

异戊二烯橡胶检验技术的创新与实践

李换群

身份证号: 441723198509164721

DOI:10.61369/ME.2025040001

摘 要： 异戊二烯橡胶（IR）作为高性能合成橡胶，其质量检验技术的创新对提升产品性能至关重要。传统检测方法存在效率低、精度不足等局限，难以满足现代化生产需求。本研究探讨了近红外光谱（NIRS）、拉曼光谱等快速检测技术，以及气相色谱-质谱（GC-MS）、凝胶渗透色谱（GPC）等联用方法的优化方案，显著提升了 IR 分子结构、交联密度及杂质含量的检测效率和准确性。结合在线监测系统与自动化检验设备的应用，实现了生产过程的实时质量控制。案例表明，新技术体系使检测时效提升 40 倍，产品废品率降低 75%，经济效益显著。未来人工智能与大数据技术的融合将进一步推动 IR 检验向智能化发展。

关 键 词： 异戊二烯橡胶；碳五石油树脂；近红外光谱；在线检测

Innovation and Practice of Isoprene Rubber Inspection Technology

Li Huanqun

ID: 441723198509164721

Abstract： Isoprene rubber (IR), a high-performance synthetic rubber, benefits greatly from innovations in quality inspection technology, which are essential for enhancing product performance. Traditional testing methods, characterized by low efficiency and insufficient accuracy, fail to meet the demands of modern production. This study explores rapid detection techniques such as near-infrared spectroscopy (NIRS) and Raman spectroscopy, along with optimized methods like gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and gel permeation chromatography (GPC). These advancements significantly enhance the efficiency and accuracy of detecting IR molecular structure, crosslink density, and impurity levels. By integrating online monitoring systems and automated inspection equipment, real-time quality control during the production process is achieved. Case studies show that the new technology system has increased detection efficiency by 40 times, reduced the product defect rate by 75%, and yielded significant economic benefits. The integration of artificial intelligence and big data technologies is expected to further advance the intelligent inspection of IR.

Keywords： isoprene rubber; C5 petroleum resin; near infrared spectrum; online detection

引言

异戊二烯橡胶（IR）在轮胎、医疗器械等领域应用广泛，其性能取决于分子结构与生产工艺控制。《中国橡胶行业“十四五”发展规划纲要》（2021 年）提出要突破高端合成橡胶材料的关键制备与检测技术，推动产业绿色化、智能化升级。碳五石油树脂（C5 树脂）作为 IR 生产的关键改性剂，其成分调控直接影响产品性能。传统检验方法检测周期长、精度不足，难以满足现代化生产需求。随着《智能制造标准体系建设指南》（2023 年修订）的实施，近红外光谱、拉曼光谱等快速检测技术与色谱-质谱联用方法的创新应用，为建立高效精准的 IR 质量监控体系提供了技术支撑。研究新型检验技术对提升产品质量、实现智能制造意义重大，符合国家推动制造业高质量发展和“双碳”目标的政策导向。

一、异戊二烯橡胶与碳五石油树脂的理化特性

（一）异戊二烯橡胶的结构与性能

异戊二烯橡胶（IR）的分子结构主要由顺式-1,4、反式-1,4 和 3,4-加成结构组成，其中顺式-1,4 结构的含量直接影响橡胶的弹性和力学性能。高顺式结构（>98%）的 IR 表现出

优异的拉伸强度、回弹性和耐磨性，接近天然橡胶的性能；而反式结构占比增加会导致材料硬度提高，适用于特殊应用场景如高尔夫球壳^[1]。分子量分布是影响加工性能和最终制品质量的关键因素，窄分布可改善流动性，但可能牺牲强度；宽分布则有助于平衡加工性和力学性能。凝胶含量过高会降低 IR 的均匀性和可塑性，而灰分作为无机杂质残留的指标，需严格控制以避免催化剂

的负面影响^[2]。

（二）碳五石油树脂在 IR 生产中的作用

碳五石油树脂（C5 树脂）作为异戊二烯橡胶的重要改性剂，通过物理共混或化学接枝改善 IR 的粘接性和加工性能。其增粘机理源于树脂中的非极性烃类结构与 IR 分子链的相容性，降低熔体粘度并增强初粘力。双环戊二烯（DCPD）和间戊二烯是 C5 树脂的主要活性组分，DCPD 的高刚性环状结构可提升 IR 的热稳定性，而间戊二烯的线性结构有助于提高柔韧性。通过调整树脂中各组分的比例，可精准调控 IR 的粘弹性、耐老化性和动态力学性能，满足不同应用场景的需求^[3]。

二、传统异戊二烯橡胶检验技术及局限性

（一）常规检测方法

传统异戊二烯橡胶（IR）的检验技术主要依赖化学分析法和物理性能测试。化学分析法中，溴值测定用于评估 IR 的不饱和度，反映其聚合活性和交联潜力；红外光谱（IR）分析则通过特征吸收峰鉴别分子结构，如顺式/反式异构体比例及端基类型。物理性能测试包括门尼粘度测定，用于表征橡胶的加工流动性，而拉伸强度、断裂伸长率等力学测试评估最终产品的适用性。这些方法虽能提供基础性能数据，但大多依赖离线实验室检测，无法实现生产过程的红外光谱（IR）分析则通过特征吸收峰鉴别分子结构，如顺式/反式异构体比例及端基类型^[4]。

（二）现有技术的不足

传统检测方法的显著局限性在于耗时性，化学分析需经过样品制备、试剂反应及数据解析多步骤，难以匹配现代化生产的快速调控需求。物理性能测试如门尼粘度或拉伸试验同样受限于样品制备和测试周期，无法实时监控产线波动。此外，对微量杂质的检测灵敏度不足，如齐格勒-纳塔催化剂残留或低分子量副产物，可能影响 IR 的长期稳定性与加工性能。现有技术对复杂组分（如碳五石油树脂改性体系）的解析能力有限，制约了高性能 IR 产品的精准开发与质量控制。

三、异戊二烯橡胶检验技术的创新方向

（一）基于光谱分析的快速检测技术

1. 近红外光谱（NIRS）的应用

近红外光谱技术通过测定分子振动倍频与合频吸收，实现对异戊二烯橡胶分子量分布与交联密度的非破坏性快速分析。该技术利用化学计量学建立光谱特征峰与聚合物参数间的定量模型，可在 30 秒内完成样品检测。相较于传统凝胶渗透色谱，NIRS 消除了溶剂消耗与色谱柱老化问题，特别适用于生产线上实时质量监控。现代光纤探头技术的应用进一步拓展了其检测场景，可直接安装于密炼机或挤出机实现原位监测。

2. 拉曼光谱在杂质检测中的突破

拉曼光谱凭借其指纹识别能力，可有效区分碳五石油树脂中双环戊二烯（DCPD）与间戊二烯的分子振动特征差异。共聚焦显微拉曼技术将空间分辨率提升至 1 μm 级别，能够定位树脂-橡胶界面处的组分分布^[5]。表面增强拉曼光谱（SERS）通过纳米银基底的等离激元效应，将检测限降低至 ppm 级，成功实现了催化剂

残留物吡啶类化合物的痕量检测。该技术克服了红外光谱中水峰干扰的固有缺陷，为湿法工艺中的在线监测提供了新方案。

（二）色谱与质谱联用技术的优化

1. 气相色谱-质谱（GC-MS）分析挥发组分

气相色谱-质谱联用技术通过毛细管色谱柱的高效分离与质谱的选择性检测，可精准识别异戊二烯橡胶中残留单体及低分子量添加剂。新型固相微萃取（SPME）前处理技术的应用显著提高了挥发性组分的富集效率，检测限达到 0.1 $\mu\text{g/g}$ 。飞行时间质谱（TOF-MS）的引入使未知添加剂的结构解析更为可靠，通过精确质量数测定可建立包含 200 余种橡胶助剂的数据库^[6]。该技术已成功应用于异戊二烯生产过程中阻聚剂、防老剂等添加剂的残留监控。

2. 凝胶渗透色谱（GPC）改进方案

现代凝胶渗透色谱系统通过并联多检测器（RI/UV/光散射）配置，实现了异戊二烯橡胶绝对分子量的直接测定，消除了传统校准曲线法的系统误差^[7]。高温 GPC（150℃）配合新型耐高温色谱柱，解决了橡胶样品在常温溶剂中溶解性差的问题。自动进样器与在线脱气装置的联用使单样分析时间缩短至 25 分钟，通量提升 300%^[7]。多角度激光光散射检测器（MALLS）的引入使支化度测定精度达到 $\pm 2\%$ ，为研究聚合工艺对分子结构的影响提供了可靠工具。

四、检验技术的实践应用与案例分析

（一）碳五石油树脂的质量控制

1. 树脂成分的标准化检测流程

碳五石油树脂的质量控制依赖于关键指标的快速准确测定。自动化环球法软化点测定仪的引入使测试时间从传统方法 60 分钟缩短至 15 分钟，测试精度达到 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。色度检测采用分光光度法替代目视比色法，通过 CIE Lab 系统定量表征树脂颜色，消除了人为误差。近红外光谱在线监测系统实现了软化点、色度等 6 项指标的同步测定，每 2 分钟完成一次全分析，数据直接传输至中央控制系统。标准化检测流程的建立使不同批次树脂的质量波动范围缩小 40%。

2. 杂质溯源技术

气相色谱-质谱联用技术结合化学计量学分析，可有效识别碳五石油树脂生产过程中的污染源。通过建立包含 200 种特征化合物的污染物数据库，实现了从原料到成品的全流程杂质追踪。热脱附-GC/MS 系统对生产设备内壁沉积物的分析，成功定位了导致树脂色度升高的聚合物降解产物。同位素比值质谱（IRMS）技术的应用，使原料中硫杂质的来源可追溯至特定原油批次，为生产工艺优化提供了明确方向。该技术体系使产品不合格率降低 65%。

（二）异戊二烯橡胶生产线的在线检测

1. NIRS 实时监控系统的搭建

近红外光谱在线监测系统通过光纤探头直接集成于聚合反应釜和干燥生产线，实现了异戊二烯橡胶关键参数的全流程实时监控^[8]。系统每 30 秒采集一次光谱数据，通过 PLS 算法实时解析分

子量分布、顺式含量和挥发分指标。监测数据与 DCS 系统直接联动，当顺式含量波动超过 $\pm 1.5\%$ 时自动调节催化剂进料速率，使产品性能稳定性提升 90%。历史数据深度学习模型的建立，成功预测了反应釜结垢周期，将非计划停机时间减少 70%。

2. 自动化检验设备的应用效果

全自动门尼粘度仪采用机械手自动装样和激光定位技术，将测试间隔从人工操作的 20 分钟缩短至 8 分钟，数据重复性偏差由 $\pm 3\text{MU}$ 降至 $\pm 0.5\text{MU}$ 。智能拉伸试验机集成机器视觉系统，自动识别试样断裂点并计算 12 项力学参数，测试报告生成时间从 45 分钟缩短至 5 分钟。自动化检验平台通过 OPC-UA 协议与 MES 系统对接，实现了从原材料入库到成品出库的全流程质量数据追溯，使人为操作失误导致的质量事故归零^[9]。

（三）案例对比分析

1. 传统方法与创新技术的检测数据对比

某年产 10 万吨异戊二烯橡胶企业实施光谱在线监测系统后，分子量分布检测时间从传统 GPC 法的 4 小时缩短至 3 分钟，数据相关性系数 R^2 达到 0.98。顺式含量检测采用拉曼光谱替代红外光谱，测试精度由 $\pm 2\%$ 提升至 $\pm 0.5\%$ ，且避免了溴化钾压片制样过程。门尼粘度在线监测系统使质量异常发现时间从批次检验的 8 小时缩短至实时报警，产品性能波动范围收窄 60%。对比数据显示，新技术体系使全流程质量检测时效提升 40 倍，异常品拦截率从 78% 提高至 99.5%。

2. 经济效益评估

创新检测技术的应用使该企业 IR 产品废品率从 1.2% 降至 0.3%，年减少质量损失 360 吨，直接经济效益超过 500 万元。自

动化检测设备减少质检人员 12 人，人力成本节约 200 万元 / 年。在线监测系统通过工艺参数优化使催化剂利用率提高 15%，单吨产品成本下降 80 元。预防性维护体系的建立使设备故障率降低 40%，年维修费用减少 150 万元。投资回报周期测算显示，全套检测系统升级的静态回收期仅为 1.8 年，净现值（NPV）达到 3200 万元。

五、总结

光谱与色谱技术的创新显著提升了异戊二烯橡胶（IR）检验的效率和精度。近红外光谱（NIRS）和拉曼光谱实现了分子结构、交联密度及杂质含量的快速无损检测，大幅缩短分析时间并提高数据可靠性。气相色谱-质谱（GC-MS）和凝胶渗透色谱（GPC）的优化增强了挥发组分和分子量分布的检测能力，为生产工艺调控提供了精准依据。在线监测系统的应用使生产过程实现实时质量控制，有效降低产品性能波动。未来，人工智能与大数据技术的深度融合将进一步推动 IR 检验技术的发展。机器学习算法可优化光谱与色谱数据的解析模型，提高复杂体系的预测准确性。数字孪生技术结合实时检测数据有望实现生产参数的自主优化与故障预警。区块链技术的应用可确保质量数据的全程可追溯性，为高端橡胶产品的认证提供可靠支持。这些前沿技术的集成应用将推动异戊二烯橡胶检验技术向智能化、自动化方向持续发展^[10]。

参考文献

- [1] 郎钺, 徐聪, 冯宇, 等. 反式-1,4-丁二烯-异戊二烯共聚橡胶对 SBR/RNR/NR/TBIR 密封材料性能的影响 [J]. 化工新型材料, 2023, 51(11): 197-200.
- [2] 马骥, 张孝娟, 田山, 等. 天然橡胶 / 低相对分子质量 3,4- 聚异戊二烯复合材料的制备与性能 [J]. 弹性体, 2022, 32(06): 6-11+71.
- [3] 严志轩, 张孝娟, 刘莉, 等. 聚异戊二烯的合成与改性研究进展 [J]. 合成橡胶工业, 2022, 45(01): 76-82.
- [4] 张华丽. 月桂烯 / 异戊二烯低聚物的阴离子合成、加氢和流变性研究 [D]. 北京化工大学, 2021.
- [5] 靳远. 拉曼光谱谱峰分解算法的研究和软件实现及应用 [D]. 广西大学, 2023.
- [6] 黄备备. 稳定同位素稀释技术结合 GC-MS 分析烟气中性香味成分 [D]. 郑州轻工业大学, 2019.
- [7] 徐丹. 凝胶渗透色谱用聚甲基丙烯酸标样的制备方法 [D]. 武汉理工大学, 2012.
- [8] 李晓辉. 实时监控视频质量和内容分析系统的设计与实现 [D]. 北京邮电大学, 2023.
- [9] 许珊, 朱海林, 张日翔, 等. 气相一步法制异戊二烯催化剂的研究进展 [J]. 石油化工, 2020, 49(02): 177-183.
- [10] 张虎, 陈伟, 何树威, 等. 基于均匀试验设计的聚异戊二烯胶乳硫化配方及其优化分析 [J]. 橡胶科技, 2020, 18(03): 134-137.