

硫化橡胶中二氧化钛质量分数的测定

吴淑华

(北京橡胶工业研究设计院, 北京 100039)

摘要: 利用钛离子的络合特性, 制定出二次络合与反滴定相结合的硫化胶中二氧化钛质量分数的测定方法, 并从胶种、二氧化钛用量及其它金属离子的影响等方面考虑, 设计不同配方进行验证实验。结果表明, 本方法有效排除了其它无机离子的影响, 适用范围广, 准确度高。

关键词: 硫化橡胶; 二氧化钛质量分数; 络合滴定

中图分类号: T Q330. 38; O641. 4 文献标识码: B 文章编号: 1000-890X(2000)06-0359-02

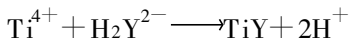
钛白粉因其对光老化、变色及化学药品的稳定性好而成为最优良的白色颜料。在橡胶中用其作白色补强剂, 着色力及遮盖力均高, 尤其在白色和彩色制品中更具优势, 近年来的使用越来越广泛。因此, 硫化胶中二氧化钛质量分数的测定也日益受到重视。本工作根据钛离子的络合特性, 用二次络合及反滴定相结合的方法测定硫化胶中二氧化钛的质量分数。

1 实验

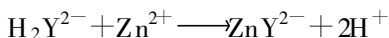
1.1 方法原理

本方法适用于各种硫化橡胶与混炼胶中二氧化钛质量分数的测定。

胶样灰化后, 用硫酸铵和浓硫酸溶解灰分中的二氧化钛, 然后加入过量的 EDTA 溶液, 加热使 Ti^{4+} 与 EDTA 定量络合:



再以磷酸二氢铵取代 TiY 络合物中的 EDTA, 用锌盐滴定释放出的 EDTA:



从而确定硫化胶中二氧化钛的质量分数。

1.2 测定步骤

称取约 1 g(质量精确至 0.2 mg)剪成细粒的胶样于 30 mL 瓷坩埚中, 先在电炉上低温炭

化, 炭化完全后移入 800 ~ 850 °C 马福炉中灼烧至质量恒定。加入 5 g 硫酸铵和 10 mL 浓硫酸, 在电炉上加热至冒大量白烟, 冷却后用 150 mL 30% 的乙醇溶液洗入 250 mL 容量瓶中(若有沉淀先洗入 250 mL 烧杯, 再滤入 250 mL 容量瓶中), 加至刻度, 摇匀。

从上述容量瓶中准确吸取 25.00 mL 溶液于 250 mL 三角瓶中, 加过量 0.05 M 的 EDTA 溶液(所加量依具体情况而定), 在电炉上加热煮沸 1 min, 冷却后用 1:1 的氨水调至中性, 加 10 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液, 以 0.5% 的二甲酚橙为指示剂, 用 0.05 M 的锌标准溶液由淡黄色滴定至红色。再加入 15 mL 10% 的磷酸二氢铵溶液, 摇匀, 停放 10 ~ 15 min, 产生白色沉淀且溶液由红转黄(若无沉淀, 说明无二氧化钛存在), 再用 0.05 M 的锌标准溶液滴定至红色, 并记录本次滴定的体积。

1.3 计算公式

硫化胶中二氧化钛的质量分数按下式计算:

$$\text{二氧化钛质量分数} = \frac{0.0799VM}{m}$$

式中 V —— 滴定消耗锌标准溶液的体积, mL;

M —— 滴定所用锌标准溶液的浓度, $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$;

m —— 胶样质量, g;

0.0799 —— 1 mL 的 1 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 锌标准

溶液相当于二氧化钛的克数。

2 结果与讨论

为验证本方法的准确性及适用范围,对以下 3 个配方硫化胶中二氧化钛质量分数进行测试。

配方 1:NR 100;氧化锌 5;氧化镁 5;碳酸钙 10;氢氧化铝 10;氧化铁 3;二氧化钛 10;二氧化硅 10;硫黄 1.8;硬脂酸 1.7;促进剂 CZ 0.8;芳烃油 3,合计 160.3。

配方 2:SBR 20;NR 80;钛白粉 15.75;立德粉 20;其它 108.4,合计 244.15。

配方 3:SBR 20;NR 80;钛白粉 22.5;立德粉 20;其它 94.9,合计 237.4。

各配方的硫化胶中二氧化钛质量分数测定结果见表 1。从表 1 可以看出,无论二氧化钛用量的多少以及有何种干扰离子,测定结果均比较准确,相对误差小于 3%。

表 1 各硫化胶中二氧化钛质量分数测定结果

项 目	配方号		
	1	2	3
理论值	0.062 4	0.064 5	0.094 8
测定值	0.060 0	0.064 7	0.092 7
	0.061 2	0.065 0	0.093 5
	0.060 8	0.065 0	0.094 0
测定平均值	0.060 7	0.064 9	0.093 4
相对误差/%	2.72	0.62	1.48

3 结论

(1)除二氧化钛的用量和胶种外,本工作重点研究了对测定影响最大的灰分中其它无机组分的干扰问题,配方中加入了 Zn^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Al^{3+} 和 Fe^{3+} 等几乎所有常用的无机原料。由测定结果可以看出,本方法基本排除了其它无机离子对测定的干扰,使其成为实验室硫化橡胶中二氧化钛质量分数测定的一个操作简便、准确度较高的有效方法。

(2)通过二氧化钛质量分数的测定,可估算到原配方中钛白粉的用量,为未知硫化胶样品的剖析提供可靠的信息。

收稿日期: 2000-01-27

《上海橡胶同业行规公约》颁布实施

中图分类号: F273.7 文献标识码: D

以建立行业和企业自律机制、规范行业和企业生产经营行为为宗旨的《上海橡胶同业行规公约》(以下简称《规约》),不久前在上海橡胶工业同业公会第五届二次会员大会上通过并正式颁布实施。这是我国橡胶行业的第一部自律性公约,也是上海橡胶行业为迎接我国加入 WTO 及与国际橡胶行业接轨而采取的一项重要举措。

《规约》分总则、行业道德、行业规约、行业管理、涉外交往、规约管理和附录 7 个章节及 34 项条款。《规约》指出,在橡胶产品生产经营活动中,应当遵守公开、公平、诚实守信和正当竞争的原则,严格执行国家有关法律法规,自觉

维护行业的生产和经营秩序。

《规约》还要求橡胶生产企业必须保证橡胶产品的安全性和有效性,禁止采购、生产和销售不合格产品以及“三无”假冒伪劣产品。同时,橡胶企业要严格执行所规定的橡胶产品价格政策,实行价格自律,不得任意抬价或压价,严禁以不法行为损害其它经营者以及消费者的利益。

《规约》还就违规违约处理作了规定。凡违反《规约》规定的有关单位将受到内部通报、行业暴光、道德谴责、开除会籍、赔偿损失,以及通报政府部门给予警告、严重警告、吊销生产(经营)证照直至法律起诉的处罚,以维护《规约》的严肃性。

(上海橡胶工业同业公会 卞少谋供稿)