

索氏提取仪测定丁腈橡胶中的溶剂可萃取物含量

一、前言

丁腈橡胶（NBR）作为一种重要的合成橡胶材料，广泛应用于密封件、软管、垫片等耐油制品领域。在橡胶的加工与使用过程中，为改善其加工性能及制品性能，通常会添加多种助剂，如增塑剂、防老剂、硫化促进剂、抗氧剂等。此外，橡胶中可能残留未反应的单体、低聚物及其他挥发性或可溶性组分。这些可溶性物质的存在，不仅影响橡胶基质的纯度与性能稳定性，也直接干扰结合丙烯腈含量等关键指标的准确测定。

因此，对丁腈橡胶中溶剂可萃取物含量的测定，是橡胶质量控制、配方优化及工艺监控的重要环节。通过测定橡胶样品在特定有机溶剂中的可萃取物含量，可有效评估橡胶的组成一致性、加工助剂残留及产品纯净度，为橡胶材料的研究与生产提供关键数据支撑。

本方案参考《ISO 1407:2023 Rubber — Determination of solvent extract》国际标准，采用索氏提取仪，以无水乙醇为抽提溶剂，对丁腈橡胶样品进行回流抽提，通过测定样品萃取前后的质量差异，计算可溶性萃取物含量，旨在为橡胶行业用户提供一套规范、高效、准确的分析参考。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

SOX406 索氏提取仪。

2.2 试剂

无水乙醇。

2.3 样品

丁腈橡胶。

三、实验方案

3.1 仪器与样品准备

请参照说明书，清洗溶剂杯，使用卷纸棒将滤纸卷成滤纸筒状干燥并称重记为 m_0 。在干净的滤纸筒架中放入叠好的滤纸筒。

3.2 样品称量

将橡胶样品使用剪刀剪成小粒状，使用用叠好的滤纸（尽量压平，并适当折叠）精确称取 1g（精确至 0.1mg）左右的橡胶样品质量记为 m 。随后于样品上方平铺一层脱脂棉，放入滤纸筒中。

3.3 抽提

将盛有样品和滤纸筒的滤纸筒架放入抽提室，向溶剂杯中加入约 70mL 无水乙醇，然后将溶剂杯放在对应的通道处。

设置仪器的抽提温度为 120℃，将压杆下压使接收杯被抽提室密封；设置抽提时间为 960min（若无法过夜抽提，则可分两天测试即可）。抽提时，将样品下放至接收杯中浸泡 1h，然后将样品拉起，继续抽提至计时结束。抽提结束后，将回流阀门关闭，对试剂进行回收（约 20min），然后抬起压杆，取出接收杯。

注：浸泡时，要注意样品的浸泡高度，滤纸筒的 1/2 左右浸泡于接收杯即可。另外抽提结束后，立即将脱脂棉取出防止其粘在样品中，影响测试结果。

3.4 称量

将抽提结束后的含样品滤纸筒在 105℃ 下烘干 3 小时左右直至恒重，样品加滤纸筒总重记为 m_1 。

3.5 溶剂可萃取物含量 X (%) 计算：

$$X = \frac{(m_0 + m - m_1)}{m} \times 100\%$$

四、测试结果

表一 样品溶剂萃取物含量表

样品名称	称样量/g	滤纸空重/g	样品加滤纸抽提后总重/g	溶剂萃取物含量/%	均值/%	精密度/%
1#	1.0671	0.9661	2.0012	2.9988	3.0238	1.65
	1.0037	0.9689	1.9420	3.0487		
2#	1.0021	0.9659	1.9380	2.9937	3.0403	3.06
	1.0237	0.9683	1.9604	3.0868		

注：表中精密度的计算方式为两次独立测试结果的绝对差值与其算术平均值的比值。

五、结论

本方案采用 SOX406 索氏提取仪，依据《ISO 1407:2023》标准，对丁腈橡胶样品中的可溶性萃取物含量进行测定。结果表明，该方法操作简便、重现性好，能够准确去除并定量分析橡胶中的加工助剂、增塑剂、防老剂等可溶性添加物，为后续结合丙烯腈含量的准确测定提供了可靠的前处理保障。SOX406 索氏提取仪可用于丁腈橡胶中可萃取物含量的高效、标准化测试。

六、参考标准

[1] 《ISO 1407:2023 Rubber Determination of solvent extract》；