

GB/T 30309—2013

差范围内,确认系统的线性,否则应按仪器说明书调节仪器。

当分析条件发生变化时,需要重新进行校正。

#### B.4.4 试样分析

##### B.4.4.1 称量

液体试样:将约 1.5 g 液体阻燃剂放在燃烧舟中间位置,称量定量(Si17 称量约 0.08 g,其他液体试样称量约 0.13 g)(精确至 0.000 1 g)的液体试样均匀滴在液体阻燃剂上面,再用液体阻燃剂完全覆盖试样。

固体试样:准确称量 0.16 g(精确至 0.000 1 g)的固体试样于燃烧舟中,用固体阻燃剂完全覆盖试样。

##### B.4.4.2 测定

根据红外吸收定硫仪的规定进行操作。

#### B.4.5 结果计算

试样的硫含量结果由数据处理机自动给出。

#### B.4.6 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%,取其算术平均值为测定结果。

GB/T 30309—2013

ICS 71.100.40  
G 71

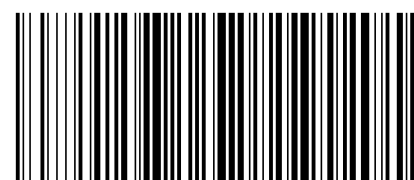


# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30309—2013

## 多硫化物硅烷偶联剂

Polysulfide silane coupling agent



GB/T 30309-2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-49195

定价: 24.00 元

2013-12-31 发布

2014-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 附录 B

(规范性附录)

## 硫含量的测定方法 B——管式炉燃烧后红外吸收法

## B.1 方法提要

管式炉内通入氧气流,使试样在高温下燃烧,试样中的硫元素转化为二氧化硫气体进入红外吸收池,仪器自动测量二氧化硫对红外能的吸收,自动计算并显示出试样的硫含量结果。

## B.2 试剂和材料

B.2.1 无水高氯酸镁[10034-81-8],ACS级。

B.2.2 液体阻燃剂:氧化铝[1302-74-5],纯度 99.0%~99.6%,粉末状固体。

B.2.3 固体阻燃剂:氧化铝[1302-74-5],纯度 99.0%~99.6%,小颗粒状固体。

B.2.4 标准样:胱氨酸[56-89-3],硫含量 26.69%。

B.2.5 玻璃棉。

B.2.6 高纯氧气,含量 $\geq$ 99.9%。

B.2.7 燃烧舟,符合所用仪器厂商的规定,在 1 385 °C 高温炉中灼烧不产生含硫的化学物质。

B.2.8 拉舟杆。

## B.3 仪器

红外吸收定硫仪:灵敏度  $1 \times 10^{-6}$ 。

## B.4 分析步骤

## B.4.1 调试

按说明书调试检查仪器,使仪器处于正常稳定状态。

## B.4.2 分析条件

B.4.2.1 红外输出范围 7.5 V~9.5 V。

B.4.2.2 恒温箱温度  $(48 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

B.4.2.3 炉温 1 385 °C。

B.4.2.4 炉温上限 1 500 °C。

B.4.2.5 氧气流量 3.5 L/min。

B.4.2.6 检测流量 2.5 L/min。

注:此系典型操作参数,可根据不同仪器特点、环境条件,对给定操作参数作适当调整。

## B.4.3 校正试验

准确称量约 0.08 g(精确至 0.000 1 g)标准样于燃烧舟内,用固体阻燃剂完全覆盖,再用拉舟杆将燃烧舟推入管式炉内,按照仪器说明书进行操作。重复上述操作三次,测得结果的波动范围应在仪器允许

中华人民共和国  
国家标准

多硫化物硅烷偶联剂

GB/T 30309—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 40 千字  
2014 年 6 月第一版 2014 年 6 月第一次印刷

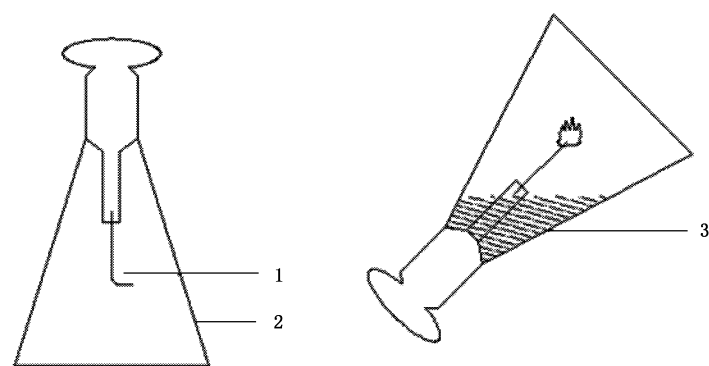
\*

书号:155066·1-49195 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107

## A.3 燃烧分解示意图

燃烧分解示意图见图 A.4。



说明：

1——铂金丝  $\phi 0.5$  mm；

2——燃烧瓶；

3——分解时示意图。

图 A.4 燃烧分解示意图

## A.4 称样方法

A.4.1 液体试样：称取试样 0.013 g~0.015 g(精确至 0.000 1 g)于小胶囊中的滤纸条上。

A.4.2 固体试样：称取试样 0.020 g~0.030 g(精确至 0.000 1 g)包入小胶囊中。

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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(SAC/TC 35/SC 12)归口。

本标准负责起草单位：南京曙光硅烷化工有限公司。

本标准参加起草单位：荆州市江汉精细化工有限公司。

本标准主要起草人：陶再山、梅宁、徐娟、李春华、甘书官。