

ICS 83.060  
G 40



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15906—1995

---

## 橡胶中丁基橡胶或 聚异丁烯含量的测定

Rubber—Determination of isoprene-  
isobutylene rubber or poly isobutylene content

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施

---

国家技术监督局 发布



# 中华人民共和国国家标准

## 橡胶中丁基橡胶或 聚异丁烯含量的测定

GB/T 15906—1995

Rubber—Determination of isoprene-isobutylene  
rubber or poly isobutylene content

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶中丁基橡胶和聚异丁烯的测定方法。

本标准适用于含聚丁二烯橡胶(BR),氯丁橡胶(CR),聚异戊二烯橡胶(IR),天然橡胶(NR),丁腈橡胶(NBR),乙烯-丙烯三元聚合物(EPDM)和苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)的橡胶或橡胶制品中的丁基橡胶或聚异丁烯含量的测定。含其他聚合物的产品包括氯化丁基橡胶和溴化丁基橡胶,必须做已知组成的对照试验后,方可参照使用。

本标准不适用于同时含有丁基橡胶和聚异丁烯并用胶中单一组分含量的测定。

### 2 方法概述

用硝酸消化含不饱和碳链的橡胶(包括丁基橡胶中的二烯组分),未被消化的聚异丁烯组分用叔丁基过氧化氢、三氯甲烷-石油醚混合溶剂加热溶解,过滤除去填料,用无水乙醇沉淀聚异丁烯,然后干燥,称量。

### 3 试剂和材料

按本方法操作时,应采取一切公认的保健和安全预防措施。

在分析过程中,只能使用分析纯试剂和蒸馏水,或纯度相当的水。

- 3.1 丙酮(GB/T 686)
- 3.2 三氯甲烷(GB/T 682)
- 3.3 三氯甲烷-石油醚混合溶剂(1+1)
- 3.4 无水乙醇(GB/T 678)
- 3.5 石油醚 沸点范围:30℃~60℃(HG/T 3—1003)
- 3.6 二甲苯(HG/T 3—1011)
- 3.7 硝酸(GB/T 626)
- 3.8 叔丁基过氧化氢  
注:纯度不低于75%,在75℃以下稳定,高温极易爆炸,常温可保存数月。
- 3.9 硅藻土助滤剂
- 3.10 石棉纤维
- 3.11 玻璃纤维布
- 3.12 沸石

国家技术监督局1995-12-20批准

1996-08-01实施

## 4 仪器

试验室常用仪器及

4.1 能控制温度为 140℃ 的加热板、蒸汽浴或砂浴

4.2 快速抽提器

4.3 吸滤瓶(500 mL)

4.4 布氏漏斗 A

一个盘直径约 56 mm 的布氏漏斗首先衬入玻璃纤维布,然后衬入约 3 mm 厚的石棉纤维,最后铺上 3 mm 厚的硅藻土助滤剂(将悬浮在丙酮中的硅藻土助滤剂均匀地倒入漏斗中,用抽气法除去丙酮),使漏斗过滤层厚度约为 6 mm。放置 24 h 后使用。

4.5 布氏漏斗 B

一个盘直径约 42 mm 的布氏漏斗,首先衬入慢速滤纸,然后衬入约 3 mm 厚的石棉纤维,最后铺上一层 3 mm 厚的硅藻土助滤剂(将悬浮在丙酮中的硅藻土助滤剂均匀地倒入漏斗中,用抽气法除去丙酮),使漏斗过滤层总厚度约为 6 mm,再用三氯甲烷-石油醚混合溶剂洗涤,用抽气法除去混合溶剂,放置 24 h 后使用。

注:布氏漏斗 A 和布氏漏斗 B 的制备是试验成功的重要环节。若使用相同性质的其他材料制备漏斗,应对已知组分的样品进行对比试验。

## 5 试样的制备

从实验室样品中至少取三个试样在 105±2℃ 下干燥 2 h,然后将试样放入干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

6.1 称取剪成 1 mm<sup>3</sup> 以下的粒状试料,精确至 0.001 g,使试料中聚异丁烯含量在 0.05~0.20 g 之间,称样不要多于 5 g。对含量未知的样品,先称 1 g,如果发现聚异丁烯含量少于 0.05 g 或多于 0.20 g 需要重新调整称样量。

6.2 将称取的试料置于 250 mL 烧杯中,在通风橱中,加入 10 mL 硝酸于室温下反应,直至泡沫消退去,如果反应缓慢,则将其放在 140℃ 左右的加热板上加热,直至产生气体为止,然后立即将烧杯从加热板上移开。如果在 5 min 后没有反应,也需要拿下烧杯。反应停止后,冷却至室温,再加入 50 mL 硝酸和 10 mL 二甲苯,烧杯置于 140℃ 加热板上,盖上表面皿消化 30 min,取下表面皿,再至少消化 30 min 至二甲苯完全气化。

6.3 在通风橱中,向烧杯中加入 3~5 g 硅藻土助滤剂,搅拌均匀,用布氏漏斗 A 趁热采用低或中速吸滤,滤液进入含 100 mL 水的 500 mL 吸滤瓶中。室温下每次用 20 mL 的硝酸把烧杯和过滤器洗涤二次,再用约 300 mL 的热水充分洗涤至滤液无色为止。废弃滤液,用水冲洗吸滤瓶<sup>1)</sup>,重新装置后再用 50 mL 无水乙醇洗涤,连续抽空,干燥。

注:1) 硝酸与乙醇之间反应激烈,避免危险。

6.4 使用匙子或刮铲小心地将漏斗内容物转移至干燥的 250 mL 快速抽提器底瓶中,用三氯甲烷湿润的滤纸擦洗漏斗中的痕迹将其一起放入快速抽提器中。用 200 mL 三氯甲烷-石油醚混合溶剂冲洗漏斗至快速抽提器中,在快速抽提器中加入六到十块沸石和 5~7 mL 叔丁基过氧化氢,快速回流 4 h 以上,用三氯甲烷-石油醚的混合溶剂补充蒸发掉的溶剂。

6.5 用布氏漏斗 B 趁热过滤回流后的试液于 500 mL 清洁、干燥的吸滤瓶中,采用中速抽气(太强的抽气可能引起炭黑穿透滤纸,需要二次过滤)。用温热的三氯甲烷-石油醚混合溶剂洗涤锥形瓶和漏斗五次,每次 20 mL,保证把漏斗的边和壁洗净。

6.6 把二粒已恒重称量的沸石加到清洁的 250 mL 烧杯中,将 6.5 所得的滤液全部倒入,用三氯甲烷

石油醚混合溶剂把过滤瓶洗净,把这些洗涤液加到烧杯中并蒸发至 20 mL 左右。将此液连同沸石倒入恒重的 50 mL 锥形瓶中,用三氯甲烷-石油醚混合试剂清洗烧杯倒入锥形瓶中,在 140℃左右的加热板上小心蒸发至约 1~3 mL,切忌蒸干,冷却至室温后,加入 25 mL 无水乙醇(如果没有沉淀或浑浊现象,表明聚异丁烯不存在,分析终止)。在 140℃左右的加热板上缓缓沸腾约 15 min,直至无水乙醇全部澄清,并且聚异丁烯全部粘附于锥形瓶中。如果依然混浊,则浓缩到 2~3 mL,冷却至室温后再加入 25 mL 丙酮轻轻摇动洗涤聚异丁烯沉淀,再倾析出丙酮,在 105±2℃烘箱中干燥 2 h,取出放入干燥器中,冷却后称量。并扣除沸石的质量。

## 7 分析结果的表达

聚异丁烯含量的计算与换算成丁基橡胶含量

按下式计算聚异丁烯或丁基橡胶的质量百分数含量。

$$A(\%) = [(B - C)/D] \times 100$$

式中: A——聚异丁烯的质量百分数含量, %;

B——锥形瓶和沉淀的聚异丁烯质量, g;

C——锥形瓶的质量, g;

D——试样的质量, g。

丁基橡胶含量应为聚异丁烯含量的 1.03 倍。

## 8 试验误差

本方法的标准偏差约为 1%,所得到的数值一般不低于实际的丁基橡胶含量 4%,此误差范围适用于含有常用配比的丁基橡胶及聚异丁烯的各种试样。

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准由化学工业部沈阳橡胶工业制品研究所负责起草。

本标准主要起草人殷人寿、韩菲、李国新。

本标准等效采用德国国家标准 DIN 53621T. 8—1977《丁基橡胶或聚异丁烯含量的测定》。





中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
**橡 胶 中 丁 基 橡 胶 或  
聚 异 丁 烯 含 量 的 测 定**  
GB/T 15906—1995

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045  
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
**版权专有 不得翻印**

\*

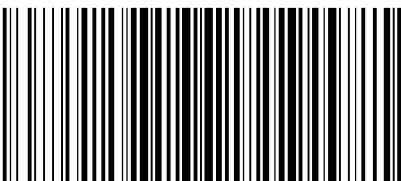
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字  
1996年8月第一版 1996年8月第一次印刷  
印数 1—1 500

\*

书号: 155066·1-12569 定价 8.00 元

\*

标 目 289—100



GB/T 15906—1995