

前 言

本标准是等效采用 ISO 8312:1999《橡胶配合剂 硬脂酸 定义及试验方法》制定的。

本标准与 ISO 8312 的主要差异如下：

——对一些编排格式及表述方式进行了修改。

——为了方便使用,将 ISO 8312 第 5 章表 1 中所引用的 4 项试验方法国际标准编入了本标准 6.1 至 6.4 中,其中增加了 Wijs 试剂的配制方法,调整了碘值、酸值的称样量,3 项试验方法国际标准引用了相应的国家标准。

——本标准未列入 ISO 8312 中“6 试验报告”的内容。

——将 ISO 8312 中附录 A 至附录 F 规定的试验方法编入了本标准 6.8 至 6.13 中。

——本标准未列入 ISO 8312 中附录 L 的内容。

——将试验方法中规定的精密度修改成为允许差。

——增加了适合于本标准引用的国家标准的内容。

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。

本标准主要起草单位:杭州油脂化工有限公司、江苏中鼎化学有限公司。

本标准主要起草人:靳英、邹疆、周建峰。

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。

国际标准的起草是根据 ISO/IEC 第 3 部分之规定。

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。

ISO 8312 国际标准是由 ISO/TC 45 橡胶及橡胶制品标准化技术委员会 SC3 橡胶工业原材料(包括胶乳)分技术委员会制定的。

本标准的技术内容经修订后替代并废止 ISO 8312-1:1988。

附录 A 至附录 K 是本标准的内容,附录 L 仅供参考。

中华人民共和国国家标准

橡胶配合剂 硬脂酸 定义及试验方法

GB/T 18953—2003
eqv ISO 8312:1999

Rubber compounding ingredients—Stearic
acid—Definition and 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,制定相应的安全和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硬脂酸的定义及试验方法。

本标准适用于橡胶配合剂硬脂酸(包括棕榈酸和硬脂酸的混合物)的测定。

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 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6355-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 5534—1995 动植物油脂皂化值的测定(eqv ISO 3657:1988)

GB/T 5535.2—1998 动植物油脂 不皂化物的测定 第2部分:己烷提取快速法
(eqv ISO 3596-2:1988)

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(eqv ISO 842:1984)

GB/T 17377—1998 动植物油脂 脂肪酸甲酯的气相色谱分析(eqv ISO 5508:1990)

ISO 660:1996 动植物油脂 酸值及酸度的测定

ISO 662:1998 动植物油脂 水分和挥发分含量的测定

ISO 935:1988 动植物油脂 脂肪酸凝固点的测定

ISO 3961:1996 动植物脂肪和油 碘值的测定

3 定义

硬脂酸(用于橡胶工业)的主要成分是分子式为 $C_{17}H_{35}COOH$ 和分子式为 $C_{15}H_{31}COOH$ 的直链饱和脂肪酸的混合物。

4 采样

根据 GB/T 9285 的规定,使用清洁的不锈钢采样装置进行采样。

5 物理及化学性质

橡胶配合剂硬脂酸的物理及化学性质按表 1 所列的试验方法进行测定。

表 1 硬脂酸的物理化学性质及试验方法

性 质	试 验 方 法
碘值/(g/100 g)	eqv ISO 3961
酸值/[(KOH)mg/g]	eqv ISO 660
凝固点/℃	idt ISO 935
水分及挥发分的质量分数(105℃±3℃)/%	idt ISO 662
皂化值(KOH/g)/mg	GB/T 5534—1995(idt ISO 3657)
不皂化物的质量分数/%	GB/T 5535.2—1998(idt ISO 3596-2)
组分的质量分数/%	GB/T 17377—1998(eqv ISO 5508)
灰分的质量分数(550℃±25℃)/%	本标准中 6.8
无机酸度/(mL/100 g)	本标准中 6.9
铜含量/(mg/kg)	本标准中 6.10
锰含量/(mg/kg)	本标准中 6.11
铁含量/(mg/kg)	本标准中 6.12
镍含量/(mg/kg)	本标准中 6.13

6 试验方法

本标准中所用标准滴定溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时,按 GB/T 601、GB/T 603 的规定配制,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

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

6.1 碘值的测定

6.1.1 定义

碘值:100 g 硬脂酸试样所吸收的卤素,以相当量碘的质量(g)表示。

6.1.2 方法原理

将硬脂酸样品溶于溶剂中,加入 Wijs 试剂。在一段规定的时间后,加入碘化钾溶液和水,用硫代硫酸钠溶液滴定释放出的碘。

6.1.3 试剂

6.1.3.1 碘化钾(GB/T 1272)水溶液:100 g/L,不含碘酸盐或游离碘。

6.1.3.2 淀粉指示剂:称取可溶性淀粉 5 g,加少许蒸馏水搅拌成糊状,再加煮沸的蒸馏水 1 000 mL,煮沸 3 min 迅速搅拌,冷却至室温后备用。

6.1.3.3 硫代硫酸钠(GB/T 601)标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$,在使用前 7 天内标定。

6.1.3.4 溶剂:环己烷和乙酸(GB/T 676)为 1+1。

6.1.3.5 Wijs 试剂,含有一氯化碘的乙酸溶液。可使用有效的商品 Wijs 试剂,Wijs 试剂的 I/Cl 比率应限定在 1.10 ± 0.1 ,或通过以下方法进行配制¹⁾:

将 13 g 碘溶于 1 L 乙酸中配制成碘溶液,从中取出 20 mL,用 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定并取得滴定量。向碘溶液中通入干燥的氯气后取出 20 mL 溶液,加入约 15 mL 的碘化钾溶液(100 g/L)和约 100 mL 的水,用 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,滴定量约是最初滴定量的两倍。

6.1.4 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.1.4.1 锥形烧瓶:容量 500 mL,配有磨口玻璃塞,完全干燥。

6.1.4.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

6.1.5 操作步骤

称量 2 g~3 g 试样于锥形烧瓶(6.1.4.1)中²⁾,精确至 0.000 1 g。加入 20 mL 溶剂(6.1.3.4),加热溶解。再用移液管加入 10 mL Wijs 试剂(6.1.3.5),盖好盖子,摇动均匀后放于暗处 1 h。加入 10 mL 碘化钾溶液(6.1.3.1)和 150 mL 水。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(6.1.3.3)滴定至碘具有的黄色几乎消失,加几滴淀粉指示剂(6.1.3.2)继续滴定至蓝色恰好消失。同条件下作空白试验。

6.1.6 分析结果的表述

碘值(w_{I_2})以每 100 g 硬脂酸中所吸收碘的质量(g)表示,由式(1)计算:

$$w_{I_2} = \frac{(V_0 - V_1)c \times 0.1269 \times 100}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: w_{I_2} ——碘值,g/100 g;

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V_1 ——试样所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,mol/L;

m ——样品的质量,g;

0.1269——碘原子的毫摩尔质量,g/mmol。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的结果,保留一位小数。

6.1.7 允许差

平行测定结果与其算术平均值之差应不超过 0.1 g I₂/100 g。

6.2 酸值的测定³⁾

6.2.1 定义

酸值:按照本标准规定的步骤进行测定时,中和 1 g 硬脂酸所需要的氢氧化钾的质量(mg)。以 KOH mg/g 表示。

6.2.2 方法原理

用热的乙醇溶解硬脂酸样品,用氢氧化钾水溶液进行滴定。

6.2.3 试剂

6.2.3.1 乙醇(GB/T 679):纯度不低于 95%(体积分数)。

6.2.3.2 氢氧化钾(GB/T 2306)标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.2.3.3 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇(6.2.3.1)溶液[95%(体积分数)]。

采用说明:

1) 增加了 Wijs 试剂的配制方法。

2) 将称取试样的量由“1 g~15 g”修改为“2 g~3 g”。

3) 仅采用了 ISO 660 中规定的热乙醇法。

6.2.4 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.2.4.1 滴定管:容量 50 mL,分度为 0.1 mL。

6.2.4.2 锥形烧瓶:容量 250 mL。

6.2.4.3 分析天平:精度为 0.1 mg。

6.2.5 操作步骤

准确称取 1 g 左右试样(精确至 0.000 1 g),于第一个锥形烧瓶(6.2.4.2)中¹⁾。在第二个锥形烧瓶(6.2.4.2)中加入 50 mL 乙醇(6.2.3.1)和 0.5 mL 酚酞指示剂(6.2.3.3),加热至沸腾。在乙醇的温度还在 70℃ 以上时,小心地用氢氧化钾标准滴定溶液(6.2.3.2)中和至恰好微红并保持 15 s 不褪色。把中和好的乙醇加入装有试样的烧瓶中,充分混合均匀并煮沸后用氢氧化钾标准滴定溶液(6.2.3.2)滴定至恰好微红并保持 15 s 不褪色即为终点。

6.2.6 分析结果的表述

硬脂酸的酸值(A)以中和 1 g 硬脂酸所需要的氢氧化钾的质量(mg)表示。按式(2)计算:

$$A = \frac{Vc \times 56.1}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A——样品的酸值,(KOH)mg/g;

V——滴定试样所消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积,mL;

c——氢氧化钾标准滴定溶液的浓度,mol/L;

m——试样的质量,g;

56.1——氢氧化钾的毫摩尔质量,g/mmol。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的结果,保留一位小数。

6.2.7 允许差

平行测定结果不应大于其算术平均值的 0.5%。

6.3 凝固点的测定

6.3.1 定义

凝固点:在持续搅拌下,冷却液体硬脂酸,当出现了温度暂时停止下降或出现了温度升高并达到最高温度时观察到的恒定温度。

6.3.2 方法原理

硬脂酸样品用氢氧化钾甘油溶液皂化,用水溶解皂液并中和,用热的氯化钠溶液洗涤分离出的未溶解的脂肪酸,过滤干燥。熔融的硬脂酸,在持续搅拌下冷却,观察到的温度暂时停止下降并伴随着温度暂时升高时的温度。

6.3.3 试剂

6.3.3.1 氢氧化钾(GB/T 2306)甘油(GB/T 13206)溶液:溶解 100 g 氢氧化钾于 500 g 甘油中,加热至不大于 130℃。

6.3.3.2 硫酸(GB/T 625)溶液:1+4,小心地加 1 体积的浓硫酸($d=1.84$ g/mL)到 4 体积的水中,搅拌均匀。

6.3.3.3 氯化钠(GB/T 1266)溶液:100 g/L。

6.3.3.4 无水硫化钠(HG3-905)。

6.3.3.5 甲基橙指示剂(HGB3089)溶液:5 g/L。

6.3.4 仪器

采用说明:

1) 将称取试样的量由“0.1 g”修改为“1 g”。

普通的实验室仪器及下列仪器。

- 6.3.4.1 平底烧瓶或烧杯:1 L,硼硅酸盐玻璃制成。
 6.3.4.2 电热板:能够控制温度(140 ± 10) $^{\circ}\text{C}$,并备有一个磁力搅拌器。
 6.3.4.3 分液漏斗:500 mL;
 6.3.4.4 冷凝器:配有一个能连续搅拌的设备(见图1)。

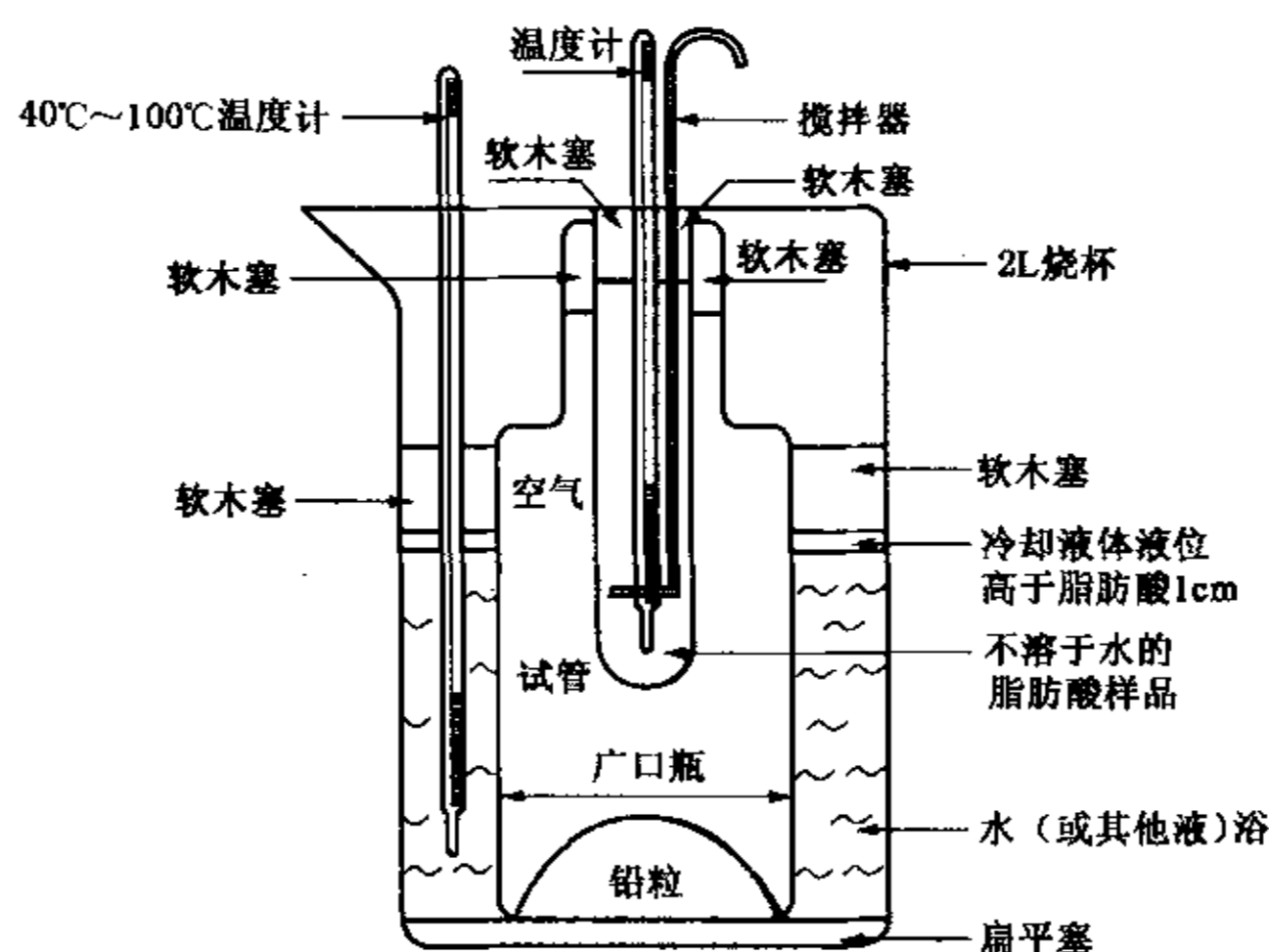


图1 搅拌和冷却装置

- 6.3.4.5 广口瓶:高130 mm,外径100 mm。
 6.3.4.6 试管:25 mm \times 100 mm,配有通过搅拌器的一个垂直的大约40 mm直径的空间,能不断地操作其运动,可在试管55 mm高处做一标记。
 6.3.4.7 搅拌器:用直径2 mm~3 mm的玻璃或金属棒制成。底端弯曲形成一个水平面直径为19 mm的圈。
 6.3.4.8 扁平塞:同广口瓶(6.3.4.5)匹配,中间有一个孔插入试管(6.3.4.6)。
 6.3.4.9 温度计:分度为0.1 $^{\circ}\text{C}$,须经校正,温度范围在硬脂酸凝固点之上,合适的悬放温度计,使水银球距试管(6.3.4.6)底部约10 mm的位置。
 6.3.4.10 水(或其他液)浴:能够保持温度在硬脂酸凝固点之下20 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.5 操作步骤

6.3.5.1 不溶于水的脂肪酸样品的制备

称量约110 g氢氧化钾甘油溶液(6.3.3.1),置于1 L烧杯或烧瓶(6.3.4.1)中,搅拌并在加热板(6.3.4.2)上加热到约130 $^{\circ}\text{C}$,再加入约45 g约60 $^{\circ}\text{C}$ 加热的试样。控制加热板在(140 ± 10) $^{\circ}\text{C}$ 下搅拌混合物到完全被皂化,即混合物呈透明均匀状。此过程一直有泡沫形成,当搅拌及加热停止时,泡沫减少。使温度降至约105 $^{\circ}\text{C}$,加入300 mL热水,搅拌并加热直到完全溶解,再加入硫酸溶液(6.3.3.2)50 mL。同时搅拌,直到混合物中和,加甲基橙指示剂(6.3.3.5),继续加热并搅拌直到脂肪酸层变为清液。转移热的混合物到分液漏斗(6.3.4.3)中,排掉水层。用3份150 mL氯化钠溶液(6.3.3.3)洗涤脂肪酸,同时加热到足够保持脂肪酸为液态。每次洗涤后尽可能排掉全部水层。转移脂肪酸到150 mL烧杯中,加入约5 g硫化钠(6.3.3.4)搅拌,用干燥滤纸过滤,保持剩余硬脂酸为液态。

6.3.5.2 硬脂酸凝固点的测定

加热硬脂酸样品(6.3.5.1)到距离预计硬脂酸凝固点10 $^{\circ}\text{C}$ 以上,将其倾入试管(6.3.4.6)至55 mm高度,装上冷凝器(6.3.4.4)并放入水浴(6.3.4.5)中,立即操作搅拌器以80次/min~100次/min的速

率上下运动。观察温度计,起初一段快速下降后,开始缓慢下降,并出现结晶状态,然后趋于稳定或回升,回升区间有 30 s,停止搅拌。回升至最高点的温度即为硬脂酸的凝固点。

6.3.6 允许差

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定的结果,平行测定结果之差不大于 0.2℃。

6.4 水分及挥发分的测定¹⁾

6.4.1 定义

水分及挥发分含量:在本标准规定的条件下,于(105±3)℃加热产品后质量的损失。以质量分数表示。

6.4.2 方法原理

于(105±3)℃加热硬脂酸,直到水分及挥发分完全除去,测量其质量的损失。

6.4.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.4.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

6.4.3.2 称量瓶:平底,直径约 50 mm,高度约 30 mm。

6.4.3.3 烘箱:控温(105±3)℃。

6.4.3.4 干燥器:内有有效干燥剂。

6.4.4 操作步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 1 g。置于预先恒定质量的称量瓶(6.4.3.2)中,并称量。将装有试样的称量瓶置于温度在(105±3)℃的烘箱(6.4.3.3)内维持 1 h,取出放入干燥器(6.4.3.4)中冷却至室温。并称量,精确至 0.001 g,然后重复加热 30 min,经冷却后再称量,直至连续两次称量的质量损失不大于 0.004 g。

6.4.5 分析结果的表述

以水分及挥发分的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: w_1 ——水分及挥发分, %;

m_1 ——干燥前称量瓶及试样的质量, g;

m_2 ——干燥后称量瓶及试样的质量, g;

m ——试样的质量, g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的水分及挥发分含量。保留两位小数。

6.4.6 允许差

平行测定结果的绝对误差不大于 0.02%。

6.5 皂化值的测定

按照 GB/T 5534—1995 的规定执行。

6.6 不皂化物的测定

按照 GB/T 5535.2—1998 的规定执行。

6.7 组分的测定

按照 GB/T 17377—1998 的规定执行。

6.8 灰分的测定

6.8.1 方法原理

采用说明:

1) 仅采用了 ISO 662 中规定的方法 B。

将称好的试样在非燃烧状态下挥发,挥发后的残留物在 $(550\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 的燃烧炉中灰化。以质量分数表示灰分的含量。

6.8.2 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.8.2.1 瓷坩埚¹⁾:50 mL。

6.8.2.2 绝缘隔热板:约150 mm×150 mm。

6.8.2.3 分析天平:精度0.1 mg。

6.8.2.4 箱式电阻炉:能保持温度 $(550\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 。

6.8.3 操作步骤

在 600°C 时加热清洁的瓷坩埚(6.8.2.1),放在干燥器中冷却后称量,准确至0.1 mg,再称量大约10 g样品,准确至0.1 mg,置于坩埚中,放在隔热板(6.8.2.2)的洞中。加热坩埚,使样品渐渐挥发,小心拿取,不得使蒸气着火,并不得使燃烧出的热气进入坩埚。当全部挥发物除去后,把坩埚置于箱式电阻炉(6.8.2.4)中保持温度 $(550\pm 25)^{\circ}\text{C}$,使其燃烧30 min。取出坩埚,在干燥器中冷却称量。反复灼烧至质量差小于2 mg。

6.8.4 分析结果的表述

以灰分的质量分数 w_A 计,数值以%表示,按式(4)计算

$$w_A = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: w_A ——灰分的质量分数,%;

m_1 ——坩埚和灰分的质量,g;

m_2 ——坩埚的质量,g;

m ——试样的质量,g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的灰分含量。

6.9 无机酸度的测定

6.9.1 方法原理

把试样溶于石油醚中,用水萃取,水相用氢氧化钾标准滴定溶液滴定。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 石油醚(HG/T 3-1003):沸点 $60^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ 。

6.9.2.2 氢氧化钾(GB/T 2306): $c(\text{KOH})=0.01\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液。

6.9.2.3 甲基橙指示剂(HGB3089):5 g/L溶液。

6.9.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.9.3.1 锥形烧瓶:250 mL和500 mL。

6.9.3.2 分液漏斗:500 mL。

6.9.4 操作步骤

称取约50 g试样,置于500 mL锥形烧瓶(6.9.3.1)中,并加入100 mL的石油醚(6.9.2.1)。在通风橱中加热混合物,要小心防止火焰。将锥形烧瓶中的混合物转移至500 mL分液漏斗(6.9.3.2)中。取10 mL 40°C 热水冲洗锥形烧瓶并加入分液漏斗中,取40 mL水直接加入分液漏斗中,不要用力摇动以防乳化,允许有沉淀。将分液漏斗下部的水层放入250 mL锥形烧瓶(6.9.3.1)中,用50 mL热水分两次洗涤分液漏斗中剩余的石油醚馏出层,每次把底层放入250 mL锥形烧瓶中,此时总量为150 mL。

采用说明:

1) 将硅坩埚改为瓷坩埚。

加入几滴甲基橙指示剂(6.9.2.3),如为黄色则说明试样中不含无机酸。如为红色,用氢氧化钾标准滴定溶液(6.9.2.2)滴定至溶液由红色变为黄色即为终点。

6.9.5 分析结果的表述

无机酸度以每 100 g 样品中盐酸溶液 $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ 的体积(mL)表示,按式(5)计算:

$$N_{\text{mi}} = \frac{V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: N_{mi} ——无机酸度, mL/100 g;

V ——滴定试样所消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的无机酸度。

6.10 铜含量的测定

6.10.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中,并配制成标准溶液,用原子吸收光谱仪在 324.7 nm 处测定其吸光度,用此吸光度与测定铜标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定铜的含量。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸(GB/T 622):10%(质量分数)溶液。

6.10.2.2 铜标准溶液:10 mg/L。

6.10.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.10.3.1 原子吸收光谱仪,装有铜空心阴极灯。

6.10.3.2 刻度容量瓶:2个,10 mL;6个,50 mL,A级。

6.10.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5 mL 的盐酸溶液(6.10.2.1)中,并将此溶液全部转移至 10 mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪(6.10.3.1)的波长到 324.7 nm 处,在规定的仪器条件下,用原子吸收光谱仪测定,紧接着吸水清洗燃烧器,相同条件下测定空白溶液。重复此步骤,记录平均吸光度。

6.10.5 校正曲线的制备

6.10.5.1 溶液的制备

在 6 个 50 mL 的刻度容量瓶中(6.10.3.2),分别移入铜标准溶液(6.10.2.2),其体积如表 2 所示,用水混合并稀释至刻度。

6.10.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液于火焰原子吸收光谱仪中,并记录 324.7 nm 波长时的吸光度。

表 2 测定铜所需的标准校正液

铜标准溶液的体积/mL	铜含量/($\mu\text{g/mL}$)
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.10.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 Cu $\mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标,以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.10.6 分析结果表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比,确定铜含量。

试样中铜含量以 w_{Cu} (mg/kg) 表示,按式(6)计算:

$$w_{\text{Cu}} = \frac{10(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中: w_{Cu} ——铜含量,mg/kg;

m_1 ——检验溶液的铜含量, $\mu\text{g/mL}$;

m_2 ——空白溶液的铜含量, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样的质量,g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的铜含量。结果保留一位小数。

6.11 锰含量的测定

6.11.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中,并配制成标准溶液,用原子吸收光谱仪在 279.5 nm 处测定其吸光度,用此吸光度与测定锰标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定锰的含量。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 盐酸(GB/T 622):10%(质量分数)溶液。

6.11.2.2 锰标准溶液:10 mg/L。

6.11.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.11.3.1 原子吸收光谱仪,装有锰空心阴极灯。

6.11.3.2 刻度容量瓶:2个,10 mL;6个,50 mL,A级。

6.11.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5 mL 的盐酸溶液(6.11.2.1)中,并将此溶液全部转移至 10 mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪(6.11.3.1)的波长到 279.5 nm 处,在规定的仪器条件下,用原子吸收光谱仪测定,紧接着吸水清洗燃烧器,相同条件下测定空白溶液。重复此步骤,记录平均吸光度。

6.11.5 校正曲线的制备

6.11.5.1 溶液的制备

在 6 个 50 mL 的刻度容量瓶中(6.11.3.2),分别移入锰标准溶液(6.11.2.2),其体积如表 3 所示,用水混合并稀释至刻度。

表 3 测定锰所需的标准校正液

锰标准溶液的体积/mL	锰含量/ $(\mu\text{g/mL})$
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.11.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液于火焰原子吸收光谱仪中,并记录 279.5 nm 波长时的吸光度。

6.11.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 Mn $\mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标,以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.11.6 分析结果的表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比,确定锰含量。

试样中锰含量以 w_{Mn} (mg/kg)表示,按式(7)计算:

$$w_{Mn} = \frac{10(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots(7)$$

- 式中: w_{Mn} ——锰含量,mg/kg;
- m_1 ——检验溶液的锰含量, $\mu\text{g/mL}$;
- m_2 ——空白溶液的锰含量, $\mu\text{g/mL}$;
- m ——试样的质量,g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的锰含量。结果保留一位小数。

6.12 铁含量的测定

6.12.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中,并配制成标准溶液,用原子吸收光谱仪在 248.3 nm 处测定其吸光度,用此吸光度与测定铁标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定铁的含量。

6.12.2 试剂

- 6.12.2.1 盐酸(GB/T 622):10%(质量分数)溶液。
- 6.12.2.2 铁标准溶液:10 mg/L。

6.12.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

- 6.12.3.1 原子吸收光谱仪,装有铁空心阴极灯。
- 6.12.3.2 刻度容量瓶:2个,10 mL;6个,50 mL,A级。

6.12.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5 mL 的盐酸溶液(6.12.2.1)中,并将此溶液全部转移至 10 mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪(6.12.3.1)的波长到 248.3 nm 处,在规定的仪器条件下,用原子吸收光谱仪测定,紧接着吸水清洗燃烧器,相同条件下测定空白溶液。重复此步骤,记录平均吸光度。

6.12.5 校正曲线的制备

6.12.5.1 溶液的制备

在 6 个 50 mL 的刻度容量瓶中(6.12.3.2),分别移入铁标准溶液(6.12.2.2),其体积如表 4 所示,用水混合并稀释至刻度。

表 4 测定铁所需的标准校正液

铁标准溶液的体积/mL	铁含量/ $(\mu\text{g/mL})$
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.12.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液于火焰原子吸收光谱仪中,并记录 248.3 nm 波长时的吸光度。

6.12.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 Fe $\mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标,以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.12.6 分析结果的表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比,确定铁含量。

试样中铁含量以 w_{Fe} (mg/kg) 表示,按式(8)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{10(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots(8)$$

式中: w_{Fe} ——铁含量,mg/kg;

m_1 ——检验溶液的铁含量, $\mu\text{g/mL}$;

m_2 ——空白溶液的铁含量, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样的质量,g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的铁含量。结果保留一位小数。

6.13 镍含量的测定

6.13.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中,并配制成标准溶液,用原子吸收光谱仪在 232.0 nm 处测定其吸光度,用此吸光度与测定镍标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定镍的含量。

6.13.2 试剂

6.13.2.1 盐酸(GB/T 622):10%(质量分数)溶液。

6.13.2.2 镍标准溶液:10 mg/L。

6.13.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.13.3.1 原子吸收光谱仪,装有镍空心阴极灯。

6.13.3.2 刻度容量瓶:2个,10 mL;6个,50 mL,A级。

6.13.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5 mL 的盐酸溶液(6.13.2.1)中,并将此溶液全部转移至 10 mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪(6.13.3.1)的波长到 232.0 nm 处,在规定的仪器条件下,用原子吸收光谱仪测定,紧接着吸水清洗燃烧器,相同条件下测定空白溶液。重复此步骤,记录平均吸光度。

6.13.5 校正曲线的制备

6.13.5.1 溶液的制备

在 6 个 50 mL 的刻度容量瓶中(6.13.3.2),分别移入镍标准溶液(6.13.2.2),其体积如表 5 所示,用水混合并稀释至刻度。

表 5 测定镍所需的标准校正液

镍标准溶液的体积/mL	镍含量/ $(\mu\text{g/mL})$
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.13.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液注入火焰原子吸收光谱中,并记录 232.0 nm 波长时的吸光度。

6.13.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 Ni $\mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标,以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.13.6 分析结果的表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比,确定镍含量。

试样中镍含量以 w_{Ni} (mg/kg) 表示,按式(9)计算:

$$w_{\text{Ni}} = \frac{10(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots(9)$$

式中: w_{Ni} ——镍含量,mg/kg;

m_1 ——检验溶液的镍含量, $\mu\text{g/mL}$;

m_2 ——空白溶液的镍含量, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样的质量,g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的镍含量。结果保留一位小数。