



中华人民共和国国家标准

GB/T 24131.2—2017

生橡胶 挥发分含量的测定 第2部分：带红外线干燥单元的 自动分析仪加热失重法

Rubber, raw—Determination of volatile-matter content—
Part 2: Thermogravimetric methods using an automatic analyser with
an infrared drying unit

(ISO 248-2:2012, MOD)

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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 24131《生橡胶 挥发分含量的测定》分为两个部分：

——第1部分：热辊法和烘箱法；

——第2部分：带红外线干燥单元的自动分析仪加热失重法。

本部分为 GB/T 24131 的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 248-2:2012《生橡胶 挥发分的含量测定 第2部分：带红外线干燥单元的自动分析仪加热失重法》(英文版)。

本部分与 ISO 248-2:2012 技术差异及原因如下：

——关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用等同采用国际标准的 GB/T 5576 代替了 ISO 1629；
- 用等同采用国际标准的 GB/T 15340 代替了 ISO 1795。

——删除了“试验结果是一次单独的挥发分含量测定值”，该内容与本章的技术内容不符合（见第6章）。

——增加了丁基橡胶和卤化丁基橡胶适宜的干燥温度（见 7.2.2, 7.2.3）。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、山东京博石油化工有限公司橡胶分公司、中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司、中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司。

本部分主要起草人：贾慧青、翟月勤、崔红梅、杨芳、陈跟平、孙丽君、刘柏岑、任峰、刘莎、王丰乐、魏合宁。

生橡胶 挥发分含量的测定

第2部分：带红外线干燥单元的 自动分析仪加热失重法

警示——使用本部分的人员应熟悉正规实验室的操作规程。本部分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。

注意——本部分某些步骤中可能涉及使用的或生成的物质或产生的废弃物，对当地环境造成危害，试验后应按照相应文件进行安全处理和处置。

1 范围

1.1 GB/T 24131 的本部分规定了采用带红外线干燥单元的自动分析仪测定生橡胶中水分和其他挥发性物质含量的两种加热失重法。

1.2 本部分适用于测定列入 GB/T 5576 中的合成橡胶(SBR, NBR, BR, IR, CR, IIR, BIIR 和 CIIR 及 EPDM)的挥发分含量，橡胶形状可以是块状、片状、粒状、屑状、粉末状等。本部分也适用于其他类生橡胶，但在这种情况下，有必要验证质量的改变仅是由于生橡胶中挥发性物质损失而不是橡胶降解所致。

1.3 本部分不适用于列入 GB/T 15340 中需要均匀化的生橡胶。

1.4 ISO 248-1:2011 中热辊法和烘箱法与本部分的方法不一定能得到相同的结果。因此，在有争议的情况下，ISO 248-1:2011 烘箱法 A 为仲裁法。

注：当自动分析仪测定某类型或某等级生胶的挥发分条件已经确定时，两种方法均可用于日常检测，如：质量控制。

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 5576 橡胶和胶乳 命名法(GB/T 5576—1997, idt ISO 1629:1995)

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

ISO 248-1:2011 生橡胶 挥发分含量的测定 第1部分：热辊法和烘箱法(Rubber, raw—Determination of volatile-matter content—Part 1: Hot-mill method and oven method)

3 原理

使用带红外线干燥单元的自动分析仪，通过加热失重法连续称量试样直至质量恒定，根据测定过程中的质量损失计算挥发分含量。

4 试剂

L-酒石酸钠二水合物：标准物质，纯度不小于 99%。

5 设备

5.1 自动分析仪

5.1.1 通则

自动分析仪应包括以下部分：

- a) 红外线干燥单元或远红外线干燥单元或近红外线干燥单元；
- b) 天平，能精确至 1 mg；
- c) 微处理器，能够控制干燥条件，如温度及干燥终点，能连续计算干燥过程中质量损失（即挥发分含量）。

5.1.2 性能要求

系统准确度应通过连续 10 次测定 L-酒石酸钠二水合物（第 4 章）进行验证。10 次测定结果的平均值应在 $(15.66 \pm 0.5)\%$ ；相对标准差（RSD）应小于 1.0%，按式（1）计算：

$$\text{RSD}(\%) = \frac{S}{w} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

S —— 标准差；

w —— 挥发分含量平均值（质量分数），以百分数（%）表示。

6 取样及试样制备

按照 GB/T 15340 的规定取出实验室样品，从实验室样品中取出质量为 2 g～15 g 试样。试样实际质量根据分析仪类型、挥发分估计值及样品形状而定。块状生橡胶，试样应切成体积小于约 350 mm³ 小块（理想的形状为边长约 7 mm 的立方体）。此过程应尽可能快速完成以尽量不造成挥发分损失。

7 试验步骤

7.1 总则

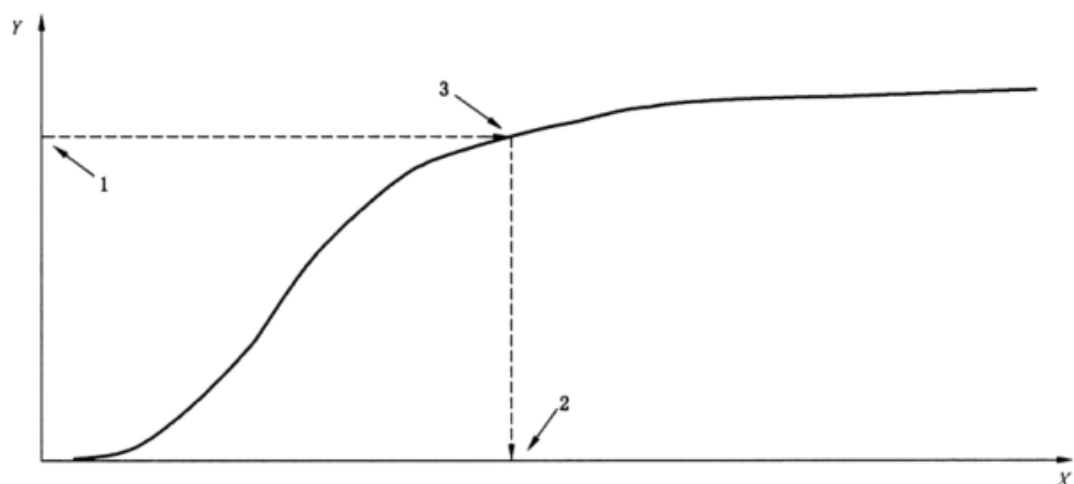
如果自动分析仪提供选项，可选择方法 A（预设干燥时间法）或方法 B（预设质量损失速率法），试验条件示例参见附录 A。测定不同类型或等级橡胶的挥发分，两种方法都应确定干燥终点（方法 A 确定预设干燥时间或方法 B 确定预设质量损失速率）。

7.2 方法 A 和方法 B 终点测定

7.2.1 从某类型或等级的橡胶中取一个有代表性的典型样品，按照 ISO 248-1:2011 规定的方法之一测定并确定橡胶样品的挥发分含量。

7.2.2 方法 A：称取 2 g～15 g 的试样，精确至 1 mg，按照仪器使用说明书操作自动分析仪，设置干燥温度（适宜温度为 100 ℃～120 ℃），得到干燥曲线[X 轴：时间（min），Y 轴：挥发分含量（%）]。根据干燥曲线（见图 1），确定自动分析仪测定的挥发分含量达到 7.2.1 测定的挥发分含量需要的时间，将该干燥时间定为方法 A 测定此类型或等级橡胶的干燥终点。

注：对于某些橡胶，100 ℃～120 ℃可能不是适宜的干燥温度，如丁基橡胶和卤化丁基橡胶适宜的干燥温度为 140 ℃～150 ℃。



说明:

X ——时间,单位为分(min);

Y ——试样挥发分含量,%;

1 ——ISO 248-1:2011 测定的挥发分含量;

2 ——干燥时间;

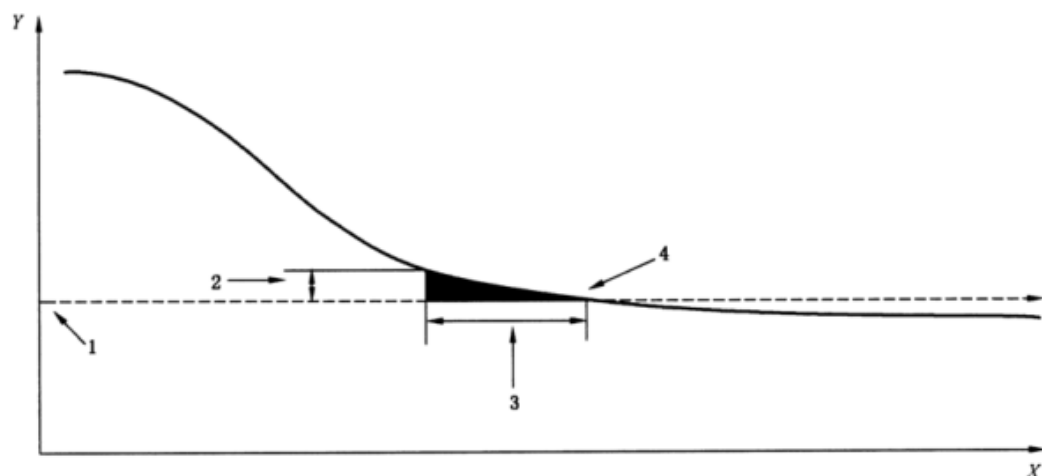
3 ——干燥终点。

图 1 方法 A 干燥曲线及干燥终点

7.2.3 方法 B:称取 2 g~15 g 试样,精确至 1 mg,按照仪器使用说明书操作自动分析仪,设置干燥温度(最适宜温度为 100 ℃~120 ℃),得到干燥曲线(X 轴:时间,Y 轴:质量)。根据干燥曲线(见图 2),确定曲线上达到 7.2.1 测定的挥发分含量时,试样终点质量对应点的质量损失速率。将该点的质量损失速率定为方法 B 测定此类型或等级橡胶的干燥终点。

注 1:自动分析仪程序能自动计算质量损失速率。

注 2:对于某些橡胶,100 ℃~120 ℃可能不是适宜的干燥温度,如丁基橡胶和卤化丁基橡胶适宜的干燥温度为 140 ℃~150 ℃。



说明:

X ——时间;

Y ——试样质量;

1 ——ISO 248-1:2011 测定挥发分含量时试样终点质量;

2 ——质量损失增量,单位为毫克(mg);

3 ——测定质量的间隔时间,单位为秒(s);

4 ——干燥终点。

图 2 方法 B 干燥曲线及干燥终点

7.2.4 根据 7.2.1 与 7.2.2 或 7.2.1 与 7.2.3 的规定,确定某种类型或等级橡胶的干燥终点。

7.3 方法 A(预设干燥时间法)

7.3.1 按照仪器使用说明书操作,一般步骤见 7.3.2~7.3.7。

7.3.2 在微处理器中设定干燥温度及由 7.2.2 确定的预设干燥时间。

7.3.3 在指定位置放置一空样品盘,将天平称量示值归零。

7.3.4 称取试样质量,与 7.2.2 确定干燥曲线时所取试样质量大致相同(±10%以内)。尽可能快速均匀地将试样平铺于样品盘中,按下开始按钮。开始干燥之前自动测定并记录初始试样质量(m_A)。干燥随即启动。

7.3.5 干燥时间到达预设值时,干燥自动停止。

7.3.6 仪器自动测定并记录干燥后的最终试样质量(m_B)。

7.3.7 挥发分含量按照 7.5 自动计算。

7.4 方法 B(预设质量损失速率法)

7.4.1 按照仪器使用说明书操作,一般步骤见 7.4.2~7.4.8。

7.4.2 在微处理器中设定干燥温度及由 7.2.3 确定的预设质量损失速率。

7.4.3 在指定位置放置一空样品盘,将天平称量示值归零。

7.4.4 称取试样,与 7.2.3 确定干燥曲线时所取试样质量大致相同(±10%以内)。尽可能快速均匀地将样品平铺于样品盘中,按下开始按钮。开始干燥之前自动测定并记录初始试样质量(m_A)。干燥随即启动。

7.4.5 连续测量、记录试样质量并计算试样质量损失速率。

7.4.6 质量损失速率达到预设值时,干燥自动结束。

7.4.7 仪器自动测定并记录干燥后的最终试样质量(m_B)。

7.4.8 挥发分含量将按照 7.5 自动计算。

7.5 挥发分含量计算

挥发分含量 w 用质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{m_A - m_B}{m_A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_A ——干燥前试样质量,单位为克(g);

m_B ——干燥后试样质量,单位为克(g)。

8 精密度

参见附录 B。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 生橡胶试验样品的全部信息。
- b) 试验方法:
 - 1) 本部分的编号;

- 2) 采用的方法(方法 A 或方法 B);
- 3) 设备及试验条件全部细节;
- 4) 确定方法 A 干燥终点的预设干燥时间或确定方法 B 干燥终点的预设质量损失速率,使用 ISO 248-1:2011 规定的哪种方法。
- c) 与本部分的偏差:
 - 1) 与本部分不同的任何操作;
 - 2) 在试验过程中观察到的任何异常现象。
- d) 试验结果。
- e) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
试验条件示例

A.1 总则

自动分析仪各有不同,有的带远红外线干燥单元,有的带近红外线干燥单元。只要满足 5.1 自动分析仪性能要求都可按照本部分对生橡胶挥发分含量进行测定。

A.2 条件示例

第 7 章所述方法 A 和方法 B 试验条件示例分别见表 A.1 和表 A.2。

表 A.1 方法 A 试验条件示例

参数	生橡胶样品				
	SBR-1	SBR-2	BR-1	EPDM-1	NBR-1
采用 ISO 248-1:2011 ^a 测定挥发分含量/%	0.15	0.77	0.07	0.09	0.35
试样质量/g	5	5	5	5	5
干燥温度/℃	110	120	110	120	120
预设干燥时间 ^b /min	3.0~9.0	6.0~23.0	1.5~11.0	1.0~5.0	2.5~17.0
^a 热辊法 B 测定,详见 ISO 248-1:2011。 ^b 由所用仪器决定的预设干燥时间。					

表 A.2 方法 B 试验条件示例

参数	生胶样品				
	SBR-1	SBR-2	BR-1	EPDM-1	NBR-1
采用 ISO 248-1:2011 ^a 测定的挥发分含量/%	0.15	0.77	0.07	0.09	0.35
试样质量/g	5	5	5	5	5
干燥温度/℃	110	120	110	120	120
预设质量损失速率 ^b /(mg/s)	1/180~3/180	1/180~3/180	1/60~1/145	1/45~2/120	1/60~6/120
^a 热辊法 B 测定,详见 ISO 248-1:2011。 ^b 由所用设备决定的预设质量损失速率。					

附 录 B
(资料性附录)
精 密 度

B.1 总则

按照实验室间试验程序(ITP),2007年8月,在日本对本部分列出的采用自动分析仪的两种测试方法进行了精密度试验,所评价的精密度为ISO/TR 9272规定的1型精密度。

B.2 ITP 细则

按照 ITP 程序对 5 个生胶样品(SBR:2 个水平,BR:1 个水平,EPDM:1 个水平,NBR:1 个水平)进行试验,试验结果是一次单独的挥发分含量测定值。为避免试验期间样品挥发分损失,三次试验在不同的三天完成,每次试验间隔一天。

按照 ITP 的规定,6 家实验室参加了方法 A 的试验,其中有 2 家实验室采用 2 种不同的分析仪试验,这 2 家实验室不同分析仪测试结果按独立实验室测定结果进行统计,这样就相当于有 8 家实验室或 8 家准实验室。

按照 ITP 的规定,4 家实验室参加了方法 B 的试验,其中有 1 家实验室采用 2 种不同的分析仪测试,这家实验室不同分析仪测试结果按独立实验室测定结果进行统计,这样就相当于有 5 家实验室或 5 家准实验室。

B.3 精密度结果

方法 A 精密度结果见表 B.1,方法 B 精密度结果见表 B.2。精密度结果是按 ISO/TR 9272 规定剔除离群值得到的。

重复性,对每种材料确定的试验方法重复性限 r 的合适值见表 B.1 或表 B.2,两个单独测试结果的差值大于表中所列 r 值时,应被认为可疑,建议进行相应的研究。

再现性,对每种材料确定的试验方法再现性限 R 的合适值见表 B.1 或表 B.2,两个单独测试结果的差值大于表中所列 R 值时,应被认为可疑,建议进行相应的研究。

如果没有将本次精密度评价结果实际应用到测试产品或材料的文件,那么按本次 ITP 确定的精密度不应作为对任何材料或产品测试结果接受或拒绝的依据。

表 B.1 A 法的精密度

材料	平均值/%	实验室内重复性			实验室间再现性			实验室数 [*]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
SBR-1	0.14	0.018	0.051	37.0	0.022	0.063	46.2	6
SBR-2	0.75	0.048	0.137	18.4	0.059	0.166	22.2	7
BR-1	0.08	0.009	0.027	34.3	0.010	0.029	36.8	6
EPDM-1	0.11	0.011	0.032	27.8	0.013	0.038	32.8	5
NBR-1	0.36	0.037	0.105	29.3	0.045	0.128	35.8	8
合并值	0.38	0.029	0.083	30.1	0.035	0.100	35.6	—
各符号定义如下： s_r ——重复性标准差； r ——重复性限，以测量单位计； (r) ——重复性限，以平均值的相对百分数计； s_R ——再现性标准差； R ——再现性限，以测量单位计； (R) ——再现性限，以平均值的相对百分数计。								
[*] 是剔除离群值之后最终实验室数量。								

表 B.2 B 法的精密度

材料	平均挥发 分含量/%	实验室内重复性			实验室间再现性			实验室数 [*]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
SBR-1	0.13	0.017	0.048	37.7	0.016	0.046	35.9	4
SBR-2	0.75	0.024	0.068	9.1	0.062	0.177	23.6	4
BR-1	0.09	0.011	0.032	36.2	0.023	0.064	73.0	5
EPDM-1	0.11	0.012	0.034	30.6	0.022	0.062	55.3	5
NBR-1	0.38	0.030	0.086	22.8	0.059	0.166	44.0	5
合并值	0.39	0.020	0.058	29.2	0.042	0.118	49.3	—
表中各符号定义，见表 B.1。								
[*] 是剔除离群值之后最终实验室数量。								

参 考 文 献

- [1] ISO/TR 9272 Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards
-