



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4313—2015

橡胶和塑料制品中硅酸铝耐火纤维的测定

Determination of alumino-silicate refractory fiber
in rubber and plastic products

2015-09-02 发布

2016-04-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：徐小茗、管嵩、王乐。

橡胶和塑料制品中硅酸铝耐火纤维的测定

1 范围

本标准规定了橡胶和塑料制品中硅酸铝耐火纤维的扫描电镜定性、容量法定量的测定方法。

本标准适用于橡胶和塑料制品中硅酸铝耐火纤维的测定。

本标准不适用于同时含其他形态铝元素的橡胶和塑料制品中硅酸铝耐火纤维的定量测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纤维状粒子 fiber particle

长轴长度与直径的比值大于 3 的粒子。

4 方法提要

采用扫描电子显微镜-能谱联用仪进行定性测定,确定是否含有硅酸铝耐火纤维。对确定含有硅酸铝耐火纤维的试样用混合熔剂熔融,稀盐酸浸取,苦杏仁酸掩蔽钛。在过量 EDTA 存在下,调节 pH 值为 3~4,加热使铝、锌等离子与 EDTA 络合,加入 pH 值为 5.5 的六次甲基四胺缓冲溶液,用二甲酚橙作指示剂,先用乙酸锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA,再用氟盐取代与铝络合的 EDTA,最后用乙酸锌标准滴定溶液滴定取代出的 EDTA,求得硅酸铝的量。

5 试剂与材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯。所用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 氨水。

5.2 金属铝(纯度 99.99%)。

5.3 混合熔剂:取 2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细,混匀。

5.4 氟化铵溶液(100 g/L)。

5.5 苯羟乙酸溶液(100 g/L)。

5.6 六次甲基四胺缓冲溶液(pH=5.5):称取 200 g 六次甲基四胺溶于水,加 80 mL 盐酸溶液(5.8),用

水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.7 乙酸锌溶液(10 g/L):称取 10 g 乙酸锌溶于 1 000 mL 水中,用冰乙酸调至 pH 值为 5.5~6.0。

5.8 盐酸(1+1)。

5.9 氢氧化钠溶液(500 g/L):储存于塑料瓶中。

5.10 EDTA 溶液(20 g/L)。

5.11 氧化铝标准溶液[$c(1/2 \text{ Al}_2\text{O}_3)=0.02 \text{ mol/L}$]称取 0.539 6 g 金属铝(5.2)于聚四氟乙烯烧杯中,加约 50 mL 水,10 mL~20 mL 氢氧化钠溶液(5.9),使其溶解(必要时在水浴上低温加热溶解),稍冷,移入盛有 90 mL 盐酸(5.8)溶液的烧杯中,加热煮沸使溶液透明,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.12 乙酸锌标准滴定溶液(0.02 mol/L):称取 4.4 g 乙酸锌[$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]溶于水,用水稀释至 1 000 mL,混匀,用冰乙酸调整溶液 pH 值至 5.5~6.0,混匀。

标定:移取 3 份 40.0 mL 氧化铝标准溶液(5.11)分别置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 苯羟乙酸溶液(5.5),加 25 mL EDTA 溶液(5.10),加水至约 100 mL,加热至 70 °C~80 °C,加 2 滴溴酚蓝指示剂溶液(5.13),用氨水(5.1)调至溶液刚呈蓝色,加热煮沸 3 min~5 min,取下冷却至室温,以下按 8.4~8.5 操作,记下第二次滴定终点所消耗的乙酸锌标准滴定溶液的体积。3 份氧化铝标准溶液所消耗乙酸锌标准滴定溶液毫升数的极差应不超过 0.10 mL,取其平均值,否则,应重新标定。

乙酸锌标准滴定溶液的浓度用物质的量浓度 c 计,数值以 mol/L 表示,按式(1)计算,保留四位有效数字:

$$c = \frac{c_1 V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——氧化铝标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——移取氧化铝标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时所消耗乙酸锌标准滴定溶液体积的平均值的数值,单位为毫升(mL)。

5.13 溴酚蓝指示剂溶液(1 g/L)。

5.14 二甲酚橙指示剂溶液(5 g/L)。

6 仪器和设备

6.1 高温炉:最高使用温度 $\geq 1\,100$ °C,且能自动控温的箱式电炉。

6.2 喷碳镀膜仪。

6.3 扫描电子显微镜:配有能谱仪。

碳膜设备

6.4 分析天平:感量 0.1 mg。

6.5 瓷坩埚。

6.6 铂金坩埚。

6.7 吸量管:20 mL、25 mL。

6.8 滴定管:10 mL、25 mL、50 mL。

6.9 容量瓶:200 mL、1 000 mL。

7 定性测定

7.1 分析试样制备

称取约 5 g 试样(精确至 0.1 mg)置于瓷坩埚(6.5)中,放于电炉上加热至无大量浓烟,放入 1 000 ℃ 的高温炉(6.1)中,灰化 3 h 去除有机物质,置于干燥器冷却至室备用。

7.2 分析试样的定性测定

7.2.1 样品前处理

取三份适量初步分析试样(7.1),均匀放在贴有导电胶或双面胶的扫描电子显微镜样品载台上,用洗耳球吹去样品表面的颗粒,再镀上一层碳膜待测。

7.2.2 测定

将制备好的 3 个测试样(7.2.1)放在扫描电子显微镜下观察(参见附录 A),在×1 000 的放大倍数下移动视野并计数,每个试样至少观测 1 000 个粒子,记录标本中纤维粒子数(参见附录 B)。如果 3 个试样合计 3 000 个粒子中,纤维状粒子达到 4 个或 4 个以上,且能谱测试结果显示纤维主要由铝、氧、硅元素组成,则判定为该测试样含硅酸铝耐火纤维;否则判定为不含硅酸铝耐火纤维。

8 定量测定

8.1 称取 5 g 试料(精确至 0.1 mg)置于铂金坩锅中(6.6),放于电炉上加热至无大量浓烟,放入 1 000 ℃ 的高温炉中,灰化 3 h 去除有机物质,置于干燥器冷却至室温,加入 5 g 混合熔剂(5.3),盖上坩埚盖,并稍留缝隙,置于 800 ℃~900 ℃ 高温炉中,升温至 1 000 ℃ 熔融。待试样完全溶解,取出,旋转坩埚,使熔融物均匀附着于坩埚内壁,冷却。

8.2 用滤纸擦净坩埚外壁,放入盛有煮沸的含 30 mL 盐酸(5.8)和 50 mL 水的 200 mL 烧杯中,加热浸出熔融物至溶液清亮,用水洗出坩埚及盖,冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

8.3 用吸量管移取 25 mL 溶液(8.2)于 400 mL 烧杯中,加入 15 mL 苯羟乙酸溶液(5.5),搅拌后加足量 EDTA 溶液(5.10),并过量 5 mL~10 mL,加热至 70 ℃~80 ℃,加 2 滴溴酚蓝指示剂溶液(5.13),用氨水(5.1)调至溶液刚呈蓝色,加热煮沸 5 min,取下冷却至室温。

8.4 加 15 mL 六次甲基四胺缓冲溶液(5.6),3~4 滴二甲酚橙指示剂溶液(5.14),先用乙酸锌溶液(5.7)滴至近终点,再用乙酸锌标准滴定溶液(5.12)滴定至试液由黄色变为红色为终点(不计读数)。

8.5 加 15 mL 氟化铵溶液(5.4),搅匀,煮沸 5 min,冷至室温,补加 2 滴二甲酚橙指示剂溶液(5.14),用乙酸锌标准滴定溶液(5.12)滴定至试液由黄色变为红色为终点,记录本次终点所消耗乙酸锌标准滴定溶液的体积。

9 分析结果的计算

9.1 硅酸铝纤维量用质量分数 w 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{c[(V_1 - V_0)/1\,000]M}{2\,m_1d} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——乙酸锌标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

SN/T 4313—2015

- V_1 —— 滴定试液所消耗乙酸锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 滴定空白所消耗乙酸锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M —— $Al_2(SiO_3)_3$ 的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=282$);
- m_1 —— 试料的质量数值,单位为克(g);
- d —— 移取溶液体积与总体积的比值(25/200)。

9.2 计算结果取两次测定结果的算数平均值,保留至小数点后两位有效数字。

10 精密度

本方法的精密度见表 1。

表 1 方法精密度			
物质	水平范围(质量分数)	重复性限 r	再现性限 R
硅酸铝纤维	0.634	0.022 0	0.025 0
	4.80	0.039 0	0.061 0
	12.00	0.072 0	0.100

附 录 A
(资料性附录)
扫描电子显微镜的规格

- A.1 具有扫描显微镜的标准配备。
- A.2 加速电压 0 kV~30 kV,放大倍数 10 000~200 000,连续可调。
- A.3 配有能谱仪及标准元素数据库用于元素定性定量分析。

SN/T 4313—2015

附录 B

(资料性附录)

硅酸铝耐火纤维的扫描电镜照片

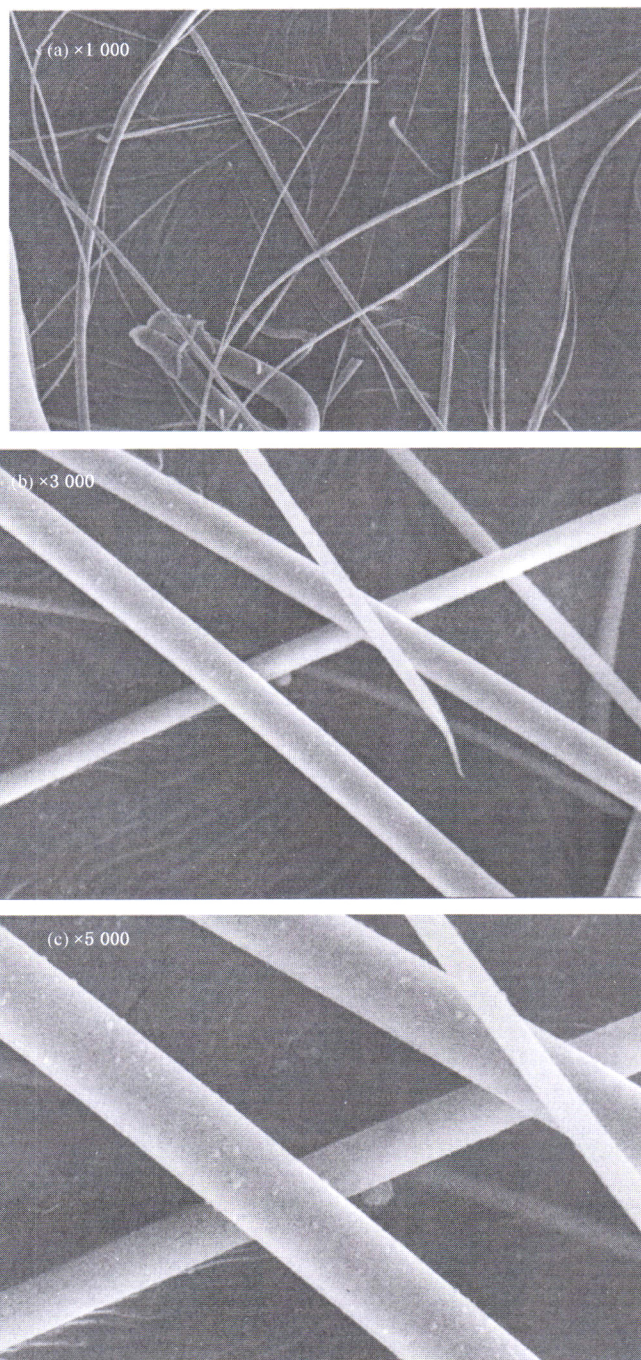


图 B.1 不同放大倍数下硅酸铝耐火纤维的扫描电镜照片