ГОСТ 28659—90
(ИСО 2454—82)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ РЕЗИНОВЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА МЕТОДОМ ТИТРОВАНИЯ ЕДТА

Издание официальное

БЗ 8—2004

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.06.546.47.06:006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ РЕЗИНОВЫЕ

Определение цинка методом титрования ЕДТА

ГОСТ 28659—90

(ИСО 2454—82)

Rubber products. Determination of zinc content. EDTA titrimetric method

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* «Стеклянная посуда. 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, $\rho = 1{,}18$ т/м^3.

4.4. Кислота серная, $\rho = 1{,}84$ т/м^3.

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

4.6. Гидроокись аммония, $\rho = 0{,}91$ т/м^3.

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

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990
© Стандартинформ, 2006

4.7. Буферный раствор

Растворяют 60 г уксусной кислоты (CH_3COOH) и 77 г уксуснокислого аммония в воде и разбавляют водой до 1000 мл[3].

4.8. Хлорид алюминия, раствор ($AlCl_3 \cdot 6H_2O$) = 0,1 моль/дм[3].

Растворяют 2,42 г кристаллогидрата хлорида алюминия в воде и разбавляют водой до 100 см[3].

4.9. Хлорид магния, раствор *c* ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) = 0,1 моль/дм[3].

Растворяют 2,03 г кристаллогидрата хлорида магния в воде и разбавляют до 100 см[3].

4.10. Фторид аммония, раствор *c* (NH_4F) = 3 моль/дм[3].

Растворяют 55,5 г фторида аммония в воде и разбавляют водой до 500 см[3].

Хранят в полиэтиленовой емкости или емкости, залитой парафином.

4.11. Цинк, стандартный раствор, соответствующий 1 ч. ZnO на 1 дм[3].

Прокаливают оксид цинка в фарфоровом тигле в течение 2 ч в печи (п. 5.1) при температуре (550 ± 25) °С и охлаждают в эксикаторе. Взвешивают с точностью до 0,0001 г 1,0 г высушенного реактива и растворяют в смеси 50 см[3] воды и 20 см[3] соляной кислоты (п. 4.3). Переносят в мерную колбу на 1000 см[3] и доводят водой до метки.

1 см[3] такого стандартного раствора содержит 1 мг ZnO.

4.12. Двунатриевая соль ЕДТА (этилендинитрилтетрауксусной кислоты двунатриевая соль), кристаллогидрат, стандартный раствор *c* ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм[3].

4.12.1. Подготовка к испытанию

Растворяют 3.72 г двунатриевой соли ЕДТА в воде и разбавляют до 1000 см[3].

4.12.2. Определение титра раствора

Переносят пипеткой 25 см[3] стандартного раствора хлорида цинка (п. 4.11) в коническую колбу вместимостью 250 см[3]. Добавляют 5 см[3] соляной кислоты (п. 4.3) и проводят определение в соответствии с п. 6.3, начиная со слов: «добавляют 2 см[3] раствора хлорида алюминия». Проводят титрование, как указано в п.6.4 с помощью бюретки на 50 см[3] (п.5.3).

4.12.3. Титр раствора

Титр раствора двунатриевой соли ЕДТА, выраженной в граммах оксида цинка на см[3], 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 ЕДТА, пошедшего на титрование стандартного раствора цинка (п. 4.11), см[3].

4.13. Индикатор дитизон

Растворяют 0,01 г дитизона (1,5-дефенилтиокарбазон) в 10 см[3] 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 ± 25) °С.

5.2. Бюретка вместимостью 10 см[3] с ценой деления 0,02 см[3], соответствующая требованиям ИСО 385-1, класс А.

5.3. Бюретка вместимостью 50 см[3] с ценой деления 0,1 см[3], соответствующая требованиям ИСО 385-1, класс А.

5.4. Платиновые тигли вместимостью 50 см[3].

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 озоляют в соответствии с методом В ИСО 247, а в случае присутствия галогенированных каучуков — по методу С ИСО 247.

Охлаждают тигель и добавляют приблизительно 50 см[3] соляной кислоты (п. 4.3). Переносят содержимое тигля в стакан вместимостью 250 см[3], в котором находится около 50 см[3] 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 беззольную фильтровальную бумагу. Фильтрат сохраняют. Помещают нерастворимый осадок и фильтровальную бумагу во второй платиновый тигель (п. 5.4) и добавляют 2 см^3 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 см^3 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 см^3 раствора фтористоводородной кислоты. Повторяют выпаривание фтористоводородной кислоты, затем добавляют 1 см^3 серной кислоты и 5 см^3 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 см^3. Переносят охлажденный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3 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 см^3.

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 см^3, добавляют 2 см^3 раствора хлорида алюминия (п. 4.8), 5 см^3 раствора хлорида магния (п. 4.9) и 10 см^3 раствора фторида аммония (п. 4.10).

Добавляют раствор гидроокиси аммония (п. 4.6) до тех пор, пока универсальная индикаторная бумага не будет указывать на щелочную среду (п. 4.14). Подкисляют приблизительно 1 см^3 серной кислоты (п. 4.4). Доводят раствор до кипения и затем охлаждают до комнатной температуры. Добавляют раствор гидроокиси аммония (п. 4.6) до щелочной реакции, а затем еще 0,5 см^3 этого же раствора. Затем вводят 10 см^3 буферного раствора (п. 4.7), 60 см^3 ацетона (п. 4.1), 5 см^3 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 ЕДТА (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 двунатриевой соли ЕДТА.

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 двунатриевой соли ЕДТА (п. 4.12), использованный при титровании аликвотной пробы испытуемого раствора, см^3;

V_3 — объем аликвотной пробы, см^3;

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.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru