



中华人民共和国国家标准

GB/T 28728—2012/ISO 21561:2005

溶液聚合苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR) 微观结构的测定

Determination of the microstructure of solution-polymerized SBR

(ISO 21561:2005, Styrene-butadiene rubber(SBR)—Determination of the
microstructure of solution-polymerized SBR, IDT)

2012-09-03 发布

2013-02-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 21561:2005《苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)溶液聚合苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)微观结构的测定》(英文版)及其修正案 ISO 21561:2005/Amd.1:2010(英文版)。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

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

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

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

——修改了标准名称;

——删除了国际标准的前言;

——纳入国际标准修正案的内容。

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兰州化工研究中心、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独山子石化研究院、赛轮股份有限公司、北京橡胶工业研究设计院、青岛伊科思新材料股份有限公司。

本标准主要起草人:赵家琳、吴春红、孙枫、王德玉、高杜娟、卜少华、赖文群、丁兆娟、孙丽君、王足远、王文祥、王小菊、谢君芳、丁晓英、林庆菊、李小雯。

溶液聚合苯乙烯-丁二烯橡胶(SSBR) 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¹H-核磁共振波谱(绝对法)和红外光谱(相对法),对溶液聚合 SBR(SSBR)中丁二烯单体的微观结构和苯乙烯单体的含量进行定量测定的分析方法。苯乙烯含量的表示是相对于整个聚合物的质量分数。1,4-反式结构、1,4-顺式结构和 1,2-乙烯基结构含量的表示是相对于丁二烯部分的摩尔分数。

注:使用已知微观结构含量的 SSBR_s(通过¹H-核磁共振波谱得到)进行校准,红外光谱也可以给出微观结构的绝对值。

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。

ISO 1407 橡胶 溶剂抽出物的测定(Rubber—Determination of solvent extract)

ISO 1795 天然、合成生胶取样及其制样方法(Rubber, raw natural and raw synthetic—Sampling and further preparative procedures)

3 核磁共振波谱法(绝对法)

3.1 原理

3.1.1 将少量抽提过的 SSBR 试样溶解在氘代氯仿中。

3.1.2 试样溶液的¹H-核磁共振波谱在 15 ppm 宽度范围内进行测量。丁二烯中 1,4-键(1,4-反式键和 1,4-顺式键的总和)和 1,2-乙烯基的峰面积与苯乙烯的峰面积一起被测定。丁二烯的微观结构和苯乙烯的含量根据理论公式进行计算。

3.2 试剂

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

3.2.2 无水乙醇-甲苯共沸物(ETA)。

3.2.3 丙酮,分析纯。

3.3 仪器

3.3.1 ¹H-核磁共振波谱仪,具有 150 MHz 或更高频率的傅立叶变换核磁共振仪(FT-NMR)。

3.3.2 抽提器,如 ISO 1407 所述。

3.3.3 真空烘箱,操作温度为 50 °C~60 °C。