ICS 83.040.10

B 72



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX-XXXX

|  |
| --- |
|  |

浓缩天然胶乳 总磷酸盐含量的测定 分光光度法

Natural rubber latex concentrate—Determination of total phosphate content by spectrophotometric method

（ISO 19043：2015,MOD）

|  |
| --- |
| （征求意见稿） |
| （本稿完成日期：2019-10-08）  在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。 |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施



目  次

[前言 II](#_Toc479195780)

[1　范围 1](#_Toc479195781)

[2　规范性引用文件 1](#_Toc479195782)

[3　原理 1](#_Toc479195783)

[4　仪器 1](#_Toc479195784)

[5　试剂 1](#_Toc479195787)

[6　试验步骤 2](#_Toc479195792)

[6.1　总则 2](#_Toc479195793)

[6.2　总固体含量测定 2](#_Toc479195794)

[6.3　标准磷酸盐溶液的制备 2](#_Toc479195795)

[6.4　磷酸盐含量的测定 2](#_Toc479195799)

[7　结果表示 2](#_Toc479195800)

[8　精密度数据 3](#_Toc479195801)

[9　试验报告 3](#_Toc479195802)

[附录A（资料性附录）　精密度数据 4](#_Toc479195803)

[参考文献 5](#_Toc479195804)

前  言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准采用重新起草法修改采用ISO 19043:2015《浓缩天然胶乳 总磷酸盐含量的测定 分光光度法》（英文版）。

1. 关于规范性引用文件，本标准做了具有技术差异的调整，以适应我国的技术条件。调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

·用修改采用国际标准的GB/T 8298代替了ISO 124（见6.2）；

·用GB/T 12808代替了ISO 648（见4.2）；

1. 增加了“磷酸二氢钾（贮备溶液）可直接购买”（见5.4），因该试剂有市售产品；
2. 将“用HCl溶液（5.1）稀释至50cm3”改为“用HCl溶液（5.2）稀释至50cm3”（见6.4，ISO 19043:2015的6.4），以保持跟6.3中标准磷酸盐溶液配制方法一致。
3. 将“然后加入10mL钒钼酸盐（5.2）” 改为“然后加入10mL钒钼酸盐（5.3）（见6.4，ISO 19043:2015的6.4），以更正条编号；
4. 将“ppm”改为“mg/kg” （见5.4和6.3，ISO 19043:2015的5.4和6.3）,以使用法定计量单位。
5. 修改了总磷酸盐含量计算公式表示方法（见第7章），以符合GB/T 1.1-2009的规定；

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会天然橡胶分技术委员会（SAC/TC 35/SC 8）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、海南省天然橡胶质量检验站、海南省产

品质量监督检验所、海南中橡科技有限公司。

本标准主要起草人:

浓缩天然胶乳 总磷酸盐含量的测定 分光光度法

1. 范围

本标准规定了浓缩天然胶乳总磷酸盐含量的测定方法。

本标准适用于巴西三叶橡胶树来源的天然胶乳。

本方法不一定适用于巴西橡胶树之外来源的天然胶乳。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8298 胶乳 总固体含量的测定

GB/T 12808 [实验室玻璃仪器 单标线吸量管](http://www.std.gov.cn/gb/search/gbDetailed?id=71F772D80DFDD3A7E05397BE0A0AB82A)

1. 原理

将已知总固体含量的约20 g浓缩胶乳用盐酸凝固。

除去已凝固的胶乳，然后将乳清用滤纸过滤。

已知体积的乳清中残留磷酸盐通过使用分光光度计测量波长为470 nm处的吸光率测定。

1. 仪器
   1. 天平，精确至0.1 mg。
   2. 容量移液管，容积10 mL和25 mL，符合GB/T 12808中的要求。
2. 试剂

使用确认的分析纯试剂以及蒸馏水或纯度与之相当的水。

* 1. 盐酸37 %。
  2. 盐酸1:24。

将37 %盐酸（5.1）40 mL与去离子水混合至1000 mL。

* 1. 钒钼酸盐

1. 将25 g钼酸铵溶于300 mL去离子水中。
2. 将1.25 g 偏钒酸铵溶于300 mL去离子水中。加热以使其完全溶解。冷却至室温，然后与37 %盐酸 300  mL混合，静置冷却。
3. 将溶液5.3 a）与溶液5.3 b）混合并加入去离子水至1000 mL。
   1. 磷酸二氢钾（贮备溶液）

磷酸二氢钾（贮备溶液）,该溶液磷的含量将为500 mg/kg。可直接购买，也可以按以下方法制备：

将2.1968 g磷酸二氢钾用蒸馏水溶解并加至1000 mL。

1. 试验步骤
   1. 总则

进行双份平行试验，每次试验使用来自同一均匀化样品的单独样品进行。

两次读数之差不应超过30 mg/kg。

* 1. 总固体含量测定

按GB/T 8298的规定，测定浓缩天然胶乳的总固体含量。

* 1. 标准磷酸盐溶液的制备
     1. 从贮备溶液（5.4）移取0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL、10 mL，然后用去离子水稀释至50 mL,制备浓度分别为0 mg/kg、10 mg/kg、20 mg/kg、30 mg/kg、40 mg/kg、50 mg/kg、100 mg/kg的第一批稀释浓度。
     2. 从每一个溶液（6.3.1）中移取10 mL加入至50 mL容量瓶中。每一容量瓶中加入10 mL 钒钼酸盐（5.3）。然后加入盐酸溶液（5.2）至50 mL。最终浓度将为0 mg/kg、2 mg/kg、4 mg/kg、6 mg/kg、8 mg/kg、10 mg/kg和20 mg/kg。
     3. 将溶液（6.3.2）静置20 min，然后使用8 μm孔径的滤纸[[1]](#footnote-2))将总量为50 mL的溶液过滤，再使用分光光度计测定470 nm波长处的吸光率。使用不同的试样进行双份平行试验，然后取平均值。

将0mg/kg溶液作为空白。

在使用分光光度计测定470 nm处的吸光率后，制备一条磷酸二氢钾浓度为0 mg/kg、2 mg/kg、4 mg/kg、6 mg/kg、8 mg/kg、10 mg/kg和20 mg/kg（6.3.2）对吸光率的校正曲线。确定校正曲线的斜率（S）。

* 1. 磷酸盐含量的测定

称取约20 g(W)均匀胶乳加至100 mL烧杯中，精确至0.1 mg。使用25 mL盐酸溶液（5.2）将胶乳凝固并在不搅拌下于70 oC的水浴中加热5 min以使胶乳完全凝固。

使用玻璃棒挤压凝块以获得尽量多的乳清，然后使用8 μm孔径的滤纸过滤乳清。

移取10 mL已过滤的乳清（V1）加入至50 mL容量瓶中，然后加入10 mL钒钼酸盐（5.3），再用HCl溶液（5.2）稀释至50 mL。

等待20 min。然后将溶液用滤纸过滤。

使用分光光度计测定该溶液相对于空白（无胶乳）在470 nm处的吸光率。

1. 结果表示

磷酸盐含量（*P*）按下式计算，以mg/kg表示：

*P* = 

式中：

*Abs* ——470nm处分光光度计的吸光率；

*S* ——对磷酸盐浓缩的校正曲线的斜率；

*V*1 ——从总乳清移取至容量瓶的乳清体积；

3.0061 ——P至PO43- 的转换常数。

其中：

*V*2 = 25+（*W*-*A*）假定乳清的密度为1g/mL；

*A* = 

1. 精密度数据

参见附录A。

1. 试验报告

试验报告应包括以下内容：

1. 本标准的编号；
2. 识别样品所需的全部细节；
3. 完整识别所测定产品的全部细节；
4. 结果及其单位；
5. 试验日期；
6. 测定过程中注意到的任何异常现象；
7. 不包括在本标准中且被引用的任何操作，以及会影响结果的任何意外。
8. （资料性附录）  
   精密度数据
   1. 本方法的精密度按ISO/TR 9272[1]的规定进行确定。术语和其它统计细节参见ISO/TR 9272
   2. 表A.1列出了精密度的结果。这些精密度参数不宜作为任何一类材料的接收/拒收试验之依据，除非有证明文件说明这些精密度参数适用于这些特定材料以及本测定方法的具体试验方案。精密度以基于95％的置信水平所确定的重复性*r*和再现性*R*之值表示。
   3. 表A.1中的结果为平均值，用于评估本试验方法的精密度。这些数值是由2014年进行的一项实验室间试验方案（ITP）所确定的。6间实验室对磷酸盐含量低、中及高的三个样品进行了二次重复的测定。
   4. 根据本ITP所采用的取样方法确定了1型精密度。
   5. 重复性:本试验方法的重复性*r*（以测定单位表示）已确定为表A.1列出的合适值。在正常的试验条件下，同一实验室所获得到的两个单独试验结果之差大于表列的*r* 值（对于任何给定水平）时，宜视为来自不同（非同一）的样品群。
   6. 再现性:本试验方法的再现性*R*（以测定单位表示）已确定为A.1列出的合适值。在正常的试验条件下，获得的两个单独试验结果之差大于表列的*R* 值（对于任何给定水平）时，宜视为来自不同（非同一）的样品群。
   7. 偏倚:在试验方法术语中，偏倚是指试验结果平均值与受测性能的参照值（即真值）之差。本试验方法不存在参照值，因为受测性能的参照值只能通过本试验方法确定，所以不能确定本特定试验方法的偏倚。
   8. 胶乳中磷酸盐含量的精密度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 材料 | 平均值 | 实验室内 | | | 实验室间 | | | 实验室  数量 |
| *s*r | *r* | （*r*） | *s*R | *R* | （*R*） |
| 低含量 | 162 | 21 | 58 | 35.98 | 28 | 78 | 48.31 | 6 |
| 中含量 | 235 | 24 | 67 | 28.56 | 44 | 125 | 53.32 | 6 |
| 高含量 | 298 | 65 | 65 | 22.83 | 53 | 152 | 51.14 | 6 |
| *s*r——实验室内标准差；  *r* ——重复性（以测定单位表示）；  （*r*）——相对重复性；  *s*R——实验室间标准差；  *R*——再现性（以测定单位表示）；  （*R*）——相对再现性。 | | | | | | | | |

参 考 文 献

[1] ISO/TR 9272 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1. Whatman No.40是一个市场买得到的适用产品的示例。提供这一信息是为了方便本文件的使用者，并不构成ISO对这一产品的支持。 [↑](#footnote-ref-2)