



中华人民共和国国家标准

GB/T 8660—2018
代替 GB/T 8660—2008

溶液聚合型丁二烯橡胶(BR) 评价方法

Solution polymerized butadiene rubber(BR)—Evaluation procedures

[ISO 2476:2014, Butadiene rubber(BR)—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

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 8660—2008《溶液聚合型丁二烯橡胶(BR)评价方法》，与 GB/T 8660—2008 相比主要技术变化如下：

- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,2008 年版的第 2 章)；
- 修改了充油胶的混炼配方(见表 1,2008 年版的表 1)；
- 修改了表 1 中脚注 c 的内容(见表 1,2008 年版的表 1)；
- 增加了“推荐采用密炼机混炼方法”的表述(见 5.2.2.1)；
- 增加了密炼机一步法混炼(见 5.2.2.2)；
- 修改了试验报告的要求(见第 10 章,2008 年版的第 10 章)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 2476:2014《丁二烯橡胶(BR) 溶液聚合型 评价方法》。

本标准与 ISO 2476:2014 的技术差异及其原因如下：

- 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 GB/T 21184。

- 修改了表 1 中的脚注,以满足用户使用需求。

本标准做了下列编辑性修改：

- 将标准名称改为《溶液聚合型丁二烯橡胶(BR) 评价方法》。

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。

本标准主要起草单位：中国石油化工股份有限公司北京燕山分公司、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院。

本标准主要起草人：彭金瑞、崔广洪、骆献辉、李晓银、毕文新、于洪洸。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8660—1988、GB/T 8660—1998、GB/T 8660—2008。

溶液聚合型丁二烯橡胶(BR) 评价方法

警示——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规规定的条件。

1 范围

本标准规定了溶液聚合型丁二烯橡胶(BR)生胶的物理和化学试验方法;规定了评价溶液聚合型丁二烯橡胶(BR)[包括充油型(OEBR)]硫化特性所用的标准材料、标准试验配方、设备、操作方法以及评价硫化胶拉伸应力-应变性能的方法。

本标准适用于溶液聚合型丁二烯橡胶(BR)的评价。

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 21184 橡胶配合剂 次磺酰胺促进剂 试验方法(GB/T 21184—2007,ISO 11235:1999, NEQ)

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)

3 取样和制样

3.1 按 GB/T 15340 的规定取样约 1.5 kg。

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 制备试样,按 GB/T 1232.1 测定门尼黏度(最好不过辊)。如果需要过辊,开炼机辊筒表面温度保持在 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。测试结果以 ML(1+4)100 $^{\circ}\text{C}$ 表示。

4.2 挥发分

按 GB/T 24131.1 和 GB/T 24131.2 测定挥发分含量。

4.3 灰分

按 GB/T 4498.1 测定灰分含量。

5 丁二烯橡胶用混炼胶试样的制备

5.1 标准试验配方

标准试验配方见表 1。应使用符合国家或国际标准的参比材料。如果得不到标准参比材料,应使用有关团体认可的材料。

表 1 标准试验配方

材料	质量份	
	非充油胶	充油胶
丁二烯橡胶	100.00	$100.00 + Y^a$
氧化锌	3.00	3.00
通用工业参比炭黑 ^b	60.00	$0.6 \times (100 + Y)$
硬脂酸	2.00	2.00
ASTM103 ^c 油 ^c	15.00	—
硫磺	1.50	1.50
TBBS ^d	0.90	$0.009 \times (100 + Y)$
总计	182.40	$167.40 + 1.609Y$
计算密度/(g/cm ³)	1.11	—
^a Y=充油胶中,每 100 份橡胶基础胶所对应的油的质量份。 ^b 通用工业参比炭黑,贮存于密闭容器中,使用前应在 $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 1 h。 ^c 油的密度为 0.92 g/cm^3,可以从位于 R.E.Carroll, Inc., 1 570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638-3204, USA 的 Sun Refining and Marketing Company 获得。海外购买可直接与在 Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699 的 Sunoco Overseas 联系。这只是一种可商购油的示例,它并不是本标准规定认可的油,列出它的信息是为了让使用者更方便地使用本标准。也可以选用国家标准样品 GSB 05-3267,结果可能略有不同。 ^d N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺。该促进剂为粉末状,其最初不溶物质量分数,按照 GB/T 21184 规定的方法测定,小于 0.3%。该促进剂应在室温下贮存于密闭容器内,并每 6 个月检查一次甲醇不溶物含量,若超过 0.75%,则应废弃去或重结晶。		

5.2 操作程序

5.2.1 概述

试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序应按 GB/T 6038 进行。

5.2.2 混炼方法

5.2.2.1 概述

规定了五种混炼方法,推荐采用密炼机混炼方法。

方法 A1:密炼机一步混炼。

方法 A2:初混炼和终混炼两步都用密炼机混炼。

方法 B:初混炼用密炼机,终混炼用开炼机。在终混炼阶段,所需投胶量应该是基本配方量的四倍,小型密炼机不能提供足够的混合容量。在这种情况下,终混炼宜使用密炼机。密炼机的初始温度和混炼量是可以调节的,最终卸下的胶料温度不能超过 120 ℃。

方法 C1 和方法 C2:开炼机混炼。

注 1: 这些方法可能给出不同结果。

注 2: 溶液聚合型丁二烯橡胶用开炼机混炼要比其他橡胶更困难,最好用密炼机完成混炼,某些类型的丁二烯橡胶用开炼机混炼,可能得不到满意的结果。

5.2.2.2 方法 A1——密炼机一步混炼

实验室密炼机的额定容量为 65 cm³~2 000 cm³,胶料质量等于额定混炼容量(以 cm³ 计)乘以混炼胶的密度,应与其额定混炼容量相符合。对每一批混炼胶料,在制备同一系列混炼胶时,实验室密炼机的控制条件应保持相同。开始混炼试验时,可先混炼一个与试验胶料配方相同的胶料调节密炼机的工作状态。在开始下一次测试前,应先将仪器冷却到指定的温度(一般认为 60 ℃最合适)。在测试期间,不应随意改变仪器温控条件。

混炼技术应确保所有配合剂获得良好的分散。

胶料的最终温度不应超过 120 ℃,如果有必要,可以调节胶料质量或仪器的初始温度来满足这个要求。

注: 表 A.7 给出了不同型号密炼机的混炼条件。

使用密炼机进行混炼的通用程序如下:

	持续时间/min	累积时间/min
a) 将橡胶加入混合室,放下上顶栓。	—	—
b) 塑炼橡胶。	1.0	1.0
c) 升起上顶栓,加入氧化锌、油、硬脂酸和一半的炭黑。 吹扫孔口,放下上顶栓。	1.0	2.0
d) 升起上顶栓,加入 TBBS、硫磺和剩余的炭黑。吹扫 孔口,放下上顶栓。	1.0	3.0
e) 混炼胶料。	6.0	9.0
f) 关掉电机,升起上顶栓,打开混合室,卸下橡胶,记录胶料的最高温度。		

对于某些类型的密炼机,在卸料时需要将转子转动。

卸下胶料后,立刻将其在辊距为 5.0 mm,辊温为 50 ℃±5 ℃的开炼机上通过一次,再将胶料在辊距为 3.0 mm,辊温为 50 ℃±5 ℃的实验室开炼机上通过两次。称量胶料质量并记录。如果胶料质量与

理论值之差超过+0.5%或-1.5%，则弃去该胶料，重新混炼。

如果需要，可以按照 GB/T 9869 或 GB/T 25268 规定制作试片检测胶料的硫化特性。如果可以，混炼后的胶料在测试前应先在 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节 2 h~24 h。

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。为了获得压延效应，应让胶料在辊距为 2.1 mm~2.5 mm，辊温为 50℃±5℃的条件下沿同一方向纵向对折胶料过辊 4 次。

5.2.2.3 方法 A2 ——密炼机两步混炼

5.2.2.3.1 第一步：初混炼程序

相关通用要求参见 5.2.2.2。

胶料的最终温度不应超过 170℃，如果有必要，可以调节胶料质量或仪器的初始温度以达到这个条件。

使用密炼机进行初混炼的通用程序如下：

	持续时间/min	累积时间/min
a) 设定密炼机温度(推荐温度 50℃±5℃)、转子转速和上顶栓压力以满足[5.2.2.3.1e)]规定的条件。关闭卸料门、启动电机、升起上顶栓。	—	—
b) 加入一半橡胶、氧化锌、炭黑、油(充油胶不需加油)、硬脂酸和剩余的橡胶，放下上顶栓。	0.5	0.5
c) 混炼胶料。	3.0	3.5
d) 升起上顶栓、清理密炼机颈口及上顶栓的顶部，放下上顶栓。	0.5	4.0
e) 当胶料的温度达到 170℃或总时间达到 6 min 时即可卸下胶料。	2.0	6.0

卸下胶料后，立即在辊距为 5.0 mm，辊温为 50℃±5℃的实验室开炼机上通过三次。检验胶料质量(按 GB/T 6038)，如果胶料质量与理论值之差超过+0.5%或-1.5%，则弃去该胶料，重新混炼。

5.2.2.3.2 第二步：终混炼程序

混炼技术应能使所有配合剂获得好的分散。

胶料的最终温度不要超过 120℃，如果有必要，可以调节胶量或仪器的初始温度以达到这个条件。

使用密炼机进行终混炼的通用程序如下：

	持续时间/min	累积时间/min
a) 在转子上通过足够的冷却水，使密炼机温度冷却到 40℃±5℃，升起上顶栓，启动电机。	—	—
b) 继续通入冷却水，关闭蒸汽。将全部硫磺和 TBBS 与一半母炼胶卷在一起，加入密炼机中。再加入剩余的母炼胶，放下上顶栓。	0.5	0.5
c) 混炼胶料，当胶料温度达到 110℃或总时间达到 3 min 时即可卸下胶料。	2.5	3.0
d) 卸下胶料后，立即在辊距为 0.8 mm 辊温为 50℃±5℃的实验室开炼机上通过。		

- e) 使胶料打卷纵向薄通六次。
- f) 胶料制成厚约 6 mm 的胶片,按 GB/T 6038 的规定检验胶料质量,如果胶料质量与理论值之差超过+0.5%或-1.5%,则弃去该胶料,重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。
- g) 将胶料压制成厚约 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。

5.2.2.4 方法 B——初混炼用密炼机,终混炼用开炼机

5.2.2.4.1 第一步:密炼机初混炼程序

按 5.2.2.3.1 的规定进行。

5.2.2.4.2 第二步:开炼机终混炼程序

标准实验室开炼机投胶量(以 g 计),应是配方量的四倍。

在混炼期间,辊间应保持有适量的堆积胶,如在规定的辊距下达不到这种效果,应对辊距稍作调整。

	持续时间/min	累积时间/min
a) 调节开炼机温度为 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,调节辊距为 1.5 mm,加入母炼胶并使之在前辊上包辊。	1.0	1.0
b) 慢慢地将硫磺和 TBBS 加入胶料中,清理接料盘中所有物料并将其加入胶料中。	1.0	2.0
c) 从每边作 3/4 割刀六次。	1.5	3.5
d) 下片。调节辊距为 0.8 mm,使胶料打卷纵向薄通六次。	1.5	5.0
e) 将胶片制成厚约 6 mm 的胶片,按 GB/T 6038 的规定检验胶料质量,如果胶料质量与理论值之差超过+0.5%或-1.5%,则弃去该胶料,重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。		
f) 将胶料压制成厚约 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。		

5.2.2.5 方法 C1 和方法 C2——开炼机混炼

5.2.2.5.1 概述

由于溶液聚合型丁二烯橡胶在开炼机上加工困难,如果有合适的密炼机应优先选择方法 A 和方法 B,这样可使配合剂有好的分散。如果没有密炼机可以用以下两种开炼机混炼方法。

方法 C1,可以用于充油和非充油溶液聚合型丁二烯橡胶。

方法 C2,仅限于非充油溶液聚合型丁二烯橡胶,是一种较容易的混炼方法,它使胶料有较好的分散性。

对于非充油溶液聚合型丁二烯橡胶,方法 C1 和方法 C2 未必能得到相同的结果,因此在实验室进行相互对比或系列评价时,都应使用相同的方法混炼。

5.2.2.5.2 方法 C1

标准实验室投胶量(以 g 计)应为配方量的三倍(即 $3 \times 182.40\text{ g} = 547.20\text{ g}$ 或 $3 \times 167.40\text{ g} = 502.20\text{ g}$),在整个混炼过程中调节开炼机辊筒的冷却条件以保持其温度为 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

在混炼期间应保持有适量的堆积胶,如规定的辊距达不到这种效果,应对辊距稍作调整。

	持续时间/min	累积时间/min
a) 调节开炼机辊距为 1.3 mm,使橡胶包辊。	1.0	1.0
注:非充油胶可能需要较长的混炼时间,以达到良好的包辊性。		
b) 沿辊筒均匀地加入氧化锌和硬脂酸,从每边作 3/4 割刀两次。	2.0	3.0
c) 沿辊筒等速均匀地加入炭黑,当加入约一半时将辊距调节为 1.8 mm,接着加入剩余的炭黑。从每边做 3/4 割刀两次,每次间隔 30 s。要确保散落在接料盘中的炭黑都加入胶料中。	15.0~18.0	18.0~21.0
d) 慢慢滴加入油(充油胶不加)。	8~10	26.0~31.0
e) 加入 TBBS 和硫磺。扫起接料盘中所有物料并将其加入胶料中。	2.0	28.0~33.0
f) 从每边接连作 3/4 割刀六次。	2.0	30.0~35.0
g) 下片。调节辊距为 0.8 mm,使胶料打卷纵向薄通六次。	2.0	32.0~37.0
h) 将胶料制成厚约 6 mm 的胶片,按 GB/T 6038 检验胶料质量,如果胶料与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%,则弃去该胶料,重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。		
i) 将胶料压制成厚约 2.2 mm 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。		

5.2.2.5.3 方法 C2

标准实验室投胶量(以 g 计)应为配方量的二倍(即 $2 \times 182.40 \text{ g} = 364.80 \text{ g}$),在混炼过程中调节开炼机辊筒的冷却条件以保持其温度为 $35 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$,沿辊筒均匀地慢慢加入各配料,所有配料掺混后才能下片。

在混炼期间应保持有适量的堆积胶,如在规定的辊距下达不到这种效果,应对辊距稍作调整。

	持续时间/min	累积时间/min
a) 调节开炼机辊距为 $0.45 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$,让橡胶通过两次,再从每边接连作 3/4 割刀两次。	2.0	2.0
b) 沿辊筒均匀地加入氧化锌和硬脂酸,从每边接连作 3/4 割刀三次。	2.0	4.0
c) 依次加入一半油和一半炭黑,从每边接连作 3/4 割刀七次。	12.0	16.0
d) 依次加入剩余的油和炭黑,要把散落在接料盘中的炭黑都加入胶料中。从每边作 3/4 割刀七次。	12.0	28.0
e) 加入硫磺和 TBBS,从每边做 3/4 割刀六次。	4.0	32.0
f) 下片。调节辊距为 $0.7 \text{ mm} \sim 0.8 \text{ mm}$,使胶料打卷纵向薄通六次。	3.0	35.0
g) 将胶料制成厚约 6 mm 的胶片,按 GB/T 6038 的规定检验胶料质量,如果胶料质量与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%,则弃去该胶料,重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。		
h) 将胶料压制成厚约 2.2 mm 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。		

6 混炼胶的环境调节

所有混炼胶在硫化前调节 2 h~24 h,如有可能按 GB/T 2941 规定在标准温度和湿度下进行调节。

7 硫化特性评价

7.1 用圆盘振荡硫化仪

按 GB/T 9869 规定,测定以下标准试验参数:

在规定时间的 M_L 、 M_H 、 t_{s1} 、 $t'_c(50)$ 和 $t'_c(90)$ 。

采用下列试验条件:

——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%。

注:某些橡胶或许达不到满量程的 75%。

——模腔温度:160 °C ± 0.3 °C。

——预热时间:无。

7.2 用无转子硫化仪

按 GB/T 25268 规定,测定以下标准试验参数:

在规定时间的 M_L 、 M_H 、 t_{s1} 、 $t'_c(50)$ 和 $t'_c(90)$ 。

采用下列试验条件:

——振荡频率:1.7 Hz(100 r/min)。

——振幅:0.5°。

——量程:至少选择 M_H 为满量程的 75%。

注:某些橡胶或许达不到满量程的 75%。

——模腔温度:160 °C ± 0.3 °C。

——预热时间:无。

8 硫化橡胶拉伸应力-应变性能的评价

试片在 145 °C ± 0.5 °C 下硫化,硫化时间分别为 25 min、35 min、50 min,也可以选在 150 °C ± 0.5 °C 下硫化,硫化时间分别为 20 min、30 min、50 min,试验过程所选择的三种硫化时间应包括胶料的欠硫、正硫和过硫。

硫化试片应调节 16 h~96 h。如有可能,按 GB/T 2941 规定的标准温度和湿度下调节。

按 GB/T 528 规定测定硫化橡胶拉伸应力-应变性能。

9 精密度

参见附录 A。

10 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 挥发分测定选用的方法(辊筒法或烘箱法)；
- d) 灰分测定选用的方法(GB/T 4498.1 中方法 A 或方法 B)；
- e) 使用的参比材料；
- f) 使用的标准试验配方；
- g) 选用 5.2.2 中的混炼方法；
- h) 第 7 章所规定硫化特性测定方法(GB/T 9869 或 GB/T 25268)；
- i) 硫化试验中 M_H 的时间；
- j) 第 8 章所采用的硫化温度和时间；
- 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自选操作；
- m) 试验结果及单位的表述；
- n) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
精密度

A.1 概述

实验人员分别在 1987 年和 2004 年编制了两部实验室间测试方案 (ITPs)。1987 年的 ITP 只使用了开炼机,而 2004 年的方案还使用了密炼机。

在没有精密度确定结果适用于所试验的产品或材料的文件的情况下,由实验室间试验方案确定的精密度不适用于任一组材料或产品的验收或拒收。

A.2 1987 年 ITP 得到的开炼机法精密度

A.2.1 ITP 细节

A.2.1.1 试验选择含不同类型丁二烯橡胶的两个配方,并由参与试验的 17 家实验室在约一周的时间内各自分两天制备混炼胶。配方 1 包含有一种非充油 BR,配方 2 包含有一种充油胶。

胶料的混炼方法仅采用了方法 C1。

在试验开始以前,制备混炼胶所需要的全部材料的专用样品均送达各实验室。每种专用样品均从同一批次的均匀材料中抽取。按规定的试验步骤对每个混炼胶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,测定 300%定伸应力、拉伸强度和伸长率,取五次单独试验的中值作为试验结果。17 个实验室都采用哑铃试片测试,其中 5 个实验室同时采用环形试样进行测试。因此,计算的精密度为 2 型精密度。重复性和再现性的时间周期以天计。

A.2.2 精密度结果

按 ISO/TR 9272:1986 规定对重复性和再现性的精密度进行了计算。

哑铃试片的精密度结果见表 A.1,环形试片精密度结果见表 A.2。

在表 A.1 和表 A.2 中使用的符号定义如下:

r 重复性,以测量单位表示。这是一个数值,在指定的概率下,实验室内两个试验结果的绝对差应低于该值。

(r) 相对重复性,用百分比表示。

两个试验结果的相对重复性,是在相同的试验条件下(同一实验室、同一操作者和同一仪器),在规定的时间内,采用同一试验方法和相同试验材料所得到的。除非另有说明,概率为 95%。

R 再现性,以测量单位表示。这是一个数值,在指定的概率下,实验室间两个试验结果的绝对差应低于该值。

(R) 相对再现性,用百分比表示。

两个试验结果的相对再现性,是在不同的试验条件下(不同的实验室、不同的操作者和不同的仪器),在规定的时间内,采用同一试验方法和相同试验材料所得到的。除非另有说明,概率为 95%。

需要强调的是这些精密度结果只适用于采用本标准的开炼机混炼(方法 C1)。

表 A.1 哑铃形试片的 2 型精密度

配方	平均值	实验室内		实验室间	
		r	(r)	R	(R)
300%定伸应力/MPa					
配方 1	10.9	1.37	12.6	2.61	23.8
配方 2	13.0	1.66	12.8	2.90	22.3
拉伸强度/MPa					
配方 1	16.5	1.23	7.47	3.13	18.9
配方 2	17.7	1.82	10.3	3.93	22.3
扯断伸长率/%					
配方 1	367	35.1	9.55	76.6	20.8
配方 2	424	57.8	13.6	127	29.9

表 A.2 环形试片的 2 型精密度

配方	平均值	实验室内		实验室间	
		<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
300%定伸应力/MPa					
配方 1	10.3	0.82	7.98	4.13	40.2
配方 2	11.9	0.82	6.93	4.73	39.7
拉伸强度/MPa					
配方 1	14.4	0.98	6.81	3.03	21.1
配方 2	15.8	1.40	8.88	4.36	27.6
扯断伸长率/%					
配方 1	362	62.1	17.2	62.1	17.2
配方 2	433	51.7	11.9	51.7	11.9

A.3 2004 年 ITP 得到开炼机和密炼机的精密度

A.3.1 ITP 说明

试验选择表 1 中含有非充油 BR 的配方, Neocis BR40, 一种由钨系催化的顺式含量为 97 % 的高顺式丁二烯橡胶, 使用 1 台开炼机和多台不同型号的密炼机进行混炼。按 ISO 2393:1994 的部分规定进行 ITP 试验。

注: 这些项目所使用的密炼机包含“小型”“密炼机”和“实验室”等类型。

按新修订的 ISO/TR 9272:2005 中精密度程序和导则进行 ITP 试验。本 ITP 投票通过了以修订的技术报告代替 ISO/TR 9272:1986。本标准引用 ISO/TR 9272:2005 中关于精密度评价的术语和其他细节。

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。通过定伸应力(100%、

200%、300%)、扯断伸长率、拉伸强度确定应力-应变性能的精密度的。通过 M_H 、 M_L 、 t_{sl} 、 $t'_c(50)$ 和 $t'_c(90)$ 确定硫化性能的精密度的。精密度的均为 2 型精密度的。样品的制备和试验需要在一周内的两个工作日完成。

每一天,使用均质材料分别制备不同类型物质的单独的混炼胶,并利用这些混炼胶在两个试验日的每一天进行性质试验。两个单独试验日的两次重复试验的平均值记为试验结果,通过这些值计算出试验的精密度的。

有 10 家实验室参与了密炼机测试项目,但每一家实验室密炼机的类型都不相同。使用的密炼机的容量分别是:75 cm³、80 cm³、270 cm³、379 cm³、422 cm³、588 cm³、1 500 cm³、1 580 cm³、1 600 cm³ 和 3 322 cm³。某些实验室提交了多台不同型号密炼机测得的数据,这些来自不同实验室单独密炼机的数据构成了本 ITP。它们提供的数据库与 17 家实验室提供的数据具有一样的价值。每个密炼机组合可认定为一个实验室。

A.3.2 精密度的结果

表 A.3 到表 A.6 列出了两种混炼方法的应力-应变性能和硫化特性精密度的结果。这些结果是按 ISO/TR 9272:2005 采用方法 1 剔除离群值获得的。下面给出了使用精密度的结果的一般说明,可表示为绝对精密度的(r 和 R)以及相对精密度的[(r) 和 (R)](详见以下讨论)。

重复性:试验方法的重复性或局部区域精密度的,已由表 A.3 到表 A.6 中列出的任一测量参数给出的值确定。通过正确使用本标准获得的两个试验结果之差大于表列以测量单位表示的 r 值和以百分比表示的(r)值应视为可疑,即来自不同样本。这样的判断意味着应采取适当的研究措施。

再现性:试验方法的再现性或全局区域精密度的,已由表 A.3~表 A.6 中列出的任一测量参数给出的值确定。不同实验室通过正确使用本标准获得的两个试验结果之差大于表列以测量单位表示的 R 值和以百分比表示的(R)值应视为可疑,即来自不同样本。这样的判断意味着应采取适当的研究措施。

A.3.3 相对再现性比较

表 A.3~表 A.6 中总平均数和总体相对再现性(R)数值表明了开炼机和密炼机间相对再现性的差异。

表 A.3 和表 A.4 中开炼机型总体平均再现性值分别为 23.2% 和 18.1%,而在表 A.5 和表 A.6 中密炼机型总体平均再现性值则分别为 23.0% 和 38.5%。

在应力-应变性能这一方面,开炼机和密炼机间的总体相对再现性基本一致,分别为 23.2% 和 23.0%;然而在硫化性能这一方面,开炼机和密炼机间的总体相对再现性却相差甚远,分别为 18.1% 和 38.5%。不同实验室使用不同密炼机是造成实验室间值相差如此之大的最主要原因。

A.3.4 偏差

试验结果的测量平均值与公认参照值或真值之差。本试验方法不存在参照值,所以偏差不能确定。

A.3.5 密炼机操作条件

表 A.7 给出了 2004 ITP 中不同实验室所使用的密炼机的操作条件。

表 A.3 开炼机 2 型精密度——应力-应变性能

测量参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室编号 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{100}/MPa	2.15	0.094	0.26	12.2	0.100	0.28	13.0	6
S_{200}/MPa	5.43	0.130	0.37	6.86	0.42	1.19	21.9	6
S_{300}/MPa	10.81	0.136	0.38	3.52	1.02	2.86	26.4	6
扯断伸长率/%	417	11.4	31.9	7.66	30.2	84.5	20.3	8
拉伸强度/MPa	17.42	0.344	0.96	5.53	2.14	5.98	34.4	7
	总平均值			7.2			23.2	
s_r ——实验室内标准差(测量单位); r ——重复性(测量单位); (r)——重复性(平均值的百分比); s_R ——实验室间标准差(测量单位表示的实验室间总偏差); R ——再现性重复性(测量单位); (R)——再现性(平均值的百分比)。								
^a 删除离群值(方法 1)后,在最终数据库中列出的实验室编号。								

表 A.4 开炼机 2 型精密度——硫化性能

测量参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室编号 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
$M_H/(\text{dN} \cdot \text{m})$	18.3	0.293	0.82	4.48	0.937	2.62	14.3	5
$M_L/(\text{dN} \cdot \text{m})$	2.83	0.130	0.35	12.4	0.230	0.64	22.5	7
t_{s1}/min	2.87	0.135	0.38	13.2	0.196	0.55	19.1	6
$t'_c(50)/\text{min}$	6.91	0.130	0.36	5.3	0.293	0.82	11.9	5
$t'_c(90)/\text{min}$	11.1	0.150	0.43	3.9	0.900	2.53	22.8	5
	总平均值			7.9			18.1	
注:精密度各符号定义,见表 A.3。								
^a 删除离群值(方法 1)后,在最终数据库中列出的实验室编号。								

表 A.5 密炼机 2 型精密度——应力-应变性能

测量参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室编号 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{100}/MPa	2.33	0.086	0.240	10.3	0.203	0.570	24.4	12
S_{200}/MPa	5.82	0.210	0.59	10.1	0.470	1.31	22.6	12
S_{300}/MPa	11.1	0.346	0.97	8.76	0.838	2.35	21.2	13
扯断伸长率/%	415	12.02	33.7	8.10	40.60	113.6	27.4	15

表 A.5 (续)

测量参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室编号 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
拉伸强度/MPa	17.0	0.835	2.34	13.8	1.17	3.28	19.3	15
	总平均值			10.2			23.0	
注：精密度各符号定义，见表 A.3。								
^a 删除离群值(方法 1)后，在最终数据库中列出的实验室编号。								

表 A.6 密炼机 2 型精密度——硫化性能

测量参数	平均值	实验室内			实验室间			实验室编号 ^a
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
$M_H/(\text{dN} \cdot \text{m})$	18.55	0.196	0.550	2.97	1.051	2.94	15.9	10
$M_L/(\text{dN} \cdot \text{m})$	2.97	0.054	0.150	5.04	0.665	1.86	62.6	13
t_{sl}/min	2.84	0.066	0.185	6.53	0.587	1.64	57.9	13
$t'_c(50)/\text{min}$	6.63	0.087	0.240	3.68	0.661	1.85	27.9	12
$t'_c(90)/\text{min}$	10.5	0.177	0.500	4.73	1.051	2.94	28.1	14
	总平均值			4.6			38.5	
注：精密度各符号定义，见表 A.3。								
^a 删除离群值(方法 1)后，在最终数据库中列出的实验室编号。								

表 A.7 2004ITP 中密炼机的简单条件参数

初始温度/℃	50	40	60	88	60	60	60	60	60
转速/(r/min)	60	120/80	60	60	60	60	60	60	60
转子类型	Cam	Banbury	4wings	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury	Banbury
自由体积/cm ³	75	80	80	75	270	379	379	379	422
负荷/%	76.7	70	81	75	60	60	60	60	60
周期/min	5	6+3	9	12	9	9	9	9	9
初始温度/℃		60	60	90	90	50	40	40	50
转速/(r/min)		60	60	75	75	77	70/40	90/40	50
转子类型		Banbury	Banbury	2wings	2wings	Banbury	Banbury	Banbury	4wings
自由体积/cm ³		588	1 200	1 500	1 500	1 500	1 580	1 600	3 322
负荷/%		60	70	80	80	77	55	70	72
周期/min		9	6+3	6+3	6+3	6+3	6+3	6+3	6+3

参 考 文 献

[1] ISO/TR 9272:1986 Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards(已废止)

[2] ISO/TR 9272:2005 Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
溶液聚合型丁二烯橡胶(BR) 评价方法
GB/T 8660—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

2018年12月第一版

*

书号: 155066 · 1-62246

版权专有 侵权必究



GB/T 8660—2018