



中华人民共和国国家标准

GB/T 14837.1—2014
代替 GB/T 14837—1993

橡胶和橡胶制品 热重分析法测定硫化胶 和未硫化胶的成分 第1部分:丁二烯 橡胶、乙烯-丙烯二元和三元共聚物、 异丁烯-异戊二烯橡胶、异戊二烯橡胶、 苯乙烯-丁二烯橡胶

Rubber and rubber products—Determination of the composition of
vulcanizates and uncured compounds by thermogravimetry—Part 1: Butadiene,
ethylene-propylene copolymer and terpolymer, isobutene-isoprene, isoprene
and styrene-butadiene rubbers

(ISO 9924-1:2000, MOD)

2014-12-05 发布

2015-06-01 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

GB/T 14837《橡胶和橡胶制品 热重分析法测定硫化胶和未硫化胶的成分》分为三个部分：

- 第 1 部分：丁二烯橡胶、乙烯-丙烯二元和三元共聚物、异丁烯-异戊二烯橡胶、异戊二烯橡胶、苯乙烯-丁二烯橡胶；
- 第 2 部分：丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶；
- 第 3 部分：抽提后的烃橡胶、卤化橡胶、聚硅氧烷类橡胶。

本部分为 GB/T 14837 的第 1 部分。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 14837—1993《橡胶及橡胶制品组分含量的测定 热重分析法》。与 GB/T 14837—1993 相比，主要技术性差异如下：

- 修改了标准名称；
- 增加了规范性引用文件 GB/T 14838—2009(见第 2 章)；
- 删除了“试剂和材料”中的“碳酸钙”和“标准参比炭黑”(见 1993 年版 4.3、4.4)；
- 修改了热重分析仪元件配置的规定(见 5.1, 1993 年版 5.1)；
- 删除了对氮气流速“25 mL/min~40 mL/min”的规定(见 1993 年版 6.1.1, 6.2.5)；
- 增加了对炭黑与碳酸钙鉴别原理的表述(见 6.2.1)；
- 删除了对升降温速率“20 °C/min”的规定(见 1993 年版 6.2.8, 6.2.10, 7.8)；
- 增加了精密度部分(见第 9 章)；
- 修改了试验报告的内容(见第 10 章, 1993 年版第 9 章)。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 9924-1:2000《橡胶与橡胶制品 热重法测定硫化胶和未硫化胶的成分 第 1 部分：丁二烯橡胶 乙烯-丙烯二元和三元共聚物 异丁烯-异戊二烯橡胶 异戊二烯橡胶 苯乙烯-丁二烯橡胶》。

本部分与 ISO 9924-1:2000 的技术性差异及其原因如下：

- 增加了“若有石墨存在”内容(见 3.3, 7.2.7, 8.1.3, 8.1.4, 8.2.4)。石墨是橡胶混炼和硫化过程中可能用到的一种补强剂, 增加后使本部分内容更全面。
- 修改了原理的部分内容, 将“在氮气气氛下将炉温从 550 °C 升高到 650 °C”, “保温 15 min 或至基线平直”(ISO 9924-1:2000 的 3.3)改为“在氮气气氛下将炉温降到 300 °C”, “然后将炉温升到在 650 °C, 恒温 15 min 或直至恒重”(本部分的 3.3)。修改后原理表述更合理, 并与“测量步骤”章节一致。
- 修改了操作步骤中的升温速率, 将“以仪器所能达到的最大升温速率”改为“升温速率 20 °C/min 或以最快的升温速率”(本部分的 7.2.7, ISO 9924-1:2000 的 7.2.7)。修改后使样品分解过程更均匀并有利于统一操作步骤。
- 修改了 8.2.3, 将炭黑的含量为“从 550 °C 到 650 °C 阶段质量变化的百分比”(ISO 9924-1:2000 的 8.2.4)改为“从 300 °C 到 650 °C 恒温结束时质量变化的百分比”(本标准的 8.2.3)。修改后表述更合理, 并与“测量步骤”章节一致。

本部分与 ISO 9924-1:2000 相比在规范性技术文件上做了调整, 以适应我国技术条件, 调整的情况反映在第 2 章“规范性引用文件”中, 具体调整如下：

- 用修改采用国际标准的 GB/T 3516—2006 代替 ISO 1407:1992；
- 用等同采用国际标准 ISO/TR 9272:2005 的 GB/T 14838—2009 代替 ISO/TR 9272:1996。

GB/T 14837.1—2014

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分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/SC 2)归口。

本部分起草单位:中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、贵州轮胎股份有限公司、中油股份独山子石化分公司研究院、北京橡胶工业研究设计院、广州合成材料研究院有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、双钱集团股份有限公司、北京市理化分析测试中心。

本部分主要起草人:赵霞、吴春红、周吉、孙枫、丁晓英、覃红阳、刘峻、董文武、邹涛。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 14837—1993。

橡胶和橡胶制品 热重分析法测定硫化胶 和未硫化胶的成分 第1部分:丁二烯 橡胶、乙烯-丙烯二元和三元共聚物、 异丁烯-异戊二烯橡胶、异戊二烯橡胶、 苯乙烯-丁二烯橡胶

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

1.1 GB/T 14837 的本部分规定了使用热重分析仪测定硫化胶和未硫化胶中总有机物、炭黑和灰分等组分含量的方法。其中 300 °C 时的质量损失为胶料中挥发性物质含量的近似值。

1.2 本部分适用于下列橡胶和其单用或并用的硫化胶或混炼胶:

- a) 合成异戊二烯橡胶或天然橡胶(IR 或 NR);
- b) 丁二烯橡胶(BR);
- c) 苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR);
- d) 异丁烯-异戊二烯橡胶(通称丁基橡胶,IIR);
- e) 乙烯-丙烯二元和三元共聚物(EPM,EPDM)。

注:若预先验证过本方法适用于含有类似组分的已知胶料和硫化胶,则本方法适用范围可以扩大到除本条规定以外的其他胶料的分析。其他胶料组分的分析属于 GB/T 14837 第 2 部分范围。

1.3 本部分不适用于那些在裂解时形成含碳质残余物的橡胶,如含氯或含氮的橡胶。

1.4 本部分不适用于那些所含配合剂在裂解时形成含碳质残余物的各种硫化胶或混炼胶,如含有钼盐、铅盐和酚醛树脂的硫化胶或混炼胶。

1.5 本部分不适用于那些含碳酸盐或水合氧化铝等矿物填料的聚合物,这些矿物填料在 25 °C~650 °C 的测试温度范围内会发生分解。若一定要使用时,应根据填料特性进行适当的校正。

1.6 本部分不适用于以下硫化胶和未硫化胶中总聚合物含量的测定:按 GB/T 3516—2006 不能完全去除非橡胶有机成分的硫化胶和未硫化胶。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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—2006 橡胶 溶剂抽出物的测定(ISO 1407:1992,MOD)

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

3 原理

3.1 按设定的升温程序,在氮气气氛下把已称重的试样从 70 °C 加热到 300 °C,在 300 °C 恒温 10 min。