



中华人民共和国国家标准

GB/T 46325—2025

硫化橡胶 游离硫含量的测定 气相色谱法(GC)和高效液相色谱法(HPLC)

Vulcanized rubber—Determination of free sulfur content—Gas chromatography (GC) method and high performance liquid chromatography (HPLC) method

[ISO 20163:2019, Vulcanized rubber—Determination of free sulfur by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC), MOD]

2025-10-05 发布

2026-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件修改采用 ISO 20163:2019《硫化橡胶 用气相色谱(GC)和高效液相色谱(HPLC)测定游离硫含量》。

本文件与 ISO 20163:2019 相比在结构上有较多调整。两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A。

本文件与 ISO 20163:2019 技术差异及其原因如下：

- 增加了方法 C(液相非衍生化法)及相应的测试原理、所用仪器设备及试剂、测试步骤、结果描述和标准溶液配制方法,因为此方法较 A 法、B 法操作简单且毒性低(见第 4 章~第 10 章、附录 D)；
- 更改了 6.10 中乙酸铵的纯度类型,由“分析纯”改为“色谱纯”,以得到更好的测试结果；
- 更改了第 8 章中方法 A 和方法 B 的样品制备步骤,增加制样颗粒度要求、推荐了抽提用溶剂和抽提时间,更改了稀释溶剂的量和容量瓶的体积,并增加空白试验,以便于操作和测试结果准确；
- 更改了 9.1 中气相色谱法(GC-MS)的分流比,由“42”改为“10 : 1”,以利于目标化合物测试；
- 更改了 10.2 中方法 A 和方法 B 的计算公式,将空白试验浓度增加到公式中。

本文件还做了下列编辑性改动：

- 修改了方法 A 和方法 B 游离硫含量的表示单位(见第 10 章和第 12 章)。
- 完善和修正了国际标准公式的错误。

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会(SAC/TC 35/SC2)归口。

本文件起草单位：贵州轮胎股份有限公司、西北橡胶塑料研究设计院有限公司、中策橡胶集团股份有限公司、山东华盛橡胶有限公司、广州合成材料研究院有限公司、山东玲珑轮胎股份有限公司、三角轮胎股份有限公司、万力轮胎股份有限公司、赛轮集团股份有限公司、风神轮胎股份有限公司、西安新思路橡塑材料有限公司、山东阳谷华泰化工股份有限公司、聊城金歌合成材料有限公司、株洲时代新材料科技股份有限公司、江苏麒祥高新材料有限公司、八亿橡胶有限责任公司、双钱集团上海轮胎研究所有限公司、北京市科学技术研究院分析测试研究所(北京市理化分析测试中心)、北京橡胶工业研究设计院有限公司、北京橡胶院橡胶轮胎检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：皮成艳、冯萍、滕晓晓、刘瑶新、郇坚、左力力、张玉亮、徐凯、彭军、朱家俊、刘丽、路波、李威、严文利、韩潇、余涵、黄艳军、郑宁娟、葛永亮、贾元山、方昭、朱金伟、黄存影、刘秀峥、刘万兴、沈谈笑、黄安民、姚翔、彭华龙、杨朔、姚明、董文武、邵鹏、周阳、丁晓英、王娜、牛聃葳、罗灵曦。

硫化橡胶 游离硫含量的测定 气相色谱法(GC)和高效液相色谱法(HPLC)

警示 1——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,并保证符合国家的相关法规规定的条件。

警示 2——本文件规定的某些步骤可能涉及使用或产生某些废弃物,这可能会对局部环境产生危害。相关文件中应规定适当的安全操作和废弃物使用后的处理条款。

1 范围

本文件描述了用色谱法测定橡胶硫化过程中未消耗的无机游离硫(S_x)含量的方法。此方法主要用于比较不同硫化程度橡胶中的游离硫含量。

注 1: 本文件中“无机游离硫”用“游离硫”代替。

注 2: 本方法测定的游离硫含量并不包含硫化剂中的硫。

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—2024 橡胶 溶剂抽出物的测定(ISO 1407:2023, IDT)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

游离硫可通过以下三种方法定量分析:气相色谱-质谱联用法(GC/MS)或者气相色谱-氢火焰离子化检测法(GC/FID)(方法 A)、高效液相色谱衍生化法(HPLC/UV)(方法 B)和高效液相色谱非衍生化法(HPLC/UV)(方法 C)。

方法 A 和 B 的硫化胶样品首先按 GB/T 3516—2024 中方法 B 进行抽提,在得到的溶液中加入已知量的三苯基膦(TPP)。TPP 与游离硫反应形成稳定化合物三苯基硫化膦(TPPS),衍生化反应方程式见图 1。

TPPS 化合物含有芳环,具有下列优点:

- 首先,较游离硫具有更活跃的生色基团,因此在 HPLC/UV 中更容易被检测到;
- 其次,具有足够的热稳定性以被注射进入 GC。

以下定量方法适用于 GC 和 HPLC 两种色谱。GC(方法 A)和 HPLC 衍生化法(方法 B)所用的样品制备方法相同。

——当样品中游离硫含量未知时,优选标准加入法,该方法可校正基质效应。