

硅钼黄光度法测定硫化胶中二氧化硅质量分数

张素仙

(云南石林轮胎橡胶集团有限公司 技术中心, 云南 昆明 650600)

摘要: 利用硅离子与钼酸铵的络合特性, 提出硅钼黄光度法测定硫化胶中二氧化硅质量分数的方法。通过试验最终确定该方法的适宜试验条件为: 测量波长 400 nm; 硫酸溶液(质量分数 0.05)用量 10~13 mL; 显色剂用量 5 mL; 显色时间 10 min。测定的标准偏差为 0.021, 方法操作简便, 试验周期短, 准确性好。

关键词: 硫化胶; 二氧化硅质量分数; 硅钼黄光度法

中图分类号: T Q330.38⁺3; O657.3 文献标识码: B 文章编号: 1000-890X(2001)09-0565-03

硫化胶中的二氧化硅主要来自于白炭黑和陶土。白炭黑用于 NR 和 SR, 具有补强、亲合、耐磨等性能, 可提高胶料与帘线的粘合强度、胶料的抗撕裂性能、防龟裂性能以及胎面胶的耐磨性。硫化胶中二氧化硅质量分数的准确测定对研究轮胎配方、提高产品质量有重要意义。

硫化胶中二氧化硅质量分数的测定目前有重量法、原子吸收光谱法等。重量法虽然准确度高, 但操作繁琐, 耗时耗能; 原子吸收光谱法仪器昂贵。本工作采用硅钼黄光度法测定硫化胶中的二氧化硅质量分数。

1 实验

1.1 仪器

722 型光栅分光光度计, pHs-3C 型酸度计, 上海第三分析仪器厂产品; 铂金坩埚。

1.2 试剂

(1)质量浓度为 $1.000\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的二氧化硅标准溶液: 准确称取 1.000 g (质量精确至 0.0001 g) 干燥后的二氧化硅于铂金坩埚中, 加 3 g 无水碳酸钠, 在 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的马福炉中熔融 30 min , 取出冷却至室温, 用水溶解并稀释至 1000 mL , 贮存于聚乙烯瓶中。

(2)质量分数为 0.05 的硫酸溶液。

(3)质量浓度为 $100\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的钼酸铵溶液。

试验所用试剂均为分析纯试剂。

1.3 方法原理

硫化胶经炭化、灼烧后, 残渣在高温下与无水碳酸钠熔融, 使硅生成可溶性硅酸盐。在一定酸度下与钼酸铵反应生成黄色硅钼杂多酸铬合物(硅钼黄)。硅钼黄溶液在 400 nm 波长下的吸光度与溶液中二氧化硅质量浓度的关系符合比耳定律。因此可通过测量溶液的吸光度计算溶液中的二氧化硅质量浓度, 进而确定胶料中的二氧化硅质量分数。

1.4 测定步骤

称取 1 g (质量精确至 0.0001 g) 剪成约 1 mm^3 碎块的硫化胶于铂金坩埚中, 低温炭化至不再冒烟(试样不能着火), 移入 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马福炉中灼烧 2 h , 取出, 加入 1 g 无水碳酸钠, 再于 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马福炉中熔融 30 min 。取出冷却后, 用水溶解并稀释至 250 mL 。吸取 15 mL 稀释液于 100 mL 容量瓶中, 加水至 50 mL , 再加 12 mL 硫酸溶液, 5 mL 钼酸铵溶液, 混合均匀, 放置 10 min , 用水稀释至刻度, 摇匀。用 1 cm 的比色池于 400 nm 波长下测其吸光度, 于标准曲线上查得其质量浓度, 计算二氧化硅质量分数。

1.5 计算公式

硫化胶中二氧化硅质量分数按下式计算:

$$\text{二氧化硅质量分数} = \frac{5C}{3m} \quad (1)$$

式中 C ——标准曲线上查得的二氧化硅质量浓度, $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$;
 m ——硫化胶质量, g 。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线的绘制

分别吸取 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 和 0.5 mL 的二氧化硅标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 加水至 50 mL, 再加 12 mL 硫酸溶液, 5 mL 钼酸铵溶液, 混合均匀, 放置 10 min, 用水稀释至刻度, 摇匀。用 1 cm 的比色池于 400 nm 波长下测得相应的吸光度, 并绘制吸光度-二氧化硅质量浓度标准曲线, 见图 1。

2.2 测定波长的确定

分别测定了 3 种不同质量浓度溶液在不同波长下的吸光度, 并绘制吸光度-波长曲线, 见图 2。由图 2 可以看出, 3 条曲线最大吸收波长为

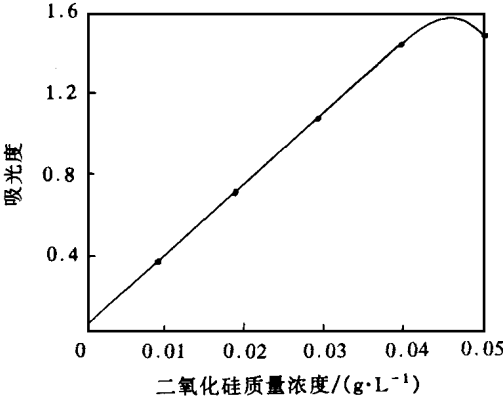


图 1 吸光度-二氧化硅质量浓度标准曲线

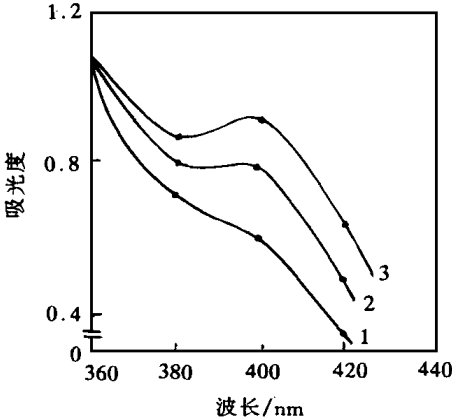


图 2 吸光度-波长曲线

1—二氧化硅质量浓度 $0.02 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$; 2—二氧化硅质量浓度 $0.03 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$; 3—二氧化硅质量浓度 $0.04 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$

360 nm, 但是此波长处的吸光度差值最小; 而在 400 nm 处吸光度差值最大, 符合朗伯-比耳定律。因此选择测定波长为 400 nm。

2.3 酸度的影响

不同酸度对溶液吸光度的影响见图 3。由图 3 可以看出, 反应适宜的硫酸用量为 10~13 mL, 此时溶液的 pH 值为 1.38~1.53。

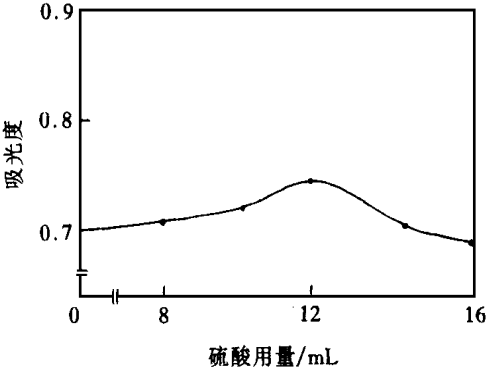


图 3 酸度对吸光度的影响

2.4 显色剂用量及显色时间

在相同溶液中分别加入 1, 3, 5, 7, 9 和 11 mL 显色剂, 并分别测定显色时间为 5, 10, 15 和 20 min 时溶液的吸光度, 结果表明差异不大。因此选择显色剂用量为 5 mL, 显色时间为 10 min。

2.5 检量线

在所确定的试验条件下, 二氧化硅质量浓度 (C) 在 $0 \sim 0.04 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内与吸光度 (A) 呈良好的线性关系。由标准曲线推出的检量线回归方程为:

$$A = 0.016 + 37.3 C \quad (2)$$

计算得出相关因数为 0.999 8, 摩尔吸光因数为 2.2×10^3 。

2.6 干扰离子

硅钼黄反应的干扰离子有 GeO_4^{2-} 和 PO_4^{2-} , 经灼烧后的硫化胶中一般不含这些离子。

2.7 重复性检验

分别用硅钼黄光度法和重量法对同一样品进行测定, 结果见表 1。硅钼黄光度法和重量法测定的标准偏差分别 0.021 和 0.030。由以上结果可以看出, 硅钼黄光度法具有很好的重复性。

表 1 硅钼黄光度法和重量法所测硫化胶中二氧化硅质量分数

项 目	1	2	3	4	5	6	7
硅钼黄光度法	0.042 3	0.041 8	0.042 0	0.042 5	0.042 0	0.042 2	0.042 1
重量法	0.042 5	0.041 5	0.041 8	0.041 8	0.042 0	0.041 8	0.042 2

2.8 实际样品分析

测定结果见表 2。由表 2 可以看出,该方法稳定性及测定结果准确性均较好。

用硅钼黄光度法进行多个样品实际分析,

表 2 实际样品测定结果

项 目	1	2	3	4	5	6
二氧化硅质量分数测定值	0.041 3	0.041 5	0.038 8	0.059 5	0.087 0	0.072 3
二氧化硅质量分数理论值	0.041 5	0.042 0	0.038 5	0.060 2	0.086 7	0.072 5
回收率/%	99.5	98.8	100.8	99.2	100.3	99.7

3 结语

硅钼黄光度法测定硫化胶中的二氧化硅质量分数,操作简便,灵敏度高,络合物稳定性好,结果准确。试验条件确定为:测量波长 400 nm,硫酸溶液(质量分数 0.05)用量 10~13

mL,显色剂用量 5 mL,显色时间 10 min。测定的标准偏差为 0.021,试验时间比重量法缩短 1/2~2/3,是测定硫化胶中二氧化硅质量分数的有效方法。

收稿日期: 2001-04-27

国内外简讯 7 则

△江苏南通远东机械公司推出一套新型三层复合胶管挤出设备,提高生产效率 150%,这套设备生产速度为 $12\text{ m}\cdot\text{min}^{-1}$,适合生产 40/33 三层复合胶管。

PRA, 16[10], 10(2001)

△日本三井和住友化工公司将合并为亚洲最大的化工公司,合并将于 2003 年完成。作为 PU 主要生产商,合并后的公司将在世界排名第 5,到 2006 年 PU 产值可达 28.30 亿美元。

PRA, 16[10], 50(2001)

△费尔斯通再次宣布召回 98 500 条 Firehawk GTA-02 系列轮胎。该胎规格为 P205/55R16,主要是装配在 2000 年及 2001 年日产 Altima SE 轿车上的。这些车主要在美国、加拿大及关岛出售。

Tyremen, 32[2], 15(2001)

△台湾渔业署在云林悬口湖乡金湖渔港用废弃轮胎修建一条延伸入海 100 多米的海堤。该海堤系用数十条废胎捆绑一起,加以组合后再行罐浆,吊到预定位置叠放而成。废轮胎不

会受海水侵蚀,稳定与坚固性不亚于传统海堤。废胎海堤如人工渔礁,吸引大批鱼类回游栖息,而成为优良垂钓场所。

Tyremen, 32[2], 15(2001)

△拜耳公司投资 9 400 万美元扩建在德国的马尔厂和美国得州的奥兰治厂。2003 年扩建计划完成后,两地 EPDM 年产能将分别增至 11.5 万和 7 万 t,从而使拜耳在全球的 EPDM 年产能增加到 18.5 万 t。

ERJ, 183[2], 3(2001)

△罗地亚公司完成了对委内瑞拉沉淀法白炭黑生产商 Venesil 公司的兼并,此举将使罗地亚沉淀法白炭黑年产量增加 2 万 t,硅酸钠年产量增加 5 万 t。新增产量主要供应美洲市场。

TTI, [1], 56(2001)

△哈钦森公司开发了一种有利于环保和用户的空调管接头密封。这种双平面的密封件可使致冷剂排放减少 80%,空调装置的致冷时间可以比安装标准 O 型密封圈的空调装置延长 1 倍。

RPN, 2001-03-05, P15