

中化化工标准化研究所
中国标准出版社第二编辑室 编
橡胶原材料标准汇编组

化学工业 标准汇编

橡胶原材料 (下)

2006



 中国标准出版社

化学工业标准汇编

橡胶原材料 2006(下)

中化化工标准化研究所
中国标准出版社第二编辑室 编
橡胶原材料标准汇编组

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编·橡胶原材料. 2006. 下/中化化工标准化研究所, 中国标准出版社第二编辑室, 橡胶原材料标准汇编组编. —北京: 中国标准出版社, 2006

ISBN 7-5066 4050-3

I. 化… II. ①中…②中…③橡… III. ①化学工业-标准-汇编-中国②橡胶加工-原料-标准-汇编-中国 IV. ①TQ-65②TQ330.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 021562 号

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.bzecs.com

电话: 68323946 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 52 插页 1 字数 1 450 千字

2006 年 6 月第 1 版 2006 年 6 月第一次印刷

*

定价 210.00 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

出版说明

近年来化工标准化事业不断发展,化工类标准发生了很大的变化,为了满足广大读者对橡胶原材料标准文本的需求,我们编辑出版了2006版的橡胶原材料标准汇编。本汇编共分上、中、下三册,收集了截止到2005年底以前批准发布的现行国家标准和行业标准。

本分册为下册,分为着色剂、发泡剂、粘合剂、骨架材料和其他标准五个部分,收集国家标准、行业标准共130个,其中国家标准77个,行业标准53个。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB或GB/T),年代号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本汇编目录中,凡标准名称用括号注明原国家标准号的行业标准,均由国家标准转化而来,这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为国家标准。与此类似的专业标准转化为行业标准的情况也照此处理。

本汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位以及技术术语存在不尽相同的地方。本次汇编只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处作了更正。

标准号中括号内的年代号,表示在该年度确认了该标准,但没有重新出版。

本汇编由中化化工标准化研究所、全国轮胎轮辋标准化技术委员会与我社第二编辑室联合编汇。

由于编者的时间和水平有限,书中不当之处,请读者批评指正。

中国标准出版社

2006年1月

目 录

一、着色剂

GB/T 1705—1986	红丹	3
GB 1706—1993	二氧化钛颜料	11
GB/T 1707—1995	立德粉	18
GB/T 1863—1989	氧化铁红颜料	24
GB/T 1867—1997	还原艳蓝 5RL(还原蓝 RSN)	31
GB T 3184—1993	铅铬黄	35
GB T 3673—1995	酞菁绿 G	41
GB/T 3674—1993	酞菁蓝 B	44
GB/T 7044—2003	色素炭黑	47
GB/T 7045—2003	色素炭黑 pH 值的测定	55
GB/T 7046—2003	色素炭黑 邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定	63
GB/T 7047—1993	色素炭黑挥发分含量的测定	67
GB/T 7048—2003	色素炭黑 黑度的测定	69
GB/T 7050—2003	色素炭黑 着色力的测定	75
GB/T 7052—2003	色素炭黑 流动度的测定	83
GB/T 9338—1988	荧光增白剂的白度测定方法(仪器法)	88
GB/T 9340—2001	荧光样品色的相对测量方法	90
GB/T 10661—2003	荧光增白剂 VBL	95
HG/T 2249—1991(2004)	氧化铁黄颜料	102
HG/T 2250—1991(2004)	氧化铁黑颜料	108
HG/T 2351—1992(2004)	镉红颜料	114
HG/T 2555—1993(2004)	荧光增白剂 DCB	128
HG/T 2556—1993(2004)	荧光增白剂 DT	131
HG/T 2590—2000	荧光增白剂 ER(330%)	134
HG/T 2659—1995(2004)	耐晒黄 G	138
HG/T 2883—1997	大红粉	141
HG/T 3001—1999	铁蓝颜料	145
HG/T 3002—1983(2004)	黄丹(原 GB 3677—1983)	150
HG/T 3003—1983(2004)	甲苯胺红(原 GB 3678—1983)	156
HG/T 3004—1999	耐晒黄 10G	158
HG/T 3005—1983(2004)	联苯胺黄 G(原 GB 6754—1986)	162

二、发泡剂

GB 210.1—2004	工业碳酸钠及其试验方法 第1部分:工业碳酸钠	167
GB/T 1606—1998	工业碳酸氢钠	174

GB 2367—1990 工业亚硝酸钠	183
GB 2367—1990《工业亚硝酸钠》第 1 号修改单	188
GB/T 6275—1986 工业用碳酸氢铵	189
GB/T 6276.1—1986 工业用碳酸氢铵 总碱度的测定 容量法	192
GB/T 6276.2—1986 工业用碳酸氢铵 氯化物含量的测定 电位滴定法	194
GB/T 6276.3—1986 工业用碳酸氢铵 硫化物含量的测定 目视比浊法	199
GB/T 6276.4—1986 工业用碳酸氢铵 硫酸盐含量的测定 目视比浊法	201
GB/T 6276.5—1986 工业用碳酸氢铵 灰分含量的测定 重量法	203
GB/T 6276.6—1986 工业用碳酸氢铵 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	204
GB/T 6276.7—1986 工业用碳酸氢铵 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	206
GB/T 6276.8—1986 工业用碳酸氢铵 砷含量的测定 砷斑法	209
GB/T 6276.9—1986 工业用碳酸氢铵 重金属含量的测定 目视比浊法	212
HG/T 2097—1991 偶氮二甲酰胺(发泡剂 ADC)	214
HG/T 2498—1993 次氯酸钠溶液	222

三、粘合剂

GB/T 4120.6—1992 工业液体氯代甲烷类产品的包装、标志、贮存、运输和检验规则	229
GB/T 9009—1998 工业甲醛溶液	231
GB/T 12007.1—1989 环氧树脂颜色测定方法 加德纳色度法	243
GB/T 12007.2—1989 环氧树脂钠离子测定方法	246
GB/T 12007.3—1989 环氧树脂总氮含量测定方法	250
GB/T 12007.4—1989 环氧树脂粘度测定方法	255
GB/T 12007.5—1989 环氧树脂密度测定方法 比重瓶法	257
GB/T 12007.6—1989 环氧树脂软化点测定方法 环球法	260
GB/T 12007.7—1989 环氧树脂凝胶时间测定方法	265
GB/T 12009.1—1989 异氰酸酯中总氮含量测定方法	269
GB/T 12009.2—1989 异氰酸酯中水解氮含量测定方法	273
GB/T 12009.3—1989 多亚甲基多苯基异氰酸酯粘度测定方法	276
GB/T 12009.4—1989 多亚甲基多苯基异氰酸酯中异氰酸根含量测定方法	278
GB/T 12009.5—1992 异氰酸酯中酸度的测定	281
GB/T 13657—1992 双酚-A 型环氧树脂	284
GB/T 13658—1992 多亚甲基多苯基异氰酸酯	290
HG/T 2187—1991 田菁胶	293
HG/T 2188—1991 橡胶用粘合剂 RS	298
HG/T 2189—1991 橡胶用粘合剂 RE	302
HG/T 2190—1991 橡胶用粘合剂 RH	306
HG/T 2191—1991 橡胶用粘合剂 A	310
HG/T 2231—1991(2004) 石油树脂	314
HG/T 2493—1993 鞋用氯丁橡胶胶粘剂	319
HG/T 2815—1996 鞋用胶粘剂耐热性试验方法 蠕变法	324
HG/T 3318—2002 修补用天然橡胶胶粘剂	329
HG/T 3738—2004 溶剂型多用途氯丁橡胶胶粘剂	335

四、骨架材料

GB/T 330—1994	棉帘子布	347
GB/T 2435—1994	棉帘子布试验方法	357
GB/T 2909—1994	橡胶工业用棉帆布	362
GB/T 9101—2002	锦纶 66 浸胶帘子布	375
GB/T 9102—2003	锦纶 6 轮胎浸胶帘子布	386
GB/T 11181—2003	子午线轮胎用钢丝帘线	403
GB/T 11182—1989(1993)	橡胶软管增强用钢丝	423
GB/T 12753—2002	输送带用钢丝绳	431
GB/T 12756—1991	胶管用钢丝绳	445
GB/T 14450—2004	胎圈用钢丝	451
GB/T 14450—2004	《胎圈用钢丝》国家标准第 1 号修改单	465
GB/T 19390—2003	轮胎用聚酯浸胶帘子布	467
HG/T 2015—2003	橡胶海绵地毯衬垫	491
HG/T 2820—1996	输送带用锦纶和涤纶浸胶帆布	497
HG/T 2821—1996	V 带和多楔带用浸胶聚酯线绳	516
FZ/T 10003—1992	帆布织物试验方法	527
FZ/T 13002—2005	棉本色帆布	535
FZ/T 13010—1998	橡胶工业用合成纤维帆布	545
FZ/T 14001—2005	棉印染帆布	567
FZ/T 55001—1999	锦纶 6 浸胶力胎帘子布(原 ZB W59 001—1990)	576

五、其 他

GB/T 259—1988	石油产品水溶性酸及碱测定法	589
GB/T 260—1977(1988)	石油产品水分测定法	592
GB/T 261—1983(1991)	石油产品闪点测定法(闭口杯法)	595
GB/T 262—1988	石油产品苯胺点测定法	599
GB/T 264—1983(1991)	石油产品酸值测定法	602
GB/T 264—1983《石油产品酸值测定法》第 1 号修改单		604
GB/T 265—1988(1991)	石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法	605
GB/T 266—1988	石油产品恩氏粘度测定法	613
GB/T 267—1988	石油产品闪点与燃点测定法(开口杯法)	619
GB/T 268—1987	石油产品残炭测定法(康氏法)	622
GB/T 508—1985(1992)	石油产品灰分测定法	628
GB/T 508—1985《石油产品灰分测定法》第 1 号修改单		630
GB/T 510—1983(1991)	石油产品凝点测定法	631
GB 535—1995	硫酸铵	634
GB 535—1995《硫酸铵》第 1 号修改单		650
GB/T 537—1997	工业十水合四硼酸二钠	651
GB/T 1626—1988	工业草酸	658
GB/T 1919—2000	工业氢氧化钾	663
GB/T 2093—1993	工业甲酸	673

GB/T 2946—1992	氯化铵	684
GB/T 6682—1992	分析实验室用水规格和试验方法	698
GB/T 13647—1992	橡胶制品用原材料筛余物的测定 水冲洗法	704
HG/T 2074—2004	保险粉(连二亚硫酸钠)	707
HG/T 2094—1991	橡胶配合剂简称	713
HG/T 2281—1992(2004)	次硫酸氢钠甲醛(雕白块)	719
HG/T 2298—2001	橡胶配合剂水分散体沉降量的测定方法	722
HG/T 2299—2001	橡胶配合剂水分散体总固体含量的测定	726
HG/T 2327—2004	工业氯化钙	729
HG/T 2337—1992(2004)	硬脂酸铅(轻质)	739
HG/T 2338—1992(2004)	硬脂酸钡(轻质)	743
HG/T 2339—2005	二盐基亚磷酸铅	747
HG/T 2340—2005	三盐基硫酸铅	755
HG/T 2363—1992(2004)	硅油运动粘度试验方法	762
HG/T 2366—1992(2004)	二甲基硅油	766
HG/T 2424—1993(2004)	硬脂酸钙(轻质)	771
HG/T 2960—2000	工业氯化亚铜	776
HG/T 3060—1988(1997)	橡胶用非炭黑配合剂术语(原 GB 9888—1988)	784
HG 3323—1982(1997)	橡胶浆粘度测定方法(旋转粘度计法)(原 HG 4-1470—1982)	791
HG/T 3739—2004	双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物与 N-330 炭黑的混合物硅烷偶联剂	793
HG/T 3740—2004	双-[丙基三乙氧基硅烷]-二硫化物硅烷偶联剂	799
HG/T 3742—2004	双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物硅烷偶联剂	807
HG/T 3743—2004	双-[丙基三乙氧基硅烷]-四硫化物与白炭黑的混合物硅烷偶联剂	817

一、着 色 剂

红 丹

GB 1705-86

Red lead

代替GB 1705-83

本标准规定了红丹的技术要求和相应的试验方法。红丹是由原高铅酸铅 (Pb_3O_4) 及一氧化铅 (PbO) 所组成的橙红至红色的颜料。

本标准参照采用国际标准ISO 310-1977《色漆用红丹》。

本标准将红丹分为涂料工业用和其他工业用两大类。涂料工业用红丹分为不凝结型红丹 (高百分含量红丹) 与高分散性红丹两种类型。不凝结型红丹与亚麻仁油混合时, 不引起过度增稠。其他工业主要指玻璃、陶瓷工业。

1 技术要求

红丹应具有下表所列的特性:

项 目	涂料工业用		其他工业用		试验方法
	不凝结型	高分散性	一 级	二 级	
二氧化铅, %	不小于 33.9	33.9	33.9	33.2	2.1
原高铅酸铅, %	不小于 97	97	97	95	2.2
原高铅酸铅及游离的总量, %	不小于 98	98	98	96	2.4
105℃挥发物, %	不大于 0.1	0.1	0.1	0.1	GB 5211.1-85
水溶物, %	不大于 0.1	0.1	0.1	0.1	GB 5211.2-85
筛余物 (63μm), %	不大于 0.75	0.30	0.30	0.30	附录A
吸油量, g/100g	不大于 6	6	6	6	附录B
沉降容积, ml	不小于 30	30	30	30	2.5
不凝结性	制漆后在空气中露置14d, 能搅匀, 易涂刷		—		2.6
硝酸不溶物, %	不大于 0.1	0.1	0.1	0.1	2.7
三氧化二铁, %	不大于 —	—	0.005	0.005	2.8
氧化铜, %	不大于 —	—	0.002	0.002	2.9

注: ① 所有百分含量以原样为基准计算。

② 不凝结性在生产正常时每季度抽样测定一次。

2 试验方法

在分析过程中,只能使用分析纯试剂,且只能使用蒸馏水或与蒸馏水纯度相当的水。

2.1 二氧化铅含量的测定

2.1.1 试剂

2.1.1.1 硫代硫酸钠溶液, 0.05mol/L。

2.1.1.2 乙酸, 300g/L。

2.1.1.3 乙酸钠溶液, 600g/L。把600g乙酸钠($C_2H_3O_2Na \cdot 3H_2O$)溶于水, 稀释至1L。

2.1.1.4 碘标准溶液, 0.1mol/L。

2.1.1.5 淀粉指示剂溶液, 把10g可溶性淀粉与10g碘化汞和约30ml水摇匀成均匀悬浮液。倒入1L沸水中, 将溶液煮沸3min, 冷却备用。

2.1.2 操作步骤

2.1.2.1 称取0.5~0.8g试样(准确至1mg), 放入250ml锥形瓶中, 在锥形瓶中依次加入下列试剂: 用25ml移液管吸取的25ml硫代硫酸钠溶液(2.1.1.1)、25ml乙酸钠溶液(2.1.1.3)和20ml乙酸溶液(2.1.1.2)。

慢慢搅拌以溶解试样, 以平头玻璃棒把红丹颗粒弄碎, 然后小心冲净玻璃棒。若有痕量红丹难于溶解, 可加入不多于0.5g的碘化钾。当铅氧化物完全溶解后(除金属铅等不溶物), 用碘标准溶液(2.1.1.4)滴定过量的硫代硫酸钠溶液, 以淀粉溶液(2.1.1.5)作指示剂。

2.1.2.2 以相同步骤, 同样数量的全部试剂, 不加试样作空白试验。

2.1.3 结果表示

按式(1)计算二氧化铅含量 a , 以 PbO_2 的质量百分数表示。

$$a = 0.1196 \times 100 \times \frac{(V_2 - V_1) T}{m_1} \quad (1)$$

式中: V_1 ——滴定消耗碘标准溶液(2.1.1.4)体积, ml;

V_2 ——空白试验消耗碘标准溶液(2.1.1.4)体积, ml;

T ——碘标准溶液(2.1.1.4)浓度, mol/L;

m_1 ——试样质量, g;

0.1196——相当于1ml 0.1mol/L碘溶液的二氧化铅毫克数。

2.2 原高铅酸铅含量的计算

按式(2)计算原高铅酸铅含量 c , 以 Pb_3O_4 质量百分数表示。

$$c = 2.866a \quad (2)$$

2.3 用硫酸盐法测定总铅含量

2.3.1 试剂

2.3.1.1 硫化氢。

2.3.1.2 盐酸, 3mol/L。

2.3.1.3 硝酸, 4mol/L。

2.3.1.4 硝酸(以溴饱和), 4mol/L。

2.3.1.5 硫酸, 500g/L。

2.3.1.6 氢氧化钾溶液, 100g/L。

2.3.1.7 乙酸铵溶液, 335g/L。

2.3.1.8 硫化钠溶液, 100g/L。

2.3.1.9 乙醇, 约95% (V/V)。

2.3.1.10 过氧化氢, 30g/L, 不含硫酸。**2.3.2 操作步骤**

称取0.5g试样(准确至1mg)放入400ml烧杯中,用少许蒸馏水湿润后加入10ml硝酸(2.3.1.3),缓缓加热,在不断搅拌下逐滴滴加过氧化氢溶液(2.3.1.10),直至红丹全部溶解。盖住烧杯,缓缓煮沸5min,使过剩的过氧化氢分解,再冲净盖子。

注:如发现红丹中确实含有杂质,则烧杯中的物料作如下处理。

将不溶于硝酸的残留物过滤掉,以热水洗涤滤器,直至不含可溶性铅,蒸发滤液至干,加入2ml盐酸(2.3.1.2),搅拌均匀,再次在水浴上蒸干。再次重复此操作后,再加入2ml盐酸(2.3.1.2)和200ml水。将烧杯中的溶液煮沸,使铅溶解成氯化铅,通入硫化氢(2.3.1.1)直至冷却。用滤纸过滤硫化铅沉淀,用饱和硫化氢溶液洗涤。

如有锡存在,将沉淀放回烧杯中洗涤,并用10ml氢氧化钾溶液(2.3.1.6)和10ml硫化钠溶液(2.3.1.8)在不沸腾条件下煮沸10min。

再把硫化铅过滤至同一滤纸上,以10倍体积水稀释的硫化钠溶液冲洗之。洗后用尖头玻璃棒戳破滤纸,并尽可能地使硫化铅沉淀洗到原来的烧杯中。然后将滤纸上剩下的硫化铅用溴饱和和硝酸(2.3.1.4)全部溶解。

将20ml硫酸(2.3.1.5)加入溶液中,然后在不沸条件下徐徐蒸发,直至冒浓烟为止。冷却至室温,小心地加100ml水,随后加100ml乙醇(2.3.1.9)并静置2h。

把沉淀移至经 $150 \pm 5^\circ\text{C}$ 恒重的玻璃滤器(滤片孔径 $10 \sim 16\mu\text{m}$)中过滤,并以乙醇(2.3.1.9)冲洗至中性。将玻璃滤器移入 $150 \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱内烘1h,移入干燥器中冷却至室温,称重。如此反复,直至恒重。

把热乙酸铵溶液(2.3.1.7)倒入玻璃滤器,完全萃取硫酸铅,然后用热水冲洗残渣,冲洗至中性后,将玻璃滤器移入 $150 \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱内烘1h,移入干燥器中冷却至室温,称重,如此反复,直至恒重。两次称量之差即为硫酸铅质量。

2.3.3 结果表示

按式(3)计算总铅含量 b ,以铅的质量百分数表示。

$$b = \frac{0.6832(m_2 - m_3)}{m_4} \times 100 \quad (3)$$

式中: m_4 ——试样质量, g;

m_2 ——第一次沉淀质量, g;

m_3 ——用乙酸铵萃取后残渣的质量, g;

0.6832——硫酸铅换算成铅的系数。

2.4 原高铅酸铅和游离一氧化铅总量的计算

由于二氧化铅含量 a 已从式(1)求得,总铅量 b 已从式(3)求得,原高铅酸铅 c 已从式(2)求得,由式(4)计算原高铅酸铅和游离一氧化铅总量 d 。

$$d = 1.077(b - 2.599a) + c \quad (4)$$

2.5 沉降容积的测定**2.5.1 试剂**

95% (V/V) 乙醇。

2.5.2 仪器

带玻璃塞的刻度量筒,容量为50ml,至50ml刻度线的内部高度为 $150 \pm 3\text{mm}$ 。

2.5.3 操作步骤

称取 $50 \pm 0.1\text{g}$ 试样至量筒中,加入35ml乙醇,摇动15min,使之混合均匀,然后加入乙醇至50ml刻度处,让其在室温下静置24h后,读取沉降体积,准确到1ml。

2.6 不凝性测定

2.6.1 试剂

2.6.1.1 酸精制亚麻仁油，酸值 $4 \sim 5 \text{ mg KOH/g}$ 。

2.6.2 仪器

2.6.2.1 容量约为 150ml，直径约为 65mm 的广口、敞口容器。

2.6.3 操作步骤

将适量试样与亚麻仁油充分研磨，至少制含 $8 \sim 10\%$ (V/V) 油的色漆 150ml，在 $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 下测定粘度，然后倒入广口容器中，漆面离容器上缘约 12mm，将装有色漆的容器在室温下于空气中露置 14d，然后搅拌色漆，观察是否有凝块现象，并在 $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 下测定其粘度，注意是否增稠，把搅拌均匀的色漆涂刷在不吸收的表面，注意是否适合涂刷。

2.7 硝酸不溶物的测定

2.7.1 试剂

2.7.1.1 硝酸，1:3 (V/V) 水溶液。

2.7.1.2 过氧化氢，1:1 (V/V) 水溶液。

2.7.2 操作步骤

称取试样 20g，准确至 0.01g，置于 300ml 烧杯中，加 80ml 硝酸 (2.7.1.1)，加热，在不断搅拌下用滴瓶逐滴滴加过氧化氢 (2.7.1.2)，直到可溶部分还原溶解。用经恒重的玻璃滤器 (滤片孔径 $4 \sim 16\mu\text{m}$) 过滤，并用热水洗至中性，然后将滤器放入 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至恒重。

2.7.3 结果表示

按式 (5) 计算硝酸不溶物含量 e ，以质量百分数表示。

$$e = \frac{A - B}{m_T} \times 100 \quad (5)$$

式中：A——滤器加残渣质量，g；

B——滤器质量，g；

m_T ——试样质量，g。

2.8 三氧化二铁含量测定

2.8.1 试剂

2.8.1.1 硝酸 (优级纯)，1:1 和 1:3 (V/V) 溶液。

2.8.1.2 盐酸，1:1 (V/V)。

2.8.1.3 氨水，1:1 (V/V)。

2.8.1.4 乙二胺四乙酸二钠溶液。称取 327g 乙二胺四乙酸二钠溶于 500ml 水中，加入 160ml 氨水 (2.8.1.3) 并以蒸馏水稀释至 1000ml。

2.8.1.5 乙酸铵水溶液，20%。

2.8.1.6 盐酸羟胺水溶液，10%，新配制。

2.8.1.7 邻菲罗啉水溶液，0.25%。

2.8.1.8 纯铁，纯度不小于 99.9%。

2.8.1.9 过氧化氢溶液，1:1 (V/V)。

2.8.1.10 铁标准溶液。称取纯铁 (2.8.1.8) 0.1g，准确至 0.0002g，加 10ml 1:1 硝酸 (2.8.1.1)，加热溶解，煮沸赶净氧化氮，冷却，将溶液移入 1000ml 容量瓶中，以蒸馏水稀释至刻度，摇匀。吸取 25ml 于 500ml 容量瓶中，加入 1:1 盐酸 (2.8.1.2) 5ml 后再加水稀释至刻度，摇匀。由此配制成每毫升含铁为 $5\mu\text{g}$ 的溶液。

2.8.2 标准曲线绘制

分别移取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00ml 铁标准溶液 (2.8.1.10)，置于 100ml 烧杯

中,加入乙二胺四乙酸二钠溶液(2.8.1.4) 6ml,滴加氨水(2.8.1.3)或盐酸(2.8.1.2)调至以pH试纸测定pH值约等于6,再加入乙酸铵溶液(2.8.1.5) 2.5ml和盐酸羟胺溶液(2.8.1.6) 1ml,摇匀。将烧杯置于沸水浴上,经2min后加入邻菲罗啉溶液(2.8.1.7) 4ml,摇匀。继续加热5min,取下冷却,移入50ml容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。置于分光光度计比色槽中,依次测出各溶液于波长500~515nm处的吸光度,并依此绘制铁含量对吸光度关系的标准曲线。

2.8.3 操作步骤

称取试样1g,准确至0.0002g,置于100ml烧杯中,加入1:3硝酸(2.8.1.1) 5ml,加热溶解,用过氧化氢(2.8.1.9)还原至透明后慢慢加热蒸发至析出大量硝酸铅结晶,取下冷却,然后加乙二胺四乙酸二钠溶液(2.8.1.4) 6ml,滴加氨水(2.8.1.3)或盐酸(2.8.1.2)调节pH至用pH试纸测定约为0.6,再加入乙酸铵溶液(2.8.1.5) 2.5ml和盐酸羟胺溶液(2.8.1.6) 1ml,摇匀。烧杯置于沸水浴上经2min后加入邻菲罗啉溶液(2.8.1.7) 4ml,摇匀。继续加热5min。取下冷却后,移入50ml容量瓶中加水稀释至刻度,摇匀,置于分光光度计比色槽中,测定在500~515nm波长处的吸光度。测定时做空白试验。

2.8.4 结果表示

以测得吸光度,从绘制的标准曲线(2.8.4)求得铁量。按式(6)计算试样中三氧化二铁的质量百分数 f 。

$$f = \frac{1.43E}{10^6 m_8} \times 100 \quad (6)$$

式中: E ——比色测得的铁量, μg ;

m_8 ——试样质量, g;

1.43——铁换算成三氧化二铁的系数。

2.9 氧化铜含量的测定

2.9.1 试剂

2.9.1.1 硝酸(优级纯), 1:1和1:3 (V/V) 溶液。

2.9.1.2 氨水, 10% (V/V)。

2.9.1.3 过氧化氢溶液, 1:1 (V/V)。

2.9.1.4 无水乙醇。

2.9.1.5 三氯甲烷。

2.9.1.6 纯铜, 纯度不低于99.9%。

2.9.1.7 乙酸铵溶液。称取乙酸铵150g溶于沸水中并稀释至500ml, 以1:1硝酸(2.9.1.1)调节pH值约为4.5, 加盐酸羟胺溶液(2.9.1.8) 5ml, 新亚铜灵(2.9.1.9)溶液5ml, 三氯甲烷(2.9.1.5) 5ml, 萃取除铜, 直至有机相无色为止。弃去有机相, 水相以滤纸过滤后备用。

2.9.1.8 盐酸羟胺水溶液, 10%。新配制, 用与乙酸铵溶液除铜相同的方法除铜。

2.9.1.9 新亚铜灵, 0.1%无水乙醇溶液。

2.9.1.10 铜标准溶液。称取纯铜0.1g, 准确至0.0002g, 置入200ml烧杯中, 加1:1硝酸(2.9.1.1) 10ml, 缓缓加热, 使其溶解, 赶净氧化氮, 取下冷却后移入1000ml容量瓶中, 以水稀释至刻度。准确吸取25ml置于500ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 配制成铜含量为5 μg 的溶液。

2.9.2 标准曲线绘制

分别取铜标准溶液(2.9.1.10) 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00ml于125ml分液漏斗中, 以水稀释至约40ml, 加乙酸铵溶液5ml(2.9.1.7), 用1:1硝酸(2.9.1.1)或氨水(2.9.1.2)调节pH值至以pH试纸测定pH值约为4.5, 再加入盐酸羟胺溶液(2.9.1.8) 2ml, 新亚铜灵溶液(2.9.1.9) 2ml, 摇匀, 放置5min。加三氯甲烷(2.9.1.5) 10ml, 振荡1min, 静置分层后将有机相注入分光光度计比色槽中, 依次测出各溶液于波长470nm处的吸光度, 并依此绘制铜含量对吸光度关系的标准

曲线。

2.9.3 操作步骤

称取试样 1 g, 准确至 0.0002 g, 置于 100 ml 烧杯中, 加 1:3 硝酸溶液 (2.9.1.1) 5 ml, 加热后滴加过氧化氢溶液 (2.9.1.3) 使还原至透明。除去氧化氮后移入 125 ml 分液漏斗中, 用水稀释至约 40 ml, 加乙酸铀溶液 (2.9.1.7) 5 ml, 用 1:1 硝酸 (2.9.1.1) 或氨水 (2.9.1.2) 调节 pH 值约为 4.5 (以 pH 试纸试验), 加盐酸羟胺溶液 (2.9.1.8) 2 ml, 新亚铜灵溶液 (2.9.1.9) 2 ml, 摇匀, 放置 5 min。加入三氯甲烷 (2.9.1.5) 10 ml, 振荡 1 min, 静置分层后将有机相注入比色槽中, 在 470 nm 波长处测定吸光度。测定同时做空白试验。

2.9.4 结果表示

以测得吸光度, 从绘制的标准曲线 (2.8.2) 上求得铜量, 按式 (7) 计算试样中氧化铜的质量百分数 g 。

$$g = \frac{1.25F}{10^6 m_0} \times 100 \quad (7)$$

式中: F ——比色测得的铜量, μg ;

m_0 ——试样质量, g;

1.25——铜换算成氧化铜的系数。

3 检验规则

3.1 产品应由生产厂质量检验部门负责检验, 保证所有出厂产品符合本标准要求。每批出厂的产品应附有产品合格证。

3.2 使用单位按本标准所规定的检验规则和试验方法进行检验。如检验结果不符合本标准时, 应重新在原批号中按两倍量的取样桶数取样复验。如仍不符合标准规定, 则整批红丹为不合格。

3.3 双方对复验结果有异议时, 可进行仲裁, 仲裁机构由双方协议选定。

3.4 取样以批为单位, 随机抽取桶数。每批桶数 1~2 桶全取; 3~8 桶取 2 桶; 9~25 桶取 3 桶; 26~100 桶取 5 桶; 101~500 桶取 8 桶; 501~1000 桶取 13 桶; 1001~3000 桶取 20 桶; 3001~10000 桶取 32 桶。

取样前, 仔细清除桶上的灰尘和杂物, 取样时避免杂质落入样品中, 用取样器从应取桶的上下对角取出约相同重量的代表性样品, 将样品混匀, 以圆锥四分法缩分成不少于 500 g 样品, 分装于两个清洁干燥的磨口瓶中, 贴上标签, 注明生产厂、品名、生产日期、等级、批号、取样日期, 一瓶供检验用, 另一瓶密封保存一年, 以备复查。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 包装

红丹包装用内衬塑料袋或牛皮纸袋的铁桶、木桶、塑料编织袋包装, 净重分为 25、40、50 kg。

4.2 标志

在桶上应有生产厂名、产品名称、商标、牌号、等级、净重、生产日期及注意防潮、小心轻放、有毒等标志。

4.3 贮存

红丹应放在干燥处保存, 严禁潮湿, 要与酸碱物品隔离存放。

4.4 运输

搬运时应小心, 勿使碰撞跌落, 以免包装损坏。

附录 A^{*}
筛余物的测定——水法——手工操作
(补充件)

A.1 仪器

- A.1.1 筛子, 孔径为63 μm 。
A.1.2 刷子, 猪鬃制, 尺寸约为厚5mm, 宽20mm, 长35mm。
A.1.3 烧杯, 50ml。
A.1.4 烘箱, 能维持在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

A.2 操作步骤

进行两份试样的平行测定。

A.2.1 试样

称取试样50g, 准确至0.1g, 放入300~400ml的烧杯中。

A.2.2 分散体的制备

在装有试样(A.2.1)的烧杯中, 加入300~400ml蒸馏水[必要时加入颜料量0.2~0.5% (m/m)的适宜分散剂], 置于磁力搅拌器上搅30min。

A.2.3 测定

倾倒分散体使通过筛子(A.1.1), 用装在洗瓶中的分散试样的溶液将烧杯冲洗干净, 并使所有的冲洗液通过筛子。再用同一溶液冲洗试样, 直到通过筛子的冲洗液清澈, 不含分散体。每次冲洗操作不能超过5min。最后用刷子(A.1.2)将粘附在筛子壁上的粒子刷入筛网, 用蒸馏水冲洗刷子及筛子上的残余物, 直到通过筛子的冲洗液清澈且不含分散剂。

用蒸馏水将残余物冲入预先加热和恒重的50ml烧杯中, 蒸去水分, 并在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘1h。将烧杯移入干燥器中冷却并称量, 准确到1mg。重复操作, 直至连续两次称量的差值不大于5mg, 记录较小的一次质量。

A.3 结果表示

按下式计算筛余物R。

$$R = \frac{100H}{m_{10}}$$

式中: H——残余物的质量, g;

m_{10} ——试样的质量, g。

计算两次测定结果的平均值, 报告结果到两位有效数字。如平均值小于0.01%, 则报告结果为“小于0.01%”。

* 本试验方法在技术上与ISO 787-7:1981《颜料和体质颜料通用试验方法——第七部分: 筛余物的测定——水法——手工操作》基本相同。