



中华人民共和国国家标准

GB/T 8656—2018
代替 GB/T 8656—1998

乳液和溶液聚合型苯乙烯-丁二烯 橡胶(SBR) 评价方法

Emulsion- and solution-polymerized styrene-butadiene rubber(SBR)—
Evaluation procedures

(ISO 2322:2014, Styrene-butadiene rubber(SBR)—
Emulsion- and solution-polymerized types—Evaluation procedures, MOD)

2018-12-28 发布

2019-11-01 实施

国家市场监督管理总局
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	2
4 生胶的物理和化学试验	2
4.1 门尼黏度	2
4.2 挥发分	2
4.3 灰分	2
5 评价用混炼胶的制备	2
5.1 标准试验配方	2
5.2 可供选择的充油型试验配方	3
5.3 程序	4
6 用硫化仪评价硫化特性	7
6.1 用圆盘振荡硫化仪评价	7
6.2 用无转子硫化仪评价	8
7 硫化胶拉伸应力-应变性能评价	8
8 精密度	8
9 试验报告	8
附录 A (资料性附录) 精密度	10
附录 B (资料性附录) 示例	16
参考文献	17

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 8656—1998《乳液和溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR) 评价方法》。与 GB/T 8656—1998 相比,主要技术变化如下:

- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,1998 年版的第 2 章);
- 增加了对配合剂的要求(见表 2);
- 增加了适用于充油试验配方的开炼机混炼程序(见 5.3.2.2);
- 增加了方法 B 实验室密炼机单段混炼程序(见 5.3.3);
- 删除了方法 C 小型密炼机混炼操作步骤,将初混炼用密炼机和终混炼用开炼机的有关内容移入正文中(见 5.3.4,1998 年版的 5.3.3);
- 将精密度中方法 A 开炼机混炼的有关内容移入附录中(见 A.2);
- 删除了精密度中方法 C 小型密炼机混炼(见 1998 年版的 8.2);
- 增加了 2003 年 ITP 获得的开炼机混炼精密度和密炼机混炼精密度及 2017 年 ITP 获得的密炼机初混炼和开炼机终混炼精密度(见 A.3、A.4);
- 删除了精密度结果使用指南,将关于精密度结果的说明调整为附录 B(见附录 B,1998 年版的附录 B、附录 C)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 2322:2014《苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR) 乳液和溶液聚合型评价方法》。

本标准与 ISO 2322:2014 的技术性差异及其原因如下:

- 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,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整情况如下:
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 528 代替了 ISO 37;
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 1232.1 代替了 ISO 289-1;
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 2941 代替了 ISO 23529;
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 4498.1 代替了 ISO 247:2006;
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 6038 代替了 ISO 2393;
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 9869 代替了 ISO 3417;
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 15340 代替了 ISO 1795;
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 24131.1 代替了 ISO 248-1;
 - 用修改采用国际标准的 GB/T 24131.2 代替了 ISO 248-2;
 - 用等同采用国际标准的 GB/T 25268 代替了 ISO 6502;
 - 增加了 ASTM D3185。
- 增加了对配合剂的要求,使评价结果具有可比性(见表 2)。
- 增加了开炼机和小型密炼机混炼投料系数,便于标准的执行(见表 3)。
- 增加了适用于充油型试验配方的开炼机混炼程序,以满足我国用户需求(见 5.3.2.2)。

本标准做了下列编辑性修改:

- 修改了标准名称;
- 附录 A 中增加了“2017 年 ITP 获得的密炼机初混炼和开炼机终混炼精密度”(见 A.4)。

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:中国石油天然气股份有限公司吉林石化分公司、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中国石油天然气股份有限公司独山子石化分公司、申华化学工业有限公司、怡维怡橡胶研究院有限公司、中国石油化工股份有限公司齐鲁分公司、益凯新材料有限公司、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、双星集团有限责任公司。

本标准主要起草人:李莉、韩艳、魏玉丽、张欣荣、姚晓晖、孔祥朋、孙秀莲、王兆德、王小为、李强、于洪光、郭菲、翟月勤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8656—1988、GB/T 8656—1993、GB/T 8656—1998。

乳液和溶液聚合型苯乙烯-丁二烯 橡胶(SBR) 评价方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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律法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了:

- 生胶的物理和化学试验方法;
- 评价乳液和溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR)(包括充油橡胶)硫化特性所用的标准材料、标准试验配方、设备及操作程序。

本标准适用于表 1 所列橡胶,这些橡胶通常以硫化胶形式使用。

表 1 苯乙烯-丁二烯生橡胶类型

橡胶 (充油或非充油)	共聚物类型	苯乙烯	
		总含量 (质量分数)/%	嵌段含量 (质量分数)/%
A 系列			
乳聚 SBR	无规	≤ 50	0
溶聚 SBR	无规	≤ 50	0
溶聚 SBR	部分嵌段	≤ 50	≤ 30
B 系列			
乳聚 SBR	无规	> 50	0
溶聚 SBR	无规	> 50	0
溶聚 SBR	部分嵌段	≤ 50	> 30

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 用圆盘剪切黏度计进行测定 第 1 部分:门尼黏度的测定(GB/T 1232.1—2016,ISO 289-1:2014, IDT)

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

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 6038—2006,ISO 2393:

1994,MOD)

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

GB/T 24131.1 生橡胶 挥发分含量的测定 第1部分:热辊法和烘箱法 (GB/T 24131.1—2018,ISO 248-1:2011,MOD)

GB/T 24131.2 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 (GB/T 24131.2—2017,ISO 248-2:2012,MOD)

GB/T 25268 橡胶 硫化仪使用指南 (GB/T 25268—2010,ISO 6502:1999,IDT)

ASTM D 3185 橡胶标准试验方法 苯乙烯-丁二烯橡胶 SBR(包括充油橡胶)评价方法[Standard test methods for rubber—Evaluation of SBR (Styrene-butadiene rubber)including mixtures with oil]

3 取样和制样

3.1 按 GB/T 15340 的规定取约 1.5 kg 的实验室样品。

3.2 按 GB/T 15340 的规定制备试样。

4 生胶的物理和化学试验

4.1 门尼黏度

按 GB/T 15340 的规定制备试样,按 GB/T 1232.1 的规定测定门尼黏度,结果以 ML(1+4)100 °C 表示。

若测定的 ML(1+4)100 °C 超过 100 个门尼值,可以使用小转子,结果以 MS(1+4)100 °C 表示。

4.2 挥发分

按 GB/T 24131.1 或 GB/T 24131.2 中规定的方法测定。

4.3 灰分

按 GB/T 4498.1 中规定的方法测定。

5 评价用混炼胶的制备

5.1 标准试验配方

标准试验配方见表 2。

应使用符合国家标准或国际标准的参比材料。如果无法获得标准参比材料,应使用有关团体认可的材料。

表 2 标准试验配方

材料	质量份	
	A 系列	B 系列
苯乙烯-丁二烯橡胶(SBR) (含充油 SBR 中的油)	100.00	—
标准 SBR1500 ^a	—	65.00
B 系列 SBR	—	35.00
硫磺 ^b	1.75	1.75
硬脂酸 ^c	1.00	1.00
工业参比炭黑 ^d	50.00	35.00
氧化锌 ^e	3.00	3.00
TBBS ^f	1.00	1.00
合计	156.75	141.75
^a 如果以前使用的 SBR 1500 EST 不能再获取,也可使用其他商用的 SBR 1500。这种类型的 SBR 1500 应该被相关利益方所接受。 ^b 硫磺,水分含量小于 0.5%,试验方法参见 GB/T 2449.1—2014 中 5.3 的规定。 ^c 硬脂酸,凝固点不小于 66 ℃,试验方法参见 GB/T 9104—2008 中第 8 章的规定。 ^d 使用当前工业参比炭黑。炭黑应在 125 ℃±3 ℃下干燥 1 h,并贮存于密闭容器中。 ^e 氧化锌,氧化锌含量(以干品计)不小于 99.70%,试验方法参见 GB/T 3185—2016 中 6.3 的规定。 ^f TBBS(N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺),粉末状,最初不溶物含量小于 0.3%,试验方法参见 GB/T 21184。该材料应在室温下贮存于密闭容器中,每六个月检查一次不溶物含量,若超过 0.75%,则应弃去或重结晶。		

5.2 可供选择的充油型试验配方

ASTM D 3185 规定的按不同油含量评价通用充油 SBR 试验配方见表 3。这些配方可代替表 2 中试验配方。

表 3 可供选择的充油型试验配方

配方号	质量份					
	1B	2B	3B	4B	5B	6B
油份数	25	37.5	50	62.5	75	Y ^a
充油橡胶	125.00	137.50	150.00	162.50	175.00	100+Y
氧化锌	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00
硫磺	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75
硬脂酸	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
工业参比炭黑 ^b	62.5	68.75	75.00	81.25	87.50	(100+Y)/2
TBBS ^c	1.25	1.38	1.50	1.63	1.75	(100+Y)/100
合计	194.50	213.38	232.25	251.13	270.00	

表 3 (续)

配方号	质量份					
	1B	2B	3B	4B	5B	6B
开炼机混炼投料系数	2.4	2.2	2.0	1.9	1.7	
小型密炼机混炼投料系数						
凸轮头	0.37	0.34	0.31	0.29	0.27	
班伯里头	0.328	0.298	0.273	0.252	0.234	
^a Y=充油橡胶中每 100 份基础聚合物中油的质量份数。 ^b 使用当前工业参比炭黑。炭黑应在 125 ℃±3 ℃下干燥 1 h,并于密闭容器中贮存。 ^c TBBS(N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺),粉末状,方法参见 GB/T 21184,测定其最初不溶物含量应小于 0.3%。该材料应在室温下贮存于密闭容器中,每六个月检查一次不溶物含量,若超过 0.75%,则弃去或重结晶。						

5.3 程序

5.3.1 设备和程序

试样制备、混炼和硫化设备及程序按 GB/T 6038 的规定进行。

本标准规定了三种可供选择的混炼程序。其中,实验室密炼机单段混炼为首选程序。

——方法 A:开炼机混炼程序。

——方法 B:实验室密炼机单段混炼程序(首选程序)。

——方法 C:实验室密炼机初混炼和开炼机终混炼两段式混炼程序。

5.3.2 方法 A——开炼机混炼程序

5.3.2.1 方法 A1——开炼机混炼程序(标准试验配方)

标准实验室开炼机批混炼量(以克计)应是基本配方量的 4 倍(即 $4 \times 156.75 \text{ g} = 627.00 \text{ g}$ 或 $4 \times 141.75 \text{ g} = 567.00 \text{ g}$)。辊筒表面温度保持在 $50 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。混炼期间,辊筒间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。程序如下:

	A 系列		B 系列	
	持续 时间 min	累计 时间 min	持续 时间 min	累计 时间 min
a) 设定开炼机辊距为 1.1 mm,在 $100 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 辊温下均化 B 系列橡胶。	—	—	1.0	1.0
b) 设定辊距为 1.1 mm,辊温为 $50 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$,使橡胶包辊,每 30 s 交替地从两边作 3/4 割刀。	7.0	7.0	—	—
SBR1500 包辊后,加入上述 a) 的均化橡胶,每 30 s 从两边作 3/4 割刀。	—	—	8.0	9.0
c) 沿辊筒方向缓慢而均匀地加入硫磺。	2.0	9.0	2.0	11.0
d) 加入硬脂酸,每边作 3/4 割刀一次。	2.0	11.0	2.0	13.0
e) 以恒定的速度沿辊筒均匀地加入炭黑,当混入大约一半炭黑时,将辊距调为 1.4 mm,从每边作 3/4 割刀一次,然后加入剩余炭黑。要确保所有散落在接料盘中的炭黑都加入胶料中。当所有炭黑全部混入后,将辊距调为 1.8 mm,从每边作 3/4 割刀一次。	12.0	23.0	12.0	25.0

- | | | | | |
|------------------------------------|-----|------|-----|------|
| f) 保持辊距在 1.8 mm,加入氧化锌和 TBBS。 | 3.0 | 26.0 | 3.0 | 28.0 |
| g) 从每边作 3/4 割刀 3 次。 | 2.0 | 28.0 | 2.0 | 30.0 |
| h) 下片。辊距设定为 0.8 mm,将混炼胶打卷纵向薄通 6 次。 | 2.0 | 30.0 | 2.0 | 32.0 |
- i) 调节辊距,将胶料折叠通过开炼机 4 次,并将其压制厚约 6 mm 的胶片。按 GB/T 6038 规定检查胶料质量,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。取足够的胶料供硫化仪试验用。
- j) 将胶料压制厚约 2.2 mm 的胶片用于制备硫化试片或压制适当厚度用于制备 GB/T 528 规定的环形试片。
- k) 胶料在混炼后硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,按 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。

5.3.2.2 方法 A2——开炼机混炼程序(充油型试验配方)

标准实验室开炼机批混炼量(以克计)按表 3 中给定的充油型配方量及开炼机混炼投料系数计算。辊筒表面温度保持在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。混炼期间,辊筒间应保持有适量的堆积胶。如果在规定的辊距下达不到要求,应对辊距稍作调整。程序如下:

	A 系列	
	持续时间	累计时间
	min	min
a) 设定开炼机辊距为 1.15 mm,使橡胶包在慢辊上。每 30 s 交替地从两边作 3/4 割刀。	7.0	7.0
b) 沿辊筒方向缓慢而均匀地加入硫磺。	2.0	9.0
c) 加入硬脂酸,当硬脂酸完全混入后,每边作 3/4 割刀一次。	2.0	11.0
d) 沿辊筒匀速而均匀地加入炭黑。当混入大约一半炭黑时,将辊距调至 1.25 mm,从每边作 3/4 割刀一次,然后加入剩余炭黑。要确保所有散落在接料盘中的炭黑都加入到胶料中。当所有炭黑全部混入后,将辊距调至 1.40 mm,从每边作 3/4 割刀一次。	10.0	21.0
e) 保持辊距在 1.40 mm,加入氧化锌和 TBBS。	3.0	24.0
f) 从每边作 3/4 割刀三次,下片。	2.0	26.0
g) 辊距调至 0.8 mm,将混炼胶打卷纵向薄通六次。	2.0	28.0
h) 调节辊距,将胶料折叠通过开炼机四次,并将其压制厚约 6 mm 的胶片。	1.0	29.0
i) 按 GB/T 6038 规定检查胶料质量,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。取足够的胶料供硫化仪试验用。		
j) 将胶料压制厚约 2.2 mm 的胶片用于制备硫化试片或压制适当厚度用于制备 GB/T 528 规定的环形试片。		
k) 胶料在混炼后硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,按 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。		

5.3.3 方法 B——实验室密炼机单段混炼程序(首选程序)

对于额定混炼容量 65 cm^3 到约 $2\,000\text{ cm}^3$ 的实验室密炼机,批混炼量等于额定混炼容量(以立方厘米计)乘以混炼胶的密度。在制备一系列相同混炼胶时,每批胶料在混炼时实验室密炼机的条件应保持一致。在一系列混炼试验开始前,混炼一个与试验胶料配方相同的胶料以调整密炼机工作状态。一

批胶料混炼结束到下一批胶料混炼开始前,实验室密炼机温度应冷却到 60 ℃。每一系列胶料混炼期间,密炼机的温度控制条件应保持不变。

混炼技术可以使所有配合剂分散良好。

混炼结束时卸下胶料的温度应不超过 120 ℃。如有必要,调整胶料的量或混炼初始温度以满足这一条件。

注:表 A.6 中给出了各种型号实验室密炼机混炼参考条件。

如果将除了橡胶、炭黑和油之外的配合剂预先按配方比例掺和均匀后再加入实验室密炼机混炼的胶料中,会更准确且方便。配合剂的掺和可采用研钵和研杵,也可在带有增强旋转棒的双锥形掺混器混合 10 min,或者其他型号的掺混器混合 5 次(3 s/次)。每次混合完毕后都要刮下粘附在内壁的配料。Waring 搅拌器适用于本方法。程序如下:

注意:若每次混合时间超过 3 s,硬脂酸会熔融,使分散性变差。

	持续时间	累计时间
	min	min
a) 加入生橡胶,放下上顶栓,塑炼橡胶。	1.0	1.0
b) 升起上顶栓,加入预先混好的氧化锌和硬脂酸,小心避免任何损失。 然后加入炭黑,清扫进料口,并放下上顶栓。	1.0	2.0
c) 混炼胶料。	5.0	7.0
d) 升起上顶栓,加入预先混好的硫磺和 TBBS,小心避免任何损失。清 扫进料口,并放下上顶栓。	2.0	9.0
e) 关闭电机,升起上顶栓,打开混炼室,卸下胶料。记录胶料的最高温度。		
f) 将卸下的胶料在辊温为 50 ℃±5 ℃、辊距为 0.5 mm 的开炼机上通过一次。然后将辊距调为 3.0 mm,通过两次。		
g) 检查胶料质量并记录。如果胶料质量与理论值之差超过+0.5%或-1.5%,废弃此胶料并重新 混炼。		
h) 如果需要,按照 GB/T 9869 或 GB/T 25268 规定制备硫化特性试验用试片。如有可能,试片 在测试前按照 GB/T 2941 中规定的温度和湿度下调节 2 h~24 h。		

如果需要,将胶料压制成药 2.2 mm 厚的胶片用于制备硫化试片或压制成适当厚度用于制备 GB/T 528 规定的环形试片。为获得压延效应,可设定适当辊距,在 50 ℃±5 ℃辊温下,将胶料折叠通过开炼机 4 次。将胶片放在平整、干燥的表面上冷却。

胶料在混炼后和硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,按照 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。

5.3.4 方法 C——实验室密炼机初混炼和开炼机终混炼两段式混炼程序

5.3.4.1 第一段——密炼机初混炼程序

混炼技术可以使所有配合剂分散良好。

混炼结束后卸下的胶料温度应在 150 ℃~170 ℃之间。如有必要,调整胶料的量或混炼初始温度以满足这一条件。程序如下:

注:以下混炼条件适用于额定容量为 1 170 cm³±40 cm³ 的实验室密炼机。

——胶料质量:A 系列橡胶为 8.5 倍的标准试验配方量(8.5×156.75 g=1 332.37 g),B 系列橡胶为 9.5 倍的标准试验配方量(9.5×141.75 g=1 346.62 g);

——转子速度:77 r/min±10 r/min。

	持续时间	累计时间
	min	min
a) 调节实验室密炼机起始温度为 50 ℃±3 ℃,关闭卸料门,设定转子速度,升起上顶栓。	—	—
b) 加入橡胶,放下上顶栓,塑炼橡胶。	0.5	0.5
c) 升起上顶栓,加入氧化锌、硬脂酸和炭黑,放下上顶栓。	0.5	1.0
d) 混炼胶料。	2.0	3.0
e) 升起上顶栓,清理密炼机入口部分和上顶栓的顶部,并降下上顶栓。	0.5	3.5
f) 混炼胶料。	1.5	5.0
g) 卸料。		
h) 卸料后,立即用合适的温度检测设备检查胶料温度。如果测得的温度不在 150 ℃~170 ℃范围内,弃去胶料。胶料在辊距为 2.5 mm,辊温为 50 ℃±5 ℃的开炼机上薄通三次,将胶料压制成药 10 mm 厚度,检查胶料质量。如果胶料质量与理论值之差超过+0.5%或-1.5%,废弃此胶料并重新混炼。		
i) 调节胶料 30 min~24 h。如有可能,按 GB/T 2941 规定的标准温度、湿度下进行调节。		

因开炼机终混炼投胶量需要三倍的配方量,小型实验室密炼机不能为开炼机终混炼提供足够的胶料,在这种情况下,可按 5.3.3 方法 B 进行混炼。必要时,调节密炼机初始温度或胶料的量,以使胶料的最终卸料温度不超过 120 ℃。

5.3.4.2 第二段——开炼机终混炼程序

终混炼期间,辊筒间应保持适量的滚动堆积胶。如果在规定的辊距下得不到这种效果,需对辊距稍作调整。程序如下:

	持续时间	累计时间
	min	min
a) 标准实验室开炼机批混炼量(以克计)应是标准试验配方量的三倍。	—	—
b) 设定辊温为 50 ℃±5 ℃,辊距为 1.5 mm。	—	—
c) 母炼胶包在慢辊上。	1.0	1.0
d) 加入硫磺和促进剂,待其完全分散后再割刀。	1.5	2.5
e) 每边作 3/4 割刀三次,每刀间隔 15 s。	2.5	5.0
f) 割下胶料。将辊距调至 0.8 mm,将混炼胶打卷,交替地从每一端加入,纵向薄通六次。	2.0	7.0
g) 将胶料压制成药 2.2 mm 的胶片用于制备试片或压制成药适当厚度用于制备 GB/T 528 规定的环形试片。检查并记录胶料质量,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) 胶料在混炼后硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,按 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。		

6 用硫化仪评价硫化特性

6.1 用圆盘振荡硫化仪评价

按 GB/T 9869 的规定,测定以下标准试验参数: M_L , M_H , t_{90} , $t'_c(50)$ 和 $t'_c(90)$ 。
试验条件:

- 振荡频率:1.7 Hz(100 r/min);
- 振幅:1°;
- 量程选择:至少选择 M_H 为满量程的 75%;

注:对某些橡胶可能达不到 75%。

- 模腔温度:160 °C ± 0.3 °C;
- 预热时间:无。

6.2 用无转子硫化仪评价

按 GB/T 25268 的规定,测定以下标准试验参数: M_L , M_H , t_{st} , $t'_c(50)$ 和 $t'_c(90)$ 。

试验条件:

- 振荡频率:1.7 Hz(100 r/min);
- 振幅:0.5°;
- 量程选择:至少选择 M_H 为满量程的 75%;

注:对某些橡胶可能达不到 75%。

- 模腔温度:160 °C ± 0.3 °C;
- 预热时间:无。

7 硫化胶拉伸应力-应变性能评价

硫化试片最好从 15 min、25 min、35 min、50 min 和 75 min 中选择三个硫化时间,在 145 °C 下硫化。也可从 10 min、15 min、20 min、25 min、30 min、35 min 和 50 min 中选择三个硫化时间,在 150 °C 下硫化。但是,这两种条件下所测得的结果有差异。

试验过程选择的三个硫化时间应包括胶料的欠硫、正硫和过硫。

硫化试片在标准试验温度下调节 16 h~96 h。如有可能,按 GB/T 2941 规定的标准湿度下调节。按 GB/T 528 规定测定应力-应变性能。

8 精密度

参见附录 A。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 关于样品的详细说明;
- c) 挥发分含量测定所用方法(GB/T 24131.1 中热辊法或烘箱法,或 GB/T 24131.2);
- d) 灰分含量测定所用方法(GB/T 4498.1 中 A 法或 B 法);
- e) 所用参比材料;
- f) 采用的试验配方;
- g) 采用的混炼程序;
- h) 在 5.3.2.1 k) 或 5.3.2.2 k) 或 5.3.3 h) 或 5.3.4.1 i) 或 5.3.4.2 h) 和第 7 章中使用的环境条件;
- i) 第 6 章中使用的硫化仪试验方法(GB/T 9869 或 GB/T 25268);
- j) 第 6 章硫化仪试验中测定 M_H 的时间;

- k) 第7章中所用硫化温度和硫化时间；
- l) 测定期间观察到的任何异常现象；
- m) 在本标准或引用标准中未包括的任何自选操作；
- n) 试验结果及单位的表述；
- o) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
精密度

A.1 通则

1986 年和 2003 年按实验室间试验方案(ITP)分别组织了精密度试验。1986 年的 ITP 执行的是开炼机混炼程序。2003 年的 ITP 执行的是开炼机混炼程序和实验室密炼机混炼程序。

2017 年国内按 ITP 组织了密炼机初混炼和开炼机终混炼程序的精密度试验。

若没有精密度测定结果实际应用于被测产品或材料的证明文件,根据这些 ITPs 确定的精密度结果不能用于接受或拒绝任何一组材料或产品的测试。

A.2 1986 年 ITP 获得的开炼机混炼精密度

A.2.1 ITP 细则

A.2.1.1 两个 A 系列配方的测试:

- A-1 充油橡胶 SBR 1712;
- A-2 非充油橡胶 SBR 1500。
- 一个 B 系列配方的测试:
- A-3 高苯乙烯 SBR。

参与 ITP 的 13 个实验室,在约一周的时间内,各自分两天按这些配方制备混炼胶。试验前,将制备混炼胶所需全部材料的专用样品送到各实验室。对于每种材料的样品,都要从同批次的均匀材料中抽取。按规定的试验程序对每个混炼胶或混合物制备的硫化试片进行应力-应变性能试验。

A.2.1.2 按 GB/T 528 规定,300%定伸应力、拉伸强度和拉断伸长率用哑铃型试片测定。试验结果取五个测定结果的中值。因此,计算的精密度是 2 型精密度,重复性和再现性的时间周期以天计。

关于精密度结果的说明参见附录 B。

A.2.2 精密度结果

以重复性和再现性表示的精密度是按前一版 ISO/TR 9272:1986 规定进行计算的。

表 A.1 中给出了精密度结果。表 A.1 中所用符号定义如下:

r :重复性,用测量单位表示。这是一个数值,在指定概率下,同一实验室内两个试验结果之差的绝对值应低于该值。

(r) :相对重复性,用百分数表示。

两个试验结果是在相同试验条件下(同一操作者、同一仪器、同一实验室),在规定的周期内,采用相同的试验方法对相同的试验材料测定得到的。除非另有说明,概率为 95%。

R :再现性,用测量单位表示。这是一个数值,在指定概率下,实验室间的两个试验结果之差的绝对值应低于该值。

(R) :相对再现性,用百分数表示。

两个试验结果是在不同的试验条件下(不同的操作者、不同的仪器、不同的实验室),在规定周期内,采用相同的试验方法对相同的试验材料测定得到的。除非另有说明,概率为 95%。

表 A.1 1986 年 ITP 获得的开炼机混炼应力-应变试验的 2 型精密度

胶料	平均值	实验室内		实验室间	
		r	(r)	R	(R)
300%定伸应力(MPa)					
SBR A-2	12.3	1.62	13.1	3.83	31.1
SBR A-1	14.6	1.80	12.3	3.86	26.5
SBR A-3	16.0	2.36	14.8	6.12	38.2
拉伸强度(MPa)					
SBR A-2	20.3	2.05	10.1	3.09	15.2
SBR A-3	23.4	4.70	20.1	4.70	20.1
SBR A-1	25.5	2.50	9.79	3.60	14.1
拉断伸长率(%)					
SBR A-3	434	52.0	11.9	200	46.2
SBR A-2	481	56.6	11.8	103	21.5
SBR A-1	481	51.6	10.7	66.2	13.8

A.3 2003 年 ITP 获得的开炼机混炼精密度和密炼机混炼精密度

A.3.1 ITP 的详细说明

ITP 测定的精密度是采用实验室开炼机和各种尺寸的密炼机,对含有 SBR 1500(Europrene 1500 EST8)的 A 系列试验配方进行测定的。ITP 是按修订后的 ISO 2393:1994 部分内容进行的。

注:所用密炼机包括的类型经常描述为“小型的”“密炼机”以及“实验室”。

ITP 是按 ISO/TR 9272:2005 中精密度程序和准则执行的。该精密度修订技术报告代替了前一版本 ISO/TR 9272:1986,其在 ITP 开展期间正处于复审投票阶段。精密度评价的其他细节和术语参考 ISO/TR 9272:2005。

每种混炼程序采用两种测试进行评价:应力-应变测试和硫化仪测试。应力-应变性能精密度规定了 100%定伸应力、200%定伸应力、300%定伸应力、拉断伸长率、拉伸强度的测定。硫化仪精密度规定了 M_H (最大扭矩)、 M_L (最小转矩)、 t_{s1} (焦烧时间或增加 1 dN·m 的时间)、 $t'_c(50)$ (达到最大扭矩的 50%的硫化时间)和 $t'_c(90)$ (达到最大扭矩的 90%的硫化时间)的测定。这两种精密度测定均为 2 型精密度。混炼胶的制备和测定在间隔一周的两天进行。

每天采用相同的材料对每种类型的样品单独制备混炼胶,在两个测试日期内每天组织相应的应力-应变和硫化仪测试。取两个独立测试日获得的两个平行测定结果的平均值作为试验结果,计算精密度。

有 9 个实验室参与了该方案的密炼机混炼试验。每个实验室没有相同型号或尺寸的密炼机,因此在 ITP 中所用的密炼机尺寸包括 80 cm³、270 cm³、379 cm³、588 cm³、1 580 cm³、1 600 cm³。

数据分析除了确定精密度外,还确定密炼机型号(尺寸及其他操作条件)对测试结果是否有影响或者有这样的影响(该问题的进一步讨论参见 ISO 2393:2008 附录 C)。一些实验室递交了不止一个尺寸的密炼机数据,这些独立的密炼机的数据被作为来自独立实验室的数据一起并入到了 ITP 中,这样就相当于给出了 12 个实验室的数据库。每一个密炼机-实验室的组合被指定为一个虚拟的实验室。

A.3.2 精密度结果

表 A.2~表 A.5 中分别给出了两种混炼程序的应力-应变试验和硫化仪试验的精密度结果。该结

果是用 ISO/TR 9272:2005 中的选择方法 1 离群值剔除程序处理后得到的。下面给出了精密度结果使用通则,给出了以 r 和 R 表示的绝对精密度,及以 (r) 和 (R) 表示的相对精密度(见下文的附加讨论)。

重复性——每种已建立方法的各参数的重复性数值分别列于表 A.2~表 A.5 中。同一实验室获得的两个单独的试验结果(来自于完全采用本标准)的差值超出表中的 r 值(用测量单位表示)或 (r) (以百分数表示),将视为可疑值,即来自不同的样本,这种情况应建议进行适当的调查。

再现性——每种已建立方法的各参数的再现性的数值分别列于表 A.2~表 A.5 中。不同实验室正确运用本标准获得的两个单独的试验结果(来自于完全采用本标准)的差值超出表中的 R 值(用测量单位表示)或 (R) (以百分数表示),将视为可疑值,即来自不同的样本,这种情况应建议进行适当的调查。

A.3.3 相对再现性的比较

表 A.2~表 A.5 中的总平均值或总相对再现性(R)值,标明了开炼机和密炼机混炼之间相对再现性的差异。

表 A.2 和表 A.3 中开炼机混炼应力-应变性能和硫化性能(R)的总平均值分别是 19.0% 和 20.3%。表 A.4 和表 A.5 中密炼机混炼应力-应变性能和硫化性能(R)的总平均值分别是 17.9% 和 28.7%。

对于应力-应变性能,开炼机混炼和密炼机混炼的总相对再现性基本上是相同的,分别是 19.0% 和 17.9%。而对于硫化仪测试,开炼机混炼的相对再现性不同于密炼机混炼,分别是 20.3%、28.7%。这种实验室间较大的差异无疑是各实验室间采用的不同尺寸的密炼机造成的。这种实验室间较大的变化首先要归于各实验室使用的密炼机差异。

A.3.4 偏倚

偏倚是测得的试验结果平均值与参照值或真值之间的差值。本试验方法不存在参照值,因此不能求得偏倚。

A.3.5 密炼机操作条件

表 A.6 给出了在 2003 年 ITP 中每台实验室密炼机使用的操作条件。

表 A.2 2003 年 ITP 获得的开炼机混炼 2 型精密度——应力-应变性能

测试参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室数量 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S100(MPa)	3.02	0.068	0.19	6.35	0.178	0.50	16.5	4
S200(MPa)	9.03	0.22	0.63	6.94	0.64	1.79	19.8	4
S300(MPa)	16.7	0.493	1.38	8.29	1.20	3.36	20.2	6
拉断伸长率(%)	492	16.7	46.7	9.49	20.8	58.3	11.9	7
拉伸强度(MPa)	27.5	0.600	1.68	6.11	2.62	7.35	26.7	8
	总平均值			7.4			19.0	
s_r :实验室内标准偏差(以测量单位表示)。 r :重复性(以测量单位表示)。 (r) :相对重复性(以平均值的百分数表示)。 s_R :实验室间标准偏差(针对实验室间所有变量,以测量单位表示)。 R :再现性(以测量单位表示)。 (R) :相对再现性(以平均值的百分数表示)。								
^a 剔除离群值(采用方法 1)后 ITP 中最终保留的实验室数。								

表 A.3 2003 年 ITP 获得的开炼机混炼 2 型精密度——硫化特性

测试参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室数量 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H (dN·m)	19.1	0.328	0.92	4.79	2.65	7.41	38.7	9
M_L (dN·m)	2.64	0.060	0.16	6.08	0.160	0.44	16.8	7
t_{s1} (min)	2.44	0.091	0.26	10.5	0.193	0.54	22.1	8
$t'_c(50)$ (min)	7.02	0.067	0.19	2.66	0.328	0.92	13.1	7
$t'_c(90)$ (min)	13.4	0.110	0.31	2.34	0.520	1.47	10.9	6
	总平均值			5.3			20.3	
注：精密度符号定义见表 A.2。								
^a 剔除离群值(采用方法 1)后 ITP 中最终保留的实验室数。								

表 A.4 2003 年 ITP 获得的密炼机混炼 2 型精密度——应力-应变性能

测试参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室数量 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S100(MPa)	3.06	0.076	0.220	7.15	0.144	0.402	13.1	7
S200(MPa)	9.12	0.222	0.622	6.81	0.441	1.24	13.5	7
S300(MPa)	16.7	0.444	1.24	7.32	0.841	2.36	13.9	10
拉断伸长率(%)	456	19.25	53.9	11.8	46.90	131.5	28.8	11
拉伸强度(MPa)	27.5	1.036	2.90	10.6	1.993	5.58	20.3	11
	总平均值			8.7			17.9	
注：精密度符号定义见表 A.2。								
^a 剔除离群值(采用方法 1)后 ITP 中最终保留的实验室数。								

表 A.5 2003 年 ITP 获得的密炼机混炼 2 型精密度——硫化特性

测试参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室数量 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H (dN·m)	20.3	0.162	0.450	2.24	2.21	6.19	30.5	10
M_L (dN·m)	2.73	0.070	0.180	6.71	0.240	0.670	24.6	11
t_{s1} (min)	1.71	0.061	0.170	9.99	0.334	0.934	54.8	10
$t'_c(50)$ (min)	6.16	0.149	0.420	6.76	0.35	0.99	16.0	9
$t'_c(90)$ (min)	13.5	0.23	0.640	4.72	0.84	2.35	17.5	10
	总平均值			6.1			28.7	
注：精密度符号定义见表 A.2。								
^a 剔除离群值(采用方法 1)后 ITP 中最终保留的实验室数。								

表 A.6 2003 年 ITP 中混炼条件细节

上端初始温度/℃	50	70	60	60	60	60
转速/(r/min)	60	60	60	60	60	60
转子类型	Cam	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury
自由体积/cm ³	80	80	270	270	379	379
投料系数	0.42	0.41	1	1	1.6	1.6
负载/%	72	70	53	53	60	60
周期/min	5	7	9	9	9	9
上端初始温度/℃	60	60	60	50	40	40
转速/(r/min)	60	60	60	77	30	30
转子类型	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury
自由体积/cm ³	379	588	588	1 500	1 580	1 600
投料系数	1.6	2.48	2.48	8.34	6.1	7.85
负载/%	60	60	60	80	55	70
周期/min	9	9	9	8	7	7

A.4 2017 年 ITP 获得的密炼机初混炼和开炼机终混炼精密度

A.4.1 两个 A 系列配方的测试

A 系列测试配方：

——A-4 非充油乳聚丁苯橡胶 SBR 1500E；

——A-5 充油溶聚丁苯橡胶 SBR 2564S。

采用实验室密炼机初混炼和开炼机终混炼两段混炼程序进行评价，并开展了应力-应变测试和硫化仪测试。应力-应变性能精密度规定了 100%定伸应力、200%定伸应力、300%定伸应力、拉断伸长率、拉伸强度的 2 型精密度。硫化仪精密度规定了 M_H (最大转矩)， M_L (最小转矩)， t_{s1} (焦烧时间或增加 1 dN·m 的时间)， $t'_c(50)$ (达到最大转矩的 50% 的硫化时间) 和 $t'_c(90)$ (达到最大转矩的 90% 的硫化时间) 的 2 型精密度。混炼胶的制备和测定在一周内不同的两天进行。

每天采用相同的材料按实验室密炼机初混炼和开炼机终混炼程序单独制备样品，在相应的两个测试日期内进行应力-应变和硫化仪测试。取两个测试日测定结果的平均值作为试验结果，并计算精密度。

本次精密度试验在 8 个实验室间开展，所用的密炼室尺寸包括 1 000 cm³、1 500 cm³、1 600 cm³。

A.4.2 精密度结果

按 GB/T 6379.2—2004 规定进行了以重复性和再现性表示的精密度计算。

表 A.7 和表 A.8 分别给出了两种橡胶实验室密炼机初混炼和开炼机终混炼程序的的应力-应变和硫化特性的精密度结果。

表 A.7 2017 年 ITP 获得的实验室密炼机初混炼和开炼机终混炼 2 型精密度——应力-应变性能

测试参数	胶料	平均值	实验室内			实验室间			实验室数量 ^a
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S100(MPa)	A-4	2.98	0.093	0.260	8.73	0.192	0.539	18.1	8
	A-5	2.31	0.107	0.299	12.93	0.366	1.023	44.3	7
S200(MPa)	A-4	8.50	0.378	1.06	12.4	0.559	1.57	18.4	8
	A-5	6.42	0.269	0.75	11.7	1.090	3.05	47.5	7
S300(MPa)	A-4	16.1	0.615	1.72	10.7	0.984	2.76	17.1	8
	A-5	11.3	0.402	1.12	9.9	1.462	4.09	36.1	8
拉断伸长率(%)	A-4	459	13.46	37.7	8.21	54.9	153.8	33.5	8
	A-5	451	22.83	63.9	14.19	50.9	142.5	31.6	8
拉伸强度(MPa)	A-4	26.5	0.236	0.661	2.49	1.90	5.33	20.1	8
	A-5	17.6	0.328	0.918	5.22	1.01	2.84	16.1	8
	A-4	总体 平均值			8.51			21.4	
	A-5				10.8			35.1	
注：精密度符号定义见表 A.2。									
^a 剔除离群值(采用 GB/T 6379.2)后最终保留的实验室数。									

表 A.8 2017 年 ITP 获得的实验室密炼机初混炼和开炼机终混炼 2 型精密度——硫化特性

测试参数	胶料	平均值	实验室内			实验室间			实验室数量 ^a
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
$M_L(\text{dN} \cdot \text{m})$	A-4	2.42	0.058	0.162	6.70	0.146	0.410	17.0	6
	A-5	2.13	0.112	0.313	14.72	0.230	0.643	30.2	6
$M_H(\text{dN} \cdot \text{m})$	A-4	22.0	0.611	1.71	7.77	1.18	3.30	15.0	6
	A-5	15.2	0.108	0.30	1.99	0.88	2.45	16.1	6
$t_{sl}(\text{min})$	A-4	4.01	0.295	0.827	20.63	0.543	1.52	38.0	5
	A-5	4.77	0.238	0.665	13.96	0.397	1.11	23.3	5
$t'_c(50)(\text{min})$	A-4	9.48	0.375	1.05	11.08	0.782	2.19	23.1	6
	A-5	10.86	0.394	1.10	10.16	0.971	2.72	25.0	6
$t'_c(90)(\text{min})$	A-4	15.9	0.488	1.37	8.57	1.13	3.17	19.9	6
	A-5	21.1	0.601	1.68	7.96	1.49	4.18	19.8	6
	A-4	总体 平均值			10.95			22.6	
	A-5				9.76			22.9	
注：精密度符号定义见表 A.2。									
^a 剔除离群值(采用 GB/T 6379.2)后最终保留的实验室数。									

附 录 B
(资料性附录)
示例

示例见表 A.1。

B.1 表 A.1 表明:SBR A-3 拉伸强度的重复性和再现性是相等的。发生这种情况与小数据库(仅有几个实验室)有关,第一日与第二日的数据偏差相当大,但第一日与第二日这两日的平均值又使室间数据偏差减小。

B.2 重复性和再现性相等的另一个原因是两个主要的室内误差产生机理起作用,即单元标准偏差 s_{ij} , 分布是双峰形的。第二个峰(高峰)的存在,使得实验室内的 r 和 (r) 升高,从而使 r 和 R 的值相等。对于 13 个实验室参与的这种独有的 ITP,是双峰分布存在最可能的原因。

B.3 如果测定的 SBR 不是上述型号,得到的精密度结果可能不同。

参 考 文 献

- [1] GB/T 2449.1—2014 工业硫磺 第1部分:固体硫磺
- [2] GB/T 3185—2016 氧化锌(间接法)
- [3] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性和再现性的基本方法
- [4] GB/T 9104—2008 工业硬脂酸试验方法
- [5] GB/T 21184 橡胶配合剂 次磺酰胺促进剂 试验方法
- [6] ISO/TR 9272:1986¹⁾, Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards
- [7] ISO/TR 9272:2005, Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards

1) 此标准已经废止。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
乳液和溶液聚合型苯乙烯-丁二烯
橡胶(SBR) 评价方法

GB/T 8656—2018

*

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

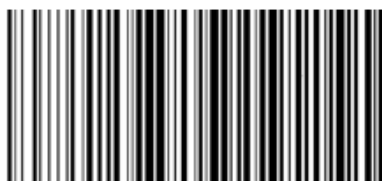
服务热线: 400-168-0010

2019年1月第一版

*

书号: 155066 · 1-62206

版权专有 侵权必究



GB/T 8656—2018