



中华人民共和国国家标准

GB 29987—2013

食品安全国家标准 食品添加剂 丁苯橡胶

2013-11-29 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 丁苯橡胶

1 范围

本标准适用于由丁二烯和苯乙烯为原料共聚而成的食品添加剂丁苯橡胶（包括丁二烯-苯乙烯 75/25、丁二烯-苯乙烯 50/50 橡胶）。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

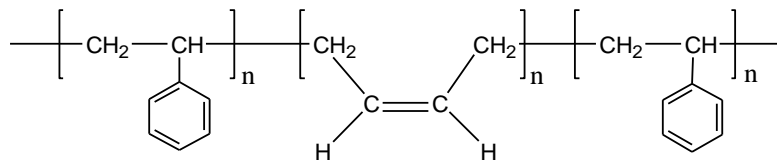
丁二烯-苯乙烯橡胶

2.2 分子式

$$(C_{12}H_{14})_n$$

$$n=1200\sim 3000$$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

$$2.0 \times 10^5 \sim 5.0 \times 10^5$$

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	乳白色或淡黄色	取试样置于白瓷盘中，在自然光下，观察其色泽、状态，嗅其气味
状态	固体	
气味	具有丁苯橡胶固有气味	

3.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标		检验方法
	丁苯橡胶 50/50	丁苯橡胶 75/25	
铅(Pb) / (mg/kg) ≤	3.0		GB 5009.12
总砷(以 As 计) / (mg/kg) ≤	3.0		GB/T 5009.11
汞(Hg) / (mg/kg) ≤	3.0		GB/T 5009.17
镉(Cd) / (mg/kg) ≤	1.0		GB/T 5009.15
结合态苯乙烯, w/%	45.0~50.0	22.0~26.0	附录 A 中 A.3
残留苯乙烯 / (mg/kg) ≤	30.0	20.0	附录 A 中 A.4
1,3-丁二烯 / (mg/kg) ≤	0.5		附录 A 中 A.5
残留己烷 / (mg/kg) ≤	100.0		附录 A 中 A.6
醌类 / (mg/kg) ≤	20.0		附录 A 中 A.7
锂 / (mg/kg) ≤	75.0		附录 A 中 A.8

附录A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。实验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 方法提要

红外光谱是根据组成物质的离子基团在红外光范围内(400 cm^{-1} ~4000 cm^{-1})的吸收谱带,对丁苯橡胶进行定性分析。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 甲苯。

A.2.2.2 溴化钾。

A.2.3 仪器和设备

红外分光光度计。

A.2.4 鉴别方法

试样在热甲苯中热解后于溴化钾片上蒸发。按照GB/T 6040的方法检测。所得红外光谱应与附录B中的红外光谱图基本一致。

A.3 结合态苯乙烯的测定

A.3.1 方法提要

试样中结合态苯乙烯含量与其折射率呈相关性,通过测定折射率计算含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 α -溴萘。

A.3.2.2 乙醇-甲苯共沸液(ETA):将无水乙醇与甲苯按7:3体积比混合。也可使用乙醇与甲苯按7:3体积比混合,将该混合物与无水氧化钙一起加热煮沸回流4h,然后进行蒸馏,收集沸程不超过1 $^{\circ}\text{C}$ 的共沸液馏分供试验用。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 阿贝折光仪:读数精确至小数第四位,并附有消色用补偿棱镜。为了测定固体的折光指数,可调其折射棱镜接近至水平位置。否则应采用钠蒸汽灯作为光源。

A.3.3.2 支架:由13 mm×13 mm的铝片或不锈钢片制成,每个角上带一根长38 mm的镍铬引线。

A.3.3.3 真空烘箱。

A.3.3.4 铝箔：厚 0.025 mm ~0.08 mm，具有良好的撕裂强度。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 试样液的制备

将试样压制厚度不大于 0.5 mm 的薄片，再切成宽 13 mm、长 25 mm 的胶条。然后将该胶条固定在支架 (A.3.3.2) 的每根引线上，使得胶条的各个侧面与溶剂充分接触。将带有胶条的支架放入盛有 60 mL 乙醇-甲苯共沸液 (ETA) 的容积为 400 mL 烧瓶中。装上回流冷凝器，在溶剂微沸条件下抽提 1 h，弃去抽提液，再加入 60 mL 乙醇-甲苯共沸液 (ETA)，继续抽提 1 h。从烧瓶中取出支架，放入压力约 1300 Pa、温度为 100 °C ± 5 °C 的真空烘箱 (A.3.3.3) 中，将胶条干燥至质量恒重。

注：避免试样因过热而塑化。试样的充分抽提和干燥十分重要，因为无论是残留的溶剂，还是未抽提完的物质，都将引起折光指数测试误差。

待试样充分干燥后，将其从支架上取下，放在两片约 25 mm × 25 mm 的洁净的铝箔之间，在约 100 °C 下，以 2.2 kN ~ 6.6 kN 的压力对铝箔施压 3 min ~ 10 min (最好 3 min ~ 5 min) 以压制成片。如果一次压制几个试片时，应按比例增加压力，以使施加在每个试片上的压力约在 3.45 MPa ~ 11.35 MPa。最终测量用试片的厚度不得超过 0.5 mm，更薄可获得更好的测试效果。压后取出条状物，冷却后备用。

A.3.4.2 测定

将处理过的试样用锋利的剪刀剪为两半，并剥下一面的铝箔，用剪刀剪下一片宽 6 mm，长 12 mm 的试样，其中宽度较窄的两端之一端应为新剪的切口。

用一滴 α-溴萘 (A.3.2.1) 做接触液，将标准玻璃块紧压贴在棱镜上，校准折光仪。调整光源，使光线通过薄皱纸散射，可获得标准玻璃块的准确读数。转动调节器，直至分界线达到十字线上 (应由亮区到暗区移动)，至少重复读数 3 次测定值。调整仪器，读取标准玻璃块的折光指数。校正完后，用乙醇和透镜纸清洁棱镜。

将试样置于棱镜上原放置标准玻璃块的位置，让试样的新剪切面朝向光源。将薄皱纸从光路移开，用手指将试样按压在棱镜上，停留 1 min，以使温度平衡。如果仍有充足的光线集中在试样的一端时，也可将上面的棱镜轻轻地压在试样上 (但仅在试样极薄时，才可以这样操作，否则会对棱镜或其固定件造成损坏)。调整补偿棱镜，直至亮区和暗区之间看到一条具有最低色彩的、清晰的分界线为止。按压棱镜上的试样，检查试样和棱镜的接触情况 (在进行此项检查时，分界线的位置不得产生变化)。试样的折射率应重复读取 3 次以上，且差值不应超过 0.0001。第一次测读后，取具有新剪切面的另一半试样按相同方法，再测得两组读数，分别进行平均。如果两组读数平均值之差不大于 0.0002，即可采用两组平均值的均值，如果差值大于 0.0002，则应进行重复试验。

注：折光指数的测量应在固定的温度 (如 25 °C) 下进行。

A.3.5 结果计算

25 °C 下的折光指数 n_{25} 按公式 (A.1) 计算：

$$n_{25} = n_t + 0.00037 \times (t - 25) \dots \dots \dots (A.1)$$

式中：

n_t ——测定温度 (t) 下的折光指数；

0.00037——相差 1 °C 时折光指数的校正系数；

t——测定温度，单位为摄氏度 (°C)；

25——转换温度为 25，单位为摄氏度 (°C)。

结合态苯乙烯的质量分数 w_1 按公式 (A.2) 计算或查表 C.1：

$$w_1 = 23.50 + 1164(n_{25} - 1.53456) - 3497(n_{25} - 1.53456)^2 \dots \dots \dots (A.2)$$

式中：

n_{25} ——25℃下的折光指数；

23.50、1164、1.53456、3497——是根据25℃下的折光指数与结合态苯乙烯含量对照表进行推算公式系数，不代表任何含义。

A.4 残留苯乙烯的测定

A.4.1 方法提要

试样中残留苯乙烯经二硫化碳提取后，气相色谱分离，用氢火焰离子化检测器检测，内标法定量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 二硫化碳。

A.4.2.2 苯乙烯。

A.4.2.3 α -甲基苯乙烯（AMS）。

A.4.2.4 甲醇。

A.4.2.5 无水硫酸钠。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。

A.4.3.2 振荡器。

A.4.4 参考色谱条件

A.4.4.1 色谱柱：不锈钢色谱柱，3 m×5 mm，填充有15%聚乙二醇（聚合后的分子量为6000）+2%氢氧化钾，载体为硅藻土（粒度180 μ m~250 μ m，酸洗并经二甲基二氯硅烷处理）或其他等效色谱柱。

A.4.4.2 载气：氮气或氦气，流量为100 mL/min。

A.4.4.3 温度：进样口为200℃，柱温为160℃，检测器为250℃。

A.4.4.4 进样量：10 μ L。

A.4.5 分析步骤

A.4.5.1 标准溶液的制备

取二硫化碳 25 mL 至 100 mL 容量瓶中，称重，精确至 0.1 mg。用 50 μ L 的注射器分别注入苯乙烯和 α -甲基苯乙烯（AMS）各 15 μ L，每次加入后称重。记录注入液体的质量（mg），苯乙烯的质量为 m_1 ， α -甲基苯乙烯（AMS）质量为 m_2 。用二硫化碳定容混匀。吸取该溶液 2 mL 至第二个 100 mL 容量瓶中，用二硫化碳定容后混匀，最后吸取该溶液 25 mL，放入第三个 100 mL 容量瓶中，再用二硫化碳定容后混匀。

A.4.5.2 α -甲基苯乙烯（AMS）溶液的制备

取二硫化碳 25 mL 至 100 mL 容量瓶中，称重，精确至 0.1 mg。用 50 μ L 的注射器注入 α -甲基苯乙烯（AMS）15 μ L，称重，记录所注入 α -甲基苯乙烯（AMS）的质量。用二硫化碳定容后混匀，吸取该溶液 2 mL，移入第二个 100 mL 容量瓶中，再用二硫化碳定容后混匀。最后，吸取该溶液 25 mL，移入第三个 100 mL 容量瓶中，用二硫化碳定容后混合。算出每毫升该溶液中 α -甲基苯乙烯（AMS）的质量（g），记作 m_4 约为 7.5×10^{-7} 。

A.4.5.3 试样溶液的制备

从样品的角上切取 5 cm×7.5 cm×12.5 cm 的试样一片，经隙度约 6mm 的冷轧机反复颠倒轧压 4 次，从离边缘 2.5 cm 的新暴露的洁净聚合体试样中切取小条约 2 g。精确称取 1.5 g（记为 m_3 ），放入有聚乙烯盖子的 100 mL 锥形瓶中，加 α -甲基苯乙烯（AMS）溶液 25.0 mL，于振荡器振摇至完全溶解（如不完全溶解，则增加 5 mL~10 mL 二硫化碳，以获得黏稠液体，在下一步中应按比例提高甲醇用量），加甲醇 25 mL，加塞，在振荡器上强烈振摇 30min。当内容物沉降后，取液体 10 mL 放入 30 mL 锥形瓶中，加水 10 mL，盖上塞子。强烈振摇 1min，将瓶子倒转，静置分层。用注射器抽取下层的二硫化碳 1 mL~2 mL，移入 20 mL 的锥形瓶，加入适量无水硫酸钠，加塞，摇动混匀后静置备用。

A. 4. 5. 4 测定

在参考色谱条件下，将标准溶液和试样溶液分别进样 10 μ L，分别记取苯乙烯和 α -甲基苯乙烯（AMS）的峰面积。

A. 4. 6 结果计算

苯乙烯响应因子 F 按（A.3）式计算：

$$F = \frac{m_1 \times a_2}{m_2 \times a_1} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_1 ——标准溶液中苯乙烯的质量，单位为克（g）；

m_2 ——标准溶液中 α -甲基苯乙烯（AMS）的质量，单位为克（g）；

a_1 ——标准溶液中苯乙烯的峰面积；

a_2 ——标准溶液中 α -甲基苯乙烯（AMS）的峰面积。

残留苯乙烯的含量 w_2 以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（A.4）计算：

$$w_2 = \frac{A_1 \times F \times 25 \times m_4 \times 10^6}{A_2 \times m_3} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

A_1 ——样液中苯乙烯的峰面积；

A_2 ——样液中 α -甲基苯乙烯的峰面积；

m_3 ——试样质量，单位为克（g）；

m_4 ——每毫升 α -甲基苯乙烯（AMS）溶液中 α -甲基苯乙烯（AMS）的质量单位为克（g）；

F ——苯乙烯相应因子；

25——标准溶液与样液稀释倍数比值；

10^6 ——单位换算系数。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准（保留一位小数）。

A. 5 1, 3-丁二烯的测定

A. 5. 1 方法提要

试样中 1,3-丁二烯单体被提取后，经气相色谱分离，用氢火焰离子化检测器检测，通过外标法定量。

A. 5. 2 试剂和材料

A. 5. 2. 1 1,3-丁二烯。

A. 5. 2. 2 二氯苯。

A. 5.3 仪器和设备

A. 5.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）和自动顶空进样器。

A. 5.3.2 顶空管形瓶：具有有机硅(涂有适当的聚四氟乙烯)或丁基橡胶的密封和压接帽，容量为10mL。

A. 5.4 参考色谱条件

A. 5.4.1 色谱柱：壁涂开管柱(WCOT)熔融石英柱，25 m ×0.32 mm，涂有Porabond Q，直径5 μm，或其他等效色谱柱。

A. 5.4.2 载气：氢气，流量为2.5 mL/min，分流比为10：1。

A. 5.4.3 温度：进样口为150 °C，检测器为320 °C，柱温起始为50 °C，保持10 min，以5 °C/min的速率升至300 °C。

A. 5.4.4 顶空进样器的条件：样品温度为120 °C，恒温时间为20 min，振动开/关时间为15 s /5 s，振动速度为2000 r/min，注射器温度为125 °C，注射器注满延迟为5 min，柱塞填满速度为200 μL/s，柱塞进样速度为250 μL/s，注射器冲洗时间为60 s。

A. 5.5 分析步骤

A. 5.5.1 1,3-丁二烯贮存溶液（约 2500 mg/L）的制备

将约 20mL 二氯苯加入带玻璃塞的 25 mL 容量瓶，测定其重量，精确至 0.1mg。用巴氏滴管，通过缓慢鼓泡的方法将 1,3-丁二烯从气瓶中通入。约 30 秒后移走滴管，避免在滴管上留下溶剂液滴。封好玻璃瓶，混合并且测定其质量，精确到 0.1 mg。溶液中 1,3-丁二烯含量应为 62.5 mg 左右。用二氯苯稀释至刻度，然后小心混合。计算 1,3-丁二烯的实际浓度，单位为 mg/L。

A. 5.5.2 1,3-丁二烯稀释贮存溶液（约 25 mg/L）的制备

在 25 mL 容量瓶中加入约 24 mL 的二氯苯，再用微量注射器加入 250 μL 的 1,3-丁二烯贮存溶液。注射时应始终保持注射器针头部在溶液的液面以下，且拉回来前应旋动注射器。在瓶中加入二氯苯至刻度，并小心混合。计算混合标准溶液中 1,3-丁二烯的实际浓度，单位为 μg/mL。

注：稀释贮存溶液应含有约 25 μg/mL 的被测物质。如实际浓度与预期浓度差异过大，应加入适量贮存溶液以得到预期的 25 μg/mL 浓度的溶液。

A. 5.5.3 1,3-丁二烯标准校正溶液的制备

在 6 个 50 mL 容量瓶中分别加入约 45 mL 的二氯苯，再分别加入 200 μL、150 μL、100 μL、50 μL、10 μL 和 5 μL 的 1,3-丁二烯稀释贮存溶液，加入二氯苯定容摇匀，此时 1,3-丁二烯的浓度约为 0.1 μg/mL、0.075 μg/mL、0.05 μg/mL、0.025 μg/mL、0.005 μg/mL 和 0.0025 μg/mL。

注：标准校正溶液保存于密封容器中，在避免光照和开瓶的条件下，可在 4 °C 储存 3 个月左右。容器打开两次后该溶液应废弃（建议将标准校正溶液分成每份 5 mL，用顶空样品瓶妥善保存）。

A. 5.5.4 试样溶液的制备

称取试样 0.5 g ± 0.05 g，精确到 1mg，置入顶空管形瓶中。记录样品的实际重量。加入 5.0mL 二氯苯，用隔垫和压接帽封闭顶空管形瓶。在室温下储存至少 24h，以促进橡胶溶解，也可以用持续摇晃或提高温度的方法来加速溶解，但应待固体完全溶解后方可继续。猛烈振动 1min 使溶液均匀。振动过程应避免溶剂将隔垫弄湿。

A. 5.5.5 校正溶液的制备

向 6 个顶空管形瓶中移入 5mL 各浓度的 1,3-丁二烯标准校正溶液（A. 5.5.3），另有一个顶空管形瓶加入 5 mL 二氯苯。用隔垫和压接帽立即密封管形瓶。该校正溶液的储存时间最好与试样溶液的储存

时间相同。

A. 5. 5. 6 加标试样溶液的制备

称取固体橡胶试样 0.5 ± 0.05 g, 精确到 1mg, 置入顶空管形瓶中。记录样品的实际重量。添加 5.0 mL 的 $0.05 \mu\text{g/mL}$ 的 1,3-丁二烯标准校正溶液, 然后立即用隔垫和压接帽封闭管形瓶。在室温下储存至少 24h, 以促进橡胶溶解, 待固体完全溶解后备用。

A. 5. 5. 7 校正曲线

猛烈摇动校准溶液 1min 使其均匀, 再将顶空管形瓶安放在顶空自动进样器中自动进样, 得到色谱图后, 根据保留时间识别相关峰所对应的物质。通过电子积分仪计算峰面积, 绘制峰面积和标准溶液中单体浓度的曲线图, 得到 1,3-丁二烯的校准曲线($\mu\text{g/mL}$)。

如相关系数低于 0.996, 则应从 A. 5. 5. 3 开始, 重新进行试验。

A. 5. 5. 8 测定

猛烈摇动试样溶液以及加标试样溶液 1min 使其均匀, 再将顶空管形瓶安放在顶空自动进样器中自动进样, 得到色谱图后, 根据保留时间识别相关峰所对应的物质。通过电子积分仪计算峰面积, 并通过校正曲线计算单体的浓度。

A. 5. 6 结果计算

利用回归曲线计算胶基聚合物中残留单体含量。如果回归线方程如下:

$$y = ax[\mu\text{g/mL}] + b$$

则溶液中单体浓度的计算见式 (A.5):

$$c = (y - b)/a \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

c ——单体浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)。

按式 (A.6) 计算 1,3-丁二烯在丁苯橡胶中的残留量 X_2 , 单位为毫克每千克 (mg/kg):

$$X_2 = \frac{c \times (V_1 + V_2)}{m_5} \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

c ——自校正曲线计算得到的 1,3-丁二烯浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试样中二氯苯的体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——试样中丁苯橡胶的体积, 单位为毫升 (mL), 可根据丁苯橡胶的质量计算, 以密度为 0.92 g/cm^3 ;

m_5 ——丁苯橡胶试样的质量, 单位为克 (g)。

A. 6 残留己烷的测定

A. 6. 1 方法提要

试样中残留己烷提取后, 经毛细管气相色谱分离, 用氢火焰离子化检测器检测, 与标准溶液比较, 检查试样中残留己烷的限量。

A. 6. 2 试剂和材料

- A. 6. 2. 1 异辛烷（2,2,4-三甲基戊烷）：色谱纯。
- A. 6. 2. 2 正壬烷。
- A. 6. 2. 3 正己烷。
- A. 6. 2. 4 甲醇。

A. 6. 3 仪器和设备

- A. 6. 3. 1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。
- A. 6. 3. 2 振荡器。

A. 6. 4 参考色谱条件

- A. 6. 4. 1 色谱柱：304.8cm×0.476cm的不锈钢柱，内填充红色硅燥土（粒度为180 μ m~250 μ m，含15%二癸基酞酸盐），或其他等效色谱柱。
- A. 6. 4. 2 载气：氮气，流量为1.0 mL/min，分流比为10: 1。
- A. 6. 4. 3 温度：进样口为240 $^{\circ}$ C,检测器为250 $^{\circ}$ C，柱温起始为120 $^{\circ}$ C，保持3min，以5 $^{\circ}$ C/min的速率升至160 $^{\circ}$ C。
- A. 6. 4. 4 进样量：5 μ L。

A. 6. 5 分析步骤

A. 6. 5. 1 内标原液的制备

准确称取正壬烷 150 mg，移至 50 mL 容量瓶中，用异辛烷定容混匀，此内标原液每毫升含正壬烷 3mg。

A. 6. 5. 2 稀释内标溶液的制备

吸取内标原液 10.0 mL，至 100 mL 容量瓶中，用异辛烷定容并混匀。再吸取此溶液 5.0 mL，移入 250mL 容量瓶，定容并混匀。此稀释内标液每毫升含正壬烷 6 μ g。

A. 6. 5. 3 己烷标准溶液的制备

准确称取正己烷 150 mg，移入 50mL 容量瓶中，用异辛烷定容、混匀。吸取此溶液 1.0 mL 至 100mL 容量瓶中，用异辛烷定容后混匀，再吸取该溶液 10mL 和内标原液 0.1 mL，放入 50 mL 容量瓶中，用异辛烷定容混匀，此标准溶液每毫升含己烷和正壬烷均为 6 μ g。

A. 6. 5. 4 试样溶液的制备

准确称取固体橡胶试样 1.5 g，放入容量约 110 mL 的瓶中，移入稀释内标液 25 mL，加塞，振荡 12h。加甲醇 50 mL，振摇 15min，使聚合物形成沉淀析出。自然静置至澄清后，将上层水相液轻轻倒入 250 mL 分液漏斗中，用 25 mL 甲醇洗涤聚合物沉淀，洗液同样并入分液漏斗，在分液漏斗中加冷水 50 mL~75 mL，振摇 1min，间歇排气泄压。静置分层，放出底层水相。另取冷水 50 mL 重复洗涤异辛烷层，经振摇、分层后，排除底层水相。移取异辛烷层液 10 mL，放入小瓶中供定量分析用。

A. 6. 5. 5 测定

用两份己烷标准液进行色谱分析，每份 5 μ L。据此算出己烷和壬烷两峰面积。用同样方法，对两份试样溶液（每份 5 μ L）进行色谱分析，并据此得出己烷、正壬烷峰面积。

A. 6. 6 结果计算

试样溶液的己烷和壬烷的峰面积之比不得超过己烷标准液所得的比值。

A.7 醌类的测定

A.7.1 方法提要

醌类物质在酸性条件下与 2,4-二硝基苯肼发生加成反应, 在 620nm 处分别测定试样和参照物的吸光值, 然后计算其含量。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 对苯二酚。

A.7.2.2 硫酸溶液: 15%。

A.7.2.3 碳酸钠溶液: 0.1mol/L。

A.7.2.4 甲醇: 脱一氧化碳。

A.7.2.5 盐酸。

A.7.2.6 二乙醇胺吡啶溶液: 1%。

A.7.2.7 2,4-二硝基苯肼溶液: 取 2,4-二硝基苯肼 100 mg, 溶于 50 mL 脱一氧化碳的甲醇中, 加盐酸 4 mL, 用水定容至 100 mL。

A.7.3 仪器和设备

A.7.3.1 分光光度计。

A.7.3.2 比色皿: 1cm。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 对苯二酚标准液的制备

取对苯二酚 25.0 mg, 精确至 0.0001 g, 至 100 mL 容量瓶中, 加水溶解后, 定容混匀。分别取该溶液 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 和 6.0 mL, 放入 5 个 100 mL 容量瓶中, 各用水定容混匀。分别取 2.0 mL, 至 5 只 25 mL 的刻度管中, 并各加 0.1 mol/L 碳酸钠液 0.5 mL, 立即振摇, 再加入 15% 硫酸 1.0 mL (本操作所用时间不超过 15 s)。然后于每只刻度管中加 2,4-二硝基苯肼溶液 1.0 mL, 加塞, 于 70 °C 水浴中加热 1 h, 冷至室温, 各加水 13 mL 和苯 5.0 mL, 加塞后剧烈振摇。待静置分层后, 从各比色管中吸取苯层液 2.0 mL, 分别放入两只均盛有 1% 二乙醇胺的吡啶液 10 mL 的试管中。振摇后, 放置 10 min 显色。

A.7.4.2 操作步骤

取洗过的试样 30 g, 精确至 0.01g, 记为 m_3 , 放入一 250 mL 的双口烧瓶中, 加水 100 mL, 在 66 °C 下加热 2 h (不得至沸)。冷却至室温后, 取该萃取液 5.0 mL, 放入 25 mL 比色管中。取水 5.0 mL 放入另一比色管中作为空白试样。然后各加入 15% 硫酸 1.0 mL。于含有试样萃取液的比色管中加 0.1 mol/L 碳酸钠 0.5 mL, 然后按 A.7.4.1 的方法进行, 从“立即摇振, 再加入 15% 硫酸 1.0 mL……”开始操作。

将试样液盛于 1 cm 比色池中, 于 620 nm 处测定吸光度, 以空白试样为空白对照。按同样方法测定各标准溶液的吸光度, 并根据标准液中对苯二酚的浓度与吸光度之间的关系绘制标准曲线, 再根据标准曲线, 得出试样液中醌类 (以苯醌计) 的质量。

A.7.5 结果计算

试样中的醌类含量 X_3 (以苯醌计), 单位为毫克每千克 (mg/kg), 按 (A.7) 式计算:

$$X_3 = \frac{20m_7}{m_6} \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

m_6 ——所取试样量，单位为克（g）；

m_7 ——标准曲线查出的醜的质量，单位为微克（ μg ）；

20——样品的稀释倍数。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准（保留一位小数）。

A.8 锂的测定

A.8.1 方法提要

采用原子吸收分光光度计，配有锂空心阴极灯，在 670nm 处分别测定试样和标样的吸光值，检查试样中锂的限量。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 碳酸锂：标准品。

A.8.2.2 盐酸。

A.8.3 仪器和设备

A.8.3.1 原子吸收分光光度计，配有锂元素空心阴极灯。

A.8.3.2 铂坩埚。

A.8.3.3 高温炉。

A.8.4 分析步骤

A.8.4.1 锂标准液的制备

取标准品碳酸锂 399.3 mg，至 1000 mL 容量瓶中，用最少量的 1:1 盐酸液溶解后，加水定容并混匀。取此液 10.0 mL 至 100 mL 容量瓶中，加水定容混匀。再取此液 10.0 mL 放入第二个 100 mL 容量瓶内，加盐酸 1.0 mL，用水稀释至刻度，混合。本标准液每 100 mL 含锂 75 μg 。

A.8.4.2 试样液的制备

精确称取固体胶试样 1 g，包于无水无灰滤纸中，放入已知重量的铂坩埚中，在 100 $^{\circ}\text{C}$ 下加热 15 min，然后于高温炉中 1h~2h 内逐步加热至 500 $^{\circ}\text{C}$ ，维持该温度 15 min~20 min 后，取出，于干燥器中冷却。将坩埚中物料移入 100 mL 容量瓶中，加 1:1 盐酸液 1 mL，再用水稀释至刻度后混匀。

A.8.4.3 测定

分别测定标准液和试样液的吸光度。

A.8.5 结果判定

由试样液所产生的吸光度不超过标准液所产生的吸光度，即为锂 $\leq 75.0 \text{ mg/kg}$ 。

附录B

丁苯橡胶红外光谱图

丁苯橡胶红外光谱图见图 B.1、图 B.2。

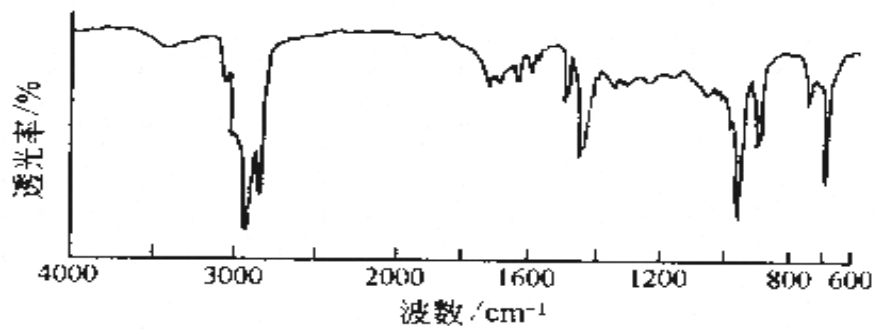


图 B.1 丁苯橡胶 (75/25), 固体

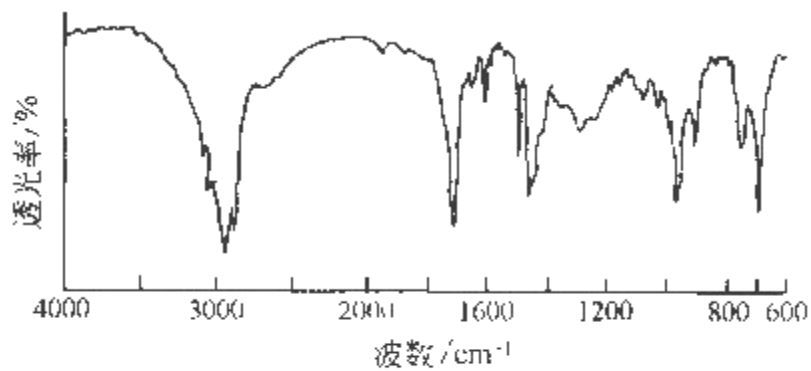


图 B.2 丁苯橡胶 (50/50), 固体

附录C

25℃下折光指数与结合态苯乙烯含量对照表

25℃下折光指数与结合态苯乙烯含量对照表见表 C.1。

表 C.1 25℃下折光指数与结合态苯乙烯含量对照表

折光指数 n_{25}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1.515	—	—	—	—	—	0.05	0.18	0.31	0.44	0.57
1.516	0.70	0.83	0.96	1.09	1.22	1.34	1.47	1.60	1.73	1.86
1.517	1.99	2.12	2.25	2.37	2.50	2.63	2.76	2.89	3.02	3.14
1.518	3.27	3.40	3.53	3.66	3.78	3.91	4.04	4.17	4.29	4.42
1.519	4.55	4.67	4.80	4.93	5.06	5.18	5.31	5.44	5.56	5.69
1.520	5.82	5.94	6.07	6.20	6.32	6.45	6.57	6.70	6.83	6.95
1.521	7.08	7.20	7.33	7.46	7.58	7.71	7.83	7.96	8.08	8.21
1.522	8.33	8.46	8.58	8.71	8.83	8.96	9.08	9.21	9.33	9.46
1.523	9.58	9.71	9.83	9.95	10.08	10.20	10.33	10.45	10.57	10.70
1.524	10.82	10.95	11.07	11.19	11.32	11.44	11.56	11.69	11.81	11.93
1.525	12.06	12.18	12.30	12.43	12.55	12.67	12.79	12.92	13.04	13.16
1.526	13.28	13.41	13.53	13.65	13.77	13.89	14.02	14.14	14.26	14.38
1.527	14.50	14.62	14.75	14.87	14.99	15.11	15.23	15.35	15.47	15.60
1.528	15.72	15.84	15.96	16.08	16.20	16.32	16.44	16.56	16.68	16.80
1.529	16.92	17.04	17.16	17.28	17.40	17.52	17.64	17.76	17.88	18.00
1.530	18.12	18.24	18.36	18.48	18.60	18.72	18.84	18.96	19.08	19.19
1.531	19.31	19.43	19.55	19.67	19.79	19.91	20.03	20.14	20.26	20.38
1.532	20.50	20.62	20.73	20.85	20.97	21.09	21.21	21.32	21.44	21.56
1.533	21.68	21.79	21.91	22.03	22.15	22.26	22.38	22.50	22.61	22.73
1.534	22.85	22.96	23.08	23.20	23.31	23.43	23.55	23.66	23.78	23.90
1.535	24.01	24.13	24.24	24.36	24.47	24.59	24.71	24.82	24.94	25.05
1.536	25.17	25.28	25.40	25.51	25.63	25.74	25.86	25.97	26.09	26.20
1.537	26.32	26.43	26.55	26.66	26.78	26.89	27.00	27.12	27.23	27.35
1.538	27.46	27.58	27.69	27.80	27.92	28.03	28.14	28.26	28.37	28.48
1.539	28.60	28.71	28.82	28.94	29.05	29.16	29.28	29.39	29.50	29.61
1.540	29.73	29.84	29.95	30.06	30.18	30.29	30.40	30.51	30.62	30.74
1.541	30.85	30.96	31.07	31.18	31.30	31.41	31.52	31.63	31.74	31.85
1.542	31.96	32.07	32.19	32.30	32.41	32.52	32.63	32.74	32.85	32.96
1.543	33.07	33.18	33.29	33.40	33.51	33.62	33.73	33.84	33.95	34.06
1.544	34.17	34.28	34.39	34.50	34.61	34.72	34.83	34.94	35.05	35.16
1.545	35.27	35.38	35.48	35.59	35.70	35.81	35.92	36.03	36.14	36.25
1.546	36.35	36.46	36.57	36.68	36.79	36.89	37.00	37.11	37.22	37.33
1.547	37.43	37.54	37.65	37.76	37.86	37.97	38.08	38.19	38.29	38.40
1.548	38.51	38.61	38.72	38.83	38.93	39.04	39.15	39.25	39.36	39.47
1.549	39.57	39.68	39.79	39.89	40.00	40.10	40.21	40.32	40.42	40.58
1.550	40.63	40.74	40.84	40.95	41.05	41.16	41.26	41.37	41.47	41.58
1.551	41.68	41.79	41.89	42.00	42.10	42.21	42.31	42.42	42.52	42.63
1.552	42.73	42.83	42.94	43.04	43.15	43.25	43.35	43.46	43.56	43.66
1.553	43.77	43.87	43.97	44.08	44.18	44.28	44.39	44.49	44.59	44.70
1.554	44.80	44.90	45.00	45.11	45.21	45.31	45.41	45.52	45.62	45.72
1.555	45.82	45.92	46.03	46.13	46.23	46.33	46.43	46.54	46.64	46.74
1.556	46.84	46.94	47.04	47.14	47.25	47.35	47.45	47.55	47.65	47.75
1.557	47.85	47.95	48.05	48.15	48.25	48.35	48.45	48.55	48.65	48.75
1.558	48.85	48.95	49.05	49.15	49.25	49.35	49.45	49.55	49.65	49.75
1.559	49.85	49.95	50.05	50.15	50.25	50.35	50.44	50.54	50.64	50.74
1.560	50.84	50.94	51.04	51.13	51.23	51.33	51.43	51.53	51.63	51.72
1.561	51.82	51.92	52.02	52.11	52.21	52.31	52.41	52.50	52.60	52.70
1.562	52.80	52.89	52.99	53.09	53.18	53.28	53.38	53.47	53.57	53.67
1.563	53.76	53.86	53.96	54.05	54.15	54.25	54.34	54.44	54.53	54.63
1.564	54.73	54.82	54.92	55.01	55.11	55.20	55.30	55.39	55.49	55.58