



中华人民共和国国家标准

GB/T 20460—2006

2007/0153

橡胶配合剂 天然碳酸钙 试验方法

Rubber compounding ingredients—Natural calcium carbonate—Test methods

(ISO 5796:2000, MOD)



2006-08-01 发布

2007-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布



前 言

本标准修改采用 ISO 5796:2000《橡胶配合剂 天然碳酸钙 试验方法》(英文版)。

本标准根据 ISO 5796:2000 重新起草。

考虑到我国国情,在采用 ISO 5796:2000 时进行了修改,对其中的两处错误进行了更正。

——计算式(b)中转换因子现更正为 0.053,这是由于 ISO 5796:2000 有误(本标准的 4.7.4);

——标准附录 A 中(A.5) 计算式(A.1)、附录 B 中(B.5) 计算式(B.1)、附录 C 中(C.5) 计算式(C.1)等式右边常数更正为 250,这是由于 ISO 5796:2000 有误。

本标准与 ISO 5796:2000 的主要差异如下:

——本标准第 2 章中引用的部分标准没有等同采用 ISO 5796:2000 所引用的国际标准,正是由于这一原因,本标准确定为修改采用国际标准(本标准的第 2 章)。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言;
- d) “注意”语写成“警告”语;
- e) “1.1”的内容写成了“1”的内容。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录,附录 D 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会炭黑分技术委员会(SAC/TC 35/SC 5)归口。

本标准起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院。

本标准主要起草人:王定友、余艳、薛蕾。

本标准首次发布。

橡胶配合剂 天然碳酸钙 试验方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了鉴定已碾碎成干粉状的橡胶用天然碳酸钙(白垩或石灰石)的试验方法。

本标准适用于橡胶用天然碳酸钙。

本标准不适用于沉淀法碳酸钙。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5211.3 颜料在 105℃挥发物的测定(GB/T 5211.3—1985,eqv ISO 787-2:1981)

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—1997,eqv ISO 3310-1:1990)

GB/T 11415 实验室烧结(多孔)过滤器 孔径、分级和牌号(GB/T 11415—1989,neq ISO 4793:1980)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)

ISO 3262-1 颜料用填充剂 技术条件和试验方法 第1部分:引言和通用方法

ISO 15528 涂料、清漆和原材料 采样

3 采样

按 ISO 15528 的规定进行。

4 试验方法

用原子吸收方法测定样品的总铜、锰、铁含量的方法分别见附录 A、附录 B 和附录 C。

4.1 通则

分析过程中,所用试剂应为分析纯。实验中使用去离子水或同级别的水。

4.2 筛余物

使用 GB/T 6003.1 规定的 45 μm 和 125 μm 敞口筛子,按 ISO 3262-1 的规定测定筛余物。

4.3 碳酸钙(干样品)

按 ISO 3262-1 的规定测定碳酸钙含量。

4.4 105℃加热减量

按 GB/T 5211.3 的规定测定 105℃时样品的加热减量。

4.5 1 000℃灼烧减量(干样品)

按 ISO 3262-1 的规定测定 1 000℃时样品的灼烧减量。

4.6 盐酸不溶物

4.6.1 试剂

盐酸溶液,73 g/dm³

将 170 cm³ 浓盐酸(质量分数为 35%, $\rho=1.18\text{ g/cm}^3$)溶于 1 000 cm³ 的水中并混匀。

4.6.2 仪器装置

4.6.2.1 烧杯:容积 250 cm³;玻璃表面皿:用于盖烧杯;玻璃棒:用于搅拌。

4.6.2.2 分析天平,精度 0.1 mg。

4.6.2.3 砂芯玻璃坩埚,空隙度 P40,符合 GB/T 11415 规定。

4.6.2.4 烘箱,重力对流型,温度可保持在(105±2)℃。

4.6.2.5 干燥器。

4.6.3 步骤

4.6.3.1 称约 2 g(精确至 1 mg)的样品于烧杯(4.6.2.1)中。

4.6.3.2 于烧杯中加入 100 cm³ 的盐酸(4.6.1.1),并盖上表面皿。

4.6.3.3 轻轻搅拌至室温,搅拌过程中应避免起泡。将混合物加热至沸腾 5 min~10 min,然后冷却 30 min~60 min,同时不停地搅拌。

4.6.3.4 洗净过滤坩埚(4.6.2.3),经 105℃干燥并称量,再用此坩埚过滤不溶物。用水冲洗直至洗涤液不含氯。

4.6.3.5 在(105±2)℃的烘箱(4.6.2.4)中干燥含不溶物的坩埚,直至质量恒定,即再次干燥、冷却和称量,质量变化不大于 1 mg。

4.6.3.6 将坩埚置于干燥器(4.6.2.5)中冷却。

4.6.3.7 称量(精确至 1 mg)。

4.6.4 结果计算

盐酸中不溶物 w_{is} ,以质量分数表示,按式(1)计算:

$$w_{is} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——样品的质量,单位为克(g);

m_1 ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——含不溶物坩埚的质量,单位为克(g)。

结果精确至 0.1%(质量分数)。

4.7 碱含量

4.7.1 试剂

4.7.1.1 去离子水,加热除去二氧化碳。

4.7.1.2 酚酞,在体积分数为 95%的乙醇中质量分数为 0.5%的溶液。

4.7.1.3 盐酸,标准滴定溶液, $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/dm}^3$ 。

4.7.2 仪器装置

4.7.2.1 分析天平,精度 0.1 mg。

4.7.2.2 锥形瓶,容积 250 cm³。

4.7.2.3 滤纸,定量、慢速型。

4.7.2.4 酸式滴定管,A 级,25 cm³,精度为 0.1 cm³。

4.7.2.5 漏斗,短颈,φ90 mm。

4.7.3 步骤

4.7.3.1 称取约 10 g(精确至 1 mg)的样品于锥形瓶(4.7.2.2)中,加入 150 cm³ 去离子水(4.7.1.1),放置 1 h,并不停地搅拌。

4.7.3.2 用滤纸(4.7.2.3)过滤混合物,用极少量的去离子水冲洗留在滤纸上的残留物 3 次,冲洗液倒入滤液。

4.7.3.3 向滤液中加几滴酚酞(4.7.1.2)溶液指示剂,用盐酸(4.7.1.3)滴定至无色,记录滴定体积(精

确至 0.1 cm³)。

4.7.4 结果计算

碱含量 w 以碳酸钠(Na_2CO_3)表示,其质量分数按式(2)计算:

$$w = \frac{V \times c \times 0.053}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定消耗 HCl 的体积,单位为立方厘米(cm³);

c ——盐酸的准确浓度值,单位为摩尔每立方分米(mol/dm³);

0.053——转换因子,与 100 cm³ 浓度 $c(\text{HCl})=0.010 \text{ mol/dm}^3$ 的盐酸相当的碳酸钠质量;

m ——样品的质量,单位为克(g)。

4.8 总铜、锰、铁含量的测定

4.8.1 备用样品溶液的制备

4.8.1.1 试剂

4.8.1.1.1 硝酸, $\rho=1.42 \text{ g/cm}^3$ 。

4.8.1.1.2 氢氟酸,质量分数为 40%。

4.8.1.1.3 硫酸,体积分数为 50%。

4.8.1.1.4 辛醇。

4.8.1.1.5 盐酸, $\rho=1.18 \text{ g/cm}^3$,质量分数为 35%。

4.8.1.2 仪器

4.8.1.2.1 烧杯,容积 250 cm³。

4.8.1.2.2 容量瓶,容积 250 cm³。

4.8.1.2.3 铂坩埚,容积 20 cm³。

4.8.1.2.4 马弗炉。

4.8.1.2.5 通风橱。

4.8.1.2.6 石英三角板。

4.8.1.2.7 分析天平,精度 0.1 mg。

4.8.1.3 步骤

4.8.1.3.1 向烧杯(4.8.1.2.1)中加入约 5 g 左右样品(精确至 1 mg)。用 25 cm³ 水和 15 cm³ 硝酸(4.8.1.1.1)溶解样品,小心操作,并加热至沸腾。样品溶解过程中如出现气泡上升,可加几滴辛醇(4.8.1.1.4)消泡。

4.8.1.3.2 用中速过滤纸进行过滤,用热水冲洗滤纸,将过滤液和冲洗液混合并冷却。然后将溶液转移到容量瓶(4.8.1.2.2),4.8.1.3.7 中将使用此溶液。

4.8.1.3.3 提取滤纸,小心卷起并包好残留物,放入铂坩埚(4.8.1.2.3)中,先微热加热至干,然后再加热至滤纸炭化。最后将坩埚放入(1 000±50)℃的马弗炉中,氧化 30 min 并除去所有的炭。

4.8.1.3.4 冷却坩埚,于坩埚内逐滴加入 2 cm³ 的氢氟酸(4.8.1.1.2),将坩埚内的所有内容物均润湿,然后再逐滴加入 0.5 cm³ 的硫酸(4.8.1.1.3)。

在通风橱(4.8.1.2.5)内把坩埚放在电热板上,将溶液蒸发至干,加热过程中应小心防止过热,防止暴沸和飞溅,连续加热至产生白色烟雾。

4.8.1.3.5 仍然在通风橱(4.8.1.2.5)内把坩埚转移至一个有支架的石英三角板上,加热至暗红色并直至所有的烟雾消失。

4.8.1.3.6 在冷却坩埚中加入 5 cm³ 的水和 1 cm³ 的硝酸(4.8.1.1.1),并在电热板上加热,用玻璃棒搅拌以溶解所有的盐。

4.8.1.3.7 冷却溶液并全量地转移至装有原始酸溶样品溶液(4.8.1.3.2)的容量瓶中,用水彻底冲洗

坩埚并倒入容量瓶。

4.8.1.3.8 最后加水稀释至 250 cm³ 的刻度。

至此,容量瓶中装盛的是备用样品溶液,将用于测定铜、铁、锰含量。

4.8.2 总铜含量的测定——分光光度计法

4.8.2.1 试剂

4.8.2.1.1 联喹啉试剂(Biquinoyl reagent)溶液

将 0.03 g(精确至 0.1 mg)的 2,2'-联喹啉溶于 100 cm³ 经固体氢氧化钠蒸馏出的现制正己醇(4.8.2.1.8)中。

4.8.2.1.2 氯化羟铵(hydroxylammonium chloride)溶液

将 25 g(精确至 1 mg)的氯化羟铵溶解于约 80 cm³ 的水中,必要时可以过滤,并加水稀释至 100 cm³。

如果溶液中含有大量的铜,每次用 10 cm³ 浓度为 0.1 g/dm³ 的双硫脲四氯化碳溶液逐次萃取,直至不再呈铜的紫色并且双硫脲溶液的绿色没有变化。再用四氯化碳萃取溶液,直到水溶液中所有的颜色被除去。

4.8.2.1.3 乙酸钠缓冲溶液

将 136 g 的乙酸钠三水合物溶解于水中,并加水稀释至 1 000 cm³。如果含铜量超过痕量水平,如氯化羟铵溶液(4.8.2.1.2)那样,用浓度为 0.1 g/dm³ 的双硫脲四氯化碳溶液对该溶液进行萃取以提纯该溶液。

4.8.2.1.4 氢醌(hydroquinone)溶液

将 1 g(精确至 1 mg)的氢醌溶于 100 cm³ 的精制乙醇中。

4.8.2.1.5 铜标准备用溶液

将 0.1 g(精确至 0.1 mg)的纯铜溶解于 3 cm³ 的硝酸(4.8.1.1.1)中。加入 1 cm³ 的硫酸(4.8.1.1.3),在通风橱中蒸发至产生白色烟雾,冷却,加水溶解残留物并稀释至 500 cm³。

1 cm³ 的该溶液含 200 μg 的 Cu。

4.8.2.1.6 4 μg/cm³ 铜标准工作溶液

将 5 cm³ 的铜标准备用溶液(4.8.2.1.5)用水稀释至 250 cm³。

1 cm³ 的该溶液含 4 μg 的 Cu,用于校正 1 cm 吸收池。

4.8.2.1.7 1 μg/cm³ 铜标准工作溶液

将 5 cm³ 的铜标准备用溶液(4.8.2.1.5)稀释至 1 000 cm³。

1 cm³ 的该溶液含 1 μg 的 Cu,用于校正 4 cm 吸收池。

4.8.2.1.8 正己醇(*n*-hexyl alcohol)

4.8.2.2 装置

实验室常规装置及:

4.8.2.2.1 分析天平,精度 0.1 mg。

4.8.2.2.2 分光光度计,能在 540 nm 波长使用,配有 1 cm 和/或 4 cm 吸收池。

4.8.2.2.3 分液漏斗,容积 250 cm³。

4.8.2.2.4 单标线容量瓶,容量 10 cm³,GB/T 12806 A 级。

4.8.2.3 步骤

4.8.2.3.1 将 100 cm³ 备用样品溶液(4.8.1.3.8)转移到分液漏斗(4.8.2.2.3)中,加 2.5 cm³ 的氯化羟铵溶液(4.8.2.1.2)和 25 cm³ 乙酸钠缓冲溶液(4.8.2.1.3)。

4.8.2.3.2 加 6 cm³ 的联喹啉试剂(4.8.2.1.1),摇晃 5 min,呈分离的相层。

4.8.2.3.3 将下部液相层放入另一个分液漏斗,加 2 cm³ 的氯化羟铵溶液,再用 2.5 cm³ 联喹啉试剂萃取。

- 4.8.2.3.4 分离液相层,再用 2 cm³ 联喹啉试剂萃取溶液层。
- 4.8.2.3.5 将 3 次有机萃取物一起放入含 0.5 cm³ 的氢醌溶液(4.8.2.1.4)的单刻度容量瓶中,用正己醇溶液(4.8.2.1.8)稀释至刻度。
- 4.8.2.3.6 用分光光度计(4.8.2.2.2)在 1 cm 或 4 cm 吸收池中于 540 nm 波长处测定溶液的吸光度。
- 4.8.2.3.7 测定与样品溶液同样方法准备的不含备用溶液的空白溶液的吸光度(用相同波长和相同尺寸的吸收池),自 4.8.2.3.6 中得到的吸光度中减去空白溶液的吸光度。
- 4.8.2.3.8 用 4.8.2.4.4 描绘的校正曲线获取 4.8.2.3.1 溶液中铜的含量。

4.8.2.4 校正

- 4.8.2.4.1 按后续步骤用 4 μg/cm³ (4.8.2.1.6)的铜标准工作溶液校正 1 cm 的吸收池、1 μg/cm³ 的铜标准工作溶液校正 4 cm 的吸收池。
- 4.8.2.4.2 将(0~25)cm³的准确测量了体积的整分铜标准工作溶液转移到分液漏斗(4.8.2.2.3),加 1.5 cm³ 的浓盐酸并加水将每种溶液稀释至 100 cm³。
- 4.8.2.4.3 加氯化羟铵溶液和缓冲溶液,用联喹啉试剂萃取铜,按 4.8.2.3.6 的方法测定吸光度。
- 4.8.2.4.4 以(0~25)μg 的铜浓度对吸光度(4 cm 吸收池)描绘其关系曲线。

注: 10 cm³ 有机抽出物含 25 μg 铜的溶液,在 4 cm 吸收池中的吸光度约为 0.984,在 1 cm 吸收池中的吸光度约为 0.246。

4.8.2.5 结果计算

样品中的总铜含量 $w(\text{Cu})$,以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(3)计算:

$$w(\text{Cu}) = \frac{2.5 m_2}{m_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——整分样品中铜的质量,单位为微克(μg)。

m_1 ——样品的质量,单位为克(g)。

4.8.3 总锰含量的测定——分光光度计法

4.8.3.1 试剂

4.8.3.1.1 磷酸溶液

于 700 cm³ 水中加入 200 cm³ 磷酸($\rho=1.75 \text{ g/cm}^3$),冷却并稀释至 1 000 cm³。

4.8.3.1.2 锰标准溶液

将 0.143 6 g 高锰酸钾溶于 250 cm³ 的水中,用二氧化硫气体还原并稍微过量溶于水,稀释至 500 cm³。

1 cm³ 该溶液含 100 μg 的 Mn。

4.8.3.1.3 高碘酸钾

4.8.3.2 装置

实验室常规装置及:

4.8.3.2.1 分析天平,精度 0.1 mg。

4.8.3.2.2 分光光度计,能在 520 nm~525 nm 波长使用,配有 4 cm 吸收池。

4.8.3.2.3 容量瓶,容积 100 cm³。

4.8.3.2.4 烧杯,容积 250 cm³。

4.8.3.3 步骤

4.8.3.3.1 将 50 cm³ 的备用样品溶液(4.8.1)转移到一个 250 cm³ 的烧杯(4.8.3.2.4)中,加 25 cm³ 的磷酸(4.8.3.1.1)和 0.5 g 高碘酸钾(4.8.3.1.3)。

4.8.3.3.2 加热煮沸,并缓缓加热至刚产生粉红色的高锰酸盐。

4.8.3.3.3 使溶液保持微沸 3 min~4 min,冷却、在单刻度容量瓶(4.8.3.2.3)中稀释至 100 cm³。

将此溶液注入分光光度计(4.8.3.2.2)的一个吸收池内。

4.8.3.3.4 在 520 nm~525 nm 的波长处测定溶液的吸光度。

4.8.3.3.5 以同样的方法作空白试验,并从样品溶液的吸光度中减去空白试验的吸光度。

4.8.3.3.6 从校正曲线上(4.8.3.4)读出锰的质量,单位为微克(μg)。

4.8.3.4 校正

将 0~30 cm^3 范围内准确测量了体积的锰标准溶液(4.8.3.1.2)倒入一组 250 cm^3 的烧杯(4.8.3.2.4)中,按 4.8.3.3 叙述的方法处理,以锰含量(μg)对吸光度描一条校正曲线。

4.8.3.5 结果计算

样品中的总锰含量 $w(\text{Mn})$,以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(4)计算:

$$w(\text{Mn}) = \frac{5m_3}{m_1} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_3 ——整分样品溶液中锰的质量,单位为微克(μg)。

m_1 ——样品的质量,单位为克(g)。

4.8.4 总铁含量的测定——分光光度计法

4.8.4.1 试剂

4.8.4.1.1 联吡啶溶液

将 0.2 g(精确至 0.1 mg)的 2,2'-联吡啶溶于 100 cm^3 的 7.3 g/ dm^3 盐酸溶液中。

4.8.4.1.2 乙酸钠缓冲溶液

将 136 g 的乙酸钠三水合物溶解于水中,加水稀释至 1 000 cm^3 。

4.8.4.1.3 铁标准备用溶液

将(0.500 0 $\pm$ 0.000 2)g 的纯铁溶解于 15 cm^3 盐酸(73 g/ dm^3)中,转移至 1 000 cm^3 的容量瓶中,加水稀释至刻度。

4.8.4.1.4 铁标准工作溶液

准确吸取 25 cm^3 的标准备用溶液(4.8.4.1.3),加水稀释至 250 cm^3 。

1 cm^3 的该溶液含 50 μg 的 Fe。

4.8.4.1.5 氯化羟铵;5 g/100 cm^3 水溶液。

4.8.4.2 装置

实验室常规装置及:

4.8.4.2.1 分析天平,精度 0.1 mg。

4.8.4.2.2 分光光度计,能在 520 nm 波长处使用,配有 1 cm 的吸收池。

4.8.4.2.3 容量瓶,容量 50 cm^3 和 1 000 cm^3 ,GB/T 12806 A 级。

4.8.4.2.4 pH 计或 pH 试纸,精度 0.1 pH 单位。

4.8.4.3 步骤

4.8.4.3.1 将 10 cm^3 的备用溶液(4.8.1)转移到一个 100 cm^3 的烧杯中,加乙酸钠缓冲溶液(4.8.4.1.2)直至 pH 为 4.8~5.0。

4.8.4.3.2 加入 1 cm^3 氯化羟铵溶液(4.8.4.1.5)和 5 cm^3 的联吡啶(4.8.4.1.1)溶液。将此溶液全量转移至一个 50 cm^3 的容量瓶(4.8.4.2.3)中,并加水稀释至 50 cm^3 。

4.8.4.3.3 于 520 nm 波长处在 1 cm^3 的吸收池中,用分光光度计测定溶液的吸光度。

4.8.4.3.4 测定按样品溶液同样方法准备、但不含备用样品溶液的空白溶液的吸光度(用相同波长和相同尺寸的吸收池),自 4.8.4.3.3 中得到的吸光度中减去空白溶液的吸光度。

从校正曲线上读出铁的质量,单位为微克(μg)。

4.8.4.4 校正

将(0~10) cm^3 范围内准确测量了体积的整分铁标准工作溶液(4.8.4.1.4)倒入一组 50 cm^3 单刻度

容量瓶(4.8.4.2.3)中、按 4.8.4.3 叙述的方法处理,以铁含量(μg)对吸光度描一条校正曲线。

4.8.4.5 结果计算

样品中的总铁含量, $w(\text{Fe})$ 以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(5)计算:

$$w(\text{Fe}) = \frac{25m_4}{m_1} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_4 ——整分样品中铁的质量,单位为微克(μg);

m_1 ——样品的质量,单位为克(g)。

5 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 采用本标准的信息;
- b) 样品的详细说明;
- c) 测定铜、铁、锰的含量的试验方法(分光光度计法或原子吸收法);
- d) 试验条件;
- e) 样品质量;
- f) 试验结果;
- g) 与本标准的不同之处;
- h) 试验日期。

附录 A

(规范性附录)

总铜含量的测定——原子吸收方法

A.1 原理

样品用盐酸溶解,残留的不溶物用氢氟酸和硫酸浸煮,使硅成为四氟化硅挥发出去(4.8.1)。

样品中的任何金属都要溶解在硝酸中,然后溶液被混合、稀释,并吸入原子吸收分光计(AAS)的火焰中,在波长 324.7 nm 处进行测定。

A.2 试剂和材料

所有试剂均为分析纯,用去离子水或相同纯度的水。

A.2.1 乙炔,压缩后的气体。

A.2.2 空气,压缩后的气体。

A.2.3 盐酸溶液,质量分数为 10%。

用 50 cm³ 水稀释 20 cm³ 质量分数为 35% 的盐酸, $\rho=1.18$ g/cm³。

A.2.4 氢氟酸溶液,质量分数为 40%, $\rho=1.13$ g/cm³。

A.2.5 硫酸溶液,质量分数为 98%, $\rho=1.84$ g/cm³。

A.2.6 硝酸溶液,质量分数为 68%, $\rho=1.42$ g/cm³。

A.2.7 铜标准溶液, 1 g/dm³

在一个 100 cm³ 烧杯中,将(1.000±0.001)g 高纯铜溶于 10 cm³ 水和 5 cm³ 硝酸溶液(A.2.6)的混合液中,在通风橱内煮沸,以排出氧化氮,冷却,转入一个 1 000 cm³ 容量瓶中,加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 1 mg 铜。

A.2.8 铜标准溶液, 50 mg/dm³

用移液管将 50.0 cm³ 浓度为 1 g/dm³ 的铜标准溶液(A.2.7)移入一个 1 000 cm³ 容量瓶中,加 5 cm³ 硝酸溶液(A.2.6),并加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 50 μ g 铜。

A.2.9 铜标准溶液, 10 mg/dm³

用移液管将 50.0 cm³ 浓度为 50 mg/dm³ 铜标准溶液(A.2.8)移入一个 250 cm³ 容量瓶中,加 1 cm³ 硝酸溶液(A.2.6),并加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 10 μ g 铜。

注:可用市售符合要求的标准溶液代替 A.2.7、A.2.8、A.2.9。

A.3 装置

实验室常规装置及:

A.3.1 铂坩埚,容积约 35 cm³。

A.3.2 原子吸收分光计,装有空气—乙炔燃烧器。

A.3.3 分析天平,精度为 0.1 mg。

A.4 步骤

A.4.1 空白实验

空白实验溶液的制备与样品溶液的制备相同,用同样的试剂和同样的步骤,但不加样品。

A.4.2 校准曲线的绘制

A.4.2.1 标准校准溶液的制备

将铜标准溶液(A.2.9)按照表 A.1 规定的体积分别转移到一组 6 个 50 cm³ 的容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。

表 A.1 测定铜的标准校准溶液

铜标准溶液(A.2.9)的体积/cm ³	对应的铜含量/(μg/cm ³)
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

A.4.2.2 分光计的校准

依据仪器生产厂使用说明,依次将每份标准校准溶液(A.4.2.1)吸入原子吸收分光计的火焰中,记录在波长 324.7 nm 处的吸光度。

每次测定后将水吸入火焰中。

A.4.2.3 绘制曲线

绘制一条曲线,其横坐标为铜含量,单位是微克每立方厘米(μg/cm³),纵坐标为相应的吸光度。

A.4.3 测量

A.4.3.1 样品溶液的准备

见 4.8.1。

A.4.3.2 分光计测定

依据仪器生产厂使用说明,将样品溶液(A.4.3.1)和空白实验溶液(A.4.1)吸入原子吸收分光计的火焰中,并在波长 324.7 nm 处测定吸光度。重复这一步骤,分别记录样品溶液和空白实验溶液吸光度的平均值。

每次测定后将水吸入火焰中。

如果样品溶液的吸光度比铜含量最高的标准校准溶液吸光度大,则用水将 5 cm³ 样品溶液稀释到 50 cm³,重复测定并在结果表示中乘以稀释倍数。

A.5 结果表示

查校准曲线,确定对应于样品溶液和空白实验溶液吸光度的铜含量。

以毫克每千克(mg/kg)表示的样品总铜含量 $w(\text{Cu})$,按式(A.1)计算:

$$w(\text{Cu}) = \frac{250(c_1 - c_2)}{m} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

c_1 ——样品溶液铜含量,单位为微克每立方厘米(μg/cm³);

c_2 ——空白实验溶液铜含量,单位为微克每立方厘米(μg/cm³);

m ——样品质量,单位为克(g);

250——样品溶液体积的数值,单位为立方厘米(cm³)。

如果样品溶液按 A.4.3.2 叙述进行了稀释,应在式(A.1)的右边乘 10。

计算结果精确到 0.1 mg/kg。

附录 B

(规范性附录)

总锰含量的测定——原子吸收方法

B.1 原理

原理与测定总铜含量一样(附录 A)。只是样品溶液的吸光度是在 279.5 nm 波长处测定,并与锰的标准溶液的吸光度进行比较。

本方法适用于锰含量在 125 mg/kg 以下的测定,并有措施可使范围扩大到 1 250 mg/kg。

B.2 试剂和材料

所有试剂均为分析纯,用去离子水或相同纯度的水。

B.2.1 乙炔,见 A.2.1。

B.2.2 空气,见 A.2.2。

B.2.3 盐酸溶液,见 A.2.3。

B.2.4 氢氟酸溶液,见 A.2.4。

B.2.5 硫酸溶液,见 A.2.5。

B.2.6 硝酸溶液,见 A.2.6。

B.2.7 锰标准溶液,1 g/dm³

在一个 400 cm³ 烧杯中,把(1.000±0.001)g 不含氧化物的高纯锰溶于 50 cm³ 水和 5 cm³ 硝酸溶液(B.2.6)的混合液中,在通风橱内煮沸,以排出氧化氮,冷却,转入一个 1 000 cm³ 容量瓶中,加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 1 mg 锰。

B.2.8 锰标准溶液,50 mg/dm³

用移液管将 50.0 cm³ 浓度为 1 g/dm³ 锰标准溶液(B.2.7)移入一个 1 000 cm³ 容量瓶中,加 5 cm³ 硝酸溶液(B.2.6),加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 50 μg 锰。

B.2.9 锰标准溶液,10 mg/dm³

用移液管将 50.0 cm³ 浓度为 50 mg/dm³ 锰标准溶液(B.2.8)移入一个 250 cm³ 容量瓶中,加 1 cm³ 硝酸溶液(B.2.6),加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 10 μg 锰。

注:可用市售符合要求的标准溶液代替 B.2.7、B.2.8、B.2.9。

B.3 装置

同 A.3。

B.4 步骤

B.4.1 空白实验

见 A.4.1。

B.4.2 校准曲线的绘制

B.4.2.1 标准校准溶液的制备

将锰标准溶液(B.2.9)按照表 B.1 规定的体积分别转移到一组 6 个 50 cm³ 的容量瓶中,加水稀释

至刻度、混匀。

表 B.1 测定锰的标准校准溶液

锰标准溶液(B.2.9)的体积/cm ³	对应的锰含量/(μg/cm ³)
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

B.4.2.2 分光计的校准

依据仪器生产厂使用说明,依次将每份标准校准溶液(B.4.2.1)吸入原子吸收分光计的火焰中并记录在波长 279.5 nm 处的吸光度。

每次测定后将水吸入火焰中。

B.4.2.3 绘制曲线

绘制一条曲线,其横坐标为锰含量,单位是微克每立方厘米(μg/cm³),纵坐标为相应的吸光度。

B.4.3 测量

B.4.3.1 样品溶液的准备

见 4.8.1。

B.4.3.2 分光计测定

依据仪器生产厂使用说明,将样品溶液(B.4.3.1)和空白实验溶液(B.4.1)吸入原子吸收分光计的火焰中,并在波长 279.5 nm 处测定吸光度。重复这一步骤,分别记录样品溶液和空白实验溶液吸光度的平均值。

每次测定后将蒸馏水吸入火焰中。

如果样品溶液的吸光度比锰含量最高的标准校准溶液吸光度大,则用水将 5 cm³ 样品溶液稀释到 50 cm³,重复测定并在结果表示中乘以稀释倍数。

B.5 结果表示

查校准曲线,确定对应于样品溶液和空白实验溶液吸光度的锰含量。

以毫克每千克(mg/kg)表示的样品总锰含量 $w(\text{Mn})$,按式(B.1)计算:

$$w(\text{Mn}) = \frac{250(c_3 - c_4)}{m} \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中:

c_3 ——样品溶液锰含量,单位为微克每立方厘米(μg/cm³);

c_4 ——空白实验溶液锰含量,单位为微克每立方厘米(μg/cm³);

m ——样品质量,单位为克(g);

250——样品溶液体积的数值,单位为立方厘米(cm³)。

如果样品溶液按 B.4.3.2 叙述进行了稀释,应在式(B.1)的右边乘 10。

计算结果精确到 0.1 mg/kg。

附录 C

(规范性附录)

总铁含量的测定——原子吸收方法

C.1 原理

原理与测定总铜含量一样(附录 A)。只是样品溶液的吸光度是在 248.3 nm 波长处测定,并与铁的标准溶液的吸光度进行比较。

本方法适用于铁含量在 125 mg/kg 以下的测定,并有措施可使范围扩大到 2 500 mg/kg。

C.2 试剂和材料

所有试剂均为分析纯,用去离子水或相同纯度的水。

C.2.1 乙炔,见 A.2.1。

C.2.2 空气,见 A.2.2。

C.2.3 盐酸溶液,见 A.2.3。

C.2.4 氢氟酸溶液,见 A.2.4。

C.2.5 硫酸溶液,见 A.2.5。

C.2.6 硝酸溶液,见 A.2.6。

C.2.7 铁标准溶液,1 g/dm³

在一个 100 cm³ 烧杯中,把(1.000±0.001)g 高纯铁溶于 10 cm³ 水和 5 cm³ 盐酸溶液(C.2.3)的混合液中。在通风橱内煮沸,直到溶解完全,冷却,转入一个 1 000 cm³ 容量瓶中,加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 1 mg 铁。

C.2.8 铁标准溶液,50 mg/dm³

用移液管将 50.0 cm³ 浓度为 1 g/dm³ 铁标准溶液(C.2.7)移入一个 1 000 cm³ 容量瓶中,加 5 cm³ 盐酸溶液(C.2.3),加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 50 μg 铁。

C.2.9 铁标准溶液,10 mg/dm³

用移液管将 50.0 cm³ 浓度为 50 mg/dm³ 铁标准溶液(C.2.8)移入一个 250 cm³ 容量瓶中,加 1 cm³ 盐酸溶液(C.2.3),加水至刻度,混匀。

1 cm³ 此标准溶液含 10 μg 铁。

注:可用市售符合要求的标准溶液代替 C.2.7、C.2.8、C.2.9。

C.3 装置

同 A.3。

C.4 步骤

C.4.1 空白实验

见 A.4.1。

C.4.2 校准曲线的绘制

C.4.2.1 标准校准溶液的制备

将浓度为 10 mg/dm³ 的铁标准溶液(C.2.9)按照表 C.1 规定的体积分别转移到一组 6 个 50 cm³ 的容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀。

表 C.1 测定铁的标准校准溶液

铁标准溶液(C.2.9)的体积/cm ³	对应的铁含量/(μg/cm ³)
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

C.4.2.2 分光计的校准

依据仪器生产厂使用说明,依次将每份标准校准溶液(C.4.2.1)吸入原子吸收分光计的火焰中并记录在波长 248.3 nm 处的吸光度。

每次测定后将水吸入火焰中。

C.4.2.3 绘制曲线

绘制一条曲线,其横坐标为铁含量,单位是微克每立方厘米(μg/cm³),纵坐标为相应的吸光度。

C.4.3 测旦

C.4.3.1 样品溶液的准备

见 4.8.1。

C.4.3.2 分光计测定

依据仪器生产厂使用说明,将样品溶液(C.4.3.1)和空白实验溶液(C.4.1)吸入原子吸收光谱仪的火焰中,并在波长 248.3 nm 处测定吸光度。重复这一步骤,分别记录样品溶液和空白实验溶液吸光度的平均值。

每次测定后将水吸入火焰中。

如果样品溶液的吸光度比铁含量最高的标准校准溶液吸光度大,则用水将 5 cm³ 样品溶液稀释到 100 cm³,重复测定并在结果表示中乘以稀释倍数。

C.5 结果表示

查校准曲线,确定对应于样品溶液和空白实验溶液吸光度的铁含量。

以毫克每千克(mg/kg)表示的样品总铁含量 $w(\text{Fe})$,按式(C.1)计算:

$$w(\text{Fe}) = \frac{250(c_s - c_6)}{m} \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

c_s ——样品溶液铁含量,单位为微克每立方厘米(μg/cm³);

c_6 ——空白实验溶液铁含量,单位为微克每立方厘米(μg/cm³);

m ——样品质量,单位为克(g);

250——样品溶液体积的数值,单位为立方厘米(cm³)。

如果样品溶液按 C.4.3.2 叙述进行了稀释,应在式(C.1)的右边乘 20。

计算结果精确到 0.1 mg/kg。

附 录 D
(资料性附录)

天然碳酸钙的分类和典型的物理、化学性质

注：本附录仅给出信息，不构成本标准条文。

D.1 依据细度和化学纯度进行分类

碳酸钙按表 D.1 分为 6 类，其中：
A 和 B 表示细度；
1、2 和 3 表示纯度。

D.2 物理、化学性质的典型值

表 D.1 中列出的物理、化学性质的典型值是使用第 4 章叙述的方法测定的。

表 D.1 物理、化学性质的典型值

性 质	单 位	典 型 值					
		A1	A2	A3	B1	B2	B3
45 μm 筛余物质量分数 $\leq$	%	0.5	0.5	0.5	5	5	5
125 μm 筛余物质量分数 $\leq$	%	0.005	0.005	0.005	0.1	0.1	0.1
碳酸钙(干燥试样)质量分数 $\geq$	%	98	96	94	98	96	94
105℃加热减量质量分数 $\leq$	%	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
1 000℃灼烧减量(干燥试样)质量分数	%	43~44.5	42~44.5	41~44.5	43~44.5	42~44.5	41~44.5
碱度(如碳酸钠)质量分数 $\leq$	%	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
总 Cu 含量 $\leq$	mg/kg	15	30	30	15	30	30
总 Mn 含量 $\leq$	mg/kg	100	400	400	100	400	400
总 Fe 含量 $\leq$	mg/kg	250	1 000	2 500	250	1 000	2 500
密度(典型值)	g/cm ³	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶配合剂 天然碳酸钙 试验方法
GB/T 20460—2006

*

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 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 30 千字
2006年12月第一版 2006年12月第一次印刷

*

书号:155066·1-28667 定价 13.00 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



GB/T 20460—2006