



中华人民共和国国家标准

GB/T 34247.1—2017

异丁烯-异戊二烯橡胶(IIR) 不饱和度的测定 第1部分:碘量法

Determination of the unsaturation of isobutene-isoprene
rubber—Part 1: Iodometry

2017-09-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

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1部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分由中国石油化工集团公司提出。

本部分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。

本部分起草单位：中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司、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：崔广洪、马海英、于洪洸、李晓银、蒋力维。

异丁烯-异戊二烯橡胶(IIR)

不饱和度的测定 第1部分:碘量法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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律法规规定的条件。

1 范围

GB/T 34247 的本部分规定了采用碘量法测定异丁烯-异戊二烯橡胶(IIR)[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。

注:本部分和 GB/T 34247 第2部分可能会得到不同的测定结果。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法

3 方法概要

在规定的条件下,将一定量的 IIR 样品溶于四氯化碳中,加入溴化碘溶液与其反应,未反应的溴化碘通过加入过量的碘化钾溶液与之反应生成碘。采用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定所生成的碘,同时做空白实验。计算碘值,通过经验公式换算为不饱和度。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

4.1 四氯化碳。

4.2 溴化碘的四氯化碳溶液:0.05 mol/L。称取约 5.1 g 溴化碘,精确至 1 mg,溶于 500 mL 四氯化碳。溶液置于棕色试剂瓶中,避光放置 3 周后使用。

4.3 碘化钾溶液:质量分数为 10%。称取约 50 g 碘化钾,精确至 0.01 g,溶于 450 mL 水中。使用时配制。

4.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液:0.05 mol/L。按 GB/T 601 的规定进行配制和标定。

4.5 淀粉指示液:5 g/L。称取约 0.5 g 淀粉,精确至 0.01 g,加入 5 mL 水使之成糊状;在搅拌下将糊状物加到 90 mL 沸水中,煮沸 3 min,冷却后稀释至 100 mL。得到的溶液应是澄清或乳白色,淀粉指示液存放时间为 2 周。如果溶液出现浑浊,需重新配制。

5 仪器和设备

- 5.1 分析天平:能够精确至 0.1 mg。
 5.2 碘量瓶:500 mL。
 5.3 滴定管:50 mL,分度值为 0.1 mL。
 5.4 移液管:15 mL。
 5.5 恒温水浴:温度可控制在 25 ℃±3 ℃。
 5.6 振荡器。

6 取样

按 GB/T 15340 的规定取样。

7 分析步骤

- 7.1 将样品切成 2.0 mm×1.5 mm 的小粒,称取约 0.5 g 试样,精确至 0.1 mg,放入 500 mL 碘量瓶(5.2)中,加入 50 mL 四氯化碳(4.1),盖上瓶塞,在振荡器上振荡 2 h~3 h 至完全溶解。
 7.2 用移液管(5.4)移取 15 mL 溴化碘的四氯化碳溶液(4.2)加入样品溶液中,摇匀,放入恒温水浴(5.5),避光放置 30 min±5 min。
 7.3 在样品溶液中加入 50 mL 碘化钾溶液(4.3)和 50 mL 蒸馏水,摇匀,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4)滴定。滴定时应不断摇动,当上层溶液呈淡黄色下层溶液呈浅粉色时,加入 2 mL 淀粉指示液(4.5),溶液呈蓝色,继续滴定至上层溶液蓝色消失。
 7.4 按同样步骤做空白试验。

8 结果计算

8.1 IIR 的碘值

IIR 的碘值以 g/100 g 计,按式(1)计算:

$$I = \frac{c \cdot (V_0 - V) \times 10^{-3} \times 126.9}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_0 ——滴定空白所需硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V ——滴定样品所需硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 126.9 ——碘的相对原子质量;
 m ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

8.2 IIR 的不饱和度

IIR 的不饱和度 U 以试样的摩尔分数计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$U = \frac{I \times M}{126.9 \times 3} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

I —— IIR 的碘值，单位为克每百克(g/100 g)；

M —— IIR 单体的分子量；

126.9 —— 碘的相对原子质量；

3 —— 1 mol 双键消耗的碘的摩尔数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，按照 GB/T 8170 进行数值修约，结果保留两位小数。

9 重复性

在同一个实验室，由同一操作员使用相同的仪器，按本部分规定的试验条件，对同一试样进行独立测定，两次重复测定结果的绝对差值应不大于 0.05%。

10 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 本部分的编号；
 - b) 关于样品的详细说明；
 - c) 试验结果；
 - d) 试验过程中观察到的任何异常现象；
 - 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。
-