



中华人民共和国国家标准

GB/T 32676—2016

卤化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIR 和 CIIR) 评价方法

Halogenated isobutene-isoprene rubber(BIIR and CIIR)—
Evaluation procedures

(ISO 7663:2005,MOD)

2016-06-14 发布

2017-01-01 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

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 取样和制样	1
3.1 取样	1
3.2 制样	1
4 生胶的物理和化学试验方法	2
4.1 门尼黏度	2
4.2 挥发分	2
4.3 灰分	2
5 评价混炼胶的制备	2
5.1 标准试验配方	2
5.2 操作程序	2
6 用硫化仪评价硫化特性	4
6.1 圆盘振荡硫化仪	4
6.2 无转子硫化仪	4
7 评价硫化橡胶拉伸应力-应变性能	4
8 精密度	5
9 试验报告	5
附录 A (资料性附录) 精密度	6
参考文献	8

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 7663:2005《卤化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIR 和 CIIR) 评价方法》。

本标准与 ISO 7663:2005 的主要技术差异如下:

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的内容集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用非等效采用国际标准的 GB/T 1232.1 代替了 ISO 289-1(见 4.1);
- 用修改采用国际标准的 GB/T 4498.1—2013 代替了 ISO 247:1990(见 4.3);
- 用修改采用国际标准的 GB/T 6038—2006 代替了 ISO 2393:1994(见 5.2.1、5.2.2.2 中 g) 和 5.2.2.3 中 f);
- 用等同采用国际标准的 GB/T 9869 代替了 ISO 3417(见 6.1);
- 用修改采用国际标准的 GB/T 16584 代替了 ISO 6502(见 6.2);
- 用修改采用国际标准的 GB/T 24131—2009 代替了 ISO 248:2005(见 4.2);
- 增加引用了 GB/T 3185—1992(见表 1);
- 增加引用了 GB/T 9103—2013(见表 1);
- 删除了 ISO 8312;
- 删除了 ISO 9298。

——增加了对易于黏辊橡胶的挥发分含量测定方法(见 4.2)。

——将国际标准第 8 章中精密度的具体内容以资料性附录 A 给出,并增加了 $t'_c(90)$ 的精密度数据(见附录 A)。

——将国际标准中规范性引用的 ISO/TR 9272 以等同采用的 GB/T 14838 代替并在参考文献中给出。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由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(SAC/TC 35/SC 6)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、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司。

本标准主要起草人:魏玉丽、翟月勤、魏绪玲、彭金瑞、孙丽君、崔广洪、笪敏峰、于洪洗。

卤化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIR 和 CIIR) 评价方法

警告——使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度,并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了卤化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIR 和 CIIR)的物理和化学试验方法,规定了评价混炼胶硫化特性和评价硫化橡胶拉伸应力-应变性能所用的标准材料、标准试验配方、设备及操作方法。

本标准适用于卤化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIR 和 CIIR)。

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 528 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定(GB/T 528—2009,ISO 37:2005, IDT)

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 2941 橡胶物理试验方法 试样制备和调节通用程序(GB/T 2941—2006,ISO 23529:2004, IDT)

GB/T 3185—1992 氧化锌(间接法)

GB/T 4498.1—2013 橡胶 灰分的测定 第1部分:马弗炉法(ISO 247:2006,MOD)

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

GB/T 9103—2013 工业硬脂酸

GB/T 9869 橡胶胶料 硫化特性的测定 圆盘振荡硫化仪法(GB/T 9869—2014,ISO 3417:2008, IDT)

GB/T 15340—2008 天然、合成生胶取样及其制样方法(ISO 1795:2000, IDT)

GB/T 16584 橡胶 用无转子硫化仪测定硫化特性(GB/T 16584—1996,eqv ISO 6502:1991)

GB/T 24131—2009 生橡胶 挥发分含量的测定(ISO 248:2005,MOD)

3 取样和制样

3.1 取样

按 GB/T 15340—2008 取样约 1.5 kg。

3.2 制样

按 GB/T 15340—2008 制备试样。

4 生胶的物理和化学试验方法

4.1 门尼黏度

按 GB/T 15340—2008 中 8.3.2.1 的规定制备试样。

如果由于试样的原因(如:过多的孔隙)或相关方认为试样必须过辊,则应按 GB/T 15340—2008 中 8.3.2.2 规定制备试样。

按 GB/T 1232.1 规定测定试样的门尼黏度。试样要尽量避免气泡,以免使空气附着在转子和模腔表面。测定结果以 ML(1+8)125 °C 表示。

4.2 挥发分

按 GB/T 24131—2009 中 4.2.1 规定的热辊法 A 测定挥发分含量。对易于黏辊的橡胶,可按 GB/T 24131—2009 中 5.2.2 规定的烘箱法 B 测定挥发分含量。

4.3 灰分

按 GB/T 4498.1—2013 规定测定灰分含量。

5 评价混炼胶的制备

5.1 标准试验配方

标准试验配方见表 1。应使用符合国家或国际标准的参比材料。如果得不到标准参比材料,应使用相关方认可的材料。

表 1 评价卤化异丁烯-异戊二烯橡胶标准试验配方

材料	质量份
卤化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIR 和 CIIR)	100.00
硬脂酸 ^{a,b}	1.00
工业参比炭黑 ^c	40.00
氧化锌 ^{a,d}	5.00
合计	146.00
^a 选用粉末材料。 ^b 应符合 GB/T 9103—2013 中规定的 1850 型一等品硬脂酸技术要求。 ^c 选用最新的工业参比炭黑。 ^d 应符合 GB/T 3185—1992 中规定的 BA01-05(I 型)橡胶用一级品氧化锌(间接法)技术要求。	

5.2 操作程序

5.2.1 设备与程序

试验胶料的配料、混炼、硫化设备及操作程序应按 GB/T 6038—2006 中第 6 章~第 9 章的规定进行。

5.2.2 混炼程序

5.2.2.1 概述

本标准规定了两种可供选用的混炼方法：

——方法 A：开炼机混炼；

——方法 B：小型密炼机混炼(MIM)。

另外，在相关方的认可下也可采用不同于方法 A 和方法 B 的混炼程序。

注：上述方法可能会得到不同的试验结果。

5.2.2.2 方法 A(开炼机混炼)

标准实验室开炼机每批投胶量(以 g 计)应是配方量的 4 倍(即 $146.00\text{ g} \times 4 = 584.00\text{ g}$)。混炼过程中辊筒表面的温度应保持在 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

含有氧化锌的卤化异丁烯-异戊二烯硫化橡胶对湿度非常敏感，因此，炭黑应在 $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、厚度不超过 10 mm 的条件下烘干 1 h。将烘干的炭黑贮存在防潮容器中。

混炼期间辊筒间隙应保持有适量的堆积胶。如果在规定的辊距下达不到这种要求，应对辊距稍作调整。

混炼前应在适当的容器中将硬脂酸和炭黑混合均匀。

	持续时间 (min)	累计时间 (min)
a) 调节辊距为 0.65 mm，使橡胶包覆前辊(慢辊)。	1.0	1.0
b) 沿开炼机辊筒恒速均匀地加入硬脂酸和炭黑的混合物。在混炼期间散落的所有物料应加入胶料中。	9.5	10.5
c) 当所有的硬脂酸和炭黑与胶料混为一体时，从每边作 3/4 割刀 1 次。当有明显的游离粉料时不允许割刀。	0.5	11.0
d) 加入氧化锌。	3.0	14.0
e) 当所有的氧化锌与胶料混为一体时，交替地从每边作 3/4 割刀 3 次。	2.0	16.0
f) 下片。调节辊距至 0.8 mm，将混炼胶打卷纵向薄通 6 次。	2.0	18.0
g) 将混炼胶压制成厚约 6 mm 的胶片，检查其质量(参见 GB/T 6038)。如果胶料质量与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%，则弃去此胶料并重新混炼。		
h) 按照 GB/T 528 的规定，将混炼胶压制成厚约 2.2 mm 的胶片或压制成用于制备环形试片的适当厚度。		
i) 混炼胶在进行硫化和硫化特性试验前，按照 GB/T 2941 的规定在标准温度、湿度下调节 2 h~24 h。		

5.2.2.3 方法 B(小型密炼机混炼)

额定容积为 64 cm^3 的小型密炼机，投胶量应是配方量的 0.48 倍(即 $146.00\text{ g} \times 0.48 = 70.08\text{ g}$)。按 5.2.2.2 规定烘干炭黑。

设定开炼机辊筒温度为 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，辊距约 0.5 mm。将橡胶在开炼机上过辊一次，然后剪成宽约 20 mm 的胶条。

小型密炼机的模腔温度保持在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，空载时转子速度为 60 r/min~63 r/min。

	持续时间 (min)	累计时间 (min)
a) 先加入 3/4 的橡胶，再加入硬脂酸、氧化锌和炭黑，放下上顶栓，打	0.0	0.0
开计时器。		

	持续时间 (min)	累计时间 (min)
b) 混炼胶料。升起上顶栓,清扫进料口。加入剩余的橡胶。	1.5	1.5
c) 混炼胶料。	3.5	5.0
d) 关掉电机,升起上顶栓,打开混炼室,卸下胶料。记录胶料的最高温度。 混炼 5 min 后,卸下的胶料最终温度不应超过 120 ℃。如达不到上述条件,应改变胶料质量或模腔温度。		
e) 立即将胶料在辊温为 40 ℃±5 ℃,辊距为 3.0 mm 的开炼机上过辊两次,或在 30 ℃±5 ℃,压力为 100 kN 的双面不锈钢板间挤压 5 s。		
f) 检查胶料质量(参见 GB/T 6038)。如果胶料质量与理论值之差超过+0.5%或-1.5%,则弃去此胶料重新混炼。		
g) 按照 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节胶料 2 h~24 h。按 6.1 或 6.2 规定进行胶料的硫化特性试验。		
h) 如果需要,按照 GB/T 528 规定,将混炼胶压制成厚约 2.2 mm 的胶片或压制成用于制备环形试片的适当厚度。按步骤 g) 调节试片。		

6 用硫化仪评价硫化特性

6.1 圆盘振荡硫化仪

测定以下试验参数:
 M_L 、 M_H 、 t_{SI} 、 $t'_C(50)$ 和 $t'_C(90)$ 。
按 GB/T 9869 规定采用以下试验条件:
振荡频率:1.7 Hz;
振幅:1°;
注:可选择振幅 3°。如果选择此振幅,测定时用 t_{SI} 代替 t_{SI} 。
量程:至少选择 M_H 为满量程的 75%;
模腔温度:160 ℃±0.3 ℃;
预热时间:无。

6.2 无转子硫化仪

测定以下试验参数:
 F_L 、 F_{HR} 、 t_{SI} 、 $t'_C(50)$ 和 $t'_C(90)$ 。
按 GB/T 16584 规定采用以下试验条件:
振荡频率:1.7 Hz;
振幅:0.5°;
注:可选择振幅 1°。如果选择此振幅,测定时用 t_{SI} 代替 t_{SI} 。
量程:至少选择 F_{HR} 为满量程的 75%;
模腔温度:160 ℃±0.3 ℃;
预热时间:无。

7 评价硫化橡胶拉伸应力-应变性能

在 150 ℃下硫化试片,硫化时间分别为 15 min、30 min 和 45 min。

按 GB/T 2941 规定在标准温度和湿度下调节硫化试片 16 h~96 h。

按 GB/T 528 规定测定硫化橡胶拉伸应力-应变性能。

注：方法 B(小型密炼机法)提供的胶料量仅供评价一个试样的硫化特性和一个硫化胶片的拉伸应力-应变性能。推荐在 150 ℃条件下硫化时间为 45 min,但是也可以采用其他条件。

8 精密度

参见附录 A。

9 试验报告

试验报告应至少包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 测定灰分所采用的方法(GB/T 4498.1—2013 中 A 法或 B 法)；
- d) 使用的参比材料；
- e) 5.2.2 中选用的混炼程序；
- f) 制样过程中的环境条件；
- g) 挥发分含量测定结果；
- h) 灰分含量测定结果；
- i) 第 6 章中,硫化仪的类型、振幅及试验参数测定结果；
- j) 第 7 章中选用的硫化时间；
- k) 试验过程中观察到的任何异常现象；
- l) 本标准或引用标准中未包括的任何操作和任何自选操作,包括与 GB/T 2941 规定不一致的；
- m) 试验结果及单位的表述；
- n) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
精 密 度

A.1 概述

本附录按 GB/T 14838 规定进行了精密度计算,以重复性和再现性表示。

A.2 精密度细则

本附录按照实验室间程序,由 5 个实验室分别在两天对不同的两种橡胶(BIIR 和 CIIR)进行试验,获得了实验室间 2 型精密度。

A.3 精密度结果

重复性和再现性精密度计算结果见表 A.1。

表 A.1 所用符号定义如下:

r ——重复性,用测量单位表示。在指定的概率下,实验室内两个试验结果绝对差值应小于该值。

(r) ——相对重复性,用百分数表示。

试验结果是在相同的试验条件下(同一操作者、同一设备和同一实验室),在规定的周期内,采用同一试验方法和相同试验材料所得到的。除非另有说明,概率为 95%。

R ——再现性,用测量单位表示。在指定的概率下,实验室间的两个试验结果绝对差值应小于该值。

(R) ——相对再现性,用百分数表示。

试验结果是在不同的试验条件下(不同的操作者、不同的设备和不同的实验室),在规定的周期内,采用同一试验方法和相同试验材料所得到的。除非另有说明,概率为 95%。

s_r ——重复性标准差,用测量单位表示。

s_R ——再现性标准差,用测量单位表示。

表 A.1 精密度数据

性能 ^a	单位	中点值 ^b	实验室内			实验室间		
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_L	dN·m	12.3	(0.50)	(1.42)	(11.5)	(1.8)	(4.25)	(38.6)
			0.21	0.59	4.8	1.02	2.89	23.5
M_H	dN·m	23.5	(0.51)	(1.44)	(6.1)	(1.73)	(4.90)	(20.9)
			0.33	0.93	4.0	1.07	3.03	12.9
t_{SI}	min	3.1	(0.16)	(0.45)	(14.5)	(0.39)	(1.10)	(35.5)
			0.19	17.4	17.4	0.39	1.10	35.5

表 A.1 (续)

性能 ^a	单位	中点值 ^b	实验室内			实验室间		
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
$t'_c(90)$	min	13.1	(0.62) 0.38	(1.75) 1.08	(13.4) 8.2	(2.29) 1.72	(6.48) 4.87	(49.5) 37.2
拉伸应力-应变试验:								
300%定伸应力	MPa	6.6	(0.41) 0.38	(1.16) 1.08	(17.6) 16.4	(0.61) 0.75	(1.73) 2.12	(26.2) 32.1
断裂拉伸强度	MPa	14.35	(0.57) 0.62	(1.60) 1.75	(11.1) 12.2	(2.15) 1.58	(6.08) 4.47	(42.2) 31.0
拉断伸长率	%	495	(48) 33	(136) 93	(27.5) 18.8	(41.5) 21.5	(118) 61	(23.8) 123
^a M_L 、 M_H 、 t_{SI} 和 $t'_c(90)$ 的所有值是在 160 ℃、1.7 Hz、振幅为 1° 的条件下测定。圆括号内的值是方法 B(小型密炼机法)测定的值。用中点值计算(r)和(R)。 ^b 该值是范围值的中点,范围值可参考 ASTM D3958-06。								

参 考 文 献

- [1] GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定
 - [2] ASTM D3958-06, Standard Test Methods for Rubber—Evaluation of BIIR and CIIR (Halo-
genated Isobutene-Isoprene Rubber)
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
卤化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIR 和 CIIR)
评价方法

GB/T 32676—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

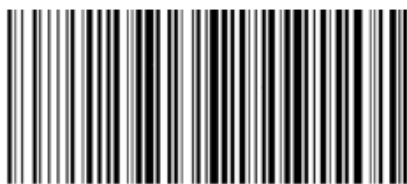
服务热线: 400-168-0010

2016年7月第一版

*

书号: 155066 · 1-52699

版权专有 侵权必究



GB/T 32676-2016