



中华人民共和国国家标准

GB/T 17783—2019
代替 GB/T 17783—1999

硫化橡胶或热塑性橡胶 化学试验 样品和试样的制备

Rubber, vulcanized or thermoplastic—Chemical tests—
Preparation of samples and test piece

(ISO 4661-2:2018, Rubber, vulcanized—Preparation of samples and
test piece—Part 2: Chemical tests, MOD)

2019-12-10 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 17783—1999《硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验》，与 GB/T 17783—1999 相比，主要技术变化如下：

- 增加了热塑性橡胶(见第 1 章)；
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了术语和定义(见第 3 章)；
- 增加了试剂(见第 4 章)；
- 增加了仪器(见第 5 章)；
- 增加了样品和试样的制备分类(见 6.1.2)；
- 修改“二氯甲烷或 1,1,1-三氯乙烷”为“丙酮或 ETA”(见 6.4.2, 1999 年版的 3.3.1)；
- 增加了对于其他类型的橡胶, 抽提溶剂的选择(见 6.4.2)；
- 增加了热塑性橡胶的制样(见 6.5)；
- 增加了橡胶类型、含胶率、防老剂、防护体系测定的制样(见 6.6)；
- 增加了元素分析样品制备(见 6.7)；
- 增加了规范性附录 C(见附录 C)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 4661-2:2018《硫化橡胶 样品和试样的制备 第 2 部分: 化学试验》。

本标准与 ISO 4661-2:2018 相比在结构上有较多调整, 附录 A 列出了本标准与 ISO 4661-2:2018 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 4661-2:2018 相比存在技术性差异, 附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因一览表。

为了便于使用, 本标准还做了下列编辑性修改：

- 修改了标准名称；
- 将规范性引用文件 ISO 1407 中被引用部分, 直接转化为规范性附录 C。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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。

本标准起草单位: 三角轮胎股份有限公司、徐州徐轮橡胶有限公司、山东玲珑轮胎股份有限公司、西双版纳州质量技术监督综合检测中心、怡维怡橡胶研究院有限公司、风神轮胎股份有限公司、万力轮胎股份有限公司、双星集团有限责任公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司。

本标准主要起草人: 许秋焕、马秀菊、韦帮风、刘练、魏胜、栾德文、沈倩、李浩灿、齐生凯、袁琛琛、任绍文、刘晴晴、韩潇、吴炼、郭菲、苍飞飞、丁晓英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17783—1999。

硫化橡胶或热塑性橡胶 化学试验 样品和试样的制备

1 范围

本标准规定了化学试验用硫化橡胶或热塑性橡胶样品和试样的制备方法。

本标准适用于硫化橡胶或热塑性橡胶化学试验用样品和试样的制备。

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 18866 橡胶 酸消化溶解法(GB/T 18866—2017,ISO 9028:2006,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

低温粉碎 cryogenic size reduction

低温研磨 cryo-grinding

使用液氮或其他制冷剂使橡胶脆化,加工成小颗粒尺寸。

[GB/T 9881—2008,定义 2.114]

3.2

热塑性橡胶 thermoplastic rubber

在其使用温度下具有类似于硫化橡胶的性能的聚合物或聚合物共混物,但是可以像热塑性塑料一样在温度提升后进行加工或再加工。

[GB/T 9881—2008,定义 2.431]

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 丙酮。

4.2 硫酸, $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.3 ETA,乙醇-甲苯共沸物 7+3(V+V)。

4.4 硝酸溶液,1+1(V+V)。

5 仪器

5.1 天平:精确至 0.1 mg。

5.2 液氮研磨机。

- 5.3 恒温水浴。
- 5.4 索氏抽提器(或索氏自动抽提器)。
- 5.5 马弗炉;可控温度(550 ± 25)℃或(950 ± 25)℃。
- 5.6 调温电炉。
- 5.7 消解仪(或自动、半自动消解仪)。
- 5.8 坩埚。
- 5.9 容量瓶。
- 5.10 工装器具:剪刀、锉、试验筛等。

6 样品和试样的制备

6.1 总则

6.1.1 为化学试验所制备的硫化橡胶或热塑性橡胶样品,应注意所取的试样部分能代表所测样品的性质和组成。假如要得出原配方的组成,任何表面喷出物都应并入试验样品中,但是当需要最终的产品组成时,最好用机械方法将喷出物除去。从橡胶制品直接取样,应先将硫化橡胶和其他可能有的成分从制品中分开,例如:金属、线绳、扎带、纤维以及其他覆盖的涂膜或覆盖物等。进行分离时,应尽量使用机械方法——刀片、砂轮、锉刀等,并应避免发热。

6.1.2 样品和试样的制备主要分两类,一类以橡胶的性质进行,一类以化学试验的用途进行。

6.2 软质硫化橡胶

用剪刀、锉、研磨机、冷冻捣碎或液氮制样机等方法将样品粉碎,并通过孔径约 1.7 mm 的试验筛,或者将样品通过实验室开炼机,在小辊距下冷辊压成厚度不超过 0.5 mm 的薄片,使用研磨机或开炼机制备样品时,注意不要污染样品或使样品过分发热。

6.3 硬质硫化橡胶

用锉将样品锉成粉末或用研磨机或冷冻捣碎或利用液氮制样机制样等方法将样品粉碎,通过孔径约 0.4 mm 的试验筛,并用磁铁除去粉末中的铁屑。

6.4 橡胶复合材料

6.4.1 用机械方法不能将橡胶与其他材料分开时,可按 6.4.2~6.4.4 方法处理。

6.4.2 把样品暴露在适合的溶剂蒸汽中使橡胶溶胀,再将橡胶与其他材料分离。然后在通风橱中将溶胀橡胶中的溶剂完全挥发,并按 6.2 所描述的方法进行处理。对于以 NR、SBR 和 BR 为基础的复合材料,丙酮(4.1)或 ETA(4.3)是较合适的溶剂。对于其他类型的橡胶,溶剂的选择见附录 C。

样品暴露在蒸汽中的时间以橡胶与其他材料能分离为限并尽可能短,以免橡胶中的增塑剂被抽提出来。

溶胀后的橡胶可放于通风橱中,室温挥发除去全部的溶剂,然后按 6.2 所描述的方法进行橡胶的后续处理。

6.4.3 在橡胶以化学键与其他基材结合时,应注意结合区的橡胶组成,可能与总体材料有很大不同。

任何情况下,取样方式都应与所要进行的试验相适应,即使橡胶与基材完全分离。但剩下的橡胶组成也可能不只是一种配方,如果继续按 6.2 进行捣胶,可能会导致用于分析的样品不能代表原来的任何一个配方,这时可以通过用显微镜观察材料的一系列横截面将该复合层分离开来。然后仔细地打磨或切割成含有一种或多种橡胶组分的样品,再用于单独分析。

6.4.4 在橡胶不能从基材上分离时,可将其切成小块,并通过孔径约为 2 mm 的试验筛,作整体分析。

在这种情况下,橡胶在复合材料中的质量比例可以通过将该复合材料放在高沸点溶剂中加热分解,然后称出处理前后的质量差而求得。但应注意复合材料中的任何有机材料(例如纤维)可能会部分溶解,在测试结果中应慎重地加以说明。

复合材料样品的非橡胶部分也可用类似的方法进行分析。

在分析结果报告中应详细说明所用的分离方法,如样品不能有效分离,被分析样品显然是橡胶和基材的非均一混合物,应指出由于材料非均匀性或分离不当,导致误差的可能性。

6.5 热塑性橡胶

采用低温冷冻研磨法,按所需的样品大小进行样品制备,也可根据测试项目的不同,选择合适的溶剂进行溶解。

6.6 橡胶类型、含胶率、防老剂、防护体系测定的制样

6.6.1 依据橡胶性质按 6.2~6.4 将橡胶制备为所需的小颗粒。

6.6.2 样品抽提:选择适合的溶剂,见附录 C,对样品进行抽提,制备试样。橡胶类型、含胶率测试保留抽提后的橡胶;防老剂、防护体系测试保留抽提液。

6.7 元素分析样品制备

6.7.1 试样的灰化

6.7.1.1 干法灰化

对于不含卤素的硫化橡胶或热塑性橡胶试样,采用干法灰化。称取试样约 0.2 g(精确至 0.1 mg)。按 6.1 与 6.2 规定将试样制成粒径不大于 1 mm 的颗粒状,放入瓷坩埚中,在调温电炉上低温炭化完全,将坩埚转移至炉温为 $(550\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中继续加热直至灰化完全,保留坩埚中灰分。

6.7.1.2 湿法灰化

对于含卤素试样或未知试样采用湿法灰化。称取试样约 0.2 g(精确至 0.1 mg)。按 6.1 与 6.2 规定将试样剪成粒径不大于 1 mm 的颗粒状,放入瓷坩埚中,加入约 3 mL 的硫酸(4.2)使试样消化(硫酸的量可根据试样溶胀程度和反应剧烈程度慢慢增加)或使用消解仪进行样品消化。将装有试样的坩埚置于石棉板的孔内。通风橱内用电炉慢慢加热,如反应开始阶段,试样膨胀严重,则撤掉热源以避免试样可能的损失。当反应较慢时,升高温度,直至过量的硫酸挥发掉,留下干的炭化残余物为止。将盛有残余物的坩埚转移至炉温为 $(950\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中继续加热至灰化完全,保留坩埚中灰分。

6.7.2 灰分溶解

试样灰化后冷却至室温,将灰分转移至烧杯中,用量筒取 15 mL 硝酸溶液(4.4),倒入烧杯中,置电炉上小心加热至完全溶解,冷却至室温,转移至 250 mL 容量瓶中(若灰分不能完全溶解,则需将溶液过滤),用水稀释至刻度,摇匀,待测。

6.7.3 酸消化法

对于不适用灰化的橡胶材料,按 GB/T 18866 中的规定进行。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 4661-2:2018 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 4661-2:2018 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 4661-2:2018 的章条编号对照情况

本标准章条编号	ISO 4661-2:2018 的章条编号
3	—
4	—
5	—
6.1	—
6.2	4.1
6.3	4.2
6.4.1	4.3 第 1 段
6.4.2	4.3 的第 2 段~第 4 段
6.4.3	4.3 的第 5 段~第 7 段
6.4.4	4.3 的第 8 段~第 11 段
6.5	—
6.6	—
6.7	—
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	—

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 4661-2:2018 相比的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 4661-2:2018 相比的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与 ISO 4661-2:2018 相比的技术差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
1	增加了标准使用范围	更符合标准书写规范
2	关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中,具体调整如下: ——删除了 ISO 1407:2011; ——增加了 GB/T 18866	增加标准可操作性,便于标准的执行
3	增加了术语和定义	使标准结构更完整
4	增加了试剂	方便使用
5	增加了仪器	方便使用
6.1	增加了总则	使标准内容完善,结构合理
6.5	增加了热塑性橡胶的制样	满足行业需要
6.6	增加了橡胶类型、含胶率、防老剂、防护体系测定的制样	满足行业需要
6.7	增加了元素分析样品制备	满足行业需要

附 录 C
(规范性附录)
橡胶抽提推荐用溶剂

表 C.1 给出了各系列橡胶抽提推荐使用的溶剂。

表 C.1 推荐溶剂一览表

橡胶系列 (橡胶组别按 ISO 1629 中的定义)	溶剂 ^a	
	生胶/未硫化橡胶	硫化橡胶
M 组		
丙烯酸乙酯(或其他丙烯酸酯)与少量促进硫化的单体 (通常称为丙烯酸橡胶)(ACM)	正庚烷或正己烷	乙醇,丙酮, 正庚烷或正己烷
丙烯酸乙酯(或其他丙烯酸酯)与乙烯的共聚物(AEM)	乙醇	乙醇
氯乙烯(CM)	丙酮	丙酮
氯磺化聚乙烯(CSM)	丙酮	丙酮
烷基氯磺酰聚乙烯(ACSM) ^b	丙酮	丙酮
二元乙丙橡胶(EPM)	丙酮,2-丁酮或 ETA	丙酮
三元乙丙橡胶(EPDM)	丙酮,2-丁酮或 ETA	丙酮
乙烯-醋酸乙烯共聚物(EVA)	乙醇	乙醇
氟碳橡胶	乙醇	乙醇或丙酮
O 组		
聚环氧氯丙烷(CO)	乙醇,正庚烷或正己烷	乙醇,丙酮,正庚烷或正己烷
环氧乙烷与氯甲基环氧乙烷的共聚物(ECO)	乙醇,正庚烷或正己烷	乙醇,丙酮,正庚烷或正己烷
环氧氯丙烷、环氧乙烷和烯丙基缩水甘油醚三元共聚物 (GECO)	乙醇,正庚烷或正己烷	乙醇,丙酮,正庚烷或正己烷
环氧丙烷与烯丙基缩水甘油醚的共聚物 (GPO)	乙醇,正庚烷或正己烷	乙醇,丙酮,正庚烷或正己烷
Q 组		
甲基-乙烯基硅橡胶(VMQ)	丙酮	丙酮
聚合物链中含有甲基、乙烯基和氟取代基团的硅橡胶 (FVMQ)	丙酮	丙酮
R 组		
天然橡胶或聚异戊二烯橡胶	ETA 或丙酮	丙酮或 ETA
顺丁橡胶(BR)	ETA 或丙酮	丙酮或 ETA
丁基橡胶(IIR)	丙酮	丙酮
丁苯橡胶(SBR)	ETA 或丙酮	丙酮或 ETA
氢化丁苯橡胶(HSBR) ^b	ETA 或丙酮	丙酮或 ETA

表 C.1 (续)

橡胶系列 (橡胶组别按 ISO 1629 中的定义)	溶剂 ^a	
	生胶/未硫化橡胶	硫化橡胶
丁腈橡胶 (NBR)	乙醇, 正庚烷或正己烷	乙醇, 丙酮, 正庚烷或正己烷
氯化丙烯腈-丁二烯橡胶 (HNBR)	乙醇, 正庚烷或正己烷	乙醇, 丙酮, 正庚烷或正己烷
羧基丁腈橡胶 (XNBR)	乙醇, 正庚烷或正己烷	乙醇, 丙酮, 正庚烷或正己烷
氯丁二烯橡胶 (CR)	乙醇, 丙酮, 正庚烷或正己烷	乙醇, 丙酮, 正庚烷或正己烷
溴化丁基橡胶或氯化丁基橡胶 (BIIR or CIIR)	丙酮	丙酮
降冰片烯橡胶 (NOR)	丙酮	丙酮
U 组		
聚酯型聚氨酯 (AU) 聚醚型聚氨酯 (EU)	乙醇	乙醇
热塑性弹性体 (TPEs)		
苯乙烯-丁二烯嵌段共聚物 (TPS-SBS)	丙酮或 ETA	丙酮或 ETA
聚苯乙烯-聚(乙烯-丁烯)-聚苯乙烯 (TPS-SEBS)	丙酮或 ETA	丙酮或 ETA
苯乙烯-异戊二烯嵌段共聚物 (TPS-SIS)	丙酮或 ETA	丙酮或 ETA
聚苯乙烯-聚(乙烯-丙烯)-聚苯乙烯 (TPS-SEPS)	丙酮或 ETA	丙酮或 ETA
丙烯腈-丁二烯橡胶和聚氯乙烯的混合物 [TPZ-(NBR+PVC)]	乙醇	乙醇
间规 1,2-聚丁二烯 (TPZ) ^b	丙酮, 乙醇或 ETA	丙酮, 乙醇或 ETA
热塑性聚烯烃弹性体 (TPO)	丙酮	丙酮
热塑性聚酰胺弹性体 (TPA)	乙醇	
热塑性共聚酯弹性体 (TPC)	乙醇	
热塑性聚氨酯弹性体 (TPU)	乙醇	
当丙酮用于萃取时, 可能会部分转化为高沸点的二丙酮醇。 在干燥过程中如果发现溶剂没有很好地蒸发, 需使用其他溶剂再次进行提抽或采用其他方法干燥。		
^a 黑体为首选溶剂。 ^b 尚未标准化。		