。

##### 5.1 光度计或分光光度计

能在 525 nm 处测量吸光度,并配有匹配皿。

##### 5.2 石英坩埚或瓷坩埚

标称容量为 50 mL。

##### 5.3 耐高温绝热板

约 100 mm 的正方形板,厚 6 mm,在板中央开有一个孔放坩埚,使坩埚约有 2/3 突出在板下。

##### 5.4 马福炉

能保持  $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$  的温度。

##### 5.5 烧结过滤器

见 GB/T 11415 中牌号为 P40 的规格。

##### 5.6 电加热板或沙浴气炉

#### 6 取样

##### 6.1 生胶

按 GB/T 15340 的规定取样,并均匀化处理。

##### 6.2 胶乳

按 GB/T 8290 的规定取样。

#### 7 操作步骤

##### 7.1 试样的制备

###### 7.1.1 生胶

按 6.1 取样,称取 10 g 试样,精确至 10 mg。

###### 7.1.2 胶乳

按 6.2 取样,从中称取约含总固体 10 g 并充分混合的胶乳,按 GB/T 8298 的规定烘干至恒重,样品称量精确至 10 mg。

##### 7.2 试液的制备

###### 7.2.1 试样的灰化

将试样剪成小块,每块重不超过 0.1 g,放在标称容量为 50 mL 的石英坩埚(见 5.2)里,将坩埚置于耐高温绝热板(5.3)的孔中。

## 前 言

本标准修改采用 ISO 7780:1998《橡胶和胶乳 锰含量的测定 高碘酸钠光度法》(英文版)。

本标准根据 ISO 7780:1998 重新起草。

本标准与 ISO 7780:1998 相比主要差异如下:

——本标准仅适用于天然生胶和天然胶乳中微量锰含量的测定,删去了与此无关的部分。

本标准代替 GB/T 8296—1987《天然胶乳 锰含量的测定(高碘酸钾光度测定法)》。

本标准与 GB/T 8296—1987 相比主要差异如下:

——采用的国际标准不同,由于 GB/T 8296—1987 参照采用的 ISO 1655:1975《生胶和胶乳 锰含量的测定(高碘酸钾光度法)》已被废止,本标准修改采用 ISO 7780:1998;

——标准的适用范围扩大到天然生胶中微量锰含量的测定;

——使用的锰标准溶液的浓度由 20 mg/L 改为 10 mg/L,并多提供了一种配制方法;

——使用的标准配比溶液由 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL、1.25 mL、1.50 mL 改为 0 mL~10 mL,从而更易于操作和减少操作误差。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国标准与橡胶制品标准化技术委员会天然橡胶分技术委员会归口。

本标准起草单位:中国热带农业科学院农产品加工研究所。

本标准主要起草人:陈成海、陈民。

本标准于 1987 年 7 月首次发布。