



中华人民共和国国家标准

GB/T 29614—2021

代替 GB/T 29614—2013

硫化橡胶 多环芳烃含量的测定

Vulcanized rubber—Determination the content of polycyclic aromatic hydrocarbons

(ISO 21461:2012, Rubber—Determination of the aromaticity of oil in vulcanized rubber compounds, MOD)

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 29614—2013《硫化橡胶中多环芳烃含量的测定》，与 GB/T 29614—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了方法 A 中制备样品的试剂(见 4.2.2.1, 2013 年版的 4.2.3.1)；
- 增加了使用乙醛的可选程序(见 4.4.3.2.9)；
- 更改了方法 B 中测试的多环芳烃数量(见第 5 章, 2013 年版的第 5 章)；
- 更改了方法 B 中抽提试剂(见 5.2.1, 2013 年版的 5.2.1)；
- 更改了方法 B 的样品称样量(见 5.5.1, 2013 年版的 5.5.1)；
- 更改了附录 D 中精密度数据(见表 D.1, 2013 年版的表 1)。

本文件使用重新起草法修改采用 ISO 21461:2012《橡胶 硫化胶中芳烃油的测定》。

本文件与 ISO 21461:2012 相比在结构上有较多调整,附录 A 列出了本文件与 ISO 21461:2012 的章条编号对照一览表。

本文件与 ISO 21461:2012 的技术差异及原因如下：

- 关于规范性引用文件,本文件做了具有技术性差异的调整,以适应我国技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引文文件”中,具体调整如下：
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 3516 代替了 ISO 1407(见 4.3.2)；
- 更改了 4.4.3“NMR 分析”,增加了国际标准中缺少的 2 个测试步骤；
- 增加了第 5 章“方法 B:气相色谱-质谱法”,因为气相色谱-质谱法测定多环芳烃含量被国内外广泛使用；
- 将附录 D 中精密度数据更改为国内试验室比对数据,同时增加了 2 个样品的精密度数据及配方,使数据更全面；
- 根据方法 B 的要求,增加了资料性附录 E“18 种多环芳烃和 3 种内标物的保留时间、分子式、相对分子质量、定性离子和定量选择离子”；
- 根据方法 B 的要求,增加了资料性附录 F“18 种多环芳烃和 3 种内标物的典型气相色谱-质谱色谱图”。

本文件做了下列编辑性改动：

- 为与现有标准协调,将标准名称改为《硫化橡胶 多环芳烃含量的测定》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：上海市质量监督检验技术研究院、山东玲珑轮胎股份有限公司、赛轮集团股份有限公司、三角轮胎股份有限公司、安徽佳通乘用车子午线轮胎有限公司、双钱集团上海轮胎研究所有限公司、怡维怡橡胶研究院有限公司、北京市理化分析测试中心、河北艾迪尔复合材料有限公司、山东金宇轮胎有限公司、贵州轮胎股份有限公司、山东华盛橡胶科技有限公司、风神轮胎股份有限公司、湖北省标准化与质量研究院、中南民族大学、北京橡胶橡胶轮胎检测技术服务有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：刘峻、韩陈、陈雪梅、贾爱瑞、曾海唤、马秀菊、周忠伟、李莉、吴海边、董文武、刘强、张清智、刘雪娇、邵鹏、陈啟荣、李雪松、张云东、李卫国、胡谋兵、王丽娥、徐凯、张玉亮、刘晴晴、郑宁娟、罗自立、梅慧、李琳、苍飞飞、张悦頔、丁晓英。

本文件于 2013 年首次发布，本次为第一次修订。

硫化橡胶 多环芳烃含量的测定

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。

注意:使用文件规定的程序有可能涉及一些物质的使用或产生,可能产生一些废物。这有可能导致本地环境危害,应在使用后参照相应的文件进行安全处理和处置。

1 范围

本文件描述了两种测定硫化橡胶中多环芳烃含量的方法。方法 A 是核磁共振氢谱法,方法 B 是气相色谱-质谱法。

本文件适用于硫化橡胶中多环芳烃含量的测定,也适用于轮胎中多环芳烃含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbon; PAH

分子中含有两个或两个以上苯环的碳氢化合物。

注:根据苯环的连接方式可将多环芳烃分为多苯代脂肪烃、联苯和稠合多环芳烃三类。

4 方法 A:核磁共振氢谱法(^1H NMR)

4.1 原理

三个或多个环组成的非线性 PAH 分子结构中在分子边沿有典型的三边凹区,这个区域的氢原子被叫作“湾区氢”(见图 1), ^1H NMR 波谱仪能够很灵敏地识别并定量这个区域的氢原子,也就是多环芳烃的特征氢原子。

本方法描述了使用 ^1H NMR 测定样品溶液中“湾区氢”含量(质量分数)的步骤,从而表征硫化橡胶中油的芳烃特性。“湾区氢”含量越高,芳香性就越高。