

化学工业 标准汇编

橡胶原材料 (二)

中国石油和化学工业联合会
全国轮胎轮辋标准化技术委员会
全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会
中国质检出版社第二编辑室

编



中国质检出版社
中国标准出版社

化学工业标准汇编

橡胶原材料

(二)

中国石油和化学工业联合会
全国轮胎轮辋标准化技术委员会
全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会
中国质检出版社第二编辑室 编



T2-65/41

中国质检出版社

中国标准出版社

北京

图书在版编目(CIP)数据

化学工业标准汇编. 橡胶原材料. 2/中国石油和化学工业联合会等编. —北京:中国标准出版社, 2011
ISBN 978-7-5066-6295-6

I. ①化… II. ①中… III. ①化学工业-标准-汇编-中国②橡胶加工-原材料-标准-汇编-中国 IV. ①TQ-65
②TQ330.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 060456 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区复外三里河北街 16 号(100045)
网址: www.spc.net.cn
电话: (010)64275360 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 53.25 字数 1 587 千字
2011 年 5 月第一版 2011 年 5 月第一次印刷

*
定价 260.00 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

目 录

一、硫 化 剂

GB/T 2449—2006	工业硫磺	3
GB/T 9015—1998	工业六次甲基四胺	29
GB/T 9567—1997	工业三聚氰胺	35
GB/T 18952—2003	橡胶配合剂 硫磺 试验方法	46
HG/T 2525—1993(2004)	橡胶用不溶性硫磺	55
HG/T 2573—2006	工业轻质氧化镁	63

二、活 化 剂

GB/T 3185—1992	氧化锌(间接法)	79
GB/T 3494—1996	直接法氧化锌	88
GB/T 9103—1988	工业硬脂酸	93
GB/T 9104—2008	工业硬脂酸试验方法	95
HG/T 2526—2007	工业氯化亚锡	107
HG/T 3268—2002(2007)	工业用三乙醇胺	119
HG/T 3667—2000	硬脂酸锌	125

三、促 进 剂

GB/T 8829—2006	硫化促进剂 NOBS	133
GB/T 11407—2003	硫化促进剂 M	139
GB/T 11408—2003	硫化促进剂 DM	143
GB/T 21840—2008	硫化促进剂 TBBS	147
HG/T 2096—2006	硫化促进剂 CBS	155
HG/T 2334—2007	硫化促进剂 TMTD	163
HG/T 2343—1992(2004)	硫化促进剂 ETU(乙撑硫脲)	170
HG/T 2344—1992(2004)	硫化促进剂 TETD(二硫化四乙基秋兰姆)	174

四、防 老 剂

GB/T 1646—2003	2-萘酚	181
GB/T 8826—2003	防老剂 RD	189
GB/T 8827—2006	防老剂 PAN	193
GB/T 8828—2003	防老剂 4010NA	201
GB/T 11409—2008	橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法	207
GB/T 20646—2006	橡胶配合剂 对苯二胺(PPD)防老剂 试验方法	219
GB/T 21841—2008	防老剂 6PPD	233
HG/T 2564—2007	抗氧剂 DLTD	239

HG/T 2862—1997	防老剂 BLE	244
HG/T 3741—2004	抗氧剂 DSTDP	249

五、补强剂和填充剂

GB/T 2899—2008	工业沉淀硫酸钡	257
GB 3778—2003	橡胶用炭黑	268
GB/T 3780.1—2006	炭黑 第1部分:吸碘值试验方法	281
GB/T 3780.2—2007	炭黑 第2部分:吸油值的测定	297
GB/T 3780.4—2008	炭黑 第4部分:压缩试样吸油值的测定	312
GB/T 3780.5—2008	炭黑 第5部分:比表面积的测定 CTAB法	323
GB/T 3780.6—2007	炭黑 第6部分:着色强度的测定	336
GB/T 3780.7—2006	炭黑 第7部分:pH值的测定	347
GB/T 3780.8—2008	炭黑 第8部分:加热减量的测定	356
GB/T 3780.10—2009	炭黑 第10部分:灰分的测定	368
GB/T 3780.12—2007	炭黑 第12部分:杂质的检查	375
GB/T 3780.14—2010	炭黑 第14部分:硫含量的测定	379
GB/T 3780.15—2006	炭黑 第15部分:甲苯抽出物透光率的测定	391
GB/T 3780.17—2008	炭黑 第17部分:粒径的间接测定 反射率法	399
GB/T 3780.18—2007	炭黑 第18部分:在天然橡胶(NR)中的鉴定方法	406
GB/T 3780.21—2006	炭黑 第21部分:橡胶配合剂筛余物的测定 水冲洗法	415
GB/T 3781.5—2006	乙炔炭黑 第5部分:粗粒分的测定	423
GB/T 3781.6—2006	乙炔炭黑 第6部分:视比容的测定	429
GB/T 3781.8—2006	乙炔炭黑 第8部分:盐酸吸液量的测定	433
GB/T 3781.9—2006	乙炔炭黑 第9部分:电阻率的测定	439
GB/T 3782—2006	乙炔炭黑	445
GB/T 7767—2003	炭黑术语	451
GB/T 9578—2002	标准参比炭黑 3#	460
GB/T 9579—2006	橡胶配合剂 炭黑 在丁苯橡胶中的鉴定方法	465
GB/T 9580—2009	标准参比炭黑的鉴定方法	471
GB/T 10722—2003	炭黑 总表面积和外表面面积的测定 氮吸附法	481
GB/T 12827—2008	标准参比乙炔炭黑及鉴定方法	491
GB/T 13465.1—2002	不透性石墨材料力学性能试验方法 总则	497
GB/T 13465.2—2002	不透性石墨材料抗弯强度试验方法	503
GB/T 13465.3—2002	不透性石墨材料抗压强度试验方法	509
GB/T 13465.4—2002	不透性石墨材料冲击试验方法	513
GB/T 13465.5—2009	不透性石墨酚醛粘接剂收缩率试验方法	519
GB/T 13465.6—2009	不透性石墨管水压爆破试验方法	523
GB/T 13465.7—2009	不透性石墨增重率和填孔率试验方法	529
GB/T 13465.8—2009	不透性石墨粘接剂粘接剪切强度试验方法	533
GB/T 13465.9—2009	不透性石墨粘接剂粘接抗拉强度试验方法	537
GB/T 14853.1—2002	橡胶用造粒炭黑倾注密度的测定	541
GB/T 14853.2—2006	橡胶用造粒炭黑 第2部分:细粉含量和粒子磨损量的测定	545
GB/T 14853.4—2002	橡胶用造粒炭黑堆积强度的测定	553

GB/T 14853.5—2002	橡胶用造粒炭黑粒子尺寸分布的测定	557
GB/T 14853.6—2002	橡胶用造粒炭黑单个粒子破碎强度的测定	562
GB/T 15338—2008	炭黑试验方法精密度和偏差的确认	567
GB/T 15339—2008	橡胶配合剂 炭黑 在丁腈橡胶中的鉴定方法	581
GB/T 18951—2003	橡胶配合剂 氧化锌 试验方法	591
GB/T 18953—2003	橡胶配合剂 硬脂酸 定义及试验方法	598
GB/T 20460—2006	橡胶配合剂 天然碳酸钙 试验方法	613
HG/T 2298—2001	橡胶配合剂水分散体沉降量的测定方法	629
HG/T 2299—2001	橡胶配合剂水分散体总固体含量的测定	633
HG/T 2404—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅在丁苯胶中的鉴定	637
HG/T 2567—2006	工业活性沉淀碳酸钙	645
HG/T 2725—2007	散装炭黑采样标准方法	655
HG/T 2797.1—2007	硅铝炭黑 第1部分:筛余物的测定 水冲洗法	659
HG/T 2797.2—2007	硅铝炭黑 第2部分:吸碘值的测定	667
HG/T 2797.3—2007	硅铝炭黑 第3部分:邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定	677
HG/T 2797.4—2007	硅铝炭黑 第4部分:pH值的测定	681
HG/T 2797.5—2007	硅铝炭黑 第5部分:杂质的检查	689
HG/T 2797.6—2007	硅铝炭黑 第6部分:倾注密度的测定	693
HG/T 2797.7—2007	硅铝炭黑 第7部分:加热减量的测定	699
HG/T 2879.1—1997(2004)	橡胶配合剂 陶土 总铜含量的测定	704
HG/T 2879.2—1997(2004)	橡胶配合剂 陶土 铝含量的测定	709
HG/T 2879.3—1997(2004)	橡胶配合剂 陶土 硅含量的测定	714
HG/T 2879.4—1997(2004)	橡胶配合剂 陶土 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算	721
HG/T 2879.5—1997(2004)	橡胶配合剂 陶土 总铁含量的测定	725
HG/T 2879.6—1997(2004)	橡胶配合剂 陶土 总锰含量的测定	730
HG/T 2880—2007	硅铝炭黑	735
HG/T 3061—2009	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅	741
HG/T 3062—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 干燥样品二氧化硅含量的测定	749
HG/T 3063—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 颜色的比较法	755
HG/T 3064—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 45 μm 筛余物的测定	760
HG/T 3065—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 加热减量的测定	767
HG/T 3066—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 干燥样品灼烧减量的测定	776
HG/T 3067—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 水悬浮液 pH 值的测定	782
HG/T 3068—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 总铜含量的测定	789
HG/T 3069—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 总锰含量的测定	795
HG/T 3070—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 总铁含量的测定	801
HG/T 3071—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 折射率的测定	807
HG/T 3072—2008	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 邻苯二甲酸二丁酯(DBP)吸收值的测定	811
HG/T 3073—1999	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 比表面积的测定 氮吸附方法	824
HG/T 3748—2004	橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 水可溶物含量的测定 冷萃取法	839



一、硫化剂





中华人民共和国国家标准

GB/T 2449—2006
代替 GB/T 2449—1992



2006-09-14 发布

2007-02-01 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

本标准代替 GB/T 2449—1992《工业硫磺及其试验方法》。

本标准与 GB/T 2449—1992 相比主要变化如下：

- 标准名称由“工业硫磺及其试验方法”变更为“工业硫磺”；
- 硫的相对原子质量由 32.066 改为 32.065；
- 将优等品指标适当提高；
- 修改了固体硫磺中水分的质量分数的指标；
- 增加了液体硫磺的采样规定；
- 增加了测定硫磺的质量分数的另一种方法，原标准规定的方法确定为仲裁法；
- 增加了测定有机物的质量分数的另一种方法，原标准规定的方法确定为仲裁法；
- 增加了测定铁的质量分数的另一种方法，原标准规定的方法确定为仲裁法；
- 增加了固体硫磺可散装和取消了包装净含量的要求；
- 将 200℃时残渣的质量分数的测定、氯化物的质量分数的测定以及硒的质量分数的测定纳入资料性附录；
- 作了编辑性修改。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业硫和硫酸标准化技术归口单位归口。

本标准由南化集团研究院负责起草。

本标准主要起草人：张汝爱、邱爱玲、冯俊婷、贺艳、郑京荣。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- GB 2449～2458—1981；
- GB 7683～7685—1987；
- GB/T 2449—1992。

工 业 硫 磺

1 范围

本标准规定了工业硫磺的要求、采样、试验方法、检验规则、安全、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由石油炼厂气、天然气等回收制得的工业硫磺,也适用于焦炉气回收以及由硫铁矿等制得的工业硫磺。

化学符号:S

相对原子质量:32.065(按 2003 年国际相对原子质量)

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 190 危险货物包装标志

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,eqv ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 固体工业硫磺有块状、粉状、粒状和片状等,呈黄色或者淡黄色。液体工业硫磺可在其凝固后,按固体工业硫磺判别。

3.2 工业硫磺中不含有任何机械杂质。

3.3 工业硫磺按产品质量分为优等品、一等品和合格品,工业硫磺技术指标应符合表 1 的规定。

4 采样

4.1 固体工业硫磺采样方法

4.1.1 包装产品的采样

产品按照 GB/T 6678—2003 中 7.6.1 的规定确定采样单元数。从随机选定的每个采样单元中采样,不同形状的产品采样方式为:

——对于粒状、片状、粉状产品,用采样器插入 2/3 深处采样;

——对于块状产品,用手锤在不同部位敲取块径小于 25 mm 的碎块。

采得样品充分混合均匀后缩分成 2 kg 的实验室样品。

表 1

项 目			技术指标		
			优等品	一等品	合格品
硫(S)的质量分数/%			≥ 99.95	99.50	99.00
水分的质量分数/%	固体硫磺	≤ 2.0	2.0	2.0	2.0
	液体硫磺	≤ 0.10	0.50	1.00	
灰分的质量分数/%			≤ 0.03	0.10	0.20
酸度的质量分数[以硫酸(H ₂ SO ₄)计]/%			≤ 0.003	0.005	0.02
有机物的质量分数/%			≤ 0.03	0.30	0.80
砷(As)的质量分数/%			≤ 0.000 1	0.01	0.05
铁(Fe)的质量分数/%			≤ 0.003	0.005	—
筛余物的 质量分数 ^a /%	粒度大于 150 μm	≤ 0	0	0	3.0
	粒度为 75 μm~150 μm	≤ 0.5	1.0	4.0	
^a 表中的筛余物指标仅用于粉状硫磺。					

4.1.2 散装产品的采样

产品按照 GB/T 6679—2003 中 3.2.3.2 的规定确定采样单元(或点)数。从随机选定的每个采样单元(或点)上采样,不同形状的产品采样方式为:

- 对于粒状、片状产品,用采样器插入 0.3 m~0.5 m 的深处采样;
- 对于块状产品,用手锤在不同部位敲取块径小于 25 mm 的碎块。

采得样品充分混合均匀后缩分成 2 kg 的实验室样品。

4.2 液体工业硫磺采样方法

产品按照 GB/T 6680—2003 中第 7 章的规定采样,在不同环境条件下的采样方式:

- 在槽车灌注或排出过程中采样,用自动或机械截流的方法,周期性采取点样;
- 在槽车或贮存容器中采样,以实装液体硫磺为基准,分别从上、中、下部位采样,等体积混合成平均样品。

上述两种采样方式每个点样都不少于 0.2 kg。将点样合并,混合。凝固后为实验室样品。如果实验室样品大于 2 kg,则粉碎成直径小于 25 mm 的碎块,缩分成 2 kg 为实验室样品。

4.3 实验室样品处理

实验室样品等量分为试验样和保留样,分别装入样品瓶内密封。样品瓶上应贴上标签,标明产品名称、等级、批号、批量、采样日期、采样人等,其中保留样的保留时间由企业自定。

4.4 试样的制备

将取得的试验样磨碎至通过孔径为 2.00 mm 的试验筛(粉状硫磺不必研磨),以缩分法分成两份,一份供测定水分的质量分数、200℃时残渣的质量分数用。另一份继续磨碎至通过孔径为 600 μm 的试验筛,用缩分法分成两份,一份供测定灰分的质量分数、有机物的质量分数、铁的质量分数用;另一份继续磨碎至通过孔径为 250 μm 的试验筛,供测定硫的质量分数(重量法)、酸度的质量分数、砷的质量分数、氯的质量分数、硒的质量分数用。

5 试验方法

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 602—2002、GB/T 603—2002 的规定制备。

5.1 硫的质量分数的测定

5.1.1 差减法 仲裁法

5.1.1.1 原理

本方法通过扣除杂质(灰分、酸度、有机物和砷)的质量分数总和的方法,算得工业硫磺中的硫的质量分数。

5.1.1.2 结果计算

硫的质量分数 w_1 , 数值以%表示, 按公式(1)计算:

$$w_1 = 100 - (w_3 + w_4 + w_5 + w_6) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_3 ——按 5.3 测得的灰分的质量分数, 以%表示;

w_4 ——按 5.4 测得的酸度的质量分数, 以%表示;

w_5 ——按 5.5 测得的有机物的质量分数, 以%表示;

w_6 ——按 5.6 测得的砷的质量分数, 以%表示。

5.1.2 重量法

5.1.2.1 原理

将试料用二硫化碳洗脱后称量, 算得工业硫磺中的硫的质量分数。本方法适用于优等品硫磺中硫的质量分数的测定。

5.1.2.2 试剂

二硫化碳。

5.1.2.3 仪器

5.1.2.3.1 玻璃过滤坩埚, $P_{30}(G_3)$ 。

5.1.2.3.2 吸滤瓶: 500 mL。

5.1.2.3.3 真空泵: 60 L/min。

5.1.2.3.4 恒温干燥箱: 能控制温度 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 。

5.1.2.4 分析步骤

警告——二硫化碳有毒易燃, 相关操作应在通风橱内进行。

称取 2 g~3 g 试样(4.4), 精确至 0.000 1 g, 置于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 预先恒量的玻璃过滤坩埚中。

连接好抽气装置, 将坩埚置入吸滤瓶口, 用滴管向玻璃过滤坩埚中加适量的二硫化碳, 用玻璃棒搅拌使硫磺溶解, 开启真空泵抽滤。继续用二硫化碳洗涤溶解, 至绝大部分硫磺溶解后, 以二硫化碳洗涤坩埚和其底部。

将坩埚在恒温干燥箱内于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下烘 45 min, 冷却至室温, 再用二硫化碳洗涤 5~8 次, 在恒温干燥箱内于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下烘 30 min, 置于干燥器中冷却后称量, 精确至 0.000 1 g。按以上操作重复用二硫化碳处理直至连续两次称量相差不超过 0.000 2 g。

5.1.2.5 结果计算

硫的质量分数 w_1 , 数值以%表示, 按公式(2)计算:

$$w_1 = \left[1 - \frac{m_1}{m \times (100 - w_2) / 100} \right] \times 100 - w_4 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——干燥后残余物的质量的数值, 单位为克(g);

m ——试料的质量的数值, 单位为克(g);

w_2 ——按 5.2 测得的水分的质量分数, 以%表示;

w_4 ——按 5.4 测得的酸度的质量分数, 以%表示。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 0.05%。

5.2 水分的质量分数的测定

5.2.1 原理

试料在恒温干燥箱中于 80℃ 下干燥,称量其失去的质量即为失去水的质量。

5.2.2 仪器

5.2.2.1 称量瓶:直径 70 mm,高 35 mm。

5.2.2.2 恒温干燥箱:能控制温度 80℃±2℃。

5.2.3 分析步骤

称取约 25 g 试料(4.4),精确至 0.001 g,于 80℃±2℃ 预先恒量的称量瓶中,置于恒温干燥箱内,在 80℃±2℃ 下干燥 3 h,取出称量瓶置于干燥器中,冷却、称量,精确至 0.001 g。重复以上操作,直至连续两次称量相差不超过 0.002 g。如果干燥总时间超过 16 h 仍未恒量,则记录最后一次称量结果。

5.2.4 结果计算

水分的质量分数 w_2 ,数值以 % 表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——干燥后试料的的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

平行测定结果的绝对差值应符合表 2 的规定。

表 2

水分的质量分数/%	平行测定结果的绝对差值/%
≤0.10	≤0.05
>0.10~≤0.50	≤0.1
>0.50	≤0.2

5.3 灰分的质量分数的测定

5.3.1 原理

在空气中缓慢燃烧试料,然后在高温电炉中于温度 800℃~850℃ 下灼烧,冷却,称量。

5.3.2 仪器

5.3.2.1 瓷坩埚:50 mL。

5.3.2.2 电热板。

5.3.2.3 高温电炉:能控制温度 800℃~850℃。

5.3.3 分析步骤

称取约 25 g 试料(4.4),精确至 0.01 g,于 800℃~850℃ 预先恒量的瓷坩埚中,置于电热板上,使硫磺缓慢燃烧。燃烧完毕后,移至高温电炉内,在 800℃~850℃ 的温度下灼烧 40 min,取出瓷坩埚,置于干燥器中,冷却至室温,称量。重复以上操作,直至连续两次称量相差不超过 0.000 5 g。

5.3.4 结果计算

灰分的质量分数 w_3 ,数值以 % 表示,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m \times (100 - w_2)/100} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——试料灼烧后灰分的的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——按 5.2 测得的水分的质量分数的数值,以%表示。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

平行测定结果的绝对差值应符合表 3 的规定。

表 3

灰分的质量分数/%	平行测定结果的绝对差值/%
≤ 0.03	≤ 0.003
$> 0.03 \sim \leq 0.07$	≤ 0.005
$> 0.07 \sim \leq 0.10$	≤ 0.01
$> 0.10 \sim \leq 0.30$	≤ 0.02
> 0.30	≤ 0.05

5.4 酸度的质量分数的测定

5.4.1 原理

用水-异丙醇混合液萃取硫磺中的酸性物质,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂

本试验中的用水除应符合 GB/T 6682 三级水规定要求外,使用前还应煮沸并冷却。

5.4.2.1 异丙醇。

5.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601—2002 的规定配制和标定 $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 的标准滴定溶液,将该标准滴定溶液再稀释 10 倍而得。

5.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取试样约 25 g(4.4),精确至 0.01 g,置于 250 mL 具磨口塞的锥形瓶中,加 25 mL 异丙醇(5.4.2.1),盖上瓶塞,使硫磺完全润湿,然后再加 50 mL 水,塞上瓶塞,摇振 2 min,放置 20 min,其间不时地摇振,加 3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液(5.4.2.2)滴至粉红色并保持 30 s 不褪。同时做空白试验。

5.4.4 结果计算

酸度的质量分数以硫酸(H_2SO_4)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM/2}{m \times (100 - w_2)/100} \times 100 = \frac{5(V - V_0)cM}{m(100 - w_2)} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V ——滴定时耗用氢氧化钠标准滴定溶液(5.4.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时耗用氢氧化钠标准滴定溶液(5.4.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——按 5.2 测得的水分的质量分数,以%表示;

M ——硫酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=98.08$)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

平行测定结果的绝对差值应符合表 4 的规定。

表 4

酸度的质量分数/%	平行测定结果的绝对差值/%
$\leq 0.002\ 0$	$\leq 0.000\ 3$
$> 0.002\ 0 \sim \leq 0.006\ 0$	$\leq 0.000\ 4$
$> 0.006\ 0 \sim \leq 0.020$	≤ 0.002
> 0.020	≤ 0.003

5.5 有机物的质量分数的测定

5.5.1 滴定法 仲裁法

5.5.1.1 原理

试料在氧气流中燃烧,生成二氧化硫、三氧化硫,在铬酸和硫酸溶液中被氧化吸收。试料中的有机物燃烧生成二氧化碳,用氢氧化钡溶液吸收,然后以酚酞和甲基红-亚甲基蓝作指示剂滴定。

5.5.1.2 试剂和材料

本试验中的用水除应符合 GB/T 6682 三级水规定要求外,使用前还应煮沸并冷却。

5.5.1.2.1 硫酸。

5.5.1.2.2 三氧化铬溶液:500 g/L。

5.5.1.2.3 氢氧化钡溶液: $c[1/2Ba(OH)_2]=0.05\text{ mol/L}$,使用时现配,溶液中加入数滴酚酞指示液。该溶液需用装有碱石棉的捕集管与空气中的二氧化碳隔绝。

5.5.1.2.4 过氧化氢溶液:60 g/L。

5.5.1.2.5 盐酸标准滴定溶液: $c(HCl)=0.05\text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601—2002 的规定配制和标定 $c(HCl)=0.5\text{ mol/L}$ 的标准滴定溶液,将该标准滴定溶液再稀释 10 倍而得。

5.5.1.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH)=0.05\text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601—2002 的规定配制和标定 $c(NaOH)=0.5\text{ mol/L}$ 的标准滴定溶液,将该标准滴定溶液再稀释 10 倍而得。

5.5.1.2.7 甲基红-亚甲基蓝混合指示液:1 g/L。

5.5.1.2.8 酚酞指示液:10 g/L。

5.5.1.2.9 铂石棉:含铂质量分数为 5%~10%。

5.5.1.2.10 碱石棉。

5.5.1.2.11 玻璃棉。

5.5.1.2.12 纯氧:贮于钢瓶中,配备氧气减压器。

5.5.1.3 仪器

5.5.1.3.1 燃烧和吸收装置

该装置用以使试料燃烧完全,如图 1 所示。

包括:

- a) 汞封(A),有一内管插入汞面以下 1 cm 深处;
- b) 三支 U 形管(B_1 、 B_2 、 B_3),具有两支侧管和磨口塞,侧管直径为 15 mm,U 形管高为 150 mm;
- c) 流量计(C),适用于测量 20 mL/min~200 mL/min 的氧气流量;
- d) 燃烧管(D),外径 15 mm,长 700 mm 的透明石英管,管的一端有 15 mm 长的一段外径缩为 4 mm;
- e) 管式炉(E),燃烧过程中可控制温度为 800℃~900℃;
- f) 管式炉(F),燃烧过程中可控制温度为 400℃~500℃;

g) 洗气瓶($G_1 \sim G_6$)共 6 个,容量各为 250 mL。

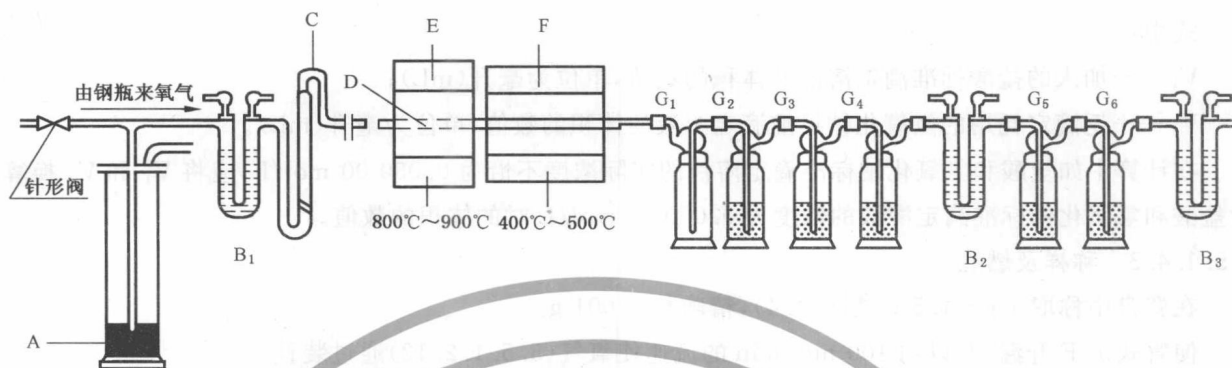


图 1 燃烧和吸收装置

5.5.1.3.2 瓷舟:88 mm×12 mm。

5.5.1.3.3 滴定管:10 mL,分度值为 0.05 mL。

5.5.1.4 分析步骤

5.5.1.4.1 燃烧装置的准备

在干燥的 U 形管 B_1 、 B_2 中,装入碱石棉(5.5.1.2.10),在碱石棉上面垫一层玻璃棉。U 形管 B_2 中疏松地填入玻璃棉(5.5.1.2.11),用以捕集测定时产生的酸蒸汽。如酸蒸汽过多,致使氢氧化钡完全被中和,则用孔径为 15 μm ~40 μm 的烧结玻璃过滤器,替换 U 形管 B_2 ,重新测定。

除非需要开启,U 形管 B_1 、 B_2 和 B_3 的气孔均应关闭。

洗气瓶 G_2 中装入至少 50 mL 三氧化铬溶液(5.5.1.2.2),洗气瓶 G_3 和 G_4 中各装入至少 50 mL 硫酸(5.5.1.2.1)。

燃烧管 D 中装入铂石棉(5.5.1.2.9),其长度略小于管式炉 F 加热段的长度。

按图 1 所示,用橡皮短管连接整个装置。

5.5.1.4.2 空白试验

使管式炉 F 升温,同时以约 100 mL/min 的流速使氧气(5.5.1.2.12)通过装置。

当管式炉 F 温度达到 400℃~450℃后约 30 min,取下洗气瓶 G_5 、 G_6 ,各加入 20 mL 氢氧化钡溶液(5.5.1.2.3)、40 mL 水和 5 mL 过氧化氢溶液(5.5.1.2.4),再接回装置中。应尽快地进行这些操作,以避免吸收空气中的二氧化碳。

在继续以约 100 mL/min 的流速使氧气通过装置的情况下,使管式炉 E 通电,升温至 400℃~450℃,并维持此温度约 10 min,再继续升温至 800℃~900℃,并维持此温度约 30 min。切断管式炉 E 电源,继续通氧气约 30 min,再切断管式炉 F 的电源。

拆下洗气瓶 G_5 和 G_6 ,打开瓶盖,用少量水冲洗,洗液并入吸收液中,然后按下述步骤分别做空白滴定。

以酚酞指示液(5.5.1.2.8)为指示剂,用盐酸标准滴定溶液(5.5.1.2.5)滴定吸收溶液至终点。

然后往每个洗气瓶中加 2~3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(5.5.1.2.7),加入一定体积(一般为 10.00 mL)过量的盐酸标准滴定溶液(5.5.1.2.5),摇匀,用氢氧化钠标准滴定溶液(5.5.1.2.6)返滴定。

空白试验所耗用的盐酸标准滴定溶液,一般应少于 0.2 mL。

对 G_5 、 G_6 两洗气瓶内的吸收溶液做空白试验所耗用的盐酸标准滴定溶液的体积 V_0 ,数值以毫升