

中华人民共和国国家标准

橡胶中硫化物型硫含量的测定 碘量法

GB/T 15252—94

Rubber—Determination of sulfide
sulfur content—Iodometric method

本标准等效采用国际标准 ISO 8054—1988《混炼胶或硫化胶——硫化物型硫含量的测定——碘量法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用碘量法测定硫化橡胶和未硫化橡胶中的硫化物型硫。

本标准适用于含氯橡胶、含氮橡胶和含碳氢橡胶(包括天然胶)。

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 3516 橡胶溶剂抽出物的测定

3 原理

试料经丙酮抽提后,用盐酸和乙酸混合液分解金属硫化物,产生的硫化氢用乙酸镉缓冲溶液吸收,生成的硫化镉用碘量滴定法测定。

4 试剂和材料

分析过程中应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 丙酮(GB/T 686)。

4.2 乙酸镉缓冲溶液:溶解 25 g 二水合乙酸镉(HG/T 3—997)和 15 g 无水乙酸钠(GB/T 694)于水中,加 100 mL 冰乙酸(GB/T 676),并用蒸馏水稀释至 1 000 mL。

4.3 盐酸-乙酸混合液:将 1 体积盐酸(GB/T 622)、5 体积冰乙酸(GB/T 676)和 1 体积水混合。

4.4 表面活性剂溶液, $\rho=20$ g/L:溶解 2 g 烷基苯酚环氧乙烷缩合物(OP 乳化剂)于 100 mL 水中。

4.5 碘溶液, $c(\frac{1}{2}I_2)=0.025$ mol/L:称取 6.5 g 碘(GB/T 675)及 20 g 碘化钾(GB/T 1272)溶于 100 mL 水中,稀释至 1 000 mL,摇匀,保存于棕色具塞瓶中。

4.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(Na_2S_2O_3)=0.05$ mol/L;按 GB/T 601 进行配制和标定。

4.7 淀粉溶液, $\rho=10$ g/L。

4.8 甘油。

4.9 纯氮气。

4.10 滤纸。

5 仪器

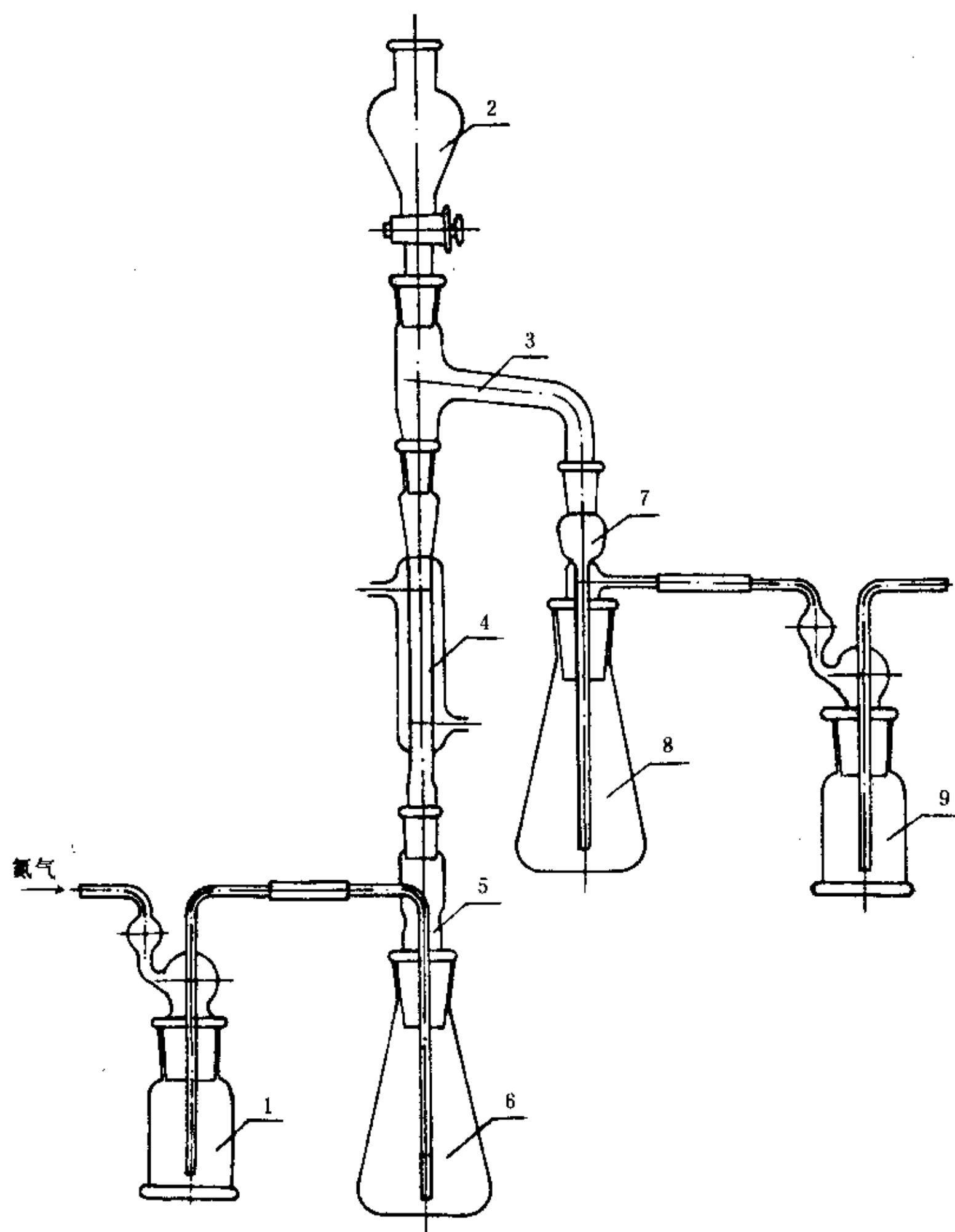
所有磨口接头在装配时用甘油密封。

5.1 快速抽提装置:见 GB/T 3516。

国家技术监督局 1994-09-24 批准

1995-08-01 实施

- 5.2 移液管:2 mL,25 mL。
 5.3 滴定管:50 mL。
 5.4 硫化物型硫测定装置:见图。



1—气体洗涤瓶,内装乙酸镉缓冲溶液;2—分液漏斗;3—连接器;4—冷凝管;
 5—减速接合器;6—锥形瓶,内放试料;7—接收器;8—吸收瓶,内装乙酸镉缓冲溶液;9—气体洗涤瓶,内装乙酸镉缓冲溶液

6 分析步骤

称取剪成约 1 mm^3 的颗粒试样 $0.5\sim 2.0\text{ g}$,精确至 0.0001 g ,用经丙酮抽提过的滤纸包好,按 GB/T 3516 规定方法,将试料用丙酮抽提,抽提时间不少于 4 h ,取出试料,于 70°C 烘箱中干燥 15 min 。

将干燥后的试料转移到锥形瓶(6)内,在吸收瓶(8)中加入 100 mL 乙酸镉缓冲溶液和 2 mL 表面活性剂溶液,并以同一溶液加入到气体洗涤瓶(1和9)中深度约 10 mm ,按图装好反应装置,接通氮气,然后调节吸收瓶中的氮气流量为每秒约一个气泡。

将 50 mL 盐酸-乙酸混合液慢慢从分液漏斗(2)加入到锥形瓶中,缓慢加热至沸腾,并继续微沸 $30\sim 40\text{ min}$,终止加热后,适当增加氮气流量,以清除所有残余硫化氢。此时气体洗涤瓶(9)中的溶液应无色,否则,必须用较小的试料或较慢气流速度重新测定。卸开接收器(7),用移液管往接收器中加入

25 mL碘溶液,让碘与粘附于接收器上的沉淀物反应,待沉淀全部溶解后,冲洗并除去接收器,冷却溶液至约 15℃,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘,近终点时加淀粉指示剂 3 mL,继续滴至溶液蓝色消失。同时做一空白试验。

7 分析结果的表述

硫化物型硫含量由下面公式计算,以质量百分数表示:

$$\text{硫化物型硫}(\%, m/m) = \frac{0.016(V_0 - V_1)c}{m} \times 100 = \frac{1.6(V_0 - V_1)c}{m}$$

式中: V_0 ——滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定试液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g。

0.016——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的, 以克表示的硫的质量。

分析结果保留二位有效数字。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准由上海橡胶制品研究所负责起草。

本标准主要起草人沈忆华、王金宝。