



中华人民共和国国家标准

GB/T 30918—2014

非充油溶液聚合型异戊二烯橡胶(IR) 评价方法

Non-oil-extended, solution-polymerized isoprene rubber(IR)—
Evaluation procedure

(ISO 2303:2011, Isoprene rubber(IR)—
Non-oil-extended, solution-polymerized—Evaluation procedure, MOD)

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 2303:2011《异戊二烯橡胶(IR) 非充油、溶液聚合型橡胶 评价方法》。

本标准与 ISO 2303:2011 的技术差异如下：

——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 528 代替了 ISO 37；
- 用非等效采用的国际标准的 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 代替了 ISO 247；
- 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 16584 代替了 ISO 6502；
- 增加 GB/T 19187 合成生胶抽样检查程序；
- 用等同采用国际标准的 GB/T 24131 代替了 ISO 248。

——修改标题“一段混炼程序”为“微型密炼机混炼程序”，增加微型密炼机额定混炼容积和配方量，并将混炼程序由“示例”修改为“条文”（见 5.2.3.2）。

——增加实验室密炼机的额定混炼容积和配方量（见 5.2.3.3.1）。

——修改两段混炼程序为条文（见 5.2.3.3）。

——修改两段混炼程序开炼机终混炼试验配方量为 3 倍（见 5.2.3.3.2）。

——增加资料附录 C“ASTM D3403 规定的精密度”。

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归口(SAC/TC 35/SC 6)。

本标准负责起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院。

本标准参加起草单位：中国石油兰州石化公司、贵州轮胎股份有限公司、广东茂名鲁华化工有限公司、青岛伊科思新材料股份有限公司。

本标准主要起草人：翟月勤、吴毅、王春龙、陈跟平、刘俊保、王宏斌、杨伟燕、冯萍、崔广军、王代强。

非充油溶液聚合型异戊二烯橡胶(IR) 评价方法

1 范围

本标准规定了通用非充油溶液聚合型异戊二烯橡胶(IR):

——生胶的物理和化学试验方法;

——评价硫化特性所用的标准材料、标准试验配方、设备和操作程序。

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 4498 橡胶 灰分的测定(GB/T 4498—1997,eqv ISO 247:1990)

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—1997,idt ISO 3417:1991)

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 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 19187 合成生胶抽样检查程序

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

3 取样和样品制样

3.1 按照 GB/T 19187 规定取样约 1.5 kg。

3.2 按照 GB/T 15340 规定制备试样。

4 生胶的物理和化学试验

4.1 门尼粘度

按照 GB/T 1232.1 规定测定门尼粘度,试样制备采用 GB/T 15340 规定的不过辊法。

测定结果以 ML(1+4)100 ℃表示。

GB/T 30918—2014

4.2 挥发分

按照 GB/T 24131 规定测定挥发分含量。

4.3 灰分

按照 GB/T 4498 规定测定灰分含量。

5 评价 IR 混炼胶试样的制备

5.1 标准试验配方

标准试验配方见表 1。

表 1 评价 IR 橡胶用标准试验配方

材料	质量份数
异戊二烯橡胶(IR)	100.00
硬脂酸	2.00
氧化锌	5.00
硫磺	2.25
工业参比炭黑(N330)	35.00
TBBS*	0.70
总计	144.95
* N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺(TBBS)参见 ISO 6472。TBBS 应为粉末状,按照 ISO 11235 测定最初不溶物,其含量应低于 0.3%。在室温下应储存在密闭容器内,每 6 个月应测定一次不溶物的含量。如果不溶物的含量超过 0.75%,则应丢弃。TBBS 也可以通过再提纯处理,比如采用重结晶的方法,这种处理程序不在本标准的范围之内。	

应使用国家或国际标准参比材料。如果无法获得标准参比材料,可使用有关团体认可的材料。

5.2 程序

5.2.1 设备和程序

试样制备、混炼和硫化所用的设备及程序应符合 GB/T 6038 的规定。

5.2.2 开炼机混炼程序

5.2.2.1 概要

规定了方法 A 和方法 B 两种开炼机混炼方法。方法 B 的混炼时间短于方法 A。

两种方法不一定得到相同的结果。任何情况下,实验室间的验证或一系列评价都应该采用相同的程序。

两种方法中,标准实验室开炼机投料量(以 g 计)都应为配方量的 4 倍。混炼过程中辊筒的表面温度应保持在 70℃±5℃。

混炼期间,应保持辊筒间隙上方有适量的滚动堆积胶,如果按 5.2.2.2 和 5.2.2.3 规定的辊距达不到该要求,应对辊距稍作调整。

5.2.2.2 方法 A

	保持时间	累积时间
	min	min
a) 调节辊距为 0.5 mm±0.1 mm,使橡胶不包辊连续通过辊筒间两次。	2.0	2.0
b) 调节辊距为 1.4 mm,使橡胶包辊,从每边作 3/4 割刀两次。	2.0	4.0
注:某些类型的异戊二烯橡胶会粘到后辊上,这种情况下,应当添加硬脂酸,加入硬脂酸后,通常情况下橡胶就会被传送到前辊。另外,对于某些韧性较好异戊二烯橡胶,在添加其他物质之前,破胶可能需要较长时间。		
c) 调节辊距为 1.7 mm,加入硬脂酸,从每边作 3/4 割刀一次。	2.0	6.0
d) 加入氧化锌和硫磺。从每边作 3/4 割刀两次。	3.0	9.0
e) 沿辊筒等速均匀地加入炭黑。当加入约一半炭黑时,将辊距调至 1.9 mm,从每边作 3/4 割刀一次,然后加入剩余的炭黑。务必将掉入接料盘中的炭黑加入混炼胶中。当炭黑全部加完后,从每边作 3/4 割刀一次。	13.0	22.0
f) 使辊距保持在 1.9 mm,加入 TBBS,从每边作 3/4 割刀三次。	3.0	25.0
g) 下片。调节辊距至 0.8 mm,将胶料打卷,从两端交替纵向薄通六次。	3.0	28.0
h) 将胶料压成厚约 6 mm 的胶片,检查胶料质量(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。		
i) 取足够的胶料,按 GB/T 16584 或 GB/T 9869 评价硫化特性。如果可能,测试之前在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节试样 2 h~24 h。		
j) 按照 GB/T 528 规定将胶料压成厚约 2.2 mm 的胶片用于制备试片;或者制成适当厚度的胶片用于制备环状或哑铃状试样。		
k) 胶料在混炼后硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。		

5.2.2.3 方法 B

	保持时间	累积时间
	min	min
a) 辊距设定为 0.5 mm±0.1 mm,使橡胶不包辊通过两次,然后将辊距调至 1.4 mm,使橡胶包辊。	2.0	2.0
b) 加入硬脂酸,从每边作 3/4 割刀一次。	2.0	4.0
c) 加入硫磺和氧化锌。从每边作 3/4 割刀两次。	3.0	7.0
d) 加入一半炭黑。从每边作 3/4 割刀两次。	3.0	10.0
e) 加入剩余的炭黑和掉入接料盘中的炭黑。从每边作 3/4 割刀三次。	5.0	15.0
f) 加入 TBBS。从每边作 3/4 割刀三次。	3.0	18.0
g) 下片。辊距调节至 0.5 mm±0.1 mm,将胶料打卷,从两端交替纵向薄通六次。	2.0	20.0
h) 将胶料压成约 6 mm 的厚度,检查胶料质量(见 GB/T 6038),如果胶料质量与理论值之差超过 +0.5%或-1.5%,废弃此胶料;重新混炼。		
i) 取足够的胶料,按 GB/T 16584 或 GB/T 9869 评价硫化特性。如果可能,测试之前在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节试样 2 h~24 h。		
j) 按照 GB/T 528 规定将胶料压成厚约 2.2 mm 的胶片用于制备试片;或者制成适当厚度的胶片用于制备环状或哑铃状试样。		
k) 胶料在混炼后硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。		

GB/T 30918—2014

5.2.3 实验室密炼机(LIM)混炼程序

5.2.3.1 概要

通常情况下实验室密炼机的容积从 65 cm³ 到 2 000 cm³ 不等,投料量应等于额定密炼机容积(以立方厘米表示)乘以胶料的密度。在制备一系列相同的胶料期间,对每个胶料的混炼,实验室密炼机的混合条件应相同。在一系列混炼试验开始之前,可先混炼一个与试验配方同样的胶料调整密炼机的工作状态。密炼机温度在一个试样混炼结束之后和下一个试样开始混炼前冷却到 60 ℃。在一系列混炼试验期间,密炼机温度的控制条件应保持不变。

5.2.3.2 微型密炼机混炼程序

微型密炼机(MIM)额定混炼容积为 64 mL±1 mL。凸轮头 MIM 混炼投料系数为 0.5,班伯里头 MIM 混炼投料系数为 0.43。混炼后出料温度不应超过 120 ℃,如果必要,通过调节投料量、机头温度或转子转速以满足此条件。

注:如果将橡胶、炭黑和油以外的其他配料预先按配方比例混合,再加入微型密炼机的胶料中,会使加料更准确、方便。

	持续时间	累积时间
	min	min
a) 装入橡胶,放下上顶栓,塑炼橡胶。	1.0	1.0
b) 升起上顶栓,加入预先混合的氧化锌、硫磺、硬脂酸和 TBBS,谨慎操作以免损失,然后加入炭黑,清扫加料口,放下上顶栓。	1.0	2.0
c) 混炼胶料。	7.0	9.0
d) 关掉电机,升起上顶栓,打开混炼室,卸下胶料。记录所卸胶料的最高温度。		
e) 卸下胶料后,将开炼机温度设为 70 ℃±5 ℃,辊距调至 0.5 mm,使胶料通过一次;然后将辊距调至 3.0 mm 再通过两次。		
f) 将胶料压成约 6 mm 的厚度,检查胶料质量(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) 取足够的胶料,按 GB/T 16584 或 GB/T 9869 评价硫化特性。如果可能,测试之前在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节试样 2 h~24 h。		
h) 按照 GB/T 528 规定将胶料压成厚约 2.2 mm 的胶片用于制备试片;或者制成适当厚度的胶片用于制备环状或哑铃状试样。		
i) 胶料在混炼后硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。		

5.2.3.3 两段混炼程序(包括开炼机终混炼程序)

5.2.3.3.1 概述

实验室密炼机温度在一个试样混炼结束之后和下一个试样开始混炼前冷却到 60 ℃。实验室密炼机额定混炼容积为 1 170 mL±40 mL,投胶量(以 g 计)按 10 倍配方量(即 10×144.95 g=1 449.5 g)。

5.2.3.3.2 第一阶段——密炼机初混炼程序

混炼应使所有组分达到均匀分散。

混炼后胶料的终出料温度应在 150 ℃~170 ℃之间,如果必要,通过调节投料量、机头温度或转子速度达到此条件。

	保持时间 min	累积时间 min
a) 调节实验室密炼机的初始温度为 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$, 关闭卸料口, 设定电机转速为 77 r/min , 开启电机, 升起上顶栓。	—	—
b) 装入一半橡胶、所有的炭黑、氧化锌和硬脂酸, 然后装入剩下的橡胶。放下上顶栓。	0.5	0.5
c) 混炼胶料。	3.0	3.5
d) 升起上顶栓, 清扫密炼机加料口和上顶栓顶部, 放下上顶栓。	0.5	4.0
e) 当混炼温度达到 $170\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或总混炼时间达到 6 min , 满足其中一个条件即可卸下胶料。	2.0	6.0
f) 检查胶料质量(见 GB/T 6038), 如果胶料质量与理论值之差超过 $+0.5\%$ 或 -1.5% , 废弃此胶料, 重新混炼。		
g) 将胶料压成约 6 mm 的厚度, 温度为 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的开炼机上通过三次。		
h) 胶料混炼后调节 $2\text{ h}\sim 24\text{ h}$ 。如有可能, 在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。		

5.2.3.3.3 第二阶段——终混炼程序

在终混炼之前, 将胶料放置 30 min 或其温度降至室温, 混炼应使所添加的配合剂分散较好。混炼之后胶料的终温度不应超过 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

使用实验室密炼机(LIM)时, 如果必要, 可通过调节投料量、机头温度和(或)转子速度以达到此条件。使用开炼机时, 辊筒温度设置为 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 在整个混炼过程中要保持该温度; 标准实验室开炼机投料量(以 g 计)应为试验配方量的 3 倍, 在混炼过程中, 辊筒间应有适量的堆积胶, 如果达不到下面规定的要求, 应调节开炼机的辊距。

5.2.3.3.3.1 密炼机终混炼程序

	保持时间 min	累积时间 min
a) 密炼机温度 $40\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 设置转速 $8.1\text{ rad/s}(77\text{ r/min})$, 升起上顶栓。	—	—
b) 装入母炼胶、硫磺和促进剂, 放下上顶栓。	0.5	0.5
c) 混炼胶料, 当胶料温度达到 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或时间 2 min , 满足其中一个条件即可卸下胶料。	2.0	2.5
d) 将开炼机的辊温调至 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、辊距为 0.8 mm , 将胶料打卷, 从两端交替加入纵向薄通四次。	0.5	3.0
e) 将胶料压成约 6 mm 的厚度, 检查胶料质量(见 GB/T 6038), 如果胶料质量与理论值之差超过 $+0.5\%$ 或 -1.5% , 废弃此胶料, 重新混炼。		
f) 取足够的胶料, 按 GB/T 16584 或 GB/T 9869 评价硫化特性。如果可能, 测试之前在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节试样 $2\text{ h}\sim 24\text{ h}$ 。		
g) 按照 GB/T 528 规定将胶料压成厚约 2.2 mm 的胶片用于制备硫化试片; 或者制成适当厚度的胶片用于制备环状或哑铃型试样。		
h) 胶料在混炼后硫化前调节 $2\text{ h}\sim 24\text{ h}$ 。如有可能, 在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。		

5.2.3.3.3.2 开炼机终混炼程序

辊筒温度设置为 $70\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 在整个混炼过程中要保持该温度。标准实验室开炼机投料量(以 g

GB/T 30918—2014

计)应为试验配方量的 3 倍,在混炼过程中,辊筒间应有适量的堆积胶,如果达不到下面规定的要求,应调节开炼机的辊距。

	保持时间	累积时间
	min	min
a) 设定辊温为 70℃±5℃、辊距为 1.9 mm,将母炼胶在慢速辊上包辊。		
b) 加入促进剂,等促进剂完全分散后,从每边作 3/4 割刀三次。	3.0	3.0
c) 加入硫磺,等硫磺完全分散后,从每边作 3/4 割刀一次。	3.0	6.0
d) 辊距调节至 0.8 mm,将胶料打卷,从两端交替加入纵向薄通六次。	2.0	8.0
e) 调节辊距至 6 mm,将胶料打卷,从两端交替加入纵向薄通六次,下片。	1.0	9.0
f) 检查胶料质量(见 GB/T 6038),如果胶料质量与理论值之差超过+0.5%或-1.5%,废弃此胶料,重新混炼。		
g) 取足够的胶料,按 GB/T 16584 或 GB/T 9869 评价硫化特性。如果可能,测试之前在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节试样 2 h~24 h。		
h) 按照 GB/T 528 规定将胶料压成厚约 2.2 mm 的胶片用于制备硫化试片;或者制成适当厚度的胶片用于制备环状或哑铃型试样。		
i) 胶料在混炼后硫化前调节 2 h~24 h。如有可能,在 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

警告:硫化过程中,可能产生亚硝酸铵。

6.1 用圆盘振荡硫化仪

测定以下标准试验参数:

M_L 、 M_H (在规定的时间内)、 t_{90} 、 $t'_C(50)$ 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(100 r/min);
- 振幅:1°;
- 量程:至少选择 M_H 为满量程的 75%(对某些橡胶,或许达不到满量程的 75%);
- 模腔温度:160℃±0.3℃;
- 预热时间:无。

6.2 用无转子硫化仪

测定下列标准试验参数:

F_L 、 F_{max} (在规定的时间内)、 t_{90} 、 $t'_C(50)$ 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(100 r/min);
- 振幅:0.5°;
- 量程:至少选择 F_{max} 为满量程的 75%(对某些橡胶,或许达不到满量程的 75%);
- 模腔温度:160℃±0.3℃;
- 预热时间:无。

7 评价硫化胶拉伸应力-应变性能

试片在 135 ℃ 下硫化,从 20 min、30 min、40 min 和 60 min 的硫化点中选择 3 个硫化点。这 3 个硫化点应包括该试验条件下的欠硫、正硫和过硫。

硫化试片在标准温度下调节 16 h~96 h,如有可能,在 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、附录 B、附录 C。

9 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 本标准的编号。
- b) 关于样品的详细说明。
- c) 测定门尼粘度的时间和温度,是否使用制样程序。
- d) 测定灰分使用的方法。
- e) 使用的标准试验配方。
- f) 使用的参比材料。
- g) 使用的混炼方法。
- h) 5.2.2.2、5.2.2.3、5.2.3.2 或 5.3.3.3 使用的调节条件。
- i) 第 6 章中:
 - 引用标准;
 - M_H 的时间;
 - 硫化试验使用的振幅。
- j) 第 7 章中使用的硫化时间。
- k) 测定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自选操作。
- m) 分析结果和单位的表述。
- n) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

开炼机和实验室密炼机混炼胶硫化特性精密度数据

A.1 总则

按 ISO/TR 9272 规定的精密度程序和导则进行 ITP(实验室间试验程序)。本标准引用 ISO/TR 9272 中关于精密度的其他细节和术语。

用圆盘振荡硫化仪评价硫化特性的 2 型室间精密度,试验中使用异戊二烯橡胶样品。有 5 个实验室参加开炼机混炼程序(方法 A),8 个实验室参加实验室密炼机(LIM)初混炼和开炼法终混炼程序,每个实验室在不同的 3 天内完成试验。

如果没有进行精密度验证试验,按 ITP 确定的精密度结果不能用于任何材料或产品的接收或拒收。

A.2 结果

A.2.1 导则

开炼机混炼程序硫化特性重复性和再现性精密度结果见表 A.1,LIM 的硫化特性精密度结果见表 A.2。

表 A.1 开炼机混炼(方法 A)硫化特性试验精密度

项目	均值 ^a	实验室内			实验室间		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
$M_L/(dN \cdot m)$	6.05	0.15	0.40	6.61	0.36	1.01	16.69
$M_H/(dN \cdot m)$	39.87	0.25	0.69	1.73	1.73	4.86	12.19
t_{90}/min	3.19	0.19	0.53	16.61	0.36	1.00	31.35
$t'_C(50)/min$	4.97	0.07	0.20	4.02	0.14	0.39	7.85
$t'_C(90)/min$	7.09	0.08	0.23	3.24	0.10	0.28	3.95
S_r:重复性标准差; r:重复性,以测量单位表示; (r):相对重复性,以相对百分数表示; S_R:再现性标准差; R:再现性,以测量单位表示; (R):相对再现性,以相对百分数表示。							
^a 在 160 ℃、振荡频率 1.7 Hz、振幅 1°的条件下测定结果的中值用于计算(r)和(R)。							

表 A.2 2 步混炼(LIM-开炼机)硫化特性试验精密度

项目	均值 ^a	实验室内			实验室间		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
$M_L/(\text{dN} \cdot \text{m})$	6.85	0.09	0.26	3.80	0.18	0.50	7.30
$M_H/(\text{dN} \cdot \text{m})$	39.12	0.44	1.24	3.17	1.15	3.21	8.20
t_{90}/min	3.82	0.09	0.26	6.80	0.24	0.66	17.28
$t'_C(50)/\text{min}$	6.23	0.07	0.19	3.04	0.45	1.25	20.06
$t'_C(90)/\text{min}$	8.47	0.10	0.27	3.19	0.44	1.23	14.52
标题栏中精密度参数符号的含义见表 A.1。							
^a 在 160 ℃、振荡频率 1.7 Hz、振幅 1° 的条件下测定结果的中值用于计算 (r) 和 (R) 。							

A.2.2 重复性

重复性 r 值见表 A.1 和表 A.2, 两个单独的试验结果之差大于表中给定值, 应分析产生误差的原因。

A.2.3 再现性

再现性 R 值见表 A.1 和表 A.2, 两个单独的试验结果之差大于表中给定值, 应分析产生误差的原因。

附 录 B
(资料性附录)
天然橡胶精密度数据

下面天然橡胶的开炼机混炼和实验室密炼机混炼精密度数据来源于 ISO 1658:2009。这些精密度数据包括硫化特性测试和应力-应变性能的测试,关于 ITP 的所有细节和结果的论述见 ISO1658:2009 的附录 B。

如果没有进行精密度验证试验,精密度结果不能用于任何材料或产品的接收或拒收。

表 B.1 开炼机混炼应力应变性能精密度(2 型)

项目	均值	实验室内			实验室间			实验室数
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
100%定伸应力/MPa	2.70	0.029	0.080	3.00	0.092	0.26	9.70	5
200%定伸应力/MPa	7.10	0.12	0.33	4.60	0.40	1.13	21.90	5
300%定伸应力/MPa	13.50	0.16	0.45	3.30	0.93	2.60	19.30	5
扯断伸长率/%	527	11.2	31.5	20.2	38.0	106	20.20	6
拉伸强度/MPa	28.7	0.39	1.09	3.80	3.31	9.30	32.30	6
平均值	—	—	—	6.98	—	—	20.70	
标题栏中精密度参数符号的含义见表 A.1。								

表 B.2 开炼机混炼硫化特性精密度(2 型)

项目	均值	实验室内			实验室间			实验室数
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
$M_H/(\text{dN} \cdot \text{m})$	14.70	0.22	0.62	4.20	1.96	5.50	37.3	4
$M_L/(\text{dN} \cdot \text{m})$	1.62	0.09	0.25	15.4	0.29	0.82	50.6	5
t_{91}/min	1.58	0.04	0.12	7.60	0.39	1.09	69.1	5
$t'_{c(50)}/\text{min}$	3.17	0.12	0.34	10.60	0.27	0.75	23.5	6
$t'_{c(90)}/\text{min}$	5.40	0.12	0.34	6.30	0.19	0.53	9.90	5
门尼粘度 ML(1+4) 100 °C	51.8	2.35	6.57	12.7	3.85	10.8	20.8	5
平均值	—	—	—	8.82	—	—	38.1	
标题栏中精密度参数符号的含义见表 A.1。								

表 B.3 LIM 混炼-应力应变精密度(2 型)

项目	均值	实验室内			实验室间			实验室数
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
100%定伸应力/MPa	2.55	0.05	0.13	5.10	0.23	0.64	25.2	8
200%定伸应力/MPa	6.69	0.15	0.43	6.40	0.61	1.70	25.4	8
300%定伸应力/MPa	13.0	0.20	0.56	4.30	0.83	2.33	18.0	8
扯断伸长率/%	518	7.10	19.9	3.80	19.6	54.9	10.6	6
拉伸强度/MPa	29.2	0.44	1.24	4.20	2.66	7.46	25.5	8
平均值		—	—	4.76	—	—	20.9	
标题栏中精密度参数符号的含义见表 A.1。								

表 B.4 LIM 混炼硫化特性精密度(2 型)

项目	均值	实验室内			实验室间			实验室数
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
$M_H/(\text{dN} \cdot \text{m})$	14.9	0.15	0.41	2.80	0.81	2.26	15.2	7
$M_L/(\text{dN} \cdot \text{m})$	1.94	0.06	0.17	8.80	0.18	0.49	25.2	8
t_{90}/min	1.57	0.04	0.12	7.40	0.33	0.91	58.2	9
$t'_c(50)/\text{min}$	3.00	0.06	0.17	5.70	0.34	0.95	31.7	7
$t'_c(90)/\text{min}$	5.40	0.09	0.26	4.90	0.33	0.93	17.3	6
门尼粘度 ML(1+4) 100 ℃	55.8	1.42	3.97	7.10	2.19	6.12	11.0	8
平均值		—	—	5.92	—	—	29.5	
标题栏中精密度参数符号的含义见表 A.1。								

附 录 C

(资料性附录)

ASTM D3403 规定的精密度

ASTM D3403—2007 给出了评价 IR 的 2 型精密度。开展精密度试验使用 2 种异戊二烯橡胶样品,有 6 个实验室参加,在一周内每个样品重复 2 次完成的,得出的无转子硫化仪测定硫化特性的精密度数据见表 C.1,硫化胶应力-应变试验的精密度数据见表 C.2。

表 C.1 无转子硫化仪评价硫化特性的精密度

项目	平均值	实验室内			实验室间		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
$F_L/(\text{dN} \cdot \text{m})$	1.70	0.18	0.51	29.80	0.22	0.64	37.36
$F_{\max}/(\text{dN} \cdot \text{m})$	15.59	0.19	0.55	3.50	0.67	1.88	12.09
T_{91}/min	3.28	0.11	0.31	9.44	0.16	0.45	13.79
t_{30}/min	4.77	0.14	0.39	8.29	0.18	0.52	10.85
t_{30}/min	7.13	0.16	0.44	6.17	0.35	1.00	13.99
标题栏中精密度参数符号的含义见表 A.1。							

表 C.2 IR 硫化胶应力-应变试验的精密度

项目	平均值	实验室内			实验室间		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
10%定伸应力/MPa	2.07	1.10	0.30	14.28	0.31	0.87	42.31
300%定伸应力/MPa	9.08	0.44	1.26	13.85	0.83	2.34	25.83
拉伸强度/MPa	28.28	1.58	4.48	15.86	1.63	4.62	16.35
扯断伸长率/%	579.38	16.10	45.5	7.86	22.43	63.47	10.95
标题栏中精密度参数符号的含义见表 A.1。							

参 考 文 献

- [1] ISO 1658:2009 Natural rubber (NR) -Evaluation procedure
 - [2] ISO 6472 Rubber compounding ingredients Symbols and abbreviated terms
 - [3] ISO/TR 9272 Rubber and rubber products Determination of precision for test method standards
 - [4] ISO 11235 Rubber compounding ingredients—Sulfenamide accelerators—Test methods
 - [5] ASTM D3403 Standard Test Methods for Rubber -Evaluation of IR (Isoprene Rubber)
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
非充油溶液聚合型异戊二烯橡胶(IR)
评价方法

GB/T 30918—2014

*

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.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 1.25 字数 25 千字
2014年12月第一版 2014年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50374 定价 21.00 元

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)68510107



GB/T 30918-2014