



中华人民共和国国家标准

GB/T 4498—1997
eqv ISO 247:1990

橡胶 灰分的测定

Rubber—Determination of ash

1997-10-14 发布

1998-04-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用国际标准 ISO 247:1990《橡胶——灰分的测定》。

由于历史的原因我国曾依据国际标准 ISO 247 分别制定了 GB 4498—84《硫化橡胶灰分的测定》、GB 6736—86《合成生胶 灰分含量的测定》和 GB 8085—87《天然生胶 灰分含量的测定》三个国家标准。根据国家标准清理整顿的精神和全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会 1993 年和 1994 年年会决议,为适应与国际接轨的需要,在全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会合成橡胶分技术委员会、天然橡胶分技术委员会和通用化学试验方法分技术委员会工作的基础上,将上述三个标准合并为一而制定出本标准。

本标准与 ISO 247:1990 的主要差异仅在于增加了有关精密度的章节。

本标准自生效之日起,代替 GB 4498—84、GB 6736—86 和 GB 8085—87。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:兰州化学工业公司化工研究院、华南热带农产品加工设计研究所、化工部北京橡胶工业研究设计院。

本标准的主要起草人:曾安群、邓瑶筠、邓平阳、吴佩芝、张秀亭、刘惠春。

本标准于 1984 年 6 月首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国标准团体(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员均有权参加该技术委员会。凡与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。在电工技术标准化的所有方面,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,要求至少有 75% 投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 247 是由 ISO/TC 45 橡胶与橡胶制品技术委员会制定的。

本第三版废止并替代第二版(ISO 247:1978),后者包含三种测定方法而不是两种方法。

中华人民共和国国家标准

GB/T 4498—1997
eqv ISO 247:1990

橡胶 灰分的测定

代替 GB 4498—84
GB 6736—86
GB 8085—87

Rubber—Determination of ash

1 范围

1.1 本标准规定了测定生橡胶、混炼胶和硫化橡胶灰分的两种方法。除 1.2 和 1.3 所述的限制外,这些方法适用于 GB/T 5576 中的 M、N、O、R 和 U 类的生橡胶、混炼胶或硫化橡胶。

本标准不包括解释因混炼胶或硫化橡胶中的无机配合剂而产生的灰分。这是分析工作者的责任,他们必须了解各种橡胶配合剂在高温下的行为。

1.2 方法 A 不适用于测定含氯、溴或碘的各种混炼胶和硫化橡胶的灰分。

1.3 方法 B 适用于测定含有氯、溴或碘的混炼胶或硫化橡胶,但不适用于未混炼橡胶。

1.4 含锂和氟的化合物可能会与石英坩埚反应生成挥发性化合物,致使灰分的测定结果偏低。灰化含氟橡胶和锂聚合橡胶应使用铂坩埚。

1.5 在所有情况下,这两种灰化方法不能给出相同的结果,因此在试验报告中必须说明所用的灰化方法。

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 5576—1997 橡胶和胶乳命名法(idt ISO 1629:1996)

GB/T 6737—1997 生橡胶 挥发分含量的测定(eq. ISO 248:1991)

GB/T 15340—93 天然、合成生胶取样及制样方法(idt ISO 1795:1992)

3 原理

3.1 方法 A

将已称量试样放入坩埚中,在调温电炉(或本生灯)上加热。待挥发性的分解产物逸去后,将坩埚转移到马福炉中继续加热直至含碳物质被全部烧尽,并达到质量恒定。

3.2 方法 B

将已称量试样放入坩埚中,在硫酸存在下用调温电炉(或本生灯)加热,然后放入马福炉内灼烧,直至含碳物质被全部烧尽,并达到质量恒定。

4 试剂

硫酸(仅用于方法 B),分析纯, $\rho=1.84\text{ g/cm}^3$ 。

5 仪器

实验室常用仪器以及:

5.1 坩埚:容积约为 50 cm^3 的瓷坩埚、石英坩埚或铂坩埚。对于合成生橡胶,可用每克试样至少 25 cm^3 容积的坩埚。

5.2 石棉板:为 100 mm 见方,厚约 5 mm ,中央开有放坩埚(5.1)的圆孔。使坩埚约 $2/3$ 的部分露于此板之下。

5.3 本生灯或调温电炉^{1]}。

5.4 马福炉:装有烟道并能控制通入炉内的气流(可以用炉门开度的大小来调节)。备有温控装置,使炉温保持在 $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 或 $950^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。

6 试样制备

6.1 天然生橡胶试样应从按 GB/T 15340 制得的均化胶样中切取。合成生橡胶试样应从按 GB/T 6737 测完挥发分后的干胶上切取。

6.2 混炼胶试样应该用手工弄碎。

6.3 硫化橡胶试样应在开炼机上压成薄片或压碎,也可用手工弄碎。

6.4 应注意保证混炼胶和硫化橡胶胶试样具有代表性。

7 操作步骤

7.1 方法 A

将清洁而规格适当的空坩埚(5.1)放在温度为 $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 的马福炉(5.4)内加热约 30 min ,然后放入干燥器中冷却至室温,取出称量,精确至 0.1 mg 。根据估计的灰分量,称取约 5 g 生橡胶试样或 $1\text{ g} \sim 5\text{ g}$ 混炼胶或硫化橡胶试样,精确至 0.1 mg 。将已称量的试样放入在石棉板(5.2)孔内的坩埚内。在适当排风的通风橱中,用本生灯(或电炉)(5.3)慢慢加热坩埚,避免使试样着火。如果材料因溅出或溢出而损失,必须重新取样,按上述步骤重作。

当橡胶分解炭化后,逐渐升高温度直至挥发性分解产物基本赶尽,只留下干的炭化残余物。将盛有残余物的坩埚移入炉温 $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ (另外参见下面的注)马福炉中,微启炉门通入足量的空气使炭氧化。

继续加热直至炭完全氧化成为净灰为止。从炉中取出盛灰的坩埚,放入干燥器中冷却至室温后,称量并精确至 0.1 mg 。将此盛灰坩埚再放入 $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ (或 $950^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ ——见注)的马福炉中加热约 30 min ,取出放入干燥器中冷却至室温,再称量,精确至 0.1 mg 。对于生橡胶,前后两次质量之差不应大于 1 mg ,对于混炼胶和硫化橡胶,不应大于灰分含量的 1% 。如果达不到此要求,重复加热、冷却、称量操作直至连续两次称量结果之差符合上述要求为止。

注:对于混炼胶和硫化橡胶,所用温度可以为 $950^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。

7.2 方法 B

将清洁而规格适当的空坩埚(5.1)放在温度为 $950^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 的马福炉(5.4)内加热约 30 min ,然后放入干燥器中冷却至室温,取出称量,精确至 0.1 mg 。称取 $1\text{ g} \sim 5\text{ g}$ 混炼胶或硫化橡胶试样,精确至 0.1 mg 。将称好的试样放入坩埚,然后倒入约 3.5 cm^3 浓硫酸(第4章)于试样上,使橡胶完全润湿。将装有试样的坩埚置于石棉板(5.2)的孔内。在适当排风的通风橱内用本生灯或电炉慢慢加热。如果反应开始阶段,混合物膨胀严重,则撤掉热源以避免材料可能的损失。

当反应变得较为缓慢时,升高温度,直到过量的硫酸挥发掉,留下干的炭化残余物为止。将盛有残余物的坩埚移入温度为 $950^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 的马福炉中加热约 1 h ,直到碳被完全氧化成净灰为止。从马福炉中取出盛灰的坩埚放入干燥器中冷却至室温,称量并精确至 0.1 mg 。然后再将此盛灰坩埚放入 $950^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 的马福炉中,加热约 30 min 后,取出放入干燥器中冷却至室温,再称量并精确至 0.1 mg 。

采用说明:

1] ISO 247:1990 中未规定调温电炉。

如果这两次称量之差大于灰分含量的 1%，则重复加热、冷却和称量操作步骤，直至连续两次称量之差小于灰分含量的 1% 为止。

8 结果表示

用式(1)计算灰分的质量百分含量：

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——试样质量，g；

m_1 ——空坩埚质量，g；

m_2 ——坩埚与灰分质量之和，g。

所得结果应表示至二位小数。

9 允许差¹⁾

9.1 对于天然橡胶，两次测定结果之差不大于 0.02%。

9.2 对于合成生橡胶

——灰分含量小于 0.07% 时，两次测定结果之差不大于 0.02%；

——灰分含量在 0.08%~0.24% 时，两次测定结果之差不大于 0.03%；

——灰分含量在 0.25%~1.00% 时，两次测定结果之差不大于 0.08%。

9.3 对于硫化橡胶

——灰分含量在 1%~5% 时，两次测定结果之差不大于 0.20%；

——灰分含量在 5%~10% 时，两次测定结果之差不大于 0.30%；

——灰分含量在 10%~50% 时，两次测定结果之差不大于 0.40%。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 采用的方法——方法 A 或方法 B；
- d) 所用的温度，以及方法 A 选用 950℃ 的理由；
- e) 被试产品的灰分含量，以质量百分数表示；
- f) 试验日期。

采用说明：

1) ISO 247 中无此章。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶 灰分的测定
GB/T 4498—1997

*

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:68522112

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

*

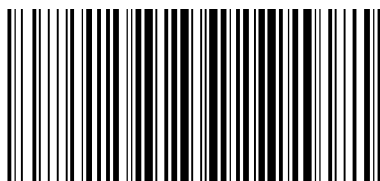
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字
1998 年 4 月第一版 1998 年 4 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066 • 1-14642 定价 8.00 元

*

标 目 332—31



GB/T 4498—1997