

附录 B
(资料性附录)
平行测定的允许偏差

B.1 试验的平行测定的允许偏差为:

游离硫含量	允许差
0.1%~0.5%	≤0.025%
<0.1%	≤0.005%

B.2 试验结果的有效数字可保留二位数字。

GB/T 15251—2008

ICS 83.060
G 40



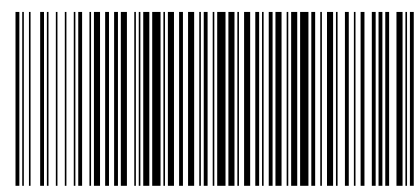
中华人民共和国国家标准

GB/T 15251—2008
代替 GB/T 15251—1994, GB/T 3514—1992

橡胶 游离硫的测定

Rubber—Determination of free sulfur

(ISO 7269:1995, MOD)



GB/T 15251—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32227

定价: 16.00 元

2008-05-15 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附 录 A

(资料性附录)

不同的促进剂对铜螺旋法和亚硫酸钠法分析结果的对比

(由马来西亚橡胶工艺研究协会的 Tun Abdul Razak 实验室提供信息)

不同的促进剂对铜螺旋法和亚硫酸钠法的对比见表 A.1。

表 A.1 不同的促进剂对铜螺旋法和亚硫酸钠法分析结果的对比

促 进 剂	游离硫含量(质量分数)/% (铜螺旋法)	游离硫含量(质量分数)/% (亚硫酸钠法)
六硫化双亚戊基秋兰姆	22.5	26.4
四硫化双亚戊基秋兰姆	20.0	20.3
4,4'-二硫化二吗啡啉	10.3	21.0
4-二硫代吗啉基苯并噻唑	6.1	20.0
异丙基黄原酸锌	4.6	3.5
二硫化四甲基秋兰姆	1.4	38.6
二甲基二硫代氨基甲酸次磺酰胺	0.92	16.6
硫化四甲基秋兰姆	<0.01	33.3
二甲基二硫代氨基甲酸锌	<0.01	21.4
2-巯基苯并噻唑锌盐	<0.01	5.1
亚乙基硫脲	<0.01	7.6
二正丁基二硫代磷酸二环己铵盐	<0.01	8.0
N-环己烷-2-苯并噻唑次磺酰胺	<0.01	0.7
2-巯基苯并噻唑	<0.01	12.5
2,2'-二硫化二苯并噻唑	<0.01	11.2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡 胶 游 离 硫 的 测 定
GB/T 15251—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字

2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32227 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

7.3 分析步骤

7.3.1 将试料剪成可以通过 1.70 mm 滤网的颗粒或研磨成屑度不超过 0.5 mm 的颗粒,并称取约 2 g,精确至 0.1 mg。移入锥形瓶(7.2.1)中,并加入 100 mL 亚硫酸钠溶液(7.1.1)。为防止起泡,加入 3 cm³~5 cm³ 液体石蜡(7.1.10)及 4~5 粒瓷沸石(7.1.2)。用小漏斗盖上锥形瓶口,将锥形瓶置于加热板上,在微沸状态下加热 4 h。

7.3.2 冷却后,加入 5 g 活性炭(7.1.3)并放置 30 min。残渣吸附在活性炭上。

7.3.3 用布氏漏斗(7.2.2)真空抽滤掉所有不溶物质。布氏漏斗上先铺一张定性滤纸,在滤纸上盛放约 2 mm 厚的硅藻土(7.1.9)。用热水洗涤锥形瓶 3 次,每次用 25 mL。在布氏烧瓶(7.2.3)中收集过滤后的洗涤液。再用 25 mL 热水清洗滤下的残渣,洗液收集到布氏烧瓶中。

7.3.4 向布氏烧瓶中的滤液加入 10 mL 甲醛溶液(7.1.4),放置 5 min 后再加入 5 mL 冰乙酸(7.1.5),搅拌使其混合均匀,冷却至 15℃ 左右,再加入已知准确体积的碘溶液[通常为 20 mL (7.1.6)],此时有过量的碘存在。轻轻摇晃使其完全混合,加入淀粉溶液(7.1.8)并用硫代硫酸钠溶液(7.1.7)滴定过量的碘(体积为 V₃)。

7.3.5 进行空白试验。记录消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积(V₄)。

7.4 分析结果的表述

用式(4)计算游离硫含量,以质量分数 X 计,数值以%表示:

$$X = \frac{3.2(V_4 - V_3)c}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V₃——滴定试样所消耗的硫代硫酸钠溶液(7.1.7)的体积(见 7.3.4),单位为毫升(mL);

V₄——空白试验中消耗的硫代硫酸钠溶液(7.1.7)的体积(见 7.3.5),单位为毫升(mL);

c——硫代硫酸钠溶液(7.1.7)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试样质量,单位为克(g)。

平行测定的允许偏差见附录 B。

8 试验报告

试验报告应至少包含以下内容:

- 引用的国家标准编号;
- 样品鉴定的完整细节;
- 使用的方法:铜螺旋法 A 或 B,或者亚硫酸钠法;
- 试验结果;
- 试验过程中异常的现象;
- 本标准中或涉及的本标准中没有包括的操作以及可选择的操作;
- 试验日期。

前 言

本标准修改采用 ISO 7269:1995《橡胶 游离硫的测定》(英文版),包括其修改单 ISO 7269:1995/Cor. 1:2002(英文版)。

本标准代替 GB/T 3514—1992《硫化橡胶中游离硫含量的测定 亚硫酸钠法》,GB/T 15251—1994《橡胶 游离硫的测定 铜螺旋法》。

本标准根据 ISO 7269:1995 重新起草。

本标准与国际标准 ISO 7269:1995 的主要差异及其原因、章条结构变化如下:

- 增加了碘标准滴定溶液和硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制及标定方法(本标准 5.1.7、5.1.8),以提高本标准的可操作性。
- 在亚硫酸钠法中,加热时加入瓷沸石(本标准 7.1.2);使用普通锥形瓶(本标准 7.2.1);硅藻土厚度由 5 mm 改为 2 mm(ISO 7269:1995 的 7.3.3;本标准 7.3.3);用小漏斗代替表面皿盖上锥形瓶口(ISO 7269:1995 的 7.3.1;本标准 7.3.1)。这样规定提高了本标准的可操作性。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”改为“本标准”;
- 删除国际标准前言;
- 增加了资料性附录 B。

本标准是对 GB/T 3514—1992 和 GB/T 15251—1994 的整合修订,技术内容与 GB/T 3514—1992 和 GB/T 15251—1994 相比,主要变化如下:

- 增加了引言;
- 增加了警示语;
- 增加了标准的局限性说明(本版 4);
- 增加了快速抽提法、铜螺旋法 B(本版 6);
- 增加了测定方法所使用的玻璃仪器的规格(GB/T 3514—1992 的 4,GB/T 15251—1994 的 5;本版 5.2、6.2、7.2);
- 增加了碘标准滴定溶液和硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制及标定方法(本版的 5.1.7、5.1.8);
- 修改了胶料的处理方法(GB/T 3514—1992 的 5,GB/T 15251—1994 的 6;本版的 5.3、6.3、7.3);
- 在亚硫酸钠法中:加热时为防止起泡,增加了液体石蜡(本版的 7.1.10、7.3.1);用硅藻土代替石棉作为过滤填料(GB/T 3514—1992 的 3.8 和 5;本版的 7.1.9 和 7.3.3);
- 修改了试验步骤:用反滴定法代替直接滴定法(GB/T 3514—1992 的 5;本版的 7.3.4);
- 增加了试验报告内容要求(本版 8);
- 将试验平行测定的允许偏差改为资料性附录 B(GB/T 3514—1992 的 7;本版的附录 B);
- 增加了资料性附录,促进剂对试验结果的影响(本版的附录 A)。

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡标委橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。