



中华人民共和国国家标准

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)

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准等同采用国际标准 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》(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。

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 $2\ \text{cm}^{-1}$ 。建议使用氧化硫酸三胍(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