

ICS 83.060  
G 40



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14837.2—2014/ISO 9924-2:2000

GB/T 14837.2—2014/ISO 9924-2:2000

## 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2部分： 丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶

Rubber and rubber products—Determination of the composition of  
vulcanizates and uncured compounds by thermogravimetry—Part 2:  
Acrylonitrile-butadiene and halobutyl rubbers

(ISO 9924-2:2000, IDT)

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2部分：  
丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶  
GB/T 14837.2—2014/ISO 9924-2:2000

\*  
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 15 千字  
2015年1月第一版 2015年1月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-50766 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 14837.2-2014

2014-12-22 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

### 8.3.2 丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶

8.3.2.1 含丙烯腈或卤素的橡胶不会在氮气中完全热解,会留有少量碳质残余物。为了烧掉碳质残余物,将加热炉冷却到 400 °C 并将气体从氮气切换到空气(或氧气),然后加热炉升到 800 °C 并保持到达到质量不再变化。增加的质量损失百分比相当于碳质残余物的热解。

8.3.2.2 对于丁腈和卤化丁基橡胶,除了上述氮气中的热解峰外,还观察到在空气或氧气中热解开始时微分曲线上有一个相当小的第一峰(E 点)。这个点相当于氮气中热解产生的碳质残余物在氧化气氛中的最大热解速率。必须确定这个成分并与总有机物含量相加(P1+P2)。

8.3.2.3 从微分曲线上碳质残余物峰之后的谷(F 点)到主曲线上垂直于其上的 F' 点。读取相应于该点的质量损失百分比。该读数和 100% 的差值相当于丁腈和卤化橡胶的修正总有机物含量(P1+P4),以质量百分比表示。

注:碳质残余物量是图 1 中的 P3。

8.3.2.4 假设所有非橡胶有机物成分都能够提取,总橡胶烃含量通过从总有机物含量中减去试样中按 ISO 1407 所测定的溶剂抽出物的质量分数计算得到。

### 8.4 炭黑

8.4.1 所有碳质残余物挥发后,在空气(或氧气)中加热到 800 °C 时的质量损失百分比就是试样中的炭黑含量。

8.4.2 温度高于丁腈和卤化丁基橡胶中碳质残余物峰的温度时的氧化步骤中出现的微分曲线峰值点(G 点)相当于炭黑的最大燃烧速率。

8.4.3 如上所述,该峰谷(H 点)为炭黑完全燃烧时的点。从微分曲线上的该点到主曲线上位于其正下方的 H' 点,读取相应的质量损失百分比。该值和碳质残余物热解结束时得到的总有机物含量(F' 点)的差值就是炭黑含量(P5)。

### 8.5 无机填料和灰分

8.5.1 本部分只测定 800 °C 时热稳定的无机化合物,不包括碳酸盐之类的填料或含结晶水的无机化合物的脱水。

8.5.2 空气或氧气中燃烧结束时(H' 点),样品盘上的残余物为脱水或改性无机填料和较低温度时热解的各种有机和无机成分的灰分。由此得到脱水或改性无机填料的质量百分比含量(P6)。

8.5.3 应注意:对于含高岭土、碳酸钙、硅或水合氧化铝之类的无机填料的胶料,需要结合水分(各种形式)挥发和热分解组分分解(比如:碳酸钙分解出二氧化碳)引起的失重对含量 P6 进行修正。修正前应先按照相同的程序测试已知成分的物质。

只要温度超过 100 °C,所吸附水的挥发就影响整体分析。应对纯填料进行分析,核查整个温度范围内由吸附水的挥发引起的失重多少。因此,可能会需要修正所有之前确定的增塑剂、弹性材料和炭黑含量。

## 9 精密度

9.1 本方法的精密度是在用只含丙烯腈-丁二烯橡胶(NBR)和不同含量和/或种类增塑剂和炭黑的 7 种不同胶料在多家实验室(7 家)测试得到的。每种胶料都进行了平行分析,获得了下列精密度数据。

9.2 重复性:由同一个操作人员、用同一台设备、同样操作条件下、在相同的试验材料上,最终在正常和正确使用试验方法所得到的两个独立试验结果之差,20 个数值只有一个超过表 1 所列值。

## 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 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 9924-2:2000《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 2 部分:丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶》及其修改单 ISO 9924-2:2000/Amd. 1:2012。

与本部分中规范性引用文件有一致性对应关系的我国文件如下:

——GB/T 3516—2006 橡胶 溶剂抽出物的测定(ISO 1407:1992,MOD)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

——纳入国际标准修改单的内容。

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:双钱集团股份有限公司、贵州轮胎股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、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、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。

本部分主要起草人:董文武、蒋琦、周吉、赵霞、覃红阳、刘峻、孙枫、丁晓英、黄中瑛。

7.8 保持炉温在 800 °C 恒定 5 min 或直至恒重为止。

7.9 关闭加热炉,把气流切换为氮气。关闭记录仪,并检查样品盘上灰分的颜色。

## 8 分析结果的表示

### 8.1 记录

记录两种情形下的曲线图,以进行必要的计算:

a) 质量损失百分比(质量%)与温度(图 1 中的曲线 1)图;

b) 微分图  $\frac{d(\text{质量}\%)}{dT}$  (图 1 中的曲线 2)。

这些图用于获得各种化合物组分的含量。

注 1: 图 1 是丙烯腈含量在 33% 的 NBR 的分析结果。NBR 在氮气中热解产生的碳质残余物在氧化性气氛中即开始分解。

注 2: 热重分析仪因制造商不同,其提供的微分曲线不尽相同,也可以采用质量损失百分比(质量%)与时间( $t$ )图以及质量损失百分比(质量%)与时间( $t$ )的微分图来获得各种组分含量。

### 8.2 增塑剂和非橡胶有机化合物的近似测定

8.2.1 微分曲线的第一个峰(图 1 中的 A 点)对应于氮气气氛中挥发性组分热解和挥发的最大速率,主要是增塑剂和非橡胶有机化合物。达到峰之后的谷(B 点)时,这些成分完全热解。

8.2.2 从微分曲线(曲线 2)上的 B 点到主曲线(曲线 1)上位于其正上方的 B' 点。读取相应的质量百分比,该读数和 100% 的差值为包括增塑剂在内的挥发性组分的含量(P1),以质量百分比表示。在这个范围内,挥发组分的挥发可能与低分子量聚合物的挥发重合,所得到的值只能视为橡胶中增塑剂和非橡胶成分的近似含量。

### 8.3 总有机物含量

#### 8.3.1 烃含量

8.3.1.1 微分曲线上的第二个峰(C 点)对应烃在氮气中的最大热解速率,将该峰之后的谷(D 点)视为橡胶在 600 °C、氮气气氛中完全热解时的点。非橡胶有机物可用同样的方法。

## 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 2 部分: 丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

1.1 GB/T 14837 的本部分规定了使用热重分析仪测定裂解时形成含碳质残余物的硫化胶和未硫化胶(见 1.2)中的总有机物含量、炭黑含量、碳质残余物含量和灰分等组分含量的方法。其中 300 °C 左右的质量损失为胶料中挥发性物质含量的近似值。

1.2 本部分适用于测定 GB/T 14837.1 涵盖的烃类聚合物橡胶胶料和硫化胶,以及下列带极性基团、热解后形成碳质残余物的橡胶:

- a) 丙烯腈-丁二烯橡胶(NBRs);
- b) 羧基丙烯腈-丁二烯橡胶(XNBRs);
- c) 氢化丙烯腈-丁二烯橡胶(HNBRs);
- d) 氯化异丁烯-异戊二烯橡胶(CIIRs);
- e) 溴化异丁烯-异戊二烯橡胶(BIIRs)。

注 1: 若预先验证过本方法适用于含有类似组分的已知胶料和硫化胶,则本方法适用范围可以扩大到除本部分规定以外的其他胶料的分析。

注 2: 本部分不适用于含碳酸盐或水合氧化铝等矿物填料的聚合物,这些填料在 25 °C ~ 800 °C 之间会发生分解。若一定要使用,应根据填料特性进行适当的校正。

注 3: 本部分不适用于以下硫化胶和未硫化胶中的总聚合物含量测定:按 ISO 1407 不能完全去除非橡胶有机成分的硫化胶和未硫化胶。

## 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。

ISO 1407 橡胶 溶剂抽出物的测定(Rubber—Determination of solvent extract)

## 3 原理

3.1 将一份已称重的试样,按照预设的温度程序在氮气气氛中从 40 °C 加热到 600 °C,直到所有有机物都被热解为止。如果试样中含有丁腈-丁二烯共聚物,则少量聚合物会热解形成碳质残余物,应测定碳质残余物的量以得到修正后的总有机物含量。

3.2 在氮气气氛下将炉温降至 400 °C 并恒温 5 min。将气氛从氮气改成空气或氧气,将炉温缓慢升至