



中华人民共和国国家标准

GB/T 4497.1—2010/ISO 6528-1:1992
代替 GB/T 4497—1984

橡胶 全硫含量的测定 第 1 部分：氧瓶燃烧法

Rubber—Determination of total sulfur content—
Part 1: Oxygen combustion flask method

(ISO 6528-1:1992, IDT)

2011-01-14 发布

2011-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

GB/T 4497《橡胶 全硫含量的测定》分为三部分：

- 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 1 部分。

本部分代替 GB/T 4497—1984《硫化橡胶全硫含量的测定 氧瓶燃烧法》。

本部分与 GB/T 4497—1984 相比主要变化如下：

- 修改了标准号及标准名称；
- 增加了前言；
- 增加了警告词；
- 对标准滴定液作了修改，将氯化钡改用于高氯酸钡（见 3.4，1984 年版的 2.3.5）；
- 对标准吸收液作了修改，将浓度为 1% 过氧化氢吸收液改用于浓度为 2% 的过氧化氢和过氧化氢-盐酸两种吸收液（见 3.1.1 和 3.1.2，1984 年版的 2.3.1）；
- 对滴定前所加醇试剂作了修改，将所加的乙醇修改为 2-丙醇（见 3.3，1984 年版的 2.2.3）；
- 增加了样品的制备（见第 5 章）；
- 增加了试验报告的内容（见第 9 章）。

本部分等同采用 ISO 6528-1:1992《橡胶 全硫含量的测定 第 1 部分：氧瓶燃烧法》（英文版）。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶委通用试验方法分技术委员会（SAC/TC 35/SC 2）归口。

本部分的主要起草单位：北京橡胶工业研究设计院。

本部分的主要起草人：苍飞飞、丁晓英、瓮子良、纪波。

橡胶 全硫含量的测定

第 1 部分：氧瓶燃烧法

警告：使用本国家标准的人员应有正规实验室工作的实践经验，本部分并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采用适当的安全和健康措施，并保证符合国家的有关法律法规的规定。

1 范围

GB/T 4497 的本部分规定了用氧瓶燃烧法测定橡胶中全硫含量的方法。

本部分适用于测定除含硫酸钡的橡胶和橡胶产品中的全硫含量。

本部分规定的方法适用于以下各种橡胶中全硫含量的测定：天然橡胶、氯丁橡胶、丁苯橡胶、顺丁橡胶、异戊橡胶、丁基橡胶、三元乙丙橡胶、丁腈橡胶、硬质橡胶以及上述橡胶的并用橡胶。

本部分规定的方法对存在铅、锑、锌、钡和钙化合物的试样，结果通常偏低。如果钙以碳酸钙形式存在，可以通过改变吸收液而得到可靠的试验结果。

2 原理

在盛有过氧化氢吸收液且充满氧气的燃烧瓶中引燃试样，其中有机物的碳、氢被氧化，硫的氧化物被过氧化氢溶液吸收转化为硫酸，有时吸收液需通过离子交换柱以除去干扰离子。吸收液以钍试剂或钍试剂和次甲基蓝为指示剂，用高氯酸钡标准溶液滴定。

3 试剂和材料

除非另有规定，使用的试剂均为分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

注：描述了两种制备指示剂的方法(3.8)，分析工作者可以根据本人的经验，实验装备和实验要求选择最适合的方法制备指示剂。

3.1 吸收液

3.1.1 过氧化氢，2%（质量分数）吸收液：将 1 体积 30% 的过氧化氢用蒸馏水稀释至 15 体积。

警告：30% 的过氧化氢溶液对皮肤有很大的腐蚀性，操作时应戴橡胶或塑料手套和护目镜。

3.1.2 过氧化氢-盐酸混合溶液：将 4 体积 30% 的过氧化氢用蒸馏水稀释至 60 体积再加 5 体积的盐酸（ $\rho_{20} = 1.18 \text{ g/mL}$ ）混合均匀。

3.2 盐酸溶液， $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

3.3 2-丙醇。

3.4 高氯酸钡标准滴定溶液， $c[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2] = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

3.4.1 配制：用 200 mL 蒸馏水溶解 3.363 g 无水高氯酸钡。用盐酸溶液(3.2)调 pH 值至 3.5。用 2-丙醇稀释至 1 L。

3.4.2 标定：