



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)

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

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:

- a) “本国际标准”改为“本标准”;
- b) 删除国际标准前言;
- c) 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。

本标准由全国橡胶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。

GB/T 15251—2008

本标准的主要起草单位：北京橡胶工业研究设计院，杭州中策橡胶有限公司。

本标准的主要起草人：姜云平、伍江涛、张燕、项蝉、杨煜、鲁毅、薛秀。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 3514—1992；

——GB/T 15251—1994。

引 言

未硫化橡胶胶料中的游离硫的含量(例如胶料中的未结合的硫的含量)应代表全部添加的单体硫。随着硫化的进行以及硫与橡胶的逐渐结合,游离硫的数量将逐渐减少,所以在配方已知并且单体硫(包括其他成分)的配比适当的情况下,在任何特定产品中的游离硫数量都与其硫化程度有一定的关系。

游离硫比例高的硫化橡胶更容易喷霜,因此在一些特定产品说明书中需要标出最大游离硫含量值。

橡胶 游离硫的测定

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

本标准规定了三种测定硫化橡胶中游离硫的方法,即两种铜螺旋法和一种亚硫酸钠法。

本标准适用于各种硫化橡胶,两种铜螺旋法也适用于第4章描述局限范围内的未硫化胶料。

附录A提供了多种促进剂商品对游离硫测定方法的影响,用质量分数表示。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 3516 橡胶 溶剂抽出物测定法(GB/T 3516—2006,ISO 1407:1992,MOD)

ISO 383:1976 实验室玻璃仪器 可互换的锥形接口

3 原理

3.1 铜螺旋法

3.1.1 方法A

按照GB/T 3516规定的溶剂抽提方法,用丙酮抽提出试料中的游离硫,并且在盛放丙酮的烧瓶中放置一个螺旋状的铜网。铜与抽提出的硫反应并产生铜的硫化物。用盐酸处理留在烧瓶中的不溶于丙酮的铜及铜的硫化物。用乙酸镉缓冲溶液吸收生成的硫化氢,最后用碘量法测定生成的镉的硫化物。

3.1.2 方法B

快速铜螺旋法B与铜螺旋法A相似,不同的是方法B利用有蒸气套的索氏抽提器来减少抽提时间。索氏抽提器是通过减少容积(容积为6 mL)来增加抽提温度。

3.2 亚硫酸钠法

试料中的游离硫与亚硫酸钠反应,用碘量法测定生成的硫代硫酸钠。

4 局限性

4.1 铜螺旋法通常只能测定单体硫的含量,但秋兰姆类二硫化物及二胺硫化物类硫载体硫化剂也会导致结果偏高。此外,对于未硫化橡胶,如果添加的单体硫不溶于丙酮,即所谓的不溶性或无定形硫,则铜螺旋法不适用。试料中的游离硫总质量应该在0.2 mg~10 mg之间。

4.2 亚硫酸钠法对硫载体硫化剂以及防老剂过于敏感,并且不应用于未硫化橡胶。

4.3 这些方法在没有硫载体固化剂的情况下相对准确。

注:实际上,除了单质硫的测定,一些有活性的化合硫,如在秋兰姆二硫化物及多硫化物的硫,也会产生同样的实验效果。

5 铜螺旋法 A

5.1 试剂和材料

除非另有说明,分析过程中仅使用分析纯试剂和新制蒸馏水或同等纯度的水。

5.1.1 丙酮。

5.1.2 乙酸镉缓冲溶液:溶解 25 g 二水合乙酸镉 $[(CH_3COO)_2Cd \cdot 2H_2O]$ 和 25 g 三水合乙酸钠于 100 mL 水中,加入 100 mL 冰乙酸,并加水稀释至 1 000 mL。

5.1.3 铜网,筛孔孔径 250 μm ~420 μm (40 目~60 目)。

5.1.4 滤纸或聚酰胺织物,用来包裹橡胶试料。

5.1.5 盐酸溶液,1+1 (V+V):把 1 体积的浓盐酸[36%(质量分数)], $\rho_{20}=1.18 \text{ Mg/m}^3$,加入 1 体积水中。

5.1.6 硝酸溶液, $c(HNO_3)=10 \text{ mol/L}$ 。把 10 体积的浓硝酸[70%(质量分数)], $\rho_{20}=1.42 \text{ Mg/m}^3$,加入 6 体积水中。

5.1.7 碘溶液, $c(\frac{1}{2}I_2) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.1.7.1 配制:称取 6.5 g 碘及 17.5 g 碘化钾,溶于 100 mL 水中,稀释至 1 000 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。

5.1.7.2 标定:量取 35.00 mL~40.00 mL 配制好的碘溶液,置于碘量瓶中,加 150 mL 水(15℃~20℃),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=0.05 \text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。

同时做空白试验:取 250 mL 水(15℃~20℃),加 0.05 mL~0.20 mL 配制好的碘溶液及 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=0.05 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液蓝色消失。

碘标准滴定溶液的浓度 $[c(\frac{1}{2}I_2) \approx 0.05 \text{ mol/L}]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(1)计算:

$$c(\frac{1}{2}I_2) = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V_3 - V_4} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——碘溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验中加入的碘溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

5.1.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(Na_2S_2O_3)=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.1.8.1 配制:称取 13 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)(或 8 g 无水硫代硫酸钠),加 0.1 g 无水碳酸钠,溶于 1 000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却。放置两周后过滤。

5.1.8.2 标定:称取 0.09 g 于 120℃±2℃干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾,置于碘量瓶中,溶于 25 mL 水,加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液(20%),摇匀,于暗处放置 10 min。加 150 mL 水(15℃~20℃),用配制好的硫代硫酸钠溶液滴定,近终点时加 2 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度 $[c(Na_2S_2O_3)=0.05 \text{ mol/L}]$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(2)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2)M} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——重铬酸钾的质量的准确数值,单位为克(g);

V_1 ——硫代硫酸钠溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——重铬酸钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $\left[M\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=49.031\right]$ 。

5.1.9 淀粉溶液,10 g/L 溶液。

5.1.10 重铬酸钾,基准试剂。

5.1.11 纯氮(99.95%)。

5.1.12 甘油。

5.2 仪器

需要普通实验室仪器以及 5.2.1~5.2.10 中规定的仪器,并且按图 1 及图 2 组装。允许使用功能相同的仪器取代上述仪器。所有的磨口接口都要遵从 ISO 383 中的要求,并在组装前用甘油(5.1.11)密封。

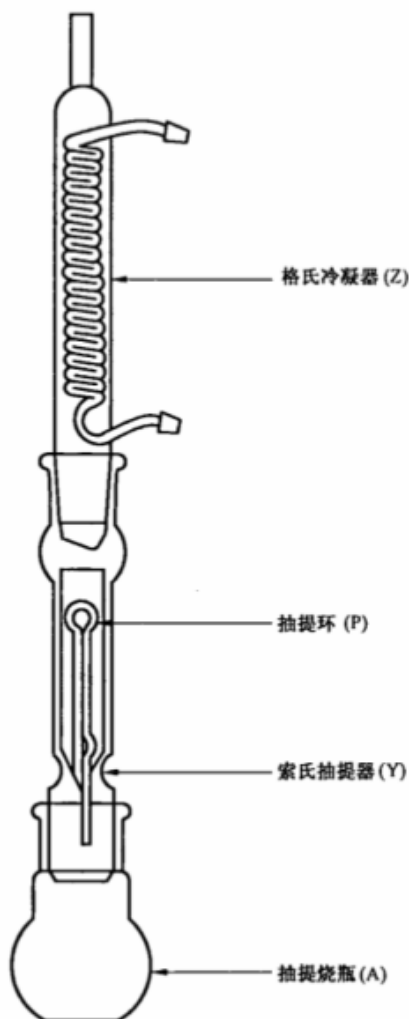


图 1 铜螺旋法 A 抽提游离硫所使用的仪器

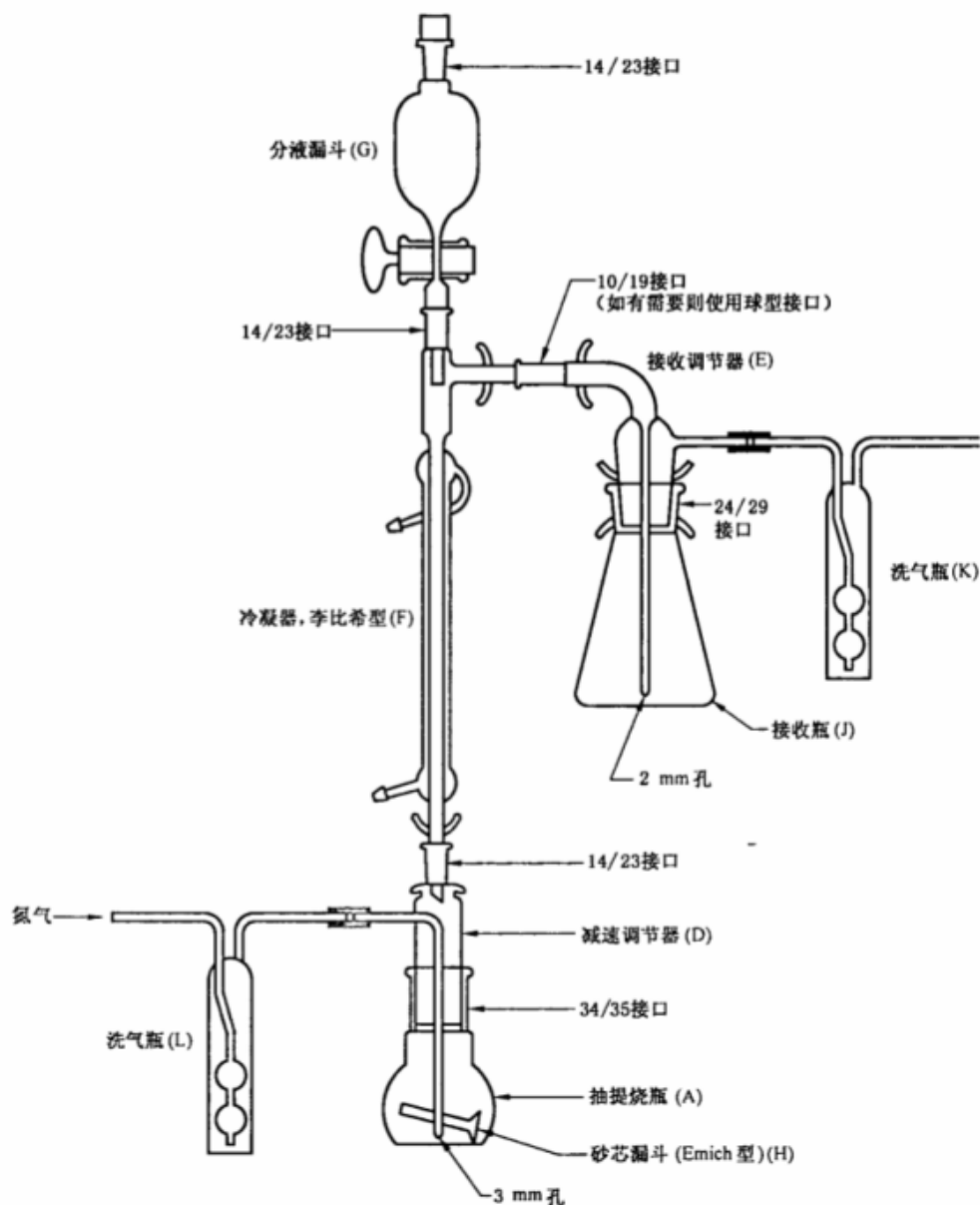


图 2 铜螺旋法 A 测定游离硫所使用的仪器

- 5.2.1 抽提烧瓶(A),容积 150 mL,有 34/35 锥形磨口接口。
- 5.2.2 索氏抽提器(Y),有 34/35 接口及 34/35 锥形插口。抽提环(P)容积为 20 mL~30 mL。
- 5.2.3 格氏冷凝器(Z),有 34/35 锥形插口。
- 5.2.4 减速调节器(D),有 14/23 接口,34/35 锥形插口,有进气管,并且伸入抽提烧瓶(5.2.1)并距离底部小于 3 mm。
- 5.2.5 接收瓶(J),容积 250 mL,有 24/29 锥形磨口接口。
- 5.2.6 洗气瓶(K 及 L)。
- 5.2.7 接收调节器(E),有 10/19 接口,24/29 锥形插口及内部密封的浸渍管。
- 5.2.8 冷凝器,李比希型(F),有效长度 22 cm 左右,有 14/23 锥形插口,14/23 接口以及 10/19 侧插口。
- 5.2.9 分液漏斗(G),容积 100 mL,有 14/23 锥形插口,活塞及 14/23 瓶塞。
- 5.2.10 砂芯漏斗(Emich 型)(H),颈长约 75 mm,圆盘直径 10 mm,多孔等级 3。
- 5.2.11 实验室研磨器。

5.3 分析步骤

5.3.1 铜螺旋的制备

5.3.1.1 称取约 5 g 铜网(5.1.3),剪成约 10 mm 窄条若干段,并松散地卷成一个螺旋。用预先处理过的铜丝捆住铜螺旋。

5.3.1.2 铜螺旋在使用前需要在冷的稀硝酸溶液中(5.1.6)浸泡几秒钟,使其清洁光亮。用水反复冲洗,彻底去除酸迹,再用丙酮(5.1.1)冲洗并晾干。

5.3.2 游离硫的抽提

5.3.2.1 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 1 g,精确至 0.1 mg(质量为 m)。如果是喷霜的胶料,称取 0.5 g 试料,同样精确到 0.1 mg。

如果是未硫化的胶料,则称取的试料中不能含有超过 10 mg 的游离硫。

5.3.2.2 将按 5.3.1 中准备好的铜螺旋放在容积 150 mL 的抽提烧瓶(A)(5.2.1)中,并将试样抽提 4 h 以上,按照 5.3.2.3 中规定的步骤。

5.3.2.3 将称量好的试样用经丙酮抽提过的滤纸或聚酰胺织物(5.1.4)包好,形成一个松卷,使胶料既不会脱落也不会相互接触。把卷放入索氏抽提器(Y)(5.2.2)中,并向抽提烧瓶(A)中倒入 75 mL 丙酮。组装仪器并调节加热速度,使蒸馏出的丙酮每小时装满抽提器 10~20 次。

5.3.2.4 如果在抽提结束后,铜螺旋严重变黑,则需要再加入一个按 5.3.1 规定制备的铜螺旋,并继续抽提 2 h。如果没有变黑,则可再加入一片 10 mm 左右的铜网并继续抽提 1 h。

5.3.2.5 抽提结束后,拆除抽提瓶,并用砂芯漏斗(H)(5.2.10)滤掉丙酮。用热丙酮洗涤铜螺旋 3 次,每次约 20 mL。并用上述砂芯漏斗滤去洗涤液。

5.3.3 游离硫的测定

5.3.3.1 按图 2 组装放有铜螺旋的抽提烧瓶(A)、砂芯漏斗(H)以及减速调节器(D)。往接收瓶(J)(5.2.5)中加入 100 mL 乙酸镉溶液(5.1.2),并以同一溶液倒入洗气瓶(K 和 L)(5.2.6)中,深度约 10 mm。向仪器中通入氮气(5.1.11)以排出仪器中的空气,然后调整吸收瓶 J 中气流速度为每秒产生 1 个气泡。

5.3.3.2 从分液漏斗(G)(5.2.9)中向抽提烧瓶(A)中缓慢加入 50 mL 盐酸溶液(5.1.5),缓慢加热至沸腾,并保持微沸 20 min~30 min。终止加热后,加大氮气流量以清除所有的硫化氢痕迹。洗气瓶 K 中的溶液应是澄清无色的。否则,表明气流速度过快并且应该使用小一些的试样或更慢的气流速度重新测试。从冷凝器的侧插口上拆除接收调节器(E)(5.2.7),同时保持一定的角度,用移液管向接收瓶(J)中加入已知体积的碘溶液(5.1.7)(通常为 20 mL)。此时碘溶液过量。

5.3.3.3 使碘与粘在接收调节器上的沉淀物反应,待所有沉淀物都被溶解后,移走并清洗接收调节器。将溶液冷却至 15℃ 左右。用硫代硫酸钠溶液(5.1.8)(体积为 V_1)滴定过量的碘,并用淀粉(5.1.9)作指示剂。

5.3.3.4 同时进行空白试验,记录所消耗的标准硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积(V_2)。

5.3.3.5 空白试验中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积与测试过程中所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的差,即是与硫化镉反应的碘的量。

5.4 分析结果的表述

用式(3)计算游离硫含量,以质量分数 X 计,数值以 % 表示:

$$X = \frac{3.2(V_2 - V_1)c}{m} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——滴定试样所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.1.8)的体积(见 5.3.3.3),单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验中滴定碘(5.1.7)所消耗的硫代硫酸钠溶液(5.1.8)的体积(见 5.3.3.4),单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.1.8)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)(见 5.1.8);

m ——试样的质量,单位为克(g)(见 5.3.2.1)。

平行测定的允许偏差见附录 B。

6 铜螺旋法 B

6.1 试剂和材料

见 5.1。

6.2 仪器

普通实验室仪器以及 6.2.1~6.2.4, 并且按图 3 组装。允许使用功能相同的仪器取代上述仪器。所有的磨口接口都要遵从 ISO 383 中的要求, 并在组装前用甘油(5.1.12)密封。

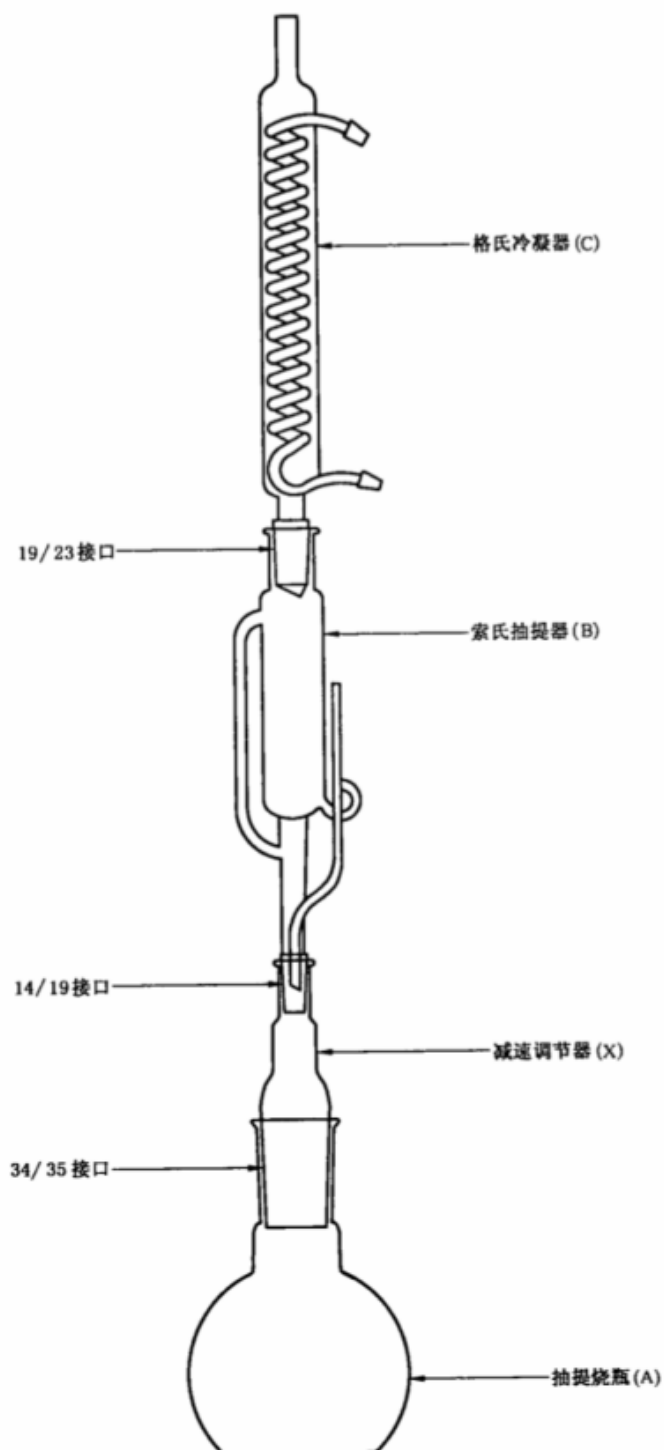


图 3 铜螺旋法 B 测定游离硫所使用的仪器

6.2.1 抽提烧瓶(A), 容积 150 mL, 有 34/35 锥形磨口接口。

6.2.2 索氏抽提器(B), 有 19/23 接口及 14/19 锥形插口。抽提器(P)容积为 6 mL。

作为有蒸汽套的索氏抽提器的替代品, 可使用 GB/T 3516 中的如图 2 描述的索氏抽提器。

6.2.3 格氏冷凝器(C), 有 19/26 锥形插口。

6.2.4 减速调节器(X), 有 14/19 接口, 34/35 锥形插口。

6.3 分析步骤

参照 5.3 分析步骤进行测定, 但是在此变化如下:

a) 将 5.3.2.2 改为:

将按 5.3.1 中准备好的铜螺旋放在容积 150 mL 的抽提烧瓶(A)(6.2.1)中, 并将试样抽提 1 h 以上, 按照 5.3.2.3 中规定的步骤。

b) 将 5.3.2.4 改为:

如果在抽提结束后, 铜螺旋严重变黑, 则需要再加入一个按 5.3.1 规定制备的铜螺旋, 并继续抽提 10 min。如果没有变黑, 则可再加入一片 10 mm 左右的铜网并继续抽提 10 min。

c) 将 5.3.2.5 改为:

拆除抽提瓶, 移走减速调节器(X)(6.2.4), 并用砂芯漏斗(H)(5.2.10)滤掉丙酮。用热丙酮洗涤铜螺旋 3 次, 每次约 20 mL。并用上述砂芯漏斗滤去洗液。

6.4 分析结果的表述

见 5.4。

7 亚硫酸钠法

7.1 试剂及材料

除非另有说明, 分析过程中仅使用分析纯试剂和新制蒸馏水或同等纯度的水。

7.1.1 亚硫酸钠溶液

称取 50 g 无水亚硫酸钠(Na_2SO_3)或 100 g 七水合亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 L 水中。溶液应在使用前的一周内配制以保证新鲜。

7.1.2 瓷沸石。

7.1.3 活性炭: 颗粒, 经 250℃~300℃加热 45 min, 冷却后备用。

7.1.4 甲醛溶液, 300 g/L~400 g/L。

7.1.5 冰乙酸。

7.1.6 碘溶液, $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ (配制及标定见 5.1.7)。

7.1.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05 \text{ mol/L}$ (配制及标定见 5.1.8)。

7.1.8 淀粉溶液, 10 g/L 溶液。

7.1.9 硅藻土, 用作过滤填料。

7.1.10 液体石蜡。

7.2 仪器

普通实验室仪器, 以及:

7.2.1 锥形瓶, 容积 500 mL。

7.2.2 布氏漏斗, 60 mm。

7.2.3 布氏烧瓶。

7.2.4 加热板。

7.2.5 实验室研磨器。

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 V_3)。

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(V_4)。

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:

V_3 ——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);

V_4 ——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:

- a) 引用的国家标准编号;
- b) 样品鉴定的完整细节;
- c) 使用的方法:铜螺旋法 A 或 B,或者亚硫酸钠法;
- d) 试验结果;
- e) 试验过程中异常的现象;
- f) 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;
- g) 试验日期。

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

GB/T 15251—2008

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%	$\leq 0.025\%$
$< 0.1\%$	$\leq 0.005\%$

B.2 试验结果的有效数字可保留二位数字。



GB/T 15251—2008

版权专有 侵权必究
*
书号:155066·1-32227
定价: 16.00 元

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