



中华人民共和国国家标准

GB/T 4498.1—2013
代替 GB/T 4498—1997

橡胶 灰分的测定 第 1 部分：马弗炉法

Rubber—Determination of ash—
Part 1: Muffle furnace method

(ISO 247:2006, Rubber—Determination of ash, MOD)

2013-12-31 发布

2014-09-01 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

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

橡胶 灰分的测定

第 1 部分:马弗炉法

GB/T 4498.1—2013

*

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 0.5 字数 10 千字

2014 年 6 月第一版 2014 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49118 定价 14.00 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)68510107

前 言

GB/T 4498《橡胶 灰分的测定》分为两个部分：

- 第1部分：马弗炉法；
- 第2部分：热重分析法。

本部分为 GB/T 4498 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4498—1997《橡胶 灰分的测定》，与 GB/T 4498—1997 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了标准名称；
- 修改了规范性引用文件中的引用标准(见第2章,1997版的第2章)；
- 仪器中增加了分析天平(见5.1)；
- 增加了试样的大小和通入空气的时间(见7.1、7.2)；
- 增加了直接灰化法(见7.1)；
- 增加了混炼胶的允许差(见9.3)。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 247:2006《橡胶 灰分的测定》。本部分与 ISO 247:2006 的主要技术性差异及原因如下：

- 修改了标准名称；
- 规范性引用文件一章所列的国际标准分别用采用该文件的我国国家标准代替(见第2章)；
- 仪器中增加了分析天平、调温电炉(见5.1、5.4)；
- 增加了试样的大小和通入空气的时间,易于操作(见7.1、7.2)；
- 增加了直接灰化法,易于操作(见7.1)；
- 增加了方法的允许差,提高可操作性(见第9章)。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中国热带农业科学院农产品加工研究所。

本部分主要起草人：李晓银、卢光、杨芳、吴毅、翟月勤、魏玉丽、孙丽君、李淑萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况：

- GB 4498—84；GB/T 4498—1997；
- GB 6736—86；
- GB 8085—87。

橡胶 灰分的测定

第 1 部分:马弗炉法

警告——使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全规程并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

GB/T 4498 的本部分规定了测定生橡胶、混炼胶和硫化橡胶灰分的两种方法。除下列所述限制外,本部分适用于 GB/T 5576 中的 M、N、O、R 和 U 类的生橡胶、混炼胶或硫化橡胶。

——方法 A 不适用于测定含氯、溴或碘的各种混炼胶和硫化橡胶的灰分。

——方法 B 适用于测定含有氯、溴或碘的混炼胶或硫化橡胶,但不适用于未混炼橡胶。

——含锂和氟的化合物可能会与石英坩埚反应生成挥发性化合物,致使灰分的测定结果偏低。灰化含氟橡胶和锂聚合橡胶应使用铂坩埚。

本部分不涉及解释因混炼胶或硫化橡胶中的无机配合剂而产生的灰分。这是分析工作者的责任,他们应该了解各种橡胶配合剂在高温下的行为。

这两种方法不一定能得到相同的结果,因此在试验报告中应说明所用的方法。

2 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 5576 橡胶和胶乳 命名法(GB/T 5576—1997, idt ISO 1629:1996)

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法(GB/T 15340—2008, ISO 1795:2000, IDT)

GB/T 24131 生橡胶 挥发分含量的测定(GB/T 24131—2009, ISO 248:2005, MOD)

3 方法概要

3.1 方法 A

将已称量试样放入坩埚中,在调温电炉(或本生灯)上加热。待挥发性的分解产物逸去后,将坩埚转移到马弗炉中继续加热直至含碳物质被全部烧尽,并达到质量恒定。

3.2 方法 B

将已称量试样放入坩埚中,在硫酸存在下用调温电炉(或本生灯)加热,然后放入马弗炉内灼烧,直至含碳物质被全部烧尽,并达到质量恒定。

4 试剂

硫酸(仅用于方法 B):分析纯, $\rho = 1.84 \text{ g/cm}^3$ 。

5 仪器

5.1 分析天平:能够精确至 0.1 mg。

5.2 坩埚:容积约为 50 mL 的瓷坩埚、石英坩埚或铂坩埚。对于合成生橡胶,可用每克试样至少 25 mL 容积的坩埚。

5.3 耐热隔热板:100 mm×100 mm,厚度约 5 mm,中心开有放坩埚(5.2)的圆孔。使坩埚约三分之二的部分露于此板之下。

注:可使用石棉板。

5.4 调温电炉或本生灯。

5.5 马弗炉:装有烟道并能控制通入炉内的气流(可以用炉门开度的大小来调节)。备有温控装置,使炉温保持在 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6 取样与试样制备

6.1 天然生橡胶试样应从按 GB/T 15340 制得的均匀化胶样中切取。合成生橡胶试样应从按 GB/T 24131 测定完挥发分后的干胶中切取。

6.2 混炼胶试样应用手工剪碎。

6.3 硫化橡胶试样应在开炼机上压成薄片或压碎,也可用手工剪碎。

6.4 混炼胶和硫化橡胶试样应具有代表性。

7 操作步骤

7.1 方法 A

将清洁而规格适当的空坩埚(5.2)放在温度为 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉(5.5)内加热约 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.1 mg。根据估计的灰分量,称取约 5 g 生橡胶试样或 1 g~5 g 混炼胶或硫化橡胶试样,精确至 0.1 mg,剪成边长不大于 5 mm 的颗粒。将试样放入耐热隔热板(5.3)上的坩埚内。在通风橱中,用调温电炉(或本生灯)(5.4)慢慢加热坩埚,避免试样着火。如果试样因溅出或溢出而损失,必须重新取试样,按照上述步骤重新试验。

将橡胶分解炭化后,逐渐升高温度直至挥发性分解物质排出,留下干的炭化残余物。将盛有残余物的坩埚移入炉温 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中,加热 1 h 后微启炉门通入足量的空气使残余物氧化。

继续加热直至炭化残余物变成灰为止。从炉中取出坩埚,放入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.1 mg。将此坩埚再放入 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中加热约 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温,再称量,精确至 0.1 mg。对于生橡胶,前后两次质量之差不应大于 1 mg 为质量恒定,对于混炼胶和硫化橡胶,不应大于灰分的 1%。如果达不到此要求,重新加热、冷却、称量,直至连续两次称量结果之差符合上述要求为止。

对于生橡胶和部分混炼胶、硫化橡胶,可采用直接灰化法。将已称量试样用直径为 11 cm~15 cm 的定量滤纸包裹,置于预先在 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒重的坩埚内,将坩埚直接放入温度为 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中,迅速关闭炉门,加热 1 h 后微启炉门通入足量的空气,继续加热直至含碳物质被全部烧尽,并达到上述质量恒定。

注:对于混炼胶和硫化橡胶,所用温度可以为 $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 方法 B

将清洁而规格适当的空坩埚(5.2)放在温度为 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉(5.5)内加热约 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.1 mg。称取 1 g~5 g 混炼胶或硫化橡胶试样,精确至 0.1 mg,剪成边长不大于 5 mm 的颗粒。将试样放入坩埚内,加入约 3.5 mL 浓硫酸,使橡胶完全润湿。将装有试样的坩埚置于耐热隔热板(5.3)孔内。在通风橱中,用调温电炉(或本生灯)(5.4)慢慢加热。如果反应开始阶段,混合物膨胀严重,则撤掉热源以避免试样的损失。

当反应变得较为缓慢时,升高温度,直到过量的硫酸挥发掉,留下干的炭化残余物为止。将盛有残余物的坩埚移入温度为 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中加热约 1 h,直到被氧化成净灰为止。从马弗炉中取出盛灰的坩埚放入干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.1 mg。然后再将此盛灰坩埚放入 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中,加热约 30 min 后,取出放入干燥器中冷却至室温,再称量,精确至 0.1 mg。

如果两次称量之差大于灰分的 1%,则重复加热、冷却和称量操作步骤,直至连续两次称量之差小于灰分的 1%为质量恒定。

8 结果计算

灰分含量 x 以试样的质量分数计,按式(1)进行计算:

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

式中:

m_2 ——坩埚与灰分质量,单位为克(g);

m_1 ——空坩埚质量,单位为克(g);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的平均值作为试验结果。所得结果表示至两位小数。

9 允许差

9.1 天然生橡胶

两次平行测定结果之差不大于 0.02%。

9.2 合成生橡胶

——灰分含量小于 0.07%时,两次平行测定结果之差不大于 0.02%;

——灰分含量在 0.08%~0.24%时,两次平行测定结果之差不大于 0.03%;

——灰分含量在 0.25%~1.00%时,两次平行测定结果之差不大于 0.08%。

9.3 混炼胶和硫化橡胶

——灰分含量在 1.00%~5.00%时,两次测定平行结果之差不大于 0.20%;

——灰分含量在 5.00%~10.00%时,两次测定平行结果之差不大于 0.30%;

——灰分含量在 10.00%~50.00%时,两次测定平行结果之差不大于 0.40%。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分的编号；
 - b) 关于样品的详细说明；
 - c) 采用的方法(方法 A、直接灰化法或方法 B)；
 - d) 试验温度,以及方法 A 选用 950 ℃ 的理由；
 - e) 试验结果；
 - f) 试验日期。
-



GB/T 4498.1-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-49148

定价: 14.00 元