

ICS 83.060
G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 13646—2013
代替 GB/T 13646—1992

GB/T 13646—2013

橡胶 结合苯乙烯含量的测定 分光光度法

Rubber—Determination of bound styrene content—
Spectrophotometric method

(ISO 5478:2006, Rubber—Determination of bound styrene content—
Nitration method, MOD)

中华人民共和国
国家标准
橡胶 结合苯乙烯含量的测定
分光光度法
GB/T 13646—2013

*
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(100013)
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 14 千字
2013年9月第一版 2013年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47407 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 13646-2013

2013-07-19 发布

2013-12-01 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

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 5478:2006 技术差异及原因

表 B.1 本标准与 ISO 5478:2006 的技术差异及原因

| 本标准的章条编号 | 技术性差异 | 原因 |
|----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------|
| 2 | 用修改采用国际标准的 GB/T 3516 代替 ISO 1407； 用等同采用国际标准的 GB/T 15340 代替 ISO 1795； 用等同采用国际标准的 GB/T 17783 代替 ISO 4661-2； 删掉 ISO 383 实验室玻璃仪器 互换锥形磨砂接头 | 本标准将“格拉亥姆冷凝器改为通用球型冷凝器”，正文中没有涉及 ISO 383 的内容 |
| 6.3 | 将抽提时间一整夜改为 6 h | 试验验证后结果 |
| 7.1 | 将格拉亥姆冷凝器改为通用球型冷凝器 | 适应我国技术条件 |
| 7.4 | 增加静止分层时间 2 min | 反应液萃取得更完全 |
| 10 | 增加了方法的平行测定允许差 | 提高数据的精密度 |

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 13646—1992《橡胶中结合苯乙烯含量的测定 分光光度法》。

本标准与 GB/T 13646—1992 相比，主要技术差异如下：

- 增加了测试范围(1992 年版的第 1 章,本版的第 1 章)；
- 调整了取样步骤(见 6.2,1992 年版的 7.1)；
- 修改萃取液 10 mL 为 25 mL(见 7.8,1992 年版的 7.7)；
- 修改计算公式中的字母(见 9.1、9.2,1992 年版的 8.1、A.4)；
- 将“校正常数的测定”纳入正文(见第 8 章,1992 年版的附录 A)；
- 增加“本标准与 ISO 5478:2006 相比的结构变化情况”(见附录 A)；
- 增加“本标准与 ISO 5478:2006 技术差异及原因”(见附录 B)。

本标准使用重新起草法修改采用国际标准 ISO 5478:2006《橡胶中结合苯乙烯含量的测定 硝化法》。

本标准与 ISO 5478:2006 相比在结构上有较多调整,附录 A 中给出了本标准与 ISO 5476:2006 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 5478:2006 相比存在的技术性差异涉及的条款已通过在其外侧页面空白位置的垂直单线(|)进行了标示,附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

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通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)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、三角轮胎股份有限公司、中国石油天然气股份有限公司独山子石化分公司研究院、国家橡胶及乳胶制品质量监督检验中心、青岛伊科思新材料股份有限公司、北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人:方芳、吴毅、倪淑杰、闫福江、孙枫、张江峰、毕学瑞、曾涛、李小雯、吴国旭、谢君芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13646—1992。

式中：

A_1 、 A_2 、 A_3 ——波长 265 nm、274 nm、285 nm 处的未知试液吸光度；

K_1 、 K_2 、 K_3 ——按 8.6 计算确定的硝化苯乙烯的吸收系数；

S_1 、 S_2 、 S_3 ——分别为不同波长试液中结合苯乙烯含量的质量分数；

c ——未知试液浓度，按 7.8 稀释时，2.5 L 试液中橡胶质量。

所得结果取 2 次平行试验结果的平均值，结果应表示至 2 位小数。

9.2 没有已知结合苯乙烯含量的参比 SBR 样品。结合苯乙烯含量以质量分数表示，按式(3)计算：

$$S = \frac{S_1 + S_2 + S_3}{3} \quad \dots\dots\dots (3)$$

其中：

$$S_1 = \frac{A_{265} \times 3.83}{c} - 0.57$$

$$S_2 = \frac{A_{274} \times 3.61}{c} - 0.45$$

$$S_3 = \frac{A_{285} \times 4.01}{c} - 0.43$$

式中：

A ——试液在特定波长的吸光度；

c ——按 7.8 稀释时，2.5 L 试液中橡胶质量；

S_1 、 S_2 、 S_3 ——分别为不同波长下试液中结合苯乙烯含量的质量分数。

所得结果取 2 次平行试验结果的平均值，结果应表示至 2 位小数。

10 允许差

平行测定的 2 个结果允许差不大于 0.6%。

11 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- 本标准的名称及编号；
- 识别样品的详细说明；
- 试验结果，表示单位和所用计算方法(9.1 还是 9.2)；
- 在测定过程中观察到的任何异常现象；
- 在本标准中未包括的，而被认为是可以采用的任何操作。

橡胶 结合苯乙烯含量的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了用分光光度计测定苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)中苯乙烯含量的方法。

本标准适用于以苯乙烯均聚物补强的苯乙烯-丁二烯橡胶中苯乙烯含量的测定。

本标准适用于苯乙烯含量不高于 50%(质量分数)的嵌段共聚物中苯乙烯含量的测定。

本标准适用于 SBR 与其他聚合物(NR、BR、IR 和 CR)的共混硫化胶。若已知共混物中 SBR 的苯乙烯含量，且其余组分不含苯乙烯，则可用本方法估算共混胶中 SBR 的含量。

在特定光谱区内任何其他不可抽提的芳香族物质的吸收，将会干扰本方法的测定结果。

当胶料中不溶于硝酸的无机填料超过 5%(质量分数)时，本方法所得结果偏低。

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 橡胶 溶剂抽出物的测定(GB/T 3516—2006,ISO 1407:1992,MOD)

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法(GB/T 15340—2008,ISO 1795:2000,IDT)

GB/T 17783 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验(GB/T 17783—1999,ISO 4661-2:1987, IDT)

ISO 4655 橡胶——补强丁苯胶乳——结合苯乙烯总含量的测定(Rubber—Reinforced styrene— butadiene latex—Determination of total bound styrene content)

3 原理

3.1 用丙酮抽提试样，用硝酸硝化，使苯乙烯氧化为对硝基苯甲酸。

3.2 用乙醚萃取对硝基苯甲酸。

3.3 用氢氧化钠溶液将对硝基苯甲酸从乙醚中萃取出来，在紫外光谱区测量其吸光度。

4 试剂与材料

4.1 分析中应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

警告：由于在下述操作中，不可避免地存在着危及健康和安全的危险性。因此，在使用酸和乙醚时，应遵守公认的健康和安全防护措施。萃取应在合适的通风橱中进行，且操作时要戴护目镜。

4.2 硝酸， $\rho=1.43$ g/mL。

应使用新鲜硝酸，陈硝酸硝化作用较差。

4.3 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=5$ mol/L。

将 200 g 氢氧化钠溶于水中，稀释至 1 000 mL。

4.4 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.1$ mol/L。