ICS 83.060

G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 24131.1—XXXX

|  |
| --- |
| 代替GB/T 24131－2009 |

生橡胶 挥发分含量的测定

第1部分：热辊法和烘箱法

Rubber, raw — Determination of volatile matter content —

Part 1:Hot-mill method and oven method

|  |
| --- |
| (ISO 248-1:2011，MOD) |
| 征求意见稿 |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施



前 言

GB/T 24131《生橡胶 挥发分含量的测定》分为两个部分：

——第1部分：热辊法和烘箱法；

——第2部分：带红外线干燥单元的自动分析仪加热失重法。

本部分为GB/T 24131的第1部分。

本部分依据GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 24131—2009《生橡胶 挥发分含量的测定》，与GB/T 24131—2009相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

── 增加了术语与定义（见第3章）

── 修改了热辊法A，与ISO 248-1:2011的热辊法A保持一致（2009版的4.2.1，本版的5.3.1）；

── 修改了热辊法B，将热辊法B分热辊法B1和热辊法B2，其中热辊法B1为GB/T 24131—2009的B法，热辊法B2为增加的方法（2009版的4.2.2，本版的5.3.2）；

── 修改了烘箱法A，与ISO 248-1:2011的烘箱法A保持一致（2009版的5.2.1，本版的6.3.1）；

── 删除了允许差(2009版的6.2)；

── 修改了烘箱法B，增加试验样品在开炼机辊筒间通过2次（本版的6.3.2.1），修改称量皿的要求与烘箱法A规定一致（2009版的5.2.2.2，本版的6.3.2.2）；

── 增加了选择适合的试验方法（见附录A）；

── 增加了橡胶的均匀化（见附录B）；

**──** 将2009版的附录A修改为本版的附录C；

── 增加了热辊法A的精密度（见附录C）；

── 删除了精密度应用指南 (见2009版的6.2)。

本部分使用重新起草法修改采用ISO 248-1:2011《生橡胶 挥发分含量的测定第1部分：热辊法和烘箱法》（英文版）。

本标准与ISO 248-1:2011的相比技术差异如下：

── 关于规范性引用文件，本部分做了相应的调整以适应我国的技术条件，具体对应的国家标准如下：

用等同采用国际标准的GB/T 5576代替了ISO 1629，

用等同采用国际标准的GB/T 15340代替了ISO 1795，

用修改采用国际标准的GB/T 6038代替了ISO 2393；

── 修改了热辊法A，开炼机辊间距由0.25mm±0.05mm修改为0.30mm±0.05mm（ISO 248-1:2011版的5.3.1.2本版的5.3.1.2）；

── 修改了热辊法B：

a) 将热辊法B分热辊法B1和热辊法B2，其中热辊法B1为ISO 248-1:2011的B法，热辊法B2为增加的方法（ISO 248-1:2011版的5.3.2，本版的5.3.2.1、5.3.2.2）；

b) 开炼机辊间距由0.25mm±0.05mm修改为0.30mm±0.05mm（ISO 248-1:2011版的5.3.2.2、本版的5.3.2.1、5.3.2.2）。

── 修改了烘箱法B：

a) 增加试验样品在开炼机辊筒间通过2次（本版的6.3.2.1）；

b) 开炼机辊间距由0.25mm±0.05mm修改为0.30mm±0.05mm（ISO 248-1:2011版的6.3.2.1，本版的6.3.2.1）；

c) 修改称量皿的要求与烘箱法A规定一致（2009版的5.2.2.2，本版的6.3.2.2）。

── 增加了热辊法A的精密度（见本版的附录C）。

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/TC35）归口。

本标准起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院等。

本标准主要起草人：

本标准的历次版本发布情况：

GB/T 6737─1986、GB/T 6737─1997；GB/T 24131─2009。

生橡胶 挥发分含量的测定 第1部分：热辊法和烘箱法

警告——使用本部分的人员应熟悉正规实验室的操作规程。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。

注意——本部分某些步骤中可能涉及使用的或生成的物质或产生的废弃物，对当地环境造成危害，试验后应按照相关文件进行安全处理和处置。

1. 范围

本部分规定了用热辊法和烘箱法测定生橡胶中挥发分含量的两种方法。

这些方法适用于测定列入GB/T 5576中R组橡胶的挥发分含量。R组橡胶是指含有不饱和碳链的橡胶，例如天然橡胶和至少部分由双烯烃合成的橡胶。这些方法也可适用于测定其他橡胶，但在这种情况下，必须验证质量的改变仅是由于实际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及在热辊上难以处理的合成橡胶，也不适用于碎片状和粉末状橡胶。

按这些方法测定未必能得到相同的结果。因此，在有争议的情况下，建议使用烘箱法A。

1. 不同类型的橡胶所适用的试验方法见附录A。
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 5576 橡胶和乳胶 命名法（GB/T 5576—1997，idt ISO 1629:1995）

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

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

1. 术语

GB/T 15340界定的术语和定义使用于本文件。为便于使用，以下列出了其中主要相关的术语。

试样 test portion

取自试验样品或实验室样品用于某项测试的胶样。例如测定挥发分含量精确称量的胶样。

[GB/T 15340—2008,定义3.6]

1. 原理
	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出。辊压过程中的质量损失即为挥发分含量。如果试样在干燥前按照附录B进行均匀化，则挥发分含量计算应包括均匀化过程中的质量损失。

* 1. 烘箱法

试样在烘箱中干燥至质量恒定。在此过程中质量损失即为挥发分含量。如果试样在干燥前按照附录B进行均匀化，则挥发分含量计算应包括均匀化过程中的质量损失。

1. 热辊法
	1. 概要

两种方法概要如下：

热辊法A：将试验样品在实验室开炼机上进行均匀化，从均匀化后的试验样品中称取试样在加热的开炼机上干燥至恒定质量。

热辊法B：试样在加热的开炼机上干燥至恒定质量。

1. 热辊法B是不进行均匀化的简便方法。

如果胶样在开炼机上易成碎片或粘热辊，导致称量困难或难以称量时，则应采用烘箱法。

试样的数量应由相关方协商确定。

* 1. 设备
		1. 开炼机，应符合GB/T 6038的要求。
		2. **天平，**能精确至0.1 g。
	2. 操作步骤
		1. 热辊法A

5.3.1.1按GB/T 15340规定从实验室样品中称取约250 g试验样品并按附录B均匀化。称量均匀化前后试验样品的质量（质量分别为*m*1和*m*2），精确至0.1 g。如有必要，从均匀化后试验样品中剪取其他化学和物理试验需要的试样。

5.3.1.2 调节辊间距为0.30 mm0.05 mm，按GB/T 6038使用铅条的方法测量辊距，辊筒表面温度保持在105℃5℃。

5.3.1.3 从均匀化的试验样品中称量试样， 优先选用100 g或更大质量（质量*m*3），精确至0.1g，反复通过开炼机4 min。不允许试样包辊，并要谨慎操作以防止试样损失。再将试样在开炼机上通过2 min，再称量，精确至0.1g。如果在4 min末和6 min末的质量之差小于0.1g，计算挥发分的含量。否则，再将试样在开炼机上通过2 min，直至连续两次称量值之差小于0.1g（最终质量*m*4）。在每次称量前，应将试样放在干燥器中冷却至室温。

* + 1. 热辊法B

5.3.2.1 热辊法 B1

5.3.2.1.1 从实验室样品中称取约250g试样，精确至0.1 g（质量*m*5）。

5.3.2.1**.**2调节辊间距为0.30 mm±0.05 mm，按GB/T 6038使用铅条的方法测量辊距，辊筒表面温度保持在105℃5℃。将试样至少通过辊筒两次，称量，精确至0.1 g。再将试样至少通过辊筒两次并称量。

5.3.2.1.3 如果试样通过辊筒前后质量差小于0.1g，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0.1g（最终质量*m*6）。

5.3.2.2 热辊法B2

5.3.2.2.1 从实验室样品中称取约250 g试样，精确至0.1 g（质量*m*5）。

5.3.2.2.2调节辊距为0.30 mm±0.05 mm，按GB/T 6038使用铅条的方法测量辊距，辊筒表面温度保持在105℃5℃。将试样反复通过开炼机4 min，称量，精确至0.1g。再将试样在开炼机上通过2 min，称量，精确至0.1g。

5.3.2.2.2 如果在4min末和6min末的质量之差小于0.1g，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0.1g（最终质量*m*6）。

注：试样后将试样放在干燥器中冷却是有可取的。

* 1. 结果表示
		1. 热辊法 A

挥发分含量（*w*1）以质量分数（%）计，按公式（1）计算：

100 (1)

式中：

*m*2 —— 均匀化后试验样品的质量，单位为克（g）；

*m*4—— 过辊后试样的质量，单位为克（g）；

*m*1—— 均匀化前试验样品的质量，单位为克（g）；

*m*3—— 过辊前试样的质量，单位为克（g）。

* + 1. 热辊法B

挥发分含量（*w*2）以质量分数（%）计，按公式（2）计算：

  (2)

式中：

*m*5 —— 过辊前试样的质量，单位为克（g）；

*m*6 —— 过辊后试样的质量，单位为克（g）。

1. 烘箱法
	1. 概要
		1. 两种方法概要如下：

烘箱法A：将试验样品在实验室开炼机上进行均匀化，从均匀化后试验样品中称取试样在烘箱中干燥至恒定质量。如果橡胶为粉末状或在均匀化前后难以称量，试样无需均化仅需要进行干燥。

烘箱法B：将试验样品在实验室开炼机上辊压成胶片，从辊压的胶片中称取试样并在烘箱中干燥1h。如果橡胶是粉末状或难以过辊，试样无需均化仅需要进行干燥，没有制片过程。该方法只适用于合成橡胶，因为天然橡胶需要均匀化。

试样的数量应由相关方协商确定。

* 1. 设备

烘箱**：**通风，优选空气循环型的，温度可控制在105℃5℃。

天平：能精确至0.1mg。

开炼机：应符合GB/T 6038的要求。

* 1. 操作步骤
		1. 烘箱法 A

6.3.1.1 天然橡胶

* + - * 1. 按GB/T 15340从实验室样品中称取约600 g试验样品并按附录B均匀化。称量均匀化前后试验样品的质量（质量分别为*m*7和*m*8），精确至0.1g。均匀化的试验样品冷却至室温后称量。如有必要，从均匀化后试验样品中剪取试样，用于其他化学和物理试验。

从均匀化后的试验样品中称取约10g试样，精确至1mg（质量*m*9）。

设置开炼机辊筒表面温度70℃±5℃，将试样通过辊筒两次压成厚度小于2mm的薄片。

将试样放入105℃±5℃的烘箱中干燥1 h，如果安装了鼓风机和循环风扇应打开，试样应尽可能最大面积与热空气接触。取出试样放在干燥器中冷却至室温并称量；重复干燥30min，冷却后称量，直到连续两次称量值之差不大于1mg（最终质量*m*10）。

如果橡胶为粉末状，可随机称取约10g试样，置于干净的表面皿或便于称量的铝碟中称量（质量*m*9），精确至1mg。按6.3.1.1.4干燥试样并称量（最终质量*m*10），精确至1mg。

6.3.1.2 合成橡胶

6.3.1.2.1 按GB/T 15340从实验室样品中称取约250g试验样品并按附录B进行均匀化。称量均匀化前后试验样品的质量（质量分别为*m*7和*m*8），精确至0.1g。如有必要，从均匀化后试验样品中剪取试样，用于其他化学和物理试验。

6.3.1.2.2 从均匀化后的试验样品中称取约10g试样，精确至1mg（质量*m*9）。

6.3.1.2.3 设置开炼机辊筒温度70℃5℃，将试样通过辊筒两次压成厚度小于2 mm的薄片。

6.3.1.2.4 如果试样不能压成薄片，则从均匀化后的试验样品中称取约10g试样，手工剪成边长2 mm～5mm的方块，置于干净的玻璃表面皿或便于称量的铝碟中，称量，精确至1mg（质量*m*9）。

6.3.1.2.5 按6.3.1.1.4干燥试样并称量，精确至1mg（最终质量*m*10）。

6.3.1.2.6 如果橡胶粘辊而难以称量均匀化前后试验样品的质量，则直接从实验室样品中取约10g试样，手工剪成边长2mm～5mm的方块，置于干净的玻璃表面皿或便于称量的铝碟中称量，精确至1mg（质量*m*9）。按6.3.1.1.4干燥试样并称量，精确至1mg（最终质量*m*10）。

6.3.1.2.7 如果橡胶为粉末状，可随机称取约10g试样，置于玻璃表面皿或便于称量的铝碟中称量。精确至1mg（质量*m*9）。按6.3.1.1.4干燥试样并称量，精确至1mg（最终质量*m*10）。

* + 1. 烘箱法 B

6.3.2.1 取约250g试验样品，在表面温度约30℃、辊间距为0.30 mm0.05 mm的开炼机辊筒上过辊2次，压成薄片。从此薄片随机取两份约50g试样，精确至10 mg（质量*m*11）。将试样放入温度为105℃5℃的烘箱中干燥1h，取出，放入干燥器中冷却至室温称量，精确至10mg（质量*m*12）。

6.3.2.2 如果样品是粉末状或粘辊而不能制成薄片或过辊后成碎片，则直接从实验室样品中取两份约10g试样。如果需要，将试样剪成边长2mm～5mm方块。置于干净的玻璃表面皿或便于称量的铝碟中称量，精确至1mg（质量*m*11）。再将盛有试样的容器放入温度为105℃5℃的烘箱中干燥1h。取出，放入干燥器中冷却至室温，再次称量，精确至1mg（质量*m*12）。

* 1. 结果表示
		1. 烘箱法A
		2. 当试样是从均匀化后试验样品中称取时（见6.3.1.1.2，6.3.1.2.2和6.3.1.2.4），发分含量（*w*3）以质量分数（%）表示，按公式（3）计算：

  (3)

式中：

*m*8 —— 均匀化后试验样品的质量，单位为克（g）；

*m*10 —— 干燥后试样的质量，单位为克（g）；

*m*7  —— 均匀化前试验样品的质量，单位为克（g）；

*m*9  —— 干燥前试样的质量，单位为克（g）。

6.4.1.2 当样品是粉末状或粘辊时（见6.3.1.1.5，6.3.1.2.6和6.3.1.2.7），挥发分含量（*w*4），以质量分数（%）表示，按公式（4）计算：

  (4)

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）。

* + 1. 烘箱法B

挥发分含量（*w*5）以质量分数（%）表示，按公式（5）计算：

  (5)

式中：

*m*11—干燥前试样的质量，单位为克（g）；

*m*12—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。

1. 精密度

参见附录C。

1. 试验报告

试验报告应包括以下方面：

1. 有关样品的详细说明；
2. 试验方法：
	1. 本部分的编号，
	2. 使用的方法（热辊法A、热辊法B1、热辊法B2、烘箱法A或烘箱法B）；
3. 试验信息：
	1. 测试样品的数量,
	2. 不包括在本部分中的任何自选的操作，
	3. 测定过程中任何异常情况；
4. 试验结果；
5. 试验日期。
6. （资料性附录）
试验方法的选择
	1. GB/T 5576中R组橡胶

表A.1归纳出了本部分规定的试验方法在GB/T 5576 “R”组橡胶中的应用。

* 1. 橡胶及适用的试验方法

|  |  |
| --- | --- |
| 方法 | GB/T 5576中列出的R组橡胶 |
| 天然橡胶 | 合成橡胶 |
| 均匀化 | 粉末状 | 均匀化前后可称量 | 均匀化前后不可称量 | 粉末状 |
| 片状 | 可制片状 | 不可制片状 | 粘辊 |
| 热辊法 | 方法A | N | N | Y | N | N | N |
| 方法B | N | N | Y | N | N | N |
| 烘箱法 | 方法A | Y | Y | Y | Y | Y  | Y |
| 方法B | N | N | Y | Y | Y | Y |
| Y：适用N：不适用 |

* 1. GB/T 5576中非R组橡胶

当本部分用于测定非R组的其他橡胶时，有必要验证质量的改变仅仅是由于原有挥发物的损失而不是橡胶降解所致，在通过验证的情况下可以从表A.1选择适用的试验方法。

1. （规范性附录）
均匀化
	1. 设备

**开炼机：**用于均匀化试验样品的开炼机应符合GB/T 6038的要求。

* 1. 操作步骤

按试验方法规定称量试验样品，精确至0.1g。调节开炼机辊距为1.3 mm ± 0.15 mm，保持辊筒表面温度为70℃ ± 5℃，在开炼机上过辊10次均匀化试验样品。

第2～9次过辊试验样品时将胶样打卷，再将胶卷纵向通过开炼机，散落的橡胶应全部混入试验样品中。

第10次过辊后，下片，将试验样品放入干燥器中冷却至室温后再称量，精确至0.1 g。

1. （资料性附录）
精密度
	1. 概要

按ISO/TR 9272:1986规定完成重复性和再现性的精密度计算，有关精密度的概念和术语参看ISO/TR 9272。

* 1. 1984年进行的ITP细节

1984年末，马来西亚橡胶研究院按实验室间试验程序（ITP）组织了一次精密度。两种类型的材料送往每个实验室，分别在5月和7月按两种独立程序进行试验。

1. 两种橡胶的混合样品A和B；
2. 两种单独的橡胶样品A和B。

对上述的两个混合样品和两个单独样品，试验结果是三次独立试验结果的平均值。

按烘箱法A测定挥发物含量。

按照ITP规定开展了1型精密度试验。重复性和再现性试验是在几天内完成，分别由14个实验室对混合样品开展试验，13个实验室对单独样品开展试验。

* 1. 2003年进行的ITP细节

在2003年4月和5月期间，按ITP要求有7个实验室参与了热辊法B试验，8个实验室参与了烘箱法B试验。

按热辊法B和烘箱法B分别对样品C（SBR 1500）和样品D（非充油BR）两种生橡胶开展试验。

按照ITP规定多家实验室对两种生胶样品进行重复试验，得到的结果见表C.3和表C.4，分别给出烘箱法B和热辊法B平均值和精密度估算值。

* 1. 2016年进行的ITP细节

在2016年4月，全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会合成橡胶分技术委员会秘书处组织国内8家实验室按ITP要求开展了1型精密度试验，重复性和再现性试验是在几天内完成，有8个实验室参与了热辊法A试验。

按热辊法A对样品（BR 9000）和样品（SBR1502）两种生橡胶开展试验。

样品由合成橡胶分技术委员会秘书处统一分发给各实验室，试验结果是两次独立试验结果的平均值。按GB/T 6379.2－2004《测量方法与结果准确度（正确性与精密度）　第２部分：确定标准测量方法与再现性的基本方法》规定计算精密度。

* 1. 精密度结果

1984年按ITP对混合样品试验得到的精密度结果见表C.1，对单独样品试验得到的精密度结果见表C.2。

2003年按ITP对烘箱法B试验得到的精密度结果见表C.3，对热辊法B试验得到的精密度结果见表C.4。

2016年按ITP对热辊法A试验得到的精密度结果见表C.5。

如果没有将这些精密度评价结果实际应用到测试产品或材料的文件，那么按这些ITPs确定的精密度不应作为对任何材料或产品测试结果接受或拒绝的依据。

* 1. 烘箱法A精密数据(混合样品)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 橡胶样品 | 平均挥发分含量%（质量分数） | 实验室内重复性 | 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，以质量百分数计；（*r*）：重复性，以平均值的（相对）百分数计；*R*：再现性，以质量百分数计；（*R*）：再现性，以平均值的（相对）百分数计。 |

* 1. 烘箱法A精密数据(单独样品)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 橡胶样品 | 平均挥发分含量%（质量分数） | 实验室内重复性 | 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C.1。 |

* 1. 烘箱法B精密数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 橡胶样品 | 平均挥发分含量%（质量分数） | 实验室内重复性 | 试验室间再现性 |
| *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C.1。 |

* 1. 热辊法B精密数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 橡胶样品 | 平均挥发分含量%（质量分数） | 实验室内重复性 | 试验室间再现性 |
| *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C.1。 |

表C.5 热辊A法精密度数据

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 橡胶样品 | 平均值的质量分数，% | 实验室内重复性 | 试验室间再现性 |
| *s*r | *r* | (*r*) | *s*R | *R* | (*R*) |
| BR | 0.06 | 0.016 | 0.04 | 66.7 | 0.024 | 0.07 | 116.7 |
| SBR | 0.38 | 0.043 | 0.12 | 31.6 | 0.079 | 0.22 | 57.9 |
| 各符号的定义如下： |
| 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C.1。 |

参 考 文 献

[1] ISO/TR 9272:1986, Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_