



中华人民共和国国家标准

GB/T 8658—1998
idt ISO 2453:1991

乳液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶生胶 结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

Rubber, raw styrene-butadiene, emulsion-polymerized—Determination
of bound styrene content—Refractive index method

1998-07-13 发布

1999-02-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等同采用 ISO 2453:1991《乳液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶生胶 结合苯乙烯含量的测定 折光指数法》。

本标准与其前版的主要差异：

- 1 依照 ISO 2453:1991,将“丁苯橡胶”改称“苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)”。
- 2 对标准的适用范围作了修改。说明如果不能制得合适的样品,则不适用于充油 SBR。
- 3 样品干燥时的真空度要求由 13.3 kPa 改为 1 300 Pa。
- 4 规定了用两种模板制样的方法。
- 5 将标准玻璃块的校正温度由 20℃ 改为 25.0℃。
- 6 对方法的精密度作了更符合实际情况的规定及说明。

本标准代替 GB/T 8658—88。

本标准由中国石油化工总公司提出。

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归口。

本标准起草单位：兰州化学工业公司合成橡胶厂。

本标准起草人：王小为、袁 丽。

本标准于 1988 年 1 月首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准团体(ISO 成员团体)的世界性联合机构。制定国际标准的工作通常由 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会项目感兴趣的成员团体均有权参加该委员会。与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。在电工技术标准化的所有方面,ISO 与国际电工技术委员会(IEC)紧密合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,要发给成员团体进行投票。作为国际标准发布时,要求至少有 75%投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 2453 由 ISO/TC 45 橡胶与橡胶制品技术委员会制定。

本第二版是第一版经过技术修订的版本,它代替并废止第一版(ISO 2453:1975)。

本标准的附录 A 为提示的附录。

中华人民共和国国家标准

乳液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶生胶 结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

GB/T 8658—1998
idt ISO 2453:1991

Rubber, raw styrene-butadiene emulsion-polymerized—Determination of bound styrene content—Refractive index method 代替 GB/T 8658—88

警告:使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度,并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了一种测定乳液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)结合苯乙烯含量的方法。本方法是通过测定抽提后试样的折光指数,并依据折光指数和苯乙烯的质量百分数对照表确定结合苯乙烯的量。

如果能制得适合于折光指数测定的胶片,本方法也适用于经抽提过的乳液聚合型充油 SBR。本方法不适用于溶液聚合型 SBR。

2 测定的意义

结合苯乙烯含量的测定是为了确定橡胶中结合单体的组成。本测定常用作检验单体配料的准确性。因为结合苯乙烯含量影响物理性能,所以也用作控制产品的均一性。

3 原理

试样用乙醇-甲苯共沸液(ETA)抽提、干燥后,放入两块铝箔之间,压制成厚度不大于 0.5 mm 的试片,在 25℃下测定试片的折光指数,计算结合苯乙烯含量。

4 试剂

本标准使用分析纯试剂。

4.1 乙醇-甲苯共沸液(ETA)

将无水乙醇与甲苯按 7:3 体积比混合。也可以使用工业级乙醇与甲苯按 7:3 体积比混合,将该混合物与无水氧化钙一起加热煮沸回流 4 h,然后进行蒸馏,收集沸程不超过 1℃的共沸液馏分供试验用。

4.2 酸化 ETA

在部分 ETA(4.1)中加入 10 mL 浓盐酸[约 35%(m/m)],补加 ETA 使容积达 1 000 mL

注 1:酸化 ETA 用于明矾凝聚的聚合物。

4.3 α -溴代萘。

5 仪器

5.1 支架:由 13 mm×13 mm 的铝片或不锈钢片制成,每个角上带一根长约 38 mm 的镍铬引线。如采用盐酸酸化的 ETA 作抽提剂时,支架和引线应采用钽制作。

5.2 回流冷凝器。

5.3 阿贝(Abbe)折光仪:量值精确至小数第四位。为了测定固体的折光指数,可调其折射棱镜接近水平位置。为了消除色差,必须有一个阿米西(Amici)补偿棱镜,否则应采用钠蒸气灯作光源。

通过恒定室温或在仪器内通入恒温循环水,使折光仪温度保持在 $25^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 真空烘箱:压力可抽至 $1\,300\text{ Pa}^{1)}$,温度保持在 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 铝箔:厚度在 $0.025 \sim 0.08\text{ mm}$,具有良好的撕裂强度。

5.6 标准玻璃块:用于校正折光仪。该标准玻璃块应在 25°C 下使用。

5.7 液压机:能保持温度在 100°C ,作用于平板的总压力能达到 100 kN 。

5.8 压模(选件):规格为 $210\text{ mm} \times 210\text{ mm} \times 3\text{ mm}$,带有木制手柄。其中一块板中心刻有面积 $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ 、深不超过 0.65 mm 的凹槽。

5.9 剪刀:小而锋利。

5.10 光源:要求能发出一光束射至棱镜。如果使用白炽光源,例如白炽灯泡,则应使光强度减弱。也可使用钠灯作光源。对光源的要求是能够在折光仪的目镜里观察到具有对比明显、清晰的线条。

将薄皱纸放在光路中,使光线衰减或产生散射,可提高观测效果。

6 试样制备

6.1 将橡胶压制成厚度不大于 0.5 mm 的薄片,再切成宽约 13 mm 、长约 25 mm 的胶条。然后将该胶条固定在支架(5.1)的每根引线上,从而使胶条的各个侧面与溶剂充分接触。将带有胶条的支架放入盛有 60 mL ETA(4.1)、容积为 400 mL 的烧瓶中[对明矾凝聚的聚合物,需用酸化 ETA(4.2)和钽制作的支架]。装上回流冷凝器(5.2),在溶剂微沸条件下抽提 1 h ,弃去抽提液,再加入 60 mL ETA 或酸化 ETA,继续抽提 1 h ,从烧瓶中取出支架,放入压力约 $1\,300\text{ Pa}$ 、温度为 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的真空烘箱(5.4)中干燥胶条至质量恒定。试样的充分抽提和干燥十分重要,因为无论是残留的溶剂,还是未抽提完的物质,都将引起折光指数的测试误差。

注2:避免试样因过热而塑化。

6.2 待试样充分干燥后,将其从支架上取下。压片时可以根据橡胶的类型和现有的设备在多种适用的方法中选用一种合适的方法。在 100°C 下压片时,其压力和时间可以调整。试样可以在加压条件下冷却至室温,也可以从热的压力机中取出冷却。热压时间不能超过 10 min ,最好为 5 min 。

应选择压片的条件,以使制成的试片均匀,并在测定折光指数时,可在目镜内观察到亮区和暗区清晰的分界线。下述 6.2.1 和 6.2.2 条中提供了两种通用压片操作方法。

6.2.1 使用压模(5.8)的操作方法

将约 0.3 g 经抽提、干燥过的试样放在两片约 $50\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ 的铝箔之间,将各角折叠一次,置于压模间,再将其放入温度约 100°C 的液压机上。可以同时压制几个试片。闭合压板,但不施压,预热 1 min 。然后施加约 100 kN 的压力,加压 3 min 。卸压后,将试片从液压机中取出,使其冷却。

6.2.2 使用无凹槽的平板压制方法

如果使用无凹槽的两块平板压片时,按下述操作步骤,可以修改一些操作的细节以适应不同的样品:取一条干燥好的胶条,置于两块 $25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ 洁净的铝箔之间,在约 100°C 下,以 $2.2 \sim 6.6\text{ kN}$ 的压力对铝箔施压 $3 \sim 10\text{ min}$ (最好 $3 \sim 5\text{ min}$) 以压制成片。如果一次压制几个试片时,应按比例增加压力,以使施加在每个试片上的压力约在 $3.45 \sim 10.35\text{ MPa}$ 。有些聚合物所要求的压力较低,也有些聚合物可能需要在施压条件下用水冷却。

6.3 最终测量用试片的厚度不得超过 0.5 mm ,还可以更薄。对试片厚度的要求,取决于压制试片的技能和能否获得准确的折光指数值。

1) $10^3\text{ Pa} = 10^3\text{ N/m}^2 = 7.5\text{ mmHg}$ 。

6.4 用锋利的剪刀(5.9)将所制备的试样剪为两半并剥下一面的铝箔,用剪刀剪下一片宽约6 mm、长约12 mm的试样,其中宽度较窄的两端之一端应为新剪的。可以剥下第二面铝箔,但是往往为了便于处理试样,而把一面铝箔留在胶片上。

7 分析步骤

7.1 检查折光仪温度,让其稳定在25℃。

7.2 用一滴 α -溴代萘(4.3)作接触液,将标准玻璃块(5.6)紧紧压贴在棱镜上,校准折光仪。调整光源(5.10),使光线通过薄皱纸散射,可获得标准玻璃块的准确读数。转动手动调节器,直至分界线刚好到达十字线上(一般总是由亮区向暗区移动),至少重复读取三次测定值。调整仪器,读取标准玻璃块的折光指数。校正完后,用乙醇和镜头纸认真擦净棱镜。

7.3 将试样置于棱镜上原放置标准玻璃块的位置,让试样的剪切面朝向光源。将薄皱纸从光路移开,用手指将试样按压在棱镜上,停留1 min,以使温度平衡。如果仍有充足的光线集中在试样的一端时,也可将上面的棱镜轻轻地压合在试样上。但是只有在试样极薄时,才可以这样操作,否则会对棱镜或其固定件造成损坏。调整补偿棱镜,直至在亮区和暗区之间看到一条具有最低色彩的清晰的分界线为止。按压棱镜上的试样,检查试样和棱镜的接触情况,在进行此项检查时,分界线的位置不得产生变化。

7.4 至少读数三次。如果读数之差大于0.000 1时,需增加读数次数。

7.5 对具有新剪切面的另一半试样重复进行上述的测定,将得到的两组读数分别进行平均。如果两组读数平均值之差不大于0.000 2,即可采用两组平均值的均值,按第8章的公式进行计算;如果差值大于0.000 2,则应进行重复试验。如果采用非25℃测定条件,可按下列公式将测定值校正为25℃下的折光指数值:

$$n_{25} = n_{\theta} + 0.000\ 37(\theta - 25)$$

式中: n_{25} ——25℃下的折光指数;

n_{θ} ——测定温度(θ)下的折光指数;

θ ——测定温度,℃。

8 分析结果的表述

8.1 计算方法

按质量百分数表示的苯乙烯-丁二烯橡胶中结合苯乙烯含量 W_s ,应用表1或由下列公式校正到25℃下的折光指数求得:

$$W_s = 23.50 + 1\ 164(n_{25} - 1.534\ 56) - 3\ 497(n_{25} - 1.534\ 56)^2$$

所得结果应表示至一位小数。

8.2 精密度

8.2.1 重复性

当结合苯乙烯含量为20%~30%(m/m)时,95%的测定结果与平均值之差不得大于0.5%(m/m)。

8.2.2 再现性

50℃聚合SBR的再现性与重复性处于同一数量级。对于5℃聚合SBR的再现性尚未确切掌握,但是一般认为当所测聚合物的苯乙烯含量范围在20%~30%(m/m)时,再现性在上述重复性的范围之内。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

a) 本标准的编号;

b) 关于样品的详细说明;

- c) 试验结果和表述方法；
- d) 在试验过程中观察到的任何异常现象；
- e) 本标准或引用标准中未包括的任何自选操作。

附 录 A

(提示的附录)

与测定苯乙烯-丁二烯橡胶中苯乙烯含量有关的其他国际标准

- ISO 3136:1983 丁苯胶乳—结合苯乙烯含量的测定
 - ISO 4655:1985 橡胶—补强 SBR 胶乳—总结合苯乙烯含量的测定
 - ISO 5478:1990 橡胶—苯乙烯含量的测定—硝化法
 - ISO 6235:1982 橡胶生胶—嵌段聚合苯乙烯含量的测定—臭氧分解法
-

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

乳液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶生胶
结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

GB/T 8658—1998

*

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

无锡富瓷快速印务有限公司印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 11 千字

1999年3月第一版 1999年3月第一次印刷

印数 1—800

*

书号: 155066·1-15565 定价 6.00 元

*

标 目 365—50