

GB

中国

国家

标准

汇编

中国国家标准汇编

167

GB 13247~13324

中国标准出版社

1 9 9 3

中国国家标准汇编

167

GB 13247~13324

中国标准出版社总编室 编

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

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

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 48³/₄ 插页 3 字数 1550 千字

1994 年 5 月第一版, 1994 年 5 月第一次印刷

印数 1—	5000〔精〕	定价 45.00 元〔精〕
	1000〔平〕	40.00 元〔平〕

*

ISBN7-5066-0883-9/TB·356

ISBN7-5066-0884-7/TB·357

*

标 目	236—01〔精〕
	236—02〔平〕

出版说明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书,自 1983 年起,以精装本、平装本两种装帧形式,分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构及工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准,按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺,除特殊注明外,均为作废标准号或空号。

本分册为第 167 分册,收入了国家标准 GB 13247~13324 的最新版本。由于标准不断修订,读者在使用和保存本汇编时,请注意及时更换修订过的标准。另外,根据国家技术监督局公告(一九九三年十月二十日),目录表中注有标记(*)的国家标准已改为推荐性国家标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外,还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编,以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1993 年 11 月

目 录

GB/T 13247—91	铁合金产品粒度的取样和检测方法	(1)
GB/T 13248—91	硫化橡胶中锰含量的测定 高碘酸钠光度法	(7)
GB/T 13249—91	硫化橡胶中橡胶含量的测定 管式炉热解法	(10)
GB/T 13250—91	硫化橡胶中总硫量的测定 过氧化钠熔融法	(12)
GB 13251—91	包装容器 钢桶封闭器	(15)
GB 13252—91*	包装容器 钢提桶	(32)
GB/T 13253—91	硫化橡胶中金属含量的测定 火焰原子吸收光谱法 第5部分:锰含量的测定	(41)
GB 13254—91	工业己内酰胺	(44)
GB/T 13255.1—91	工业己内酰胺 50%水溶液色度的测定 分光光度法	(47)
GB/T 13255.2—91	工业己内酰胺 结晶点的测定	(49)
GB/T 13255.3—91	工业己内酰胺 高锰酸钾吸收值的测定 分光光度法	(52)
GB/T 13255.4—91	工业己内酰胺 挥发性碱含量的测定 蒸馏后滴定法	(54)
GB/T 13255.5—91	工业己内酰胺 290nm 波长处吸光度的测定	(57)
GB/T 13255.6—91	工业己内酰胺 酸度或碱度的测定	(59)
GB/T 13255.7—91	工业己内酰胺 铁含量的测定	(61)
GB/T 13255.8—91	工业己内酰胺 环己酮肟含量的测定	(63)
GB/T 13256—91	工业用尿素硫酸盐含量的测定 目视比浊法	(65)
GB/T 13257—91	工业用尿素灰分的测定 重量法	(67)
GB 13258—91*	工业五硫化二磷	(69)
GB 13259—91*	高压钠灯泡	(83)
GB 13260—91	管形荧光灯座和启动器座型式和尺寸	(94)
GB 13261—91*	管形荧光灯座和启动器座检验量规	(102)
GB/T 13262—91	不合格品率的计数标准型 一次抽样检查程序及抽样表	(116)
GB/T 13263—91	跳批计数抽样检查程序	(120)
GB/T 13264—91	不合格品率的小批计数抽样检查程序及抽样表	(129)
GB/T 13265—91	纤维光学隔离器总规范	(151)
GB/T 13266—91	水质 物质对蚤类(大型蚤)急性毒性测定方法	(180)
GB/T 13267—91	水质 物质对淡水鱼(斑马鱼)急性毒性测定方法	(188)
GB 13268—91*	大气 试验粉尘标准样品 黄土尘	(200)
GB 13269—91*	大气 试验粉尘标准样品 煤飞灰	(202)
GB 13270—91*	大气 试验粉尘标准样品 模拟大气尘	(205)
GB 13271—91	锅炉大气污染物排放标准	(208)

* :已改为推荐性国家标准。

GB/T 13272—91 水中碘-131 的分析方法..... (211)

GB/T 13273—91 植物、动物甲状腺中碘-131 的分析方法 (219)

GB/T 13274—91 一般用途轴流通风机技术条件 (226)

GB/T 13275—91 一般用途离心通风机技术条件 (235)

GB/T 13276—91 容积式空气压缩机进气滤清消声器 (243)

GB/T 13277—91 一般用压缩空气质量等级 (250)

GB/T 13278—91 一般用干螺杆空气压缩机技术条件 (254)

GB/T 13279—91 一般用固定式往复活塞空气压缩机技术条件 (266)

GB/T 13280—91 工艺流程用螺杆压缩机技术条件 (272)

GB 13281—91* 铁路客车用铅酸蓄电池 (287)

GB/T 13282—91 体积管式流量测量校准装置 (294)

GB/T 13283—91 工业过程测量和控制用检测仪表和显示仪表精确度等级 (302)

GB/T 13284—91 核电厂安全系统设计基准 (304)

GB 13285—91* 核电厂安全重要系统和部件的实体防护 (311)

GB 13286—91* 核电厂安全级电气设备和电路独立性准则 (327)

GB/T 13287—91 液化石油气挥发性测定法 (342)

GB/T 13288—91 涂装前钢材表面粗糙度等级的评定(比较样块法) (346)

GB/T 13289—91 工业用乙烯液态和气态采样法 (350)

GB/T 13290—91 工业用丙烯和丁二烯液态采样法 (355)

GB 13291—91 工业用丁二烯 (360)

GB/T 13292—91 涂层硬质合金分类和涂层主要技术要求 (363)

GB/T 13293.1—91 高纯阴极铜化学分析方法 催化示波极谱法测定硒、碲量 (366)

GB/T 13293.2—91 高纯阴极铜化学分析方法 氢化物发生-无色散原子荧光光谱法测定铋量 (370)

GB/T 13293.3—91 高纯阴极铜化学分析方法 塞曼效应电热原子吸收光谱法测定铬、锰、镉量 (374)

GB/T 13293.4—91 高纯阴极铜化学分析方法 5-Br-PADAP 分光光度法测定铈量 (378)

GB/T 13293.5—91 高纯阴极铜化学分析方法 砷钼杂多酸-结晶紫分光光度法测定砷量 ... (381)

GB/T 13293.6—91 高纯阴极铜化学分析方法 磷钒钼杂多酸-结晶紫分光光度法测定磷量 (385)

GB/T 13293.7—91 高纯阴极铜化学分析方法 塞曼效应电热原子吸收光谱法测定铁、钴、铅量 (388)

GB/T 13293.8—91 高纯阴极铜化学分析方法 塞曼效应电热原子吸收光谱法测定镍量 (392)

GB/T 13293.9—91 高纯阴极铜化学分析方法 塞曼效应电热原子吸收光谱法测定锡量 (396)

GB/T 13293.10—91 高纯阴极铜化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定锌量 (400)

GB/T 13293.11—91 高纯阴极铜化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量 (404)

GB/T 13293.12—91 高纯阴极铜化学分析方法 巯基棉分离-火焰原子吸收光谱法测定银量 (408)

GB/T 13293.13—91 高纯阴极铜化学分析方法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量 (413)

GB 13294—91* 球墨铸铁管件 (417)

GB 13295—91* 离心铸造球墨铸铁管 (448)

GB 13296—91 锅炉、热交换器用不锈钢无缝钢管 (473)

GB/T 13297—91 精密合金包装、标志和质量证明书的一般规定 (482)

GB/T 13298—91	金属显微组织检验方法	(487)
GB/T 13299—91	钢的显微组织评定方法	(494)
GB/T 13300—91	高电阻电热合金快速寿命试验方法	(500)
GB/T 13301—91	金属材料电阻应变灵敏系数试验方法	(508)
GB/T 13302—91	钢中石墨碳显微评定方法	(511)
GB/T 13303—91	钢的抗氧化性能测定方法	(520)
GB/T 13304—91	钢分类	(525)
GB/T 13305—91	奥氏体不锈钢中 α -相面积含量金相测定法	(541)
GB/T 13306—91	标牌	(548)
GB/T 13307—91	预弯成型金属丝编织方孔网	(564)
GB 13308—91	起重滑车安全规则	(579)
GB/T 13309—91	机械振动台技术条件	(584)
GB/T 13310—91	电动振动台技术条件	(589)
GB 13311—91	锅炉受压元件焊接接头机械性能试验方法	(595)
GB/T 13312—91	钢铁件涂装前除油程度检验方法(验油试纸法)	(607)
GB/T 13313—91	轧辊肖氏硬度试验方法	(611)
GB/T 13314—91	锻钢冷轧工作辊通用技术条件	(621)
GB/T 13315—91	锻钢冷轧工作辊超声波探伤方法	(626)
GB/T 13316—91	铸钢轧辊超声波探伤方法	(636)
GB/T 13317—91	铁路旅客运输组织术语	(642)
GB 13318—91	锻造车间安全生产通则	(654)
GB 13319—91*	形状和位置公差 位置度公差	(660)
GB/T 13320—91	钢质模锻件金相组织评级图及评定方法	(701)
GB/T 13321—91	钢铁硬度 锉刀检验方法	(724)
GB/T 13322—91	金属覆盖层 低氢脆镉钛电镀层	(727)
GB 13323—91*	光学制图	(735)
GB/T 13324—91	热处理设备术语	(749)

铁合金产品粒度的取样和检测方法

GB/T 13247—91

Ferroalloys—Sampling and testing
methods for determination of grain size

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铁合金产品粒度检验术语、取样和检验方法、铁合金粒度分布偏差值的计算公式、粒度检测结果评价。

本标准适用于按批交货的铁合金产品粒度验收及仲裁时的取样和检验方法。

2 术语

本标准采用下列术语：

- 2.1 取样：铁合金产品粒度检验用的试样采取的全过程。
- 2.2 份样：用取样装置或手工拣拾，从一个供货组批中（散装或包装）某点或一个包装件里一次取出一定数量的铁合金。
- 2.3 副样：由组成一批供货的铁合金中，取得两个或两个以上的份样组成的混合样。
- 2.4 大样：从组成一批供货的铁合金中取得的所有份样或副样混合组成的试样。
- 2.5 缩分：为了获得符合要求的粒度检验试样量，按规定方法将试样量减少重量的过程。
- 2.6 粒度试样：为了决定粒度分布而准备的试样。它是根据试样种类所规定的方法由每一份样、副样或大样制备的。
- 2.7 过大粒度：不能通过最大极限值 X (mm) 筛孔的筛上物，通常以 $+X$ (mm) 表示。
- 2.8 过小粒度：能通过最小极限值 Y (mm) 筛孔的筛下物，通常以 $-Y$ (mm) 表示。
- 2.9 手工挑选：在一批散装铁合金中，经目测后，确认过大的粒度 $[+X(\text{mm})]$ 铁合金，用手工拣拾，作为检验过大粒度 $[+X(\text{mm})]$ 的试样。
- 2.10 手工分检：筛分后留在筛上的铁合金颗粒(块)以手工操作，使颗粒(块)尽可能地通过筛子，留在筛上的过大粒度的颗粒(块)将被清楚地分级。
- 2.11 筛分：根据粒度组成要求，用一个或几个筛子将不同粒度组成的铁合金分离的操作过程。

3 铁合金产品粒度检验试样的取样和检验地点

- 3.1 铁合金产品粒度检验试样的取样地点可在供方或需方的堆放场地进行。仲裁取样时，均需有供需双方代表在场，其取样工具、检验器具和检验场地，应由货物所在场地一方提供，为双方工作提供方便。
- 3.2 需方对供货粒度如有异议，应在该批货到达交货地点后 45 天内向供方提出。

4 取样

4.1 取样工具

4.1.1 取样铲

取样铲见图 1,取样铲的尺寸规格见表 1:

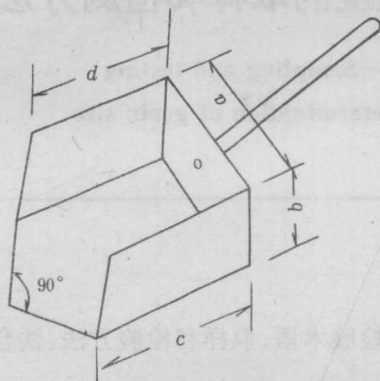


图 1
表 1

额定最大粒度 mm	尺寸,mm				材料厚度 mm	a/c	b/c
	a	b	c	d			
≤20	60	35	60	50	1	1.0	0.58
>20~50	150	75	150	130	2	1.0	0.50
>50~100	250	110	250	220	2	1.0	0.44
>100~150	350	140	350	300	2	1.0	0.40

4.1.2 取样钎
其规格见图 2:

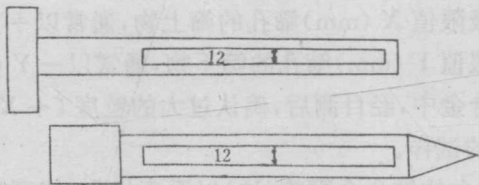


图 2

材料及规格:无缝钢管

外套:外径 35 mm,壁厚 2 mm;

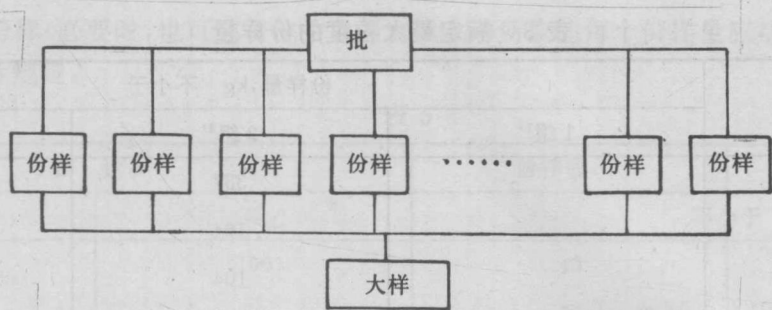
内套:外径 30 mm,壁厚 2 mm。

取样钎的有效长度应大于包装件对角线的 80%。

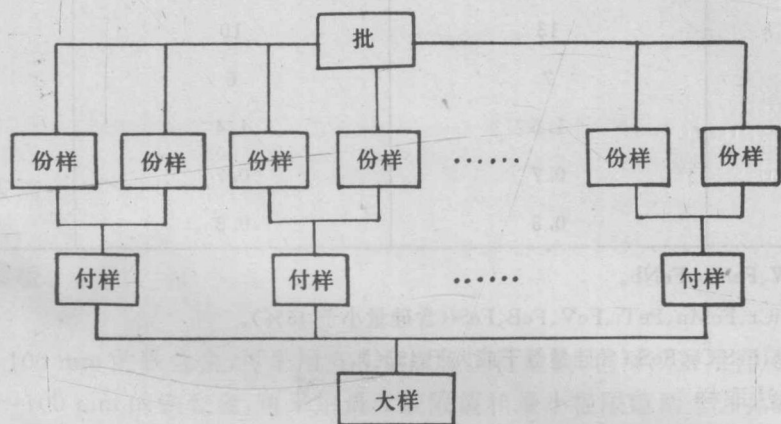
4.2 组成付样和大样方式

组成付样和大样的方式可按下列任一种方式进行。

4.2.1 直接组成大样方式



4.2.2 先组成付样,再组成大样



4.3 取样方法

4.3.1 散装取样

4.3.1.1 取样铲取样

在组成一批货物中,根据铁合金的粒度组成和批量大小,由供需双方代表商定,确定取样铲的规格和取样的部位,用取样铲在每个部位取一个份样,所取的份样数及额定最大粒度的份样量应符合表 2 和表 3 的规定。

表 2 一批货物所取的份样数

批 量,t		份样数,个
>	≤	不小于
2 500	5 000	30
1 000	2 500	28
500	1 000	25
250	500	23
100	250	20
50	100	18
25	50	15
10	25	10
5	10	8
	5	6

表 3 额定最大粒度的份样量

额定最大粒度 mm	份样量,kg 不小于		
	1 组 ¹⁾	2 组 ²⁾	3 组 ³⁾
315		337	81
200		164	46
150		104	32
100	79	55	19
75	48	35	13
50	24	18	8
35	13	10	5
25	7	6	3
10	1.5	1.4	1.1
6.3	0.7	0.7	0.6
4	0.3	0.3	0.3

注：1) 1 组为 FeW、FeMo、FeNb。

2) 2 组为 FeSiCr、FeMn、FeTi、FeV、FeB、FeSi(含硅量小于 45%)。

3) 3 组为 SiCa、FeSiCa、FeSi(含硅量等于或大于 45%)。

4.3.1.2 手工挑选法取样

在组成一批货物中,经目测并确认是过大的粒度,用手工尽可能挑拣出来。

4.3.2 包装件及粉剂取样

4.3.2.1 铁合金产品粒度在 4 mm 以上的包装件取样

在包装件货物中,随机取出数件包装物,所取的每一件包装物内的所有铁合金,作为测定该批货物粒度用的一个份样,其取样件数应符合表 4 的规定。

表 4

批 量,t		取样总量占批量,%	
>	≤	每件大于或等于 1 t	每件小于 1 t
		不小于	
500		2	1
300	500	3	1.5
100	300	4	2
50	100	5	2.5
	50	6	3

4.3.2.2 粉剂(粒度 4 mm 以下,包括 4 mm)取样

在组成一批的包装件货物中,随机取出数件包装物,作为该批货物的取样对象。

在包装件内取样,可以采用取样铲或取样钎进行。

用取样铲取样时,将取样铲斜插入打开的包装件内,插入深度不小于 150 mm,然后取出样品作为一个份样(必要时,每件包装件可取两次以上),每个份样的取样量应基本相同。

用取样钎取样时,应先将样钎的槽口关闭,槽口朝上,将整个样钎斜插入打开的包装件内,取样钎插入深度应大于包装件对角线 80%,打开槽口,让粉剂能顺利地进入钎内,再关闭槽口,取出样钎,将钎内

的样品作为一个份样(必要时,也可在每件中取两次以上),所取的每个份样量应基本相同,其份样数和份样量应符合表 5 规定。

表 5

批 量,t		份样数,个	份样量,kg
>	≤	不小于	
50	100	40	0.5
20	50	30	0.5
5	20	20	0.5
	5	10	0.5

5 粒度检验

5.1 检验工具

- a. 直尺;
- b. 方孔钢板筛;
- c. 方孔网筛;
- d. 方孔金属板。

5.2 检验方法

- 5.2.1 粒度大于 100 mm 的铁合金,可采用方孔金属板进行检验,也可以采用直尺测量其最大边长。
- 5.2.2 粒度在 4~100 mm 的铁合金,可采用最大极限值和最小极限值两个方孔钢板筛或方孔网筛进行检验,经筛分后,最大极限值筛上物,可采用手工分检法,将铁合金粒度的方向或位置改变,让所有合适的铁合金粒度能顺利地通过筛孔。
- 5.2.3 粒度小于或等于 4 mm 的粉剂检测

将所取得的份样,根据本标准中 3.2.1、3.2.2 的规定组成大样,缩分后混合均匀,从中取出 1 000 g 作为检验样,采用方孔网筛进行检验。

5.3 过大粒度和过小粒度

经筛分和手工分检后,凡是不能通过最大极限值筛孔的筛上物,作为过大粒度〔以 + X (mm) 表示〕。
 凡是能通过最小极限值筛孔的筛下物,作为过小粒度〔以 - Y (mm) 表示〕。

5.4 粒度最大边长

由于各种铁合金的脆度不同,在破碎时,不能成为一种规则形状的颗粒(块),在检验时,某些粒度经手工分检,虽能顺利通过最大极限值筛孔,为了防止其边长过大,规定各种铁合金产品粒度在一个方向上边长不应超过最大极限值的 1.5 倍。

6 铁合金粒度分布偏差值的计算公式

铁合金粒度分布偏差值的计算可按下列公式进行:

$$\begin{aligned}
 \text{过大粒度偏差} &= \frac{\text{过大粒度重量}}{\text{检验用试样总重量}} \times 100\% \\
 \text{过小粒度偏差} &= \frac{\text{过小粒度重量}}{\text{检验用试样总重量}} \times 100\%
 \end{aligned}$$

$$\text{综合粒度偏差} = \frac{\text{过大粒度重量} + \text{过小粒度重量}}{\text{检验用试样总重量}} \times 100\%$$

注：以上各式母项根据取样方法不同分别为：①目测手工挑选法取样时，过大粒度偏差计算用的母项为被检货物总重(kg)；②粒度为4 mm以上的包装件取样时，母项为取得包装件数乘以每件净重(kg)；③粉剂粒度分布偏差值计算的母项为1 000 g。

7 粒度检验结果评价

鉴于现有国家标准规定的铁合金产品粒度要求为厂家供货标准，考虑在运输倒运过程中，各种铁合金产品能增加一定量的过小粒度。因此，在用户场地复验或仲裁时，对于过小粒度偏差和综合粒度偏差允许钨铁、钼铁、钒铁、铬铁增加2%，中锰、钛铁、硅铬、金属锰、45%硅铁为5%，其余产品为3%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部情报标准研究总所归口。

本标准由上海铁合金厂、冶金部情报标准研究总所、吉林铁合金厂负责起草。

本标准主要起草人陈震华、傅永新、刘绍安。

本标准水平等级标记 GB/T 13247—91 I

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶中锰含量的测定 高碘酸钠光度法

GB/T 13248—91

Vulcanized rubber—Determination of manganese content
—Sodium periodate photometric methods

本标准参照采用国际标准 ISO/DIS 7780—1982《橡胶和胶乳中锰含量的测定——高碘酸钠光度法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用高碘酸钠光度法测定硫化橡胶、生胶和混炼胶中的锰含量。

本标准适用于除含氯橡胶以外的硫化橡胶、生胶和混炼胶。本标准第2章“常用法”不受大量填充剂存在的影响。第3章“限定法”适用于测定生胶及含少量(不大于10%)填充剂的硫化橡胶或混炼胶。

2 常用法

2.1 原理

在铂坩埚中将试料灰化。用氟硼酸钠熔融灰分,熔融物用稀硫酸和硝酸处理,除去不溶物。加高碘酸钠煮沸,将锰氧化成高锰酸盐,测定其吸光度。

2.2 试剂和溶液

2.2.1 氟硼酸钠;

2.2.2 高碘酸钠(HG 3—1157);

2.2.3 硫酸($\rho=1.84\text{ Mg/m}^3$)(GB 625);

2.2.4 硝酸($\rho=1.40\text{ Mg/m}^3$)(GB 626);

2.2.5 高锰酸钾溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)\approx 0.001\text{ mol/L}$,称取 0.031 6 g 高锰酸钾(GB 643)溶解在 1 000 mL 水中。

2.2.6 锰标准溶液:0.01 mg/mL,称取 0.770 0 g 硫酸锰($\text{MnSO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$)于一小烧杯中,用少量水和 2 mL 硫酸溶解后,移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。该溶液至少在一个月内是稳定的。

准确吸取上述溶液 10 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液在使用前配制。

2.3 仪器

2.3.1 光度计或分光光度计:可测量波长为 525 nm 的吸光度,并配有吸收池。

2.3.2 铂坩埚:容量以 30 mL 为宜。

2.3.3 马福炉:温度可控制在 $550\pm 25^\circ\text{C}$ 。

2.3.4 离心机:转速为 4 000 r/min。

2.4 分析步骤

2.4.1 工作曲线的绘制

在若干个 100 mL 锥形瓶中各加入 25 mL 水,6 mL 硫酸和 5 mL 硝酸,再分别加入 0~10 mL 锰标准溶液和 0.3 g 高碘酸钠,加热煮沸 10 min 以上,以确保充分显色。冷却后将上述溶液分别转移到

国家技术监督局 1991-11-09 批准

1992-10-01 实施

50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

依次用高锰酸钾溶液,蒸馏水及相应的标准溶液冲洗吸收池。在洗净的吸收池内注入欲测的锰标准溶液,测定波长为 525 nm 处的吸光度。以 50 mL 溶液中测得的锰含量为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

2.4.2 测定

称取剪碎的试样约 2 g,精确至 0.001 g,置铂坩埚中,在电炉上炭化至试料不冒烟后,把坩埚转移到 $550 \pm 25^\circ\text{C}$ 的马福炉中灰化,直至炭完全氧化为止。冷却后,用滴管沿着坩埚壁逐滴加入硫酸至灰分刚湿润,然后加热至不冒烟,再于 $550 \pm 25^\circ\text{C}$ 的马福炉中灼烧几分钟。取出坩埚冷至室温,称量,加入约八倍于灰分质量的氟硼酸钠(最多不超过 8 g)。加盖,在通风橱中先用文火加热,再用强火加热至熔融物呈白色均匀分散状。冷却坩埚后加 12 mL 水和 4 mL 硫酸微热,待熔融物溶解后转移到 100 mL 锥形瓶中,坩埚再用 10 mL 水和 2 mL 硫酸洗涤,洗涤液并入同一锥形瓶中,加 5 mL 硝酸,过滤,用热水充分洗涤。滤液和洗涤液并于另一锥形瓶中,溶液的总体积以 40 mL 为宜。加 0.3 g 高碘酸钠,煮沸 10 min 以上,以确保充分显色。冷却后把溶液转移到 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。若溶液出现浑浊,在测吸光度前用离心机离心沉降。

依次用高锰酸钾溶液,蒸馏水及被测溶液冲洗吸收池后注入被测溶液,在波长为 525 nm 处,以空白溶液为参比,测其吸光度。

从工作曲线上查得被测溶液的锰含量。

2.5 分析结果的表述

锰含量 X 以每千克试料中含锰的质量(以毫克计)表示。

$$X = \frac{m_1}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得被测溶液的锰含量,mg;

m ——试料质量,g。

3 限定法

3.1 原理

试料在石英坩埚中灰化,用硫酸和硫酸氢钾处理灰分,将锰变成可溶性盐。待熔融物在稀硫酸中溶解后,用磷酸络合铁离子。加高碘酸钠煮沸,锰氧化成高锰酸盐,测定其吸光度。

3.2 试剂和溶液

3.2.1 硫酸氢钾(HG 3—915);

3.2.2 高碘酸钠(HG 3—1157);

3.2.3 硫酸($\rho=1.84\text{ Mg/m}^3$)(GB 625);

3.2.4 磷酸($\rho=1.7\text{ Mg/m}^3$)(GB 128);

3.2.5 硫酸溶液($\rho=1.84\text{ Mg/m}^3$);稀释 1+19;

3.2.6 高锰酸钾溶液: $c(1/5\text{ KMnO}_4) \approx 0.001\text{ mol/L}$ (见 2.2.5);

3.2.7 锰标准溶液:0.01 mg/mL(见 2.2.6)。

3.3 仪器

3.3.1 光度计或分光光度计可测量波长为 525 nm 的吸光度,并配有吸收池。

3.3.2 石英坩埚:容量以 50 mL 为宜。

3.3.3 马福炉:温度可控制在 $550 \pm 25^\circ\text{C}$ 。

3.3.4 水浴锅。

3.3.5 离心机:转速为 4 000 r/min。

3.4 分析步骤

3.4.1 工作曲线的绘制

在若干个 100 mL 锥形瓶中各加入 20 mL 硫酸(3.2.4)、3 mL 磷酸和 25 mL 水。再分别在上述溶液中加入 0~10 mL 锰标准溶液和 0.3 g 高碘酸钠,加热煮沸 10 min 后,在 90℃ 以上再保持 10 min,以确保充分显色。冷却后,分别将上述溶液转移到 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

依次用高锰酸钾溶液,蒸馏水及相应的标准溶液冲洗吸收池。在洗净的吸收池中注入欲测的锰标准溶液。测定波长为 525 nm 处的吸光度。以 50 mL 溶液中测得的锰含量为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

3.4.2 测定

灰化方法 A 称取剪碎的试样约 10 g,精确至 0.01 g,置石英坩埚中,在电炉上加热至试料不冒烟后转移到 550±25℃ 的马福炉中灰化。直至炭完全氧化。取出坩埚冷至室温,用滴管沿坩埚壁逐滴加入硫酸(3.2.3)至灰分刚湿润,加热除去过量的酸。再将坩埚移入 550±25℃ 的马福炉中灼烧几分钟。在灰分中加硫酸(3.2.3)进一步处理加热至不冒烟。冷却后,加 2~3 g 硫酸氢钾在电炉上强热,直至得到透明的液体。将坩埚和熔融物冷却,在与试料相同的处理条件下进行空白试验。

灰化方法 B 称取剪碎的试样约 10 g,精确至 0.01 g,用无灰滤纸包裹。包好的试料放入石英坩埚内,在试料上加 5 g 硫酸氢钾,将坩埚放入 550±25℃ 的马福炉中,在 1 h 内勿打开炉门。待灰化完全后,冷却坩埚。与试料相同的条件下做空白试验。

在灰化方法 A 或 B 的灰分中加 20 mL 硫酸溶液(3.2.4),于水浴上加热,直至内容物溶解或从坩埚壁松脱下来。将内容物洗入一小烧杯中,用玻璃棒搅动未溶物煮沸至不再溶解后,过滤于 100 mL 锥形瓶中,用水洗涤,洗涤液并入滤液中。加 3 mL 磷酸,若溶液呈黄色,再加 1 mL 磷酸,加 0.3 g 高碘酸钠,加热煮沸 10 min 后,在 90℃ 以上再保持 10 min,以确保充分显色。冷却后把溶液转移到 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。若溶液出现沉淀,在测吸光度前用离心机离心沉降。

依次用高锰酸钾溶液、蒸馏水及被测溶液冲洗吸收池后注入被测溶液,在波长为 525 nm 处,以空白溶液为参比,测定其吸光度。

从工作曲线上查得被测溶液的锰含量。

3.5 分析结果的表述

锰含量 X 以每千克试料中含锰的质量(以毫克计)表示。

$$X = \frac{m_1}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得被测溶液的锰含量,mg;

m ——试料质量,g。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准由北京橡胶工业研究设计院负责起草。

本标准主要起草人戴美英、房海贞。

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶中橡胶含量的测定 管式炉热解法

GB/T 13249-91

vulcanized rubber—Determination of rubber content
—Furnace tube pyrolytic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用管式炉热解法测定硫化橡胶中橡胶的含量。

本标准适用于天然、丁苯、顺丁和丁基胶的硫化橡胶及上述橡胶的并用胶料。不适用含有大量在热解温度下可失水或分解的填料的胶料和硬质胶。

2 引用标准

GB 3516 硫化橡胶中溶剂抽提物的测定

3 方法提要

将试料用溶剂抽提、烘干后,在 550℃绝氧通氮管式炉中热解,热解失重即为试样的橡胶含量。

4 试剂和溶液

4.1 氮气:干燥且不含氧,纯度为 99.99%。对不合要求的氮气要进行纯化;

4.2 硫酸(GB 625): $\rho=1.84\text{ Mg/m}^3$;

4.3 二甲苯(HG 3-1011);

4.4 焦性没食子酸溶液:将 30 g 焦性没食子酸溶于 100 mL 浓度为 500 g/L 的氢氧化钾溶液内,用时制备;

4.5 丙酮(GB 686)-三氯甲烷(GB 682)混合液:8+17。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.2 抽提装置:见 GB 3516。

5.3 石英管:长约 1 m。

5.4 石英、瓷或铂舟:长约 5 cm。

5.5 管式炉:可控制温度在 $550\pm 25^\circ\text{C}$ 。

5.6 电热恒温干燥箱:可控制温度在 $70\sim 80^\circ\text{C}$ 。

5.7 热解装置:如下图。

国家技术监督局 1991-11-09 批准

1992-10-01 实施