



中华人民共和国国家标准

GB/T 11409—2008

代替 GB/T 11409.1—1995, GB/T 11409.2—1995, GB/T 11409.3—2003, GB/T 11409.4—1989,
GB/T 11409.5—1989, GB/T 11409.6—2003, GB/T 11409.7—1989, GB/T 11409.8—1989,
GB/T 11409.9—2003

橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法

Test methods rubber antiagers and vulcanizing accelerators

2008-06-18 发布

2009-02-01 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

本标准代替 GB/T 11409.1—1995《橡胶防老剂、硫化促进剂熔点测定方法》、GB/T 11409.2—1995《橡胶防老剂、硫化促进剂结晶点测定方法》、GB/T 11409.3—2003《橡胶防老剂、硫化促进剂软化点的测定》、GB/T 11409.4—1989《橡胶防老剂、硫化促进剂加热减量的测定方法》、GB/T 11409.5—1989《橡胶防老剂、硫化促进剂筛余物的测定方法》、GB/T 11409.6—2003《橡胶防老剂、硫化促进剂表观密度的测定》、GB/T 11409.7—1989《橡胶防老剂、硫化促进剂灰分的测定方法》、GB/T 11409.8—1989《橡胶防老剂、硫化促进剂粘度的测定方法 旋转粘度计法》、GB/T 11409.9—2003《橡胶防老剂、硫化促进剂盐酸不溶物含量的测定》。

本标准是由 GB/T 11409.1~GB/T 11409.9 整合修订而成。

本标准与 GB/T 11409.1~GB/T 11409.9 的技术性差异：

——本标准中熔点的测定与 GB/T 11409.1—1995 的差异为：毛细管规格由内径约 1 mm 改为 1.2 mm~1.4 mm，壁厚约 0.15 mm 改为 0.2 mm~0.3 mm（本标准中的 3.1，GB/T 11409.1—1995 中的 2.5），分析步骤中，将毛细管中试样由紧缩为 2 mm~3 mm 高改为 3 mm~6 mm 高，由比预测熔点低 30℃，并以 2℃/min 升温改为由比预测熔点低 25℃，并以 3℃/min 升温，将毛细管的安装情况改为当温度升至比预测熔点低约 10℃方可将装试样的毛细管附着于温度计上。

——其余项目的测定和 GB/T 11409.2~GB/T 11409.9 无技术性差异，只是做了编辑性的修改。

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化学助剂分技术委员会归口。

本标准负责起草单位：山西省化工研究所，中国石化集团南京化学工业有限公司。

本标准参加起草单位：河南省开仑化工有限责任公司。

本标准主要起草人：范秀莉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 11409.1~GB/T 11409.9—1989，GB/T 11409.1—1995，GB/T 11409.2—1995，GB/T 11409.3—2003，GB/T 11409.6—2003，GB/T 11409.9—2003。

橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法

1 范围

本标准规定了橡胶防老剂、硫化促进剂的熔点、结晶点、软化点、加热减量、筛余物、表观密度、灰分、黏度、盐酸不溶物的测定方法。

本标准适用于橡胶防老剂、硫化促进剂的熔点、结晶点、软化点、加热减量、筛余物、表观密度、灰分、黏度、盐酸不溶物的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—1997, eqv ISO 3310-1:1990)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 试验方法

除非另有说明，在分析中所用标准溶液、制剂和制品，均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 所规定的三级水。

检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

3.1 熔点的测定

3.1.1 仪器

3.1.1.1 装置

3.1.1.1.1 电热熔点测定器：如图 1 所示，尺寸详见图 2 所示，该测定器中的玻璃管内有 100 W～300 W 的电热丝，连接在 1 kVA 的调压器上。

3.1.1.1.2 安装：如图 1 所示，向测定器中注入传热液，其液面与扩张部分下缘部分对齐，测定过程中，应保持全浸式温度计水银球下端距液面约 50 mm，局浸式温度计达到浸没线。

3.1.1.2 温度计：分度值为 0.1 ℃，局浸式或全浸式。

3.1.1.3 辅助温度计：分度值为 1 ℃，使水银球位于露出液面外的温度计水银柱的中部。

3.1.1.4 参考温度计：0 ℃～200 ℃，分度值为 1 ℃。

3.1.1.5 毛细管：长 70 mm～100 mm，内径约 1.2 mm～1.4 mm，壁厚约 0.2 mm～0.3 mm。

3.1.1.6 投掷玻璃管：内径 8 mm，长 800 mm。

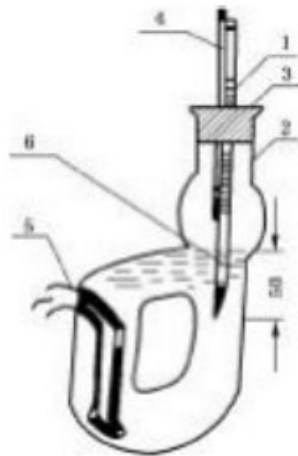
3.1.1.7 玛瑙研钵。

3.1.1.8 调压器：1 kVA。

3.1.2 传热液

根据试样熔点的高低选取。熔点在 250 ℃以下时，可选用液体石蜡、硫酸、201 型 100 号甲基硅油和邻苯二甲酸二辛酯等。

熔点在 250 ℃以上时，可用硫酸和硫酸氢钾(11+9)混合溶液等。



- 1——温度计；
- 2——电热测定器；
- 3——胶塞；
- 4——辅助温度计；
- 5——100 W~300 W 电热丝；
- 6——毛细管。

图 1 电热熔点测定器

单位为毫米

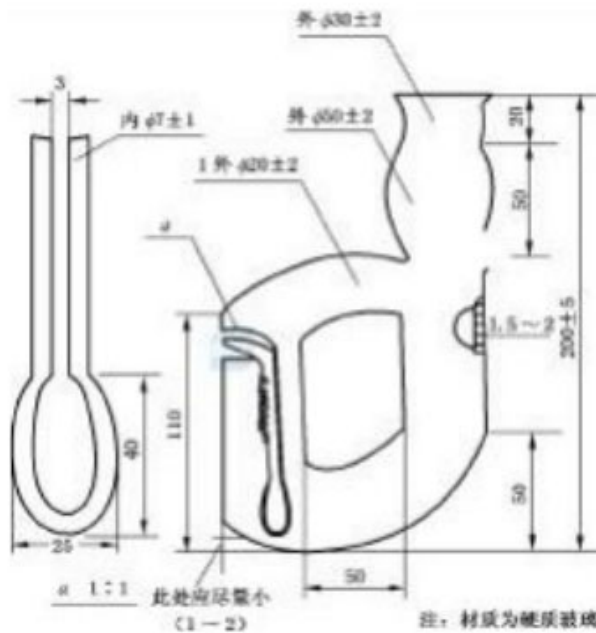


图 2 电热熔点测定器尺寸

3.1.3 分析步骤

将测定加热减量后的试样在玛瑙研钵中研细,然后放入一端封闭的、清洁干燥的毛细管中,经直立的投掷玻璃管投掷十余次,至毛细管中的试样紧缩为 3 mm~6 mm 高,并立即将上端熔封,缓缓加热传热液,待温度升至比预测试样熔点低约 25 ℃时,以 3 ℃/min 升温,待温度升至比预测熔点低约 10 ℃时,将装试样的毛细管附着于温度计上,此时注意使试样层面与温度计水银球的中部在同一高度,插入传热液中,并以(1±0.1) ℃/min 升温,这时要细心观察试样在毛细管中的变化情况,当试样收缩并且在毛细管壁上开始出现液体时的温度为初熔温度;毛细管中的试样完全液化时的温度为试样的全熔温度。初熔温度与全熔温度的间距为该试样的熔程。取重复两次测定结果的算术平均值为测定结果。

3.1.4 校正

若使用全浸式温度计,则测得熔点按式(1)计算:

$$T_1 = t_1 + 0.000\ 16h(t_1 - t_2) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

t_1 ——温度计指示的温度数值,单位为摄氏度(℃);

h ——露出液面水银柱的高度,用温度计的度数表示;

t_2 ——露出液面水银柱中部周围空气的温度(由辅助温度计表示);

0.000 16——水银的体积表观膨胀系数。

3.1.5 允许差

平行测定两个结果的差值不应大于 0.5 ℃。

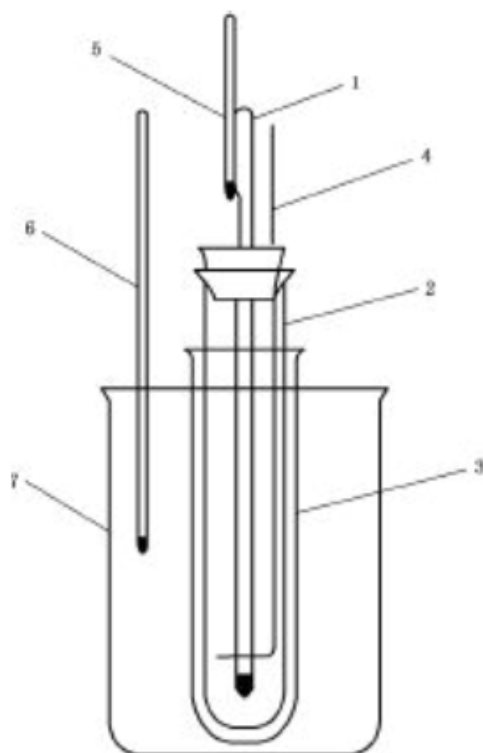
3.2 结晶点的测定

3.2.1 原理

在规定条件下,冷却液体试样或熔融试样,在冷却过程中,当试样出现结晶时,在液相中测量到一个恒定温度或回升的最高温度为试样的结晶点。

3.2.2 仪器

3.2.2.1 结晶点测定装置如图 3 所示。



- 1——温度计;
- 2——结晶管;
- 3——套管;
- 4——搅拌器;
- 5——辅助温度计;
- 6——参考温度计;
- 7——冷却器。

图 3 结晶点测定装置

3.2.2.2 结晶管:外经为 25 mm,长度约 150 mm。

3.2.2.3 套管:内径约 28 mm,长度约 120 mm。

3.2.2.4 搅拌器:玻璃或不锈钢制成,下端有一直径约 20 mm 的环。

3.2.2.5 温度计:分度值为 0.1 °C,长度约 300 mm 的局浸或全浸式温度计一支,普通温度计两支。

3.2.2.6 冷却浴:600 mL 烧杯,内盛适当冷却剂。

冷却剂视试样结晶点不同选用冰水混合物、水、甘油。

3.2.3 试样的准备

在常温下为固体的试样,在比预计的结晶点高出约 20 °C 以内的温度下加热熔化。

对液体试样或熔融试样,根据产品的性质要求,可以直接进行结晶点测定,也可以干燥后进行结晶点测定,干燥方法在具体产品标准中规定。

3.2.4 分析步骤

将液体试样或熔融试样加入结晶管至约 60 mm 深度,垂直装入搅拌器及温度计,温度计水银球处于结晶管中部位置,顶端距结晶管底部约 10 mm,把结晶管装入套管中,冷却浴温度一般比预计的结晶点低 10 °C~15 °C,上下平稳地移动搅拌器搅拌试样,也可以用温度计进行搅拌,但必须注意温度计不得触及管壁,搅拌速度每分钟约 60 次(搅拌速度及搅拌时间可视产品性质,在该产品标准中具体规定),使试样逐渐冷却。仔细观察试样温度的变化。试样开始结晶时,温度出现回升,此时停止搅拌。当温度回升至最高点并维持一定时间不变时,该温度即为试样的结晶点。取重复两次测定结果的算术平均值为测定结果。

若使用全浸式温度计,则测得结晶点按式(1)校正。

3.3 软化点的测定

3.3.1 软化点测定器(见图 4)。

单位为毫米



图 4 软化点测定器

单位为毫米

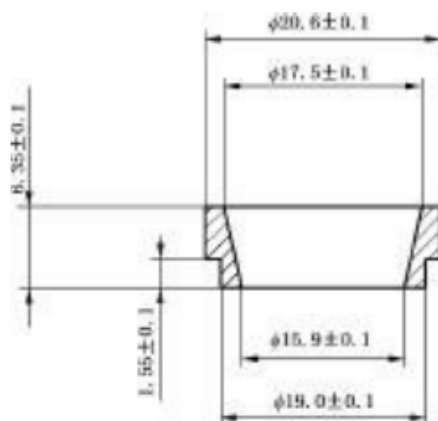


图 5 试样环

3.3.1.1 试样环:用黄铜或不锈钢制成的环,其形状及尺寸见图 5。

3.3.1.2 钢球:直径 9.53 mm,质量 $3.5 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$ 的钢制圆球。

3.3.1.3 钢球定位器:用金属制成,使钢球位于试样中央。

3.3.2 温度计:长约 300 mm,分度值为 $0.5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 的全浸式或局浸式温度计。

3.3.3 电炉及调压器。

3.3.4 瓷板或玻璃板。

3.3.5 有柄蒸发器。

3.3.6 平口刀。

3.3.7 传热液:硅油、水或甘油。

3.3.8 试样的准备

3.3.8.1 将试样环置于涂有油膜的瓷板或玻璃板上。

3.3.8.2 取约 10 g 试样,置于有柄蒸发器中,在调压器的电炉上加热熔化,加热时不断搅拌试样以防止局部过热。加热温度不得高出估计的试样软化点约 $40 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将试样注入试样环内,至试样表面略高于环面。

3.3.8.3 试样在室温下冷却 30 min 后,用热刀刮去高出环面的试样部分,使试样面与环面平齐。

3.3.9 分析步骤

3.3.9.1 将盛有试样的试样环水平安放在承板的圆孔中,套上钢球定位器,钢球放在试样上,试样架放入盛有传热液的加热浴中。加热浴温度低于估计的试样软化点约 $50 \text{ }^{\circ}\text{C}$,维持 10 min~15 min。传热液浴面略低于连杆上的深度标记,试样环任何部位不得有气泡。将温度计由上承板中心孔垂直插入,使温度计水银球底部与环的底部在同一水平位置。

3.3.9.2 将加热浴置于电炉上加热,使传热液温度的升温速度保持 $5 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

3.3.9.3 试样受热软化,在钢球的重力作用下,试样与钢球一起坠落到与底板面接触时的温度为试样的软化点。

若使用全浸式温度计,观测值按式(1)校正。

3.4 加热减量的测定

3.4.1 仪器

3.4.1.1 电热恒温干燥箱:温度波动范围为 $\pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.4.1.2 称量瓶:直径 50 mm、高 30 mm。

3.4.1.3 干燥器:内盛变色硅胶或无水氯化钙。

3.4.1.4 分析天平。

3.4.2 分析步骤

调节恒温干燥箱至规定温度(视产品不同而异)。在已恒定质量的两称量瓶中,分别称取试样约 3 g(精确至 0.000 1 g),置于电热恒温干燥箱上层,打开瓶盖,使称量瓶与干燥箱温度计水银球的纵向距离不大于 100 mm,并对称分布于温度计两侧 100 mm 以内,加热 2 h(产品有特殊规定除外)后,取出放入干燥器中,冷却至室温(约 30 min),称量。

3.4.3 结果的计算

加热减量以质量分数 X_1 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_2 ——加热后试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——加热前试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

3.4.4 允许差:平行测定两个结果的差数不大于其算术平均值的 10%,以此算术平均值做为试样的加热减量。

3.5 筛余物的测定

3.5.1 试剂和仪器

3.5.1.1 乙醇[64-17-5]。

3.5.1.2 乙醚[60-29-7]。

3.5.1.3 试验筛(湿法):直径不大于 100 mm,孔径 149 μm 、74 μm 。

3.5.1.4 试验筛(干法):按产品标准规定选用筛子的网目及孔径。

3.5.1.5 毛刷:毛长约 30 mm、宽约 30 mm(湿法 20 mm)的平刷,以柔软细毛制作。

3.5.1.6 称量瓶:直径 40 mm,高 25 mm。

3.5.1.7 培养皿:直径 120 mm。

3.5.1.8 电热恒温干燥箱:温度波动范围 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

3.5.1.9 干燥箱:内盛变色硅胶或无水氯化钙。

3.5.2 干法分析步骤

称取试样约 10 g(精确至 0.1 g),放入筛中,用毛刷反复刷擦,至筛网不再有试样降落为止。若筛中仍有粗粒,将粗粒移至已知质量的表面皿上称量(精确至 0.000 1 g)。

3.5.3 湿法分析步骤

称取试样约 5 g(精确至 0.1 g),置于 500 mL 烧杯中,加乙醇湿润,用玻璃棒挤压试样成为碎块,然后加入 50 mL 水,充分混合后,把液体中的悬浮分倾入预先准备好的干净的筛网上。用水使试样全部转移至筛网上,然后边注入少量的水,边用毛刷在网上扫,至试样大部分通过筛网后,把筛子放入直径为 120 mm 的培养皿中,向培养皿中加入适量的水,使水浸过筛网。用毛刷在网上扫,其速度为 1 次/s,每扫描 40 次把培养皿中的水更换一次,反复进行,直至筛网下不再有试样降落后,用乙醇充分洗涤筛网,最后用乙醚清洗。把筛子放入 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ (对于低熔点产品视产品不同而异)的烘箱中干燥 2 h 后,取出放入干燥器中冷却至室温(约 30 min),然后把筛中的残余物小心地移入已恒定质量的称量瓶中称量。再把称量瓶干燥 30 min,取出冷却后称量。反复进行,至质量变化在 1 mg 以下时,记录其质量。

3.5.4 结果的计算

筛余物以质量分数 X_2 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m_5 - m_4}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_5 ——加热前试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——加热后试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

3.6 表观密度的测定

3.6.1 仪器

3.6.1.1 活塞[如图 6 所示]:外径(21.80±0.05)mm,长度 115 mm,质量为 190 g 的空心筒体,由一般钢材制作。

3.6.1.2 气缸[如图 6 所示]:内径(22.00±0.05)mm,内部深度 100 mm,由一般钢材制作。

3.6.1.3 游标卡尺。

单位为毫米

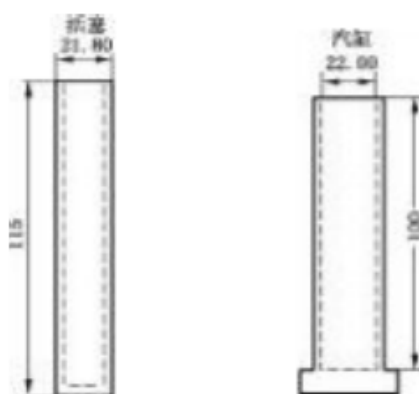


图 6 表观密度测定装置

3.6.2 分析步骤

把活塞对正气缸使其自然下落,用游标卡尺测量上端露出的尺寸 H_1 ,精确至 0.01 cm,然后拔出活塞,准确称取 1 g~5 g 试样(精确至 0.1 g)慢慢的倒入气缸内,轻地摇动气缸或敲动气缸外壁,使粘附在气缸内侧的试样落至缸底,使缸内试样保持水平,然后缓缓放入活塞,使活塞在手指帮助下徐徐下落,活塞下落至与试样表面接触的时间原则上为 5 s,这时必须感觉到活塞接触到试样表面,将活塞轻轻地旋转一圈,或用木板轻轻敲击外壁,然后测量活塞上端露出的尺寸 H_2 ,精确至 0.01 cm。

3.6.3 结果的计算

试样的表观密度以 G 计,数值以 g/cm^3 表示,按式(4)计算:

$$G = \frac{m_6}{0.7854D^2(H_2 - H_1)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_6 ——试样质量的数值,单位为克(g);

H_2 ——试样存在时活塞的外部尺寸,单位为厘米(cm);

H_1 ——空白时活塞的外部尺寸,单位为厘米(cm);

D ——气缸内径,单位为厘米(cm)。

取 3~5 次测定值的算术平均值作为测定结果。

3.7 灰分的测定

3.7.1 仪器

3.7.1.1 瓷坩埚:30 mL 或 50 mL。

3.7.1.2 干燥器:内盛变色硅胶或无水氯化钙。

3.7.1.3 高温炉。

3.7.1.4 分析天平。

3.7.2 分析步骤

在已预先恒定质量的瓷坩埚中,分别称取试样 2 g~5 g(精确至 0.000 1 g)。在电炉上小心加热除去挥发分,并在不使试样着火的条件下使其全部炭化。然后,将坩埚放入高温炉内,加盖而略留空隙,在 600 ℃~800 ℃下灼烧 2 h 后,从高温炉中取出先放置 3 min~5 min 后,再放入干燥器中冷至室温(约 30 min),称其质量,再置于高温炉内灼烧 30 min,取出,冷却后称量。反复操作,直至连续两次称量变化小于 0.000 5 g,记录称量结果。

3.7.3 结果的计算

灰分以质量分数 X_3 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{m_9 - m_8}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_9 ——灼烧后坩埚和灰分质量的数值,单位为克(g);

m_8 ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_7 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

3.7.4 允许差:两次平行测定的结果差值不大于 0.04 %,取其算术平均值作为分析结果。

3.8 黏度的测定

3.8.1 仪器

3.8.1.1 旋转黏度计。

3.8.1.2 超级恒温浴:温度波动范围小于 0.1 ℃。

3.8.1.3 温度计:分度值为 0.1 ℃。

3.8.1.4 烧杯:直径不小于 7 cm。

3.8.2 分析步骤

3.8.2.1 取适量试样于烧杯中,插入温度计,一并放入超级恒温浴内恒温,精确的把试样恒定在规定温度(由产品标准规定)±0.1 ℃范围内。

3.8.2.2 视试样黏度大小,选用适用的转子及转速,使读数在刻度盘的 20~90 范围内。

3.8.2.3 安装好仪器,使仪器浸入试样中心,并使液面至转子液位标线。注意转子及保护架上不要附有气泡。校正仪器水平,继续恒温至规定温度。

3.8.2.4 开启黏度计电源,转子旋转 1 min 后压下操作杆,钳住指针,使指针停在视线内,读取指示数值。

3.8.2.5 维持试样温度不变,重复 3.8.2.4 的分析步骤。

3.8.3 结果的计算

试样的动力黏度以 η 计,数值以 Pa·s 表示,按式(6)计算:

$$\eta = KS \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

K ——系数,视转子及转速不同由仪器给定;

S ——圆盘读数。

3.8.4 允许差

连续两次测定结果的差值不大于算术平均值的 3 %,并以此算术平均值作为试样的黏度。

3.9 盐酸不溶物的测定

3.9.1 试剂和仪器

3.9.1.1 盐酸[7647-01-0]。

3.9.1.2 玻璃漏斗。

3.9.1.3 瓷坩埚:30 mL。

3.9.1.4 高温炉。

3.9.2 分析步骤

称取试样 5 g~10g(试样不易溶于盐酸时为 2 g~5 g,精确至 0.1 g)置于 100 mL 烧杯中,用少量水湿润后加入盐酸 50 mL,在电炉上加热至微沸,在不断搅拌下维持 30 min,使试样充分溶解。待冷却至 50 ℃以下,用无灰滤纸过滤,用热水充分洗涤残渣。再将残渣和滤纸一起移入已恒量的坩埚中,半开盖在电炉上逐渐升温使其全部炭化,然后放入高温炉中灰化 2 h~3 h,取出坩埚,移入干燥器中,冷却至室温后称量。再将坩埚移入高温炉中灼烧 30 min,取出冷却至室温,反复操作,直至质量恒定。

3.9.3 结果的计算

盐酸不溶物以质量分数 X_4 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$X_4 = \frac{m_{12} - m_{11}}{m_{10}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_{12} ——坩埚和盐酸不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_{11} ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_{10} ——试样质量的数值,单位为克(g)。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法
GB/T 11409—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-33550

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 11409-2008