

ICS 83.040
G 35



中华人民共和国国家标准

GB/T 30914—2014

GB/T 30914—2014

苯乙烯-异戊二烯-丁二烯橡胶(SIBR) 微观结构的测定

Styrene-isoprene-butadiene rubber(SIBR)—
Determination of the microstructure

中华人民共和国
国家标准
苯乙烯-异戊二烯-丁二烯橡胶(SIBR)
微观结构的测定
GB/T 30914—2014

*

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.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 0.75 字数 12 千字
2014年12月第一版 2014年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50424 定价 16.00 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)68510107



GB/T 30914-2014

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

表 5 SIBR 中异戊二烯 1,4-结构含量的精密度

试样	平均值	实验室内			实验室间		
	%	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
SIBR-1	18.3	0.22	0.62	3.39	0.35	0.99	5.42
SIBR-2	31.3	0.21	0.60	1.92	0.29	0.83	2.66

表 6 SIBR 中异戊二烯 3,4-结构含量的精密度

试样	平均值	实验室内			实验室间		
	%	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
SIBR-1	18.0	0.06	0.16	0.88	0.14	0.40	2.20
SIBR-2	11.8	0.09	0.25	2.08	0.11	0.32	2.74

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) 所用仪器型号和实验条件；
- d) 试验结果；
- e) 规定方法的所有偏离；
- f) 试验日期。

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：中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、中国石油天然气股份有限公司兰州化工研究中心。

本标准主要起草人：吴春红、卜少华、王足远、关敏。

$$I_{p_{3,4}} = \frac{G}{2} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

- St_{non-block} —— SIBR 中苯乙烯非嵌段结构相对摩尔数;
- St_{block} —— SIBR 中苯乙烯嵌段结构相对摩尔数;
- St —— SIBR 中总苯乙烯相对摩尔数;
- Bd_{1,2} —— SIBR 中丁二烯 1,2 结构相对摩尔数;
- Bd_{1,4} —— SIBR 中丁二烯 1,4 结构相对摩尔数;
- Ip_{1,2} —— SIBR 中异戊二烯 1,2 结构相对摩尔数;
- Ip_{1,4} —— SIBR 中异戊二烯 1,4 结构相对摩尔数;
- Ip_{3,4} —— SIBR 中异戊二烯 3,4 结构相对摩尔数。

8.3 SIBR 中苯乙烯、丁二烯和异戊二烯各微观结构含量以试样的质量分数计,数值以%表示,按式(10)~式(17)计算:

$$St_{non-block} \% = \frac{104.15 \times St_{non-block}}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

$$St_{block} \% = \frac{104.15 \times St_{block}}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

$$St \% = \frac{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block})}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

$$Bd_{1,2} \% = \frac{54.09 \times Bd_{1,2}}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

$$Bd_{1,4} \% = \frac{54.09 \times Bd_{1,4}}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

$$Ip_{1,2} \% = \frac{68.11 \times Ip_{1,2}}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

$$Ip_{1,4} \% = \frac{68.11 \times Ip_{1,4}}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (16)$$

$$Ip_{3,4} \% = \frac{68.11 \times Ip_{3,4}}{104.15 \times (St_{non-block} + St_{block}) + 54.09 \times (Bd_{1,2} + Bd_{1,4}) + 68.11 \times (Ip_{1,2} + Ip_{1,4} + Ip_{3,4})} \times 100 \dots\dots\dots (17)$$

式中:

- St_{non-block} % —— SIBR 中苯乙烯非嵌段结构含量;
- St_{block} % —— SIBR 中苯乙烯嵌段结构含量;
- St % —— SIBR 中总苯乙烯含量;
- Bd_{1,2} % —— SIBR 中丁二烯 1,2 结构含量;
- Bd_{1,4} % —— SIBR 中丁二烯 1,4 结构含量;
- Ip_{1,2} % —— SIBR 中异戊二烯 1,2 结构含量;

苯乙烯-异戊二烯-丁二烯橡胶(SIBR) 微观结构的测定

警告——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,使用者有责任采取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

本标准规定了采用核磁共振氢谱法测定苯乙烯-异戊二烯-丁二烯橡胶(SIBR)中单体微观结构的方法。

本标准适用于测定 SIBR 中非嵌段苯乙烯、嵌段苯乙烯、总苯乙烯、丁二烯 1,2-结构、丁二烯 1,4-结构、异戊二烯 1,2-结构、异戊二烯 1,4-结构和异戊二烯 3,4-结构含量。

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

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 15340—2008 天然、合成生胶取样及其制样方法

3 方法概要

将经抽提的 SIBR 样品溶解在氘代氯仿中,在给定的参数条件下,测定试样的核磁共振氢谱,得到丁二烯的 1,4-结构、1,2-结构,异戊二烯的 3,4-结构、1,4-结构和 1,2-结构的峰面积及嵌段、非嵌段苯乙烯的峰面积。通过不同化学环境下质子的化学位移以及积分面积值来确定 SIBR 中不同单体结构含量。

4 试剂

4.1 氘代氯仿(CDCl₃):纯度>99.8%,含≤0.03%的四甲基硅烷(TMS)作为内标。

4.2 无水乙醇-甲苯共沸物(ETA):将无水乙醇和甲苯按体积比 7:3 混合。

4.3 丙酮:分析纯。

5 仪器

5.1 核磁共振波谱仪:具有 400 MHz 或更高频率的傅立叶变换核磁共振波谱仪(FT-NMR)。

5.2 抽提器:符合 GB/T 3516—2006 的规定。

5.3 真空烘箱:温度可控制在 50 °C~60 °C;真空度<133 Pa。