

坩内熔融效果较好。加入 200 mg 锡粒,样品的流动性和包裹性很好;加入 300 mg 纯铁,样品的导磁性提高,测定结果稳定,加入纯铁量太大则有损高频炉;加入 1 500 mg 钨粒则能加快反应速度,样品燃烧稳定、不飞溅;根据数据精确度考察,确定使用铁/锡/钨复合型助熔剂。其中,300 mg 纯铁预先放入坩坩中,加入样品后,再加入锡粒 200 mg,覆盖钨粒 1 500 mg。

2.3 分析时间的选择

分析时间过长,造成积分的无益延长,并可能使结果偏高;分析时间过短,则可能使结果偏低,同样影响准确性。由于样品中总硫含量不同则在燃烧中硫的释放过程及释放时间不同,因此分析时间应根据样品中总硫含量作相应调整。通过试验,确定样品中总硫含量与分析时间的关系为:当硫质量分数小于 0.003 时,最短分析时间为 40 s;硫质量分数大于 0.003 时,最短分析时间为 50 s。

2.4 空白试验

瓷坩坩除原料及制作过程带来的影响外,表面还容易吸附空气中的水分、二氧化碳和二氧化硫。其中水分在燃烧时,吸收一定热量汽化后,能吸收二氧化硫,降低二氧化硫的转化率,故预先将坩坩置于 1 300 ℃左右的高温炉中灼烧约 2 h,取出,稍冷,置于无油的干燥器中备用,可将瓷坩坩的影响降至最小^[3]。

此外,载气试剂和助熔剂的纯度、操作和设定程序等都有可能影响试验结果。因此,进行了空白试验。经过 11 次空白试验,总硫质量分数平均值为 0.16×10^{-5} ,标准偏差为 0.6×10^{-4} ,相对标准偏差为 2.15%,由此可见空白试验可以忽略。

2.5 回收率及精确度

取 4 份样品,按确定的试验条件连续测定 11

次,计算其相对标准偏差,并进行加标回收,分析及计算结果见表 1。

表 1 样品分析结果

项 目	样品编号			
	1	2	3	4
硫质量分数测定值	0.010 1	0.004 2	0.011 5	0.006 4
加标量	0.01	0.01	0.01	0.01
加标测定总量	0.019 0	0.014 6	0.020 9	0.017 3
回收率/%	94.5	102.8	97.2	105.5
相对标准偏差/%	0.88	1.96	1.20	2.43

2.6 对比试验

采用本方法、硫酸钡重量法和间接原子吸收法进行对比试验,结果见表 2。由表 2 可见,各方法测定结果基本吻合。

表 2 不同方法总硫质量分数测定结果

项 目	样品编号			
	1	2	3	4
本方法	0.010 1	0.004 2	0.011 5	0.006 4
重量法	0.009 6	0.003 7	0.011 7	0.006 3
原子吸收法	0.009 9	0.004 0	0.011 2	0.006 7

3 结语

高频红外吸收法测定硫化胶中总硫含量灵敏度高,操作简便、快速,精确度高,回收率为 94.5%~105.5%,相对标准偏差小于 2.43%。

参考文献:

[1] 孙贤祥,孙成俊.用氧瓶燃烧-电位滴定法测定煤中有机硫和橡胶总硫[J].分析测试学报,1999,18(3):39-42.
[2] 佚名.用微波加热法测定橡胶中的游离硫、结合硫和总硫[J].许孙曲,许燕译.世界橡胶工业,1998,25(3):37-40.
[3] 杨栋.提高高频感应燃烧红外吸收法测定碳硫准确度的若干问题[J].冶金分析,1995,15(2):52-53.

收稿日期:2004-05-13

化学镀镍金属与橡胶直接硫化粘合
技术开发成功

中图分类号:TQ330.1+6 文献标识码:D

目前,橡胶与金属的硫化粘合主要采用涂胶粘剂的方法,该法工艺流程长、环境污染严重,特别是生产的外露金属骨架橡胶制品的外观装饰性差。

昆明冶金研究院与昆明大学在云南省自然科学基金的资助下开展了化学镀镍金属与橡胶直接

硫化粘合机理研究。通过研究,解决了化学镀镍金属与橡胶直接硫化粘合技术问题,实现了金属-橡胶的高性能化粘合。该技术已通过云南省科技厅组织的验收鉴定。采用该技术试制造油封,产品粘合强度达到技术指标要求,且产品外装饰性良好,为今后国内开发生产中高档外露金属骨架橡胶制品开辟了一条新路。

(昆明大学 刘玉强供稿)