



中华人民共和国国家标准

GB/T 1233—2008
代替 GB/T 1233—1992

未硫化橡胶初期硫化特性的测定 用圆盘剪切黏度计进行测定

Rubber, unvulcanized—Determinations of pre-vulcanization
characteristic using a shearing disc viscometer

(ISO 289-2:1994 , Rubber, unvulcanized—Determinations
using a shearing disc viscometer—

Part 2: Determination of pre-vulcanization characteristic, MOD)

2008-05-15 发布

2008-11-01 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 ISO 289-2:1994《未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定 第2部分:初期硫化特性的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 1233—1992《橡胶胶料初期硫化特性的测定 门尼粘度计法》。

本标准根据 ISO 289-2:1994 重新起草。

本标准与 ISO 289-2:1994 的主要差异、原因及章条结构变化如下:

——在“2 规范性引用文件”中:

- a) 用 GB/T 1232.1—2000《未硫化橡胶 用圆盘剪切粘度计进行测定 第1部分:门尼粘度的测定》取代了 ISO 289-1:1994,其技术上主要差异为:GB/T 1232.1—2000 在仪器章节中增加了矩形花纹的模腔;在精密度章节中删去了 ISO 289-1:1994 中的计划内容和精密度结果。
- b) 用 GB/T 14838—1993 取代了 ISO/TR 9272:1986,两者在基本概念、计算方法以及应用方面没有技术差异。

——增加了从最小门尼黏度上升至 35 或 18 个门尼值所需的焦烧时间(t_{35} 或 t_{18})的定义(见 3.1),以适应我国对该项试验结果完整性的需要。

——增加了对使用大转子和小转子时的焦烧时间及硫化指数的阐述(见第 8 章),这样规定更加具体,提高了可操作性。

——相应地在图 1 中增加了 t_{35} :从试验开始到胶料黏度下降至最小值后再上升 35 个门尼值所对应的时间(见图 1)。

——相应地在试验报告中将 D 条“初期硫化时间或焦烧时间(t_5 或 t_3)”,改为“初期硫化特性(t_5 或 t_3 , t_{35} 或 t_{18} , Δt_{30} 或 Δt_{15})”(见第 10 章)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) 删除国际标准的前言;
- b) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- c) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。

本标准与 GB/T 1233—1992 相比主要差异如下:

——修改了标准名称;

——增加了前言;

——增加了第 2 章 规范性引用文件;

——增加了第 3 章 术语和定义;

——删除了第 7 章 试验步骤;

——删除了第 8 章中的 8.2“试样数量不得少于两个。以算术平均值表示试验结果。”;

——删除了第 8 章中的 8.3“ t_5 或 t_3 在 20 min 以下时,两个试样测定结果之差不得大于 1 min; t_5 或 t_3 在 20 min 以上时,两个试样测定结果之差不得大于 2 min,超过允许偏差时,应重复试验”;

——删除了第 8 章中的 8.4“测定值精确到 0.5 min。计算结果取整数值。”;

——增加了第 9 章 精密度;

——增加了试验报告的内容(本版第 10 章)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准起草单位:贵州轮胎股份有限公司。

本标准主要起草人:冯萍。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 1233—1982;GB/T 1233—1992。

未硫化橡胶初期硫化特性的测定 用圆盘剪切黏度计进行测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。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

本标准规定了用圆盘剪切黏度计测定未硫化橡胶初期硫化特性的方法。

本标准适用于评价未硫化橡胶在高温条件下能保存的时间和可加工性能。

注:没有一种试验方法被认为与所有不同类型的加工过程如混炼、压延、挤出、硫化互相关联,因此说明试验结果时应考虑胶料先前特定的加工过程。

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 1232.1 未硫化橡胶 用圆盘剪切粘度计进行测定 第1部分:门尼粘度的测定 (GB/T 1232.1—2000, neq ISO 289-1:1994)

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—1993, neq ISO/TR 9272:1986)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

初期硫化时间 pre-vulcanization time

焦烧时间 scorch time

从最小门尼黏度上升至规定值所需的最短时间,包括预热时间。当使用大转子时,规定上升至5个门尼值或35个门尼值,当使用小转子时规定上升至3个门尼值或18个门尼值。对应的初期硫化时间分别用 t_5 或 t_{35} 和 t_3 或 t_{18} 表示,以分钟计。

4 原理

本标准是在规定温度下根据混炼胶料门尼黏度随测试时间的变化,测定门尼黏度上升至规定数值时所需的时间。该温度和加工使用的温度相对应。

5 测试仪器

仪器符合 GB/T 1232.1 的规定,测试高黏度胶料时允许使用小转子。

6 试样制备

从薄通的混炼胶料上制备两片圆形试样。其制备过程符合 GB/T 1232.1 的规定。

7 试验温度

选择与混炼胶料加工相关的试验温度。

8 试验程序

试验程序符合 GB/T 1232.1 的规定。预热时间应为 1 min,然后应继续试验至黏度达到高于最小值的规定数值。用大转子测试的典型曲线图见图 1。

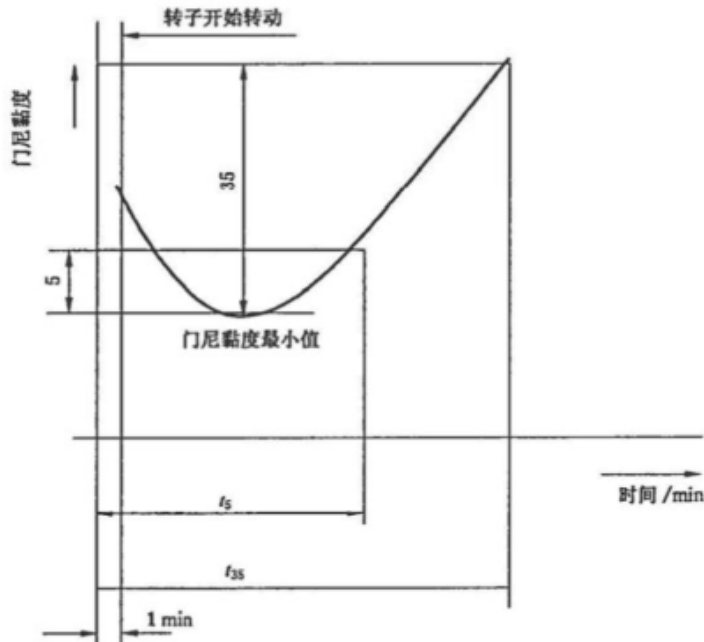


图 1 用大转子测定的初期硫化时间,焦烧时间

- a) 用大转子试验时:
- 焦烧时间 t_5 :从试验开始到胶料黏度下降至最小值后再上升 5 个门尼值所对应的时间,以分钟计;
- t_{35} :从试验开始到胶料黏度下降至最小值后再上升 35 个门尼值所对应的时间,以分钟计;
- 硫化指数: Δt_{30} 按式(1)计算:
- $$\Delta t_{30} = t_{35} - t_5 \quad \dots\dots\dots(1)$$

- b) 用小转子试验时:
- 焦烧时间 t_3 :从试验开始到胶料黏度下降至最小值后再上升 3 个门尼值所对应的时间,以分钟计;
- t_{18} :从试验开始到胶料黏度下降至最小值后再上升 18 个门尼值所对应的时间,以分钟计;
- 硫化指数: Δt_{15} 按式(2)计算:
- $$\Delta t_{15} = t_{18} - t_3 \quad \dots\dots\dots(2)$$

注: Δt 越小,硫化速度越快。用两种尺寸的转子测定的焦烧时间和硫化指数没有可比性。

9 精密度

9.1 概述

关于重复性和再现性的精密度计算按照 GB/T 14838 执行,并遵循该标准的概念和术语。GB/T 1232.1 附录 A 给出了重复性和再现性的应用指南。

9.2 详细程序

实验室间比对试验(ITP)于 1987 年组织测试。制备以下混炼胶料试样分送至各参与的实验室:氯丁橡胶(CR),三元乙丙胶 EPDM(高填充胶料),氟橡胶(FKM)和丁苯橡胶 SBR1500+50%(橡胶质量分数)N550 炭黑。

初期硫化特性的测定(独立测量值)可分为 2 天进行(间隔一周之内)。每天各进行一次测定。试验条件按下列要求进行:CR 和 EPDM 胶料用小转子在 120℃下测试;FKM 胶料用大转子在 150℃下测

试;SBR 胶料使用小转子在 170℃下测试。实验室间比对试验共有 16 个实验室参与。

本次实验室间比对试验精密度评价为 I 型,参与实验室未进行胶料的制备及加工。

9.3 精密度结果

9.3.1 精密度结果见表 1。

表 1 初期硫化特性测定的精密度

橡胶原料	均值	实验室内		实验室间	
		<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
最小黏度(门尼转距值)					
SBR	22.0	1.03	4.70	3.06	13.9
CR	22.3	1.28	5.75	4.96	22.2
FKM	46.1	2.81	6.11	7.20	15.6
EPDM	60.3	1.94	3.23	11.10	18.4
合并值	37.7	1.88	4.99	7.23	19.2
初期硫化时间(min)					
SBR	5.23	0.34	6.41	2.55	48.8
CR	14.80	1.82	12.30	7.55	50.9
FKM	8.97	1.27	14.20	3.88	43.3
EPDM	20.80	5.32	25.50	11.60	55.5
合并值	12.50	2.89	23.10	7.28	58.1

9.3.2 表 1 所用符号定义如下:

- r*——重复性,门尼黏度单位;
- (*r*)——相对重复性,百分比;
- R*——再现性,门尼黏度单位;
- (*R*)——相对再现性,百分比。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 混炼胶样品的详细说明和标识,包括它的来源;
- b) 本标准的名称及编号;
- c) 试验仪器设备的详细情况,包括:
 - 1) 试验仪器型号及制造商;
 - 2) 转子规格(大转子或小转子);
- d) 试验温度;
- e) 黏度最小值,以门尼黏度为单位;
- f) 初期硫化特性(*t*₅ 或 *t*₃, *t*₃₅ 或 *t*₁₈, Δ*t*₃₀ 或 Δ*t*₁₅),用分钟表示;
- g) 与本标准试验步骤的差异;
- h) 在试验中观察到的任何异常现象;
- i) 试验日期。



优肯科技股份有限公司
青岛育肯仪器有限公司



U-CAN DYNATEX INC.

CHOOSE U-CAN ; MAKE YOU CAN

我们主要产品

无转子硫化仪	-----UR-2010/UR-2010SD
新型硫化仪	-----MDR-U6S,MDR-A1
发泡硫化仪	-----UR-2030/UR-2030SD
有转子硫化仪	-----UR-2070
橡胶加工分析仪	-----RPA-V1
门尼粘度仪	-----UM-2050
光伏电池封装分析仪	-----PEA-XD
电子拉力机（多种型号）	-----UT-2060,UT-2080,UT-3200... ..
耐臭氧试验机	-----UA-2074/UA-2074HD
炭黑分散度仪	-----UD-3500
填料分散度仪	-----FDG-A1
反弹跳试验机	-----UA-2207
DIN 磨耗试验机	-----UA-2076
轮胎切割机	-----UA-2087
轮胎强度综合试验机	-----UP-2092
低温弹性回复试验机	-----UD-4000
动态、疲劳试验机	-----UD-3600,UD-3800
三轴动态试验机	-----UD-3600XYZ
硬度计，比重计等	

名片



微信



U-CAN DYNATEX INC.

CHOOSE U-CAN ; MAKE YOU CAN

优肯科技
门尼粘度仪
UM-2050

