

ICS 83.060  
G 35



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 21464—2008/ISO 16565:2002

GB/T 21464—2008/ISO 16565:2002

## 橡胶 乙烯-丙烯-二烯炔(EPDM) 三元共聚物中 5-乙叉降冰片烯(ENB) 或双环戊二烯(DCPD)含量的测定

Rubber—Determination of 5-Ethylidenenorbornene(ENB) or  
Dicyclopentadiene(DCPD) in Ethylene-Propylene-  
Diene (EPDM) terpolymers

(ISO 16565:2002, IDT)

中华人民共和国  
国家标准  
橡胶 乙烯-丙烯-二烯炔(EPDM)  
三元共聚物中 5-乙叉降冰片烯(ENB)  
或双环戊二烯(DCPD)含量的测定  
GB/T 21464—2008/ISO 16565:2002

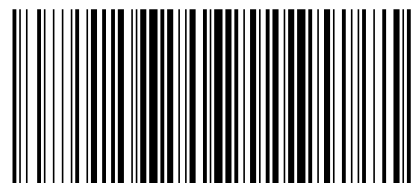
\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

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 1 字数 18 千字  
2008 年 5 月第一版 2008 年 5 月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-31372 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)68533533



GB/T 21464-2008

2008-02-26 发布

2008-08-01 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

## 前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 16565:2002《橡胶 乙烯-丙烯-二烯烃 (EPDM) 三元共聚物中 5-乙叉降冰片烯 (ENB) 或双环戊二烯 (DCPD) 含量的测定》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 16565:2002。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

——对公式进行编号;

——为使图形更清晰,便于理解,将图 1、图 2、图 3 重新进行标识,将图 4 拆分为图 4(a)和图 4(b),并重新标识。

本标准附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

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 (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兰州石化分公司石油化工研究院、中国石油天然气股份有限公司吉林石化分公司有机合成厂。

本标准主要起草人:王进、赵家林、吴毅、李莉。

本标准为首次发布。

附 录 A  
(规范性附录)  
水蒸气的光谱差减方法

### A.1 背景

A.1.1 水蒸气和大气中可能包含的其他气体可能会对 ENB 的分析结果产生影响。即使用干燥气体(使用空气或氮气)吹扫样品室,一些残留的水蒸气仍会影响光谱的采集。使用样品穿梭器,能够交替采集单光束的样品光谱和背景(空样品室)光谱,在采集光谱过程中样品室始终关闭,按规定步骤可以大部分或全部消除水蒸气的影响。当计算样品的吸收光谱时,由于在采集样品的光谱图时已经扣除了等量的背景光谱,背景的影响可以忽略不计,因此可不参加计算。

A.1.2 这种从吸收光谱中消除背景干扰的方法不能在一台没有配置样品穿梭器的傅立叶变换红外光谱仪上使用。该仪器在加入或取出样品时必须打开样品室,而每次打开样品室都会引入不同的背景干扰。

A.1.3 幸运的是,只有水蒸气达到一定含量时,才在适用波长附近以较低吸收影响分析。因此,即使没有样品穿梭器,也可以使用与一个或多个样品谱图相对应的一个背景谱图来消除样品中水蒸气或背景光谱的影响。下面的叙述概括了这种校正方法的步骤。

### A.2 水蒸气吸收光谱的获得

A.2.1 系统充分吹扫后采集单光束背景光谱( $I_0$ ),称为单光束空样品室谱图。

A.2.2 在打开又关闭样品室的盖子后(仍未加上高聚物膜片),迅速采集一个单光束谱图( $I_w$ )。它被称为单光束水汽谱图。

A.2.3 计算水蒸气吸收光谱:

$$A_w = -\lg(I_w/I_0) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

### A.3 单光束空样品室谱图的使用

A.3.1 较为理想的是,在分析每个高聚物样品膜片之前都应该采集单光束空样品室谱图(见 A.2.1)并保存。但实际上,如果傅立叶变换红外光谱仪的操作条件稳定,在短期内(一般小于 4 h),可以反复使用一个已保存的单光束空样品室谱图。

A.3.2 当将一个高聚物样品膜片放入样品室后,宜等待一段时间以便进行反复吹扫。经过吹扫后,样品室残留的水蒸气将大为减少。按照以往的经验控制吹扫时间(最多 15 min)。

A.3.3 采集高聚物样品的单光束谱图,使用保存的单光束空样品室谱图(见 A.3.1)计算吸收光谱(A)。

A.3.4 对含水蒸气的高聚物吸收光谱进行分析。如果检测到的水蒸气峰是正峰(扫描高聚物时空气中水蒸气较大)或负峰(扫描背景时空气中水蒸气较大),就可以在计算 ENB 含量之前对该光谱进行光谱差减或光谱叠加,以消除光谱中的水蒸气峰。具体做法如下:

- a) 测量水蒸气的一条或一组吸收谱带作为计算光谱差减的基准。选择信号足够强且容易从高聚物样品吸收中消除的峰。

## 橡胶 乙烯-丙烯-二烯烃(EPDM) 三元共聚物中 5-乙叉降冰片烯(ENB) 或双环戊二烯(DCPD)含量的测定

**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

本标准规定了乙烯-丙烯-二烯烃(EPDM)三元共聚物中 5-乙叉降冰片烯(ENB)或双环戊二烯(DCPD)含量的测定方法。

本标准适用于二烯烃含量(质量分数)在 0.1%~10% 范围内的乙烯-丙烯-二烯烃(EPDM)三元共聚物。

### 2 原理

将置于两张聚四氟乙烯涂层的铝箔或聚酯膜之间的试样压制成膜片。通过测定 ENB 的环外双键在  $1\ 681\ \text{cm}^{-1}$ ~ $1\ 690\ \text{cm}^{-1}$  范围内的红外吸收测定 ENB 含量。通过测定 DCPD 的单环双键在  $1\ 605\ \text{cm}^{-1}$ ~ $1\ 610\ \text{cm}^{-1}$  范围内的红外吸收测定 DCPD 含量。

计算该处吸收的峰高并与标准物进行比较。对于 ENB,约  $1\ 690\ \text{cm}^{-1}$  处的峰高与 ENB 质量分数有关。同样地,对于 DCPD,约  $1\ 610\ \text{cm}^{-1}$  处峰高的二阶导数与 DCPD 质量分数有关。

对于充油高聚物,在测定二烯烃含量前必须将填充油抽提干净。

### 3 仪器

3.1 平板硫化机,可于  $150\ ^\circ\text{C}$ 、10 MPa 下压制膜片。

3.2 模具

3.2.1 主要由一个带开口的  $400\ \mu\text{m}$  厚的不锈钢长条组成,该开口( $2\ \text{cm}\times 2\ \text{cm}$ )是为了能够得到符合 3.4 描述的膜片样品夹持器尺寸要求的样品膜片。该模具最好与平板硫化机平板尺寸基本相同。

3.2.2 也可使用更薄的模具。如果二烯烃含量较低,方法的精密度会受到影响。当使用较薄的模具平板时,宜测定该方法的精密度。

3.2.3 对于液体 EPDM 样品,可使用一个外径 22 mm、内径 16 mm、厚  $400\ \mu\text{m}$  的环形垫圈作为两块盐片(NaBr,NaCl)之间的隔垫,以保持一个固定的光程。隔垫的大小只要能覆盖盐片的外边缘即可。

3.3 聚四氟乙烯涂层的铝箔模压薄片, $36\ \mu\text{m}$  厚,或硅氧烷脱膜膜片。

3.4 样品-膜片夹持器:膜片压制好后,宜取下来并转移至膜片夹持器上。磁性膜片夹持器较为理想。标准盐片夹持器可用于盐片间的液体样品制备,液体样品置于两块盐片之间。

3.5 傅立叶变换红外光谱仪,能测定  $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$  到  $600\ \text{cm}^{-1}$  范围内的吸光度,透光度的准确度为  $\pm 1\%$  或更高。仪器的光谱分辨率为  $2\ \text{cm}^{-1}$ 。建议使用氘化硫酸三甘肽(DTGS)检测器或使用碲镉汞(MCT)检测器。

光谱仪宜具有光谱叠加、平均、差减等处理功能。水分是该方法的主要干扰源。要获得满意的精密度,需要通过物理方法和电学方法将雾化程度和雾化变动程度降到最低。比较好的方法是使用带有干燥气体吹扫和样品穿梭器的仪器,样品穿梭器可以交替重复采集单光束的样品光谱和背景光谱(见第 5 章)。此外,如果没有样品穿梭器,用干燥氮气仔细吹扫样品室也能得到满意的测量结果。充分的吹扫