



中华人民共和国国家标准

GB/T 16583—1996
neq ISO/DP 7234-1:1980

不饱和橡胶中饱和橡胶的鉴定 第一部分 酸消化法

Rubbers saturated—Identification
in unsaturated rubbers—
Part 1: by acid digestion



C9716314

1996-10-28 发布

1997-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
不饱和橡胶中饱和橡胶的鉴定
第一部分 酸消化法

GB/T 16583—1996

*

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:68522112

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 5 千字
1997年5月第一版 1997年5月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-13741 定价 5.00 元

*

标 目 309—52

GB/T 16583—1996



前 言

本标准非等效采用 ISO/DP 7234-1:1980《不饱和橡胶中饱和橡胶的鉴定——第一部分——酸消化法》。

本标准与 ISO/DP 7234-1 相比扩大了适用范围,使饱和橡胶和不饱和橡胶在任何共混比例下都能鉴定。试样消化根据不同胶种对酸消化液浓度、温度和时间作了明确规定。为了缩短消化时间,试样的制备采用磨细的胶粉,并根据国情改用磁力恒温搅拌器替代浸润剂浸润橡胶。为保证过滤效果不锈钢网规定为 45 μm ,过滤后的残余物可留在不锈钢网中,折迭后直接入管式炉裂解,简化了操作程序。

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北京橡胶工业研究设计院起草。

本标准主要起草人:戴美英。

本标准委托北京橡胶工业研究设计院负责解释。

中华人民共和国国家标准



不饱和橡胶中饱和橡胶的鉴定 第一部分 酸消化法

GB/T 16583—1996
neq ISO/DP 7234-1:1980

Rubbers saturated—Identification
in unsaturated rubbers—
Part 1: by acid digestion

1 范围

本标准规定了在不饱和橡胶中鉴定饱和橡胶的方法。

本标准适用于单一或并用不饱和橡胶,如聚异戊二烯(IR 或 NR)、丁二烯-苯乙烯共聚物(SBR)、各种丁二烯-丙烯腈共聚物(NBR)和聚氯丁二烯(CR)共混胶中鉴定异丁烯-异戊二烯共聚物(丁基橡胶、氯化丁基橡胶、溴化丁基橡胶)和乙烯-丙烯共聚物(二元乙丙橡胶、三元乙丙橡胶)。

本标准不适用于含有低分子量聚乙烯或聚苯乙烯的胶料。这一类材料是耐酸消化的,并可溶于热二氯甲烷中。如果存在,会和饱和橡胶同时出现在红外谱图中。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出板时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6028—94 橡胶聚合物(单一及并用)的鉴定裂解气相色谱法。(eqv ISO 7270:1987)

GB/T 7764—87 橡胶鉴定 红外分光光度法。(neq ISO 4650:1984)

GB/T 13249—91 硫化橡胶中橡胶含量的测定 管式炉热解法

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 饱和橡胶是指在橡胶链中含有少量双键的橡胶,例如含有少量异戊二烯的丁基橡胶(IIR)和含有少量己二烯的乙丙橡胶(EPDM)。

注:这并不意味着异戊二烯和己二烯是唯一在制造 IIR 和 EPDM 橡胶中可以使用的饱和组分。

3.2 不饱和橡胶是指在橡胶链中每隔一定间隔含有相当数量双键的橡胶,例如聚异戊二烯橡胶、天然橡胶、丁苯橡胶、顺丁橡胶、丁腈橡胶和氯丁橡胶。

4 原理

在一定条件下不饱和橡胶会被硫酸和铬酸的混合酸所降解,残留的饱和橡胶可以用红外光谱法或气相色谱法鉴定。

5 试剂

在试验过程中除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。进行本试验时,所有

公认的健康和安全防护措施都应该是有效的。

5.1 丙酮(GB 686)。

5.2 二氯甲烷。

5.3 硫酸和铬酸混合消化液:将 200 g 三氧化铬(CrO_3)溶于 500 mL 水中,小心地边搅拌边加入 150 mL 硫酸($\rho=1.84 \text{ Mg/m}^3$),冷却至室温。

6 仪器

6.1 红外光谱仪:以透射模式或吸收模式操作。

6.2 气相色谱仪:按 GB/T 6028。

6.3 磁力恒温搅拌器:可控制 $(45\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

6.4 不锈钢网:45 μm (325 目)。

6.5 电热板。

7 分析步骤

7.1 称取 0.5~1 g 磨细的硫化胶试料(精准至 0.000 1 g)。假若橡胶是未硫化的,实验前应先硫化。

7.2 将试样放在 150 mL 烧杯中,加 50 mL 丙酮,在电热板上煮沸 1 min,然后倾去丙酮。稍稍加热烧杯内容物直至没有丙酮气味。

7.3 加入 50 mL 酸消化混合液,把烧杯放在磁力恒温搅拌器上,在 $(45\pm 2)^\circ\text{C}$ 消化 2 h。

注意不应让丙酮留在烧杯中,把酸混合液加到丙酮中会引起剧烈反应。

7.4 把溶液连同内容物倒在 45 μm 不锈钢网上过滤,先用热水充分洗涤残渣,然后再用丙酮洗涤直至基本无黄色。

7.5 假若有残渣,按 7.8 继续进行,若没有残渣,说明试样中没有丁基橡胶存在,但并不说明没有乙丙橡胶的存在。

7.6 按 7.1 称取试料,7.2 处理试料。加入 30 mL 硫酸和铬酸混合消化液和 20 mL 蒸馏水,把烧杯放在磁力恒温搅拌器上,在 $(45\pm 2)^\circ\text{C}$ 消化 3 h,接着按 7.4 进行。

7.7 假若在不锈钢网上仍没有残渣,说明试样中也没有乙丙橡胶存在。试验到此结束。假若有残渣,按 7.8 继续进行。

7.8 将 7.5 或 7.7 所得残渣收集在 200 mL 烧杯中,把丙酮蒸干后加 100 mL 二氯甲烷,在大于 300°C 的电热板上将溶液蒸至 30 mL。

7.9 用 45 μm 不锈钢网过滤,将滤液收集在 50 mL 烧杯中。

7.10 缓慢加热将二氯甲烷溶液蒸发至大约 5~10 mL,接着按 GB/T 7764 进行饱和橡胶的红外鉴定。或直接将 7.5 或 7.7 所得残渣按 GB/T 6028 进行饱和橡胶气相色谱鉴定。

7.11 若须半定量测定饱和橡胶含量,重复 7.1 至 7.7 操作,然后将 7.5 或 7.7 所得残渣,在 105°C 烘箱中烘 1 h,取出放入干燥器中,冷至室温(约 30 min),称量,再按 GB/T 13249 通氮 30 min 裂解后称量。根据裂解减量计算饱和橡胶在原样中的近似质量百分含量。