

ICS 83.060

G 34

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1157—1997
eqv ISO 1656:1988

丁腈橡胶中结合丙烯腈含量的测定

Rubber, acrylonitrile-butadiene—
Determination of bound acrylonitrile content

1997-07-12 发布

1997-12-01 实施

中国石油化工总公司 发布

中华人民共和国石油化工
行 业 标 准
丁腈橡胶中结合丙烯腈含量的测定
SH/T 1157—1997

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话：(010)51299090、68522006

1998年5月第一版

*

书号：155066·2-12031

版权专有 侵权必究

举报电话：(010) 68522006

前 言

本标准等效采用国际标准 ISO 1656:1988《天然橡胶和天然胶乳—氮含量的测定》(常量法)。

本标准与国际标准的主要差异是:第一,本标准适用于丁腈橡胶,国际标准则适用于天然橡胶和天然胶乳;第二,改变了试样制备方法;第三,确定了方法测定允许误差。

由于国际标准测定的是天然橡胶中的总氮含量,所以试样制备只需均化即可;而本标准则是用于测定丁二烯-丙烯腈共聚物中所结合的丙烯腈中的氮含量,在工业生产的丁腈橡胶中,除结合的丙烯腈含氮外,残余的(即非结合)丙烯腈、胺类防老剂等中也含有氮,它们既非共聚物成分,又会影响测定结合丙烯腈含量的准确性,因此,本标准采用溶剂抽提的方法进行试样制备,在测定之前,首先将这部分非共聚物成分抽提除去,从而使本标准更适合于丁腈橡胶中结合丙烯腈的测定。

本标准与前版 SH/T 1157—92 相比,扩大了适用范围,增加了较为合理的试样制备方法,删除了防老剂含量的测定,简化了操作步骤。

本标准由兰州化学工业公司提出。

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归口。

本标准起草单位:兰州化学工业公司化工研究院。

本标准主要起草人:孙丽君。

本标准于 1984 年 6 月首次发布,1992 年复审确认。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准团体(ISO 成员团体)的世界性联合机构。制定国际标准的工作通常由 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会的项目感兴趣的成员团体均有权参加该委员会。与 ISO 保持联系的政府和非政府的国际组织,也可以参加此项工作。在电工技术标准化的所有方面,ISO 与国际电工技术委员会(IEC)紧密合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,要发给成员团体进行投票。作为国际标准发布时,要求至少有 75%投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 1656 是由 ISO/TC45,橡胶与橡胶制品技术委员会制定的。

该标准第二版废止并代替第一版(ISO 1656:1974),并在内容上稍作了修订。

中华人民共和国石油化工行业标准

丁腈橡胶中结合丙烯腈含量的测定

Rubber, acrylonitrile-butadiene—

Determination of bound acrylonitrile content

SH/T 1157—1997
eqv ISO 1656:1988

代替 SH/T 1157—92

警告——使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度,并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了一种用凯氏定氮法测定丁腈橡胶中结合丙烯腈含量的方法。

本标准适用于乳液聚合法生产的丁腈橡胶,其结合丙烯腈含量在 16%~45%(*m/m*)之间。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6737—86 合成生胶挥发分含量的测定(eqv ISO 248:1979 生胶—挥发分含量的测定)

3 方法原理

试样经无水乙醇抽提并干燥后,在催化剂存在下,用硫酸加热消解,使丙烯腈中的氮转化成硫酸氢铵,加碱使溶液呈碱性后蒸馏,蒸出的氨用硼酸溶液吸收,然后,用硫酸标准滴定溶液滴定。

4 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 混合催化剂:

注意:硒粉有毒,混合催化剂的配制和使用需要在良好的通风下进行,避免吸入其粉尘或蒸气,防止皮肤与其直接接触。

将下列物质按质量比混合,然后,研制成均匀的粉末。

无水硫酸钾(K_2SO_4)30份,

五水硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)4份,

硒粉 1份;或十水硒酸钠($Na_2SeO_4 \cdot 10H_2O$)2份。

4.2 无水乙醇。

4.3 硫酸: $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.4 硫酸标准滴定溶液: $c(H_2SO_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.5 氢氧化钠溶液: $c(NaOH)\approx 10\text{ mol/L}$ 。

将 400 g 氢氧化钠溶于 600 mL 中。

4.6 硼酸溶液: $c(H_3BO_3)\approx 0.17\text{ mol/L}$ 。