



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14837.1—2014  
GB/T 14837—1993

GB/T 14837.1—2014

## 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

Rubber and rubber products—Determination of the composition of  
vulcanizates and uncured compounds by thermogravimetry—Part 1: Butadiene,  
ethylene-propylene copolymer and terpolymer, isobutene-isoprene, isoprene  
and styrene-butadiene rubbers

(ISO 9924-1:2000, MOD)

中华人民共和国  
国家标准  
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 14837.1—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 0.75 字数 12 千字  
2014年12月第一版 2014年12月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-50629 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 14837.1—2014

2014-12-05 发布

2015-06-01 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

表 2 材料 A 和材料 B 的 1 型精密度数据(材料 A:BR/NR/SBR,材料 B:EPDM)

测试项目	$s_r$	$s_R$	$r$	$R$
300 °C 挥发分含量				
材料 A	0.20	0.22	0.58	0.63
材料 B	0.19	0.22	0.54	0.63
总有机物含量				
材料 A	0.10	0.10	0.28	0.28
材料 B	0.14	0.14	0.41	0.41
炭黑含量				
材料 A	0.20	0.27	0.55	0.78
材料 B	0.30	0.33	0.85	0.93
灰分含量				
材料 A	0.25	0.29	0.71	0.81
材料 B	0.21	0.29	0.59	0.67
注: $s_r$ ——实验室内标准偏差; $s_R$ ——实验室间标准偏差; $r$ ——重复性,测量单位; $R$ ——再现性,测量单位。				

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 引用标准名称及编号;
- 样品的详细说明;
- 所用仪器的型号;
- 最终达到的测试温度;
- 测试结果;
- 测试期间出现的异常现象;
- 任何不包括在本部分或本部分的引用文件中而有可能影响测试结果的操作;
- 测试日期。

## 前 言

GB/T 14837《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》分为三个部分:

- 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;
- 第 2 部分:丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶;
- 第 3 部分:抽提后的烃橡胶、卤化橡胶、聚硅氧烷类橡胶。

本部分为 GB/T 14837 的第 1 部分。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 14837—1993《橡胶及橡胶制品组分含量的测定 热重分析法》。与 GB/T 14837—1993 相比,主要技术性差异如下:

- 修改了标准名称;
- 增加了规范性引用文件 GB/T 14838—2009(见第 2 章);
- 删除了“试剂和材料”中的“碳酸钙”和“标准参比炭黑”(见 1993 年版 4.3、4.4);
- 修改了热重分析仪元件配置的规定(见 5.1,1993 年版 5.1);
- 删除了对氮气流速“25 mL/min~40 mL/min”的规定(见 1993 年版 6.1.1,6.2.5);
- 增加了对炭黑与碳酸钙鉴别原理的表述(见 6.2.1);
- 删除了对升降温速率“20 °C/min”的规定(见 1993 年版 6.2.8,6.2.10,7.8);
- 增加了精密度部分(见第 9 章);
- 修改了试验报告的内容(见第 10 章,1993 年版第 9 章)。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 9924-1:2000《橡胶与橡胶制品 热重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》。

本部分与 ISO 9924-1:2000 的技术性差异及其原因如下:

- 增加了“若有石墨存在”内容(见 3.3,7.2.7,8.1.3,8.1.4,8.2.4)。石墨是橡胶混炼和硫化过程中可能用到的一种补强剂,增加后使本部分内容更全面。
- 修改了原理的部分内容,将“在氮气气氛下将炉温从 550 °C 升高到 650 °C”,“保温 15 min 或至基线平直”(ISO 9924-1:2000 的 3.3)改为“在氮气气氛下将炉温降到 300 °C”,“然后将炉温升到在 650 °C,恒温 15 min 或直至恒重”(本部分的 3.3)。修改后原理表述更合理,并与“测量步骤”章节一致。
- 修改了操作步骤中的升温速率,将“以仪器所能达到的最大升温速率”改为“升温速率 20 °C/min 或以最快的升温速率”(本部分的 7.2.7,ISO 9924-1:2000 的 7.2.7)。修改后使样品分解过程更均匀并有利于统一操作步骤。
- 修改了 8.2.3,将炭黑的含量为“从 550 °C 到 650 °C 阶段质量变化的百分比”(ISO 9924-1:2000 的 8.2.4)改为“从 300 °C 到 650 °C 恒温结束时质量变化的百分比”(本标准的 8.2.3)。修改后表述更合理,并与“测量步骤”章节一致。

本部分与 ISO 9924-1:2000 相比在规范性技术文件上做了调整,以适应我国技术条件,调整的情况反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用修改采用国际标准的 GB/T 3516—2006 代替 ISO 1407:1992;
- 用等同采用国际标准 ISO/TR 9272:2005 的 GB/T 14838—2009 代替 ISO/TR 9272:1996。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分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会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本部分起草单位:中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、贵州轮胎股份有限公司、中油股份独山子石化分公司研究院、北京橡胶工业研究设计院、广州合成材料研究院有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、双钱集团股份有限公司、北京市理化分析测试中心。

本部分主要起草人:赵霞、吴春红、周吉、孙枫、丁晓英、覃红阳、刘峻、董文武、邹涛。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 14837—1993。

8.2.2 总有机物组分的含量为试样在 550 °C 恒温结束时质量变化的百分比。

8.2.3 炭黑或石墨的含量为试样在空气或氧气、或在氮气与氧气的混合气体,或氮气与空气的混合气体条件下,从 300 °C 到 650 °C(含炭黑)或 850 °C(含石墨)恒温结束时质量变化的百分比。

8.2.4 灰分的含量为试样在空气或氧气、或在氮气与氧气的混合气体,或氮气与空气的混合气体条件下,在 650 °C(石墨在 850 °C)恒温结束时残余物的质量百分比,可在质量/温度(或质量/时间)曲线上直接读出。

8.3 聚合物总量

聚合物总量的百分比由式(7)给出:

$$\text{聚合物总量}(\%) = \text{有机物总量}(\%) - \text{溶剂抽出物量}(\%) \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

有机物总量(%) ——按 8.1.2 计算;

溶剂抽出物量(%) ——按 GB/T 3516—2006 所测定的溶剂抽出物计算。

9 精密度

9.1 本方法精密度结果是根据 GB/T 14838—2009 计算的,结果列于表 1 和表 2。在没有文件确定精密度测定结果实际适用于所试验的产品或材料的情况下,由实验室间试验方案测定的精密度不适用于对任一组材料或产品的验收或拒收。

9.2 表 1 中的数据给出了本方法精密度的估计值。有 4 个实验室参与试验,实验室对两种含有不同填充油和炭黑的 NBR 试样进行了重复分析,数据取平均值。

9.3 表 2 中的数据给出了本方法精密度的估计值。有 4 个实验室参与实验,实验室对两个样品进行了测试。一个样品含等量的 BR、NR、BR 和填充油、炭黑,另一个样品是 EPDM 和炭黑。每个样品在一周内三个不同工作日分别进行测试。数据为单次测量结果。

9.4 重复性:表 1 和表 2 中 *r* 表示测试方法的重复性。若实验室内正常测试程序下两次独立试验结果相差大于此值应视为可疑值,需考虑采取某些适当的措施进行判断和确定。

9.5 再现性:表 1 和表 2 中 *R* 表示测试方法的再现性。若实验室间正常测试程序下两次独立试验结果相差大于此值应视为可疑值,需考虑采取某些适当的措施进行判断和确定。

表 1 NBR 样品的精密度数据

测试项目	<i>r</i>	<i>R</i>
300 °C 挥发分含量	0.94	2.89
总有机物含量	1.18	2.92
炭黑含量	0.61	1.90
灰分含量	1.00	2.70
注: <i>r</i> ——重复性,测量值的单位; <i>R</i> ——再现性,测量值的单位。		