

中华人民共和国国家标准

硫化橡胶中钙含量的测定 EGTA 滴定法

GB/T 13645—92

Vulcanized rubber—Determination of
calcium content—EGTA titration

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用乙二醇二乙醚二胺四乙酸(EGTA)滴定法测定硫化橡胶中钙的含量。
本标准适用于不含卤素及可溶性钡盐的硫化橡胶。

2 引用标准

GB 4498 硫化橡胶灰分的测定

3 方法提要

试样灰化后,用盐酸溶解灰分。经蒸干脱水分离除去硅,滤液以六次甲基四胺、二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)使锌、铁、铝、锰……等干扰离子生成沉淀而分离。分离后的滤液以三乙醇胺掩蔽残余干扰元素,酒石酸钾钠、甘露醇消除镁的影响。在强碱性介质中,以钙试剂羧酸钠为指示剂,用 EGTA 络合滴定法测定硫化橡胶中的钙含量。

4 试剂与材料

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 盐酸(GB 622)。
- 4.2 硝酸(GB 626)。
- 4.3 六次甲基四胺(GB 1400)。
- 4.4 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)。
- 4.5 甘露醇。
- 4.6 盐酸溶液:1+1(V+V)。
- 4.7 三乙醇胺溶液:3%(V/V)。
- 4.8 氢氧化钾溶液:200 g/L,贮于塑料瓶中,配制后放置过夜使用。
- 4.9 酒石酸钾钠溶液:1%(m/m)。
- 4.10 氧化钙基准溶液:0.500 0 mg/mL。

配制:将基准碳酸钙预先于 105~110 °C 干燥至恒重,并冷却至室温,然后称取 0.892 4 g,精确至 0.000 1 g,再将其置于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水,盖上表面皿,缓慢加入 10 mL 盐酸溶液(4.6),当碳酸钙溶解后加热煮沸驱尽二氧化碳,取下烧杯,冷却至室温,将烧杯中液体移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

- 4.11 氧化镁基准溶液:0.500 0 mg/mL。

国家技术监督局 1992-09-01 批准

1993-07-01 实施