



# 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)

013-07-19 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。

4.4 马弗炉:控温  $600\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 坩埚式过滤器:G4。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样

称取  $0.05\text{ g}\sim 0.30\text{ g}$ (精确到  $0.000\text{ 1 g}$ )剪碎或碾碎的橡胶试样。

### 5.2 氧化

用氧弹(4.2)氧化试样(具体应按照制造商说明书进行安全操作)。将 5.1 中试样放入底部铺有  $7.0\text{ g}\sim 7.5\text{ g}$  的过氧化钠(3.3)的镍坩埚(4.3)中,加约  $150\text{ mg}$ (8 滴)乙二醇(3.2),再加入  $7.0\text{ g}\sim 7.5\text{ g}$  过氧化钠(3.3),用玻璃棒搅拌混合,然后将坩埚放到氧弹(4.2)的坩埚架上,接上点火电热丝后,立即盖严氧弹盖,最后接通电源,即完成氧化反应。

过氧化钠一定要与水隔离。操作过程中,如空气湿度过大,可在上层过氧化钠上面加一层  $1\text{ mm}$  厚的无水碳酸钠(3.4),以防止过氧化钠吸水而发生爆燃。

### 5.3 测定

5.3.1 在空气或水中将氧弹的温度降至室温(在水中冷却时,应注意不要把水弄到接口处),开盖,取出坩埚,观察过氧化钠是否反应完全,如无黄白色过氧化钠颗粒剩余,则将它放入一个盛有  $100\text{ mL}$  水的  $600\text{ mL}$  烧杯中(如发现过氧化钠反应不完全,此试验即作废,取出的坩埚不要直接放在水中,应把它放在干沙上,在至少  $2\text{ m}$  以外的安全距离用水冲洗,否则,将会引起爆炸)。立即用玻璃表面皿盖好,同时用水洗涤氧弹内壁并将洗涤液与上述溶液合并,加热烧杯及内容物,等反应完成后取出坩埚并用水冲洗。

5.3.2 缓缓滴入盐酸溶液(3.7),调节 pH 值到 4(用 pH 试纸测试)。加热至沸腾,然后用慢速定量滤纸将溶液过滤到另一个  $600\text{ mL}$  的烧杯中,用  $20\text{ mL}$  乙酸溶液(3.10)洗涤滤纸。如没有滤渣,可直接按 5.3.4 进行。

5.3.3 若有滤渣,则将其连同滤纸一起移到镍坩埚(4.3)中,灰化后,加入  $0.5\text{ g}$  碳酸钠(3.4)和  $0.5\text{ g}$  碳酸钙(3.5),在  $900\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1\text{ }000\text{ }^{\circ}\text{C}$  下加热到明显熔融,冷却后连坩埚(4.3)一起放入一盛有  $100\text{ mL}$  水的  $200\text{ mL}$  烧杯中,加热到  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右,保持  $10\text{ min}$  后再过滤,用水洗涤滤渣,并用盐酸溶液(3.7)调节滤液的 pH 到 4,冷却,然后一边搅拌一边加  $5\text{ mL}$  铜铁试剂溶液(3.9),以使钛盐沉淀,静置  $30\text{ min}$  后过滤,用水洗涤,滤液与 5.3.2 得到的滤液合并在一起。

5.3.4 把混合滤液稀释到  $300\text{ mL}$ ,加热至沸腾,在不断搅拌下缓缓滴加  $10\text{ mL}$  热氟化钡溶液(3.8),停放  $5\text{ min}$ ,再用滴管沿容器壁滴加氟化钡溶液(3.8)于上层清液中,无浑浊表明沉淀已完全,否则,应继续加氟化钡溶液(3.8),直至沉淀完全为止,停放  $4\text{ h}$  以上,然后用在  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  恒重过的坩埚式过滤器(4.5)过滤,收集沉淀,并用温水洗涤至滤出液滴入硝酸银溶液(3.11)无白色沉淀。将坩埚式过滤器放入  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱中干燥  $20\text{ min}$  后,移入  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  的马弗炉(4.4)中,加热  $30\text{ min}$  取出,放在干燥器中冷却至室温后称重,精确至  $0.000\text{ 1 g}$ 。重复加热称重步骤,直至连续两次称重的质量之差低于  $0.000\text{ 3 g}$ 。

### 5.4 空白试验

不加试样,其他步骤同 5.2~5.3。

## 6 分析结果的表达

### 6.1 计算

用质量分数表示的总硫含量  $w$ , 单位以 % 表示, 按式(1)计算:

$$w = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.1374}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m$  ——试样的质量, 单位为克(g);

$m_1$  ——空坩埚式过滤器的质量, 单位为克(g);

$m_2$  ——经空白试验校正后的坩埚式过滤器及内容物的质量, 单位为克(g);

0.1374 ——硫酸钡换算成硫的换算因数。

如重现性满足 6.2 的要求, 则最少取两次测试结果的算术平均值作为试验结果。

### 6.2 重现性

本方法的重现性数据如下:

表 1 数据的重现性

| 总硫含量测定平均值(质量分数)/% | 与平均值的偏差/% |
|-------------------|-----------|
| <1                | ±0.1      |
| 1~5               | ±0.2      |
| >5                | ±0.3      |

## 7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准名称及编号;
- b) 能够完整描述样品的所有细节;
- c) 在试验过程中出现的异常现象;
- d) 测试结果;
- e) 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
橡胶 全硫含量的测定 第 2 部分：  
过氧化钠熔融法  
GB/T 4497.2—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)517802  
读者服务部:(010)68523946  
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 0.5 字数 8 千  
2013 年 9 月第一版 2013 年 9 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47453 定价 14.00 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)68510107



GB/T 4497.2-2013