



中华人民共和国国家标准

GB/T 29611—2013/ISO 22768:2006

GB/T 29611—2013/ISO 22768:2006

生橡胶 玻璃化转变温度的测定 差示扫描量热法(DSC)

Rubber, raw—
Determination of the glass transition temperature—
Differential scanning calorimetry (DSC)

[ISO 22768:2006, Rubber, raw—
Determination of the glass transition temperature
by differential scanning calorimetry (DSC), IDT]

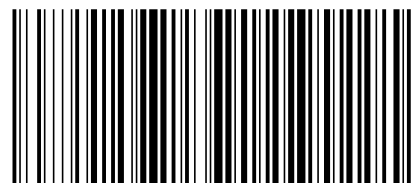
中华人民共和国
国家标准
生橡胶 玻璃化转变温度的测定
差示扫描量热法(DSC)
GB/T 29611—2013/ISO 22768:2006

*
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(100013)
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 0.75 字数 12 千字
2013年9月第一版 2013年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47419 定价 16.00 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 29611-2013

2013-07-19 发布

2013-12-01 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。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 22768:2006《生橡胶 用差示扫描量热法(DSC)测定玻璃化转变温度》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 2941—2006 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(ISO 23529:2004, IDT)

——GB/T 14838—2009 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定(ISO/TR 9272:2005, IDT)

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通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准起草单位：杭州中策橡胶有限公司、赛轮股份有限公司、上海双钱轮胎公司、山东玲珑轮胎有限公司、中国石油天然气股份有限公司独山子石化分公司研究院、北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人：杨煜、孙雪峰、刘爱芹、张艳玲、黄中瑛、陈少梅、孙枫、杨红玲、丁晓英、谢君芳、李林涛。

12.1.3 在没有精密度确定结果实际适用于所试验的产品或材料的文件情况下,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。

12.2 精密度结果

12.2.1 精密度结果见表1,这些数据是4种材料以10℃/min和20℃/min这2种升温速率试验,并根据ISO/TR 9272删除了一些异常数据后的结果。精密度结果总则的表述详见(12.2.2),同时包括了绝对精度(r 或 R)和相对精度[(r)或(R)]。

表1 玻璃化转变温度精密度数据

材料	平均水平		实验室内			实验室间			实验室数量 ^a
	℃	K	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
10℃/min的测量方式									
1-NdBR	-106.3	166.7	0.379	1.06	0.64	1.531	4.29	2.57	20
2-SBR 1502	-54.5	218.5	0.382	1.07	0.49	1.160	3.25	1.49	25
3-SBR 1721	-34.3	238.7	0.408	1.14	0.48	1.417	3.97	1.66	24
4-OESSBR	-24.3	248.7	0.245	0.69	0.28	1.449	4.06	1.63	23
合并或平均值 ^b	—	—	0.354	0.990	0.473	1.39	3.89	1.84	—
20℃/min的测量方式									
1-NdBR	-104.8	168.2	0.273	0.76	0.45	1.418	3.97	2.36	19
2-SBR 1502	-52.7	220.3	0.462	1.29	0.59	1.431	4.01	1.82	27
3-SBR 1721	-32.2	240.8	0.372	1.04	0.43	1.164	3.26	1.35	22
4-OESSBR	-21.9	251.1	0.190	0.53	0.21	1.724	4.83	1.92	24
合并或平均值 ^b	—	—	0.324	0.908	0.420	1.43	4.02	1.86	—
<p>注1: 所用符号: 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(开尔文氏单位下平均水平的百分比); 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(测量单位); (R) = 再现性(开尔文氏单位下平均水平的百分比)。 注2: 相对精密度参数(r)和(R)计算时的 T_g 值用开尔文氏单位。</p>									
<p>^a 异常值删除后实验室数量;3步骤分析;总共30个实验室参与。 ^b 简单的平均计算。</p>									

12.2.2 重复性和再现性的表述如下:

- 重复性: 试验方法的重复性,即局部区域精密度已由每个表中所列材料(橡胶)的表1中给出的值确定。通过正确使用本标准规定的试验方法获得的2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,即来自不同的样本。这样的判断意味着应采取一些适当的研究措施。
- 再现性: 试验方法的再现性,即全部区域精密度已由每个表中所列材料(橡胶)的表1中给出的值确定。不同实验室通过正确使用本标准规定的试验方法获得的2个试验结果之差大于表列

生橡胶 玻璃化转变温度的测定 差示扫描量热法(DSC)

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规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用差示扫描量热仪(DSC)测定生橡胶的玻璃化转变温度(T_g)的方法。
本标准适用于生橡胶玻璃化转变温度的测定。

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 19466.1—2004 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第1部分:通则(ISO 11357-1:1997, IDT)

ISO/TR 9272 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定(Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards)

ISO 23529 橡胶 物理测试方法试样的制备和调节通用程序(Rubber—General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods)

3 术语和定义

GB/T 19466.1—2004界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

玻璃化转变 glass transition

无定形聚合物或半结晶聚合物的无定形区域的玻璃态和高弹态之间的可逆转变。

3.2

玻璃化转变温度 glass transition temperature

T_g

发生玻璃化转变的温度范围的近似中点的温度。

注: 本标准中的玻璃化转变温度定义为按温度升高速率为20℃/min得到的DSC曲线中的转折点。

4 原理

在规定的氣氛和程序温度控制下,利用DSC测量橡胶的热焓随温度的变化,并由所得的曲线确定玻璃化转变温度。