



中华人民共和国国家标准

GB/T 3516—2006
代替 GB/T 3516—1994

橡胶 溶剂抽出物的测定

Rubber—Determination of solvent extract

(ISO 1407:1992, MOD)

2006-09-01 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 1407:1992《橡胶 溶剂抽出物的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 3516—1994《橡胶中溶剂抽出物的测定》。

本标准根据 ISO 1407:1992 重新起草。本标准与 ISO 1407:1992 的主要差异如下:

- 国际标准没有提到加热装置,本标准增加了加热装置(6.6)及其操作步骤(8.1.3、8.2.3),以便于试验人员对仪器的准备和操作;
- 国际标准没有提到误差范围,本标准增加了误差范围(9.4),以利于试验人员对结果的平行度作正确的判断。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 删除国际标准的前言;
- c) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- d) 把文中的“警告”提到正文前;
- e) 删除了附录 A(资料性附录)。

本标准与 GB/T 3516—1994 相比主要变化如下:

- 调整了适用范围(见第 1 章);
- 增加了三个引用文件(见第 2 章);
- 修改了原理的陈述方法(见第 3 章);
- 将丙酮-三氯甲烷和丁酮改为丙酮(1994 年版的 4.10;本版的 4.1);
- 增加了新的索氏抽提装置(本版的 6.1);
- 增加了试验用筛子(本版的 6.5);
- 增加了制样过程(本版的第 7 章);
- 将称样量由 2 g 改为 A 法的 3 g~5 g, B 法的 90 mg~110 mg(1994 年版的 6.1、6.2;本版的 8.1.1、8.2.1);
- 修改了试验报告的内容(1994 年版的第 9 章;本版的第 10 章)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准由全国橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)负责解释。

本标准起草单位:北京橡胶工业研究设计院、贵州轮胎股份有限公司。

本标准主要起草人:苍飞飞、张红梅、李和平、周乃东、王扬。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3516—1994。

橡胶 溶剂抽出物的测定

警告——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。使用者有责任采用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

本标准规定了橡胶溶剂抽出物测定的两种方法,方法 B 为快速抽提法,方法 A 为仲裁用试验方法。本标准适用于生胶(天然橡胶和合成橡胶)及其混炼胶和硫化橡胶。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5576 橡胶和胶乳 命名法(GB/T 5576—1997, idt ISO 1629:1987)

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及制备方法(GB/T 15340—1994, idt ISO 1795:1992)

GB/T 17783 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验(GB/T 17783—1999, idt ISO 4661-2:1987)

ISO 383:1976 实验室玻璃器皿 通用的圆锥形磨口接头

3 原理

3.1 方法 A

将称重后的单个橡胶试料置于索氏抽提装置,采用适当的溶剂抽提,然后经过蒸馏或蒸发除去溶剂,干燥,称量抽出物的质量。

3.2 方法 B

在沸腾的适宜溶剂中,对称重后多个试料进行抽提,然后在干燥箱内加热除去溶剂,冷却,分别称量每个试料的质量。

注:涉及完整描述方法 B 的文献超出了本标准的范围,使用者可以参照相关的资料。

4 使用溶剂的规定

4.1 橡胶推荐使用的溶剂见表 1。

表 1 推荐溶剂

橡胶种类	生胶和混炼胶用溶剂	硫化胶用溶剂
异戊橡胶(IR),天然橡胶(NR)	丙酮	丙酮
丁苯橡胶(SBR)	乙醇/甲苯共沸物(ETA)	乙醇/甲苯共沸物(ETA)
氯丁橡胶(CR)	异丙醇	甲醇
丁腈橡胶(NBR)	异丙醇	异丙醇
丁基橡胶(IIR)	丙酮	丙酮
注 1: 橡胶缩写参考 GB/T 5576。 注 2: 当用丙酮抽提时,部分丙酮会转化为高沸点的二丙酮醇。由于这种物质的存在,溶剂在干燥时难以蒸发,因此应采用不同的溶剂或方法 B 重复抽提。		

4.2 表 1 列出了各类橡胶的推荐溶剂,但在某些情况下也可用其他溶剂。例如:当抽出物是用于薄层色谱定性测定或抽提物不作定量测定时,乙醇更适用于 IR, NR 和 SBR 的硫化胶。

4.3 采用方法 A 和方法 B,不一定能获得相同的测定结果;同种方法采用不同的溶剂,也不一定能获得

得相同的测定结果。

由于平衡关系的建立,方法 B 获得的结果通常低于方法 A 获得的结果,尤其应用于质量大的试料测定时。

5 试剂

除非另有规定,使用的试剂均为分析纯试剂。

5.1 丙酮

5.2 乙醇/甲苯共沸物(ETA)

70 份的乙醇和 30 份的甲苯(体积比)混合在新煅烧的 CaO 中回流 4 h,收集蒸馏温度不超过 1℃ 的中间馏分,若使用的是无水乙醇,则无需 CaO 干燥。

5.3 异丙醇

5.4 甲醇

6 仪器

6.1 抽提装置

a) 1 型全玻璃抽提装置,包括一个回收瓶,一个外面有套的索氏抽提器和一个冷凝器,见图 1。

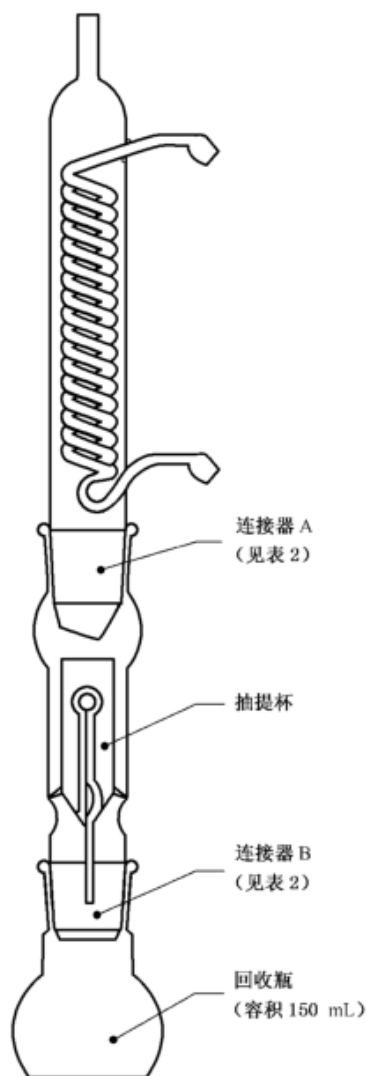


图 1 1 型全玻璃抽提装置

表 2 1 型全玻璃抽提装置中对玻璃仪器的要求

抽提杯容积/ mL	连接器 ^a		回收瓶容积/ mL
	A	B	
15~30	34/35	24/29	150
50~60	40/45	34/35	250

^a 见 ISO 383。

b) 2 型全玻璃抽提装置,包括一个 250 mL 回收瓶,一个冷凝器和一个由洁净金属丝悬挂着的抽提杯,见图 2。

c) 3 型全玻璃抽提装置,包括一个 250 mL 回收瓶,一个冷凝器和一个带有侧管的索氏抽提器,见图 3,典型的索氏抽提器的体积是 100 mL~200 mL,没有抽提杯。

注:这里描述了三种抽提装置,有相同功能的其他任何一种装置也可以使用。

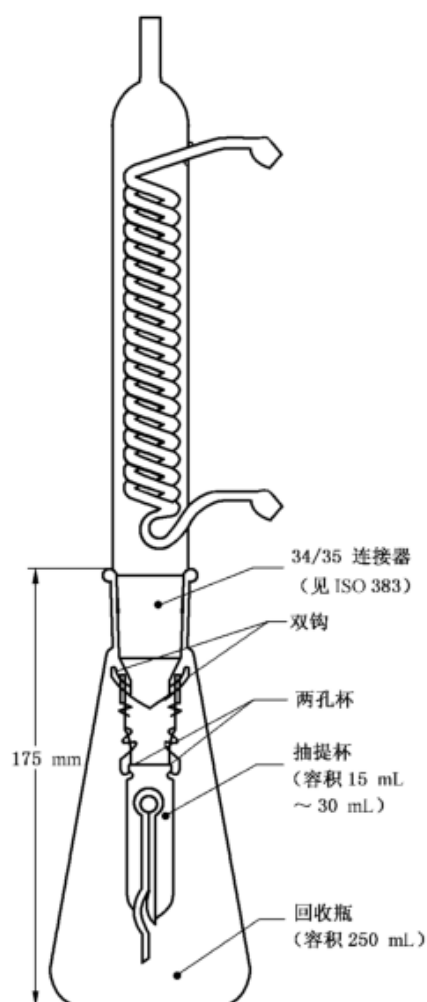


图 2 2 型全玻璃抽提装置

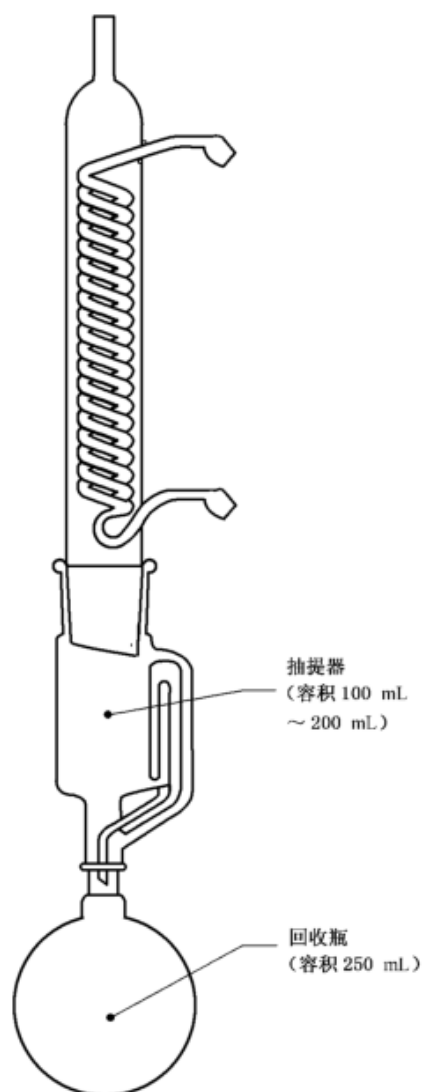


图 3 3 型全玻璃抽提装置

6.2 蒸馏头和冷凝器

蒸馏头和冷凝器(图 1~图 3 中未标出)应与抽提装置配套,用于蒸馏抽提后的溶剂。

6.3 烘箱

温度可控制在 $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 滤纸或尼龙滤布

在抽提前用与抽提相同的溶剂进行抽提处理。

6.5 筛子

孔径为 $150\ \mu\text{m}$ (100 目)。

6.6 加热装置

不见明火,可控温度。

7 制样

对于方法 A 和方法 B,生胶、混炼胶的取样按照 GB/T 15340 的规定,让其通过辊距不超过 0.5 mm 的冷辊。硫化橡胶的取样按照 GB/T 17783 的规定。

注:试样的制备可能会影响结果,这主要是由于试样的制备过程会影响橡胶在溶剂中溶胀能力和橡胶抽出物在溶剂中的溶解能力。

8 试验步骤

8.1 方法 A

8.1.1 按第 7 章规定,从制备的试样中平行取样,称取 3 g~5 g 的试料(m_0),精确至 0.1 mg。

8.1.2 选定的回收瓶(6.1)在 $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱(6.3)中干燥,取出回收瓶,在干燥器内冷却至室温,称重(m_1),精确至 0.1 mg。

8.1.3 将已称量好的试料用滤纸或尼龙滤布(6.4)卷成一个松散的卷,这样,试料不会落下,且试料的任何一个部分都不会与试料的其他部分相接触。如果试料是小块状,则用滤纸或尼龙滤布包成疏松的小袋。用干净的绳子扎紧试料袋,把试料袋放在合适的抽提装置内(见图 1~图 3),打开加热装置(6.6)和冷凝水,调节抽提速度,控制蒸馏出的溶剂从抽提杯中回流的次数为每小时 10~20 次,抽提 $16\text{ h} \pm 0.5\text{ h}$ 。

8.1.4 加热结束后,关闭加热装置,冷却仪器,关闭冷凝水,移走抽提装置或虹吸杯,若橡胶试料不做其他试验,可弃去。

8.1.5 移走回收瓶,在其上安装蒸馏头及冷凝器(6.2),将大量溶剂蒸馏至其他的回收瓶中,浓缩至原瓶中保留约 0.5 cm 高的溶剂。也可以用旋转式蒸发器来进行蒸馏。如果不需要进一步试验,馏出液可丢弃。

注意:也可将回收瓶打开,在加热装置上缓慢加热,挥发掉溶剂。但这只能在国家健康和安全条款准许而且有通风橱的条件下进行。

8.1.6 将回收瓶和剩余物在 $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱(6.3)中干燥 2 h,然后把回收瓶从烘箱中移出,在干燥器中冷却,称重(m_2),精确到 0.1 mg。

8.1.7 用相同的方法做一空白试验,使用与试料测试中相同的装置及等量的溶剂,但不加入试料,测试步骤与加试料的步骤相同,称重(m_3 增量),精确至 0.1 mg。

8.2 方法 B

8.2.1 按第 7 章规定,从制备的试样中平行取样,质量为 90 mg~110 mg,剪成可分辨的形状,称重(m_1),精确至 0.1 mg。

8.2.2 安装抽提装置(见图 1~图 3),但只连接冷凝器和回收瓶。索氏抽提器、抽提杯和虹吸杯都不需要,试料直接放在溶剂中。

另外,能够使溶剂和试料沸腾的器皿也可使用,如用玻璃表面皿覆盖的烧杯,或用另一个盛有冷水的烧杯覆盖在另一个烧杯上都可使用。溶剂的体积应保持不变,如有蒸发应用新的溶剂补充。

8.2.3 按每个试料加 25 mL 的溶剂计算,250 mL 的瓶中最多可加 6 个试料,150 mL 的瓶中可加 4 个试料,打开加热装置(6.6)和冷凝水,回流 60 min。

8.2.4 加热结束后,关闭加热装置,冷却抽提装置,关闭冷凝水,从冷凝器上移走回收瓶,将瓶中的内容物倒在一个干净的 150 μm 的筛子(6.5)中,收集抽提试料,按规定将溶剂弃去。

试料中粒径较小的橡胶在过滤中可能会损失。在这种情况下,应重新取样分析。

8.2.5 将经抽提的试料用吸收纸吸去多余的溶剂,然后在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱(6.3)中干燥 30 min 或干燥试料至 10 min 内质量变化小于 0.1 mg。

8.2.6 在干燥器中冷却试料约 10 min,称重(m_5),精确至 0.1 mg。

9 结果

9.1 方法 A

溶剂抽出物用质量分数表示,抽出物的质量分数(w_A)按式(1)进行计算:

$$w_A = \frac{m_2 - m_1 - m_3}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后回收瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后回收瓶和抽出物的总质量,单位为克(g);

m_3 ——空白样的质量增量,单位为克(g)。

9.2 方法 B

溶剂抽出物以质量分数表示,抽出物的质量分数(w_B)按式(2)进行计算:

$$w_B = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_4 ——抽提前试料的质量,单位为毫克(mg);

m_5 ——经抽提和干燥后试料的质量,单位为毫克(mg)。

9.3 试验结果

方法 A 或方法 B 的试验结果均采用平行试验测定结果的平均值。

9.4 允许差

当抽出物含量大于或等于 10% 时,两次平行测量结果的差的绝对值不大于 0.300%;当抽出物含量小于 10% 时,两次平行测量结果的差的绝对值不大于 0.250%。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 试料编号;
- b) 使用的国家标准编号;
- c) 确定橡胶的类别;
- d) 试样的制备方法;
- e) 选用方法 A 或方法 B;
- f) 试验用溶剂;
- g) 试验用抽提装置;
- h) 试验结果;
- i) 试验日期和人员。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

橡胶 溶剂抽出物的测定

GB/T 3516—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2007年2月第一版

*

书号:155066·1-28898

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68522006



GB/T 3516-2006