



中华人民共和国国家标准

GB/T 19208—2020
代替 GB/T 19208—2008

硫化橡胶粉

Ground vulcanized rubber

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
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 19208—2008《硫化橡胶粉》。与 GB/T 19208—2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 删除了安全警告用语;
- 增加和修改了部分规范性引用文件(见第 2 章,2008 年版的第 2 章);
- 增加、修改和删除了部分术语和定义,并将术语和定义列于第 3 章中,不再以附录形式给出(见第 3 章,2008 年版的第 3 章、附录 A);
- 对硫化橡胶粉进行了重新分类(见第 4 章,2008 年版的第 4 章);
- 修改了粒径标识及筛余物、硫化橡胶粉的技术要求,增加了多环芳烃和有毒有害物质技术要求(见第 5 章,2008 年版的第 5 章);
- 增加了“聚异戊二烯”“密度”“活化能”试验方法,修改了其他部分试验方法的内容(见第 6 章,2008 年版的第 6 章);
- 修改了“拉伸强度、拉断伸长率”试验配方和硫化时间,增加了硫化压力要求(见 6.14,2008 年版的 6.2.6);
- 增加了“型式检验”,修改了出厂检验要求(见第 7 章,2008 年版的第 7 章);
- 增加了“多环芳烃”试验方法(见附录 A)。

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:天津海泰环保科技发展股份有限公司、天津四十二站检测技术有限公司、沈阳橡胶研究设计院有限公司、南通回力橡胶有限公司、江苏中宏环保科技有限公司、广州爱其科技股份有限公司、河北增利橡胶科技有限公司、焦作市弘瑞橡胶有限责任公司、乐山金亚新材料有限公司、广西远景资源再生有限公司、高能南京环保科技股份有限公司、江西德江隆科技有限公司、京环兴宇(唐山)橡塑环保科技有限公司、河北省交通规划设计院。

本标准主要起草人:余强、李翠红、李子安、孔波、周洪、黄祥洪、陈庆海、罗伟川、刘晓龙、张树清、吴志峰、陈博、陈波、张开辉、祁学智、郑广宇、闫涛、毛国红、郑健红、许麒、刘增元。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 19208—2003、GB/T 19208—2008。

硫化橡胶粉

1 范围

本标准规定了硫化橡胶粉(简称胶粉)的术语和定义、分类、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存和运输。

本标准适用于用失去使用功能的橡胶制品为原料经不同物理方法粉碎制取的硫化橡胶粉,预定用于再生橡胶制造和沥青改性、轮胎制造及橡胶制品改性的填充剂等。

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 533—2008 硫化橡胶或热塑性橡胶 密度的测定
- GB/T 2013—2010 液体石油化工产品密度测定法
- GB/T 2449.1 工业硫磺 第1部分:固体产品
- GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序
- GB/T 3185 氧化锌(间接法)
- GB/T 3516—2006 橡胶 溶剂抽出物的测定
- GB/T 4498.1—2013 橡胶 灰分的测定 第1部分:马弗炉法
- GB/T 5330 工业用金属丝编织方孔筛网
- 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8089 天然生胶 烟胶片、白灼胶片和浅色绉胶片
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9103 工业硬脂酸
- GB/T 11407 硫化促进剂 2-巯基苯并噻唑(MBT)
- GB/T 14837.1 橡胶和橡胶制品 热重分析法测定硫化胶和未硫化胶的成分 第1部分:丁二烯橡胶、乙烯-丙烯二元和三元共聚物、异丁烯-异戊二烯橡胶、异戊二烯橡胶、苯乙烯-丁二烯橡胶
- GB/T 15904 橡胶 聚异戊二烯含量的测定
- GB/T 21840 硫化促进剂 TBBS
- ISO 11358-2:2014 塑料 聚合物的热重分析法(TG) 第2部分:活化能的测定(Plastics—Thermogravimetry (TG) of polymers—Part 2: Determination of activation energy)
- IEC 62321-4 电工产品中某些物质的测定 第4部分:用 CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定聚合物、金属和电子产品中的汞 (Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 4: Mercury in polymers, metals and electronics by CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES and ICP-MS)
- IEC 62321-5 电工产品中某些物质的测定 第5部分:用 AAS、AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定聚合物和电子产品中的镉、铅和铬,以及金属中的镉和铅 (Determination of certain substances in elec-

electrotechnical products—Part 5: Cadmium, lead and chromium in polymers and electronics and cadmium and lead in metals by AAS, AFS, ICP-OES and ICP-MS)

IEC 62321-6 电工产品中某些物质的测定 第6部分: 用气相色谱-质谱分析法(GC-MS)测定聚合物中的多溴联苯和多溴联苯醚[Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 6: Polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)]

IEC 62321-7-2 电工产品中某些物质的测定 第7-2部分: 六价铬 用分光光度法测定聚合物和电子产品中的六价铬[铬(VI)](Determination of certain substances in electrotechnical products—Part 7-2: Hexavalent chromium—Determination of hexavalent chromium [Cr(VI)] in polymers and electronics by the colorimetric method)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

硫化橡胶粉 **ground vulcanized rubber**

硫化橡胶经物理方法粉碎、筛分并去除非橡胶组分而制取的颗粒物。

3.2

轮胎类硫化橡胶粉 **ground vulcanized rubber from whole tyre**

使用废轮胎制取的硫化橡胶粉。

3.3

合成橡胶类硫化橡胶粉 **ground vulcanized rubber from synthetic rubber products**

以合成橡胶制品为原料制取的硫化橡胶粉。

3.4

其他类硫化橡胶粉 **ground vulcanized rubber from miscellaneous rubber products**

以通用型硫化橡胶制品为原料制取的橡胶颗粒。

3.5

再生橡胶用硫化橡胶粉 **ground vulcanized rubber for reclaimed rubber**

由废轮胎经粉碎得到满足再生橡胶制造用技术要求的橡胶颗粒。

3.6

路用硫化橡胶粉 **vulcanized crumb rubber for pavement**

由废轮胎经粉碎得到的具有一定粒径、满足路用技术要求的橡胶颗粒。

3.7

防水材料用硫化橡胶粉 **ground vulcanized rubber for waterproofing**

由废轮胎经粉碎得到的粒径小于 300 μm 、满足防水材料用技术要求的橡胶颗粒。

3.8

活化能 **activation energy**

橡胶颗粒从常态转换为易发生化学反应的活跃状态所表征的能量。

3.9

常温粉碎 **ambient grinding**

常温条件下使用滚筒挤压剪切和磨盘磨削制取硫化橡胶粉的方法。

3.10

溶液粉碎 solution grinding

使用水或其他介质在常温状态下进行微细研磨粉碎制取硫化橡胶粉的方法。

3.11

水射流粉碎 water jet grinding

在室温条件下使用超音速水介质进行微细粉碎制取硫化橡胶粉的方法。

4 分类及粒径标识

4.1 分类

硫化橡胶粉依据所用主要原料的类别进行分类,见表 1。

表 1 硫化橡胶粉的分类

类别	代码	所用材料
轮胎类硫化橡胶粉	A ₁	已失去使用价值的全钢子午线轮胎
	A ₂	已失去使用价值的半钢子午线轮胎
	A ₃	已失去使用价值的斜交轮胎
合成橡胶类硫化橡胶粉	B ₁	已失去使用价值的丁基橡胶制品
	B ₂	已失去使用价值的丁腈橡胶制品
	B ₃	已失去使用价值的三元乙丙橡胶制品
其他类硫化橡胶粉	C	已失去使用价值的其他通用型橡胶制品

4.2 粒径标识

硫化橡胶粉的粒径标识见表 2,内容包括:

- 粒径的目数,即标称产品标号值;
- 生产该硫化橡胶粉的原料,以(—X)表示,X 为表 1 中的分类代码。

5 要求



5.1 外观

硫化橡胶粉应质地均匀,不应含有目测可见的木屑、金属、砂砾、玻璃等非橡胶组分的杂质。

5.2 筛余物

不同粒径硫化橡胶粉对应的筛余物应符合表 2 的要求。

表 2 硫化橡胶粉的粒径标识及筛余物技术要求

标称 产品标号	粒径标识	零筛孔粒径/ μm (对应目数)	零筛孔上余留物/%	筛孔粒径/ μm (对应目数)	筛孔上余留物/% $\leq$
10 目	10—X	2 360(8 目)	0	2 000(10 目)	5
20 目	20—X	2 000(10 目)	0	850(20 目)	5
30 目	30—X	850(20 目)	0	600(30 目)	10
40 目	40—X	600(30 目)	0	425(40 目)	10
50 目	50—X	425(40 目)	0	300(50 目)	10
60 目	60—X	300(50 目)	0	250(60 目)	10
70 目	70—X	250(60 目)	0	212(70 目)	10
80 目	80—X	212(70 目)	0	180(80 目)	10
100 目	100—X	180(80 目)	0	150(100 目)	10
120 目	120—X	150(100 目)	0	128(120 目)	15
140 目	140—X	128(120 目)	0	106(140 目)	15
170 目	170—X	106(140 目)	0	90(170 目)	15
200 目	200—X	90(170 目)	0	75(200 目)	15

5.3 多环芳烃和有毒有害物质限量

除另有规定外,硫化橡胶粉所含多环芳烃和有毒有害物质不应大于表 3 给出的值。

表 3 硫化橡胶粉多环芳烃和有毒有害物质限量

检测项目			指标		
			I 级	II 级	III 级
多环芳烃	(18 种)含量/(mg/kg)	≤	150	200	300
	苯并[a]芘含量/(mg/kg)	≤	20		
有毒 有害 物质	多溴联苯含量/(mg/kg)	≤	1 000		
	多溴联苯醚含量/(mg/kg)	≤	1 000		
	铅含量/(mg/kg)	≤	1 000		
	汞含量/(mg/kg)	≤	1 000		
	镉含量/(mg/kg)	≤	100		
	六价铬含量/(mg/kg)	≤	1 000		
注:18 种多环芳烃分别为:蔡、萘烯、萘、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并(a)蒽、屈、苯并(b)荧蒽、苯并(k)荧蒽、苯并(a)芘、茚并(1,2,3-cd)芘、二苯并(a,h)蒽、苯并(g,h,i)芘、苯并(e)芘、苯并(j)荧蒽。					

5.4 技术要求

硫化橡胶粉技术要求应符合表 4 或表 5 的规定。

表 4 再生橡胶制造及其他用途硫化橡胶粉技术要求

检测项目	轮胎类			合成橡胶类			其他类	试验方法标准
	Λ_1	Λ_2	Λ_3	B_1	B_2	B_3	C	
加热减量/% $\leq$	1.0	1.0	1.0	1.2	1.2	1.2	1.2	6.5
灰分/% $\leq$	10	10	10	12	28	20	30	GB/T 4498.1—2013 (方法 B)
丙酮抽出物/% $\leq$	8	10	10	10	12	12	—	GB/T 3516—2006 (方法 A)
橡胶烃含量/% $\geq$	45	42	42	45	36	38	—	GB/T 14837.1
炭黑含量/% $\geq$	26	26	26	20	20	20	—	GB/T 14837.1
铁含量/% $\leq$	0.05	0.05	0.05	0.05	0.08	0.08	—	6.9
体积密度 ^a /(kg/m ³)	260~380			200~300			—	6.10
密度/(10 ³ kg/m ³) $\leq$	1.20	1.20	1.20	1.16	1.22	1.30	—	GB/T 533—2008 (方法 B)
活化能(100℃)/ (kJ/mol) $>$	E1	1 500	—	—	—	—	—	ISO 11358-2:2014
	E2	2 200						
	E3	3 300						
聚异戊二烯含量/% $\geq$	26	—	—	—	—	—	—	GB/T 15904
拉伸强度 ^b /MPa $\geq$	15	12	12	—	—	—	—	GB/T 528
拉断伸长率 ^b / % $\geq$	450	380	—	—	—	—	—	GB/T 528
注：E1 指常温粉碎胶粉的活化能，E2 指溶液粉碎胶粉的活化能，E3 指水射流粉碎胶粉的活化能。								
^a 体积密度适用于粒径要求在 180 μm (80 目)~300 μm (50 目)的硫化橡胶粉；								
^b 拉伸强度、拉断伸长率只适用于粒径小于 250 μm (60 目)的硫化橡胶粉。								

表 5 路用及防水材料用硫化橡胶粉技术要求

检测项目	技术要求			试验方法标准
	路用	防水 I	防水 II	
粒径/ μm $\leq$	600	300	180	6.2
加热减量/% $\leq$	1.0	1.0	1.2	6.5
灰分/% $\leq$	10	16	45	GB/T 4498.1—2013 (方法 B)
丙酮抽出物/% $\leq$	10	20	—	GB/T 3516—2006(方法 A)
橡胶烃含量/% $\geq$	48	42	—	GB/T 14837.1
炭黑含量/% $\geq$	26	22	—	GB/T 14837.1
铁含量/% $\leq$	0.05	0.05	0.05	6.9
体积密度/(kg/m ³)	—	260~380	260~380	6.10
密度/(10 ³ kg/m ³) $\leq$	1.2	—	—	GB/T 533—2008(方法 B)
聚异戊二烯含量/% $\geq$	26	22	—	GB/T 15904
注：防水 I 型为轮胎类硫化橡胶粉，防水 II 型可为其他类硫化橡胶粉。				

6 试验方法

6.1 外观

外观用目视检验。

6.2 粒径、筛余物测定

6.2.1 分样筛

筛选硫化橡胶粉的分样筛筛网是由不锈钢或黄铜制造,分样筛直径是 200 mm。选取筛网孔径按照 GB/T 5330 中 R20 系列网孔尺寸方法。

6.2.2 试验步骤

使用感量为 0.01 g 的天平称取硫化橡胶粉试样 100 g,加入粒径为 56 μm(300 目)滑石粉 10 g,置于 500 mL 烧杯内,用玻璃棒将滑石粉与胶粉样品充分搅拌均匀,然后将混合试样倒入配置有接受盘、盖板的分样筛中,分样筛为上部相邻一级的分样筛(零筛孔分样筛),筛选时,双手持筛水平周向摇动 1 min 后,单手敲击分样筛框 25 次(振幅 3 mm~5 mm),用毛刷刷筛试样,使试样充分过筛。若分样筛上余留物百分比不为零,则判定试样不合格,试验终止;若分样筛上余留物百分比为零,将通过筛网被盛于接受盘中的试样,移入下一挡筛网中进行同样操作,使试样充分过筛,试样从筛网上通过量低于 0.01 g 时停止筛选,收集筛网上的余留物称量,精确到 0.000 1 g。

6.2.3 筛余物的计算

以质量分数表示的筛余物含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_1 ——筛余物含量, %;

m_1 ——筛网上余留物质量,单位为克(g);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.2.4 粒径的判定

硫化橡胶粉粒径的试验方法和步骤同 6.2.2,根据零筛孔粒径和筛孔粒径,判定胶粉的粒径。

6.3 多环芳烃(PAHs)测定

按附录 A 测定多环芳烃(PAHs)含量。

6.4 有毒有害物质测定

铅(Pb)含量、镉(Cd)含量按 IEC 62321-5 的方法,用原子吸收光谱仪或等离子电感耦合光谱仪测定。

汞(Hg)含量按 IEC 62321-4 的方法,用原子荧光光谱仪或等离子电感耦合光谱仪测定。

六价铬(Cr^{6+})按 IEC 62321-7-2 的方法,用紫外可见分光光度计测定。

多溴联苯和多溴联苯醚的含量按 IEC 62321-6 的方法,用气相色谱质谱联用仪测定。

6.5 加热减量的测定

6.5.1 仪器

- 6.5.1.1 称量瓶:φ40 mm×35 mm。
- 6.5.1.2 干燥器:内装无水氯化钙或变色硅胶。
- 6.5.1.3 恒温干燥箱:配备温度均匀恒定自控装置,精度±1℃。
- 6.5.1.4 天平:感量为0.000 1 g。

6.5.2 试验步骤

将称量瓶(6.5.1.1)置于80℃±2℃的恒温箱(6.5.1.3)中烘干至恒量后,称取2 g(精确至0.002 g)试样放入恒量的称量瓶内,置于上述温度的恒温箱中烘干2 h取出,放入干燥器内冷却25 min后,在1 h内称量。

6.5.3 计算

以质量分数表示的加热减量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

- 式中:
- X_2 ——加热减量,%;
 - m_2 ——烘干前的试样(包含称量瓶)质量,单位为克(g);
 - m_3 ——烘干后的试样(包含称量瓶)质量,单位为克(g);
 - m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

6.6 灰分的测定

按 GB/T 4498.1—2013 中方法 B 测定灰分,马弗炉内温度为 800℃±25℃,灼烧至恒重。

6.7 丙酮抽出物的测定

按 GB/T 3516—2006 中方法 A 测定丙酮抽出物,以丙酮为溶剂,仪器选用索式抽提器。
丙酮抽出物 X_3 以质量分数表示,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \times 100 - X_2 \dots\dots\dots (3)$$

- 式中:
- X_3 ——丙酮抽出物含量,%;
 - m_5 ——丙酮抽出前试样的质量,单位为克(g);
 - m_6 ——丙酮抽出后,干燥试样的质量,单位为克(g);
 - X_2 ——加热减量质量分数,%。
- 计算结果表示到小数点后两位。

6.8 橡胶烃含量、炭黑含量测定

橡胶烃含量和炭黑含量按 GB/T 14837.1 规定进行测定。

6.9 铁含量测定

使用感量为 0.01 g 的托盘天平称取硫化橡胶粉样品 50 g,放置于无磁性的平坦表面上,将一小型

马蹄型磁铁放在样品上 60 s,然后用粗毛刷清除马蹄磁铁上的吸附物,至吸附于磁铁与毛刷上磁性材料完全消除后,再将取下的金属碎屑放置感量为 0.000 1 g 的天平进行称量,计算出铁的含量(%)。

以质量分数表示的铁(Fe)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_7}{m_8} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X_4 ——铁(Fe)含量, %;

m_7 ——吸出铁的质量,单位为克(g);

m_8 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.10 体积密度的测定

6.10.1 仪器

6.10.1.1 倾注密度杯:容积 1 000 cm³,直径 100 mm±10 mm,倾注密度杯杯口应平整,无变形,无倾出唇口。

6.10.1.2 直尺或刮刀:长度至少 150 mm。

6.10.1.3 天平:感量 0.01 g。

6.10.2 试验步骤

6.10.2.1 将足够的硫化橡胶粉试样距称量过的倾注密度杯边缘上方约 50 mm 处倾入圆柱形容器中央,使其在倾注密度杯上方形成一个圆锥体。用直尺或刮刀呈垂直状态,紧贴着倾注密度杯上边缘,把倾注密度杯上面硫化橡胶粉刮平,使其表面呈水平状。

6.10.2.2 称量装有硫化橡胶粉的倾注密度杯,称准至 0.01 g,计算硫化橡胶粉的质量。

6.10.3 计算

体积密度 X_5 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_9 - m_{10}}{V} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X_5 ——体积密度,单位为千克每立方米(kg/m³);

m_9 ——倾注密度杯和硫化橡胶粉的质量,单位为千克(kg);

m_{10} ——倾注密度杯的质量,单位为千克(kg);

V ——倾注密度杯的容积,单位为立方米(m³)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.11 密度的测定

6.11.1 仪器

6.11.1.1 天平:感量 0.000 1 g。

6.11.1.2 密度瓶:50 mL。

6.11.2 试剂

无水乙醇(分析纯)CAS 号 67-17-5。

6.11.3 试验步骤

称取 7 g 左右硫化橡胶粉试样,按照 GB/T 533—2008 中方法 B 进行测定。

6.11.4 计算

密度 ρ 按式(6)计算:

$$\rho = \frac{m_{11} - m_{12}}{m_{11} - m_{12} - m_{13} + m_{14}} \rho_0 \dots\dots\dots (6)$$

式中:
 ρ ——密度,单位为千克每立方米(kg/m³);
 m_{11} ——密度瓶和试样的质量,单位为克(g);
 m_{12} ——空干燥密度瓶的质量,单位为克(g);
 m_{13} ——密度瓶、试样和无水乙醇的质量,单位为克(g);
 m_{14} ——密度瓶和无水乙醇的质量,单位为克(g);
 ρ_0 ——无水乙醇密度(分析纯),单位为千克每立方米(kg/m³)。测试方法按 GB/T 2013—2010 中 1.2 试验方法 A,密度计法。

计算结果表示到小数点后两位。

6.12 活化能的测定

活化能的测定按 ISO 11358-2:2014 规定进行。

升温速率:氮气状态下 20 °C/min;
 氧气状态下 5 °C/min。

6.13 聚异戊二烯含量测定

聚异戊二烯含量按 GB/T 15904 的规定进行。

6.14 拉伸强度,拉断伸长率试验

6.14.1 试样制备

6.14.1.1 按表 6 试验配方进行配合,配方中各种配合剂应符合相应产品标准的规定。

表 6 试验配方

原材料名称	基本配合	试验配方/g	执行标准
天然生胶三级烟胶片	100.0	300.0	GB/T 8089
硫化橡胶粉	50.0	150.0	—
硫磺	3.5	10.5	GB/T 2449.1
氧化锌(间接法一级)	7.5	22.5	GB/T 3185
硬脂酸	1.5	4.5	GB/T 9103
促进剂 MBT	1.5	4.5	GB/T 11407
促进剂 TBBS	0.5	1.5	GB/T 21840
芳烃油	3.0	9.0	—
合计	167.5	502.5	—

6.14.1.2 塑炼工艺、混炼工艺见表 7、表 8。

表 7 天然生胶三级烟胶片的塑炼条件

试样名称	试样质量/g	辊距/mm	辊温/℃	塑炼时间/min
天然生胶三级烟胶片	800	1.0±0.1	50±5	10

表 8 混炼工艺条件

原材料名称	辊距/mm	加料时间/min	挡板距离/mm	辊温/℃
天然生胶三级烟胶片	1.5	2	150±20	50±5
硫化橡胶粉	1.5	2		
促进剂	1.5	1		
氧化锌	1.5	1		
硬脂酸	1.5	1		
芳烃油	1.5	1.5		
硫磺	1.5	1.5		
薄通	0.8±0.1	2		
出片	2.5±0.2	1		
总计	—	13	—	—

6.14.1.3 用符合 GB/T 6038 的混炼机进行混炼,混炼胶停放按 GB/T 6038 规定进行。

6.14.1.4 硫化条件:硫化温度:142 ℃±1 ℃;硫化时间:8 min;硫化压力:10 MPa。

6.14.2 测定

按 GB/T 2941 对试样进行调节后,拉伸强度、拉断伸长率按 GB/T 528 的规定进行测定,用 1 型试样。

7 检验规则

7.1 型式检验

7.1.1 检验项目及条件

型式检验项目为第 5 章规定的所有项目。有下列情况之一者,应进行型式检验:

- a) 新产品或老产品转厂生产和试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,如原料、工艺改变,可能影响产品性能时;
- c) 正常生产时,每 6 个月至少一次;
- d) 产品长期停产后,重新恢复生产;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

7.1.2 合格判定

检验项目全部符合要求即为合格,否则为不合格。

7.2 出厂检验

7.2.1 检验项目

出厂检验项目由供需双方商定。若无约定,则至少应检验粒径、密度或体积密度、橡胶烃含量等。

7.2.2 抽样方案

随机抽取的硫化橡胶粉的样品包数不应小于表 9 给出的值。每包取样数量均匀,取样总质量不小于 1 500 g。

表 9 抽样的最小数量^a

总体物料包数	选取最少包数
120 以下	5
120~500	10
500 以上	15
^a 以吨包装的硫化橡胶粉的抽样数量按供货商和客户的协议标准执行。	

7.2.3 试样的采集方法

从抽取的样品胶粉包装袋的缝合口处,用带柄的不锈钢采样勺以每包大约均等的数量取样于样品容器中,取样后将包装袋口缝合。将从各样品包中采集的胶粉样品在容器内混合,以获得均匀的试样。

7.3 合格判定

所有受检项目检验符合要求,该批产品合格。若检验结果有任何一项不符合要求时,应重新自该批产品中取双倍样品对该不符合项目进行复检验,若复验结果符合要求时,则判该批产品合格,反之,则判该批产品不合格。

8 包装、标志、贮存和运输

8.1 包装

硫化橡胶粉每包 25 kg 或由供需双方协商确定。

内包装材料应为密封防潮材料,外包装材料可由供需双方协商确定。

每批产品应有产品合格证,合格证内容包括:产品名称、粒径标识、生产日期、生产批号、产品执行的标准和检验标记。

8.2 标志

在每一包装上应至少给出以下信息:

- a) 生产厂的厂名或商标;
- b) 产品重量;
- c) 产品执行的标准;
- d) 产品名称;
- e) 粒径标识;
- f) 产品批号;
- g) 生产日期。

8.3 贮存和运输

贮存和运输过程中应有遮盖物,防止阳光曝晒和雨淋,严禁与酸、碱、油和其他影响产品质量的物质一起贮存和运输,贮存环境温度应低于 50 ℃,距离热源 1 m 以上,并离地面、墙壁一定距离。

在满足上述贮存要求的条件下,产品自交货之日起 45 d 内,其性能应符合本标准的规定。

附 录 A
(规范性附录)
多环芳烃(PAHs)的检测方法

A.1 原理

用甲苯作为萃取剂经超声提取、净化、浓缩或稀释定容后采用气相色谱-质谱联用仪进行分析,内标法定量。

A.2 试剂和材料

除非另有说明,分析中仅使用分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

A.2.1 甲苯:色谱纯。

A.2.2 环己烷:色谱纯。

A.2.3 石油醚。

A.2.4 无水硫酸钠。

A.2.5 硅胶。

A.2.6 内标物 1:萘-d₈,纯度 $\geq 99\%$ 。

A.2.7 内标物 2:苊-d₁₀,或蒽-d₁₀,或菲-d₁₀,纯度 $\geq 99\%$ 。

A.2.8 内标物 3:苯并[a]苊-d₁₂,或苊-d₁₂,或三苯基苯,纯度 $\geq 99\%$ 。

A.2.9 含有内标物的甲苯:分别称取适量内标物 1(A.2.6)、内标物 2(A.2.7)、内标物 3(A.2.8),用甲苯(A.2.1)溶解并稀释,备用。

A.2.10 表 3 中 18 种 PAH 纯物质或有证混合标准溶液。

A.2.11 校准溶液:将 18 种 PAH 纯物质或有证混合标准溶液(A.2.10)用环己烷(A.2.2)配制一组(至少 3 个校准点),浓度从 2.5 ng/mL~250 ng/mL 的混合标准溶液系列,加入合适体积的含有内标物的甲苯。溶液密封保存于 4℃ 冰箱中备用。

A.3 仪器和设备

A.3.1 超声波萃取仪,最小功率 200 W,浴池面积 706 cm²,平均 0.28 W/cm²,无需篮子,带有控温器。

A.3.2 气相色谱-质谱联用仪。

A.3.3 带止流阀净化柱,大小约 220 mm×15 mm,底部填有玻璃棉及 4 g 硅胶和 1 cm 厚的无水硫酸钠。硅胶用前需加入 10%的水使其失去活性(将硅胶放在烧瓶中,加适量水,然后在室温和大气压下旋蒸 1 h,此硅胶可以在室温下储存于密封玻璃瓶中)。再向净化柱中加 10 mL 石油醚,即可完成备用。

A.3.4 旋转蒸发仪。

A.3.5 氮吹仪。

A.3.6 25 mL 或 50 mL 具塞锥形瓶。

A.4 试验步骤

A.4.1 样品准备

备取粒径不超过 2 mm~3 mm 的待测硫化橡胶粉,若大于 3 mm 需用剪刀进行剪碎处理。

A.4.2 萃取

称取 500 mg 待测硫化橡胶粉置于具塞锥形瓶,加 20 mL 含有内标物的甲苯(A.2.9),在 60 °C 条件下超声萃取 1 h。将容器直接放置在超声波萃取仪中,不使用篮子。萃取完成后取出容器,冷却至室温,稍加摇匀,将样品分两份,一份直接测试,一份留待稀释用。

A.4.3 柱层析净化

为预防硫化橡胶粉可能发生重新聚合的问题,这时需要使用硅胶柱进行纯化。

将甲苯提取液在旋转蒸发仪中蒸发至 1 mL 左右,并通过净化柱。用 20 mL 淋洗液(甲苯)冲洗旋蒸瓶,冲洗液也转移到净化柱中。用 50 mL 石油醚洗脱,收集的石油醚洗脱液中加入 1 mL 甲苯,并用氮吹仪浓缩至 1 mL。最后用甲苯稀释定容到一定体积,用气相色谱-质谱联用仪进行分析。

A.4.4 气相色谱-质谱联用仪测试

A.4.4.1 测试条件

仪器测试条件(温度、柱子、质量范围)依照实验室情况决定。参考条件如下:

进样体积:1 μ L 脉冲不分流

色谱柱:HT8 25 m, ID 0.22 mm, 膜厚 0.25 μ m

进样口温度:280 °C

传输线温度:260 °C

初始温度:50 °C

平衡时间:2 min

升温速率:11 °C/min

结束温度:320 °C

柱后时间:8 min

A.4.4.2 测试的 18 种 PAHs

测试的 18 种 PAHs 如下:

- 萘——Naphthalene
- 苊烯——Acenaphthylene
- 苊——Acenaphthene
- 芴——Fluorene
- 菲——Phenanthrene
- 蒽——Anthracene
- 荧蒽——Fluoranthene
- 芘——Pyrene
- 屈——Chrysene
- 苯并(a)蒽——Benzo[a]anthracene
- 苯并(b)荧蒽——Benzo[b]fluoranthene
- 苯并(k)荧蒽——Benzo[k]fluoranthene
- 苯并(j)荧蒽——Benzo[j]fluoranthene
- 苯并(a)芘——Benzo[a]pyrene
- 苯并(e)芘——Benzo[e]pyrene

- 茚并(1,2,3-cd)芘——Indeno[1,2,3-cd]pyrene
- 二苯并(a,h)蒽——Dibenzo[a,h]anthracene
- 苯并(g,h,i)花——Benzo[g,h,i]perylene

A.4.4.3 分析

A.4.4.3.1 内标物质

至少选用 3 种内标物质,内标物质的选择如下:

- 蔡——蔡-d8
- 茚烯——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 茚——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 芴——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 菲——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 蒽——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 荧蒽——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 芘——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 苯并(a)蒽——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 屈——芘-d10、蒽-d10、菲-d10
- 苯并(b)荧蒽——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯
- 苯并(k)荧蒽——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯
- 苯并(j)荧蒽——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯
- 苯并(a)芘——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯
- 苯并(e)芘——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯
- 茚并(1,2,3-cd)芘——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯
- 二苯并(a,h)蒽——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯
- 苯并(g,h,i)花——苯并[a]芘-d12、花-d12、三苯基苯

超过校准浓度范围的溶液可以通过稀释萃取溶液来测定。

A.4.4.3.2 定性分析

按设定仪器参数,将多环芳烃的混合标准溶液(A.2.10)注入气相色谱-质谱联用仪中进行测试,对照标准谱图,确定试样中各多环芳烃的保留时间。再将样液注入气相色谱仪中进行测试,与标准样品谱图比较进行定性分析。

A.4.4.3.3 定量测定

按设定气相色谱分析条件,分别对校准溶液和样液进行测试,得出内标物峰面积 A_{is} 和各个多环芳烃的峰面积 A_o 。按照式(1)和式(2)计算溶液中各多环芳烃的浓度。样品萃取液中内标物及各多环芳烃组分的响应值均应在标准曲线的线性范围内,当测试液中被检测组分浓度超出范围时,用甲苯稀释或浓缩后再进行测试。同时进行空白试验。

A.4.4.4 结果计算

A.4.4.4.1 校正因子

按式(A.1)计算校正因子:

$$R_i = \frac{A_{is} \cdot m_{ci}}{A_{ci} \cdot m_{is}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：
 R_i ——多环芳烃对各自内标物的校正因子；
 A_{is} ——相应内标物的峰面积；
 m_{ci} ——校准溶液中各多环芳烃 i 的质量，单位为毫克（mg）；
 A_{ci} ——校准溶液中各多环芳烃 i 的峰面积；
 m_{is} ——校准溶液中相应内标物的质量，单位为毫克（mg）。

A.4.4.4.2 多环芳烃的含量

样品中多环芳烃的含量按式(A.2)计算：

$$X_i = \frac{R_i \cdot (A_i - A_0) \cdot m_{is}}{m \cdot A_{is}} \times 1\,000 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：
 X_i ——试样中各多环芳烃的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 R_i ——多环芳烃对各自内标物的校正因子；
 A_i ——样液中各多环芳烃的峰面积；
 A_0 ——空白液中各多环芳烃的峰面积；
 m_{is} ——测试液中相应内标物的质量，单位为毫克（mg）；
 m ——试样的质量，单位为克（g）；
 A_{is} ——测试液中相应内标物的峰面积。

A.4.4.5 结果表示

计算数据按 GB/T 8170 修约，结果表示至小数点后一位。
