



中华人民共和国国家标准

GB/T 34247.2—2018

异丁烯-异戊二烯橡胶(IIR)不饱和度的测定 第2部分:核磁共振氢谱法

Determination of the unsaturation of isobutene-isoprene rubber—
Part 2: ^1H -NMR method

2018-12-28 发布

2019-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
异丁烯-异戊二烯橡胶(IIR)不饱和度的
测定 第2部分:核磁共振氢谱法
GB/T 34247.2—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2018年12月第一版

*

书号:155066·1-62208

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 34247《异丁烯-异戊二烯橡胶(IIR)不饱和度的测定》分为两个部分：

——第1部分：碘量法；

——第2部分：核磁共振氢谱法。

本部分为 GB/T 34247 的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位：中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司、山东京博石油化工有限公司橡胶分公司、怡维怡橡胶研究院有限公司、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院。

本部分主要起草人：卜少华、吴春红、罗俊杰、黄铃、于洪洗、赵传华、王超、李晓银、李淑芝、刘莎、刘柏岑。

异丁烯-异戊二烯橡胶(IIR)不饱和度的测定 第2部分:核磁共振氢谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 34247 的本部分规定了采用核磁共振氢谱法测定异丁烯-异戊二烯橡胶[通称丁基橡胶(IIR)]中不饱和度的方法。

本部分适用于 IIR 生橡胶。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度和精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法

3 方法概要

将一定量的 IIR 样品溶解在氘代氯仿中,在规定的参数条件下,测定试样的核磁共振氢谱,得到异戊二烯和异丁烯结构中不同质子的峰面积。通过不同化学环境下质子的化学位移以及积分面积值来确定 IIR 的不饱和度。

4 试剂

氘代氯仿(CDCl_3):纯度大于 99.8%(摩尔分数),含 0.03%(体积分数)的四甲基硅烷(TMS)作为内标,NMR 级。

5 仪器和设备

5.1 核磁共振波谱仪:具有 400 MHz 或更高频率的傅里叶变换核磁共振波谱仪(FT-NMR)。

5.2 分析天平:能够精确至 0.1 mg。

5.3 样品管:外径 5 mm。

6 取样

按 GB/T 15340 的规定取样。

7 分析步骤

7.1 取 20 mg~30 mg 样品放进 5 mm 核磁样品管内,加入 0.5 mL~0.6 mL 氘代氯仿,室温下溶解至少 4 h。

注:根据所使用核磁共振波谱仪的分辨率选择试样的浓度。

7.2 设定核磁共振氢谱分析条件:

- a) 脉冲程序:单脉冲;
- b) 试验温度:室温;
- c) 数据点:64 k;
- d) 中心频率: 5×10^{-6} ;
- e) 扫描宽度: $10\times 10^{-6}\sim 20\times 10^{-6}$;
- f) 脉冲角度: 90° ;
- g) 脉冲间隔时间:5 s;
- h) 扫描次数:32 次或 64 次;
- i) 空扫次数:2 次。

7.3 将配制好的样品放入核磁共振波谱仪内进行测定。对收集到的自由感应衰减信号(FID)进行傅里叶变换、相位校正,并以 TMS 的化学位移以零定标。

7.4 按表 1 将化学位移 $8\times 10^{-6}\sim 0\times 10^{-6}$ 范围谱峰准确积分。表 1 所列 A、B、C 是对异丁烯-异戊二烯橡胶样品溶液在核磁共振氢谱中信号积分面积的限定。图 1 所示为 A、B、C 在核磁共振氢谱中积分面积的典型图。

7.5 每个试样按步骤 7.1~7.4 重复测定 2 次。

表 1 信号积分面积的限定

面积	信号积分范围
A	从约 5.30×10^{-6} 处到约 4.97×10^{-6} 处的最小强度点
B	从约 4.97×10^{-6} 处到约 4.91×10^{-6} 处的最小强度点
C	从约 2.70×10^{-6} 处到约 0.20×10^{-6} 处的最小强度点

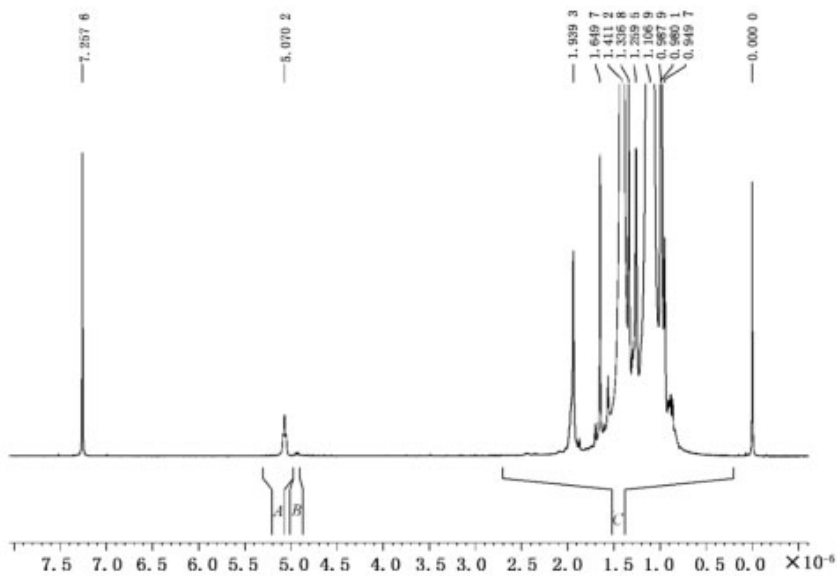


图 1 典型的核磁共振氢谱图

8 结果计算

IIR 的不饱和度 U 以试样的摩尔分数计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$U = \frac{8A}{A + B + C} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——从约 5.30×10^{-6} 处到约 4.97×10^{-6} 处的积分面积;

B ——从约 4.97×10^{-6} 处到约 4.91×10^{-6} 处的积分面积;

C ——从约 2.70×10^{-6} 处到约 0.20×10^{-6} 处的积分面积。

取两次重复测定结果的算术平均值为试验结果,结果保留至小数点后两位。

9 精密度

9.1 总则

按照 GB/T 6379.2 的规定确定方法的精密度,精密数值(95%置信水平)见表 2。表中的数据是测定结果的平均值和试验方法的精密度估算值。有 10 个实验室参加了精密度实验,每个实验室对两种 IIR 样品重复测定 2 次,在一周内完成实验。

9.2 重复性

在重复性条件下,两次独立测试结果的绝对差值应不大于 r 。

9.3 再现性

在再现性条件下,两次独立测试结果的绝对差值应不大于 R 。

表 2 IIR 不饱和度的精密度

试样	平均值	实验室内			实验室间		
	%	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
IIR-1	1.55	0.017	0.049	3.168	0.021	0.060	3.897
IIR-2	1.75	0.011	0.033	1.854	0.024	0.067	3.801
表中所列符号定义如下： s_r :重复性标准差； r :重复性,以测量值单位表示； (r):重复性,以相对百分数表示； s_R :再现性标准差； R :再现性,以测量值单位表示； (R):再现性,以相对百分数表示。							

10 试验报告

试验报告应

- a) 本部分
- b) 关于样
- c) 使用仪器型号和实验条件；
- d) 试验结果；
- e) 本部分或引用标准中未包括的任何自选操作；
- f) 试验日期。

