



## 中华人民共和国国家标准

GB/T 7766—2008

代替 GB/T 13644—1992,

GB/T 13645—1992, GB/T 14836—1993, GB/T 18174—2000, GB/T 7766—2000, GB/T 9875—2001

## 橡胶制品 化学分析方法

Rubber products—Test methods for chemical analysis

GB/T 7766—2008

GB/T 7766—2008

## B.5.2.2 丁苯橡胶的证实试验

称取 1 g~2 g 剪细的试样,置于带回流冷凝管的磨口三角瓶中,加入 20 mL 硝酸,煮沸,并回流 1 h。加 100 mL 水。然后将溶液全部转移到分液漏斗中,分别用 50 mL、25 mL、25 mL 乙醚萃取三次,合并乙醚萃取液,用 15 mL 水洗涤两次,弃去水洗涤液,醚层用氢氧化钠溶液(B.2.11)萃取三次,每次用 15 mL,然后用 20 mL 水洗涤一次,弃去醚层。合并碱萃取液和水洗涤液,用盐酸(B.2.2)中和并过量 20 mL。在水浴上加热,加入 5 g 锌粒,以还原反应所产生的硝基苯甲酸。待锌粒完全溶解后,用氢氧化钠溶液(B.2.13)中和,并过量至生成的沉淀刚刚溶解为止。用 15 mL 乙醚萃取两次,弃去醚层。用盐酸(B.2.2)酸化水溶液至弱酸性,冷却至室温,加 2 mL 亚硝酸钠溶液,将该重氮化的溶液倒入到饱和的  $\beta$ -萘酚的氢氧化钠溶液中,如果溶液出现红色,并且加入过量的氢氧化钠溶液(B.2.13)后,溶液颜色加深,则表示有丁苯橡胶存在。

注意:试验应在通风橱中进行。

## B.5.2.3 丁腈橡胶的证实试验

称取 0.5 g~1 g 剪细的试样,置于热解装置(B.3.1)的试管中,连上玻璃导管,用酒精灯加热至试样分解,当玻璃导管口开始出现蒸气时,将其末端浸没在盛有约 3 mL 甲醇的接收器(B.3.2)的液面下,待试样完全分解后,取下接受器,停止加热(注意:如先停止加热,然后取下接受器,接受器中溶液可能会倒流!)。将接受器中的溶液转移到另一只试管(B.3.3)中,然后加一滴氢氧化钠溶液(B.2.13),再加 1 mL 硫酸亚铁溶液,在水浴上加热片刻,用盐酸溶液(B.2.16)酸化至弱酸性,如有绿色沉淀生成,表示有丁腈橡胶存在。

## B.5.2.4 丁基橡胶的证实试验

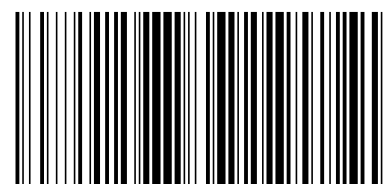
B.5.2.4.1 丁基橡胶干馏时产生一种难于冷凝的白色蒸气和一种浅黄色油。

B.5.2.4.2 称取 1 g~2 g 剪细的试样,置于丁基橡胶证实试验装置(B.3.4)的试管 1 中,将 0.5 g 乙酸汞和 10 mL~15 mL 甲醇加入试管 3 中,按图 B.2 连接,并用冰块冷却试管 2,然后剧烈加热试管 1,使试样全部分解,逸出的分解产物被试管 3 中溶液吸收,当试样完全分解后,取下试管 3,停止加热试管 1(注意:如先停止加热,然后取下试管 3,试管 3 中溶液可能会倒流!)。弃去试管 2 中收集的液体,将试管 3 在水浴上加热蒸发,除去甲醇,注意在快蒸干时不能过热。往残留物中加入 25 mL 石油醚,并加热煮沸,过滤出不溶物,将滤液浓缩,用冰冷却,摩擦容器壁以促使结晶。将此汞衍生物在 30 °C~40 °C 时干燥,测定其熔点(约 55 °C)。若将此汞衍生物与用丁基橡胶以相同方法制得的汞衍生物作混熔试验,结果将会更准确。此化合物是由丁基橡胶干馏生成的异丁烯转化而成的甲氧基异丁基乙酸汞[ $\text{CH}_3\text{OC}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{HgOCOCCH}_3$ ]。

## B.5.2.5 氯丁橡胶的证实试验

用洁净的铜丝蘸上试样燃烧,有持续的绿色火焰表明有氯存在。

取 0.2 g 试样与 2 mL 碘的四氯化碳溶液一起振荡,如果在 2 min~3 min 中内紫色明显褪去,表示是氯丁橡胶。



GB/T 7766—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-33123

定价: 40.00 元

2008-06-18 发布

2009-02-01 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

面下,等热解产物明显进入溶液Ⅱ出现液珠后,不管溶液颜色是否发生变化,都将玻璃导管移到另一支盛有约 1.5 mL 溶液Ⅰ的接收器(B.3.2)中,玻璃导管末端应浸没在液面下,继续加热至试样完全分解。取下接收器,停止加热(注意:如先停止加热,然后取下接受器,接受器中溶液可能会倒流!),冷却接收器并摇匀,观察溶液Ⅰ和溶液Ⅱ的颜色变化及热解产物的液珠在溶液中的沉浮情况。再将溶液Ⅰ转移到一支试管(B.3.3)中并加入 5 mL 甲醇,在 100 ℃的水浴上加热 3 min,观察颜色变化,记录所有观察到的现象。并根据表 B.2 对材料进行分类。

表 B.2 热解产物溶液显色试验

橡胶聚合物	溶液Ⅰ		溶液Ⅱ
	初始颜色	加热后颜色	颜色
空白	浅黄色	浅黄色	绿色
NR 或 IR	棕色	蓝紫色	绿色
SBR	黄绿色	绿色	绿色
NBR	红色	深红色	绿色
IIR	黄色(液珠漂浮)	浅蓝色	绿色
CR	黄色	浅绿色	红色

### B.5.1.3 纸上斑点试验

可以从 B.5.1.3.1 或 B.5.1.3.2 中任选一种方法进行试验。

**B.5.1.3.1** 称取 1 g~2 g 剪细的试样,置于热解装置(B.3.1)的试管中,连上玻璃导管,然后剧烈加热试验管,当玻璃导管口开始出现蒸气时,把分别在相应的试液中润湿的 CR-NBR 斑点试验试纸、IIR 斑点试验试纸和 SBR-NR-IR 斑点试验试纸,依次放在玻璃导管口,观察并记录试纸的变色情况,然后根据表 B.3 进行鉴别。

**B.5.1.3.2** 把 CR-NBR 斑点试验试纸、IIR 斑点试验试纸和 SBR-NR-IR 斑点试验试纸分别在相应的试液中润湿,然后按顺序平行地排在离压在样品上的加热器件表面 5 mm 以上的位置上,观察并记录试纸的变色情况,然后根据表 B.3 进行鉴别。

加热器件可以是电加热刀或电烙铁、熨斗或用火焰加热的锉刀,它的热量足以能够生成热解产物的浓烟,但是却不足以点燃橡胶,由于浓烟能迅速散发,试验应在 4 s~6 s 内完成。应仔细观察试纸对着烟的那一面颜色的变化。注意不得烤焦试纸和浸渍物质。

表 B.3 纸上斑点试验

橡胶聚合物	CR-NBR 试验	IIR 试验	SBR-NR-IR 试验
NR 或 IR	无特征颜色	棕色	蓝色
SBR	无特征颜色	棕色	蓝绿色
NBR	绿色	浅棕色	黄绿色
IIR	无特征颜色	黄色	浅紫色
CR	紫红色	无特征颜色	绿色

### B.5.2 证实试验

用下面的证实试验来证实通过初步试验所获得的橡胶定性结果。

#### B.5.2.1 天然橡胶或异戊橡胶的证实试验

取几毫克试样置于蒸发皿中,加少许三氯甲烷使其溶胀,加几滴溴,停放 2 min,加 1 g 苯酚,在水浴上加热除去三氯甲烷,若出现蓝至红紫色,则表示是天然橡胶或异戊橡胶。

注:试样中含有大量铁盐时,会出现深褐色,干扰观察,可以加少量水,如试样是天然橡胶或异戊橡胶,紫色产物不溶于水而被分离。

中华人民共和国  
国家标准  
橡胶制品 化学分析方法  
GB/T 7766—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 4 字数 117 千字  
2008 年 10 月第一版 2008 年 10 月第一次印刷

\*

书号:155066·1-33123 定价 40.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

**B.3.3 试管:**16 mm×160 mm。

**B.3.4 丁基橡胶证实试验装置:**如图 B.2 所示,试管 1 规格为 16 mm×160 mm;试管 2 为具支试管,其规格为 16 mm×160 mm;试管 3 规格为 20 mm×200 mm;烧杯为高型烧杯,其规格为 250 mL。

**B.4 样品**

**B.4.1 采样和制样**

**B.4.1.1 生胶:**按 GB/T 15340 采样和制样。

**B.4.1.2 混炼胶:**按 GB/T 17783 规定的硫化橡胶的采样和制样方法采样和制样。

**B.4.1.3 硫化橡胶:**按 GB/T 17783 采样和制样。

**B.4.2 样品处理**

**B.4.2.1 生胶和混炼胶:**采用 GB/T 3516 规定的方法,用丙酮抽提,如试样发生溶解现象或抽提效果不好,可依次改用乙醇-甲苯混合溶剂、异丙醇抽提,抽提时间依抽提时所使用的抽提器种类而定,如使用索氏抽提器,抽提时间为 4 h~8 h,如使用快速抽提器,抽提时间为 2 h~4 h。抽提后的试样加热干燥后备用。

**B.4.2.2 硫化橡胶:**采用 GB/T 3516 规定的方法,用丙酮-三氯甲烷抽提,如试样抽提效果不好,可依次改用甲醇、异丙醇抽提,抽提时间依抽提时所使用的抽提器种类而定,如使用索氏抽提器,抽提时间为 4 h~8 h,如使用快速抽提器,抽提时间为 2 h~4 h。抽提后的试样加热干燥后备用。

注:以下所提到的试样均指经过处理的试样。

**B.5 分析步骤**

对于一个样品,在未鉴定之前,应首先了解其来源和用途,观察其外观,以便对其胶种进行预测,从而简化试验步骤。

**B.5.1 初步试验**

**B.5.1.1 燃烧特征试验**

取一条试样,在酒精灯上点燃,观察试样在火焰上或离开火焰后的燃烧特征,然后吹熄闻其气味;另用洁净的铜丝蘸上试样燃烧,记录观察到的现象,对照表 B.1 进行鉴别。

**表 B.1 燃烧特征试验**

橡胶聚合物	燃 烧 特 征			
	燃烧性	自熄性	火焰特征	残渣特征
NR 或 IR	易	无	橙黄色火焰,喷射火花或火星,冒浓黑烟	软化滴滴,气泡、残渣无粘性
SBR	易	无	橙黄色火焰,喷射火花或火星,冒浓黑烟	略膨胀,残渣带节,残渣无粘性
NBR	易	无	橙黄色火焰,喷射火花或火星,冒浓黑烟	略膨胀,残渣带节,残渣无粘性
IIR	易	无	橙黄色火焰,喷射火花或火星,冒浓黑烟	软化滴滴,气泡
CR	难(中等)	有(慢)	火焰根部呈绿色,与铜丝一起加热时绿色更明显	膨胀,残渣无粘性

**B.5.1.2 热解产物溶液显色试验**

称取 0.5 g~1 g 剪细的试样,置于热解装置(B.3.1)的试管中,连上玻璃导管,用酒精灯加热至试样分解,当玻璃导管口开始出现蒸气时,将其末端浸没在盛有约 1.5 mL 溶液 II 的接收器(B.3.2)的液

**目 次**

前言 ..... III

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 试剂 ..... 1

4 通用试验方法 ..... 2

4.1 范围 ..... 2

4.2 样品制备及试验要求 ..... 2

4.3 样品的初步测定 ..... 3

4.3.1 试剂 ..... 3

4.3.2 碳酸盐 ..... 3

4.3.3 铋和铅 ..... 3

4.3.4 炭黑 ..... 3

4.3.5 钡盐 ..... 3

4.3.6 石蜡烃 ..... 3

4.3.7 蛋白质 ..... 3

4.3.8 油膏 ..... 3

4.3.9 其他填料 ..... 4

4.3.10 橡胶的鉴别 ..... 4

4.4 橡胶聚合物含量 ..... 4

4.4.1 范围 ..... 4

4.4.2 术语和定义 ..... 4

4.4.3 计算 ..... 4

4.5 配合剂含量 ..... 5

4.6 通用试验方法的报告 ..... 6

4.7 密度 ..... 6

4.8 抽出物的分析 ..... 10

4.8.1 范围 ..... 10

4.8.2 方法概述 ..... 10

4.8.3 丙酮抽提 ..... 11

4.8.4 三氯甲烷抽提 ..... 14

4.8.5 总抽出物 ..... 15

4.8.6 氢氧化钾-乙醇抽提 ..... 15

4.8.7 未皂化的丙酮抽出物 ..... 16

4.8.8 石蜡烃 ..... 17

4.8.9 矿物油 ..... 17

4.8.10 快速回流抽提 ..... 18

4.9 硫的分析 ..... 19

4.9.1 范围 ..... 19

4.9.2 术语和定义 ..... 19

4.9.3 游离硫 ..... 19