前　言

本标准等效采用日本工业标准 JIS K 6220:1995《橡胶用配合剂试验方法》中 6.13“盐酸不溶物”，对国家标准 GB/T 11409.9—1989《橡胶防老剂、硫化促进剂盐酸不溶物含量的测定方法》修订而成。

本标准与 JIS K 6220:1995 的主要技术差异为：

增加了称取试样精确度、试样经盐酸加热溶解后的冷却温度，试样的灰化时间、灼烧至恒量等项规定。本标准的各项规定比日本工业标准更详细。

本标准与 GB/T 11409.9—1989 的主要技术差异为：

增加了引用标准的内容；将“以充足的蒸馏水洗涤残渣”改为“用热水充分洗涤残渣”；增加了实验室用水的规定及数值修约的规定。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 11409.9—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

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归口。

本标准主要起草单位：山西省化工研究院。

本标准主要起草人：白润玲。

本标准首次发布于 1989 年 3 月 27 日。

中华人民共和国国家标准

橡胶防老剂、硫化促进剂 盐酸不溶物含量的测定

GB/T 11409.9—2003

代替 GB/T 11409.9 1989

Test method of insoluble matter in hydrochloric acid for rubber antiagers and vulcanizing accelerators

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程，本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题，制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了采用盐酸溶解试样，经洗涤、过滤、灼烧后，以重量法测定橡胶防老剂、硫化促进剂中盐酸不溶物含量的方法。

本标准适用于固体橡胶防老剂、硫化促进剂中盐酸不溶物含量的测定，也适用于塑料抗氧剂中盐酸不溶物含量的测定。

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为本标准的条文。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 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 试剂

3.1 蒸馏水：符合 GB/T 6682 三级水的规定。

3.2 盐酸(GB/T 622)：1+1。

4 仪器

4.1 玻璃漏斗。

4.2 瓷坩埚：30 mL。

4.3 高温炉。

5 测定步骤

称取试样 5 g～10 g(试样不易溶于盐酸时取 2 g～5 g，准确至 0.1 g)置于 100 mL 烧杯中，用少量水湿润后加入盐酸(3.2)50 mL，在电炉上加热至微沸，在不断搅拌下维持 30 min，使试样充分溶解。待冷却到 50℃以下，用无灰中速滤纸过滤，用热水充分洗涤残渣。再将残渣和滤纸一起移入已恒量的坩埚中，半开盖在电炉上逐渐升温使其全部炭化，然后放入高温炉中灰化 2 h～3 h，取出坩埚，移入干燥器中，冷却至室温后称量。再将坩埚移入高温炉中灼烧 30 min，取出冷却后称量，反复操作，直至质量恒定。

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2003-01-10 批准　　2003-07-01 实施

6 分析结果的表述

盐酸不溶物含量以质量分数 $w(\%)$ 表示并按式(1)计算：

$$w(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \cdots\cdots (1)$$

式中：w——盐酸不溶物的质量分数，%；

m_1——坩埚及盐酸不溶物的总质量，g；

m_2——坩埚的质量，g；

m——试样的质量，g。

取两次测定值的算术平均值作为测定结果。