

ГОСТ 28659—90
(ИСО 2454—82)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ РЕЗИНОВЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА МЕТОДОМ ТИТРОВАНИЯ ЕДТА

Издание официальное

БЗ 8—2004



Москва
Стандартинформ
2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ РЕЗИНОВЫЕ

Определение цинка методом титрования ЕДТА

Rubber products. Determination of zinc content.
EDTA titrimetric method

ГОСТ
28659—90

(ИСО 2454—82)

МКС 83.060
ОКСТУ 2509

Дата введения 01.07.92

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения цинка в резиновых изделиях с помощью титрования двунатриевой солью этилендинитроацетата.

Присутствие свинца, магния, железа, титана, сурьмы, кремния и силикатов в золе не мешает определению. Метод не применяют в случае присутствия кобальта.

2. ССЫЛКИ

ИСО 247 «Резина. Определение содержания золы».

ИСО 385-1* «Стеклопосуда. Бюретки ч. I. Основные требования».

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Сжигают испытуемую пробу и растворяют золу в соляной кислоте. Удаляют кремний обработкой фтористоводородной и соляной кислотами. Добавляют хлористый алюминий и фтористый алюминий для осаждения кальция и магния в виде гексафторалюминатов. Мешающее действие железа, титана и избытка алюминия уменьшается образованием комплексов с ионами фтора (мешающее действие больших количеств железа уменьшается с дальнейшим добавлением 2,4-пентадиона). Определяют содержание цинка титрованием стандартного раствора двунатриевой соли ЕДТА в присутствии дитизона в качестве индикатора.

4. РЕАКТИВЫ

ПРИ РАБОТЕ С РЕАКТИВАМИ И ПРОВЕДЕНИИ АНАЛИЗА
СЛЕДУЕТ СОБЛЮДАТЬ ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ЗДОРОВЬЯ

В процессе анализа используют реактивы известного аналитического типа и дистиллированную воду и воду эквивалентной чистоты.

4.1. Ацетон.

4.2. 2,4-пентадион, 10%-ный (по объему) раствор в ацетоне (п. 4.1).

4.3. Кислота соляная, $\rho = 1,18 \text{ г/мл}$.

4.4. Кислота серная, $\rho = 1,84 \text{ г/мл}$.

4.5. Кислота фтористо-водородная, 48%-ный раствор (по массе).

4.6. Гидроокись аммония, $\rho = 0,91 \text{ г/мл}$.

* ИСО 385-1—84 введено в ГОСТ 29251—91.

4.7. Буферный раствор

Растворяют 60 г уксусной кислоты (CH_3COOH) и 77 г уксуснокислого аммония в воде и разбавляют водой до 1000 мл³.

4.8. Хлорид алюминия, раствор ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³.

Растворяют 2,42 г кристаллогидрата хлорида алюминия в воде и разбавляют водой до 100 см³.

4.9. Хлорид магния, раствор с ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³.

Растворяют 2,03 г кристаллогидрата хлорида магния в воде и разбавляют до 100 см³.

4.10. Фторид аммония, раствор с (NH_4F) = 3 моль/дм³.

Растворяют 55,5 г фторида аммония в воде и разбавляют водой до 500 см³.

Хранят в полиэтиленовой емкости или емкости, залитой парафином.

4.11. Цинк, стандартный раствор, соответствующий 1 ч. ZnO на 1 дм³.

Прокаливают оксид цинка в фарфоровом тигле в течение 2 ч в печи (п. 5.1) при температуре $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ и охлаждают в эксикаторе. Взвешивают с точностью до 0,0001 г 1,0 г высушенного реактива и растворяют в смеси 50 см³ воды и 20 см³ соляной кислоты (п. 4.3). Переносят в мерную колбу на 1000 см³ и доводят водой до метки.

1 см³ такого стандартного раствора содержит 1 мг ZnO.

4.12. Двунатриевая соль EDTA (этилендинитрилтетрауксусной кислоты двунатриевая соль), кристаллогидрат, стандартный раствор с ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) = 0,01 моль/дм³.

4.12.1. Подготовка к испытанию

Растворяют 3,72 г двунатриевой соли EDTA в воде и разбавляют до 1000 см³.

4.12.2. Определение титра раствора

Переносят пипеткой 25 см³ стандартного раствора хлорида цинка (п. 4.11) в коническую колбу вместимостью 250 см³. Добавляют 5 см³ соляной кислоты (п. 4.3) и проводят определение в соответствии с п. 6.3, начиная со слов: «добавляют 2 см³ раствора хлорида алюминия». Проводят титрование, как указано в п. 6.4 с помощью бюретки на 50 см³ (п. 5.3).

4.12.3. Титр раствора

Титр раствора двунатриевой соли EDTA, выраженной в граммах оксида цинка на см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m_1}{40V_1},$$

где m_1 — масса сухого оксида цинка, использованного для приготовления стандартного раствора цинка (п. 4.11), г;

V_1 — объем двунатриевой соли EDTA, пошедшего на титрование стандартного раствора цинка (п. 4.11), см³.

4.13. Индикатор дитизон

Растворяют 0,01 г дитизона (1,5-дефенилтиокарбазон) в 10 см³ ацетона (п. 4.1).

Готовят свежий раствор каждые 48 ч.

4.14. Универсальная индикаторная бумага.

5. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура, а также указанная в пп. 5.1—5.4.

5.1. Муфельная печь с температурой $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$.

5.2. Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³, соответствующая требованиям ИСО 385-1, класс А.

5.3. Бюретка вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³, соответствующая требованиям ИСО 385-1, класс А.

5.4. Платиновые тигли вместимостью 50 см³.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Взвешивают с точностью до 0,0001 г приблизительно 1 г испытуемого образца. Помещают эту испытуемую пробу в один из платиновых тиглей (п. 5.4) и озонуют в соответствии с методом В ИСО 247, а в случае присутствия галогенированных каучуков — по методу С ИСО 247.

Охлаждают тигель и добавляют приблизительно 50 см³ соляной кислоты (п. 4.3). Переносят содержимое тигля в стакан вместимостью 250 см³, в котором находится около 50 см³ воды. Дробят ку-

сочки золы стеклянным стержнем для перемешивания. Если после охлаждения остается нерастворимый осадок, его обрабатывают в соответствии с п. 6.2, если нерастворимого вещества нет — в соответствии с п. 6.3.

6.2. Отфильтровывают осадок через беззолую фильтровальную бумагу. Фильтрат сохраняют. Помещают нерастворимый осадок и фильтровальную бумагу во второй платиновый тигель (п. 5.4) и добавляют 2 см³ серной кислоты (п. 4.4), затем нагревают на газовой горелке для испарения избытка серной кислоты. Переносят тигель с содержимым в муфельную печь (п. 5.1) и нагревают при температуре (550 ± 25) °С до полного окисления всего углерода и получения таким образом чистой золы.

Смачивают осадок 5—10 каплями серной кислоты (п. 4.4) и добавляют 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты (п. 4.5) в вытяжном шкафу. Выпаривают фтористоводородную кислоту; нагревание прекращают при появлении белых паров, указывающих на разложение серной кислоты. После охлаждения добавляют еще 5—10 капель серной кислоты и 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты. Повторяют выпаривание фтористоводородной кислоты, затем добавляют 1 см³ серной кислоты и 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты к мокрому осадку. Выпаривают фтористоводородную кислоту; нагревание останавливают при появлении белых паров.

Переливают содержимое тигля в оставшийся фильтрат, смывают тигель дистиллированной водой и соединяют промывные воды с фильтратом.

6.3. При необходимости упаривают раствор или фильтрат до объема приблизительно 50 см³. Переносят охлажденный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки. Отбирают аликвотную пробу в зависимости от ожидаемого содержания цинка (в соответствии с таблицей) и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³.

Ожидаемая массовая доля, %	Объем аликвотной пробы, см ³	Вместимость бюретки, см ³
От 0 до 3	25	10 (п. 5.2)
» 3 » 8	10	10 (п. 5.2)
Св. 8	10	50 (п. 5.3)

При необходимости разводят аликвотную пробу до 25 см³, добавляют 2 см³ раствора хлорида алюминия (п. 4.8), 5 см³ раствора хлорида магния (п. 4.9) и 10 см³ раствора фторида аммония (п. 4.10).

Добавляют раствор гидроксида аммония (п. 4.6) до тех пор, пока универсальная индикаторная бумага не будет указывать на щелочную среду (п. 4.14). Подкисляют приблизительно 1 см³ серной кислоты (п. 4.4). Доводят раствор до кипения и затем охлаждают до комнатной температуры. Добавляют раствор гидроксида аммония (п. 4.6) до щелочной реакции, а затем еще 0,5 см³ этого же раствора. Затем вводят 10 см³ буферного раствора (п. 4.7), 60 см³ ацетона (п. 4.1), 5 см³ раствора 2,4-пентандиона (п. 4.2) и 5 капель раствора дитизона (п. 4.13). Охлаждают раствор в ледяной бане.

6.4. Титруют стандартным раствором динатриевой соли EDTA (п. 4.12), используя соответствующую бюретку, указанную в таблице. Конец титрования наступает при появлении желто-зеленой окраски раствора, которая не меняется при добавлении последующей капли стандартного раствора динатриевой соли EDTA.

7. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю цинка в испытуемой пробе в массовых процентах оксида цинка (ZnO) вычисляют по формуле

$$\frac{T \times V_2 \times 100 \times 100}{V_3 \times m_2},$$

где T — титр, рассчитанный по п. 4.12.3;

V_2 — объем стандартного раствора динатриевой соли EDTA (п. 4.12), использованный при титровании аликвотной пробы испытуемого раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной пробы, см³;

m_2 — масса испытуемой пробы, г.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен включать следующие данные:

- 1) ссылку на настоящий стандарт;
- 2) тип и идентификацию испытуемого изделия;
- 3) результаты и метод их выражения;
- 4) любые необычные подробности, замеченные при определении;
- 5) любые операции, не включенные в настоящий международный стандарт или международные стандарты, приведенные в п. «Ссылки», а также отмеченные как оптимальные.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР
2. Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 07.09.90 № 2514 введен в действие государственный стандарт СССР ГОСТ 28659—90, в качестве которого непосредственно применен международный стандарт ИСО 2454—82, с 01.07.92
3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Раздел, пункт, в котором приведена ссылка	Обозначение соответствующего стандарта	Обозначение отечественного нормативно-технического документа, на который дана ссылка
2	ИСО 247—78	ГОСТ 19816.4—91
2, 5.2, 5.3	ИСО 385-1—84	ГОСТ 29251—91

4. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2005 г.

Редактор *Л.А. Шебаронина*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.10.2005. Подписано в печать 20.12.2005. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,45. Тираж 50 экз. Зак. 953. С 2246.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6