



中华人民共和国国家标准

GB/T 35502—2017

再生天然橡胶 评价方法

Reclaimed natural rubber—Evaluation procedure

(ISO/TS 16095:2014, Reclaimed rubber derived from products containing mainly natural rubber—Evaluation procedure, NEQ)

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国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。

本标准使用重新起草法参考 ISO/TS 16095:2014《以天然橡胶为主体的橡胶制品制取的再生橡胶评价方法》编制,与 ISO/TS 16095:2014 的一致性程度为非等效。

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:沈阳橡胶研究设计院有限公司、福建环科化工橡胶集团有限公司、福建省产品质量检验研究院、杭州中策橡胶有限公司、厦门众宏泰环保科技有限公司。

本标准主要起草人:孔波、蒋兴思、王姝、严国民、林伟、董方清、康志斌、严斌。

再生天然橡胶 评价方法

1 范围

本标准规定了评价再生天然橡胶的物理和化学试验方法、评价其硫化胶性能所用的标准材料、标准试验配方、设备和操作程序。

本标准适用于以天然橡胶为主体橡胶材料的橡胶制品生产的再生橡胶。

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 528—2009 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定

GB/T 531.1 硫化橡胶或热塑性橡胶 压入硬度试验方法 第1部分:邵氏硬度计法(邵尔硬度)

GB/T 1232.1 未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定 第1部分:门尼黏度的测定

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序

GB/T 3516—2006 橡胶 溶剂抽出物的测定

GB/T 4498.1—2013 橡胶 灰分的测定 第1部分:马弗炉法

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 7764 橡胶鉴定 红外光谱法

GB/T 9869 橡胶胶料 硫化特性的测定 圆盘振荡硫化仪法

GB/T 13460 再生橡胶 通用规范

GB/T 14837.1 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

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法

GB/T 25268 橡胶 硫化仪使用指南

GB/T 29613.1 橡胶 裂解气相色谱分析法 第1部分:聚合物(单一及并用)的鉴定

3 术语和定义

GB/T 13460 界定的术语和定义适用于本文件。

4 取样及样品制备

4.1 按 GB/T 15340 描述的方法取约 1.5 kg 实验室样品。

4.2 按 GB/T 15340 制备试验样品。

5 生橡胶的物理和化学试验

5.1 定性

按 GB/T 7764 或 GB/T 29613.1 进行定性,以确定样品是否为天然橡胶主体。其中 GB/T 7764 为

仲裁法。

5.2 门尼黏度

按 GB/T 1232.1 测定以 4.2 方法制备的试样的门尼黏度。
记录 100 ℃下 ML(1+4)结果。

5.3 丙酮萃取物

按 GB/T 3516—2006 中的方法 A 或方法 B 测定丙酮萃取物。

5.4 灰分

按 GB/T 4498.1—2013 方法 A 测定灰分含量。

5.5 炭黑

按 GB/T 14837.1 测定炭黑含量。

5.6 橡胶含量

用减除法按式(1)计算生橡胶含量(R):

$$R = 100 - (x + y + z) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- R ——生橡胶含量,以百分数计(%);
- x ——炭黑含量,以百分数计(%);
- y ——灰分含量,以百分数计(%);
- z ——丙酮萃取物含量,以百分数计(%)。

6 制备评价用试验胶料

6.1 标准试验配方

评价再生天然橡胶的标准配方在表 1 中给出。

所用材料应为国家或国际参比物质。如果没有标准参比物质,所使用的材料应由利益相关方同意。

表 1 标准试验配方

材料	质量份
再生天然橡胶	$100.00 + x + y + z$
硬酯酸 ^a	2.00
氧化锌 ^a	5.00
硫磺 ^a	3.00
2-巯基苯并噻唑(MBT)	0.50
二苯基胍(DPG)	0.20

表 1 (续)

材料	质量份
总计	$110.70 + x + y + z$
注 1: x 是再生天然橡胶中对 100 份生橡胶的炭黑份数。 注 2: y 是再生天然橡胶中对 100 份生橡胶的灰分份数。 注 3: z 是再生天然橡胶中对 100 份生橡胶的丙酮萃取物份数。	
° 使用粉末状物质 (工业用标准硫化剂)。	

6.2 混炼程序——用实验室开炼机混炼

标准实验室投料量,以克计,应足以形成包辊。混炼过程中辊温应保持在 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

在混炼过程中要在辊隙间保持良好滚动的堆积胶。如果按下列辊距不能形成堆积胶,则宜调小辊距。

投料量可为基础配方的二倍。但在这种情况下,辊距应调大。

- a) 称量再生天然橡胶,精确至 0.01 g 。
- b) 根据上述试验配方按与所用再生橡胶的比例,称量活化剂和硫化剂,精确至 0.01 g 。

	混炼时间 min	累积时间 min
c) 天然橡胶包辊,辊距 1.2 mm 。	1.0	1.0
d) 将氧化锌和硬脂酸沿辊筒匀速加入。当所有氧化锌和硬脂酸都混入时,做两侧 $3/4$ 割刀。 当堆积胶上或混炼表面明显有粉末时,不要割刀。确保混炼过程中任何散落的材料都回收混入胶料中。	1.0	2.0
e) 沿辊筒匀速加入 MBT。当所有粉末都混入时,做两侧 $3/4$ 割刀。	1.0	3.0
f) 沿辊筒匀速加入 DPG。当所有粉末都混入时,做两侧 $3/4$ 割刀。	1.0	4.0
g) 沿辊筒匀速加入硫磺。当所有粉末都混入时,做两侧 $3/4$ 割刀。	1.0	5.0
h) 下料。(将胶料从开炼机上割下)	2.0	7.0
i) 将辊距调为 1.2 mm ,打卷并过辊六次。	3.0	10.0
总时间	10.0	
j) 压延方向出片,约厚 6 mm ;称量胶料(见 GB/T 6038)。如果胶料质量偏离理论值大于 $+0.5\%$ 或 -1.5% ,这批胶料弃用,重新混炼。		
k) 留取足够量的胶料,用于硫化试验。		
l) 压延方向出片,约厚 2.2 mm ,用于制备试片,或适当厚度制备符合 GB/T 528—2009 的环形试样或哑铃状试样。		
m) 混炼后,调节胶料至少 2 h ,但不超过 24 h ,如可能应置于 GB/T 2941 界定的标准实验室温度和湿度下。在 $(140 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 下 20 min 模制试片。大于 6 mm 的钮扣试样,增加额外 2 mm 。		

7 用硫化仪评价硫化特性

7.1 使用振动圆盘硫化仪

按 GB/T 9869 测量下列标准试验参数：

M_L , 规定时间的 M_H , t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$ 和 $t'_c(95)$, 使用下列试验条件：

- 振动频率：1.7 Hz(100 周每分钟)；
- 振幅：1°弧度(可选 3°弧度。如此，则应测量 t_{s2} 而不是 t_{s1})；
- 量程：至少选择 M_H 为满量程的 75%；
- 模腔温度：160 °C ± 0.3 °C；
- 预热时间：无。

7.2 使用无转子硫化仪

按 GB/T 25268, 测量下列标准试验参数：

F_L , 规定时间的 F_{max} , t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$, $t'_c(95)$ 和 $t'_c(99)$, 使用下列试验条件：

- 振动频率：1.7 Hz(100 周每分钟)；
- 振幅：0.5°弧度(可选 1°弧度。如此，则应测量 t_{s2} 而不是 t_{s1})；
- 量程：至少选择 F_{max} 为满量程的 75%；
- 模腔湿度：160 °C ± 0.3 °C；
- 预热时间：无。

8 评价试验胶料的门尼黏度

按 GB/T 1232.1 测定门尼黏度。

记录结果，以 100 °C 下的 ML(1+4) 表示。

9 评价硫化的试验胶料的拉伸应力-应变性能

警告——在硫化过程中可能生成亚硝胺。

硫化试片，(140 ± 1) °C, 20 min。

在 GB/T 2941 界定的标准实验室温度下，如可能同时在标准实验室湿度下，调节硫化的试片/钮扣试样 16 h 至 96 h。

按 GB/T 528—2009 测量应力-应变性能。

10 评价硫化的试验胶料的邵尔硬度

按 GB/T 531.1 用常规硬度 A-标尺橡胶硬度计测量邵尔硬度。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 本标准的编号(即, GB/T 35502—2017)；
- 标识试样必须的所有细节；

- c) 灰分测定所用的方法(GB/T 4498.1—2013 方法 A);
 - d) 丙酮萃取物测定所用的方法(GB/T 3516—2006 方法 A 或方法 B);
 - e) 炭黑测定所用的方法(GB/T 14837.1);
 - f) 制备试验胶料所用的参比物质;
 - g) 制备试验胶料期间的室温条件;
 - h) 所用硫化仪型号,测定 M_H 的时间点,硫化仪试验的振幅(第 7 章规定的);
 - i) 测定中观察到的任何不正常的现象;
 - j) 未包含在本标准或引用标准中的任何操作及任何视为可选操作的细节;
 - k) 结果表示和单位;
 - l) 试验日期。
-

doc88-vuonge

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

再生天然橡胶 评价方法

GB/T 35502—2017

*

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

2018年1月第一版

*

书号: 155066 · 1-59010

版权专有 侵权必究



GB/T 35502-2017