

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶中游离硫含量的测定 亚硫酸钠法

GB/T 3514—92

代替 GB 3514—83

Rubber, vulcanized—Determination of free sulphur
content—Sodium sulphite method

本标准参照采用国际标准 ISO 7269—1987《橡胶——游离硫的测定》。

1 主题内容和适用范围

本标准规定了用亚硫酸钠法测定硫化橡胶中的游离硫。

本标准适用于以下各种硫化橡胶中游离硫的测定：天然橡胶、丁苯橡胶、顺丁橡胶、丁腈橡胶、氯丁橡胶、合成聚异戊二烯橡胶以及上述橡胶的并用橡胶。

本方法不适用于丁基橡胶及未硫化橡胶。

2 原理

用亚硫酸钠溶液提取硫化橡胶中的游离硫，使之生成硫代硫酸钠，再用碘标准滴定溶液滴定所生成的硫代硫酸钠，由消耗碘标准滴定溶液的体积计算游离硫的含量。

3 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。

3.1 冰乙酸(GB 676)。

3.2 甲醛(GB 685)。

3.3 亚硫酸钠溶液：50 g/L，称取 50 g 无水亚硫酸钠(HG 3-1078)溶于适量水，稀释至 1 000 mL。

3.4 碘标准滴定溶液： $c(\frac{1}{2}I_2)=0.05$ mol/L。

3.4.1 配制：称取 6.5 g 碘(GB 675)及 20 g 碘化钾(GB 1272)溶于 100 mL 水中，稀释至 1 000 mL，摇匀，保存于棕色具塞瓶中。

3.4.2 标定：称取约 0.07 g 预先在硫酸干燥器中干燥至恒重的基准三氧化二砷，精确至 0.000 1 g。置于碘量瓶中，加 4 mL 氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH})=1$ mol/L] 溶解，加 50 mL 水，2 滴酚酞指示液 (10 g/L)，用硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=1$ mol/L] 中和，加 3 g 碳酸氢钠及 3 mL 淀粉指示液，用配制好的碘标准滴定溶液滴定至溶液呈浅蓝色。同时做空白试验。

碘标准滴定溶液浓度按式(1)计算：

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.04946} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：c——碘标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

国家技术监督局 1992-12-12 批准

1993-10-01 实施