



中华人民共和国国家标准

GB/T 4497.2—2013
代替 GB/T 13250—1991

橡胶 全硫含量的测定 第2部分： 过氧化钠熔融法

Rubber—Determination of total sulfur content—
Part 2: Sodium peroxide fusion method

(ISO 6528-2:1992, MOD)

2013-07-19 发布

2013-12-01 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

前 言

GB/T 4497《橡胶 全硫含量的测定》分为三个部分：

- 第1部分：氧瓶燃烧法；
- 第2部分：过氧化钠熔融法；
- 第3部分：熔炉燃烧法。

本部分为 GB/T 4497 的第2部分。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 13250—1991《硫化橡胶中总硫量的测定 过氧化钠熔融法》。本部分与 GB/T 13250—1991 相比主要变化如下：

- 修改了标准名称；
- 修改了标准号；
- 增加了警告词；
- 增加了对试剂和水的纯度的要求(见第3章)；
- 增加了盐酸溶液和乙酸溶液的配制方法描述(见3.6和3.9)；
- 修改了分析步骤的细节性描述(见5.1至5.3,1991版的5.1至5.4)；
- 将“150 mL(8滴)”改为“150 mg(8滴)”(见5.2,1991版的5.1)；
- 增加了试验报告部分(见第7章)。

本部分使用重新起草法修改采用国际标准 ISO 6528-2:1992《橡胶 总硫量的测定 第2部分：过氧化钠熔融法》。本部分与 ISO 6528-2:1992 的主要技术差异及原因为：

- 删掉了气体点火式氧弹部分(ISO 6528-2:1992 的5.2)，因为气体点火式氧弹安全性差，已被淘汰。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用试验方法分会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准起草单位：国家橡胶及乳胶制品质量监督检验中心、北京橡胶工业研究设计院。

标准起草人：华建坤、郑向前、丁晓英、谢君芳。

本标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13250—1991。

橡胶 全硫含量的测定 第2部分： 过氧化钠熔融法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用过氧化钠熔融法测定橡胶制品中的总硫含量的方法。

本标准适用于以天然橡胶、氯丁橡胶、丁苯橡胶、顺丁橡胶、聚异戊二烯橡胶、乙丙橡胶、丁腈橡胶为原料的橡胶、橡胶制品及硬质橡胶中(包括无机填料中所含的硫)总硫含量测定。

2 原理

橡胶试样和少量乙二醇在氧弹中与过氧化钠发生氧化反应，使硫转化为可溶性硫酸盐，再加沉淀剂氯化钡，生成硫酸钡沉淀，用重量法测定硫含量。

警告：当使用这种方法时应注意到所有有关健康和安全的注意事项。

不遵守本标准的规定或仪器使用说明，可能会产生爆炸。

3 试剂与溶液

3.1 在分析过程中，应使用分析纯级别的试剂和二级水。

3.2 乙二醇。

3.3 颗粒状过氧化钠(遇水即爆燃，应干燥存放)。

3.4 无水碳酸钠(GB/T 639)。

3.5 无水碳酸钙。

3.6 盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)。

3.7 盐酸溶液(1+4)：1体积的盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)加入到4体积的水中。

3.8 氯化钡溶液：50 g/L，将50 g二水合氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中，再加0.5 mL盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)，用水稀释至1 L。

3.9 铜铁试剂溶液：60 g/L，溶解6 g铜铁试剂(N-亚硝基苯胍胺)于100 mL水中；

3.10 乙酸溶液(1+20)：1体积的乙酸($\rho=1.05\text{ g/mL}$)加入到20体积的水中。

3.11 硝酸银溶液：17 g/L，溶解1.7 g硝酸银于100 mL水中。

4 仪器与设备

4.1 分析天平：精确到0.1 mg。

4.2 氧弹：电子点火式。

4.3 镍坩埚：容量为30 mL。