



中华人民共和国国家标准

GB/T 18866—2017
代替 GB/T 18866—2002

橡胶 酸消化溶解法

Rubber—Dissolution by acid digestion

(ISO 9028:2006, MOD)

2017-07-12 发布

2018-02-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 18866—2002《橡胶 酸消化溶解法》。与 GB/T 18866—2002 相比,主要技术变化如下:

- 增加盐酸溶液的配制方法(见 4.4);
- 修改了对试样制备的描述(见第 6 章,2002 年版的第 6 章);
- 修改了对试验过程的描述(见 7.2,2002 年版的 7.1)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 9028:2006《橡胶 酸消化溶解法》(英文版)。

本标准与 ISO 9028:2006 的技术性差异及其原因如下:

- a) 将“过氧化氢,质量分数为 38%”修改为“过氧化氢,质量分数为 30%”(见 4.7)。
- b) 关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,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 4498.1 代替 ISO 247。
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 8298 和 SH/T 1154 代替 ISO 124。
 - 用非等效采用国际标准的 GB/T 12806 代替 ISO 1042。
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 15340 代替 ISO 1795。

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(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位:徐州徐轮橡胶有限公司、三角轮胎股份有限公司、广州合成材料研究院有限公司、广州丰力橡胶轮胎有限公司、西双版纳州质量技术监督综合检测中心、赛轮金宇集团股份有限公司、北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人:韦帮凤、盛杰、倪淑杰、许秋焕、覃红阳、张龚敏、周秀良、商伟俊、刀建华、毕学瑞、李小雯、侯晓倩、丁晓英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 18866—2002。

橡胶 酸消化溶解法

警示——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

本标准规定了用硝酸或硝酸和硫酸的混合酸消化胶乳、生胶、混炼胶及橡胶制品的方法。

因为本标准方法操作过程中温度较低,可减少挥发性物质的损失。因此当橡胶制品中有挥发性元素或挥发性元素的组合(如 As, Sb, Bi 和 Zn+Cl, Cu+Cl 及 Pb+Cl)时,可用本标准方法减少挥发损失。

如果 GB/T 4498.1 不适用,建议使用本标准方法制备待测金属离子的溶液(如作为微量分析用)。本方法可以防止挥发性金属衍生物的损失或不溶性金属硅酸盐的形成(在干法灰化含有卤化橡胶或含有二氧化硅的试样时,可能出现这种情况)。

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 4498.1 橡胶 灰分的测定 第1部分:马弗炉法(GB/T 4498.1—2013, ISO 247:2006, MOD)

GB/T 8298 浓缩天然胶乳 总固体含量的测定(GB/T 8298—2008, ISO 124:1997, MOD)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—2011, ISO 1042:1998, NEQ)

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)

SH/T 1154 合成橡胶胶乳总固物含量的测定(SH/T 1154—2011, ISO 124:2008, MOD)

3 原理

3.1 方法 A

在敞口烧瓶中,试样用硫酸消化后再用硝酸氧化。

如果有硅或硅酸盐存在,为了使所有的硅都以硅的氟化物形式挥发掉,并生成金属硫酸盐,应用硫酸和氢氟酸处理。

3.2 方法 B

在内衬聚四氟乙烯的压力容器中,用硝酸消化溶解橡胶。

如果有硅或硅酸盐存在,为了使所有的硅都以硅的氟化物形式挥发掉,并生成金属硫酸盐,应用硫酸和氢氟酸处理。

4 试剂

4.1 除非另有说明,在分析过程中仅使用分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 4.2 硫酸: $\rho_{20}=1.84\text{ g/mL}$ 。
- 4.3 盐酸: $\rho_{20}=1.18\text{ g/mL}$ 。
- 4.4 盐酸溶液(1+2):1 体积的浓盐酸(4.3)与 2 倍体积的水混合稀释。
- 4.5 氢氟酸: $\rho_{20}=1.12\text{ g/mL}$ (质量分数 38%~40%)。
- 4.6 硝酸: $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$ 。
- 4.7 过氧化氢:质量分数为 30%。

5 仪器

试验室常用仪器以及:

- 5.1 天平:精确至 0.1 mg。
- 5.2 100 mL 带玻璃塞容量瓶:A 级,符合 GB/T 12806 的规定。
- 5.3 铂坩埚:容量 50 mL。
- 5.4 铂棒:作为搅拌用。
- 5.5 电加热板或砂浴。
- 5.6 凯氏烧瓶:容量为 250 mL。
- 5.7 过滤漏斗:直径 65 mm。
- 5.8 移液管:规格分别为 1 mL、5 mL、10 mL、20 mL。其中 5 mL 移液管应为塑料而不是玻璃制品,用来移取氢氟酸。
- 5.9 压力容器:由非磁性的高质量的不锈钢制成,容积 20 mL~50 mL,内衬聚四氟乙烯,并附带由聚四氟乙烯包裹的磁力搅拌棒和温度计。
- 5.10 电热板:配有磁转子。

6 样品制备

在样品制备的各个阶段,应小心避免污染。

为了使取样有代表性,应从样品的多个地方剪切至少 2 g 的橡胶样品用于橡胶金属元素含量的测定。生胶应按 GB/T 15340 规定的方法进行取样并进行试样制备。对于橡胶制品,应将其切割成重约 0.1 g 小颗粒后取样。对于胶乳中金属元素含量的测定,从充分混合的胶乳中取含至少 2 g 固体的样品并按照 GB/T 8298、SH/T 1154 规定干燥恒重。干燥后的胶乳试样可在室温下通过开炼机冷辊薄通 6 次制成薄片状,橡胶从放入辊筒开始处到从辊筒另一端取出为一次循环。

7 步骤

7.1 概要

消化反应应在通风橱内或消化架上进行,以免酸雾进入试验室空间。

7.2 方法 A——在敞口烧瓶中消化

7.2.1 准确称取不少于 2 g 的试样(第 6 章),精确至 2 mg,放入凯氏烧瓶(5.6)中,加硫酸(4.2)10 mL 然后慢慢加热直到试样分解。小心加入 5 mL 硝酸(4.6)。如果反应过于剧烈,则应在室温下将凯氏烧瓶放入盛冷水的烧杯中冷却至少 2 h 以后再加热。

有些品种的橡胶能引起明显的飞溅,如果出现这种情况,应换一个较大的凯氏烧瓶重新进行试验,先用硫酸分解,冷却后再加硝酸。将混合液放置较长一段时间(例如:放置一夜),然后再进行加热。

当初始反应平静下来后,再缓慢加热混合物直至不再发生剧烈反应,然后提高加热温度至混合液变暗。

加 1 mL 硝酸(4.6),加热直至溶液变暗。重复进行加入硝酸并加热的操作过程,直至消化液变成无色或浅黄色,进一步升高温度,直至消化液颜色不再变深为止。

如果消化操作时间较长,需再加约 1 mL 硫酸,以防止凯氏烧瓶内的反应物析出。

7.2.2 如果消化液中没有不溶物,冷却,加 0.5 mL 过氧化氢溶液(4.7)和 2 滴硝酸并加热至有烟雾冒出。重复上述操作直至溶液的颜色不再褪色为止。冷却,加入 10 mL 水稀释,再加热至有白色烟雾冒出。

最后,冷却溶液,加入 20 mL 稀盐酸(4.4)。将酸消化液转移到容量瓶(5.2)中,用水洗涤凯氏烧瓶 3 次,每次用 5 mL,洗涤液并入容量瓶中,并用水稀释至刻度。

7.2.3 如果消化液中含有不溶物,冷却,将消化液连同残渣转移到铂坩埚(5.3)中,用水洗涤 3 次,每次用 5 mL,蒸发至干,然后再灼烧直至碳全部烧掉。

某些金属元素如汞和砷有可能因挥发而损失,如果试样中含有这些元素,在不燃烧下干燥。

冷却,加几滴硫酸(4.2),加入 5 mL 氢氟酸(4.5),在加热装置(5.5)上用铂棒(5.4)搅拌并蒸发至干,重复此步骤两次。

冷却坩埚和残余物,加入 20 mL 稀盐酸(4.4)。如果溶液是澄清的,则将溶液转移到容量瓶(5.2)中,用水洗涤坩埚 3 次,每次用 5 mL,洗涤液并入容量瓶中,用水稀释至刻度。

如果溶液是浑浊的,则将溶液过滤到容量瓶中,用水洗涤坩埚 5 次,每次用 5 mL,将洗涤液也过滤到容量瓶中,然后用水稀释至刻度。

7.3 方法 B——在压力容器中消化

警告——在操作过程中,应将压力容器放在一个合适的保护罩的后面。

7.3.1 称取约 100 mg 试样(第 6 章),精确至 0.2 mg,放入压力容器(5.9)中,放入磁转子,加入 5 mL 硫酸(4.2)、3 mL 硝酸(4.6),按照压力容器的操作要求,关闭压力容器,插入温度计,把压力容器放在带加热装置的磁力搅拌器上,当加热到 135 °C~145 °C 时,开始搅拌,并在该温度下连续搅拌 2 h,然后,将压力容器冷却至室温,擦干压力容器,打开。

7.3.2 在大多数情况下,橡胶将被完全消化溶解。但如果试样没有全部溶解,则继续按 7.2.3 给出的步骤在敞口坩埚中进行操作。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

橡胶 酸消化溶解法

GB/T 18866—2017

*

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.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年7月第一版

*

书号: 155066 · 1-56957

版权专有 侵权必究



GB/T 18866-2017