



中华人民共和国国家标准

GB/T 18866—2002

橡胶 酸消化溶解法

Rubber — Dissolution by acid digestion

(ISO 9028:1989, MOD)

2002-10-15 发布

2003-04-01 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

本标准是修改采用国际标准 ISO 9028:1989《橡胶 酸消化溶解法》制定的。

本标准根据 ISO 9028:1989 重新起草,其技术性差异及原因如下:

- a) 本标准增加了在消化操作过程中防止飞溅的措施。在操作程序上稍作修改即可防止飞溅出现,避免事故的发生;
- b) 本标准适用对象由生胶、橡胶制品改为生胶、胶乳、混炼胶及硫化胶。因为硫化胶包含橡胶制品,使适用范围更全面;
- c) 本标准将橡胶制品的取样改为硫化胶的取样方法及混炼胶参照硫化胶的取样方法进行取样。因为适用对象的改变,取样方法也作相应调整。同时在引用标准时也比 ISO 9028:1989 多引用了 GB/T 17783《硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验》和 ISO 123。
- d) 本标准 7.1.1 中,“称取约 2 g(精确到 0.1 mg)……”,ISO 9028:1989 为精确到 2 mg,这样做可操作性强。
- e) 本标准 7.1.1 中对消化过程的现象描述与 ISO 9028:1989 有所不同,本标准更直观合理。为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:
 - a) 体积单位由 cm^3 改为 mL。

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通用化学试验方法分技术委员会(TC35/SC11)归口。

本标准起草单位:青岛黄海橡胶集团、东风金狮轮胎有限公司。

本标准主要起草人:刘爱芹、胡绪方、崔淑芳。

橡胶 酸消化溶解法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用硝酸或硝酸和硫酸的混合酸消化胶乳、生胶、混炼胶、硫化橡胶的方法。

本标准适用于橡胶和橡胶制品的消化溶解。由于本标准操作中温度较低,可减少某些潜在挥发性元素或挥发性元素的组合(如 As、Sb、Bi 和 Zn+Cl、Cu+Cl 及 Pb+Cl)的挥发损失,当试样中存在这些潜在挥发性元素或挥发性元素的组合时,可采用本标准。

如果 GB/T 4498《橡胶 灰分的测定》不适用,建议使用本方法制备待测金属离子的溶液(如作为微量分析用)。本方法可以防止挥发性金属衍生物的损失或不溶性金属硅酸盐的形成(在干法灰化含锌的卤化橡胶或含有二氧化硅的试样时,可能出现这种情况)。

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。凡是注明日期的引用文件,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/T 4498 橡胶 灰分的测定(eqv ISO 247)
- GB/T 8298 浓缩天然胶乳 总固体含量的测定(eqv ISO 124)
- GB/T 15340 天然、合成生胶取样及制样方法(idt ISO 1795)
- GB/T 17783 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验(idt ISO 4661-2)
- SH/T 1154 合成橡胶胶乳总固体含量的测定(eqv ISO 124)
- ISO 123 橡胶乳胶 取样
- ISO 1042 实验室玻璃器具类 单标线容量瓶

3 原理

3.1 方法 A

在敞口烧瓶中,试样用硫酸消化后再用硝酸氧化。

如果有硅或硅酸盐存在,为了使所有的硅都以硅的氟化物形式挥发掉,并生成金属硫酸盐,应用硫酸和氢氟酸处理。

3.2 方法 B

在内衬聚四氟乙烯的压力容器中,用硝酸消化溶解橡胶。

如果有硅或硅酸盐存在,为了使所有的硅都以硅的氟化物形式挥发掉,并生成金属硫酸盐,应用硫酸和氢氟酸处理。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)

- 4.2 盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)
- 4.3 盐酸溶液 $[1+2(V_1+V_2)]$
- 4.4 氢氟酸($\rho=1.12\text{ g/mL}$)(质量分数为38%~40%)
- 4.5 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)
- 4.6 过氧化氢(质量分数为30%)

5 仪器

实验室常用仪器以及

- 5.1 天平:分度值为0.1 mg;
- 5.2 容量瓶:100 mL,与ISO 1042中A类的要求相符合;
- 5.3 铂坩埚:50 mL;
- 5.4 铂棒;
- 5.5 电热加热器;
- 5.6 凯氏烧瓶 250 mL、500 mL
- 5.7 漏斗;
- 5.8 移液管:分别为1 mL、5 mL、10 mL、20 mL,其中5 mL移液管是塑料的,用来吸氢氟酸;
- 5.9 压力容器:由非磁性的高强度的不锈钢制成,容积20 mL~50 mL,内衬聚四氟乙烯,并附带由聚四氟乙烯包裹的磁力搅拌棒和温度计;
- 5.10 带加热装置的电磁搅拌器。

6 取样

在整个样品制备过程中,应不要污染样品。

- 6.1 胶乳:按GB/T 8298、SH/T 1154、ISO 123规定执行。
- 6.2 生胶:按GB/T 15340规定执行。
- 6.3 混炼胶:参照GB/T 17783规定执行。
- 6.4 硫化胶:按GB/T 17783规定执行。

7 操作步骤

消化反应应在通风橱内或消化架上进行,以免酸雾进入实验室空间。

7.1 方法A

在敞口烧瓶中消化

7.1.1 称取约2 g(精确到0.1 mg)剪碎的试样,置于250 mL凯氏烧瓶中,加10 mL硫酸,在凯氏烧瓶上放一个小漏斗,在电热板或调温电炉上缓慢加热至试样完全裂解,冷却至室温,小心加入5 mL硝酸。如果反应过于剧烈,则应将凯氏烧瓶放入盛冷水的烧杯中冷却,并在室温下放置至少2 h以后重新加热。

有些品种的橡胶能引起明显的飞溅,如果出现这种情况,应换一个500 mL的凯氏烧瓶重新进行试验,用硫酸降解,冷却后再加硝酸。且加入硝酸后应放置更长时间(例如:放置过夜),然后再加热。

一旦初始反应平静下来,再缓慢加热混合物直至不再发生激烈反应,即没有大量棕红色气体逸出,然后升高温度至有少量白色烟雾冒出。冷却,加1 mL硝酸,缓慢加热直至不再发生激烈反应,然后升高温度至有少量白色烟雾冒出。重复上述操作,直至消化液变成无色或浅黄色,进一步升高温度,直至消化液颜色不再变深或变黑为止。

如果消化操作时间较长,需再加约1 mL硫酸,以防止凯氏烧瓶内的反应物析出。

7.1.2 如果消化液中没有不溶物,冷却,加0.5 mL过氧化氢和2滴硝酸并加热至有少量白色烟雾冒

出。重复上述操作直至溶液的颜色不再褪色为止。冷却,加 10 mL 水稀释,再加热至有少量白色烟雾冒出。冷却溶液,加 20 mL 盐酸溶液。

将酸消化液转移到 100 mL 容量瓶中,用水洗涤凯氏烧瓶三次,每次用 5 mL,洗涤液并入容量瓶中,并用水稀释至刻度。

7.1.3 如果消化液中含有不溶物,冷却,将消化液连同残渣转移到铂坩锅中,用水洗涤凯氏烧瓶三次,每次用 5 mL,洗涤液并入铂坩锅中,并在电热板或调温电炉上小心蒸发至干,然后提高加热温度,直到所有的炭消耗掉为止。

某些元素如汞和砷有可能因挥发而损失,如果试样中含有这些元素,则最后不能完全加热至干。

冷却,加几滴硫酸润湿残渣,加入 5 mL 氢氟酸,在电热板或电炉上用铂棒搅拌并蒸发至干,重复这一操作二次。冷却坩锅和残余物,加入 20 mL 盐酸溶液。如果溶液是澄清的,则将溶液转移到 100 mL 容量瓶中,用水洗涤坩锅三次,每次用 5 mL,洗涤液并入容量瓶中,用水稀释至刻度;如果溶液是浑浊的,则将溶液过滤到 100 mL 容量瓶中,用水洗涤坩锅五次,每次用 5 mL,将洗涤液也过滤到容量瓶中,然后用水稀释至刻度。

7.2 方法 B

在压力容器中消化

警告:在操作过程中,压力容器应该安置在合适的保护屏后面。

7.2.1 称取约 100 mg 试样(精确到 0.2 mg),放入压力容器中,放入磁搅拌棒,加入 5 mL 硫酸、3 mL 硝酸,按照压力容器的操作要求,关闭压力容器,插入温度计,把压力容器放在带加热装置的磁力搅拌器上,当加热到 135℃~145℃时,开始搅拌,并在该温度下连续搅拌 2 h,然后,将压力容器冷却至室温,擦干压力容器,打开。

7.2.2 在大多数情况下,试样将被完全消化溶解。但如果试样没有全部溶解,则继续按 7.1.3 给出的步骤在敞口铂坩锅中进行操作。
