



中华人民共和国国家标准

GB/T 24131—2009

生橡胶 挥发分含量的测定

Rubber, raw—Determination of volatile matter content

(ISO 248:2005, MOD)

2009-06-15 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准修改采用国际标准 ISO 248:2005《生橡胶 挥发分含量的测定》(英文版)。

本标准根据 ISO 248:2005 重新起草。

考虑到我国实验室及国产橡胶的具体情况,在采用 ISO 248:2005 时,本标准做了如下技术性修改:

- 删除了 ISO 248:2005 中的均化步骤(见 4.2.1.1);
- 辊距由 0.25 mm±0.05 mm 修改为 0.30 mm±0.05 mm(见 4.2.1.2、4.2.2、5.2.2.1);
- 增加了关于热辊法 B 使用现象的说明注解,即条文注 2(见 4.2.2);
- 修改了热辊法 A 的计算公式,公式由: $w_1 = \left[1 - \frac{m_2 \times m_4}{m_1 \times m_3} \right] \times 100$ 改为: $w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$ (见 4.3.1);
- 增加了方法的允许差内容(见 6.2);
- 按照本标准分析步骤的顺序对试样的质量符号的下脚标重新进行编号,每个质量符号所表征的内容均在其对应的公式中给出解释。

为便于使用,本标准还做了以下编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 删除国际标准的前言;
- 增加了关于试样形状与干燥效果的提示性注解,即条文注 2(见 5.2.2.2)。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本标准负责起草单位:中国石油天然气股份有限公司兰州化工研究中心。

本标准参加单位:中国热带农业科学院农产品加工研究所。

本标准主要起草人:方芳、孙丽君、沈海陇、卢光。

生橡胶 挥发分含量的测定

警告 1——使用本标准的人员应熟悉正规实验室的操作规程。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

警告 2——本标准的某些步骤中生成的物质和废料可能对当地的环境有所损害。应制定使用后安全处理的有关文件。

1 范围

本标准规定了测定生橡胶中水分和其他挥发性物质含量的两种方法:热辊法和烘箱法。

本标准适用于测定列入 GB/T 5576—1997 中“R”组橡胶的挥发分含量。“R”组橡胶是指含有不饱和和碳链的橡胶,例如天然橡胶和至少部分由二烯烃聚合的合成橡胶。

本标准也可能适用于测定其他类橡胶。在这种情况下,应验证质量的改变仅仅是由于原有的挥发性物质的损失而不是橡胶降解所致。

热辊法不适用于天然橡胶和合成异戊二烯橡胶或者在热辊上难以处理的橡胶,也不适用于片状或粉末状橡胶。

这两种方法不一定能得到相同的结果。因此,在有争议的情况下,宜使用烘箱法 A。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5576—1997 橡胶与乳胶 命名法(idt ISO 1629:1995)

GB/T 6038 橡胶试验胶料 配料、混炼及硫化设备及操作程序(GB/T 6038—2006,ISO 2393:1994,MOD)

GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定(GB/T 14838—2009,ISO/TR 9272:2005,IDT)

GB/T 15340 天然、合成生橡胶取样及其制样方法(GB/T 15340—2008,ISO 1795:2002,IDT)

3 原理

3.1 热辊法

试样在加热的开炼机上辊压直到所有的挥发分被赶除,辊压过程中的质量损失即为挥发分含量。

3.2 烘箱法

如果样品不是粉末状,则按照 GB/T 15340 的规定用实验室开炼机进行均匀化。无论是从均匀化后的试样上取样,还是直接从粉末状橡胶中取样,都要将试样压成薄片,在烘箱中干燥至恒重,此过程中质量损失与该试样在均匀化过程中的质量损失之和计算为挥发分含量。

4 热辊法

4.1 设备

4.1.1 开炼机:应符合 GB/T 6038 的要求。

4.2 操作步骤

4.2.1 热辊法 A

4.2.1.1 按照 GB/T 15340 规定称取约 250 g 试样(质量 m_1)精确到 0.1 g。

4.2.1.2 按 GB/T 6038 的规定,用窄铅条调整开炼机辊距为 $0.30\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$,辊筒表面温度保持在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.1.3 将已称量的试样在开炼机(4.1.1)上反复通过 4 min,不允许试样包辊,并小心操作以防止试样损失;称量试样,精确至 0.1 g。再将试样在开炼机上通过 2 min,再称量。如果在 4 min 末和 6 min 末的质量差小于 0.1 g,可计算挥发分的含量。否则,将试样在开炼机上再通过 2 min,直至连续两次称量值之差小于 0.1 g(最终质量 m_2)。在每次称量前,将试样放在干燥器中冷却至室温。

4.2.1.4 如果橡胶在开炼机上易成碎片或粘辊,导致称量困难或难以称量,则应采用烘箱法(步骤 5.2.1.2)。

4.2.2 热辊法 B

称取约 250 g 试样,精确至 0.1 g(质量 m_3),调整辊距为 $0.30\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$,辊筒表面温度保持在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将试样至少通过辊筒两次,称量,精确至 0.1 g;再次将试样至少通过辊筒两次,并称量。当前后两次质量差小于 0.1 g 时,可以认为试样已完全干燥。否则,继续将试样通过辊筒两次,直至连续两次称量值之差小于 0.1 g(最终质量 m_4)。

注 1: 虽然水分含量并不影响测定结果,称量前还是有必要将试样放在干燥器中。

注 2: 对于挥发分含量较小的橡胶,用热辊法 B 进行快速分析效果较好。

4.3 结果表示

4.3.1 热辊法 A

试样中挥发分含量 w_1 以质量分数(%)计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——过辊前试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——过辊后最终试样的质量,单位为克(g)。

4.3.2 热辊法 B

试样中挥发分含量 w_2 以质量分数(%)计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_3 ——过辊前试样的质量,单位为克(g);

m_4 ——过辊后最终试样的质量,单位为克(g)。

5 烘箱法

5.1 设备

5.1.1 烘箱:能进行空气循环,温度可控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 操作步骤

5.2.1 烘箱法 A

5.2.1.1 天然橡胶

5.2.1.1.1 对于非粉末状橡胶,称取胶样约 600 g 并按照 GB/T 15340 进行均匀化。称量均匀化前后胶样的质量,精确到 0.1 g,(质量分别为 m_5 和 m_6)。在最后称量前,将胶样冷却至室温。

5.2.1.1.2 从均匀化后的胶样中称取约 10 g 试样,精确至 1 mg(质量 m_7)。

5.2.1.1.3 将开炼机辊温调至 $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,将辊距调至可压出胶片厚度小于 2 mm,将试样在辊筒间通过两次。

5.2.1.1.4 如果橡胶为粉末状,可随机称取约 10 g 试样,置于表面皿或便于称量的铝碟中称量。精确

到 1 mg(质量 m_7)。

5.2.1.2 合成橡胶

5.2.1.2.1 如果橡胶不是粉末状,称取约 250 g 胶样,并按照 GB/T 15340 中均匀化天然橡胶的步骤进行均匀化。称量均匀化前后胶样的质量,精确至 0.1 g(质量分别为 m_5 和 m_6)。

5.2.1.2.2 将开炼机辊温调至 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,辊距调至可压出胶片厚度小于 2 mm。从均匀化后的胶样中称取 10 g 试样,精确至 1 mg(质量 m_7),将试样在辊筒间通过两次。

5.2.1.2.3 如果橡胶不能压成片,则从均匀化后的胶样中取 10 g 试样,手工剪成约 2 mm 的小块,置于表面皿或便于称量的铝碟中称量。精确到 1 mg(质量 m_7)。

5.2.1.2.4 如果橡胶为粉末状,可随机称取约 10 g 试样,置于表面皿或便于称量的铝碟中称量,精确到 1 mg(质量 m_7)。

5.2.1.3 样品在烘箱中的处理(天然和合成橡胶)

将按照 5.2.1.1 或 5.2.1.2 得到的试样放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱(5.1.1)中干燥 1 h,同时打开烘箱的通风口,如果安装了循环风扇亦打开,在放置试样时应尽可能使其与热空气有最大的接触面。取出试样放入干燥器中冷却至室温称量;再干燥 30 min,并冷却称量,如此反复,直到连续两次称量值之差不大于 1 mg(最终质量 m_8)。

5.2.2 烘箱法 B

5.2.2.1 称取样品约 250 g,在表面温度约 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、辊距为 $0.30\text{ mm}\pm 0.05\text{ mm}$ 的辊筒上压成薄片。在此薄片上随机取两份约 50 g 的试样,精确至 0.01 g(质量 m_9)。

5.2.2.2 如果橡胶粘辊而不能压成薄片,则直接从样品中取两份约 10 g 试样,分别将其剪成约 2 mm 的小块,置于深 15 mm、直径 60 mm 的铝碟或相同形状的容器中,称量,精确至 1 mg(质量 m_9)。将盛有试样的容器放入温度为 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 1 h,取出,置于干燥器中冷却至室温,再称量(质量 m_{10})。

注 1:天然橡胶需要均匀化,因此烘箱法 B 不适用。

注 2:将压成薄片的试样再剪成小碎片,可以增大试样与热空气的接触面积,干燥效果更佳。

5.3 结果表示

5.3.1 烘箱法 A

5.3.1.1 当试样是从均匀化后的胶样中取出时(见 5.2.1.1.2 和 5.2.1.2.2),试样中挥发分含量 w_3 以质量分数(%)计,按式(3)计算:

$$w_3 = \left[1 - \frac{m_6 \times m_8}{m_5 \times m_7} \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_5 ——均匀化前胶样的质量,单位为克(g);

m_6 ——均匀化后胶样的质量,单位为克(g);

m_7 ——从均化后的胶样中取出的试样的质量,单位为克(g);

m_8 ——经烘箱干燥后试样的质量,单位为克(g)。

5.3.1.2 当试样是直接从粉末状橡胶中取出时(见 5.2.1.1.4 和 5.2.1.2.4),试样中挥发分含量 w_4 以质量分数(%)计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_7 - m_8}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_7 ——从样品中取出的试样的质量,单位为克(g);

m_8 ——经烘箱干燥后试样的质量,单位为克(g)。

5.3.2 烘箱法 B

试样中挥发分含量 w_5 以质量分数(%)计,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_9 ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_{10} ——干燥后试样的质量,单位为克(g);

所得结果取平行试验结果的平均值。

6 精密度

6.1 重复性

本标准按照 GB/T 14838 开展实验室间精密度试验,详细信息见附录 A。有关精密度的概念和术语参考 GB/T 14838。

本标准的附录 B 对重复性和再现性的应用作了说明。

6.2 允许差(适用于合成生橡胶)

6.2.1 热辊法 A 允许差

挥发分含量不大于 0.10% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.02%;

挥发分含量在 0.11%~0.20% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.04%;

挥发分含量在 0.21%~0.40% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.12%;

挥发分含量在 0.41%~0.70% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.15%。

6.2.2 烘箱法 A 允许差

挥发分含量不大于 0.22% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.04%;

挥发分含量在 0.23%~0.70% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.15%;

挥发分含量在 0.71%~1.00% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.22%;

挥发分含量在 1.01%~1.50% 时,两次平行测定结果之差不大于 0.35%。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 有关样品的详细说明;
- c) 使用的方法(热辊法或烘箱法);
- d) 10 g 试样是取自均匀化后的试片(见 5.2.1.1.2 和 5.2.1.2.2)还是直接取自粉末状样品(见 5.2.1.1.4 和 5.2.1.2.4);
- e) 每个试样的测定结果;
- f) 测定过程中的任何异常情况;
- g) 不包括在本标准之中的任何自选的操作;
- h) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间精密度试验

A.1 1984 年版的实验室间精密度信息

A.1.1 1984 年末,由马来西亚橡胶研究院组织了一次实验室间精密度试验,在 5 月和 7 月,每个实验室对两种类型的样品独立进行了试验,这两种样品是:

- a) A 和 B 两种橡胶的混合样品;
- b) A 和 B 两种橡胶的非混合样品。

A.1.2 对上述混合的和非混合的样品,以 3 个独立测试结果的平均值作为试验结果。

A.1.3 通常采用烘箱法 A 来测定挥发分。

A.1.4 1 型精密度是按照实验室间试验程序测定的。在规定的周期内,分别由 14 个实验室对混合样品、13 个实验室对非混合样品开展试验,确定出再现性和重复性。

A.2 2003 年版实验室间精密度信息

A.2.1 2003 年 4 月和 5 月,在多个实验室开展了实验室间精密度试验。7 个实验室参加了热辊法 B 试验,8 个实验室参加了烘箱法 B 试验。

A.2.2 热辊法 B 和烘箱法 B 均使用生橡胶样品 C(SBR1500)和 D(非充油 BR)。

A.2.3 表 A.3 和表 A.4 分别给出了烘箱法 B、热辊法 B 的平均值和精密度估计值,这些结果是根据多家实验室对两种材料进行重复试验而确定的。

A.3 精密度结果

1984 年版的精密度结果分别列于表 A.1(混合样品)、表 A.2(非混合样品)。

2003 年版的精密度结果分别列于表 A.3(烘箱法 B)、表 A.4(热辊法 B)。

如果没有这些精密度参数适用于某些特殊的材料和特殊的试验方法的协议文件,该精密度值不能用于判断接受/拒绝材料的依据。

表 A.1 烘箱法 A——混合样品试验

橡胶样品	平均挥发分含量(质量分数)/ %	同一实验室重复性		实验室间再现性	
		r	(r)	R	(R)
A	0.37	0.031	8.54	0.154	41.9
B	0.37	0.032	8.71	0.151	40.7
合并值	0.37	0.032	8.62	0.152	41.3
各符号的定义如下: r ——重复性,以质量分数计; (r) ——重复性,以平均值的(相对)百分数计; R ——再现性,以质量分数计; (R) ——再现性,以平均值的(相对)百分数计。					

表 A.2 烘箱法 A——非混合样品试验

橡胶样品	平均挥发分含量(质量分数)/ %	同一实验室重复性		实验室间再现性	
		r	(r)	R	(R)
A	0.35	0.081	22.9	0.257	73.1
B	0.40	0.091	23.1	0.299	74.5
合并值	0.37	0.086	23.0	0.279	74.6
各符号的定义见表 A.1。					

表 A.3 烘箱法 B——挥发分含量试验

橡胶样品	平均挥发分含量(质量分数)/ %	同一实验室重复性			实验室间再现性		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
C(SBR)	0.10	0.02	0.04	45.7	0.02	0.06	67.6
D(BR)	0.22	0.03	0.08	35.1	0.08	0.22	99.2
各符号的定义如下： s_r ——重复性标准偏差； s_R ——再现性标准偏差； 其他符号的定义见表 A.1。							

表 A.4 热辊法 B——挥发分含量试验

橡胶样品	平均挥发分含量(质量分数)/ %	同一实验室重复性			实验室间再现性		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
C(SBR)	0.07	0.02	0.07	97.8	0.03	0.10	137.3
D(BR)	0.23	0.04	0.10	44.7	0.06	0.18	80.5
各符号的定义如下： s_r ——重复性标准偏差； s_R ——再现性标准偏差； 其他符号的定义见表 A.1。							

附 录 B
(资料性附录)
精密度结果应用指南

B.1 一般程序

使用精密度结果的一般程序如下:用符号 $|X_1 - X_2|$ 表示任意两个测量值的正差(即忽略正负号)。

- a) 选择合适的精密度表,根据所开展的试验参数,在表中找出与试验数据平均值最接近的“挥发分含量平均值”处,查相应精密度表。该行就会给出相应的用于判断的 r , (r) , R 和 (R) 。
- b) 对于 r 和 (r) 值,通常可用 B.2 的一般重复性说明来作判断。
- c) 对于 R 和 (R) 值,通常可用 B.3 的一般再现性说明来作判断。

B.2 一般重复性说明

B.2.1 绝对差

在正常和正确操作的试验程序下,对于标称为相同材料的样品所得到的两次试验(值)平均值的差 $|X_1 - X_2|$,平均每 20 次不会多于 1 次超过表中的重复性 r 。

B.2.2 两次试验(值)平均值之差的百分数

在正常和正确操作的试验程序下,对于标称为相同材料的样品所得到的 2 次试验(值)平均值之差的百分数 $[|X_1 - X_2| / ((X_1 + X_2) / 2)] \times 100$,平均每 20 次不会多于 1 次超过表中的重复性 (r) 。

B.3 一般再现性说明

B.3.1 绝对差

两个实验室在正常和正确操作的试验程序下,对于标称为相同材料的样品所得到的 2 个独立测量试验(值)平均值的差 $|X_1 - X_2|$,平均每 20 次不会多于 1 次超过表中再现性 R 。

B.3.2 两个试验(值)平均值之差的百分数

两个实验室在正常和正确操作的试验程序下,对于标称为相同材料的样品所得到的 2 个独立测量试验(值)平均值之差的百分数 $[|X_1 - X_2| / ((X_1 + X_2) / 2)] \times 100$,平均每 20 次不会多于 1 次超过表中再现性 (R) 。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
生橡胶 挥发分含量的测定
GB/T 24131—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

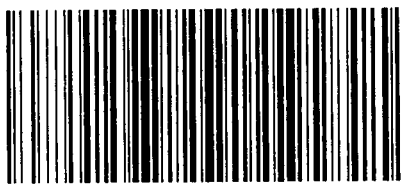
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-38662 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 24131—2009