



中华人民共和国国家标准

GB/T 18951—2003
eqv ISO 9298:1995

橡胶配合剂 氧化锌 试验方法

Rubber compounding ingredients
—Zinc oxide—Test methods



2003-01-10 发布

2003-07-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准等效采用 ISO 9298:1995《橡胶配合剂 氧化锌 试验方法》。

本标准与 ISO 9298:1995 的主要技术差异为：

- 对国际标准 ISO 9298 的一些编排格式及表述方式进行了修改。将 ISO 9298 中附录 A、附录 B、附录 C 进行编辑性修改后分别编入本标准 4.7、4.8、4.9 中。本标准未编入 ISO 9298 中“5 试验报告”和附录 D“橡胶配合剂氧化锌 分类和典型数据”的内容。
- 氮吸附表面积测定，因国内无国际标准规定的比表面积测定定型玻璃仪器，故采用了测定原理相同的仪器测定方法。
- 筛余物的测定，因无国际标准中适宜的分散剂，故采用了不用分散剂的测定方法。
- 氧化锌含量的测定，经试验验证，使用了不同的缓冲溶液和掩蔽剂，用和国际标准相同的指示剂和标准溶液，简化了操作程序，测得氧化锌的含量，结果的平行性较好。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会归口。

本标准起草单位：柳州锌品股份有限公司、无锡大众化工有限责任公司、山西省化工研究院。

本标准主要起草人：范秀莉、廖晓珍、袁晓萍。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准化团体(ISO 成员团体)的世界性联合机构。制定国际标准的工作通常由 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会的项目感兴趣的成员团体均有权参加该委员会。与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。在电工技术标准化方面 ISO 与国际电工技术委员会(IEC)紧密合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,要发给成员团体进行投票。作为国际标准发布时,要求至少有 75%投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 9298 由 ISO/TC 45 橡胶及橡胶制品技术委员会 SC 3 橡胶工业用原材料(包括胶乳)分委会制订。

附录 A、附录 B 和附录 C 是本国际标准的不可缺少部分。

附录 D 仅给出数据。

中华人民共和国国家标准

橡胶配合剂 氧化锌 试验方法

GB/T 18951—2003
eqv ISO 9298:1995

Rubber compounding ingredients
—Zinc oxide—Test methods

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。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了橡胶配合剂氧化锌的测定方法。

本标准适用于所有的工业氧化锌的测定,如直接法、间接法和不同化学方法生产的氧化锌。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- 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
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)
- GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 1715—1979 颜料筛余物测定法
- GB/T 2922—1982 化学试剂 色谱载体比表面积的测定方法
- GB/T 5211.2—1985 颜料水溶物测定 热萃取法
- GB/T 5211.3—1985 颜料在 105℃挥发物的测定
- GB/T 5211.13—1986 颜料水萃取液酸碱度的测定
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB/T 8170—1987 数值修约规则
- GB/T 9285—1988 色漆和清漆用原材料 取样(eq. ISO 842:1984)

3 取样

按 GB/T 9285 有关规定取得干燥粉末。

4 试验方法

本标准所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时,按 GB/T 601、GB/T 602和 GB/T 603 之规定配制。实验用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。

本标准中试验数据的表示应符合 GB/T 1250 的规定,数值的修约应符合 GB/T 8170 的规定。

4.1 概要

经表面涂敷的氧化锌可按表 1 所列的方法进行测定,无需事先计算或抽提。若将表面涂层除去,测定筛余物的含量,水溶物的含量以及酸度则失去任何意义。

表 1 橡胶配合剂氧化锌的物理和化学性质的试验方法

性 质	单 位	试验方法
105 ℃挥发物	%	GB/T 5211.3—1985(eqv ISO 787-2:1981)
水溶物	%	GB/T 5211.2—1985(neq ISO 787-3:1979)
酸/碱度(相当于 H ₂ SO ₄)	g(H ₂ SO ₄)/100 g	GB/T 5211.13—1986(eqv ISO 787-4:1981)
筛余物	%	GB/T 1715 中 2 甲法:湿筛法
氮吸附表面积	m ² /g	GB/T 2922
氧化锌	%	本标准中 4.7
铅	%	本标准中 4.8
镉	%	本标准中 4.8
铜	%	本标准中 4.8
锰	%	本标准中 4.8
酸不溶物	%	本标准中 4.9

注:表中单位以“%”表示均指质量分数。

4.2 105 ℃挥发物的测定

按 GB/T 5211.3 的规定进行测定。

4.3 水溶物的测定

按 GB/T 5211.2 的规定进行测定。

4.4 酸/碱度的测定

按 GB/T 5211.13 的规定进行测定。结果表述除根据 GB/T 5211.13 表示成中和每 100 g 样品的萃取液所需要的 0.1 mol/L 碱(酸)溶液的体积(mL)外,也可表示成中和每 100 g 样品所需硫酸的质量(g),即结果乘以 4.9×10^{-3} 。

4.5 筛余物的测定^{1]}

按 GB/T 1715 中 2. 甲法:湿筛法的规定进行测定。

4.6 氮吸附表面积的测定^{2]}

按 GB/T 2922 的规定进行测定。

4.7 氧化锌含量的测定^{3]}

采用说明:

- 1] 采用了不用分散剂的测定方法。
- 2] 采用了测定原理相同的仪器测定方法。
- 3] 所用试剂与 ISO 9298 略有差异,但方法原理相同。

4.7.1 试剂

- 4.7.1.1 抗坏血酸(GB/T 15347)。
- 4.7.1.2 硫酸(GB/T 625):1+3。
- 4.7.1.3 氨水(GB/T 631):1+1。
- 4.7.1.4 六次甲基四胺(GB/T 1400)-硫酸缓冲溶液(pH=5~6):称取 300 g 六次甲基四胺于 2000 mL 的烧杯中,加 950 mL 水溶解(若溶液有红色,用棉花过滤),再加 50 mL 硫酸(1+1),混匀。
- 4.7.1.5 亚硫酸钠溶液:称取 30 g 无水亚硫酸钠溶于 200 mL 水中,加入 50 mL 亚硫酸,控制 pH=6 左右(当天有效)。
- 4.7.1.6 碘化钾溶液:称取 20 g 碘化钾溶于 100 mL 水中,加少许抗坏血酸至黄色褪尽。
- 4.7.1.7 甲基红溶液(1.0 g/L)。
- 4.7.1.8 二甲酚橙溶液(2.0 g/L)。
- 4.7.1.9 乙二胺四乙酸二钠标准溶液[c(EDTA)=0.06 mol/L]:称取 228.7 g 乙二胺四乙酸二钠,加水微热溶解,冷至室温,移入 10 L 试剂瓶,加水稀释至 10 L,充分混匀,放置三天后标定。
- 4.7.1.10 基准氧化锌:99.95%~100.05%(质量分数)。

标定:称取 0.50000 g(准确至 0.02 mg)的基准氧化锌(4.7.1.10)3 份(用前于瓷皿中 800 ℃灼烧 2 h~3 h)于 300 mL 烧杯中,按分析步骤(4.7.4.3)进行测定,取平均值,差值不符合要求应重新标定,同时作空白试验。

用式(1)计算乙二胺四乙酸二钠标准溶液对氧化锌的滴定系数:

$$F = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:F——EDTA 标准溶液对氧化锌的滴定系数,g/mL;
m——称取基准氧化锌的质量,g;
V——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;
V₀——空白试验消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL。

取三次标定结果的平均值为滴定系数,三次标定结果的极差值应不大于 0.000005 g/mL。

4.7.2 仪器

- 4.7.2.1 微量分析天平:感量为 0.01 mg。
- 4.7.2.2 胖肚滴定管:100 mL,95.00 mL~100.00 mL 刻度值为 0.05 mL。
- 4.7.2.3 电磁搅拌器,附转子。

4.7.3 试样

试样应预先在 100 ℃~105 ℃烘干 2 h,置于干燥器中冷至室温。

4.7.4 分析步骤

- 4.7.4.1 试样质量,0.50000 g。
- 4.7.4.2 随同试样做空白试验。
- 4.7.4.3 测定
 - 4.7.4.3.1 将试样(4.7.4.1)置于 300 mL 烧杯中,用水润湿,加 10 mL 硫酸(4.7.1.2),盖表面皿,微热至完全溶解。取下稍冷,以水洗表面皿及杯壁。
 - 4.7.4.3.2 加入 1 滴甲基红(4.7.1.7),以氨水(4.7.1.3)中和至黄色,再用硫酸(4.7.1.2)中和至红色,以水洗杯壁。
 - 4.7.4.3.3 加入 20 mL 六次甲基四胺-硫酸缓冲溶液,加入 12.5 mL 亚硫酸钠溶液(4.7.1.5),加入 20 mL 碘化钾溶液(4.7.1.6),加入 0.1 g 抗坏血酸(4.7.1.1),加 2~3 滴二甲酚橙指示剂(4.7.1.8),加一枚搅拌子,在电磁搅拌器上不断搅拌,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液进行滴定,当标准溶液至微量刻度部分时缓慢加入,滴至亮黄色终点。

4.7.5 分析结果的表述

用式(2)计算氧化锌的质量分数 w_{ZnO} :

$$w_{ZnO}(\%) = \frac{F(V_1 - V_2)}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: F ——EDTA 标准溶液对氧化锌的滴定系数,g/mL;

m ——试样的质量,g;

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL;

V_2 ——空白试验消耗 EDTA 标准溶液的体积,mL。

4.8 铅、镉、铜、锰含量的测定

4.8.1 原理及适用范围

氧化锌试样溶解于盐酸中,添加硝酸,在下列标准波长下,用原子吸收分光仪测定每种金属离子。

镉:228.8 nm;

铜:324.7 nm;

铅:283.3 nm;

锰:279.5 nm。

本方法不适用于铅含量大于 1.0%的氧化锌,这是由于不溶性所致。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 铅、镉、铜和锰标准溶液:按 GB/T 602 的规定进行配制。

4.8.2.2 盐酸(GB/T 622):优级纯。

4.8.2.3 硝酸(GB/T 626):优级纯。

4.8.3 仪器

原子吸收分光仪:以火焰方式操作。

4.8.4 测定步骤

4.8.4.1 称取 0.2 g~10.0 g 试样,于 150 mL 的烧杯中,用水润湿,加适量的盐酸(4.8.2.2),在电炉上将溶液加热至沸,然后小心添加 1 mL~2 mL 的浓硝酸(4.8.2.3),继续加热不超过 5 min,冷却后,转移至 250 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,并混匀。

4.8.4.2 按完全相同的步骤,用相同数量试剂但不加试样做空白试验。在计算氧化锌中铅、镉、铜或锰含量之前,用适当的方法减去正的空白值。

4.8.4.3 使用专用仪器标准火焰原子吸收方式完成分析,按仪器手册最佳性能操作。

用于测试的氧化锌溶液必须符合标准曲线的线性范围,任何不符合标准曲线的溶液应稀释以使其符合范围。

4.8.5 分析结果的表述

计算可以用曲线、等式或适用于原子吸收分光仪的校正法。

金属含量分析结果以质量分数表示。

4.9 酸不溶物的测定

4.9.1 试剂

4.9.1.1 盐酸(GB/T 622)。

4.9.1.2 盐酸(GB/T 622):1+9。

4.9.2 仪器

4.9.2.1 烘箱:在(105 ±5) °C下操作。

4.9.2.2 抽滤瓶。

4.9.2.3 G₄ 砂芯坩埚。

4.9.3 测定步骤¹⁾

称取 10 g(准确至 0.01 g)试样(m_0),于 250 mL 的烧杯中,加 100 mL 的蒸馏水,小心添加 25 mL 的盐酸(4.9.1.1),用搅拌和缓慢加热的方法使试样溶解,煮沸约 15 min,连同沉淀倾入已称量的(m_1) G₄ 砂芯坩埚[在(105±5) °C 下恒量,干燥器中冷却 30 min,称准至 0.1 mg]进行抽滤,用 3 份 25 mL 盐酸(4.9.1.2)冲洗坩埚上的不溶物。

在(105 ±5) °C 下,于烘箱中将 G₄ 砂芯坩埚和不溶物烘至恒量,干燥器中冷却 30 min,并称准至 0.1 mg(m_2)。

4.9.4 分析结果的表述

用式(3),计算酸不溶物的质量分数 w_{ins} :

$$w_{\text{ins}}(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_0 ——试样的质量,g;
 m_1 ——空 G₄ 砂芯坩埚的质量,g;
 m_2 ——G₄ 砂芯坩埚和不溶物的质量,g。



采用说明:
1)增加了“将空砂芯坩埚和空砂芯坩埚加不溶物烘至恒量”的规定。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶配合剂 氧化锌 试验方法
GB/T 18951—2003

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

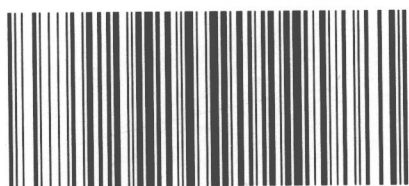
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 12 千字
2003年6月第一版 2003年6月第一次印刷
印数 1—1 500.

*

书号: 155066 • 1-19470 定价 10.00 元

网址 www.bzcbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533



GB/T 18951—2003

02-641-488

15