



中华人民共和国国家标准

GB/T 15906—2017
代替 GB/T 15906—1995

橡胶中异丁烯-异戊二烯橡胶或聚异丁烯 含量的测定

Determination of isobutylene-isoprene rubber or polyisobutylene
content in rubber

2017-07-12 发布

2018-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶中异丁烯-异戊二烯橡胶或聚异丁烯
含量的测定

GB/T 15906—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年7月第一版

*

书号: 155066 • 1-57023

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15906—1995《橡胶中丁基橡胶或聚异丁烯含量的测定》。与 GB/T 15906—1995 相比,主要技术变化如下:

- 修改了标准名称;
- 修改了叔丁基过氧化氢纯度(见 4.8,1995 年版 3.8);
- 修改布氏漏斗为 G4 砂芯漏斗(见 5.5 和 5.6,1995 年版 4.4 和 4.5);
- 修改了加入的叔丁基过氧化氢的量(见 7.4,1995 年版 6.4);
- 修改了烧杯规格(见 7.6,1995 年版 6.6);
- 修改了试验误差的表述(见第 9 章,1995 年版第 8 章)。

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(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位:中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、赛轮金宇集团股份有限公司、八亿橡胶有限责任公司、山东玲珑轮胎股份有限公司、北京橡胶工业研究设计院、北京市理化分析测试中心。

本标准主要起草人:王春龙、赵慧晖、李小雯、侯晓倩、焦清伟、栾德文、杨志峰、丁晓英、范筱京、邵鹏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15906—1995。

橡胶中异丁烯-异戊二烯橡胶或聚异丁烯含量的测定

警示——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

本标准规定了测定橡胶中异丁烯-异戊二烯橡胶或聚异丁烯含量的方法。

本标准适用于含下列 R 类橡胶、乙烯-丙烯-二烯烃三元共聚物(EPDM)的橡胶或橡胶制品中异丁烯-异戊二烯橡胶(简称“丁基橡胶”)或聚异丁烯含量的测定。R 类橡胶包括:丁二烯橡胶(BR)、氯丁二烯橡胶(CR)、聚异戊二烯橡胶(IR)、天然橡胶(NR)、丙烯腈-丁二烯橡胶(NBR)和苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)。含其他聚合物的产品包括氯化丁基橡胶(CIIR)和溴化丁基橡胶(BIIR),做已知组成的对照试验后可参照使用。

本标准不适用于同时含有丁基橡胶和聚异丁烯复合橡胶中单一组分含量的测定。

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 3516—2006 橡胶 溶剂抽出物的测定

3 方法概要

用硝酸消化含不饱和碳链的橡胶(包括丁基橡胶中的二烯组分),未被消化的聚异丁烯组分用叔丁基过氧化氢、三氯甲烷-石油醚混合溶剂加热溶解,过滤除去填料,用无水乙醇沉淀聚异丁烯,然后干燥,称量。

4 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 硝酸。
- 4.2 二甲苯。
- 4.3 三氯甲烷。
- 4.4 无水乙醇。
- 4.5 丙酮。
- 4.6 石油醚(沸点范围:30℃~60℃)。
- 4.7 三氯甲烷-石油醚混合溶剂(1+1,体积比)。
- 4.8 叔丁基过氧化氢:纯度不小于 70%。

注:叔丁基过氧化氢在 75℃ 以下稳定,常温下可保存数月。

警示:高温极易爆炸。

4.9 硅藻土。

4.10 玻璃纤维布。

4.11 沸石:高温(300℃~600℃)煅烧,洗涤,干燥。

5 仪器设备

5.1 加热装置

能控制温度约为 140℃的加热板、蒸汽浴或砂浴。

5.2 抽提装置

符合 GB/T 3516—2006 中 1 型全玻璃抽提装置要求,配有 250 mL 的磨口回收瓶。

5.3 抽滤装置

带 500 mL 抽滤瓶。

5.4 天平

精确至 0.1 mg。

5.5 G4 砂芯漏斗 A(容量为 40 mL)

在约 10 mL 丙酮(4.5)中加入约 1 g 硅藻土(4.9),搅拌使硅藻土悬浮液于丙酮中,将丙酮悬浮液边搅拌边缓慢地倒入衬有玻璃纤维布(4.10)的 G4 砂芯漏斗中,同时用抽滤装置除去丙酮。放置 2 h 后使用。

5.6 G4 砂芯漏斗 B(容量为 40 mL)

在约 10 mL 丙酮(4.5)中加入约 1 g 硅藻土(4.9),搅拌使硅藻土悬浮液于丙酮中,将丙酮悬浮液边搅拌边缓慢地倒入衬有玻璃纤维布(4.10)的 G4 砂芯漏斗中,同时用抽滤装置除去丙酮,再用约 50 mL 三氯甲烷-石油醚混合溶剂(4.7)洗涤,用抽滤装置除去混合溶剂。放置 2 h 后使用。

如果使用相同性质的其他材料制备漏斗,应对已知组分的样品进行对比试验。

注:漏斗的制备是试验成功的重要环节。

6 样品

取约 15 g 样品,剪成约 1 mm³ 粒状,在 105℃±2℃烘箱中干燥 2 h,然后将试样放入干燥器中冷却至室温。

7 试验步骤

7.1 称取三个试样(质量记为 m),精确至 0.1 mg,使试样中的聚异丁烯含量在 0.05 g~0.20 g 之间,试样量不应多于 5 g。对含量未知的样品,先称取约 1 g 试样试验,如果聚异丁烯含量少于 0.05 g 或多于 0.20 g,则需要重新调整试样量。

7.2 将称取的试样置于 250 mL 的烧杯中并放入通风橱内,加入 10 mL 硝酸(4.1),使试样在室温下反应,直至泡沫消退为止。如果反应缓慢,则将盛有试样的烧杯放在 140℃的加热装置(5.1)上加热,直至产生气体为止,立即将烧杯从加热装置上移开。如果烧杯里的试样在加热 5 min 后还没有反应,也需将

烧杯从加热装置上移开。反应停止后,冷却至室温,再加入 50 mL 硝酸(4.1)和 10 mL 二甲苯(4.2),将烧杯置于 140 ℃ 的加热装置(5.1)上,盖上表面皿消化 30 min,取下表面皿,至少再消化试样 30 min 至二甲苯完全气化。

7.3 在通风橱中,向盛有消化产物的烧杯(7.2)内加入硅藻土(4.9)约 1 g,搅拌均匀,用 G4 砂芯漏斗 A(5.5)趁热采用中速或低速抽滤,滤液至装有 100 mL 水的 500 mL 抽滤瓶(5.3)中。室温下每次用 20 mL 硝酸(4.1)洗涤烧杯和漏斗 A(5.5)两次,再用热水(水温为 50 ℃~60 ℃,体积约 100 mL)充分洗涤烧杯和漏斗 A(5.5),直至滤液无色为止。弃去滤液,用水冲洗抽滤瓶(5.3),重新连接抽滤装置(5.3),再用 50 mL 无水乙醇(4.4)洗涤漏斗 A(5.5),连续抽空,干燥。

警示:硝酸与无水乙醇反应剧烈,应注意安全,避免危险。

7.4 使用勺子或刮铲将 7.3 漏斗 A(5.5)中内容物小心转移至干燥的 250 mL 回收瓶(5.2)中,用三氯甲烷(4.3)润湿的滤纸擦净漏斗 A(5.5),然后将滤纸放入回收瓶(5.2)中。用 200 mL 三氯甲烷-石油醚混合溶剂(4.7)冲洗漏斗 A(5.5)至回收瓶(5.2)中,加入 6 块~10 块沸石(4.11),再加入 6 mL~8 mL 叔丁基过氧化氢(4.8),连接好抽提装置(5.2),并回流 4 h 以上。在回流过程中,用三氯甲烷-石油醚混合溶剂(4.7)补充蒸发掉的溶剂。

7.5 用 G4 砂芯漏斗 B(5.6)趁热过滤抽提液至 500 mL 洁净、干燥的抽滤瓶(5.3)中,采用中速或慢速抽滤(太强的抽滤可能导致炭黑穿透滤纸,需要二次过滤)。用温热的三氯甲烷-石油醚混合溶剂(4.7)洗涤回收瓶(5.2)5 次,每次 20 mL,洗涤液倒入漏斗 B(5.6)并抽滤到抽滤瓶(5.3)中,确保回收瓶(5.2)和漏斗 B(5.6)洗涤干净。

7.6 将抽滤瓶(5.3)中的滤液转移至洁净干燥的 500 mL 的烧杯中,加入两粒已恒重的沸石(4.11)(质量记为 m_1 ,精确至 0.1 mg)。用三氯甲烷-石油醚混合溶剂(4.7)约 30 mL 洗涤抽滤瓶(5.3)3 次,每次 10 mL,将洗涤液加到烧杯中煮沸蒸发至 20 mL 左右。将烧杯中的溶液连同沸石转移至 50 mL 已恒重的锥形瓶(质量记为 m_2 ,精确至 0.1 mg)中,用三氯甲烷-石油醚混合溶剂(4.7)洗涤烧杯,洗涤液也加入到锥形瓶中。将锥形瓶在加热装置(5.1)上加热,小心蒸发锥形瓶中溶液至 1 mL~3 mL,切忌蒸干。

7.7 将锥形瓶冷却至室温,加入 25 mL 无水乙醇(4.4),如果没有沉淀或浑浊现象,表明没有聚异丁烯存在,分析终止。如果有沉淀或浑浊现象,则将锥形瓶放在 140 ℃ 左右的加热装置(5.1)上加热,保持锥形瓶中的溶液煮沸约 15 min,直至溶液全部澄清,固体物质黏附于锥形瓶中。如果依然浑浊,则将溶液浓缩至 2 mL~3 mL,冷却至室温后加入 25 mL 丙酮(4.5),轻轻摇动锥形瓶后静置至澄清,再缓慢倾析出丙酮。盛有固体物质的锥形瓶在 105 ℃±2 ℃ 干燥箱中干燥 2 h,取出放入干燥器中,冷却至室温后称量(质量记为 m_3 ,精确至 0.1 mg)。

8 结果计算

聚异丁烯含量 w 用质量分数表示,按式(1)进行计算:

$$w = \frac{m_3 - m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_3 ——锥形瓶、沸石和沉淀的聚异丁烯质量,单位为克(g);

m_1 ——沸石质量,单位为克(g);

m_2 ——锥形瓶质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

丁基橡胶含量应为聚异丁烯含量的 1.03 倍。

结果取 3 个测定结果的平均值,计算结果表示至小数点后两位。

9 试验误差

本方法的标准偏差约为 1.00%，所得的结果一般不低于实际的丁基橡胶含量 4.00%（即所得到的结果一般在实际丁基橡胶含量的 96.00%~100.00%之间）。此误差范围适用于含有常用配比的丁基橡胶及聚异丁烯的各种试样。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
 - b) 关于样品的详细说明；
 - c) 试验过程中观察到的任何异常现象；
 - d) 本标准未包括的任何自选操作；
 - e) 试验结果及表述方法；
 - f) 试验日期。
-

