

国家标准

《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法》

编制说明

(征求意见稿)

-
-
-
-
-

标准编制工作组

二〇二二年十月

-

一、任务来源

根据国标委发〔2021〕12号文“国家标准化管理委员会关于下达2021年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知”要求，由山东大学为主起草单位制定《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法》，计划号为20211092-T-606，归口单位为全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会，完成时间为2023年。

二、目的和意义

硅橡胶生胶是生产硅橡胶制品的重要原料，生胶中的苯基和乙烯基的含量对硅橡胶制品的性能有很大影响，因此精准测量生胶中的苯基和乙烯基含量具有极其重要的意义，目前一般采用紫外分光光度法测试生胶中的苯基含量，用滴定法测试生胶中的乙烯基含量，这两种方法操作较为繁琐，且结果的重复性及准确性受人为因素影响较大，通过制定《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法》国家标准，为测定硅橡胶生胶中苯基和乙烯基含量提供一个精确便捷的测定方法。

三、工作过程

1、2021年5月，根据国标委发〔2021〕12号文“国家标准化管理委员会关于下达2021年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知”要求，由山东大学为主起草单位制定《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法》，计划号为20211092-T-606，组成标准起草工作组。

2、2022年3月，标准起草工作组制定了《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法标准编制工作方案》草稿，并于2022年3月18日以视频方式召开第一次工作会议，提交讨论。经会议讨论：确定了一些技术参数及具体的试验方法。标准起草工作组根据会议意见修改完成了《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法标准编制工作方案》，并依据方案开展各项编制工作。

3、2022年3月-9月，6个实验室参加了精密度试验，实验室对6种不同的硅橡胶生胶试样进行多次重复测定。在此期间，标准起草工作组召开第二次和第三次工作会议，讨论并完善精密度试验及其他标准制定相关内容。

4、2022年10月，标准编制工作组不断完善工作组讨论稿，编制完成《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法》（征求意见稿），10月24日将《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法》（征求意见稿）发送到所有委员单位和相关单位广泛征求意见。同时在橡胶委网站上发布《硅橡胶 苯基和乙烯基含量的测定 核磁共振氢谱法》（征求意见稿）向社会广泛征求意见。

四、标准起草单位及主要起草人

本标准的主要起草单位：

本标准的主要起草人：

任务分工：

五、编制原则及技术指标确定依据：

1、编制原则和依据

1.1 编制原则

- （1）具有科学性、先进性和可操作性，促进行业健康发展与技术进步。
- （2）与利益相关方协调一致。
- （3）与相关标准法规协调一致。

1.2 编制依据

标准的编写依据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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》。

2、适用范围

本文件适用于侧基上含有苯基的单苯基甲基乙烯基硅橡胶生胶（MPMVS）、二苯基甲基乙烯基硅橡胶生胶（DPMVS-1）及侧基不含苯基的甲基乙烯基硅橡胶生胶（MVS），不适用于苯撑硅橡胶。

3、技术内容的确定

本标准自主制定的方法标准。

试验原理：将一定量的硅橡胶生胶样品溶解于氘代四氢呋喃中，在规定的参数条件下，测定试样的核磁共振氢谱，得到苯基、乙烯基及甲基中不同质子的峰面积。通过不同化学环境下质子的化学位移及积分面积值来确定硅橡胶中苯基和乙烯基的含量。

本试验采用400MHz或更高频率的傅里叶变换核磁共振波谱仪（FT-NMR）。

本标准中核磁测试给出了多个经过优化选择的实验参数，保证了在此条件下实验结果的准确性：

- a) 脉冲程序：单脉冲；
- b) 试验温度：室温；
- c) 中心频率：6.1ppm；
- d) 扫描宽度：20ppm；
- e) 空扫次数：4次；
- f) 延迟时间：20 s；
- g) 采集时间：12 s；
- h) 扫描次数：128次；
- i) 脉冲角度：90°。

在上述优化选择的实验参数下，开展了精密度试验。

六、精密度试验：

根据 ISO 19983:2022 的规定测定此测试方法的精密度。由于某些数据值很小，部分离群数据没有舍去。

表 1 MPMVS-1 样品苯基含量数据

实验室	苯基含量 (%)		曼德尔统计	
	天 1	天 2	h	k
1	17.36	17.40	1.55	1.76
2	17.37	17.37	-1.11	0.00
3	17.37	17.38	0.22	0.44
4	17.38	17.36	-1.11	0.88
5	17.38	17.37	0.22	0.44
6	17.36	17.39	0.22	1.32

表 2 MPMVS-1 样品乙烯基含量数据

实验室	乙烯基含量 (%)	曼德尔统计
-----	-----------	-------

	天 1	天 2	h	k
1	0.406	0.398	0.58	1.53
2	0.400	0.407	1.03	1.33
3	0.399	0.399	-0.33	0.00
4	0.398	0.398	-0.63	0.00
5	0.398	0.392	-1.53	1.14
6	0.401	0.405	0.88	0.76

表 3 MPMVS-2 样品苯基含量数据

实验室	苯基含量 (%)		曼德尔统计	
	天 1	天 2	h	k
1	32.20	32.19	-1.31	0.45
2	32.20	32.24	-0.35	1.82
3	32.24	32.27	0.99	1.36
4	32.26	32.27	1.37	0.45
5	32.22	32.21	-0.54	0.45
6	32.22	32.23	-0.16	0.45

表 4 MPMVS-2 样品乙烯基含量数据

实验室	乙烯基含量 (%)		曼德尔统计	
	天 1	天 2	h	k
1	0.388	0.387	-0.46	0.93
2	0.386	0.384	-1.28	1.85
3	0.392	0.393	1.17	0.93
4	0.392	0.393	1.17	0.93
5	0.387	0.387	-0.63	0.00
6	0.389	0.389	0.03	0.00

表 5 DPMVS-1 样品苯基含量数据

实验室	苯基含量 (%)	曼德尔统计
-----	----------	-------

	天 1	天 2	h	k
1	4.21	4.21	-0.65	0.00
2	4.20	4.23	1.29	1.96
3	4.21	4.21	-0.65	0.00
4	4.21	4.21	-0.65	0.00
5	4.20	4.22	-0.65	1.31
6	4.21	4.22	1.29	0.65

表 6 DPMVS-1 样品乙烯基含量数据

实验室	乙烯基含量 (%)		曼德尔统计	
	天 1	天 2	h	k
1	1.419	1.416	-1.57	1.10
2	1.430	1.427	1.27	1.10
3	1.421	1.425	-0.15	1.46
4	1.425	1.424	0.24	0.37
5	1.422	1.421	-0.54	0.37
6	1.425	1.428	0.75	1.10

表 7 DPMVS-2 样品苯基含量数据

实验室	苯基含量 (%)		曼德尔统计	
	天 1	天 2	h	k
1	10.79	10.78	-1.62	0.30
2	10.81	10.85	0.28	1.21
3	10.85	10.81	0.28	1.21
4	10.82	10.8	-0.57	0.60
5	10.83	10.88	1.34	1.51
6	10.82	10.84	0.28	0.60

表 8 DPMVS-2 样品乙烯基含量数据

实验室	乙烯基含量 (%)	曼德尔统计
-----	-----------	-------

	天 1	天 2	h	k
1	0.408	0.403	-0.63	1.44
2	0.418	0.421	1.25	0.87
3	0.411	0.411	0.11	0.00
4	0.402	0.399	-1.30	0.87
5	0.419	0.417	1.05	0.58
6	0.404	0.409	-0.49	1.44

表 9 MVS-1 样品乙烯基含量数据

实验室	乙烯基含量 (%)		曼德尔统计	
	天 1	天 2	h	k
1	0.206	0.206	-1.31	0.00
2	0.215	0.214	1.31	0.20
3	0.208	0.206	-1.00	0.41
4	0.210	0.211	0.08	0.20
5	0.207	0.218	0.70	2.25
6	0.213	0.209	0.23	0.82

表 10 MVS-2 样品乙烯基含量数据

实验室	乙烯基含量 (%)		曼德尔统计	
	天 1	天 2	h	k
1	0.077	0.074	0.69	0.81
2	0.079	0.073	1.07	1.61
3	0.074	0.072	-1.20	0.54
4	0.073	0.073	-1.20	0.00
5	0.078	0.073	0.69	1.34
6	0.076	0.073	-0.06	0.81

七、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准与现行法律、法规和强制性国家标准相协调，无冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在起草过程中无重大分歧意见。

九、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

建议本标准为您推荐性标准。

十、贯彻国家标准的要求和措施建议

在标准发布后、实施前，做好新标准的宣贯工作，组织重点企业和检测机构的宣贯培训班，学习贯彻新标准。

十一、废止现行有关标准的建议

无

十二、其他应予以说明的事项

无。