

中华人民共和国国家标准

橡胶中结合苯乙烯含量的测定 分光光度法

GB/T 13646—92

Rubber—Determination of bound
styrene content—Spectrophotometric method

本标准参照采用国际标准 ISO 5478—1980《橡胶——苯乙烯含量测定——硝化法》。

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了包括充油型在内的各种类型丁苯橡胶(SBR)中结合苯乙烯含量的测定方法。
- 1.2 本标准适用于乳聚、溶聚丁苯橡胶、高苯乙烯丁苯橡胶和苯乙烯嵌段共聚物及其硫化胶中结合苯乙烯含量的测定。
- 1.3 本标准也适用于丁苯橡胶与其他橡胶(NR、BR 和 IR)的共混硫化胶。
- 1.4 在规定光谱区内有吸收的任何其他不可抽提的芳香族物质会干扰测定。
- 1.5 当胶料中不溶于硝酸的无机填料超过 5% 时,应采用附录 A“吸收系数校正法”进行测定。

2 引用标准

- GB 3516 硫化橡胶中溶剂抽出物的测定
- GB 6734 成包合成生胶取样
- GB 6735 合成橡胶试样制备
- GB 8658 丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定(折光指数法)

3 原理

抽提试样经硝酸处理后,使苯乙烯结构单元转化成对-硝基苯甲酸、再经乙醚和氢氧化钠溶液萃取提纯后,用分光光度计在紫外光谱区测定结合苯乙烯含量。

4 试剂和材料

分析中应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

- 4.1 硝酸(GB 626)。
- 4.2 乙醚(HG 3—1002)。
- 4.3 无水硫酸钠(HG 3—908)。
- 4.4 丙酮(GB 686)。
- 4.5 三氯甲烷(GB 682)。
- 4.6 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=5 \text{ mol/L}$ 。
溶解 200 g 氢氧化钠于水中,稀释至 1 000 mL。
- 4.7 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。
溶解 4 g 氢氧化钠于水中,稀释至 1 000 mL。

国家技术监督局 1992-09-01 批准

1993-07-01 实施

- 4.8 氯化钠饱和溶液。
4.9 丙酮:三氯甲烷=68:32(V/V)。
4.10 磁沸石屑。

5 仪器、设备

- 5.1 锥形磨口烧瓶 100 mL 或 125 mL,可与球形冷凝管相接。
5.2 球形冷凝管:有内插磨口接口与锥形烧瓶(5.1)相接。
5.3 分液漏斗:500 mL。
5.4 分光光度计:备有 10 mm 的石英比色池,能精确地测定 260 nm 至 290 nm 范围内的吸光度。
5.5 沙浴或加热板。
5.6 快速抽提装置:见 GB 3516。

6 试样的制备

- 6.1 按 GB 6734《成包合成生胶取样》、GB 6735《合成橡胶试样制备》的规定或直接从混炼胶、硫化胶试样片和橡胶成品中割取所需样品。
6.2 将取出胶样剪碎,对生胶样品用丙酮、对硫化胶样品用丙酮、三氯甲烷混合试剂(4.9),在快速抽提装置中抽提 6~8 h,混炼胶应硫化后抽提。抽提后的试样在 $100\pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥至恒重。

7 分析步骤

操作中使用乙醚时,周围应严禁明火,以免引起爆炸。

- 7.1 称取烘干的胶样,精确至 0.000 1 g,为保证待测试液的吸光度值介于 0.3~0.8 之间,应使试样质量(以克计)乘以估计的结合苯乙烯百分含量等于 4.5。若结合苯乙烯含量完全未知,则称取试样量为:生胶 0.4 g,硫化胶 1.0 g。
7.2 将称重后的试样放入锥形烧瓶中。加入 20 mL 硝酸,再加几块磁沸石屑。将锥形烧瓶置于冷的加热板或沙浴上,与球形冷凝管连接,加热使硝酸连续沸腾 16~18 h,停止加热,结束反应,待锥形烧瓶冷却后,用 10~20 mL 水冲洗冷凝管内壁和磨口接口。
7.3 将反应液移至 400 mL 烧杯中,用氢氧化钠溶液(4.6)调节溶液 pH 值大于 1 后,再滴加硝酸至溶液的 pH 值为 1。
7.4 溶液冷至室温后移至分液漏斗 A 中,加入 50 mL 乙醚萃取,其水层放入原 400 mL 烧杯中,乙醚层用 25 mL 氯化钠饱和溶液萃取。萃取后水层并入原 400 mL 烧杯中,乙醚层倒入盛有 5 g 无水硫酸钠的 250 mL 烧杯中,干燥后移至 500 mL 分液漏斗 B 中。
7.5 重复 7.4 操作三次,每次乙醚萃取液使用同一硫酸钠干燥。
7.6 在分液漏斗 B 中加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.7),萃取,氢氧化钠溶液层放入 250 mL 容量瓶中,重复氢氧化钠溶液(4.7)萃取三次。
7.7 四次氢氧化钠萃取液合并于 250 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(4.7)稀释至刻度,摇匀。用移液管吸取 10 mL 溶液至另一个 250 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(4.7)稀释至刻度,摇匀,即成试液。
7.8 以氢氧化钠溶液(4.7)为参比液,用分光光度计测定试液在 265 nm、274 nm 和 285 nm 处的吸光度。
7.9 若要求更准确的分析结果,可按附录 A“吸收系数校正法”进行测定。

8 分析结果的表述

- 8.1 试样中结合苯乙烯含量以质量百分数表示,由下式计算:

$$\frac{w_1 + w_2 + w_3}{3} \dots\dots\dots(1)$$

$$w_1 = \frac{A_{265} \times 3.83}{2.5\rho} - 0.57 \dots\dots\dots(2)$$

$$w_2 = \frac{A_{274} \times 3.61}{2.5\rho} - 0.45 \dots\dots\dots(3)$$

$$w_3 = \frac{A_{285} \times 4.01}{2.5\rho} - 0.43 \dots\dots\dots(4)$$

式中：A —— 试液在指定波长的吸光度；

ρ —— 按7.7 稀释时，试液中试样的浓度，g/L；

w_1, w_2, w_3 —— 分别为不同波长下的试样中结合苯乙烯含量，% (m/m)。

8.2 二次平行试验的结果允许差不大于 0.6%。

附录 A
吸收系数校正法
(补充件)

A1 吸收系数校正法内容与适用范围

本补充件规定了用吸收系数校正法测定橡胶中结合苯乙烯含量的方法。本方法适用于准确测定未知生胶和硫化胶中结合苯乙烯含量。

A2 校正样品的选取或制备

A2.1 按标准正文规定的方法预测未知样品结合苯乙烯含量,对硫化胶应借助其他方法同时求出其并用比和填料的大致组成。

A2.2 根据预测结果,直接选取或制备结合苯乙烯含量和胶料组成与未知样大致相同的校正样品。

A3 校正样品吸收系数的测定

A3.1 按 6.1~7.8 方法制备和测定校正样试液在波长 265 nm、274 nm 和 285 nm 处的吸光度。

A3.2 校正样品在 265 nm、274 nm 和 285 nm 处的吸收系数(K_1 、 K_2 和 K_3),由式 A1 计算:

$$K = \frac{\frac{A}{\rho} - K'(1 - X)}{X} \dots\dots\dots(A1)$$

式中: K —— 校正样在指定波长的吸收系数;

A —— 校正样试液在指定波长的吸光度;

ρ —— 校正样试液中试样的浓度, g/L;

K' —— 聚丁二烯硝化产物的吸收系数(265 nm 时为 0.373, 274 nm 时为 0.310, 285 nm 时为 0.265);

X —— 校正样品中结合苯乙烯的分数。

A4 分析结果的表述

未知样中结合苯乙烯含量以质量百分数表示,由式 A2 计算:

$$\frac{w_1 + w_2 + w_3}{3} \dots\dots\dots(A2)$$

$$w_1 = (100A_{265}/\rho - 37.3)/(K_1 - 0.373) \dots\dots\dots(A3)$$

$$w_2 = (100A_{274}/\rho - 31.0)/(K_2 - 0.310) \dots\dots\dots(A4)$$

$$w_3 = (100A_{285}/\rho - 26.5)/(K_3 - 0.265) \dots\dots\dots(A5)$$

式中: A —— 未知试液在指定波长的吸光度;

ρ —— 未知样试液中试样的浓度, g/L;

K_1 、 K_2 和 K_3 —— 按 A3.2 确定的吸收系数。

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。

本标准由北京橡胶工业研究设计院负责起草。

本标准主要起草人于诚、张涛、孙玉。

 **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686