

ГОСТ 28659—90  
(ИСО 2454—82)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

## ИЗДЕЛИЯ РЕЗИНОВЫЕ

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА МЕТОДОМ ТИТРОВАНИЯ ЕДТА

Издание официальное

БЗ 8—2004



Москва  
Стандартинформ  
2006

## 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 двуназдовой 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 двуназдовой 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,  $\rho = 1,18 \text{ т/м}^3$ .

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

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

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

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

#### 4.7. Буферный раствор

Растворяют 60 г уксусной кислоты ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) и 77 г уксуснокислого аммония в воде и разбавляют водой до 1000 мл<sup>3</sup>.

4.8. Хлорид алюминия, раствор ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Растворяют 2,42 г кристаллогидрата хлорида алюминия в воде и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

4.9. Хлорид магния, раствор  $c$  ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Растворяют 2,03 г кристаллогидрата хлорида магния в воде и разбавляют до 100 см<sup>3</sup>.

4.10. Фторид аммония, раствор  $c$  ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) = 3 моль/дм<sup>3</sup>.

Растворяют 55,5 г фторида аммония в воде и разбавляют водой до 500 см<sup>3</sup>.

Хранят в полиэтиленовой емкости или емкости, залитой парафином.

4.11. Цинк, стандартный раствор, соответствующий 1 ч. ZnO на 1 дм<sup>3</sup>.

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

1 см<sup>3</sup> такого стандартного раствора содержит 1 мг ZnO.

4.12. Двунатриевая соль ЕДТА (этилендинитрилтетрауксусной кислоты двунатриевая соль), кристаллогидрат, стандартный раствор  $c$  ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) = 0,01 моль/дм<sup>3</sup>.

4.12.1. Подготовка к испытанию

Растворяют 3,72 г двунатриевой соли ЕДТА в воде и разбавляют до 1000 см<sup>3</sup>.

4.12.2. Определение титра раствора

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

4.12.3. Титр раствора

Титр раствора двунатриевой соли ЕДТА, выраженной в граммах оксида цинка на см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>.

4.13. Индикатор дитизон

Растворяют 0,01 г дитизона (1,5-дефенилтиокарбазон) в 10 см<sup>3</sup> 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  $(550 \pm 25)$  °С.

5.2. Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>, соответствующая требованиям ИСО 385-1, класс А.

5.3. Бюретка вместимостью 50 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>, соответствующая требованиям ИСО 385-1, класс А.

5.4. Платиновые тигли вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

## 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<sup>3</sup> соляной кислоты (п. 4.3). Переносят содержимое тигля в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, в котором находится около 50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора фтористоводородной кислоты. Повторяют выпаривание фтористоводородной кислоты, затем добавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты и 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. Переносят охлажденный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

Ожидаемая массовая доля, %	Объем аликвотной пробы, см <sup>3</sup>	Вместимость бюретки, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора хлорида алюминия (п. 4.8), 5 см<sup>3</sup> раствора хлорида магния (п. 4.9) и 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> этого же раствора. Затем вводят 10 см<sup>3</sup> буферного раствора (п. 4.7), 60 см<sup>3</sup> ацетона (п. 4.1), 5 см<sup>3</sup> 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 динатриевой 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 динатриевой соли ЕДТА (п. 4.12), использованный при титровании аликвотной пробы испытуемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем аликвотной пробы, см<sup>3</sup>;

$m_2$  — масса испытуемой пробы, г.

## **8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ**

Протокол испытания должен включать следующие данные:

- 1) ссылку на настоящий стандарт;
- 2) тип и идентификацию испытываемого 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 2, 5.2, 5.3	ИСО 247—78 ИСО 385-1—84	ГОСТ 19816.4—91 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](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

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