

- [1] GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定
-



全文阅读已结束，下载本文需要使用

 500 积分

前 言

GB/T 4498《橡胶 灰分的测定》分为两个部分：

——第1部分：马弗炉法；

——第2部分：热重分析法。

本部分为GB/T 4498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(SAC/TC 35)归口。

本部分起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中国热带农业科学院农产品加工研究所、中国石油天然气股份有限公司独山子石化分公司、怡维怡橡胶研究院有限公司、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、西双版纳州质量技术监督综合检测中心、贵州轮胎股份有限公司、广州合成材料研究院有限公司。

本部分主要起草人：李晓银、杨芳、吕明哲、贾慧青、吴毅、翟月勤、孙枫、魏玉丽、丁兆娟、李保卫、赵霞、吕强、杨红玲。



橡胶 灰分的测定

第2部分：热重分析法

警示——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

GB/T 4498 的本部分规定了采用热重分析仪(TGA)测定生橡胶、混炼胶和硫化橡胶灰分的两种方法。

本部分适用于 GB/T 5576 中规定的 M、O、R 和 U 类生橡胶、混炼胶和硫化橡胶灰分的测定。

——方法 A 适用于测定生橡胶。

——方法 B 适用于测定混炼胶和硫化橡胶。

本部分不包括解释混炼胶或硫化橡胶中的无机化学成分而产生的灰分。

注：这两种方法不一定能得到相同的结果。

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 5576 橡胶和胶乳 命名法

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法

GB/T 17783 硫化橡胶样品和试样的制备——化学试验

GB/T 24131—2009 生橡胶 挥发分含量的测定

3 原理

将已知质量的橡胶试样在氮气气氛下加热分解，待样品分解完全后，切换为氧气或空气，继续加热至含碳物质被完全烧尽，并达到恒重，残余物的质量即为灰分的质量。

4 试剂或材料

4.1 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ (体积分数)。

4.2 氧气：纯度 $\geq 99.99\%$ (体积分数)，或空气。

5 仪器设备

5.1 热重分析仪，包括以下组件：

a) 热天平；

b) 加热炉；

c) 程序控温装置;

d) 气体流量计,控制气体流速,使气体按设定的流速流过热天平和加热炉。

5.2 样品盘:铂盘。

5.3 分析天平:能够精确至 0.1 mg。

6 样品制备

6.1 按 GB/T 15340 制备天然生橡胶样品。按 GB/T 24131—2009 中热辊法制备合成生橡胶样品。取制备的生橡胶样品 1 g~2 g,剪成粒径不大于 2 mm 的碎粒。

6.2 混炼胶样品在开炼机上压成薄片,剪成粒径不大于 2 mm 的碎粒。

6.3 按 GB/T 17783 制备硫化橡胶样品。

7 校准

按照仪器使用说明书要求校准仪器。

注:为了获得可靠的结果,宜定期校准仪器称量准确度。

8 分析步骤

8.1 方法 A

8.1.1 打开热重分析仪,设定加热炉初始温度为 30 ℃。

8.1.2 将空样品盘放在样品台上归零。

8.1.3 称取 10 mg~20 mg 按照 6.1 制备的试样放入样品盘中,将样品盘放入样品台上,加载样品于热天平中。

8.1.4 按照仪器使用说明书要求设定气体流速,在氮气气氛下,以 20 ℃/min 或 30 ℃/min 的速率将炉温升至 500 ℃并保持 1 min。

8.1.5 将氮气切换到氧气或空气气氛,继续升温至 550 ℃,在 550 ℃下恒定 5 min 或直至质量恒定为止。

8.1.6 用仪器自带分析软件计算灰分含量。



8.2 方法 B

8.2.1 打开热重分析仪,设定加热炉初始温度为 30 ℃。

8.2.2 将空样品盘放在样品台上归零。

8.2.3 称取 10 mg~20 mg 按照 6.2 或 6.3 制备的试样放入样品盘中,将样品盘放入样品台上,加载样品于热天平中。

8.2.4 按照仪器使用说明书要求设定气体流速,在氮气气氛下,以 20 ℃/min 或 30 ℃/min 的升温速率将炉温升至 550 ℃并保持 1 min。

8.2.5 将氮气切换到氧气或空气气氛,继续升温至 650 ℃,在 650 ℃下恒定 5 min 或直至质量恒定为止。

注:对于有些混炼胶或硫化橡胶,可选择在 850 ℃下加热。

8.2.6 用仪器自带分析软件计算灰分含量。

9 结果计算

灰分含量 w 以试样的质量分数计,数值以 % 表示,按式(1)进行计算:

$$w = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \text{.....(1)}$$

式中:
 m_1 ——灰分的质量的数值,单位为毫克(mg);
 m_0 ——试样的质量的数值,单位为毫克(mg)。
计算结果表示到小数点后两位。

10 精密度

参见附录 A。

11 试验报告

- 试验报告至少应包括下列内容:
- a) 本部分的编号;
 - b) 关于样品的说明;
 - c) 所使用的方法;
 - d) 升温速率及终止温度;
 - e) 所用仪器型号;
 - f) 试验结果;
 - g) 本部分或引用标准中未包括的任何自选操作;
 - h) 试验日期。



附录 A
(资料性附录)
精 密 度

A.1 总则

A.1.1 按照 GB/T 14838 的规定开展了实验室间精密度试验方案(ITP),确定了 1 型精密度。
A.1.2 ITP 试验中选择了 5 种橡胶材料,其中生橡胶 2 种、混炼胶 2 种、硫化胶 1 种。有 7 家实验室参加了 ITP 试验,使用了 5 种不同类型的热重分析仪,每个实验室在一周内的不同三天完成测定,每次重复的测定值作为试验结果。

A.2 精密度结果

A.2.1 精密度数值(95%置信水平)见表 A.1。
A.2.2 重复性:在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 A.1 中的 r 值。
A.2.3 再现性:在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 A.1 中的 R 值。

表 A.1 精密度数值

材料	平均值	实验室内		实验室间	
	%	s_r	r	s_R	R
丁苯橡胶(SBR)	0.17	0.036	0.10	0.067	0.19
丁腈橡胶(NBR)	0.62	0.056	0.16	0.174	0.49
三元乙丙橡胶(EPDM)混炼胶	2.20	0.104	0.30	0.253	0.72
丁基橡胶(IIR)混炼胶	3.18	0.245	0.69	0.286	0.81
天然橡胶(NR)硫化胶	5.25	0.222	0.63	0.238	0.67
表中所列符号定义如下: s_r ——重复性标准差; r ——重复性限,以测量单位表示; s_R ——再现性标准差; R ——再现性限,以测量单位表示。					



参 考 文 献

- [1] GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定
-

www.bzxz.net

免费标准下载网