

ICS 83.060
G 35
备案号: 53230—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4903—2016

动态全硫化热塑性弹性体(TPV) 三元乙丙橡胶/聚丙烯型

Dynamically full vulcanized thermoplastic elastomer (TPV) —
Ethylene-propylene-diene/polypropylene type

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC35）归口。

本标准负责起草单位：山东道恩高分子材料股份有限公司。

本标准参加起草单位：北京化工大学、标致雪铁龙集团上海技术中心、神龙汽车有限公司、上海红阳密封件股份有限公司。

本标准主要起草人：田洪池、刘晓平、田明、冯燕明、马秋、徐伟、赵磊、陈文泉、韩吉彬、张世甲。

动态全硫化热塑性弹性体 (TPV) 三元乙丙橡胶/聚丙烯型

1 范围

本标准规定了三元乙丙橡胶/聚丙烯型动态全硫化热塑性弹性体 (TPV) 的命名, 技术要求和试验方法, 检验规则以及包装、标志、贮存和运输。

本标准适用于以三元乙丙橡胶 (EPDM) 和聚丙烯 (PP) 为主要原材料, 采用动态全硫化技术制备的 EPDM/PP 动态全硫化热塑性弹性体。

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—2009 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定

GB/T 529—2008 硫化橡胶或热塑性橡胶 撕裂强度的测定

GB/T 531.1 硫化橡胶或热塑性橡胶 压入硬度试验方法 第1部分: 邵氏硬度计法 (邵尔硬度)

GB/T 533—2008 硫化橡胶或热塑性橡胶 密度的测定

GB/T 1690 硫化橡胶或热塑性橡胶 耐液体试验方法

GB/T 2547 塑料 取样方法

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序

GB/T 3512 硫化橡胶或热塑性橡胶 热空气加速老化和耐热试验

GB/T 6038 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序

GB/T 7759—1996 硫化橡胶、热塑性橡胶常温、高温和低温下压缩永久变形的测定

GB 8410 汽车内饰材料的燃烧特性

GB/T 9352 塑料 热塑性塑料材料试样的压塑

GB/T 25156 橡胶塑料注射成型机通用技术条件

SH/T 1541 热塑性塑料颗粒外观试验方法

ISO 6452—2007 橡胶或塑料涂覆织物——汽车内装饰材料的雾化特性测定 (Rubber- or plastics-coated fabrics—Determination of fogging characteristics of trim materials in the interior of automobiles)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

热塑性弹性体 thermoplastic elastomer, TPE

在其使用温度下具有类似于硫化橡胶的性能的聚合物或聚合物共混物, 但是可以像热塑性塑料一

HG/T 4903—2016

样在温度提升后进行加工或再加工。
[GB/T 9881—2008 定义 2.431]

3.2

动态全硫化 dynamic full vulcanization

在热塑性树脂与橡胶熔融共混时，橡胶相在交联剂作用下发生化学交联（橡胶交联密度达 7×10^{-5} mol/mL，即有 97 % 的橡胶被交联硫化），并借助机械剪切作用，交联橡胶相被破碎成微米级颗粒，分散在连续的热塑性树脂基体中的过程。

3.3

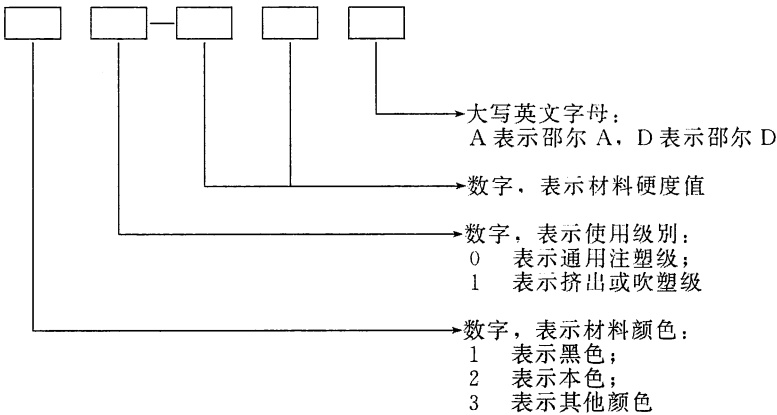
热塑性硫化橡胶 thermoplastic vulcanizate, TPV

动态全硫化热塑性弹性体

由热塑性材料和通用橡胶的混合物组成，在混合和掺混过程中橡胶相通过动态硫化完成交联的热塑性弹性体。
[改写 GB/T 9881—2008 定义 2.432 和 GB/T 22027 定义 5.6]

4 命名

产品的命名以材料的硬度为特征性能，辅以材料的加工性能（如注塑、挤出），以及材料的颜色作为辅助特征进行。可以采用如下命名，或者类似命名：



示例：

黑色通用注塑级别、硬度为 73 邵尔 A 的 TPV 材料命名为 10-73A。

5 技术要求和试验方法

5.1 外观

5.1.1 形态

目视检查，产品应为黑色、本色（浅黄色或白色）或其他颜色的无污染、无杂质的固体颗粒。

5.1.2 粒径

当按 SH/T 1541 检验时，颗粒的直径为 2 mm~5 mm。

5.2 性能

按附录 A 制备试样，按 GB/T 2941 进行试样调节，TPV 材料的性能要求和相应的试验方法见表 1。

表 1 TPV 材料的性能要求和试验方法

性 能		硬度等级						试验方法
		A	B	C	D	E	F	
硬度	邵尔 A	40~49	50~59	60~69	70~75	76~85	86~92	GB/T 531.1
	邵尔 D	—	—	—	—	—	—	
密度/(Mg/m³)		0.89~0.98						GB/T 533—2008， A 法
断裂拉伸强度/MPa		≥4.0	≥5.0	≥6.0	≥8.0	≥10.0	≥12.0	GB/T 528—2009， 1 型试样
拉断伸长率/%		≥350	≥350	≥400	≥400	≥450	≥450	
100 %定伸应力/MPa		≥1.3	≥1.6	≥2.5	≥3.2	≥4.0	≥5.5	
撕裂强度/(kN/m)		≥13	≥18	≥25	≥30	≥40	≥58	GB/T 529 —2008， 无割口直角形试样
压缩永久变形/% [压缩率 25 %，(70±1)℃×22 h]		≤30	≤32	≤35	≤42	≤48	≤50	GB/T 7759--1996， A 型试样
体积膨胀率/% [IRM 903，(125±2)℃×70 h]		≤130	≤120	≤100	≤100	≤85	≤60	GB/T 1690
热空气 加速老化 [(50±2)℃ ×168 h]	断裂拉伸强度变化率/%	≤15	≤15	≤15	≤15	≤15	≤20	GB/T 3512
	拉断伸长率变化率/%	≤20	≤20	≤20	≤20	≤20	≤25	
加热减量/%		≤1.0						附录 B
挥发性有机物/(μg C/g)		≤50.0						附录 C
冷凝组分/mg [(100±0.5)℃×(16±0.1)h]		≤2.0						ISO 6452—2007， 重量法，厚度 2 mm±0.2 mm
燃烧特性/(mm/min)		≤100						GB 8410

6 检验规则

6.1 型式检验

第 5 章规定的所有项目为型式检验项目。有下列情况之一者，应进行型式检验：

- a) 产品定型、转厂生产或停产半年以上重新生产；
- b) 原料、配方或工艺条件改变；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- d) 正常生产，时间间隔半年。

6.2 出厂检验

邵氏硬度、密度、断裂拉伸强度、拉断伸长率、100 %定伸应力、撕裂强度、压缩永久变形、加

HG/T 4903—2016

热减量作为出厂检验项目。

6.3 组批

同一班组、同一生产线上生产的同一牌号的 1 t 产品为一批，不足 1 t 亦为一批。

6.4 抽样

产品应按 GB/T 2547 的规定进行抽样。

6.5 合格判定

所有检验项目符合第 5 章规定为合格品。若检验结果有一项不符合本标准规定，应重新自该批产品中取双倍采样单元数，对该不符合项进行复验。如复验结果符合要求，则该批产品为合格品；如复验结果仍不符合要求，则该批产品为不合格品。

7 包装、标志、贮存和运输

7.1 包装

产品用内衬白色聚乙烯复合袋包装或者铝塑复合包装（或其他具有相同包装效果的包装容器），每包净质量为 25 kg，也可用其他质量的大包装。

7.2 标志

每个包装袋正面应有明显的标志。标志内容包括商标、产品名称、牌号、标准编号、生产厂（公司）名称、地址、净质量、生产日期及生产批号等。

7.3 贮存

应存放在通风、常温、干燥、清洁的仓库中，严禁露天堆放和日光直接照射。贮存期限从生产日期起为 1 年。

7.4 运输

在运输过程中，应避免雨水浸泡和日光直接照射。运输车辆应整洁，避免包装袋破损和杂物混入。

附 录 A
(规范性附录)
试样的制备

A. 1 模压法

A. 1.1 设备及模具

开炼机：应符合 GB/T 6038 的规定。

模压机：应符合 GB/T 9352 的规定。

模具：应符合 GB/T 9352 中溢流式模具的规定，模腔厚度为 $2.0\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 。

A. 1.2 操作步骤

A. 1.2.1 取样

称取 $200\text{ g} \sim 300\text{ g}$ 粒料。

A. 1.2.2 高温塑炼

将开炼机辊距调节至 $1.0\text{ mm} \sim 1.5\text{ mm}$ ，辊温保持在 $170\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，塑炼时间为 $2\text{ min} \sim 4\text{ min}$ 。在所有粒料均匀塑化后，将辊距调至 $2.5\text{ mm} \sim 3.0\text{ mm}$ ，迅速取下胶料。将取下的胶料放置在平整、洁净、干燥的金属板表面上，冷却至室温。冷却后的胶料应用铝箔或其他合适材料包好，以防被其他物料污染。塑炼好的胶料应平整、无气孔、无未熔融的颗粒。

A. 1.2.3 模塑

将 A. 1.2.2 塑炼好的胶料裁成略小于模腔的样片，放入模具。将模具置于模压机上，模压机平板温度为 $180\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，在接触压力下对试样预热 $8\text{ min} \sim 10\text{ min}$ 。然后施加 $6.5\text{ MPa} \sim 9.0\text{ MPa}$ 压力，排气 5 次 \sim 8 次，排气时间间隔 3 s。在该压力下保持 1min，随即冷却。

注：接触压力是指压机刚好闭合，不致使材料流动的足够低的压力。全压是指足够使材料成型并把多余的材料挤出的压力。

A. 1.2.4 冷却

将模具迅速取出，立即置于冷却模压机上，闭合压板，在模腔上施加 $6.5\text{ MPa} \sim 9.0\text{ MPa}$ 压力。冷却速率参照 GB/T 9352 表 1 的方法 B，脱模温度 $\leq 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A. 1.2.5 样片的放置

试片应在平整、洁净、干燥的金属板表面冷却至室温，不应有撕扯及弯折现象。

A. 2 注塑法

A. 2.1 设备及模具

注塑机：螺杆的直径为 $18\text{ mm} \sim 40\text{ mm}$ 。应符合 GB/T 25156 的规定。

HG/T 4903—2016

模具：模具型腔尺寸为 115 mm×115 mm×2 mm，线浇口设计，注塑前确保模具干净、无油污。

A.2.1.1 注塑机精度

注塑机的控制系统应该能够使操作条件保持在下列允许偏差内：

注射时间：±0.1 s；

保压压力：±5 %；

保压时间：±5 %；

熔体温度：±3 ℃；

注塑件质量：±2 %。

A.2.1.2 锁模力

在所有的操作条件下注塑机的锁模力应足够大，以防止物料溢出。

A.2.2 注塑

称取试样 1.5 kg～2 kg。注塑条件见表 A.1。注塑出的样片应无溢料、无缺料、无收缩。

表 A.1 注塑条件

料筒温度	I：175 ℃～180 ℃	模具温度	35 ℃～60 ℃
	II：180 ℃～185 ℃	注射压力	4 MPa～6 MPa
	III：180 ℃～185 ℃	注射时间(总周期)	100 s～200 s

A.2.3 样片的放置

试片应在平整、洁净、干燥的金属板表面冷却至室温，不应有撕扯及弯折现象。

附 录 B
(规范性附录)
加热减量的测定

B.1 原理

将试样置于热老化箱中，在规定温度下经规定时间，测定其质量损失。

B.2 仪器

B.2.1 老化箱：符合 GB/T 3512 的要求。

B.2.2 天平：精确到 0.1 mg。

B.3 试样

GB/T 528—2009 规定的 1 型裁刀裁制的 5 个试样。

B.4 试验步骤

将 5 个试样放入干燥器内，在环境温度中保持不少于 20 h。取出，立即称量，精确到 0.1 mg。然后把试样垂直悬挂在 100℃±2℃ 的热老化箱中部，使其处于有效工作区内，开始计时。72 h 后，取出试样，放入干燥器中，在环境温度下放置 20 h。取出，立即称量，精确到 0.1 mg。

B.5 结果计算

加热减量以质量损失百分率表示，按公式 (B.1) 分别计算 5 个试样的加热减量，再计算其算术平均值。

$$E_m = \frac{100(m_0 - m_1)}{m_0} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：
E_m——加热减量，以 % 表示；
m₀——老化前试样的质量的数值，单位为克 (g)；
m₁——老化后试样的质量的数值，单位为克 (g)。

附 录 C
(规范性附录)
挥发性有机物的测定方法

C.1 原理

将样品置于顶空瓶中，密封顶空瓶，在 120℃ 下恒温 5 h，用顶空气相色谱法测定样品中释放出的总挥发性有机物含量，结果以总碳的含量计算。

C.2 材料和试剂

C.2.1 丙酮：纯度为色谱级。

C.2.2 正丁醇：纯度为色谱级。

C.2.3 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

C.2.4 氢气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

C.2.5 空气：应无腐蚀性杂质。使用前需要进行脱水、脱油处理。

C.3 仪器与设备

C.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器。

C.3.2 自动顶空进样器。

C.3.3 顶空瓶：10 mL，带铝质盖及聚四氟乙烯膜硅橡胶垫。

C.3.4 分析天平：精确到 0.1 mg。

C.3.5 微量注射器：5 μ L。

C.4 试样制备

采用颗粒料。用氮气吹扫顶空瓶，然后迅速将称好的试样放入顶空瓶中密封，待测。每 10 mL 顶空瓶（C.3.3）称入 $1.000\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ TPV 颗粒料（每个样品至少 3 瓶）。

C.5 标准溶液制备

配制 7 种浓度的丙酮-正丁醇校准溶液，其浓度为每升溶液中分别含有 0.1 g、0.5 g、1 g、5 g、10 g、25 g 和 50 g 丙酮。配制好的校准溶液放入密封小瓶中，置于低温冷藏箱内储存（冷藏温度约 4℃）。

C.6 测定

C.6.1 顶空进样器参数

- C.6.1.1 顶空平衡温度：120℃。
- C.6.1.2 定量管温度：150℃。
- C.6.1.3 传输线温度：180℃。
- C.6.1.4 顶空加热时间：300 min。
- C.6.1.5 加压时间：19 s。
- C.6.1.6 气体压出时间：16 s。
- C.6.1.7 进样时间：5 s。

C.6.2 气相色谱条件

- C.6.2.1 色谱柱：内径 0.25 mm，膜层 0.25 μm ，长度 30 m，100 %聚乙烯乙二醇分离相。
- C.6.2.2 进样口温度：200℃。
- C.6.2.3 检测器温度：250℃。
- C.6.2.4 柱温箱：50℃下恒温 3 min，以 12℃/min 升至 200℃，恒温 4 min。
- C.6.2.5 载气：氦气。
- C.6.2.6 柱流速：0.22 m/s~0.27 m/s。
- C.6.2.7 分流比：1:20。

C.7 校准曲线的确定

用微量注射器 (C.3.5) 取校准溶液，吸入的溶液不得有气泡。每 10 mL 空的顶空瓶 (C.3.3) 中快速加入 $2\ \mu\text{L} \pm 0.02\ \mu\text{L}$ 校准溶液，并立即将顶空瓶密封。用同样的方法将不同浓度的校准溶液加到不同的顶空瓶内，每个浓度溶液需置入 3 个顶空瓶内。同时准备 3 个空白试验的顶空瓶。

将加入校准溶液的顶空瓶和空白试验的顶空瓶依次放在自动顶空进样器 (C.3.2) 的进样盘上，保持 $120\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$ ，恒温 $60\ \text{min} \pm 1\ \text{min}$ ，进行气相色谱分析。

在气相色谱图上确定丙酮的色谱峰，根据其峰面积和校准溶液的浓度绘制直线，得到校准曲线，并计算斜度 K 。校准曲线的相关系数必须大于 0.995，否则应重新校准。

C.8 试验步骤

C.8.1 试验方法

C.8.1.1 将密封好的顶空瓶在 $120\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$ 保持 $5\ \text{h} \pm 5\ \text{min}$ 。有机物的气体通过自动顶空进样器与气相色谱进样测试。

C.8.1.2 空白值通过用空的顶空瓶至少进行 3 次测量所得到的信号值组成的平均值确定。空白值及校正结果的分析中定量必须一致，并且是可以再现的。

C.9 结果计算

从气相色谱图上确定总的峰面积 A 和空白试验的峰面积 A_0 。

总碳挥发量（碳的总散发值） $E(\mu\text{gC/g})$ ，按公式（C.1）计算：

$$E = \frac{A - A_0}{K} \times 2 \times 0.6204 \quad \dots\dots\dots (\text{C. 1})$$

式中：

A ——样品总峰值面积；

A_0 ——空白峰值面积；

K ——校准曲线的斜率；

0.6204——表示丙酮中碳的含量的系数。

试验结果取 3 次平行试验的算术平均值作为测定结果，精确至 $1 \mu\text{gC/g}$ 。如果 3 次平行试验的测定结果误差大于 10 %，则需重新测试。

参 考 文 献

- [1] GB/T 9881—2008 橡胶 术语
 - [2] GB/T 22027—2008 热塑性弹性体 命名和缩略语
-