



中华人民共和国国家标准

GB/T 37388—2019

溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR)

Solution-polymerized styrene butadiene rubber(SSBR)

2019-03-25 发布

2020-02-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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独山子石化分公司、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中国石化上海高桥石油化工有限公司、益凯新材料有限公司、中国石化集团资产管理有限公司巴陵石化分公司、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司、镇江奇美化工有限公司、赛轮金宇集团股份有限公司。

本标准主要起草人:韩艳、翟月勤、孙福权、宋兰英、赵慧晖、李洪波、韩明哲、吴国旭、华伦松、孙枫、姜少华、陶红辉、彭金瑞、李强、朱建军、邵卫国、时青云。

溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR)

1 范围

本标准规定了溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR) [简称“溶聚丁苯橡胶(SSBR)”]的分类与牌号、技术要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件及包装、运输与贮存。

本标准适用于以丁二烯、苯乙烯为聚合单体,以烷基锂为引发剂,通过阴离子聚合得到的轮胎用SSBR 2557S、SSBR 2564S 和非轮胎用SSBR 2003、SSBR 2000R。

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 528 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定

GB/T 1232.1 未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定 第1部分:门尼黏度的测定

GB/T 4498.1—2013 橡胶 灰分的测定 第1部分:马弗炉法

GB/T 8656—2018 乳液和溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR) 评价方法

GB/T 9869 橡胶胶料 硫化特性的测定 圆盘振荡硫化仪法

GB/T 15340—2008 天然、合成生胶取样及其制样方法

GB/T 16584 橡胶 用无转子硫化仪测定硫化特性

GB/T 19187 合成生橡胶抽样检查程序

GB/T 19188 天然生胶和合成生胶贮存指南

GB/T 24131.1—2018 生橡胶 挥发分含量的测定 第1部分:热辊法和烘箱法

GB/T 24131.2—2017 生橡胶 挥发分含量的测定 第2部分:带红外线干燥单元的自动分析仪加热失重法

GB/T 24797.1 橡胶包装用薄膜 第1部分:丁二烯橡胶(BR)和苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)

GB/T 28728—2012 溶液聚合苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR)微观结构的测定

SH/T 1718—2015 充油橡胶中油含量的测定

3 分类与牌号

3.1 分类

按用途分为轮胎用SSBR 与非轮胎用SSBR。

3.2 牌号

3.2.1 轮胎用 SSBR



部分字符说明:

字符组 2——取结合苯乙烯含量指标范围中值(取整数),结合苯乙烯含量中值为个位数时,个位数前加“0”。

字符组 3——取乙烯基含量指标范围中值(取整数),乙烯基含量中值为个位数时,个位数前加“0”。

字符组 4——NAP(环烷油)、TDAE(环保芳烃油)。

字符组 5——取门尼黏度的中值,门尼黏度中值小于或等于 40 为低门尼黏度(L);门尼黏度中值大于 40,小于 60 为中门尼黏度(M);门尼黏度值大于或等于 60 为高门尼黏度(H)。

示例:溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR)结合苯乙烯中值质量分数为25%,乙烯基中值质量分数为57%,填充油为NAP,牌号为SSBR2557S。

3.2.2 非轮胎用 SSBR



部分字符说明:

字符组 2——结合苯乙烯含量,在 0.0%~9.9%之间为 0,在 10.0%~19.9%之间为 1,在 20.0%~29.9%之间为 2,以此类推。

字符组 3—— 门尼黏度,不大于 50 为 0(低门尼黏度),门尼黏度大于 50 为 1(高门尼黏度)。

字符组 4——充油份数,非充油为 0,1.0~9.9%为 1,10.0~19.9%为 2,20.0%~29.9%为 3,以此类推。

字符组 5——嵌段小于 7%为 0,属于微嵌段橡胶;嵌段大于或等于 7%为 3,属于嵌段橡胶。

字符组 6——橡胶用途,橡胶制品为 R(其中制鞋为空白),塑料改性为 A。

示例：溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR)结合苯乙烯含量范围在20.0%~29.9%之间为2,门尼黏度不大于50为0,非充油为0,嵌段大于或等于7%为3,牌号为SSBR 2003。

4 技术要求

4.1 轮胎用 SSBR 要求

4.1.1 SSBR 2557S、SSBR 2564S 初级形态均为黄色块状固体,无异物。

4.1.2 SSBR 2557S、SSBR 2564S 技术指标应符合表1规定。

表1 SSBR 2557S、SSBR 2564S 技术指标

项 目	指标				
	SSBR 2557S		SSBR 2564S		
	I 型	Ⅱ 型	I 型	Ⅱ 型	
挥发分(质量分数)/%	≤	0.50	0.75	0.50	0.75
灰分(质量分数)/%	≤	0.20			
生胶门尼黏度,ML(1+4)100 ℃		50~58	48~60	46~54	44~56
油含量(质量分数)/%		24.3~29.3			
结合苯乙烯(质量分数)/%		23.0~27.0			
乙烯基(质量分数)/%		53.0~61.0		60.0~68.0	
300%定伸应力/MPa		8.0~16.0			
拉伸强度/MPa	≥	15.0			
拉断伸长率/%	≥	350			
硫化特性		由供方提供			

4.2 非轮胎用 SSBR 要求

4.2.1 SSBR 2003、SSBR 2000R 初级形态为无色或浅黄色的半透明固体,无异物。

4.2.2 SSBR 2003、SSBR 2000R 技术指标应符合表2规定。

表2 SSBR 2003、SSBR 2000R 技术指标

项 目	指标				
	SSBR 2003		SSBR 2000R		
	I 型	Ⅱ 型	I 型	Ⅱ 型	
挥发分(质量分数)/%	≤	0.75	1.30	0.75	1.00
灰分(质量分数)/%	≤	0.20			
生胶门尼黏度,ML(1+4)100 ℃		29~37	27~39	41~49	39~50
结合苯乙烯(质量分数)/%		23.5~26.5	22.5~27.5	23.5~26.5	22.5~27.5
嵌段苯乙烯(质量分数)/%		由供方提供			

5 试验方法

5.1 挥发分的测定

按 GB/T 24131.1—2018 中 6.3.2 烘箱法 B 或 5.3.2.2 热辊法 B2 测定,也可以按 24131.2—2017 测定,以烘箱法 B 为仲裁法。采用烘箱法 B 测定时,制备试片时将开炼机辊距调整至 $0.50\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$,辊筒表面温度不高于 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

注:使用不同方法测定,结果可能存在差异。

5.2 灰分的测定

按 GB/T 4498.1—2013 方法 A 中直接法测定。

5.3 生胶门尼黏度的测定

SSBR 2557S、SSBR 2564S 按 GB/T 15340—2008 中 8.3.2.2 过辊法制备试验样品,其中开炼机辊距调整至 $2.5\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ 。

SSBR 2003、SSBR 2000R 取 $250\text{ g} \pm 5\text{ g}$ 样品,在辊距为 $2.5\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$,辊温 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下过辊 3 次制备试验样品。

按 GB/T 1232.1 测定。

5.4 油含量的测定

按 SH/T 1718—2015 中 A 法测定。

5.5 结合苯乙烯含量和乙烯基含量的测定

按 GB/T 28728—2012 中核磁共振波谱法(绝对法)或本标准附录 A 测定,其中 GB/T 28728—2012 规定的核磁共振波谱法(绝对法)为仲裁法。

5.6 300%定伸应力、拉伸强度、拉断伸长率的测定

5.6.1 试验样品的混炼

使用 ASTM IRB No.8 炭黑或其他标准炭黑,采用 GB/T 8656—2018 中 A 系列配方,按 GB/T 8656—2018 中 B 法混炼胶料。

注:使用其他标准炭黑,物性测定结果可能达不到表 1 的技术指求。

5.6.2 测定

混炼胶料在 $145\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下硫化 35 min,采用 GB/T 528 规定的 1 型裁刀制备试样。

按 GB/T 528 测定。

5.7 硫化特性

从 5.6.1 制备的混炼胶中剪取试样,按 GB/T 8656—2018 中第 6 章的规定设置试验参数。

按 GB/T 16584 或 GB/T 9869 测定,试验时间 40 min。

5.8 嵌段苯乙烯含量

按附录 B 测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分为型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验

第4章中所列要求均为型式检验项目。在转产、长期停产后复产、工艺有重大变化或合同规定等情况下,应进行型式检验。在正常情况下每6个月至少进行一次检验。

6.1.2 出厂检验

SSBR 2557S、SSBR 2564S 出厂检验项目为外观及表1中挥发分、生胶门尼黏度、油含量、结合苯乙烯、乙烯基。

SSBR 2003S、SSBR 2000R 出厂检验项目为外观及表2中挥发分、生胶门尼黏度、结合苯乙烯。

6.2 组批规则和抽样方案

6.2.1 组批规则

产品以同一生产线上、相同原料、相同工艺生产的同一牌号进行组批;生产厂也可以按一定生产周期或储存料仓进行组批,每批不大于300 t。

6.2.2 抽样方案

可按照GB/T 19187确定抽样方案,也可以由供需双方确定抽样方案。出厂检验可在生产线上抽样,样品总量应不低于2.0 kg。

6.3 判定规则

产品以批为单位进行检验和验收,由质量检验部门用混合实验室样品测试,提出检测报告,依据第4章的要求对产品做出质量判定。若检验结果某项指标不符合本标准要求时,应取保留的实验室样品对不符合项进行复验。如复验结果仍不满足要求,应按6.2.2重新抽样进行检验,以检验结果作为该批产品质量判定依据。

7 标志和随行文件

7.1 标志

外包装上应有明显的标志。标志内容可包括:产品名称、牌号、生产厂名称、厂址、注册商标、批号(生产日期)、净含量等。

7.2 随行文件

产品出厂时,每批产品应附有产品质量证明书。证明书上应注明产品名称、牌号、批号、等级、执行标准等,并加盖质量检验专用章。

8 包装、运输与贮存

8.1 包装

内层包装薄膜应符合 GB/T 24797.1 的规定。

外层用纸塑复合袋或采用用户认可的其他形式包装。每袋净含量 25 kg、35 kg 或其他包装单元。

8.2 运输

在运输过程中,应防止日光直接照射和雨水浸泡,运输车辆应整洁,避免包装破损和杂物混入。

8.3 贮存

贮存时,应成行成垛整齐堆放,并保持一定行距,堆放高度不大于 10 包。贮存条件应符合 GB/T 19188 的要求,在 GB/T 19188 规定的贮存条件下,自生产之日起贮存期为 2 年。



附录 A

(规范性附录)

结合苯乙烯含量和乙烯基含量的测定

A.1 原理

将处理过的试样溶解在二硫化碳中,置于光程为 1 mm 的溴化钾盐池中,在 $1\,050\text{ cm}^{-1}\sim 600\text{ cm}^{-1}$ 光谱区域范围进行扫描,测定 699 cm^{-1} (结合苯乙烯), 730 cm^{-1} (1,4 顺式结构), 910 cm^{-1} (乙烯基), 968 cm^{-1} (1,4 反式结构) 处的吸光度,根据公式计算出乙烯基含量,根据朗伯-比耳定律用聚苯乙烯标准样品绘制的标准曲线,得出试样中结合苯乙烯含量。

A.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂。

A.2.1 二硫化碳。

A.2.2 三氯甲烷。

A.2.3 乙醇。

A.2.4 聚苯乙烯标准样品。

A.3 仪器

A.3.1 傅里叶红外(FTIR)分光光谱仪:扫描范围: $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$;分辨率至少为 2 cm^{-1} ;TGS 检测器(Deuterate Tri-Glycine-Sulfate)。

A.3.2 溴化钾液体池:光程为 1 mm。

A.3.3 真空烘箱:能将温度控制在 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4 分析天平:能精确至 0.1 mg。

A.4 试样制备

A.4.1 称量 $1\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 样品,放入 250 mL 锥形瓶内,加入 100 mL 三氯甲烷,盖上瓶塞,在振荡器上振荡,直至样品完全溶解。将样品缓缓倒入盛有 400 mL 乙醇的烧杯中,连续搅拌 15 min,直到溶液澄清,然后把样品从乙醇中取出,干燥。如果溶液出现乳白色,增加搅拌时间或增加乙醇量,直至溶液澄清。

A.4.2 将凝聚后的样品挤压平坦,放入温度为 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 真空烘箱内烘干 50 min,放入干燥器中冷却 10 min,称量,然后再放入真空烘箱中烘干 20 min,直至连续 2 次称量之差不超过 0.001 g。

A.4.3 从 A.4.2 中制备的样品中称量试样 $0.2\text{ g}\pm 0.02\text{ g}$ (精确至 0.1 mg) 于 50 mL 容量瓶内,加入约 30 mL 二硫化碳,放在振荡器上振荡,直至试样完全溶解;然后用二硫化碳稀释至刻度,摇匀。

A.5 分析步骤

A.5.1 结合苯乙烯含量标准曲线的绘制

在 5 个 50 mL 容量瓶中分别称取聚苯乙烯标准样品约 0.05 g、0.07 g、0.09 g、0.12 g、0.15 g，精确至 0.1 mg。在各容量瓶中分别加入约 30 mL 二硫化碳。放在振荡器上振荡，直到标准样品完全溶解；然后分别用二硫化碳稀释至刻度，摇匀。

以二硫化碳为参比，对上述溶液在 $1\ 050\text{ cm}^{-1} \sim 600\text{ cm}^{-1}$ 光谱范围进行扫描，在 $715\text{ cm}^{-1} \sim 680\text{ cm}^{-1}$ 区间画基线，分别测量结合苯乙烯最大峰高吸光度（约 699 cm^{-1} 处），以标准溶液中的聚苯乙烯质量为横坐标，其对应的最大峰高吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

A.5.2 背景扫描

将二硫化碳注满两侧装有溴化钾晶片的液体池并放入红外分光光度计样品室中，设置分辨率为 4 cm^{-1} ，在 $1\ 050\text{ cm}^{-1} \sim 600\text{ cm}^{-1}$ 范围内背景扫描 25 次。

A.5.3 样品扫描

将试样注满两侧装有溴化钾晶片的液体池并放入红外分光光度计样品室中，设置分辨率为 4 cm^{-1} ，在 $1\ 050\text{ cm}^{-1} \sim 600\text{ cm}^{-1}$ 范围内对样品扫描 25 次。

A.5.4 测定

A.5.4.1 结合苯乙烯结构吸光度的测定

结合苯乙烯的吸光度 A_s ：在 $715\text{ cm}^{-1} \sim 680\text{ cm}^{-1}$ 区间画基线，测量结合苯乙烯最大峰高吸光度 A_s （约 699 cm^{-1} 处）。

A.5.4.2 聚丁二烯三种同分异构体的吸光度的测定

乙烯基的吸光度 A_v ： 910 cm^{-1} 附近最高处的吸光度；1,4 反式结构的吸光度 A_T ：约 968 cm^{-1} 附近最高处吸光度；1,4 顺式结构的吸光度 A_C ：约 730 cm^{-1} 附近最高处的吸光度。

A.5.5 结果计算

A.5.5.1 乙烯基含量的计算

A.5.5.1.1 吸光度的校准值

吸光度 A_v, A_T, A_C 的校准值 $A_{vCRR}, A_{TCRR}, A_{CCRR}$ 分别按式(A.1)、式(A.2)、式(A.3)计算：

$$A_{vCRR} = A_v - \frac{A_s}{28.8} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

$$A_{TCRR} = A_T - \frac{A_s}{39.6} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

$$A_{CCRR} = A_C - \frac{A_s}{56.4} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

A_v —— 乙烯基结构吸光度；

A_s —— 结合苯乙烯结构吸光度；

A_T ——1,4 反式结构吸光度；

A_C ——1,4 顺式结构吸光度；

28.8 ——由聚苯乙烯标准样品测定得到,结合苯乙烯吸光度与乙烯基吸光度的比值；

39.6 ——由聚苯乙烯标准样品测定得到,结合苯乙烯吸光度与 1,4 反式吸光度的比值；

56.4 ——由聚苯乙烯标准样品测定得到,结合苯乙烯吸光度与 1,4 顺式吸光度的比值。

注：对于 SSBR,在乙烯基、顺式、反式结构的吸收峰处结合苯乙烯存在吸收,对乙烯基含量的计算结果有影响。在计算乙烯基含量时,对 A.5.3.2 测定的吸光度值 A_V, A_T, A_C 进行校准,即去结合苯乙烯在相关谱带存在的吸光度干扰。

A.5.5.1.2 不同微观结构浓度的计算

乙烯基质量浓度(ρ_1)、1,4 反式结构质量浓度(ρ_2)和 1,4 顺式结构质量浓度(ρ_3)以克每升(g/L)表示,按式(A.4)、式(A.5)、式(A.6)计算：

$$\rho_1 = 0.000\ 055\ 44 \times A_{TCRR} + 0.006\ 258 \times A_{VCRR} + 0.000\ 077\ 25 \times A_{CCRR} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

$$\rho_2 = 0.007\ 279 \times A_{TCRR} + 0.000\ 138\ 4 \times A_{VCRR} + 0.000\ 770\ 2 \times A_{CCRR} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

$$\rho_3 = 0.000\ 113\ 5 \times A_{TCRR} + 0.000\ 125 \times A_{VCRR} + 0.035\ 85 \times A_{CCRR} \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

A.5.5.1.3 乙烯基含量的计算

乙烯基含量 w_{vinyl} 以质量分数(%)表示,按式(A.7)计算：

$$w_{\text{vinyl}} = \frac{\rho_1}{\rho_1 + \rho_2 + \rho_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.7)$$

A.5.5.2 结合苯乙烯含量的计算

根据 A.5.3.1 测得的吸光度 A_s ,在标准曲线上得出试样中结合苯乙烯的质量(m_1),结合苯乙烯含量 w_{styrene} 以质量分数(%)表示,按式(A.8)计算：

$$w_{\text{styrene}} = \frac{0.93 \times m_1}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.8)$$

式中：

m_1 ——根据 A.5.3.1 测得的吸光度 A_s ,标准曲线上计算的结合苯乙烯的质量,单位为克(g)；

m_2 ——试样的质量(A.4.3 试样质量),单位为克(g)；

0.93 ——结合苯乙烯的校正系数,通过核磁分析已知成分的 SSBR 得到。

注：在 SSBR 共聚物中,结合苯乙烯吸收峰会受聚丁二烯结构的影响,所以要对结合苯乙烯结构吸光度进行校正。

A.6 精密度

在同一实验室内 6 名不同的操作人员对 SSBR 2557S 开展室内精密度试验,每人重复测定 5 次,按照 GB/T 6379.2—2004 进行结果的数理统计,得到的精密度结果参见表 A.1、表 A.2,仅供参考。

表 A.1 测定结合苯乙烯含量的室内精密度

结合苯乙烯含量(质量分数)/%	重复性限 r	相对重复性限(r)
25.16	1.00	3.97
各符号的定义如下： r ——重复性限，以质量分数计； (r)——相对重复性限，以平均值的(相对)百分数计。		

表 A.2 测定乙烯基含量的室内精密度

乙烯基含量(质量分数)/%	重复性限 r	相对重复性限(r)
57.38	0.80	1.40
各符号的定义如下： r ——重复性限，以质量分数计； (r)——相对重复性限，以平均值的(相对)百分数计。		



附 录 B
(规范性附录)
嵌段苯乙烯含量的测定

B.1 原理

本方法利用四氧化锇/过氧化物为氧化剂使溶聚丁苯橡胶中的丁二烯双键氧化断裂,加入甲醇,使嵌段苯乙烯链段以聚苯乙烯的形式沉淀,用紫外分光光度计法进行定量分析。

B.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂。

B.2.1 聚苯乙烯标准样品:分子量 500 000~700 000。

B.2.2 三氯甲烷。

B.2.3 甲醇。

B.2.4 低顺式聚丁二烯橡胶:在开炼机辊温 110 ℃~120 ℃条件下,压成厚度 0.5 mm 以下薄片状,作为无苯乙烯空白试样。

B.2.5 混合分解剂。

四氧化锇溶液:称取 1 g 四氧化锇(色谱纯),溶于叔丁醇,用叔丁醇稀释至 1 250 mL。

警示——四氧化锇是剧毒物品,操作应在通风橱中进行(注意事项详见化学品安全技术说明书)。

叔丁基过氧化氢溶液:称取 2 kg 叔丁基过氧化氢溶液(70%),约 1.330 kg 叔丁醇溶液制备混合溶液。

混合分解剂:取四氧化锇溶液约 1 000 mL,叔丁基过氧化氢溶液约 3 800 mL 制备混合溶液。

B.3 仪器和设备

B.3.1 紫外分光光度计:能在波长 265 nm~290 nm 扫描吸光度,配有厚度 1 cm 吸收池。

B.3.2 电子天平:能精确至 0.1 mg。

B.3.3 开炼机:应符合 GB/T 6038 的要求。

B.3.4 热水浴器:能加热到 95 ℃以上。

B.3.5 真空泵。

B.3.6 往复振荡器。

B.3.7 玻璃砂芯漏斗:60 mL,孔径:1.5 μm~2.5 μm。

B.3.8 玻璃纤维滤纸:直径 47 mm。

B.3.9 抽滤瓶:2.5 L,内径约 150 mm,高度约 210 mm,或同类产品。

B.3.10 石英比色皿:10 mm×10 mm。

B.3.11 锥形瓶:250 mL。

B.3.12 容量瓶:100 mL、50 mL。

B.4 分析步骤

B.4.1 校正因子的测定

B.4.1.1 在 2 个 100 mL 容量瓶中分别加入 0.075 g、0.15 g 聚苯乙烯标准样品(B.2.1),精确至 0.000 1 g。分别加入约 70 mL 三氯甲烷,置于振荡器上振荡,至标准样品完全溶解,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀,配制成两个低、中浓度聚苯乙烯标准溶液。

B.4.1.2 在 2 个 250 mL 锥形瓶中均加入 20 mL 三氯甲烷和 20 mL 混合分解剂(B.2.5),分别移入 10 mL 上述两个低、中浓度聚苯乙烯标准溶液(B.4.1.1),再分别加入 0.19 g 和 0.18 g 低顺式聚丁二烯橡胶。锥形瓶接球形冷凝管,在 95 ℃ 以上的热水浴中加热 35 min,如果有些地区水温达不到 95 ℃,沸腾即可,用水冷却。分别加入 150 mL 甲醇并充分混合,生成嵌段苯乙烯的沉淀物。

B.4.1.3 将已放置玻璃纤维滤纸的玻璃砂芯漏斗安装在抽滤瓶上,用三氯甲烷清洗再用甲醇充分清洗,抽真空状态下对嵌段苯乙烯沉淀物进行吸滤,再用甲醇充分清洗锥形瓶和玻璃砂芯漏斗。

B.4.1.4 将 50 mL 容量瓶放置在吸滤罩内,并安装好玻璃砂芯漏斗,慢慢加入约 40 mL 三氯甲烷溶解过滤器内滤纸上的嵌段苯乙烯沉淀物,取出吸滤罩内的容量瓶,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

B.4.1.5 以三氯甲烷作空白参比,在 265 nm~290 nm 波长进行吸光度校正,再在样品池中加入标准样品,在该波长范围进行吸光度扫描,取 269 nm 左右测得的吸光度最大值 A 。

B.4.2 测定

B.4.2.1 调节开炼机辊温至 110 ℃~120 ℃,将样品压成厚度 0.5 mm 以下的薄片状。

B.4.2.2 锥形瓶中加入 30 mL 三氯甲烷和 20 mL 混合分解剂(B.2.5),称入适量的试样(B.4.2.1),精确至 1 mg。根据溶聚丁苯橡胶试样中嵌段苯乙烯的含量称取适量试样。当嵌段苯乙烯含量小于 7%(质量分数)时,称取试样 $0.200\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$;当嵌段苯乙烯含量在 7%~16%(质量分数)时,称取试样 $0.075\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ 。锥形瓶接球形冷凝管,锥形瓶在 95 ℃ 以上的水浴中加热 35 min,用水冷却后,加入 150 mL 甲醇并充分混合,生成嵌段苯乙烯的沉淀物。

B.4.2.3 将已放入玻璃纤维滤纸的玻璃砂芯漏斗安装在抽滤瓶上,先用三氯甲烷清洗再用甲醇充分清洗,抽真空状态下对嵌段苯乙烯沉淀物进行吸滤,用甲醇充分清洗锥形瓶和玻璃砂芯漏斗。

B.4.2.4 将 50 mL 容量瓶放置于吸滤罩内,并安装好玻璃砂芯漏斗,慢慢加入约 40 mL 三氯甲烷溶解过滤器内滤纸上的嵌段苯乙烯沉淀物,取出吸滤罩内的容量瓶,用三氯甲烷稀释至刻度,摇匀。

B.4.2.5 以三氯甲烷作空白参比,在 265 nm~290 nm 波长进行吸光度校正,再在样品池中加入标准样品,在该波长范围进行吸光度扫描,取 269 nm 左右测得的吸光度最大值(A)。

B.4.3 结果计算

B.4.3.1 校正因子的计算

B.4.3.1.1 单点校正因子的计算

低、中浓度聚苯乙烯标准溶液的单点校正因子 f_i ,分别按式(B.1)计算:

$$f_i = \frac{m_i}{A_i} \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

m_i ——样品的质量(B.4.1.1 中称取的聚苯乙烯标准样品质量),单位为克(g);

A_i ——相对应的聚苯乙烯标准试样测得的吸光度。

B.4.3.1.2 校正因子的计算

校正因子 f 按式(B.2)计算:

$$f = \frac{f_1 + f_2}{2} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

f_1 —— 根据式(B.1)计算得的对应低浓度聚苯乙烯标准试样的校正因子;

f_2 —— 根据式(B.1)计算得的对应中浓度聚苯乙烯标准试样的校正因子。

B.4.3.2 嵌段苯乙烯含量计算

嵌段苯乙烯含量(w)以质量分数(%)表示,按式(B.3)计算:

$$w = \frac{f \times A}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

f —— 校正因子;

A —— 测得的吸光度;

m —— 试样的质量(B.4.2.2 中称取的试样质量),单位为克(g)。