

ICS 83.060
G 35



中华人民共和国国家标准

GB/T 21463—2008/ISO 13773:1997

氯丁二烯橡胶胶乳碱度的测定

Rubber—Polychloroprene latex—Determination of alkalinity

(ISO 13773:1997, IDT)

2008-02-26 发布

2008-08-01 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

本标准等同采用 ISO 13773:1997《橡胶 氯丁二烯橡胶胶乳碱度的测定》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 13773:1997。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

——“本国际标准”一词改为“本标准”;

——删除国际标准的前言;

——引用的国际标准改为相应的国家标准;

——对公式进行编号。

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会合成橡胶分技术委员会(SAC/TC 35/SC 6)归口。

本标准起草单位:中国石油天然气股份有限公司兰州石化公司石油化工研究院、重庆长寿化工有限责任公司。

本标准主要起草人:翟月勤、张翠兰、宣敏峰、涂智明。

本标准首次发布。

氯丁二烯橡胶胶乳碱度的测定

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

本标准规定了用碱性乳化剂聚合而成的氯丁二烯橡胶胶乳碱度的测定方法。本标准不适用于用非离子乳化剂制备的氯丁二烯橡胶胶乳和浓缩天然胶乳,也不一定适用于除氯丁胶乳以外的其他合成胶乳。

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 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

SH/T 1149—2006 合成橡胶胶乳取样(ISO 123:2001,MOD)

SH/T 1150—1999 合成橡胶胶乳 pH 值的测定(eqv ISO 976:1996)

3 原理

用电位计以盐酸滴定胶乳试样至滴定曲线(pH 值范围 4~5)的第二个拐点。根据所需的盐酸量计算碱度。

一般试验中碱度用两部分表示。一部分为滴定至曲线上第一个拐点(pH 值范围 10~11)需要的酸量,用来测定游离碱量(碱储量)。另一部分为滴定至曲线上第二个拐点需要的酸量,用来测量在胶乳里皂化阴离子有机表面活性剂的量,通常称为“delta 滴定度”。

注:当用 pH 计控制滴定时,一般规定滴定曲线拐点处的 pH 值为 10.5 和 4.5。然而由于这些值不一定与真正拐点处的一致,因此得到的结果是近似的。

4 试剂

仅使用公认的分析纯试剂和不含二氧化碳的蒸馏水或同等纯度的水(GB/T 6682—1992 规定的三级水)。

4.1 稳定剂溶液:质量分数为 10%的烷基苯酚聚环氧乙烷缩合型的非离子稳定剂。

注:所提供稳定剂的确切类别并不重要,而在于它赋予胶乳的酸稳定性,且不干扰滴定。

4.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5 仪器

实验室常用设备及下列仪器:

5.1 自动电位滴定计:备有自动滴定管,容积可达 50 mL。

注:允许用 50 mL 的手动操作滴定管。在这种情况下,需要初步确定近似终点。

5.2 复合 pH 电极:内装玻璃电极,适用于 pH 值最大为 14.0 的溶液。

5.3 磁力或机械搅拌器:可调节转速的非金属搅拌棒或磁力棒,电机应接地,以避免干扰。

6 取样

按 SH/T 1149—2006 规定的方法之一进行取样。

注：未密封的碱性氯丁二烯橡胶胶乳样品会迅速地从空气中吸收二氧化碳。

7 分析步骤

按照仪器说明书或 SH/T 1150—1999 的规定校正电位滴定计。

称量约 35 g 的胶乳试样，精确至 0.01 g，放入一个 150 mL 的干净玻璃或塑料烧杯中，插入搅拌器(5.3)，开始搅拌。调节搅拌器的速度使液体表面形成小漩涡，用移液管缓慢加入 10 mL 稳定剂溶液(4.1)，插入电极(5.2)，开始滴定，最多可自动加入 50 mL 的盐酸(4.2)，盐酸加入体积和加入速度视 pH 变化而定。记录滴定曲线上第一个拐点和第二个拐点消耗盐酸的体积 V_1 和 V_2 (pH 值分别大约为 10.5 和 4.5) 及相应的 pH 值。

如果在加稳定剂时，有振动或凝结的迹象，则在加入前要用等体积的水稀释。

如果使用手动操作滴定管(见 5.1 中的注)，则要求做初步滴定，以得到近似的滴定终点。在随后的滴定时，在拐点区域内应缓慢加入盐酸。

如果测定过程中，有凝结物出现，则需要重新取样测定并加入 20 mL 的稳定剂溶液。

对一个胶乳进行重复性测定，如果两次重复测定碱度的计算值大于 0.02 mmol，则应再取 2 个胶乳试样进行测定。

8 结果表示

8.1 胶乳的碱储量(AR)，用每 100 g 胶乳所需盐酸的量(以 mmol 计)表示，按式(1)计算：

$$AR = \frac{cV_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c ——盐酸的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——至第一个终点所需的盐酸体积，单位为毫升(mL)；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

所得结果应保留至小数点后两位。

8.2 胶乳的 delta 滴定度(ΔT)，用每 100 g 胶乳所需盐酸的量(以 mmol 计)表示，按式(2)计算：

$$\Delta T = \frac{c(V_2 - V_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

V_2 ——第二个终点所需的盐酸体积，单位为毫升(mL)；

c 、 V_1 和 m 与 8.1 的叙述相同。

所得结果应保留至小数点后两位。

8.3 胶乳的碱量(A)，用每 100 g 胶乳所需盐酸的量(以 mmol 计)表示，按式(3)计算：

$$A = AR + \Delta T \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

AR、 ΔT 与 8.1、8.2 的叙述相同。

所得结果应表示至小数点后两位。

取两次重复试验结果的平均值为最终试验结果，表示至小数点后一位。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a) 本标准的引用标准；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 第一个和第二个拐点的 pH 值；
- d) 所用稳定剂溶液的量；
- e) 在试验过程中,观察到的任何异常现象；
- f) 本标准未包括的任何自选操作；
- g) 试验日期和地点。

附 录 A
(资料性附录)
试验方法的精密度

A.1 重复性

$\pm 0.02 \text{ mmol}$ 。

A.2 再现性

未确定。

附 录 B
(资料性附录)
滴定期间 pH 的变化实例

滴定期间 pH 的变化实例数据见表 B.1。

表 B.1 滴定期间 pH 的变化实例

体积(V)/ mL	体积增量(ΔV)/ mL	pH 值	pH 值改变 (ΔpH)	差值比 ($\Delta \text{pH}/\Delta V$)
0.00	0.00	12.603	0.000	0.000
1.71	1.71	12.511	0.092	0.054
2.57	0.86	12.458	0.053	0.062
3.00	0.43	12.429	0.029	0.067
3.86	0.86	12.369	0.060	0.070
4.86	1.00	12.293	0.076	0.076
5.86	1.00	12.208	0.085	0.085
6.86	1.00	12.108	0.100	0.100
7.86	1.00	11.988	0.120	0.120
8.83	0.97	11.842	0.146	0.151
9.54	0.71	11.703	0.139	0.196
10.09	0.55	11.564	0.139	0.253
10.53	0.44	11.421	0.143	0.325
10.86	0.33	11.286	0.135	0.409
11.14	0.28	11.148	0.138	0.493
11.37	0.23	11.018	0.130	0.565
11.58	0.21	10.891	0.127	0.605
11.79	0.21	10.766	0.125	0.595
12.02	0.23	10.634	0.132	0.574
12.27	0.25	10.507	0.127	0.508
12.58	0.31	10.372	0.135	0.435
12.95	0.37	10.236	0.136	0.368
13.40	0.45	10.099	0.137	0.304
13.97	0.57	9.960	0.139	0.244
14.69	0.72	9.819	0.141	0.196
15.59	0.90	9.681	0.138	0.153
16.59	1.00	9.558	0.123	0.123
17.59	1.00	9.456	0.102	0.102
18.59	1.00	9.368	0.088	0.088

表 B.1 (续)

体积(V)/ mL	体积增量(ΔV)/ mL	pH 值	pH 值改变 (ΔpH)	差值比 ($\Delta \text{pH}/\Delta V$)
19.59	1.00	9.290	0.078	0.078
20.59	1.00	9.217	0.073	0.073
21.59	1.00	9.150	0.067	0.067
22.59	1.00	9.087	0.063	0.063
23.59	1.00	9.023	0.064	0.064
24.59	1.00	8.961	0.062	0.062
25.59	1.00	8.899	0.062	0.062
26.56	1.00	8.836	0.063	0.063
27.59	1.00	8.770	0.066	0.066
28.29	0.70	8.702	0.068	0.097
29.59	1.30	8.630	0.072	0.055
30.59	1.00	8.556	0.074	0.074
31.59	1.00	8.473	0.083	0.083
32.59	1.00	8.381	0.092	0.092
33.59	1.00	8.281	0.100	0.100
34.59	1.00	8.166	0.113	0.113
35.59	1.00	8.035	0.133	0.133
36.49	0.90	7.899	0.136	0.151
37.29	0.80	7.758	0.141	0.176
37.94	0.65	7.626	0.132	0.203
38.55	0.61	7.492	0.134	0.220
39.10	0.55	7.351	0.141	0.256
39.57	0.47	7.219	0.132	0.281
40.01	0.44	7.073	0.146	0.332
40.41	0.40	6.956	0.117	0.293
40.96	0.55	6.775	0.181	0.329
41.37	0.41	6.626	0.149	0.363
41.78	0.41	6.469	0.157	0.383
42.20	0.42	6.303	0.166	0.395
42.62	0.42	6.130	0.173	0.412
43.05	0.43	5.934	0.196	0.456
43.48	0.43	5.700	0.234	0.544
43.91	0.43	5.402	0.298	0.693
44.35	0.44	4.987	0.415	0.943

表 B.1 (续)

体积(V)/ mL	体积增量(ΔV)/ mL	pH 值	pH 值改变 (ΔpH)	差值比 ($\Delta \text{pH}/\Delta V$)
44.79	0.44	4.504	0.483	1.098
45.24	0.45	4.076	0.428	0.951
45.69	0.45	3.739	0.337	0.749
46.15	0.46	3.454	0.285	0.620
46.61	0.46	3.216	0.238	0.517
47.08	0.47	3.017	0.199	0.423
47.55	0.47	2.860	0.157	0.334
48.03	0.48	2.735	0.125	0.260
48.75	0.72	2.591	0.144	0.200
49.68	0.93	2.450	0.141	0.152
50.00	0.32	2.411	0.039	0.122

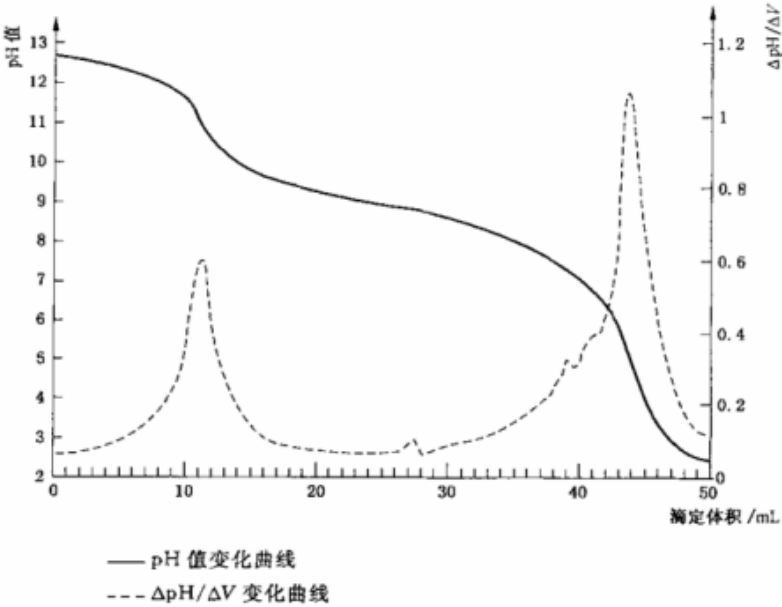


图 B.1 滴定及相关量的变化曲线