

橡胶、塑料技术标准 实用手册

(电子版)

第一章 天然橡胶与合成橡胶

一、天然橡胶

(一) 天然橡胶植物

天然橡胶 (NR) 是指从植物中获得的橡胶, 地球上能进行生物合成橡胶的植物约有 200 多种, 但具有采集价值的只有几种, 其中主要是巴西橡胶树, 这种树也称为三叶橡胶树, 其次是银菊、橡胶草、杜仲等。

巴西橡胶树是一种热带地区生长的高大乔木, 树干直径可达几十厘米, 高达 10 ~ 20m, 树叶是三个为一支, 也称为三叶橡胶树。这种树原产于亚马逊河流域, 1876 年英国人成功地把它移植在东南亚地区。1904 年我国开始引植。建国后在两广、海南、云南等地都有种植。据 1992 年统计, 我国天然橡胶年产量为 28 万吨, 列世界第四位。

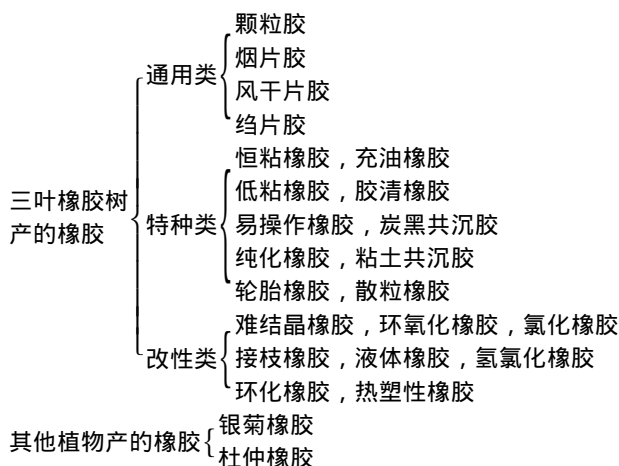
银菊是多年生灌木, 主要生长在墨西哥的荒漠地区。银菊橡胶是以胶乳形式存在于植株的茎皮及根部, 采用磨碎分离的方法提取银菊胶。

杜仲橡胶树生产的橡胶为反式聚异戊二烯, 这种橡胶称为杜仲橡胶, 与国外的古塔波胶、巴拉塔胶均属一类, 也都是野生资源。

(二) 天然橡胶的品种和分级标准

天然橡胶主要根据制法分类, 在每类中, 又按质量水平或原料的不同而分级。

天然橡胶的分类如下:



通用天然橡胶有两种分级方法：一种是按外观质量分级，如烟片胶及绉片胶就是按这种方法分级的；另一种按理化指标分级，这种方法比较科学，一般颗粒胶是按这种方法分级的。

1. 烟片胶 有 80 余年生产历史，以外观质量分级，我国国家标准分有一级、二级、三级、四级、五级。一级质量最高，以后质量逐级下降。例如要求一级胶片无霉、无氧化斑点、无熏不透、无熏过度、无不透明等。而二级烟片胶可允许胶片有少量干霉、轻微胶锈，无氧化斑点和熏不透胶等。各级烟片胶均有标准胶样，以便参照。烟片胶包装比较大，使用不方便，国际上规定包重为 102 ~ 114kg，体积为 0.14m³。我国规定包重 50kg，体积为 0.06m³，胶包上要注明烟片胶、级别、厂名、生产日期等标志。国产烟片胶分级及技术标准见表 1 - 1。

表 1 - 1 国产烟片胶分级及技术指标^①

名称	等级	外 观	物理性能 ^②	
			拉伸强度/MPa	伸长率/%
烟片胶	一	黄棕色带烟味，干燥、清洁、强韧的产品。 无氧化发粘和不熟胶，允许有少量气泡	≥ 19.6 (200)	≥ 750
	二	黄棕色带烟味，干燥、清洁、强韧的产品。无氧化发粘和不熟胶，但允许有少量气泡和轻微的胶锈	≥ 19.6 (200)	≥ 750
	三	干燥、强韧、无氧化发粘和不熟胶。允许有明显易见的气泡	≥ 17.7 (180)	≥ 700
	四	干燥、坚实、无氧化发粘和不熟胶。允许有轻微发粘和明显易见局部密的气泡	≥ 17.7 (180)	≥ 650
	五	干燥、坚实、无氧化发粘和不熟胶	≥ 15.7 (650)	≥ 650
	等外	不符合以上五个等级者列为等外级，但不允许有氧化发粘和不熟胶		

①摘自《化学工业标准汇编》第 3 册（上），标准工业出版社，1986 年。

②生胶 100，硫黄 3，氧化锌 5.0，促进剂 M0.7，硬脂酸 0.5。工艺要点：在 150 ~ 160 × 320mm 的开炼机上加入生胶 300g，辊筒温度 50 ~ 60℃，14min 混合完毕；硫化温度（142 ± 1）℃，硫化时间取 20、30、40、50min 四个点，硫化压力 2.0MPa 以上。

2. 绉片胶 由于原料及制法不同，绉片可以分为胶乳绉片、杂绉片两种。每种中视质量的不同还分为不同等级。

3. 标准橡胶 或颗粒胶，是 20 世纪 60 年代发展起来的天然橡胶新品种。以前，通用的烟片、绉片、风干片这几种传统产品不论在分级方法、制造方法上都束缚着天然橡胶的发展。因此，马来西亚于 1965 年开始实行标准橡胶计划，在使用生胶理化性能分级的基础上发展了颗粒橡胶的生产。标准橡胶是指按机械杂质、塑性保持率、塑性初值、氮含量、挥发分含量、灰分含量、颜色指数等理化性能指标进行分级的橡胶。标准

橡胶包装也比较先进，一般用聚乙烯薄膜包装，并有鲜明的标识，包的重量较小，易于搬动。马来西亚包装重为 33.3kg，我国规定为 40kg。

标准胶的分级较为科学，所以这种分级方法很快为各主要天然橡胶生产国以及国际标准化机构所接受，并先后制定了标准胶的分级标准。这些标准大体相同，但又不完全一致。例如 ISO 2000 规定分五个等级，我国的标准为 GB 8081—87，规定有四个等级。

以上所述的是通用品种的天然橡胶，它们用量大、应用面宽。在标准胶未出现之前，烟片胶用量最大，目前则是标准胶用量最大。

其它的特种橡胶及改性天然橡胶，如恒粘橡胶、低粘橡胶、易操作橡胶、纯化橡胶、轮胎橡胶、胶清橡胶、难结晶橡胶、炭黑共沉橡胶、粘土共沉橡胶、接枝天然橡胶、环氧化天然橡胶、环化天然橡胶等，它们各有特殊的性能及用途，但用量少。

(三) 天然橡胶的成分

天然橡胶是由胶乳制造的，胶乳中所含的非橡胶成分有一部分就留在固体的天然橡胶中。一般天然橡胶中含橡胶烃 92% ~ 95%，而非橡胶烃占 5% ~ 8%。非橡胶烃的成分见表 1-2。由于制法不同、产地不同乃至采胶季节不同，这些成分的比例可能有差异，但基本上在表中所示的范围内。

表 1-2 非橡胶烃成分

成分名称	含量/%	成分名称	含量/%
蛋白质	2.0 ~ 3.0	灰分	0.2 ~ 0.5
丙酮抽出物	1.5 ~ 4.5	水分	0.3 ~ 1.0

蛋白质可以促进橡胶的硫化，延缓老化。另一方面，蛋白质有较强的吸水性，可引起橡胶吸潮发霉、绝缘性下降，蛋白质还有增加生热性的缺点。

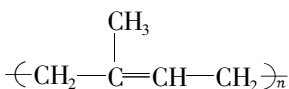
丙酮抽出物是一些高级脂肪酸及固醇类物质，其中有一些起天然防老剂和促进剂作用，还有的能帮助粉状配合剂在混炼过程中分散并对生胶起软化的作用。

灰分中主要含磷酸镁、磷酸钙等盐类，有很少量的铜、锰、铁等金属化合物，因为这些变价金属离子能促进橡胶老化，所以它们的含量应控制。

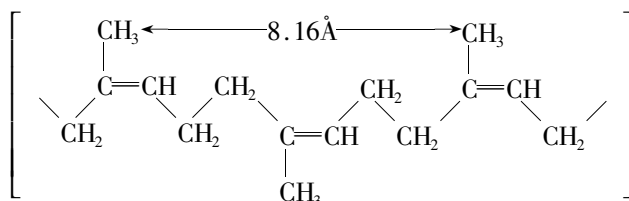
干胶中的水分不超过 1% 时，在加工过程中可以挥发，但水分含量过多时，不但会使生胶贮存过程中易发霉，而且还会影响橡胶的加工，如混炼时配合剂易结团；压延、压出过程中易产生气泡；硫化过程中产生气泡或呈海绵状等。

(四) 天然橡胶的橡胶烃结构

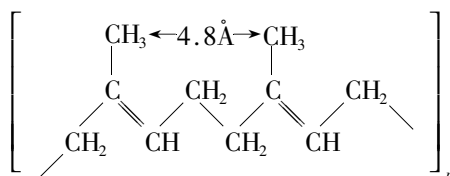
天然橡胶的大分子结构单元是异戊二烯，大分子链主要是由顺式-1,4-聚异戊二烯构成的，三叶橡胶中顺式含量占 97% 以上，3,4-聚合方式约占 2% 左右。天然橡胶的结构式通常写成下式 ($1\text{\AA} = 0.1\text{nm}$):



它们的立体化学结构表示如下：



天然橡胶（顺式）



杜仲胶（反式）

天然橡胶分子链上有醛基，醛基在贮存中发生缩合或与蛋白质分解产物发生反应形成支化、交联，使橡胶贮存过程中粘度增加。也有人推断天然橡胶大分子链上还有环氧基，环氧基也比较活泼，可以引起交联反应。

天然橡胶分子量的范围较宽，绝大多数分子量在 3 万 ~ 3000 万之间，分子量分布指数在 2.8 ~ 10 之间。

天然橡胶在常温下是无定形的高弹态物质，但在较低温度下或应变条件下产生结晶，它是一种自补强橡胶。

（五）天然橡胶的性能和用途

天然橡胶生胶的玻璃化温度为 -72°C ，粘流温度 130°C ，开始分解温度 200°C ，激烈分解温度 270°C 。当天然橡胶硫化后，其 T_g 上升，也再不会发生粘流。

1. 天然橡胶的弹性 其生胶及交联密度不太高的硫化胶的弹性是高的。例如在 $0 \sim 100^\circ\text{C}$ 范围内，回弹性在 $50\% \sim 85\%$ 之间，其弹性模量仅为钢的 $1/3000$ ，伸长率可达 1000% ，拉伸到 350% 后，缩回永久变形仅为 15% 。天然橡胶的弹性较高，在通用橡胶中仅次于顺丁橡胶。

2. 天然橡胶的强度 在弹性材料中，天然橡胶的生胶、混炼胶、硫化胶的强度都比较高。未硫化橡胶的拉伸强度称为格林强度，天然橡胶的格林强度可达 $1.4 \sim 2.5\text{MPa}$ ，适当的格林强度对于橡胶加工成型是必要的。天然橡胶撕裂强度也较高，可达 98kN/m ，其耐磨性也较好。天然橡胶机械强度高的原因在于它是自补强橡胶，当拉伸时会使大分子链沿应力方向取向形成结晶。

3. 天然橡胶的电性能 天然橡胶是非极性物质，是一种较好的绝缘材料。绝缘体的体积电阻率在 $10^{10} \sim 10^{20} \Omega \cdot \text{cm}$ 范围内，天然橡胶生胶一般为 $10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ ，当天然橡胶硫化后，因引入极性因素，如硫黄、促进剂等，从而使绝缘性能下降。

4. 天然橡胶的耐介质性能 天然橡胶是一种非极性物质，它溶于非极性溶剂和非极性油中。天然橡胶不耐环己烷、汽油、苯等介质，未硫化胶能在上述介质中溶解，硫化橡胶则溶胀。天然橡胶不溶于极性的丙酮、乙醇中，更不溶于水中，耐 10% 的氢氟酸、20% 的盐酸、30% 的硫酸、50% 的氢氧化钠等。

天然橡胶具有优良的物理机械性能、弹性和加工性能，因此得到广泛应用，其应用范围如表 1-3 所示。

表 1-3 天然橡胶的用途

产品份额/%		产品份额/%	
轮胎	68.0	胶鞋	5.5
机械制品	13.5	胶乳制品	9.5
胶粘剂	1.0	其它	2.5

二、合成橡胶

合成橡胶是由低分子化合物（称为单体）经聚合反应而制成的。通常使用的单体有丁二烯、氯丁二烯、异戊二烯、异丁烯、苯乙烯、丙烯腈、乙烯和丙烯等。这些单体来源于三个方面：石油和天然气；煤和石灰石；农林产品。我国的石油和天然气非常丰富。随着石油化学工业的发展，我国的合成橡胶，无论在数量上还是在品种上正在日益增加，基本上能满足工农业、科学技术和日常生活上的需要。

（一）聚异戊二烯橡胶（IR）

聚异戊二烯橡胶简称异戊橡胶，其结构单元为异戊二烯。与天然橡胶一样，1954 年开始工业化生产。从整体上看，异戊橡胶的加工配合、性能及应用与天然橡胶相当，适于做浅色制品。但由于与天然橡胶存在结构及成分上的差别，所以性能上还存在一定的差异。

聚异戊二烯的微观结构中顺式含量低于天然橡胶，即分子规整性低于天然橡胶，所以异戊橡胶的结晶能力比天然橡胶差，分子量分布较窄，分布曲线为单峰。不含有天然橡胶中那么多的蛋白质和丙酮抽出物等非橡胶烃成分。

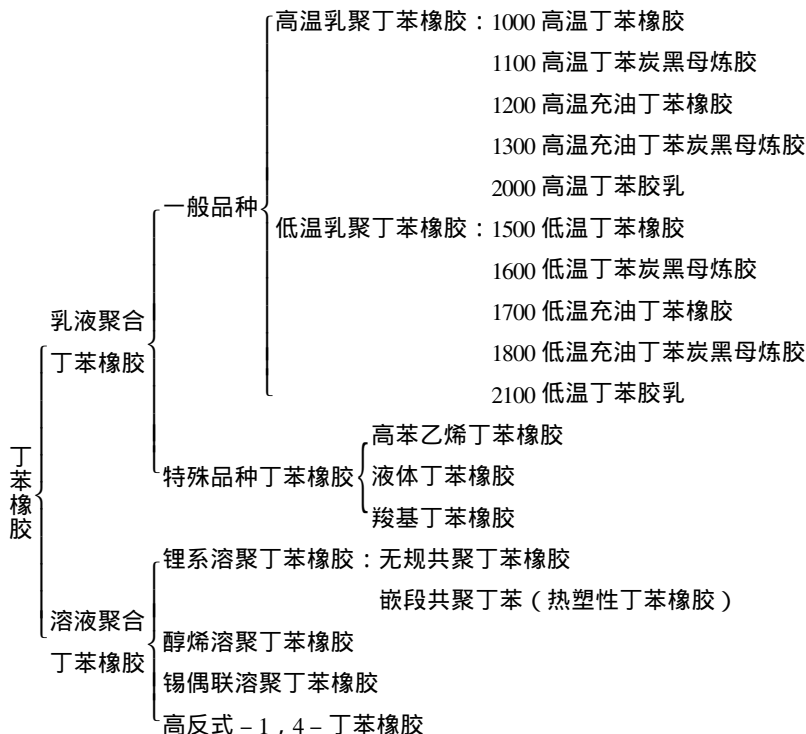
异戊橡胶与天然橡胶相比，异戊橡胶质量及外观都较均匀，颜色较浅，塑炼快。未硫化胶流动性好于天然橡胶，生胶有冷流倾向，格林强度较低，硫化速度较慢，所以在

配合时硫黄用量应比天然橡胶少用 10% ~ 15%，促进剂用量比天然橡胶增加 10% ~ 20%。异戊橡胶压延、压出时的收缩率较低，粘合性不亚于天然橡胶。与硫化的天然橡胶比，异戊橡胶硫化胶的硬度、定伸应力和拉伸强度比较低，扯断伸长率稍高，回弹性与天然橡胶相同，在高温下回弹性比天然橡胶稍高，生热性及压缩永久变形、拉伸永久变形都较天然橡胶的低。异戊橡胶耐老化性能稍逊于天然橡胶。

（二）丁苯橡胶（SBR）

丁苯橡胶是苯乙烯与丁二烯的共聚物。丁苯橡胶按聚合方法分类，可分为乳液聚合和溶液聚合二种。乳液聚合丁苯橡胶的合成技术是由德国 I.G. Farben 公司 1933 年研究成功的。溶液聚合丁苯橡胶是 20 世纪 60 年代投入工业化生产的，由于这种胶具有较低的滚动阻力、较高的抗湿滑性和较好的综合性能，故发展较快。丁苯橡胶是一种产量最大的合成橡胶，据统计，1991 年全世界总产量为 755 万吨，约占合成橡胶的 55%，占全部橡胶的 34%，其中大约有 70% 用于轮胎业。在各种丁苯橡胶中，低温乳聚丁苯橡胶产量最大。

1. 丁苯橡胶的分类 丁苯橡胶主要按制法分类，品种如下：



上述品种还有污染型（S）和非污染型（NS）之分，有不同苯乙烯含量之分，一般标准结合苯乙烯含量 23.5%（质量），此外尚有 5%、40%、45% 含量等。

高温丁苯橡胶 是丁苯橡胶的最老品种，聚合温度为 50℃。由于聚合有比较高的

转化率，聚合物胶乳粒子交联生成凝胶、支链较多，低分子量聚合物含量高，所以丁苯橡胶的物理机械性能差。目前，它的产量只占整个丁苯橡胶产量的 20% 以下。

低温丁苯橡胶 这种橡胶在 5℃ 左右的温度下聚合而成，是世界上产量最大的合成橡胶之一。橡胶的分子量分布较窄，大分子链支链较少，具有规则性。因此，物理机械性能优于高温丁苯橡胶。

充油丁苯母炼胶 在丁苯橡胶的聚合过程中，往胶乳中加入矿物油（如环烷油、芳香油），胶乳凝固后吸收大量矿物油而成为充油丁苯母炼胶，其牌号是 1700 系列。与非充油丁苯橡胶相比，它具有良好的工艺性能，胶料收缩性小，表面光滑，加工过程无焦烧现象，在多次变形时生热比较小。只是丁苯橡胶充油后，成本虽然可降低，但其物理性能受到一定影响。

充炭黑丁苯母炼胶 在丁苯胶乳凝聚前，加入一定量的炭黑，使其均匀地分散在胶乳中，然后经凝聚而得产品。这种橡胶的特点是：物理机械性能比较稳定，工艺性能良好。产品牌号是 1600 号。

充油充炭黑丁苯母炼胶 系在乳液聚合过程中，往胶乳中加入油和炭黑，经凝聚制得的丁苯橡胶。这种橡胶的优点是：可缩短混炼时间 25% ~ 30%，炼胶温度低，焦烧危险性小，便于连续混炼；改善了劳动条件，简化了工艺操作；炭黑分散均匀，补强性能好；压延压出性好；硫化胶的强力、耐老化性、耐磨性、耐疲劳性等均有所提高。多次形变下生热小。其牌号是 1800 号。

高温共聚丁苯胶乳和低温共聚丁苯胶乳 前者的牌号为 2000，后者的牌号为 2100。胶乳可用于制造泡沫橡胶，加工纸张，制作水泥及涂料等。

高苯乙烯丁苯橡胶 这种橡胶中的苯乙烯含量为 40% ~ 85%，性状似塑料，可作为丁苯橡胶和天然橡胶的补强剂。

苯乙烯类热塑性弹性体（SBS） 它是苯乙烯与丁二烯的嵌段共聚物。嵌段共聚物是以线型聚丁二烯链段为母体，在其两端都连结着聚苯乙烯链段，而没有自由的丁二烯链段，这样就构成了聚苯乙烯-聚丁二烯-聚苯乙烯热塑性弹性体，其结构如图 1-1 所示。高分子链端的聚苯乙烯嵌段能发生缔合作用，从而使分子链之间形成网状结构（如图 1-2 所示）。图中圆圈内的直线表示热塑性聚苯乙烯（PS）链段（刚性链），是物理交联区。圆圈以外的曲线表示高弹性的聚丁二烯（BR）柔性链段。

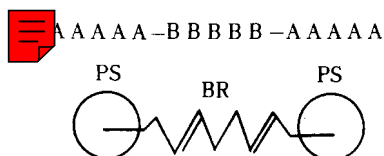


图 1-1 SBS 嵌段聚合物结构示意图

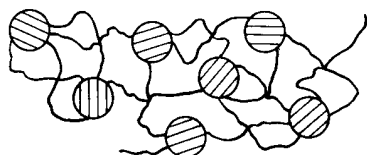
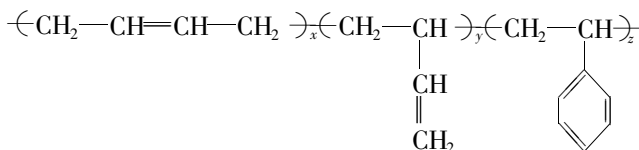


图 1-2 热塑性橡胶分子结构

聚苯乙烯嵌段是热塑性材料，当温度升高时，它会塑化；当温度高于它的玻璃化温度（100℃）时，嵌段部分（结晶区）分解缔合，使网状结构破坏。此外，这种网状结构也会因溶解于某些溶剂而被破坏。而当温度降低到它的玻璃化温度以下或溶剂挥发掉时，其网状结构又能重新形成。这种网状结构的可逆性是决定热塑性弹性体具有热塑性的根本原因。

2. 丁苯橡胶的成分与结构 丁本橡胶中含有一些非橡胶烃成分，特别是乳液聚合的丁苯橡胶中非橡胶烃成分约占 10%。按照 HG 4-1380-82 标准规定，丁苯-1500 中的非橡胶烃物质有松香酸、松香皂、防老剂 D、灰分、挥发分。溶聚丁苯橡胶非橡胶烃成分较小，只含少量残留催化剂。

丁苯橡胶的结构式如下：



低温乳聚丁苯橡胶的 $\overline{M}_n$ 在 8~11 万之间, 分布指数在 4~6 之间。低温乳聚丁苯橡胶的支化程度和凝胶含量比高温乳聚的低, 物理机械性能较好。

3. 丁苯橡胶的性能 与天然橡胶相比, 丁苯橡胶具有较好的耐热性、耐老化性和耐磨性。丁苯橡胶的弹性、耐寒性、耐屈挠龟裂性和耐撕裂性均比天然橡胶差, 尤其是苯乙烯含量越多时, 丁苯橡胶的弹性、耐寒性、滞后损失、粘着性和工艺加工性能就越差。丁苯橡胶制品在多次形变下生热量大, 而且随着反式结构含量的增加而增大。

丁苯橡胶与天然橡胶、氯丁橡胶的物理性能比较如表 1-4 所示。

表 1-4 三种橡胶物理机械性能的比较

橡胶名称	纯胶配合（室温）		炭黑配合（室温）	
	拉伸强度/MPa	伸长率/%	拉伸强度/MPa	伸长率/%
天然橡胶	17.5 ~ 24.5	780 ~ 850	24.5 ~ 31.5	550 ~ 650
丁苯橡胶	1.4 ~ 2.1	400 ~ 600	17.5 ~ 24.5	500 ~ 600
氯丁橡胶	21.0 ~ 28.0	800 ~ 900	21.0 ~ 24.5	500 ~ 600

因丁苯橡胶的硫化反应速度较慢，所以硫化促进剂用量较大，但硫化曲线平坦，胶料不易焦烧和过硫。丁苯橡胶的工艺加工性能差，如炼胶过程中其可塑度变化较小，压延压出变形大，粘着性差等，因此必须选好填充剂、软化剂，并使用增粘剂。

4. 丁苯橡胶的用途 丁苯橡胶是一种耗量最大的通用合成橡胶，应用广泛，除要求耐油、耐热、耐特种介质等特殊性能外的一般场合均可使用。

丁苯橡胶主要应用于轮胎工业。在轮胎工业中，丁苯橡胶在轿车胎、小型拖拉机胎及摩托车胎中应用比例较大，而在载重胎及子午胎中的应用比例则较小。

丁苯橡胶在无特殊要求的胶带、胶管中及一些工业制品中也获得了广泛的应用。例如，用于运输带的覆盖胶、输水胶管、胶鞋大底、胶辊、防水橡胶制品、胶布制品等。

（三）聚丁二烯橡胶（BR）

丁二烯在聚合时由于条件不同可产生不同类型的聚合物。高顺式聚丁二烯橡胶 1960 年在国外正式投入工业生产，我国于 1967 年工业生产。这种橡胶习惯上称为顺丁橡胶。它是一个大品种的合成橡胶，主要用于轮胎工业。由于顺丁橡胶性能优越，成本较低，所以在橡胶生产中一直占有重要地位。

1. 聚丁二烯橡胶的分类 聚丁二烯橡胶主要按制法分类：

聚丁二烯橡胶

溶聚

高顺式聚丁二烯橡胶（顺式 96% ~ 98%，镍、钴、稀土催化剂）

低顺式聚丁二烯橡胶（顺式 35% ~ 40%，锂催化剂）

超高顺式聚丁二烯橡胶（顺式 98% 以上）

低乙烯基聚丁二烯橡胶（乙烯基 8%，顺式 91%）

中乙烯基聚丁二烯橡胶（乙烯基 35% ~ 55%）

高乙烯基聚丁二烯橡胶（乙烯基 70% 以上）

低反式聚丁二烯橡胶（反式 9%，顺式 90%）

反式聚丁二烯橡胶（反式 95% 以上，室温为非橡胶态）

乳聚：乳聚聚丁二烯橡胶

本体聚合：丁钠橡胶（已淘汰）

2. 顺丁橡胶的结构 顺丁橡胶含顺式 1, 4- 结构为 96% ~ 98%，反式 1, 4- 结构 1% ~ 2%，1, 2- 结构 1% ~ 2%。顺丁橡胶是结晶性橡胶，但结晶能力不强，所以自补

强能力较小。另外，顺丁橡胶的结晶对应变的敏感性低，这也是使顺丁橡胶的自补强性比天然橡胶的低得多的原因之一。

3. 顺丁橡胶的性能 由于顺丁橡胶的分子结构主要是顺式 1,4-结构，分子排列规整，所以其弹性比天然橡胶还好。顺丁橡胶的玻璃化温度 $T_g = -105^\circ\text{C}$ ，故它的低温物理性能很好，耐寒温度低于 -55°C 。弹性是通用橡胶中最好的一种。耐热性与天然橡胶相同，都为 120°C ，但耐热老化性能却优于天然橡胶。拉伸强度比天然橡胶、丁苯橡胶都低，因此必须加入炭黑等补强剂。撕裂强度也比天然橡胶低，抗湿滑性能不好，用于轮胎胎面、鞋底时，在湿路上易打滑。顺丁橡胶的耐磨性优异，滞后损失小，生热低，这对制品在多次形变下的生热和永久变形的降低都十分有利。

顺丁橡胶在混炼前不需要塑炼。混炼胶的压出性能良好，适于注压成型，但粘着性差。顺丁橡胶对加工温度的变化较敏感，当开炼机辊温在 60°C 以上时，胶料易脱辊，给加工带来一定的困难。一般需要与天然橡胶或丁苯橡胶并用，以改善工艺加工性能。

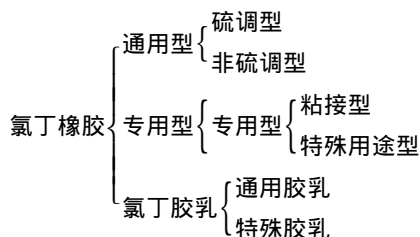
顺丁橡胶的冷流性较大，这对生胶的包装、贮存和半成品的存放都提出了较高的要求。

4. 顺丁橡胶的用途 主要用于制造轮胎，还可用于制造耐磨制品（如胶鞋、胶辊）、耐寒制品和防震制品，可作为塑料的改性剂。顺丁橡胶可与多种橡胶并用。制造乘用车轮时，可与丁苯橡胶并用，并用量为 35% ~ 50%。制造载重汽车轮胎胎面时，常与天然橡胶并用，并用量为 25% ~ 50%。用于重型越野汽车轮胎胎面时，天然橡胶 75 份，顺丁橡胶 25 份较好。用于胶布时，一般与丁苯橡胶并用，并用量为 15% ~ 30%。用于制造轮胎胎侧时可与氯丁橡胶并用，以提高耐低温性能。顺丁橡胶也可与氯磺化聚乙烯并用。

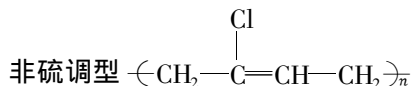
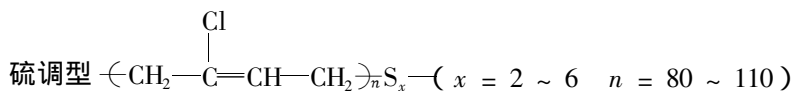
（四）氯丁橡胶（CR）

氯丁橡胶是由单体氯丁二烯经乳液聚合反应制成的弹性体。它于 1931 年实现工业化，初期由美国杜邦公司开始生产，现已发展为有 10 多个国家生产氯丁橡胶，全世界年生产量约为 70 万吨。

1. 氯丁橡胶的分类 主要根据制法及用途分类



2. 氯丁橡胶的结构 结构式如下：



硫调型氯丁橡胶也称为通用型或 G 型。由于它在合成时用硫黄及秋兰姆做调，所以分子链中有多硫键。而非硫调型也称 W 型，制造时用硫醇做调节剂，分子链中不含硫黄。

氯丁橡胶的微观结构主要决定于聚合温度，聚合温度低时则反式 1, 4 - 结构多，分子规整性高，结晶度高，分子量大的部分含量高，分子量低部分含量低。

氯丁橡胶的结晶能力高于天然橡胶、顺丁橡胶和丁基橡胶。因为它的大分子链上主要含反式 1, 4 - 结构，像古塔波胶那样，是反式 1, 4 - 结构结晶。结晶程度对于橡胶的加工及应用都有重要的影响，一般未硫化橡胶在长期存放后，便会产生结晶，硬度增加。硫化胶在 $-5 \sim 21^\circ\text{C}$ 间也能产生结晶， 0°C 以下很快产生结晶，升温会可逆地熔晶。根据用途不同，可以通过聚合条件等调整合成出不同结晶能力的橡胶。国产氯丁橡胶结晶能力分为四个等级：微、低、中、高；国外分五个等级：小、中小、中、大、极大。结晶能力微及小的一般是氯丁二烯与其它单体的共聚物，硫调型者结晶能力低，非硫调型者结晶能力中等。CR2481、CR2482、AC、AD 等粘接型的结晶能力高。

氯丁橡胶结构中的双键及氯原子均不够活泼，不易发生化学反应。其硫化反应活性及氧化反应活性、臭氧化反应活性均比天然橡胶、丁苯橡胶、丁腈橡胶低。它不能用一般硫黄硫化体系硫化。其耐老化性、耐臭氧老化性比一般不饱和橡胶好得多。

3. 氯丁橡胶的性能

贮存稳定性 在聚合过程中，用硫黄作调节剂的通用型（G 型）氯丁橡胶的大分子主链上，常生成具有硫链的聚合物，同时容易生成 1, 2 - 结构和 3, 4 - 结构的聚合物。硫链的聚合物中，S—S 键的键能远低于 C—C 或 C—S 键的键能，在多种因素影响下，S—S 键易断裂，而生成新的活性基团，导致分子链交联；在 1, 2 - 结构和 3, 4 - 结构的分子链上的氯原子较易脱落，而生成活性基团也导致分子链的支化和交联，所以氯丁橡胶在贮存过程中易变质。随贮存时间的延长，焦烧稳定性越来越差，生胶的可塑度不断下降，加工性能渐趋恶化。非硫调节的 54 - 1 型氯丁橡胶，由于它不含 S—S 键，且主要是 1, 4 - 结构，而 1, 2 - 结构和 3, 4 - 结构较少，因而较为稳定。例如，在 30°C 温度下，通用型氯丁橡胶的贮存期为 10 个月，而 54 - 1 型氯丁橡胶可达 40 个月。表 1 - 5 表明通用型氯丁橡胶在加热过程中，HCl（氯化氢）含量明显增加，防老剂含量不断地消耗，这就是老化自硫的结果。经验证明，在 70°C 下老化 24h 相当于在 25°C 下贮存半年。原化工部部颁标准规定，在 30°C 下，贮存期不得超过半年，在 20°C 下，贮存

期不得超过 1 年。

表 1－5 通用型氯丁橡胶的热空气老化（70℃）

加热时间/h	24	48	96	144	240
HCl 含量/%	0.27	0.26	0.39	0.59	0.55
防老剂含量/%	1.75	1.56	1.22	1.13	1.0

物理机械性能 通用型氯丁橡胶的主要物理机械性能与天然橡胶十分接近（见表 1－4）。通用型氯丁橡胶配合的硬度范围是邵尔 A30～95。与丁基橡胶、聚硫橡胶同样不能配合硬质胶。

通用型氯丁橡胶的耐屈挠性能良好。国产耐热运输带的覆盖胶试验结果是：产生同样龟裂程度的天然橡胶胶料配方为 39.9 万次，50%天然橡胶与 50%氯丁橡胶并用胶料配方为 79 万次，而 100%氯丁橡胶胶料配方为 88.2 万次。

压缩生热性能比其它合成橡胶好，但不如天然橡胶（见表 1－6）。

表 1－6 各种橡胶的压缩升温/℃

橡胶名称	纯胶配方	50% 炭黑配方
丁苯橡胶	44～67	83～91
丁腈橡胶	44～46	83～84
丁基橡胶	70	94
氯丁橡胶	28	74
天然橡胶	—	5～8

温度特性 氯丁橡胶是一种极性较强的橡胶，其工艺性能及硫化胶的物理性能受温度的影响很大。温度升高时，氯丁橡胶的塑性显著增加，而硫化胶的强度则显著降低。按纯胶检验配方制备的硫化胶，在 10℃温度下测试的拉伸强度比在 30℃下测试所得要低 3.0MPa。氯丁橡胶的强度随温度的升高而降低，比天然橡胶、丁苯橡胶、丁基橡胶均较明显，而略优于丁腈橡胶。表 1－7 是氯丁橡胶与天然橡胶的比较。

表 1－7 氯丁橡胶与天然橡胶拉伸强度与温度的关系

测验温度/℃	拉伸强度/MPa	
	通用型氯丁橡胶	天然橡胶
25	22.0	24.0
50	16.0	23.5
70	11.5	21.5
100	7.5	17.0

氯丁橡胶的分子结构比较规整，极性较强，因而容易结晶。它的脆化温度也较高

($-35 \sim -40^{\circ}\text{C}$),耐低温性差。若采用适当的配合可以达到 -62°C 。氯丁橡胶的结晶范围在 $-35 \sim +32^{\circ}\text{C}$ 之间,最适宜的结晶温度为 -12°C ,所以其制品在低温下虽未脆化,但由于结晶而显著硬化,变得不堪使用。由于氯丁橡胶的分子链上有极性强的氯原子保护双键并降低双键的活性,因此氯丁橡胶有比较好的耐热性(见表1-8),使用温度比天然橡胶高 $30 \sim 50^{\circ}\text{C}$,短时间使用的温度可达 150°C ,在 $90 \sim 110^{\circ}\text{C}$ 下可使用4个月。另外由于氯原子的存在,氯丁橡胶的阻燃性也比较好。

表 1-8 各种橡胶的允许使用温度

使用温度 橡胶名称	使用温度 界限/ $^{\circ}\text{C}$	最高使用 温度/ $^{\circ}\text{C}$	脆化温度 / $^{\circ}\text{C}$	低温使用 界限/ $^{\circ}\text{C}$	耐燃性
天然橡胶	130	70~80	$-67 \sim -73$	-70	差
丁苯橡胶	140	80~100	-52	$-66 \sim -70$	差
丁基橡胶	150		-79		差
氯丁橡胶	160	120~150	-40	$-32 \sim -42$	良
丁腈橡胶	170	100~120	-26	$-32 \sim -42$	差

耐老化性能 氯丁橡胶的大分子链上具有极性较强的氯原子,保护了分子链上的双键,使之活性降低。因此,氯丁橡胶有着良好的耐老化性,尤其是耐候性及耐臭氧性更好(见表1-9)。耐臭氧龟裂仅次于丁基橡胶,远优于其它通用橡胶,而为天然橡胶的14倍。

表 1-9 各种橡胶的臭氧老化

橡胶名称	产生龟裂的时间/h	橡胶名称	产生龟裂的时间/h
天然橡胶	1.5 以下	丁腈橡胶	4
丁苯橡胶	1.3	氯丁橡胶	21

注：试验条件为臭氧浓度0.017%，温度22.2℃，试样在伸长25%的情况下进行试验。

耐油、耐溶剂及化学稳定性 氯丁橡胶的极性赋予其抗油膨胀的能力。耐油性和耐溶剂性优于天然橡胶和丁苯橡胶,但不如丁腈橡胶。按各种油类或溶剂对氯丁橡胶的作用程度可分三种类型：很小作用的有汽油、菜子油、润滑油、机油、棉籽油、橄榄油、亚麻仁油、蓖麻子油、环己醇等；能膨润的有粗石油、燃料油、柴油、鱼油、油酸等；作用大的有苯、甲苯、二甲苯、松节油、二氯甲烷、四氯化碳、三氯甲烷、二氯乙烷以及其它氯化溶剂、芳香族溶剂。

氯丁橡胶具有良好的化学稳定性,除氧化性很强的酸外,能抗耐一般化学药品的侵蚀。

此外,氯丁橡胶具有良好的气密性(仅次于丁基橡胶和氯磺化聚乙烯橡胶)。具有耐燃性和耐水性。电绝缘性能比天然橡胶和丁基橡胶差,不能用于高度电绝缘层材料。

4. 氯丁橡胶的用途 根据氯丁橡胶的性能特点，它主要应用在阻燃制品、耐油制品、耐气候制品、胶粘剂等领域。例如建筑防水片材、建筑密封条、公路填缝材料、桥梁支座垫片、低压电线电缆包皮、各类密封制品、防腐衬里、胶粘剂等。

氯丁橡胶作胶粘剂约占合成橡胶胶粘剂的 80%，氯丁橡胶品种中高结晶性的 AD、AC 牌号，我国的 CR2441、CR2481 等牌号多用做胶粘剂。有时也采用其它牌号氯丁橡胶与高结晶品种并用。

胶粘剂配方一般是用 ZnO、MgO 交联，但它们硫化太慢。为加速交联，特别是室温下交联，常常用双组分的配合，例如用 JQ-1，其用量为胶液总固体物的 5%~10% 作第二组分。配方中一般用约 45 份的热固性酚醛树脂以提高粘着力。耐热胶粘剂的标准配方如表 1-10 所示。

表 1-10 氯丁橡胶耐热胶粘剂标准配方

名 称	用量（质量份）	名 称	用量（质量份）
CR	100	叔丁基苯酚树脂	45
MgO	4	水	1
ZnO	5	溶剂	适量（固体 20%~30%）
防老剂	2		

（五）丁腈橡胶（NBR）

丁腈橡胶是由丁二烯（ $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}_2$ ）和丙烯腈（ $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CN}$ ）经乳液共聚而成的聚合物，其平均分子量在 700000 左右。在 25~50℃ 下聚合的橡胶称为热丁腈橡胶。在 5~10℃ 下聚合的橡胶称为冷丁腈橡胶。冷丁腈橡胶的分子链是规则的线型结构，其物理机械性能和工艺性能较好，胶片光滑，压延压出的半成品收缩较小。丁腈橡胶以其优异的耐油性而著称。在现有的橡胶中，其耐油性仅次于聚硫橡胶、丙烯酸酯橡胶和氟橡胶，因而在橡胶工业中应用很广泛。

1. 丁腈橡胶的分类 主要根据丙烯腈（ACN）含量分类，此外还有一些特殊品种。

- 普通品种
- 极高 ACN 含量 43% 以上

高 ACN 含量 36%~42%

中高 ACN 含量 31%~35%

中 ACN 含量 25%~30%

低 ACN 含量 24% 以下
- 特殊品种
- 氢化丁腈橡胶

羧基丁腈橡胶

液体丁腈橡胶

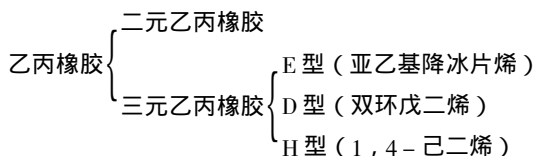
粉末丁腈橡胶

3. 丁腈橡胶的用途 主要应用于耐油制品，例如各种密封制品。其它还有作为 PVC 改性剂及与 PVC 并用做阻燃制品，与酚醛并用做结构胶粘剂，做抗静电性能好的橡胶制品等。

(六) 乙丙橡胶 (EPDM)

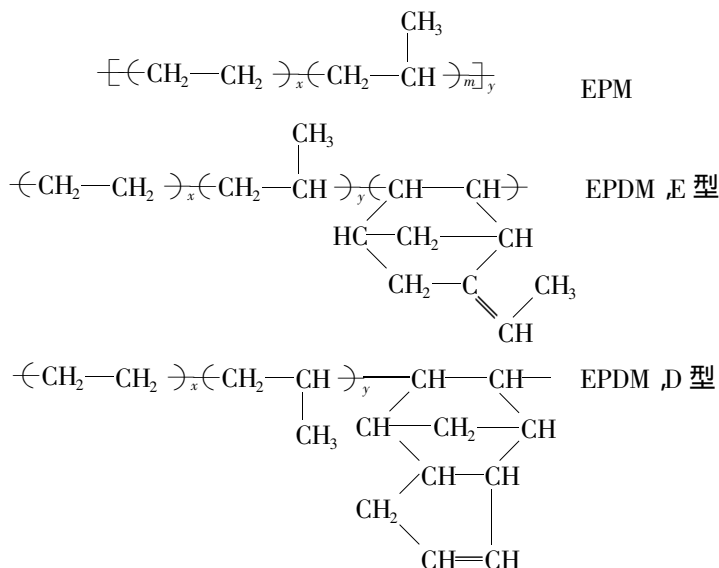
乙丙橡胶是由乙烯 ($\text{CH}_2 = \text{CH}_2$) 和丙烯 ($\text{CH}_2 = \text{CH} - \text{CH}_3$) 经溶液共聚合而成的橡胶，称为二元乙丙橡胶 (EPM)，分子链中不含双键，不易硫化。为改进其硫化交联性能，引入了带双键的第三单体，如双环戊二烯、1,4-己二烯、乙叉降冰片烯等。引入第三单体的乙丙橡胶称为三元乙丙橡胶 (EPDM)，其平均分子量在 25 万以上。乙丙橡胶按所用第三单体的种类、硫化速度、门尼粘度的不同，可分成很多品种。

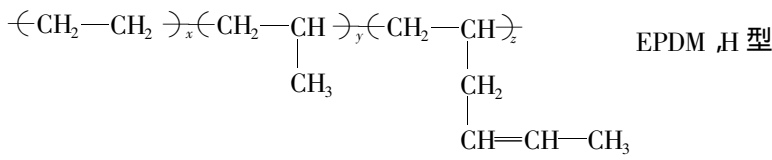
1. 乙丙橡胶的分类 主要按乙丙橡胶中所含单体分类，此外尚有热塑性、改性等类别。



二元及三元乙丙橡胶中尚有是否充油、三元乙丙橡胶中还有因第三单体数量不同而产生的不饱和度高低之分。

2. 乙丙橡胶的结构与性能 二元乙丙橡胶是一种饱和的弹性体，即分子链中不含双键，不能用硫黄硫化，但可用过氧化物（如 DCP）硫化。三元乙丙橡胶（丙烯含量约为 40% ~ 60%）虽然引入了少量的不饱和第三单体（含量约 1% ~ 2%），但双键都在侧链上，因此基本性能与二元乙丙橡胶无多大差异。它们的化学结构式分别表示如下：





乙丙橡胶的分子链上，丙烯链段以无定形排列，这就破坏了聚乙烯原来的结晶性，成为不规则共聚非结晶橡胶，同时又保留了聚乙烯的某些特性。乙丙橡胶与其它橡胶的性能比较见表 1－13。

表 1－13 乙丙橡胶与其它橡胶性能的比较

性 能 \ 胶 种	天然橡胶	丁苯橡胶	顺丁橡胶	丁基橡胶	氯丁橡胶	乙丙橡胶
耐热性（连续使用温度）/℃	90	90	90	118	105	150
耐低温性能（允许使用温度）/℃	－48	－25	－75	－25	－35	－57 ^①
耐臭氧性（50ml/m ³ ，38℃）		10h 出现裂纹				> 1000
耐候性（出现裂纹）/天	150	5 ^②				> 720
拉伸强度/MPa	30.0	20.0	20.0	15.0	25.0	25.0
电绝缘性/（Ω·cm）	~ 10 ¹⁵	~ 10 ¹⁵	~ 10 ¹⁵	~ 10 ¹⁸	~ 10 ¹²	~ 10 ¹⁶
充油性	良	可~良	优~良	劣	可~良	优
耐磨性	优	优	优	良	优~可	良
硫化速度	优	良	优~良	劣	可	可~劣
粘着性	优~良	良~可	可	可	良	劣

①－57℃变硬，－77℃变脆。
②70 天断裂。

三元乙丙橡胶基本上是一种饱和的高聚物，分子链上没有极性取代基团，分子链比较柔顺。与其它橡胶相比，在性能上的特点概述如下。

耐老化性能非常优异，是现有通用橡胶中最好的一种。抗臭氧老化特别好，在含臭氧 100ml/m³ 的介质中，乙丙橡胶经 2430h 后仍不龟裂，而丁基橡胶经 534h 即产生大的裂口，氯丁橡胶只有 46h 就产生裂口。在 3% 的臭氧浓度下，氯丁橡胶经过 7min 即有裂纹，而乙丙橡胶经过 1h 后仍无裂纹。

耐气候性好。乙丙橡胶暴露在阳光下 3 年不见裂纹，丁苯橡胶仅 5 天即发生裂口，70 天断裂，天然橡胶经 150 天就出现大的裂口。乙丙橡胶的抗大气老化性能见表 1－14。

表 1 - 14 三元乙丙橡胶的抗大气老化性能

物理性能	老化前	自 然 老 化		
		1 年后	2 年后	3 年后
硬度（邵尔 A）	63	69	69	70
拉伸强度/MPa	20.3	21.0	22.4	23.1
伸长率/%	560	490	440	410
表面状态	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂

耐热老化性能与氯磺化聚乙烯（CSM）和丁基橡胶相当。乙丙橡胶一般能在 150℃ 下长期使用，间歇使用可耐 200℃ 的温度，物理性能变化缓慢。

电绝缘性能优良，尤其是耐电晕性能十分突出，乙丙橡胶耐电晕可达 2 个月以上，而丁基橡胶不超过 2h。由于其吸水性小，即便浸水后，抗电性能也很好。

耐化学腐蚀。对各种极性化学药品、酸和碱有较大的抗耐性，长期接触以后，其性能变化不大。对烃类油和高浓度强酸的抗蚀性较差。

冲击弹性较好。回弹率可达 50% ~ 60%，仅次于顺丁橡胶和天然橡胶，而且在低温下，弹性保持性能较好，- 57℃ 才变硬，- 77℃ 变脆。

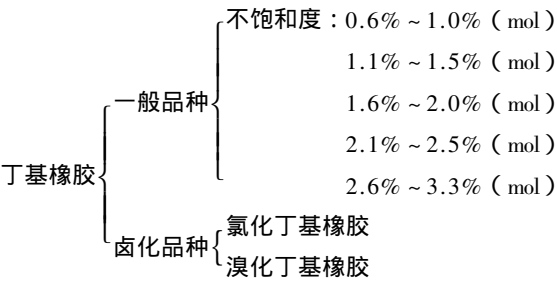
乙丙橡胶的最主要缺点是硫化速度慢；与其它不饱和橡胶并用难；自粘和互粘性都很差；工艺加工性能不好，因此限制了它的应用。

3. 乙丙橡胶的用途 根据乙丙橡胶的性能特点，主要应用于要求耐老化、耐水、耐腐蚀、电气绝缘几个领域，如用于轮胎的浅色胎侧、耐热运输带、电缆、电线、防腐衬里、密封垫圈、建筑防水片材、门窗密封条、家用电器配件、塑料改性等。

（七）丁基橡胶（IIR）

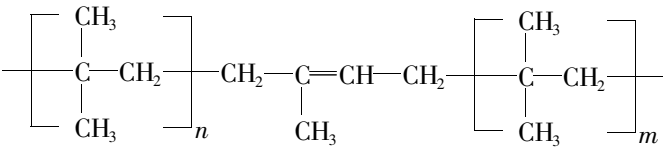
丁基橡胶是由异丁烯与具有双键的少量异戊二烯在三氯化铝或三氟化硼催化下，于低温（- 98 ~ - 103℃）下共聚而成的线型高聚物。这种橡胶外观为白色弹性体，相对密度为 0.91 ~ 0.92，分子量在 40 ~ 70 万之间，不饱和度极小。它是一种比较稳定的橡胶。

1. 丁基橡胶的分类 通常按所含硫化点单体异戊二烯的数量即不饱和度及是否卤化来分类的：



当然，上述品种中尚有不同门尼粘度的，例如有 $ML_{1+4}^{100^{\circ}C}$ 为 41 ~ 50、61 ~ 70、71 ~ 80 的，还有污染与非污染之分。

2. 丁基橡胶的结构与性能 丁基橡胶的化学结构式为：



丁基橡胶和乙丙橡胶一样，属于非极性饱和碳链橡胶，因此它和乙丙橡胶相似，具有这类橡胶的共性，即具有优异的化学稳定性和高绝缘性，又因其本身的结构特征，所以导致了某些不同于乙丙橡胶的特性。

丁基橡胶具有优良的化学稳定性、耐水性及绝缘性，这些性能若与乙丙橡胶相比均要稍逊一点，若与不饱和橡胶比则要好得多。它和乙丙橡胶一样也耐极性油，其低温性能也很好。

丁基橡胶的耐天候老化、耐光氧老化及耐臭氧老化性能也很好。特别是耐天候性，不需要使用特别的防老剂。又因分子结构中每隔一个碳原子都有两个侧甲基相连，结果体积效应较大，严重地限制了分子热运动能力，从而使丁基橡胶具有优异的气密性（见表 1 - 15）。

表 1 - 15 简单气体在聚合物中的扩散率 $D(298) / (10^{-10} \text{ m}^2/\text{s})$

聚 合 物	扩 散 气 体			
	N ₂	O ₂	CO ₂	H ₂
	$D(298)$	$D(298)$	$D(298)$	$D(298)$
聚丁二烯	1.1	1.5	1.05	9.6
顺式 1, 4 - 聚异戊二烯 (天然橡胶)	1.1	1.6	1.1	10.2
氯丁橡胶	0.29	0.43	0.27	4.3
丁苯橡胶	1.1	1.4	1.0	9.9
丁腈橡胶 80/20	0.50	0.79	0.43	6.4
丁腈橡胶 73/27	0.25	0.43	0.19	4.5
丁腈橡胶 68/32	0.15	0.28	0.11	3.85
丁腈橡胶 61/39	0.07	0.14	0.038	2.45
聚异丁烯 (丁基橡胶)	0.05	0.08	0.06	1.5
聚氨酯橡胶	0.14	0.24	0.09	2.6
硅橡胶	15	25	15	75

续表

聚 合 物	扩 散 气 体			
	N ₂	O ₂	CO ₂	H ₂
	D (298)	D (298)	D (298)	D (298)
反式 1, 4- 聚异戊二烯 (古塔波胶)	0.50	0.70	0.47	5.0
高密度聚乙烯	0.10	0.17	0.12	—
低密度聚乙烯	0.35	0.46	0.37	—
聚苯乙烯	0.06	0.11	0.06	4.4
聚氯乙烯	0.004	0.012	0.0025	0.50

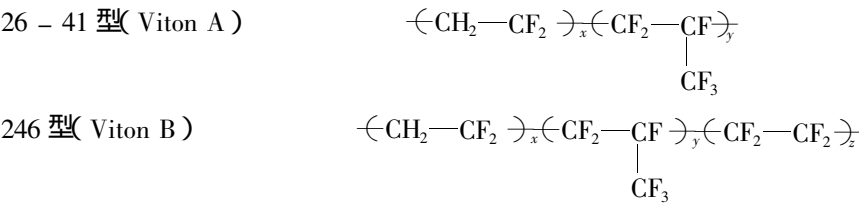
丁基橡胶低温下不易结晶，高拉伸下才出现结晶，伸长率低于 150% 也未见结晶；若低于 - 40℃ 以下，再加上拉伸的条件，结晶则较快，未补强橡胶拉伸强度可达 14 ~ 21MPa，但为了进一步提高它的耐磨、抗撕裂等力学性能，往往还需要补强。在通用橡胶中丁基橡胶的弹性是最低的，室温下冲击弹性仅为 8% ~ 11%。丁基橡胶具有较好的阻尼性，即吸收振动性。它在宽的温度范围和非常宽的频率范围内可以保传 $\tan\delta \geq 0.5$ ，是最好的阻尼材料。

3. 丁基橡胶的用途 丁基橡胶主要用于轮胎业，特别适用于做内胎、胶囊、气密层、胎侧以及胶管、防水建材、防腐蚀制品、电气制品、耐热运输带等。

(八) 特种合成橡胶

特种合成橡胶是指用途特殊、用量较少的一些橡胶，其用量大约占橡胶总用量的 1%。特种橡胶包括氟橡胶、硅橡胶、聚氨基甲酸酯橡胶等近 10 种。这些橡胶多属饱和橡胶，主链有的是碳链的，也有的是杂链的。除硅橡胶之外都是极性的。由于这些橡胶结构上的多样性，所以性能上各独具特色，也正是这些独特的性能才能满足那些独特的要求。因此，这些橡胶尽管用量很少，也是很重要的。

1. 氟橡胶 氟橡胶是指一组分子链侧基含氟的弹性体，有 10 种，其中普遍使用的是偏氟乙烯与全氟丙烯或再加上四氟乙烯的共聚物。我国称这类胶为 26 型氟胶，杜邦公司称为 Viton 型氟橡胶，结构式如下：

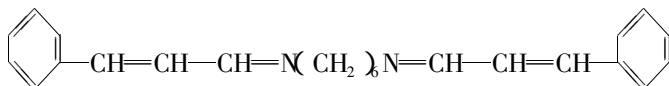


氟橡胶属碳链饱和极性橡胶，性能特点如下。

氟橡胶的耐高温性能在橡胶材料中是最高的，在 250℃ 下可长期工作，320℃ 下可短

期工作；其耐油性在橡胶材料中也是最好的；耐化学药品性及腐蚀介质性在橡胶材料中还是最好的，能耐王水的腐蚀；它具有阻燃性，属离火自熄型的橡胶；它还有耐高真空性，可达 $1.33 \times 10^{-7} \sim 1.33 \times 10^{-8}$ Pa 的真空度。但氟橡胶的弹性较差，耐低温性及耐水等极性物质性能不够好。近年来杜邦公司开发的全氟醚橡胶改善了耐低温性能，Viton G 型橡胶改善了耐水性，并适于在含醇的燃料中工作。

26 型氟橡胶一般用亲核试剂交联，例如保护胺， N, N' -双亚肉桂基-1,6-己二胺，即 3[#] 硫化剂，结构式如下：



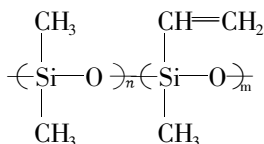
配合中一般要用吸酸剂（常用氧化镁），填料常用中粒子热裂法炭黑（MT）、煤粉和无机填料等。其 26-41 型氟橡胶典型配合如下：

26-41 型 100, 3[#] 硫化剂 3, MgO 15, MT 20

其加工过程需要两段硫化，目的在于驱赶低分子物质，进一步完善交联、提高抗压缩永久变形性能等。

2. 硅橡胶 硅橡胶是指分子主链为—Si—O—无机结构，侧基为有机基团（主要为甲基）的一类弹性体。这类弹性体按硫化机理可分为有机过氧化物引发自由基交联型（热硫化型）、缩聚反应型（室温硫化型）及加成反应型。

硅橡胶属于半无机的饱和、杂链、非极性弹性体、典型代表为甲基乙烯基硅橡胶。它的结构式如下：



乙烯基单元含量一般为 0.1% ~ 0.3% (mol)，起交联点作用，硅橡胶性能特点为：耐高低温性能好，使用温度范围 -100 ~ 300℃，与氟橡胶相当；耐低温性在橡胶材料中是最好的；还具有优良的生物医学性能，可植入人体内；具有特殊的表面性能，表面张力低，约为 2×10^{-2} N/m，对绝大多数材料都不粘，有极好的疏水性；具有适当的透气性，可以做保鲜材料；具有无与伦比的绝缘性能，可做高级绝缘制品；具有优异的耐老化性能，但耐密闭老化特别在有湿气条件下的老化性能不够好，机械强度在橡胶材料中是最差的。

一般硅橡胶用有机过氧化物硫化，因为它本身纯胶拉伸强度只有约 0.3MPa，必须用补强剂。最有效的补强剂是气相法白炭黑，同时需配合结构控制剂及耐热配合剂。常用的耐热配合剂为金属氧化物，一般用 Fe_2O_3 ~ 5 份。常用的结构控制剂如二苯基硅二醇、硅氮烷等。典型配方如下：

甲基乙烯基硅橡胶 (110-2)	100	三氧化二铁	5
气相法白炭黑	45	膏状过氧化苯甲酰 (50% 含量)	1
二本基硅二醇	3		

硅橡胶一般也需要二段硫化。

3. 聚氨基甲酸酯橡胶 分子链中含 -(NH-C(=O)-O)- 结构的弹性体称为聚氨基甲酸酯橡胶 (聚氨酯橡胶)。按照加工形式聚氨酯橡胶可分为三类:

浇注型: 液体橡胶, 利用端基扩链 (交联作用) 成型;

混炼型: 一般固体橡胶加工方法;

热塑型: 热塑性弹性体。

按分子链中柔性链的结构又可以分为两类:

聚酯型: 柔性链段为聚酯;

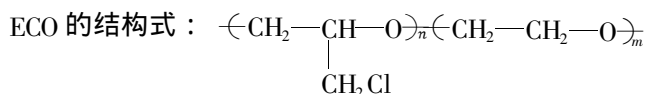
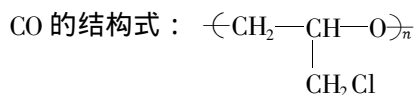
聚醚型: 柔性链段为聚醚。

聚氨酯橡胶的性能特点如下。

很高的机械强度, 在橡胶材料中它具有最高的拉伸强度, 一般可达 28.0 ~ 42.0MPa; 抗撕裂强度达 63.0kN/m; 伸长率可达 1000%; 硬度范围宽, 硬度 (邵尔 A) 为 10 ~ 95。

在橡胶材料中耐磨性最好, 比天然橡胶好 9 倍; 耐水性及耐高温性不够好; 具有较好的粘合性, 在胶粘剂领域获广泛应用; 气密性与丁基橡胶相当; 低温性能聚酯型可在 -40℃ 低温下使用, 聚醚型可在 -70℃ 下使用; 其耐油性也较好; 具有较好的生物医学性能, 可作为植入人体的材料。

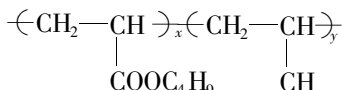
4. 氯醚橡胶 氯醚橡胶是指侧基上含有氯的主链上有醚键的橡胶, 它是由环氧氯丙烷均聚的弹性体 (常用 CHR 表示, 我国代号为 CO), 或环氧氯丙烷与环氧乙烷共聚的弹性体 (常用 CHO 表示, 我国代号 ECO), 为饱和杂链极性弹性体。所用的单体为环氧氯丙烷、环氧乙烷。



氯醚橡胶的特点是具有较好的综合性能。其耐热性能大致上与氯磺化聚乙烯相当, 介于丙烯酸酯与中高丙烯腈含量的丁腈橡胶间, 优于天然橡胶, 热老化变软。耐油耐寒性的平衡, CO 型与丁腈橡胶相当, 而 ECO 优于丁腈橡胶, 即 ECO 与某一丙烯腈含量的

丁腈橡胶耐油性相等时，其耐寒性比丁腈橡胶好，可降低 20°C 。其耐臭氧老化性介于二烯类橡胶与烯烃橡胶之间，CO 的气密性约为 IIR 的 3 倍。特别耐制冷剂氟利昂。耐水性 CO 与丁腈橡胶相当，ECO 介于 ACM 与丁腈橡胶之间。导电性 CO 与丁腈橡胶相当或略大，ECO 比丁腈橡胶大 100 倍。耐压缩永久变形性用三嗪类交联或者通过二段硫化可以获得改进。粘着性与氯丁橡胶相当。

5. 丙烯酸酯橡胶 (ACM) 这种橡胶由丙烯酸丁酯与丙烯腈或少许第三单体共聚而成，属饱和碳链极性橡胶，结构式如下：

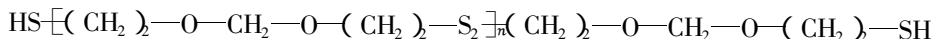


丙烯酸酯橡胶的主要特点是耐油，特别是耐含氯、硫、磷化合物为主的极压剂的极压型润滑油类；耐热仅次于硅橡胶和氟橡胶，可耐 $175 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 的高温，但不耐低温、不耐水。

交联可用胺类、有机过氧化物，引入第三单体的可用皂类交联。

6. 聚硫橡胶 聚硫橡胶是指分子链上有硫原子的弹性体，属杂链极性橡胶。聚硫橡胶分液态、固态及胶乳 3 种，其中液态橡胶应用最广，大约占总量的 80%。

液态聚硫橡胶的典型结构式如下：

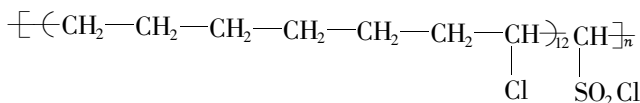


聚硫橡胶的性能特点是具有优秀的耐溶剂性能，耐许多化学药品。当采用特殊配合，在有适当底涂条件下，它对金属、水泥及玻璃的粘合性较好。该种橡胶也比较耐氧化及臭氧化。

聚硫橡胶主要做密封材料、填缝材料、腻子、涂料等。

7. 氯磺化聚乙烯橡胶 (CSM) 氯磺化聚乙烯是聚乙烯经氯化及磺化的产物。一般氯含量在 27% ~ 45% 间，最适宜的含量为 37%，这时弹性体刚性最低。硫含量为 1% ~ 5% 间，一般含量为 1.5% 以下，以磺酰氯形式存在于分子中，提供交联点。

典型的结构式如下：



由于氯含量及硫含量的变化，氯磺化聚乙烯有不同的牌号。

氯磺化聚乙烯是饱和性橡胶，而且含有氯磺酸基和氯原子，因此具有优异的耐臭氧老化、耐天候老化和耐热老化性能，还具有优良的不延燃性，其耐燃性仅次于氯丁橡胶。另外，它的物理机械性能良好，在 -40°C 下能保持一定的屈挠性能，它还具有中等程度的耐油性，以及较好的耐酸、碱等化学药品的性能。其缺点是压缩永久变形大，低温弹性差，耐油性远不如丁腈橡胶。

氯磺化聚乙烯橡胶主要用于制造胶管、胶带和各种特殊胶布制品，各种涂层，电线和电缆的保护皮等。

第二章 天然橡胶技术标准

第一节 天然生胶——颜色指数测定法

Raw natural rubber—Colour index test

GB/T 14796—93

本标准等效采用国际标准 ISO 4660—1991《天然生胶——颜色指数测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了按照标准色标测定天然生胶颜色的方法。

本标准适用于天然生胶颜色的测定。

2 引用标准

GB 8083 天然生胶 标准橡胶取样

GB 8084 天然生胶 样品的制备¹⁾

GB 3510 生胶和未硫化混炼胶的塑性测定 快速塑性计法

注：1) 国家标准 GB 8084 与国际标准 ISO 1796《生胶—样品制备的匀样方法》有异。但两种匀样方法对颜色指数测定值无差异。

3 原理

将生胶按规定厚度模压成圆盘状试片，然后将该试片与标准颜色玻璃片进行比较，尽可能使两者颜色相同。比色时，在漫射日光下进行，并以无光泽的白色背景衬托。

标准玻璃片是根据颜色（琥珀色）的色度划分成颜色指数的标度，指数值越高，颜色越深。

4 设备

4.1 实验室开放式炼胶机：符合 GB8084 规定。

4.2 模具：用不锈钢或铝制造，厚度为 $1.6 \pm 0.05\text{mm}$ ，开有直径约 14mm 的模腔，备有

与模具同材质的两块模盖板，厚度为 1~2mm。模具的规格如图 2-1 所示。

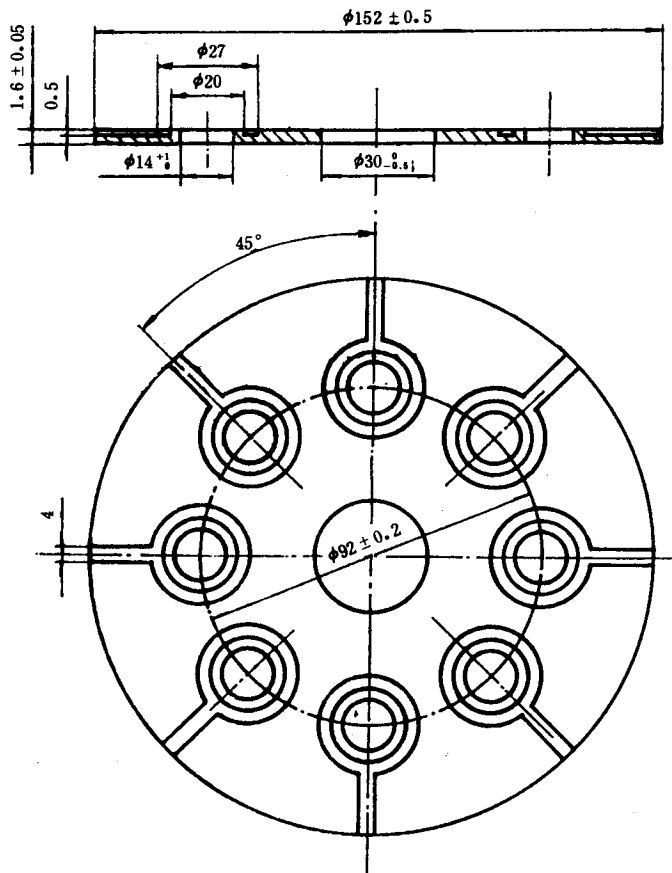


图 2-1 模具

4.3 平板硫化机：施于板面的压力不低于 3.5MPa，并保持热板的温度为 $150 \pm 3^{\circ}\text{C}$ ，热板规格以 200mm×200mm 为宜。

4.4 试片切割器：见 GB3510。

4.5 无色透明聚酯或纤维素薄膜，厚度约 0.025mm。

4.6 比色器，如图 2-2 所示。

4.7 标准颜色玻璃片：应符合标准玻璃片校正表要求（见表 2-1）。颜色指数标度 1~5 时，以半标度为分格，而在 5~16 时，以 1 标度为分格。

续表

颜色指数	使用标准光源 B 时 CIE ¹⁾ 的色度坐标系		
	X	Y	Z
2	0.367 2	0.377 0	0.255 8
2.5	0.373 8	0.380 4	0.245 8
3	0.377 6	0.385 5	0.236 9
3.5	0.384 2	0.389 6	0.226 2
4	0.388 0	0.393 5	0.218 5
4.5	0.392 5	0.397 9	0.211 0
5	0.396 5	0.400 3	0.203 2
6	0.405 0	0.408 9	0.186 1
7	0.414 1	0.412 4	0.173 6
8	0.412 6	0.418 6	0.159 8
9	0.430 2	0.423 0	0.146 9
10	0.437 1	0.425 9	0.137 0
11	0.443 9	0.427 0	0.129 0
12	0.449 1	0.430 8	0.120 0
13	0.454 2	0.432 9	0.113 0
14	0.461 0	0.435 0	0.104 0
15	0.466 2	0.436 1	0.097 7
16	0.471 0	0.438 9	0.090 0

注：1) CIE 为国际照明协会 (Commission Internationale de l'Eclairage) 的简称。标准光源 B 相当于日光的较黄色调 (色温 4870K)。

这些标准玻璃片亦称为拉维邦比色盘，4/19A 为 1 ~ 5 标度，4/19B 为 5 ~ 16 标度。

5 操作步骤

5.1 样品制备

将生胶按国家标准 GB 8084 规定的要求混合均匀。炼胶机使用之前必须清理干净。

5.2 试片制备

从混合均匀的小样中取试样 30g，将试样在室温下于炼胶机辊筒之间通过 3 次，在第二、三次通过时将胶片对折，调节辊距，使最终压出的胶片厚度约 1.7mm，胶片应质地均匀而没有空洞。立即将胶片对折，并用手轻轻压在一起，避免产生气泡。用切割器 (4.4) 从对折的胶片 (厚度为 3.2mm 至 3.6mm) 上切取两个圆试片 (直径约 13mm)，并轻轻压合在一起。

将试片放入模腔内 (4.2)，上、下覆盖聚酯或纤维素薄膜 (4.5)，盖上模盖板，在 150 ± 3℃ 加压 5 ± 0.2min，压力不低于 3.5MPa。将试片连同盖着的透明薄膜留在模具内待测。模压后的试片厚度不包括覆盖的薄膜应为 1.6 ± 0.1mm，而且不得有外来污染。

5.3 颜色比较

试片与标准颜色玻璃片（4.7）的比较，在漫射日光下进行，并以无光泽的白色背景为衬托，目测方向须正对试片的主表面。按照与试片颜色最接近的标准玻璃片颜色来确定试片的颜色指数。

比色时，首先在比色器的底板上放一张无光泽的白纸（按凸缘剪出圆孔），然后将拉维邦比色盘和装有试片的模具（连同覆盖的透明薄膜）装在凸缘部位上，盖上比色器盖板，进行颜色比较。

6 检验结果

胶样的颜色指数在 1 ~ 5 的范围内，则取最接近的半标度值；在 5 ~ 16 之内，取最接近的全标度值。

在个别情况下，橡胶呈现深黄色、绿色或灰色而无法进行颜色比较时，检验报告应写明颜色指数无法测定。

第二节 天然、合成生胶取样及制样方法

Rubber , raw , natural and synthetic Sampling and further preparative procedures

GB/T 15340—94

ISO1795:1992

本标准等同采用国际标准 ISO1795:1992 《天然、合成生胶取样及制样方法》。

1 范围

本标准规定了成包、成块及袋装生胶的取样方法，同时规定了由所取胶样制备理化测试试样的操作步骤。

2 引用标准

GB/T 1232 未硫化橡胶门尼粘度的测定

GB 6038 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序

GB 6378 不合格品率计量检查抽样程序及图表

GB/T 6737 合成生胶挥发分含量的测定

GB/T 8087 天然生胶挥发分含量测定法

GB/T 9869 橡胶胶料硫化特性的测定（圆盘振荡硫化仪法）

3 术语

本标准采用以下术语，其中“包”均包含“块”和“袋”（屑状、粉末状及片状胶均为袋装）。

3.1 批：品级和批号相同的全体胶包。

3.2 样品：抽选出代表批的一组胶包。

3.3 实验室样品：取自一个样品胶包并代表该胶包的胶样。

3.4 实验室混合样品：将各实验室样品等量混合制成的代表样品的胶样。

3.5 试料：取自实验室样品或实验室混合样品用于测试（包括试样制备）的胶样。

3.6 试样：取自试料用于某项测试的胶样。

4 抽样方法

样品的包数越多，样品对批的代表性越强。但在多数情况下要从实际考虑规定一个合理的限度。随机抽选的胶包数应当由供需双方商定；如果可行，可从 GB 6378 选一个统计抽样方案。

5 实验室样品的选取

实验室样品按下面推荐的方法从选出的各胶包选取：从胶包上去掉外层包皮、聚乙烯包装膜、胶包涂层或其他表面物；垂直于胶包最大表面切透两刀且不得用润滑剂；从胶包中部取出一整块胶。做仲裁检验应按此法取样；实验室样品也可从胶包任何方便的部位选取。

根据所要测试的项目，每个实验室样品的总量定为 600 ~ 1 500g。如果橡胶为屑状或粉末状，应从胶袋随机取出相同重量的胶样。

实验室样品如不马上进行测试，则应放入容积不超过样品体积两倍的防潮容器或包装袋中备验。

注：表层如被滑石粉或其他隔离剂沾污可以去掉。

6 取样报告

取样报告应包括以下内容：

- a. 鉴别样品所需全部细节，如批标记；
- b. 胶型及品级；
- c. 组成批的胶包或胶袋数量及类别；
- d. 样品的胶包或胶袋数量；
- e. 与本标准不同之处。

7 测试

每个实验室样品要单独测试、单独提出报告。

注：做质量检验时可用实验室混合样品测定化学性质和硫化特性。

8 试料制备

炼胶均采用符合 GB 6038 的开炼机。

8.1 天然橡胶

称取实验室样品，精确至 0.1g，将开炼机辊距调至 $1.3 \pm 0.15\text{mm}$ ；辊温保持在 $70 \pm 5^\circ\text{C}$ ，过辊 10 次使实验室样品均匀。第 2~9 次过辊时，将胶片打卷后把胶卷一端放入辊筒再次过辊，散落的固体全部混入胶中；第 10 次过辊后下片，将胶片放入干燥器冷却后重新称量，精确至 0.1g。

注：均匀化过程有挥发性组分损失，因而可用质量的初值和终值计算挥发分（见 GB/T 8087 烘箱法）。如果不立刻测挥发分，则将均匀化胶样放入容积不超过其体积两倍的密闭容器或用两层铝箔包紧备验。

8.1.1 化学和物理测试

从均匀化实验室样品剪取试样，按具体测试项目的要求分配试料。各项测试均按相应国家标准进行，挥发分含量按 GB/T 8087 规定的烘箱法测定。

8.1.2 门尼粘度

取 30~40g 均匀化胶样按 GB/T 1232 测门尼粘度。

8.1.3 硫化特性

按 GB 6038 和附录 B 规定方法用均匀化胶样测定硫化特性。

8.2 合成橡胶

8.2.1 化学物理测试

从实验室样品剪取 $250 \pm 5\text{g}$ 试料（如果是屑状胶或粉末胶，则随机取出相同重量的试料），按 GB/T 6737 规定的热辊法测挥发分含量。从测过挥发分的胶样取料进行规定的化学试验。

有些橡胶用热辊法会粘辊，如发生这种情况改用 GB/T 6737 烘箱法。即使采用烘箱法测挥发分含量，在进行化学测试前仍需用热辊法干燥胶样。如果做不到这一点，则直接从实验室样品取试料。

注：如果按第 7 条注的步骤测试，则将测过挥发分的各胶样按 8.2.2.2 规定的步骤混合制成 $250 \pm 5\text{g}$ 的实验室混合样品。

8.2.2 门尼粘度

8.2.2.1 直接法（优先采用）

从实验室样品剪取厚度适宜的试料，按 GB/T 1232 测定门尼粘度。试料应尽可能不带空气，以免夹带的空气附在转子和模腔表面。屑状或粒状胶应均匀分布在转子上下。

8.2.2.2 过混法

有时在测试前需用开炼机将胶压实（见 8.2.2.2 条注），对某种特定的橡胶，相应

的评价方法将规定是否采用过辊法，过辊应按下列步骤进行：

从实验室样品取约 $250 \pm 5\text{g}$ 试料，将开炼机辊距调至 $1.4 \pm 0.1\text{mm}$ ，辊筒表面温度保持在 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ ，将试料过辊 10 次（注意下面对顺丁胶、三元乙丙胶、氯丁胶和某些丁腈胶作了特别规定）。在第 2~9 次过辊时，将胶片对折，第 10 次过辊后不对折直接下片，随后按 GB/T 1232 测门尼粘度。

顺丁胶（BR）、三元乙丙胶（EPDM）：辊筒表面温度为 $35 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

氯丁胶（CR）：辊筒表面温度为 $20 \pm 5^\circ\text{C}$ ，辊距为 $0.4 \pm 0.05\text{mm}$ 过辊二次。

某些丁腈胶（NBR）：辊距为 $1.0 \pm 0.1\text{mm}$ ，辊筒表面温度为 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

注：在以下情况需采用“过辊法”：

- a. 橡胶多孔或极不均匀；
- b. 橡胶粘度过高；
- c. 半成品胶粉；
- d. 炭黑母炼胶。

过辊法测出的门尼粘度值与直接法测出的可能有差异，此外过辊法的测定结果再现性较差。

8.2.3 硫化特性

从实验室样品剪取试料（如为屑状或粉末状胶，则随机取料），按与被测胶相应的评价方法测定硫化特性。

如按第 7 条注的步骤，则从各实验室样品取足胶样，以混炼程序初始操作步骤制备适量混合实验室样品。

附 录 A 天然橡胶鉴定程序 (补充件)

A1 范围

本附录规定了生胶的物理和化学试验方法以及评价天然橡胶（NR）硫化特性用的标准材料、标准试验配方、设备和加工方法。

A2 引用标准

GB/T 528 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定

GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB/T 3510 生胶和混炼胶的塑性测定 快速塑性计法

GB 6038 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化 设备及操作程序

GB/T 8085 天然生胶 灰分含量的测定法

GB/T 8086 天然生胶 挥发物含量的测定法

A3 取样和制样方法

A3.1 应当采用本标准所述方法制备质量约 1 500g 的实验室样品。

A3.2 试料制备应符合本标准的规定。

A4 生胶的物理和化学试验

A4.1 门尼粘度

按照 GB/T 1232 的规定测定按 A3.2 条规定所制备试样的门尼粘度。记录 ML (1 + 4) 100℃的结果。

A4.2 挥发分

按照 GB/T 8086 的规定用烘箱法测定按 A3.2 条规定所制备试样的挥发分含量。

A5 试验胶料的制备

推荐用三种配方：

- a. 天然橡胶硫化特性对比试验用两种非炭黑填充纯胶配方。
- b. 天然橡胶硫化特性对比试验用填充炭黑胶料配方。

注：它也可用于异戊胶（IR）的对比试验。

A5.1 标准试验配方

标准试验配方列于表 A1。

表 A1 标准试验配方

原材料	NIST 标准 参比材料	质量份数		
		配方 1 ACSI	配方 2 TBBS	配方 3 填充炭黑
天然橡胶	—	100.00	100.00	100.00
氧化锌	370	6.00	6.00	5.00
硫黄	371	3.50	3.50	2.25
硬脂酸	372	0.50	0.50	2.00
油炉法炭黑（HAF ¹⁾	IRB	—	—	35.00
MBT ²⁾	383	0.50	—	—
TBBS ³⁾	384	—	0.70	0.70
		110.50	110.70	144.95

注：1) 可以使用 NBS378 代替目前的工业参比炭黑，但所得结果可能稍有不同。

2) 2- 巯基苯并噻唑。

3) N- 叔丁基- 2- 苯并噻唑次磺酰胺。这种促进剂应为粉状，初始的醚或乙醇不溶物含量不得超过 0.3%。这种材料应在室温、密闭容器内贮存，每隔 6 个月检查一次醚或乙醇不溶物的含量。如果发现不溶物含量超过了 0.75%，则材料应废弃或重结晶。

原材料应为表 A1 中所示的 NIST 标准参比材料或其他相当的国家标准参比材料。

A5.2 程序

A5.2.1 设备和程序

配料、混炼和硫化的设备及操作程序应符合 GB 6038 的规定。混炼过程中开炼机辊筒表面温度应始终保持 $70 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。生胶应按照本标准的规定均化。

A5.2.2 配方 1 和 2 (纯胶胶料) 的混炼程序

A5.2.2.1 生胶在辊距为 0.2mm 的辊筒间通过两次, 不包辊。

A5.2.2.2 将辊距调至 1.4mm, 使生胶包辊。包辊胶平滑后, 将辊距调至 1.8mm。持续时间 4min。

A5.2.2.3 加氧化锌、硬脂酸、硫黄和 MBT 或 TBBS。持续时间 4min。

A5.2.2.4 从开炼机每一侧, 进行 3 次 $3/4$ 割刀。持续时间 3min。

A5.2.2.5 从开炼机上取下胶料。将辊距调至 0.8mm, 让打卷胶料从一端送入过辊 6 次。持续时间 2min

以上总计时间 13min。

A5.2.2.6 核对胶料质量 (见 GB 6038)。如批料质量与理论值之差超过 0.5%, 则废弃该批料并重新进行混炼。

A5.2.2.7 从批料上割取足量胶料进行硫化仪试验, 如果需要, 按照 GB/T 1232 的规定测定未硫化胶料的门尼粘度。将胶料压成约 2.2mm 厚的胶片, 用于制备试验用胶片, 或压成适当厚度的胶片, 用于制备 GB/T 528 环形试样。

A5.2.2.8 混炼后胶料在硫化前应调节 2 ~ 4h, 如果可能应在 GB 2941 规定的标准温度和湿度下调节。

A5.2.3 用母炼胶混炼配方 1 和 2 (纯胶胶料) 的混炼程序

促进剂、硫黄或填充剂可以混入胶中制成母炼胶。这种工艺除便于操作外, 还可改善配合剂混入的精度。

制备母炼胶和纯胶试验胶料的程序见附录 B。

A5.2.4 配方 3 (填充炭黑胶料) 的混炼程序

A5.2.4.1 将生胶加到辊距为 0.5mm 的开炼机上, 塑炼至获得平滑的包辊胶和滚动积胶为止。

塑炼后, 按照 GB/T 3510 的规定测定快速塑性值。快速塑性值不得超过 45, 此值约相当于按 GB/T 1232 规定测定的 70 个门尼粘度值。混炼过程如下:

a. 将开炼机辊距调至 1.4mm, 使塑炼胶包辊。持续时间 1min。

b. 加入硬脂酸, 在开炼机每一侧进行一次 $3/4$ 割刀。持续时间 1min。

c. 加入氧化锌和硫黄, 在开炼机每一侧进行一次 $3/4$ 割刀。持续时间 2min。

d. 在整个辊筒上均匀地加入炭黑。在约混入二分之一炭黑后, 将辊距调至 1.9mm, 在开炼机每一侧进行一次 $3/4$ 割刀, 然后加入其余炭黑。所有炭黑都加入后, 在开炼机

每一侧进行一次 3/4 割刀。要确保把落入落料盘中的炭黑加到胶料里。持续时间 10min。

e. 加入 TBBS，在开炼机每一侧进行三次 3/4 割刀。持续时间 3min。

f. 从开炼机上取下胶料。将辊距调至 0.8mm，使打卷胶料水平地通过辊筒 6 次。持续时间 3min。以上总计时间 20min。

A5.2.4.2 核对胶料质量，如胶料质量与理论值之差超过 0.5%，则废弃该批料并重新进行混炼。

A5.2.4.3 从胶料上割取足量胶料进行硫化仪试验，如果需要，则按照 GB/T 1232 的规定测定未硫化胶料的门尼粘度。将胶料压成约 2.2mm 厚的胶片，用于制备试验用胶片，或压成适当厚度的胶片，用于制备环形试样。

A5.2.4.4 混炼后的胶料硫化前应调节 2~24h，如果可能，应在 GB 2941 规定的标准温度和湿度下调节。

A6 用硫化仪评价硫化特性

按照 GB/T 9869 的规定，测定下列试验参数： M_L ， M_{HR} ， t_{si} ， $t_{d(50)}$ ， $t_{d(90)}$ 。

使用的试验条件如下：

振荡频率 1.7Hz (100r/min)

振荡弧度 1°

选择量程 应选择在 M_{HR} 时至少能达到全量程的 75%

模腔温度 $160 \pm 0.3^\circ\text{C}$

预热时间 无

A7 硫化胶拉伸性能的评估

分别将胶片在 140℃ 下硫化 20、30、40 和 60min。将硫化胶片在 GB 2941 规定的标准温度和湿度下调节 16~96h。按照 GB/T 528 的规定测量硫化胶拉伸性能。

A8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a. 引用本标准的说明。

b. 鉴定样品所需的全部详情。

c. 所用的标准试验配方。

d. 所用的参比材料。

e. 测定挥发分含量所用的方法。

f. 达到 A6 中 M_{HR} 的时间。

g. A6 中所用的硫化仪试验 (GB 9869)。

h. 测定过程中出现的异常情况。

i. 未包括在本标准或引用标准内的操作步骤以及任选操作步骤，例如是否使用了母

炼胶。

- j. 试验结果和表达结果使用的单位。
- k. 试验日期。

附 录 B

使用母炼胶制备纯胶胶料的程序

(补充件)

B1 母炼胶配方

制备母炼胶的生胶质量应与所测试的生胶类似。所用配合材料的重量比例见表 B1。

表 B1

母炼胶	促进剂 M	硫 黄	促进剂 NS
原材料	质 量 份 数		
天然橡胶	100	100	100
氧化锌	120	120	100
硬脂酸	10	10	40
促进剂 M	20	—	—
促进剂 NS	—	—	28
硫黄	—	140	—
总计	250	370	268

B2 试验胶料配方

试验胶料的成分见表 B2。

表 B2

	质 量 份 数	
	ASC1	促进剂 NS
试验生胶	95.00	95.00
促进剂 M 母炼胶	6.25	—
促进剂 NS 母炼胶	—	6.45
硫黄母炼胶	9.25	9.25
总计	110.50	110.70

B3 用开炼机混炼程序的母炼胶制备

混炼过程中用自来水使开炼机辊筒保持冷却，混炼过程如下：

- a. 将辊距调至 0.6mm，使生胶包辊并进行塑炼。操作时间 1min。
- b. 加氧化锌、硬脂酸以及促进剂 M 或 NS 或硫黄。逐渐加大辊距以保持滚动积胶。

当约加入 80% 原材料时 (辊距约为 1.0mm), 从辊筒每一侧进行一次 3/4 割胶。操作时间 2min。

c. 混入剩余原材料, 当粉料全部吃尽后, 从辊筒每一侧进行 3/4 割胶, 直至分散完全均匀。操作时间 5min。

以上总操作时间 8min。

d. 从开炼机上割下母炼胶并检查总质量。

e. 用环境温度的自来水将辊筒冷却至 $27 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

f. 将辊距调至尽量小的间隙, 将母炼胶通过辊筒碾压 3 次, 每次过辊时都将胶料卷成三角包。将辊距调至 1.4mm, 将母炼胶下片。

将母炼胶贮存于温度 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的密闭容器中。贮存期不超过 3 个月。

B4 试验胶料的制备

混炼期间开炼机辊筒表面温度应保持在 $70 \pm 5^{\circ}\text{C}$, 混炼过程如下:

a. 将辊距调至 0.8mm, 使生胶包辊。从每一侧进行两次 3/4 割胶。操作时间 0.75min。

b. 加促进剂 M 或 NS 和硫黄母炼胶。从每一例进行 6 次 3/4 割胶。操作时间 2.00min。

c. 从开炼机上割取全部胶料, 使打卷胶料垂直通过辊筒两次。操作时间 0.25min。

以上总操作时间 3.00min。

d. 将辊距调至 1.4mm 下片。

混炼后和硫化前将胶料置于 GB 2941 规定的温度和湿度下调节 2 ~ 24h。

第三节 天然生胶——胶清橡胶

NY 229—94

1 主题内容与适用范围

本标准规定了天然生胶胶清橡胶三个级别最低质量规格和检验方法, 包装, 标志, 贮存和运输。

本标准适用于天然胶乳离心浓缩过程中分离出来的胶清, 经加工而成的胶清橡胶。

2 引用标准

GB 3510 生胶和未硫化混炼胶的塑性测定 (快速塑性计) 法

GB 3517 天然生胶 塑性保持指数的测定

GB 8083 天然生胶 标准橡胶取样

- GB 8084 天然生胶 样品的制备
- GB 8085 天然生胶 灰分含量测定法
- GB 8086 天然生胶 杂质含量测定法
- GB 8087 天然生胶 挥发物含量测定法
- GB 8088 天然生胶 氮含量测定法

3 技术要求

根据胶清橡胶性能之差异分为 3 个质量级别，见下表 2-2。

表 2-2

质 量 项 目	级 别 限 值			检验方法
	1 级	2 级	3 级	
杂质含量 ,% (m / m) , 最大值	0.05	0.07	0.10	GB 8086
塑性初值 (P ₀) , 最小值	25	25	25	GB 3510
塑性保持指数 (PRI) , 最小值	35	25	15	GB 3517
氮含量 ,% (m / m) , 最小值	2.4	2.6	2.8	GB 8088
挥发物含量 ,% (m / m) , 最大值	2.0	2.0	25	GB 8087
灰分含量 ,% (m / m) , 最大值	0.80	1.0	1.0	GB 8085
包装标志或字体颜色	黑 色			

4 试验方法

4.1 杂质含量，按照 GB 8086 规定的方法进行试验。

试验时必须注意：加热溶解时，溶解温度不得超过 150℃。尤其是在未充分溶解之前。加热过程中要经常用玻棒搅拌烧杯或烧瓶的内容物，以防橡胶粘结在烧杯或烧瓶底，甚至焦化。若已焦化，必须重新试验。

4.2 塑性初值 (P₀)，按照 GB 3510 规定的方法进行试验。

4.3 塑性保持指数 (PRI)，按照 GB 3517 规定的方法进行试验。

4.4 氮含氮，按照 GB 8088 规定的方法进行试验。根据胶清橡胶氮含量高的特点，可适当地增加硫酸标准溶液的浓度，例如 0.02mol/L。胶清橡胶的氮含量以橡胶的质量百分数表示，由下列计算公式给出：

$$\begin{aligned} \text{氮含量 (\%)} &= \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 0.028}{m} \times 100 \\ &= \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 2.8}{m} \end{aligned}$$

式中：c——硫酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V₁——空白试验所需的硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

V₂——试样所需的硫酸标准滴定溶液的体积 mL；

m ——试样质量，g；

0.028——与 1mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的氮的质量，g。

5 检验规则

按照 GB 8083 规定的方法抽取样品，按照 GB 8084 规定的方法制备样品。橡胶样品经本标准规定的试验方法进行检验，各项的检验结果必须符合表中所列级别的极限值。按所规定的极限值分级。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 包装

胶包用聚乙烯薄膜和聚丙烯编织袋双层包装，每包净重 50kg，胶包体积：长 × 宽 × 高为 $(60 \pm 2)\text{cm} \times (40 \pm 2)\text{cm} \times (20 \pm 5)\text{cm}$ 。

橡胶必须充分干燥，不得包入夹生胶。因为胶清橡胶非胶组分较高，很容易吸潮，要及时包装并注意包装严密，以防受潮而导致橡胶变质。

6.2 标志

在胶包最大的一面，用黑色字体标明：胶清橡胶、级别、净重、生产厂名或代号、生产日期。

6.3 贮存和运输

存放胶包的仓库要清洁，通风良好、干燥、不漏雨。库内气温宜较低，最好不超过 35°C ，尽量保持较低的相对温度。胶包不得受阳光直射。

胶包要分级别堆放，置于离地高 30cm 以上和离墙 30 ~ 50cm 的木板上。胶包不得与铜和锰的盐类或氧化物接触，不得与油类和易燃物一起存放。

装运胶包的车厢需清洁和干燥，要有遮盖，以防日晒和雨水淋湿而导致橡胶霉变。

第四节 天然生胶——标准橡胶规格

Raw natural rubber—Standard rubber Specifications

GB/T 8081—1999 eqv ISO 2000 : 1989

代替 GB/T 8081—1987

1 范围

本标准规定了天然生胶六个等级的最低质量要求和相应的检验方法。

本标准适用于我国各级别的天然生胶标准橡胶。

除恒粘胶（CV）和浅色胶（L）之外，生胶各个级别都是以其杂质含量的最高数值来定名的，而恒粘胶和浅色胶则根据规定的特性，如恒粘胶级别以粘度稳定度来定名，而浅色胶级别以浅色来定名。恒粘胶和浅色胶的最高杂质含量与 5 号胶相同。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 1232—1992 未硫化橡胶门尼粘度的测定（neq ISO 289：1985）
- GB/T 3510—1992 生胶和混炼胶的塑性测定 快速塑性法（eqv ISO 2007：1991）
- GB/T 3517—1992 天然生胶 塑性保持率的测定（neq ISO 2930：1981）
- GB/T 4498—1997 橡胶 灰分的测定（eqv ISO 247：1990）
- GB/T 6737—1997 生橡胶 挥发分含量的测定（eqv ISO 248：1991）
- GB/T 8086—1987 天然生胶 杂质含量测定法（neq ISO 249：1974）
- GB/T 8088—1987 天然生胶 氮含量测定法（neq ISO 1656：1974）
- GB/T 14796—1993 天然生胶 颜色指数测定法（eqv ISO 4660：1991）
- GB/T 15340—1994 天然、合成生胶取样及制样方法（idt ISO 1795：1992）

3 取样

天然生胶应按 GB/T 15340 进行取样或按有关协定的方法取样。

4 要求

- 4.1 按本标准规定供应的生胶不得含有胶清橡胶。
- 4.2 批样中的每一个胶包都应进行检验，以确定是否符合表 2－3 所列的技术要求。

表 2－3 技术要求

性 能	各级橡胶的极限值						检 验 方 法
	恒粘胶 （ SCR CV ）	浅色胶 （ SCR L ）	5 号胶 （ SCR5 ）	10 号胶 （ SCR10 ）	20 号胶 （ SCR20 ）	50 号胶 （ SCR50 ）	
	颜色标志						
	绿	绿	绿	褐	红	黄	
留在 45 μ m 筛上的 杂质含量 ,% (m/m) , 最大值	0.05	0.05	0.05	0.10	0.20	0.50	GB/T 8086
塑性初值 , 最小值	—	30	30	30	30	30	GB/T 3510

续表

性 能	各级橡胶的极限值						检验方法
	恒粘胶 (SCR CV)	浅色胶 (SCR L)	5 号胶 (SCR5)	10 号胶 (SCR10)	20 号胶 (SCR20)	50 号胶 (SCR50)	
	颜色标志						
	绿	绿	绿	褐	红	黄	
塑性保持率, 最小值	60	60	60	50	40	30	GB/T 3517
氮含量 ,% (m/m), 最大值	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	GB/T 8088
挥发物含量 ,% (m/m), 最大值	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	GB/T 6737
灰分含量 ,% (m/m), 最大值	0.6	0.6	0.6	0.75	1.0	1.5	GB/T 4498
颜色指数, 最大值	—	6	—	—	—	—	GB/T 14796
门尼粘度 , ML (1 + 4) 100℃	($65 \pm 5^{1)}$	—	—	—	—	—	GB/T 1232
1) 可接用户要求生产其他粘度级别的恒粘胶。							

注：一般认为杂质含量和塑性保持率 (PRI) 是主要的规格参数。

5 合格准则

如果批样中只有一个胶包的某一项性能测定值的结果超出表 2 - 3 所列的极限值，如果同时有另一个胶包的另外一项性能测定值的结果超出其极限值，则应认为这一批生胶仍符合本标准规格的要求。此外，也可以由有关各方协商以确定合格的条件。

第五节 天然生胶——标准橡胶包装、标志、贮存和运输

Raw natural rubber—Standard rubber—Packing ,
marks , storage and transportion

GB/T 8082—1999
代替 GB/T 8082—1987

1 范围

本标准规定了标准橡胶的包装规格、标志和代号、运输贮存和导则。

本标准适用于我国各级别的天然生胶标准橡胶。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 8081—1999 天然生胶 标准橡胶规格 (eqv ISO 2000:1989)

ISO 7664:1984 天然生胶和合成生胶 贮存导则

3 标准橡胶的包装和标志

3.1 包装、重量和尺寸

3.1.1 胶包用聚乙烯薄膜和聚丙烯编织袋双层包装。

3.1.2 胶包重量和尺寸：每包净重 $40\text{kg} \pm 0.2\text{kg}$ ；胶包长为 $600\text{mm} \pm 20\text{mm}$ ，宽为 $400\text{mm} \pm 20\text{mm}$ ，高为 $200\text{mm} \pm 20\text{mm}$ 。

3.2 标志

国产标准橡胶使用“SCR”代号（其中S代表“标准”，C代表“中国”，R代表“橡胶”，即标准中国橡胶），使之与国际常用的代号对应。六个级别的橡胶代号分别为SCR CV（恒粘胶）、SCR L（浅色胶）、SCR5（5号胶）、SCR10（10号胶）、SCR20（20号胶）和SCR50（50号胶）。

在每个胶包外袋最大一面标志注明：标准橡胶级别代号、净重、生产厂名或厂代号、生产日期和生产许可证编号。标志的颜色按GB/T 8081规定执行。如使用每箱1t有托板的包装箱，还应在箱外加涂各项标志。

4 标准橡胶的贮存和运输

4.1 胶包贮存要分种类和级别堆放，置于离地面高度30cm以上和距离墙壁50cm以上的木板上。堆放高度为4~6层胶包，堆长不限。在各堆胶包之间留有通道，以便取出和运输。

4.2 堆放胶包的仓库，要求通风良好、干燥、不漏雨。仓库内气温不应超过 35°C ，并尽量保持较低的相对湿度。胶包不得受阳光直射。

4.3 仓库要清洁。胶包不得与铜和锰的盐类或氧化物接触，不得与油类和易燃物品一起贮存。

4.4 胶包运输时须用干燥和清洁车厢装运，盖好篷布，以防阳光照射或雨水淋湿导致橡胶发霉变质。

4.5 存货周转，可参照ISO 7664推荐的方案执行，生胶留在仓库时间应尽量短，贮存在仓库中的橡胶应按照“先进货先发货”的原则发货。

第六节 天然生胶——标准橡胶取样

Raw natural rubber—Standard rubber—Sampling

UDC 678.4.032 : 543.05

GB 8083—87

本标准参照采用国际标准 ISO 1795—1974《成包生胶 取样》。

1 适用范围

本标准规定了用户从成包天然生胶——标准橡胶中取样的方法。

本标准主要供验收货物使用，不适用于生产质量控制。

2 定义

本标准使用如下定义：

2.1 整批：是指标有相同批号和相同级别的全体胶包。

2.2 大样品：是指选取出能代表整批胶的一组胶包。

2.3 小样品：是指从大样品胶包中的一包所取出的胶样。

2.4 样品：是指将小样品混合均匀，从其中取出部分供检验使用的橡胶。

3 取样方法

3.1 大样品胶包取样方法

从整批胶包总数随机选取大样品胶包的数量应按表 2—4 执行。

表 2—4

整批胶包的总数	选取大样品胶包的数量
< 40	4
40 ~ 100	7
> 100	10

3.2 小样品的取样方法

将每个选取出的大样胶包，除去外包皮胶片、塑料包装材料、涂包材料或胶包表面其他材料，平放在清洁的平台上，用干燥、清洁的刀，将整个胶包切开，切割时不用润滑剂。对颗粒胶压成的块状胶，切割方向垂直于胶包的最大表面；对片状胶或其他种类的橡胶，切割方向垂直于胶片的表面。连续切取 150 ~ 600g 橡胶作为小样品。

3.3 样品的取样方法

将取得的全部小样品，按 GB 8084—87《天然橡胶 样品的制备》规定的条件、设备和方法混合均匀后，取出 600 ~ 1000g 作为样品，进行双份检验，用平均值计算质量的数值。

4 取样报告

取样报告应包括下列项目：

4.1 组成整批胶包的包数和级别。

4.2 组成大样品胶包的包数。

4.3 为了充分判别该样品所要求的全部详细资料。

第七节 天然生胶——样品的制备

Raw natural rubber—Sample preparation

UDC 678.4.032 : 543.05

GB 8084—87

1 适用范围

本标准规定了从按照 GB 8083—87《天然生胶 标准橡胶取样》所取得的样品制备检验用样品的方法。

2 引用标准

GB 8083—87《天然生胶 标准橡胶取样》

3 试验设备

实验室开放式炼胶机。

3.1 辊筒工作部分的直径为 $150 \pm 5\text{mm}$ ，辊筒工作部分的长度为 250 ~ 280mm。

3.2 前辊筒的转速为 $24 \pm 1\text{r/min}$ ，前辊筒与后辊筒的速比为 1:1.4。

3.3 辊距至少可在 0.2 ~ 3.0mm 的范围内调整。测定辊距的方法如下：用一块混炼胶，其尺寸约为 $75 \times 75 \times 6\text{mm}$ ，门尼粘度大于 50 (ML1 + 4, 100℃) 从辊筒之间的间隙中间通过。在此同时，在辊筒之间的间隙两端，约距离挡板 25mm 处各插入一块铅片，其宽度至少为 $10 \pm 3\text{mm}$ ，长度至少为 50mm，厚度要比测定的辊距大 0.25 至 0.50mm。两辊筒应保持试验操作所规定的温度。铅片通过辊筒之后，用测厚计测量其厚度，准确到 $\pm$

0.01mm。

4 样品的制备

4.1 按照 GB 8083—87《天然生胶 标准橡胶取样》取得的所有样品，必须通过实验室开放式炼胶机（3）的辊筒滚压六次，使之混合均匀。混合时辊距为 $1.65 \pm 0.05\text{mm}$ ，辊筒用室温的流水冷却。第二次过辊到第五次过辊期间，在样品完全通过辊筒之间的间隙之后，把橡胶卷起来，接着把橡胶卷竖立放入辊筒之间作下一次过辊。辊筒下要有清洁的托盘。每次过辊时，要把任何散落的固体物质放回到橡胶样品中去。第六次过辊时，把橡胶压出成片。

4.2 样品经以上处理混合均匀后，按所需的各项检验，包括可能要重复检验的需要来分配样品。样品分配好之后，分别用塑料袋装好并密封，作为检验使用。余下的样品封存备用。

第八节 天然生胶 杂质含量测定法

Raw natural rubber—Determination of dirt

UDC 678.4.032

: 543.869

GB 8086—87

本标准参照采用国际标准 ISO 249—1974《天然生胶—杂质的测定》。

1 适用范围

本标准规定天然生胶中所含杂质的测定方法。不适用于表面有杂质污染的情况。

2 引用标准

GB 8083—87《天然生胶 标准橡胶取样》

GB 8084—87《天然生胶 样品的制备》

3 试剂

3.1 溶剂：煤油（GB 253）、200号溶剂汽油（GB 1922），使用前经滤纸过滤，亦可用二甲苯。

3.2 汽油，沸程 $60 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。

3.3 橡胶塑解剂：工业用2-硫醇基苯并噻唑（促进剂M），使用前溶于3.1所述的溶

剂中，并用 $45\mu\text{m}$ 金属筛滤去杂质。促进剂 M 加入煤油后必须加热才能溶解，冷却时会析出结晶。

4 仪器

4.1 锥形烧瓶：250、500ml。

4.2 加热装置：用于加热烧瓶及其内容物。可用砂浴、红外灯或电热板。

4.3 筛：耐腐蚀的金属网，公称孔径为 $45\mu\text{m}$ ，最好采用不锈钢筛网。筛网装于直径约 25mm，长 10~30mm 的金属管筒的一端。应避免筛网变形和防止意外损坏，筛的详细结构见图 2-3。

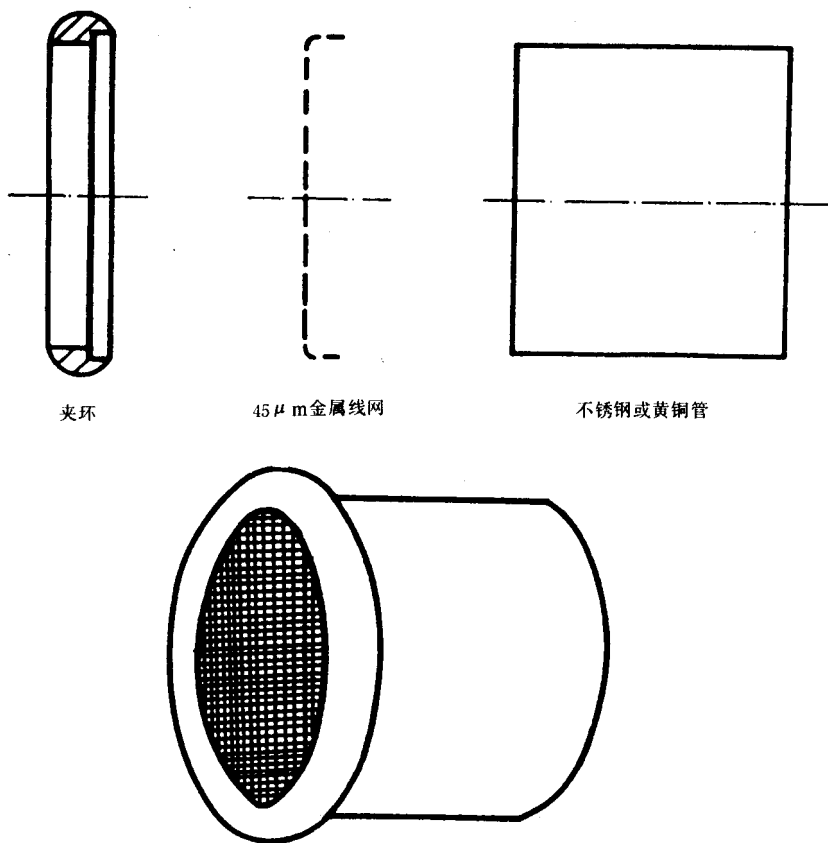


图 2-3 筛的详细结构图

4.4 天平：分析天平，精度 0.1mg；台天平，精度 0.1g。

4.5 温度计：量程 200°C 。

5 试验程序

5.1 试样的制备

按 GB 8084—87《天然生胶 样品的制备》制出的样品，从中称取约 20~40g 橡胶，

将它通过辊距为 $0.5 \pm 0.1\text{mm}$ 的试验室炼胶机冷辊压两次，然后取 $10 \sim 20\text{g}$ 试样，准确至 0.1g （对于杂质含量较低的橡胶建议取 20g ，对于污染严重的橡胶，宜取较少的试样）。

5.2 测定

5.2.1 将试样剪成宽约 5mm 条状，放入清洁干燥的锥形烧瓶内，再倒入含有 0.5g 促进剂 M 的溶剂 $100 \sim 250\text{ml}$ ，然后将烧瓶置于加热器中加热，温度维持在 $140 \sim 160^\circ\text{C}$ ，直至试样完全溶解。加热温度不应超过 160°C ，过热会引起橡胶胶凝和炭化，致使过滤困难，测定值偏高。

在加热过程中摇动锥形瓶或用玻璃棒搅拌，对试样溶解是有好处的。

5.2.2 把已完全溶解的橡胶溶液，趁热倒入精确称量至 0.1mg 的清洁筛内过滤，该筛事先放入经 $45\mu\text{m}$ 筛滤的洁净溶剂中浸润。过滤时轻轻地将上层溶液倒入筛内，使大部分的杂质留在烧瓶中。用热溶剂把烧瓶内壁和留下的杂质冲洗两次，冲洗液倒入筛内，在洗涤操作的最后阶段，把杂质从烧瓶内冲洗到筛中，再将烧瓶口斜对筛子，并喷入热溶剂冲洗烧瓶内壁，使冲洗液随之流入筛内，用热溶剂沿筛筒四周内外冲洗两圈。

橡胶溶液中出现凝胶时，过滤困难（甚至无法过滤），必须马上处理。

处理方法：将烧瓶内的橡胶溶液过滤到无法进行为止，在烧瓶内加入 $50 \sim 100\text{ml}$ 煤油，同时将刚才过滤的筛放入小烧杯（ 50ml ）内，加入煤油，略浸过筛上边缘。将烧瓶和小烧杯放在原试验温度的加热器上加热 $30 \sim 40\text{min}$ ，将筛取出，把烧瓶及烧杯内的溶液重新在该筛上过滤，同时用热溶剂冲洗干净烧瓶、烧杯，一并过滤。如果仍有凝胶残留，这次测定应废弃，并重新测定。

5.2.3 小心地将筛移出，浸入盛有经 $45\mu\text{m}$ 筛滤过不含橡胶的汽油中（可使用煤油代替汽油，放在加热器上浸泡 15min ），浸入时注意筛筒必须始终高于液面约 2mm ，以避免汽油从筛筒的上边缘溢入冲走杂质，浸泡约 $15 \sim 20\text{min}$ 。将筛取出沥干，放入烘箱内以 100°C （用煤油时宜用 110°C ）烘干。将筛从烘箱内移出，置干燥器中冷却至室温，取出称重，直至相连两次称量之差少于万分之五为止，称量准确到 0.1mg 。

5.2.4 筛使用后要认真清洗，其方法是将筛浸泡于煤油内煮沸，然后放入皂液中煮沸。更有效的是放在超声波清洗器内洗约 20min ，再用自来水漂干净。必要时可以将筛放入 30% 的过氧化氢溶液中泡 20min 。清洗后筛网要用 10 倍放大镜检查，若已损坏，不能再使用。如果清洗后筛仍严重堵塞，其重量增加 1mg 以上，应更换金属网。

6 结果计算

按下式计算杂质含量：

$$\text{杂质含量}(\%) = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100$$

式中： m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——空筛质量，g；

m_3 ——空筛连同杂质质量，g。

第三章 合成橡胶技术标准

第一节 有关规定和命名

一、合成橡胶牌号规定

Codification of types for synthetic rubbers

UDC 678.7.004.1

GB 5577—85

1 适用范围

本标准适用于制定合成橡胶的品种牌号，不适用于胶乳。

2 合成橡胶牌号规定

合成橡胶牌号规定用橡胶品种代号和四位阿拉伯数字组成。

2.1 合成橡胶品种代号

合成橡胶采用 GB 5576—85《合成橡胶命名》中规定的橡胶品种代号表示。

2.2 阿拉伯数字位数的有关规定

规定四位数中前两位数表示橡胶品种的主要特征。主要特征可分别以单体类型、结构含量、结合单体量、催化体系以及加工方式等表示。

四位数中后两位数是根据充填情况、污染程度、门尼粘度或分子量等不同性能编排的序号（个别橡胶品种另有规定除外）。产品污染程度和充填情况多以第三位数表示，门尼粘度或分子量以第四位数表示，按低、中、高顺序编排序号。

2.3 乳聚丁苯橡胶牌号

乳聚丁苯橡胶牌号编制方法，与国际合成橡胶生产者协会（IISRP）规定的系列相同。即以 SBR1000 系列表示热聚胶，SBR1500 系列表示冷聚胶，SBR1600 系列表示充炭黑胶，SBR1700 系列表示充油胶，SBR1800 系列表示充油炭黑母胶。

2.4 液体橡胶牌号

液体橡胶牌号规定以橡胶品种代号右下角加英文字母小写体 1 和四位阿拉伯数字表示。前两位数为主要特征，后两位数为序号。

2.5 主要特征数码规定见附录 A（补充件）。

附录 A 内列有：橡胶品种名称，橡胶品种代号和主要特征的具体规定。

2.6 合成橡胶牌号见附录 B（补充件）。

附录 B 内列有：按本标准规定编排的合成橡胶牌号，以及相应牌号品种的特性。所列性能范围供使用者选择品种之用。

3 命名手续

合成橡胶研制和生产单位，在对其合成橡胶新品种进行鉴定或以产品进行出售时，事先应向合成橡胶技术归口单位提供产品有关技术资料。合成橡胶技术归口单位应会同研制、生产单位根据命名和牌号规定标准，确定新产品的名称和牌号，并报请主管部门审批。

附 录 A
主要特征数码规定
(补充件)

橡胶代号	橡胶名称	数 码 规 定	
		第一位	第二位
SBR	丁苯橡胶	与国际合成橡胶生产者协会（IISRP）规定的系列相同	
SBS	热塑丁苯橡胶	4—星型，1—线型	苯乙烯配比
BR	丁二烯橡胶	顺式－1，4 结构含量 90—高顺式，65—中顺式，35—低顺式	
CR	氯丁橡胶	1—硫调节，2—非硫调节， 3—混合调节	结晶速度：0—无，1—微， 2—低，3—中，4—高
NBR	丁腈橡胶	结合丙烯腈量	
EPM	二元乙丙橡胶	丙烯含量	
EPDM	三元乙丙橡胶	丙烯含量	
IR	异戊橡胶	顺式－1，4 结构含量	
IIR	丁基橡胶	不饱和度	
MQ	甲基硅橡胶	1—高温硫化	0—甲基
MVQ	甲基乙烯基硅橡胶		1—乙烯基
MPQ	甲基苯基硅橡胶		

续表

橡胶代号	橡胶名称	数 码 规 定	
		第一位	第二位
MPVQ MNVQ MFVQ	甲基苯基乙烯基硅橡胶 腈硅橡胶 氟硅橡胶	3—室温硫化	2—苯基， 3—腈乙烯， 4—氟烷基
FPM FPMN AFMU	氟橡胶 含氟腈橡胶 羧基亚硝基氟橡胶	2—偏氟乙烯， 4—四氟乙烯	3—三氟氯乙烯， 6—六氟丙烯
CSM	氯磺化聚乙烯	氯含量	
CO ECO PECO	均聚型氯醚橡胶 二元共聚型氯醚橡胶 三元共聚型氯醚橡胶	氯含量	
T	聚硫橡胶	单体类型	交联剂含量
AU EU	聚酯型聚氨酯橡胶 聚醚型聚氨酯橡胶	1—混炼， 2—浇注， 3—热塑	多羟基化合物种类

注：多羟基化合物种类用下列数值表示：1—聚己二酸－乙二醇－丙二醇，2—聚己二酸－丁二醇，3—ε－己内酯，4—聚丙二醇，5—聚四氢呋喃，6—聚四氢呋喃－环氧乙烷，7—聚四氢呋喃－环氧丙烷。

附 录 B
合成橡胶牌号
(补充件)

B.1 乳聚丁苯橡胶 (表 B1)

表 B1

新牌号	原牌号及名称	门尼粘度 ML ₄₊₄ 100℃	结合苯乙烯 %	污染程度	乳化剂	凝聚剂	其 它
SBR 1500	丁苯橡胶 DBJ 3011	52	23.5	污	松香酸皂	盐、酸	
SBR 1502	非污染丁苯橡胶 DBJ 3021	52	23.5	非 污	混合酸皂	盐、酸	
SBR 1712	充油丁苯橡胶 DBJ 3071	55	23.5	污	混合酸皂	盐、酸	高芳烃油 37.5

续表

新牌号	原牌号及名称	门尼粘度 ML ₄₊₄ 100℃	结合苯乙烯 %	污染程度	乳化剂	凝聚剂	其 它
SBR 1778	充油丁苯橡胶	55	23.5	非污	混合酸皂	盐、酸	环烷油 37.5

B.2 氯丁橡胶（表 B2）

表 B2

新牌号	原牌号及名称	调节剂	结晶速度	分散剂	污染程度	门尼粘度 ML ₄₊₄ 100℃
CB 1211	LDJ120（通用型氯丁橡胶）	硫	低	石油磺酸钠	污	20～35
CR 1212	LDJ120（通用型氯丁橡胶）	硫	低	石油磺酸钠	污	36～60
CR 1213	LDJ120（通用型氯丁橡胶）	硫	低	石油磺酸钠	污	61～75
CR 1221	LDJ120（通用型氯丁橡胶）	硫	低	石油磺酸钠	非污	20～35
CR 1222	LDJ120（通用型氯丁橡胶）	硫	低	石油磺酸钠	非污	36～60
CR 1223	LDJ120（通用型氯丁橡胶）	硫	低	石油磺酸钠	非污	60～75
CR 1231	LDJ121（HΦ型氯丁橡胶）	硫	低	二萘基甲烷磺酸钠	污	21～44
CR 1232	LDJ121（HΦ型氯丁橡胶）	硫	低	二萘基甲烷磺酸钠	污	45～69
CR 2321	LDJ230（54－1型氯丁橡胶）	调节剂丁	中	石油磺酸钠	非污	35～45
CR 2322	LDJ230（54－1型氯丁橡胶）	调节剂丁	中	石油磺酸钠	非污	45～55
CR 2323	LDJ230（54－1型氯丁橡胶）	调节剂丁	中	石油磺酸钠	非污	55～65
CR 2341	LDJ231（54－2型氯丁橡胶）	调节剂丁	中	二萘基甲烷磺酸钠	非污	35～45
CR 2342	LDJ231（54－2型氯丁橡胶）	调节剂丁	中	二萘基甲烷磺酸钠	非污	45～55
CR 2343	LDJ231（54－2型氯丁橡胶）	调节剂丁	中	二萘基甲烷磺酸钠	非污	55～65
CR 2441	LDJ240（66－1型氯丁橡胶）	调节剂丁	高	二萘基甲烷磺酸钠	非污	60～75
CR 2442	LDJ240（66－1型氯丁橡胶）	调节剂丁	高	二萘基甲烷磺酸钠	非污	76～90
CR 2461	LDJ241（66－2型氯丁橡胶）	调节剂丁	高	中温聚合	非污	60～75
CR 2462	LDJ241（66－2型氯丁橡胶）	调节剂丁	高	中温聚合	非污	76～90
CR 2481	LDJ244（接枝专用氯丁橡胶）	调节剂丁	高	接枝专用	非污	60～75
CR 2482	LDJ244（接枝专用氯丁橡胶）	调节剂丁	高	接枝专用	非污	76～90
CR 3211	LDJ320（21型氯丁橡胶）	硫、调节剂丁	低	石油磺酸钠	污	21～44
CR 3212	LDJ320（21型氯丁橡胶）	硫、调节剂丁	低	石油磺酸钠	污	45～69

续表

新牌号	原牌号及名称	调节剂	结晶速度	分散剂	污染程度	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃
CR 3221	LDJ320 (21 型氯丁橡胶)	硫、调节剂丁	低	石油磺酸钠	非污	21 ~ 44
CR 3222	LDJ320 (21 型氯丁橡胶)	硫、调节剂丁	低	石油磺酸钠	非污	45 ~ 69
SCR2121	LBJ211 (氯苯橡胶)	调节剂丁	微	石油磺酸钠	非污	35 ~ 45
SCR2122	LBJ211 (氯苯橡胶)	调节剂丁	微	石油磺酸钠	非污	45 ~ 55
SCR2123	LBJ211 (氯苯橡胶)	调节剂丁	微	石油磺酸钠	非污	55 ~ 65

注：第三位数表示分散剂和污染程度：1—石油磺酸钠（污），2—石油磺酸钠（非污），3—二萘基甲烷磺酸钠（污），4—二萘基甲烷磺酸钠（非污），6—中温聚合，8—接技专用。

B.3 热塑丁苯橡胶（表 B3）

表 B3

新牌号	原牌号及名称	结构	苯乙烯含量 ,%	分子量, 万	其 它
SBS 4301	热塑丁苯橡胶	星型	30	15	不饱和
SBS 4303	热塑丁苯橡胶	星型	30	25	不饱和
SBS 4401	热塑丁苯橡胶	星型	40	15	不饱和
SBS 4402	热塑丁苯橡胶	星型	40	20	不饱和
SBS 1301	热塑丁苯橡胶	线型	30	8 ~ 12	不饱和
SBS 1401	热塑丁苯橡胶	线型	40	8 ~ 12	不饱和
SBS 1501	热塑丁苯橡胶	线型	48	8 ~ 12	不饱和

B.4 丁二烯橡胶（表 B4）

表 B4

新 牌 号	原牌号及名称	顺式 - 1 , 4 含量 ,%	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃	催 化 剂	其 它
BR 9000	顺丁橡胶 DJ 9000	96	40 ~ 50	镍 - 铝 - 硼	
BR 9001	高门尼顺丁橡胶	96	48 ~ 56	镍 - 铝 - 硼	
BR 9002	低门尼顺丁橡胶	96	38 ~ 45	镍 - 铝 - 硼	
BR 9071	充油顺丁橡胶	96	35 ~ 45	镍 - 铝 - 硼	高芳烃油 15 份
BR 9072	充油顺丁橡胶	96	40 ~ 50	镍 - 铝 - 硼	高芳烃油 25 份
BR 9073	充油顺丁橡胶	96	40 ~ 50	镍 - 铝 - 硼	高芳烃油 37.5 份

续表

新 牌 号	原牌号及名称	顺式 - 1 , 4 含量 ,%	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃	催 化 剂	其 它
BR 9100	稀土顺丁橡胶	97	40 ~ 50	稀 土	
BR 9171	充油稀土顺丁橡胶	97	35 ~ 45	稀 土	高芳烃油 25 份
BR 9172	充油稀土顺丁橡胶	97	35 ~ 45	稀 土	高芳烃油 37.5 份
BR 9173	充油稀土顺丁橡胶	97	45 ~ 55	稀 土	高芳烃油 50 份
BR 3500	低顺式聚丁二烯橡胶	35	20 ~ 35	烷基锂	
BR 4000	中乙烯基聚丁二烯橡胶			烷基锂	

注：①丁二烯橡胶第三位数表示充填情况。7—充高芳烃油，5—充环烷油。② BR 4000 中乙烯基聚丁二烯橡胶；乙烯基含量 40% ~ 45% ，分子量 20 ~ 30 万。

B.5 丁腈橡胶（表 B5）

表 B5

新 牌 号	原牌号及名称	结合丙烯腈 %	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃	污染程度	聚合温度
NBR 1504	丁腈橡胶 DQJ150	15 ~ 17	40 ~ 65	污	高
NBR 1704	丁腈橡胶 DQJ - 170	17 ~ 20	40 ~ 65	污	高
NBR 2007	丁腈橡胶 DQJ - 200	20 ~ 23	70 ~ 120	污	高
NBR 2707	丁腈橡胶 DQJ - 270	27 ~ 30	70 ~ 120	污	高
NBR 3604	丁腈橡胶 DQJ - 370	36 ~ 40	40 ~ 65	污	高
NBR 3606	丁腈橡胶 DQJ - 370	36 ~ 40	65 ~ 79	污	高
NBR 2717	丁腈橡胶 DQJ - 270	27 ~ 30	70 ~ 120	非污	高
NBR 2737	丁腈橡胶 DQJ - 270	27 ~ 30	70 ~ 120	微污	高
NBR 2624	软丁腈橡胶	26 ~ 30	45 ~ 55	污	低
NBR 2625	软丁腈橡胶	26 ~ 30	55 ~ 65	污	低
NBR 2626	软丁腈橡胶	26 ~ 30	65 ~ 80	污	低
NBR 2741	聚稳丁腈橡胶	27 ~ 30	40 ~ 60		
NBR 2742	聚稳丁腈橡胶	27 ~ 30	70 ~ 90		
NBR 2743	聚稳丁腈橡胶	27 ~ 30	≥ 100		
NBR/PVC 7025	丁腈聚氯乙烯共沉胶	软 NBR/PVC 为 70/30	50 ~ 70		
NBR/PVC 7007	丁腈聚氯乙烯共沉胶	NBR/PVC 为 70/30	75 ~ 95		
XNBR 1753	羧基丁腈橡胶 - 18	17 ~ 20	≥ 100		

续表

新 牌 号	原牌号及名称	结合丙烯腈 %	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃	污染程度	聚合温度
XNBR 2752	羧基丁腈橡胶－26	27～30	70～90		
XNBR 3351	羧基丁腈橡胶－40	33～40	40～60		

注：有“*”者，门尼粘度为 M_{SI+4} 100℃。

B.6 液体丁腈橡胶（表 B6）

表 B6

新 牌 号	原牌号及名称	结合丙烯腈	特性粘度
NBR _L 1768	液体丁腈橡胶－18	17～20	8～13
NBR _L 2368	液体丁腈橡胶－26	23～27	8～13
NBR _L 3068	液体丁腈橡胶－40	30～40	8～13
NBR _L 3071	无规液体丁腈橡胶－18	30～35	8～10
NBR _L 3072	无规液体丁腈橡胶－18	30～35	10～13

注：丁腈橡胶第三位数：0—硬丁腈（污），1—硬丁腈（非污），2—软丁腈，3—硬丁腈（微污），4—聚稳丁腈，5—羧基丁腈，6—液体丁腈，7—无规液体丁腈。

B.7 乙丙橡胶（表 B7）

表 B7

新 牌 号	原牌号及名称	丙烯含量	第三单体	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃
DPM 2007	二元乙丙橡胶 YBJ 2027	20～30	—	65～75
DPM 3005	二元乙丙橡胶 YBJ 2035	30～40	—	45～55
DPM 4003	二元乙丙橡胶 YBJ 2043	40～50	—	30～40
DPM 5005	二元乙丙橡胶 YBJ 2000	50～60	—	≤50
DPM 5006	二元乙丙橡胶 YBJ 2000	50～60	—	≤60
EPDM 3014	选用型三元乙丙橡胶	30～40	双环戊二烯	40～50
EPDM 3016	选用型三元乙丙橡胶	30～40	双环戊二烯	50～64
EPDM 5014	三元乙丙橡胶 YBJ 3100	43～53	双环戊二烯	40～50
EPDM 5015	三元乙丙橡胶 YBJ 3100	43～53	双环戊二烯	50～70
EPDM 5017	三元乙丙橡胶 YBJ 3100	43～53	双环戊二烯	70～90
EPDM 3024	高速硫化三元乙丙橡胶	30～40	乙叉降冰片烯	40～50

续表

新 牌 号	原牌号及名称	丙烯含量	第三单体	门尼粘度 ML ₄₊₄ 100℃
EPDM 3026	高速硫化三元乙丙橡胶	30 ~ 40	乙叉降冰片烯	50 ~ 70

注：三元乙丙橡胶第三位数表示第三单体，1—双环戊二烯，2—乙叉降冰片烯。

B.8 丁基橡胶（表 B8）

表 B8

新 牌 号	原牌号及名称	不饱和度	门尼粘度 ML ₄₊₄ 100℃	污染程度
IIR 1510	丁基橡胶	1.5 ~ 2.0	70 ~ 80	非 污

B.9 异戊橡胶（表 B9）

表 B9

新 牌 号	原牌号及名称	结构含量 %	门尼粘度 ML ₄₊₄ 100℃	污染程度
IR 9500	顺式异戊橡胶	顺式 - 1.4 > 95	> 80	非 污

B.10 氟橡胶（表 B10）

表 B10

新 牌 号	原牌号及名称	氟含量 ,%	门尼粘度 ML ₅₊₄ 100℃
FPM 2301	氟橡胶 23 - 11	19.1 ~ 20.2（氯含量）	1.5 ~ 2.4（特性粘度）
FPM 2302	氟橡胶 23 - 21	13.2 ~ 15.2（氯含量）	4.4 ~ 5.6（特性粘度）
FPM 2601	氟橡胶 26D	65	60 ~ 100
FPM 2602	氟橡胶 26B	65	140 ~ 180
FPM 2461	氟橡胶 246B		50 ~ 80
FPM 2462	氟橡胶 246G		70 ~ 100
FPM 4000	氟橡胶 TP	54 ~ 58	70 ~ 100 *
FPM 3700	含氟磷腈橡胶 PNF - 381		
AFMU 4360	羧基亚硝基氟橡胶		

注：①有“*”者，门尼粘度为 ML₄₊₁₀ 100℃。

②AFMU 4360 羧基亚硝基氟橡胶：酸含量 0.4% ~ 1.0%，分子量 Mw3 × 10⁵。

B.11 硅橡胶（表 B11）

表 B11

新 牌 号	原牌号及名称	分子量，万	基团含量，%
MQ 1000	甲基硅橡胶 101	40 ~ 70	
MVQ 1101	甲基乙烯基硅橡胶 110 - 1	50 ~ 80	乙烯基 0.07 ~ 0.12
MVQ 1102	甲基乙烯基硅橡胶 110 - 2	45 ~ 70	乙烯基 0.13 ~ 0.22
MVQ 1103	甲基乙烯基硅橡胶 110 - 3	60 ~ 85	乙烯基 0.13 ~ 0.22
MPVQ 1201	甲基苯基乙烯基硅橡胶 120 - 1	45 ~ 80	苯基 7
MPVQ 1202	甲基苯基乙烯基硅橡胶 120 - 2	40 ~ 80	苯基 20
MNVQ 1302	腈硅橡胶 130 - 2	> 50	β 氰乙基 20 ~ 25
MFVQ 1401	氟硅橡胶 SF - 1	40 ~ 60	乙烯基链节 0.3 ~ 0.5
MFVQ 1402	氟硅橡胶 SF - 2	60 ~ 90	乙烯基链节 0.3 ~ 0.5
MFVQ 1403	氟硅橡胶 SF - 3	90 ~ 130	乙烯基链节 0.3 ~ 0.5

注：硅橡胶第三、四两位数为序号，根据基团含量，分子量等差异编排序号。

B.12 聚氨酯橡胶（表 B12）

表 B12

新 牌 号	原名称	多羟基化合物	异氰酸酯
AU 1110	聚酯型饱和混炼胶	聚己二酸 - 乙二醇 - 丙二醇	MDI
AU 1102	聚酯型不饱和混炼胶	聚己二酸 - 乙二醇 - 丙二醇	TDI
AU 2100	聚酯型浇注胶	聚己二酸 - 乙二醇 - 丙二醇	TDI
AU 2110	聚酯型浇注胶	聚己二酸 - 乙二醇 - 丙二醇	MDI
AU 2200	聚酯型浇注胶	聚己二酸丁二醇	TDI
AU 2210	聚酯型浇注胶	聚己二酸丁二醇	MDI
AU 2300	聚酯型浇注胶	聚 ε - 己内酯	TDI
AU 2310	聚酯型浇注胶	聚 ε - 己内酯	MDI
EU 2400	聚醚型浇注胶	聚丙二醇	TDI
EU 2410	聚醚型浇注胶	聚丙二醇	MDI
EU 2500	聚醚型浇注胶	聚四氢呋喃	TDI
EU 2510	聚醚型浇注胶	聚四氢呋喃	MDI
EU 2600	聚醚型浇注胶	聚四氢呋喃 - 环氧乙烷	TDI
EU 2610	聚醚型浇注胶	聚四氢呋喃 - 环氧乙烷	MDI

续表

新 牌 号	原名称	多羟基化合物	异氰酸酯
EU 2700	聚酯型浇注胶	聚四氢呋喃－环氧丙烷	TDI
EU 2710	聚酯型浇注胶	聚四氢呋喃－环氧丙烷	MDI

注：第三位数表示异氰酸酯种类：0—2，4－甲苯二异氰酸酯（TDI），1—4，4－二苯基甲烷二异氰酸酯（MDI）。

B.13 聚硫橡胶（表 B13）

表 B13

新 牌 号	原牌号及名称	单体类型	交联剂，%
T 1000	聚硫胶 JLG100	二氯乙基缩甲醛	0
T 2000	聚硫胶 JLG200	二氰二乙醚	0
T 5000	聚硫胶 JLG400	二氰乙烷	0

B.14 液态聚硫橡胶（表 B14）

表 B14

新 牌 号	原牌号及名称	单体类型	交联剂，%	分子量，万
T _L 1201	液态聚硫胶 JLY121	二氯乙基缩甲醛	2	800～1200
T _L 1202	液态聚硫胶 JLY122	二氯乙基缩甲醛	2	1800～2200
T _L 1204	液态聚硫胶 JLY124	二氯乙基缩甲醛	2	3500～4500
T _L 1105	液态聚硫胶 JLY115	二氯乙基缩甲醛	1	4500～5500
T _L 1100	液态聚硫胶 JLY111	二氯乙基缩甲醛	1	11000～15000
T _L 1505	液态聚硫胶 JLY155	二氯乙基缩甲醛	0.5	4000～6000
T _L 2105	液态聚硫胶 JLY215	氯乙基氯丙基羟基醚 二氯乙基缩甲醛	1	4500～5500
T _L 3204	液态聚硫胶 JLY324	二氯丁基缩甲醛 二氯乙基缩甲醛	2	3000～5000

B.15 氯磺化聚乙烯（表 B15）

表 B15

新 牌 号	原牌号及名称	氯含量，%	硫含量，%	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃
CSM 2300	氯磺化聚乙烯 CSPE 45	23～27	0.8～1.2	40～60

续表

新 牌 号	原牌号及名称	氯含量 ,%	硫含量 ,%	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃
CSM 2910	氯磺化聚乙烯 CSPE 20	29 ~ 33	1.3 ~ 1.7	40 ~ 50
CSM 3303	氯磺化聚乙烯 CSPE 40	33 ~ 37	0.8 ~ 1.2	30 ~ 40
CSM 3304	氯磺化聚乙烯 CSPE 40	33 ~ 37	0.8 ~ 1.2	41 ~ 50
CSM 3305	氯磺化聚乙烯 CSPE 40	33 ~ 37	0.8 ~ 1.2	51 ~ 60
CSM 3308	氯磺化聚乙烯 CSPE 40	33 ~ 37	0.8 ~ 1.2	80 ~ 90
CSM 4010	氯磺化聚乙烯 CSPE 30	40 ~ 45	0.8 ~ 1.2	60 ~ 90

注：第三位数：0—低压聚乙烯为原料，1—高压聚乙烯为原料。

B.16 氯醚橡胶（表 B16）

表 B16

新 牌 号	原名称	氯含量 ,%	门尼粘度 ML ₁₊₄ 100℃
CO 3606	均聚型氯醚橡胶	36 ~ 38	60 ~ 70
ECO 2406	二元共聚型氯醚橡胶	24 ~ 27	55 ~ 85
ECO 2408	二元共聚型氯醚橡胶	24 ~ 27	85 ~ 120
PECO 1206	三元共聚型氯醚橡胶	12 ~ 18	55 ~ 85

二、橡胶和胶乳—命名法

Rubbers and latices—Nomenclature

GB/T 5576—1997

idt ISO 1629：1995

代替 GB/T 5576 — 85

1 范围

1.1 本标准为干胶和胶乳两种形态的基础橡胶建立了一套符号体系。该符号体系以聚合物链的化学组成为基础。

1.2 本标准的目的是使工业、商业和管理机构使用的术语标准化。本体系无意与现用

的商品名称和商标相矛盾，更确切地说是作为它们的补充。

注1：在技术文件或文献中，应尽可能使用橡胶名称。这些符号应置于化学名称之后，以备后文引用。

2 橡胶

对于干胶和胶乳两种形态的橡胶，以聚合物链的化学组成为基础，按下列方法分组并用符号表示：

M 具有聚亚甲基型饱和碳链的橡胶

N 聚合物链中含有碳和氮的橡胶

注2：至今尚无使用 N 组符号表示的橡胶。

O 聚合物链中含有碳和氧的橡胶

Q 聚合物链中含有硅和氧的橡胶

R 具有不饱和碳链的橡胶。例如：天然橡胶和至少部分由共轭双烯烃制得的合成橡胶

T 聚合物链中含有碳、氧和硫的橡胶

U 聚合物链中含有碳、氧和氮的橡胶

Z 聚合物链中含有磷和氮的橡胶

3 分组符号

3.1 “M”组

“M”组包括具有聚亚甲基型饱和链的橡胶，使用下列符号：

ACM 丙烯酸乙酯（或其他丙烯酸酯）与少量能促进硫化的单体的共聚物（通称丙烯酸酯类橡胶）

AEM 丙烯酸乙酯（或其他丙烯酸酯）和乙烯的共聚物

ANM 丙烯酸乙酯（或其他丙烯酸酯）与丙烯腈的共聚物

CM 氯化聚乙烯

CSM 氯磺化聚乙烯

EPDM 乙烯、丙烯与二烯烃的三聚物。其中二烯烃聚合时，在侧链上保留有不饱和双键

EPM 乙烯-丙烯共聚物

EVM 乙烯-乙酸乙烯酯的共聚物

FEPM 四氟乙烯和丙烯的共聚物

FFKM 聚合物链中的所有取代基是氟、全氟烷基或全氟烷氧基的全氟橡胶

FKM 聚合物链中含有氟、全氟烷基或全氟烷氧基取代基的氟橡胶

IM 聚异丁烯¹⁾

NBM 完全氢化的丙烯腈 – 丁二烯共聚物（见 3.4.2）

3.2 “O”组

“O”组包括聚合物链中含有碳和氧的橡胶，使用下列符号：

CO 聚环氧氯丙烷（通称氯醚橡胶）

ECO 环氧乙烷和环氧氯丙烷的共聚物（也称氯醚共聚物或氯醚橡胶）

GECO 环氧氯丙烷 – 环氧乙烷 – 烯丙基缩水甘油醚的三聚物

GPO 环氧丙烷和烯丙基缩水甘油醚的共聚物（也称环氧丙烷橡胶）

3.3 “Q”组

在聚硅氧烷代号“Q”之前写出聚合物链中取代基的名称以定义“Q”组，使用下列符号：

FMQ 聚合物链中含有甲基和氟两种取代基团的硅橡胶

FVMQ 聚合物链中含有甲基、乙烯基和氟取代基团的硅橡胶

MQ 聚合物链中只含甲基取代基团的硅橡胶，例如聚二甲基硅氧烷

PMQ 聚合物链中含有甲基和苯基两种取代基团的硅橡胶

PVMQ 聚合物链中含有甲基、乙烯基和苯基取代基团的硅橡胶

VMQ 聚合物链中含有甲基和乙烯基两种取代基团的硅橡胶

聚合物链中取代基的字母应置于主链含硅和氧的橡胶代码字母（Q）的左面，按其百分含量递降顺序排列，即占比例大的靠近 Q。

注 3：在 ISO 1043 – 1 中硅氧烷聚合物的符号是 SI。

3.4 “R”组

3.4.1 说明

含干胶和胶乳两种形态的“R”组，规定在“橡胶”一词前冠以制备该橡胶的一种或多种单体的名称（天然橡胶除外）。字母“R”前的字母表示制备该橡胶（天然橡胶除外）的共轭二烯烃。在二烯烃字母前的一个或几个字母，则表示一种或几种共聚单体、取代基或化学组成。用字母 E 和连字符“–”放在名称之前表示乳液聚合型橡胶，用字母 S 和连字符“–”放在名称之前表示溶液聚合型橡胶。

对于胶乳，在特定的符号后再加词“胶乳”一词。例如，“SBR 胶乳”。

使用列在 3.4.2 至 3.4.4 内的符号。

3.4.2 普通橡胶

ABR 丙烯酸酯丁 – 二烯橡胶

BR 丁二烯橡胶

CR 氯丁二烯橡胶

ENR 环氧化天然橡胶

HNBR 氢化丙烯腈 – 丁二烯橡胶（含少量残余不饱和双键，见 3.1）

IIR 异丁烯 - 异戊二烯橡胶 (通称丁基橡胶)

IR 合成异戊二烯橡胶

MSBR α - 甲基苯乙烯 - 丁二烯橡胶

NBR 丙烯腈 - 丁二烯橡胶 (通称丁腈橡胶)

NIR 丙烯腈 - 异戊二烯橡胶

NR 天然橡胶

PBR 乙烯基吡啶 - 丁二烯橡胶

PSBR 乙烯基吡啶 - 苯乙烯 - 丁二烯橡胶

SBR 苯乙烯 - 丁二烯橡胶

E - SBR 乳液聚合 SBR

S - SBR 溶液聚合 SBR

SIBR 苯乙烯 - 异戊二烯 - 丁二烯橡胶

3.4.3 聚合物链上含有羧基 (COOH) 的橡胶

XBR 羧基 - 丁二烯橡胶

XCR 羧基 - 氯丁二烯橡胶

XNBR 羧基 - 丙烯腈 - 丁二烯橡胶

XSBR 羧基 - 苯乙烯 - 丁二烯橡胶

3.4.4 聚合物链上含有卤素的橡胶

BIIR 溴化 - 异丁烯 - 异戊二烯橡胶 (通称溴化丁基橡胶)

CIIR 氯化 - 异丁烯 - 异戊二烯橡胶 (通称氯化丁基橡胶)

3.5 “T”组

“T”组包括聚合物链中含有碳、氧和硫的橡胶。通称为聚硫橡胶, 使用下列符号:

OT 在聚合物链的聚硫链间含有 $-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 -$ 基, 或偶尔含有 R 基的橡胶, 该 R 基为脂族烃, 而不是通常的 $-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 -$ 。

EOT 在聚合物链的聚硫链间含有 $-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CH}_2 - \text{O} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 -$ 基和 R 基的橡胶, 该 R 基通常为 $-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 -$, 但有时为其他脂族基。

3.6 “U”组

“U”组包括聚合物链中含有碳、氧和氮的橡胶, 使用下列符号:

AFMU 四氟乙烯 - 三氟硝基甲烷和亚硝基全氟丁酸的三聚物。

AU 聚酯型聚氨酯

EU 聚醚型聚氨酯

3.7 “Z”组

“Z”组包括聚合物链中含有磷和氮的橡胶, 使用下列符号:

FZ 在链中含有 $-\text{P} = \text{N}-$ 链和接在磷原子上的氟烷基的橡胶

PZ 在链中含有—P=N—链和接在磷原子上的芳氧基（苯氧基和取代的苯氧基）的橡胶

附 录 A

（提示的附录）

书 目

[1] ISO 1043-1:1987, 塑料—符号—第1部分：基本聚合物及其特性

三、聚乙烯和乙烯共聚物材料命名

Designation of polyethylene and ethylene copolymer materials

GB/T 1845—88

代替 GB 1845—80

本标准参照采用国际标准 ISO 1872/1—1986《塑料—聚乙烯（PE）和乙烯共聚物热塑性塑料—第1部分：命名》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚乙烯和乙烯共聚物材料的命名方法。

本标准适用于在常态下为粉状或颗粒状的乙烯均聚物和乙烯共聚物。共聚物中其他单烯烃单体的含量不大于 50%（m/m）；带官能团的非烯烃单体含量不大于 3%（m/m）。

本标准也适用于由着色剂、添加剂、填料、增强材料等改性或未改性的上述材料。

本标准不适用于母粒料或乙丙橡胶。

本标准不提供材料的具体应用或加工方法所需的工程数据、性能数据或加工条件。

本标准不意味着相同命名的材料必须具有相同的性能。

2 引用标准

GB/T 1033 塑料密度和相对密度试验方法

GB/T 1844 塑料及树脂缩写代号。

GB/T 3682 热塑性塑料熔体流动速率试验方法

3 命名方法

本命名方法系以聚乙烯的代号、密度、熔体流动速率、主要用途、加工方法以及树

脂的其他特性等为内容，分为若干个特征单元，组成材料的命名。命名形式为：

特征单元 1 — 特征单元 2 — 特征单元 3 — 特征单元 4

- 特征单元 1：聚乙烯的缩写代号（见 3.1）。
特征单元 2：聚乙烯的主要用途或加工方法，重要性能和添加剂（见 3.2）。
特征单元 3：聚乙烯的密度标称值、熔体流动速率标称值及其测试条件（见 3.3）。
特征单元 4：填料、增强材料及其标称含量（见 3.4）。
特征单元之间用连字符“ - ”分隔。若有一个特征单元不用，则用两个连字符（ - - ）分隔。

3.1 特征单元 1

按照 GB/T 1844 的规定，聚乙烯的缩写代号为英文字母 PE。

3.2 特征单元 2

聚乙烯的主要用途或加工方法在第一位写出。重要性能、添加剂、颜色和状态（粒状或粉状）在第二位至第五位写出，按表 3 - 1 的规定以代号表示。
本色（无着色）粒状材料不需写出；有颜色（着色）或粉状材料则需写明。

表 3 - 1 特征单元 2 所用的代号

代 号	第一位	代 号	第二位至第五位
A	粘合剂	A	加工稳定剂
B	吹塑成型（中空制品）	B	抗粘连
C	压延	C	着色的
		D	粉状
E	挤出管材、型材和片材	E	可发泡的
F	挤出薄膜和薄片	F	阻燃
G	通用		
H	涂覆	H	耐热老化
J	电缆护套		
K	电缆绝缘		
L	单丝	L	耐光和（或）气候老化
M	注塑		
		P	冲击改性
Q	压塑		
R	旋转模塑	R	脱模剂

续表

代 号	第一位	代 号	第二位至第五位
S	粉末涂覆或烧结	S	润滑
T	挤出扁丝	T	提高透明性
		X	可交联的
Y	纺丝	Y	增加导电性
		Z	抗静电

3.3 特征单元 3

在本特征单元中，聚合物密度标称值的范围用 2 个数字表示（见 3.3.1）。其后用一个字母和三个数字代表熔体流动速率的测试条件和标称值范围（见 3.3.2）。

上述两项特征的标称值，如果落在或接近某档极限，生产厂应确定该材料按某档次命名。如果因生产误差而造成个别试验值落在某档极限或某档极限的任何一侧，命名不受影响。

3.3.1 密度

本标准中密度系指基础聚合物而言。按 GB/T 1033 进行测试。测试标准温度为 23℃。在 20℃ ~ 30℃ 范围内，温度每降低 1℃，聚乙烯密度大约提高 0.000 6g/cm³。

密度标称值范围分为十一个档次，以两位数字表示，如表 3-2 所规定。

表 3-2 密度标称值档次代号及范围

代 号	范 围 (23℃) g/cm ³
08	≤0.910
13	> 0.910 ~ 0.916
18	> 0.916 ~ 0.921
23	> 0.921 ~ 0.925
27	> 0.925 ~ 0.930
33	> 0.930 ~ 0.936
40	> 0.936 ~ 0.942
45	> 0.942 ~ 0.948
50	> 0.948 ~ 0.954
57	> 0.954 ~ 0.960
62	> 0.960

3.3.2 熔体流动速率

熔体流动速率按 GB/T 3682 进行测定。

聚乙烯熔体流动速率的试验条件及其代号如表 3－3 所规定。

表 3－3 熔体流动速率试验条件及其代号

代 号	测试温度 ℃	标称负荷 kg
D	190	2.16
T	190	5.00
G	190	21.60

聚乙烯熔体流动速率标称值范围分为十五个档次，以三位数字表示，如表 3－4 所规定。

表 3－4 熔体流动速率标称值档次代号及范围

代 号	范 围 g/10 min
000	≤0.1
001	> 0.1 ~ 0.2
002	> 0.2 ~ 0.3
003	> 0.3 ~ 0.4
006	> 0.4 ~ 0.8
012	> 0.8 ~ 1.5
022	> 1.5 ~ 3.0
045	> 3.0 ~ 6.0
075	> 6.0 ~ 9.0
100	> 9.0 ~ 12
200	> 12 ~ 25
300	> 25 ~ 35
400	> 35 ~ 45
500	> 45 ~ 55
700	> 55

3.4 特征单元 4

在本特征单元中，填料或增强材料的类型用一个字母为代号在第一位写出；其物理

状态用另一个字母为代号在第二位写出（如表 3-5 所规定）；其质量含量用两位数字为代号在第三位写出（如表 3-6 所规定）。

表 3-5 填料和增强材料的代号

代 号	材料 (第一位)	代 号	状态 (第二位)
B	硼	B	球状、珠状
C	碳	D	粉状
		F	纤维状
G	玻璃	G	碎粒状、碎纤维状
		H	须晶
K	白垩（碳酸钙）		
L	纤维素 ¹⁾	S	鳞状、片状
M	矿物 ¹⁾ 、金属 ¹⁾		
S	有机合成物	X	无说明
T	滑石	Z	其他
W	木		
X	无说明		
Z	其他		

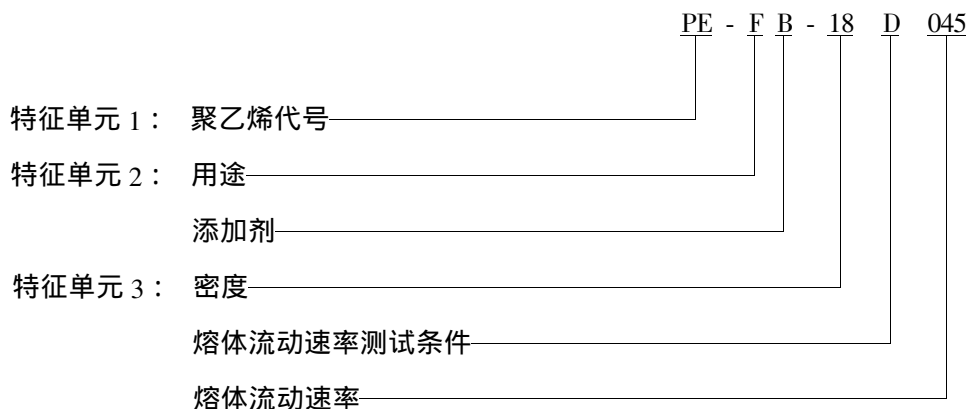
注：1）对于这些材料，可在本特征单元的第四位以其化学符号或公认的代号明确写出。

表 3-6 填料和增强材料质量含量代号

代 号	含 量 % (m/m)
05	≤7.5
10	> 7.5 ~ 12.5
15	> 12.5 ~ 17.5
20	> 17.5 ~ 22.5
25	> 22.5 ~ 27.5
30	> 27.5 ~ 32.5
35	> 32.5 ~ 37.5
40	> 37.5 ~ 42.5
45	> 42.5 ~ 47.5
50	> 47.5 ~ 55
60	> 55 ~ 65
70	> 65 ~ 75
80	> 75 ~ 85
90	> 85

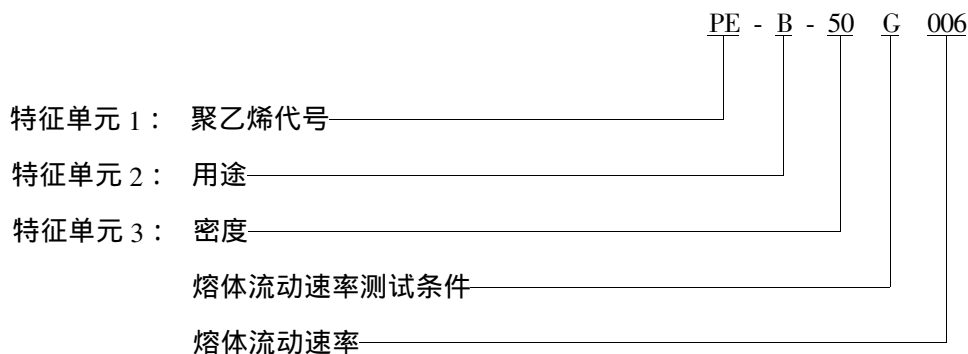
4 命名举例

4.1 某种加抗粘连剂 (B), 用于挤出薄膜的聚乙烯本色颗粒, 其密度标称值为 $0.918\text{g}/\text{cm}^3$ (18), 熔体流动速率标称值为 $3.5\text{g}/10\text{min}$ (045), 测试条件为 190°C 、 2.16kg (D), 命名如下:



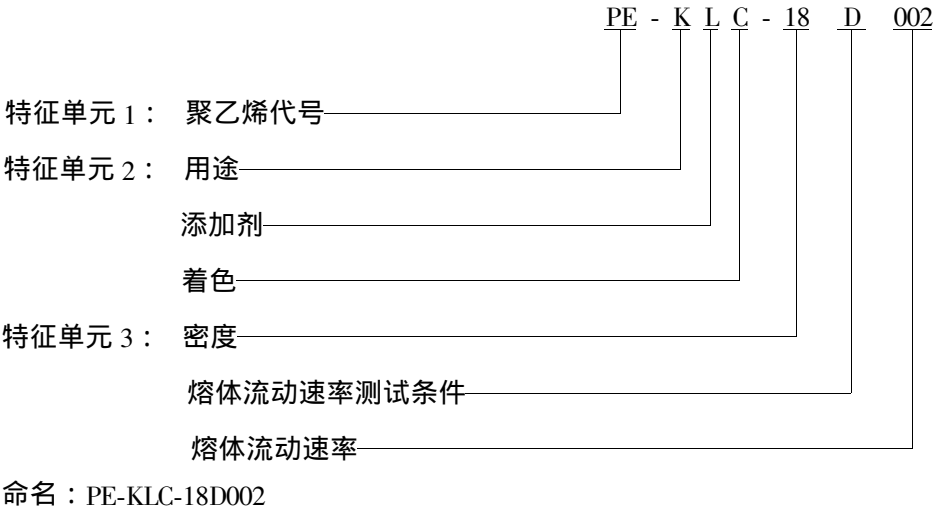
命名: PE-FB-18D045

4.2 某种未加添加剂, 用于吹塑成型的本色聚乙烯颗粒, 其密度标称值为 $0.952\text{g}/\text{cm}^3$ (50), 熔体流动速率标称值为 $0.5\text{g}/10\text{min}$ (006), 测试条件为 190°C 、 21.6kg (G), 命名如下:



命名: PE-B-50G006

4.3 某种加紫外线吸收剂 (L) 已着色 (C) 用于电缆绝缘 (K) 的聚乙烯颗粒, 其密度标称值为 $0.920\text{g}/\text{cm}^3$ (18), 熔体流动速率标称值为 $0.22\text{g}/10\text{min}$ (002), 测试条件为 190°C 、 2.16kg (D), 命名如下:



四、聚丙烯和丙烯共聚物材料命名

Designation of polypropylene and propylene copolymer materials

GB/T 2546—88
代替 GB/2546—81

本标准参照采用国际标准 ISO 1873/1—1986《塑料——聚丙烯（PP）和丙烯共聚物热塑性塑料——第 1 部分：命名》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚丙烯和丙烯共聚物材料的命名方法。

本标准适用于在常态下为粉状或颗粒状的所有丙烯均聚物和丙烯共聚物，以及至少含有 50%（*m/m*）上述聚合物的聚合物共混物。

本标准也适用于由着色剂、添加剂、填料、增强材料等改性或未改性的上述材料。

本标准不适用于丙烯基橡胶或聚丙烯与乙烯—丙烯—二烯三元共聚物（EPDM）的混合物，也不适用于母粒料。

本标准不提供材料的具体应用或加工方法所需的工程数据、性能数据或加工条件。

本标准不意味着相同命名的材料必须具有相同的性能。

2 引用标准

- GB/T 1844 塑料及树脂缩写代号。
- GB/T 2412 聚丙烯等规指数测试方法
- GB/T 3682 热塑性塑料熔体流动速率试验方法

3 命名方法

本命名方法系以聚丙烯的代号、聚合物的类型、主要用途、等规指数、熔体流动速率以及材料的其他特性等为内容，分为若干个特征单元，组成材料的命名。命名形式为：

特征单元 1—特征单元 2—特征单元 3—特征单元 4—特征单元 5

- 特征单元 1：聚丙烯的缩写代号和聚合物的类型（见 3.1）。
 - 特征单元 2：材料的主要用途或加工方法、重要性能、添加剂和附加说明（见 3.2）。
 - 特征单元 3：聚合物的等规指数标称值，熔体流动速率标称值及其测试条件（见 3.3）。
 - 特征单元 4：填料、增强材料及其标称含量（见 3.4）。
 - 特征单元 5：为了详细说明问题，可加上此特征单元作为补充说明（见 3.5）。
- 在特征单元之间用连字符（-）分隔，若有一个特征单元不用，应用两个连字符（--）分隔。

3.1 特征单元 1

按照 GB/T 1844 的规定，聚丙烯的缩写代号为英文字母 PP。

聚合物的类型按表 3-7 规定以代号表示。聚合物类型代号写在 PP 后面，中间空一个字的位置。

表 3-7 聚合物的类型代号

代 号	定 义
H	丙烯均聚物
B	丙烯嵌段共聚物，含有不多于 50%（m/m）的其他烯烃单体（可以是多种），没有除烯烃以外的其他基团与丙烯共聚
R	丙烯无规共聚物，含有不多于 50%（m/m）的其他烯烃单体（可以是多种），没有除烯烃以外的其他基团与丙烯共聚
Q	多种聚合物的共混物，至少含有 50%（m/m）的 H（丙烯均聚物）、B（丙烯嵌段共聚物）或 R（丙烯无规共聚物）

3.2 特征单元 2

聚丙烯的主要用途或加工方法在第一位写出；重要性能、添加剂、颜色和状态（粒状或粉状）在第二位至第五位写出。按表 3－8 的规定以代号表示。

表 3－8 特征单元 2 所用的代号

代 号	第 一 位	代 号	第二位至第五位
B	吹塑成型（中空制品）	A	加工稳定
C	压延	B	抗粘连
E	挤出管材、型材和片材	C	着色的
F	挤出平膜和薄片	D	粉状
H	涂覆	E	可发泡的
I	吹塑薄膜	F	阻燃
K	电缆和电线绝缘层	H	耐热老化
L	绳索丝	K	金属钝化
M	注塑	L	耐光和（或）气候老化
Q	压塑	P	冲击改性
R	旋转模塑	S	润滑
S	粉末涂覆或烧结	T	提高透明性
T	挤出扁丝	Y	增加导电性
X	无说明	Z	抗静电
Y	纺丝		

本色（无着色）、粒状材料不需写出；有颜色（着色）、粉状材料则需写明。

塑料材料都应具有一般的加工稳定性，因此，只含有必需量加工稳定剂的聚丙烯在命名中不需标明。

3.3 特征单元 3

在本特征单元中，聚合物等规指数标称值的范围用两位数字表示（见 3.3.1）。熔体流动速率标称值范围用一个字母和三个数字表示（见 3.3.2），写在等规指数范围后面。

上述两项特征数值，如果落在或接近某档极限，生产厂应确定该材料按某档次命名。如果因生产误差而造成个别试验值落在某档极限或在某档极限的任何一侧，命名不受影响。

对于丙烯嵌段共聚物（B）、丙烯无规共聚物（R）和多种聚合物的共混物（Q），如生产厂不需要测定其等规指数时，则可在命名中略去。

3.3.1 等规指数

等规指数按 GB/T 2412 进行测定。

等规指数标称值范围分为六个档次，以两位数字表示，如表 3－9 所规定，对丙烯均聚物树脂，当其等规指数标称值大于 90 时，可在命名中省略。

表 3－9 等规指数标称值档次代号及范围

代 号	范 围
95	> 90
85	> 80 ~ 90
75	> 70 ~ 80
65	> 60 ~ 70
55	> 50 ~ 60
45	≤50

3.3.2 熔体流动速率

熔体流动速率按 GB/T 3682 进行测定。

聚丙烯熔体流动速率的试验条件及其代号如表 3－10 所规定。

表 3－10 熔体流动速率试验条件及其代号

代 号	测 试 温 度 ℃	标 称 负 荷 kg
M	230	2.16
T	190	5.00

聚丙烯熔体流动速率标称值范围分为十四档，以三位数字表示，如表 3－11 所规定。命名中试验条件代号写在档次代号前端，当试验条件为 M 时，可在命名中略去。

表 3－11 熔体流动速率标称值档次代号及范围

代 号	范围，g/10min 大于
000	≤0.1
001	0.1 ~ 0.2
003	0.2 ~ 0.4
006	0.4 ~ 0.8
012	0.8 ~ 1.5
022	1.5 ~ 3.0
045	3.0 ~ 6.0
075	6.0 ~ 9.0
105	9.0 ~ 12
140	12 ~ 16
180	16 ~ 20
225	20 ~ 25

续表

代 号	范围 , g/10min 大于
300	25 ~ 35
425	35 ~ 50
700	50

3.4 特征单元 4

在本特征单元，填料或增强材料的类型用一个字母为代号在第一位写出；其物理状态用另一个字母为代号在第二位写出（见表 3 - 12），其质量含量用两位数字为代号在第三位写出（见表 3 - 13）。

表 3 - 12 填料和增强材料的代号

代 号	材 料 (第一位)	代 号	状 态 (第二位)
B	硼	B	球状、珠状
C	碳	D	粉状
		F	纤维状
G	玻璃	G	碎粒状、碎纤维状
		H	须晶
K	碳酸钙		
L	纤维素 ¹⁾		
M	矿物 ¹⁾ 、金属 ¹⁾		
S	合成有机物	S	鳞状、片状
T	滑石		
W	木		
X	无说明	X	无说明
Z	其他	Z	其他

注：1) 对于这些材料，可在本特征单元的第四位以其化学符号或公认的代号明确写出。

表 3 - 13 填料和增强材料质量含量代号

代 号	质量含量 ,% (m/m) (第三位)
05	≤7.5
10	> 7.5 ~ 12.5
15	> 12.5 ~ 17.5
20	> 17.5 ~ 22.5

续表

代 号	质量含量 ,% (m/m) (第三位)
25	> 22.5 ~ 27.5
30	> 27.5 ~ 32.5
35	> 32.5 ~ 37.5
40	> 37.5 ~ 42.5
45	> 42.5 ~ 47.5
50	> 47.5 ~ 55
60	> 55 ~ 65
70	> 65 ~ 75
80	> 75 ~ 85
90	> 85

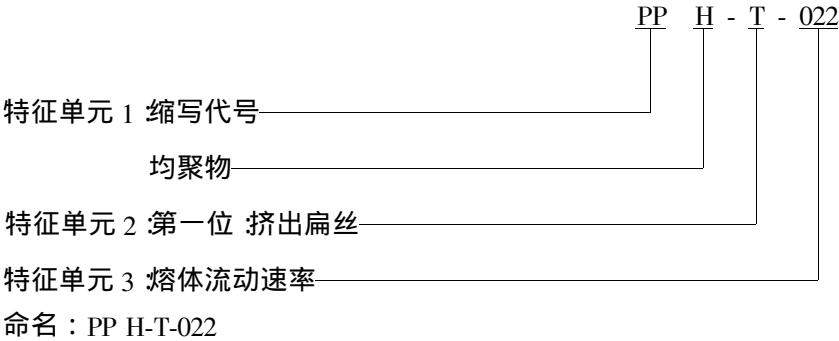
若填料和增强材料为多种材料或多种状态的混合物，可用“+”将其相应的代号组合，再打上括弧。例如含有 25%（25）的玻璃纤维（GF）和 10%（10）的矿物粉（MD）的混合物，则可在第一位以（G+M）表示，在第二位以（F+D）表示，第三位以（25+10）表示。

3.5 特征单元 5

需作补充说明的内容，本标准不作规定，但应用尽量少的英文字母为代号表示。

4 命名举例

4.1 某丙烯均聚物（H），主要用于挤出扁丝（T），本色（无着色），颗粒状，等规指数标称值为 96（95），熔体流动速率标称值为 2.5g/10min（022），试验条件为 230℃，2.16kg，（M）命名为：



4.2 某丙烯嵌段共聚物（B），本色，颗粒状，主要用于注塑（M），耐光和（或）气候老化（L），熔体流动速率标称值为 0.3g/10min（0.03），试验条件为 230℃，2.16kg，（M）命名为：

PP B - ML - 003

特征单元 1 缩写代号

嵌段共聚物

特征单元 2 第一位 注塑

第二位 耐光(或)气候老化

特征单元 3 熔体流动速率

命名: PPB-ML-003

4.3 某种 40% 碳酸钙粉填充 (KD_{40}) 的丙烯均聚物 (H) 材料, 颗粒状, 已着色 (C), 具有抗静电性能 (Z), 主要用于挤出片材 (E), 基础聚合物的等规指数标称值为 96, 熔体流动速率标称值为 0.15g/10min (001), 试验条件为 230℃, 2.16kg (M) 命名为:

PP H - E Z C - 001 - K D 40

特征单元 1 缩写代号

均聚物

特征单元 2 第一位 挤出片材

第二位 抗静电

第三位 已着色

特征单元 3 熔体流动速率

特征单元 4 第一位 填充碳酸钙

第二位 粉状

第三位 质量含量

命名: PP H-EZC-001-KD₄₀

第二节 丁 腈 橡 胶

一、丁二烯橡胶溶液色度的测定

SH/T 1049—91

本标准参照采用国际标准 ISO 6271—1981《透明液体——用铂-钴标度测定颜色》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了丁二烯橡胶苯乙烯溶液色度的测定。

本标准适用于测定与铂-钴标准比色溶液颜色相似的丁二烯橡胶苯乙烯溶液。

2 定义

丁二烯橡胶溶液色度：以铂-钴标准比色溶液的颜色表征丁二烯橡胶苯乙烯溶液颜色的深浅程度。

3 方法提要

在试验条件下，将 5% 丁二烯橡胶苯乙烯溶液的颜色与铂-钴标准比色溶液的颜色进行目视比色，以铂-钴标准比色溶液颜色的色号来表示测定结果。

4 仪器

4.1 分析天平：感量 0.000 1g。

4.2 分光光度计：配有 10mm 比色皿。

4.3 磁力搅拌器。

4.4 振荡器。

4.5 具塞比色管：100mL，在底部以上 180mm 处刻有标线，各比色管标线的高度相差不得超过 3mm。

4.6 比色管架：底部衬有白色底板。

4.7 具塞锥形烧瓶：250mL。

4.8 烧杯：500mL。

4.9 容量瓶：1 000mL。

4.10 刻度移液管：5，10mL。

5 试剂及溶液的配制

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 氯铂酸钾 (K_2PtCl_6)。

5.2 六水合二氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

5.3 盐酸：密度 1.19g/mL^3 。

5.4 苯乙烯 (工业品)：色号小于 10。苯乙烯色度的测定，按第 7 条分析步骤进行。

5.5 铂-钴标准溶液的配制：

称取 1.245g (精确至 0.001g) 氯铂酸钾 (5.1) 和 1.000g (精确至 0.001g) 六水合二氯化钴 (5.2) 置于 500mL 烧杯中，加入 200mL 水和 100mL 盐酸 (5.3)，若不溶解时，加热使其溶解。冷却至室温后，定量转移到 $1\,000\text{mL}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度，混合均匀。此溶液的铂-钴色号为 500。将此溶液贮存在棕色细口试剂瓶中，置于暗处，其保存期为一年。

在分光光度计 (4.2) 上用 10mm 比色皿 (以水作参比) 测定铂-钴标准溶液的吸光度，其吸光度应符合表 3-14 规定，否则应重新配制。

表 3-14 铂-钴标准溶液的吸光度

波 长, nm	吸 光 度
430	0.110 ~ 0.120
455	0.130 ~ 0.145
480	0.105 ~ 0.120
510	0.055 ~ 0.065

5.6 铂-钴标准比色溶液的配制

按表 3-15 规定，分别在七只比色管 (4.5) 中，用移液管 (4.10) 加入不同量的铂-钴标准溶液 (5.5)，用水稀释至刻度，摇匀。塞上比色管的管塞，标上对应的铂-钴色号，置于暗处。此铂-钴标准比色溶液的保存期为一个月，但最好用新鲜配制的。

表 3-15 铂-钴标准比色溶液的配制

铂-钴标准溶液的体积 mL	铂-钴标准比色溶液的颜色 铂-钴色号
1	5
2	10
3	15
4	20
5	25
6	30
7	35

6 试液的制备

称取约 5g (精确至 0.01g) 剪成 $3\text{mm} \times 3\text{mm} \times 6\text{mm}$ 细条的丁二烯橡胶，放入锥形烧

瓶(4.7)中,再加入 95g(精确至 0.01g)苯乙烯,在磁力搅拌器搅拌下(或在振荡器上振荡)溶解 4h。观察有无未溶物,如果有未溶物,再继续溶解 4h。如果还有不溶物,需重新取样溶解。

7 分析步骤

按第 6 条配制的试液移入比色管(4.5)至刻度,然后将其与盛有铂-钴标准比色溶液的比色管放在同一比色管架(4.6)上,取下比色管管塞,在日光或日光灯灯光的照射下(避免光线从侧面照射),从比色管管口垂直往下观察,比较试液与铂-钴标准比色溶液颜色的深浅,直到获得与铂-钴标准比色溶液颜色最接近的色号。如果试液的色号处于两个铂-钴标准比色溶液的色号之间,以铂-钴标准比色溶液色号大的来表示。

8 分析结果的表述

$$C = C_2 - C_1$$

式中: C ——丁二烯橡胶溶液的色号;

C_1 ——苯乙烯溶液的色号;

C_2 ——所测试液的色号。

9 允许差

两次平行测定结果之差不大于五个铂-钴色号。

10 报告内容

- 本测定方法所参照的标准;
- 测定结果和表示方法;
- 在测定过程中注意到的任何异常现象;
- 测定日期。

二、合成生胶凝胶含量的测定

SH/T 1050—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了非充油丁二烯橡胶(BR)、丁苯橡胶(SBR)和丁腈橡胶(NBR)的生胶中凝胶含量的测定方法。

本标准适用于测定合成生胶中凝胶含量小于 2.0% 的 BR、SBR 和 NBR。

本标准不适用于测定微凝胶。

2 引用标准

GB 6734 成包合成生胶取样

3 定义

合成生胶在甲苯中溶解一段时间后，留在孔径为 $125\mu\text{m}$ 过滤器上的不溶物即为凝胶。

4 方法提要

将放有一定量试样的过滤器悬置于甲苯中，在规定温度下静置溶解一定时间后，取出、洗涤、烘干、恒重。计算凝胶含量。

5 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 甲苯

注：甲苯为易挥发的有毒液体，整个分析过程应在通风橱内进行。

5.2 蒸馏水。

6 仪器

6.1 分析天平：感量 0.0001g 。

6.2 过滤器：用孔径为 $125\mu\text{m}$ 的不锈钢网制成，其体积为 $45\text{mm} \times 45\text{mm} \times 20\text{mm}$ 。

注：用过的过滤器可在发烟硝酸中浸泡 20h 左右，或在 550°C 高温炉中灼烧 15min 后，用水清洗干净，反复使用。

6.3 干燥箱： $50 \sim 200^\circ\text{C}$ ，恒温控制精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

6.4 称量瓶：直径为 70mm，高为 35mm。

6.5 医用剪刀：锋利、无油污。

6.6 干燥器：内径 200mm，装有变色硅胶。

6.7 滴瓶：125mL。

6.8 量筒：50mL。

6.9 镊子。

6.10 搪瓷盘： $200\text{mm} \times 300\text{mm} \times 50\text{mm}$ 。

7 取样及试样制备

7.1 按照 GB 6734 规定方法取样。

7.2 从样品中多点割取，并用医用剪刀（6.5）剪成 $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times 3\text{mm}$ 的细条试样。

8 分析步骤

8.1 过滤器恒重：将用蒸馏水洗净的过滤器（6.2）放入温度控制在 $100 \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱（6.3）中干燥 1h，取出，放入干燥器（6.6）中，冷却至室温，称量；再放入干燥箱内

干燥 30min, 取出, 放入干燥器内, 冷却至室温, 称量。重复此步骤, 直至相邻两次称量之差不大于 0.000 3g 为恒重。

8.2 称取已剪成细条的试样约 0.25g, 精确至 0.01g。平铺在已恒重的过滤器 (6.2) 内, 使胶条之间互相不粘接。用量筒 (6.8) 将 50mL 甲苯 (5.1) 加入称量瓶 (6.4) 中, 并将过滤器悬置于称量瓶中, 使胶条全部浸没在甲苯中, 但过滤器上端必须露出液面 2mm 以上。盖好称量瓶盖, 放在通风橱内避光处, 在 $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 温度下溶解 16 ~ 24h。

用镊子 (6.9) 将过滤器从称量瓶中提出。用滴瓶 (6.7) 的滴管吸取甲苯 1.5 ~ 2mL, 仔细地淋洗过滤器及其中的凝胶, 以洗去残留在过滤器上的溶胶。重复此步骤, 淋洗四遍。将过滤器放在铺有滤纸的搪瓷盘 (6.10) 中, 置于通风橱内通风 20min 左右。待过滤器上的甲苯基本挥发后, 再放入温度控制在 $100 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱内干燥 1h, 取出, 移入干燥器中, 冷却至室温, 称量。再放入干燥箱内干燥 30min, 取出, 放入干燥器中, 冷却至室温, 称量。重复此步骤, 直至相邻两次称量之差不大于 0.000 3g 为恒重。

9 分析结果的表述

凝胶含量以其质量百分数表示, 由下式计算, 结果精确至小数点后一位:

$$W = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

式中: W ——凝胶含量, 以质量百分数计, %;

m_0 ——试样质量, g;

m_1 ——过滤器质量, g;

m_2 ——过滤器加凝胶质量, g。

10 允许差

10.1 凝胶含量小于 1.0% 时, 两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

10.2 凝胶含量在 1.1% ~ 2.0% 时, 两次平行测定结果之差不大于 0.5%。

11 报告内容

- a. 本测定项目试验依据的标准;
- b. 测定日期;
- c. 溶解温度;
- d. 溶解停放时间;
- e. 测定结果和表示方法;
- f. 在测定过程中注意到的任何异常现象。

三、乙烯-乙酸乙烯酯共聚物 (E/VAC) 命名

SH/T 1052—91

本标准参照采用国际标准 ISO 4613-1—1988《塑料-乙烯-乙酸乙烯酯共聚物热塑性塑料 (E/VAC) ——第一部分：命名》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙烯-乙酸乙烯酯共聚物 (E/VAC) 热塑性材料的命名方法。

本标准适用于在常态下为粉状和粒状的乙烯-乙酸乙烯酯共聚物，其中乙酸乙烯酯含量为 3% ~ 50% (m/m)。

本标准也适用于经着色剂、添加剂、填料、增强材料等改性或未改性的上述材料。

本标准不提供材料的具体应用或加工所需要的工程数据、性能数据和加工条件。

本标准并不意味着相同命名的材料，必须具有相同的性能。

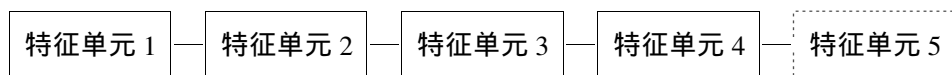
2 引用标准

GB/T 1844 塑料及树脂缩写代号。

GB/T 3682 热塑性塑料熔体流动速率试验方法

3 命名方法

本命名方法系以乙烯-乙酸乙烯酯共聚物的代号、乙酸乙烯酯含量标称值、熔体流动速率标称值、主要用途、加工方法以及其他特性等为内容，分为若干个特征单元，组成材料的命名。命名形式为：



特征单元 1：乙烯-乙酸乙烯酯共聚物缩写代号和乙酸乙烯酯含量标称值（见 3.1 条）。

特征单元 2：共聚物的主要用途、加工方法、重要性能、添加剂和补充说明（见 3.2 条）。

特征单元 3：共聚物的熔体流动速率标称值及其试验条件（见 3.3 条）。

特征单元 4：填料、增强材料及其含量（见 3.4 条）。

特征单元 5：为了详细说明问题，可加此特征单元，作为补充说明（见 3.5 条）。

在特征单元之间用连字符 (-) 分隔，若有一个特征单元不用，应用两个连字符 (--) 分隔。

3.1 特征单元

按照 GB/T 1844 的规定，乙烯-乙酸乙烯酯共聚物缩写代号为英文字母 E/VAC，在空一格以后，以两个数字为代号表明乙酸乙烯酯含量标称值的范围。

乙烯-乙酸乙烯酯含量标称值的范围分为七个档次，其相应代号按表 3－16 所规定。

表 3－16 乙酸乙烯酯含量标称值档次代号及范围

代 号	范 围 ,% (m/m)
03	> 3 ~ 5
08	> 5 ~ 10
13	> 10 ~ 15
18	> 15 ~ 20
25	> 20 ~ 30
35	> 30 ~ 40
45	> 40 ~ 50

乙酸乙烯酯含量的试验方法见附录 A（补充件）。

3.2 特征单元 2

共聚物的主要用途或加工方法在第一位写出，其重要性能、添加剂、颜色和状态（粒状或粉状）在第二位至第四位写出。按表 3－17 的规定以代号表示。

本色（无着色）、粒状材料不需写出，有颜色（着色）、粉状材料则需写明。

表 3－17 特征单元 2 所用的代号

代 号	第 一 位	代 号	第二位至第四位
A	粘合剂	A	加工稳定
B	吹塑成型（中空制品）	B	抗粘连
C	压延	C	着色的
		D	粉状
E	挤出管材、型材和片材	E	可发泡的
F	挤出薄膜	F	阻燃
G	通用		
H	涂覆	H	耐热老化
J	电缆护套		
K	电线和电缆绝缘层	K	金属纯化
L	单丝	L	耐光和（或）气候老化
M	注塑		
		P	冲击改性
Q	压塑		
R	旋转模塑	R	脱膜剂
S	粉末涂覆或烧结	S	润滑
T	挤出扁丝	T	提高透明性
		W	抗水解

续表

代 号	第 一 位	代 号	第二位至第四位
X	无说明	X	可交联的
		Y	增加导电性
		Z	抗静电

如果在第二位至第四位有内容表达，而第一位无专门说明，则应写上 X。

3.3 特征单元 3

在本特征单元中，共聚物熔体流动速率标称值用一个字母和三个数字表示（见

3.3.1）。

上述特征值，如果落在或接近某档极限，生产厂应确定该共聚物按某档次命名。如果因生产误差而造成个别试验值落在某档极限或某档极限的任何一侧，命名不受影响。

3.3.1 熔体流动速率

熔体流动速率按 GB/T 3682 进行测定。

本共聚物熔体流动速率试验条件及代号如表 3 - 18 所规定。

表 3 - 18 熔体流动速率试验条件及代号

代号	测试温度 ,℃	标称负荷 , kg
D	190	2.16
B	150	2.16
Z	125	0.325

通常试验条件应选用 D，如测得的熔体流动速率大于 100g/10min 时，应改用 B，如后者测得的熔体流动速率仍大于 100g/10min 时，推荐使用 Z。

本共聚物熔体流动速率标称值范围分为十一个档次；每个档次以三个数字表示，如表 3 - 19 所规定。命名中试验条件代号写在档次代号前端。

表 3 - 19 熔体流动速率标称值档次代号及范围

代 号	范围 , g/10min
000	≤0.10
001	> 0.10 ~ 0.20
003	> 0.20 ~ 0.40
006	> 0.40 ~ 0.80
012	> 0.80 ~ 1.5
022	> 1.5 ~ 3.0
045	> 3.0 ~ 6.0
090	> 6.0 ~ 12.0
200	> 12.0 ~ 25.0

续表

代 号	范围，g/10min
400	> 25.0 ~ 50.0
700	> 50.0

3.4 特征单元 4

在本特征单元中，填料或增强材料的类型用一个字母为代号在第一位写出，其物理形态用另一个字母为代号在第二位写出（见表 3 - 20）。其质量含量百分数用两个数字在第三位写出。

表 3 - 20 填料和增强材料及形态的代号

代 号	材 料 第一位	代 号	形 态 第二位
B	硼	B	球状、珠状
C	碳 ¹⁾	D	粉状
		F	纤维状
G	玻璃	G	碎粒状、碎纤维
		H	须晶
K	碳酸钙		
L	纤维素 ¹⁾		
M	矿物 ¹⁾ 、金属 ¹⁾		
S	有机合成物 ¹⁾	S	鳞状、片状
T	滑石		
W	木		
X	无说明	X	无说明
Z	其他 ¹⁾	Z	其他 ¹⁾

注：1) 对于这些材料，可在本特征单元的第四位以其化学符号或公认的代号明确写出。

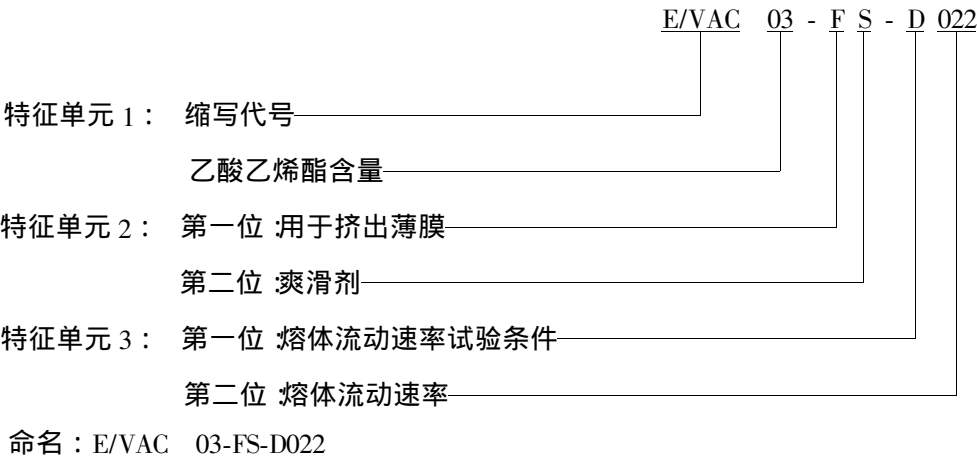
若填料和增强材料为多种类型及形态的混合物，可用“ + ”将其代号组合，再打上括弧。例如含有 25% 的玻璃纤维（GF）和 10% 的矿物粉（MD）的混合物，则应以（GF25 + MD10）表示。

3.5 特征单元 5

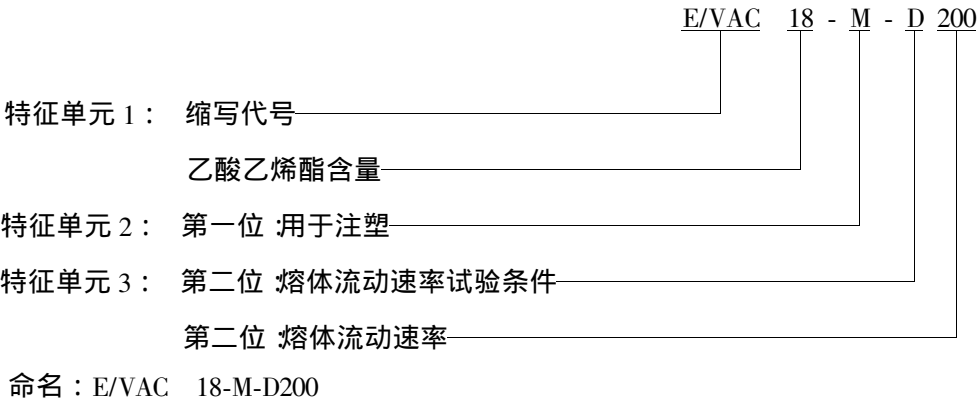
需作补充说明的内容，本标准不作规定，但应以尽量少的英文字母为代号表示。

4 命名举例

4.1 某乙烯-乙酸乙烯酯共聚物（E/VAC），其乙酸乙烯酯含量标称值为 4%（m/m）（03），用于挤出薄膜（F），含有爽滑剂（S），熔体流动速率标称值在 190℃，2.16kg 试验条件（D）时为 2.0g/10min（022）。命名如下：



4.2 某乙烯-乙酸乙烯酯共聚物（E/VAC），其乙酸乙烯酯含量标称值为 17%（*m/m*）（18），用于注塑（M），熔体流动速率标称值在 190℃，2.16kg 试验条件（D）时为 19g/10min（200），命名如下：



附 录 A
乙酸乙烯酯含量的测定 皂化法
(补充件)

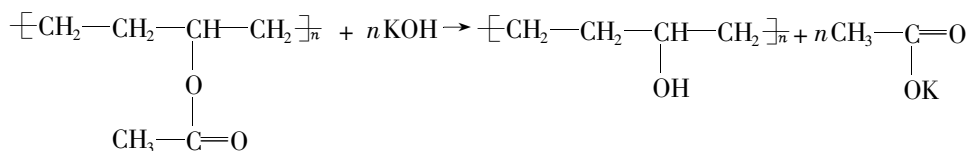
A1 主题内容与适用范围

本方法适用于测定乙烯-乙酸乙烯酯共聚物（E/VAC）中的乙酸乙烯酯含量。

A2 方法原理

乙烯-乙酸乙烯酯共聚物经加热能溶解于甲苯中，此时加入已知过量的氢氧化钾与其发生皂化反应，再用硫酸标准滴定溶液滴定剩余的氢氧化钾，从而计算出乙酸乙烯酯的含量。

反应式：



A3 试剂

A3.1 甲苯：分析纯。

A3.2 乙醇：分析纯。

A3.3 氢氧化钾-乙醇溶液： $c(\text{KOH}) = 0.5\text{mol/L}$ 。

A3.4 硫酸标准滴定溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05\text{mol/L}$ 。

A3.5 百里酚蓝指示剂：将 0.1g 百里酚蓝指示剂溶于 100mL 乙醇中。

A4 仪器与设备

A4.1 分析天平：感量为 0.1mg。

A4.2 滴定管：25mL。

A4.3 移液管：30mL，25mL。

A4.4 磨口三角烧瓶：250mL。

A4.5 量筒：50mL。

A4.6 回流冷凝器：500mm。

A4.7 恒温水浴。

A4.8 滴瓶：50mL。

A5 测定步骤

A5.1 称取约 0.2g 试样，精确至 0.000 1g，放入磨口三角烧瓶中，加入 20mL 甲苯 (A3.1) 并用移液管加入 5mL 氢氧化钾-乙醇溶液 (A3.3)。

A5.2 把回流冷凝器装在磨口三角烧瓶上，置于 80℃ 恒温水浴中加热回流 2h。然后取出，冷却至室温。用 15mL 蒸馏水冲洗回流冷凝器，取下磨口三角烧瓶，依次加入 30mL 乙醇 (A3.2) 和 1mL 百里酚蓝指示剂 (A3.5)。

A5.3 将磨口三角烧瓶内的溶液摇匀，用硫酸标准滴定溶液 (A3.4) 滴定至溶液由蓝色变成黄色。

A5.4 作一空白试验。

A6 结果表示

A6.1 计算

乙酸乙烯酯的含量 x 以质量百分数表示，按式 (A1) 计算：

$$x = \frac{0.08609 \times (V_1 - V_2) c_1 \times 100}{m} \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中： V_1 ——空白试验所消耗硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定试样所消耗硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

c_1 ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g；

0.086 09——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液〔 $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的以克表示的乙酸乙烯酯的质量。

A6.2 报告

测定须进行两次，以两次测定的算术平均值报告结果，精确至小数点后一位。

乙酸乙烯酯的含量小于或等于 15% (m/m) 时，两次测定结果的偏差不得大于 1.0% (m/m)；乙酸乙烯酯的含量大于 15% (m/m) 时，两次测定结果的偏差不得大于 3.0% (m/m)；否则须进行复测。

四、丁腈橡胶中结合丙烯腈含量的测定

Rubber, acrylonitrile-butadiene— Determination of bound acrylonitrile content

SH/T 1157—1997

eqv ISO 1656 : 1988

代替 SH/T 1157—92

警告——使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度，并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了一种用凯氏定氮法测定丁腈橡胶中结合丙烯腈含量的方法。

本标准适用于乳液聚合法生产的丁腈橡胶，其结合丙烯腈含量在 16% ~ 45% (m/m) 之间。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6737—86 合成生胶挥发分含量的测定 (eqv ISO 248:1979 生胶—挥发分含量的测定)

3 方法原理

试样经无水乙醇抽提并干燥后,在催化剂存在下,用硫酸加热消解,使丙烯腈中的氮转化成硫酸氢铵,加碱使溶液呈碱性后蒸馏,蒸出的氨用硼酸溶液吸收,然后,用硫酸标准滴定溶液滴定。

4 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 混合催化剂:

注意:硒粉有毒,混合催化剂的配制和使用需要在良好的通风下进行,避免吸入其粉尘或蒸气,防止皮肤与其直接接触。

将下列物质按质量比混合,然后,研制成均匀的粉末。

无水硫酸钾 (K_2SO_4) 30 份,

五水硫酸铜 ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 4 份,

硒粉 1 份;或十水硒酸钠 ($Na_2SeO_4 \cdot 10H_2O$) 2 份。

4.2 无水乙醇。

4.3 硫酸: $\rho = 1.84g/mL$ 。

4.4 硫酸标准滴定溶液: $c(H_2SO_4) = 0.1mol/L$ 。

4.5 氢氧化钠溶液: $c(NaOH) \approx 10mol/L$ 。

将 400g 氢氧化钠溶于 600mL 中。

4.6 硼酸溶液: $c(H_3BO_3) \approx 0.17mol/L$ 。

将 40g 硼酸溶于 1L 水中,必要时,可加热溶解,然后冷却溶液至室温。

4.7 锌:颗粒状。

4.8 混合指示剂:

将 0.1g 甲基红和 0.05g 亚甲基蓝溶于 100mL95% (V/V) 乙醇中,并倒入棕色瓶中备用。该指示剂在存放过程中可能变质,故应使用新近配制的指示剂。

5 仪器

5.1 抽提器:带磨口的锥形瓶,容积为 200~250mL,附球形或蛇形水冷凝器。

5.2 凯氏烧瓶:1 000mL。

5.3 液滴捕获器:直径 50mm。

5.4 分液漏斗:150mL。

5.5 球形冷凝器:长约 200mm。

5.6 吸收瓶:500mL 锥形瓶。

6 试样制备

按照 GB/T 6737 中 A 法进行试样干燥和均化，将干燥后的试样剪成宽约 5mm，长约 30mm 的细条。

称取已剪成细条的试样约 4g（精确至 0.01g）。在锥形瓶（5.1）底部放上一张圆形滤纸，并加入 100mL 无水乙醇（4.2），将称好的试样逐条放入锥形瓶内，装好回流冷凝器（5.1）在溶液微沸下，抽提 60min，弃去抽提液，重新加入 100mL 无水乙醇，再抽提 60min。取出试样，在温度为 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，余压不大于 13.3kPa 的真空烘箱中干燥 2h，取出试样放入干燥器中冷却至室温。将试样剪成碎粒，放入干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 称取约 1g（精确至 0.000 1g）按第 6 章制备好的试样，小心置于洁净的凯氏烧瓶（5.2）底部，不要使胶粒粘附在瓶颈上；加入 6.5g 混合催化剂（4.1）和 30mL 硫酸（4.3），轻轻旋转凯氏烧瓶，使胶粒、催化剂与硫酸充分混合。将凯氏烧瓶倾斜地放置在通风橱内的加热器上，加热，使溶液保持微沸，直至溶液变成清澈透明的绿色后，再继续煮沸 60min，使试样完全消解。

7.2 待凯氏烧瓶内溶液冷却至室温后，加入 250mL 水冲洗瓶颈并稀释溶液，摇匀，然后加入 0.5g 锌粒，立即将凯氏烧瓶与液滴捕获器（5.3），分液漏斗（5.4）和冷凝器（5.5）连接好（装置见图 1），通入冷却水。

在吸收瓶（5.6）中加入 100mL 硼酸溶液（4.6）和 2 滴混合指示剂（4.8），将冷凝器导管末端浸没在硼酸溶液内。

经分液漏斗，向凯氏烧瓶中加入 100mL 氢氧化钠溶液（4.5），用少量水洗涤分液漏斗，洗涤液也加入凯氏烧瓶中。关闭分液漏斗，再往分液漏斗中加入少许水。然后加热蒸馏，在稳定的蒸馏速度下，蒸馏至收集约 200mL 馏出液为止，降低吸收瓶，用水洗涤导管末端，洗涤液并入吸收瓶中。

7.3 用硫酸标准滴定溶液（4.4）滴定吸收液至刚出现紫色为终点。

7.4 按上述测定方法进行空白试验。

8 分析结果的表述

以质量百分数表示的结合丙烯腈含量 x （%），由下列计算公式给出：

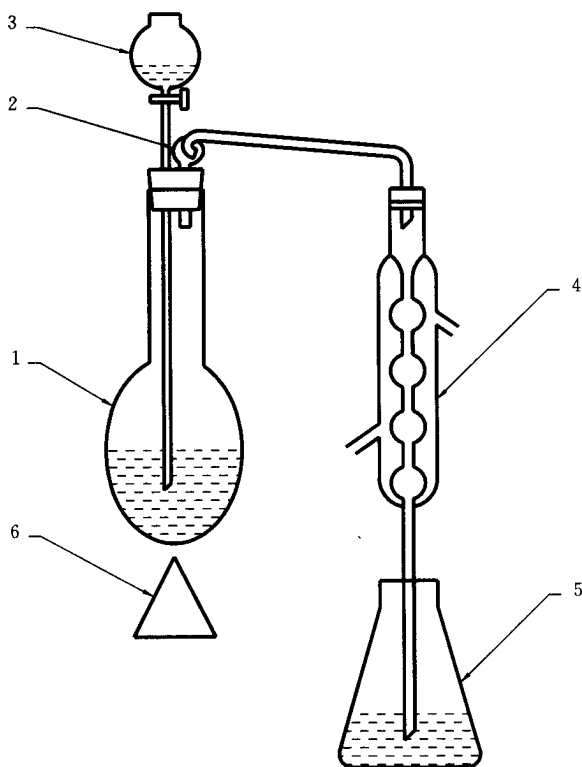
$$x = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.106 \times 100}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_1 ——试样所消耗硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——空白试验所消耗硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

m ——经过抽提、干燥后的试样的质量，g；



1—凯氏烧瓶；2—液滴捕获器；3—分液漏斗；4—冷凝器；5—吸收瓶；6—加热器

图 3-1 凯氏定氮装置

0.106——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的丙烯腈的质量。

所得结果应表示至二位小数。

9 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 0.50%。

10 实验报告内容

- a) 本标准的编号；
- b) 测定结果和表示方法；
- c) 在测定过程中观察到的任何异常现象；
- d) 测定日期。

五、丁腈橡胶中防老剂丁含量测定方法

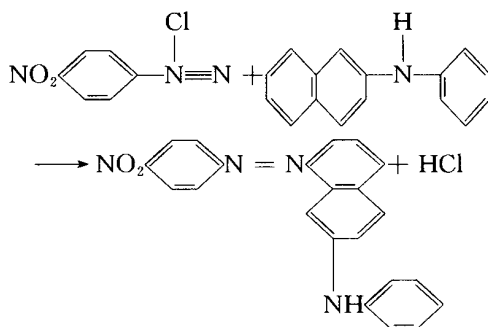
Determination method of antioxidant D content in acrylonitrile—Butadiene rubber

SH/T 1158—92

本标准适用于热法乳液聚合丁腈橡胶中防老剂丁的测定，也适用于其他橡胶中防老剂丁的测定。

1 测定原理

氯化对硝基重氮苯和防老剂丁在乙醇溶液中反应生成紫红色偶氮化合物，反应式如下：



在分光光度计 530nm 波长下测其吸光度，由标准曲线查得其对应的防老剂丁毫克数，再计算其含量。

2 仪器

2.1 分光光度计：72 型或同种类型。

2.2 砂浴或水浴。

2.3 抽提器：抽提瓶容量 100mL，磨口，带有 1m 长的空气冷凝器（或 200mL 长球形冷却器）。

2.4 容量瓶：25mL、100mL（棕色）、1 000mL。

2.5 移液管：5mL（大肚）、5mL（刻度）。

2.6 量筒：25mL。

2.7 吸滤瓶：1 000mL。

2.8 布氏漏斗： $\phi 10\text{mL}$ 。

3 试剂及溶液制备

3.1 试剂

3.1.1 对硝基苯胺。

3.1.2 亚硝酸钠 (GB 633—77)。

3.1.3 盐酸 (GB 622—77)。

3.1.4 防老剂丁 (HG 2—469—79)。

3.1.5 氢氧化钠 (GB 629—77)。

3.1.6 无水乙醇 (GB 678—78)。

3.1.7 95%乙醇 (GB 679—80)。

3.2 溶液制备

3.2.1 氢氧化钠溶液：2.5%，称取 15g 氢氧化钠，溶解于 585mL 蒸馏水中，摇匀。

3.2.2 对硝基苯胺盐酸盐溶液：0.2%，称取 2g 对硝基苯胺，放在 250mL 烧杯中，加 100mL 蒸馏水和 5mL 浓盐酸，在不断搅拌下加热至 50 ~ 60℃，待全部溶解后，趁热过滤，冷却至室温，稀释至 1 000mL，振摇混合均匀，用时取上层澄清液。

3.2.3 亚硝酸钠溶液：0.1%，称取 1g 亚硝酸钠溶解在 1 000mL 蒸馏水中，摇匀。

3.2.4 氯化对硝基重氮苯溶液：将 0.2% 对硝基苯胺盐酸盐溶液和 0.1% 亚硝酸钠溶液等体积混合，此溶液保存在棕色试剂瓶中，在 8h 内有效。

3.2.5 防老剂丁标准溶液。

3.2.5.1 防老剂丁的精制：称取 40g 工业品防老剂丁，加入 300mL 2.5% 的氢氧化钠溶液，在 80℃ 水浴上不断搅拌下加热 30min，然后用布氏漏斗垫一层滤纸抽滤，用蒸馏水洗涤沉淀至中性，将沉淀移入 600mL 烧杯中，加入 95% 乙醇 300 ~ 400mL，在 60 ~ 70℃ 水浴上加热至全部溶解，趁热用布氏漏斗抽滤，用热的乙醇洗涤漏斗 2 ~ 3 次，将滤液移入烧杯中，稍加浓缩，放冷，待防老剂丁结晶析出，滤出结晶。如前述用 95% 乙醇溶液再结晶一次。把结晶夹在滤纸中间在 80 ~ 85℃ 烘箱中干燥 1h，取出，贮存在棕色瓶内，置于干燥器中备用。

3.2.5.2 防老剂丁标准溶液的配制：准确称取 $(0.1 \pm 0.0002)\text{g}$ 精制防老剂丁，用无水乙醇溶解于 100mL 的棕色容量瓶中并稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5mL 置于另一 100mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，即得 0.05mg/mL 防老剂丁标准溶液。

3.3 标准曲线的制作

吸取防老剂丁标准溶液 1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL，分别置于 5 只 25mL 容量瓶中，再加无水乙醇调整各瓶溶液体积使均约 10mL，各加入 1mL 氯化对硝基重氮苯溶液，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，在室温下放置 10min。

与此同时制备空白溶液，即在 25mL 容量瓶中加入 1mL 氯化对硝基重氮苯溶液，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，放置 10min。

按照分光光度计操作步骤，用 0.5cm 比色皿在波长 530nm 处测定吸光度。以吸光度为纵坐标，以标准溶液的防老剂丁毫克数为横坐标作图，绘制标准曲线。

4 试样

取具有代表性样品，剪成小于 0.5mm 的颗粒，混合均匀。

5 测定步骤

称取试样约 0.1g（准确至 0.000 2g），放入抽提瓶中，加 25mL 无水乙醇，装上冷凝管，在砂浴（或水浴）上加热沸腾 30min，取下待冷，将抽出液倒入 100mL 容量瓶中，以同样操作再抽提一次，抽提时间为 30min，用乙醇洗涤抽提瓶和试样 3 次，洗液一并倒入容量瓶中，冷却至室温，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀。

用移液管准确吸取 5mL 抽出液，置于 25mL 容量瓶中，加入 1mL 氯化对硝基重氮苯溶液，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，同时做空白溶液，在室温下放置 10min。

将显色后的溶液，按照制作标准曲线的步骤，在分光光度计上用 0.5cm 比色皿在波长 530nm 处测定吸光度，在标准曲线上查出对应的防老剂丁毫克数。

6 计算

按下式计算防老剂丁百分含量：

$$\text{防老剂丁}(\%) = \frac{a}{m \times 1\,000} \times \frac{100}{5} \times 100 = \frac{2a}{m}$$

式中： a ——在标准曲线上查得的防老剂丁毫克数；

m ——试样质量，g。

7 允许误差

平行测定的两个结果之差不大于 0.1%。

8 报告内容

- a. 试验依据的标准名称或标准号；
- b. 测定结果和表示方法；
- c. 在测定过程中注意到的任何异常现象。

六、丁腈橡胶溶胀度测定方法

Determination methods of swelling ratio for
acrylonitrile—Butadiene rubber

SH/T 1159—92

本标准适用于热法乳液聚合生产的丁腈橡胶的硫化胶溶胀度的测定，未必适用于其他橡胶。

本标准按照浸渍温度和时间规定了两个方法，当测定结果有争议时，应以方法 A 为基础方法进行仲裁。

1 定义

将硫化胶试片浸在介质中，在规定温度下经一定时间，试片所增加的质量百分数即为溶胀度。

2 试样制备

2.1 丁腈橡胶基本配合

丁腈橡胶基本配合见表 3－21。

表 3－21

配合料名称	规 格	配合量（质量份）		
		DQJ—170	DQJ—270	DQJ—370 DQJ—371
丁腈橡胶		100.0	100.0	100.0
硬脂酸	QB 523—66，一级品	1.5	1.5	1.5
促进剂 M	HG 2—471—78，专用品	1.5	0.8	0.8
氧化锌	HG 1—235—65，一级品	5.0	5.0	5.0
槽法瓦斯炭黑	一级品	50.0	45.0	45.0
硫 黄	一级品	2.0	1.5	1.5

2.2 混炼工艺条件

2.2.1 混炼设备

2.2.1.1 炼胶机

辊筒直径：160mm；
辊筒长度：320mm；
档板间距：全开；
辊速：前辊 22r/min，后辊 27r/min；
速比：1:1.22；
辊温：可用冷却水和蒸汽调节。

2.2.2 混炼条件

- 2.2.2.1 配合量：每次取生胶 300g。
- 2.2.2.2 混炼温度：(35 ± 5)℃。

2.2.3 混炼程序

混炼程序见表 3－22。

表 3－22

加料顺序	名 称	混炼时间 min	辊距 mm	割刀次数
1	丁腈橡胶	10	0.8	每半分钟 1 次
2	硬脂酸	2	0.8	5 次以上
3	促进剂 M	2	0.8	5 次以上
4	氧化锌	2	0.8	5 次以上
5	炭黑	15	1.0 ~ 1.4	分 3 次加入，每 1、2、3 次分别割刀 5、8、15 次
6	硫黄	2	1.0 ~ 1.4	5 次以上
7	薄通	4 ~ 6	0.3 ~ 0.4	不包辊通过 6 ~ 8 次
8	下片	1	1.8 ~ 2.2	

2.2.4 混炼胶停放时间：在室温下停放 2 ~ 24h。

2.3 硫化工艺条件

2.3.1 硫化设备：平板硫化机。

2.3.2 硫化条件

- 2.3.2.1 硫化温度：(142 ± 1)℃。
- 2.3.2.2 硫化压力：模具承受压力大于 20kg/cm²。
- 2.3.2.3 硫化时间：40、50、60min。
- 2.3.3 硫化胶停放时间：依照 GB 2941—82《橡胶试样停放和试验的标准温度、湿度和时间》。

2.4 试片裁取

用裁刀截取长 20mm，宽 20mm，厚 (2 ± 0.3) mm 的试片。

3 仪器及试剂

3.1 仪器

3.1.1 耐压密封容器：铜质，直径 80mm，高 60mm，壁厚 5mm，具有螺口盖。

3.1.2 广口瓶：容积为 150mL。

3.1.3 恒温水浴：方法 B 可用 $\phi 25\text{cm}$ 铝锅。

3.1.4 分析天平：感量 0.1mg。

3.1.5 扁形称量瓶：直径 35mm、高 25mm。

3.1.6 方形裁刀：20×20mm。

3.1.7 镊子：不锈钢。

3.1.8 秒表：分度 1/10s。

3.1.9 干燥器：不装干燥剂。

3.2 试剂

3.2.1 苯（GB 690—77）。

3.2.2 溶剂油：NY-120（GB 1922—80）

3.2.3 有机溶剂：苯：溶剂油 = 1:3（体积比）。

4 测定步骤

4.1 方法 A

称取两个试片（准确至 0.000 2g），做平行试验，将试片用细棉线从中心穿通串联，水平地悬挂于盛有 69mL^① 有机溶剂的广口瓶内，试片之间和试片与瓶壁之间均不得互相接触，试片要全都浸渍在有机溶剂内。^②

盖上瓶盖，将广口瓶置于（23±2）℃的恒温水浴中，经 24h 取出。

打开瓶盖，用镊子将试片取出，抽去细棉线，用滤纸吸去表面溶剂，立即放到已知质量的称量瓶内（不盖盖子），一并放入干燥器中（此过程要在 30s 内完成），开始计时，放置 3min，盖上称量瓶盖，称其质量。

注：①试验溶剂应不少于试片总体积的 15 倍。

②试验溶剂只限用 1 次。

4.2 方法 B

称取两个试片（准确至 0.000 2g），做平行试验。将试片用细棉线从中心穿通串联，水平地悬挂于盛有 60mL 有机溶剂的耐压容器内，试片之间和试片与器壁之间不得互相接触，试片要全部浸渍在有机溶剂内。

拧紧密封盖，把容器置于（98±2）℃的水浴中，经 60min（DQJ—270 为 80min），取出。在冷水中冷却 10min。

打开容器，用镊子取出试片，抽去细棉线，用滤纸吸去表面溶剂，立即放到已知质

量的称量瓶内（不盖盖子），一放入干燥器中（此过程要在 30s 内完成），开始计时，放置 3min，盖上称量瓶盖子，称其质量。

5 测定结果计算

溶胀度按下式计算：

$$\text{溶胀度}(\%) = \frac{(m_2 - m_1) - m}{m} \times 100$$

式中： m_2 ——称量瓶加溶胀后试片的质量，g；

m_1 ——称量瓶质量，g；

m ——试片溶胀前的质量，g。

结果取其平均值。

6 允许误差

6.1 方法 A：平行测定的两个结果之差不大于 1.5%。

6.2 方法 B：平行测定的两个结果之差不大于 2.0%。

7 报告内容

- a. 本测定是按标准中何种方法进行的；
- b. 试片规格；
- c. 浸渍条件（浸渍液体，浸渍温度和浸渍时间）；
- d. 测定结果和表示方法；
- e. 在测定过程中，注意到的任何异常现象。

七、丁腈橡胶（NBR）试验配方和硫化特性评价

SH/T 1611—95

本标准等效采用国际标准 ISO 4658—1990《丁腈橡胶（NBR）评价方法》第 3、5、6、7、8 章。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了评价丁腈橡胶硫化特性的标准试验配方、设备、操作程序及允许差。

本标准适用于以丁二烯和丙烯腈为单体，采用低温或高温乳液聚合法生产的丁腈橡胶（NBR）。

2 引用标准

GB/T 528—92 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定

- GB 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间
- GB 6038—93 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化 设备及操作程序
- GB 6734—86 成包成生胶取样
- GB 6735—86 合成橡胶试样制备
- GB/T 9869—88 橡胶胶料硫化特性的测定（圆盘振荡硫化仪法）

3 取样及样品的制备

- 3.1 取样按 GB 6734 进行，取样量约 1 500g。
- 3.2 试样制备按 GB 6735 进行。

4 标准试验配方和操作程序

4.1 标准试验配方

标准试验配方及试料规格应符合表 3－23 要求：

表 3－23

试料名称	规格 ¹⁾	质量份
丁腈橡胶		100
氧化锌	GB 3185 一级品	3.0
硫磺 ²⁾	GB 2449 一级品或 2% MgCO ₃ 涂层的硫磺	1.5
硬脂酸	GB 9103	1.0
炭黑 ³⁾	ASTM IRB No.6	40
TBBS ⁴⁾		0.70
总计		146.20

- 注：1) 符合 ISO 4658 规定的试料，均可与表列试料互相代替，结果稍有不同。
- 2) 在 4.2.2.1 操作程序 I 中，使用与 C.P.Hall Co，4460 Hudson drive，Stow.Ohio 44224，USA 产品同类的 2% MgCO₃ 涂层的标准硫磺。在 4.2.2.2 操作程序 II 中，使用符合 GB 2449 的硫磺。
- 3) 日常检验时，可使用国内标准参比炭黑 SRB 代替 ASTM IRBNo. 6，但必须对试验结果加以修正。炭黑必须经过干燥，处理方法是放在适当的敞口容器中，厚度不超过 10mm，在 105±5℃的烘箱里干燥 2h。烘干后贮存在防潮的密闭容器中，冷却至室温备用。
- 4) 促进剂 TBBS（N－叔丁基－2－苯并噻唑次磺酰胺），熔点不低于 103℃，乙醚或乙醇不溶物低于 0.3%。在室温下密闭容器中贮存，每六个月检查一次，乙醚或乙醇不溶物超过 0.75%，应重新结晶或弃去。

4.2 操作

4.2.1 设备及操作程序

橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序按 GB 6038 进行。

4.2.2 混炼程序

实验室标准开炼机每批胶容量（以克计）应是配方量的四倍。混炼时，应调整辊距使辊间能维持一定的堆积胶。

下述两种混炼程序可任选一种。

4.2.2.1 操作程序 I

采用 MgCO_3 涂层的硫磺。整个混炼过程中，辊筒表面温度应保持在 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

持续时间
(min)

a. 将开炼机辊距固定在 1.4mm，使橡胶包辊。（对高温聚合 NBR 塑炼 4min）	2.0
b. 加入氧化锌、硬脂酸和硫磺。	2.0
c. 每边作 3/4 割刀三次。	2.0
d. 以恒定的速度均匀地加入一半炭黑。	5.0
e. 每边作 3/4 割刀三次。	2.0
f. 以恒定的速度均匀地加入剩余炭黑。	5.0
g. 加入促进剂	1.0
h. 当促进剂全部被混入后，每边作 3/4 割刀三次。	2.0
i. 下片，辊距固定在 0.8mm，将混炼胶打卷，纵向薄通六次。	2.0
总计：23.0（最多 25.0）	

j. 将混炼胶压成厚约 6mm 的胶片，并称重。如果胶料的质量和所有试料总量之差大于 0.5%，应重新混炼。取下足够量胶料供硫化仪试验用。

k. 调整辊距，使混炼胶包辊压炼 1min，制成约 2.2mm 厚的胶片，以制备硫化试样。

l. 混炼胶在硫化前按 GB 2941 规定，在标准温度、湿度下调节 2 ~ 24 h。

4.2.2.2 操作程序 II

为了获得更好的分散性，先将无 MgCO_3 涂层硫磺与橡胶预混炼。也可按操作程序 I 混炼。

4.2.2.2.1 硫磺与橡胶的预混炼

在整个预混炼过程中，辊筒表面温度应保持在 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

持续时间
(min)

a. 将开炼机辊距固定在 1.4mm，使橡胶包辊。（对高温聚合 NBR，塑炼 4min）	2.0
b. 缓慢均匀地加入硫磺。	3.0
c. 每边作 3/4 割刀三次	2.0
总计：7.0（最多 9.0）	

d. 下片，按 GB 2941 规定，在标准温度、湿度下调节 0.5 ~ 2h。

4.2.2.2.2 混炼程序

在整个混炼过程中，辊筒表面温度应保持在 $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

持续时间
(min)

- a. 将开炼机辊距固定在 1.4mm，使预混炼胶包辊。 2.0
- b. 加入氧化锌、硬脂酸。继续按 4.2.2.1c) 至 1) 操作。 2.0

5 用硫化仪进行硫化特性评价

测定下列标准参数：

在规定时间内 M_L 、 M_H 和 t_{s1} 、 $t'_{d(50)}$ 、 $t'_{d(90)}$

按 GB/T 9869 使用下列试验条件：

振荡频率：1.7Hz (100 次/min)

振幅：1°

选择性：对 M_H 至少选定满刻度的 75%

模腔温度： $160 \pm 0.3^{\circ}\text{C}$

预热时间：无

6 用硫化胶进行拉伸应力应变性能评价

- 6.1 试片于 $145 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 下硫化，硫化时间为 25、35、50min。
- 6.2 硫化试片在测试前按 GB 2941 在标准温度、湿度下调节 16 ~ 96h。
- 6.3 拉伸应力应变性能测定按 GB/T 528 进行，并采用哑铃状 I 型裁刀。

7 允许差

平行测定的两个结果之差：300% 定伸应力不大于 1.0MPa；拉伸强度不大于 2.0MPa；扯断伸长率不大于 50%。

8 试验报告内容

- a. 本标准的编号。
- b. 混炼操作中使用的试料。
- c. 选用混炼程序 I 或 II。
- d. 用硫化仪测定各参数时模腔温度，测定 M_H 使用的时间。
- e. 测定硫化胶应力应变性能的硫化温度、硫化时间。
- f. 在测定过程中的异常现象及其他必要的说明。
- g. 测定结果及单位表示方法。
- h. 测定日期及操作者。

第三节 氯丁橡胶

一、氯丁橡胶 CR121

Chloroprene rubber CR121

GB/T 14647—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯丁橡胶 CR 121 (简称 CR 121) 牌号规定及划分, 技术条件、检验方法、验收规则及包装、标志、运输、贮存。

本标准适用于以氯丁二烯为单体, 硫磺为分子量调节剂, 经乳液聚合而制得的 CR 121。

2 引用标准

GB 528—82 硫化橡胶拉伸性能的测定

GB 1232—92 未硫化橡胶门尼粘度的测定

GB 1233—92 橡胶胶料初期硫化特性的测定 门尼粘度计法

GB/T 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB 5577—85 合成橡胶牌号规定

GB 6038—85 橡胶试验胶料的配合、混炼、硫化、设备和操作程序

GB 6734—86 成包合成生胶——取样

GB 6735—86 合成橡胶试样制备

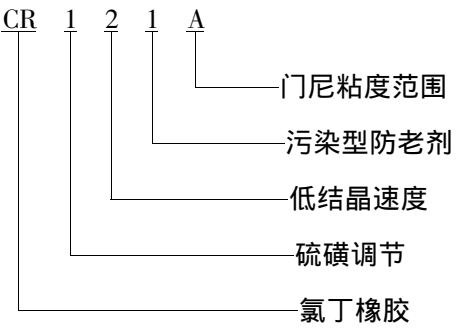
GB 6736—86 合成生胶总灰分含量的测定

GB 9004—90 工业氧化镁

3 CR 121 牌号规定及划分

3.1 牌号规定

根据 GB 5577 规定为:



3.2 牌号划分

牌 号	CR 1211	CR 1212	CR 1213
门尼粘度 $ML_{1+4}^{100^{\circ}C}$	20 ~ 40	41 ~ 60	61 ~ 75

4 技术条件

4.1 外观：呈米黄色或棕色片状或块状物，不含滑石粉外的机械杂质，无焦烧粒子（目测）。

4.2 CR 121 应符合表 3－24 技术指标。

表 3－24

项 目		指 标		
		优级品	一级品	合格品
门尼粘度 $ML_{1+4}^{100^{\circ}C}$	CR 1211	20 ~ 40	20 ~ 40	20 ~ 40
	CR 1212	41 ~ 60	41 ~ 60	41 ~ 60
	CR 1213	61 ~ 75	61 ~ 75	61 ~ 75
门尼焦烧 MS_{t_5} , min		30 ~ 60	≥ 25	≥ 20
拉伸强度 , MPa	$\geq$	23.0	22.0	20.0
扯断伸长率 , %	$\geq$	900	850	800
500%定伸应力 , MPa		1 ~ 4	1 ~ 5	1 ~ 5
挥发分 , %	$\leq$	1.3	1.5	1.5
灰分 , %	$\leq$	1.3	1.3	1.5

5 检验方法

5.1 门尼粘度的测定

按 GB 6734 取样，抖落表面滑石粉，按 GB 6735 制备样品（辊温 $45 \pm 5^{\circ}C$ ，辊距 1.4

$\pm 0.1\text{mm}$), 样品在 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 下放置, 1 ~ 24h 内按 GB 1232 测定门尼粘度。

5.2 门尼焦烧的测定

取附录 A 中 A1 制备的混炼胶, 按 GB 1233 进行测定, 采用小转子, 在 120°C 下预热 1min, 取上升 5 个门尼值的时间为结果, 以 $MS t_5$ 表示。

平行测定两结果之差不大于 7min。

5.3 拉伸应力应变试验

5.3.1 取附录 A2 制备的硫化胶片, 用 I 型裁刀 (6mm), 室温 $23 \pm 2^\circ\text{C}$, 按 GB 528 进行。

5.3.2 检测项目 拉伸强度, 扯断伸长率, 500% 定伸应力。

5.3.3 两平行测定结果之差

拉伸强度 不大于 2.5MPa

扯断伸长率 不大于 50%

500% 定伸应力 不大于 0.3MPa

5.4 挥发分测定

按附录 C 中的方法进行测定。

5.5 灰分的测定

按 GB 6736 中 A 法进行, 灼烧温度为 $850 \pm 25^\circ\text{C}$ 。

两平行测定结果之差不大于 0.05%。

6 验收规则

6.1 CR 121 应由生产厂的质量检验部门进行检验, 每批出厂产品都应符合本标准的技术条件, 并附有一定格式的质量证明书。

6.2 用户有权按本标准规定的验收规则和检验方法, 对所收到的橡胶进行检验, 如不符合本技术条件, 必须在到货后两个月内提出异议。

6.3 取样方法按 GB 6734 进行, 抖落表面滑石粉后进行制样。

6.4 所取样品经混合后进行检验, 检验结果即使有一项不符合本标准要求, 应自双倍包装中取样、复检, 复检结果仍不符合相应等级要求时, 则该批产品应降级或为不合格品。

6.5 当供需双方对产品质量发生异议时, 可由双方协商解决或由仲裁单位仲裁。

当发生重量争议时, 可在整批胶中随机抽取 40 个胶包, 称取总净重, 使重量差小于额定重量的千分之五。

7 包装、标志、运输、贮存

7.1 CR 121 用内衬聚乙烯薄膜袋, 外套牛皮纸聚丙烯编织复合袋包装。每包净重 $25 \pm 0.25\text{kg}$ 。

- 7.2 包装袋上应有牢固、明显的标志，内容包括：产品名称、生产厂名、等级、牌号、批号、净重、商标、防潮、防晒等标志。
- 7.3 包装袋内应附有质量证明书，内容包括：产品名称、生产厂名、型号、批号、生产日期及本标准编号等。
- 7.4 贮存和运输过程中，必须通风干燥，严防日光曝晒，勿近热源，防止受潮和混入杂质，保持包装完好无损。长期超温贮存会引起颜色的改变和粘度的增加及焦烧性能下降。
- 7.5 贮存中应做到先到先用。其质量保证期自生产之日起，在 20℃ 以下，保质期为一年，30℃ 以下，保质期为半年。

附 录 A

混炼胶和硫化胶片的制备

(补充件)

A1 混炼胶的制备

A1.1 检验配方和混炼设备

A1.1.1 检验配方应符合表 A1 规定。

表 A1

配料名称	配料比（质量份）	实际配方量，g	技术要求
CR 121	100	300	
氧化镁	4	12.0	见附录 B
氧化锌	5	15.0	符合 GB 3185—82 一级品
硬脂酸	0.5	1.50	符合 QB 523—83 一级品

A1.1.2 混炼设备 应符合 GB 6038 之 2.3 规定。

A1.2 操作程序

A1.2.1 塑炼 取按 GB 6735 制备的均化样品 300g，调节炼胶机挡板距为 150mm，辊温 $45 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，辊距 1.5mm，根据不同门尼粘度按表 A2 进行塑炼，塑炼后放至室温。

表 A2

项目	CR 1211	CR 1212	CR 1213
时间，min	4	6	6
割刀次数 ¹⁾	3	5	5

注：1) 包辊 1min 后开始割刀，割刀按 GB 6038 之 2.4.3 条规定执行。

A1.2.2 混炼 塑炼胶上辊，控制辊温为 $45 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，挡板距 150mm，其加料顺序、时间、割刀次数和辊距应符合表 A3 规定。

表 A3

加料顺序	混炼时间，min	割刀次数	辊距，mm
塑炼胶包辊	1	—	1.5
硬脂酸	1	1	1.5
氧化镁	3	2	1.5
氧化锌	2	1	1.5
继续混炼	2	4	1.5
打卷纵向薄通	2（6 次）	—	0.8
总计时间	11	—	—
下片	胶片厚度约 2.2mm		

当胶料总量差大于 1.0% 时，该批胶料作废。

A1.3 混炼胶下片后应置于平坦干燥的金属板上。焦烧测定应在下片后 1 ~ 2h 内进行。硫化应在 2 ~ 24h 内进行。

A2 硫化胶片的制备

A2.1 硫化设备应符合 GB 6038 中 3.2 之规定。

A2.2 硫化条件：

硫化温度 $150 \pm 1^{\circ}\text{C}$

硫化时间 优级品 20min；一级品、合格品 20、30min，选能达到相应等级的一点。

A2.3 硫化胶片的环境调节（停放）

仲裁法 硫化胶片出模后，停放条件按 GB 6038 执行。

快速法 硫化胶片出模后，放在 $15 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 的冷水中冷却 20min，在 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下放置至少 1h 后进行测定。

附 录 B
氧 化 镁
（补充件）

B1 氧化镁的技术要求

碘吸附值（活性） $80 \sim 100\text{mgI}_2/\text{g}$

纯度 $\geq 92\%$

B2 氧化镁纯度的分析方法

按 GB 9004 中 4.1 条进行。

B3 氧化镁碘吸附值分析方法

B3.1 分析步骤

称取试样 1g (称准至 0.0002g), 放入 250mL 干燥的碘量瓶中, 加入 50mL $c(1/2I_2) = 0.1\text{mol/L}$ 的四氯化碳碘溶液 (称取 12.7g 再升华的碘片, 放入 1 000mL 容量瓶中, 以四氯化碳溶解并稀释至 1L, 摇匀), 加塞, 放在振荡频率为 100 ± 10 次/min 的振荡机上振荡 25min, 取下静置 5min。用 G-2 玻砂漏斗过滤, 用移液管吸取 10.00mL 滤液, 注入已盛有 25.00mL 0.25% (m/m) 碘化钾溶液的 250mL 三角瓶中, 以 10.00mL 微量滴定管用 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 的硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色时, 加 2mL 0.5% (m/m) 淀粉指示剂, 继续滴至蓝色消失。

同时进行空白试验。

B3.2 结果计算

碘吸附值以每克氧化镁吸附碘的质量 (mgI_2/g) 表示, 由式 (B1) 给出;

$$\frac{(V_2 - V_1) \times 127c}{0.2m} = \frac{(V_2 - V_1) \times 635c}{m} \dots\dots\dots (\text{B1})$$

式中: V_2 ——空白试验耗用的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——试样耗用的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

127——与 1mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液动 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000\text{mol/L}$] 相当的, 以毫克表示的碘的质量。

m ——试样质量, g。

附 录 C

氯丁橡胶 CR 121 挥发分测定法

(补充件)

C1 方法提要

试样于 $105 \pm 1^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥箱中烘 1h, 试样损失的质量与始质量之比即为挥发分。

C2 仪器设备要求

炼胶机 辊径 150mm、速比 1:1.4 的试验室开炼机。

剪刀 锋利、无油污。

铝盘 直径 50mm、深 15mm、壁厚 1mm。

烘箱 带鼓风、控温精度为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的烘箱。

C3 试验步骤

在 5.1 制备的样品上取样 50g, 在辊距为 $0.20 \pm 0.05\text{mm}$ 、表面温度约 30°C 的炼胶机上薄通, 剪成宽约 5mm、长约 10mm 的薄片。称取上述试样两个, 每个试样约 2g, 称准至 0.2mg, 置于铝盘内, 放入 $105 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的鼓风箱中干燥 1h, 冷却、称量。

C4 结果计算

挥发分 X_2 以质量百分数表示, 由式 (C1) 计算:

$$X_2(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \cdots \cdots (C1)$$

式中: m_1 ——干燥前试样质量, g;

m_2 ——干燥后试样质量, g。

结果准确至小数点后两位。

两平行测定结果之差不得大于 0.1%。

二、混合调节型氯丁橡胶 CR321、CR322

Mixed modulation chloroprene rubber CR321、CR322

GB/T 15257—94

1 主题内容与适用范围

本标准规定了混合调节型氯丁橡胶 CR3211、CR3212、CR3213 (简称 CR321) 和混合调节非污染型氯丁橡胶 CR3221、CR3222、CR3223 (简称 CR322) 的牌号规定及划分、技术条件、检验方法、验收规则及包装、标志、运输、贮存。

本标准适用于以氯丁二烯为单体, 硫黄和调节剂丁为调节剂, 经乳液聚合制得的氯丁橡胶 CR321、CR322。

2 引用标准

GB/T 528 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定

GB/T 1232 未硫化橡胶门尼粘度的测定

GB/T 1233 橡胶胶料初期硫化特性的测定 门尼粘度计法

GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB 5577 合成橡胶牌号规定

GB/T 6038 橡胶试验胶料的配合、混炼和硫化设备及操作程序

GB 6734 成包合成生胶 取样

GB 6735 合成橡胶试样制备

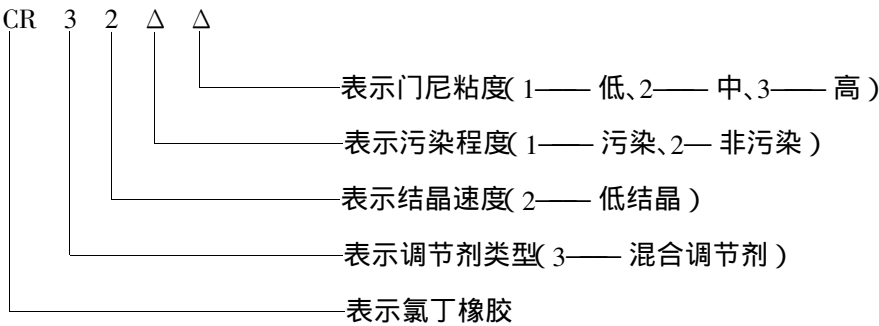
GB 6736 合成生胶总灰分含量的测定

GB 9004 工业氧化镁

3 CR321、CR322 牌号规定及划分

3.1 牌号规定

根据 GB 5577 规定为：



3.2 牌号划分

牌 号	CR3211 CR3221	CR3212 CR3222	CR3213 CR3223
门尼粘度 $ML_{1+4}^{100^{\circ}\text{C}}$	25 ~ 40	41 ~ 60	61 ~ 80

4 技术条件

4.1 外观：呈米黄色或浅棕色片状或块状物，不含滑石粉以外的机械杂质，无焦烧粒子（目测）。

4.2 CR321、CR322 应符合表 3－25 技术指标。

表 3－25

项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
门尼粘度 $ML_{1+4}^{100^{\circ}\text{C}}$	CR3211、CR3221	25 ~ 40	25 ~ 40	25 ~ 40
	CR3212、CR3222	41 ~ 60	41 ~ 60	41 ~ 60
	CR3213、CR3223	61 ~ 80	61 ~ 80	61 ~ 80
拉伸强度，MPa		≥ 26	22	20

续表

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
500%定伸应力, MPa	1 ~ 5	1 ~ 5	1 ~ 5
扯断伸长率, % ≥	800	780	750
焦烧时间, MS_{t_5} , min ≥	25	20	16
挥发分, % ≤	1.3	1.5	1.5
灰分, % ≤	1.3	1.3	1.5

5 检验方法

5.1 门尼粘度的测定

按 GB 6734 取样, 抖落表面滑石粉, 按 GB 6735 制备样品 (辊温 $45 \pm 5^{\circ}\text{C}$, 辊距 $1.4 \pm 0.1\text{mm}$), 样品在 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下放置 1 ~ 24h 内按 GB/T 1232 测定门尼粘度。

5.2 门尼焦烧的测定

取附录 A 中 A₁ 制备的混炼胶, 按 GB/T 1233 进行测定, 采用小转子, 在 120°C 下预热 1min, 取上升 5 个门尼值的时间为结果, 以 MS_{t_5} 表示。

平行测定两个结果之差 不大于 5min。

5.3 拉伸应力应变试验

5.3.1 取附录 A 中 A₂ 制备的硫化胶片, 用 1 型裁刀 (6mm), 室温 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$, 按 GB/T 528 进行。

5.3.2 检测项目: 拉伸强度、扯断伸长率 500%定伸应力。

5.3.3 平行测定两个结果之差:

- a. 拉伸强度: 不大于 3MPa ;
- b. 扯断伸长率; 不大于 60% ;
- c. 500%定伸应力: 不大于 0.35MPa。

5.4 挥发分测定

按附录 C 中的方法进行测定。

5.5 灰分的测定

按 GB 6736 中 A 法进行, 灼烧温度为 $850 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。平行测定两个结果之差 不大于 0.05%。

6 验收规则

6.1 出厂的 CR321、CR322 应由生产厂的质量检验部门进行检验, 每批出厂的产品都应符合本标准的技术条件, 并附有一定格式的质量证明书。

6.2 用户有权按本标准规定的验收规则和检验方法，对所收到的 CR321、CR322 进行检验，如不符合本技术条件，必须在到货两个月内提出异议。

6.3 取样方法按 GB 6734 进行，抖落表面滑石粉后进行制样。

6.4 所取样品经混合后进行检验，检验结果即使有一项不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中取样、复检。复检结果仍不符合相应等级要求时，则该批产品应降级或为不合格品。

6.5 当供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协商解决或由仲裁单位仲裁。

当发生重量争议时，可在整批胶中随机抽取 40 个胶包，称其总净重，使重量差小于或等于额定重量的千分之五为合格。

7 包装、标志、运输、贮存

7.1 CR321、CR322 型氯丁橡胶应包装在聚氯乙烯袋或聚乙烯袋内，外套聚丙烯编织袋或牛皮纸聚丙烯复合袋。每包净重 $25 \pm 0.25\text{kg}$ ，包装时应撒滑石粉以防粘结。

7.2 包装袋上应具有明显标志，内容包括：生产厂名、产品名称、等级、牌号以及污染类型、批号、净重、商标、防潮、防晒等标志。

7.3 出厂的 CR321、CR322 应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、产品名称、批号、型号、生产日期、质量指标及本标准编号等。

7.4 贮存和运输过程中，必须严格防止日光曝晒，勿接近热源，防止受潮和混入灰尘杂质，必须保证包装完整无损。

7.5 CR321、CR322 应贮存在干燥通风的仓库内。并应做到先到先用。自生产日期起，在 20℃ 以下保质期为一年，在 30℃ 以下保质期为半年。

附 录 A
混炼胶和硫化胶片的制备
(补充件)

A1 混炼胶的制备

A1.1 检验配方和混炼设备

A1.1.1 检验配方应符合表 A1 规定。

表 A1

配 料 名 称	配料比（质量分）	实际配方量，g	技 术 要 求
CR321、CR322	100	300	
氧化镁	4.0	12.0	见附录 B
氧化锌	5.0	15.0	符合 GB 3185 一级品

续表

配 料 名 称	配料比（质量分）	实际配方量，g	技 术 要 求
硬脂酸	0.5	1.5	符合 GB 9103 一级品

A1.1.2 混炼设备：应符合 GB/T 6038 之 5.1 条规定。

A1.2 操作程序

A1.2.1 塑炼：取按 GB 6735 制备的均化样品 300g，调节炼胶机的挡板距为 150mm，辊距为 1.5mm，辊温为 $45 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，根据不同门尼粘度按表 A2 进行塑炼，塑炼后冷至室温。

表 A2

型 号	CR3211、CR3221	CR3212、CR3222	CR3213、CR3223
塑炼时间，min	4	6	6
割刀次数	3	5	5

注：胶包辊 1min 后开始割刀，割刀按 GB/T 6038 之 5.2.1.3 规定执行。

A1.2.2 混炼：塑炼胶上辊，控制辊温为 $45 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，档板距为 150mm，其加料顺序、时间、割刀次数和辊距应符合表 A3 规定。

表 A3

混 炼 程 序 加料顺序	混炼时间，min	割刀次数	辊距，mm
塑炼胶包辊	1		1.5
硬脂酸	1	1	1.5
氧化镁	3	2	1.5
氧化锌	2	1	1.5
继续混炼	2	4	1.5
打卷纵向薄通	2（薄通 6 次）		0.8
总计时间，min	11		
下片	胶片厚度约 2.2mm		自调

A1.2.3 当混炼胶料总质量差大于 $\pm 1.0\%$ 时，该批胶料作废。

A1.3 混炼胶下片后应置于平坦干燥的金属板上。焦烧测定应在下片后 1 ~ 2h 内进行。硫化应在 2 ~ 24h 内进行。

A2 硫化胶片的制备

A2.1 硫化设备应符合 GB 6038 中 6.2 条之规定。

A2.2 硫化条件：

a. 硫化温度： $150 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ；

b. 硫化时间：优等品 30min，一等品、合格品 20min 或 30min，选能达到相应等级的一点。

A2.3 硫化胶片的环境调节（停放）：

a. 仲裁法：硫化胶片出模后，停放条件按 GB 2941 执行。

b. 快速法：硫化胶片出模后，放在 $15 \sim 20^{\circ}\text{C}$ 的冷水中冷却 20min，在 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下放置至少 1h 后进行测定。

附 录 B

氧 化 镁

（补充件）

B1 氧化镁的技术要求

a. 碘吸附值（活性） $80 \sim 100\text{mgI}_2/\text{g}$ ；

b. 纯度 $\geq 92\%$ ；

c. 其他符合 GB 9004 中优级品。

B2 氧化镁纯度的分析方法

按 GB 9004 中 4.1 条进行。

B3 氧化镁碘吸附值分析方法

B3.1 试剂

a. 四氯化碳碘溶液： $c(1/2\text{I}_2) = 0.1\text{mol/L}$ （称取 12.7g，再升华的碘片，放入 1000mL 容量瓶中，以四氯化碳溶解并稀释至 1L，摆匀）。

b. 碘化钾溶液： $0.25\% (m/m)$ 。

c. 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 。

d. 淀粉指示剂： $0.5\% (m/m)$ 。

B3.2 分析步骤

称取试样 1g（称准至 0.000 2g），放入 250mL 干燥的碘量瓶中，加入 50mL 四氯化碳碘溶液，加塞，放在振荡频率为 100°C 10 次/min 的振荡机上振荡 25min，取下静置 5min。用 G-2 玻砂漏斗过滤，用移液管吸取 10mL 滤液，注入已盛有 25mL $0.25\% (m/m)$ 碘化钾溶液的 250mL 三角瓶中，以 10mL 微量滴定管用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色时，加 2mL 淀粉指示剂，继续滴定至蓝色消失。同时进行空白试验。

B3.3 结果计算

碘吸附值以每克氧化镁吸附碘的质量 (mg/g) 表示, 由式 (B1) 给出:

$$\frac{(V_2 - V_1) \times 0.127 \times c \times 100}{0.2 \times m} = \frac{(V_2 - V_1) \times 635 \times c}{m} \dots\dots\dots (B1)$$

式中: V_2 ——空白试验耗用的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——试样耗用的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.127——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.0\text{mol/L}$] 相当的, 以克表示的碘的质量;

m ——试样质量, g。

附 录 C

氯丁橡胶 CR321、CR322 挥发分测定方法

(补充件)

C1 方法概述

试样于 $105 \pm 1^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥箱中烘 1h, 样品损失的质量与原始质量之比即为挥发分。

C2 仪器设备要求

- 炼胶机: 辊径 150mm、速比 1:1.4 的试验室开炼机。
- 剪刀: 锋利、无油污。
- 铝盘: 直径 50mm、深 15mm、壁厚 1mm。
- 烘箱: 带鼓风, 控温精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$ 的烘箱。

C3 试验步骤

在 5.1 条制备的样品上取 50g 试样, 在辊距为 $0.20 \pm 0.05\text{mm}$, 表面温度约 30°C 的炼胶机上薄通两次, 剪成宽约 5mm, 长约 10mm 的薄片, 称取上述试样 2 个, 每个试样约 2g, 称准至 0.2mg, 置于铝盘内, 放入 $105 \pm 1^\circ\text{C}$ 的鼓风烘箱中干燥 1h, 冷却, 称重。

C4 结果计算

挥发分以质量百分数表示, 由式 (C1) 计算;

$$\text{挥发分}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (C1)$$

式中: m_1 ——干燥前试样质量, g;

m_2 ——干燥后试样质量, g。

结果准确至小数点后两位。

两平行测定结果之差并不大于 0.1%。

第四节 丁 苯 橡 胶

一、热塑性丁苯橡胶 (SBS) 1401、4402、4452

SH/T 1610—95

1 主题内容与适用范围

本标准规定了热塑性丁苯橡胶 (SBS) 1401、4402、4452 的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、贮存和运输要求。

本标准适用于以苯乙烯和 1,3-丁二烯为单体,采用阴离子聚合制得的线型、星型嵌段共聚物 SBS 及其添加填充油的 SBS。

2 引用标准

GB/T 528—92 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定

GB/T 529—91 硫化橡胶撕裂强度的测定 (裤形、直角形和新月形试样)

GB/T 531—92 硫化橡胶邵尔 A 硬度试验方法

GB 2941—91 橡胶试样环境调节和试样的标准温度、湿度及时间

GB/T 3682—83 热塑性塑料熔体流动速率试验方法

GB 6734—86 成包合成生胶取样

GB/T 6736—86 合成生胶灰分含量的测定

GB/T 6737—86 合成生胶挥发分含量的测定

GB/T 9352—88 热塑性塑料压塑试样的制备

3 技术要求

3.1 外观:白色或微黄色多孔性条状物,不含泥沙、机械杂质及油污等。

3.2 各项技术要求应符合表 3-26 规定。

表 3-26

项 目	SBS 1401			SBS 4402			SBS 4452		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
挥发分, % ≤	1.00	1.50	2.00	1.00	1.50	2.00	1.40	2.00	2.50

续表

项 目	SBS 1401			SBS 4402			SBS 4452		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
灰分 ,% ≤	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
300%定伸应力 , MPa ≥	3.4	2.8	2.5	4.0	3.5	3.0	1.3	1.1	1.0
拉伸强度 MPa ≥	22.0	20.0	18.0	24.0	22.0	20.0	15.7	13.7	11.7
扯断伸长率 ,% ≥	750	700	600	600	550	550	950	900	850
扯断永久变形 ,% ≤	50	55	65	50	55	60	42	50	55
硬度 ,邵尔 A 度 ≥	85	82	80	87	83	80	60	58	55
撕裂强度 kN/m ≥	45.0	40.0	35.0	45.0	40.0	35.0	28.0	22.0	20.0
熔体流动速率 g/10min	0.10 ~ 3.00	0.10 ~ 5.00	0.05 ~ 7.00	0.10 ~ 3.50	0.10 ~ 3.50	0.10 ~ 3.50	0.50 ~ 5.00	0.50 ~ 7.00	0.50 ~ 7.00

4 试验方法

4.1 挥发分含量的测定

按 GB/T 6737 烘箱法进行。

4.2 灰分含量的测定

按 GB/T 6736 进行。

4.3 300%定伸应力、拉伸强度、扯断伸长率、扯断永久变形的测定取附录 A 制备的试片，按 GB/T 528 进行，采用哑铃状Ⅰ型裁刀。

平行测定两个结果之差应不大于表 3－27 规定。

4.4 硬度的测定

取附录 A 制备的试片，按 GB/T 531 进行。

平行测定两个结果之差应不大于表 3－27 规定。

4.5 撕裂强度的测定

取附录 A 制备的试片，按 GB/T 529 进行，采用直角形试样裁刀。

平行测定两个结果之差应不大于表 3－27 规定。

4.6 熔体流动速率的测定

按 GB/T 3682 进行。采用 200℃，5kg，(充油 SBS 应用 190℃，5kg)。

平行测定两个结果之差应不大于表 3－27 规定。

表 3 - 27

允许差 牌 号	项目 300%定伸 应力 MPa	拉伸强度 MPa	扯断伸长率 %	扯断永久变形 %	硬度 邵尔 A 度	撕裂强度 kN/m	熔体流动 速率 g/10min
SBS 1401	0.6	4.0	70	16	4	4.5	0.14
SBS 4402	0.6	4.0	70	10	4	3.3	0.02
SBS 4452	0.6	2.5	90	9	3	4.7	0.34

5 检验规则

5.1 生产厂按本标准对出厂的 SBS 进行出厂检验，并保证所有出厂的产品符合本标准的技术要求。每批产品附有一定格式的质量证明书。

5.2 用户有权对收到的 SBS 按本标准进行验收，如不符合本标准要求时，应在到货两个月内提出异议。

5.3 取样方法按 GB 6734 进行。从样本中取出份样，每一份样中取出两份等量的胶样，分别经混合后作为检验和留样用。

5.4 将混合后样品进行检验，检验结果中任何一项不符合本标准要求时，应对留样样品进行复检，复检结果仍不符合相应等级要求时，则该批产品应降等或定为不合格品。

5.5 供需双方如发生质量争议，可协商解决或由质量仲裁单位按本标准进行仲裁检验，如发生重量争议，可在整批胶中随机抽取 40 个胶包，称取总净重，其总净重与额定总重量之差小于额定总重量的 0.5%。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 用内衬黑色聚乙烯薄膜的聚丙烯编织袋包装，每包净重为 $25 \pm 0.25\text{kg}$ 或 $20 \pm 0.20\text{kg}$ 。

6.2 每个包装袋正面应清楚地标明产品名称、牌号、净重、生产厂（公司）名称、注册商标、标准编号等。在包装袋背面或袋口的标签上印有制造日期或生产批号等。

6.3 存放时应成行成垛整齐堆放，并保持一定行距，堆放高度不大于 10 包。应存放在常温、通风、清洁干燥的仓库中，严禁露天堆放和日光直接照射。

6.4 在运输过程中，应采取措施防止日光直接照射和雨水浸泡，运输车辆应整洁、避免包装破损和杂物混入。

6.5 质量保证期自生产日期起为一年。

附录 A

预成型片和压塑胶片的制备

(补充件)

A1 预成型片的制备

A1.1 辊炼设备

采用辊筒外径为 $155\text{mm} \pm 5\text{mm}$ 开放式炼胶机。

A1.2 辊炼程序

A1.2.1 按 GB 6734 取样, 称取试样 250g。辊筒温度应保持在 $115 \pm 5^\circ\text{C}$ (充油 SBS 庆保持在 $95 \pm 5^\circ\text{C}$)。

A1.2.2 将炼胶机挡板距离调至最大, 辊距调至 0.5mm 使 SBS 成型; 将辊距调至 2.0mm, 试样折叠通过 20~25 次。

A1.2.3 按压塑胶片要求的厚度下片, 放置在平整、洁净、干燥的金属板上。

A2 压塑胶片的制备

A2.1 模塑设备

A2.1.1 模压机

采用 GB/T 9352 规定的模压机二台, 分别用于模塑加热和冷却。

A2.1.2 模具

采用 GB/T 9352 规定的溢流式模具, 模塑胶片厚度为 $2.0\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ 。为了避免模腔与胶片粘连, 可以将涤纶、聚四氟乙烯等薄膜材料垫在模腔的上下两面。

A2.2 操作程序

A2.2.1 将预成型片切成符合模腔尺寸的试样, 并在试样上标出预成型片批号、压延方向。试样质量应符合 GB/T 9352 规定。

A2.2.2 模塑

将压板和模具的温度调节至 $155 \pm 3^\circ\text{C}$ (充油 SBS 采用 $125 \pm 3^\circ\text{C}$), 当温度恒定后, 将 A2.2.1 切好的试样放入模具, 置于下压板上。

闭合压板, 在接触压力下对试样预热 10min; 立即在模腔上施加不低于 3.5MPa 压强, 排气 3 次, 排气时间间隔为 3s; 在该压强下保持 10min, 随即冷却。

A2.2.3 冷却

将模具迅速取出, 立即置于冷却模压机上, 闭合压板, 在模腔上施加压强不低于 3.5MPa 下冷却至脱模, 脱模温度应低于 40°C 。

A2.2.4 压塑胶片在测试前的调节按 GB 2941 规定进行。

二、丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定 ——硝化法

SH/T 1592—94

本标准参照采用国际标准 ISO 5478—1990《橡胶——苯乙烯含量的测定——硝化法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了丁苯生胶中结合苯乙烯含量测定的方法。

本标准适用于各类丁苯橡胶 SBR（包括充油型丁苯）中结合苯乙烯含量的测定；

本标准适用于苯乙烯含量不高于 50% 的嵌段共聚物中结合苯乙烯含量的测定；

本标准适用于以苯乙烯均聚物补强的丁苯橡胶中总结合苯乙烯含量的测定。

在橡胶中有任何不可抽提的芳香族物质存在，在特定光谱区内有吸收，均会影响本方法的测定结果。

2 引用标准

GB 6734 成包合成生胶取样

GB 6735 合成橡胶试样制备

GB/T 8658 丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

3 方法原理

试样经抽提、干燥后，用硝酸硝化，使苯乙烯结构单元氧化成对硝基苯甲酸，再依次经乙醚和氢氧化钠溶液萃取分离后，用分光光度计在紫外光谱区定量测定对硝基苯甲酸含量。

4 试剂和材料

分析中使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 硝酸：密度 $1.43\text{g}/\text{cm}^3$ 。

应使用新鲜硝酸，陈硝酸硝化作用较差。

4.2 无水乙醚。

4.3 丙酮。

4.4 氯化钠饱和溶液。

4.5 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 5\text{mol/L}$ 。将 200g 氢氧化钠溶于水中，稀释至 1000mL。

4.6 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 。将 4g 氢氧化钠溶于水中，稀释至 1000mL。

4.7 无水硫酸钠。

4.8 沸石屑。

4.9 参比丁苯橡胶：苯乙烯含量约 23.5% (m/m)，按 GB/T 8658 测定。

5 仪器、设备

5.1 锥形瓶：100mL 或 125mL，带有与球形冷凝器（5.2）相连的磨口。

5.2 球形冷凝器：具有与锥形瓶（5.1）相配的内插磨口接头。

5.3 分液漏斗：500mL。

5.4 分光光度计：备有 10mm 的石英比色池，能准确测定波长 260nm 至 290nm 范围内的吸光度。

5.5 砂浴或可调电炉。

6 取样及试样的制备

6.1 取样

按 GB 6734 规定取样，并按 GB 6735 规定剪取实验室样品。

6.2 试样的制备

将 2g 实验室样品剪碎，用 100mL 丙酮（4.3）抽提 6h。抽提后样品在 100℃ 下干燥 1h，制得试样，放于干燥器内备用。

7 分析步骤

在使用硝酸和乙醚时，应防止皮肤与其直接接触，乙醚萃取操作应在通风橱中进行。

7.1 称取干燥试样，精确至 0.000 1g。使其质量（以克计）乘以估计的苯乙烯百分含量等于 4.5，以保证待测试液的吸光度介于 0.3 ~ 0.8 之间。

7.2 将称量后的试样放入锥形瓶（5.1）中，加入 20mL 硝酸（4.1），再加入几粒沸石屑（4.8）。将锥形瓶置于冷的砂浴或电炉（5.5）上，并与球形冷凝器（5.2）连接，缓慢加热，避免氧化反应过于剧烈。待反应平稳后，剧烈回流至少 16h。

7.3 停止加热，冷却至室温。从冷凝器顶部加入 10 ~ 20mL 水，冲洗冷凝器，将锥形瓶从冷凝器上取下，冲洗磨口接头，冲洗液并入锥形瓶中。

注：仔细进行以下转移和萃取操作是非常重要的，否则会影响测量精度。

7.4 将反应液转移至 400mL 烧杯中，并用少量水冲洗锥形瓶三次，冲洗液并入烧杯中。边旋动烧杯，边小心加入氢氧化钠溶液（4.5），用 pH 试纸测试溶液 pH 值，当 pH 值大于 1 后，再滴加硝酸调至溶液的 pH 值为 1。

7.5 溶液冷却至室温，将其转移至分液漏斗 A（5.3）中，加入 50mL 乙醚（4.2），充

分摇荡分液漏斗，静置分层，将下面的水相放入原 400mL 烧杯（7.4）中。在该分液漏斗中加入 25mL 氯化钠溶液（4.4），放出几毫升至上述烧杯中，以清洗漏斗管颈，然后充分摇荡后，静置分层。将下面的水相放入原 400mL 烧杯中，已醚相放入盛有 5g 无水硫酸钠（4.7）的 250mL 烧杯中。摇动盛有乙醚萃取液和无水硫酸钠的 250mL 烧杯，并将干燥后的乙醚萃取液转移到分液漏斗 B（5.3）中。

7.6 再用同样的方法萃取 400mL 烧杯中的水溶液两次，每次在分液漏斗 A 中加入 50mL 乙醚后，都放出几毫升到 250mL 烧杯中，以清洗漏斗管颈；各次乙醚萃取液仍用原 250mL 烧杯中的硫酸钠干燥。

7.7 干燥后的三次乙醚萃取液在分液漏斗 B 中混合，加入 50mL 氢氧化钠溶液（4.6），充分摇荡后，静置分层，将水相放入 250mL 容量瓶中。再用氢氧化钠溶液重复萃取三次，每次摇荡之前，应先放出几毫升新加的氢氧化钠溶液于容量瓶中，以冲洗前一次残留在分液漏斗管颈内的氢氧化钠萃取液。

7.8 将四次氢氧化钠萃取液合并并在 250mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液（4.6）稀释至刻度，摇匀。

7.9 用移液管吸取 25mL 萃取液（7.8）至另一 250mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液（4.6）稀释至刻度，摇匀，即成试液。

7.10 以氢氧化钠溶液（4.6）为参比液，用分光光度计在 265nm、274nm 和 285nm 处测定试液（7.9）的吸光度。如果吸光度高于 0.8，应减少萃取液（7.8）量，重新制备试液。

8 吸收系数 K_1 、 K_2 、 K_3 的测定

8.1 为了得到更准确的分析结果，要用已知苯乙烯含量约 23.5%（ m/m ）的参比丁苯橡胶（4.9），对分光光度计进行校正。

8.2 对参比样品重复分析求出吸收系数。

8.3 按 7.1~7.9 条的规定制备参比样品试液，并按 7.10 测定参比试液的吸光度，按

8.4 计算吸收系数 K_1 、 K_2 、 K_3 。

8.4 苯乙烯硝化产物在波长 265nm、274nm 和 285nm 处的吸收系数分别为 K_1 、 K_2 、 K_3 ，其值由式（1）给出：

$$K_i = \frac{\frac{A}{\rho_0} - K'_i(1-x)}{x} \dots\dots\dots (1)$$

式中： K_i ——硝化苯乙烯在某一波长的吸收系数；

A ——参比试液在指定波长的吸光度；

ρ_0 ——参比样试液中试样的浓度，g/L；

K'_i ——聚丁二烯硝化产物的吸收系数，在波长为 265nm、274nm、285nm 处分别

为 0.373、0.310、0.265；

x ——参比样中结合苯乙烯分数。

9 分析结果的表述

9.1 若有参比丁苯橡胶，结合苯乙烯含量以质量百分数表示，由式（2）给出：

$$\text{结合苯乙烯含量}(\%) = \frac{S_1 + S_2 + S_3}{3} \dots\dots\dots (2)$$

式中： $S_1 = (100A_{265}/\rho - 37.3) / (K_1 - 0.373)$ ；

$S_2 = (100A_{274}/\rho - 31.0) / (K_2 - 0.310)$ ；

$S_3 = (100A_{285}/\rho - 26.5) / (K_3 - 0.265)$ ；

ρ ——试液（7.9）中试样的浓度，g/L；

A_{265} 、 A_{274} 、 A_{285} ——试液在各指定波长的吸光度；

K_1 、 K_2 、 K_3 ——按 8.4 计算确定的硝化苯乙烯吸收系数。

所得结果应表示至二位小数。

9.2 若没有参比丁苯橡胶，结合苯乙烯含量以质量百分数表示，由式（3）给出：

$$\text{结合苯乙烯含量}(\%) = \frac{S_1 + S_2 + S_3}{3} \dots\dots\dots (3)$$

式中： $S_1 = A_{265} \times 3.83/2.5\rho - 0.57$ ；

$S_2 = A_{274} \times 3.61/2.5\rho - 0.45$ ；

$S_3 = A_{285} \times 4.01/2.5\rho - 0.43$ ；

ρ ——试液（7.9）中试样的浓度，g/L；

A_{265} 、 A_{274} 、 A_{285} ——试液在指定波长的吸光度。

所得结果应表示至二位小数。

两种计算方法所得结果稍有差异。

10 允许差

SBR，平行测定的两个结果之差不大于 0.60%；

SBS，平行测定的两个结果之差不大于 1.00%；

高苯树脂，平行测定的两个结果之差不大于 1.80%。

11 试验报告内容

a. 采用标准；

b. 样品的全部鉴定结果；

c. 试验结果、所采用计算方法；

d. 测试过程中注意到的任何异常现象；

e. 测定日期。

三、丁苯橡胶（SBR）150

Rubber，styrene—butadiene（SBR）1500

UDC 678.746

GB 8655—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了丁苯橡胶（SBR）1500 的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、贮存、运输等要求。

本标准适用于以下二烯和苯乙烯单作为主要原料，以松香酸钾皂或其混合皂为乳化剂，采用低温乳液聚合而制得的 SBR 1500。

2 引用标准

- GB 1232—82 橡胶粘度的测定（用门尼粘度计）
- GB 6734—86 成包合成生胶取样
- GB 6735—86 合成橡胶试样制备
- GB 6736—86 合成生胶总灰分含量的测定
- GB 6737—86 合成生胶挥发分含量的测定
- GB 8656—88 乳液聚合型丁苯橡胶（SBR）试验配方和硫化特性评价
- GB 8657—88 丁苯生胶中皂和有机酸含量的测定
- GB 8658—88 丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

3 技术要求和试验方法

- 3.1 外观：SBR 1500 为污染型块状胶，不含有焦化颗粒、泥沙及机械杂质等。
- 3.2 SBR 1500 技术要求和试验方法列于表 3—28。

表 3—28 SBR 1500 技术要求和试验方法

项 目	指 标			试 验 方 法
	优级品	一级品	合格品	
挥发分，%	≤0.75	≤1.00	≤1.30	GB 6737—86A 法
总灰分，%	≤1.00	≤1.50	≤1.50	GB 6736—86
有机酸，%	5.00~7.25	5.00~7.25	5.00~7.25	GB 8657—88

续表

项 目	指 标			试 验 方 法
	优级品	一级品	合格品	
皂 ,%	≤0.50	≤0.50	≤0.50	GB 8657—88
结合苯乙烯 ,%	22.5 ~ 24.5	22.5 ~ 24.5	22.5 ~ 24.5	GB 8658—88
生胶门尼粘度 ML ₁₊₄ ^{100℃}	46 ~ 58	45 ~ 59	44 ~ 60	GB 1232—82
混炼胶门尼粘度 ML ₁₊₄ ^{100℃}	≤85	≤85	≤85	GB 1232—82 GB 8656—88
300%定伸应力 MPa	25min 7.1 ~ 11.6	5.9 ~ 11.8	9.8 ~ 16.7	GB 8656—88
	35min 11.3 ~ 15.8	10.3 ~ 16.2		
	50min 13.2 ~ 17.7	12.3 ~ 18.1		
拉伸强度 , MPa	35min ≥22.1	≥21.1	≥21.1	GB 8656—88
伸长率 ,%	35min ≥480	≥480	≥480	GB 8656—88

注：由表 3 - 28 列出的硫化胶应力应变性能各项指标是以 ASTM IRB No6 炭黑为依据，仲裁检验时，必须采用 IRB No 6 炭黑，出厂检验时，亦可国内标准参比炭黑 SRB 1 号。附录 A 提供了 ASTM IRB No 6 和 SRB 1 号差值的参考值。

4 检验规则

4.1 生产厂按本标准对出厂的 SBR 1500 进行检验，保证所有出厂的产品符合本标准的要求。每批产品应附有一定格式的质量证明书。

4.2 使用单位对所收到的 SBR 1500 有权按照本标准进行验收。如不符合本标准要求时，必须在到货后两个月内提出异议。使用单位如因保管、使用不当等原因造成产品质量下降不得提出异议。供需双方如发生争议，则由质量仲裁单位按本标准进行仲裁检验。

4.3 抽样规则按 GB 6734—86 进行。

4.4 出厂检验时，从样本中取出份样，从每一份样中取出等量的胶样经混合后按 GB 6735—86 进行样品制备。

4.5 将制备后的样品进行全项检验。检验结果中任何一项不符合相应的等级要求时，则该批产品应降级或定为不合格品。

4.6 仲裁检验时的挥发分和门尼粘度，对组成样本的每个胶包分别进行检验，其他项目按 4.3 ~ 4.5 出厂检验方法进行。挥发分和门尼粘度按表 3 - 29 规定进行批合格与否的判断。

表 3-29 挥发分和门尼粘度批合格判定数

胶 包 总 数 <i>N</i>	样 本 数 <i>n</i>	合 格 判 定 数 <i>Ac</i>
小于 40	4	0
40 ~ 100	7	1
100 以上	10	2

当样本 n 中不合格品数大于批的合格判定数 Ac 时，则该批产品为不合格，反之为合格。

5 包装、标志、贮存和运输

5.1 SBR 1500 用内衬聚乙烯薄膜的复合袋或聚内烯编织袋包装。每包橡胶净重为 25 ± 0.25 、 $35 \pm 0.5\text{kg}$ 。

5.2 每个包装袋正面应清楚地标明产品名称、牌号、净重、生产厂（公司）名称、注册商标等。在包装袋背面或袋口的标签上印有制造日期或生产批号等。

5.3 SBR 1500 存放时，应成垛成行堆放整齐，并保持一定行距；堆放高度不大于 10 块胶。SBR 1500 应存放在常温、通风、清洁、干燥的仓库中，严禁露天堆放和日光直接照射。

5.4 SBR 1500 在运输过程中，应采取措施防止日光自接照射和雨水浸泡；运输车辆应整洁，避免包装破损和杂物混入。

5.5 SBR 1500 质量保证期自生产日期起为两年。

附 录 A

ASTM IRB No 6 炭黑与国产标准参比炭黑 SRB 1 号的硫化胶应力应变性能试验结果的差值
(参考件)

项 目	硫 化 时 间 min	单 位	差 值
300% 定伸应力	25	MPa	- 5.1
	35		- 4.5
	50		- 4.6
拉伸强度	35		- 2.0
伸长率	35	%	119

注：①此差值只适用于 GB 8656—88《乳液聚合型丁苯橡胶试验配方和硫化特性评价》。
②IRB No 6 的测定值等于 SBR 1 号的测定值加差值。

四、乳液和溶液聚合型—
苯乙烯—丁二烯橡胶（SBR）评价方法

Styrene – butadiene rubber（SBR）—Emulsion
and solution – polymerized types—Evaluation procedures

GB/T 8656—1998
idt ISO 2322：1996
代替 GB/T 8656—93

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了生胶的物理和化学试验方法；规定了评价乳液和溶液聚合型苯乙烯—丁二烯橡胶（SBR）（包括充油橡胶）硫化特性所用的标准材料、标准试验配方、设备及操作方法。

本标准适用于表 3 – 30 所列橡胶，这些橡胶通常以硫化胶形式使用。

表 3 – 30 苯乙烯 – 丁二烯橡胶生胶的类型

橡胶 (充油或非充油)		共聚物的 类型	苯乙烯	
			总含量, % (m / m)	嵌段含量, % (m / m)
A 系列	1) 乳聚 SBR	无规	< 50	0
	2) 溶聚 SBR	无规	< 50	0
	3) 溶聚 SBR	部分嵌段	< 50	< 30
B 系列	1) 乳聚 SBR	无规	> 50	0
	2) 溶聚 SBR	无规	> 50	0
	3) 溶聚 SBR	部分嵌段	< 50	> 30

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准

最新版本的可能性。

- GB/T 528—92 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定 (neq ISO/DIS 37 : 1990)
- GB/T 1232—92 未硫化橡胶门尼粘度的测定 (neq ISO 289 : 1985)
- GB/T 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间 (eqv ISO 471 : 1983 和 ISO 1826 : 1981)
- GB/T 4498—1997 橡胶灰分的测定 (eqv ISO 247 : 1990)
- GB/T 6038—93 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序 (neq ISO/DIS 2393 : 1989)
- GB/T 6737 : 1997 生橡胶挥发分含量的测定 (eqv ISO 248 : 1991)
- GB/T 9869—88 橡胶胶料硫化特性的测定 (圆盘振荡硫化仪法) (idt ISO 3417 : 1977)
- GB/T 15340—94 天然、合成生胶取样及制样方法 (idt ISO 1795 : 1992)
- GB/T 16584—1996 橡胶 用无转子硫化仪测定硫化特性 (eqv ISO 6502 : 1991)
- GB/T 14838—93 橡胶与橡胶制品—试验方法标准精密度的确定 (eqv ISO/TR 9272 : 1986)
- ISO 5725 - 1 : 1994 精确度 (准确性和精密度) 的测定方法和结果—第一部分 : 一般原则及定义
- ISO 5725 - 2 : 1994 精确度 (准确性和精密度) 的测定方法和结果—第二部分 : 测定标准测试方法的重复性和再现性的基本方法
- ISO/DIS 11235 : 1997 橡胶配合剂—次磺酰胺类促进剂—试验方法
- ASTMD 3185—88 (1994) 橡胶试验方法—包括充油橡胶 SBR (苯乙烯 - 丁二烯橡胶) 的评价方法

3 取样和制样

3.1 按 GB/T 15340 规定取样约 1.5kg。

3.2 按 GB/T 15340 规定制备试样。

4 生胶的物理和化学试验

4.1 门尼粘度

按 GB/T 15340 规定制备试样 (直接法), 按 GB/T 1232 规定测定门尼粘度, 结果以 ML (1 + 4) 100℃ 表示。

注

1 若门尼值 ML (1 + 4) 100℃ 超过 100, 可以使用小转子, 结果以 MS (1 + 4) 100℃ 表示。

2 测定门尼粘度的另外一种方法是按 GB/T 15340 规定的过辊法制备试样。此方法再现性较差, 结果可能不同。

4.2 挥发分

按 GB/T 6737 规定测定挥发分含量。

4.3 灰分

按 GB/T 4498 规定测定灰分含量。

5 评价苯乙烯－丁二烯橡胶用混炼胶的制备

5.1 标准试验配方

标准试验配方见表 3－31。

表 3－31 标准试验配方

材料	质 量 份	
	A 系列	B 系列
苯乙烯－丁二烯橡胶（SBR）	100.00	—
（含充油 SBR 中的油）		
SBR1500 类型 ¹⁾	—	65.00
B 系列 SBR	—	35.00
硫磺	1.75	1.75
硬脂酸	1.00	1.00
通用工业参比炭黑 ²⁾	50.00	35.00
氧化锌	3.00	3.00
TBBS ³⁾	1.00	1.00
	156.75	141.75

1) SBR 1500 EST 由 Enichem Elastomeri, Strada3, Palazzo B1, 20090 ASSARGO, Milan Italy 提供, 是市场上可购得的适用产品的一例。给出这一信息是为了给本标准的使用者提供方便, 并非是 ISO 担保的指定产品, 如果能够证明其他产品可得到同样的结果, 当然可以作为等效产品使用。

2) 在 125℃ ± 3℃ 下干燥 1h, 并于密闭容器中贮存。

3) N－叔丁基－2－苯并噻唑次磺酰胺, 以粉末形态供应, 按 ISO11235 规定测定其最初不溶物含量应小于 0.3%。
该材料应在室温下贮存于密闭容器中, 每六个月检查一次不溶物含量, 若超过 0.75%, 则应弃去或重结晶。

应使用符合国家或国际标准的参比材料。如果得不到标准参比材料, 应使用有关团体认可的材料。

5.2 充油 SBR 的其他试验配方

ASTM D3185 规定了按橡胶的含油量评价通用充油 SBR 的试验配方, 见表 3－32。这些配方可代替表 3－32 中试验配方。

表 3-32

充油 SBR 的其他试验配方

配方号	数量（质量份）					
	1B	2B	3B	4B	5B	6B
油份	25	37.5	50	62.5	75	Y ¹⁾
充油橡胶	125.00	137.50	150.00	162.50	175.00	100 + Y
氧化锌	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00
硫磺	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75
硬脂酸	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
通用工业参比炭黑 ²⁾ TBBS ³⁾	62.5	68.75	75.00	81.25	87.50	(10 + Y) /2
	1.25	1.38	1.50	1.63	1.75	(100 + Y) /100
	194.50	213.38	232.25	251.13	270.00	
开炼机混炼投料系数	2.4	2.2	2.0	1.9	1.7	
小型密炼机混炼投料系数						
凸轮头	0.37	0.34	0.31	0.29	0.27	
班伯里头	0.328	0.298	0.273	0.252	0.234	

1) Y：在充油橡胶中，每 100 份基础聚合物含油的质量份。

2) 在 125℃ ± 3℃ 下干燥 1h，并于密闭容器中贮存。

3) N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺，以粉末形态供应，按 ISO/DIS 11235 规定测定其最初不溶物含量应小于 0.3%。该材料应在室温下贮存于密闭容器中，每六个月检查一次不溶物含量，若超过 0.75%，则弃去或重结晶。

5.3 操作步骤

5.3.1 设备与操作步骤

试验胶料的配料、混炼、硫化设备及操作步骤按 GB/T 6038 规定进行。

本标准规定了两种可供选用的混炼方法：

- 方法 A：开炼机混炼；
- 方法 C：小型密炼机混炼。

注：方法 B：初混炼用密炼机和终混炼用开炼机，见附录 A。仅因本方法未经足够的试验和缺乏精密度资料，而未列在标准的正文中。

5.3.2 方法 A：开炼机混炼操作步骤

标准试验室开炼机投胶量（以 g 计）应为配方量的 4 倍（即 4 × 156.75g = 627g 或 4 × 141.75g = 567g）。辊筒表面温度保持在 50℃ ± 5℃，混炼期间，辊间应保持适量的堆积胶。如果在规定的辊距下得不到这种效果，应对辊距稍作调整。

	A 系列		B 系列	
	持续时间	累积时间	持续时间	累积时间
	min	min	min	min
a) 将开炼机辊距设定在 1.1mm，在 100℃ ± 5℃ 下辊温均化 B 系列橡胶。	—	—	1.0	1.0
b) 辊距设定在 1.1mm，辊温为 50℃ ± 5℃，使橡胶包辊，每 30s 交替地从每边作 3/4 割刀。	7.0	7.0	—	—
SBR1500 包辊后，加入 5.3.2a 的均化胶，每 30s 从两边作 3/4 割刀。	—	—	8.0	9.0

	A 系列		B 系列	
	持续时间	累积时间	持续时间	累积时间
	min	min	min	min
c) 沿辊筒缓慢而均匀地加入硫磺。	2.0	9.0	2.0	11.0
d) 加入硬脂酸，每边作 3/4 割刀一次。	2.0	11.0	2.0	13.0
e) 以恒定的速度沿辊筒均匀地加入炭黑，	12.0	23.0	12.0	25.0
当加入大约一半炭黑时，将辊距调至 1.4mm，从每边作 3/4 割刀一次，然后加入剩余炭黑，要确保散落在接料盘中的炭黑都加入胶料中。当炭黑全部加完后，辊距调至 1.8mm，从每边作 3/4 割刀一次。				
f) 加入氧化锌和 TBBS。	3.0	26.0	3.0	28.0
g) 从每边作 3/4 割刀三次。	2.0	28.0	2.0	30.0
h) 下片。辊距调至 0.8mm，将混炼胶打卷	2.0	30.0	2.0	32.0

纵向薄通六次。

i) 调节辊距，使胶料折叠通过开炼机四次，将胶料压制成厚约 6mm 的胶片，检查其质量（见 GB/T 6038），如果胶料质量与理论值之差超过 + 0.5% 或 - 0.5%，则弃去此胶料并重新混炼。取足够的胶料供硫化仪试验用。

j) 按 GB/T 528 规定，将胶料压制成厚约 2.2mm 的胶片用于制备硫化试片或压制成适当厚度用于制备环形试样。

k) 胶料在混炼后硫化前，调节 2 ~ 24h。如有可能，按 GB/T 2941 规定在标准温度、湿度下进行。

5.3.3 方法 C：小型密炼机混炼操作步骤

小型密炼机的额定容量为 64mL，A 系列橡胶投胶量为配方量的 0.47 倍（即 $0.47 \times 156.75\text{g} = 73.67\text{g}$ ）；B 系列橡胶投胶量为配方量的 0.49 倍（即 $0.49 \times 141.75\text{g} = 69.46\text{g}$ ）是合适的。

小型密炼机的机头温度保持在 $60^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ ，空载时转子速度为 $6.3 \sim 6.6\text{rad/s}$ （ $60 \sim$

63r/min)

辊温在 $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, 辊距为 0.5mm , 使橡胶通过开炼机一次 , 将胶片剪成宽约 25mm 的胶条。

注 : 如果将橡胶、炭黑和油以外的其他配料预先按配方需要的比例掺合 , 再加入小型密炼机的胶料中 , 会使加料更方便、准确。这种掺合物可用研钵和研杵完成 , 也可在带增强旋转棒的双锥形掺混器里混合 10min , 或在一般掺混器里混合 5 次 (3s/次) , 每次混合后都要刮下粘附在内壁的胶料。已有适用于本方法的报警掺混器。使用此法时 , 若每次混合时间超过 3s , 硬脂酸会熔融 , 使分散性变差。

	持续时间 , min	累积时间 , min
a) 加入橡胶 , 放下上顶栓 , 塑炼橡胶。	1.0	1.0
b) 升起上顶栓 , 加入预先混合好的氧化锌、 硫磺、硬脂酸、TBBS , 小心避免任何损失 , 然后加入炭黑 , 清扫进料口 , 并放下上顶栓。	1.0	2.0
c) 混炼胶料。	7.0	9.0
d) 关掉电机 , 升起上顶栓 , 打开混炼室 , 卸下胶料。记录胶料的最高温度。9min 后 , 胶料温度不得超过 120°C 。如果达不到上述条件 , 需调节腔料质量或顶部温度。		
e) 辊温在 $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, 辊距为 0.5mm , 使胶料通过开炼机一次 , 然后将辊距调至 3.0mm , 再通过两次。		
f) 检查胶料质量 (见 GB/T 6038) 并记录。如果胶料质量与理论值之差超过 0.5% , 则弃去此胶料。		
g) 如果需要 , 按 GB/T 9869 规定裁取试片供硫化特性试验用 , 试验前 , 试片在 $23^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 下调节 2 ~ 24h。		
h) 为获得开炼机的方向效应 , 在辊温为 $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 、合适的辊距下 , 将胶料折叠通过开炼机四次 , 如果需要 , 按 GB/T 528 规定将胶料压制成厚约 2.2mm 的胶片 , 用于制备硫化试片或压制成适当厚度用于制备环形试样。将胶片放在平整、干燥的表面上冷却。		
i) 胶料在混炼后硫化前 , 调节 2 ~ 24h。如有可能 , 按 GB/T 2941 规定在标准温度、湿度下进行。		

6 用硫化仪评价硫化特性

6.1 用圆盘振荡硫化仪

测定以下标准试验参数 :

在规定时间内 M_L 、 M_H , t_{sl} 、 t'_C (50) 和 t'_c (90)

按 GB/T 9869 规定采用以下试验条件 :

振荡频率 : 1.7Hz (100 周/min)

振幅 : 1°

量程：至少选择 M_H 为满量程的 75%；

对某些橡胶，或许达不到满量程的 75%

模腔温度： $160^{\circ}\text{C} \pm 0.3^{\circ}\text{C}$

预热时间：无

6.2 用无转子硫化仪

测定下列标准试验参数：

在规定时间的 F_L 、 $F_{\max}$ 、 t_{sl} 、 $t'_c(50)$ 和 $t'_c(90)$

按 ISO 6502 规定采用以下试验条件：

振荡频率：1.7Hz (100 周/min)

振幅：0.5°

量程：至少选择 $F_{\max}$ 为满量程的 75%；

对某些橡胶，或许达不到满量程的 75%

模腔温度： $160^{\circ}\text{C} \pm 0.3^{\circ}\text{C}$

预热时间：无

7 评价硫化胶拉伸应力 - 应变性能

在 145°C 下硫化，从 15、25、35、50 和 75min 中选择三个硫化点、或在 150°C 下硫化，从 10、15、20、25、30、35 和 50min 中选择三个硫化点。这三个硫化点应包括欠硫、正硫和过硫。两种条件下所测得的结果有差异。

硫化试片在标准试验温度下调节 16 ~ 96h。如有可能，按 GB/T 2941 规定，在标准温度和湿度下进行。

按 GB/T 528 规定，测定应力 - 应变性能。

注：方法 C 为评价硫化试片的应力 - 应变性能提供了足够的配料。

8 精密度

8.1 方法 A：开炼机混炼

8.1.1 概述

按 GB/T 14838 规定进行了以重复性和再现性表示的精密度计算，可查阅精密度的概念和术语。附录 B 提供了重复性和再现性的使用指南。

8.1.2 精密度细则

8.1.2.1 在 1986 年编制了实验室间的试验方案 (ITP)。对 A 系列 SBR 橡胶选用两个配方：

A - 1：充油 SBR 1712

A - 2：非充油 SBR 1500

对 B 系列 SBR 橡胶选用一个配方：

A-3：高苯乙烯 SBR

在参与试验的 13 个实验室里，在约一周的时间内，各自分两天制备混炼胶。试验前，将制备混炼胶所需全部材料的专用样品送到各实验室。对于每种样品，都要从同批次的均匀材料中抽取。按规定的试验步骤对每个混炼胶的硫化试片进行应力-应变性能试验。

8.1.2.2 按 GB/T 528 规定，300%定伸应力、拉伸强度和伸长率用哑铃型试样测定。试验结果取五个测定结果的中值。因此，计算的精密度是 2 型精密度，重复性和再现性的时间周期以天计。

关于精密度结果的说明见附录 C。

8.1.3 精密度结果

精密度结果见表 3-33。表 3-33 所用符号定义如下：

表 3-33 用开炼机混炼后应力-应变试验的 2 型精密度

性能	胶料	平均值	实验室内		实验室间	
			r	(r)	R	(R)
300% 定伸应力 MPa	SBR A-2	12.3	1.62	13.1	3.83	31.1
	SBR A-1	14.6	1.80	12.3	3.86	26.5
	SBR A-3	16.6	2.36	14.8	6.12	38.2
拉伸强度 MPa	SBR A-2	20.3	2.05	10.1	3.09	15.2
	SBR A-3	23.4	4.70	20.1	4.70	20.1
	SBR A-1	25.5	2.50	9.79	3.60	14.1
扯断伸长率 %	SBR A-3	434	52.0	11.9	200	46.2
	SBR A-2	481	56.6	11.8	103	21.5
	SBR A-1	481	51.6	10.7	66.2	13.8

r ：重复性，用测量单位表示。这是一个数值，在指定概率下，同一实验室内两个试验结果之差的绝对值应低于该值。

(r)：相对重复性，用百分比表示。

两个试验结果的相对重复性是指在相同试验条件下（同一实验室、同一操作者、同一仪器），在规定的时间内，采用同一试验方法和相同试验材料得到的。除非另有说明，概率为 95%。

R ：再现性，用测量单位表示。这是一个数值，在指定概率下，实验室间的两个试验结果之差的绝对值应低于该值。

(R)：相对再现性，用百分比表示。

两个试验结果的相对再现性是指在不同的试验条件下（不同的实验室、不同的操作者、不同的仪器），在规定时间周期内，采用同一试验方法和相同试验材料得到的，除非另有说明，概率为 95%。

8.2 方法 C：小型密炼机混炼

8.2.1 概述

用小型密炼机混炼操作步骤制备胶料，测定门尼粘度、硫化特性和硫化试片的拉伸应力－应变性能的精密密度结果已按 ISO 5725－1 和 ISO 5725－2 规定制作精密密度表。

8.2.2 精密密度细则

8.2.2.1 本方法的 2 型精密密度是七个实验室各自在两天内，分别采用小型密炼机对 SBR 1712 和 SBR 1502 橡胶进行混炼和试验得到的。

8.2.2.2 表 5 中给出了按实验室间方案得到的基本精密密度数据。硫化仪试验是按 GB/T 9869 规定进行的，在 ISO 5725 的术语中，2 型精密密度包括了在每个实验室内混炼和硫化操作中的偏差部分。

8.2.2.3 硫化仪试验结果是用硫化仪测定的一个值。

8.2.2.4 拉伸试验结果是用三个哑铃试样测得结果的中值。

8.2.2.5 门尼粘度试验结果是用粘度计测定的一个值。

8.2.2.6 精密密度结果的使用指南见附录 B。

8.2.3 精密密度结果

精密密度结果见表 3－34，符号定义见 8.1.3。

表 3－34 小型密炼机混炼 2 型精密密度

性能	测定值范围	实验室内			实验室间		
		$S_r^2)$	r	$(r)^3)$	$S_R^3)$	R	$(R)^3)$
精密度估算按 GB/T 9869，在 160℃、1.7Hz 和振幅 1°时为：							
M_L ，dN·m	9.7～9.8	0.21	0.594	6.1	0.52	1.47	15.2
M_H ，dN·m	32.5～43.8	0.77	2.18	5.7	2.21	6.25	16.4
t_{sl} ，min	3.5～4.9	0.13	0.368	8.8	0.67	1.90	45.2
$t'(50)$ ，min	8.2～8.3	0.20	0.566	6.9	0.74	2.09	25.3
$t'(90)$ ，min	13.6～16.4	0.48	1.36	9.1	1.12	3.17	21.1
精密度估算按 GB/T 528，在 145℃、硫化 35min 时为：							
300%定伸应力，MPa	8.7～13.8	0.62	1.75	15.6	1.55	4.39	39.0
拉伸强度，MPa	21.9～25.9	0.83	2.35	9.8	1.40	3.96	16.6
伸长率，%	504～599	16.2	45.8	8.3	67.7	191.0	34.7

续表

性能	测定值范围	实验室内			实验室间		
		$S_r^{2)}$	r	$(r)^1)$	$S_R^{3)}$	R	$(R)^1)$
精密度估算按 GB/T 1232 为：							
ML (1 + 4) 100℃	63.8 ~ 70.3	1.51	4.27	6.4	6.61	18.7	27.9
1) 用测定值范围的中值计算 (r) 和 (R) ; 2) S_r : 实验室内的标准偏差; 3) S_R : 实验室间的标准偏差。							

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 挥发分含量测定所用方法（辊筒法或烘箱法）；
- d) 灰分含量测定所用方法（GB/T 4498 中 A 法或 B 法）；
- e) 使用的参比材料；
- f) 使用的标准试验配方；
- g) 使用的混炼步骤；
- h) 在第 5.3.2k、5.3.3i 和第 7 章中选用的调节环境；
- i) 在第 6 章中硫化仪试验选用的标准及 M_H 的时间；
- j) 在第 7 章中选用的硫化时间和温度；
- k) 在试验过程中观察到的任何异常现象；
- l) 在本标准或引用标准中未包括的任何自选操作；
- m) 试验结果及单位的表述；
- n) 试验日期。

附 录 A

（提示的附录）

方法 B 初混炼用密炼机和终混炼用开炼机

A1 密炼机初混炼操作步骤

A1 型密炼机（见 GB/T 6038）的额定容量为 1 170mL ± 40mL。A 系列橡胶投胶量（以 g 计）按 8.5 倍配方量（即 $8.5 \times 156.75g = 1\,332.37g$ ），B 系列橡胶投胶量（以 g 计）按 9.5 倍配方量（即 $9.5 \times 141.75g = 1\,346.62g$ ）是合适的。快辊转速应设定在 77r/min ±

10r/min。

混炼 5min 后，卸下的胶料最终温度应在 150 ~ 170℃。如有必要，调节投胶量以达到规定的温度。

在开炼机终混炼期间，辊筒间应保持适量堆积胶。如果在规定的辊距下得不到这种效果，应对辊距稍作调整。

	持续时间, min	累积时间, min
a) 将密炼机初始温度设定在 $50^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。关闭卸料口，固定转子，升起上顶栓。		
b) 加入橡胶，放下上顶栓，塑炼橡胶。	0.5	0.5
c) 升起上顶栓，装入氧化锌、硬脂酸、炭黑，放下上顶栓。	0.5	1.0
d) 混炼胶料。	2.0	3.0
e) 升起上顶栓，清扫密炼机入口和上顶栓的顶部，放下上顶栓。	0.5	3.5
f) 混炼胶料。	1.5	5.0
g) 卸下胶料。		
h) 立即用合适的测量设备，检查胶料的温度。若温度不在 150 ~ 170℃，则弃去此胶料。将胶料在辊距为 2.5mm，辊温为 $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的开炼机上薄通三次。压制成约 10mm 胶片，检查胶料质量（见 GB/T 6038）并记录，如果胶料质量与理论值之差超过 + 0.5% 或 - 1.5%，则弃去此胶料并重新混炼。		
i) 取下胶料，调节 30min ~ 24h。如有可能，按 GB/T 2941 规定在标准温度和湿度下进行。		

A2 终混炼用开炼机操作步骤

	持续时间, min	累积时间, min
a) 标准实验室用开炼机的投胶量（以 g 计）应是配方量的 3 倍。		
b) 辊距为 1.5mm，辊温为 $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。		
c) 母炼胶包在慢辊上。	1.0	1.0
d) 加入硫磺和促进剂，待其分散完成后，再割刀。	1.5	2.5
e) 每边作 3/4 割刀三次，每刀间隔 15s。	2.5	5.0
f) 下片。辊距调至 0.8mm，将混炼胶打卷，交替地从每一端加入，纵向薄通六次。	2.0	7.0
g) 按 GB/T 528 规定，将胶料压制成长约 2.2mm 的胶片用于制备硫化试片或压制成适当厚度用于制备环形试样，检查胶料质量（见 GB/T 6038）并记录，如果胶料质量与理论		

值之差超过 +0.5% 或 -1.5%，则弃去此胶料。

h) 胶料在混炼后流化前，调节 2~24h。如有可能，按 GB/T 2941 规定在标准温度和湿度下进行。

附 录 B

(提示的附录)

精密度结果使用指南

B1 使用精密度结果的一般方法是，用 $|X_1 - X_2|$ 表示任意两个测量值差的绝对值。

B2 将考查的任何试验参项的测定平均值，引入相应的精密度表，置它与表列“试验”平均值的最接近处，它所在行就会给出用于判定过程的 r 、(r) 或 R 、(R)。

B3 用 r 和 (r)，可对下述试验结果的重复性作出判定。

B3.1 对于绝对差

在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样测得的两个试验平均值差的绝对值 $|X_1 - X_2|$ ，超过表列的重复性 (r)，平均在 20 次中不会多于一次。

B3.2 对于相对差 (百分比差)

在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样测得的两个试验平均值差的绝对值的相对差 $\{|X_1 - X_2| / [(X_1 + X_2) / 2]\} \times 100$ ，超过表列的重复性 (r)，平均在 20 次中不会多于一次。

B4 用 R 和 (R)，可对下述试验结果的再现性作出判定。

B4.1 对于绝对差

在两个实验室中，在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样各自测得的两个试验平均值差的绝对值 $|X_1 - X_2|$ ，超过表列的重复性 R ，平均在 20 次中不会多于一次。

B4.2 对于相对差 (百分比差)

在两个实验室中，在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样各自测得的两个试验平均值差的相对差 $\{|X_1 - X_2| / [(X_1 + X_2) / 2]\} \times 100$ ，超过表列的重复性 R ，平均在 20 次中不会多于一次。

附 录 C

(提示的附录)

关于精密度结果的说明

C1 表 3-33 表明：SBR A-3 拉伸强度的重复性和再现性是相等的。这种偶然现象是在第一天和第二天的测定结果相差很大，而这两天的平均值又使室间偏差变小的少量数据 (仅有几个实验室) 产生的。

C2 重复性和再现性相等的另一个原因是两个主要的室内误差产生机理起作用,即单元标准偏差 S_{ij} 分布是双峰形的。第二个峰的存在,使得同一实验内的 r 和 (r) 升高,从而使 r 和 R 的值相等。对于这种特殊的试验方案,双峰分布的出现是最可能的原因。

C3 如果测定的 SBR 不是上述型号,得到的精密密度结果也许会不同。

五、丁苯生胶——皂和有机酸含量的测定

Rubber, raw styrene – butdiene – Soap
and organic acid content—Determination

GB/T 8657—92
代替 GB 8657—88

本标准参照采用国际标准 ISO 7781—1986《丁苯生胶——皂和有机酸含量的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合成丁苯生胶中皂和有机酸含量的测定方法。

本标准适用于各种类型的丁苯橡胶。A 法适用于非污染型及轻污染型丁苯橡胶; B 法适用于污染型丁苯橡胶,尤其适用于充油丁苯橡胶。

2 引用标准

GB/T 6737 合成生胶挥发分含量的测定

3 术语

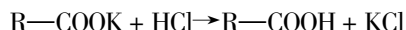
有机酸:在乳液聚合的丁苯橡胶中,乳化剂在凝聚过程中被酸转化的部分为有机酸。

皂:在乳液聚合的丁苯橡胶中,乳化剂在凝聚过程中未被转化的部分为皂。

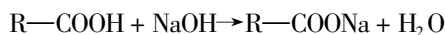
4 方法原理

称取一定量的胶样,用乙醇 – 甲苯共沸液或乙醇 – 甲苯 – 水混合液进行萃取。

取一定量的试液用盐酸标准滴定溶液滴定,分析皂含量。



用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,分析有机酸含量。



5 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 萃取剂 A (乙醇 - 甲苯共沸液): 将 7 份 (体积) 的无水乙醇与 3 份 (体积) 的甲苯混合。

5.2 萃取剂 B (乙醇 - 甲苯 - 水混合液): 将 95mL 的萃取剂 A (5.1) 与 5mL 的蒸馏水混合。

5.3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) = 0.05\text{mol/L}$ 。

5.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 。

5.5 硼砂标准校正溶液: $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0.01\text{mol/L}$ 。将 3.8/4g 的硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 溶于 200mL 左右的水中, 在容量瓶中稀释至 1 000mL。

5.6 邻苯二甲酸氢钾标准校正溶液: $c(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 0.05\text{mol/L}$ 。将 10.2g 的邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 溶于 200mL 左右的水中, 在容量瓶中稀释至 1 000mL。

5.7 间甲酚紫指示剂: 1g/L。将 0.1g 的间甲酚紫溶于 100mL 乙醇或水中, 并用氢氧化钠标准滴定溶液 (5.4) 调整到 pH7。

5.8 百里酚蓝指示剂: 1.2g/L。将 0.06g 的百里酚蓝溶于 6.45mL 的氢氧化钠标准滴定溶液中 (5.4), 并用蒸馏水稀释到 50mL。

6 仪器、设备

6.1 天平: 感量 0.1mg。

6.2 加热器: 沙浴或水浴。

6.3 萃取器: 带磨口的广口锥形瓶, 容积为 400 ~ 500mL, 配长度为 400mm 的球形或蛇形水冷凝器。或能达到同样冷凝效果的空气冷凝管。

6.4 电位滴定计: 自动电位滴定计。应具有 10mV 或 0.1pH 精度。

6.5 容量瓶: 250mL。

6.6 移液管: 100mL。

6.7 滴定管: 25mL。

6.8 微量滴定管。1mL。

7 试样的制备

投 GB 6737 进行试样干燥, 将干燥过的试样剪成长约 50mm、宽约 10mm 的细条。备用。

8 分析步骤

8.1 A 法

8.1.1 皂含量的分析步骤

将一张圆形滤纸放入广口锥形瓶底部, 并加入 100mL 萃取剂 A (5.1) (对于用矾凝聚的橡胶, 用萃取剂 B (5.2))。

称取约 6g (精确至 0.01g) 已剪成细条的试样。将试样逐条放入广口锥形瓶内, 每

次加入后要摇晃广口锥形瓶,使萃取剂完全浸润试样,减少粘接。将回流冷凝器装在广口锥形瓶上。然后将萃取器(6.3)放在沙浴或水浴上加热,在回流条件下,缓和煮沸1h。

将萃取液倒入容量瓶(6.5)内,重新加入100mL萃取剂,再煮沸1h,将此萃取液也倒入容量瓶内,分别用10mL左右的萃取剂洗涤胶样3次,洗涤液也倒入容量瓶中。待冷却至室温后,用萃取剂将体积加至250mL。混匀,即为试液。

用移液管(6.6)吸取100mL试液至锥形瓶内,加入6滴间甲酚紫指示剂(5.7)(对于用矾凝聚的橡胶,用百里酚蓝指示剂(5.8)),用盐酸标准滴定溶液(5.3)滴定至试液由淡黄变为粉红色为终点。同时吸取100mL萃取剂做空白试验。

8.1.2 有机酸含量的分析步骤

用移液管吸取100mL试液于另一锥形瓶内,加入6滴间甲酚紫指示剂(5.8),用氢氧化钠标准滴定溶液(5.4)滴定至试液由淡黄变为蓝色为终点。同时吸取100mL萃取剂做空白试验。

8.2 B法

8.2.1 皂含量分析步骤

按8.1.1皂含量分析步骤制备试液。

用邻苯二钾酸氢钾标准校正溶液(5.6)将酸度计校准到pH4.0。

用移液管(6.6)吸取100mL试液于250mL烧杯中,并在烧杯中放一搅拌棒,置于滴定装置的磁力搅拌台上,将玻璃电极和甘汞电极插入盛有试液的烧杯中,两电极插入试液中的深度,使其两电极的下端底部不碰着搅拌棒,再将自动滴定管的毛细管插入盛有试液的烧杯中,其毛细管的下端应在玻璃电极球部稍上位置。酸度计温度补偿指示应与试液的温度一致,极性选择开关放在“+”位置,开启搅拌,在搅拌下用盐酸标准滴定溶液(5.3),以自动或手动(皂含量低的用手动缓慢地滴定)滴定试液至pH2.8为终点,若用手动滴定,当接近终点时,减慢滴定速度,滴定至pH2.8。记录消耗盐酸标准滴定溶液的体积。同时用手动缓慢滴定,做空白试验。

8.2.2 有机酸含量的分析步骤

用硼砂标准校正溶液(5.5)将酸度计核准到pH9.2。

按8.2.1皂含量分析步骤操作。极性选择开关放在“-”位置。开启搅拌,在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液(5.4),以自动或手动滴定至pH11.0为终点。若用手动滴定,接近终点时,减慢滴定速度,滴定至pH11.0。记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。同时用手动缓慢滴定做空白试验。

9 分析结果的表述

9.1 皂含量 w 。以质量百分数表示,由式(1)计算:

$$w_s = \frac{25(V_1 - V_2)c_1 \cdot K_s}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_1 ——滴定试液消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试样质量，g。

K_s 值从下列系数中适当选用：

3.06，当皂为硬脂酸钠时；

3.68，当皂为松香酸钠时；

3.37，当皂为 50:50 的硬脂酸钠与松香酸钠的混合物时；

3.32，当皂为硬脂酸钾时；

3.84，当皂为松香酸钾时；

3.53，当皂为 50:50 的硬脂酸钾与松香酸钾的混合物时；

3.45，当皂为 50:50 的硬脂酸钠与松香酸钾或硬脂酸钾与松香酸钠的混合物时。

所得结果应表示至二位小数。

注：因为橡胶中的皂不是单一的化学物质，因此，从指定的 K_s 值计算仅能得到皂含量的近似值。

9.2 有机酸含量 w_o 。以质量百分数表示，由式（2）计算：

$$w_o = \frac{25(V_3 - V_4)c_2 \cdot K_o}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_3 ——滴定试液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_4 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试样质量，g。

K_o 值从下列系数中适当选用：

2.84，当酸为硬脂酸时；

3.46，当酸为松香酸时；

3.15，当酸为 50:50 的硬脂酸与松香酸混合物时。

所得结果应表示至二位小数。

注：因为橡胶中的有机酸不是单一的化学物质，因此，从指定的 K_o 值计算仅能得到有机酸含量的近似值。

10 允许差

10.1 A 法

皂含量在 0~0.55% 范围，平行测定的两个结果之差不大于 0.03%；

有机酸含量在 3.00%~8.00% 范围，平行测定的两个结果之差不大于 0.15%。

10.2 B 法

皂含量在 0 ~ 0.55% 范围, 平行测定的两个结果之差不大于 0.03% ;

皂含量在 0.56% ~ 1.20% 范围, 平行测定的两个结果之差不大于 0.10% ;

有机酸含量在 3.00% ~ 8.00% 范围, 平行测定的两个结果之差不大于 0.12% 。

11 实验报告内容

- a. 本方法依据的标准 ;
- b. 本分析使用 A 法或 B 法 ;
- c. 本分析过程中注意到的异常现象 ;
- d. 分析结果的表示方法 ;
- e. 分析日期。

六、乳液聚合型苯乙烯 - 丁二烯橡胶生胶 结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

Rubber , raw styrene - butadiene emulsion - polymerized—
Determination of bound styrene content—
Refractive index method

GB/T 8658—1998

idt ISO 2453 : 1991

代替 GB/T 8658—88

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度，并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了一种测定乳液聚合型苯乙烯 - 丁二烯橡胶 (SBR) 结合苯乙烯含量的方法。本方法是通过测定抽提后试样的折光指数，并依据折光指数和苯乙烯的质量百分数对照表确定结合苯乙烯的量。

如果能制得适合于折光指数测定的胶片，本方法也适用于经抽提过的乳液聚合型充油 SBR。本方法不适用于溶液聚合型 SBR。

2 测定的意义

结合苯乙烯含量的测定是为了确定橡胶中结合单体的组成。本测定常用作检验单体配料的准确性。因为结合苯乙烯含量影响物理性能，所以也用作控制产品的均一性。

3 原理

试样用乙醇-甲苯共沸液(ETA)抽提、干燥后,放入两块铝箔之间,压制成厚度不大于0.5 mm的试片,在25℃下测定试片的折光指数,计算结合苯乙烯含量。

4 试剂

本标准使用分析纯试剂。

4.1 乙醇-甲苯共沸液(ETA)

将无水乙醇与甲苯按7:3体积比混合。也可以使用工业级乙醇与甲苯按7:3体积比混合,将该混合物与无水氧化钙一起加热煮沸回流4h,然后进行蒸馏,收集沸程不超过1℃的共沸液馏分供试验用。

4.2 酸化ETA

在部分ETA(4.1)中加入10mL浓盐酸[约35% (m/m)],补加ETA使容积达1000mL

注1:酸化ETA用于明矾凝聚的聚合物。

4.3 α -溴代萘。

5 仪器

5.1 支架:由13mm×13mm的铝片或不锈钢片制成,每个角上带一根长约38mm的镍铬引线。如采用盐酸酸化的ETA作抽提剂时,支架和引线应采用钽制作。

5.2 回流冷凝器。

5.3 阿贝(Abbe)折光仪:量值精确至小数第四位。为了测定固体的折光指数,可调其折射棱镜接近水平位置。为了消除色差,必须有一个阿米西(Amici)补偿棱镜,否则应采用钠蒸气灯作光源。

通过恒定室温或在仪器内通入恒温循环水,使折光仪温度保持在 $25^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 真空供箱:压力可抽至1300Pa,温度保持在 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 铝箔:厚度在0.025~0.08mm,具有良好的撕裂强度。

5.6 标准玻璃块:用于校正折光仪。该标准玻璃块应在25℃下使用。

5.7 液压机:能保持温度在100℃,作用于平板的总压力能达到100kN。

5.8 压模(选件):规格为210mm×210mm×3mm,带有木制手柄。其中一块板中心刻有面积150mm×150mm、深不超过0.65mm的凹槽。

5.9 剪刀:小而锋利。

5.10 光源:要求能发出一光束射至棱镜。如果使用白炽光源,例如白炽灯泡,则应使

光强度减弱。也可使用钠灯作光源。对光源的要求是能够在折光仪的目镜里观察到具有对比明显、清晰的线条。

将薄皱纸放在光路中,使光线衰减或产生散射,可提高观测效果。

6 试样制备

6.1 将橡胶压制成厚度不大于 0.5mm 的薄片,再切成宽约 13mm、长约 25mm 的胶条。然后将该胶条固定在支架(5.1)的每根引线上,从而使胶条的各个侧面与溶剂充分接触。将带有胶条的支架放入盛有 60mL ETA(4.1) 容积为 400mL 的烧瓶中[对明矾凝聚的聚合物,需用酸化 ETA(4.2)和钽制作的支架]装上回流冷凝器(5.2),在溶剂微沸条件下抽提 1h,弃去抽提液,再加入 60mL ETA 或酸化 ETA,继续抽提 1h,从烧瓶中取出支架,放入压力约 1300Pa、温度为 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的真空烘箱(5.4)中干燥胶条至质量恒定。试样的充分抽提和干燥十分重要,因为无论是残留的溶剂,还是未抽提完的物质,都将引起折光指数的测试误差。

注 2:避免试样因过热而塑化。

6.2 待试样充分干燥后,将其从支架上取下。压片时可以根据橡胶的类型和现有的设备在多种适用的方法中选用一种合适的方法。在 100°C 下压片时,其压力和时间可以调整。试样可以在加压条件下冷却至室温,也可以从热的压力机中取出冷却。热压时间不能超过 10min,最好为 5min。

应选择压片的条件,以使制成的试片均匀,并在测定折光指数时,可在目镜内观察到亮区和暗区清晰的分界线。下述 6.2.1 和 6.2.2 条中提供了两种通用压片操作方法。

6.2.1 使用压模(5.8)的操作方法

将约 0.3g 经抽提、干燥过的试样放在两片约 $50\text{mm} \times 50\text{mm}$ 的铝箔之间,将各角折叠一次,置于压模间,再将其放入温度约 100°C 的液压机上。可以同时压制几个试片。闭合压板,但不施压,预热 1min。然后施加约 100kN 的压力,加压 3min。卸压后,将试片从液压机中取出,使其冷却。

6.2.2 使用无凹槽的平板压制方法

如果使用无凹槽的两块平板压片时,按下述操作步骤,可以修改一些操作的细节以适应不同的样品:取一条干燥好的胶条,置于两块 $25\text{mm} \times 25\text{mm}$ 洁净的铝箔之间,在约 100°C 下,以 2.2~6.6kN 的压力对铝箔施压 3~10min(最好 3~5min)以压制成片。如果一次压制几个试片时,应按比例增加压力,以使施加在每个试片上的压力约在 3.45~10.35MPa。有些聚合物所要求的压力较低,也有些聚合物可能需要在施压条件下用水冷却。

6.3 最终测量用试片的厚度不得超过 0.5mm,还可以更薄。对试片厚度的要求,取决于压制试片的技能和能否获得准确的折光指数值。

6.4 用锋利的剪刀(5.9)将所制备的试样剪为两半并剥下一面的铝箔,用剪刀剪下一

片宽约 6mm、长约 12mm 的试样，其中宽度较窄的两端之一端应为新剪的。可以剥下第二面铝箔，但是往往为了便于处理试样，而把一面铝箔留在胶片上。

7 分析步骤

7.1 检查折光仪温度，让其稳定在 25℃。

7.2 用一滴 α -溴代萘 (4.3) 作接触液，将标准玻璃块 (5.6) 紧紧压贴在棱镜上，校准折光仪。调整光源 (5.10)，使光线通过薄皱纸散射，可获得标准玻璃块的准确读数。转动手动调节器，直至分界线刚好到达十字线上（一般总是由亮区向暗区移动），至少重复读取三次测定值。调整仪器，读取标准玻璃块的折光指数。校正完后，用乙醇和镜头纸认真擦净棱镜。

7.3 将试样置于棱镜上原放置标准玻璃块的位置，让试样的剪切面朝向光源。将薄皱纸从光路移开，用手指将试样按压在棱镜上，停留 1min，以使温度平衡。如果仍有充足的光线集中在试样的一端时，也可将上面的棱镜轻轻地压合在试样上。但是只有在试样极薄时，才可以这样操作，否则会对棱镜或其固定件造成损坏。调整补偿棱镜，直至亮区和暗区之间看到一条具有最低色彩的清晰的分界线为止。按压棱镜上的试样，检查试样和棱镜的接触情况，在进行此项检查时，分界线的位置不得产生变化。

7.4 至少读数三次。如果读数之差大于 0.000 1 时，需增加读数次数。

7.5 对具有新剪切面的另一半试样重复进行上述的测定，将得到的两组读数分别进行平均。如果两组读数平均值之差不大于 0.000 2，即可采用两组平均值的均值，按第 8 章的公式进行计算；如果差值大于 0.000 2，则应进行重复试验。如果采用非 25℃ 测定条件，可按下列公式将测定值校正为 25℃ 下的折光指数值：

$$n_{25} = n_{\theta} + 0.000\ 37 (\theta - 25)$$

式中： n_{25} ——25℃ 下的折光指数；

n_{θ} ——测定温度 (θ) 下的折光指数；

θ ——测定温度，℃。

8 分析结果的表述

8.1 计算方法

按质量百分数表示的苯乙烯-丁二烯橡胶中结合苯乙烯含量 W ，应用表 1 或由下列公式校正到 25℃ 下的折光指数求得：

$$W_s = 23.50 + 1\ 164 (n_{25} - 1.534\ 56) - 3\ 497 (n_{25} - 1.534\ 56)^2$$

所得结果应表示至一位小数。

8.2 精密度

8.2.1 重复性

当结合苯乙烯含量为 20% ~ 30% (m/m) 时，95% 的测定结果与平均值之差不得

大于 05% (m/m)。

8.2.2 再现性

50℃聚合 SBR 的再现性与重复性处于同一数量级。对于 5℃聚合 SBR 的再现性尚未确切掌握,但是一般认为当所测聚合物的苯乙烯含量范围在 20% ~ 30% (m/m) 时,再现性在上述重复性的范围之内。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 关于样品的详细说明;
- c) 试验结果和表述方法;
- d) 在试验过程中观察到的任何异常现象;
- e) 本标准或引用标准中未包括的任何自选操作。

附 录 A

(提示的附录)

与测定苯乙烯—丁二烯橡胶中苯乙烯含量有关的其他国际标准

ISO 3136:1983 丁苯胶乳—结合苯乙烯含量的测定

ISO 4655:1985 橡胶—补强 SBR 胶乳—总结合苯乙烯含量的测定

ISO 5478:1990 橡胶—苯乙烯含量的测定—硝化法

ISO 6235:1982 橡胶生胶—嵌段聚合苯乙烯含量的测定—臭氧分解法

七、丁二烯橡胶 BR9000 (顺丁橡胶)

Rubber, butadiene—BR9000

(Cis-1,4-polybutadiene rubber)

GB 8659—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了 BR9000 (顺丁橡胶)的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、贮存、运输要求。

本标准适用于由 1, 3 – 丁二烯在镍催化体系下经溶液聚合制得的 1, 4 聚丁二烯橡胶（顺丁橡胶）。

2 引用标准

- GB/T 1232 橡胶粘度的测定（用门尼粘度计）
- GB 6734 成包合成生胶取样
- GB 6735 合成橡胶试样制备
- GB/T 6736 合成生胶总灰分含量的测定
- GB/T 6737 合成生胶挥发分含量的测定
- GB/T 8660 溶液聚合型丁二烯橡胶（BR）试验配方和硫化特性评价

3 技术要求和试验方法

- 3.1 外观：顺丁橡胶为无色或浅色块状胶，不含焦化颗粒、泥沙、机械杂质及油污等。
- 3.2 顺丁橡胶技术要求和试验方法列于表 3 – 35。

表 3 – 35

项 目		指 标			试验方法
		优级品	一级品	合格品	
挥发分 ,%		≤0.75	≤1.00	≤1.30	GB/T 6737A 法
总灰分 ,%		≤0.30	≤0.30	≤0.30	GB/T 6736
生胶门尼粘度 ML ₁₊₄ ^{100℃}		45 ± 5	45 ± 5	45 ± 7	GB/T 1232
混炼胶门尼粘度 MI ₁₊₄ ^{100℃}		≤68	≤70	≤73	GB/T 1232
					GB/T 8660
	25min	6.5 ~ 10.5	6.2 ~ 10.7	6.0 ~ 11.0	GB/T 8660
300%定伸应力 , MPa	35min	7.0 ~ 11.0	6.7 ~ 11.2	6.5 ~ 11.5	GB/T 8660
	50min	6.8 ~ 10.8	6.5 ~ 11.0	6.3 ~ 11.3	GB/T 8660
拉伸强度 , MPa	35min	≥14.2	≥13.7	≥13.2	GB/T 8660
扯断伸长率 ,%	35min	≥450	≥430	≥430	GB/T 8660
防老剂		非污染	非污染	非污染	

注：表 1 列出的应力应变性能的各项指标是在试验配方中使用 ASTM IRB No 6 和 ASTM 103 油必须达到的指标。如果在试验配方中使用 SRB 1 号炭黑和大港橡胶填充油，试验结果差别较大，必须修正后，才能与本标准的指标值进行比较。

附录 A 提供了差值的参考值。

4 检验规则

- 4.1 生产厂按本标准对出厂的顺丁橡胶进行出厂检验，并保证所有出厂的产品符合本

标准的技术要求。每批产品附有一定格式的质量证明书。

4.2 购货单位对收到的顺丁橡胶有权按本标准进行验收。如不符合本标准要求时，必须在到货两个月内向生产厂提出。购货单位如因保管、使用不当等原因造成产品质量下降，不得提出异议。供需双方如发生争议，则由质量仲裁单位按本标准进行仲裁检验。

4.3 进行质量验收时，抽取样品的方法按 GB 6734—86 进行。

4.4 出厂检验时，从样本中取出份样，从每一份样中取出等量的胶样，经混合后按 GB6735—86 进行样品制备。

4.5 将制备后的样品进行全项检验，检验结果任何一项不符合相应的等级要求时，则该批产品应降级或定为不合格品。

4.6 仲裁检验时，对组成样本的每个胶包的挥发分和门尼粘度进行单包检验。其他项目按 4.3 ~ 4.5 出厂检验方法进行。

挥发分与门尼粘度按表 3-36 规定进行批合格与否的判断。

表 3-36

胶包总数 N	样 本 数 n	批合格判定数 A_c
不大于 40	4	0
40 ~ 100	7	1
100 以上	10	2

当样本 n 中不合格品数大于批的合格判定数 A_c 时，则该批产品为不合格品，反之为合格。

5 包装、标志、贮存和运输

5.1 顺丁橡胶为袋装或集装箱包装。袋装净重为 $25 \pm 0.5\text{kg}$ ；集装箱规格由供需双方协议。

5.2 袋装顺丁橡胶内层包装为印有商标的高压聚乙烯薄膜。其厚度为 $0.04 \sim 0.06\text{mm}$ 、熔点不大于 110°C ；外层包装为一层牛皮纸压合低压聚乙烯或高压聚乙烯与聚丙烯复合的编织布包装袋。

5.3 顺丁橡胶外包装袋必须印有：产品名称、牌号、生产厂名、生产批号（年、月、批次）以及便于分辨的等级标志。

5.4 顺丁橡胶存放时，应成行成垛整齐堆放并保持一定行距；堆放高度不大于 10 块胶。

5.5 顺丁橡胶应存放在常温、通风、清洁干燥的仓库中，严禁露天堆放和日光直接照射。

- 5.6 顺丁橡胶的质量保证期，自生产日期起为二年。
- 5.7 顺丁橡胶在运输过程中，应采取措施防止日光直接照射和雨水浸泡，运输车辆应整洁，避免包装破损和杂物混入。

附 录 A

BR 9000 拉伸应力应变性能的差值

（参考件）

在 GB/T 8660—88 的试验配方中，以 SRB 1 号炭黑和大港橡胶填充油代替 ASTM IRB No 6 炭黑和 ASTM 103 油时，BR 9000 硫化胶拉伸应力应变性能的差值。

项 目		单 位	差 值
300% 定伸应力	25min	MPa	+ 2.1
	35min		+ 1.5
	50min		+ 1.5
拉伸强度	35min	MPa	− 1.7
扯断伸长率	35min	%	− 125
混炼胶门尼粘度 $ML_{1+4}^{100^{\circ}C}$			1 + 1.5

注：使用 SRB1 号炭黑和大港橡胶填充油的测定值减去差值即相当于使用 ASTM IRB No 6 炭黑和 ASTM 103 油时的测定值。

八、溶液聚合型——丁二烯橡胶（BR）评价方法

Rubber , butadiene （BR）—

Solution – polymerized types – Evaluation procedures

GB/T 8660—1998

idt ISO 2476：1996

代替 GB/T 8660—88

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标

准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了生胶的物理和化学试验方法；规定了评价溶液聚合型丁二烯橡胶 (BR) [包括充油型 (OEBR)] 硫化特性所用的标准材料、标准试验配方、设备、操作方法以及评价硫化胶拉伸应力-应变性能的方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—92 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定 (neq ISO/DIS 37:1990)

GB/T 1232—92 未硫化橡胶门尼粘度的测定 (neq ISO 289:1985)

GB/T 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间 (eqv ISO 471:1983 和 ISO 1826:1981)

GB/T 4498—1997 橡胶灰分的测定 (eqv ISO 247:1990)

GB/T 6038—93 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序 (neq ISO/DIS2393:1989)

GB/T 6737—1997 生橡胶挥发分含量的测定 (eqv ISO 248:1991)

GB/T 9869—88 橡胶胶料硫化特性的测定 (圆盘振荡硫化仪法) (idt ISO 3417:1977)

GB/T 15340—94 天然、合成生胶取样及制样方法 (idt ISO 1795:1992)

GB/T 16584—1996 橡胶 用无转子硫化仪测定硫化特性 (eqv ISO 6502:1991)

GB/T 14838—93 橡胶与橡胶制品 - 试验方法标准精密度的确定 (eqv ISO/TR 9272:1986)

3 取样和制样

3.1 按 GB/T 15340 的规定取样约 1.5kg。

3.2 按 GB/T 15340 的规定制备试样。

4 生胶的物理和化学试验

4.1 门尼粘度

按 GB/T 15340 规定的方法制备试样，按 GB/T 1232 规定测定门尼粘度（最好不过辊，如果需要过辊，开炼机辊筒表面温度保持在 $35^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ）。

测试结果以 ML (1+4) 100℃表示。

4.2 挥发分

4.3 灰分

5 评价丁二烯橡胶用混炼胶试样的制备。

5.1 标准试验配方

标准试验配方见表 3-37。

表 3-37

标准试验配方

材 料	质 量 份	
	非充油胶	充油胶
丁二烯橡胶	100.00	100.00 ¹⁾
氧化锌	3.00	3.00
通用工业参比炭黑	60.00	60.00
硬脂酸	2.00	2.00
ASTM 103 [#] 油 ²⁾	15.00	—
硫磺	1.50	1.50
TBBS ³⁾	0.90	0.90
总计	182.40	167.40 ⁴⁾

在 37.8℃时, 根据 Saybolt 通用粘度和在 15.5℃/15.5℃时的相对密度计算粘度比重常数, VGC 式计算:

$$\text{VGC} = \frac{10d - 1.0752 \log_{10} 1 (v - 38)}{10 - \log_{10} (v - 38)}$$

4) 以充油量为 37.5% 的序油 BR 为准。

应使用符合国家或国际标准的参比材料。如果得不到标准参比材料，应使用有关团体的材料。

5.2 操作程序

5.2.1 概述

试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序按 GB/T 6038 规定进行。

5.2.2 混炼方法

规定了四种混炼方法：

方法 A——密炼机混炼；

方法 B——初混炼机用密炼机，终混炼用开炼机；

方法 C1 和方法 C2——开炼机混炼。

注

- 1 这些方法会给出不同的结果。
- 2 溶液聚合丁二烯橡胶用开炼机混炼要比其他橡胶更困难，最好用密炼机完成混炼，某些类型的丁二烯用开炼机混炼，不可能得到满意的结果。

5.2.2.1 方法 A——密炼机混炼

5.2.2.1.1 第一步：初混炼程序

	持续时间，min	累积时间，min
a) 调节密炼机温度（ $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ），转子转速和上顶栓压力以满足（5.2.2.1.1e）规定的条件。关闭卸料门、升起上顶栓、启动电机。	—	—
b) 加入一半橡胶、氧化锌、炭黑、油（充油胶不需加油）、硬脂酸和剩余的橡胶，放下上顶栓	0.5	0.5
c) 混炼胶料。	3.0	3.5
d) 升起上顶栓、清扫密炼机颈口及上顶栓的顶部，放下上顶栓。	0.5	4.0
e) 当胶料的温度达到 170°C 或总时间达到 6min 时即可卸下胶料。	2.0	6.0
f) 胶料立即在辊距为 5.0mm，辊温为 $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的实验室开炼机上通过三次，检验胶料质量（见 GB/T 6038），如果胶料质量与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%，则弃去该胶料，重新混炼。		

5.2.2.1.2 第二步：终混炼程序

	持续时间，min	累积时间，min
a) 在转子上通过足够的冷却水，使密炼机温度冷却到 $40^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，升起上顶栓，开动电机。	—	—
b) 继续通入冷却水，关闭蒸汽。将全部硫磺和 TBBS 与一半母炼胶卷在一起，加入密炼机中。再加入剩余的母炼胶，放下上顶栓。	0.5	0.5
c) 混炼胶料，当胶料温度达到 110°C 或总时间达到 3min 时即可卸下胶料。	2.5	3.0
d) 胶料立即在辊距为 0.8mm 辊温为 $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的实验室开炼机上通过。		
e) 使胶料打卷纵向薄通六次。		
f) 将胶料压成约 6mm 厚的胶片，检验胶料质量（见 GB/T 6038），如果胶料质量与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%，则弃去该胶料，重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。		
g) 按 GB/T 528 规定将胶料压成约 2.2mm 厚的胶片用于制备试片或压成适当厚度用于制备环形试样。		

5.2.2.2 方法 B——初混炼用密炼机，终混炼用开炼机

5.2.2.2.1 第一步：密炼机初混炼程序

按 5.2.2.1.1 进行。

5.2.2.2.2 第二步：开炼机终混炼程序

割取母炼胶 720.0g（对非充油胶）或 660.0g（对充油 37.5% 的充油胶）称出四倍于配方量的硫化剂（即 6.00g 硫磺，3.60gTBBS）。

在混炼期间，辊间应保持有适量的堆积胶，如在规定的辊距下达不到这种效果，应对辊距稍作调整。

	持续时间，min	累积时间，min
a) 调节并保持开炼机温度在 $35^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，辊距设定为 1.5mm，加入母炼胶并使之在前辊上包辊。	1.0	1.0
b) 慢慢地将硫磺和 TBBS 加入胶料，扫起接料盘中所有物料并将其加入胶料中。	1.0	1.0
c) 从每进作 3/4 割刀六次。	1.5	3.5

- d) 下片。调节辊距为 0.8mm, 使胶料打卷 1.5 3.5
纵向薄通六次
- e) 将胶料压成约 6mm 厚的胶片, 检验胶料质量 (见 GB/T 6038), 如果胶料质量与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%, 则弃去该胶料, 重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。
- f) 按 GB/T 528 规定将胶料压成约 2.2mm 厚的胶片用于制备试片或压成适当厚度用于制备环形试样。

5.2.2.3 方法 C1 和 C2——开炼机混炼

由于溶液聚合丁二烯橡胶在开炼机上加工困难, 如果有合适的密炼机应优先选择方法 A 和方法 B, 这样可使胶料有较好的分散性。如果没有密炼机可以用以下两种开炼机混炼方法。

方法 C1, 可以用于充油和非充油的溶液聚合型丁二烯橡胶。

方法 C2, 仅限于非充油溶液聚合型丁二烯橡胶, 是一种较易的混炼方法, 它使胶料有较好的分散性。

对于非充油溶液聚合型的丁二烯橡胶, 方法 C1 和 C2 未必能得到相同的结果, 因此在实验室进行相互比对或系列评价时, 都应使用相同的方法混炼。

5.2.2.3.1 方法 C1

标准实验室投胶量 (以 g 计) 应为配方量的三倍 (即 $3 \times 182.40\text{g} = 547.20\text{g}$ 或 $3 \times 167.40\text{g} = 502.20\text{g}$), 在整个混炼过程中调节开炼机辊筒的冷却条件以保持其温度为 $35^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 。

在混炼期间应保持有适量的堆积胶, 如在规定的辊距下达不到这种效果, 应对辊距稍作调整。

	持续时间, min	累积时间, min
a) 将开炼机辊距设定在 1.3mm。	1.0	1.0
注 3: 非充油胶可能需要较长的混炼时间, 以达到良好的包辊性。		
b) 沿辊筒均匀地加入氧化锌和硬脂酸, 从每边作 3/4 割刀二次。	2.0	3.0
c) 等速均匀地沿辊筒加入炭黑, 当加进约一半时将辊距调至 1.8mm, 接着加入剩余的炭黑。从每边作 3/4 割刀二次, 每次间隔 30s。要确保散落在接料盘中的炭黑都加入胶料中。	15.0 ~ 18.0	18.0 ~ 21.0

d) 慢慢滴加入油 (充油胶不加)	8.0 ~ 10.0	26.0 ~ 31.0
e) 加入 TBBS 和硫磺。扫起接料盘中的所有物料并将其加入胶料中。	2.0	28.0 ~ 33.0
f) 从每边接连作 3/4 割刀六次。	2.0	30.0 ~ 35.0
g) 下片。调节辊距为 0.8mm, 使胶料打卷纵向薄通六次。	2.0	32.0 ~ 37.0
h) 将胶料压成约 6mm 厚的胶片, 检验胶料质量 (见 GB/T 6038), 如果胶料与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%, 则弃去该胶料, 重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。		
i) 按 GB/T 528 规定将胶料压成约 2.2mm 厚的胶片, 用于制备试片或压成适当厚度, 用于制备环形试样。		

5.2.2.3.2 方法 C2

标准实验室投胶量 (以 g 计) 应为配方量的二倍 (即 $2 \times 182.40\text{g} = 364.80\text{g}$), 在混炼过程中调节开炼机辊筒的冷却条件以保持其温度为 $35^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$, 沿辊筒均匀地慢慢加入各配料, 所有配料掺混后才能下片。

在混炼期间辊间应保持有适量的堆积胶, 如在规定的辊距下达不到这种效果, 应对辊距稍作调整。

	持续时间, min	累积时间, min
a) 将开炼机辊距设定在 $0.45\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$, 让橡胶通过两次, 再从每边接连作 3/4 割刀二次。	2.0	2.0
b) 沿辊筒均匀地加入氧化锌和硬脂酸, 从每边接连作 3/4 割刀三次。	2.0	4.0
c) 依次加入一半油和一半炭黑, 从每边接连作 3/4 割刀七次。	12.0	16.0
d) 依次加入剩余的油和炭黑, 要把散落在接料盘中的炭黑都加入胶料中。从每边作 3/4 割刀七次。	12.0	28.0
e) 加入硫磺和 TBBS, 从每边作 3/4 割刀六次。	4.0	32.0
f) 下片。调节辊距为 $0.7 \sim 0.8\text{mm}$, 使胶料打卷纵向薄通六次。	3.0	35.0
g) 将胶料压成约 6mm 厚的胶片, 检查胶料质量 (见 GB/T 6038), 如果胶料质量与理论值之差超过 +0.5% 或 -1.5%, 则弃去该胶料, 重新混炼。取出足够的胶料供硫化仪试验用。		

h) 按 GB/T 528 规定将胶料压成约 2.2mm 厚的胶片, 用于制备试片或压成适当厚度, 用于制备环形试样。

6 混炼胶的环境调节

按方法 A、方法 B、方法 C1 和 C2 制成的所有混炼胶在硫化前调节 2~24h, 如有可能按 GB/T 2941 规定在标准温度和湿度下进行调节。

7 硫化特性评价

7.1 用圆盘振荡硫化仪

测定以下标准试验参数:

在规定时间的 M_L 、 M_H , t_{sl} 、 t'_c (50) 和 t'_c (90)。

按 GB/T 9869 规定, 采用下列试验条件:

振荡频率: 1.7Hz (100 周/min)。

振幅: 1°。

量程: 至少选择 M_H 为满量程的 75%。

注 4: 某些橡胶或许达不到满量程的 75%。

模腔温度: $160^{\circ}\text{C} \pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 。

预热时间: 无。

7.2 用无转子硫化仪

测定下列标准试验参数:

在规定时间的 F_L 、 $F_{\max}$, t_{sl} 、 t'_c (50) 和 t'_c (90)。

按 ISO 6502 规定, 采用下列试验条件:

振荡频率: 1.7Hz (100 周/min)。

振幅: 0.5°。

量程: 至少选择 $F_{\max}$ 为满量程的 75%。

注 5: 某些橡胶或许达不到满量程的 75%。

模腔温度: $160^{\circ}\text{C} \pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 。

预热时间: 无。

8 硫化胶拉伸应力-应变性能的评价

试片在 $145^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 下硫化, 硫化时间分别为 25min、35min、50min, 也可以选在 $150^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 下硫化, 硫化时间分别为 20min、30min 和 50min, 试验过程所选择的三种硫化时间应包括胶料的欠硫、正硫和过硫。

硫化试片应调节 16~96h。如有可能, 按 GB/T 2941 规定在标准温度和湿度下调节。

按 GB/T 528 规定测定硫化胶拉伸应力-应变性能。

9 精密度

9.1 概述

按 GB/T 14838 规定进行了以重复性和再现性表示的精密度计算。可查阅精密度的概念和术语。本标准附录 A 提供了重复性和再现性的使用指南。

9.2 实验室间试验方案

9.2.1 1987 年编制了实验室间试验方案,选择含不同类型的两个配方,并由参与试验的 17 家实验室在约一周的时间内各自分两天制备混炼胶。配方 1 包含有一种非充油 BR,配方 2 包含有一种充油胶。

胶料的混炼方法仅采用了方法 C1 (开炼机混炼)。

在试验开始以前,制备混炼胶所需全部材料的专用样品均送达各实验室。每种专用样品均从同一批次的均匀材料中抽取。按规定的试验步骤对每个混炼胶的硫化试片进行应力-应变性能试验。

9.2.2 按 GB/T 528 规定,进行了定伸应力(300%定伸应力)、拉伸强度和伸长率的测定,取五次单独试验的中值作为试验结果。17 个实验室都采用了哑铃试片测试,其中五个实验室同时采用了环型试样进行测试。因此计算的精密度的 2 型精密度。重复性和再现性的时间周期以天计。

9.3 精密度结果

9.3.1 哑铃型试片的精密度结果见表 3-38,环型试片精密度结果见表 3-39。在表 3-38 和表 3-39 中使用的符号定义如下:

r : 重复性,用测量单位表示。这是一个数值,在指定的概率下,实验室内两个试验结果绝对差应低于该值。

(r): 相对重复性,用百分比表示。

两个试验结果的相对重复性是在相同的试验条件下(同一实验室,同一操作者和同一仪器),在规定的时间内,采用同一实验方法和相同试验材料所得到的。除非另有说明,概率为 95%。

R : 再现性,用测量单位表示。这是一个数值,在指定的概率下,实验室间的两个试验结果的差的绝对值应低于该值。

(R): 相对再现性,用百分比表示。

两个试验结果的相对再现性是在不同的试验条件下(不同的实验室,不同的操作者和不同的仪器),在规定的时间内,采用同一试验方法和相同的试验材料得到的。除非另有说明,概率为 95%。

表 3-38 哑铃型试片的 2 型精密度

配方	平均值	实验室内		实验室间	
		r	(r)	R	(R)
1) 300% 定伸应力, MPa					
配方 1	10.9	1.37	12.6	2.61	23.8
配方 2	13.0	1.66	12.8	2.90	22.3
2) 拉伸强度, MPa					
配方 1	16.5	1.23	7.47	3.13	18.9
配方 2	17.7	1.82	10.3	3.93	22.3
3) 扯断伸长率, %					
配方 1	367	35.1	9.55	76.6	20.8
配方 2	424	57.8	13.6	127	29.9

表 3-39 环型试片的 2 型精密度

配方	平均值	实验室内		室实验室间	
		r	(r)	R	(R)
1) 300% 定伸应力, MPa					
配方 1	10.3	0.82	7.98	4.13	40.2
配方 2	11.9	0.82	6.93	4.73	39.7
2) 拉伸强度, MPa					
配方 1	14.4	0.98	6.81	3.03	21.1
配方 2	15.8	1.40	8.88	4.36	27.6
3) 扯断伸长率, %					
配方 1	362	62.1	17.2	62.1	17.2
配方 2	433	51.7	11.9	51.7	11.9

9.3.2 这些精密度结果仅适用于本标准的开炼机混炼方法（5.2.2.3.1 方法 C1）。

10 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 使用的标准试验配方；
- d) 使用的参比材料；
- e) 挥发分测定选用的方法（辊筒法或烘箱法）；
- f) 选用 5.2.2 条中哪种混炼方法；
- g) 选用第 8 章所规定哪种流化温度和时间；
- h) 测定过程中观察到的任何异常现象；
- i) 本标准或引用标准中未包括的任何自选操作；

- j) 试验结果和表述方法;
- k) 试验日期。

附 录 A

(提示的附录)

精密度结果使用指南

- A1 使用精密度结果的一般方法是： $|X_1 - X_2|$ 表示任意两个测量值差的绝对值。
- A2 将考查的任何试验参数项的测定平均值，引入相应的精密度表，置它于表列“试验”平均值的最接近处，它所在的行就会给出用于过程判定的 r 、 (r) 或 R 、 (R) 。
- A3 用 r 和 (r) ，可对下述试验结果重复性作出判定。
- A3.1 对于绝对差：在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样测得的两个试验平均值差的绝对值 $|X_1 - X_2|$ ，超过表列重复性 r ，平均在 20 次中不会多于一次。
- A3.2 对于相对差（百分比差）：在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样测得的两个试验平均值差的绝对值的相对差 $\{|X_1 - X_2| / [(X_1 + X_2) / 2]\} \times 100$ 超过表列重复性 (r) ，平均在 20 次中不会多于一次。
- A4 用 R 和 (R) 值可对下述试验结果的再现性作出判定。
- A4.1 对于绝对差：在两个实验室中，在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样各自测得的两个试验平均值之差的绝对值 $|X_1 - X_2|$ ，超过表列的重复性 R ，平均在 20 次中不会多于一次。
- A4.2 对于相对差（百分比差）：在两个实验室中，在正常和正确的试验操作步骤下，对同一试样各自测得的两个试验平均值差的绝对差的相对差 $\{|X_1 - X_2| / [(X_1 + X_2) / 2]\} \times 100$ ，超过表列的重复性 (R) ，平均在 20 次中不会多于一次。

九、丁苯橡胶 SBR 1502

Rubber, styrene – butadiene SBR 1502

GB 12824—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了丁苯橡胶 SBR 1502（以下简称“SBR 1502”）的技术要求，试验方法，

检验规则以及包装、标志、储存、运输等要求。

本标准适用于以丁二烯和苯乙烯为单体，以松香酸钾皂和脂肪酸皂相混合为乳化剂，采用低温乳液聚合，添加非污染型防老剂而制得的 SBR 1502。

2 引用标准

- GB 1232 橡胶粘度的测定（用门尼粘度计）
- GB 6734 成包合成生胶——取样
- GB 6735 合成橡胶试样制备
- GB 6736 合成生胶总灰分含量的测定
- GB 6737 合成生胶挥发分含量的测定
- GB 8656 乳液聚合型丁苯橡胶（SBR）试验配方和硫化特性评价
- GB 8657 丁苯生胶中皂和有机酸含量的测定
- GB 8658 丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

3 技术要求和试验方法

SBR 1502 为非污染型浅色块状胶，不含有焦化颗粒、泥沙及机械杂质等，其技术指标和试验方法列于表 3 - 40。

表 3 - 40 SBR 1502 技术指标和试验方法

项 目	单位	指 标			
		优级品	一级品	合格品	试验方法
挥发分	%	≤0.75	≤1.00	≤1.30	GB 6737—86 A 法
总灰分		≤0.75	≤1.00	≤1.50	GB 6736—88
有机酸		4.50 ~ 6.75	4.50 ~ 7.00	4.50 ~ 7.00	GB 8657—88
皂		≤0.50	≤0.50	≤0.50	GB 8657—88
结合苯乙烯		22.5 ~ 24.5	22.5 ~ 24.5	22.5 ~ 24.5	GB 8658—88
生胶门尼粘度 ML ₁₊₄ ^{100℃}		45 ~ 55	44 ~ 56	43 ~ 57	GB 1232—82
混炼胶门尼粘度 ML ₁₊₄ ^{100℃}		≤90	≤90	≤90	
25min 300%定伸应力 145℃×35min (145℃×50min)	MPa	11.3 ~ 15.8 14.1 ~ 18.6 14.9 ~ 19.4	10.8 ~ 16.3 13.6 ~ 19.1 14.4 ~ 19.9	13.0 ~ 19.5	GB 8656—88
拉伸强度 (145℃×35min)		≥23.7	≥22.5	≥22.5	
扯断伸长率 (145℃×35min)	%	≥415	≥400	≥400	

注：由表 3 - 40 列出的硫化胶应力应变性能各项指标是以 ASTM IRB No. 6 炭黑为依据，仲裁检验时必须采用 IRB No. 6 炭黑。出厂检验时也可用国内标准参比炭黑 SRB 1 号。附录 A 提供了 ASTM IRB No. 6 和 SRB 1 号差值的参考值。

4 检验规则

- 4.1 生产厂按本标准对出厂的 SBR 1502 进行检验，保证所出厂的产品符合本标准的要求。每批产品应附有一定格式的质量证明书。
- 4.2 用户有权对所收到的 SBR 1502 按本标准进行验收，如不符合本标准要求时，必须在到货后两个月内提出异议。供需双方如发生质量争议，可协商解决或由质量仲裁单位按本标准进行仲裁检验。如发生重量争议，可在整批胶中随机抽取 40 个胶包，称取总净重，其总净重与额定总重量之差小于额定总重量的 0.5%。
- 4.3 抽样规则按 GB 6 734 进行。
- 4.4 出厂检验时，从样本中取出份样，从每一份样中取出等量的胶样经混合后按 GB 6735 进行样品制备。
- 4.5 将制备后样品进行全项检验，检验结果中任何一项不符合相应的等级要求时，则该批产品应降级或定为不合格品。
- 4.6 仲裁检验时，对组成样本的每个胶包的挥发分和门尼粘度分别进行检验，其他项目按检验规则 4.3~4.5 进行，挥发分和门尼粘度按表 3-41 规定进行批合格与否的判定。

表 3-41 挥发分和门尼粘度批合格判定数

胶包总数 N	样本数 n	合格判定数 A_c
小于 40	4	0
40 ~ 100	7	1
100 以上	10	2

当样本 n 中不合格品数大于批的合格判定数 A_c 时，则该批产品为不合格；反之为合格。

5 包装、标志、储存和运输

- 5.1 SBR 1502 用复合袋或聚丙烯编织袋包装，均内衬有产品牌号或特殊标记的聚乙烯薄膜，每包橡胶净重为 $25 \pm 0.25\text{kg}$ 或 $35 \pm 0.5\text{kg}$ 。
- 5.2 每个包装袋正面应清楚地标明产品名称、牌号、净重、生产厂（公司）名称、注册商标、标准编号等。在包装袋背面或袋口的标签上印有制造日期或生产批号等。
- 5.3 SBR 1502 存放时，应成垛成行堆放整齐，并保持一定行距，堆放高度不大于 10 块胶。应存放在常温、通风、清洁、干燥的仓库中，严禁露天堆放和日光直接照射。
- 5.4 SBR 1502 在运输过程中，运输车辆应整洁，防止日光直接照射和雨水浸泡，避免包装破损或杂物混入。
- 5.5 SBR 1502 质量保证期自生产日期起为一年。

附 录 A

ASTM IRB No. 6 炭黑与国产标准参比炭黑
SRB 1 号的硫化胶应力、应变性能试验结果的差值
(参考件)

表 A1

项 目	硫化时间，min	单 位	差 值
300%定伸应力	25	MPa	- 5.0
	35		- 4.8
	50		- 4.7
拉伸强度	35		- 1.1
扯断伸长率	35	%	81

注：①此差值只适用于 GB 8656—88《乳液聚合型丁苯橡胶试验配方和硫化特性评价》试验方法的炭黑补正。

②IRB No. 6 的测定值等于 SRB 1 号测定值加差值。

十、橡胶中结合苯乙烯含量的测定
分光光度法

Rubber—Determination of bound
styrene content—Spectrophotometric method

GB/T 13646—92

本标准参照采用国际标准 ISO 5478—1980《橡胶——苯乙烯含量测定——硝化法》。

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了包括充油型在内的各种类型丁苯橡胶（SBR）中结合苯乙烯含量的测定方法。

1.2 本标准适用于乳聚、溶聚丁苯橡胶、高苯乙烯丁苯橡胶和苯乙烯嵌段共聚物及其硫化胶中结合苯乙烯含量的测定。

1.3 本标准也适用于丁苯橡胶与其他橡胶（NR、BR 和 IR）的共混硫化胶。

- 1.4 在规定光谱区内有吸收的任何其他不可抽提的芳香族物质会干扰测定。
- 1.5 当胶料中不溶于硝酸的无机填料超过 5% 时, 应采用附录 A “吸收系数校正法” 进行测定。

2 引用标准

- GB 3516 硫化橡胶中溶剂抽出物的测定
- GB 6734 成包合成生胶取样
- GB 6735 合成橡胶试样制备
- GB 8658 丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定 (折光指数法)

3 原理

抽提试样经硝酸处理后, 使苯乙烯结构单元转化成对 - 硝基苯甲酸、再经乙醚和氢氧化钠溶液萃取提纯后, 用分光光度计在紫外光谱区测定结合苯乙烯含量。

4 试剂和材料

分析中应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

- 4.1 硝酸 (GB 626)。
- 4.2 乙醚 (HG 3—1002)。
- 4.3 无水硫酸钠 (HG 3—908)。
- 4.4 丙酮 (GB 686)。
- 4.5 三氯甲烷 (GB 682)。
- 4.6 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 5\text{mol/L}$ 。
溶解 200g 氢氧化钠于水中, 稀释至 1000mL。
- 4.7 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 。
溶解 4g 氢氧化钠于水中, 稀释至 1 000mL。
- 4.8 氯化钠饱和溶液。
- 4.9 丙酮: 三氯甲烷 = 68:32 (V/V)。
- 4.10 磁沸石屑。

5 仪器、设备

- 5.1 锥形磨口烧瓶 100mL 或 125mL, 可与球形冷凝管相接。
- 5.2 球形冷凝管: 有内插磨口接口与锥形烧瓶 (5.1) 相接。
- 5.3 分液漏斗: 500mL。
- 5.4 分光光度计: 备有 10mm 的石英比色池, 能精确地测定 260nm 至 290nm 范围内的吸光度。
- 5.5 沙浴或加热板。
- 5.6 快速抽提装置: 见 GB 3516。

6 试样的制备

6.1 按 GB 6734《成包合成生胶取样》、GB 6735《合成橡胶试样制备》的规定或直接从混炼胶、硫化胶试片和橡胶成品中割取所需样品。

6.2 将取出胶样剪碎，对生胶样品用丙酮、对硫化胶样品用丙酮、三氯甲烷混合试剂(4.9)，在快速抽提装置中抽提 6~8h，混炼胶应硫化后抽提。抽提后的试样在 $100 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥至恒重。

7 分析步骤

操作中使用乙醚时，周围应严禁明火，以免引起爆炸。

7.1 称取烘干的胶样，精确至 0.0001g，为保证待测试液的吸光度值介于 0.3~0.8 之间，应使试样质量（以克计）乘以估计的结合苯乙烯百分含量等于 4.5。若结合苯乙烯含量完全未知，则称取试样量为：生胶 0.4g，硫化胶 1.0g。

7.2 将称重后的试样放入锥形烧瓶中。加入 20mL 硝酸，再加几块磁沸石屑。将锥形烧瓶置于冷的加热板或沙浴上，与球形冷凝管连接，加热使硝酸连续沸腾 16~18h，停止加热，结束反应，待锥形烧瓶冷却后，用 10~20mL 水冲洗冷凝管内壁和磨口接口。

7.3 将反应液移至 400mL 烧杯中，用氢氧化钠溶液（4.6）调节溶液 pH 值大于 1 后，再滴加硝酸至溶液的 pH 值为 1。

7.4 溶液冷至室温后移至分液漏斗 A 中，加入 50mL 乙醚萃取，其水层放入原 400mL 烧杯中，乙醚层用 25mL 氯化钠饱和溶液萃取。萃取后水层并入原 400mL 烧杯中，乙醚层倒入盛有 5g 无水硫酸钠的 250mL 烧杯中，干燥后移至 500mL 分液漏斗 B 中。

7.5 重复 7.4 操作三次，每次乙醚萃取液使用同一硫酸钠干燥。

7.6 在分液漏斗 B 中加入 50mL 氢氧化钠溶液（4.7），萃取，氢氧化钠溶液层放入 250mL 容量瓶中，重复氢氧化钠溶液（4.7）萃取三次。

7.7 四次氢氧化钠萃取液合并并在 250mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液（4.7）稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 10mL 溶液至另一个 250mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液（4.7）稀释至刻度，摇匀，即成试液。

7.8 以氢氧化钠溶液（4.7）为参比液，用分光光度计测定试液在 265nm、274nm 和 285nm 处的吸光度。

7.9 若要求更准确的分析结果，可按附录 A“吸收系数校正法”进行测定。

8 分析结果的表述

8.1 试样中结合苯乙烯含量以质量百分数表示，由下式计算：

$$\frac{\omega_1 + \omega_2 + \omega_3}{3} \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega_1 = \frac{A_{265} \times 3.83}{2.5\rho} - 0.57 \dots\dots\dots (2)$$

$$\omega_2 = \frac{A_{274} \times 3.61}{2.5\rho} - 0.45 \dots\dots\dots (3)$$

$$\omega_3 = \frac{A_{285} \times 4.01}{2.5\rho} - 0.43 \dots\dots\dots (4)$$

式中： A ——试液在指定波长的吸光度；

ρ ——按 7.7 稀释时，试液中试样的浓度，g/L；

$\omega_1, \omega_2, \omega_3$ ——分别为不同波长下的试样中结合苯乙烯含量，% (m/m)。

8.2 二次平行试验的结果允许差不大于 0.6%。

附 录 A

吸收系数校正法

(补充件)

A1 吸收系数校正法内容与适用范围

本补充件规定了用吸收系数校正法测定橡胶中结合苯乙烯含量的方法。本方法适用于准确测定未知生胶和硫化胶中结合苯乙烯含量。

A2 校正样品的选取或制备

A2.1 按标准正文规定的方法预测未知样品结合苯乙烯含量，对硫化胶应借助其他方法同时求出其并用比和填料的大致组成。

A2.2 根据预测结果，直接选取或制备结合苯乙烯含量和胶料组成与未知样大致相同的校正样品。

A3 校正样品吸收系数的测定

A3.1 按 6.1~7.8 方法制备和测定校正样试液在波长 265nm、274nm 和 285nm 处的吸光度。

A3.2 校正样品在 265nm、274nm 和 285nm 处的吸收系数 (K_1 、 K_2 和 K_3)，由式 A1 计算：

$$K = \frac{\frac{A}{\rho} - K' (1 - X)}{X} \dots\dots\dots (A1)$$

式中： K ——校正样在指定波长的吸收系数；

A ——校正样试液在指定波长的吸光度；

ρ ——校正样试液中试样的浓度，g/L；

K' ——聚丁二烯硝化产物的吸收系数 (265nm 时为 0.373，274nm 时为 0.310，285nm 时为 0.265)；

X ——校正样品中结合苯乙烯的分数。

A4 分析结果的表述

未知样中结合苯乙烯含量以质量百分数表示，由式 A2 计算：

$$\frac{\omega_1 + \omega_2 + \omega_3}{3} \dots\dots\dots (A2)$$

$$\omega_1 = (100A_{265}/\rho - 37.3) / (K_1 - 0.373) \dots\dots\dots (A3)$$

$$\omega_2 = (100A_{274}/\rho - 31.0) / (K_2 - 0.310) \dots\dots\dots (A4)$$

$$\omega_3 = (100A_{285}/\rho - 26.5) / (K_3 - 0.265) \dots\dots\dots (A5)$$

式中： A ——未知试液在指定波长的吸光度；

ρ ——未知样试液中试样的浓度，g/L；

K_1 、 K_2 和 K_3 ——按 A3.2 确定的吸收系数。

十一、丁苯橡胶 (SBR) 1712

SH/T 1626—1996

1 范围

本标准规定了丁苯橡胶 (SBR) 1712 (以下简称 SBR1712) 的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、储存、运输等要求。

本标准适用于以丁二烯和苯乙烯为主要原料，以松香酸钾皂和脂肪酸皂为乳化剂，采用低温乳液聚合法并填充高芳烃油而制得的 SBR1712。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1232—92 未硫化橡胶门尼粘度的测定 (neq ISO 289:1985)

GB 6734—86 成包合成生胶取样 (neq ISO 1795:1974)

GB 6735—86 合成橡胶试样制备 (eqv ISO 1796:1982)

GB/T 6736—86 合成生胶总灰分含量的测定 (eqv ISO 247:1978)

GB/T 6737—86 合成生胶挥发分含量的测定 (eqv ISO 248:1979)

GB/T 8656—93 乳液聚合型丁苯橡胶 (SBR) 试验配方和硫化特性评价 (neq ISO 2322:1985)

GB/T 8657—92 丁苯生胶皂和有机酸含量的测定 (neq ISO 7781:1986)

GB/T 8658—88 丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定 折光指数法（ neq ISO 2453：1975 ）

3 技术要求和试验方法

3.1 SBR1712 为污染型块状胶，不含有焦化颗粒、泥沙、机械杂质等。

3.2 SBRI712 的技术指标和试验方法列于表 3－42。

表 3－42 SBR1712 技术指标和试验方法

项目		指标			试验方法
		优等品	一等品	合格品	
挥发分 ,%（ m/m ）		≤0.75	≤1.00	≤1.30	GB/T 6737（ B 法 ）
总灰分 ,%（ m/m ）		≤1.00	≤1.50	≤1.50	GB/T 6736（ A 法 ）
有机酸 ,%（ m/m ）		3.90 ~ 5.70	3.90 ~ 5.70	3.90 ~ 6.50	GB/T 8657（ A 法 ）
皂 ,%（ m/m ）		≤0.50	≤0.50	≤0.50	GB/T 8657（ A 法 ）
结合苯乙烯 ,%（ m/m ）		22.5 ~ 24.5	22.5 ~ 24.5	22.5 ~ 24.5	GB/T 8658
油含量 ,%（ m/m ）		25.3 ~ 29.3	24.3 ~ 30.3	24.3 ~ 30.3	附录 A
生胶门尼粘度，ML（1 + 4）100℃		46 ~ 56	45 ~ 57	44 ~ 58	GB/T 1232
混炼胶门尼粘度，ML（1 + 4）100℃		≤70	≤70	≤70	GB/T 1232
拉伸强度 35min，MPa		≥20.6	≥19.6	≥19.6	附录 B
		≥18.3	≥17.3	≥17.3	GB/T 8656
扯断伸长率 35min，%		≥570	≥570	≥570	附录 B
		≥420	≥420	≥420	GB/T 8656
300%定伸应力， MPa	25min	5.0 ~ 8.0	4.5 ~ 8.5		附录 B
		7.0 ~ 11.0	6.5 ~ 11.5		GB/5 8656
	35min	7.4 ~ 10.4	6.9 ~ 10.9	6.4 ~ 11.4	附录 B
		9.6 ~ 13.6	9.1 ~ 14.1	8.6 ~ 14.6	GB/T 8656
	50min	8.8 ~ 11.8	8.3 ~ 12.3		附录 B
		10.5 ~ 14.5	10.0 ~ 15.0		GB/T 8656
注：硫化胶应力应变性能各项指标是以 ASTM IRB No. 6 炭黑为依据，仲裁检验时必须采用 ASTM IRB No. 6 炭黑，出厂检验时也可用国内标准参比炭黑 SRB1 号。表 C1 提供了 ASTM IRB No. 6 和 SRB1 号差值的参考值。					

4 检验规则

4.1 生产厂可选定本标准中的任一试验方法对出厂的 SBR1712 进行检验，保证所出厂

的产品符合本标准的技术要求。每批产品应附有一定格式的质量证明书。

4.2 用户应采用与生产厂对应的试验方法及指标对所收到的 SBR1712 按本标准进行验收, 如不符合本标准要求时, 必须在到货后两个月内提出异议。供需双方如发生质量争议, 可协商解决或由质量仲裁单位按本标准进行仲裁检验。如发生重量争议, 可在整批胶中随机抽取 40 个胶包, 称取总净重, 其总净重与额定总重量之差应小于额定总重量的 0.5%。

4.3 抽样规则按 GB 6734 进行。

4.4 出厂检验时, 从样本中取出份样, 从每一份样中取出等量的胶样经混合后按 GB 6735 进行样品制备。

4.5 将制备后的样品进行全项检验, 检验结果中任何一项不符合相应的等级要求时, 则该批产品应降级或定为不合格品。

4.6 仲裁检验时, 对组成样本的每个胶包的挥发分和门尼粘度分别进行检验, 其他项目按检验规则 4.3~4.5 进行, 挥发分和门尼粘度按表 3-43 规定进行批合格与否的判定。

表 3-43 挥发分和门尼粘度批合格判定数

胶包总数 N	样本数 n	合格判定数 A_c
小于 40	4	0
40 ~ 100	7	1
100 以上	10	2

当样本 n 中不合格品数大于批的合格判定数 A_c 时, 则该批产品为不合格; 反之合格。

5 包装、标志、储存和运输

5.1 SBR1712 用复合袋或聚丙烯编织袋包装, 均内衬有产品牌号或特殊标记的聚乙烯薄膜, 每包橡胶净重为 (35 ± 0.5) kg 或 (25 ± 0.5) kg。

5.2 每个包装袋正面应清楚地标明产品名称、牌号、净重、生产厂(公司)名称、注册商标、标准编号等。应在包装袋背面或袋口的标签上印有制造日期或生产批号等。

5.3 SBR1712 存放时, 应成垛成行堆放整齐, 并保持一定行距, 堆放高度不大于 10 块胶, 应存放在常温、通风、清洁、干燥的仓库中, 严禁露天堆放和日光直接照射。

5.4 SBR1712 在运输过程中, 应采取措施, 保持整洁, 防止日光直接照射和雨水浸泡, 避免包装破损或杂物混入。

5.5 SBR1712 质量保证期自生产日期起为二年。

附 录 A

(标准的附录)

SBR1712 中油含量的测定

A1 范围

本标准规定了 SBR1712 中油含量的测定方法。

本标准仅适用于 SBR1712 中油含量的测定，对其他类型橡胶的适用性尚需加以验证。

A2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH/T 1539—93 合成橡胶——溶剂抽出物的测定

ASTM D1416—89 合成橡胶化学分析的标准方法 油方法 A

A3 方法提要

先按照 SH/T 1539—93 求得溶剂抽出物之后，再减去有机酸、皂、防老剂含量（按生产工艺实际加入量计）即可得到油含量。

A4 试剂

按 SH/T 1539 第 5 条的规定。

A5 仪器

按 SH/T 1539 第 6 条的规定。

A6 试样制备

按 SH/T 1539 第 7 条的规定。

A7 分析步骤

按 SH/T 1539 第 8 条的规定。

A8 分析结果的表述

以质量百分数表示的油含量 X 按式 (1) 计算：

$$X = W - (B + C + D) \dots\dots\dots (1)$$

式中： X ——油，%；

W ——总抽出物，%；

B——有机酸, % ;

C——皂, % ;

D——防老剂, %。

试验结果精确至两位小数。

A9 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 0.16 %

A10 试验报告内容

- a) 本方法参照标准 ;
- b) 本分析过程中注意到的异常现象 ;
- c) 分析结果的表示方法 ;
- d) 分析日期。

附 录 B

(标准的附录)

SBR1712 试验配方和硫化特性评价 密炼机法

B1 范围

本标准规定了评价 SBR1712 产品硫化特性所使用的标准试验配方、设备和密炼机操作程序。

本标准仅适用于 SBR1712 产品的评价。

本标准对于其他类型丁苯橡胶的适用性, 尚需实验验证。

B2 引用标准

下列标准所包含条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—92 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定 (neq ISO/DIS 37:1990)

GB 6038—93 橡胶试验胶料的配合、混炼硫化设备和操作程序 (neq ISO 2393 : 1973)

GB 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间 (eqv ISO 471 : 1983)

B3 设备、仪器

B3.1 采用 GB 6038 中规定的密炼机。

B3.2 采用 GB 6038 中规定的标准试验开炼机。

B4 标准试验配方

试验配方及试料规格应符合表 B1 要求。

表 B1 标准试验配方及试料规格

试料名称	规格	质量份 (以克计)	批量份 (以克计)
SBR1712		137.5	687.5
硫磺	GB/T 2449 一级品	1.75	8.75
硬脂酸	GB 9103	1.00	5.00
炭黑	ASTM IRB No. 6	68.75	343.75
氧化锌	GB/T 3185 一级品	3.00	15.00
TBBS	一级品	1.38	6.90
合计		213.38	1 066.90
注			
1 配方称量精度为：橡胶和炭黑为 0.5g，促进剂和硫磺为 0.01g，除此之外的配合剂为 0.05g，以此精度称量。			
2 炭黑的干燥及 TBBS 规格同 GB/T8656 规定			

B5 操作程序

B5.1 将密炼机混炼温度保持在 $40 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，提起上顶栓，将已剪好 5cm^3 以下的胶块装入混炼室放下上顶栓，并开始计时。

B5.2 塑炼橡胶，持续时间 1min。

B5.3 提起上顶栓，加入预先混合好的氧化锌，炭黑和硬脂酸，小心避免损失。清扫进料口，并放下上顶栓，混炼，持续时间 4min。

B5.4 提起上顶栓，移动混炼室，卸下胶料，并在室温下冷却 25min 后进行下列操作。

B5.5 将开炼机辊温加热至 $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，调节辊距为 1.9mm，将胶料从前辊加进去使其包前辊，每 30s 交替从两边各做 3/4 割刀二次。持续时间 3min。

B5.6 以恒定速度均匀地加入硫磺和促进剂，3min 后交替从两边做 3/4 割刀三次，持续时间 4min。

B5.7 将胶料下片，调节辊距为 0.8mm，然后在炼胶机上将混炼胶打卷纵向薄通 6 次。

B5.8 调节辊距为 3mm，将混炼胶纵向通过炼胶机，压成薄板状下片。

B5.9 将胶料校重，胶料质量与所用原材料总质量之差应在 $0.5\% \sim -1.5\%$ 之间，超出该范围，则胶料报废。

B5.10 从薄板状胶料上剪一块作混炼胶门尼粘度测定用，将剩下的胶料在室温下停放 2h 以上。

B5.11 将开炼机辊温调节至 $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，辊距为 0.8mm，将混炼胶打卷纵向薄通 6 次。

B5.12 调节辊距为 1.5mm，使混炼胶包前辊压炼，从两边分别做 3/4 割刀三次，持续时间 5min。调节辊距，使混炼胶收缩后的胶片厚度为 2.2mm 左右，割刀下片。

B5.13 将下片后的胶料在室温下放置 1—6h。

B6 硫化特性评价

用硫化胶拉伸应力－应变性能进行评价。

B6.1 试片于 $145 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 硫化，硫化时间分别为 25min，35min，50min（从硫化模具中取出的硫化试片立即放入冷水中冷却 10min 后，取出擦干）。

B6.2 试片测定前按 GB/T 2941 的规定进行停放。

B6.3 拉伸应力－应变性能测定按 GB/T 528 进行，试样裁取采用 GB/T 528 规定的 I 型裁刀。

B7 平行测定的两个结果之差

300%定伸应力不大于 1.75MPa，拉伸强度不大于 2.35MPa，扯断伸长率不大于 68%。

附 录 C

（提示的附录）

ASTM IRB No. 6 炭黑与国产标准参比炭黑 SRB1 号的硫化胶应力、
应变性能试验结果的差值

表 C1 ASTM IRB No. 6 炭黑与国产标准参比炭黑 SRB1 号的硫化胶应力、
应变性能试验结果的差值

项 目		差值
300%定伸应力，MPa	25min	- 3.3
	35min	- 3.2
	50min	- 3.5
拉伸强度，MPa	35min	- 1.7
扯断伸长度，%	35min	+ 80
注		
1 此差值只适用于 GB/T 8656—93《乳液聚合型丁苯橡胶试验配方和硫化特性评价》试验方法的修正。		
2 ASTM IRB No. 6 的测定值等于 SRB1 号测定值加差值		

第四章 天然胶乳技术标准

第一节 浓缩天然胶乳——硫化胶乳

Natural rubber latex concentrate—
Prevulcanized rubber latex

GB/T 14797.1—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了通用型硫化胶乳的规格。

本标准适用于巴西橡胶树的高氨型浓缩天然胶乳制造的硫化胶乳，但不适用于配合胶乳，合成胶乳和其他特种胶乳。

2 引用标准

- GB 8289 天然浓缩胶乳 氨保存离心胶乳的规格
- GB 8290 天然浓缩胶乳 取样
- GB 8298 天然浓缩胶乳 总固态含量的测定
- GB 8300 天然浓缩胶乳 碱度的测定
- GB 8301 天然浓缩胶乳 机械稳定度的测定
- GB/T 14797.2 浓缩天然胶乳 硫化胶乳 粘度的测定
- GB/T 14797.3 浓缩天然胶乳 硫化胶乳 溶胀度的测定

3 技术要求

- 3.1 硫化胶乳中除了必不可少的硫化剂和硫化助剂外，不应加有填充剂。
- 3.2 硫化胶乳应全部符合表 4-1 中所列质量要求。

第二节 浓缩天然胶乳——硫化胶乳——粘度的测定

Natural rubber latex concentrate— Prevulcanized rubber latex— Determination of viscosity

GB/T 14797.2—93

本标准参照采用 ISO 1652—1985《胶乳—粘度的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫化天然胶乳粘度的测定方法。

本标准适用于用浓缩天然胶乳制备的硫化胶乳。

本标准也适用于天然胶乳粘度的测定。

2 引用标准

GB 8290 天然浓缩胶乳 取样

GB 8292 天然浓缩胶乳 总固体含量的测定

3 试验原理

3.1 浸入胶乳中至规定深度的转子在同步电机的带动下，用恒定的低转速和强转矩旋转时，胶乳对转子的阻力会产生一力矩，当转子的力矩与机内游丝两者达到平衡时，由指针指示的游丝扭角的大小关系如下：

$$Q = k \cdot w \cdot \eta$$

由上式得 $\eta = \frac{1}{k} \cdot \frac{1}{w} \cdot Q$

式中：Q——游丝扭角；

k——计算常数，它与游丝刚性系数、转子的半径和长度有关；

w——角速度；

η ——粘度。

由得到的游丝扭角和角速度计算物体粘度。

4 仪器

4.1 粘度计

粘度计由特制的同步电机通过齿轮和联轴带动转子转动，通过改变齿轮调节到所需的转速。粘度计配有不同的转子，转子的尺寸见表 4-2。选择不同的转子和转速，可以得到不同的测量范围。粘度计的型号国内有 NDJ-1 型，国外有 LVT 型或 LVF 型，供参考选用。

表 4-2 转子尺寸 mm

转子号数	<i>A</i> ± 1.3	<i>B</i> ± 0.03	<i>C</i> ± 0.03	<i>D</i> ± 0.06	<i>E</i> ± 1.3	<i>F</i> ± 0.15
1	115.1	3.18	18.84	65.10	—	81.0
2	115.1	3.18	18.72	6.86	25.4	50.0
3	115.1	3.18	12.70	1.65	25.4	50.0

选择粘度计的转速为 60r/min。
应使用能测出粘度的最小号转子。
转子应按图 4-1 精密加工。

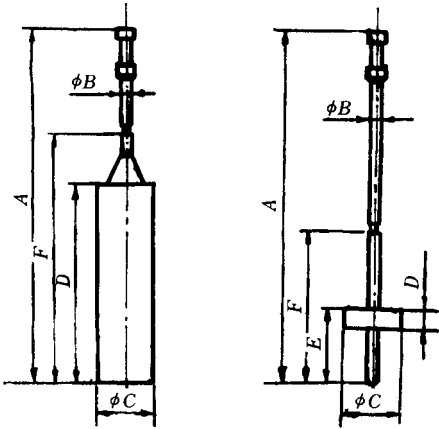


图 4-1

- 4.2 烧杯：内径大于 85mm，容量 600mL。
- 4.3 水浴恒温：能使试样在 $35 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下进行测定。
- 5 试样制备
 - 5.1 取样 按 GB 8290 规定的方法取样。
 - 5.2 按 GB 8292 规定的方法测定试样的总固体含量。
 - 5.3 用蒸馏水稀释制备总固体含量 $55 \pm 0.5\%$ 的试样 600g 以上，并将此试样轻轻搅拌 5min，小心避免混入空气。
- 6 操作步骤
 - 6.1 调整粘度计机壳上的气泡水准，使电动机转轴上的转子垂直地面，安上 U 型条形

钢保护装置，连接上选好的转子，设置转速 60r/min。

6.2 将已制好的试样用公称孔径约为 500 μ m 不锈钢筛网过滤到 600mL 的烧杯内，并小心避免带入空气，若有气泡则须静置加以除去。把烧杯放入水中恒温，并不时轻轻搅拌使温度均匀，并用温度计测其温度至 35 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C，记录精确温度。

6.3 将防护装置及转子小心插入试样中（整个过程防止夹带入气泡），直到胶乳表面浸没转子上凹槽记号的中间刻线处，调整使转子垂直置于烧杯中部。若胶乳表面有结皮，应先用药匙除去。

6.4 按粘度计操作说明书开动粘度计的电动机，经 20~30s 平衡后读取仪器指示所指的刻度。

7 检验结果的表示

使用表 4-3 中所列相应的转子因子乘以所读的刻度数来计算胶乳的粘度，单位 mPa·s。

表 4-3 粘度计的转子因子

转 子 号 数	因 子
1	1
2	5
3	20

8 检验报告

检验报告内容应包括下列各项：

- (1) 使用仪器的型号；
- (2) 使用转子号数；
- (3) 测定时转子的转速；
- (4) 测定试样的总固体含量；
- (5) 测定时胶乳的确切温度；
- (6) 测定结果。

附 录 A

甘油水溶液的相对密度和绝对粘度
(补充件)

相 对 密 度 (25/25 $^{\circ}$ C)	甘 油 % (m / m)	粘度, mPa·s		
		20 $^{\circ}$ C	25 $^{\circ}$ C	30 $^{\circ}$ C
1.165 60	64.00	14.42	11.57	9.386

续表

相对密度 (25/25℃)	甘 油 % (m/m)	粘度, mPa·s		
		20℃	25℃	30℃
1.168 35	65.00	15.54	12.36	10.02
1.171 10	66.00	16.73	13.22	10.68
1.173 85	67.00	17.96	14.18	11.45
1.176 60	68.00	19.40	15.33	12.33
1.179 35	69.00	21.07	16.62	13.27
1.182 10	70.00	22.94	17.96	14.32
1.184 80	71.00	25.17	19.53	15.56
1.187 55	72.00	27.56	21.29	16.88
1.190 25	73.00	30.21	23.28	18.34
1.192 95	74.00	33.04	25.46	19.93
1.195 65	75.00	36.46	27.73	21.68
1.198 40	76.00	40.19	30.56	23.60
1.201 10	77.00	44.53	33.58	25.90
1.203 80	78.00	49.57	37.18	28.68
1.206 55	79.00	55.47	41.16	31.62
1.209 25	80.00	62.0	45.86	34.92
1.211 90	81.00	69.3	51.02	38.56
1.214 55	82.00	77.9	56.90	42.92
1.217 20	83.00	87.9	64.2	47.90
1.219 90	84.00	99.6	72.2	53.63
1.222 55	85.00	112.9	81.5	60.05
1.225 20	86.00	129.6	92.6	68.1
1.227 90	87.00	150.4	106.1	77.5
1.230 55	88.00	174.5	122.6	88.8
1.233 20	89.00	201.4	141.8	101.1

附 录 B
粘度计校正方法
(参考件)

购进分析纯甘油，用双蒸馏水稀释至 82% (m/m) 和 70% (m/m) 的溶液，甘油水溶液 600g，置于 25℃ 恒温，用液体相对密度天平测其相对密度。并用附录 B 的数据作相对密度—甘油含量曲线图和甘油含量—粘度曲线图。然后从相对密度—甘油含量曲线图中查出准确甘油含量，再从甘油含量—粘度曲线图中查到绝对粘度。

第三节 天然浓缩胶乳氨保存离心胶乳的规格

Natural rubber latex concentrate—Centrifuged ammonia preserved type—Specification

UDC 678.031

GB 8289—87

1 应用范围

本标准参照采用国际标准 ISO 2004—1979《氨保存离心或膏化天然胶乳—规格》。

本标准列出了全部用氨保存或部分用氨保存的离心法浓缩天然胶乳的规格，但不适用于巴西橡胶树以外的天然胶乳，也不适用于配合胶乳和硫化胶乳。

本标准包括下列二类离心天然胶乳的规格：

高氨天然胶乳，只用氨保存或先用甲醛再用氨保存的离心胶乳，碱度（按胶乳计）至少应为 0.60%（ m/m ）。

低氨天然胶乳，氨与其他保存剂合用保存的离心胶乳，碱度（按胶乳计）不超过 0.29%（ m/m ）。

2 引用标准

- | | | |
|------------|---------|-------------|
| GB 8290—87 | 《天然浓缩胶乳 | 取样》。 |
| GB 8301—87 | 《天然浓缩胶乳 | 机械稳定度的测定》。 |
| GB 8298—87 | 《天然浓缩胶乳 | 总固体含量的测定》。 |
| GB 8300—87 | 《天然浓缩胶乳 | 碱度的测定》。 |
| GB 8299—87 | 《天然浓缩胶乳 | 干胶含量的测定》。 |
| GB 8297—87 | 《天然浓缩胶乳 | 氢氧化钾值的测定》。 |
| GB 8292—87 | 《天然浓缩胶乳 | 挥发脂肪酸值的测定》。 |
| GB 8291—87 | 《天然浓缩胶乳 | 凝块含量的测定》。 |
| GB 8293—87 | 《天然浓缩胶乳 | 残渣含量的测定》。 |
| GB 8295—87 | 《天然胶乳 | 铜含量的测定》。 |
| GB 8296—87 | 《天然胶乳 | 锰含量的测定》。 |

第四节 天然浓缩胶乳——取样

Natural rubber latex concentrate—Sampling

UDC 678.031:678.012

GB 8290—87

1 应用范围

本标准参照采用国际标准 ISO 123—1985《胶乳—取样》。

本标准规定了天然浓缩胶乳的取样程序和方法。本标准只适用于巴西三叶橡胶树的天然浓缩胶乳，不适用于配合胶乳、硫化胶乳。

2 引用标准

GB 8298—87《天然浓缩胶乳 总固体含量的测定》。

3 定义（本标准采用下列的定义）

3.1 批：在一致的条件下加工或生产的一定数量的胶乳，需要从中取试样（见 3.4）。一批胶乳可以装在一个或几个容器内，例如可以由数桶同样的胶乳组成。

3.2 样品：从一批中抽取的任何数量的胶乳。

3.3 实验室样品：用于实验室检查和试验的一定数量的胶乳，实验室样品代表该批胶乳。

3.4 试样：将实验室样品过滤所得一定数量的胶乳，适于进行试验。

注：测定凝块含量用的是实验室样品，不用试样。

4 仪器设备

4.1 搅拌器：用来使桶装胶乳均匀一致。装在大口桶中的胶乳可采用 4.1.1 或 4.1.2 所述的工具，装在小口桶内的胶乳可用 4.1.3 所述的工具。

4.1.1 带圆盘的不锈钢柱塞式搅拌器，盘的直径约为 150mm，盘上开有孔，孔的直径约为 10mm。

4.1.2 电动搅拌器 转速为 100～700r/min，轴上带有可折叠的双叶不锈钢螺旋桨，全打开时直径至少为 110mm，桨叶离桶底的距离约为胶乳高度的十分之一。

搅拌轴上也可装双层螺旋桨，转速应能使胶乳频频翻动，但不致引起涡流，浸在胶乳中的部分不应含铜。

4.1.3 电动滚桶机 桶的转速约 $10\text{r}/\text{min}$ 。

4.2 桶装胶乳取样管 使用 4.2.1 或 4.2.2 所述的工具。

4.2.1 玻璃管内径 $10 \sim 15\text{mm}$ ，长度至少 1m ，两端开口，还备有塞子，以便玻璃管从胶乳中抽出时把管子塞住。

4.2.2 不锈钢取样管 内径约 25mm ，长度至少 1m ，利用控制装置把管子的底部打开或关闭。图 4-2 即为取样管略图。

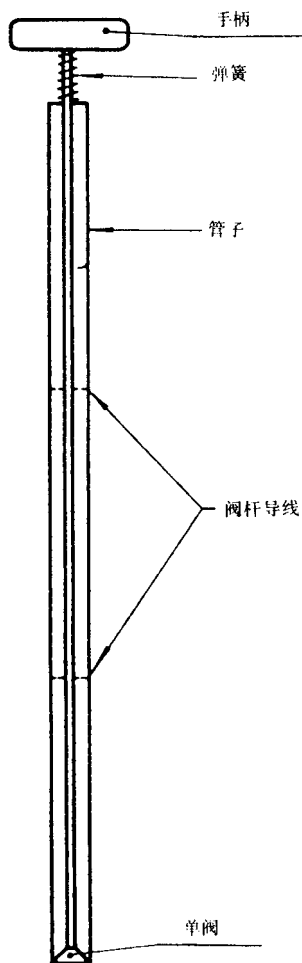


图 4-2 胶乳桶、胶乳罐车和
较小的贮胶罐用的取样管（未按比例）

4.3 从胶乳罐车或贮胶罐中抽取胶乳样品的设备。

对深度在 3m 或 3m 以上的胶乳取样时，应使用 4.3.1 所述的设备，对深度不到 3m 的胶乳取样时，应使用 4.3.2 或 4.3.1 所述的设备。

4.3.1 取样器 为已称重的圆柱形不锈钢容器，容量约 1L ，有塞子把容器塞住，利用

控制装置可将塞子取下。容器应足够重,以便塞住的容器能自由地沉入胶乳。容器顶部至少有两处地方系着坚固的细绳,细绳由不受胶乳影响的材料制成,长度应超过取样胶乳的深度。

4.3.2 不锈钢取样管 内径 25mm,长 3m,利用控制装置可使管子的底部打开或关闭。附图即为取样管略图。

4.4 烧杯 容量为 2L,用于盛接取样管或取样器中的胶乳。烧杯应耐碰撞,内表面光滑,不会与胶乳发生化学反应。

4.5 样品瓶 容量为 1L,有螺旋盖,内表面光滑,应使用不会与胶乳发生化学反应的不渗透材料制成,例如玻璃或某些塑料,但不得使用薄的或挠性的塑料容器。

4.6 不锈钢丝布 丝布孔径宽度为 $180 \pm 10\mu\text{m}$ 。

5 取样

在所有的取样阶段都应防止胶乳中进入空气,并且使胶乳暴露在空气中的时间尽量最短。

5.1 初步检查

目测检查胶乳中是否有大凝块、结皮和外来杂质。

5.2 从桶中取样 随机抽取总件数的 10% 作为代表样品桶。

5.2.1 均化

按照 5.2.1.1、5.2.1.2 或 5.2.1.3 规定的方法之一将胶乳搅拌均匀。

5.2.1.1 对于小口桶,如果有滚桶器,则将桶放在滚桶器上,以 10r/min 的速度滚动 24h。如果没有滚桶器,则将桶放倒在地上,来回轻快地滚动不少于 10min,然后把桶翻过来倒立 15min,再重复滚动操作至少 10min,然后立正,随即取样。

5.2.1.2 如果是大口桶,则应取下盖子,使用(4.1.1)带圆盘的不锈钢柱塞式搅拌器,将胶乳彻底搅拌至少 10min。

5.2.1.3 用电动搅拌器(4.1.2)搅拌桶内胶乳 10min,避免搅拌过度。

5.2.2 从桶内取实验室样品

胶乳均化后(5.2.1),立即用玻璃管(4.2.1)或不锈钢取样管(4.2.2)取实验室样品。

使用玻璃管时,玻璃管必须清洁和干燥。将玻璃管慢慢插入桶内胶乳中,直到桶底,然后用塞子把玻璃管的上端塞住,再将玻璃管从桶中抽出,把管中的胶乳放入清洁和干燥的样品瓶(4.5)中。重复上述操作,直到有足够的胶乳装入样品瓶,样品瓶内应留有 2% ~ 5% 的空间,以便有热膨胀的余地。把瓶盖拧紧在瓶上。

如果使用不锈钢取样管,则将管慢慢插入桶的胶乳中,让管子的底部打开,直到取样管达到桶底。然后放松手柄,使取样管的底部关闭,再将管子从桶中抽出,用烧杯(4.4)接住,压下手柄即可将管中的胶乳放出。重复这一操作,直到获得足够的胶乳。

把烧杯中的胶乳倒入清洁和干燥的样品瓶(4.5), 样品瓶内应留有 2% ~ 5% 的空间。把瓶盖拧紧在瓶上。

5.2.3 从几个桶中取样

如果需要从几个桶中对同一批胶乳取样, 例如从 10% 桶内取胶乳样品, 那么从每个桶中抽取的胶乳数量可以相应地减少。将各个部分样品合在一起并加搅拌, 再把形成的实验室样品装入瓶中。

5.3 从胶乳罐车和贮胶罐中取样

5.3.1 取样操作

使用(4.3.1)或(4.3.2)取样均可。

使用(4.3.1)取样器时, 用塞子塞住, 让其沉入胶乳至所需的深度, 再把塞子拉出。让取样器留在胶乳中数秒钟, 使之充满胶乳, 然后将取样器取出, 将其中的胶乳放入烧杯(4.4)。把烧杯中的胶乳倒入样品瓶(4.5), 样品瓶内要留有 2% ~ 5% 的空间, 以便有热膨胀余地。把瓶盖拧紧。

使用(4.3.2)取样器时, 先将取样管底部关闭, 再将取样管插入胶乳到所需的深度, 然后压下手柄, 使管底打开, 当取样管充满胶乳后, 放松手柄使管底关闭, 再将取样管从胶乳中抽出。把管中的胶乳放入烧杯(4.4), 再把烧杯中的胶乳倒入样品瓶(4.5), 瓶内应留有 2% ~ 5% 的空间, 然后把瓶盖拧紧。

5.3.2 均化试验

从胶乳表面往下 100mm 处和离胶乳底部 100mm 处分别取样, 再按照 GB 8298—87《天然浓缩胶乳 总固体含量的测定》规定的方法测定总固体含量。如果顶部样品和底部样品的总固体含量的差异超过 0.5% (m/m), 则需将胶乳再彻底均化, 直至所得样品的测定结果的差异在允许范围内。

5.3.3 从罐内取实验室样品

当 5.3.2 中规定的均化度已达到后, 取三个容积相似的样品。第一个样品在胶乳顶面中心与中部中心之间一半的地方取样。第二个样品在胶乳中部中心取样。第三个样品在胶乳中部中心与底部中心之间一半的地方取样。将这三个样品合在一起并加搅拌均匀, 然后倒入样品瓶(4.5)。

如果使用取样管(4.3.2), 则可只取一个样品, 取样的方法是让取样管底部打开, 把取样管插入胶乳直到底部, 然后关闭取样管的底部, 再把取样管从胶乳中抽出。

注: 凝块含量是用实验室样品进行测定, 而不是用试样进行测定。

5.4 试样的制备

仔细搅拌实验室样品, 并通过不锈钢丝布(4.6)过滤, 将经过过滤的胶乳移入另一个样品瓶(4.5), 瓶内需留有 2% ~ 5% 的空间, 把瓶盖拧紧。

第五节 天然浓缩胶乳——凝块含量的测定

Natural rubber latex concentrate—Determination of coagulum content

UDC 678.031:678.012

GB 8291—87

1 应用范围

本标准参照采用国际标准 ISO 706—1985《胶乳—凝块含量（筛余物）的测定》。

本标准规定了测定天然浓缩胶乳凝块含量的方法。此法只适用于巴西三叶橡胶树的天然浓缩胶乳，不适用于配合胶乳、硫化胶乳、阳离子胶乳。

2 引用标准

GB 8290—87《天然浓缩胶乳 取样》。

3 取样

按照 GB 8290 规定的方法进行取样。

4 定义

凝块含量是每 100g 浓缩胶乳中所含留在孔宽 $180 \pm 10\mu\text{m}$ 不锈钢丝布上的干物料的克数，包括凝固的橡胶小块、胶乳的结皮和粗的外来杂质。

5 试剂

5.1 油酸钾或月桂酸铵：表面活性剂溶液，5%（m/m），pH = 10。

5.2 石蕊试纸。

6 仪器

6.1 试验用过滤器：是用孔宽为 $180 \pm 10\mu\text{m}$ 的不锈钢丝布制成的圆盘。

6.2 两个不锈钢环：内径相等，内直径为 40mm。用于夹过滤器。

6.3 烧杯容量为 600mL。

7 操作程序

称取 $200 \pm 1\text{g}$ 实验室胶乳样品放入烧杯（6.3），根据实际情况加 200mL 表面活性剂溶液（5.1）并彻底混合。将过滤器（6.1）放在温度控制在 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥至恒

重,称重(准确至 1mg)记为 m_1 。把过滤器夹紧在两个不锈钢环(6.2)之间。

用同样的表面活性剂溶液湿润过滤器(6.1),再将胶乳和表面活性剂混合液倒入过滤器。用同样的表面活性剂溶液洗不锈钢丝布上的残留物,直至残留物中没有胶乳为止,再用水洗直到洗出液用石蕊试纸检验时呈中性为止。仔细从夹子中取出有湿凝块的不锈钢丝布,再用滤纸抹擦钢丝布的下面。

将钢丝布和凝块在温度控制为 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱中加热 30min,然后放在干燥器内冷却、称重,再将钢丝布和凝块放回烘箱内加热 15min,冷却后再称重。重复这项操作,直至前后两次称重之差小于 1mg 为止。

8 凝块含量的计算(以胶乳的质量百分数表示)

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

式中: m_0 ——胶乳样品的质量, g;

m_1 ——钢丝布的质量, g;

m_2 ——钢丝布加干凝块的质量, g。

由于凝块在胶乳中分布不均匀,每个样品作三个平行测定,然后取平均值。

第六节 天然浓缩胶乳——挥发脂肪酸值的测定

Natural rubber latex concentrate—Determination of
volatile fatty acid number

UDC 678.031:678.012

GB 8292—87

1 应用范围

本标准参照采用国际标准 ISO 506—1974《天然胶乳—挥发脂肪酸值的测定》。

本标准规定了测定天然浓缩胶乳挥发脂肪酸值的方法。此法只适用于巴西三叶橡胶树的天然浓缩胶乳,不适用于配合胶乳、硫化胶乳。

2 引用标准

GB 8290 天然浓缩胶乳 取样。

GB 8298 天然浓缩胶乳 总固体含量的测定。

GB 8299 天然浓缩胶乳 干胶含量的测定。

3 取样

按照 GB 8290 规定的方法进行取样。

4 定义

挥发脂肪酸值是中和含有 100g 总固体的浓缩胶乳中的挥发脂肪酸所需的氢氧化钾克数。

5 仪器

马氏蒸馏器一个（如图 4-3 所示）。

6 试剂

6.1 30% 硫酸铵溶液。

6.2 50% 硫酸溶液。

6.3 0.01mol/L 氢氧化钠标准溶液，用邻苯二甲酸氢钾以滴定法标定。

6.4 0.5% 酚酞溶液指示剂，用 0.5g 酚酞溶于 100mL50% 乙醇中。

7 样品制备

首先测定浓缩胶乳的总固体含量和干胶含量。在烧杯中称取 50g 胶乳，在搅拌情况下，准确加入 50mL30% 硫酸铵溶液进行凝固。必要时可将烧杯浸在 70℃ 水浴上继续搅拌，直至凝固（一般在 15min 内可凝固好）。将乳清挤出用滤纸过滤，把凝块移至研钵中用研杵将乳清挤出，并在同一过滤器中过滤。吸取 25mL 过滤后的乳清，放入一干燥的 100mL 锥瓶中，准确加 5mL50% 硫酸酸化。摇匀。待测。

8 测定方法

使蒸汽通入马氏蒸馏器至少 15min，然后放开蒸汽出口，使蒸汽经蒸馏器的外层夹套从出口流出，用移液管吸取 20mL 酸化后的乳清放入蒸馏器的内管中，在冷凝器端部放一个 100mL 的容量瓶作接受器。然后部分关闭蒸汽出口的夹子，使蒸汽转入内管进行蒸馏。开始时蒸馏宜慢，然后将夹子全部关闭蒸汽出口，并调节蒸汽进入的速度，使每分钟馏出 3~5mL 液体，直到馏出液为 100mL 为止。将馏出液转入 250mL 锥瓶中，然后加入 4 滴酚酞指示剂，以 0.01mol/L 氢氧化钠标准溶液进行滴定。当溶液由无色变为淡红色时为终点。

空白试验：以 20mL 蒸馏水代替 50g 胶乳，同样加入 50mL30% 硫酸铵溶液，取出此混合液 25mL，加 5mL50% 硫酸，酸化后取 20mL 按上法进行蒸馏及滴定。

9 蒸馏校正系数的测定

由于受仪器体积大小及蒸馏情况等的影响，蒸馏可能会稍有不完全，因此每一蒸馏器在使用前都必须先求出蒸出率的校正值。

用吸移管准确吸取 20mL0.03mol/L 乙酸标准溶液放入干燥的锥瓶中，加入 30% 硫酸铵溶液 50mL，取出此混合溶液 25mL 置于另一干燥锥瓶中，加入 5mL50% 硫酸，摇匀后取出 20mL，按上法进行蒸馏及滴定。重复一次，取其平均值，按下式求出蒸馏校正系数 F （ P 一般为 1.03 左右）。

$$F = \frac{\text{加入量}}{\text{蒸出量}} = \frac{4.76 \times C_0}{C_1 (V - V_0)}$$

式中： C_0 ——乙酸标准溶液的浓度，mol/L；

C_1 ——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

V ——滴定时氢氧化钠标准溶液的用量，mL；

V_0 ——空白试验氢氧化钠标准溶液用量，mL。

10 挥发脂肪酸值（按下式）计算

$$\text{挥发脂肪酸值} = \frac{0.330 \times C (V - V_0) (202 - W_{\text{DR}}) F}{W_{\text{TS}}}$$

式中： C ——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

V ——样品滴定时氢氧化钠标准溶液用量，mL；

V_0 ——空白试验滴定时氢氧化钠标准溶液的用量，mL；

W_{DR} ——胶乳干胶含量，%；

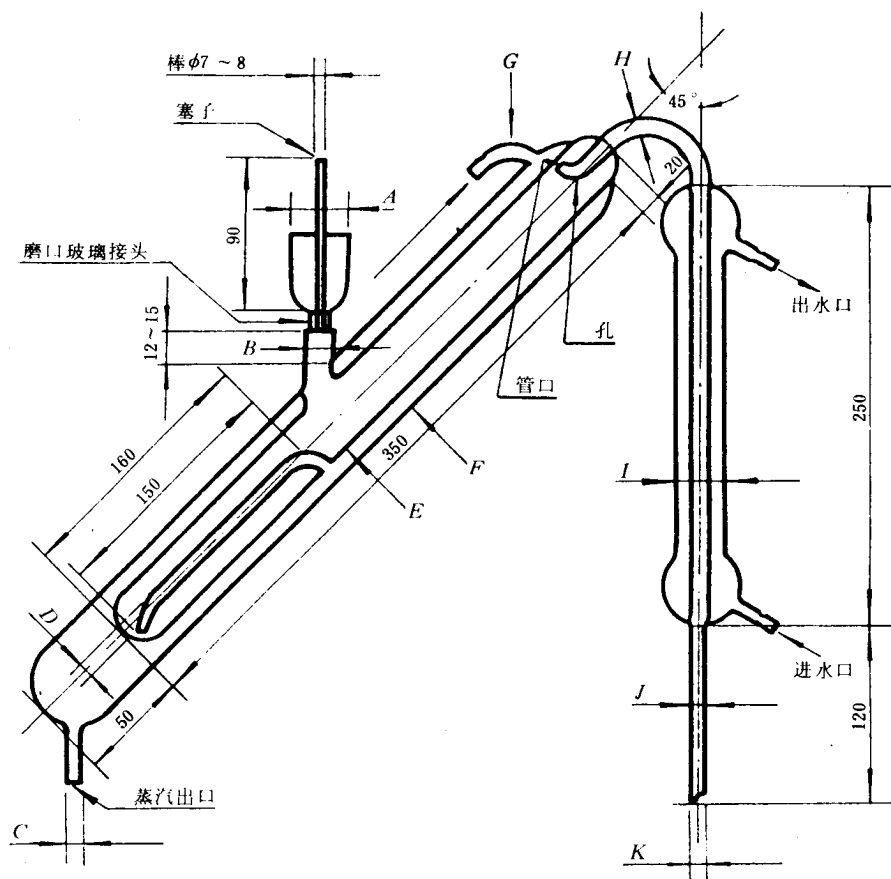
W_{TS} ——胶乳的总固体含量，%；

F ——蒸馏校正系数。

每个试样做两个平行测定，其结果值大于 0.10 单位时相差应在 10% 单位以内。结果值在 0.10 单位以下时，结果相差应在 0.01 单位以内，然后取平均值。详见图 4-3 和表 4-5。

表 4-5

序号	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
外径	29 ~ 32	13 ~ 14	9 ~ 10	5 ~ 6	25 ~ 27	44 ~ 48	9 ~ 10	15 ~ 17	20 ~ 22	11 ~ 12	9 ~ 10
壁厚	1 ~ 1.5	1 ~ 1.5	0.75 ~ 1.25	0.75 ~ 1.25	1 ~ 1.5	1 ~ 2	0.75 ~ 1.25	1.5 ~ 2	1 ~ 1.5	0.75 ~ 1.25	0.75 ~ 1.25



尺寸:以毫米计

图 4-3 蒸汽夹套蒸馏装置 (马克哈姆蒸馏器)

第七节 天然浓缩胶乳——残渣含量的测定

Natural rubber latex concentrate—Determination
of sludge content

UDC 678.031:678.012

GB 8293—87

1 适用范围

本标准适用于测定离心天然浓缩胶乳的残渣含量。

本标准参照采用国际标准 ISO 2005—1974《天然浓缩胶乳—残渣含量的测定》。

2 引用标准

GB 8290—87《天然浓缩胶乳 取样》。

3 定义

每 100g 胶乳中所含残渣的克数。

4 仪器

离心机，平均加速度约为 $12\,000\text{m/s}^2$ ，至少具有两根 50cm^3 的离心管。

5 试剂

氨—醇溶液，其组成如下：

——氢氧化铵， $\rho 0.90 \pm 0.02\text{g/cm}^3$ ， 10cm^3 ；

——乙醇，最低纯度 95% (V/V)， 340cm^3 ；

——水， 1000cm^3 。

氢氧化铵应具确认的分析纯的质量，所用的水应为蒸馏水或纯度相当的水。

6 试验步骤

用两根相互平衡的离心管进行双分测定。在每根管中称 $40 \sim 45\text{g}$ 胶乳，称量准确至 0.1g 。

盖好管口，以防离心过程中形成表面结皮，离心 20min ，平均加速度约为 $12\,000\text{m/s}^2$ 。先用勺将膏状层尽量取出，然后用下端口径约为 2mm 的移液管，将距残渣顶面约 10mm 以上的胶乳吸出。

用氨—醇溶液充满离心管至顶部，再离心 25min ，用移液管吸出距残渣顶面约 10mm 以上的液体。反复进行此操作至离心后上层液体变为清彻透明为止。

轻轻倒出上层的清液至 10mm 的标线，用一些氨—醇溶液将残渣完全洗入已知质量的容量约为 200cm^3 的耐热烧杯内。蒸发至一较低液面之后，在 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱内干燥，直至在 30min 内质量损失少于 1mg 为止。

7 试验结果

残渣含量 (%) 按下式计算：

$$\text{残渣含量}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中： m_0 ——试样的质量，g；

m_1 ——干燥残渣的质量，g。

平行测定两个结果相差不得大于 0.002% ，然后取平均值。

第八节 天然浓缩胶乳——硼酸含量的测定

Natural rubber latex concentrate— Determination of boric acid content

UDC 678.031:678.012

GB 8294—87

1 适用范围

本标准参照采用国际标准 ISO 1802—1985《天然浓缩胶乳—硼酸含量的测定》。
本标准适用于测定离心天然浓缩胶乳的硼酸含量。

2 原理

将含有大约 0.02g 硼酸的一定量胶乳的 pH 值调整到 7.5，在此 pH 值条件下硼酸实质上是以非离解态存在。然后加入过量甘露糖醇使之形成强酸性硼酸—甘露糖醇络合物。此时就析出与胶乳中存在的硼酸等当量的氢离子，使胶乳的 pH 值下降。根据使胶乳的 pH 值回复到 7.5 所需的碱量即可测得硼酸含量。

3 试剂

所用试剂应具有确认的分析纯的质量，在测定过程中所使用的水应为蒸馏水或纯度相当的水。

3.1 盐酸溶液，2% (m/m)

3.2 稳定剂溶液。含 5% (m/m) 适宜的环氧乙烷缩合非离子型稳定剂。

3.3 甘露糖醇。

3.4 硼酸溶液

精确称取 5g 硼酸 (H_3BO_3) 溶于水，在容量瓶中稀释至 1000cm^3 。

3.5 氢氧化钠溶液， $C_{\text{NaOH}} \approx 0.05\text{mol/dm}^3$ 。

3.5.1 溶液标定

用移液管 (4.2) 吸取 5cm^3 硼酸溶液 (3.4) 放入 250cm^3 烧杯中，加入 2cm^3 稳定剂溶液 (3.2) 及 50cm^3 水。用 pH 计 (4.1) 测定溶液的 pH 值，如果超过 5.5，则在不断地搅拌下逐滴加入盐酸溶液 (3.1)，使 pH 值降到 5.5 至 2.5 的范围内。溶液静置 15min 后，在不断地搅拌下用滴定管 (4.3) 加入氢氧化钠溶液 (3.5) 直到 pH 值达 7.50。在

继续搅拌下加入 4g 甘露糖醇 (3.3), 溶液的 pH 值即下降。再用滴定管加入氢氧化钠溶液, 记录使溶液 pH 值回复至 7.50 所需的溶液体积。

3.5.2 浓度计算

以摩尔每立方分米表示的氢氧化钠溶液的浓度 C , 按下式求得之:

$$C = 0.081 \times \frac{m}{V_1}$$

式中: m ——1000cm³ 硼酸溶液 (3.4) 中的硼酸量, g;

V_1 ——使溶液的 pH 回复至 7.50 所需的氢氧化钠溶液体积, cm³。

4 仪器

4.1 pH 计, 试验时测定 pH 值能准确至 0.01 单位。

4.2 移液管, 容量 2.5 和 50cm³。

4.3 滴定管, 容量适宜。

5 试验步骤

在 250cm³ 烧杯中称取约 10g 胶乳, 称量准确至 0.1g, 加入 2cm³ 稳定剂溶液 (3.2) 和 50cm³ 水。在不断搅拌下逐滴加入盐酸溶液 (3.1) 直到 pH 计 (4.1) 测定的浓缩胶乳 pH 值在 5.5 至 2.5 之间。静置 15min, 在不断搅拌下用滴定管加入氢氧化钠溶液 (3.5) 直到 pH 值达到 7.50。在继续搅拌下加入 4g 甘露糖醇 (3.3), 溶液的 pH 值即下降。再用滴定管加入氢氧化钠溶液, 记录使溶液 pH 值回复至 7.50 所需的溶液体积。

6 试验结果

浓缩胶乳中的硼酸 (H_3BO_3) 含量, 以质量百分数计, 按下式求得:

$$\text{硼酸含量}(\%) = \frac{6.18CV_2}{m_0}$$

式中: C ——按 3.5.2 计算的氢氧化钠溶液的实际浓度, mol/cm³;

V_2 ——使胶乳的 pH 值回复至 7.50 所需的氢氧化钠溶液体积, cm³;

m_0 ——胶乳试样的质量, g。

两次测定结果相差不得大于 0.01%, 然后取平均值。

第五章 合成胶乳技术标准

第一节 合成胶乳——命名及牌号规定

SH/T 1500——92

代替 ZB G34001—87

本标准适用于合成胶乳的命名及牌号规定。

本标准规定了合成胶乳的命名方法，以及按标称总固物含量、标称结合共聚单体含量、主要使用特征和根据具体情况增加的附加特征为依据，而制订的《合成胶乳命名及牌号规定》。

本标准参照采用 ISO/DIS 1629—1985《橡胶和胶乳——命名法》及 ISO 2438—1981《合成胶乳——代号制订》。

1 合成胶乳命名

合成胶乳命名根据合成胶乳的组成用英文词头字母表示。“R”表示聚合物的主链中含有不饱和碳链的合成胶乳。“M”表示主链中含有亚甲基型饱和碳链的合成胶乳。“X”表示聚合物链中含有羧基取代基的合成胶乳。为了把合成胶乳与合成橡胶区别开，在合成胶乳组成的英文词头字母后面加英文胶乳词头字母“L”表示。合成胶乳分类表示如下：

ABRL——丙烯酸、丁二烯胶乳

BRL——丁二烯胶乳

CRL——氯丁胶乳

IIRL——丁基胶乳

IRL——异戊胶乳

NBRL——丁腈胶乳

PBRL——丁吡胶乳

PSBRL——丁苯吡啶胶乳

SBRL——丁苯胶乳

SCRL——苯乙烯、氯丁二烯胶乳

XNBRL——羧基丁腈胶乳

XSBRL——羧基丁苯胶乳

XBRL——羧基丁二烯胶乳

XCRL——羧基氯丁胶乳

EPDML——乙烯、丙烯和二烯烃三元胶乳

EPML——乙丙胶乳

为了第 2.2 条需要，紧接在词头字母为 R 的二烯烃的前一个单体（如有的话）称为共聚单体。

为了第 2.2 条的需要，将 M 前的二烯烃（如有的话）称为共聚单体。

2 合成胶乳的牌号规定

本标准按照合成胶乳的化学组成、标称总固物含量、标称结合共聚单体含量、主要使用特征，根据具体情况可增附加特征而制订的一套合成胶乳的牌号规定。

2.1 标称总固物含量：

胶乳以质量百分数计的标称总固物含量，在牌号中用第一位数字表示如下：

1——低于 20.0%

2——20.0 ~ 29.0%

3——30.0 ~ 39.9%

4——40.0 ~ 49.9%

5——50.0 ~ 59.9%

6——60.0 ~ 69.9%

7——70.0% 或更高。

2.2 标称结合共聚单体含量：

聚合物所含的以质量百分数计的标称结合共聚单体含量，在牌号中用第二位数字表示如下：

0——无共聚单体。

1——低于 20.0%

2——20.0 ~ 29.9%

3——30.0 ~ 39.9%

4——40.0 ~ 49.9%

5——50.0 ~ 59.9%

6——60.0 ~ 69.9%

7——70.0% 或更高。

至于用聚苯乙烯或一种丁苯共聚物补强的丁苯胶乳，则其结合共聚单体含量应包括补强共聚物中的结合苯乙烯含量，在尾标上以大写英文字母 Y 表示。

2.3 主要使用特征：

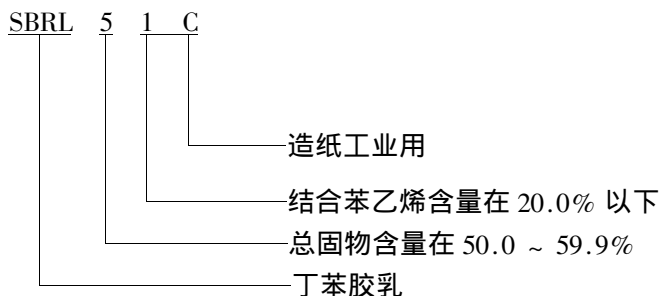
合成胶乳主要使用特征，在牌号中用一个或两个大写的英文字母（除 Y 外）表示如下：

- A——通用型
- B——地毯工业用
- C——造纸工业用
- D——海绵制品工业用
- E——纺织工业用
- F——胶乳制品工业用
- G——胶粘剂用
- H——印染工业用
- I——涂料工业用
- J——轮胎工业及橡胶制品骨架材料浸渍用
- K——胶乳水泥用
- L——胶乳沥青用
- M——农业用
- N——食品工业用

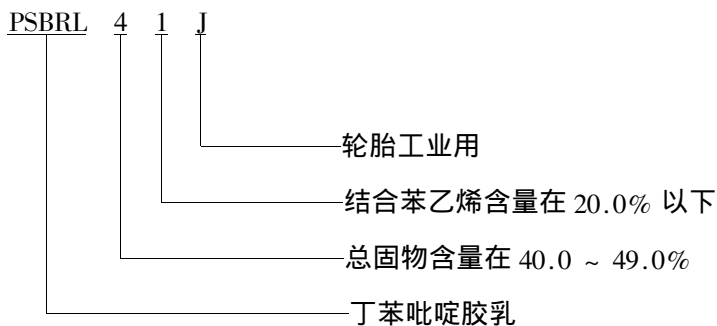
2.4 如主要使用特征不能区分产品牌号时，在其后可再加短线及一位阿拉伯数字表示附加特征。

3 举例

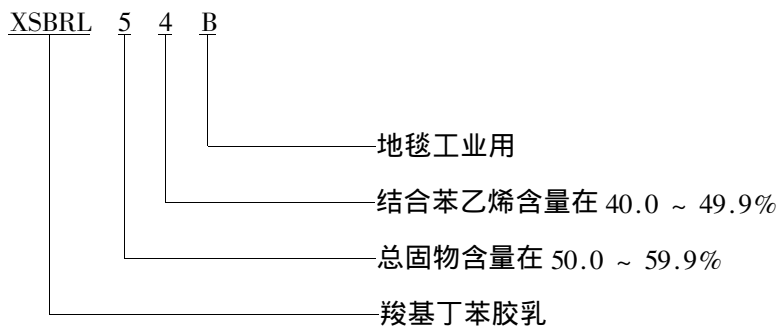
3.1 SBRL51C



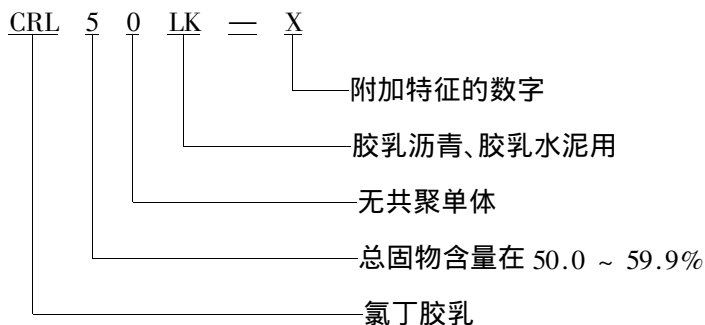
3.2 PSBRL41J



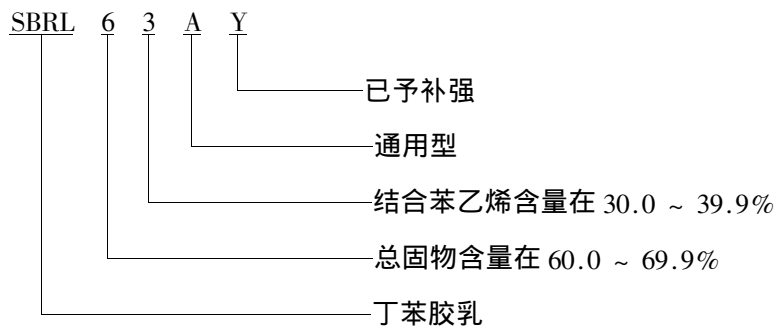
3.3 XSBRL54B



3.4 CRL50LK—X



3.5 SBRL63AY



4 命名手续

合成胶乳研制和生产单位，在对其合成胶乳新品种进行鉴定或以产品进行销售时，事先应向合成橡胶分技术委员会提供产品有关技术资料。合成橡胶分技术委员会会同研制、生产单位根据本标准，确定新产品的名称和牌号，并报请主管部门审批。

第二节 合成胶乳干聚物制备

SH/T 1501—92

代替 ZB G 34002—90

本标准参照采用国际标准 ISO 2028:1989《橡胶—合成胶乳—干聚物制备》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了适用于有关物理、化学测试（如门尼粘度、丁苯胶乳中结合苯乙烯含量测定）用的合成胶乳干聚物制备方法。

本标准适用于由阴离子或非离子与阴离子混合型乳化剂稳定的各种合成胶乳，胶乳中不饱和挥发物含量需小于 0.5%（ m/m ）。但对其它各种类型胶乳的适应性应予以验证。

干聚物中含有的残余有机酸或皂可能影响聚合物的性质。在以后的分析测试中需注意这一点。

2 引用标准

SH 1149 合成胶乳取样法

SH/T 1154 合成胶乳总固物含量测定法

3 方法原理

在高速搅拌下，加入氯化钠溶液、防老剂甲醇溶液及硫酸溶液使胶乳凝聚，经过滤、洗涤、干燥，制得干聚物碎块。

4 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 氯化钠溶液：20%（ m/m ）

4.2 防老剂溶液：0.75%（ m/m ）二元酚或多元酚类防老剂甲醇溶液。

4.3 硫酸溶液：1 体积的浓硫酸（密度为 $1.84\text{g}/\text{cm}^3$ ）加到 9 体积的水中。

4.4 刚果红试纸

5 仪器与材料

5.1 凝聚装置：由封闭式高速电动（或气动）机、螺旋桨式搅拌器和容积至少为 $1\ 000\text{cm}^3$ 的杯三部分组成。

5.2 鼓风干燥箱：温度控制在 $100 \sim 105^\circ\text{C}$ 。

5.3 干燥网：用孔径 $180\mu\text{m}$ 不锈钢网制成。

5.4 白粗布。

6 操作步骤

按 SH/T 1154 测定合成胶乳的总固物含量，若总固物含量高于 30% （ m/m ）时，用水稀释到总固物为 30% （ m/m ）。

6.1 阴离子型乳化剂稳定的合成胶乳干聚物制备

a. 硫酸盐或磺酸盐类乳化剂稳定的合成胶乳干聚物制备：

将 250mL 合成胶乳加入杯（5.1）中，在高速搅拌下加入 250mL 防老剂溶液（4.2），缓慢加入 170mL 氯化钠溶液（4.1），然后在 $2 \sim 3\text{min}$ 内缓慢加入 10mL 硫酸溶液（4.3），用刚果红试纸检验杯中乳清，若试纸没有变蓝，在搅拌下补加硫酸溶液至试纸变蓝为止。

b. 除硫酸盐及磺酸盐外的阴离子乳化剂稳定的合成胶乳干聚物制备：

将 50mL 氯化钠溶液（4.1）加到盛有 250mL 合成胶乳的杯（5.1）中，充分混合，在高速搅拌下加入 250mL 防老剂深液（4.2），然后在 $2 \sim 3\text{min}$ 内缓慢加入 10mL 硫酸溶液（4.3），用刚果红试纸（4.4）检验杯中乳清，若试纸没有变蓝，在搅拌下补加硫酸溶液，至试纸变蓝为止。

6.2 非离子与阴离子混合型乳化剂稳定的合成胶乳干聚物制备

将 50mL 氯化钠溶液（4.1）加到盛有 250mL 合成胶乳的杯（5.1）中，充分混合，在高速搅拌下加入 $500 \sim 750\text{mL}$ 防老剂溶液（4.2），防老剂溶液加入量视胶乳是否凝聚完全而定，然后在 $2 \sim 3\text{min}$ 内缓慢加入 10mL 硫酸溶液（4.3），用刚果红试纸（4.4）检验杯中乳清，若试纸没有变蓝，在搅拌下补加硫酸溶液至试纸变蓝为止。

将 6.1、6.2 制得的胶块及乳清倒在干燥网（5.3）上，滤去乳清，用水洗涤胶块，至洗涤液呈中性。将胶块用白粗布（5.4）包起，用手挤去胶块中水分，把胶撕成小碎块，放到干燥网上，置于 $100 \sim 105^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱（5.2）中烘干，取出冷却、称量，直至相继两次称量之差小于 0.25% 为止。其干燥时间与胶块密度、聚合物性质有关。干燥时间通过实验确定。

第三节 丁苯胶乳中结合苯乙烯含量测定

SH/T 1502—92

代替 ZB G34003—90

本标准参照采用国际标准 ISO 3136:1983《丁苯胶乳——结合苯乙烯含量测定》。

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定丁苯胶乳 (SBRL) 中结合苯乙烯含量的方法。

本标准适用于以干聚物为基础的结合苯乙烯含量在 55% (m/m) 以下的高温 (约 50℃) 乳液聚合丁苯胶乳。也适用于以干聚物为基准的结合苯乙烯含量在 18% ~ 40% (m/m) 的低温 (约 5℃) 乳液聚合丁苯胶乳。

本标准不适用于补强丁苯胶乳 (SBRLY)、羧基丁苯胶乳 (XSBRL)、丁苯吡胶乳 (PSBRL)。

2 引用标准

GB/T 8658 丁苯生胶 结合苯乙烯含量测定 折光指数法

SH 1149 合成胶乳取样法

SH/T 1501 合成胶乳干聚物制备

3 定义

结合苯乙烯：以苯乙烯为一组分的共聚物中所结合的苯乙烯。

4 方法原理

丁苯胶乳的干聚物经乙醇-甲苯共沸液抽提，压成薄试片测定折光指数，计算结合苯乙烯含量。

5 试剂及仪器

实验所使用的试剂及仪器应符合 SH 1149、GB/T 8658、SH/T 1501 的规定。

6 取样

按 SH 1149 规定的方法之一取样。

7 分析步骤

根据丁苯胶乳中所含乳化剂类型，选择 SH/T 1501 合成胶乳干聚物制备的方法之一，制备干聚物样品。

按 GB/T 8658 的规定, 将丁苯胶乳的干聚物压成厚度为 0.2 ~ 0.3mm 试片, 称取试片约 1g, 用乙醇甲苯共沸液抽提, 干燥, 再压成薄试片, 测定折光指数。

8 分析结果的表述

按 GB/T 8658 规定, 计算丁苯胶乳干聚物中结合苯乙烯含量, 以胶乳中干聚物的质量百分数表示。

9 允许差

两个平行测定结果之差不大于 0.50%。

10 测试报告内容

- a. 测定方法所引用标准;
- b. 测定结果和表示方法;
- c. 在测定过程中观察到的任何异常现象;
- d. 测定日期。

第四节 丁腈胶乳中结合丙烯腈含量测定

SH/T 1503—92

代替 ZB G34 004—90

本标准参照采用国际标准 1656:1988 《天然生胶和天然胶乳—氮的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乳液聚合丁腈胶乳 (NBRL) 共聚物中结合丙烯腈含量的测定方法。

本标准适用于以干聚物为基准的结合丙烯腈含量在 18% ~ 45% (m/m) 之间的丁腈胶乳。也适用于羧基丁腈胶乳 (XNBRL) 以及丙烯腈异戊二烯胶乳 (NIRL)。

2 引用标准

SH 1149 合成胶乳取样法

SH/T 1501 合成胶乳干聚物制备

3 定义

结合丙烯腈 以丙烯腈为一组分的共聚物中所结合的丙烯腈。

4 方法原理

用无水乙醇抽提凝聚物, 并干燥至恒重, 在催化剂存在下用硫酸加热消解, 使丙烯

腈中的氮转化成硫酸氢铵，加过量的氢氧化钠溶液蒸馏，蒸出之氨用硼酸溶液吸收，用硫酸标准溶液滴定。

5 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

5.1 萃取剂：无水乙醇。

5.2 混合催化剂：硒粉有毒，混合催化剂配制和使用过程中需要在良好通风下进行，避免吸入粉尘和蒸气，防止皮肤与其直接接触。

将下列物质研细至约 100 目，按质量比混合均匀。

硒粉：1 份；

硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）：4 份；

硫酸钾（无水）：30 份。

5.3 硫酸：密度 1.84g/mL 。

5.4 硫酸标准溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ 。

5.5 锌颗粒状。

5.6 硼酸溶液：2%（ m/m ）。

5.7 氢氧化钠溶液：40%（ m/m ）。

5.8 混合指示剂：将 0.1g 甲基红和 0.05g 亚甲基蓝溶于 100mL95% 乙醇中。这一指示剂应在使用时配制。

6 仪器

6.1 抽提器：锥形瓶，容积 200 ~ 250mL，带有回流冷凝装置。

6.2 凯氏烧瓶：800mL。

6.3 短颈玻璃漏斗：直径 30 ~ 40mm。

6.4 液滴捕获器：直径 50mm。

6.5 分液漏斗：150mL。

6.6 球形冷凝器：长 200mm。

6.7 吸收瓶：500mL 锥形瓶。

7 试样的制备

按 SH 1149 中规定的方法取样。

按 SH/T 1501 中规定的方法制备凝聚物。将洗涤后的凝聚物剪成厚度约 3mm，宽约 5mm，长约 30mm 的细条。

称取已剪成细条的试样约 5g，精确至 0.01g。在锥形瓶底部放上一张圆形滤纸，并加入 60mL 萃取剂（5.1），将称好的试样逐条放入锥形瓶内。装好回流装置（6.1），在溶液微沸下抽提 60min，弃去抽提液，再加入 60mL 萃取剂，抽提 30min，取出试样，在

(100 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下干燥,取出冷却,称重,直至相邻两次称量之差小于 1mg 为止。

8 分析步骤

称取试样 1g,精确至 0.000 2g,置于干燥的凯氏烧瓶(6.2)的底部,不要沾附在瓶颈上,加入 6.5g 混合催化剂(5.2)和 20mL 硫酸(5.3),瓶口插—短颈玻璃漏斗(6.3)将凯氏烧瓶倾斜地放置在通风橱内的电炉上,逐渐升温加热,保持微沸,直至溶液透明,再继续加热 60min,使试样消解完全。

待凯氏瓶烧内溶液冷却后,用蒸馏水冲洗漏斗瓶颈,加入蒸馏水至溶液体积为 250 ~ 300mL,然后加入约 0.5g 锌粒(5.5),立即塞好装有液滴捕获器(6.4)和分液漏斗(6.5)的橡皮塞,装上球形冷凝器(6.6)(装置见图 5-1)通入冷却水。

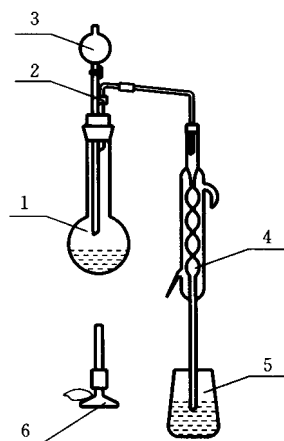


图 5-1 凯氏常量蒸馏装置

1—凯氏烧瓶;2—液滴捕获器;3—分液漏斗;4—冷凝器;5—锥形瓶;6—本生灯或电炉

在吸收瓶(6.7)内加入 100mL 硼酸溶液(5.6)及 3 滴混合指示剂(5.8),将冷凝器导管下端,没在吸收液内。

经分液漏斗向凯氏烧瓶内加入 100mL 氢氧化钠溶液(5.7),用少量蒸馏水冲洗后关闭分液漏斗,再往分液漏斗中加入 50mL 蒸馏水。然后加热蒸馏,在稳定的蒸出速度下,直至收集约 200mL 蒸出液为止,降低吸收瓶,用蒸馏水洗涤导管下端。

用硫酸标准溶液(5.4)滴定吸收液至淡紫色刚刚出现为终点,指示剂变色域为亮绿—浅灰—淡紫。

按上述测定的方法同时进行空白试验。

9 分析结果的表述

结合丙烯腈含量以干聚物的质量百分数表示:

$$\frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.106 \times 100}{m} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 10.6}{m}$$

式中： V_1 ——试样所消耗硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——空白试验所消耗硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

m ——经抽提、干燥的干聚物的质量，g；

0.106——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液〔 $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的、以克表示的丙烯腈的质量。

10 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 0.50%。

11 试验报告内容

- 本测试方法所参照的标准；
- 测定结果和表示方法；
- 在测定过程中注意到的任何异常现象；
- 测定日期。

第五节 丁苯胶乳对钙离子稳定性的测定

SH/T 1608—95

1 主题内容与适用范围

本标准规定了羧基丁苯胶乳对钙离子稳定性的测定方法。

本标准适用于涂布纸用羧基丁苯胶乳对钙离子的稳定性测定。

2 引用标准

SH 1149—92 合成胶乳取样法

3 方法概述

在胶乳中，按一定的搅拌速度，在规定的时间内匀速加入一定量的氯化钙溶液，依据产生的凝结物量，衡量胶乳的稳定性。

4 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或纯度相当的水。

4.1 氯化钙（ CaCl_2 ）溶液，1%（ m/m ）。

5 仪器（图 5-2）

5.1 搅拌器：能控制转速在 $500 \pm 10\text{r/min}$ 。

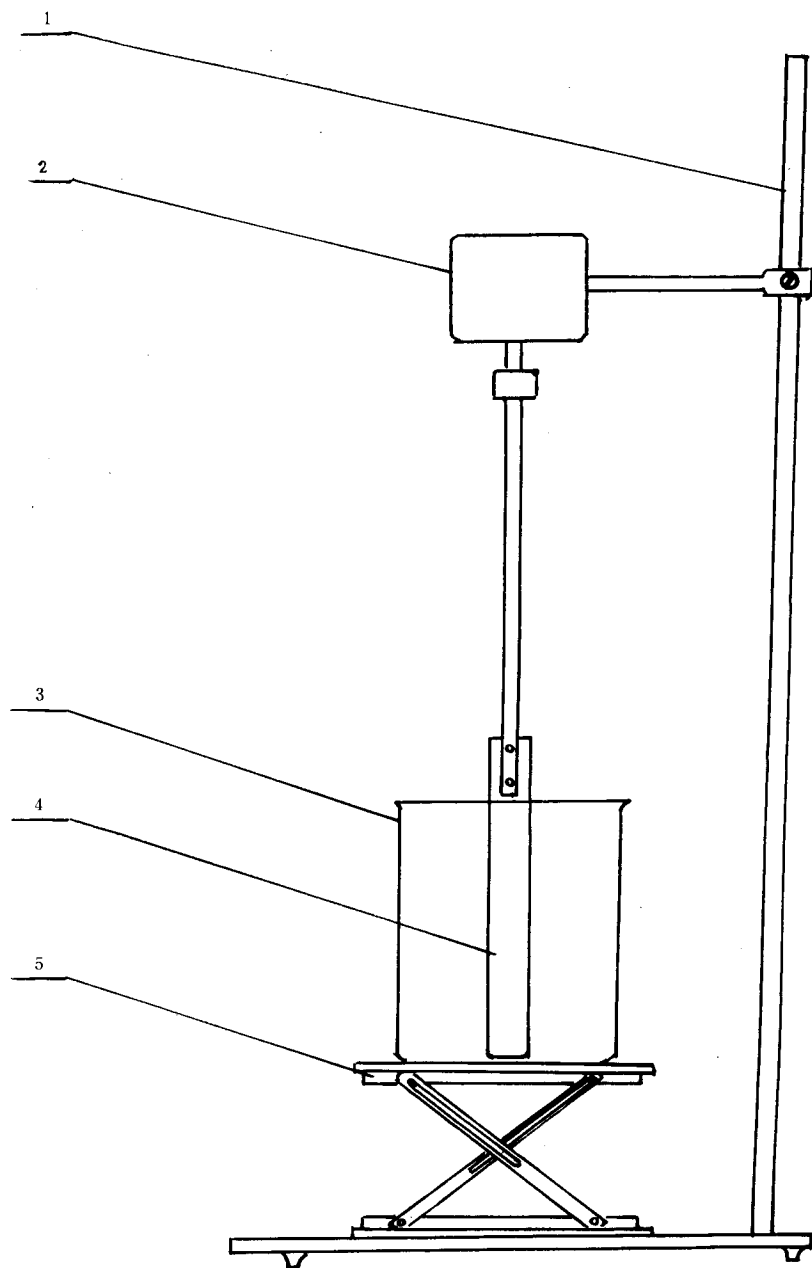


图 5-2

1—支架；2—电机；3—烧杯；4—搅拌叶片；5—升降架

搅拌叶片：采用竖条型不锈钢搅拌叶片，长 90mm、宽 $15\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ 、厚 2mm。

搅拌装置见图。

5.2 滴定管：50mL，分度值 0.1mL。

5.3 天平：感量 0.1mg，0.1g。

5.4 不锈钢网筛：筛孔孔径为 $180\mu\text{m} \pm 15\mu\text{m}$ (80 目)。

5.5 真空烘箱：能抽到余压 0.01MPa，温度能保持在 $120 \pm 0.2^\circ\text{C}$ 。

5.6 干燥器。

5.7 烧杯：500mL。

5.8 马弗炉。

6 分析步骤

6.1 试样

在水浴中将胶乳温度调整到 $25 \pm 3^\circ\text{C}$ ，经不锈钢网 (5.4) 过滤后，称取 $200 \pm 0.2\text{g}$ 于 500mL 烧杯中。

6.2 测定

将搅拌片插至试样 (6.1) 中，叶片下端距烧杯底部约 3mm，调节搅拌速度为 $500 \pm 10\text{r/min}$ ，用滴定管在 $5.5 \pm 0.5\text{min}$ 内，沿叶片边缘匀速滴入 50mL 氯化钙溶液 (4.1)，经已称量 (精确至 0.0001g) 的不锈钢网筛 (5.4) 过滤，用自来水将烧杯及叶片上残留物料一并冲入网中，再用自来水缓慢彻底冲洗网中凝结物。

将网置于真空烘箱 (5.5) 中，调节真空烘箱温度为 $120 \pm 2^\circ\text{C}$ 、真空度为 0.03 ± 0.005 MPa，干燥 30min 后取出，在干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.0001 g。

在马弗炉 (5.8) 中烧掉网中凝结物 (温度约 600°C)，清理网筛备用。

7 分析结果表述

7.1 所取胶乳干胶质量 m (g) 由式 (1) 给出：

$$m = m_0 \cdot c \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——胶乳质量，g；

c ——胶乳总固物含量，% (m/m)。

7.2 钙离子稳定性

胶乳钙离子稳定性以胶乳的凝结物占干胶的百分比来表示，由式 (2) 给出：

$$\text{钙离子稳定性} (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_1 ——胶乳凝结物质量，g。

所得结果应保留至小数后三位。

8 允许差

当钙离子稳定性小于 0.020% 时，平行测定的两个结果之差不大于 0.003%。

9 报告

试验报告应包括如下内容：

- a. 本标准的编号。
- b. 有关样品批号、日期、采样时间和地点等。
- c. 在测定过程中观察到的任何异常现象及自由选择的实验条件的说明。

第六节 合成橡胶胶乳 pH 值的测定

Synthetic rubber latex – Determination of pH

SH/T 1150—1999 eqv ISO 976 : 1996

代替 SH/T 1150—1992

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度，并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了用 pH 计测定合成橡胶胶乳 pH 值的方法。

本标准适用于合成橡胶胶乳。pH 值大于 11 时，本方法的准确度会降低。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH 1149—1992 (1998) 合成胶乳取样法 (eqv ISO 123 : 1985)

3 试剂

本标准使用已知 pH 值的分析级商品缓冲溶液和不含二氧化碳的蒸馏水或同等纯度的水。如无商品缓冲溶液，则按下列方法自行配制。

3.1 pH7 的标准缓冲溶液

将 3.40g 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 和 3.55g 磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4) 溶于水，在容量瓶中稀释至 1 000mL。该溶液应保存于耐化学腐蚀的玻璃瓶或聚乙烯瓶中。23℃ 时，该溶液的 pH 值为 6.87。

3.2 pH4 的标准缓冲溶液

将 10.21g 邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KOOCC}_6\text{H}_4\text{COOH}$) 溶于水, 在容量瓶中稀释至 1 000mL。该溶液应保存于耐化学腐蚀的玻璃瓶或聚乙烯瓶中。23℃ 时, 该溶液的 pH 值为 4.00。

3.3 pH9 的标准缓冲溶液

将 3.814g 十水合四硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 溶于水, 在容量瓶中稀释至 1 000mL。该溶液应保存于耐化学腐蚀的玻璃瓶或聚乙烯瓶中, 并装有吸收二氧化碳的碱石灰管, 一个月更换一次溶液。23℃ 时, 新配制该溶液的 pH 值为 9.20。

注 1: 碱性缓冲溶液是不稳定的, 会从空气中吸收二氧化碳。当碱性缓冲溶液用作标定时, 其准确度可用 pH4 的标准缓冲溶液鉴定。

3.4 参比电解液: 3mol/L 的饱和氯化钾溶液。

4 仪器

普通实验室仪器以及:

4.1 pH 计: 输入阻抗至少为 $10^{12}\Omega$, 分辨率为 0.01pH, 并有温度补偿装置。

4.2 复合电极: 附有银参比电极和玻璃电极, 银参比电极包在同轴的玻璃电极外, 参比电极液靠化学惰性隔膜 (例如由聚四氟乙烯或玻璃制成的伸缩式护套) 和试样保持在电接通状态。这种电极由电极生产厂装配。

玻璃电极应由生产厂家推荐, 采用所需 pH 值范围的电极 (氯丁胶乳的 pH 值范围为 0 到 14)。

注 2: 电极在 pH 值为 0 至 11 之间呈线性关系, 当 pH 值超过 11 时, 可能会产生与钠离子浓度有关的碱性误差。

4.3 磁力搅拌器。

4.4 电极夹。

5 取样

按 SH 1149 规定的方法之一进行。

6 分析步骤

为了减少热和电的滞后效应, 应保证试样、电极、冲洗水和缓冲溶液的温度尽可能的相互接近。试样和缓冲溶液的温差不大于 1℃, 测定温度应为 $23^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ (热带地区为 $27^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$), 仪器中的温度补偿器应调至实际温度。

6.1 电极的维护

按厂家的使用说明书维护复合电极 (4.2), 特别应注意下面几点。

6.1.1 如填充孔上装有盖, 则应首先移去盖子, 然后再从填充孔向电极补加参比电解液 (3.4)。

轻轻取出安置的护套，清除掉胶乳沉积物，在护套复位前，让电解液滴出一滴。

在校定和测定前，先移去电解液填充孔上的盖子，参比电解液处于大气压下。

6.1.2 电极不用时，应将电极带接头浸泡在电解液中。

6.2 pH 计的校定

6.2.1 启动 pH 计 (4.1)，使电路稳定，按生产厂的使用说明书校定 pH 计。如果没有使用说明书，则按下面的步骤进行。

6.2.2 选择两种商品缓冲溶液，一种是 pH7 的标准缓冲溶液（即接近电极零点），另一种是高于或低于第一种约 3 个 pH 值，且与试样的 pH 值相当的标准缓冲溶液。如无商品缓冲溶液，则用适宜的方法配制（见 3.1、3.2 和 3.3）。

6.2.3 让缓冲溶液、试样和电极在规定的温度下达到温度平衡，记录该温度，并对 pH 计的温度进行修正，使其与记录的平衡温度相一致。

6.2.4 依次用水和 pH7 的标准缓冲溶液沿着电极的壁从上至下冲洗电极。

6.2.5 将足够体积的同一种缓冲溶液加入大小合适、洁净而干燥的玻璃或惰性塑料容器中，并置于磁力搅拌器 (4.3) 的平台上。将电极用电极夹 (4.4) 夹好浸入其中时，应注意保持电极中的参比电解液液面比缓冲溶液液面高 5cm（以防止电极污染）。

启动磁力搅拌器，轻轻搅拌缓冲溶液，待仪器读数稳定后，调节仪器定位调节旋钮，使仪器读数为缓冲溶液的 pH 值。取出电极，并倒出缓冲溶液。

6.2.6 依次用水和另一种标准缓冲溶液 [pH4 或 pH9] 冲洗电极。然后按 6.2.5 所述，将电极浸入一定量所选择的缓冲溶液中，待读数稳定后，调节仪器斜率调节旋钮，使仪器读数为缓冲溶液的 pH 值。取出电极，并倒出缓冲溶液。

确保电极斜率在 $-55.6 \sim -61.5 \text{ mV/pH}$ 单位，即理论值（ 23°C 时为 -58.57 mV/pH 单位）的 95% ~ 103%。

如果电极超出这个范围，则按照 6.1 规定的步骤进行维护。

6.3 试样 pH 值的测定

6.3.1 充分混合试样，以保证其均匀性。

6.3.2 依次用水和试样冲洗电极和测量用容器。取足够量的试样至另一个洁净而干燥的容器里，并按 6.2.5 所述，将电极浸入其中，轻轻搅拌试样。

待仪器读数稳定后，记录 pH 值。

立即用水冲洗掉电极上的所有胶乳，然后用脱脂棉或滤纸擦干电极。

6.3.3 重新取一份试样，按 6.3.2 规定，重复上述操作。

如新读数与第一次读数之差不超过 0.1pH 值，则完成测定。

如两次读数之差超过 0.1pH 值，则先要进行必要的全面检查，查出误差源后，再重新进行两次测定。

如果要连续进行一系列测定，则要按照 6.2 的规定，每隔 30min 或更短的时间间隔

对 pH 计重新校定一次，校定的频率，以逐次检验时发现的变化大小而定。

7 分析结果的表述

计算两次读数的平均值。

结果应表示至一位小数。

8 精密度

重复性 0.1pH；

再现性 0.2pH。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 测定温度；
- d) 试验结果和单位的表示；
- e) 在试验过程中观察到的任何异常现象；
- f) 本标准中未包括的任何自选操作；
- g) 试验日期。

第七节 合成胶乳高速机械稳定性的测定

Synthetic rubber latex—Determination of high – speed mechanical stability

SH/T 1151—92 (1998 年确认) idt ISO 2006 : 1985
代替 SH/T 1151—92

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度，并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了测定合成胶乳高速机械稳定性的方法。

本标准适用于粘度在 200mPa·s 以下的合成胶乳高速机械稳定性的测定。如果合成

胶乳的粘度高于 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ ，则应稀释。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH 1149—92（1998 年确认） 合成胶乳取样法（eqv ISO 123：1985）

SH/T 1152—92（1998 年确认） 合成胶乳粘度的测定（eqv ISO 1652：1985）

SH/T 1154—92 合成胶乳总固体含量的测定（eqv ISO 124：1985）

3 原理

高速搅拌胶乳试样，将形成的凝固物量看作胶乳机械稳定性的反向量度。

4 试剂

在分析过程中，应使用蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 皂液：5%（ m/m ）油酸钾溶液（ $\text{pH} = 10$ ）。对受油酸钾溶液作用而凝结的胶乳，应使用 5%（ m/m ）的其他合成阴离子或非离子表面活性剂溶液。

4.2 石蕊试纸。

5 仪器

5.1 机械稳定性测量装置的组成部件

5.1.1 胶乳容器：平底圆筒，至少高 100mm，内径 $58\text{mm} \pm 2\text{mm}$ ，壁厚约 2.5mm，内表面光滑，最好使用玻璃容器。

5.1.2 搅拌器：由长度足以达到胶乳容器（5.1.1）底部的垂直不锈钢转轴和叶盘组成。转轴从上到下，逐渐变细，到底端直径递减至约 6.3mm，叶盘由水平而光滑的直径为 $36.12\text{mm} \pm 0.03\text{mm}$ ，厚度为 $1.57\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$ 的不锈钢片构成，叶盘用一螺栓连接在锥形旋转轴的底端。在整个测试过程中，此装置应保持 $14\,000\text{r}/\text{min} \pm 200\text{r}/\text{min}$ 的搅拌转速，在此转速下转轴的偏移不应超过 0.25mm。

5.1.3 胶乳容器的托架：应保证搅拌轴的轴线与胶乳容器同心，搅拌叶盘的底面与胶乳容器底部内表面的距离为 $13\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 。

5.2 预过滤器

由平均孔径为 $180\mu\text{m} \pm 15\mu\text{m}$ 的不锈钢丝网构成。

5.3 测试过滤器

由平均孔径为 $180\mu\text{m} \pm 15\mu\text{m}$ 的不锈钢圆盘状丝网构成，干燥至恒定质量，精确称量至 1mg，并将其牢固地固定在两个等内径（25mm ~ 50mm）的不锈钢环之间。

6 取样和制样

6.1 取样：按 SH 1149 规定的方法之一取样。

6.2 制样：粘度按 SH/T 1152 的规定测定。如果胶乳粘度高于 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ ，则应稀释至 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ 或 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ 以下，但稀释后按总固体计的胶乳浓度下降不得超过 10%，总固体含量按 SH/T 1154 规定测定。

7 分析步骤

调节腔乳温度至 $25^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ ，经预过滤器（5.2）过滤后，转移 $50\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 胶乳至胶乳容器（5.1.1）中。

置容器于规定的位置，在商定的 $1\text{min} \sim 30\text{min}$ 的时间内搅拌胶乳，并确保搅拌器（5.1.2）的转速是 $14\,000\text{r}/\text{min} \pm 200\text{r}/\text{min}$ ，容器内胶乳温度的升高不应超过 60°C 、高度不应超过 100mm 。如果需要限制发泡，应将一种糊状聚硅氧烷消泡剂涂抹在容器内表面的上部周围。搅拌停止后立即移开胶乳容器，并用皂液（4.1）将搅拌轴和叶盘上的胶乳沉积物洗净，用皂液润湿测试过滤器（5.3）并将胶乳和洗液倒入测试过滤器中，使用皂液是为了确保全部胶乳和包括结皮在内的沉积物定量转移。用皂液冲洗测试过滤器上的残余物直至其不再含有胶乳，然后用水冲洗至冲洗液使石蕊试纸呈中性为止。小心移开含湿固体物的测试过滤器并用滤纸擦净底面，在 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥测试过滤器和凝固物直至经 15min 干燥后，直至相邻两次称量之差小于 1mg 。

8 分析结果的表述

胶乳的高速机械稳定性应以形成的凝固物占胶乳的质量百分数 x 表示，由下列计算公式给出：

$$x = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——凝固物的质量，g；

m_0 ——试样的质量，g。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 试验结果和表述方法；
- d) 胶乳是否经过稀释，测试胶乳时的总固体含量；
- e) 搅拌时间以 min 表示；
- f) 聚硅氧烷消泡剂的名称（如果使用）；
- g) 试验过程中观察到的任何异常现象；
- h) 本标准或引用标准中未包括的任何自选操作；
- i) 试验日期。

第八节 合成胶乳粘度的测定

Synthetic rubber latex—Determination of viscosity

SH/T 1152—92 (1998 年确认) eqv ISO 1652:1985

代替 SH/T 1152—92

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度，并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了合成胶乳粘度的测定方法。

本标准适用于合成胶乳粘度的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH 1149—92 (1998 年确认) 合成胶乳取样法 (eqv ISO 123:1985)

SH/T 1154—92 合成胶乳总固物含量的测定 (eqv ISO 124:1985)

3 原理

用旋转粘度计测定粘度，即测量浸入胶乳规定深度的特定转子，在以恒定的转动频率和低的剪切速率旋转时所产生的力矩。

对未稀释或稀释到所需总固物含量的胶乳均可进行测定。

4 仪器

4.1 L 型粘度计：适用范围 $0\text{mPa}\cdot\text{s} \sim 2\,000\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。由一个以恒定的转动频率驱动着的同步电机和转轴组成，转轴可连接不同形状和尺寸的转子。转子浸入胶乳至规定的深度时，在胶乳中旋转受到的阻力使转轴产生力矩，此力矩用一指针和一个刻有 $0 \sim 100$ 个单位的刻度盘指示。

L 形粘度计在满刻度偏转时，耗费的弹簧力矩为 $(67.37 \pm 0.07) \mu\text{N}\cdot\text{m}$ [$(673.7 \pm 0.7) \text{dyn}\cdot\text{cm}$]

转子应按图 5-3 和表 5-1 所给尺寸准确制造。

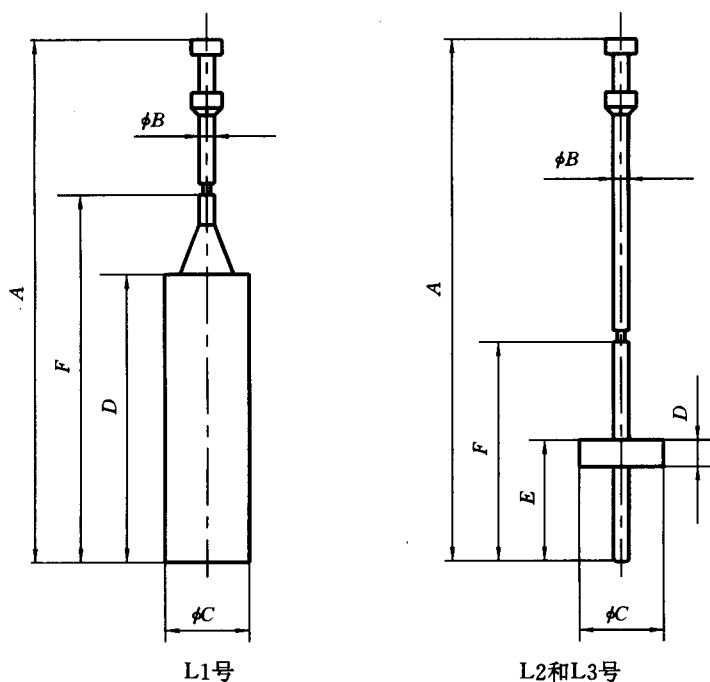


图 5-3 L 型粘度计的转子

表 5-1

转子尺寸

mm

转子号数	A ± 1.3	B ± 0.03	C ± 0.03	D ± 0.06	E ± 1.3	F ± 0.15
L1	115.1	3.18	18.84	65.10	—	81.0
L2	115.1	3.18	18.72	6.86	25.4	50.0
L3	115.1	3.18	12.70	1.65	25.4	50.0

电机壳上应装有气泡水平仪或酒精水准仪，以指示装在电动机轴上的转子是否垂直。

为保护转子，操作时应使用防护器，防护器由一个倒成圆角、弯成 U 形、截面积 $9.5\text{mm} \times 3\text{mm}$ 的矩形条钢做成，其水平部分与垂直部分通过内半径为 6mm 的圆弧连接。

当防护器牢固地连接在电机壳上时，防护器两个垂直部分的内表面距离为 $31.8\text{mm} \pm 0.8\text{mm}$ ，转子底部与防护器水平部分上表面间的距离为 10mm。

4.2 玻璃烧杯：内径至少为 85mm，容量至少为 600mL；

4.3 水浴：可控制在 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5 取样及制样

5.1 取样

按照 SH 1149 规定的方法取样。

5.2 制样

如果待测胶乳的总固物含量是未知的，则应按照 SH/T 1154 的规定测定总固物含量。必要时，可加入蒸馏水或纯度相当的水，将胶乳稀释到所需总固物含量。稀释时，应将水缓慢地加入胶乳中，轻轻搅拌混合物 5min，注意避免空气混入。

如果胶乳夹带空气，且其粘度小于 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ ，则应将胶乳在常温下静置 24h 以使气泡逸出。

如果胶乳内夹带空气但不含有其他挥发性组分，且粘度大于 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ ，则应将胶乳在真空下脱气，直至不再有气泡逸出。

试样应用孔径约 $500\mu\text{m}$ 的不锈钢筛网仔细过滤。

6 分析步骤

将制备好的试样倒入烧杯（4.2）中，然后将烧杯放入 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的水浴（4.3）中，慢慢搅拌试样直至其温度达到浴温，准确记录温度。立即将转子牢固地连接在电机轴上，将防护器牢固地装在粘度计（4.1）的电机壳上。小心插入转子和防护器至试样中，直至试样表面位于转子轴上凹槽的中间刻线处。应避免带入空气。转子应处于烧杯中心并与试样液面垂直。

选择粘度计的转速为 $60\text{r}/\text{min} \pm 0.2\text{r}/\text{min}$ 。开动粘度计的电机，按照仪器的操作说明取平衡读数，精确至刻度盘的分刻度单位。达到平衡读数，可能需经过 $20\text{s} \sim 30\text{s}$ 。

应使用能测量粘度的最小号转子。

7 分析结果的表述

取得读数后，用表 5-2 所示的相应的因子计算胶乳的粘度，以 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 表示。

表 5-2 0 ~ 100 刻度的读数换算成 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 所需的因子

转子号数	L1	L2	L3
因子	$\times 1$	$\times 5$	$\times 20$

8 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 1%。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 本标准的编号；
- 关于样品的详细说明；
- 试验结果和表述方法；
- 所用仪器及转子号数；

- e) 胶乳的总固物含量 (是否经过稀释);
- f) 试验温度;
- g) 试验过程中观察到的任何异常现象;
- h) 本标准或引用标准中未包括的任何自选操作;
- i) 试验日期。

第九节 合成胶乳凝固物含量的测定

Synthetic rubber latex—Determination of congulum content (sieve residue)

SH/T 1153—92 (1998 年确认)

equiv ISO 706 : 1985

代替 SH/T 1153—92

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度，并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了合成胶乳凝固物含量的测定方法。

本标准适用于合成胶乳中凝固物含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH 1149—92 (1998 年确认) 合成胶乳取样法 (equiv ISO 123 : 1985)

3 定义

本标准采用下列定义：

凝固物：即筛余物，指留在孔径为 $180\mu\text{m} \pm 10\mu\text{m}$ 的不锈钢网上的物质。这些物质由凝固的小块橡胶、胶乳结皮和粗粒的外来杂质组成。

4 试剂

在分析过程中，应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 表面活性剂溶液：5%（ m/m ）的水溶性乙氧基烷基酚溶液。

5 仪器

5.1 过滤器：用孔径为 $180\mu\text{m} \pm 10\mu\text{m}$ 的圆盘形不锈钢丝网制成。

5.2 不锈钢环：两个 25mm 至 50mm 的等内径环。

5.3 烘箱；能保持温度在 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 。

5.4 干燥器。

5.5 烧杯：容量为 600mL。

6 取样

按照 SH 1149 规定的方法之一取实验室样品。

7 分析步骤

称取 $200\text{g} \pm 1\text{g}$ 实验室样品（6）放入清洁的烧杯（5.5）中，再加入 200mL 表面活性剂溶液（4.1），充分混合。在温度为 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱（5.3）中，将过滤器（5.1）干燥至恒定质量，称量，精确至 1mg，记录该质量（ m_1 ）。牢固地将过滤器夹持在不锈钢环（5.2）之间。

注：如果过滤器不干净，则将其在沸腾的硝酸（ $\rho = 1.42 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ ）中浸泡 2min，然后用水洗净，烘干至恒定质量，并称量。

将胶乳和表面活性剂溶液的混合液倒入用表面活性剂溶液湿润过的过滤器中，用同种表面活性剂溶液冲洗钢丝网，直至网上无胶乳残留，再用 200mL 水冲洗。小心从夹持环上取下含湿润凝固物的过滤器，并用滤纸将过滤器底部擦干。

在 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱中将过滤器和凝固物烘 30min，取出，放入干燥器中冷却至室温，称量。再将其返回至 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 的烘箱中，烘 15min，取出，放入干燥器中冷却至室温，重新称量。重复此步骤，每次加热时间均为 15min，直至相邻两次称量之差小于 1mg。

8 分析结果的表述

凝固物含量以胶乳的质量百分数 x 表示，由下列计算公式结出：

$$x = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——试样的质量，g；

m_1 ——过滤器的质量，g；

m_2 ——过滤器加干凝固物的质量，g。

9 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 0.01 %。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 试验结果和表述方法；
- d) 试验过程中观察到的任何异常现象；
- e) 本标准或引用标准中未包括的任何自选操作；
- f) 试验日期。

第十节 合成橡胶胶乳总固物含量的测定

Synthetic rubber latex—Determination of total solids content

SH/T 1154—1999
eqv ISO 124 : 1997
代替 SH/T 1154—1992

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度，并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了测定合成橡胶胶乳总固物含量的方法。

本标准适用于合成橡胶胶乳总固物含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH 1149—1992 (1998) 合成胶乳取样法 (eqv ISO 123 : 1985)

3 原理

试样在规定的条件下加热干燥至恒定质量，称量加热前后试样的质量以确定总固物含量。

4 仪器

普通实验室仪器以及：

4.1 平底皿：无嘴，直径约 60mm；

4.2 烘箱：可恒温在 $70^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 或 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ；

4.3 真空烘箱：可恒温在 $125^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 和气压保持在 20kPa 以下；

4.4 分析天平：感量 0.1mg。

5 取样

按 SH 1149 规定的方法之一取样。

6 分析步骤

按照 6.1 或 6.2 规定的方法测定。

6.1 常压加热

称量已洗净、烘干、恒定质量的平底皿（4.1），精确至 0.1mg。向平底皿中加入 $2.0\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 的胶乳，称量，精确至 0.1mg。缓慢转动平底皿，使其中的胶乳覆盖整个皿底。必要时，可加入约 1mL 蒸馏水或纯度相当的水，并缓慢转动使蒸馏水与胶乳充分混合。

将盛有胶乳试样的平底皿，水平地放入烘箱（4.2）中，在 $70^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥 16h，也可以在 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2h 或直至试样白色消失。从烘箱中取出平底皿置于干燥器中冷却至室温，称量。再将其放回烘箱中干燥，如果干燥温度是 $70^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，则放置 30min；如果干燥温度是 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，则放置 15min。将平底皿从烘箱中取出并置于干燥器中冷却至室温，称量。重复上述干燥步骤，干燥时间仍保持 30min 或 15min，直至两次连续称量之差小于 0.5mg。

如果试样在 $105^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ 下干燥后，变得特别粘稠，则应在 $70^{\circ}\text{C} \pm 12^{\circ}\text{C}$ 下干燥或按照 6.2 的步骤重新测定。

6.2 减压加热

称量已洗净、烘干、恒定质量的平底皿（4.1），精确至 0.1mg。向平底皿中加入 $1.0\text{g} \pm 0.2\text{g}$ 的胶乳，称量，精确至 0.1mg。再向平底皿中加入约 1mL 蒸馏水或纯度相当的水，并缓慢地转动平底皿使蒸馏水与胶乳充分混合，确保胶乳覆盖整个皿底。

将盛有胶乳试样的平底皿，水平地放入真空烘箱（4.3）中。缓慢减压，以防止起泡和溅失，在气压低于 20kPa 和 $125^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥 50min，缓慢消除真空，从烘箱中取出平底皿并置于干燥器中冷却至室温后，称量。重复上述干燥步骤，且干燥时间保持

15min, 直至两次连续称量之差小于 0.5mg。

7 分析结果的表述

总固物含量 (TSC) 以质量百分数表示, 由式 (1) 给出:

$$\text{TSC} = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——试样质量, g;

m_1 ——干物质质量, g。

所得结果应表示至一位小数。

注: 大量测定表明, 减压加热 (6.2) 趋于给出稍微偏低的测定值, 但偏差不大于 0.1%。

8 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 0.2%。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 关于样品的详细说明;
- c) 所用干燥方法和温度的详细说明;
- d) 试验结果和单位的表示;
- e) 在试验过程中观察到的任何异常现象;
- f) 本标准中未包括的任何自选操作;
- g) 试验日期。

第十一节 合成橡胶胶乳密度的测定

Synthetic rubber latex—Determination of density

SH/T 1155—1999

eqv ISO 705: 1994

代替 SH/T 1155—1992

警告: 使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度, 并确保符合国家法规是使用

者的责任。

1 范围

本标准规定了温度在 5℃ 至 40℃ 下合成橡胶胶乳密度的测定方法。

本标准适用于合成橡胶胶乳。

制定本标准的目的是在不能直接称量胶乳的质量或不能控制实验室温度的地方，利用密度的测定来计算已知体积的胶乳质量。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH 1149—1992 (1998) 合成胶乳取样法 (eqv ISO123:1985)

3 仪器

3.1 密度瓶 (附温比重瓶): 容量 50mL, 附有带磨口的温度计及磨口玻璃帽。

3.2 恒温水浴: 温度可以调节, 控制温度精度 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 。

3.3 天平: 感量 1mg。

3.4 锥形瓶: 两个, 容量至少 200mL, 均配有橡皮塞。在橡皮塞上装有两根玻璃管, 一根短的是与洗耳球相联的入口管, 另一根是几乎伸到瓶底的导出管。

4 取样

胶乳样品应至少静置 24h 以保证空气泡逸出, 记录取样时胶乳的温度 θ , 按 SH1149 规定的方法之一取样, 注意不要混入空气, 并保证试样瓶装满胶乳。

5 分析步骤

取样后应尽快进行测定。

调节恒温水浴温度至 θ (见第 4 条), 轻轻搅动胶乳试样, 不要混入空气, 将适量的胶乳装入锥形瓶 (3.4) 中, 并置于恒温水浴中, 在另一个锥形瓶中装入刚制备的冷蒸馏水, 也置于恒温水浴中。

将清洁干燥的密度瓶 (3.1) 连同磨口玻璃帽和所附温度计一起称量, 精确至 1mg。将密度瓶塞上磨口温度计, 但不放磨口玻璃帽, 也把它置于恒温水浴中并浸至瓶颈。使密度瓶和两个分别装有胶乳和水的锥形瓶达到恒温水浴的温度, 此过程至少需要 20min。

用洗耳球从装胶乳的锥形瓶中先压出几毫升胶乳, 弃去, 然后再压入足够量胶乳到密度瓶中并使之完全装满, 塞上磨口温度计并立即将其顶部表面擦净 (建议用镜头纸擦)。注意不要使胶乳从毛细管中溢出。从恒温水浴中取出密度瓶, 立即盖上磨口玻璃

帽，尽快将密度瓶表面擦干，然后称量，精确至 1mg。

将密度瓶中胶乳倒掉，并用蒸馏水冲洗至无胶乳，如前所述，将密度瓶再浸入恒温水浴至瓶颈，用吸耳球从装蒸馏水的锥形瓶中将蒸馏水压入密度瓶内。在水浴中静置 5min。然后，倒掉密度瓶中的蒸馏水，再将密度瓶放回水浴中，用同样的方法将水重新充满密度瓶。立即盖上磨口玻璃帽。尽快将密度瓶表面擦干，然后称量，精确至 1mg。

6 分析结果的表述

恒温水浴温度下胶乳的密度 ρ 以克每立方厘米表示，由下列计算公式给出：

$$\rho = \frac{m_1 \rho_w}{m_w} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——密度瓶中胶乳的质量，g；
 m_w ——密度瓶中水的质量，g；
 ρ_w ——在水浴温度下水的密度，g/cm³（见表 5-3）。

表 5-3 在不同温度下水的密度

温度，℃	密度，g/cm ³	温度，℃	密度，g/cm ³
5	1.0000	23	0.9975
6	0.9999	24	0.9973
7	0.9999	25	0.9970
8	0.9998	26	0.9968
9	0.9998	27	0.9965
10	0.9997	28	0.9962
11	0.9996	29	0.9959
12	0.9995	30	0.9956
13	0.9994	31	0.9953
14	0.9992	32	0.9950
15	0.9991	33	0.9947
16	0.9989	34	0.9944
17	0.9988	35	0.9940
18	0.9986	36	0.9937
19	0.9984	37	0.9933
20	0.9982	38	0.9930
21	0.9980	39	0.9926
22	0.9978	40	0.9922

所得结果应表示至三位小数。

7 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 $0.001\text{g}/\text{cm}^3$ 。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 胶乳和水浴的温度；
- d) 试验结果和单位的表示；
- e) 在试验过程中观察到的任何异常现象；
- f) 本标准中未包含的任何自选操作；
- g) 试验日期。

第十二节 合成橡胶胶乳表面张力的测定

Synthetic rubber latex—Determination of surface tension

SH/T 1156—1999

eqv ISO 1409 : 1995

代替 SH/T 1156—1992

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度，并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了环法测定合成橡胶胶乳表面张力。

本标准适用于总固物含量为 $(40 \pm 1)\%$ (m/m)，且粘度小于 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$ 的合成橡胶胶乳。如果合成橡胶胶乳的总固物含量和粘度达不到上述要求，可进一步稀释试样。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SH 1149—1992 (1998) 合成胶乳取样法 (eqv ISO 123:1985)

SH/T 1152—1992 (1998) 合成胶乳粘度测定法 (eqv ISO 1652:1985)

SH/T 1154—1999 合成橡胶胶乳总固物含量的测定 (eqv ISO 124:1997)

SH/T 1155—1999 合成橡胶胶乳密度的测定 (eqv ISO 705:1994)

3 原理

将系在杜诺氏型 (du Nouy 型) 表面张力计上的一根水平悬浮的金属丝环浸入液体中, 然后慢慢拔出。当环离开液体表面前的那一瞬间, 所需的力达到最大值。此力用扭力天平、传感器或其他合适的测试仪器测定。

4 试剂

不含二氧化碳的蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 甲苯: 分析纯。

5 仪器

5.1 表面张力计: 附有额定周长为 40mm 或 60mm 的白金或铂-铱合金环 (分别相当于 6.37mm 或 9.55mm 的内半径)。

5.2 玻璃皿: 容量为 50mL, 内径至少为 45mm。

5.3 恒温槽: 温度可调节至 $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ (热带地区可调至 $27^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$)。

6 取样

按 SH 1149 规定的方法之一进行。

7 分析步骤

7.1 仪器准备

仔细地清洁玻璃皿 (5.2)。将表面张力计的环 (5.1) 先用水冲洗干净, 再放到酒精灯的氧化焰区灼烧, 处理表面张力计的环时, 应特别小心, 以免触摸或扭曲张力计环。在测定过程中, 要确保环与液面保持平行。

7.2 校正

按厂家的使用说明书, 用标准砝码或参比液 [水或甲苯 (4.1)] 仔细地校正张力计的标度, 以 mN/m 为单位记录标度。

7.3 样品制备

7.3.1 如果不知道合成橡胶胶乳样品的总固物含量和密度, 应按 SH/T 1154 和 SH/T 1155 规定的方法进行测定。若总固物含量超过 40%, 可用水将胶乳稀释至总固物含量为 $(40 \pm 1)\%$ 。若估计稀释后试样的粘度仍超过 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$, 则用 SH/T 1152 测定。必要时, 可进一步稀释试样, 直至粘度小于 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$, 并记录下最后的总固物含量。

注 1: 总固物含量稀释至 40% 对合成橡胶胶乳表面张力的影响基本上可忽略不计。在某些情况

下,可能需要测定总固体含量高的合成橡胶胶乳表面张力,对此只要合成橡胶胶乳粘度小于 $200\text{mPa}\cdot\text{s}$, 可按规定方法测定, 准确度几乎不下降。

7.3.2 将稀释后的试样盛入锥形瓶, 并置于恒温槽 (5.3) 里调至 $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ (热带地区为 $27^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$)。

7.3.3 用移液管从液面下取约 25mL 的试样 (7.3.2) 移至玻璃皿中, 用硬滤纸消除试样表面的空气泡, 立即测定表面张力, 避免因试样表面结皮而引起误差。

7.4 测定

测定过程中表面张力计不应受气流干扰。

7.4.1 将盛有试样的玻璃皿放在表面张力计环下方的可调平台上。按厂家的使用说明书调节仪器, 当环干燥和刻度盘读数为零时, 表面张力计悬梁应处于平衡位置 (悬梁上的指针与反射镜上的标线重合)。提升平台直至试样与环接触, 然后将环浸至试样液面下约 5mm 处。

7.4.2 调节平台螺旋, 使平台慢慢下降, 同时增加环金属丝的扭力, 均衡这两项调节, 使张力计悬梁保持其平衡位置, 当粘在环上的胶膜接近破裂点时, 操作更要缓慢。

7.4.3 如果使用自动张力计测定, 则需调节环浸至试样液面下约 5mm 处, 并调节玻璃皿的移动速率为 $10\text{mm}/\text{min}$ 。

7.4.4 记录环与胶乳分离前的那一瞬间的刻度盘上的最大读数 (这对于未稀释的高粘度橡胶胶乳尤为重要)。

7.4.5 在胶膜破裂之前, 立即再次升起玻璃皿, 重新将环浸入试样中, 重复测定; 如果胶膜破裂, 则按 7.1 规定的方法清洁环, 再进行重复测定。如此重复测定三次, 总共测定四次。

7.4.6 舍去第一次读数, 只取后面三次读数的平均值, 且三次读数中的最大值和最小值应与中值相差在 $\pm 0.5\text{mN}/\text{m}$ 之内。否则应重新测定。

注 2: 在 $20 \sim 30^{\circ}\text{C}$ 范围内, 合成橡胶胶乳表面张力温度系数为一 $0.1\text{mN}/\text{m}/^{\circ}\text{C}$ 。

8 分析结果的表述

8.1 用标准砝码校正

如果表面张力计用标准砝码校正, 试样的表面张力 (σ) 由下列公式求出, 用 mN/m 表示:

$$\sigma = MF \dots\dots\dots (1)$$

$$F = 0.725 + \sqrt{\frac{0.03678M}{R^2\rho}} + P \dots\dots\dots (2)$$

$$P = 0.04534 \frac{1.679r}{R} \dots\dots\dots (3)$$

式中: M ——刻度盘的读数值, mN/m ;

F ——系数；

R ——环的平均半径，mm；

ρ ——试样的密度，g/cm³；

P ——常数；

r ——环金属丝的半径，mm。

所得结果应表示至一位小数。

注3：对于每个试样，分别计算系数 F 没有意义。为了方便，本标准给出环金属丝额定半径为 0.185mm 的校正指数 $\Delta\sigma$ 及表面张力的简便计算方法（见附录 A）。

8.2 用参比液校正

如果表面张力计用参比液校正，试样的表面张力（ σ' ）由下列公式求出，用 mN/m 表示：

$$\sigma' = M' F' \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$F' = F\sigma''/M'' \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： M' ——刻度盘的读数，mN/m；

F' ——系数；

F ——按 8.1 计算；

σ'' ——参比液的已知表面张力，mN/m；

M'' ——参比液在刻度盘上的实际读数，mN/m。

所得结果应表示至一位小数。

9 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 1.0mN/m。

10 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 关于样品的详细说明；
- c) 试验温度；
- d) 最初试样和稀释后试样的总固物含量；
- e) 试验结果和单位的表示；
- f) 在试验过程中观察到的任何异常现象；
- g) 本标准中未包括的任何自选操作；
- h) 试验日期。

附 录 A
(提示的附录)
校 正 系 数

计算每次测定的校正系数比较费时，如果用带电子数据处理的张力计，结果可自动校正。否则建议从刻度盘的读数 M 中减去校正指数 $\Delta\sigma$ ，以表示试样的表面张力。

表 A1 和表 A2 给出周长为 40mm 和 60mm、环金属丝额定半径为 0.185mm 的环的校正指数。

表 A1 试样的表面张力——从刻度盘的读数 M 中减去校正
指数 $\Delta\sigma$ 。(张力计环周长为 40mm)

$M, \text{mN/m}$	20	30	40	45	50	55	60	65	70	72
$\rho, \text{g/cm}^3$	$\Delta\sigma, \text{mN/m}$									
0.85	2.8	3.2	3.1	2.9	2.0	2.2	1.7	1.2	0.6	0.3
0.95	3.0	3.5	3.5	3.4	3.2	2.9	2.6	2.1	1.6	1.4
1.05	3.2	3.8	3.9	3.9	3.8	3.6	3.3	3.0	2.5	2.4
1.15	3.3	4.0	4.3	4.3	4.3	4.1	3.9	3.7	3.3	3.2
1.25	3.4	4.2	4.6	4.7	4.7	4.6	4.5	4.3	4.0	3.9

表 A2 试样的表面张力——从刻度盘的读数 M 中减去校正
指数 $\Delta\sigma$ (张力计环周长为 60mm)

$M, \text{mN/m}$	20	30	40	45	50	55	60	65	70	72
$\rho, \text{g/cm}^3$	$\Delta\sigma, \text{mN/m}$									
0.85	2.5	3.3	3.9	4.1	4.2	4.3	4.3	4.3	4.2	4.2
0.95	2.6	3.5	4.1	4.3	4.5	4.7	4.8	4.8	4.8	4.8
1.05	2.6	3.6	4.3	4.6	4.8	5.0	5.1	5.2	5.3	5.3
1.15	2.7	3.7	4.4	4.8	5.0	5.3	5.5	5.6	5.7	5.8
1.25	2.7	3.8	4.6	4.9	5.2	5.5	5.7	5.9	6.1	6.1

第十三节 丁苯胶乳中结合苯乙烯含量的测定——硝化法

SH/T 1593—94

本标准参照采用国际标准 ISO 4655—1985《橡胶——补强丁苯胶乳——总结合苯乙烯含量的测定》中的“硝化法”。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了丁苯胶乳（SBRL）中结合苯乙烯含量测定的方法。

本标准适用于以聚苯乙烯或一种丁苯共聚物补强的丁苯胶乳中总结合苯乙烯含量的测定。

本标准也适用于非补强的丁苯胶乳。

2 引用标准

GB/T 8658 丁苯生胶中结合苯乙烯含量的测定 折光指数法

SH 1149 合成胶乳取样法

3 方法原理

凝聚、洗净和干燥试样，经硝酸硝化，使苯乙烯结构单元氧化成对硝基苯甲酸，再依次经乙醚和氢氧化钠溶液萃取分离后，用分光光度计在紫外光谱区定量测定对硝基苯甲酸含量。

4 试剂和材料

分析中使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 硝酸：密度 $1.43\text{g}/\text{cm}^3$ 。

应使用新鲜硝酸，陈硝酸硝化作用较差。

4.2 无水乙醚。

4.3 异丙醇。

4.4 氯化钠饱和溶液。

4.5 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 5\text{mol/L}$ 。将 200g 氢氧化钠溶于水中，稀释至 1000mL。

4.6 氢氧化钠溶液； $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 。将 4g 氢氧化钠溶于水中，稀释至

1000mL。

4.7 无水硫酸钠。

4.8 沸石屑。

4.9 参比丁苯橡胶：苯乙烯含量约 23.5% (m/m)，按 GB/T 8658 测定。

5 仪器、设备

5.1 锥形瓶：100mL 或 125mL，带有与球形冷凝器（5.2）相连的磨口。

5.2 球形冷凝器：具有与锥形瓶（5.1）相配的内插磨口接头。

5.3 分液漏斗：500mL。

5.4 分光光度计：备有 10mm 的石英比色池，能精确测定波长 260nm 至 290nm 范围内的吸光度。

5.5 砂浴或可调电炉。

6 取样及试样的制备

6.1 取样

按 SH 1149 规定的方法之一取样。

6.2 试样的制备

加 2~3mL 水稀释 5g 胶乳，用滴管将稀释的胶乳加入在强力搅拌下的约 23℃ 的 100mL 异丙醇（4.3）中，使其凝聚，轻轻倒出上层乳清。

在强力搅拌下加水洗涤凝固物，然后全部倒在布氏漏斗上，再用水洗涤后，将凝固物放在冷水中浸泡过夜。

倒出清水，再用异丙醇漂洗后，剪碎，放到表面皿上，置于 50℃ 真空干燥箱中烘干至恒重，在制备试样过程中要避免污染。

如果不能立即测定试样，应放在干燥器内置于阴暗处备用。

7 分析步骤

在使用硝酸和乙酸时，应防止皮肤与酸直接接触，乙酸萃取操作应在通风橱中进行。

7.1 称取干燥试样，精确至 0.0001g。其质量（以克计）乘以估计的苯乙烯百分含量等于 4.5，以保证待测试液的吸光度介于 0.3~0.8 之间。

7.2 将称量后的试样放入锥形瓶（5.1）中，加入 20mL 硝酸（4.1），再加入几粒沸石屑（4.8）。将锥形瓶置于冷的砂浴或电炉（5.5）上，并与球形冷凝器（5.2）连接，缓慢加热，避免氧化反应过于剧烈。待反应平稳后，剧烈回流至少 16h。

7.3 停止加热，冷却至室温。从冷凝器顶部加入 10~20mL 水，冲洗冷凝器，将锥形瓶从冷凝器上取下，冲洗磨口接头，冲洗液并入锥形瓶中。

注：仔细进行以下转移萃取操作是非常重要的，否则会影响测量精度。

7.4 将反应液转移至 400mL 烧杯中，并用少量水冲洗锥形瓶三次，冲洗液并入烧杯中，边旋动烧杯，边小心加入氢氧化钠溶液（4.5），用 pH 试纸测试溶液 pH 值，当 pH 值大于 1 后，再滴加硝酸调至溶液的 pH 值为 1。

7.5 溶液冷却至室温，将其转移至分液漏斗 A（5.3）中，加入 50mL 乙醚（4.2），充分摇荡分液漏斗，静置分层，将下面的水相放入原 400mL 烧杯（7.4）中。在该分液漏斗中加入 25mL 氯化钠溶液（4.4），放出几毫升至上述烧杯中，以清洗漏斗管颈，然后充分摇荡后，静置分层。将下面的水相放入原 400mL 烧杯中，乙醚相放入盛有 5g 无水硫酸钠（4.7）的 250mL 烧杯中。摇动盛有乙醚萃取液和无水硫酸钠的 250mL 烧杯，并将干燥后的乙醚萃取液转移到分液漏斗 B（5.3）中。

7.6 再用同样的方法萃取 400mL 烧杯中的水溶液两次，每次在分液漏斗 A 中加入 50mL 乙醚后，都放出几毫升到 250mL 烧杯中，以清洗漏斗管颈；各次乙醚萃取液仍用原 250mL 烧杯中的硫酸钠干燥。

7.7 干燥后的三次乙醚萃取液在分液漏斗 B 中混合，加入 50mL 氢氧化钠溶液（4.6），充分摇荡后，静置分层，将水相放入 250mL 容量瓶中。再用氢氧化钠溶液重复萃取三次，每次摇荡之前，应先放出几毫升新加的氢氧化钠溶液于容量瓶中，以冲洗前一次残留在分液漏斗管颈内的氢氧化钠萃取液。

7.8 将四次氢氧化钠萃取液合并并在 250mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液（4.6）稀释至刻度，摇匀。

7.9 用移液管吸取 25mL 萃取液（7.8）至另一 250mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液（4.6）稀释至刻度，摇匀，即成试液。

7.10 以氢氧化钠溶液（4.6）为参比液，用分光光度计在 265nm、274nm 和 285nm 处测定试液（7.9）的吸光度。如果吸光度高于 0.8，应减少萃取液（7.8）量重新制备试液。

8 吸收系数 K_1 、 K_2 、 K_3 的测定

8.1 为了得到更准确的分析结果，要用已知苯乙烯含量约 23.5%（ m/m ）的参比丁苯橡胶（4.9），对分光光度计进行校正。

8.2 称取约 0.19g 已剪碎的参比样，至少三份，精确至 0.0001g，按 7.2 ~ 7.10 条的规定进行。按 8.3 计算吸收系数 K_1 、 K_2 、 K_3 。

8.3 苯乙烯硝化产物在波长 265nm、274nm 和 285nm 处的吸收系数分别为 K_1 、 K_2 、 K_3 ，其值由式（1）给出：

$$K_i = \frac{\frac{A}{\rho_0} - K^1(1-x)}{x} \dots\dots\dots (1)$$

式中： K_i ——硝化苯乙烯在某一波长的吸收系数；

A ——参比试液在指定波长的吸光度；

ρ_0 ——参比样试液中试样的浓度, g/L;

K'_i ——聚丁二烯硝化产物的吸收系数, 在波长 265nm、274nm、285nm 处分别为 0.373、0.310、0.265;

x ——参比样中结合苯乙烯分数。

9 分析结果的表述

9.1 若有参比丁苯橡胶, 结合苯乙烯含量以质量百分数表示, 由式(2)给出:

$$\text{结合苯乙烯含量}(\%) = \frac{S_1 + S_2 + S_3}{3} \dots\dots\dots (2)$$

式中: $S_1 = (100A_{265}/\rho - 37.3) / (K_1 - 0.373)$;

$S_2 = (100A_{274}/\rho - 31.0) / (K_2 - 0.310)$;

$S_3 = (100A_{285}/\rho - 26.5) / (K_3 - 0.265)$;

ρ ——试液(7.9)中试样的浓度, g/L;

A_{265} 、 A_{274} 、 A_{285} ——试液在指定波长的吸光度;

K_1 、 K_2 、 K_3 ——按 8.3 确定的硝化苯乙烯吸收系数。

所得结果应表示至二位小数。

9.2 若没有参比丁苯橡胶, 结合苯乙烯含量以质量百分数表示, 由式(3)给出:

$$\text{结合苯乙烯含量}(\%) = \frac{S_1 + S_2 + S_3}{3} \dots\dots\dots (3)$$

式中: $S_1 = A_{265} \times 3.83/2.5\rho - 0.57$;

$S_2 = A_{274} \times 3.61/2.5\rho - 0.45$;

$S_3 = A_{285} \times 4.01/2.5\rho - 0.43$;

ρ ——试液(7.9)中试样的浓度, g/L;

A_{265} 、 A_{274} 、 A_{285} ——试液在指定波长的吸光度。

所得结果应表示至二位小数。

两种计算方法所得结果稍有差异。

10 允许差

平行测定的两个结果之差不大于 0.60%。

11 试验报告内容

- a. 采用标准;
- b. 样品的全部鉴定结果;
- c. 试验结果、所采用计算方法;
- d. 本测试过程中注意到的任何异常现象;
- e. 测定日期。

第十四节 丁苯胶乳中挥发性不饱和物的测定

SH/T 1594—94

本标准参照采用国际标准 ISO 2008—1987《丁苯胶乳——挥发性不饱和物的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了丁苯胶乳中挥发性不饱和物的测定方法。

本标准适用于丁苯胶乳中残留苯乙烯、丁二烯二聚物和其他不饱和物总含量的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

SH 1149 合成胶乳取样法

3 方法原理

将胶乳与甲醇一起蒸馏，蒸出的不饱和物，在酸性状态下与溴酸钾—溴化钾所游离出的溴起加成反应：



过量的溴与碘化钾作用析出碘，再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘：



从而计算出胶乳中残留不饱和物的含量。

4 试剂

本标准使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 甲醇：含有对—叔丁基邻苯二酚（TBC）0.01g/kg。

注：甲醇为有毒物质，易对视神经造成永久性伤害，容许浓度 200mg/m³。配制和操作应在良好的通风环境下进行。

4.2 硫代硫酸钠（Na₂S₂O₃）标准滴定溶液：c（Na₂S₂O₃）= 0.1mol/L。

4.3 硫酸溶液：18%（m/m）。

4.4 溴酸钾—溴化钾（KBrO₃—KBr）标准溶液：0.1mol/L。将 2.784g 溴酸钾（KBrO₃）

和 10.0g 溴化钾 (KBr) 溶于水中, 稀释至 1000mL。在过量碘化钾 (约 3g) 和 5mL 硫酸溶液 (4.3) 存在下用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (4.2) 标定。

4.5 碘化钾溶液: 10% (m/m)。

4.6 淀粉指示液: 10g/L。

5 仪器

5.1 蒸馏装置 (见图 5-4)

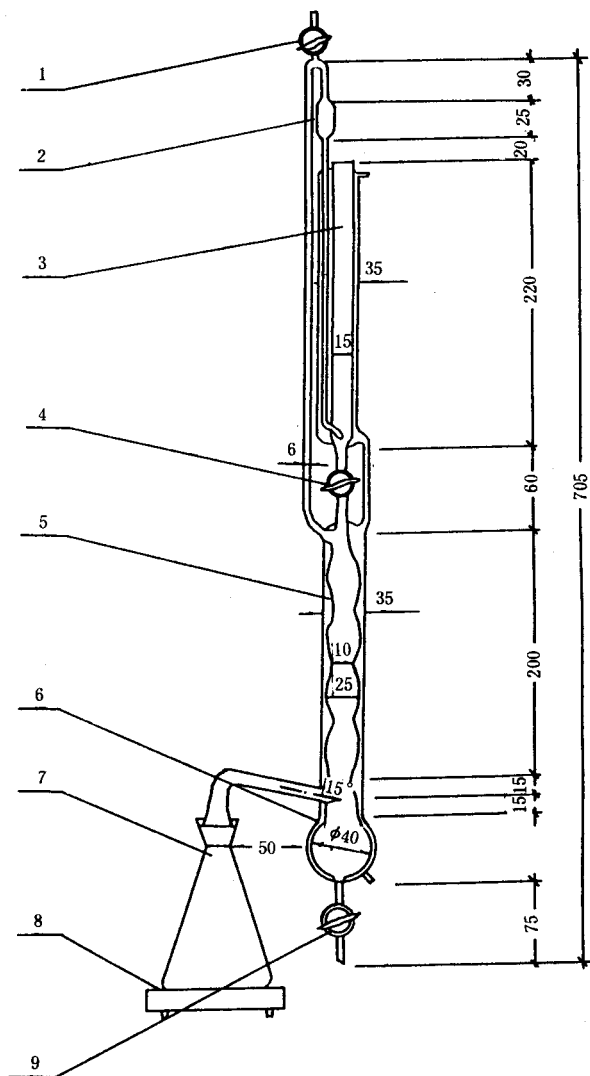


图 5-4 蒸馏装置图

1, 4, 9—考克、阀; 2—缓冲器; 3—吸收器; 5—冷凝器;
6—收集器; 7—碘量瓶; 8—调温电炉

5.2 磁力搅拌器。

5.3 调温电炉：1kW。

5.4 天平：感量 0.2g。

5.5 碘量瓶：250mL。

5.6 移液管：20、25mL。

5.7 棕色滴定管：50mL。

6 分析步骤

称取 $25.0 \pm 0.2\text{g}$ 胶乳于碘量瓶 (5.5) A 中, 依次加入 25mL 蒸馏水和 25mL 甲醇 (4.1), 将碘量瓶接至蒸馏装置 (5.1) 上, 在吸收器 3 中加入 20mL 甲醇。调整电炉 (5.3), 使蒸馏液保持微沸, 当收集器 6 中初馏液达 25mL 时, 开启阀 1 和阀 9, 将馏出液放入碘量瓶 B 中, 缓缓打开阀 4 使甲醇吸收液沿冷凝器管壁流下并入碘量瓶 B 中。

用滴定管加 20mL 溴酸钾 - 溴化钾标准溶液 (4.4) 于碘量瓶 B 中, 冷却至约 30°C 。迅速加入 15mL 硫酸溶液 (4.3), 塞上瓶塞, 用水封口后置于磁力搅拌器 (5.2) 上连续搅拌 2min。若淡黄色消失, 则再逐步加入溴酸钾 - 溴化钾标准溶液, 每次 10mL, 搅拌 2min, 直至淡黄色不消失为止。补加时, 用滴定管将溶液放入碘量瓶 B 的喇叭口里。松动瓶塞, 使溶液围绕瓶塞流入瓶里, 用水冲洗瓶封口。

将 10mL 碘化钾溶液 (4.5) 加入碘量瓶 B 的喇叭口里, 松动瓶塞, 使溶液围绕瓶塞流入瓶里, 用水冲洗喇叭口, 塞上瓶塞摇动后, 用水封口, 在暗处放置 10min, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (4.2) 滴定析出的碘, 出现微黄色后加入 1mL 淀粉指示液 (4.6), 继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 直至溶液呈无色。

用 25mL 蒸馏水代替试样, 与测定采用完全相同的分析步骤、试剂和用量 (标准滴定溶液的用量除外) 进行平行操作。

7 分析结果的表述

挥发性不饱和物 (以苯乙烯计) 的质量百分含量由下式计算:

$$\begin{aligned}\text{挥发性不饱和物}(\%) &= \frac{0.052c(V_1 - V)}{25.0} \times 100 \\ &= 0.208c(V_1 - V)\end{aligned}$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度, mol/L;

V_1 ——空白滴定所耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——试样滴定所耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.052——与 1.00mL 溴标准溶液 [$c(1/6\text{KBrO}_3) = 1.00\text{mol/L}$] 相当的, 以克表示的苯乙烯质量。

所得结果应表示至三位小数。

8 允许差

两次平行测定结果之差，当挥发性不饱和物含量小于或等于 0.05% 时不大于 0.005%；挥发性不饱和物含量超过 0.05% 到 0.10% 时不大于 0.008%。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a. 所用试验方法的引用标准。
- b. 有关样品的全部资料、批号、日期、采样时间和地点等。
- c. 在测定时观察到的任何异常的细节及自由选择的实验条件的说明。

第六章 橡胶骨架材料

第一节 骨架材料概述

由于橡胶的弹性大，弹性模量较低，在外力作用下极易产生变形。因此很多橡胶制品都必须用纺织材料或金属材料作骨架，以增加橡胶制品的强度和抗形变的能力。轮胎、胶管、胶带、胶鞋等绝大多数的橡胶制品都离不开骨架材料。

橡胶制品对骨架材料性能的要求是：强度高、伸长率适当、耐屈挠疲劳和耐热性能好、吸湿性小以及能与橡胶基质很好地粘合等。

一、纺织纤维的分类、主要性能参数及用途

纺织纤维的种类很多，总起来可分为天然纤维和化学纤维两大类。

纺织纤维	{	天然纤维——如棉、麻、毛、蚕丝、石棉和玻璃丝等	
		化学纤维 {	人造纤维——如粘胶纤维、醋酸纤维和酪素纤维等
			合成纤维——如锦纶、涤纶和维纶等

纺织纤维的主要性能参数有如下几个。

①细度 纤维的细度表示纤维粗细的程度，一般用支数或纤度表示。

②支数 单位重量的纤维所具有的长度。以每克重纤维的长度（米数）来表示。例如，1g 重纤维的长度为 100m 时，那么该纱的细度为 100 支，记作 100N。若纤维的密度相同时，支数越高，纤维越细。棉纤维的细度用支数表示： $N = \frac{L}{G}$ 。N 为支数，L 为长度（m），G 为重量（g）。

③纤度 单位长度的纤维所具有的重量，其单位为旦（记作 den）。纺织工业规定 9000m 长的纤维所具有的重量克数称为旦。例如，长度为 9000m 的一根纤维，若其重量为 1650g，则它的纤度为 1650 旦，记作 1650den。由此可见，旦数越大，纤维越粗。化学纤维的细度用纤度表示： $D = G/L \times 9000$ 。

④相对强度 它的单位用克力/旦（gf/den）表示。即每旦纤维被拉断时所能承受的最大力称为相对强度。纤维的相对强度在干燥条件下测定者叫干强度，在湿润条件下测

定者叫湿强度。

⑤回弹率 把纤维拉伸到一定的伸长率（一般为 2% ~ 5%），当外力除去后，在 60s 内形变恢复的程度称回弹率，以百分数（%）表示。回弹率越高，纤维的耐疲劳性能越好。

⑥初始弹性模量 是指纤维单位面积上产生单位形变所要的力，用公斤力/毫米²（kgf/mm²）表示。可见，模量值越大，表明纤维变形越困难。由于纤维的应力 - 应变曲线仅仅在开始的一段为直线，故初始弹性模量通常采用纤维伸长率为在 1% 时的应力值表示。

⑦吸湿率 纤维在 20℃ 下、相对湿度为 65% 时，测定的含水量称为吸湿率或称回潮率。

橡胶用纤维材料有用于轮胎、胶管等橡胶本身得到补强的材料，以及用于胶鞋和胶布等制品发挥纤维本来的用途，与橡胶粘合而纤维本身外露共同形成产品的补强材料。其种类很多，可根据使用目的进行选择。

纤维补强材料的主要作用是支承负荷和保持制品形状，而制品的本质性能则由基质橡胶（此时的基质一般是粒子分散补强橡胶）承担。

棉纤维是使用最早的补强材料，它与橡胶的粘性好，作为补强材料和外用材料均具中等特性。但是，合成纤维是目前的主流，用量最大的轮胎帘线基本都是尼龙或聚酯（子午胎多用钢丝帘线）。由于商品要求特性多样化和高度化，适宜于不同产品的纤维材料要根据其特性及经济性选择。橡胶使用的纤维材料主要有棉纤维、人造丝、聚酰胺纤维（又称尼龙）、聚乙烯醇纤维（又称维尼纶）、聚酯纤维、玻璃纤维、碳纤维、钢丝帘线等。

表 6 - 1 是关于各种纤维材料的主要用途。

表 6 - 1 各种纤维的主要用途

纤维名称	主 要 用 途	主 要 特 征
棉纤维	胶管、V 带、胶布	体积/价格
人造丝	乘用轮、胶布、胶管	强度/价格、体积、弹性模量
尼龙 6	卡车胎、输送带、胶布	强度/价格、韧性
尼龙 66	卡车及飞机胎、输送带、胶布	强度/价格、韧性
聚酯	乘用胎、V 带、胶管	强度/价格、弹性模量
维尼龙	输送带、胶管、胶布	强度/价格、弹性模量
聚芒酰胺	轮胎、胶管	强度、弹性模量
钢丝	卡车胎、乘用胎、输送带	强度、刚度、弹性模量
玻璃纤维	子午胎缓冲层、同步带	强度、刚度、弹性模量

二、主要纤维及其性能

1. 棉纤维 棉纤维在橡胶工业中的用量曾占主要地位，但目前它仅占纤维总用量的 5% 左右。棉纤维的强度较低，但延伸度、耐疲劳性及耐热性等较好，而且与橡胶的粘合比合成纤维容易，因此作为一种常见材料用于特殊用途。

棉纤维是一种天然纤维，其性能依产地而异，此外，在青黄不接时期存在着质量多少下降的问题，因此要注意其强度。棉纤维用作汽车轮胎帘线现已很少，多用作胶带及胶管等的骨架材料。此外，还用于布面鞋、聚乙烯基布的凉鞋、化学鞋，以及皮包和雨具等胶布制品。

2. 粘胶纤维 也称人造丝，使用继棉纤维之后，曾作为橡胶工业用纤维独占鳌头，但因其成本、强度及耐疲劳性等均处劣势，所以它的地位正在被尼龙代替。但是，由于子午线轮胎的普及和人造丝尺寸稳定性的提高，人造丝被其它纤维取代的期限得以延长，欧洲依然将其作为轮胎帘线的主要材料。日本的木材资源比较缺乏，人造丝供给不足，因此成本高。再有，其重视质量莫过于重视公害，所以不得不迅速转向聚酯纤维。

人造丝的历史已久，此间对其进行过许多技术改进。因此，现在的三超人造丝帘线的强度为普通人造丝的 1.2~1.3 倍；耐疲劳性为普通人造丝 1.3~1.4 倍。超高模数人造丝帘线是为子午线轮胎开发的，其特性是强度高、延伸率小、结晶性大。人造丝的缺点是耐水性差，在潮湿季节吸收空气中水分后强度降低，延伸率增大。人造丝被水完全淋湿时，其强度降低显著，因此，即使部分浸入水的也不可使用时。

3. 聚酰胺纤维 也称尼龙或锦纶，它的强度、韧性及疲劳性优异，价格也较便宜。因此，作为橡胶工业用纤维它的消耗量最大，约占总消耗量的 60%。特别在轮胎方面，人造丝的用量从 1950 年下半年开始大量使用，到 1965 年就居首位。

当前尼龙在轮胎方面发展的原因大概还是强度问题。尼龙的强度约为人造丝的 3 倍，而且相对密度小，因此，纤维用量少也可获得较强的结构体。另外，尼龙耐疲劳、耐冲击性能优异，但缺乏耐热性和尺寸稳定性。关于尼龙的耐热性，通过添加有效的抗热老化剂可以大大改善，但尺寸稳定性却没有改善。为防止轮胎在行驶中膨胀，对尼龙帘线进行热伸张是必须的；为了消除热收缩现象，轮胎硫化后充气工序是不可缺的。这些工序对人造丝来说都是不必要的，因为它会增加轮胎的生产成本，但对尼龙轮胎来说，它的利益远比付出的代价高。尼龙不能用于子午胎的缓冲层和 V 带等，其原因就是尼龙的尺寸稳定性差。

用于橡胶工业的尼龙品种有尼龙 6 和尼龙 66，日本主要用尼龙 6，而欧美主要用尼龙 66。但是，尼龙 66 的热特性优于尼龙 6。因此，近年来日本也重视发展尼龙 66。

4. 聚酯纤维 也称涤纶聚酯，是橡胶工业部门使用的主要纤维之一。聚酯的尺寸

稳定性优于尼龙，而且用于轮胎时不出现偏平点，它是作为轮胎帘线而出现的。聚酯的耐热、耐水性等也很优异，因此它还用于 V 带、输送带及胶管类产品。

聚酯的缺点是，它与橡胶的粘合比人造丝和尼龙等都要困难，目前仍然在研究改善。此外，橡胶中的聚酯纤维在某种条件下会出现水解和加胺分解，结果造成帘线老化，使强度降低，而降低程度依硫化促进剂和防老剂差异很大，因此要注意。

5. 聚乙烯醇纤维 也称维尼龙或维纶，它以帆布为主广泛用于工业部门。作为橡胶制品用织物，具有人造丝和尼龙中间性能的长纤维维尼纶多用于输送带帆布的经线，而其短纤维多用于胶管。

维尼纶的耐候性、耐腐蚀性优异，作为橡胶制品用布，其伸长率也比较适宜，而且容易与橡胶粘合。但是，维尼纶受热含水时性能变差。因此，用大分散系粘合剂对其进行处理时，要注意质量因干燥条件不同而极大降低。此外，维尼纶耐磨性很好，可用于运动鞋及其它鞋的鞋面。

6. 聚芳基酰胺 聚芳基酰胺纤维的强力和弹性都很高，杜邦公司的 Kelvar 是其代表。聚芳基酰胺纤维的强度为 2.8GPa，初始模数为 61GPa，与钢丝的 2.3GPa、200GPa 和聚酯的 1GPa、20GPa 等相比较，其性能应说是划时期性的。

聚芳基酰胺纤维的耐热性极为优异，热收缩也比较小，耐屈挠、耐冲击性也很优秀，适用于子午线轮胎和带束斜交轮胎的缓冲层、帘布层。聚芳基酰胺纤维的价格较高，但与钢丝帘线竞争还是一种可取的素材。

7. 钢丝 这是将高碳钢拉拔为约 0.1~0.4mm 粗的单丝，再经捻合成股的材料。钢丝的特点是强度大、延伸率和变形小，耐热性优异，因此多用于汽车轮胎、胶带和胶管。

诞生于欧洲的钢丝子午线轮胎，是与伴随高速公路网的完备、汽车性能的提高而要求高操纵性和经济性相配合的。这种轮胎的需求量在日本和美国均在不断增加。但是，钢丝子午线轮胎还有许多缺点，即重量大、生产管理困难、不耐坏路面、乘坐舒适性差及废胎翻新困难等。

今后，预计钢丝会与上述的聚芳基酰胺纤维竞争，但作为具有独特性能的钢丝帘线素材大概会确保它的地位。

8. 碳纤维 碳纤维是有机纤维经碳化而得的纤维状碳。碳纤维具有极高的弹性模量，近年来多用于制作高尔夫球杆、钓鱼竿及航空部件等纤维增强塑料（FRP）制品。

碳纤维在橡胶工业中几乎还没有实际使用，但今后它将用于要求低伸长和高尺寸稳定性的胶带、耐热性胶带、导电性胶带等带类制品。

9. 玻璃纤维 玻璃纤维是直径 5~9 μm 的细玻璃丝。其强度高，耐热、耐水、耐化学药品性优异。该纤维的特点是动态屈挠性和耐磨性差。玻璃纤维可用于子午线轮胎及带束斜交轮胎的缓冲层。此外，玻璃纤维的延伸度很小，尺寸稳定性优异，外力反复作

用不产生滞后现象，因此也部分地用于 V 带、同步传动带。

三、帘 布

帘布与普通的纺织物不同处是经线密度大，纬线密度很稀疏。经线承受制品的全部负荷，纬线仅起连结经线的作用，并保持经线均匀排列，使其不致于紊乱。

帘布主要用于轮胎和胶带制品中。因此要求帘布具有强度高、耐疲劳、耐冲击、伸长率尽可能低、耐热稳定性好、与橡胶粘着性好、耐老化及易加工等。橡胶工业中常用的帘布有棉帘布、粘胶丝帘布、合成纤维帘布和钢丝帘布。在选用帘布时，应依据制品的结构、使用条件和经济效果综合考虑。

1. 棉帘布 棉帘线的结构用棉纱的细度、每根帘线包含的股数和每股线所含纱的根数来表示。例如，37N/5×3，表示纱的细度为 37 支，5 表示每股线含 5 根细度为 37 支的纱线，3 表示每根帘线由 3 股线捻合而成。

棉帘布根据不同的用途分各种规格，用经线的密度和单根经线强度表示，一般是四位数字，如 1089、1088、8546 等。前两位数表单根帘线的强度（kgf），后两位数字表示该帘布每 10cm 距离内的经线密度（根数）。例如 1098 表示单根帘线的强度为 10kgf，每 10cm 帘布中有经线 98 根。帘布规格的完整表示为 1098×37N/5×3、1088×37N/5×3、8546×37N/5×3 等。

常用的帘布规格如表 6-2 所示。

表 6-2 几种常用的棉帘布规格

规 格	经线组织	拉伸强度 /MPa	伸长率/%	细度/mm	10cm 内密度/根	
					经 线	纬 线
1088	37N/5×3	1.0	14	0.80	88	8
1063	37N/5×3	1.0	14	0.80	68	16
1040	37N/5×3	1.0	14	0.80	40	30
1098	37N/5×3	1.0	14	0.82	98	8
1070	37N/5×3	1.0	14	0.82	70	16
9098	37N/5×3	0.9	14	0.83	98	8
9070	37N/5×3	0.9	14	0.83	70	16
8598	37N/5×3	0.85	14	0.83	98	8
8570	37N/5×3	0.85	14	0.83	70	16
8546	37N/5×3	0.85	14	0.83	46	32

棉帘布的强度低、耐热性差，多用于低速轮胎、农机轮胎及其它使用条件不高的制品中。

2. 粘胶帘布 这种帘布是由富强粘胶纤维织成的。帘线的强度较高，尺寸稳定性

和耐热性较好。粘胶帘线主要有以下品种：

强力粘胶帘线	强力约 1.1 ~ 1.3N	三超粘胶帘线	强力约 1.7 ~ 1.75N
一超粘胶帘线	强力约 1.4N	四超粘胶帘线	强力在 2.0N 以上
二超粘胶帘线	强力约 1.55 ~ 1.58N	超高模量粘胶帘线	强力在 2.4N 以上

目前二超型和三超型粘胶帘线应用广泛。

粘胶帘布的结构主要有：1650den、1650den/2、2200den、2200den/2 等几种。其中 1650den/2 和 2200den/2 分别表示由 2 根 1650den 和 2 根 2200den 的单丝捻成的帘线。这种帘布一般多用于乘用车胎、轻型载重轮胎、农机轮胎及其它制品。

(3) 锦纶帘布 目前常用的锦纶帘线规格有：

840den/2	强力约 1.4 ~ 1.5N	1680den/2	强力约 2.8N 以上
1260den/2	强力约 2.0 ~ 2.6N	1680den/2	强力约 4.1 ~ 4.2N

由于锦纶帘线的强度高、耐疲劳、耐冲击性能好，所以使用 840den/2 帘布制造轮胎时，8 层帘布相当于 10 层级棉帘布层；用 1260den/2 帘布制造轮胎时，6 层帘布相当于 10 层级棉帘布层。

锦纶帘布经处理后，其与橡胶的粘着性、尺寸稳定性和热稳定性均有所提高，但耐疲劳性有所下降。主要用于各种轮胎和胶带中。

(4) 涤纶帘布 这种帘布的特点是耐热和热稳定性好，伸长率较低，湿强力高，但耐疲劳性和强度不及锦纶帘布，而且耐老化性能较差，成本较高，与橡胶的粘合性也差，所以在橡胶工业中的应用不如锦纶帘布广泛。主要用于乘用车胎，也可用于飞机轮胎。

涤纶帘布的主要规格有：1000den/3、1000den/2、1100den/2 等。

(5) 维纶帘布 维纶帘布与橡胶的粘着性好，强度高，尺寸稳定性较好，成本低，但耐湿热性和耐疲劳性较差，生产操作困难（发硬）。这种帘布目前主要用于自行车胎、摩托车胎和小型农业机车胎等制品。

四、帆 布

帆布用的线比较粗，经纬线密度一般相同，其强度也相同。帆布是胶管和胶带等制品的骨架材料。

1. 棉帆布 帆布的结构和规格的表示方法与帘布相似，以经纬线的密度和单根线的结构来表示。例如 $118.4 \times 122.2 \times 36N/5 \times 5$ ，分别表示该帆布的经纬线密度为 118.4 根/10cm 和 122.2 根/10cm，线的细度为 36 支的棉纱 5 根组成一股，由 5 股捻成一根线。

如果经纬线的单根结构不同，则应予以分别标志，如 $21N/3 \times 21N/4$ ，表明经线和纬线的纱号不一样，前面的数字是经线结构，由 21 支的纱线 3 根组成，后面的数字是纬线结构，由 21 支的纱线 4 根组成。

棉帆布具有与橡胶的粘着性好、湿强度高、成本低等优点，在一些使用条件要求不高的橡胶制品中仍较广泛应用。

2. 粘胶帆布 全粘胶型帆布由于湿强度低等原因，在制品中的应用逐渐减少。多数的粘胶帆布是粘胶与锦纶或维纶交织而成的帆布，如粘胶（经线）/锦纶（纬线）交织型帆布。纬线采用锦纶可改善帆布的横向强度、伸长率和弹性，能增大胶带的成槽性和抗撕裂性能。

3. 锦纶帆布 一般分为锦纶帆布和锦纶与其它纤维的交织帆布两大类。锦纶帆布即经纬线都是锦纶线，一般长程高强度输送带多采用锦纶帆布。锦纶交织帆布分别是以锦纶作纬线以其它线作经线或以锦纶作经线的以其它线作纬线的交织而成的帆布。若以锦纶作纬线的交织帆布，则可利用锦纶的弹性好、伸长大、强度高特点，增大输送带的成槽性、横向柔软性、耐冲击抗撕裂和耐疲劳等性能，即避免经向伸长大的缺点又提高输送带的使用寿命。这种交织帆布中含有与橡胶粘着好的其它纤维线，就可不用浸胶乳处理。以锦纶作经线的交织帆布，便可充分发挥锦纶的高强度作用。

4. 涤纶帆布 这种帆布有全涤纶帆布和涤纶与其它纤维线交织的帆布。它们的尺寸稳定性好，在橡胶工业中的应用较多。

五、金属材料

橡胶工业中所用的另一种骨架材料是金属材料。一类是作为橡胶制品的结构配件，如模制品中的金属配件及胶辊铁芯等；另一种是作为橡胶制品的结构材料，如钢丝帘布、钢丝和钢丝绳等，钢丝不仅大量用于输送带，而且也用于高压胶管等。

钢丝的优点是：具有较高的拉伸强度；导热性好；耐热性优良和尺寸稳定性好。钢丝的强度受温度的影响很小，从图 6-1 可看出，当锦纶和粘胶丝已达到熔化点时，钢丝还能保持其原强度的 93%。钢丝的主要缺点是弹性和耐疲劳性较差，不易与橡胶粘合。

对钢丝的性能要求是：拉伸强度必须在 240kgf/mm^2 以上；镀层色泽均匀，并与橡胶有良好的粘着性能；表面必须清洁，无油污和其它污物；柔软性和耐疲劳性必须良好；必须保持平直，有挺性，不卷曲，不退捻，剪切后端头不松散。

在胶管中所使用的金属材料有单根钢丝、钢丝帘线和扁平钢丝。编织胶管和缠绕胶管一般使用不同直径的单根钢丝，输油胶管和挖泥船胶管是使用钢丝帘线，而部分大口径胶管是以扁平钢丝作骨架材料。表 6-3、表 6-4 为上海钢丝厂生产的胶管用钢丝、

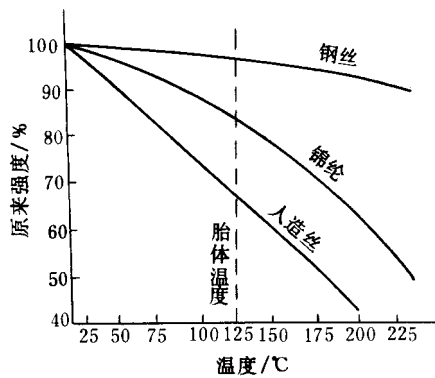


图 6-1 钢丝与其它纤维耐热性的比较

钢丝帘线的规格和性能。

表 6-3 编织及缠绕胶管用钢丝的规格和性能

直径/mm	破断力/kN	扭转 100D	打扣率	百米重/kg	用 途
0.30	2.40	30 次以上	> 60%	0.056	高压软管
0.40	2.40	30 次以上	> 60%	0.099	高压软管
0.50	2.20	30 次以上	> 60%	0.155	缠绕软管
0.60	2.20	30 次以上	> 60%	0.22	缠绕软管
1.60	2.00	30 次以上	弯曲 > 11 次	1.58	石油钻探管
1.80	1.90	30 次以上	弯曲 > 11 次	1.97	石油钻探管

表 6-4 高压胶管用钢丝帘线的规格和性能

直径/mm	帘线结构	破断力/kN (kgf)	百米重/kg	用 途
9.0	7×7×7×0.33	55.00 (5500)	26.3	排泥胶管
5.1	7×19×0.34	22.00 (2200)	10.3	排泥胶管
3.0	7×7×0.34	7.50 (750)	3.9	排泥胶管
1.2	7×3×0.2	1.60 (160)	0.53	高压缠绕胶管
0.96	7×3×0.16	1.05 (105)	0.34	高压缠绕胶管
0.60	3×9×0.15	0.50 (50)	0.16	高压缠绕胶管

胶带用钢丝包括钢丝绳和钢丝织物。钢丝绳可用于制造大型输送带、三角带、同步带、橡胶和聚氨酯胶带；钢丝织物多用于运输矿砂、水泥的胶带，而钢丝织物通常分有全钢丝织物，纤维纬线织物（经线为钢丝帘线，纬线为聚酯帘线）和纤维经线织物（纬线为钢丝帘线，经线为尼龙帘线）。表 6-5 ~ 表 6-7 为轮胎和胶带用钢丝的规格和性能。

表 6-5 同步带用钢丝绳

结 构	钢丝绳直径 /mm	捻距/mm	断裂强力/N	单位长度重量 / (g/m)
3×3 (0.04)	0.16	2.50	27.5	0.091
7×3 (0.06)	0.36	3.00	142	0.45
3×3 (0.10)	0.40	5.35	169	0.60
7×3 (0.08)	0.48	4.50	218	0.85
7×7 (0.06)	0.54	4.50	307	1.10
7×7 (0.10)	0.90	8.10	883	3.30

表 6-6 轮胎用钢丝绳帘线

结 构	钢丝绳帘线 直径/mm	捻距/mm	断裂强力/N	单位长度重量 / (g/cm)
4×3 (0.15)	0.70	8.1	555	1.72
3×3 (0.22)	0.88	8.1	814	2.83
3× (0.15) + 6× (0.27)	0.84	9.5	941	3.25
7×3 (0.185)	1.11	8.1	1290	4.90
1×3 + 5×7 (0.15)	1.20	12.7	1670	5.38
7×4 (0.22)	1.45	12.7	2410	8.60
7×7 (0.17)	1.53	12.7	2650	9.00
7×3 (0.30)	1.80	14.0	3090	12.4
3×7×3 (0.20)	2.40	18.0	4230	16.5
7×7 (0.25)	2.25	18.0	5110	19.9

表 6-7 输送带用钢丝绳

结 构	钢丝绳直径 /mm	捻距/mm	断裂强力/kN	单位长度重量 / (g/cm)
7×7 (0.26)	2.50	17.7	5.59	22.9
7×7 (0.35)	3.34	24.0	9.51	41.3
7×19 (0.21)	3.34	23.0	10.5	40.9
7×7×3 (0.23)	4.14	30.0	11.8	51.2
7×19 (0.255)	4.18	29.0	15.3	62.2
7×7×3 (0.27)	4.88	37.0	16.7	70.0
7×7×7 (0.21)	5.67	47.0	25.0	99.3
7×7×7 (0.26)	7.02	47.0	36.8	152
7×7×7 (0.35)	9.50	65.0	58.8	275
7×7×7 (0.45)	12.15	78.0	92.2	455

六、短纤维在橡胶工业中的应用

橡胶工业用来补强橡胶的短纤维是不可纺纤维，即纺织工业中的下料和再生胶工业

(废轮胎、废胶带中的织物)中的废纤维。利用短纤维补强橡胶是因为其加工工艺简便,使硫化胶具有较高的弹性模量、硬度、抗撕裂强度、耐溶胀性和减震等性能,所以国内外橡胶工业把短纤维用于制造胶管(耐压力不高的胶管)、胶带、轮胎胎面以及一些结构复杂的橡胶制品。

短纤维的种类:无机短纤维有玻璃纤维、石棉纤维、钢丝纤维等;有机短纤维有棉、麻、毛、丝和纤维素纤维、涤纶、锦纶、维纶、腈纶等。

影响短纤维补强橡胶的因素是短纤维的长径比、用量;短纤维在橡胶基质中的取向、分散;短纤维与橡胶基质的粘合;短纤维与胶料的混炼方法以及压出来实现短纤维的取向。

实验证明,短纤维的长度在10~15mm、长径比(L/D)在40~250间为好。在100份橡胶中,短纤维用量在15~30份之间,其混炼胶的硫化胶具有较高的硬度、定伸应力、撕裂强度和拉伸强度,但扯断变形和伸长率却最低。为了使短纤维在橡胶中分散均匀,断裂少且有一定的取向,最好先用密炼机混炼(各向异性不明显,且混炼时间短),然后再把胶料置于开炼机上,在辊距为1.5mm下提高辊温,进行混炼一段时间,这样利于短纤维的分散,从而提高了各向异性。硫化胶的纵向(L)物理机械性能都比横向(T)为好。

第二节 帘 子 布

一、棉 帘 子 布

Cotton cord fabrics

GB/T 330—94

代替 GB 330 ~ 331—81
GB 2434 ~ 2437—81

1 主题内容与适用范围

本标准规定了棉帘子布的产品品种、规格、技术要求、布面疵点评分、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于鉴定汽车、力车等各种轮胎用棉帘子布的品质。

2 引用标准

- GB 398 本色棉纱线技术要求
- GB 406 附件 本色棉布技术条件制订规定
- GB/T 2435 棉帘子布试验方法

3 名词术语

棉帘子布按经密多少分内、外、缓冲层三种织物：

内层帘子布 经密在 88 根/10cm 及以上。

外层帘子布 经密在 68 根/10cm 及以上。

缓冲层帘子布 经密在 46 根/10cm 及以下。

4 产品品种、规格

棉帘子布品种、规格分类见表 6－8。

表 6－8

品种编号	产品名称
特 10 □ □	特胎棉帘子布
10 □ □	大胎棉帘子布
90 □ □	中胎棉帘子布
85 □ □	小胎棉帘子布
72 □ □ □	力胎棉帘子布
55 □ □ □	力胎棉帘子布
35 □ □ □	力胎棉帘子布

品种编号第三、四、五位数以产品经向 10cm 内密度（根）表示。

5 技术要求

5.1 技术要求项目

棉帘子布的技术要求包括幅宽、匹长、经帘线特数、纬纱特数、密度、断裂强力、断裂伸长率、强力不匀率、伸长不匀率、帘线直径、初拈拈度、复拈拈度十二项。

5.2 分等规定

5.2.1 棉帘子布的品等分为一等品、合格品，低于合格品为不合格品。

- a. 表 2 中 1～7 项指标全部合格者为一等品；
- b. 表 2 中 5～7 项指标中存一项不符合者，降为合格品；
- c. 表 2 中 1～4 项指标中有一项不符合者，或 5～7 项指标中有二项不符合者，降为不合格品；

d. 表 2 中 1~7 项指标中存一项经初试不符合者，得对该不符合品等项目取双倍试样进行复试，以复试结果定等。

5.2.2 棉帘子布布面疵点，按卷检验评分定等，每卷帘子布评分总和低于标准分的为一等品，达到标准分为合格品，超过标准分为不合格。

5.2.3 棉帘子布的评等以卷为单位，幅宽、匹长、密度、布面疵点四项按卷评等，断裂强力、断裂伸长、强力不匀率、伸长不匀率、帘线直径、初拈拈度、复拈拈度七项物理性能指标按批评等。并以上述规定最低的品等作为该卷布的品等。

5.2.4 棉帘子布的代表性品种技术条件见表 6-9。

表 6-9

品种编号		特 1088	特 1068	特 1040	1098	1070	1046	9098	9070	9046	8598	8570	8546	8592	72102	72106	55106	35130
经 帘 线	tex × 股 × 股	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 5 × 3	27 × 4 × 3	27 × 4 × 3	27 × 3 × 3	27 × 2 × 3
	拈向	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS	ZZS
	初拈拈度 拈/m	800 以上	800 以上	800 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	700 以上	740 以上	800 以上
	复拈拈度 拈/m	400 以上	400 以上	400 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	350 以上	370 以上	400 以上
纬纱 tex		27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28	27 或 28
幅宽 cm		91.5	91.5	91.5	91.5	91.5	91.5	91.5	91.5	91.5	91.5	91.5	91.5					
		130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	130 ₊₃	91.5 ₊₃	91.5 ₊₃	91.5 ₊₃	91.5 ₊₃	91.5 ₊₃
		140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	140 ⁻¹	130 ⁻¹	130 ⁻¹	130 ⁻¹	130 ⁻¹	130 ⁻¹
		147	147	147	147	147	147	147	147	147	147	147	147					
卷长 m		180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2	180 ± 2
总经数 根		806	622	366	898	642	422	898	642	422	898	642	422					
		1 144 ± 2	884 ± 2	520 ± 2	1 274 ± 2	910 ± 2	598 ± 2	1 274 ± 2	910 ± 2	598 ± 2	1 274 ± 2	910 ± 2	598 ± 2	842 ± 2	934 ± 2	970 ± 2	970 ± 2	1 190 ± 2
		1 232	952	560	1 372	980	644	1 372	980	644	1 372	980	644	1 196	1 326	1 378	1 378	1 690
		1 294	1 000	588	1 442	1 030	676	1 422	1 030	676	1 442	1 030	676					
密度	经向 根/10cm	88 ⁺¹ ₋₂	68 ⁺¹ ₋₂	40 ⁺¹ ₋₂	98 ⁺¹ ₋₂	70 ⁺¹ ₋₂	46 ⁺¹ ₋₂	98 ⁺¹ ₋₂	70 ⁺¹ ₋₂	46 ⁺¹ ₋₂	98 ⁺¹ ₋₂	70 ⁺¹ ₋₂	46 ⁺¹ ₋₂	92 ⁺¹ ₋₂	102 ⁺¹ ₋₂	106 ⁺¹ ₋₂	106 ⁺¹ ₋₂	130 ⁺¹ ₋₂
	纬向 根/10cm	8 ± 1	16 ± 1	30 ± 1	6 ₈ ± 1	8 ₁₀ ± 1	12 ₁₆ ± 1	6 ₈ ± 1	8 ₁₀ ± 1	12 ₁₆ ± 1	6 ₈ ± 1	8 ₁₀ ± 1	12 ₁₆ ± 1	6 ₈ ± 1	8 ± 1	8 ± 1	8 ± 1	12 ± 1
1 项	断裂强力 N/根 不小于	98	98	98	98	98	98	88	88	88	83.4	83.4	83.4	83.4	70.6	70.6	54	34
2 项	断裂伸长 率 %	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	14.0 ± 1.5	12.0 ± 2.0	12.0 ± 2.0	10.0 ± 2.0	9.0 ± 2.0
3 项	强力不匀 率 % 不大于	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	5.0	5.0	5.5	6.5
4 项	伸长不匀 率 % 不大于	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	7.0	7.0	7.0	8.0
5 项	帘线直径	0.80	0.80	0.80	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.81	0.71	0.71	0.60	0.50

续表

品种编号	特 1088	特 1068	特 1040	1098	1070	1046	9098	9070	9046	8598	8570	8546	8592	72102	72106	55106	35130
项	mm	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04	± 0.04

注：幅宽特殊规格由生产与使用双方协商决定。

6 布面疵点的评分

6.1 布面疵点检验条件

布面疵点检验必须符合以下规定：

- a. 检验时的照明光度为 $400 \pm 100 \text{ lx}$ ；
- b. 验布机的线速度为 $10\text{m}/\text{min}$ ；
- c. 棉帘子布布面疵点的检验，均以验布机上检验为准。

6.2 布面疵点评分

布面疵点按表 6－10 评分。

表 6－10

编号	疵点名称	疵点程度	评分	说 明
1	跳经	单根连续跳经长 30.1～50.0cm	3	①连续跳经系指整根经线未被纬纱交织，经线浮于布面或沉于底下。 ②测量方法：以跳起首末一根纬纱之间测量。如中间有一根纬纱交织时，不算连续跳经，应分别测量。 ③多根跳经分别评分
		单根连续跳经长 50.1cm 及以上	标准分	
2	经线松弛	重叠到相邻经线上一根	1	在机头半米内（木棍处）造成的重叠不评分
		重叠到相邻经线上二根	3	
		重叠到相邻经线上三根及以上	标准分	
3	经线起圈、弹簧线	扭曲成圈	1	①经线连续有二个及以上的起圈，按弹簧线评分。 ②机头半米内（木棍处）造成的扭曲不评分
		扭曲成圈叠到相邻经线一根	3	
		扭曲成圈叠到相邻经线二根及以上	标准分	
		弹簧线	标准分	
4	经线结头集中与大结头	布面 10cm×10cm 内 三股劈叉结头满 6 只及以上	5	①复拈线中的两股初捻线对接者。 ②经线的死扣、活扣都算大结头
		复捻线未分三股劈叉的大结头	标准分	

续表

编号	疵点名称	疵点程度	评分	说 明
5	断经、脱结	经线中一股初拈线断裂或脱结	5	
		经线断裂两股及以上初拈线或两股及以上初捻线脱结	标准分	①一根经线三股劈叉结头有两股及以上脱结。 ②一根经线断裂单纱根数在同一处达2/3及以上
6	飞花、回丝、杂物	粗于一根 $27 \times 5 \times 3\text{tex}$ 经线长 1.5cm	0.3	当粗度与长度两者都达到时，作为评分起点
		经线上拈入飞花、回丝或杂物大于经线大结头者	7	①大于经线大结头系指它的粗度或宽度，用 $27 \times 5 \times 3\text{tex}$ 粗度的经线三根并列在任意方向量都超过者（按“米”形测量四个方向）。 ②浮于布面的飞花、回丝、杂物同样评分。 ③凡在验布机检验面上能看出来的疵点（该疵点有部分遮藏在帘子布内）均需按实物大小评定
7	多、少股（包括单纱根数多、少）	多、少一根单纱累计每长 10m	1	50cm 为累计起点，不足者不予累计（适用于 $27 \times 5 \times 3$ 、 $27 \times 4 \times 3\text{tex}$ 帘子布）
		多、少二根单纱累计每长 5m	1	25cm 为累计起点，不足者不予累计（适用于 $27 \times 5 \times 3\text{tex}$ 、 $27 \times 4 \times 3\text{tex}$ 帘子布）
		经线多或缺股长 10 ~ 20cm 及以下	5	① $27 \times 5 \times 3\text{tex}$ 帘子布多、少股为 15 ± 3 根单纱及以上。
		经线多或缺股长 20.1 ~ 50.0cm	7	② $27 \times 4 \times 3\text{tex}$ 帘子布多、少股为 12 ± 3 根单纱及以上。 ③ $27 \times 3 \times 3\text{tex}$ 帘子布多、少股为 9 ± 2 根单纱及以上。
		经线多或缺股长 50.1cm 以上	标准分	④ $27 \times 2 \times 3\text{tex}$ 帘子布多、少股为 6 ± 1 根单纱及以上。 ⑤属于回丝拈入和脱结者达到多、少股程度，亦按此评分
8	油污、油经	油经每长 1cm	0.1	①铜绿线、铁锈线和油花线等一律按油经评分。
		油污在 1cm^2 及以下，每处	2	②测量方法：经纬向量其最宽 × 最长处。 ③经向和纬向，达到三根经线并列宽度时按油污论。
		油污面积大于 1cm^2 ，每处	5	④经向连续油污能截然分为两处者分别评分。 ⑤油经或油污未洗或未洗净都评分。洗至不再变色为洗净

续表

编号	疵点名称	疵点程度	评分	说 明
9	纬纱歪斜（弯曲）	经向最大距离 5.1 ~ 7.0cm	5	①在同一根纬纱上，以其最高点与最低点垂直距离测量。 ②机头 1m 内（木棍处）造成的纬斜不评分
		经向最大距离 7.1 ~ 10.0cm	7	
		经向最大距离 10.1 及以上	标准分	
10	接头尾长	初拈线结头的尾长超过 0.7cm，每只	0.1	①指浮于布面的初拈线结头尾巴。 ②露在布面的结头都应用手轻扶起测量。 ③一只初拈线结头尾巴其中单纱半数以上超过 0.7cm 者
11	小辫子	初拈线起扭成小辫子长 0.7 ~ 1.5cm，每只	0.5	测量时以小辫子实际长度为准
		初拈线起扭成小辫子长 1.5cm 以上，每只	1	
12	纬缩	纬缩浮于布面长于 0.7cm，每只	0.1	①织入布内者不算。 ②布边纬纱成圈，按纬缩评分。测量时成自然状态。 ③边纱未织入计算相同
		布面拖纱长于 2cm，每根	0.1	
13	螺旋拈	经线轻度螺旋拈累计每长 5m	1	①轻螺旋拈俗称小背股，形态为经线表面呈轻微凹凸状。 ②累计计算的起点长 50cm，不足不予计算。 ①严重螺旋拈俗称大背股，经线中有一股或两股无拈、少拈或特粗、特细以及有一般初拈线未拈入整根经线中，而呈藤状线或经线表面凹凸不平者。 ②严重螺旋拈中间有轻螺旋拈应分别计算。累计计算起点长为 10cm，不足不予计算。 ③单纱粗节而造成严重螺旋拈（指未达到评分的飞花粗节）每长 10cm 评 1 分。 ④三股结头造成的螺旋拈或其他结头不良每个评 1 分
		经线严重螺旋拈累计每长 10cm		
14	强弱捻	经线拈度过多或不足累计每长 5m	1	①经线拈度过多或不足系指比工艺设计规定捻度 $\pm 20\%$ 以上者。 ②累计起点为 30cm
15	错经	同股数累计每长 10m	1	①错 tex、错股、错纤维、错品种。 ②累计起点长为 5cm，不足不予计算
		不同股数累计每长 5m	1	

续表

编号	疵点名称	疵点程度		评分	说 明
16	布边经线重叠	每一交叉点		0.1	①布边经线松弛，重叠到布身经线起算（边线按每边两根计算）。 ②凹边（俗称勒边）一梭为一处
		布边过紧每长 50cm		1	
		凹边一处		1	
		布边经线重叠经向每长 1m		1	
17	布边经线过密	25mm	内层帘子布每长 1m	0.1	帘子布两端机头各 15m 内不评分
		内超过三根	外层帘子布每长 1m	0.3	
			缓冲层帘子布每长 1m	0.5	
18	稀缝	布面经向有明显稀缝，每处长 5cm		0.5	①经密 88 根/10cm 及以上，两根经线距离在 0.1cm 及以上者。 ②经密 68 根/10cm 及以上，两根经线距离在 0.2cm 及以上者。 ③经密 46 根/10cm 及以下者，两根经线距离在 0.3cm 及以上者。 ④帘子布两端各 2m 内不评分
19	经向成裂口	经向断纬长 5cm		1	①纬纱断裂成裂口是指规定长度内纬纱全部断裂。 ②长 15cm 以上，每长 5cm 加评 2 分
		经向断纬长 10cm		2	
		经向断纬长 15cm 及以上		5	
20	缺纬	经向长于 3cm 以上		1	缺纬从 1/4 幅起算
		经向长于 5cm 以上		5	
		经向长于 10cm 以上		标准分	
21	松坠成兜	布的边缘或中间松坠成兜 2.5cm 及以上		标准分	在验布机上以最低处与帘子布平面垂直距离计算
22	布卷成形不良	布卷两端布边参差不齐，凹凸超过 2.5cm		标准分	①紧靠木轴 0.5cm 厚度内不予计算。 ②掉边宽度超过 2.5cm 成喇叭形布的按此评分

注：一个疵点，如果适合几条评分标准，轻重又难于分别时则按其严重的规定评分。

6.3 布面疵点评分数

每卷布允许评标准分数按式（1）（2）（3）计算：

内层帘子布 标准分/m² = $\frac{\text{幅宽 (m)} \times \text{布长 (m)}}{15}$ (1)

外层帘子布 标准分/m² = $\frac{\text{幅宽 (m)} \times \text{布长 (m)}}{15} \times 80\%$ (2)

缓冲层帘子布 标准分/m² = $\frac{\text{幅宽 (m)} \times \text{布长 (m)}}{15} \times 60\%$ (3)

计算至小数一位，四舍五入取整数（式中“15”为常数）。

7 试验方法

按 GB/T 2435 执行。

8 检验规则

- 8.1 棉帘子布的验收和复验应按本标准规定和 GB/T 2435 试验方法规定的内容进行。
- 8.2 棉帘子布的布面疵点抽验数量，不少于总产量的 20%。
- 8.3 生产厂根据品质检验结果定等，在交货时，收货方应在货到后一个月内，对棉帘子布物理性能进行验收。
- 8.4 收货方发现棉帘子布有质量问题时，应立即通知生产厂派员前往，并保留该批产品，会同进行复验。
- 8.5 复验数量、取样部位
复验应任意抽取该产品的 5%，不得少于三卷帘子布。从抽取帘子布上取双倍试样（即按试验方法规定的试样数加倍），取样部位距布头不小于 2m，距布边不小于 200mm，对不符合品等项目分别进行复试。
- 8.6 复试结果处理
按复试结果判定该批帘子布的品等。
- 8.7 组织规格和布面质量的验收期，可延长到六个月。
- 8.8 棉帘子布的经密、纬密、幅宽、匹长、总经根数超过允许公差时，由帘子布生产厂与收货方协商解决。

9 标志、包装、运输、贮存

9.1 标志

9.1.1 标志应明显、清楚，便于识别。

标志内容应符合表 6-11 规定：

表 6-11

厂名		商标	
品种、编号		毛重	
幅宽		净重	
匹长		生产日期及批号	

续表

厂名		商标	
质量等级		每卷布的顺序号	
备注		切勿受潮	

9.1.2 每批帘子布必须附有质量说明书，其内容如下：

- a. 厂名；
- b. 品种编号；
- c. 制造日期；
- d. 帘子布物理性能试验结果；
- e. 质量等级标志。

9.2 包装

9.2.1 棉帘子布以卷为单位进行包装，内附产品标志卡一张，木棍应干燥并包裹防潮纸或塑料布一层。

9.2.2 供应近地者，棉帘子布外衬防潮纸或塑料布一层，外包装可用布包裹。

9.2.3 供应外地者，棉帘子布外衬防潮纸或塑料布一层，包装材料应保证棉帘子布品质不受损伤，并适于运输。

9.3 运输

9.3.1 运输装卸时应做到轻拿轻放，以免损伤棉帘子布，影响质量。

9.3.2 运输车箱应保持清洁、干燥，切忌与各种油类混装，以免沾污棉帘子布。

9.4 贮存

9.4.1 对棉帘子布贮存的要求：

a. 贮存场所：贮存棉帘子布的仓库应通风良好，防止过热过湿，以保证棉帘子布不霉烂变质，棉帘子布存放时间不得超过半年。

b. 贮存要求：棉帘子布不得在地上直接堆放，不能与其他药料、油料混放在一个仓库内。

9.4.2 在使用前不得将包装材料任意打开。

附 录 A

断裂强力 44N 时定荷伸长率

（参考件）

断裂强力 44N 时定荷伸长率，作为生产厂内控项目的参考指标，见表 A1：

表 A1

品种编号	44N 定荷伸长率 ,%	品种编号	44N 定荷伸长率 ,%
1098	7.0 ± 1	9046	7.5 ± 1
1070	7.0 ± 1	8598	8.0 ± 1
1046	7.0 ± 1	8570	8.0 ± 1
9098	7.5 ± 1	8546	8.0 ± 1
9070	7.5 ± 1	8592	8.0 ± 1

二、棉帘子布试验方法

Methods of testing cotton cord fabrics

GB/T 2435—94

代替 GB 2435—81

1 主题内容与适用范围

本标准规定了棉帘子布幅宽、卷长、经帘线、纬纱特数、密度、扯断强力、扯断伸长率、强力不匀率、伸长不匀率、帘线直径、初拈拈度、复拈拈度的测定。

本标准适用于棉帘子布织物的试验。

2 引用标准

GB 2543 纱线拈度试验方法

3 标准大气

试验用标准大气为温度 20 ± 2℃ ；相对湿度 65% ± 2%。

4 帘子布织物的幅度、匹长、密度的测定

4.1 帘子布幅宽的测定

4.1.1 定义

织物的总幅宽是织物最大的两边经纱间与织物长度方向垂直的距离。

4.1.2 测量原理

用钢尺在织物不同点测量宽度。

4.1.3 测量程序

在验布机上退绕帘子布的过程中，距布头不小于 2m，用钢尺垂直于布边测量帘子

布的宽度，均匀测量 5 次。

4.1.4 测量结果

以各次测量得的数字算术平均值即为该卷布的幅宽，数字精确至 0.1cm。

4.2 帘子布长度的测定

以织布机上计数器记录为准，精确至 0.25m，四舍五入取整数。

4.3 帘子布密度的测定

4.3.1 定义

密度是指在织物经向或纬向单位长度中所含有的纱线报数。

4.3.2 测量程序

4.3.2.1 经线密度的测定，应在验布机上退绕帘子布的过程中，距布头不小于 2m，距布边不小于 10cm 的同一纬向左、中、右 3 处，点数 10cm 的经线根数，精确至 0.5 根。

4.3.2.2 帘子布边线每边按两根计算。

4.3.2.3 纬纱密度的测定，应在验布机上退绕帘子布的过程中，距布头不小于 2m 的经向 5 处（各测定点间的距离大致相等），点数 10cm 内纬纱根数。

4.3.3 测量结果

以各次测量得的数字算术平均值表示，计算至小数二位，第二位四舍五入。

5 帘线的断裂强力、伸长率、拈度测定

5.1 帘线的断裂强力、伸长率测定

5.1.1 定义

5.1.1.1 断裂强力

在试样被拉伸至断裂的试验中所测得的最大拉伸力，以牛顿（N）表示。

5.1.1.2 断裂伸长率

在拉伸试验中试样拉伸至断裂时长度的增加值，以名义夹持长度的百分率表示。

5.1.2 测定原理

由适宜的机械方法，给予试样逐步增加的拉力，使其伸长，直至产生断裂，并指示出断裂时的最大拉力和伸长。

5.1.3 试样调湿

试验前试样应在标准大气条件下调湿 24h。

5.1.4 试验程序

5.1.4.1 每批帘子布的试验数量为 100 根帘线，要两端对接，防止拈度走失。

5.1.4.2 试验仪器采用单摆式强力试验机，上、下夹头距离为 250mm，下夹头的下降速度为每分钟 300 ± 5 mm。

5.1.4.3 帘线预加张力，见表 6-12。

表 6-12

帘 线 tex × 股 × 股	预加张力 g
27 × 5 × 3	100
27 × 4 × 3	80
27 × 3 × 3	60
27 × 2 × 3	40

5.1.4.4 断裂强力试验程序

5.1.4.4.1 一份试样的实测扯断强力由该份试样的全部试验值（试验时滑脱或在靠近夹头处断裂者剔除）的算术平均数表示，算术平均数计算至小数三位，第三位四舍五入。

5.1.4.4.2 在进行断裂强力试验前和试验后，分别把试样称重，求得试样两次称量的平均重量，作为烘前重量。

5.1.4.4.3 试样实际回潮率在 5% ~ 7% 范围内时，帘线实测平均断裂强力按式（1）修正：

$$P = P_s \times \frac{100 + 3.5 \times 6.5}{100 + 3.5 \times W_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：P——帘线在 6.5% 回潮率时的断裂强力，N；

P_s ——帘线实测平均断裂强力，N；

W_s ——试样实际回潮率，%。

计算至小数两位，第二位四舍五入。

5.1.4.5 断裂伸长率试验程序

5.1.4.5.1 帘线断裂伸长率试验和断裂强力试验同时进行；

5.1.4.5.2 采用强力试验机上的自动记录仪记录帘线负荷伸长曲线图，从负荷伸长曲线得实测断裂伸长；

5.1.4.5.3 帘线的实测断裂伸长由全部试验值的算术平均数表示。帘线的实测断裂伸长率按式（2）计算：

$$E = \frac{L_1}{L} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：E——帘线实测断裂伸长率，%；

L_1 ——帘线实测断裂伸长，mm；

L——试样原来长度，mm。

试样原来长度 L 为 250mm 时：

$$E = 0.4 \times L_1 \dots\dots\dots (3)$$

计算至小数二位，第二位四舍五入。

5.1.4.6 帘线强力不匀率和断裂伸长不匀率按式（4）计算：

$$H = \frac{2(\bar{X} - \bar{x})}{\bar{X}N} n \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

- 式中：H——不匀率，%；
 $\bar{X}$ ——全部试验值的算术平均数；
 $\bar{x}$ ——平均以下各试验值的算术平均数；
N——试验总次数；
n——平均以下试验值的次数。

试验值中有与平均数 $\bar{X}$ 相等者，不作为平均以下试验值计算，上式计算至小数二位，第二位四舍五入。

5.2 帘线的拈度测定

5.2.1 定义

- a. 拈度
纱线在一定张力下单位长度的拈数（拈/m）。
b. 拈向

纱线拈回形成的螺线倾斜方向，以大写字母 S、Z 表示。帘线拈向的表示方法是第一个字母表示单纱的拈向，第二个字母表示初拈拈向，第三个字母表示复拈拈向。

5.2.2 试样

每批帘子布试验数量 20 根。

5.2.3 试验仪器

拈度试验在 Y-331 型拈度机上进行，拈度机的夹距为 250mm，速度为 1 500 ± 50r/min。

5.2.4 拈向、拈度测定程序

- a. 拈向的测定：取长约 200mm 的试样，垂直放置，检查拈回螺线倾斜方向，与字母“S”中间部分一致的，为 S 拈，与字母“Z”中间部分一致的为 Z 拈。
b. 拈度的预加张力：帘线的预加张力按强力试验的规定，初拈线的预加张力，见表 6-13。

表 6-13

初拈线 tex × 股	预加张力 g
27 × 5	30
27 × 4	30

续表

初拈线 tex × 股	预加张力 g
27 × 3	20
27 × 2	15

c. 拈度的测定：先测定帘线的复拈拈度，然后剪去两根初拈线，测定留下的一根初拈线的拈度，并按测定前的初拈线实际长度修正为每米拈度。帘线的初复拈拈度取整数，计算至小数一位，四舍五入取整数。

6 帘线的直径测定

6.1 定义

二次曲线的一族平行弦的中点的轨迹是一条直线称为“直径”。

6.2 试样

每批帘子布试验数量为 20 根帘线。

6.3 试验仪器

用厚度计（暂以 0 ~ 10mm 一级精度百分表改制）进行测定，厚度计夹持盘直径为 30mm，E、F 夹持盘应密合，上夹持盘对帘线的加压重量为 18.0 g。

6.4 测定程序

- a. 帘线应轻轻拉直，不在破籽及棉结处测定；
- b. 用手将厚度计上杠杆按下后立即松开，缓冲器使上夹持盘缓缓落下，如无缓冲器，上夹持盘应从试样的 5mm 高度缓缓放下，使帘线不受任何冲击；
- c. 该数应精确至 1/100mm，不足 1/100mm 者不计。

6.5 测定结果

帘线直径以一份试样全部测定值的算术平均数表示，计算至小数三位，第三位四舍五入。

7 帘线的回潮率测定

7.1 试验仪器

用八篮烘箱测定回潮率，烘箱内控温范围为 105 ~ 100℃，试样在烘箱内烘至不变重量（不变重量指每隔 10min 的两次称重的重量变化不超过 0.025% ）。

7.2 计算公式

$$W_s = \frac{G_1 - G_2}{G_2} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：W_s——帘线实际回潮率，%；
G₁——试样烘前重量，g，称重精确至 0.01g；

G_2 ——试样烘后不变重量, g, 称重精确至 0.01g。

计算至小数三位, 第三位四舍五入。

8 44 N 定荷伸长率的测定

在强伸图上于 44 N 强力时测其定荷伸长, 计算方法同第 5.1.4.5 条。

附 录 A

物理试验分批规定和取样

(补充件)

A1 帘子布物理性能试验, 由生产厂根据产量进行分批, 每批帘子布必须同一品种、同一质量说明书交货验收。

A2 每批帘子布试样必须在两台或两台以上织机上随机抽样。取样部位在前一匹布织机头后和后一匹布织机头前, 距布边不小于 200mm 的地方, 试样长度不短于 500mm。

A3 取样时应防止沾度走失, 取样不得挑选, 但有严重疵点的线应剔除。

附 录 B

非仲裁性常规测定

(补充件)

B1 工厂定等试验、内部质量控制试验, 可采用在一般温湿度条件下, 快速测定帘线物理性能, 然后按式(1)换算修正试样的断裂强力。

B2 快速试验的试样应先在盛有干燥剂的吸湿缸中放置一定时间或电热烘箱低温(不大于 50℃)去湿, 使试样回潮率达到 5% ~ 7% 范围内时进行试验。

三、橡胶工业用棉帆布

Cotton canvas for rubber industry

GB/T 2909—94

代替 GB 2909—82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶工业用棉帆布的产品品种、规格、技术要求、布面疵点的评分、试验方法、标志、包装、贮存和运输。

本标准适用于鉴定有梭和无梭织机生产的橡胶工业用棉帆布的品质。

2 引用标准

- GB 398 本色棉纱线技术要求
- GB 406 附件 本色棉布技术条件制订规定
- FZ/T 10003 帆布织物试验方法
- ZB W04 006.2 温度与回潮率对棉及化纤纯纺、混纺制品断裂强力的修正方法 本色布断裂强力的修正方法

3 产品品种、规格

根据用户需要由生产部门制订。

4 技术要求

4.1 技术要求项目

橡胶工业用棉帆布的技术要求包括幅宽、密度、断裂强力、断裂伸长率、平方米干燥重量、布面疵点六项。

4.2 分等规定

- 4.2.1 橡胶工业用棉帆布的品等分为优等品、一等品、合格品，低于合格品的为不合格品。
- 4.2.2 橡胶工业用棉帆布的评等以匹为单位，幅宽、密度、布面疵点按匹评等，断裂强力、断裂伸长率、平方米干燥重量按批评等，并以六项中最低的品等为该匹布的品等。
- 4.2.3 分等规定如表 6－14。

表 6－14

项 目			标 准	允 许 偏 差	
				一 等 品	合 格 品
幅宽 cm	100 以下		按产品规格	± 1.2%	± 1.2% 以上 ~ ± 1.4%
	100 及以上			± 1.0%	± 1.0% 以上 ~ ± 1.2%
密度，根/10cm		经向	按产品规格	± 2.5%	± 2.5% 以上
		纬向		± 3.5%	± 3.5% 以上
断裂强力，N		经向	按设计规定	符合规定	－ 1.5%
		纬向		符合规定	－ 1.5%

续表

项 目			标 准			允 许 偏 差	
						一等品	合格品
幅宽 cm	100 以下		按产品规格	± 1.2%	± 1.2% 以上 ~ ± 1.4%		
	100 及以上			± 1.0%	± 1.0% 以上 ~ ± 1.2%		
断裂伸长率 ,%		重型	按设计规定	± 3.5	± 3.5 以上 ~ ± 4.5		
		轻型		± 3.0	± 3.0 以上 ~ ± 4.0		
平方米干燥重量 , g/cm ²		重型	按设计规定	± 40	± 40 以上		
		轻型		± 20	± 20 以上		
布面疵点评分（平均）, 分/m 不大于		评分限度 幅宽, cm	品等	符合一等品规定	符合合格品规定		
			一等品				
			合格品				
			100 及以下			0.25	0.50
		100 以上	0.30	0.60			

4.2.4 在达到一等品各项条件的基础上,符合下列条件评为优等品:

- a. 经向强力 重型 + 10.0%
 轻型 + 8.0%
- b. 布面疵点平均每米分数不大于以下规定：
- | 每米允许分数 | 幅宽 | 100cm 及以下 | 0.05 |
|--------|----|-----------|------|
| | 幅宽 | 100cm 以上 | 0.10 |
- c. 不允许有松紧边。

5 布面疵点评分

5.1 布面疵点检验条件

布面疵点检验必须符合以下规定：

- a. 检验时的照度为 $400 \pm 100 \text{ lx}$;
- b. 验布机的线速度不大于 20m/min 。

5.2 布面疵点评分

布面疵点按表 6-15 评分：

表 6-15

疵点类别	评 分 分 数				补 充 说 明
	1	3	5	10	
经向明显疵点	5 ~ 10cm	10 以上 ~ 30cm	30 以上 ~ 50cm	50 以上 ~ 100cm	①单根断经、松经、紧经 50cm 以上减半评分。多根松经、紧经划条评分。 ②错经 $\pm \frac{1}{2}$ 股及以上按断经减半评分，$\pm \frac{1}{2}$ 股以下 10m 评 1 分。 ③轧梭分股结头 2 个或 3 个作一个计，大结头每个评 3 分。 ④烂边 1 ~ 3cm 以下评 5 分，3cm 及以上评 10 分。脱结、断单纱形成疙瘩每只评 1 分。 ⑤凹边深 0.5 ~ 1cm 评 1 分。1cm 以上评 10 分。 ⑥松紧边 1m 评 1 分。 ⑦1cm 以上的深油渍、锈渍划条评分；分散的油疵 50cm 内有 10 只评 1 分，浅油线、油渍不评分。 ⑧拖纱 2cm 以下不评分。布边拖纱 3cm 以上要评分（连续二根作一根计）
纬向明显疵点	5 ~ 10cm	10 以上 ~ 30cm	30 以上 ~ 半幅	半幅以上	①双纬 10cm 以上评 1 分。 ②脱纬一梭口内有 3 根及以上 5cm 长评 5 分。 ③毛边 10cm 内有 5 根及以上评 1 分。 ④错纬：28 tex 的纬纱经向长 1cm：8 股及以上 ± 3 股、8 股以下 ± 2 股、3 股 ± 1 股评 1 分，原线 $\pm \frac{1}{2}$ 股以上评 5 分。 ⑤杂物（包括 5cm 以下的脱纬）达到 3 根纬纱粗度评 3 分。 ⑥纬缩经向 50cm 有 6 个评 1 分。 ⑦开车印半幅以上评 1 分，经缩浪纹（4 楞）按不明显横档评分

续表

疵点类别		评 分 分 数				补 充 说 明
		1	3	5	10	
横档	不明显	半幅及以下	半幅以上			
	明显			半幅及以下	半幅以上	
严重疵点						跳花 1cm 以下评 3 分

5.3 允许评分数的规定

5.3.1 每匹布允许评分数按下式计算：

每匹布允许总评分 = 每米允许评分数（分/m）× 匹长（m）

每匹布允许总评分有小数时，取舍成整数。

5.3.2 1m 中累计评分最多评 10 分。

5.4 疵点检验的规定

5.4.1 评分以布的正面为准。

5.4.2 距布边 1cm 以内的疵点。断经（沉纱）、错径、松紧经 50cm 评 1 分，其他疵点仍按规定评分。

5.4.3 区别横档明显不明显的规定：

5.4.3.1 横档疵点以最稀或最密处检验。

5.4.3.2 横档疵点区别明显不明显按表 6-16 规定。

表 6-16

25cm 内纬密差，根		标准纬密，根		36 ~ 80	81 ~ 110	110 以上
横档疵点						
不明显	密路			+ 2.0	+ 2.5	+ 3.0
	稀纬			- 1.5	- 2.0	- 2.5
明 显	密路			+ 3.0 以上	+ 3.5 以上	+ 4.0 以上
	稀纬			- 2.5 以上	- 3.0 以上	- 3.5 以上

5.4.4 不同名称、不同程度的疵点混在一起时，应分别评分加合计算。但在同一梭口或同一纱线上的疵点，应按严重一项评分。

5.4.5 布面上如出现在疵点分类中没有包括的疵点，可参照相似条文评分。

5.5 疵点的量计

5.5.1 测量疵点长度以经向或纬向最大长度量计。

5.5.2 经向疵点及严重疵点，长度超过 1m 的，其超过部分按表 2 再行评分。

5.5.3 划条评分的疵点,宽度以 0.5cm 为一条,超过 0.5cm 的每 0.5cm 为一条,其不足 0.5cm 的按一条计。

5.6 对部分疵点数量的限制

一等品中不允许有评 10 分的疵点存在。

5.7 疵点的修织要求

5.7.1 金属杂物织入,必须在织布厂剔除。

5.7.2 凡在织布厂能修织好的疵点,应一律修好后出厂。

5.7.3 帆布一律不得用水洗,否则作降等处理。

5.8 对疵点实行假开剪的规定。

5.8.1 帆布的假开剪,由供需双方协商决定。

5.8.2 少 5 根及以上的大稀弄、5 根及以上的破洞、豁边和跳花、不对接轧梭、3cm 以上的烂边六个疵点,必须在织布厂剪去。

6 试验方法

按 FZ/T 10003 执行。

7 检验规则

7.1 橡胶工业用棉帆布的验收和复验应按本标准规定内容进行。

7.2 橡胶工业用棉帆布的公定回潮率为 8%。

7.3 生产厂根据品质检验结果定等。在交货时,收货方应及时进行验收,如不验收,应即按付货方检验结果收货。

7.4 验收部门发现帆布的质量问题时,应及时通知生产厂,并保留该批产品,以便按标准规定共同复验。

7.5 复验数量

7.5.1 物理指标不得少于 3 匹。

7.5.2 布面疵点和长度不得少于交货总数量的 15%。

7.6 复验结果处理

7.6.1 物理指标不符合品等,即判定该批产品全部数量不符合品等。

7.6.2 布面疵点不符合品等率在 4% 及以内,按查出的实际匹数补偿差价。不符合品等率超过 4% 以上,按复验实际降等百分率折合全部数量计算,补偿品等差价。

7.6.3 长度数量不符合,多退少补。

7.7 短码布的数量,不得超过交货总数的 5%,或由供需双方协商处理。

7.8 帆布在橡胶厂加工过程中,如发现质量问题,由供需双方协商处理。

7.9 生产厂交货后,因运输、贮存、保管不良,使产品质量受到影响或发生变质,应由收货方负责。如原因不明时,由供需双方共同分析,查清原因,分清责任,由责任方

负责。

8 标志、包装、贮存和运输

- 8.1 标志应明显、清楚，便于识别。
- 8.2 帆布的包装，应保证质量不受影响，并适于运输。销售近段地区的帆布，包装要求可由供需双方协商确定。
- 8.3 贮存帆布的仓库，应干燥、通风，并注意做到先进先用，避免由于贮存时间过长而霉烂变质。
- 8.4 每匹帆布的首端应盖章或附标签。

标签内容符合以下规定（见表 6-17）：

表 6-17

厂 名			
品 名		经纬密度	
幅 宽		长 度	
品 等		生产日期或批号	

8.5 帆布包装上应刷有标志（见表 6-18）。

表 6-18

厂 名			商 标		
品 名		经纬密度		总长度	
重 量			体 积		
品 等			生产日期及批号		
备 注			切勿受潮		

8.6 每批帆布必须附有质量说明书（见表 6-19）。

表 6-19

厂 名			
品 名		经纬密度	
经纬向断裂强力		经纬向断裂伸长率	
1m ² 干燥重量		回潮率	
品 等		生产日期及批号	

附 录 A

各类布面疵点的具体内容

(补充件)

A1 经向明显疵点

断经、错经、松紧经、拖纱、大结头、凹边、烂边、秃边、松紧边、油经、油渍、锈渍、修整不良。

A2 纬向明显疵点

双纬、脱纬、错纬、纬缩、杂物、油纬、锈纬、毛边、开车印、经缩浪纹。

A3 横档

稀纬、密路。

A4 严重疵点

破洞、豁边、跳花、3cm 及以上的烂边、经向 5cm 整幅中有 15 个以上的轧梭结头、损伤布底的修整不良、霉斑、金属杂物织入。

附 录 B

对布面疵点的说明

(补充件)

B1 破洞

3 根及以上经纬纱共断或单断经纬纱，包括隔开 1~2 根好纱。

B2 豁边

边组织内 3 根及以上经纬纱共断或单断经纱，包括隔开 1~2 根好纱。

B3 跳花

3 根及以上经、纬纱相互脱离组织，包括隔开一个完全组织。

B4 断经

织物表面经纱断缺。

B5 错经

错纤维、纱特用错、多股或少股的经线织入布内。

B6 松紧经

单纱加拈成股线时张力不匀，造成经纱松紧不匀。

B7 拖纱

未剪去的纱头，拖在布面或布边上。

B8 大结头（结头包括正反面脱结、拈结、不结）

28tex10 股以上、58tex5 股以上的经线未分股打结的结头。

B9 毛边

边部被拉断或割断的纬纱织入布内（包括剑杆织机断续性脱套和喷气织布纬纱未喷入）。

B10 凹边

纬纱张力过大，布边凹陷深 0.5cm。

B11 烂边

边组织内单断纬纱（指纬纱连续被割断）。

B12 秃边

钢丝织边帆布连续性脱套。

B13 松紧边

指市边长度与布身长度平均每米相差 1.5cm 及以上的布边（每匹布平均测量 5 ~ 8 处。平均达到 1.5cm 以上的要降等）。

B14 油经

沾上油污的经纱。

B15 油纬

沾上油污的纬纱。

B16 油渍

织物沾上油污后留下的痕迹。

B17 锈经

沾上锈污的经纱。

B18 锈纬

沾上锈污的纬纱。

B19 锈债

织物沾上锈污后留下的痕迹。

B20 双纬

一梭口内有 2 根纬纱织入布内。

B21 脱纬

一梭口内有 3 根及以上的纬纱织入布内。

B22 错纬

错纤维、纱持用错、多股或少股的纬纱织入布内。

B23 纬缩

纬纱扭结织入布内。

B24 多极松经

多报经纱张力松弛织入布内。

B25 经缩浪纹

部分经纱受到意外张力后松弛，使织物表面呈现块状或条状的起伏不平。

B26 稀纬

纬密少于工艺标准规定。

B27 密路

纬密多于工艺标准规定。

B28 轧梭结头

轧梭后对接的结头。

B29 修整不良

布面被刮起毛、起皱不平。

B30 杂物织入

成团回丝、飞花、木质等杂物织入。

B31 霉斑

织物上有霉点。

附 录 C

用于常温测定织物断裂强力的湿度、回潮率修正
(补充件)

工厂定等试验，内部质量控制试验。可采用在一般温湿度条件下快速测定，然后用标准温度和回潮率换算的办法，以修正试样的强力，但试验地点的温湿度必须保持稳定。

C1 断裂强力修正公式

修正后的断裂强力 (N) = 实测断裂强力 (N) × 断裂强力修正系数..... (C1)

C2 断裂强力修正系数

按 ZB W04 006.2 执行。

附 录 D

代表性品种技术条件表

(补充件)

表 D1

编号	幅 宽 cm	匹长 m	纱特×股 (英是支数/股)		密 度 根/10cm		断裂强力 N/5cm×20cm (kgf/5cm×20cm) 不小于		断裂伸长 率 %		厚 度 mm	1m ² 干 燥重量 g/m ²	回潮率 %
			经 线	纬 线	经向	纬向	经 向	纬 向	经向	纬向			
102	81、91.5、 100、120、132	100±3	58×9 (10/9)	58×8 (10/8)	102	56	3530 (360)	1860 (190)	32	11	1.75±0.10	850	8.0
130－A	81、91.5 100、120、132	100±3	28×18 (21/18)	28×12 (21/12)	98	62	3530 (360)	1615 (165)	32	11	1.70±0.10	790	8.0
103－B	81、91.5 100、120、132	100±3	28×18 (21/18)	58×8 (10/8)	98	56	3530 (360)	1665 (170)	32	11	1.70±0.10	790	8.0
104	81、91.5 100、120、132	100±3	58×9 (10/9)	58×6 (10/6)	100	62	3430 (350)	1570 (160)	32	11	1.70±0.10	790	8.0
105	81、91.5 100、120、132	100±5	28×12 (21/12)	28×12 (21/12)	85	90	2055 (210)	2255 (230)	31	15	1.25±0.10	640	8.0
106	81、91.5 100、120、132	100±5	28×10 (21/10)	28×10 (21/10)	132	92	2450 (250)	2255 (230)	30	12	1.20±0.10	700	8.0
107	81、91.5 100、120、132	100±5	28×10 (21/10)	28×10 (21/10)	93	86	1960 (200)	1960 (200)	30	12	1.20±0.10	670	8.0
108	81、91.5 100、120、132	100±5	29×10 (20/10)	29×10 (20/10)	132	90	2450 (250)	2255 (230)	30	12	1.25±0.07	695	8.0
201	81、91.5 100、120、132	100±5	28×8 (21/8)	28×8 (21/8)	70	70	880 (90)	930 (95)	27	14	1.82±0.10	300	8.0
202	81、91.5 100、120、132	100±5	28×8 (21/8)	28×8 (21/8)	138	110	1910 (195)	1570 (160)	30	14	1.10±0.10	560	8.0
203－A	81、91.5 100、120、132	100±5	28×8 (21/8)	28×8 (21/8)	100	105	1570 (160)	1765 (180)	34	14	1.05±0.10	490	8.0
203－B	81、91.5 100、120、132	100±5	28×8 (21/8)	28×8 (21/8)	98	102	1470 (150)	1665 (170)	20	14	1.02±0.10	480	8.0
203－C	81、91.5 100、120、132	100±5	29×8 (20/8)	29×8 (20/8)	98	102	1470 (150)	1665 (170)	28	14	1.02±0.10	480	8.0
204	81、91.5 100、120、132	100±5	28×8 (21/8)	28×8 (21/8)	110	106	1665 (170)	1765 (180)	31	14	1.05±0.10	520	8.0
205	81、91.5 100、120、132	100±5	28×8 (21/8)	28×8 (21/8)	88	88	1275 (130)	1370 (140)	28	14	1.05±0.10	420	8.0
206－A	81、91.5 100、120、132	100±5	28×6 (21/6)	28×6 (21/6)	115	120	1370 (140)	1520 (155)	31	16	0.92±0.09	420	8.0
206－B	81、91.5 100、120、132	100±5	28×6 (21/6)	28×6 (21/6)	115	110	1370 (140)	1420 (145)	31	16	0.95±0.10	406	8.0
206－C	81、91.5 100、120、132	100±5	28×6 (21/6)	28×6 (21/6)	71	71	830 (85)	880 (90)	12	11	0.90±0.10	205	8.0
207－A	81、91.5 100、120、132	100±5	28×5 (21/5)	28×5 (21/5)	116	120	1075 (110)	1175 (120)	30	15	0.82±0.07	340	8.0
207－B	81、91.5 100、120、132	100±5	28×5 (21/5)	28×3+3 (21/3+3)	116	92	1075 (110)	1175 (120)	22	11	0.82±0.07	340	8.0

续表

编号	幅 宽 cm	匹长 m	纱特×股 (英是支数/股)		密 度 根/10cm		断裂强力 N/5cm×20cm (kgf/5cm×20cm) 不小于		断裂伸长 率%		厚 度 mm	1m ² 干 燥重量 g/m ²	回潮率 %
			经 线	纬 线	经向	纬向	经 向	纬 向	经向	纬向			
207 - C	81、91.5 100、120、132	100±5	28×5 (21/5)	28×5 (21/5)	115	110	1030 (105)	1125 (115)	21	17	0.85±0.07	325	8.0
208	81、91.5 100、120、132	100±5	28×5 (21/5)	28×5 (21/5)	114	116	1030 (105)	1125 (115)	27	17	0.80±0.07	320	8.0
209	81、91.5 100、120、132	100±5	28×5 (21/5)	28×5 (21/5)	105	100	930 (95)	980 (100)	23	15	0.82±0.07	300	8.0
210	81、91.5 100、120、132	100±5	28×5 (21/5)	28×5 (21/5)	157	123	1570 (160)	1370 (140)	32	17	0.90±0.09	420	8.0
211	81、91.5 100、120、132	100±5	28×4 (21/4)	28×4 (21/4)	134	126	980 (100)	1030 (105)	26	16	0.75±0.07	320	8.0
212	81、91.5 100、120、132	100±5	28×4 (21/4)	28×4 (21/4)	122	132	880 (90)	1075 (110)	24	15	0.75±0.07	270	8.0
213	81、91.5 100、120、132	100±5	28×4 (21/4)	28×4 (21/4)	155	135	1175 (120)	1075 (110)	28	15	0.75±0.07	325	8.0
214	81、91.5 100、120、132	100±5	28×3 (21/3)	28×3 (21/3)	169	161	880 (90)	930 (95)	28	15	0.70±0.05	300	8.0
215	81、91.5 100、120、132	100±5	28×3 (21/3)	28×3 (21/3)	150	160	830 (85)	880 (90)	25	14	0.68±0.05	265	8.0
216	81、91.5 100、120、132	100±5	28×3 (21/3)	28×3 (21/3)	136	126	635 (65)	685 (70)	17	13	0.65±0.05	220	8.0
217	81、91.5 100、120、132	100±5	28×2 (21/2)	28×2 (21/2)	163	170	490 (50)	585 (60)	14	13	0.50±0.05	185	8.0
218	81、91.5 100、120、132	100±5	28×2 (21/2)	28×2 (21/2)	152	150	450 (46)	510 (52)	12	12	0.50±0.05	170	8.0
219	100、132、135	100±5	28×3 (21/3)	28×4 (21/4)	260	98	1470 (150)	880 (90)	30	10	0.90±0.10	364	8.0
220	81、91.5 100、120、132	100±5	28×3 (21/3)	28×3 (21/3)	150	157.5	830 (85)	880 (90)	25	14	0.68±0.05	265	8.0
221	156、162、170	100±5	28×2 (21/2)	28×2 (21/2)	196.5	157.5	685 (70)	585 (60)	17	10	0.50±0.05	195	8.0

注：①编号用三位数字表示，第一位数字表示品种类别：1—重型帆布；2—轻型帆布，第二、三位数字表示顺序号。
②匹长、幅宽和断裂伸长率标准值也可根据用途要求，供需双方另行商定。

四、锦纶 6 浸胶力胎帘子布

ZB W59 001—90

1 主题内容及适用范围

本标准规定了锦纶 6 浸胶力胎帘子布的产品组织规格、技术要求、试验方法、验收规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于制造力车胎、摩托车胎所使用的锦纶 6 浸胶帘子布品质的鉴定和验收。

2 引用标准

- GB 6529 纺织品的调温和试验用标准大气
- GB 8170 数值修约规则
- GB 9102 锦纶 6 浸胶帘子布

3 技术条件

3.1 浸胶帘子布组织规格（见表 6－20）

表 6－20

序号	线密度和规格 项 目		930dtex × 1 (840D/1)			930dtex × 1 × 2 (840D/1 × 2)	
			A1 96133	A1 106133	A1 116133	A2 80133	A2 90133
1	经密	根/10cm	96 ± 1.5	106 ± 1.5	116 ± 1.5	80 ± 1.5	90 ± 1.5
2	纬密		10 ± 1	10 ± 1	10 ± 1	10 ± 1	10 ± 1
3	纬纱 (棉)	tex	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30
4	幅宽 , cm		133 ± 2	133 ± 2	133 ± 2	133 ± 2	133 ± 2
5	卷长 , m		L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)
6	布头	股数 (5 ~ 7 股)	玻璃纤维、棉纱 (或收缩率小的纤维)				
		纬密 , 根/10cm	45 ~ 55				
		长度 , cm	15 ~ 20				
序号	线密度和规格 项 目		1400dtex × 1 (1260D/1)			1870dtex × 1 (1680D/1 × 2)	
			B 76133	B 86133	B 96133	C 80133	C 90133
1	经密	根/10cm	76 ± 1.5	86 ± 1.5	96 ± 1.5	80 ± 1.5	90 ± 1.5
2	纬密		10 ± 1	10 ± 1	10 ± 1	10 ± 1	10 ± 1
3	纬纱 (棉)	tex	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30
4	幅宽 , cm		133 ± 2	133 ± 2	133 ± 2	133 ± 2	133 ± 2
5	卷长 , m		L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)	L (1 ± 1 %)
6	布头	股数 (5 ~ 7 股)	玻璃纤维、棉纱 (或收缩率小的纤维)				
		纬密 , 根/10cm	45 ~ 55				
		长度 , cm	15 ~ 20				

注：① L 表示浸胶布卷长，三联匹时 540m，四联匹时 720m 或供需双方协商确定的卷长。

② 帘子布代号规格中的“ A1 ”代表经线线密度 930dtex × 1，“ A2 ”代表 930dte × 1 × 2，“ B ”代表 1400dtex × 1。“ C ”代表 1870dtex × 1。规格代号中的数字代表经密和幅宽。

- 3.1.1 每卷帘子布中，每隔 180m 处根据用户要求可设有一标志作为用户分匹时用。
- 3.1.2 其他组织规格，可由生产厂和使用厂（双方）协商确定。
- 3.2 浸胶帘子布物理指标（见表 6－21）

表 6-21

公称线密度 项目 及 单位 等 级			930dtex × 1 (840D/1)			930dtex × 1 (840D/1 × 2)		
			优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
1	断裂强力	N/根	≥69	≥67	≥65	≥137	≥132	≥127
2	44N (4.5kgf) 定荷伸长率	%	—	—	—	8 ± 0.8	8 ± 1.0	8 ± 1.0
	33N (3.4kgf) 定荷伸长率		—	—	—	—	—	—
	22.6N (2.3kgf) 定荷伸长率		7.5 ± 0.8	7.5 ± 1.0	7.5 ± 1.0	—	—	—
3	粘着强度	N/cm	≥54	≥49	≥44	≥98	≥93	≥88
4	附胶量	%	4.20 ± 1.00	4.20 ± 1.20	4.20 ± 1.20	4.20 ± 1.00	4.20 ± 1.20	4.20 ± 1.20
5	断裂强力不匀率	%	≤4.0	≤4.5	≤5.0	≤3.5	≤4.0	≤5.0
6	断裂伸长不匀率	%	≤6.0	≤6.5	≤7.0	≤5.5	≤6.0	7.0
7	断裂伸长率	%	20.0 ± 2.0	20.0 ± 2.0	20.0 ± 2.0	22.0 ± 2.0	22.0 ± 2.0	22.0 ± 2.0
8	含水率	%	≤0.8	≤0.8	≤0.8	≤0.8	≤0.8	≤0.8
9	捻度	初捻	捻/m	210 ± 15	210 ± 15	280 ± 15	280 ± 15	280 ± 15
		复捻				280 ± 15	280 ± 15	280 ± 15
10	直径	mm	0.32 ± 0.03	0.32 ± 0.03	0.32 ± 0.03	0.52 ± 0.03	0.52 ± 0.03	0.52 ± 0.03
11	干热收缩率	%	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤4.0
公称线密度 项目 及 单位 等 级			1400dtex × 1 (1260D/1)			1870dtex × 1 (1680D/1)		
			优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
1	断裂强力	N/根	≥103	≥98	≥93	≥132	≥127	≥123
2	44N (4.5kgf) 定荷伸长率	%	—	—	—	8 ± 0.8	8 ± 1.0	8 ± 1.0
	33N (3.4kgf) 定荷伸长率		7 ± 0.8	7 ± 1.0	7 ± 1.0	—	—	—
	22.6N (2.3kgf) 定荷伸长率		—	—	—	—	—	—

续表

公称线密度 项目 及 单 位 等 级			1400dtex × 1 (1260D/1)			1870dtex × 1 (1680D/1)		
			优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
3	粘着强度	N/cm	≥69	≥64	≥59	≥83	≥78	≥74
4	附胶量	%	4.20 ± 1.00	4.20 ± 1.20	4.20 ± 1.20	4.20 ± 1.00	4.20 ± 1.20	4.20 ± 1.20
5	断裂强力不匀率	%	≤3.5	≤4.0	≤5.0	≤3.5	≤4.0	≤5.0
6	断裂伸长不匀率	%	≤5.5	≤6.0	≤7.0	≤5.5	≤6.0	7.0
7	断裂伸长率	%	20.0 ± 2.0	20.0 ± 2.0	20.0 ± 2.0	22.0 ± 2.0	22.0 ± 2.0	22.0 ± 2.0
8	含水率	%	≤0.8	≤0.8	≤0.8	≤0.8	≤0.8	≤0.8
9	捻度	初捻	捻/m	190 ± 10	190 ± 10	160 ± 10	160 ± 10	160 ± 10
		复捻						
10	直径	mm	0.43 ± 0.03	0.43 ± 0.03	0.43 ± 0.03	0.50 ± 0.03	0.50 ± 0.03	0.50 ± 0.03
11	干热收缩率	%	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤4.0

- 3.2.1 物理指标分批试验,按批评等,以同一经线筒子所生产的帘子布作为一批。
- 3.2.2 含水率以生产厂浸胶下机试验值为准(用户厂在拆包时含水率不大于2%)。
- 3.2.3 经线线密度 930dtex (840D) 以上控制 ± 33dtex (± 30D); 930dtex (840D) 及以下控制 ± 22dtex (± 20D)。
- 3.2.4 经线公称捻度如有特殊要求可由供需双方协商确定。
- 3.3 物理指标评等规定
- 3.3.1 表 2 中 1~3 项有一项不符合者降低到相应等级。
- 3.3.2 表 2 中 4~6 项有二项不符合者降低到相应等级。
- 3.3.3 表 2 中 7~11 项为生产厂内控指标。
- 3.4 外观质量评等标准(见表 6-22)

表 6-22

数 值 项目单位及范围			等 级		
			优等品	一等品	合格品
1	浆斑 只/卷	面积 0.5m ² 以上至 1cm ²	0 ~ 40	41 ~ 80	81 ~ 100
		1cm ² 以上至 4cm ²	0 ~ 10	11 ~ 20	21 ~ 30
		4cm ² 以上至 8cm ²	无	1 ~ 5	6 ~ 10

续表

项目单位及范围		数 值	等 级	优等品	一等品	合格品
2	粘并、浆膜，米/卷（大于 10 根经线起算）			0 ~ 10	11 ~ 30	31 ~ 50
3	脱结、断经，只/卷			0 ~ 3	4 ~ 5	6 ~ 7
4	单根经线公紧，米/卷			0 ~ 10	11 ~ 20	21 ~ 30
5	局部经线起圈重叠，次/卷（大于 5 根起算）			0 ~ 10	11 ~ 20	21 ~ 30
6	劈缝，米/卷（大于 50cm 起算）			无	0.6 ~ 2	2.1 ~ 5
7	稀缝，米/卷	经线之间宽度	大于 1.5mm 小于 3mm	0 ~ 40	41 ~ 80	81 ~ 120
8	布卷平整度，cm			双边小于 1cm	双边小于 2cm	单边小于 4cm 双边大于 2cm

3.5 外观质量评等规定

- 3.5.1 外观评等以每卷长 540m 为单位，不分阔狭布幅，不足或超过者按长度折算。
- 3.5.2 为提高帘子布利用率，凡帘布一端或中间出现上述外观降等者，生产厂可将疵点开剪剔除，余下短码布（不少于 150m）注明长度、重量，按实际评等。
- 3.5.3 布面上不允许有明显油污。
- 3.5.4 外观质量评等起点见标样样照。
- 3.5.5 用户在使用过程中，由于帘布边紧、边松、松兜而影响质量时，可通过双方协商解决。

3.6 综合质量评等规定

物理指标和外观布面质量品等不相同，则按两者中最低品等定等。

4 试验方法

4.1 试验室标准大气条件

- 温度：20 ± 2℃。
- 相对湿度：62% ~ 68%。

4.2 试样的制备

- 4.2.1 每批帘子布抽取试样一份。在样布上均匀取下六束帘线，从六束帘线中分出六根作粘着强度，二十根作捻度、直径试验，余下留作断裂强力、断裂伸长率、定荷伸长率、干热收缩、附胶量和含水试验用。
- 4.2.2 取样长度 600 ~ 650mm，取样部位必须距布边不小于 200mm。

4.2.3 取样时须戴纱手套，并防止帘线退捻，剪下试样要立即放入黑色塑料袋内密封。做断裂强力、断裂伸长率、定荷伸长率、干热收缩试验用试样须放入干燥器内平衡 20 ~ 24h。

4.3 断裂强力、定荷伸长率、断裂伸长率试验

4.3.1 仪器：YG 021 - 50 型单纱强力试验机或其他类似试验机，上下夹距 250mm，下降速度：300 ± 5mm/min。断裂强力的读数应在刻度尺的 20% ~ 75% 范围内，记录强力读数应精确至 1N。

4.3.2 试验仪器的检查：

4.3.2.1 强力机必须校正水平。

4.3.2.2 对准强伸刻度尺零位，与图纸数字进行比较。

4.3.3 方法

将帘线由下而上的夹入夹头内，并加上预张力，夹紧上下夹头。每次试验不得少于 30 根，帘线断裂在钳口处或打滑都应剔除。预加张力见表 6 - 24。

4.3.4 计算

4.3.4.1 定荷伸长率与断裂伸长率，由伸长曲线上求得，各试验值都以算术平均值表示。

4.3.4.2 断裂强力不匀率及断裂伸长不匀率的计算，按式 (1) 计算：

$$\text{不匀率}(\%) = \frac{2(\bar{X} - \bar{X}_1) \cdot N_1}{M \cdot \bar{X}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： $\bar{X}$ ——试验平均值；

M ——试验总次数；

$\bar{X}_1$ ——平均值以下平均；

N_1 ——平均值以下次数。

4.4 含水率和回潮率试验

4.4.1 仪器：Y802A 八篮恒温烘箱（温度允许误差 ± 2℃），快速天平 KS - 016A。

4.4.2 方法

回潮率的试验试样量为 20 ~ 40g（作为坯布修人重量用），含水率试验试样量为 6 ~ 10g（浸胶帘布下机取样用）。从车间取来之试样应立即进行本项试验，试验用快速天平称重后，即放入 105 ± 2℃ 的烘箱内烘 1.5h，取出称重。

4.4.3 计算

$$\text{回潮中}(\%) = \frac{A - B}{B} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{含水率}(\%) = \frac{A - B}{A} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： A ——烘前湿重，g；

B ——烘后干重, g。

4.5 干热收缩率试验

4.5.1 仪器：干热收缩测试仪（滑轮式干热收缩仪）、恒温烘箱（ $150 \pm 2^\circ\text{C}$ ）。

4.5.2 方法

将帘线穿入上面二只孔的左面一只孔，并用短锥形销塞紧，将帘线穿入滑轮槽孔，再穿入右面一只孔，用左手拉帘子线，使预加重锤升高，当提升到标尺上的零位与红色指示线相平时把长锥形销塞入左孔，试样长度 500mm，将试样放入已调到 150°C 的烘箱中烘置 30min，在热态下观测其在烘箱内收缩率（箱内收缩率按式（4）计算）。

4.5.3 计算

$$\text{干热收缩率}(\%) = \frac{L - L_1}{L} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： L ——帘线原长，mm；

L_1 ——热收缩后长度，mm。

4.6 附胶量试验

4.6.1 仪器

分析天平（感量千分之一克）、6B1 型磁性搅拌器、DZ60 型真空烘箱、电热恒温烘箱、干燥玻璃器皿、砂芯漏斗。

4.6.2 方法

4.6.2.1 将试样帘线并列剪成 1~2mm 左右长度，重量约为 1g，放入称量器中。

4.6.2.2 开盖将试样放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱中烘燥 2h，或放入真空烘箱中烘燥 50min 后取出在干燥器中停放冷却。

4.6.2.3 用减量法在天平上称 1g 左右，上述帘线移入 100mL 烧杯中，同时称砂芯漏斗备用。

4.6.2.4 在放有帘线的烧杯内先放进一根磁性拌棒，然后倒入 50mL 甲酸（浓度 85%），将有试样的烧杯放在磁性搅拌器上，加热搅拌 10~15min，试样完全溶解后将烧杯取下，钳出磁性拌棒，用少许甲酸洗净。

4.6.2.5 将溶解好的试样用已则重量的砂芯漏斗过滤，用 50mL 甲酸分二次洗涤，再用足量的无离子水冲洗过滤（小喷壶亦可），直至无白点为止。

4.6.2.6 把存有残渣的砂芯漏斗放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至恒重，取出放入干燥器中停放冷却 30min，然后正确称重。

4.6.3 计算

$$\text{附胶量}(\%) = \frac{W_1}{W - W_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： W ——总重量，g；

W_1 ——残渣重量(胶), g。

4.7 粘着强度(H 抽出力) 试验

4.7.1 仪器

J J C - 752 型双辊筒炼胶机 (160 × 320)。

25t 平板硫化机。

YG 021 - 50 型单纱强力试验机或其他类似强力试验机。

4.7.2 胶料配方(单付: g):

天然橡胶	100	硬脂酸	2	半补强炭黑	40
松焦油	3	氧化锌	4	防老剂 A	0.75
硫磺	2.5	防老剂 R D	0.75	促进剂 M	0.8
					共计 153.8

4.7.3 胶料存放

炼胶后存放 4h , 回炼后即可使用 , 胶料要保持清洁新鲜 , 不能沾有灰尘、油污。

4.7.4 方法

4.7.4.1 开启硫化机电源 , 将硫化机模具放在平板内预热 , 升温至 $136 \pm 2^{\circ}\text{C}$, 稳定 15min。

4.7.4.2 将胶料称 160 ~ 190g , 均匀剪成宽狭胶条各六根。

4.7.4.3 取出硫化模具 , 擦上少量润滑剂 (硅油)。

4.7.4.4 先把六条狭的胶料放在槽内 , 然后把吊上重锤的帘线埋入未硫化胶料中 , 再覆上胶料条盖上模盖 , 对齐四角。

4.7.4.5 将模具放入硫化机的平板内 , 关紧油泵阀 , 按动电钮加压至 9.8MPa (100kgf/cm²)。

4.7.4.6 硫化 50min 后 , 放开油泵阀 , 戴手套取出模具启盖 , 取出橡胶块。

4.7.4.7 试片在试验室中停放 4h , 修成 “ H ” 形 , 剪去多余胶料。

4.7.4.8 在强力试验机上进行粘着强度试验。

4.7.4.9 “ H ” 试片有缺胶、气泡、帘线压扁等缺陷应在试验前删除。

4.7.4.10 发现帘线未抽出就断裂 , 如数值在算术平均数以上者可算太 , 反之剔除。

4.7.5 “ H ” 试样规格 , 详见图 6 - 2。

4.7.6 计算

$$\text{粘着强度} = \frac{\sum T}{N} \dots\dots\dots (6)$$

式中: $\sum T$ ——测定值总和 ;

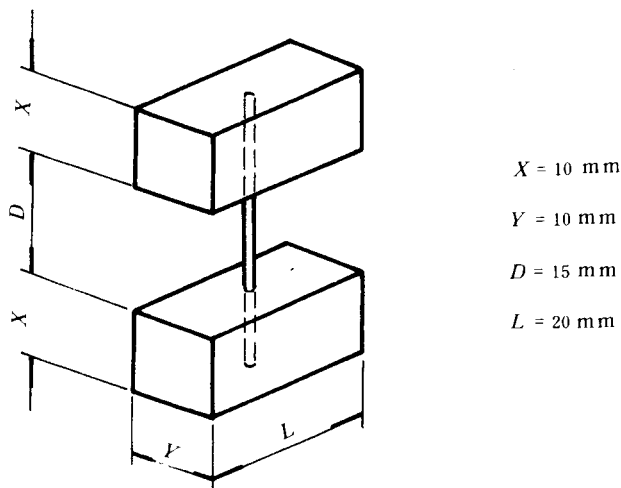


图 6-2 试样

$X = 10\text{mm}$ $Y = 10\text{mm}$
 $D = 10\text{mm}$ $L = 20\text{mm}$

N ——测定次数 (N 定为 16)。

4.8 直径试验

4.8.1 仪器

直径测试仪上测头直径 9.5mm，上下夹持盘应密合，帘线压力为 $170 \pm 2\text{cN}$ 。

4.8.2 方法

在测定时首先检查重锤吊钩与缓冲槽是否脱开（不允许相碰）和测试仪指针调整至零位，抬起高度不超过 $6 \pm 0.5\text{mm}$ ，下落时间 $3 \pm 0.3\text{s}$ 。帘线平直移入测盘居中位置，然后放下，待指针静止后读出数值，每次试样不得少于 10 根帘线，20 次，不在浆斑或结头处测试。

4.9 捻度试验

4.9.1 仪器

Y331 型捻度仪，夹距为 250mm。

4.9.2 试验方法

先检验仪器是否正常，夹纱距校正为 250mm，加预张力（见表 5）。试验时先将帘线一端在夹持器中夹紧，随即拉动帘线另一端，待指针在标尺“0”位时，再夹紧右夹持器，剪去帘线两端多余部分，注意捻向，启动电源，使帘线退捻，直至退尽为止。从读数盘上读出整数值。试验复捻、初捻捻度时，先测定复捻捻度，然后剪去一根初捻线取下预加张力的一半，再测定留下一根的初捻捻度，按测定前初捻实际长度修正至 250mm 捻度。

捻度 (捻/m) = $\frac{\sum T}{N} \times 4$ (7)

式中：Σ*T*——测定值总和；
 N——测定次数

4.10 线密度试验

- 4.10.1 重旦牵伸丝线密度试验在捻度机上进行，定长为 500mm，预加张力见表 5。
- 4.10.2 试样从重旦牵伸丝筒子上引出，夹入捻度机左右夹头内，使其捻度退尽后，量出 500mm 长度，用刀片齐二夹头边切断，每次测 20 根。
- 4.10.3 将试样放入试样盒内，在千分之一克感量的工业天平上称重，然后放入 105 ± 2℃ 的恒温烘箱内烘 1.5h，取出后放入干燥器内平衡 15min 后称得试样的绝干质量，然后按式 (8) (9) 计算到标准线密度 (计算到整数位)。

标准线密度 (D) = $\frac{W \times 9000 \times (1 + RC)}{L}$ (8)

标准线密度 (tex) = $\frac{W \times 1000 \times (1 + RC)}{L}$ (9)

式中：W——试样的绝干质量，g；
 RC——公定回潮率，%，锦纶为 4.5%；
 L——试样长度，m。

4.11 各项试验结果的计算精度

以下各项试验结果的计算精度按表 6-23 执行。

表 6-23

项 目	小数点后有效位数
断裂强力	整数
断裂强力不匀率，%	1
断裂伸长不匀率，%	1
断裂伸长率，%	1
定荷伸长率，%	1
含水率、回潮率，%	1
干热收缩率，%	1
附胶量，%	2
粘着强度 (H 抽出力)	整数

续表

项 目	小数点后有效位数
直径	2
线密度	整数
捻度	整数

注：保留数值执行 GB 8170 数值修约规则。

4.12 强伸性能、捻度、干热收缩试验预加张力规定

浸胶帘子线强伸性能、捻度、干热收缩试验预加张力为纤度（dtex）的 1/20cN 数。10cN 以下的数四舍五入（见表 6-24）。

表 6-24

线 密 度	预张力，cN
930dtex×1（840D/1）	40
930dtex×1×2（840D/1×2）	80
1400dtex×1（1260D/1）	60
1870dtex×1（1680D/1）	80

4.13 粘着强度试验吊锤重量规定（见表 6-25）

表 6-25

线 密 度	预张力，cN
930dtex×1（840D/1）	170
930dtex×1×2（840D/1×2）	340
1400dtex×1（1260D/1）	250
1870dtex×1（1680D/1）	340

4.14 各项物理指标测试次数（见表 6-26）

表 6-26

测 试 项 目	测 试 次 数
断裂强力、定荷伸长率、断裂伸长率	每批不少于 30 次
含水率和回潮率	含水：1 次/班；回潮：3~4 次/班
干热收缩率	不少于 2 次/周
附胶量	1 次/批

续表

测 试 项 目	测 试 次 数
粘着强度（H 抽出力）	16 次/批
直径	10 次/批
捻度	20 次/批
线密度	4~5 组/天（每组不少于 20 根）

5 验收规则

- 5.1 浸胶帘子布的验收、复验和仲裁均以本标准规定的各项条款为依据。
- 5.2 浸胶帘子布的收货方应在到货后一个月内，对帘子布的物理性能进行验收，如有不合格者，应立即通知帘子布生产厂会同复验。复验应任意抽取该批产品的总卷数 5% 范围，不少于三卷帘布，从抽取的帘布上取双倍试样（即按试验方法规定的试样根数加倍），取样部位应距布机头不小于 2m，距布边不小于 0.2m。
- 5.3 任何一方对复验结果有异议时，可请双方同意的仲裁机构加倍取样复验，其结果即为最终结果。复验费用由责任方负担。
- 5.4 粘着强度和外观质量有效期为浸胶日起六个月。
- 5.5 重量结算按未浸胶帘子布之干重加公定回潮率 4.5% 计算。

6 标志、包装、运输和贮存

- 6.1 浸胶帘子布的包装应保障品质不受损伤，并适于运输。标志应明确、清楚，便于认别，并保证标志和实物的一致性。
- 6.2 运销本市产品包装：木棍外包聚乙烯薄膜，帘子布外包牛皮纸、黑色聚乙烯薄膜或其他具有同等作用的材料，布卷两端放入无水防潮剂，要求密封，外面用布包扎，再用绳子扎牢。
- 6.3 运销外地产品包装：木棍外包聚乙烯薄膜，帘子布外包牛皮纸、黑色聚乙烯薄膜或其他具有同等作用的材料，布卷西端放入无水防潮剂，要求密封。外面用硬质瓦楞纸板和聚丙烯包布包扎牢，布卷两端装上硬质板或塑料板，最后用塑料带扎紧。
- 6.4 浸胶帘子布的标签上注明帘布品种规格、等级、生产厂名、重量、浸胶日期等，包外标明“防潮”、“禁止用钩”等标志。
- 6.5 每批帘子布应附有质量检验单。
- 6.6 帘子布装卸运输时应做到轻装轻卸，以免损伤帘布。
- 6.7 运输帘子布的车辆或车厢应保持清洁和干燥，切忌与各种油类混装，以免沾污。
- 6.8 贮放帘子布的仓库应通风良好，帘布防止过热、过湿和日光照射，不得在地面上直接堆放，或其他油类、化工原料堆放在同一仓库内，帘布堆高不得超过 8 只，应依

批堆放。

6.9 浸胶帘子布存放期不宜超过半年，并应做到先进先用，帘子布在使用前不得破坏其包装。

五、 粘胶白坯帘子布

Viscose greige tyre cord fabric

UDC 677.4.063

GB 9099—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了轮胎用粘胶白坯帘子布产品规格、物理性能指标、评等规定、试验方法、验收规则、包装、标志、运输和保管的要求。

本标准适用于轮胎用 1840dte × 2 (1650D/2) 粘胶白坯帘子布品质的鉴定和验收。

2 引用标准

GB 2543 纱线捻度试验方法

GB 8170 数值修约规则

3 技术要求

3.1 产品规格见表 6－27。

表 6－27

序号	项 目	单 位	规 格		
			V ₁	V ₂	V ₃
1	经线捻向		ZS		
2	经密	根/10cm	98 ± 2	70 ± 2	47 ± 2
3	边经密	根/2.5cm	24 ⁺⁰ ₋₂	17 ⁺⁰ ₋₂	13 ⁺⁰ ₋₂
4	纬密	根/10cm	8 ± 1	10 ± 1	16 ± 1
5	纬纱规格	tex	28		
6	匹长	m	360 ± 15		
7	幅宽	cm	91.5 ± 1.5 或 140 ± 2		
8	布头纬纱组织	tex × 股	28 × 5		

续表

序号	项 目	单 位	规 格		
			V ₁	V ₂	V ₃
9	布头纬密	根/10cm	42 ~ 45		
10	布头长	cm	15 ~ 20		

注：对匹长、幅宽，轮胎厂如有物殊要求，由供需双方进行协商。

3.2 物理性能指标评等标准见表 6－28。

表 6－28

序号	项 目	单位	优等品	一等品	合格品
1	绝干断裂强力≥	N/根 (kgf/根)	161.7 (16.5)	147.0 (15.0)	142.1 (14.5)
2	44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率	%	3.0±0.5	3.0±1.0	3.0±1.5
3	绝干断裂伸长不匀 率≤	%	6.0	6.5	7.0
4	绝干断裂强力不匀 率≤	%	3.5	4.0	5.0
5	绝干断裂伸长率	%	13.0±1.0	13.0±1.5	13.0±2.0
6	直径	mm	0.68±0.03	0.68±0.03	0.68±0.04
7	初捻捻度 (Z)	捻/10cm	47.0±2.0		
8	复捻捻度 (S)	捻/10cm	44.0±1.5		

3.3 外观质量评等标准见表 6－29。

表 6－29

序号	项 目	单位	优等品	一等品	合格品
1	断经	根/卷	不允许	≤3	≤5
2	劈缝	m	不允许	≤1	≤3

注：卷长以 570m 计。布面平整、卷装整齐、不允许有油污疵点。

4 分等规定

- 4.1 物理指标分为优等品、一等品、合格品，低于合格品者降为不合格品。
- 4.2 外观质量分为优等品、一等品、合格品，低于合格品者降为不合格品。
- 4.3 物理指标与外观质量等级不相同，则按最低的等级评等。

5 评等规定

- 5.1 分批。以同一整批的经线所生产的帘子布为一批。

5.2 帘子布物理指标分批试验,按批评等。

5.3 物理指标评等规定如下:

5.3.1 帘子布物理指标表中序号 1~2 的项目为主要指标,其中有一项不符合者即降等。

5.3.2 帘子布物理指标表中序号 3~4 的项目为次要指标,二项不符合者即降等。

5.3.3 帘子布物理指标表中序号 5~8 的项目为控制指标。

5.3.4 帘子布物理指标的最后评等,以主要指标和次要指标的最低等评等。

5.4 外观质量评等规定如下:

5.4.1 帘子布外观质量逐卷检验,按卷评等。

5.4.2 帘子布外观质量按表 3 规定评等。其中有一项不符合者即降等。

6 试验方法

6.1 试验室标准大气条件

温度 $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$;

相对湿度 63% ~ 67%。

6.2 预加张力

帘子线的预加张力为线密度 (dtex) 乘以 $1/22 \text{ cN/dtex}$,数值按 GB 8170 进行修约。
帘子线预加张力初捻线 80cN,复捻线 170cN。

6.3 取样

6.3.1 每批帘子布取试样一份。

6.3.2 取样部位必须在离机头在 5m 外,距布边大于 150mm 处,在布面横向不同部位均匀取三束帘子线,长度约 80~100cm,从三束帘子线中分出:

20 根作绝干断裂强力、绝干断裂伸长率、44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率试验;

20 根作直径试验;

20 根作初捻捻度、复捻捻度试验;

余下试样保存备用。

6.3.3 测定帘子线各项物理性能的试样,均须防止帘子线退捻,测定绝干断裂强力、绝干断裂伸长、44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长试样,每根分别对结,对结长度为 40~50cm,存放在二个试样盒内。

6.4 结果的表示

6.4.1 每批试样各项物理指标以该批测定结果的算术平均值表示。

6.4.2 各项物理指标计算结果,有效数字的修约按 GB 8170 规定进行。小数点后有效位数要求见表 6-30。

表 6-30

序号	项 目	小数点后有效位数
1	绝干断裂强力	1
2	44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率	1
3	绝干断裂伸长不匀率	1
4	绝干断裂强力不匀率	1
5	绝干断裂伸长率	1
6	直径	2
7	捻度	1

6.5 试验项目

6.5.1 绝干断裂强力、绝干断裂伸长率、44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率

6.5.1.1 仪器

Y 361-30 型强力试验机并附有绘图装置。

- 圆夹头夹具上下夹距 250mm；
- 下降速度 $300 \pm 15\text{mm/min}$ ；
- 断裂强力的读数应在刻度尺最大读数的 20% ~ 75% 范围内。

6.5.1.2 试验量

每批帘子布试验根数不少于 20 根。

6.5.1.3 试验前检查

- 强力机水平必须符合要求；
- 对准强伸刻度尺零位，与图纸数字进行比较并校正；
- 自动绘图装置传动线必须在轨道内，上下灵活自如。

6.5.1.4 试验步骤

将试样盒放入 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 电热恒温烘箱内烘至绝干。取出，加盖。放入干燥器内冷却 20min。

将帘子线从试样盒中轻轻抽取，从上至下将两股线分开，分线时不准用手摸待测试的一根，由上而下夹入夹内，加上顶加张力（见 6.2），夹紧上下夹头，对好绘图纸零点后测定。如果试样从试样盒中取出后到断裂为止所需时间在 30s 以上及试样断裂在离夹头 2mm 处或打滑时，数据应剔除。

6.5.1.5 计算

- 绝干断裂强力直接从强力机刻度尺上读出，读数精确至 0.98N (0.1kgf)。

b. 44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长与绝干断裂伸长由自动记录的负荷伸长曲线上读出，读数精确至 1mm。按下式计算：

$$\varepsilon_1 = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{L_2 - L_0}{L_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： ε_1 ——44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率，%；

L_1 ——44.1N (4.5kgf) 定负荷下试样实测长度，mm；

ε_2 ——绝干断裂伸长率，%；

L_2 ——绝干断裂时试样实测长度，mm；

L_0 ——夹持长度，mm。

c. 绝干断裂强力不匀率与绝干断裂伸长不匀率按下式计算：

$$H = \frac{2(\bar{x} - \bar{x}_1) n_1}{n\bar{x}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： H ——不匀率，%；

$\bar{x}$ ——全部试验值的算术平均值；

$\bar{x}_1$ ——平均值以下各试验值的算术平均值；

n ——试验总次数；

n_1 ——平均值以下试验值的次数。

6.5.2 帘子线直径

6.5.2.1 仪器

简易压板直径仪。夹持盘直径为 30mm，上下夹持盘应密合，对帘子线的压力为 180cN。

6.5.2.2 试验量

每批帘子布试验根数不少于 20 根。

6.5.2.3 试验步骤

测定前将直径仪指针对准零点，将其手柄缓缓抬起，上下夹持盘最大间距不得超过 5mm，将帘子线轻轻拉直放入压盘中间位置，手柄缓缓落下，使帘子线不受任何冲击。测定值直接从直径仪刻度盘读出，读数精确至 0.01mm。

6.5.2.4 计算

以全部试验值的算术平均值表示。

6.5.3 帘子线捻度

6.5.3.1 捻向

a.S 捻（顺手）：帘子线垂直放置，如果纤维或帘线绕中心轴形成螺旋的倾斜方向与字母 S 的中间部分相同，则帘子线具有 S 捻。

b.Z 捻（反手）：帘子线垂直放置，如果纤维或帘线绕中心轴形成螺旋的倾斜方向

与字母 Z 的中间部分相同, 则帘子线具有 Z 捻。

6.5.3.2 股线捻向的表示方法

第一个字母表示初捻的捻向。

第二个字母表示复捻的捻向。

6.5.3.3 仪器

Y-331 型捻度仪, 夹距 250mm, 速度 $1500 \pm 15 \text{r/min}$ 。

6.5.3.4 试验步骤

按 GB 2543 直接计数法。试验前先检查仪器各部分是否正常, 将夹线距校正为 250mm, 并加上规定张力 (见 6.2)。将帘子线夹入左方夹持器内, 再从左方向右方引入夹持器中心位置上, 使帘子线受到适当张力而拉直, 直至指针在扇形刻度尺“0”上时, 旋紧夹持器螺丝。启动电钮开关, 使帘子线退捻, 记录捻度盘上所示数字, 精确至一个捻回。试验时先试验复捻捻度, 然后剪去一根初捻线, 调整预加张力, 在扇形刻度尺上读出引长, 使初捻线退捻, 记录捻度盘上所示数字, 精确至一个捻回。

6.5.3.5 试验量

每比帘子布试验根数不少于 20 根。

6.5.3.6 计算

帘子线初捻捻度、复捻捻度按下式计算:

$$T_1 = \frac{\bar{X}}{L} \times 10 \dots\dots\dots (4)$$

$$T_2 = 0.4 \times \bar{X} \dots\dots\dots (5)$$

式中: T_1 ——帘子线初捻捻度, 捻/10cm;

T_2 ——帘子线复捻捻度, 捻/10cm;

$\bar{X}$ ——全部试验值的算术平均值, 捻;

L ——初捻引长, cm。

7 验收规则

7.1 帘子布的验收和复验应按本标准中产品规格、物理性能指标、评等规定、试验方法、包装、标志、运输和保管的规定进行。

7.2 帘子布商业重量结算按绝干重量加公定回潮率 13% 计算。在计算前应进行回潮率试验, 然后按下式进行计算:

$$W = W_1 \times \frac{100 + A}{100 + B} \dots\dots\dots (6)$$

式中: W ——帘子布在公定回潮率时的重量, kg;

W_1 ——帘子布实际重量, kg;

A ——公定回潮率, %;

B ——实际回潮率, %。

7.3 帘子布需方应在到货二月内, 对帘子布物理性能指标进行验收, 有异议时, 可提请双方同意的仲裁检验机构按标准规定的试验条件和试验方法进行双倍量复试, 以复试结果确定该批帘子布等级, 复验费用由责任方负担。帘子布规格和外观质量可延长到出厂日期起六个月止。因保管不当造成的质量问题由当事者负责。

8 包装、标志、运输和保管

8.1 包装

8.1.1 帘子布以卷为单位进行包装, 木辊应干燥并包裹聚乙烯薄膜一层。

8.1.2 帘子布由内向外按下列顺序包装:

第一层 防潮纸及瓦楞纸堵头;

第二层 黑塑料布, 两头用橡皮圈扎紧;

第三层 瓦楞纸;

第四层 聚丙烯布, 用带子收口扎牢, 两头用木堵头加固, 最后用铁皮打包。

8.2 标志

8.2.1 每卷帘子布应附有标签及制造卡片各一张。每批帘子布应附有质量说明书。

8.2.2 标签内容

a. 名称;

b. 品种;

c. 规格;

d. 匹长;

e. 等级。

8.2.3 质量说明书内容

a. 名称;

b. 品种;

c. 规格;

d. 批号及匹数;

e. 物理性能试验结果;

f. 等级;

g. 帘子布编号;

h. 生产日期;

i. 质量监督科印章。

8.2.4 制造卡片内容

a. 生产厂名称;

b. 品种;

- c. 规格；
- d. 生产日期；
- e. 帘子布编号；
- f. 商业重量；
- g. 等级；
- h. 检验员印章；
- i. 其他。

8.3 运输和保管

- 8.3.1 运输装卸时应做到轻装轻卸，严禁用钩。
- 8.3.2 运输车厢应保持清洁、干燥，切忌与各种化工原料及油类混装。
- 8.3.3 贮存帘子布的仓库应通风良好，避免过热过潮。帘子布存放时间不宜超过半年。不得直接在地面上或室外堆放，不得与化工原材料及油类等混放在一个仓库内。
- 8.3.4 在使用前不得将包装材料任意打开。

六、粘胶浸胶帘子布

Viscose dipped tyre cord fabric

UDC 677.4.063
GB 9100—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了轮胎用粘胶浸胶帘子布产品规格、物理性能指标、评等规定、试验方法、验收规则、包装、标志、运输和保管的要求。

本标准适用于轮胎用 1840dtex/2（1650D/2）粘胶浸胶帘子布品质的鉴定和验收。

2 引用标准

- GB 2543 纱线捻度试验方法
- GB 8170 数值修约规则
- GB 2942 硫化橡胶与织物帘线粘着强度的测定（H 抽出法）

3 技术要求

- 3.1 产品规格见表 6—31。

表 6-31

序号	项 目	单 位	规 格		
			V1	V2	V3
1	经线捻向		ZS		
2	经密	根/10cm	104±2	74±2	50±2
3	边经密	根/2.5cm	25 ⁺⁰ ₋₂	18 ⁺⁰ ₋₂	14 ⁺⁰ ₋₂
4	纬密	根/10cm	8±1	10±1	16±1
5	纬纱规格	tex	28		
6	匹长	m	360±15		
7	幅宽	cm	87 ⁺² ₋₁ 或 133 ⁺⁴ ₋₂		
8	布头纬纱组织	tex×股	28×5		
9	布头纬密	根/10cm	42~45		
10	布头长	cm	7~10		

注：对匹长、幅宽，轮胎厂如有特殊要求，由供需双方进行协商。

3.2 物理性能指标评等标准见表 6-32。

表 6-32

序号	项 目	单 位	优等品	一等品	合格品
1	绝干断裂强力≥	N/根 (kgf/根)	161.7 (16.5)	147.0 (15.0)	142.1 (14.5)
2	粘着强度≥	N/cm (kgf/cm)	98.0 (10.0)	98.0 (10.0)	88.2 (9.0)
3	44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率	%	2.2±0.5	2.2±1.0	2.2±1.0
4	绝干断裂伸长不匀 率≤	%	6.0	6.5	7.0
5	绝干断裂强力不匀 率≤	%	3.5	4.0	5.0
6	绝干断裂伸长率	%	12.0±1.5	12.0±1.5	12.0±2.0
7	附胶量	%	5.5±1.5		
8	直径	mm	0.70±0.03	0.70±0.03	0.70±0.04
9	初捻捻度 (Z)	捻/10cm	47.0±2.0		

续表

序号	项 目	单 位	优等品	一等品	合格品
10	复捻捻度（S）	捻/10cm	44.0±1.5		
11	下机含水率≤	%	2.0		

3.3 外观质量评等标准见表 6－33。

表 6－33

序号	项 目	单 位	优等品	一等品	合格品
1	断经≤	根/卷	不允许	3	5
2	浆斑≤	个/卷	不允许	5	10
3	劈缝≤	m	不允许	1	3
4	经线连续粘并≤		不允许	30 累计不超过 5 处	50 累计不超过 5 处

- 注：①卷长以 570 米计。布面平整、卷装整齐，不允许有油污疵点。
- ②浆斑系指面积 4～10cm²。
- ③1cm² 以下的浆点一等品允许有 80～160 个/卷；1～4c m² 的浆点一等品允许有 25～50 个/卷。
- ④外观质量如有特殊情况影响轮胎厂压延质量时，双方协商解决。

4 分等规定

- 4.1 物理指标分为优等品、一等品、合格品，低于合格品者降为不合格品。
- 4.2 外观质量分为优等品、一等品、合格品，低于合格品者降为不合格品。
- 4.3 物理指标与外观质量等级不相同，则按最低的等级评等。

5 评等规定

- 5.1 分批。以同一整批的经线所生产的浸胶帘子布为一批。
- 5.2 帘子布物理指标分批试验，按批评等。
- 5.3 物理指标评等规定如下：
- 5.3.1 帘子布物理指标表中序号 1～3 的项目为主要指标，其中有一项不符合者即降等。
- 5.3.2 帘子布物理指标表中序号 4～5 的项目为次要指标，二项不符合者即降等。
- 5.3.3 帘子布物理指标表中序号 6～11 的项目为控制指标。
- 5.3.4 帘子布物理指标的最后评等，以主要指标和次要指标的最低等评等。
- 5.4 帘子布外观质量评等规定如下：
- 5.4.1 帘子布外观质量逐卷检验，按卷评等。

5.4.2 帘子布外观质量按表 3 规定评等。其中有一项不符合者即降等。

6 试验方法

6.1 试验室标准大气条件

- 温度 $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ；
- 相对湿度 63% ~ 67%。

6.2 预加张力

帘子线的预加张力为线密度（dtex）乘以 1/22 cN/dtex，数值按 GB 8170 进行修约。帘子线预加张力初捻线 80cN，复捻线 170cN。

6.3 取样

- 6.3.1 每批帘子布取试样一份。
- 6.3.2 浸胶帘子布在浸渍前，每批白坯帘子布中至少有一卷先织有试样布，样布在帘子布的一端，长度约 80 ~ 100cm，如果漏织试样布，可以从该批帘子布中任意抽取一卷取试样。

取样时要戴汗布手套，取样部位距布边大于 150mm 处，在布面横向不同部位均匀取六束帘子线，从六束帘子线中分出：

- 20 根作绝断裂强力、绝干断裂伸长率、44.1N（4.5kgf）定负荷伸长率试验；
- 10 根作直径试验；
- 10 根作初捻捻度、复捻捻度试验；
- 6 根作粘着强度（H 抽出法）试验；
- 6 根作附胶量试验；
- 6 根作含水率试验。

余下试样保存备用。以上试样均需装入黑色塑料袋内。

6.3.3 测定绝干断裂强力、绝干断裂伸长、41.1N（4.5kgf）定负荷伸长的试样，每根帘子线长度为 40 ~ 50cm，存放在二个试样盒内。

6.4 结果的表示

- 6.4.1 每批试样各项物理指标以该批测定结果的算术平均值表示。
- 6.4.2 各项物理指标计算结果，有效数字的修约按 GB 8170 规定进行。小数点后有效位数要求见表 6 - 34。

表 6 - 34

序号	项 目	小数点后有效位数
1	绝干断裂强力	1
2	粘着强度	1

续表

序号	项 目	小数点后有效位数
3	44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率	1
4	绝干断裂伸长不匀率	1
5	绝干断裂强力不匀率	1
6	绝干断裂伸长率	1
7	附胶量	1
8	直径	2
9	捻度	1
10	含水率	1

6.5 试验项目

6.5.1 绝干断裂强力、绝干断裂伸长率、44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率

6.5.1.1 仪器

- Y - 361 - 30 型强力试验机并附有绘图装置。
- a. 圆夹头夹具，上下夹距 250mm；
 - b. 下降速度 $300 \pm 5\text{mm/min}$ ；
 - c. 断裂强力的读数应在刻度尺最大读数的 20% ~ 75% 范围内。

6.5.1.2 试验量

每批帘子布试验根数不少于 20 根。

6.5.1.3 试验前检查

- a. 强力机水平必须符合要求。
- b. 对准强伸刻度尺零位，与图纸数字进行比较并校正。
- c. 自动绘图装置传动线必须在轨道内，上下灵活自如。

6.5.1.4 试验步骤

将试样盒放入 105 ~ 110℃ 电热恒温烘箱内烘至绝干。取出，加盖。放入干燥器内冷却 20min。

将帘子线从试样盒中轻轻抽取，由上而下夹入夹具内，加上预加张力（见 6.2），夹紧上下夹头，对准绘图纸零点后测定。如果试样从试样盒中取出到断裂为止所需时间在 30s 以上及试样断裂在离夹头 2mm 处或打滑时，该数据应剔除。

6.5.1.5 计算

- a. 绝干断裂强力直接从强力机刻度尺上读出，读数精确至 0.98N (0.1kgf)。
- b. 44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长与绝干断裂伸长由自动记录的负荷伸长曲线上读出，读数精确至 1mm。按下式计算：

$$\epsilon_1 = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$\epsilon_2 = \frac{L_2 - L_0}{L_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： ϵ_1 ——4.1N（4.5kgf）定负荷伸长率，%；

L_1 ——44.1N（4.5kgf）定负荷下试样实测长度，mm；

ϵ_2 ——绝干断裂伸长率，%；

L_2 ——绝干断裂时试样实测长度，mm；

L_0 ——夹持长度，mm。

c. 绝干断裂强力不匀率与绝干断裂伸长不匀率按下式计算：

$$H = \frac{2(\bar{x} - \bar{x}_1) n_1}{n\bar{x}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： H ——不匀率，%；

$\bar{x}$ ——全部试验值的算术平均值；

$\bar{x}_1$ ——平均值以下各试验值的算术平均值；

n ——试验总次数；

n_1 ——平均值以下试验值的次数。

6.5.2 粘着强度（H 抽出法）

6.5.2.1 仪器及设备

双滚筒炼胶机（ $\phi 160\text{mm} \times 320\text{mm}$ ）；

25t 平板硫化机；

Y-361-30 型强力试验机。

a. 下降速度 $300 \pm 5\text{mm/min}$ ；

b. 粘着强度的读数应在刻度尺最大读数的 20% ~ 75% 范围内。

6.5.2.2 试验单

每批帘子布 H 抽出试片不少于 20 个。

6.5.2.3 胶料准备及硫化条件

a. 胶料配方（份）

1 烟片	100	半补强炭黑	40
松焦油	3	硬脂酸	2
氧化锌	4	促进剂 M	0.8
防老剂 A	0.75	硫磺	2.5
防老剂 D	0.75	合计	153.8

b. 胶料存放条件

炼胶后停放 4h, 再回炼一次即可使用。胶片表面要保持清洁, 超过一天的胶片必须返炼后再使用。

c. 硫化条件

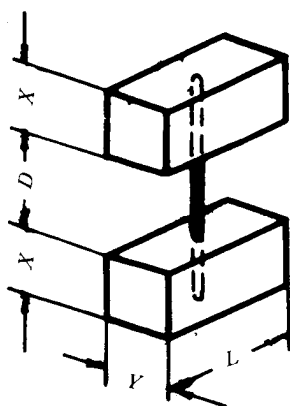
温度 $136 \pm 1^\circ\text{C}$;

时间 50min ;

压力 3MPa ;

帘子线预加张力 390cN。

d. H 试片规格 (见图 6-3)



$X = 10\text{ mm}$

$Y = 10\text{ mm}$

$D = 15\text{ mm}$

$L = 20\text{ mm}$

图 6-3

$X = 10\text{ mm}$ $Y = 10\text{ mm}$

$D = 15\text{ mm}$ $L = 20\text{ mm}$

6.5.2.4 试验步骤

帘子线试样在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 电热恒温烘箱内烘至绝干 (约 60min), 取出, 放入干燥器内冷却 20min。

按 GB 2942 规定进行橡胶与织物帘线粘着强度的测定。硫化机升温, 模具在 136°C 下预热 15 ~ 20min。

硫化前帘子线、模具、切好的胶条应保持清洁, 不得沾上手汗、油污、灰尘等。将胶料与帘子线放入模具, 加上预加张力, 在规定条件下硫化。取模时应尽量避免对帘子线施加拉力。

硫化后试样不应有缺胶、气泡、帘子线压偏等缺陷。试样在试验室条件下停放 6h, 修整试样为规定规格的 H 试片, 修整时不得损伤帘子线。在强力试验机上进行粘着强度试验。

6.5.2.5 计算

结果以全部试验值的算术平均值表示，计算精确至 0.98N (0.1kgf)。试验中发生帘子线尚未抽出而断裂时，其试验值在平均值以上者可以计入平均值，反之则剔除。经取舍后不得少于原数的 70%。

6.5.3 附胶量

6.5.3.1 仪器和试剂

恒温水浴锅；

电热恒温烘箱；

电光分析天平（感量 0.1mg）；

1G1 石英漏斗；

烧杯；

干燥器；

70%硫酸（化学纯）。

6.5.3.2 试验步骤

将试样剪成 1~2mm 左右长，约 5~10g，混匀，放入称量瓶中，在 105~110℃ 电热恒温烘箱内烘 2h，取出，放入干燥器内冷却 30min 后称重。

称取上述试样 1g 左右（准确至 0.001g）于烧杯中，加入 50ml 70% 硫酸。用玻璃棒稍加搅拌，放入 40~45℃ 恒温水浴中加热，待帘子线全部溶解后进行过滤。

将试样滤入已知重量的 1G1 石英漏斗，用 50ml 70% 硫酸分两次洗涤，然后用蒸馏水洗至中性。

将存有残渣的漏斗放入 105~110℃ 烘箱内烘干，烘至恒重，取出，放入干燥器内冷却 30min 后称重。

6.5.3.3 计算

$$P = \frac{G_1}{G - G_1} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：P——附胶量，%，

G_1 ——残渣重，g；

G——试样重，g。

6.5.3.4 精确度

平行误差要求小于 0.3%。

6.5.4 帘子线直径

6.5.4.1 仪器

简易压板直径仪。夹持盘直径为 30mm，上下夹持盘应密合，对帘子线的压力为 180cN。

6.5.4.2 试验量

每批帘子布试验根数不少于 10 根。

6.5.4.3 试验步骤

测定前将直径仪指针对准零点，将其手柄缓缓抬起，上下夹持盘最大间距不得超过 5mm，将帘子线轻轻拉直放入压盘中间位置，手柄缓缓落下，使帘子线不受任何冲击。测定值直接从直径仪刻度盘读出，读数精确至 0.01mm。

6.5.4.4 计算

以全部试验值的算术平均值表示。

6.5.5 帘子线捻度

6.5.5.1 捻向

a.S 捻（顺手）：帘子线垂直放置，如果纤维或帘线绕中心轴形成螺旋的倾斜方向与字母 S 的中间部分相同，则帘子线具有 S 捻。

b.Z 捻（反手）：帘子线垂直放置，如果纤维或帘线绕中心轴形成螺旋的倾斜方向与字母 Z 的中间部分相同，则帘子线具有 Z 捻。

6.5.5.2 股线捻向的表示方法

第一个字母表示初捻的捻向。

第二个字母表示复捻的捻向。

6.5.5.3 仪器

Y-331 型捻度仪，夹距 250mm，速度 $1500 \pm 15\text{r/min}$ 。

6.5.5.4 试验步骤

按 GB 2543 直接计数法。试验前先检查仪器各部分是否正常，将夹线距校正为 250mm，并加上规定张力（见 6.2）。将帘子线夹入左方夹持器内，再从左方向右方引入夹持器中心位置上，使帘子线受到适当张力而拉直，直至指针在扇形刻度尺“0”上时，旋紧夹持器螺丝。启动电钮开关，使帘子线退捻，记录刻度盘上所示数字，精确至一个捻回。试验时先试验复捻捻度，然后剪去一根初捻线，调整预加张力，再将指针在扇形刻度尺上回到原“0”处，使初捻线退捻，记录捻度盘上所示数字，精确至一个捻回。

6.5.5.5 试验量

每批帘子布试验根数不少于 10 根。

6.5.5.6 计算

帘子线初捻捻度、复捻捻度按下式计算：

$$T = 0.4 \times \bar{X} \dots\dots\dots (5)$$

式中：T——帘子线捻度，捻/10cm；

X——全部试验值的算术平均值，捻。

6.5.6 含水率

6.5.6.1 仪器

电热恒温烘箱；

电光分析天平（感量 0.1mg）；

干燥器。

6.5.6.2 试验步骤

在已知重量的试样盒内称取试样 2g 左右（准确至 0.001g），在 105 ~ 110℃ 电热恒温烘箱内烘至恒重，取出，放入干燥器内冷却 30min 后称重。

6.5.6.3 计算

$$M = \frac{G - G_0}{G} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：M——含水率，%；

G——试样湿重，g；

G₀——试样干重，g。

6.5.6.4 精确度

平行误差要求小于 0.1%。

7 验收规则

7.1 帘子布的验收和复验，应按本标准中产品规格、物理性能指标、评等规定、试验方法、包装、标志、运输和保管的规定进行。

7.2 帘子布商业重量结算按白坯帘子布绝干重量加公定回潮率 13% 计算。在计算前应进行回潮率试验，然后按下式进行计算：

$$W = W_1 \times \frac{100 + A}{100 + B} \dots\dots\dots (7)$$

式中：W——帘子布在公定回潮率时的重量，kg；

W₁——帘子布实际重量，kg；

A——公定回潮率，%；

B——实际回潮率，%。

7.3 帘子布需方应在供方发货日期起算六个月内对帘子布物理指标、外观质量、粘着强度进行验收，有异议时，可提请双方同意的仲裁检验机构按标准规定的试验条件和试验方法，在离机头布 5m 外进行双倍量复试，以复试结果确定该批帘子布等级，复验费用由责任方负担。因保管不当造成的质量问题由当事者负责。

8 包装、标志、运输和保管

8.1 包装

8.1.1 帘子布以卷为单位进行包装，木辊应干燥并包裹聚乙烯薄膜一层。

8.1.2 帘子布由内向外按下列顺序包装：

第一层 防潮纸及瓦楞纸堵头（内放干燥硅胶四包）；

第二层 黑塑料布，两头用橡皮圈扎紧；

第三层 瓦楞纸；

第四层 聚丙烯布，用带子收口扎牢，两头用木堵头加固，最后用铁皮打包。

8.2 标志

8.2.1 每卷帘子布应附有标签及制造卡片各一张。每批帘子布应附有质量说明书。

8.2.2 标签内容

- a. 名称；
- b. 品种；
- c. 规格；
- d. 匹长；
- e. 等级。

8.2.3 质量说明书内容

- a. 名称；
- b. 品种；
- c. 规格；
- d. 批号及匹数；
- e. 物理性能试验结果；
- f. 等级；
- g. 帘子布编号；
- h. 生产日期；
- i. 质量监督科印章。

8.2.4 制造卡片内容

- a. 生产厂名称；
- b. 品种；
- c. 规格；
- d. 生产日期；
- e. 帘子布编号；
- f. 商业重量；
- g. 等级；
- h. 检验员印章；
- i. 其他。

8.3 运输和保管

8.3.1 运输装卸时应做到轻装轻卸，严禁用钩。

- 8.3.2 运输车厢应保持清洁、干燥，切忌与各种化工原料及油类混装。
- 8.3.3 贮存帘子布的仓库应通风良好，避免过热过潮。帘子布存放时间不宜超过半年。不得直接在地面上或室外堆放，不得与化工原料及油类等混放在一个仓库内。
- 8.3.4 在使用前不得将包装材料任意打开。

七、锦纶 66 浸胶帘子布

Nylon 66 dipped tyre cord fabric

UDC 677.4.063
GB 9101—88

本标准适用于锦纶 66 浸胶帘子布品质的鉴定和验收。

- 1 技术要求
- 1.1 锦纶 66 浸胶帘子布组织规格见表 6－35。

表 6－35

序号	规 格		1 400dtex/2 (1 260D/2)			1870dtex/2 (1 680D/2)	
			V ₁	V ₂	V ₃	V ₁	V ₂
1	经密	根/10cm	100	74	52	88	68.4
2	边密 ≤		105	78	55	92	72
3	纬密		8	10	14	9	9
4	纬纱规格 (棉)	tex	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30	28 ~ 30
5	接头布长度	cm	10	10	10	10	10
6	幅宽		145 ± 3	145 ± 3	145 ± 3	145 ± 3	145 ± 3
7	布长	m	<i>l</i> (100 ± 2)%	<i>l</i> (100 ± 2)%	<i>l</i> (100 ± 2)%	<i>l</i> (100 ± 2)%	<i>l</i> (100 ± 2)%

注： *l* 等于 580 或 1 160。需方有特殊要求，可由供需双方另行协议。

- 1.2 锦纶 66 浸胶帘子布物理指标见表 6－36。

表 6－36

序号	项 目 \ 规 格 等 级		1 400dtex/2 (1 260D/2)			1 870dtex/2 (1 680D/2)		
			优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
1	断裂强力, N/根 (kgf/根) ≥		215.6 (22.0)	211.7 (21.6)	205.8 (21.0)	284.2 (29.0)	274.4 (28.0)	264.6 (27.0)
2	66.6N (6.8kgf) 定负荷伸长率	%	8.5 ± 0.6	8.5 ± 0.8	8.5 ± 1.0			
	88.2N (9.0kgf) 定负荷伸长率					8.5 ± 0.6	8.5 ± 0.8	8.5 ± 1.0
3	粘着强度 (H 抽出法), N/cm (kgf/cm) ≥		137.2 (14.0)	127.4 (13.0)	117.6 (12.0)	156.8 (16.0)	137.2 (14.0)	127.4 (13.0)
4	断裂强力不匀率 ≤	%	3	4	5	3	4	5
5	断裂伸长不匀率 ≤		5	6	7	5	6	7
6	附胶量		5 ± 0.9	5 ± 1.2	5 ± 1.5	5 ± 0.9	5 ± 1.2	5 ± 1.5
7	断裂伸长率		21.5 ± 2	21.5 ± 2	21.5 ± 2	22.5 ± 2	22.5 ± 2	22.5 ± 2
8	直径, mm		0.65 ± 0.03	0.65 ± 0.04	0.65 ± 0.05	0.74 ± 0.03	0.74 ± 0.04	0.74 ± 0.05
9	捻度, 捻/10cm	初捻 (Z)	39.0 ± 1.5	39.0 ± 1.5	39.0 ± 1.5	32.0 ± 1.5	32.0 ± 1.5	32.0 ± 1.5
		复捻 (S)	37.0 ± 1.5	37.0 ± 1.5	37.0 ± 1.5	32.0 ± 1.5	32.0 ± 1.5	32.0 ± 1.5
10	干热收缩率, % ≤		5	5	5	5	5	5

1.3 锦纶 66 浸胶帘子布外观质量要求见表 6－37。

表 6－37

序 号	项 目	单 位	优等品	一等品	合格品
1	断经 ≤	根/卷	不允许	3	5
2	浆斑 ≤	个/卷	不允许	5	10
3	劈缝 ≤	m	不允许	1	3
4	经线连续粘并 ≤		不允许	30 累计不超过 5 处	50 累计不超过 5 处

注：①卷长以 580m 计，布面平整，卷装整齐，不允许有油污疵点。

②浆斑系指面积 4～10cm²。

③1cm² 以下的浆点，一等品允许有 80～160 个/卷；1～4cm² 的浆点，一等品允许有 25～50 个/卷。

④外观质量如有特殊情况影响轮胎厂压延质量时，双方协商解决。

2 分等规定

2.1 物理指标分为优等品、一等品和合格品。

2.2 外观质量分为优等品、一等品和合格品。

2.3 物理指标与外观质量等级不相同，按最低等级定等。

2.4 物理指标分批试验，按批定等，分批规定如下：

2.4.1 以同一架经线筒子所生产的帘子布作为一批。

2.4.2 同一批帘子布采用不同工艺生产或不是连续浸胶的均应另行分批。

2.5 物理指标按下列规定定等：

2.5.1 表 6-36 各项物理指标中，1~3 项为主要指标，有一项不符合者即降等。

2.5.2 表 6-36 各项物理指标中，4~6 项为次要指标，其中有二项不符合者即降等。

2.5.3 物理指标的最后定等按主要指标与次要指标的最低等级定等。

2.5.4 表 6-36 各项物理指标中，7~10 项为控制指标。

2.6 外观质量逐卷检验，按表 6-37 规定定等，其中有一项不符合者即降等。

3 帘子布商业重量结算

3.1 以绝干帘子布重量加公定回潮率计算。

3.2 锦纶 66 的公定回潮率为 4.5%。

3.3 在确定帘子布商业结算重量时，应对白坯帘子布进行回潮率试验，然后按式 (1) 进行计算：

$$W = W_1 \times \frac{100 + A}{100 + B} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：W——帘子布商业结算重量，kg；

W_1 ——白坯帘子布实际重量，kg；

A——公定回潮率，%；

B——白坯帘子布实际回潮率，%。

4 试验方法

4.1 一般规定

4.1.1 取样

浸胶帘子布的试样，从捻织车间布机上每批织一个试验片（长 0.5~1m），经过浸胶后从布卷上剪下，迅速装入试样袋或取样筒内送恒温、恒湿室，每批试样的抽取应从距布边 20cm 处开始等距离的六个部位均匀抽取。混匀后取出数根供做粘着强度；取出 20 根测捻度和直径；15 根供测附胶量用。其余挂在调样架上，平衡 24h 供测强伸性能和干热收缩率用。

4.1.2 预加张力

帘子线的预加张力为线密度的 $\frac{1}{20}$ gf。初复捻试验的预加张力按表 6-38 规定执行。

表 6-38

项 目 线 密 度	复 捻	初 捻
	N (gf)	
1 400dtex/2 (1 260D/2)	1.23 (126)	0.62 (63)
1 870dtex/2 (1 680D/2)	1.65 (168)	0.82 (84)

4.1.3 试验结果计算：

4.1.3.1 不匀率的计算：

$$\text{不匀率}(\%) = \frac{\sum (\bar{x} - \bar{x}_1) \cdot n_1}{n \cdot \bar{x}} \times 100 \cdots \cdots (2)$$

式中： n ——测定总次数；

n_1 ——平均值以下的次数；

$\bar{x}$ ——平均值；

$\bar{x}_1$ ——平均值以下的平均值。

4.1.3.2 每批试样各项物理指标以测定结果的算术平均值表示。

测试人员如发现操作或仪器异常时应在采取措施之后从原样中取样复试一次，并以复试结果为测定结果。

4.1.4 各项物理指标计算结果有效数字的修约规则按 GB 8170《数值修约规则》规定执行。

4.2 试验室内的标准条件

4.2.1 浸胶帘子布的各项物理指标均在室内温度 $24 \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度 52% ~ 58% 的条件下测定。

4.2.2 强伸性能、干热收缩率和捻度均在试验室内的标准条件下平衡 $24 \pm 2\text{h}$ 后测定。

4.3 测试方法

4.3.1 断裂强力，断裂伸长率，66.6N (6.8kgf) ~ 88.2N (9.0kgf) 负荷时的伸长率测定。

4.3.1.1 试验仪器

电子拉力试验机或摆锤式强力试验机。

4.3.1.2 试验条件

a. 试样夹持长度为 250mm。

b. 强力机下夹具下降速度为 $300 \pm 5\text{mm/min}$ 。

c. 强力机负荷分度值应小于 0.98N (0.1kgf)。

- d. 试验机量程的确定, 应选断裂强力在测定结果为满刻度的 20% ~ 75% 档。
- e. 测定强力的预加张力按 4.1.2 规定执行。
- f. 试验测定根数为 10 根。
- g. S-100 型试验机气动夹头压力为 $3 \sim 3.5 \text{ kgf/cm}^2$ 。

4.3.1.3 试验步骤

- a. 校正试验机下夹具的下降速度为 300 mm/min 。
- b. 调整试验机的指针使其指示为零位。
- c. 将帘线试样夹入上下夹具内, 并施预加张力后进行试验操作。

4.3.1.4 试验结果的读数

摆锤式强力试验机强力的读数可在标尺上读出, 电子式强力试验机可在横向记录纸上或直接由数据处理机上读出。

88.2 N (9.0 kgf)、 66.6 N (6.8 kgf) 的定负荷伸长由纵向记录纸上读出, 断裂伸长以断裂时该点的颈部为计算值 (纵向记录纸上)。

4.3.1.5 试验结果计算

- a. 从试验机标尺或记录纸上查出数值为测定值。
- b. 每批试验数值的算术平均值为该批最终结果。
- c. 有效数值取至小数后一位。

4.3.1.6 注意事项

- a. 测定时注意防止试样退捻。
- b. 测定时试样打滑或断裂在夹口处其数值均应剔除。

4.3.2 粘着强度 (H 抽出法) 试验

4.3.2.1 试样规格见图 6-4。

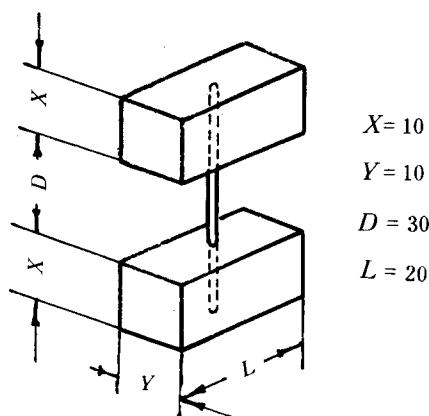


图 6-4 试样

4.3.2.2 试样条件

a. 设备：双滚筒炼胶机 XK160 型（ $\phi 160 \times 320\text{mm}$ ） 电热式或蒸汽式平板硫化机、硫化模具等。

b. 胶料配方（份）

天然橡胶（烟片胶）	100
半补强炭黑	40
氧化锌	4
硫黄	2.5
促进剂 M	0.8
硬脂酸	2
松焦油	3
防老剂 A	0.75
防老剂 D	0.75
计 153.8	

c. 胶料存放

胶料炼后停放 4h 回炼后方可使用，胶片表面保持清洁，不能沾有灰尘及油污之类，存放期最长不得超过一个月；胶料回炼时辊温为 30 ~ 60℃，回炼均匀即可。

d. 硫化条件

硫化温度	$136 \pm 2^{\circ}\text{C}$
硫化时间	50min
模具压力	20 ~ 30kgf/cm ²

4.3.2.3 粘着强度试样制备

- a. 将模具在 136℃ 下预热 15 ~ 20min。
- b. 将回炼过的胶料按规格要求剪成胶条。

c. 将胶条放入模具沟中，再将帘线试样放入与胶条垂直的小沟中，固定上端，下端挂上规定的张力，然后再在帘线上覆上胶条，盖一层赛璐珞纸，盖上模具盖，放入硫化机内，加上规定压力硫化。

d. 硫化后试样在试验室的条件下放置 4h 以上，再将其修成规定的“H”型，帘线周围的多余胶料应剪去。

4.3.2.4 粘着强度试验步骤

- a. 调整好拉力试验机下夹持器下降速度。
- b. 试样装入夹持器，并使帘线通过两夹持器的缝隙，进行试验。
- c. 记录帘线从橡胶中抽出时的最大负荷值。

4.3.2.5 试验结果

每批 H 抽出试样不少于 10 个（单位 kg/根），结果用算术平均值表示，有效数值取至小数后一位。

在帘线中发生帘线尚未抽出而先断裂时，如其结果在平均值以上者可算入平均值，反之则剔除，经取舍后，数值个数不得少于原个数的 70%。

4.3.3 附胶量测定

4.3.3.1 试验仪器：自动恒温烘箱、分析天平（感量 0.1mg）、称量瓶、坩埚式 G2 砂芯漏斗、磁性搅拌器、水流泵或其空系、烧杯、剪刀。

4.3.3.2 试剂：甲酸（化学纯，浓度 85% 以上）。

4.3.3.3 试验步骤

a. 将 15 根帘线剪成长 3 ~ 5mm 约 2g，放入恒重的称量瓶中在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘至恒重，盖上盖，取出放在干燥器内冷却 30min。

b. 用减量法在天平上称 1g 试样，移入 100ml 烧杯中，同时称好已恒重的 G2 砂芯漏斗的重量。

c. 将 50ml 甲酸慢慢地倒入试样烧杯中溶解 5 ~ 10min，再在磁性搅拌器上搅拌 5 ~ 10min，将帘线全部溶解后取下烧杯，钳出磁棒（用少量甲酸将其冲洗净）。

d. 将溶解后的试样溶液慢慢地倒入砂芯漏斗中滤取树脂，再用 50ml 的甲酸分两次冲洗漏斗上的树脂，最后用低纯水冲洗至无白点为止。

e. 将滤有树脂残渣的砂芯漏斗放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱内烘至恒重（约 2 ~ 3h），取出放在干燥器内冷却 30min，称其重量。

4.3.3.4 试验结果计算

a. 附胶量

$$\text{附胶量}(\%) = \frac{W_1}{W - W_1} \times 100 \quad \cdots \cdots \cdots (3)$$

式中： W_1 ——残渣重量，g；

W ——试样重量，g。

b. 有效数值取至小数后一位。

4.3.4 浸胶帘子布干热收缩率测定

4.3.4.1 试验仪器

自动恒温烘箱、收缩率测长器及辅助工具。

4.3.4.2 试验步骤

a. 将已平衡后的试样的一端夹入测长器夹具内固定，另一端施加张力后记录其长度。

b. 将已量好的 1m 长度的试样放入 $150 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱内烘 30min，在恒温室内放置 1h 后再在测长器量其收缩。

4.3.4.3 试验结果计算

a. 热收缩率

$$\text{热收缩率}(\%) = \frac{L - L_1}{L} \times 100 \quad \cdots \cdots (4)$$

式中： L ——试样长度，mm；

L_1 ——烘后试样长度，mm。

b. 有效数值取至小数后一位。

4.3.5 捻度测定

4.3.5.1 试验仪器

捻度仪。

4.3.5.2 试验步骤

a. 调整捻度仪两夹持器间距为 25cm，校正刻度盘指针为零位。

b. 将一根平衡后的试样的一端夹入左端夹持器内（并对试样施加规定的张力），调整好夹持器位置，将试样的另一端夹入右夹持器内。

c. 使帘线捻数退尽，记录其复捻的捻数，并换算成 10cm 内的捻度。

d. 测定初捻时，将上述已退捻的帘线剪去其中的一股线，同时减少一半预加张力量其长度再退捻，直至退尽，记录其初捻捻数，并根复算至 10cm 内的捻度。

e. 测定试样根数为 5 根。

4.3.5.3 试验结果计算

复捻和初捻均以试验值的算术平均值表示，其有效数值为小数后一位。

4.3.6 直径测定

4.3.6.1 试验仪器

压盘式直径测定仪。

测定范围： $0.01 \times 10\text{mm}$ ；

最小刻度： 0.01mm ；

上压盘直径： 9.5mm ，对帘线压力 $170 \pm 3\text{g}$ ；

下压盘落下高度： 6.5mm 。

4.3.6.2 试验步骤

a. 调整直径测定仪的指针为零位。

b. 将帘线平放进测定仪的测试部位。

c. 使上夹持器从大约 6.5mm 的高度缓缓落下,待指针静止后读取数值,精确至 0.01mm。

d. 按上述方法测试 10 个部位。

4.3.6.3 试验结果的计算

每批帘线的直径以所测数据的算术平均值表示。其有效数值为小数后两位。

5 标志、包装、运输、贮存

5.1 标志

5.1.1 浸胶帘子布的标签上应注明生产厂家、品名、品种、规格、质量等级、浸胶批号、重量和浸胶日期等,并贴上商标。标志应明确清楚,便于识别,保证和实物相符。

5.1.2 每批浸胶帘子布应附有质量检验单。

5.1.3 浸胶帘子布包装上应有防潮、禁止用钩等标志。

5.2 包装

5.2.1 浸胶帘子布的包装,应保证品质不受损伤并适于贮运。

5.2.2 浸胶帘子布以卷为单位进行包装。

5.2.3 浸胶帘子布用木轴成卷,木轴应干燥,外包聚乙烯薄膜一层。成卷的浸胶帘子布外包牛皮纸,黑色聚乙烯薄膜和瓦楞纸,木轴两端套上贴有干燥剂的纸法兰,用胶带纸将布卷密封,然后外包塑料编织布缝口并束紧两端,两端再套上硬质法兰,用纵横四道铁皮紧扎牢固。

5.3 运输

5.3.1 浸胶帘子布装卸运输时应轻搬轻放,以免损伤帘子布。

5.3.2 运输车辆应保持清洁,切忌与各种油类混装、混运,以免沾污。

5.4 贮存

5.4.1 浸胶帘子布的贮存仓库应通风良好,防止过热、过湿和阳光照射,不得在地面堆放,不得与其他油类、化工原料混放在同一仓库内。

5.4.2 浸胶帘子布的存放期不宜超过半年,并应做到先进先用。使用前不得破坏其密封性能。

6 验收规则

6.1 需方可按本标准各项规定检验锦纶 66 浸胶帘子布的质量。

6.2 供需双方任一方对验收结果有异议时,可提请双方同意的仲裁机构加倍取样复验(抽取两卷,即两份试样),复验结果即为最终结果。复验费用由责任方负担。

6.3 物理指标中的粘着强度有效期为生产厂出厂日起六个月。

八、锦纶 6 浸胶帘子布

Nylon 6 dipped tyre cord fabric

UDC 677.4.063
GB 9102—88

本标准适用于锦纶 6 浸胶帘子布品质的鉴定和验收。

1 技术要求

1.1 锦纶 6 浸胶帘子布组织规格见表 6－39。

表 6－39

序号	规格 项目		1 870dtex/2 (1 680D/2)		1 400dtex/2 (1 260D/2)			930dtex/2 (840D/2)		
			V ₁	V ₂	V ₁	V ₂	V ₃	V ₁	V ₂	V ₃
1	经密	根/10cm	88	74	100	74	52	126	94	60
2	边密 ≤		92	78	105	78	55	130	98	64
3	纬密		8	10	8	10	16	10	12	14
4	纬纱（棉）	tex	28 ~ 30		28 ~ 30			28 ~ 30		
5	布长	m	$l \pm 2\%$		$l \pm 2\%$			$l \pm 2\%$		
6	布幅	cm	145 ± 3		145 ± 3			145 ± 3		
7	布头	根/10cm	棉纱（或其他收缩率较小的纤维）							
	5 ~ 10 合股线									
	纬密									
	长度	cm	10							

注：①布长 *l*，生产厂随设备而定，需方有特殊要求，由供需双方进行协商。

②需方对幅宽有特殊要求，可由供需双方另行协议。

1.2 锦纶 6 浸胶帘子布物理指标如表 6－40。

表 6-40

序号	规格 项目 等级		1 870dtex/2 (1680D/2)			1 400dtex/2 (1 260D/2)			930dtex/2 (840D/2)		
			优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
1	断裂强力 ≥	N/根 (kgf/根)	279.3 (28.5)	269.5 (27.5)	259.7 (26.5)	215.6 (22.0)	205.8 (21.0)	200.9 (20.5)	137.2 (14.0)	132.3 (13.5)	127.4 (13.0)
2	88.2N (9kgf) 定负荷伸长率	%	8 ± 0.5	8 ± 1.0	8 ± 1.0	—	—	—	—	—	—
	66.6N (6.8kgf) 定负荷伸长率		—	—	—	8 ± 0.5	8 ± 0.7	8 ± 1.0	—	—	—
	44.1N (4.5kgf) 定负荷伸长率		—	—	—	—	—	—	8 ± 0.5	8 ± 1.0	8 ± 1.0
3	粘着强度 (H 抽出法) ≥	N/cm (kgf/cm)	156.8 (16)	137.2 (14)	127.4 (13)	137.2 (14)	117.6 (12)	107.8 (11)	107.8 (11)	98.0 (10)	98.0 (10)
2	断裂强力不匀率 ≤	%	3	4	5	3	4	5	3	4	5
	断裂伸长不匀率 ≤		5	6	7	5	6	7	5	6	7
	附胶量		5 ± 1.0	5 ± 1.5	5 ± 1.5	5 ± 1.0	5 ± 1.5	5 ± 1.5	5 ± 1.0	5 ± 1.5	5 ± 1.5
7	断裂伸长率	%	22 ± 2	22 ± 2	22 ± 2	22 ± 2	22 ± 2	22 ± 2	22 ± 2	22 ± 2	22 ± 2
8	直径	mm	0.75 ± 0.03	0.75 ± 0.04	0.75 ± 0.05	0.65 ± 0.03	0.65 ± 0.04	0.65 ± 0.05	0.55 ± 0.03	0.55 ± 0.04	0.55 ± 0.05
9	捻度	捻/10cm	33 ± 1.5	33 ± 1.5	33 ± 1.5	39 ± 1.5	39 ± 1.5	39 ± 1.5	46 ± 1.5	46 ± 1.5	46 ± 1.5
	初捻 (Z) 复捻 (S)	10cm	33 ± 1.5	33 ± 1.5	33 ± 1.5	37 ± 1.5	37 ± 1.5	37 ± 1.5	46 ± 1.5	46 ± 1.5	46 ± 1.5
10	干热收缩率 ≤	%	6	8	8	6	8	8	6	8	8

1.3 锦纶 6 浸胶帘子布外观质量分等标准如表 6-41。

表 6-41

项目 等级			优 等 品	一 等 品	合 格 品
1	断 经	根/卷	不允许	≤3	≤5
2	浆 斑	个/卷	不允许	≤5	≤10
3	劈 缝	m	不允许	≤1	≤3
4	经线连续粘并	m	不允许	≤30 累计不超过 5 处	≤50 累计不超过 5 处

注：①卷长以 570m 计，卷装整齐、布面平整，不允许有油污疵点。

②浆斑系指 4 ~ 10cm²。

③1cm² 以下的浆点，一等品允许有 80 ~ 160 个/卷。

1 ~ 4cm² 的浆点，一等品允许有 25 ~ 50 个/卷。

④外观质量如有特殊情况影响轮胎厂压延质量时，双方协商解决。

1.4 分等规定

1.4.1 物理指标分为优等品、一等品、合格品。

1.4.2 外观质量分为优等品、一等品、合格品。

1.4.3 物理指标和外观质量等级不相同同时，则按最低的等级定等。

1.5 物理指标分批试验，按批定等，分批规定如下：

1.5.1 以同一只经线筒子所生产的帘子布作为一批。

1.5.2 同一批帘子布若不是连续浸胶或不同工艺生产的均应另行分批。

1.6 物理指标按下列规定定等：

1.6.1 物理指标表 6-40 所列 1~3 项为主要指标，其中有一项不符合者即降等。

1.6.2 物理指标表 6-40 所列 4~6 项为次要指标，其中有二项不符合者即降等。

1.6.3 物理指标最后定等，按主要指标与次要指标最低等级定等。

1.6.4 物理指标表 6-40 所列 7~10 项为生产厂控制指标。

1.7 外观质量逐卷检验，按表 6-41 规定定等，其中有一项不符合者即降等。

2 试验方法

2.1 试验条件

2.1.1 试样在干燥器内平衡 20~24h 后，在温度 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度 62%~68% 条件下测试。

2.1.2 帘子线强伸性能、捻度、干热收缩试验的预加张力为线密度 $[\text{tex}(\text{D})]$ 。乘以 $0.5\text{cN/tex}(\frac{1}{18}\text{gf/D})$ ，如表 6-42。

表 6-42

线 密 度	复 捻	初 捻
	N (gf)	
1 870dtex/2 (1 680D/2)	1.86 (190)	0.93 (95)
1 400dtex/2 (1260D/2)	1.37 (140)	0.69 (70)
940dtex/2 (840D/2)	0.88 (90)	0.44 (45)

2.2 取样

2.2.1 每批帘子布中至少抽取试样一份。在样布上均匀取下六束帘线，从六束帘线中分出四根作粘着强度，十二根作附胶量，十根作直径捻度试验，余下作断裂强力等试验用，试样随机抽取，不得挑选，但有严重疵点的帘线应剔除。

2.2.2 取样长度 500~600mm，必须距布边 200mm 处取样。

2.2.3 取样时要戴汗布手套，并防止帘线退捻。剪下试样要立即放入黑色塑料袋内密封，然后放入干燥器内干燥待试。

2.3 强伸性能试验

2.3.1 仪器

弹力试验机：

上下夹持距离为 250mm；

下降速度 $300 \pm 5 \text{ mm/min}$ ；

断裂强力的读数应在刻度尺的 20% ~ 75% 范围内，在记录强力读数时应精确至 0.98N (0.1kgf)。

2.3.2 方法

2.3.2.1 试样从干燥器取出，将帘线由下而上地套入夹头内，并加上预加张力，夹紧上下尖头，然后进行试验，每批试验不得少于 30 根，帘线打滑或断裂在钳口处其数值均应剔除。

2.3.2.2 断裂伸长率和定负荷伸长率这二项试验和断裂强力试验同时进行，由自动记录的伸长曲线上求得断裂伸长和定负荷伸长，断裂伸长以断裂曲线在断裂时该点的颈部为计算值，断裂强力、断裂伸长率、定负荷伸长率由全部试验值的算术平均数表示。

2.3.3 计算

2.3.3.1 断裂伸长率、定负荷伸长率

$$\text{伸长率}(\%) = \frac{L_1}{L} \times 100 \quad \cdots \cdots (1)$$

式中： L_1 ——实际平均断裂伸长或定负荷伸长，mm；

L ——原来长度（上下夹持距离），mm。

2.3.3.2 不匀率

$$\text{不匀率}(\%) = \frac{\sum (\bar{x} - x_i)n}{N \cdot \bar{x}} \times 100 \quad \cdots \cdots (2)$$

式中： $\bar{x}$ ——全部试验值的算术平均值；

x_i ——小于平均值的试验值的平均值；

n ——小于平均值的次数；

N ——试验总次数。

注：试验值中有与中均数 $\bar{x}$ 相等者，不作为以下平均计数。

2.4 直径试验

2.4.1 仪器

用一级百分表，百分表压脚盘直径为 $10 \pm 0.03 \text{ mm}$ ，测量时在百分表压脚盘上另加重量为 170g 的重锤。

2.4.2 方法

2.4.2.1 每批试验数量不少于 10 根帘线，每次测定时同一部位旋转 90° 各测一次，每

根帘线测二个部位。

2.4.2.2 指针必须校准至零点。

2.4.2.3 百分表压脚盘以距试样 4mm 的高度缓缓放下，不使帘线受任何冲击，静止 5s 后读数。

2.4.2.4 每次读数应精确至 0.01mm，不足 0.01mm 不读。

2.4.2.5 不在浆斑或结头处测定。

2.5 捻度试验

2.5.1 仪器

捻度试验机：

夹持长度为 250mm。

2.5.2 方法

2.5.2.1 试验前将夹持距校正为 250mm，刻度指针校正至零位。

2.5.2.2 试验时将帘线夹入左方纱夹内，再从左方引入右方纱夹的中心位置上，按本标准表 4 规定对帘线施加张力，至指针在扇形刻度尺“Q”上时旋紧夹纱螺丝，先测复捻捻度，并减去一半预加张力，再测定留下一根的初捻捻度，按测定前初捻实际长度修正至 250mm 的捻度。

2.5.2.3 每批试验数量不少于 10 根帘线，帘线的初捻、复捻捻度由全部试验值的算术平均值乘以 0.4 即为 10cm 帘线内的捻度。

2.6 干热收缩率试验

2.6.1 仪器

恒温烘箱、标尺、框架。

2.6.2 方法

取帘线 5 根放在标尺框架上，一端固定另一端按本标准表 4 规定施加预加张力，两端做有标记，标记之间距不少于 200mm，精确量其长度后放入烘箱在 $150 \pm 2^\circ\text{C}$ 的温度条件下烘 30min，在恒温烘箱热态下再精确量出其长度，在整个试验过程中应保持试样不退捻。

2.6.3 计算

$$\text{干热收缩率}(\%) = \frac{L - L_1}{L} \times 100 \quad \cdots \cdots (3)$$

式中：L——帘线原长，mm；

L_1 ——帘线热收缩后长度，mm。

2.7 粘着强度试验

2.7.1 仪器

a. 双滚筒炼机；

- b. 25t 平板硫化机；
- c. 强力试验机（下降速度 300mm/min）；
- d. 试样夹持器见图 6-5，需上下二个。

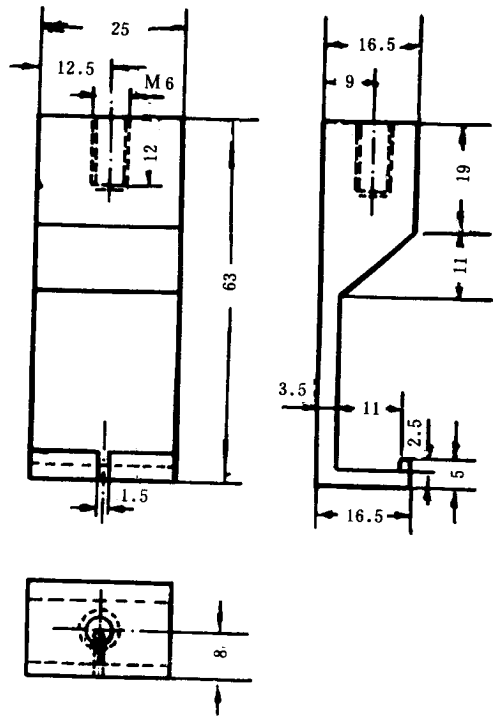


图 6-5 夹持器

2.7.2 “H” 试样规格见图 6-6。

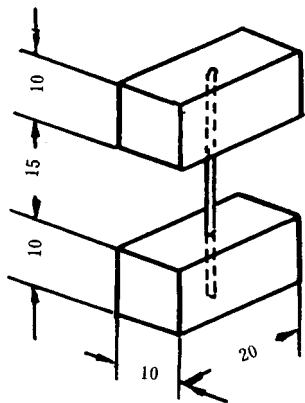


图 6-6 试样

2.7.3 试验条件

2.7.3.1 胶料配方 (份)

天然橡胶	100
半补强炭黑	40
氧化锌	4
硫磺	2.5
促进剂 M	0.8
硬脂酸	2
松焦油	3
防老剂 A	0.75
防老剂 D	0.75
总计	153.8

2.7.3.2 胶料存放

回炼后即可使用, 胶片表面要保持清洁、新鲜, 不能沾有手汗、灰尘及油污等。

2.7.4 硫化条件

2.7.4.1 硫化温度 $136 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

2.7.4.2 硫化时间 50min。

2.7.4.3 硫化时模具所受压力为 3MPa ($30\text{kgf}/\text{cm}^2$)。

2.7.4.4 硫化时帘线的预加张力, 每根为 1.96N (200gf)。

2.7.5 方法

2.7.5.1 开启硫化机电源, 放入模具, 对温至 $136 \pm 2^{\circ}\text{C}$, 稳定 15min。

2.7.5.2 取出模具擦上微量润滑剂 (硅油), 将胶条放在模具槽内, 随即把吊上预加张力的浸胶帘线放在与胶条垂直的小沟中, 再覆上胶料条, 盖上模盖, 对齐四角进行硫化, 并加上所需压力。

2.7.5.3 硫化 50min 后取出橡胶块, 在试验条件下停放 4h。

2.7.5.4 将试片修正成 “H” 形, 剪去多余胶料, 修剪时注意不可损伤帘线。

2.7.5.5 在强力机专用夹持器下进行粘着强度试验, 记录粘着强度读数时应精确至 0.98N (0.1kgf)。

2.7.5.6 粘着强度试片有缺胶、气泡、帘线压偏等缺陷, 在试验前应剔除。

2.7.5.7 在粘着强度试验中发现帘线未抽出就断裂, 如数值在算术平均值以上者可算入, 反之剔除。

2.7.5.8 每批浸胶帘子布粘着强度试验数量不少于 10 次。

2.8 附胶量试验

2.8.1 仪器及药品

- a. 甲酸（化学纯，浓度 85% 以上）；
- b. 电热恒温烘箱；
- c. 分析天平：感量 0.1 ~ 0.4mg；
- d. 磁性搅拌器；
- e. 干燥器、砂芯漏斗（1G2）、烧杯等。

2.8.2 方法

2.3.2.1 将试验帘线 12 根剪成 1 ~ 2mm 左右长度，放在已恒重的称量皿中，再放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘至恒重（烘 2h），然后取出收入干燥器停收冷却 30min。

2.8.2.2 用减量法在天平上称 1g 左右帘线移入 100ml 烧杯中，同时积已恒重砂芯漏斗。

2.8.2.3 在放有帘线的烧杯中，先放进一根磁棒，然后加入 50ml 甲酸，再放在磁性搅拌器上，搅拌 10 ~ 15min，待帘线完全溶解后，取下烧杯钳出磁棒，用少量甲酸洗净。

2.8.2.4 将溶解后的试样，用已知重量的砂芯漏斗过滤，残渣用 50ml 甲酸分二次洗涤，再用足量的无离子水或蒸馏水冲洗过滤，然后用小喷壶喷洗器壁，直至无白点为止。

2.8.2.5 把存有残渣的砂芯漏斗放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱中烘到恒重（烘 2h），取出收入干燥器中冷却 30min，然后精确称量。

2.8.3 计算

$$\text{附胶量}(\%) = \frac{W_1}{W - W_1} \times 100 \quad \cdots \cdots (4)$$

式中：W——试样重量，g；

W_1 ——残渣重量（胶重），g。

2.9 回潮率试验

2.9.1 仪器

- a. 恒温烘箱；
- b. 单盘电光天平：感量 1mg；
- c. 恒重铝盒。

2.9.2 方法

2.9.2.1 取样时必须戴汗布手套，取试样不少于 20g。

2.9.2.2 试样取出后，迅速称重，随即将试样放入烘箱内，在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 下烘到恒重（烘 2h），然后取出放入干燥器中冷却 30min，再精确称烘后重量。

2.9.3 计算

$$\text{回潮率}(\%) = \frac{A - B}{B} \times 100 \quad \cdots \cdots (5)$$

式中：A——烘前试样重量，g；

B ——烘后试样重量, g。

2.10 试样结果分析

2.10.1 每批浸胶帘子布, 各种试验结果的计算, 是由该种试验的全部试验值以算术平均数表示, 其中断裂强力及粘着强度是由全部有效试验值的算术平均数表示, 各种试验结果的计算精度按表 6-43 规定执行。

表 6-43

项 目	要求小数点后有效位数
断裂强力	1
断裂强力不匀率	1
断裂伸长率	1
断裂伸长不匀率	1
定负荷伸长率	1
粘着强度	1
直径	2
捻度	1
干热收缩率	1
回潮率	2
附胶量	2

2.10.2 计算时有效位数按 GB 8170《数值修约规则》进行修约。

2.10.3 计算时除断裂强力和粘着强度另有规定外, 其他各种试验无论遇到过大或过小试验值均应计算, 不得剔除。

3 帘子布商业结算重量

3.1 以绝干白坯帘子布重量加上公定回潮率计算。

3.2 锦纶 6 的公定回潮率为 4.5%。

3.3 在确定帘子布商业结算重量时, 应对白坯帘子布进行回潮率试验, 然后按式 (6) 进行计算:

$$W = W_1 \times \frac{100 + A}{100 + B} \quad \cdots \cdots (6)$$

式中: W ——帘子布商业结算重量;

W_1 ——白坯帘子布实际重量;

A ——公定回潮率, %;

B ——白坯帘子布实际回潮率, %。

4 验收规则

4.1 使用厂可按本标准各项规定检验其产品质量是否符合本标准的要求。

4.2 任何一方对验收结果有异议时,可提请供需双方同意的仲裁机构加倍取样复验(抽取2卷,即2份试样),复验结果即为最终结果,复验费由责任方负担。

4.3 物理指标的粘着强度(H抽出力)有效期为自出厂日起的六个月。

5 包装、标志、运输、贮存

5.1 包装

5.1.1 浸胶帘子布以卷为单位进行包装。

5.1.2 锦纶6浸胶帘子布应分别按本市(近)销为布包装或外(远)销为铁皮条包装规格进行包装(如生产厂与收货方另有协议者不受此限),并保证标志和实物必须相符。

5.1.3 本市(近)销帘子布包装(布包),木棍应干燥,棍外包裹防潮聚乙烯薄膜一层,帘子布外包牛皮纸及黑色聚乙烯薄膜,布卷两端需放无水防潮剂,要求密封,外面再用布包扎并以绳子紧扎牢固。

5.1.4 外(远)销帘子布包装(铁皮条包),木棍应干燥,棍外包裹防潮聚乙烯薄膜一层,帘子布外包牛皮纸及黑色聚乙烯薄膜,布卷两端放无水防潮剂,要求密封,外面再包硬质瓦楞纸纸板和麻布,布卷二端需装上硬质木盘,最后用铁皮条纵横各四通紧扎牢固。

5.1.5 锦纶6浸胶帘子布的包装,应保障品质,不受损伤,并适于贮运,标志应明确清楚,便于识别。

5.2 标志

5.2.1 浸胶帘子布标签上应注明布型规格、浸胶批号、等级、生产厂名、重量、浸胶日期等并贴上商标。

5.2.2 每批帘子布应附有质量检验单。

5.2.3 浸胶帘子布包外应标志防潮、禁止用钩等标记。

5.2.4 每批帘子布出厂时,在销售单或磅码单上应注明出厂日期。

5.3 运输

5.3.1 帘子布运输装卸时应做到轻拿轻放,以免损伤帘布。

5.3.2 运输帘子布的车厢应保持清洁,切忌与各种油类混装,以免沾污。

5.4 贮存

5.4.1 贮存帘子布的仓库应通风良好,防止过热、过湿,防日光照射,不得在地面上直接堆放,不得与其他油料、药料堆放在同一仓库内。

5.4.2 浸胶帘子布存放期不宜超过半年,并应做到先进先用,帘子布未启用前不得将防潮纸打开。

第三节 帆 布

一、帆布织物试验方法

FZ/T 10003—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了帆布织物的长度、幅宽、密度、断裂强力和断裂伸长率以及 1m^2 干燥重量的测定。

本标准适用于有梭和无梭织机织造的帆布织物的试验。

2 引用标准

GB 3291 纺织名词术语（纺织材料、纺织产品通用部分）

ZB W04 006.2 温度与回潮率对棉及化纤纯纺、混纺制品断裂强力的修正方法 本色布断裂强力的修正方法

3 标准大气

试验用标准大气为温度 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ；相对湿度 $65\% \pm 2\%$ 。

4 帆布织物长度的测定

4.1 定义

机织物的长度是一段织物两端最外边，保持整幅纬纱线间的距离。

4.2 测定原理

整段织物上标出用带刻度的钢尺连续量出的片段，然后从各片段的长度得出织物的总长。

4.3 测量程序

帆布检验，一般在叠好的布匹上进行（或在验布机上直接测量）。一段布上的每页折幅全部测量，余下不足折幅的，用钢尺测量，精确至 0.1cm ，不足 0.1cm 的不计。

4.4 测量结果的计算

$$\text{匹长}(m) = \text{实际折幅长}(m) \times \text{折数} + \text{不足实际折幅的长度}(m) \cdots \cdots (1)$$

5 帆布织物幅宽的测定

5.1 定义

织物的总幅宽是织物最外的两边经纱间与织物长度方向垂直的距离。

5.2 测定原理

用钢尺在织物不同点测量宽度。

5.3 测量程序

帆布幅宽每匹检验，一般在折叠的布匹上进行（或在验布机上测量）。将布摊在平台上，用钢板尺均衡地测量 5 ~ 10 处（匹长 50m 以下测量 5 处，匹长 50 ~ 100m 测量 8 处，匹长 100m 以上测量 10 处）。测量处须距布的头尾至少 5m。

5.4 测量结果的计算

以各次测量值的算术平均值为该匹布的幅宽。数字精确至 0.01cm，舍入至 0.1cm。

6 帆布织物密度的测定

6.1 定义

密度是指在织物经向或纬向单位长度中所含有的纱线根数。

6.2 测量程序

6.2.1 帆布的经、纬密度在取样的三匹布上进行检验。

6.2.2 帆布的经、纬线密度用 10cm 内纱线的根数表示，检验密度时，一般可点数 5cm 内的经线或纬线根数，将测得的数字乘 2 即得。但密度在 100 根以下时，仍应点数 10cm 内的经线或纬线根数。

6.2.3 经密检验一般在布匹（距布的头尾不少于 5cm）的中间部位进行，在布匹全幅上同一纬向不同位置检验三处，其中两处应在距布边 5cm 处进行，纬密必须在不同的位置检验 5 ~ 10 处。匹长 50m 以下检验 5 处，匹长 50 ~ 100m 检验 8 处，匹长 100m 以上检验 10 处，各测定点距离应大致相等。

6.2.4 密度检验，应精确至 0.25 根，起讫点均以两根线孔隙中间为标准，如讫点至线的左侧则最后一根线作 0.25 根，至线的中心则最后一根线作 0.5 根，至线的右侧则最后一根线作 0.75 根。凡不足 0.25 根的不计，超过 0.25 根作 0.5 根计，超过 0.75 根作 1 根计，如图 6-7。

6.3 测量结果的计算

每匹帆布的经线和纬线密度以测定值的算术平均值表示。计算精确至 0.01 根，舍入为 0.1 根。

7 帆布织物断裂强力和断裂伸长率的测定

7.1 定义

7.1.1 断裂强力

在试样被拉伸至断裂的试验中所测得的最大拉伸力，以牛顿表示。

7.1.2 断裂伸长率

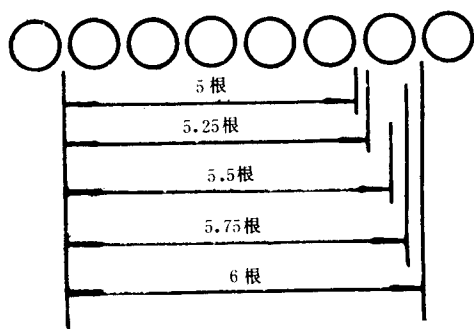


图 6-7

拉伸试验中试样拉伸至断裂时长度的增加值，以名义夹持长度的百分率表示。

7.2 测定原理

用适宜的机械方法，对试样给予逐步增加的拉力，使其伸长，直至发生断裂，并指示出断裂时的最大拉力和伸长。

7.3 试样调湿

试验前试样应在标准大气条件下调湿 24h。

7.4 样品和试样

7.4.1 样品

7.4.1.1 试验样品要具有代表性，要求布面平整，不能有影响试验结果的疵点。每次随机抽取三匹帆布，每匹剪取一块样品，即长度约 40cm 的整幅布样（不能在上了机布上取样）。

7.4.1.2 样品的调湿平衡

试验前将样品充分暴露在标准试验大气中，直至达到含湿平衡。通常指其称量时，每隔 2h 称得重量的递变量不超过 0.25%。

7.4.2 试样

7.4.2.1 每块样布裁剪经向试样 T 和纬向试样 W 至少各 5 条，各试样的长度方向平行于织物的经纱或纬纱。幅宽小于 100cm 的，经向距布边 1/10 幅宽处裁取。试样裁剪尺寸见表 6-44。一般织物的试样长度应满足名义夹持长度达到 20cm。试样裁剪如图 6-8。

表 6-44

试验项目	一份样布布条数		一块布条的裁剪尺寸 cm
	经 向	纬 向	
断 裂 强 度	3	4	6.5 × 33 ~ 38
回 潮 率	1		33 ~ 38 × 13 ~ 38

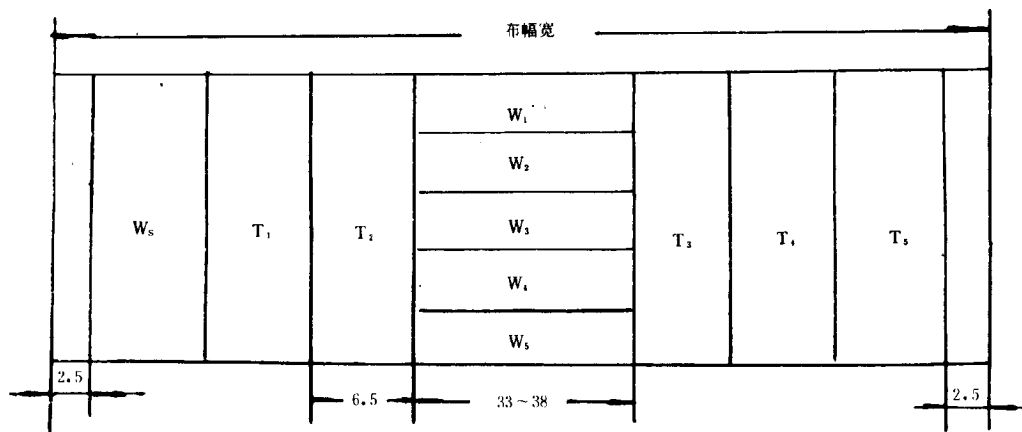


图 6-8

7.4.2.2 试样裁剪的宽度，应根据织物留有毛边的宽度而定，一般在织物二边留有5mm 毛边。

7.4.2.3 拉去边纱后的试样宽度为 50mm，5 股以上经线的帆布在试验前拆除试验经向强力布条两侧的纱线，使布条的两侧各比 5cm 多 4 根纱线（不被夹钳夹住），如图 6-9。

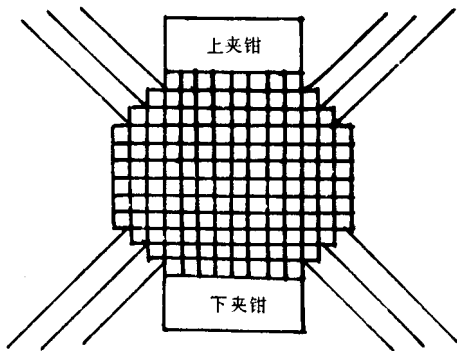


图 6-9

7.5 试验步骤

7.5.1 仪器校正

7.5.1.1 试验前校正强力试验机的零位。

7.5.1.2 校正强力机上下夹距之间距离为 20cm（精确至 1mm）。并使夹钳相互对齐和平行，确保试样受力后不产生歪斜。

7.5.1.3 强力机下夹钳下降速度为 10~11cm/min。

7.5.1.4 选择适宜的载荷重锤，并使强力指示读数落在刻度盘的 20%~75% 范围内，

内圈不适用时使用外圈。超过 75% 范围时，可采用 25mm 的布条代替，但须将测得的强力乘以系数（经向为 2.05，纬向为 1.95）。

7.5.2 预加张力

根据试样断裂负荷大小，决定预加张力大小，见表 6-45。

表 6-45

断 裂 负 荷 N	预 加 张 力 kg
4 905 以上	3
2 941 ~ 4 905	2
1 970 ~ 2 940	1
1 970 以下	0.5

7.5.3 试样的夹持

在夹钳中心位置夹持试样，使试样在预加张力作用下，其纵向轴线与夹钳的钳口线互成直角。夹持试验时则应关闭上夹钳制动器。将试样一端置入上夹钳的中间位置，稍加拧紧，再将试样的另一端置入下夹钳内，悬挂预加张力重锤，使试验全幅纱线在预加张力作用下达到均匀挺直，然后拧紧上夹钳，松开上夹钳制动器，检查刻度盘上的指针是否恰为悬挂重量的刻度，然后拧紧下夹钳，取下张力重锤，开启马达进行测定。

7.5.4 测定强力时，可在夹钳内垫放衬物，以免布条滑移。如仍有滑移现象时，应在试验前沿夹钳的上下夹持线用细笔在布条上划一界线，当布条断裂时，再沿夹钳的上下夹持线用细笔划界线。然后将布条拿下，测量滑移长度，在计算伸长时予以扣除。断裂伸长的计算公式：

$$E = \frac{L_1}{L_2} \times 100 \cdots \cdots (2)$$

式中：E——帆布实测断裂伸长率，%；

L_1 ——实际断裂伸长，cm；

L_2 ——上下夹钳距离，20cm。

7.5.5 试验中，布条如沿夹钳的夹持线或在夹钳内断裂，试验得出的数字无效，应另换预备布条再行试验。

7.5.6 试验人员读数的视线应与刻度盘在同一水平线上，如有必要可按试验人员的身高在试验机前放置垫木，以免影响读数的正确性。

7.6 测定结果的计算

7.6.1 单位

断裂强力以牛顿表示，断裂伸长以毫米表示。

7.6.2 平均断裂强力和断裂伸长率的计算公式：

a. 平均断裂强力

$$F = \frac{\sum F_i}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：F——平均断裂强力，N；

$\sum F_i$ ——各试样断裂强力值的总和，N；

n——测定次数。

计算要求精确至小数后二位，舍入为一位。

b. 平均断裂伸长

$$e = \frac{\sum \Delta L}{n} \dots\dots\dots (4)$$

式中：e——平均断裂伸长，mm；

$\sum \Delta L$ ——各个试样断裂伸长值的总和，mm；

n——测定次数。

c. 各个试样断裂伸长率

$$E_1 = \frac{100 \Delta L}{L} \dots\dots\dots (5)$$

式中：E₁——各个试样断裂伸长率，%；

ΔL ——各个试样断裂伸长的值，mm；

L——试样名义夹持长度，mm。

d. 平均断裂伸长率

$$E = \frac{\sum E_1}{n} \dots\dots\dots (6)$$

式中：E——平均断裂伸长率，%；

$\sum E_1$ ——各个试样断裂伸长率总和；

n——测定次数。

计算要求精确至小数后二位，舍入为一位。

8 1m² 干燥重量的测定

8.1 原理

试验用样品放在标准大气中调湿后，按规定尺寸从样品上裁取试样称量，计算单位面积的重量。

8.2 测定程序

8.2.1 试样裁剪

将试验布样二边沿划线正确地剪去各 2.5cm 左右,并修剪平齐。

8.2.2 将试样置于平板上,取试样中心及二边测量其长度和宽度(二边距布边 10cm 处),精确至 0.1cm。

8.2.3 在布样上裁取试验回潮的布条,四边各拉去边线数根,夹在大块布中一起称重,精确至 0.01g,作为布样的烘前重量。

8.2.4 将试样中试验回潮率的布称重,然后放入自动控温烘箱。

8.2.5 烘至不变重量时,称出其干燥重量。

8.3 测定结果的计算

$$G = \frac{G_1 \times 1000\ 000 \times g_2}{L \times B \times g_1} \dots\dots\dots (7)$$

式中: G —— 1m^2 干燥重量, g/m^2 ;

G_1 ——试验布样烘前重量, g ;

g_1 ——回潮布条烘前重量, g ;

g_2 ——回潮布条干燥重量, g ;

L ——试验布样长度, mm ;

B ——试验布样宽度, mm 。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 试样名称和规格;
- b. 试验日期;
- c. 试验条件;
- d. 说明任何偏离本标准试验方法的细节。

附 录 A

物理试验分批规定和试验周期

(补充件)

A1 物理试验以成品车间一昼夜产量为一批,若质量稳定时,可以延长试验周期,但每周至少试验一次。

A2 试验结果如不符合技术要求项目规定,对不符合要求的项目必须进行复试,以一次复试结果为准。仍达不到要求时,则对一昼夜产品予以降等,再连续试验三批合格后,方得恢复原定试验周期,如连续不合格,则应连续降等。

附 录 B
非仲裁性常规测定
(补充件)

B1 试验用标准大气可以采用温度 $20 \pm 3^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 $65\% \pm 3\%$ 。

B2 若在工厂内部定等、质量控制试验等, 可采用一般温湿度条件下进行试验, 根据实测回潮率 W_s , 然后以温度和标准回潮率换算的办法, 修正试样的断裂强力, 但试验地点的温湿度必须保持稳定。

二、鞋用棉本色帆布

FZ/T 13003—92

1 主题内容与适应范围

本标准规定了鞋用棉本色帆布的产品品种、规格、技术要求、布面疵点的评分、试验方法、检验规则、标志及包装。

本标准适用于鉴定有梭织机和无梭织机生产的鞋用棉本色帆布的品质。

2 引用标准

- GB 398 本色棉纱线技术要求
- GB 406 附件 本色棉布技术条件制订规定
- GB 410 本色棉布验收规则
- FZ/T 10003 帆布织物试验方法
- ZB W04 006.2 温度与回潮率对棉及化纤纯纺、混纺制品断裂强力的修正方法 本色布断裂强力的修正方法
- ZB W08 002 棉及化纤纯纺、混纺本色布包装和标志

3 产品品种、规格

鞋用棉本色帆布的产品品种、规格根据用户需要, 由生产部门制订。

4 技术要求

- 4.1 鞋用棉本色帆布技术要求包括织物组织、幅宽、密度、断裂强力、布面疵点评分五项。
- 4.2 分等规定
 - 4.2.1 鞋用棉本色帆布的品等分为优等品、一等品、二等品、三等品, 低于三等品的

为等外品。

4.2.2 鞋用棉本色帆布的评等以匹为单位，织物组织、幅宽、布面疵点按匹评等，密度、断裂强力按批评等，并以其中最低的品等，作为该匹布的品等。

4.2.3 分等规定如表 6－46。

表 6－46

项 目		标 准		允许偏差		
				一等品	二等品	三等品
织物组织		按设计规定		符合设计要求	符合设计要求	符合设计要求
幅宽，cm		按产品规格		+ 2.0% － 1.2%	+ 2.5% － 1.6%	超过 + 2.5% － 1.6%
密度 根/10cm	经纱	按产品规格		－ 1.5%	超过	－ 1.5% － 2.0%
	纬纱			－ 2.0%		
断裂强力 N	经向	按附录 C（补充件）断裂强力计算公式计算		－ 8.0%	超过－ 8.0%	—
	纬向					
布面疵点评分 （平均） 分/m 不大于		幅 宽	110cm 及以下	符合一等品 规定	符合二等品 规定	符合三等品 规定
		评 等 限 度				
		品 等				
		一等品	0.3			
		二等品	0.6			
		三等品	1.5			

4.2.4 在达到一等品各项条件的基础上，符合下列条件评为优等品。

a. 幅宽 110cm 及以下每米分数不大于 0.2 分；

b. 不允许有单个评为 4 分的疵点存在；

c. 幅宽允许偏差－1%；

d. 布面无大结头。

5 布面疵点检验评分

5.1 布面疵点的检验条件

- a. 检验时的照明光度为 400 ± 100lx；
- b. 验布机线速度不大于 20m/min。

5.2 布面疵点评分如表 6－47。

表 6-47

疵点长度 疵点分类	评分				补充说明
	1	2	3	4	
经向明显疵点条	8cm 及以下	8cm 以上 ~ 16cm	16cm 以上 ~ 24cm	24cm 以上 ~ 100cm	①1cm 以下的断经、沉纱、经缩波纹、深油经、浅色油渍不评分。 ②4cm 以下的松经、紧经、吊经、粗经、细经不评分。 ③布面拖纱 1cm 以上每条评 1 分，杂色坯每条 3 分。布边拖纱 3cm 以上的连续 2 根评 1 分。 ④长 8 ~ 24cm 的浅油经；长 50 ~ 100cm 的筘路、筘穿错、明显的花经、双经、双平织物的单断经评 1 分。 ⑤渗透黄油按深油评分。 ⑥松紧边每 100cm 评 1 分。 ⑦喷气布机织物布边宽 3cm 以上（两边相加）100cm 评 1 分
纬向明显疵点条	8cm 及以下	8cm 以上 ~ 16cm	16cm 以上 ~ 半幅	半幅以上	①起圈纬缩每 2 只评 1 分，松纬缩 3 楞及以上每 2 只评 1 分。 ②4cm ~ 半幅以内的双纬（包括毛边）每条评 1 分，半幅以上评 2 分。 ③0.1cm 以下的杂物织入，织入布内的结头不评分。 ④须状毛边经向长 1cm 内满 6 根评 3 分。 ⑤浅色油纬每条评 1 分，深油纬 1cm ~ 半幅评 1 分，半幅以上评 3 分。 ⑥0.5cm 以上的凹边经向长 50cm 以下每 3 只评 1 分

续表

疵点长度 疵点分类		评分	1	2	3	4	补充说明
横档	不明显	半幅及以下	半幅以上	—	—	开车印达到浪纹程度的评 2 分, 达不到浪纹程度的评 1 分	
	明显	—	—	半幅及以下	半幅以上		
严重疵点		—	—	—	100cm 及以下	①2cm 以下的经缩浪纹评 1 分。 ②1cm 及以下的跳花评 1 分	

5.3 允许评分的规定

5.3.1 每匹布或(段)允许评分数按下式计算。

每匹布或(段)允许总评分 = 每米允许评分数(分/m) × 匹或段长(m)

计算结果有小数时四舍五入取整数。

5.3.2 1m 内累计评分最多评 4 分。

5.4 疵点的检验规定

5.4.1 评分以布的正面为准。以交班印一面为正面, 双层帆布织物的反面仍应评分。

5.4.2 距边 1cm 内的疵点不评分, 但破洞、豁边、布面拖纱、烂边、跳花、松紧边、凹边要评分。

5.4.3 对下列疵点评分时, 区别明显与不明显的规定:

a. 经缩、拆痕、修正不良、油疵四个疵点, 达到标样程度的为明显;

b. 稀纬、密路以最严重处测量经向 1cm 内的纬纱根数超过—12% 的为明显稀纬, 超过 +25% 的为明显密路。

5.4.4 达不到评分程度的经(纬)向疵点, 若密集在 8cm × 8cm 内有三个及以上疵点时评 1 分。

5.4.5 鞋里用帆布的筘路、筘穿错、浅油线、明显花经、双经、双平织物单断经、松纬缩、起圈纬缩、凹边、粗在 0.2cm 以下的杂物织入、稍毛的拆痕、不明显横档、8cm 以下的双纬不评分, 8cm 以上的双纬每条评 1 分。

花纬、云织、条干不匀每条评 2 分。错纬、明显横档半幅以下评 1 分, 半幅以上评 2 分。

5.4.6 双层鞋用帆布的反面破洞、跳花、断经、脱纬、浪纹、百脚、跳纱、杂物、搔损、深黑色油类疵点要评分。

5.5 疵点的量计

5.5.1 疵点的长度以经向或纬向最大长度量计。

5.5.2 一个或几个经（纬）向疵点，在宽 1cm 以内的按一条，宽度超过 1cm 的每 1cm 为一条，其不足 1cm 的按一条计。

5.5.3 如在一条内断续发生的疵点，在经（纬）向 8cm 内有二个及以上的则按连续长度量计评分。

5.5.4 经向明显疵点及严重疵点，长度超过 1m 时，其超过部分按表 2 再行评分。

5.5.5 不同名称、不同程度的疵点在一起发生，如按分别评分加合计大于按程度重的全部量评分时，则按程度重的全部量评分。否则按分别量评分加合计算，疵点轻重程度难于分别时，全部按程度重的量计。

5.6 加工坯布中不评分的疵点（不包括优等品）

a. 距布头 5cm 内的疵点；

b. 漂白坯的水渍、污渍、流印、拖纱、花经（纬）、双经织物的单断经。

上述疵点如用户另有要求时，可按协议执行。

5.7 对部分疵点数量的限制

一等品每二联匹允许单个评为 4 分疵点（不包括严重疵点）1 个。

5.8 对疵点修织的要求

5.8.1 凡在织布厂能修织好的疵点，应一律修好后出厂。

5.8.2 金属、硬性杂物织入必须在织布厂剔除。

5.8.3 1cm 以上的破洞、2cm 以上的跳花、0.5cm 的豁边、连续 2.5cm 以上的烂边、不对接轧梭、稀弄六大疵点必须在织布厂剪除。

5.9 假开剪和拼件的规定

印染加工后能假开剪或拼件的，可实行假开剪。凡不符合假开剪规定的可开剪作联匹拼件处理，但须符合 ZB W08 002 的规定。

6 试验方法

按 FZ/T 10003 执行。

7 检验现则

按 GB 410 执行。

8 标志、包装

按 ZB W08 002 执行。

9 其他

用户对产品有特殊要求时，可由供需双方另订协议。

附录 A

各类布面疵点的具体内容

(补充件)

A1 经向明显疵点

断经、断疵、跳纱、沉纱、吊经、松经、紧经、粗(细)经、经缩波纹、筘路、筘穿错、综穿错、边撑疵、油经、不褪色的色线、拖纱、棉球、竹节、结头、花经、烂边、凹边、修正不良、油渍、锈渍、水渍、油花、错纤维、松紧边。

A2 纬向明显疵点

双纬、脱纬、错纬、花纬、纬缩(包括扭结纬缩、起圈纬缩、松纬缩)、油纬、毛边、云织、条干不匀、杂物、百脚。

A3 横档

稀纬、密路、拆痕、开车印。

A4 严重疵点

破洞、跳花、豁边、连续 1cm 以上的烂边、霉斑、损伤布底的修正不良、稀弄、经向 8cm 内满 10 个结头、经缩浪纹、金属及粗 0.3cm 的杂物。

A5 其他

经向疵点及纬向疵点中有些是这二类共同性的,在分类中只列入经向明显疵点,如在纬向出现时按纬向明显疵点评分。

附录 B

疵点名称的说明

(补充件)

B1 跳花:3 根及以上的经、纬纱相互脱离组织,包括隔开 1 个完全组织。

B2 破洞:3 根及以上经纬纱共断或单断经、纬纱,包括隔开 1~2 根好纱。

B3 豁边:边组织内 3 根及以上经、纬纱共断或单断经纱,包括隔开 1 个完全组织(双边纱 2 根作 1 根计)。

B4 烂边:边组织内单断纬纱,且有一处连续断 3 根及以上的(隔 1 根纬纱断 1 根的为连续)。

B5 修整不良:布面被刮起毛,经、纬纱交叉不匀,起皱不平。

B6 稀弄:布面上缺纬而形成明显的空档。

B7 毛边:边部纬纱不正常织入布内,或纬纱并列露出边外形成须状。

- B8 边撑疵：边撑不良使织物中纱线被轧断。
- B9 开车印：织造中布面起楞的印痕。
- B10 跳纱：1~2 根经纱或纬纱跳过 1 个及以上的完全组织。
- B11 沉纱：经纱脱离组织沉浮在布面上。
- B12 断疵：经纱断头后，纱尾被织入布内。
- B13 紧经：拈度过大的经纱。
- B14 吊经：张力过大的经纱。
- B15 松经：张力松弛的经纱。
- B16 经缩：经纱受到意外张力后，使织物表面呈现块状或条状的起伏不平，按其严重程度分为经缩浪纹和经缩波纹（浪纹必须三楞起算）。
- B17 凹边：纬纱张力过大，把布边拉成凹陷缺口。
- B18 条干不匀：前后都能与正常纬纱划分得开的较差的纬纱织入。
- B19 云织：指纬纱密度段稀段密有四条及以上的。
- B20 拆痕：拆布后布面上留下的起毛痕迹。
- B21 脱纬：一梭内有 3 根及以上的纬纱织入布内。
- B22 花纬：由于不同配棉成分或陈旧纬纱，使布面呈现色泽不同，且有 1~2 个分界线。
- B23 杂物：指飞花、回丝、木质、皮质等织入。
- B24 百脚：斜纹织物缺纬纱。
- B25 松紧边：经向 1m 长，布边与布中间相差 2cm 以上为松紧边（在距边 1cm 处量计）。
- B26 错经（纬）：包括错特克斯、错纤维、多少股（二股及以上的经、纬线多或少 1~2 股及以上的）。
- B27 竹节：粗于原纱线 1 倍的。

附 录 C

断裂强力标准制定办法

（补充件）

C1 断裂强力标准计算公式

断裂强力标准按式（C1）计算：

$$Q = \frac{D \cdot B \cdot N \cdot K \cdot tex}{2 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 9.8 \dots\dots\dots (C1)$$

式中：Q——织物断裂强力，N；

D——纱线一等品品质指标；

B ——由品质指标换算单根纱线断裂强度的系数；

N ——织物中纱线标准密度，根/10cm；

K ——织物中纱线强力的利用系数；

tex ——织物中纱线的特克斯数。

C2 织物中纱线强力的利用系数 K 值

C2.1 鞋面帆布 K 值如表 C1、表 C2。

表 C1

经向

原纱， tex	$28 \times 2, 28 \times 3, 28 \times 4$	$18 \times 2, 14 \times 2$
K 值	0.91	1.04

表 C2

纬向

紧度，%	$36 \sim 48$	$49 \sim 60$
K 值	$0.90 \sim 0.95$	$0.95 \sim 1.00$

注：紧度每相差 $\pm 1\%$ ， K 值则相差 $\pm 0.004\ 17$ 。

C2.2 鞋里帆布 K 值如表 C3、表 C4。

表 C3

经向

紧度，%	50	51	52	53	54	55	56	57	58	59
K 值	0.850	0.853	0.856	0.858	0.861	0.864	0.867	0.869	0.872	0.875
紧度，%	60	61	62	63	64	65	66	67	68	
K 值	0.878	0.880	0.883	0.886	0.889	0.892	0.894	0.897	0.900	

注：紧度每相差 $\pm 1\%$ ， K 值则相差 $\pm 0.002\ 77$ 。

表 C4

纬向

紧度，%	40	41	42	43	44	45	46	47
K 值	1.000	1.003	1.007	1.010	1.013	1.017	0.020	1.023
紧度，%	48	49	50	51	52	53	54	55
K 值	1.026	1.030	1.033	1.036	1.040	1.043	1.046	1.050

注：紧度每相差 $\pm 1\%$ ， K 值则相差 $\pm 0.003\ 3$ 。

附 录 D
代表性品种技术条件
(补充件)

表 D1

帆布编号	幅宽 cm	原纱特克斯		总经根数	密度 根/10cm		断裂强度 N/5 × 20cm		织物组织
		经纱	纬纱		经向	纬向	经向	纬向	
5101	80	28 × 3	28 × 4	2 392	299	98	1 715	775	1 + 1/1
	86.5	28 × 3	28 × 4	2 586	299	98	1 715	775	1 + 1/1
5102	80	28 × 3	28 × 4	2 204	275.5	102	1 580	815	1 + 1/1
	84	28 × 3	28 × 4	2 314	275.5	102	1 580	815	1 + 1/1
	84.5	28 × 3	28 × 4	2 328	275.5	102	1 580	815	1 + 1/1
	87.5	28 × 3	28 × 4	2 410	275.5	102	1 580	815	1 + 1/1
	94	28 × 3	28 × 4	2 590	275.5	102	1 580	815	1 + 1/1
5103	80.5	28 × 3	28 × 4	2 278	283	102	1 620	815	1 + 1/1
5104	81	28 × 3	28 × 4	2 216	273.5	102	1 570	815	1 + 1/1
	81.5	28 × 3	28 × 4	2 230	273.5	102	1 570	815	1 + 1/1
5105	82.5	28 × 3	28 × 4	2 272	275.5	94	1 580	735	1 + 1/1
5106	85	28 × 3	28 × 4	2 406	283	110	1 620	885	1 + 1/1
5107	92.5	28 × 3	28 × 4	2 266	245	106	1 400	850	1 + 1/1
5108	83.5	28 × 3	28 × 4	2 334	279.5	96	1 600	850	1 + 1/1
5109	82.3	18 × 2	28 × 3	3 506	425	141.5	1 070	795	1 + 1/1
	84	18 × 2	28 × 3	3 570	425	141.5	1 070	795	1 + 1/1
	87.5	18 × 2	28 × 3	3 724	425	141.5	1 070	795	1 + 1/1
5110	81.5	18 × 2	28 × 3	3 652	448	149.5	1 140	855	1 + 1/1
5111	80	28 × 2	28 × 3	2 580	322.5	114	1 140	620	1 + 1/1
5112	80	14 × 2	28 × 3	3 244	405.5	157	835	900	1 + 1/1
5113	81	28 × 2	28 × 2	1 868	230.5	200	815	705	1 + 1/1
5201	77.5	28 × 2	28 × 2	1 554	200.5	157	665	580	1/1
	78.5	28 × 2	28 × 2	1 574	200.5	157	665	580	1/1
	91.5	28 × 2	28 × 2	1 836	200.5	157	665	580	1/1

续表

帆布编号	幅宽 cm	原纱特克斯		总经根数	密度 根/10cm		断裂强度 N/5 × 20cm		织物组织
		经纱	纬纱		经向	纬向	经向	纬向	
5202	77.5	28 × 2	28 × 2	1 504	194	161	650	590	1/1
5203	80	28 × 2	28 × 2	1 576	197	165	660	610	1/1
5204	81	28 × 2	28 × 2	1 624	200.5	161	670	590	1/1
	81.5	28 × 2	28 × 2	1 634	200.5	161	670	590	1/1
	85	28 × 2	28 × 2	1 704	200.5	161	670	590	1/1
5205	81.5	28 × 2	28 × 2	1 924	236	173	815	640	1/1
5206	82	28 × 2	28 × 2	1 804	220	173	745	640	1/1
	82.5	28 × 2	28 × 2	1 816	220	173	745	640	1/1
5207	83	28 × 2	28 × 2	1 568	189	142	630	510	1/1
5208	78.5	28 × 3	28 × 3	1 052	134	134	705	805	1/1
5209	82.5	28 × 3	28 × 3	1 592	193	128	1 090	765	1/1
5210	90	28 × 3	28 × 3	1 804	200.5	141.5	1 140	865	1/1
双层帆布 5301	80	28 × 2	28 × 2	表 404 × 2 里 204 × 2	300 × 2	185 × 2	2 070	1 430	表 1 + 1/1 里 2/2
5302	82.5	28 × 2	28 × 2	表 404 × 2 里 204 × 2	291 × 2	173 × 2	1 960	1 560	表 1 + 1/1 里 2/2

附 录 E

用于常温测定织物断裂强力的温度、回潮率的修正
(补充件)

工厂定等试验，内部质量控制试验，可采用在一般温湿度条件下快速测定，然后用标准温度和回潮率换算的办法，以修正试样的断裂强力，但试验地点的温湿度必须保持稳定。

E1 断裂强力修正公式

修正后的断裂强力 (N) = 实测断裂强力 (N) × 强力修正系数 (E1)

E2 强力修正系数

按 ZB W04 006.2 执行。

三、橡胶工业用合成纤维帆布

Synthetic fibres canvas for rubber industry

FZ/T 13010—1998

1 范围

本标准规定了橡胶工业用合成纤维帆布的产品品种、规格、技术要求、外观质量要求、试验方法、标志、包装、贮存和运输。

本标准适用于鉴定机织生产橡胶工业用合成纤维本色帆布和浸胶帆布的品质。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 3820—1997 纺织品和纺织制品厚度的测定

GB/T 6759—86 输送带的层间粘合强度测定方法

FZ/T 10003—92 帆布织物的试验方法

3 产品品种、规格

3.1 橡胶工业用合成纤维帆布包括橡胶工业用合成纤维本色帆布和浸胶帆布两个部分。

3.2 橡胶工业用合成纤维帆布按其纤维种类分为以下两个品种：

a) 涤锦帆布 其经向为聚酯（涤纶）纤维，纬向为锦纶 66，代号为“EP”。

b) 锦纶帆布 其经向和纬向均为锦纶 6，代号为“NN”。

3.3 合成纤维本色帆布与其浸胶帆布对应品种规格均以输送带的经向强力分为 80、100、125、150、200、250、300、350、400、500、600N/mm 等 11 种规格，以输送带宽度划分则根据用户需要确定。

4 技术要求

4.1 技术要求项目

橡胶工业用合成纤维本色帆布的技术要求包括织物结构、幅宽、密度、厚度、断裂强度、断裂伸长率、平方米干重。浸胶帆布技术要求除上述各项外，再加上粘合强度、10% 定负荷伸长率、干热收缩率、干热收缩率不匀率四项。

4.2 分等规定

- 4.2.1 橡胶工业用合成纤维帆布以匹（或卷）为单位检验，由物理指标及外观疵点的品等结合评定。分为优等品、一等品、合格品，达不到合格品要求的为不合格品。
- 4.2.2 当物理指标与外观疵点品等不同时，按最低品等评定。
- 4.2.3 物理指标中本色帆布的断裂强力，浸胶帆布的断裂强力和粘合强度为主要指标，有一项不符合标准规定就为不合格品。
- 4.2.4 物理指标分批试验，按批评等。分批规定如下：
- a) 本色帆布以同一只经线筒子生产的帆布作为一批；
- b) 浸胶帆布的分批，若不是连续浸胶或不同工艺生产的均应另行分批。
- 4.3 橡胶工业用合成纤维本色帆布代表性品种技术要求见表 6－48、表 6－49。

表 6－48

EP 本色帆布技术要求

序号	规格 项目		单位	EP－80						EP－100					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1100×1	930×1	1100×1	930×1	1100×1	930×1	1100×1	930×1	1100×1	930×1	1100×1	930×1
2	密度		根/ 10cm	120±2	76±2	120±2	76±2	120±2	76±2	160±2	86±2	160±2	86±2	160±2	86±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	95	55	90	50	90	45	125	60	120	55	115	50
		最低值		85	50	80	45	75	40	110	55	105	50	100	45
4	断裂伸长率		%	≥18	≤25	≥18	≤25	≥18	≤25	≥18	≤25	≥18	≤25	≥18	≤25
5	平方米干重		g/m ²	230±10		240±10		250±10		280±10		290±10		300±10	
6	厚度		mm	0.55±0.05						0.55±0.10					
7	宽度		mm	900 ₋₂₀ ⁰ ~1750 ₋₂₀ ⁰						900 ₋₂₀ ⁰ ~1750 ₋₂₀ ⁰					
8	长度		m/卷	810 ⁺ ₀ ⁰						810 ⁺ ₀ ⁰					
序号	规格 项目		单位	EP－125						EP－150					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1670×1	1400×1	1670×1	1400×1	1670×1	1400×1	1100×2	1870×2	1100×1	1870×1	1100×2	1400×2
2	密度		根/ 10cm	145±2	72±2	145±2	72±2	145±2	72±2	148±2	54±2	148±2	54±2	148±2	54±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	170	78	165	75	160	70	255	80	215	75	205	75
		最低值		155	70	150	65	145	60	200	75	190	70	180	65
4	断裂伸长率		%	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30
5	平方米干重		g/m ²	350±15		360±15		370±15		440±15		450±15		460±15	
6	厚度		mm	0.75±0.10						0.80±0.10					
7	宽度		mm	900 ₋₂₀ ⁰ ~1750 ₋₂₀ ⁰						900 ₋₂₀ ⁰ ~1750 ₋₂₀ ⁰					
8	长度		m/卷	810 ⁺ ₀ ⁰						810 ⁺ ₀ ⁰					

续表

序号	规格 项目		单位	EP-200						EP-250					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1100×2	1400×2	1100×2	1400×2	1100×2	1400×2	1100×4	1870×2	1100×4	1870×2	1100×4	1100×2
2	密度		根/ 10cm	162±2	44±2	162±2	44±2	162±2	44±2	102±2	38±2	102±2	38±2	102±2	38±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	250	95	245	90	235	85	325	110	315	100	305	95
		最低值		225	85	220	80	210	75	300	100	290	85	280	80
4	断裂伸长率		%	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30
5	平方米干重		g/m ²	520±15		530±15		540±15		650±15		660±20		670±20	
6	厚度		mm	0.90±0.15						1.25±0.15					
7	宽度		mm	900- ₂₀ ~1750- ₂₀						900- ₂₀ ~1750- ₂₀					
8	长度		m/卷	405+ ₀ ⁰						405+ ₀ ⁰					
序号	规格 项目		单位	EP-300						EP-350					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1100×4	1870×2	1100×4	1870×2	1100×4	1870×2	1670×3	1870×2	1670×3	1870×2	1670×3	1870×2
2	密度		根/ 10cm	130±2	38±2	130±2	38±2	130±2	38±2	132±2	38±2	132±2	38±2	132±2	38±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	390	110	380	100	370	95	450	110	440	100	430	95
		最低值		375	100	365	85	355	80	425	100	415	90	405	85
4	断裂伸长率		%	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30
5	平方米干重		g/m ²	750±20		760±20		770±20		830±20		840±30		850±30	
6	厚度		mm	1.4±0.10						1.45±0.20					
7	宽度		mm	900- ₂₀ ~1750- ₂₀						900- ₂₀ ~1750- ₂₀					
8	长度		m/卷	405+ ₀ ⁰						405+ ₀ ⁰					
序号	规格 项目		单位	EP-400						EP-500					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1670×4	1870×2	1670×4	1870×2	1670×4	1870×2	1670×6	1400×3	1670×6	1400×3	1670×6	1400×3
2	密度		根/ 10cm	114±2	38±2	114±2	38±2	114±2	38±2	80±2	45±2	80±2	45±2	80±2	45±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	530	110	520	100	510	95	580	135	570	125	560	115
		最低值		505	100	495	90	485	85	560	120	550	110	540	100
4	断裂伸长率		%	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30	≥18	≤30
5	平方米干重		g/m ²	990±30		1000±30		1010±30		1140±40		1150±40		1160±40	
6	厚度		mm	1.70±0.20						1.80±0.25					
7	宽度		mm	900- ₂₀ ~1750- ₂₀						900- ₂₀ ~1750- ₂₀					
8	长度		m/卷	405+ ₀ ⁰						405+ ₀ ⁰					

表 6-49

NN 本色帆布技术要求

序号	规格 项目		单位	NN - 80						NN - 100					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1	930×1
2	密度		根/ 10cm	148±2	70±2	148±2	70±2	148±2	70±2	170±2	78±2	170±2	78±2	170±2	78±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	95	55	90	50	85	45	110	55	105	55	100	50
		最低值		85	50	80	45	75	40	90	50	85	50	80	40
4	断裂伸长率 ≤		%	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
5	平方米干重		g/m ²	200±10		210±10		220±10		240±10		250±10		260±10	
6	厚度		mm	0.55±0.10						0.55±0.10					
7	宽度		mm	900- $\frac{0}{20}$ ~1750- $\frac{0}{20}$						900- $\frac{0}{20}$ ~1750- $\frac{0}{20}$					
8	长度		m/卷	800+ $\frac{0}{0}$						800+ $\frac{0}{0}$					
序号	规格 项目		单位	NN - 125						NN - 150					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1400×1	1400×1	1400×1	1400×1	1400×1	1400×1	1870×1	1870×1	1870×1	1870×1	1870×1	1870×1
2	密度		根/ 10cm	122±2	60±2	122±2	60±2	122±2	60±2	108±2	56±2	108±2	56±2	108±2	56±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	125	65	120	60	115	55	150	80	145	75	140	70
		最低值		115	60	110	55	105	45	130	70	125	65	120	60
4	断裂伸长率		%	25	30	25	30	25	30	25	30	25	30	25	30
5	平方米干重		g/m ²	260±15		270±15		280±15		310±15		320±15		330±15	
6	厚度		mm	0.70±0.10						0.90±0.10					
7	宽度		mm	900- $\frac{0}{20}$ ~1750- $\frac{0}{20}$						900- $\frac{0}{20}$ ~1750- $\frac{0}{20}$					
8	长度		m/卷	800+ $\frac{0}{0}$						800+ $\frac{0}{0}$					
序号	规格 项目		单位	NN - 200						NN - 250					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1870×1	1870×1	1870×1	1870×1	1870×1	1870×1	1400×2	1870×1	1400×2	1870×1	1400×2	1870×1
2	密度		根/ 10cm	162±2	60±2	162±2	60±2	162±2	60±2	126±2	60±2	126±2	60±2	126±2	60±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	220	88	215	85	210	80	260	95	255	90	250	85
		最低值		200	80	195	75	190	70	245	85	240	80	235	75
4	断裂伸长率 ≤		%	35	30	35	30	35	30	35	30	35	30	35	30
5	平方米干重		g/m ²	380±20		400±20		410±20		480±20		490±20		500±20	
6	厚度		mm	0.90±0.15						0.95±0.15					

续表

序号	规格 项目		单位	EP - 80						EP - 100					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
2	密度		根/ 10cm	155 ± 2	76 ± 2	155 ± 2	76 ± 2	155 ± 2	76 ± 2	194 ± 2	86 ± 2	194 ± 2	86 ± 2	194 ± 2	86 ± 2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	110	50	105	45	100	40	137	55	132	50	128	45
		最低值		95	45	90	40	85	35	118	50	110	45	105	40
4	10% 定负荷伸长率 ≤		%	1.5		1.5		1.5		1.5		1.5		1.5	
5	断裂伸长率		%	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45
6	干热收缩率 (150℃ × 30min)		%	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5
7	干热收缩率不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	300 ± 10		310 ± 10		320 ± 10		340 ± 15		350 ± 15		360 ± 15	
10	厚度		mm	0.55 ± 0.05						0.55 ± 0.05					
11	宽度		mm	800 - $\frac{9}{20}$ ~ 1400 - $\frac{9}{20}$						800 - $\frac{9}{20}$ ~ 1500 - $\frac{9}{20}$					
12	长度		m/卷	800 + $\frac{10}{0}$						800 + $\frac{10}{0}$					
序号	规格 项目		单位	EP - 125						EP - 150					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1670 × 1	1400 × 1	1670 × 1	1400 × 1	1670 × 1	1400 × 1	1100 × 2	1870 × 1	1100 × 2	1870 × 1	1100 × 2	1870 × 1
2	密度		根/ 10cm	170 ± 2	72 ± 2	170 ± 2	72 ± 2	170 ± 2	72 ± 2	166 ± 2	56 ± 2	166 ± 2	56 ± 2	166 ± 2	56 ± 2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	165	70	160	65	150	60	206	75	200	70	185	65
		最低值		145	60	140	55	130	50	176	68	170	60	155	55
4	10% 定负荷伸长率 ≤		%	1.5		1.5		1.5		1.5		1.5		1.5	
5	断裂伸长率		%	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45	≥14	≤45
6	干热收缩率 (150℃ × 30min)		%	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5
7	干热收缩率不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	425 ± 20		435 ± 20		445 ± 20		530 ± 20		540 ± 20		550 ± 20	

续表

序号	规格 项目		单位	EP-125						EP-150					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
10	厚度		mm	0.60±0.05						0.70±0.05					
11	宽度		mm	800- $\frac{0}{20}$ ~1500- $\frac{0}{20}$						800- $\frac{0}{20}$ ~1500- $\frac{0}{20}$					
12	长度		m/卷	800+ $\frac{0}{0}$						800+ $\frac{0}{0}$					
序号	规格 项目		单位	EP-200						EP-250					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1100×2	1400×2	1100×2	1400×2	1100×2	1400×2	1100×4	1870×2	1100×4	1870×2	1100×4	1870×2
2	密度		根/10cm	186±2	44±2	186±2	44±2	186±2	44±2	120±2	38±2	120±2	38±2	120±2	38±2
3	断裂强度≥	平均值	N/mm	246	85	240	80	230	75	330	105	310	90	295	85
		最低值		220	75	215	70	205	65	290	95	270	80	255	75
4	10%定负荷伸长率≤		%	1.5		1.5		1.5		1.5		1.5		1.5	
5	断裂伸长率		%	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45
6	干热收缩率(150℃×30min)		%	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5
7	干热收缩率不匀率≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	600±20		630±20		650±20		780±30		790±30		800±30	
10	厚度		mm	0.80±0.05						1.07±0.10					
11	宽度		mm	800- $\frac{0}{20}$ ~1600- $\frac{0}{20}$						800- $\frac{0}{20}$ ~1600- $\frac{0}{20}$					
12	长度		m/卷	800+ $\frac{0}{0}$						800+ $\frac{0}{0}$					
序号	规格 项目		单位	EP-300						EP-350					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1100×4	1870×2	1100×4	1870×2	1100×4	1870×2	1670×3	1870×2	1670×3	1870×2	1670×3	1870×2
2	密度		根/10cm	146±2	38±2	146±2	38±2	146±2	38±2	150±2	38±2	150±2	38±2	150±2	38±2
3	断裂强度≥	平均值	N/mm	350	105	340	90	335	85	400	105	390	90	380	85
		最低值		320	95	310	80	305	75	370	95	360	80	350	75
4	10%定负荷伸长率≤		%	1.5		1.5		1.5		1.5		1.5		1.5	
5	断裂伸长率		%	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45	≥15	≤45

续表

序号	规格		单位	EP-300						EP-350					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	项目			经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
6	干热收缩率 (150℃ × 30min)		%	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5
7	干热收缩率不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	860 ± 30		870 ± 30		880 ± 30		1000 ± 35		1010 ± 35		1020 ± 35	
10	厚度		mm	1.20 ± 0.10						1.26 ± 0.10					
11	宽度		mm	800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{0}{20}$						800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{0}{20}$					
12	长度		m/卷	400 + $\frac{0}{0}$						400 + $\frac{0}{0}$					
序号	规格		单位	EP-400						EP-500					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	项目			经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1670 × 4	1870 × 2	1670 × 4	1870 × 2	1670 × 4	1870 × 2	1670 × 6	1400 × 3	1670 × 6	1400 × 3	1670 × 6	1400 × 3
2	密度		根/cm	125 ± 2	38 ± 2	125 ± 2	38 ± 2	125 ± 2	38 ± 2	104 ± 2	45 ± 2	104 ± 2	45 ± 2	104 ± 2	45 ± 2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	465	105	455	95	450	90	570	125	560	115	550	110
		最低值		425	95	415	85	410	80	520	116	515	106	515	106
4	10% 定负荷伸长率 ≤		%	1.5		1.5		1.5		2.5		2.5		2.5	
5	断裂伸长率		%	≥ 15	≤ 45	≥ 15	≤ 45	≥ 15	≤ 45	≥ 15	≤ 40	≥ 15	≤ 40	≥ 15	≤ 40
6	干热收缩率 (150℃ × 30min)		%	6.0	0.5	6.0	0.5	6.0	0.5	6.0	0.5	6.0	0.5	6.0	0.5
7	干热收缩率不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	1040 ± 40		1050 ± 40		1060 ± 40		1300 ± 50		1310 ± 50		1320 ± 50	
10	厚度		mm	1.40 ± 0.10						1.50 ± 0.14					
11	宽度		mm	800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{0}{20}$						800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{0}{20}$					
12	长度		m/卷	400 + $\frac{0}{0}$						400 + $\frac{0}{0}$					

表 6-51

NN 浸胶帆布技术要求

[illegible]

续表

序号	规格 项目		单位	EP-80						EP-100					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
2	密度		根/ 10cm	175±2	70±2	175±2	70±2	175±2	70±2	196±2	78±2	196±2	78±2	196±2	78±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	110	50	105	45	100	40	130	50	125	50	125	45
		最低值		100	45	95	40	90	35	115	45	110	45	105	40
4	10% 定负荷 伸长率 ≤		%	2.5		2.5		2.5		2.5		2.5		2.5	
5	断裂伸长率 ≤		%	20	60	20	60	20	60	20	60	20	60	20	60
6	干热收缩 率（150℃ ×30min）		%	5.5	0.5	6.0	0.5	6.0	0.5	6.0	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5
7	干热收缩率 不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	260±10		270±10		280±10		290±12		300±12		310±12	
10	厚度		mm	0.45±0.05						0.50±0.05					
11	宽度		mm	800 ₋₂₀ ⁰ ~1400 ₋₂₀ ⁰						800 ₋₂₀ ⁰ ~1400 ₋₂₀ ⁰					
12	长度		m/卷	800 ⁺⁰ ₀						800 ⁺⁰ ₀					
序号	规格 项目		单位	NN-125						NN-150					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1400×1	1400×1	1400×1	1400×1	1400×1	1400×1	1870×1	1400×1	1870×1	1400×1	1870×1	1400×1
2	密度		根/ 10cm	150±2	60±2	150±2	60±2	150±2	60±2	135±2	68±2	135±2	68±2	135±2	68±2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	155	60	150	55	145	50	178	68	175	65	175	60
		最低值		135	50	130	45	125	40	160	60	155	55	155	50
4	10% 定负荷 伸长率 ≤		%	2.5		2.5		2.5		2.5		2.5		2.5	
5	断裂伸长率 ≤		%	20	60	20	60	20	60	20	50	20	50	20	50
6	干热收缩 率（150℃ ×30min）		%	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5
7	干热收缩率 不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	330±15		340±15		350±15		390±20		410±20		420±20	

续表

序号	规格 项目		单位	NN - 125						NN - 150					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
10	厚度		mm	0.55 ± 0.05						0.65 ± 0.05					
11	宽度		mm	800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1400 - $\frac{0}{20}$						800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1400 - $\frac{0}{20}$					
12	长度		m/卷	800 + $\frac{0}{0}$						800 + $\frac{0}{0}$					
序号	规格 项目		单位	NN - 200						NN - 250					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1870 × 1	1870 × 1	1870 × 1	1870 × 1	1870 × 1	1870 × 1	1400 × 2	1870 × 1	1400 × 2	1870 × 1	1400 × 2	1870 × 1
2	密度		根/ 10cm	176 ± 2	60 ± 2	176 ± 2	60 ± 2	176 ± 2	70 ± 2	145 ± 2	60 ± 2	145 ± 2	60 ± 2	145 ± 2	60 ± 2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	230	80	225	75	225	70	285	80	280	75	275	70
		最低值		215	70	210	65	205	60	260	70	255	65	250	60
4	10% 定负荷 伸长率 ≤		%	2.5		2.5		2.5		2.5		2.5		2.5	
5	断裂伸长率 ≤		%	25	40	25	40	25	40	25	40	25	40	25	40
6	干热收缩 率 (150℃ × 30min)		%	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5
7	干热收缩率 不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	490 ± 20		510 ± 20		520 ± 20		560 ± 25		590 ± 25		620 ± 25	
10	厚度		mm	0.80 ± 0.05						0.90 ± 0.10					
11	宽度		mm	800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{0}{20}$						800 - $\frac{0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{0}{20}$					
12	长度		m/卷	400 + $\frac{0}{0}$						400 + $\frac{0}{0}$					
序号	规格 项目		单位	NN - 300						NN - 400					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
				经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
1	结构		dtex	1870 × 2	1400 × 2	1870 × 2	1400 × 2	1870 × 2	1400 × 2	1870 × 3	1870 × 2	1870 × 3	1870 × 2	1870 × 3	1870 × 2
2	密度		根/ 10cm	136 ± 2	44 ± 2	136 ± 2	44 ± 2	136 ± 2	44 ± 2	120 ± 2	36 ± 2	120 ± 2	36 ± 2	120 ± 2	36 ± 2
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	375	90	345	85	330	80	470	90	445	85	440	80
		最低值		350	80	320	75	305	70	440	80	415	75	410	70
4	10% 定负荷 伸长率 ≤		%	2.5		2.5		2.5		3.0		3.0		3.0	
5	断裂伸长率 ≤		%	25	40	25	40	25	40	25	40	25	40	25	40

续表

序号	规格 项目		单位	NN - 300						NN - 400					
				优等品		一等品		合格品		优等品		一等品		合格品	
	经向	纬向		经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向	经向	纬向
6	干热收缩率 (150℃ × 30min)		%	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5	5.5	0.5
7	干热收缩率不匀率 ≤		%	10		10		10		10		10		10	
8	粘合强度 ≥		N/mm	7.8		7.8		7.5		7.8		7.8		7.5	
9	平方米干重		g/m ²	690 ± 30		710 ± 30		720 ± 30		830 ± 35		860 ± 35		880 ± 35	
10	厚度		mm	1.2 ± 0.10						1.35 ± 0.12					
11	宽度		mm	800 - $\frac{Q_0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{Q_0}{20}$						800 - $\frac{Q_0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{Q_0}{20}$					
12	长度		m/卷	400 + δ^0						400 + δ^0					
序号	规格 项目		单位	NN - 500											
				优等品				一等品				合格品			
				经向		纬向		经向		纬向		经向		纬向	
1	结构		dtex	1870 × 4		1870 × 2		1870 × 4		1870 × 2		1870 × 4		1870 × 2	
2	密度		根/10cm	120 ± 2		38 ± 2		120 ± 2		38 ± 2		120 ± 2		38 ± 2	
3	断裂强度 ≥	平均值	N/mm	565		105		555		100		545		95	
		最低值		520		90		515		85		505		80	
4	10% 定负荷伸长率 ≤		%	3.0				3.0				3.0			
5	断裂伸长率 ≤		%	25		40		25		40		25		40	
6	干热收缩率 (150℃ × 30min)		%	6.0		0.5		6.0		0.5		6.0		0.5	
7	干热收缩率不匀率 ≤		%	10				10				10			
8	粘合强度 ≥		%	7.8				7.8				7.5			
9	平方米干重		g/m ²	1200 ± 50				1250 ± 50				1300 ± 50			
10	厚度		mm	1.40 ± 0.14											
11	宽度		mm	800 - $\frac{Q_0}{20}$ ~ 1600 - $\frac{Q_0}{20}$											
12	长度		m/卷	200 + δ^0											

5 外观质量要求

5.1 外观质量检验条件

检验时照明度为 (400 ± 100) lx。

5.2 外观质量要求

5.2.1 橡胶工业用合成纤维本色帆布外观质量要求见表 6－52。

表 6－52 合成纤维本色帆布外观质量要求

疵 点 名 称		优 等 品	一 等 品	合 格 品
1. 损伤性疵点		布面不允许有破洞、撕裂或磨损疵点	布面不允许有破洞、撕裂或磨损疵点	布面不允许有破洞、撕裂或磨损疵点
2. 布面油污疵点 A	处 ($>1\text{cm}^2$) /卷	不允许	≤ 2	$2 < A < 5$
	个 ($<1\text{cm}^2$) /卷	不允许	< 10	≥ 10
3. 油经 L	cm/卷长	≤ 5	$5 \leq L < 10$	< 20
4. 松边		不允许	不允许	$\leq 1/4$ 匹长
5. 大结头		不允许	不允许	不允许
6. 跳纱		不允许	不允许	不允许
7. 缺纬		不允许	不允许	缺 1 纬每匹不超过 2 次, 每卷不超过 5 次
8. 毛边长度, mm		≤ 4	≤ 4	≤ 5
9. 布面平整度		布面平整, 二边与中间松紧一致	布面平整, 二边与中间松紧一致	布面平整, 二边与中间松紧一致

5.2.2 橡胶工业用合成纤维浸胶帆布外观质量要求见表 6－53。

表 6－53 合成纤维浸胶帆布外观质量要求

疵 点 名 称		优 等 品	一 等 品	合 格 品
1. 损伤性疵点		布面不允许有破洞、撕裂磨损疵点	布面不允许有破洞、撕裂磨损疵点	(1) 布面不允许有破洞、撕裂疵点; (2) 磨损疵点 $1 \sim 4\text{cm}^2$ 每卷不超过 5 点, 每卷指 200m
2. 浆斑疵点		(1) $< 1\text{cm}^2$ 时每卷不得超过 30 个; (2) $1 \sim 4\text{cm}^2$ 时, 每卷不得超过 10 个	(1) $< 1\text{cm}^2$ 时每卷不得超过 30 个; (2) $1 \sim 4\text{cm}^2$ 时, 每卷不得超过 15 个	(1) $< 1\text{cm}^2$ 时每卷不得超过 45 个; (2) $1 \sim 4\text{cm}^2$ 时, 每卷不得超过 25 个
3. 明显浆色不匀		均匀	基本均匀	基本均匀
4. 打洞印		不允许	不允许	打洞长度每卷印痕不得超过 5m
5. 缺纬		不允许	不允许	缺 1 根纬线每卷不得超过 5 次

续表

疵 点 名 称	优 等 品	一 等 品	合 格 品
6. 油渍（油经、油污）	不允许	(1) 布面明显可擦除的油经 5cm 及以下时，每卷累计长度不得超过 1m； (2) 布面可擦除的油污 < 1cm ² 时，每卷不得超过 10 个	(1) 布面明显可擦除的油经 5cm 及以下时，每卷累计长度不得超过 3m； (2) 布面可擦除的油污 < 1cm ² 时，每卷不得超过 20 个
7. 毛边长度，mm	≤3	≤3	≤4
8. 布面平整度	布面应平衡，不允许有二边紧，中间松或一边松一边紧	布面应平整，不允许有二边紧，中间松或一边松一边紧	布面应平整，不允许有二边紧，中间松或一边松一边紧
9. 卷取	(1) 布卷单侧凹凸不得超过 20mm； (2) 布卷双侧凹凸不得超过 10mm	(1) 布卷单侧凹凸不得超过 25mm； (2) 布卷双侧凹凸不得超过 15mm	(1) 布卷单侧凹凸不得超过 30mm； (2) 布卷双侧凹凸不得超过 20mm

6 试验方法

6.1 橡胶工业用合成纤维本色帆布的试验按 FZ/T 10003 执行。

6.2 橡胶工业用合成纤维浸胶帆布的试验按以下规定执行。

6.2.1 密度测定按附录 A 执行。

6.2.2 厚度测定按 GB/T 3820 执行。

6.2.3 宽度测定按附录 B 执行。

6.2.4 断裂强度、10%定负荷伸长率的测定按附录 C 执行。

6.2.5 粘合强度的测定按附录 D 执行。

6.2.6 干热收缩率和干热收缩率不匀率按附录 E 执行。

6.2.7 平方米干重的测定按附录 F 执行。

6.2.8 抽样按附录 G 执行。

7 检验规则

7.1 橡胶工业用合成纤维帆布的验布和复验应按本标准规定内容进行。

7.2 生产厂根据品质检验结果定等。在交货时，收货方应及时进行验收，如不验收应按付货方检验结果收货。

7.3 验收部门发现帆布质量问题时，应及时通知生产厂，并保留该批产品，以便按标准共同复验。

7.4 复验数量

7.4.1 物理指标不得少于 3 匹。

7.4.2 外观质量和长度不得少于交货总数量的 15%。

7.5 复验结果处理

7.5.1 物理指标不符合品等，即判定该批产品全批数量不符合品等。

7.5.2 布面疵点不符合品等率超过 4% 及以上，按查出的实际数补偿差价，不符合品等率超过 4% 以上，按复验实际降等百分率折合全部数量补偿品等差价。

7.5.3 长度不符合，多退少补。

7.6 短码布的数量，不得超过交货总数的 5%，或由供需双方协商处理。

7.7 帆布在浸胶或橡胶加工过程中，如发现质量问题，由供需双方协商处理。

7.8 生产厂交货后，因运输、贮存、保管不良，使产品质量受到损伤或变质，应由收货方负责。如原因不明时，由供需双方共同分析，分清责任，由责任方负责。

8 标志、包装、贮存和运输

8.1 标志应明显、清楚，便于识别。

8.2 本色帆布外包装上标志：厂名、商标、品名、总长度、重量（毛重、净重）、幅宽、体积、品等、生产日期及批号。

8.3 浸胶帆布外包装上标志：标准代号、厂名或商标、品种规格、生产日期、批号。

8.4 标签

8.4.1 本色帆布每匹的首端应盖章或附标签：厂名、品名、幅宽、经纬密度、长度、品等、生产日期或批号。

8.4.2 浸胶帆布标签内容：产品名称、规格、型号、商标、生产日期、批号、制造单位、长度和净重、幅宽。

8.5 帆布的包装，应保证质量不受影响，并适于贮存和运输。

8.5.1 浸胶帆布应采用木轴进行卷取，木轴应干燥且无油污。

8.5.2 浸胶帆布由内向外按以下顺序进行包装：

- a) 用牛皮纸及瓦楞纸堵头捆扎，其两端放 2~4 包干燥剂，每包 30g；
- b) 黑塑料纸捆扎；
- c) 瓦楞纸捆扎；
- d) 聚丙烯编织袋捆扎；
- e) 加木堵头，最后用铁打包带根据幅宽不同，用横三纵三或横三纵四捆扎。

8.6 贮存和运输

8.6.1 贮存帆布的仓库，应干燥、通风、防热、防潮、防晒，库房温度应为 0~30℃，相对湿度为 30%~65%，不得直接在地面上或室外存放。

8.6.2 运输和贮存中不得与各种化工原料及油类混放，并不得直接受雨水浸淋。

8.6.3 浸胶帆布在使用前不得随意启开包装材料，必要时启开后应立即包装好，其贮

存保质期为 6 个月。

附 录 A

(标准的附录)

密度的测定

A1 仪器

TC-1 密度镜 (放大 10 倍以上)。

A2 方法

将试样置于平台上 (或玻璃板上), 消去它的折皱及张力, 密度以 50mm 内的根数表示之; 在整块试样帆布上应使用密度镜正确数出 50mm 内线的根数, 读数应精确至 0.25 根, 起点在二根线的中间为标准, 起点如在线的中心, 则最后一根以 0.5 根计算, 如起点在半根之间, 则最后一根为 0.25 根者不读数, 超过 0.25 根者作 0.5 根计算, 超过 0.75 根者作一根计算。任选 5 点数清, 结果以 5 个数的算术平均值表示。

附 录 B

(标准的附录)

宽度的测定

B1 仪器

钢卷尺, 精确到 1mm。

B2 方法

将 NN 浸胶帆布或 EP 浸胶帆布置于平台上, 消去它的折皱和张力, 用卷尺分别测量五处两边间的距离 (不包括毛边)。测量时卷尺应与帆布边成 90°角, 结果以 5 处的算术平均值表示 (精确至小数点后一位)。

附 录 C

(标准的附录)

强伸性能的测定

C1 试验仪器

DY-25 型电子拉力试验机或其他型号的拉力试验机, 预加张力: 规定为概率断裂

强度的 $1\% \pm 0.25\%$ ，当试样平均断裂强度超过 196N/mm 者，张力为 $14.7 \sim 24.5\text{N}$ 。

C2 取样

C2.1 应从布匹整个宽度上剪取 1m 左右长度的试验室样品，且样品不得有明显缺陷或损伤（剪取时应沿纬线方向，防止歪斜）。

C2.2 剪取试样距离布边至少 100mm 。

C2.3 试样的制备详见图 C1、C2。

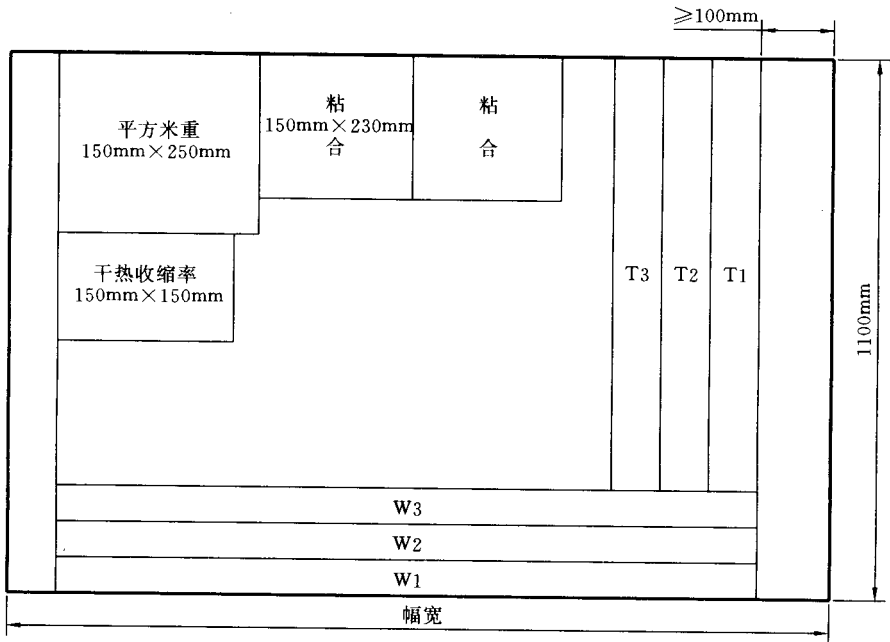


图 C1

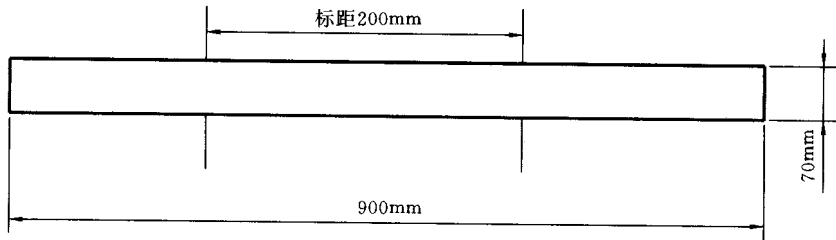


图 C2

C3 试验条件

C3.1 试验环境温度 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(65 \pm 2)\%$ 。

C3.2 试验在标准大气条件下平衡 $12 \sim 24\text{h}$ 。

C4 试样尺寸及数量

经向和纬向试样数量均为 3 个, 试样毛坯宽度约 70mm, 试样有效宽度为 50mm, 用来测量伸长率的试样标距为 200mm。

C5 试样制备

按图 C1 要求裁取试样, 图 C1 中 T1 ~ T3 为经向强伸试样, W1 ~ W3 为纬向强伸试样。

C5.1 扯边去

从试样毛坯两纵向边缘扯下根数大致相等的纱线, 使试样有效宽度符合图 C2 要求 (有效宽度为 50mm, 允许两边各拉出 4 根保护线)。

C5.2 切条法 (剪口法)

用剪刀在试样毛坯两纵向边缘各剪两个切口 (距纵向中心 200mm 处), 使试样有效宽度符合图 C2 要求 (有效宽度为 50mm)。

C5.3 本标准规定仲裁试验时必须用扯边法, 有些试验不能采用扯边法试验时, 可以采用切条法, 用切条法时剪刀一定不要损伤试样的每根线。

C6 试验程序

首先在显示屏上通过定负荷设定键设定 10% 的定负荷, 然后将试样夹持于拉边试验机的上下夹持器之间, 以 $(300 \pm 10) \text{ mm/min}$ 的夹持器移动速度对试样进行拉伸, 测定试样定负荷报时 B 当于浸胶帆布标称断裂强度规格的 10%) 时和试样拉断时两标线距离, 并记录试样断裂时的拉力。

注

- 1 由于织物与夹持器存在滑移, 因此允许选择摩擦系数大的垫衬物。
- 2 试验时发生打滑应另外作试样, 如试样断裂点距夹持器小于或等于 10mm 时, 也应重新补作试样。
- 3 防止试样在夹持器内扭转和歪斜, 预加张力应与试样垂直。
- 4 断裂强度应精确至 1N, 断裂伸长应精确到 0.1mm。

C7 计算公式

C7.1 10% 定负荷伸长率和断裂伸长率按式 (C1) 式 (C2) 计算:

$$\epsilon_{10} = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C1)$$

$$\epsilon_b = \frac{L_2 - L_0}{L_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C2)$$

式中: ϵ_{10} ——10% 定负荷伸长率, %;

ϵ_b ——断裂伸长率, %;

- L_1 ——试样在 10% 负荷下的两标线距离，mm；
- L_2 ——试样在断裂时的两标线距离，mm；
- L_0 ——试样初始标距，mm。

C7.2 断裂强度计算公式：

$$\delta = F/50 \dots\dots\dots (C3)$$

- 式中： δ ——断裂强度，N/mm；
- F ——试样断裂时的拉力，N；
- 50——试样测定部分宽度，mm。

C7.3 数据处理：

$$\text{实际强度} = \text{测试强度} \times \frac{\text{实际密度}/50\text{mm}}{\text{测试根数}/50\text{mm}} \dots\dots\dots (C4)$$

注：| 实际密度/50mm - 测试根数/50mm | ≤ 1。

附 录 D
(标准的附录)
粘合强度的测定

D1 试样毛坯的制备

D1.1 将浸胶帆布剪成 230mm × 150mm (经向 × 纬向) 的矩形试样两块，再准备三块贴胶片，每块尺寸也是 230mm × 150mm 的矩形 (胶片的厚度应符合下列帆布规格)。将帆布试样放到橡胶片上，再将一块橡胶片放到试样上，最后再贴上上下衬帆布，帆布外再贴上上下覆盖胶 (贴合时胶片的压延方向应与帆布的经向平行)。在标准温度下停放 2h 以上，然后置于硫化模具中 (压缩比 10% ~ 15%) 硫化。硫化条件为 (150 ± 2)℃ × 30min，硫化平板压力为 3.5MPa。硫化后试样厚度达到 (7.0 ± 0.5) mm。

D1.2 浸胶帆布粘合试样贴胶厚度规定如下：

帆布断裂强度，N/mm	贴胶厚度，mm
200 以下	0.6 ± 0.02
250	0.7 ± 0.02
300	0.9 ± 0.02
350	1.0 ± 0.02
400	1.2 ± 0.02
500	1.4 ± 0.02
600 ~ 630	1.6 ± 0.02

D1.3 粘合试样构成顺序如图 D1。

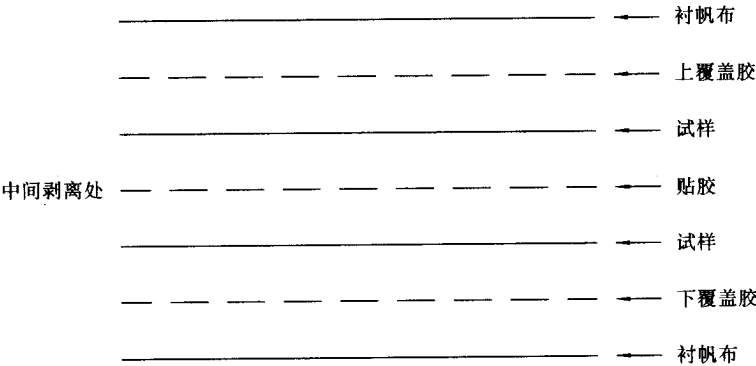


图 D1

D2 试样尺寸及数量

硫化后的试样毛坯在标准温度 (20 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下停放 12h 以后, 沿纵向裁取 3 个 (25 ± 0.5) mm $\times$ 200mm (宽 $\times$ 长) 的矩形试样, 并在试样一端帆布间剥开 30mm 长的口子便于夹持。

D3 其余程序

按 GB/T 6759 执行。

附 录 E

(标准的附录)

干热收缩率和干热收缩率不匀率的测定

E1 仪器

- a) 温度可调为 (150 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 的恒温烘箱;
- b) 钢板尺, 精度 0.5mm。

E2 试验程序

在不同卷中制取 10 块 150mm $\times$ 150mm 的正方形试样, 在每块试样上距四边各 25mm 处沿经向、纬向分别测量出 100mm $\times$ 100mm 的正方形, 如图 E1 所示, 然后将其置于 150 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱内加热 30min, 取出试样在标准温度下冷却 20min, 再测量经向和纬向各五个点的长度。

E3 结果表示

E3.1 干热收缩率按式 (E1) 计算 (精确到小数点后一位):

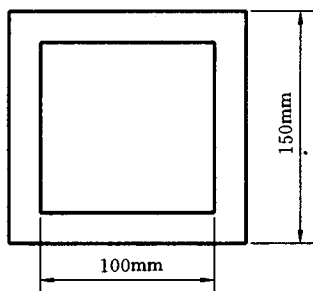


图 E1

$$S = \frac{L - L_1}{L} \times 100 \dots \dots \dots (\text{E1})$$

式中：S——干热收缩率，%；

L——试样烘前长度，mm；

L₁——试样烘后长度，mm。

E3.2 干热收缩率不匀率，按式（E2）计算（精确到小数点后一位）：

$$\Delta S = \frac{2(X - X_1)n}{X \cdot N} \times 100 \dots \dots \dots (\text{E2})$$

式中：X——全部试样干热收缩率测定值的算术平均值，%；

X₁——大于平均值的干热收缩率测定值的平均值，%；

n——大于平均值的干热收缩率测定值个数；

N——试样总数。

附 录 F

（标准的附录）

平方米干重的测定

F1 试验器具

a) 钢板尺，精度 0.5mm；

b) 天平，量程 100g，精度 0.001g。

F2 试样尺寸及数量

试样为边长（250 ± 5）mm 的正方形，数量为 3 个。

F3 试验程序

将试样置于温度为（105 ± 2）℃ 恒温烘箱中加热 60min 后，取出在干燥器内平衡

20min，称取重量即得试样干重 G_{25} （精确至 0.01g）

浸胶帆布的平方米干重按式（F1）计算：

$$G_{100} = G_{25} \times 16 \dots\dots\dots (F1)$$

式中： G_{100} ——浸胶帆布平方米干重，g；

G_{25} ——试样干重，g。

附 录 G
(标准的附录)
抽 样

- G1 生产厂按本标准对橡胶工业用合成纤维浸胶帆布进行出厂检验，并保证所有出厂的产品符合本标准的技术要求，每批产品应附有质量合格证书和检验单。
- G2 橡胶工业用合成纤维浸胶帆布小于或等于 20 000m 长为一批，每批按卷数的 4% 进行抽样并检验本标准的全项技术要求，其中外观质量也可在工艺过程中验收。若有某项不合格时应取双倍试样对不合格项目进行复试。若复试样中仍有一个不合格时，则该批产品为不合格品。

四、鞋用棉印染帆布

FZ/T 14002—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了鞋用棉印染帆布的产品规格、技术要求、试验方法、检验规则及包装和标志。

本标准适用于鉴定鞋用棉漂白、染色和印花帆布的品质。

2 引用标准

- GB 250 评定变色用灰色样卡
- GB 251 评定沾色用灰色样卡
- GB/T 420 纺织品耐刷洗色牢度试验方法
- GB 432 印染棉布验收规则
- GB 3920 纺织品耐磨擦色牢度试验方法
- GB 3921 纺织品耐洗色牢度试验方法
- GB 3923 机织物断裂强力 and 断裂伸长的测定（条样法）

GB 4667 机织物幅宽的测定

GB 4668 机织物密度的测定

GB 7573 纺织品 水萃取液 pH 值的测定

GB 8427 纺织品耐光色牢度试验方法 氙弧

GB 8628 测定织物尺寸变化时试样的准备、标记和测量

GB 8631 织物因冷水浸渍而引起的尺寸变化的测定

FZ/T 14001 服装用棉印染帆布

ZB W08 003 棉及化纤纯纺、混纺印染布包装和标志

3 术语

3.1 线状：沿经向或纬向延伸，宽度不超过 0.2cm 的疵点。

3.2 条状：沿经向或纬向延伸，宽度超过 0.2cm 的疵点。

3.3 条花：沿经向延伸或断续散布全匹，色泽有深有浅，两边又无明显界限的疵点。

3.4 同类布样：指与生产实样属相同纤维原料及相同织物组织的布样。

3.5 参考样：指与生产实样不相同纤维原料或不相同织物组织的来样。

4 产品品种、规格

根据用户需要及鞋用棉本色帆布产品品种规格标准结合印染工艺设计分别制订。

5 技术要求

技术要求分为内在质量和外观质量两个方面。内在质量包括纬纱密度、断裂强力、水洗尺寸变化及染色牢度等项指标，外观质量包括局部性疵点和散布性疵点两类。

5.1 内在质量

5.1.1 纬纱密度、断裂强力

根据鞋用棉本色帆布的品种规格标准结合印染工艺设计，按规定的加工系数计算。加工系数及计算方法见附录 A（补充件）。

5.1.2 水洗尺寸变化

漂白、染色、印花产品的水洗尺寸变化规定指标：

经向不低于—5.5%；纬向不低于—3.5%；

最大限度为 1.5%。

5.1.3 染色牢度

根据所用染料不同，其杂色牢度规定指标见表 6—54。

表 6-54

级

指 标 项 目		耐光	耐 洗		耐 摩 擦		耐刷洗
			变 色	沾 色	干 摩	湿 摩	
染料名称							
还原染料	深、中色	4	3—4	4—5	3	2	3
	浅色	4	3—4	4—5	3—4	3	3—4
硫化染料	硫化元色	4	2—3	2—3	2	1—2	2
	一般硫化色	4	2—3	2—3	2—3	1—2	2—3
纳夫妥染料		4	3	3	2—3	1—2	3

注：①耐光色牢度为保证指标。
②印花产品按纳夫妥染料考核。
③按规定指标允许低二个半级，不允许低一个一级，但规定指标为 1—2 级者，不允许再低半级。
④深、中、浅色的分档，按 GB 250 进行评级，5 级及以上为深色，2 级及以下为浅色，介于深、浅之间者为中色。

- 5.1.4 漂白棉帆布的焙烘泛黄为保证指标，白度值不小于 90°。
- 5.1.5 印染帆布布面 pH 值为保证指标，规定漂白帆布 7~8；印染帆布 7~9。
- 5.1.6 各项技术要求评等规定见表 6-55。

表 6-55

%

项 目	标 准	允 许 偏 差		
		一 等 品	二 等 品	三 等 品
纬密 根/10cm	按设计规定	- 0.5 及以内	低于 - 0.5	—
断裂强力 N	按设计规定	- 10.0 及以内	- 10.1 ~ - 16.0	- 16.1 ~ 20.0
水洗尺寸为化	按规定指标	符合标准	低于标准	—
染色牢度 级	按规定指标	符合标准	低于标准	—

- 5.2 外观质量
- 5.2.1 局部性疵点平均每米允许最高评分见表 6-56。

表 6－56

分/m

允许评分 品等 幅宽		一 等 品	二 等 品	三 等 品
100cm 及以下		0.3	0.6	1.0
100cm 以上		0.5	1.0	1.5

5.2.2 局部性疵点允许总分计算规定

每段市的局部性市面疵点允许总分根据每米允许评分和段长决定。

允许总分 = 每米允许评分 × 段长（m）

段长和总分均计算精确至小数一位，按四舍五入法保留整数。

5.2.3 局部性疵点评分方法见表 6－57。

表 6－57

疵点名称 疵点程度 评分			1 分	2 分	3 分	4 分	降等限度
经向疵点	线状	轻微	1～50cm	—	—	—	二等品
		明显	0.5～10cm	10.1～20cm	20.1～30cm	30.1～100cm	三等品
	条状	轻微	0.5～10cm	10.1～20cm	20.1～30cm	30.1～100cm	三等品
		明显	0.5～1cm	1.1～5cm	5.1～10cm	10.1～100cm	等外品
纬向疵点	线状	轻微	3cm～半幅	超过半幅	—	—	二等品
		明显	0.5～10cm	10.1～半幅	超过半幅	—	三等品
	条状	轻微	0.5～10cm	10.1～半幅	超过半幅	—	三等品
		明显	0.5～1cm	1.1～5cm	5.1～10cm	10.1～全幅	等外品
破 损	破边	距边 2cm 及以下	每 5cm	—	—	—	三等品
	破 洞		经纬共断 2 根	—	—	—	三等品
			—	—	—	经纬共断 3 根 ～2cm 及以下	等外品
边 疵	深浅边	深入 0.51～1cm	每 1m	—	—	—	二等品
		深入 1.1～2cm	每 20cm	—	—	—	三等品
	荷叶边	深入 0.5cm 及以上	20cm 及以下 每处	—	—	20.1～100cm 每处	三等品

续表

疵点名称		疵点程度	疵点长度	评分				降等限度
				1 分	2 分	3 分	4 分	
织疵	歇梭档			达到波纹程度 每处	达到浪纹程度 每处	—	—	三等品
	竹节			50cm 内满 三只每处	—	—	—	三等品
	浮在布面上的结头			每只	—	—	—	三等品

注：①破损包括破洞、破边、豁边、跳花。
②距边 2cm 及以内的破洞按破边评分，距边 2cm 以上的破边按破洞评分。

5.2.4 局部性疵点量计规定

5.2.4.1 疵点长度按经向或纬向疵点的最大长度量计。若疵点长度超过评分起点时，不再计评分起点，应从 0.1cm 开始量计。

5.2.4.2 经向 100cm 内，除破损外的各项疵点同时存在时，应分别量计，累计评分，其最大评分数不超过 4 分。

5.2.5 局部性疵点评分说明

5.2.5.1 局部性疵点轻微与明显程度的区别，按 GB 250 检验评定，4 级为轻微，3—4 级及以下为明显，4 级以上不评分。

5.2.5.2 重叠的局部性疵点，按评分多的一项评定。未列入本标准的疵点，按其形态参照相似疵点评定。

5.2.5.3 除破损和边疵外，距边 0.5cm 及以内的其他局部性疵点不评分；距边 0.51 ~ 2cm 的疵点，按表 6—57 有关疵点减半评分，降等限度为二等品。

5.2.5.4 一处评 4 分的疵点，一等品内不允许存在，应作降等或假开剪处理。但一次评 4 分的破洞不允许假开剪。

5.2.5.5 难以数清、不易量计的分散疵点，根据疵点程度和分散的最大长度按经纬向疵点评定。

5.2.5.6 印花布的布面疵点，应根据对花布总效果的影响程度评定。

5.2.6 散布性疵点评等规定见表 6—58。

表 6-58

疵 点 程 度 品 等 项 目					一等品	二等品	三等品
散布性 疵点	色 差 级	不 合 色	漂白布	与同类布样比较	4	3—4	—
				与参考样比较	3—4	3	—
		色 差	染色布	与同类布样比较	3 以上	3	—
				与参考样比较	2—3 以上	2—3	—
		差	印花布	与同类布样比较	2—3	2	—
				与参考样比较	2	1—2	—
		左中右	漂、色布	逐段检验	4	3—4	3
			色差	印花布	逐段检验	3—4	3
		前后色差		逐段检验	4	3—4	3
		花纹不符及染色不匀			按标样	不影响外观	影响外观
	条花			按标样	轻微	明显	严重
	纬斜、花斜、格斜 ,%			标准幅度	5.0 及以内	大于 5.0	—
	幅宽 cm	按设计规定	100 及以内	+ 2.0 及以内 - 1.0 及以内	+ 2.1 ~ + 3.0 - 1.1 ~ - 2.0	大于 + 3.0 低于 - 2.0	
			100 以上	+ 2.5 及以内 - 1.5 及以内	+ 2.6 ~ + 3.5 - 1.6 ~ - 3.0	大于 + 3.5 低于 - 3.0	

注：①用低级棉织造的品种，条花程度由工贸双方协商确定。

②条花在没有标样之前，暂按沿纬向两面看得出为轻微；沿经、纬向三面看得出为明显；四面看得出为严重。

5.3 分等规定

5.3.1 产品的分等，内在质量按批评等，外观质量按段评等，分为优等品、一等品、二等品、三等品，达不到三等品的为等外品。

5.3.2 在同一布段内，内在质量和外观质量的散布性疵点，均以最低一项评等，外观质量的局部性疵点与散布性疵点同时存在时，先计算局部性疵点的评分，评定等级，再与散布性疵点的等级结合定等作为该段布外观质量的等级。内在质量的等级与外观质量的等级结合评定，定等办法见表 6-59。

表 6-59

外观质量定等 成品等级 内在质量定等	一等品	二等品	三等品
	一等品	二等品	三等品
一等品	一等品	二等品	三等品
二等品	二等品	三等品	等外品
三等品	三等品	等外品	等外品

注：局部性疵点与散布性疵点结合定等时，结合方法参照表 6 定等办法。

5.3.3 凡在一等品各项质量指标基础上，达到下列标准指标者为优等品。

- a. 批内色差达到 4 级及以上，左、中、右色差：
漂白、染色布达到 4—5 级，印花布达到 4 级。
- b. 局部性疵点平均每米允许最高评分：
幅宽在 100cm 及以下为 0.2 分/m；100cm 以上为 0.4 分/m。
- c. 染色牢度不允许低于规定指标。
- d. 纬斜、花斜、格斜不大于 4%。
- e. 幅宽下偏差；
100cm 及以下为—0.5cm；100cm 以上为 - 1.0cm。

6 试验检验方法

- 6.1 幅宽按 GB 4667 执行。
- 6.2 纬纱密度按 GB 4668 执行。
- 6.3 断裂强力按 GB 3923 执行。
- 6.4 耐摩擦色牢度按 GB 3920 执行。
- 6.5 耐洗色牢度按 GB 3921 执行。其中试液配方与试验条件按 6.3.1 方法 1 执行。工厂常规试验用一块棉贴衬，有争议或仲裁时，采用二块贴衬，以沾色深的一块为评定依据。
- 6.6 水洗尺寸变化按 GB 8628 和 GB 8631 执行。工厂常规试验，浸渍时间为 20min，湿态测量。
- 6.7 耐光色牢度按 GB 8427 中方法 3 执行。
- 6.8 耐刷洗色牢度按 GB/T 420 执行，刷洗 50 次。
- 6.9 布面 pH 值按 GB 7573 执行。
- 6.10 色差按 GB 250 执行。
- 6.11 漂白帆布泛黄试验按附录 B（补充件）执行。
- 6.12 外观质量检验规定

6.12.1 采用灯光检验时,以 40W 加罩青光日光灯 3~4 支,照度不低于 750lx 为准,光源与布面距离为 1~1.2m。

6.12.2 验布机上验布板的角度为 45°,布行速度最高为 40m/min。布段的定等检验,按验市工做出的疵点标记,评分定等。

6.12.3 布段的复验、验收应平摊桌面上按纬向展开,检验人员的视线正视布面,眼与布面的距离为 55~60cm。

6.12.4 规定检验布的正面(盖梢印的一面为反面),不影响正面的反面疵点不评分。

6.13 假开剪规定

6.13.1 在一等品内,凡达到降等程度的局部性疵点或规定不允许存在的疵点,允许假开剪,但必须做出明显标志。

6.13.2 不同段长的假开剪规定

15m 允许假开剪一处,15m 以上每 10m 增加一次,间距不限。

6.13.3 假开剪的加放长度,以 10cm 为量计单位,但经向超过 50cm 的疵点不允许假开剪。

7 包装和标志

参照 ZB W08 003 执行。

7.1 根据产品的使用特点,规定在一等品同伴内,段与段的色差不低于 3—4 级。零段布和其他品等布件不在此限,但须顺色成包。

7.2 成件办法采取尽长拼件。每件允许 10~17.9m 的一段,其余各段应在 18m 及以上。

8 检验规则

参照 GB 432 执行。

9 其他

9.1 经、纬纱均为 27.8×2 或 2 股以下的漂白、印染帆布品种的外观质量和水洗尺寸变化按本标准执行,其他各项物理指标按、FZ/T 14001 执行。

9.2 特殊品种及用户有特殊要求的产品,由供需双方另订协议。

附 录 A

鞋用棉印染帆布加工系数

(补充件)

A1 幅宽、密度、断裂强力的计算

根据鞋用棉本色帆布产品品种、规格标准,结合印染工艺设计,按规定的加工系数

计算。加工系数见表 A1。

表 A1

布 别	幅宽加工系数	密度加工系数		断裂强力加工系数	
		经 纱	纬 纱	经 向	纬 向
漂白或经漂白染色棉帆布	0.94	1.06	0.94	0.90	0.92
丝光染色棉帆布	0.95	1.05	0.94	0.94	0.96
本光、生坯染色棉帆布	0.96	1.04	0.94	0.94	0.96
印花棉帆布	0.93	1.07	0.93	0.90	0.92

A2 计算方法

a. 标准幅宽

标准幅宽 = 鞋用棉本色帆布标准幅宽 × 幅宽加工系数 (A1)

b. 标准经、纬纱密度

标准经、纬纱密度 = 鞋用棉本色帆布标准经、纬纱密度
× 经、纬纱密度加工系数 (A2)

c. 标准经、纬向断裂强力

标准经、纬向断裂强力 = 鞋用棉本色帆布标准经、纬向断裂强力 × 经、纬纱
密度加工系数 × 经、纬向断裂强力加工系数 (A3)

附 录 B

鞋用棉漂白帆布泛黄程度检验规定
(补充件)

B1 抽验取样

按同一布批、同一加工类别及同一加工过程生产的每 15 000m 为一批，每批最少取一块 (不足 15 000m 的一批也需取一块)。

B2 取样规定

在大段开小段处剪取，如果需要在 大段上剪取时，须离开布端至少 2m 以上取样，样布上不得有影响测试结果的疵点，取样面积为整幅 5 ~ 10cm。

B3 检验方法

B3.1 将布样置于 135 ± 2℃ 的硫化罐或电热烘箱中，温度保持四角均匀，时间 1h，取出布样冷却 0.5h。

B3.2 检验前, 先将 ZBD 型蓝光白度仪调整到 0 度, 然后将冷却后布样按四折全幅的左、中、右三处进行测定, 取三处测得白度的算术平均值作为该批布的检验结果。

B4 结果处理

凡检验结果符合标准者, 作为全批合格; 不符合标准者, 则取样的一批作为不合格, 由工厂进行隔离处理后再从该批的其余布段中重新取样一块进行检验, 检验结果符合标准者, 作为全批合格, 不符合标准者作为全批不合格。复验允许一次, 对不合格的产品可进行回修, 回修后的产品应重新检验, 一次为准, 回修只允许一次。

附 录 C

鞋用棉印染帆布断裂伸长率的规定

(参考件)

C1 断裂伸长率为内控指标。

C2 断裂伸长率规定指标:

经向不小于 12%; 纬向不小于 8%。

C3 断裂伸长率的试验方法按 GB 3923 执行。

第四节 钢 丝

一、子午线轮胎用钢丝帘线

Steel cord for radial tyre

GB 11181—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了子午线轮胎用镀黄铜钢丝帘线的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装和贮存要求。

本标准适用于载重汽车轮胎、轿车轮胎以及工程机械轮胎等胎体和带束层用镀黄铜钢丝帘线。

2 术语及符号

2.1 术语及定义

2.1.1 单丝——股或帘线中的单独部件。

2.1.2 股——由一组单丝集合在一起组成的单元产品。

2.1.3 帘线——由两根以上的单丝、股加捻而成作为最终的产品使用。

2.1.4 外缠丝——一根单丝螺旋地围绕着帘线缠绕，此单丝称外缠丝。

2.1.5 捻向——将股或帘线置于垂直方位时，观察沿着它的中心轴螺旋与中心部位的斜率方向，如呈字母“Z”称为Z捻，俗称“右手捻”；呈字母“S”则称为S捻，俗称“左手捻”。

2.1.6 捻距——将股或帘线中任一部件旋转 360° 所需要的真正长度。

2.1.7 散头——钢丝帘线经切断后，帘线端头散开的长度。

2.1.8 残余扭转——将一特定长度的帘线其一端固定，而另一端任其自由转动，旋转的次数即为残余扭转。

2.1.9 平直度——一定长度的帘线在特定的距离内不偏离其中心轴的特性。

2.1.10 线密度——单丝、股或帘线单位长度的重量。

2.2 结构、组成及表示式

2.2.1 钢丝帘线结构的表示格式

$$(S \times F) \times D + (S \times F) \times D + (S \times F) \times D + F \times D$$

最内层 + 中间层 + 最外层 + 外缠层

式中：S——股数；

F——单丝数；

D——单丝直径。

2.2.2 钢丝帘线命名的一般规则

2.2.2.1 从最内层部分逐层向外数；

2.2.2.2 各层之间用加号（+）表示；

2.2.2.3 括号是用来划分每一层的，各层由一个以上的部件组成，各层的中心不等于帘线的中心；

2.2.2.4 当S或F=1时，可省掉格式中的S或F，则得到简写的命名。如 $1 \times 5 \times 0.25$ 可简写成 5×0.25 ；

2.2.2.5 如果两层以上的直径相同，只要在最后一层注上直径，其余层的直径可以省略不写。在螺旋外缠层之前最后一部分的单丝直径必须标出，螺旋外缠层的单丝直径必须标明。

如： $(1 \times 3) \times 0.15 + 9 \times 0.15 + (9 \times 3) \times 0.15 + 1 \times 0.15$

可简写成 $3 + 9 + 9 \times 3 \times 0.15 + 0.15$ ’

2.2.2.6 捻距和捻向可随同帘线结构一起标明，也是由里层逐层往外数。

如： $(1 \times 3) + (6 \times 4) \times 0.20 + 1 \times 0.15$

10/10/14/3.5mm

S/S/Z/S

3 产品分类

3.1 轮胎用普通结构钢丝帘线

轮胎用普通结构钢丝帘线的品种、性能见表 6－60 规定。

表 6－60

帘线结构	捻距 ± 5% mm	捻向	帘线直径 ± 5% mm	破断力 最小 N	线密度 ± 5% g/m	参考缠绕 长度 BS40/BS60 m
4×0.25	10	S	0.60	475	1.57	12 000
4×0.25	12.5	S	0.60	475	1.56	12 000
4×0.28	12.5	S	0.66	600	1.96	10 000
5×0.25	10	S	0.67	595	1.95	10 000
5×0.28	12.5	S	0.66	738	2.44	10 000
3×3×0.15	9/8	S/Z	0.63	390	1.27	13 200
3×0.15+6×0.27	9/10	S/Z	0.85	930	3.17	6 000
3×0.15+6×0.27	9/12.5	S/Z	0.85	930	3.17	6 000
3×0.20+6×0.35	10/18	S/Z	1.13	1 500	5.34	3 500
3×0.20+6×0.38	10/18	S/Z	1.19	1 670	6.18	3 300
3+9×0.22	6.3/12.5	S/S	0.92	1 130	3.62	5 000
3+9×0.22+0.15	6.3/12.5/3.5	S/S/Z	1.18	1 130	3.85	4 000
7×3×0.15	9.2/10.4	S/Z	0.90	890	2.95	5 000
7×3×0.175	10/12	S/Z	1.05	1 190	3.99	4 500
7×3×0.20	9.5/9.5	S/Z	1.22	1 527	5.4	4 000
3+9+9×3×0.15	9.2/12.7/9.2/13.5	S/S/S/Z	1.20	1 570	5.50	3 600
3+9+15×0.175+0.15	5/10/16/3.5	S/S/Z/S	1.34	1 600	5.42	3 100
3+9+15×0.22+0.15	6.3/12.5/18/3.5	S/S/Z/S	1.62	2 475	8.50	2 000
7×4×0.175	10/13	S/Z	1.25	1 630	5.43	3 500
7×4×0.175+0.15	10/20/3.5	S/Z/S	1.49	1 660	5.62	2 800

续表

帘线结构	捻距 ± 5 % mm	捻向	帘线直径 ± 5 % mm	破断力 最小 N	线密度 ± 5 % g/m	参考缠绕 长度 BS40/BS60 m
7 × 4 × 0.20	10/14	S/Z	1.43	2 075	7.15	2 100
7 × 4 × 0.22	10/14	S/Z	1.57	2 475	8.65	2 100
7 × 4 × 0.22 + 0.15	10/20/3.5	S/Z/S	1.81	2 600	8.85	1 800
12 × 0.22	12.5	S	0.92	1 210	3.64	4 800
12 × 0.22 + 0.15	12.5/3.5	S/Z	1.16	1 210	3.84	4 300

3.2 轮船用高伸长结构钢丝帘线

轮胎用高伸长结构钢丝帘线的品种、性能见表 6 – 61 规定。

表 6 – 61

帘线结构	帘线直径 ± 5 % mm	破断力 最小 N	破断伸长率 ± 2.5 %	线密度 ± 5 % g/m	缠绕长度 BS40/BS60 m
3 × 4 × 0.22HE	1.17	830	7.5	4.04	4 000
4 × 4 × 0.22HE	1.35	1 130	7.5	5.35	2 800
3 × 7 × 0.175HE	1.20	970	7.5	4.40	4 000
3 × 7 × 0.20HE	1.35	1 260	7.5	5.75	2 800
3 × 7 × 0.22HE	1.51	1 580	7.5	6.95	2 400

注：HE 是高伸长帘线（high elongation）的缩写。

3.3 每一线轴上钢丝帘线缠绕长度分差

每一线轴上钢丝帘线缠绕长度分差应符合表 6 – 62 的规定。

表 6 – 62

缠绕长度 L , m (BS40/BS60)	分差 ± %
$L \leq 2\,000$	1.50
$2\,000 < L \leq 4\,000$	0.75
$L > 4\,000$	0.50

3.4 产品标记

产品以集装箱包装为单位，集装箱外面的标记应为：

产品名称——镀黄铜钢丝帘线。

技术特性——帘线结构表示式：

 镀层类型：普通镀层或薄镀层或低铜镀层；

 线轴类型：BS40 或 BS60；

 毛重： $\times \times \times \text{ kg}$ ；

 净重： $\times \times \times \text{ kg}$ 。

标准号——GB— $\times \times \times \times$ — $\times \times$ 。

4 技术条件

4.1 材料

 钢丝帘线应采用优质碳素钢盘条制造；钢号由帘线生产厂确定。其中硫、磷含量各不大于 0.03%。

4.2 外观

 钢丝帘线的钢丝外表面应镀有色泽均匀的黄铜镀层，且无伤痕、油污、锈斑和其他杂质。

 允许对钢丝帘线整绳焊接，但焊点处的破断力应不小于帘线原破断力的 40%，且焊点处的直径应不大于帘线原直径的 120%。每一线轴上钢丝帘线（就 BS40/BS60 线轴言）的焊点数不能超过三个。

 注：对帘线接头有其他要求，应在合同中注明。

4.3 黄铜镀层

 钢丝经最后一道韧化处理后，电镀黄铜，镀上的黄铜层应色泽均匀。镀层性能见表 6-63。

表 6-63

镀层类型	单丝直径 d mm	每千克钢丝的镀层重量 g/kg	镀层厚度 μm	组分 Cu%
普通镀层	—	5 ± 1.5	—	67.5 ± 3.5
薄镀层	$d \leq 0.30$	—	0.18 ± 0.06	67.5 ± 3.5
	$d > 0.30$	—	0.30 ± 0.06	67.5 ± 3.5
低铜镀层	$d < 0.20$	—	0.20 ± 0.06	63.5 ± 3.5
	$0.2 \leq d \leq 0.30$	—	0.24 ± 0.06	63.5 ± 3.5
	$d > 0.30$	—	0.30 ± 0.06	63.5 ± 3.5

注：用户要求的镀层类型，应在合同中注明。

4.4 残余应力

4.4.1 平直度

6m 长钢丝帘线置于距离为 75mm 的两根平行线的平面上, 钢丝帘线应不与任一平行线相碰。

4.4.2 残余扭转

从线轴上拉出 6m 长钢丝帘线置于平面上, 放松并让其自由回转。普通结构的钢丝帘线为 $\pm 0 \sim 3$ 转; 高伸长帘线为 $\pm 0 \sim 5$ 转〔回转方向与帘线的捻向相同用 (+) 表示, 与帘线的捻向相反则用 (-) 表示〕。

4.4.3 散头

钢丝帘线经垂直截断后, 松散长度应小于一倍捻距。

5 检验规则

5.1 钢丝帘线应由制造厂技术监督部门进行检查和验收。

5.2 黄铜镀层、残余应力、捻距、捻向、帘线直径、线密度、破断力、破断伸长率(高伸长帘线必测), 各项技术指标必须符合本标准第 3 和 4 条的规定。

5.3 黄铜镀层、残余应力、捻距、捻向、帘线直径、线密度、破断力等检验方法见附录 C。

5.4 取样方法:

5.4.1 按照附录 B 的规定进行产品取样。

5.4.2 用户对产品进行取样复验, 复验结果如有一个试样一个项目不合格时, 则应重新取试样的两倍试料, 对该不合格项目重新测试。若重新取的两个试料均测试合格, 则可认为该批产品为合格, 若其中一个试料测试仍不合格, 则该批产品为不合格。但允许帘线生产厂逐盘检验, 重新组批交货。

5.4.3 生产厂出厂的产品应附有质量保证书(不少于两份)、信息反馈单。质量保证书的内容应包括: 制造厂、合同编号、生产日期(年、月、日)、帘线结构表示式。

6 包装、标志、质量保证期、运输

6.1 包装

钢丝帘线应均匀、平整地缠绕在线轴上(线轴的规格由供需双方商定), 外包防潮纸和塑料薄膜, 放在有塑料袋的包装箱内。塑料袋内放防潮剂(防潮剂不能直接与钢丝帘线接触), 并将塑料袋封口。包装箱应有良好的防渗、防水性能。

注: 用户对包装有特殊要求时, 应在合同中注明。

6.2 标志

在每个线轴上应标明生产日期(年、月、日)、钢丝帘线结构表示式、捻向、长度、净重和工号。在包装箱上应标明制造厂、生产日期(年、月、日)、钢丝帘线结构表示

式、长度、净重和毛重，并有明显的防潮、防撞击标志。

6.3 质量保证期

从出厂日算起，在没有打开包装箱的情况下，钢丝帘线的质量保证期为半年。

附 录 A

缠绕钢丝帘线用线轴

(补充件)

缠绕钢丝帘线用线轴示意图见图 A1。

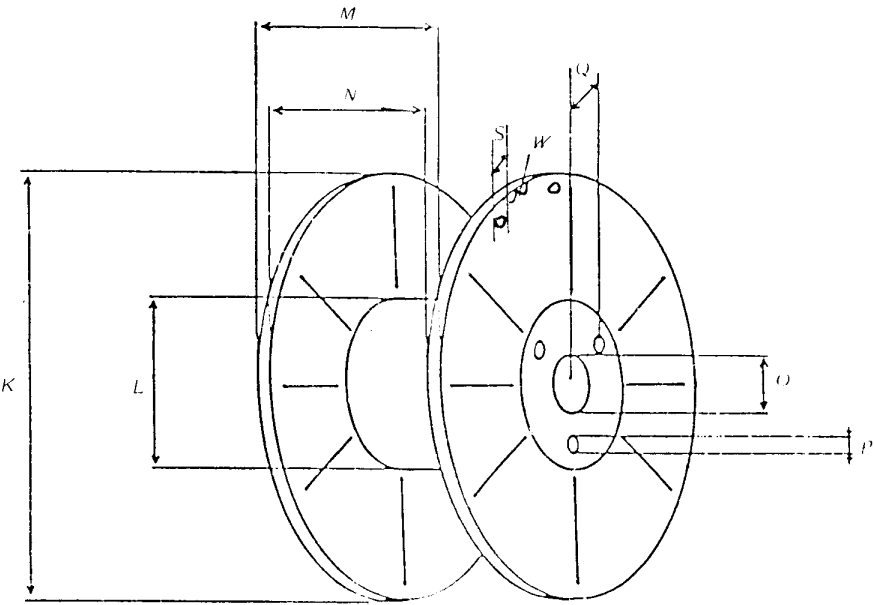


图 A1

缠绕钢丝帘线用线轴尺寸规定见表 A1。

表 A1

mm

代号	各部位名称	线轴类型	
		BS40	BS60
K	线轴法兰直径	255	255
L	线轴圆筒直径	118	118
M	线轴总高度	166	166

续表

代号	各部位名称	线轴类型	
		BS40	BS60
<i>N</i>	有效高度	152	152
<i>O</i>	线轴内孔径	17	33
<i>S</i>	穿线孔孔径、个数	2×5	2×5
<i>P</i>	定位孔直径、个数	2×13	3×13
<i>Q</i>	定位孔和线轴孔的中心距离	38	43
<i>W</i>	交线用弹簧夹子		
空线轴重量（仅作参考），kg		1.85	1.90

附 录 B
取 样 方 法
（ 补 充 件 ）

B1 取样的包装箱数：

B1.1 交货的包装箱不多于五个时，所有的包装箱都要取样。

B1.2 交货的包装箱为六个或六个以上，任选五个包装箱取样。

B2 每个包装箱中取样的线轴数及每个线轴上取样的数目见表 B1 规定。

表 B1

测试项目	每个包装箱中 取样的线轴数	每个线轴上取样数
捻距、捻向	2	1
线密度	2	1
破断力、伸长	2	1
残余应力	10	1
帘线直径	2	1
镀层重量、组分	2	2

如果用户取样的目的是为了测定残余应力，则取样包装箱的数目按下列规定：

交货的包装箱不多于十个时，所有的包装箱都要取样。交货的包装箱多于十个时，任选十个包装箱取样。每个包装箱中取样的线轴数及每个线轴上取样的数目见表 B1 规

定。

注：包装箱系指运输用集装箱，一般内装 40~50 个线轴。

附 录 C

试 验 方 法

(补充件)

C1 残余扭转和平直度的测定

一般利用同一样品作残余扭转和平直度的测定。线轴置于悬挂装置上，并能水平拉出钢丝帘线。

C1.1 残余扭转的测定

首先从线轴上拉出 3m 长帘线，紧握住以避免旋转，剪下并弃之，然后从线轴上的帘线末端大约 20mm 处弯成一个直角，紧捏住此弯头以避免在拉出 6m 长的样品时帘线旋转。然后将帘线的自由端放开，在没有张力、摩擦力的情况下允许它旋转。

帘线末端的旋转数要数到 1/2 转。旋转的方向与帘线的捻向相同用 (+) 表示，若与帘线的捻向相反则用 (-) 表示。

C1.2 平直度的测定

在不施加张力的情况下，将 6m 长的钢丝帘线（不从线轴上剪断）放在几乎距两条平行线等距离处，帘线不与任一条线相碰，便认为是平直的。帘线的自由端在 500mm 之内，如果过线的话可以忽略。

C2 散头的测定

使用一付合适的剪切器，目的是给出一个成直角的切割。直接从线轴上取样品，紧握住靠近切割区的帘线。剪断帘线（不得短于 100mm）之后，观察丝头的扩展，并测定散头长度，精确到 1mm。

C3 捻距和捻向的测定

C3.1 捻向的测定

对外缠丝、股线和帘线的捻向均采用直观观察。记录下“S”捻或“Z”捻。

C3.2 捻距的测定

C3.2.1 帘线和股的捻距测定

用捻度试验机测定帘线和股的捻距，固定其活动夹持器，而另一夹持器用销子固定在 500mm 处，夹紧试样的一端，手持另一端头，放开固定夹持器用的销子，给试样稍加拉力，则能使试样保持伸直状态，一般不要超过 20N（如有外缠丝则应首先除去）。将帘线或股线置于另一夹持器中，拧紧此夹持器，调整捻度机的计数器至零，开始解捻

直到所有的钢丝或股全部解开为止，记下计数器上指示的转数，用式（C1）计算帘线或股的捻距：

$$\text{捻距} = \frac{500}{\text{转数}} (\text{mm}) \dots\dots\dots (\text{C1})$$

（精确到小数二位）

C3.2.2 外缠丝的捻距测定

取带有外缠丝的帘线的平直部分，紧贴在平整的表面上，在帘线的上面放一张白纸，用铅笔摩擦纸和帘线约 10cm 长，防止铅笔和纸的移动。测量在纸上留下的十个捻的距离（A），外缠丝的捻距按式（C2）计算：

$$\text{外缠丝的捻距} = \frac{A}{10} (\text{mm}) \dots\dots\dots (\text{C2})$$

（精确到小数二位）

C4 线密度的测定

用千分之一称量天平称重，精确到 0.01g。直接从线轴上拉出足够长度的帘线，在 10N 张力下截取长度为 $1\,000 \pm 1\text{mm}$ 试样。对该段试样进行称量，即为帘线的线密度，用 g/m 表示。

C5 帘线直径的测定

使用带有微调的精密千分尺，以使测量精度达到 0.01mm。千分尺的测量头应是平整、相互平行的；测量面的直径应大于帘线一个捻距。

被测试样必须平直，不允许解捻，所取试样不能短于 250mm。

在沿帘线轴向相隔大约 100mm 的三个地方测定帘线的直径。计算其算术平均值。

C6 破断力和破断伸长的测定

所使用的拉力机应是具有恒定拉伸速率的试验机，并附有电子测力装置和可以给出应力—应变曲线的自动记录器。用于夹试样的夹持器不应使帘线在此处发生滑动。因此，气动夹持器在检测钢丝帘线中被认为是切实可行的。把试样夹在夹持器的平面夹之间，然后围绕着夹持器弯曲成一弧形（见图 C1）。在 A 和 A' 点之间从夹持口到夹持口沾着帘线测量它的初始长度。

将被测试样的一端紧紧地卡在上夹持器中，试样经受的预加张力为 10N，标距长度 1 000mm。将另一端紧紧地夹在下夹持器中。启动拉力机，拉力机拉伸速度为 100mm/min。下夹持器向下移动，直到试样断裂为止。

当一个试样在夹持器内断裂或断裂部位距夹点不足 5mm 时，此结果无效，应另补充试样重新进行测试。

若有外缠丝的话，应在它与夹持器相接触的那一段试样上除去该外缠丝。

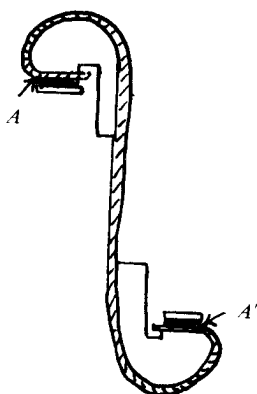


图 C1

C7 每千克钢丝黄铜镀层的重量和镀层成分的测定

测定黄铜镀层的重量和成分的方法很多，有化学分析法和仪器分析法。本标准采用原子吸收光谱法。

借助于氨加过氧化氢溶液将黄铜镀层自帘线上剥离下来，而铁不受影响，将溶液煮沸除去过氧化氢之后用原子吸收分光光度计测定铜和锌。

C7.1 原子分光光度计应满足下列要求：

仪表可提供 1% 的精度；

选用的波长：铜 324.75nm、锌 213.86nm；

使用的气体混合物、空气或乙炔。

C7.2 试剂

氨水：1 体积 $c(\text{NH}_3) = 13\text{mol/L}$ 氨水与 2 体积蒸馏水混合；

过氧化氢：30%；

盐酸： $c(\text{HCl}) = 12\text{mol/L}$ ；

标准铜溶液：1mg/mL，把 500mg 电解铜溶解在 10mL $c(\text{HNO}_3) = 7\text{mol/L}$ 硝酸中，用蒸馏水稀释，煮沸以除去一氧化二氮气体，冷却后移入 500mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度；

标准锌溶液：1mg/mL，取 500mg 锌粒（含量为 99.98% 或更高）溶解在 10mL $c(\text{HCl}) = 6\text{mol/L}$ 盐酸中。冷却后移入 500mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度为止。

标准溶液应储存在聚乙烯瓶中，可以保存几个月。

C7.3 测定步骤

试样的准备：取 2g 左右试样，切成 3cm 长，然后解捻。把小段钢丝放在容量为 150mL 的烧杯中，用汽油清洗除去表面油污，在 105℃ 烘箱中干燥 10min，再放在干燥器

中冷却。

测试溶液的制备：准确称取 1g 左右的试样（精确到 0.1mm）（ P ），放在 150mL 烧杯中，加入 15mL 氨水。然后逐滴加入 30% 的过氧化氢，分四次加，每次 0.25mL。把溶液定量地转移到第二个 150mL 烧杯中。煮沸该溶液直到变混浊为止，冷却到室温，加入 1mL 盐酸进行酸化，然后把溶液定量地转移到 100mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度，摇匀。用移液管吸取 5mL 上述溶液放到 100mL 的容量瓶中加入蒸馏水至刻度，摇匀。空白试剂的制备同样按照上述方法进行，但不加试样，这样制备的溶液只能使用一天。

标准溶液的制备：取 10mL 铜的标准溶液，5mL 锌的标准溶液转移到 150mL 的烧杯中，加入 15mL 氨水，然后逐滴加入过氧化氢溶液，分四次加，每次 0.5mL，把该溶液煮沸直至混浊为止，冷却至室温。将上述溶液及 1mL 盐酸放入 100mL 的容量瓶中，加蒸馏水稀释到刻度，摇匀。

取六个 100mL 的容量瓶，在每个瓶中分别移入 1, 2, 3, 4, 5 和 6mL 上述溶液，加蒸馏水稀释到刻度。这样制备的溶液只能使用一天。

铜和锌的测定：按照浓度渐增的顺序将标准铜溶液和空白试剂放入仪器中，记录吸收率读数。将上述测定重复一次，然后计算出每个值的平均值。

所有平均吸收值先经空白平均吸收值校正，然后绘制出平均吸收值与铜浓度（mg/mL）的关系曲线。

按照与铜的标准溶液同样的条件，测定待测试样和空白试剂的吸收值。再重复测定一次，算出平均值，再经空白校正，从关系曲线即可求出待测溶液中铜的浓度（ X ）。用同样的方法求出溶液中锌的浓度（ Y ）。

根据下式求出黄铜镀层的重复及黄铜镀层的组分。

$$\text{黄铜镀层的重量} = \frac{2(X+Y)}{P} \{ \text{g (黄铜)} / \text{kg (钢丝帘线)} \} \dots\dots\dots (\text{C3})$$

黄铜组分：

$$\text{铜含量} (\%) = \frac{X}{X+Y} \times 100 \dots\dots\dots (\text{C4})$$

$$\text{锌含量} (\%) = \frac{Y}{X+Y} \times 100 \dots\dots\dots (\text{C5})$$

式中： X ——每毫升待测溶液中所含铜，mg；

Y ——每毫升待测溶液中所含锌，mg；

P ——所取被测试样，g。

黄铜镀层的重量计算应精确到 0.1g/kg；黄铜组分计算应精确到 0.1%。

附录 D

镀层重量、镀层厚度与单丝直径间的关系

(参考件)

黄铜镀层的重量通常用每公斤钢丝帘线所镀黄铜层的重量表示 (g/kg) 或用厚度 (μm) 表示。可按公式 (D1) 进行换算。

$$T = W \cdot d \times 0.235 \quad \dots\dots\dots (\text{D1})$$

式中: T ——黄铜镀层厚度, μm ;

W ——每千克钢丝黄铜镀层重量;

d ——单丝直径, mm。

镀层重量、镀层厚度与单丝直径间的关系遵循图 D1 的规律。

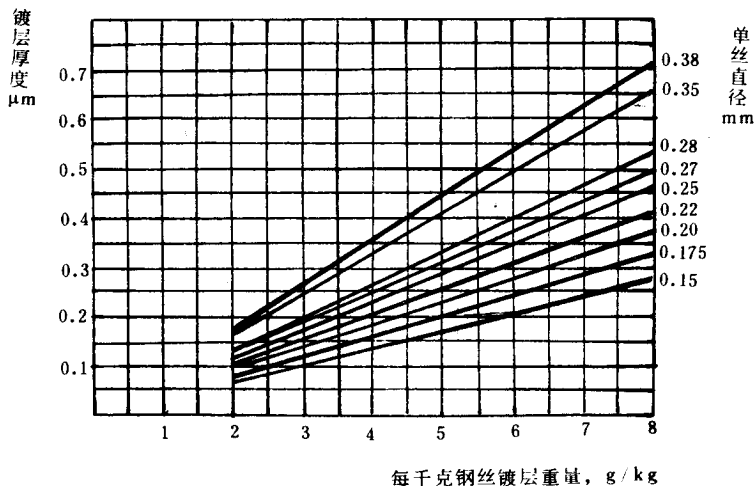


图 D1

二、橡胶软管增强用钢丝

Steel wire for hose reinforcement

GB 11182—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶软管增强用钢丝的技术要求、试验方法、检验规则和包装。

本标准适用于液压橡胶软管增强用直径为 0.20 ~ 0.80mm 的镀黄铜钢丝。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB 228 金属拉力试验法
- GB 238 金属线材反复弯曲试验方法
- GB 239 金属线材扭转试验方法
- GB 4354 优质碳素钢盘条

3 技术要求

3.1 盘条

盘条技术要求应符合 GB 4354，钢号由制造厂选择，其中硫（S）、磷（P）含量各不得超过 0.03 %。

3.2 钢丝性能要求

3.2.1 钢丝直径和性能要求应符合表 6 – 64 规定。

表 6 – 64

公称直径	公差	抗拉强度 最小值	扭转 最小值	反复弯曲 最小值	打结强度率 最小值	
mm		N/mm ²	次		%	
0.20	± 0.010	2 150	55	—	58	
0.20		2 450				
0.25		2 150				
0.25		2 450				
0.30		2 150	50		50	
0.30		2 450				
0.30		2 750				
0.40	± 0.015	2 150	45	—	58	
0.40		2 450				
0.42		2 150				
0.42		2 450				
0.50		2 150	38	40	50	
0.50		2 450		35		
0.60		2 150	33	30		
0.60		2 450		25		
0.70	± 0.020	2 150	30	20		
0.78		1 950	27	12		
0.80						

注：在 0.20 ~ 0.80mm 规格范围内，供需双方可协商确定所需规格，其各项性能指标应按照相近尺寸较大直径性能指标执行。

3.2.2 钢丝的椭圆度不得超过直径公差之半。

3.2.3 钢丝断时伸长率不得小于 2%，供需双方协商执行。

注：该条规定从 1991 年 1 月 1 日开始执行。

3.2.4 钢丝表面所镀黄铜层成分只能由铜和锌元素组成，其中铜含量为 $(68 \pm 4)\%$ ，黄铜层重量应符合表 6-65 规定。以每千克无镀层钢丝上所镀黄铜层重量（克）表示。

表 6-65

公 称 直 径 d mm	千克钢丝上黄铜镀层重量 最小值 g/kg
$d < 0.35$	3.0
$d \geq 0.35$	2.0

3.3 成品钢丝外观质量

3.3.1 钢丝表面应清洁无油污、无锈斑以及无肉眼所能见到的镀层脱落。

3.3.2 钢丝不得出现波浪形、扭曲或打折等现象。

3.3.3 钢丝应整齐地缠绕在线轴上并成圈形。从线轴上取 1m 长的钢丝放在无约束力的光滑平面上，自然成圈，其圈径应不小于 120mm。从切断口端到平面的垂直高度不大于 50mm。

3.4 成品钢丝焊接

3.4.1 允许对成品钢丝进行焊接，则应满足 3.4.2 ~ 3.4.4 条的规定。

注：是否需要成品钢丝进行焊接或采用其他的联接方法（包括有关技术要求和连接处的标注方），供需双方应通过协商在合同中注明。

3.4.2 在任何一批产品中，含有焊接点的钢丝线轴数不得超过该批产品的总钢丝线轴数的 10%。每线轴钢丝的焊接点不得超过三个，并应注明焊接点数。

3.4.3 在相同条件下测定，钢丝的直径大于或等于 0.30mm，焊接处的抗拉强度应不小于原抗拉强度的 40%；钢丝的直径小于 0.30mm，其焊接处的抗拉强度不小于原抗拉强度的 35%。

3.4.4 焊接点的直径按 4.1 测量，其值不得超过公称直径的 20%。

4 试验方法

4.1 钢丝直径和椭圆度

从线轴上取长度不小于 250mm 钢丝，用分度值为 0.002mm 的千分尺，在钢丝长度方向上间隔测量三点，每点必须互相垂直测量二次，用六次测量的平均值作为该钢丝的直径；任选一点互相垂直测量二次，所得的差值为椭圆度。

4.2 机械性能试验

4.2.1 抗拉强度和断时伸长率按 GB 228 规定进行。断时伸长率的预张力应小于 10% 破断力。试样的原始标距为 250mm。

抗拉强度按钢丝公称直径计算。

打结强度按 GB 228 规定进行。试样应取于做抗拉强度试样的邻近部位。

4.2.2 反复弯曲试验按 GB 238，弯曲圆弧半径为 2.5mm。

4.2.3 扭转试验按 GB 239。

4.3 镀层试验

4.3.1 黄铜层成分和重量试验按附录 A（补充件），同时可采用附录 B（补充件）。在仲裁试验时，必须按附录 A。

5 检验规则

5.1 取样要求

5.1.1 应抽取包装完整、集装箱（桶）无破损、没有受潮的钢丝线轴。

5.1.2 从线轴的外侧端头处抽去不少于 10m 长的钢丝，然后截取足够长的钢丝进行各项性能试验。

5.2 取样数量

5.2.1 每批交货的集装箱（桶）少于或等于 5 个时，应对全部集装箱（桶）进行抽样；多于 5 个时，应在其中任选 5 个集装箱（桶）进行抽样。

5.2.2 从每个集装箱中抽取样品数应符合表 6-66 的规定，镀层试验取样数量为每批 2 个。

表 6-66

试验项目	直径及椭圆度	圈 径	抗拉强度	断后伸长率
抽取样品数	10	10	4	4
线轴上取样数	1	1	2	2
试验项目	打结强度	扭 转	反复弯曲	镀层试验
抽取样品数	4	4	4	4
线轴上取样数	2	2	2	1

5.3 重复试验

5.3.1 在试验中，任何一根钢丝有一项或更多项试验结果不合格，应从原线轴上截取双倍试样进行不合格项目的重复试验，这二根试样中仍有一根钢丝一项或更多项试验不合格，则认为该线轴钢丝为不合格品。

5.3.2 如在整批钢丝中，有 10% 或更多的钢丝不符合标准要求，则认为该批钢丝为不

合格品。

6 包装、标志、运输、贮存及质量保证书

6.1 包装

钢丝必须绕在 B60 线轴上，外侧钢丝应固定且容易认定。钢丝圈外表应采用防潮纸和塑料薄膜包装。防潮纸和塑料薄膜的宽度要和线轴的二法兰盘之间距离相当。包装好的钢丝线轴应合理地存放在内有塑料袋的集装箱（桶）里。塑料袋中应放有防潮剂，防潮剂不能直接与钢丝接触并将塑料袋封口。

6.2 标志

在每个线轴上应标明制造厂名、生产日期（年、月、日）、公称直径、焊接点数、额定抗拉强度、净重。集装箱（桶）上要标明制造厂名、接受单位、出厂日期（年、月、日）、公称直径、额定抗拉强度，并有明显的防潮标志。

6.3 运输

凡待运的钢丝线轴不得堆放在露天。在运输过程中要有防雨、防潮措施。

6.4 贮存

从出厂日算起，在没有打开集装箱（桶）条件下，钢丝质量保证期为半年。

6.5 质量保证书

橡胶软管用钢丝应由制造厂质量检验部门进行检查并随货附有质量保证书，内容包括：制造厂名、合同编号、生产日期、公称直径、镀层类别、各项标准技术参数、抽检数量、各项检测数据的平均值、最大值、最小值、该批货的线轴数量以及该批货的净重。

附 录 A

单位钢丝上黄铜镀层重量及成分测定

原子吸收分光光度法

（补充件）

本附录参照采用国际人造织物标准局（BISFA）《国际上公认的轮胎钢帘线试验方法》第 K 章“黄铜镀层重量和成分的测定”。

A1 原理

借助于黄铜层溶解于氨和过氧化氢中而将其自钢丝上剥离下来。这里铜和锌被氧化成二价，而铁则不受影响，将溶液煮沸除去过氧化氢之后，使用原子吸收分光光度法测定铜和锌。

A2 仪器

原子吸收分光光度计应满足下列要求：

- a. 仪器所显示精度为 1% ;
- b. 所选用的铜波长为 32.475nm , 锌波长为 21.386nm ;
- c. 所使用的混合气体为空气 - 乙炔。

A3 试剂和溶液

A3.1 氨：将一份体积的 $c(\text{NH}_3) = 13\text{mol/L}$ 的氨与二份体积的蒸馏水混合；

A3.2 过氧化氢：30% ；

A3.3 盐酸；

A3.4 标准铜溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ ，把 500mg 电解铜溶解在 10mL 的 $c(\text{HNO}_3) = 7\text{mol/L}$ 硝酸中，用蒸馏水稀释、煮沸，以驱尽氮氧化合物烟雾，放至室温，移入 500mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

A3.5 标准锌溶液：1000 $\mu\text{g/mL}$ ，通过加热将 500mg 锌粒（基准试剂，99.98% 或更高）溶解在 10mL 盐酸的 $c(\text{HCl}) = 6\text{mol/L}$ 中，冷却后在容量瓶中用蒸馏水稀释到 500mL。

注：①标准金属溶液应储存在聚乙烯瓶中，可以保存几个月。

②标准金属溶液，尽管供应渠道不一，但都是通用的。

A4 测定步骤

A4.1 试样的准备

取约 2g 左右试样，然后切成约 30mm 长的小段，将切下来的小段收集于 150mL 的烧杯内，用汽油漂洗掉表面的油腻物，在 105℃ 的恒温箱中干燥 10min，取出后置于干燥器中冷却至室温。

A4.2 操作条件

对仪器说明书中所介绍的每一条操作条件都应当遵守。

A4.3 待测试样溶液的制备

取约 1g 重的试样，准确称重为 P （精确到 0.1mg），放入 150mL 烧杯中。加入 15mL 的氨（见 A3.1），然后逐滴加入 1mL 的 30% 过氧化氢，分四次加入。将溶液定量地倾析入第二只 150mL 烧杯。煮沸该溶液，直至出现混浊为止。冷至室温再加入 1mL 盐酸溶液（见 A3.3），将溶液移入 100mL 的容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度并摇匀。再用移液管取 5mL 该溶液转移到另一只 100mL 的容量瓶，用蒸馏水稀释至刻度并摇匀。

空白试剂的制备也应严格地按同样方法进行，但不加试样。这样制备的溶液只能使用一天。

A4.4 标准溶液的制备

将 10mL 标准铜溶液和 5mL 标准锌溶液移入一只 150mL 的烧杯中，加入 15mL 的氨（见 A3.1），然后逐滴加入 2mL 的 30% 过氧化氢，分四次加入。煮沸该溶液，直至出现混浊为止。冷至室温再加入 1mL 盐酸溶液（A3.3），将溶液移入 100mL 的容量瓶，加蒸

馏水稀释至刻度并摇匀。再取六个 100mL 扩容量瓶,用移液管分别移取该溶液 1、2、3、4、5、6mL,然后均用蒸馏水稀释至刻度并摇匀。这样制备的溶液只能使用一天。

A4.5 铜和锌的测定

A4.5.1 标准曲线的绘制

按浓度递增的顺序将标准溶液和空白试剂放入仪器中,并记录铜吸收率读数,再重复测定一次,计算出每个值的平均值,然后绘出用空白吸收率校准过的平均吸收率与铜浓度关系的标准曲线。用同样方法绘制出锌浓度的标准曲线。

A4.5.2 待测试样的测定

按 A4.5.1 同样测定待测试样(按 A4.3 制备试液)的铜、锌吸收率。经空白吸收率校准过的平均吸收率,分别从标准曲线中读出待测试样的铜、锌浓度。

注:仪器在吸入标准溶液和待测试样溶液之后,还必须吸入几毫升蒸馏水。

A5 结果计算

A5.1 重量计算:

$$W = \frac{2(X + Y)}{P - 2(X + Y)} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: W ——每千克钢丝上黄铜镀层重量,用黄铜镀层重量/钢丝重量(g/kg)表示;

P ——所取试样重量见(A4.3), g;

X ——每毫升试样溶液中所含铜, mg;

Y ——每毫升试样溶液中所含锌, mg;

2——常数。

在试验报告中黄铜层重量应精确到 0.1g/kg。

A5.2 成分计算:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{X}{X + Y} \times 100 \dots\dots\dots (A2)$$

式中: Cu ——被测试样中铜的百分含量, %。

$$\text{Zn}(\%) = \frac{Y}{Y + X} \times 100 \dots\dots\dots (A3)$$

式中: Zn ——被测试样中锌的百分含量, %。

在试验报告中黄铜成分应精确到 0.1%。

附 录 B

单位钢丝上黄铜镀层重量及成分的测定化学容量法 (补充件)

B1 方法原理

本法借助于黄铜溶解于氨和过硫酸铵中而自钢丝上剥离下来,而二价铁则不受影

响,然后用乙二胺四乙酸二钠络合滴定法测定黄铜层的重量和成分。

B2 试剂和溶液

各试剂均需分析纯。

B2.1 氨-过硫酸铵溶液: 80g 过硫酸铵加 150mL 的氨加蒸馏水配制成 1L;

B2.2 硫酸: 98% 硫酸;

B2.3 抗坏血酸;

B2.4 氰化钠溶液: 10% 氰化钠溶液;

B2.5 甲醛溶液: 1:4 甲醛溶液;

B2.6 pH6 缓冲溶液: 240g 乙酸铵加 10mL 乙酸加蒸馏水配制成 1L;

B2.7 pH10 缓冲溶液: 54g 氯化铵加 200mL 蒸馏水溶解加 350mL 氨水,用蒸馏水配制成 1L;

B2.8 95%乙醇;

B2.9 $c(\text{EDTA}) = 0.01\text{mol/L}$ EDTA 标准溶液配制及标定按 GB 601;

B2.10 PAN 指示剂: 0.2gPAN 指示剂溶解于 100mL 乙醇中;

B2.11 铬黑 T 指示剂: 0.5g 铬黑 T 指示剂溶解于 50mL 乙醇中加 50mL 三乙醇胺。

B3 测定步骤

取约 6~10 克重的钢丝,绕成圈形或切成约 30mm 长的小段置于汽油中漂洗烘干,然后把钢丝放于 250mL 的高型烧杯中,加入约 10mL 氨-过硫酸铵溶液(B2.1),至黄铜溶液后,取出钢丝,用蒸馏水冲洗后收集于烧杯中,然后置于烘箱中烘干并于干燥器中放冷,准确称重为 P (精确到 0.1mg)。

在上述被溶解的黄铜溶液中加入约 2mL 硫酸(B2.2)至铜铵络离子特有蓝色褪去,盖皿后于通风橱内加热至产生大量白烟,冷却,加少量蒸馏水溶解,然后加抗坏血酸(B2.3)约 0.2g,放至室温。

把该溶液与经三次冲洗液一并移入 50mL 容量瓶中,加蒸馏水至刻度并摇匀,然后用 10mL 移液管移取 10mL 该溶液于锥形瓶中,加 pH 为 6 缓冲溶液 10mL 及 5mL 乙醇,加热至 60℃左右,滴加 PAN 指示剂(B2.10) 3~5 滴,用 EDTA 标准滴定溶液(B2.9)滴至红色转变为黄色,在 30s 内不变色,记下耗用数 V_1 。

用同样方法再从 50mL 容量瓶中移取 10mL 试液于另一只锥形瓶中,然后加 pH 为 10 缓冲溶液(B1.7) 10mL,加 2mL 氰化钠溶液(B2.4),滴铬黑 T 指示剂(B2.11) 2~3 滴,加 2mL 的甲醛溶液(B2.5),用 EDTA 标准滴定溶液滴至红色转变到蓝色,记下耗用数 V_2 。

B4 结果计算

B4.1 重量计算:

$$V = V_1 - V_2 \dots\dots\dots (B1)$$

式中：V——EDTA 标准滴定溶液滴定铜耗用量，mL；

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液滴定铜锌耗用量，mL；

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液滴定锌耗用量，mL。

$$W = \frac{5(0.0654c \cdot V_2 + 0.0635c \cdot V)}{P} \dots\dots\dots (B2)$$

式中：W——每千克钢丝上镀层重量，用黄铜镀层重量/钢丝重量（g/kg）表示；

P——试样褪掉黄铜层后称重（见 B3），kg；

0.0654——与 1.00mL EDTA 标准滴走溶液〔 $c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$ 〕相当的、以克表示的锌的质量；

0.0635——与 1.00mL EDTA 标准滴定溶液动〔 $c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$ 〕相当的、以克表示的铜的质量；

c ——EDTA 标准滴定溶液浓度，mol/L。

B4.2 黄铜成分计算：

$$\text{Cu}(\%) = \frac{63.5c \cdot V}{65.4c \cdot V_2 + 63.5c \cdot V} \times 100 \dots\dots\dots (B3)$$

式中：Cu——被测试样中铜的百分含量，%；

c 、 V 、 V_2 ——同式 1、式 2。

$$\text{Zn}(\%) = \frac{65.4c \cdot V_2}{65.4c \cdot V_2 + 63.5c \cdot V} \times 100 \dots\dots\dots (B4)$$

式中：Zn——被测试样中锌的百分含量，%；

c 、 V 、 V_2 ——同式 1、式 2。

试验报告中黄铜成分应精确到 0.1%。

三、输送带用钢丝绳

Steel wire ropes for conveyer belts

GB 12753—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了输送带用钢丝绳的分类、外形尺寸及允许偏差、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、质量保证期、运输、贮存和质量证明书。

本标准适用于钢丝绳芯输送带骨架增强材料用镀锌钢丝绳（以下简称钢丝绳）。

2 引用标准

- GB 228 金属拉伸试验方法
- GB 238 金属线材反复弯曲试验方法
- GB 239 金属线材扭转试验方法
- GB 699 优质碳素结构钢技术条件
- GB 2104 钢丝绳验收、包装、标志及质量证明书的一般规定
- GB 2973 镀锌钢丝锌层重量试验方法
- GB 8358 钢丝绳破断拉伸试验方法
- GB 8707 钢丝绳标记代号

3 分类、代号

3.1 钢丝绳按结构分为： $6\times 7+IWS$ ， $6\times 19+IWS$ 和 $6\times 19W+IWS$ 三类，见表 6－67。

表 6－67

类 别	结 构		直径范围，mm
	钢丝绳	股 绳	
6×7	6×7+IWS	(6+1)	2.0~5.4
6×19	6×19+IWS	(12+6+1)	4.0~12.0
6×19W	6×19W+IWS	(6/6+6+1)	5.0~12.0

3.2 钢丝绳按捻制方向分为右交互捻（ZS）和左交互捻（SZ）两种。交货时一般应按左、右交互捻各半。但也可按需方要求交货。

3.3 钢丝绳的标记代号按 GB 8707 的规定。

4 尺寸、外形和重量

4.1 制绳用钢丝

- 4.1.1 钢丝公称直径按表 6－72～表 6－74 中的规定。
- 4.1.2 钢丝直径允许偏差和椭圆度应符合表 6－69 中的规定。

表 6－69

钢丝公称直径，mm	允许偏差，mm	椭圆度，mm
< 0.30	± 0.01	0.01
0.30 ~ 0.60	+ 0.02 - 0.01	0.015
> 0.60	+ 0.03 - 0.01	0.02

4.2 钢丝绳

4.2.1 钢丝绳公称直径按表 6-72~表 6-74 中的规定。

4.2.2 钢丝绳直径允许偏差应符合表 6-70 中的规定。

表 6-70

钢丝绳公称直径，mm	允许偏差，%
≤10.0	+6 -3
>10.0	+5 -2

4.2.3 钢丝绳的椭圆度不大于其公称直径的 4%。

4.2.4 钢丝绳的长度按需方要求，但必须在订货单内注明。

钢丝绳长度的允许偏差应符合表 6-71 中的规定。

表 6-71

钢丝绳长度，m	长度允许偏差，%
<1 000	+0.60 0
1 000~1 500	+0.80 0
>1 500	+1.00 0

4.2.5 钢丝绳的近似重量见表 6-72~表 6-74。

表 6-72

直径，mm		钢丝绳总横断面积 (参考) mm ²	钢丝绳最小破断拉力 kN	钢丝绳百米重量 (参考) kg/100m
钢丝绳	钢丝			
2.0	0.22	1.96	3.73	1.67
2.6	0.28	3.20	6.08	2.73
2.8	0.30	3.66	6.96	3.12
3.0	0.32	3.94	7.49	3.36
3.2	0.35	4.94	9.39	4.21
3.5	0.38	5.88	11.18	5.01
3.8	0.41	7.04	12.76	6.00

续表

直径，mm		钢丝总横断面积 (参考) mm ²	钢丝绳最小破断拉力 kN	钢丝绳百米重量 (参考) kg/100m
钢丝绳	钢丝			
4.0	0.43	7.48	13.56	6.37
4.2	0.45	8.28	15.01	7.05
4.5	0.49	9.88	17.91	8.42
4.8	0.52	11.08	20.09	9.44
5.1	0.55	12.35	23.06	10.52
5.4	0.59	14.16	25.28	12.06

表 6－73

直径，mm		钢丝总横断面积 (参考) mm ²	钢丝绳最小破断拉力 kN	钢丝绳百米重量 (参考) kg/100m
钢丝绳	钢丝			
4.0	0.26	7.27	13.35	6.19
4.3	0.28	8.69	15.96	7.40
4.5	0.30	9.77	17.94	8.32
4.8	0.31	11.12	20.43	9.47
5.4	0.35	13.23	24.29	11.27
5.7	0.37	14.75	27.08	12.56
6.1	0.40	17.37	31.57	14.79
6.4	0.42	19.12	33.48	16.28
7.2	0.47	23.84	41.74	20.31
7.5	0.49	25.88	45.32	22.04
7.8	0.51	28.22	49.41	24.04
8.1	0.53	30.43	53.28	25.92
9.2	0.60	39.09	67.72	33.29
10.3	0.67	49.12	81.83	41.84
11.0	0.72	56.42	94.20	48.16
12.0	0.78	66.13	110.17	56.32

表 6－74

直径，mm		钢丝总横断面积 (参考) mm ²	钢丝绳最小破断拉力，kN		钢丝绳百米重量 (参考) kg/100m
钢丝绳	钢丝		标准级	较强级	
5.0	0.38	12.86	24.36	25.49	10.59
5.6	0.43	16.13	29.94	31.36	13.74
6.0	0.46	18.72	34.31	35.95	15.94
6.6	0.50	22.15	40.51	42.46	18.87
7.0	0.53	24.94	45.63	47.82	21.24
7.6	0.58	29.67	53.60	56.20	25.27
8.3	0.63	34.71	61.38	64.43	29.56
8.7	0.66	38.98	67.99	71.43	33.20
9.1	0.69	41.66	72.66	76.33	35.49
10.0	0.76	50.72	88.29	92.76	43.20
10.5	0.79	55.15	96.02	100.9	46.97
11.0	0.83	60.49	104.2	109.7	51.52
12.0	0.90	70.33	121.3	127.5	59.90

4.2.6 标记示例：结构为 6×19W+IWS、绳径 7.6mm 的右交互捻钢丝绳，其标记为：7.6Z6×19W+IWSZS。

5 技术要求

5.1 制绳用钢丝

5.1.1 牌号

制绳钢丝用钢应符合 GB 699 标准中的规定，牌号由制造厂选择。但其硫、磷含量各不得大于 0.030%。

5.1.2 抗拉强度

钢丝抗拉强度按表 6－75 中的规定。

表 6－75

钢丝直径，mm	钢丝公称抗拉强度，MPa 不小于
0.20～0.40	2 160
>0.40～0.60	2 060

续表

钢丝直径, mm	钢丝公称抗拉强度, MPa 不小于
> 0.60 ~ 0.90	1 960

注：生产 $6 \times 19W + IWS$ 的较高级时，钢丝公称抗拉强度应提高 100MPa。

5.1.3 扭转

直径大于等于 0.50mm 的钢丝应做扭转试验，其次数应符合表 6-76 中的规定。

5.1.4 反复弯曲

直径大于等于 0.50mm 的钢丝，应做反复弯曲试验。其最小反复弯曲次数应符合表 6-76 中的规定。

表 6-76

钢丝公称直径, mm	弯曲圆弧半径, mm	最小反复弯曲次数	最小扭转次数
0.90	2.5	11	25
0.85		12	25
0.80		13	25
0.75		14	26
0.70	1.75	7	27
0.65		8	28
0.60		10	29
0.55		12	30
0.50	1.25	6	32

注：中间直径的钢丝最小扭转次数和最小反复弯曲次数应符合相邻较大直径钢丝的规定。

5.1.5 打结拉伸

直径小于 0.50mm 的钢丝，用打结拉伸试验代替扭转和反复弯曲试验，此时带一个结的钢丝应能承受不小于公称抗拉强度 50% 的载荷拉力。

5.1.6 锌层

5.1.6.1 锌层重量

钢丝的锌层重量为 $12 \sim 30g/m^2$ 。

5.1.6.2 制绳钢丝表面镀锌层应均匀连续、无裂纹和剥落现象。但锌层表面允许有少量闪光点及白色薄层。

5.1.7 表面质量

制绳钢丝表面应无油、无水、无污，并不得有裂纹、竹节、起刺、锈蚀和伤痕。

5.2 钢丝绳

5.2.1 捻制质量

- 5.2.1.1 钢丝绳应平直、柔顺、残余应力小。
- 5.2.1.2 钢丝绳中各股及股中各钢丝均应松紧一致，不得有叠痕、凸起、折断及压伤的钢丝。但各股及各股中各钢丝间允许有均匀的缝隙。
- 5.2.1.3 钢丝绳中钢丝的接头应尽量减少，在捻制过程中不得不连接钢丝时，钢丝可用插接连接。插接的钢丝端头应密封在绳股内部，不得露在外面。插接处的钢丝允许有局部交叉。绳股中各钢丝间接头距离不得小于 10m。
- 5.2.1.4 钢丝绳中不允许有单股接头。在每 50 盘交货的钢丝绳中允许有 1 盘钢丝绳用胶布连接成定尺长度。每个工字轮上只允许有一个接头，但用于接头钢丝绳的长度不得小于 70m。在缠绕该钢丝绳的工字轮上和包装桶外应注明标记。
- 5.2.1.5 钢丝绳中股的捻距和股中钢丝的捻距，在其全长上应均匀。钢丝绳的捻距应为绳径的 6~8 倍。绳股中钢丝的捻距不得大于股径的 13 倍。但线接触钢丝绳中股的捻距应不大于股径的 10 倍。
- 5.2.1.6 钢丝绳应制成不松散的。中心股钢丝和外层股中心钢丝应适当加大。加大量应符合表 6-77 中的规定。

表 6-77

钢丝绳直径，mm	中心股钢丝和外层股中心钢丝加大量，mm
≤0.40	0.03~0.06
>0.40	0.04~0.08

5.2.2 力学性能

钢丝绳的最小破断拉力应符合表 6-72~表 6-74 中的规定。

5.2.3 表面质量

- 5.2.3.1 钢丝绳表面必须无油、无污、无水和其他杂质。但锌层表面允许有少量闪光点及白色薄层。
- 5.2.3.2 钢丝绳中的钢丝表面不应有刮伤、压扁、硬弯和锈蚀等缺陷。

5.3 对从钢丝绳中拆出钢丝的要求

从钢丝绳试样中拆取的钢丝应进行直径、抗拉强度、扭转、反复弯曲和锌层重量试验。此时，应按公称直径和公称抗拉强度考核钢丝各项试验结果，并应符合以下规定。

5.3.1 实测直径

钢丝实测直径应符合本标准中 4.1 条的规定。

5.3.2 抗拉强度。

钢丝绳实测抗拉强度应符合表 6-78 中的规定。

表 6－78

钢丝抗拉强度，MPa	
公 称	实 测
2 160	1 960
2 060	1 870
1 960	1 770

5.3.3 扭转

钢丝应进行扭转试验，其扭转次数允许比表 6－76 降低 2 次。

5.3.4 反复弯曲

钢丝应进行反复弯曲试验，其反复弯曲次数允许比表 6－76 降低 1 次。

5.3.5 打结拉伸

直径小于 0.5mm 的钢丝，扭转和反复弯曲试验由钢丝打结拉伸试验代替。此时，带一个结的钢丝应能承受不小于公称抗拉强度 50% 载荷的拉力。

5.3.6 镀锌层重量

钢丝应进行锌层重量试验，锌层重量应符合第 5.1.6.1 条的规定。

6 试验方法

6.1 表面质量

钢丝绳的表面质量用肉眼检查。

6.2 直径测量

6.2.1 钢丝绳的直径应用精度为 0.01mm 的量具进行测量。

测量应在无张力的情况下，于钢丝绳的直线部位上进行，在相距至少 1m 的两个点，并在每个点的相互垂直的方向上各测量一个直径值。

四个测量结果的平均值作为钢丝绳的实际直径，应符合本标准中 4.2 条的规定。

6.2.2 钢丝绳椭圆度的测量方法同本标准中 6.2.1 条规定。测量结果的最大值和最小值之差应符合本标准中 4.2.3 条的规定。

6.3 力学性能和锌层重量试验

6.3.1 钢丝的拉伸、打结拉伸试验按 GB 228 的规定进行。

6.3.2 钢丝的反复弯曲试验按 GB 238 的规定进行。

6.3.3 钢丝的扭转试验按 GB 239 的规定进行。

6.3.4 钢丝的锌层重量试验按 GB 2793 的规定进行。仲裁试验时应采用重量法。

6.3.5 钢丝绳最小破断拉力按 GB 8358 的规定进行。

6.4 钢丝绳的不松散检查

将钢丝绳的任一端分别解开相互间隔的三个股,约有2个捻距长。当这3个股重新捻到钢丝绳上时,股不自行散开,即为钢丝绳不松散。

6.5 钢丝绳残余应力的检查

6.5.1 钢丝绳残余扭转的测定

去掉绳头1~2m后,在绳头大约50mm处弯成一个约90°角,紧捏住此弯头以避免在拉出6m长的样品时钢丝绳旋转。然后,将钢丝绳自由端放开。让其在没有张力的情况下自由旋转,其旋转数不得超过4r。

6.5.2 钢丝绳平直度的测定

在不施加张力的情况下,将6m长的钢丝绳(不从盘上剪断),放置在距离为75mm的两根平行直线之间的平面上,除绳端500mm外,钢丝绳应不与任何一根平行直线相碰。

7 检验规则

7.1 检查和验收

钢丝绳的检查和验收由供方技术监督部门进行。

7.2 组批规则

钢丝绳应按批验收,每批应由同一结构、同一直径的钢丝绳组成。

7.3 取样数量

7.3.1 每盘钢丝绳都应进行外观、结构、直径、捻法和捻制质量的检查。

7.3.2 将本标准中7.3.1条检查合格后的盘,每20盘或不足20盘抽取1个盘,从这个盘上截取2根试样进行下列试验。

7.3.2.1 一根试样作钢丝绳最小破断拉力试验。

7.3.2.2 另一根试样作拆股试验。从该试样中任拆一股作钢丝试验,中心股钢丝和外层股中心钢丝不作试验。取5根钢丝作锌层重量试验。

7.4 复验与判定规则

经过试验的钢丝绳,如果其中某项试验不合格时,则该盘报废。另从该批剩余盘中抽取双倍数量的盘截取试样,复验其中不合格项目。若复验仍不合格,该批判为不合格产品。但允许逐盘检验,合格者予以交货。

8 包装、标志、质量保证期、运输、贮存、质量证明书

8.1 包装

8.1.1 缠绕钢丝绳用工字轮的型号应在合同中注明。各种型号的工字轮尺寸见附录A。

8.1.2 卷绳前,轮芯和内侧应衬一层中性防潮纸或塑料薄膜。卷绳时,钢丝绳应均匀平整地缠绕在工字轮上。卷绳后,应将绳头用胶布相扣固定好,然后在外层钢丝绳上包上一层中性防潮纸和塑料薄膜,并用胶布紧贴封闭。

包装好的工字轮应穿入铁管吊杆装入放有塑料袋的铁桶内，塑料袋内放入干燥剂。密封好塑料袋后，将铁桶封闭严实。

8.2 标志

8.2.1 铁桶外部的颜色作为区分钢丝绳捻向的标志。黄色为右交互捻（ZS）；桔红色为左交互捻（SZ）。

8.2.2 在每个工字轮上应注明生产日期、钢丝绳结构、捻向、长度和操作工号。在铁桶表面应注明制造厂、生产日期、产品名称、捻向、规格、长度、净重和毛重，并有明显的防雨、防潮、防撞击标记。

8.3 质量保证期

用铁桶包装好的钢丝绳，从出厂日期算起，在没有打开铁桶的情况下，钢丝绳的质量保证期为 1 年。

8.4 贮存

钢丝绳应贮存在干燥通风的室内。

8.5 运输

在运输过程中应防止铁桶撞击损坏，各种运输工具装运的铁桶上都必须盖上防雨油布，扎紧运输。

8.6 质量证明书

每批钢丝绳应附有质量证明书。其格式和内容应符合 GB 2104 中的要求。

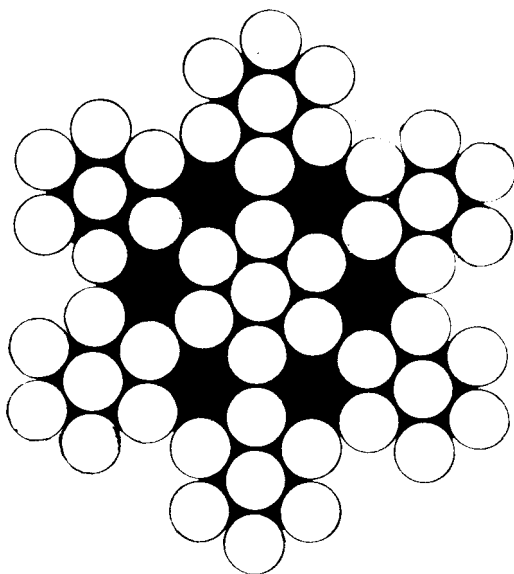


图 6-10 6×7+IWS 钢丝绳

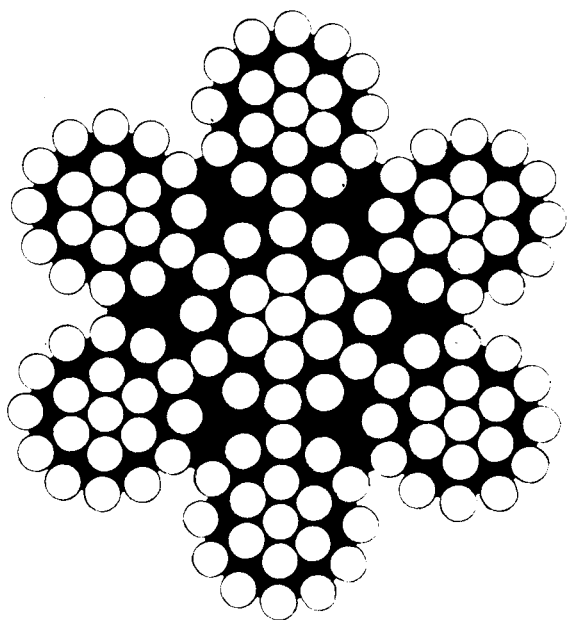


图 6-11 6×19+IWS 钢丝绳

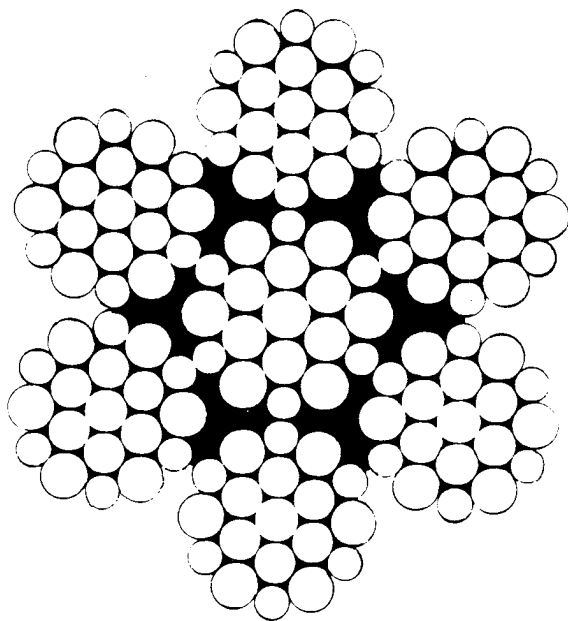


图 6-12 6×19+IWS 钢丝绳

附 录 A
缠绕输送带钢丝绳用工字轮
(补充件)

A1 缠绕钢丝绳用工字轮示意图 (见图 A1)。

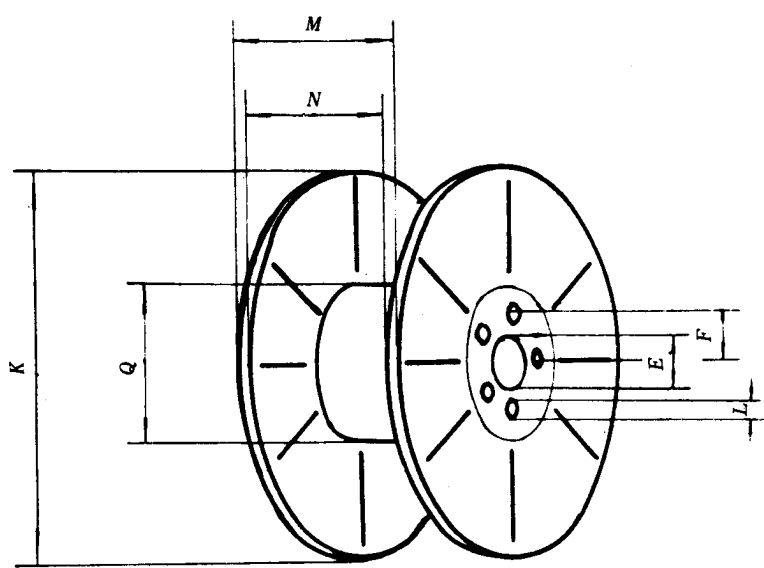


图 A1

A2 缠绕输送带钢丝绳用工字轮型号及各部分尺寸 (见表 A2)。

表 A2

代 号	各 部 分 名 称	工字轮型号, mm			
		A	B	C	D
K	工字轮外径	550	550	590	760
Q	工字轮内径	230	270	270	430
M	工字轮外宽	390	390	400	400
N	工字轮内宽	350	370	350	350
E	工字轮轮芯孔径	5.5	5.0	5.0	5.0
F	定位孔和芯孔经的中心距	110	130	130	130
L	定位孔直径 (mm) × 个数	5 × 18	6 × 18	6 × 18	6 × 18
空工字轮参考重量 (kg)		10	11	—	—

注：型号 C 和 D 工字轮，因没有合适的铁桶包装，尚未批量使用。

四、胶管用钢丝绳

Steel wire ropes for rubber hose

GB/T 12756—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了胶管用钢丝绳的分类、代号、尺寸外形、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、质量证明书、质量保证期和运输。

本标准适用于胶管骨架增强材料用镀锌钢丝绳（以下简称钢丝绳）。

2 引用标准

GB 228 金属拉伸试验方法

GB 238 金属线材反复弯曲试验方法

GB 239 金属线材扭转试验方法

GB 699 优质碳素结构钢技术条件

GB 2104 钢丝绳包装、标志及质量证明书的一般规定

GB 2973 镀锌钢丝锌层重量试验方法

GB 8358 钢丝绳破断拉伸试验方法

GB 8707 钢丝绳标记代号

3 分类、代号

3.1 钢丝绳按结构分为： 1×7 和 1×19 二类，见图 6-13、图 6-14。

3.2 钢丝绳的捻制方向为同向捻。交货时左同向捻和右同向捻各半。但也可按需方要求交货。

3.3 钢丝绳的标记代号按 GB 8707 的规定。

4 尺寸、外形和重量

4.1 制绳用钢丝

4.1.1 钢丝公称直径按表 6-79 中的规定。

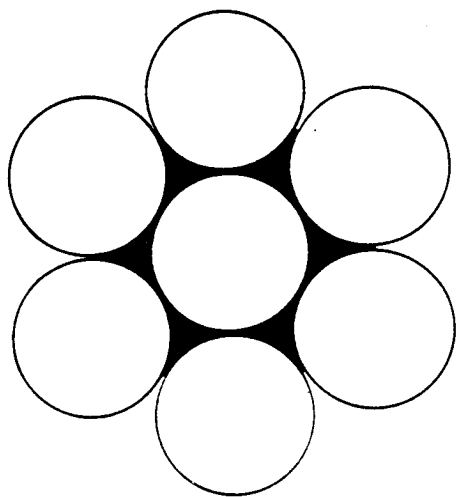


图 6-13 1×7 钢丝绳

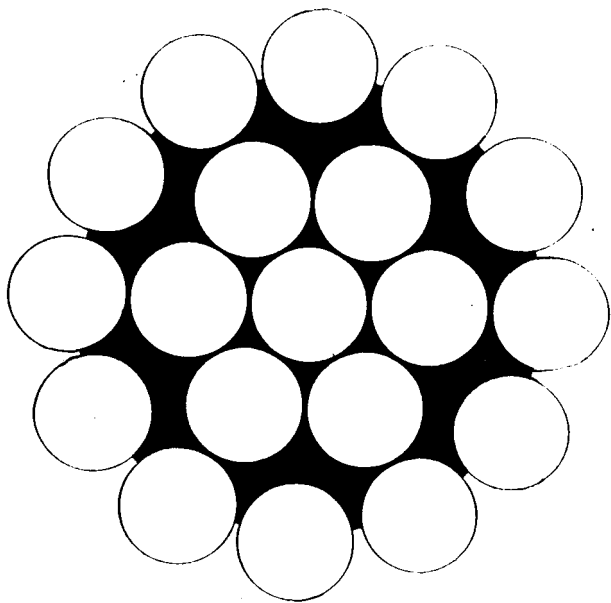


图 6-14 1×19 钢丝绳

表 6-79

钢丝绳直径，mm	每根钢丝绳的最短长度，m
2.1	1 500
3.5、4.0	800

4.1.2 钢丝直径的允许偏差应为 $^{+0.02}_{-0.01}$ mm，椭圆度不得超过直径公差之半。

4.2 钢丝绳

4.2.1 钢丝绳的公称直径及允许偏差应符合表 6－80 中的规定。

表 6－80

结构	钢丝绳		钢丝公称直径 mm	钢丝总横断面积（参考） mm ²	钢丝绳最小破断拉力 kN	钢丝绳百米参考重量 kg/100m
	公称直径 mm	允许偏差 mm				
1×7	2.1	+0.20 0	0.7	2.79	4.67	2.27
1×19	3.5	+0.20 －0.05	0.7	7.41	12.40	6.02
	4.0	+0.20 －0.05	0.8	9.66	16.17	7.85

4.2.2 钢丝绳的最短长度应符合表 6－79 中的要求。

4.2.3 钢丝绳近似重量见表 6－80。

4.2.4 标记示例：

结构为：1×19，公称直径 3.5mm 的右同向捻钢绳的标记为：3.5Z1×19ZZ

5 技术要求

5.1 制绳用钢丝

5.1.1 牌号

制绳钢丝用钢应符合 GB 699 标准中的规定，牌号由供方选择。但其硫、磷含量应各不得大于 0.030%。

5.1.2 抗拉强度

根据需方要求，可供应其他结构和绳径的钢丝绳。

钢丝的抗拉强度按表 6－81 规定。

表 6－81

钢丝直径 mm	抗拉强度 MPa	弯曲圆弧半径 mm	最小反复弯曲次数	最小扭转次数
0.7	1 860	1.75	8	28
0.8	1 860	2.5	13	28

5.1.3 扭转

钢丝应做扭转试验，其扭转次数应符合表 6－81 中的规定。

5.1.4 反复弯曲

钢丝应做反复弯曲试验，其反复弯曲次数应符合表 6－81 中的规定。

5.1.5 锌层

5.1.5.1 锌层重量

钢丝的锌层重量应不小于 $10\text{g}/\text{m}^2$ 。

5.1.5.2 钢丝表面镀锌层应均匀连续、无裂纹和剥落现象。但锌层表面允许有少量闪光点及白色薄层。

5.1.6 表面质量

钢丝表面应无油、无水、无污，并不得有裂纹、竹节、起刺、锈蚀和伤痕。

5.2 钢丝绳

5.2.1 捻制质量

5.2.1.1 钢丝绳应平直、柔软、残余应力小。

5.2.1.2 钢丝绳的每根钢丝均应松紧一致。不得有折断、压扁、刮伤和硬弯的铜丝。

5.2.1.3 钢丝绳中钢丝的接头应尽量减少，在捻制过程中不得不连接时，钢丝可用插接连接。插接的钢丝端头应密封在绳股内部，不得露在外面。接头处的钢丝允许有局部交叉。钢丝接头间的距离不得小于 $10m$ 。

5.2.1.4 钢丝绳的捻距，在其全长上应均匀，并不得大于绳径的 13 倍，下捻捻距应不大于上捻捻距的 60%。

5.2.1.5 钢丝绳应制成不松散的。中心钢丝应适当加粗，直径加大量应为 $0.05 \sim 0.10\text{mm}$ 。

5.2.2 力学性能

钢丝绳的最小破断拉力应符合表 6-80 中的规定。

5.2.3 表面质量

钢丝绳表面必须无油、无污、无水和无锈蚀。但锌层表面允许有少量闪光点及白色薄层。

5.3 对从钢丝绳中拆出钢丝的要求

从钢丝绳试样中拆取的钢丝应进行直径、抗拉强度、扭转、反复弯曲和锌层重量检验。此时，应按公称直径和公称抗拉强度考核钢丝各项试验结果，并应符合以下规定。

5.3.1 实测直径

钢丝实测直径应符合本标准中 4.1 条的规定。

5.3.2 抗拉强度

钢丝的实测抗拉强度应不小于 $1\ 670\text{MPa}$ 。

5.3.3 扭转

钢丝应进行扭转试验，扭转次数允许比表 6-81 中规定的低 2 次。

5.3.4 反复弯曲。

钢丝应进行反复弯曲试验，反复弯曲次数允许比表 6-81 中规定的低 1 次。

5.3.5 锌层重量

钢丝应进行锌层重量试验，锌层重量应符合本标准中 5.1.5.1 条的要求。

6 试验方法

6.1 表面质量

钢丝绳表面质量用肉眼检查。

6.2 直径测量

钢丝绳直径应用精度为 0.01mm 的量具测量。

测量应在无张力情况下，于钢丝绳直线部位上进行。在距绳端 2m 外的相距至少 1m 的两点，并在每个点的相互垂直方向上各测量一个直径值。

四次测量的平均值作为钢丝绳的实际直径，并应符合表 6-80 中的规定。

6.3 力学性能和锌层重量试验

6.3.1 钢丝的拉伸试验按 GB 228 的规定进行。

6.3.2 钢丝的反复弯曲试验按 GB 238 的规定进行。

6.3.3 钢丝的扭转试验按 GB 239 的规定进行。

6.3.4 镀锌钢丝的锌层重量试验按 GB 2973 的规定进行。仲裁试验时应采用重量法。

6.3.5 钢丝绳的最小破断拉力试验按 GB 8358 的规定进行。

6.4 钢丝绳的不松散检查

在钢丝绳任意处截断后，钢丝不自行散开，即为钢丝绳不松散。

6.5 钢丝绳残余应力的检查

从钢丝绳端部截去 2m 长度的钢丝绳后，抽出 2.5m 长的钢丝绳弯成圈，悬空不绞成“∞”字形，即为钢丝绳无应力。

7 检验规则

7.1 检查和验收

钢丝绳的检查和验收应由供方技术监督部门进行。

7.2 组批规则

钢丝绳应按批验收。每批应由同一结构、同一直径的钢丝绳组成。

7.3 取样数量

7.3.1 每条钢丝绳均应进行外观、直径、结构、捻向和捻制质量的检查。

7.3.2 将按本标准中的 7.3.1 条检查合格后的盘，每 20 盘或不足 20 盘抽取 1 个盘，从这个盘上截取 2 根试样进行下列试验。

7.3.2.1 一根试样按本标准中的 6.5 条方法检查残余应力之后，作钢丝绳最小破断拉力试验。

7.3.2.2 另一根试样按本标准中的 6.4 条方法检查钢丝绳不松散之后，作拆股试验。

取 3 根钢丝作锌层重量试验, 其余作力学性能试验 (中心钢丝不作试验)。

7.4 复验与判定规则

经过试验后的钢丝绳, 如果其中某项试验不合格时, 则该盘报废。另从该批剩余盘中抽取双倍数量的盘截取试样, 复验其中不合格项目。若复验仍不合格, 该批判为不合格品。但允许逐盘检验, 合格者予以交货。

8 包装、标志、质量保证期、运输、贮存和质量证明书

8.1 包装

8.1.1 钢丝绳采用工字轮包装, 每一个工字轮上允许缠绕的钢丝绳不超过两条。但应注明钢丝绳的长度和作好接头标记。

8.1.2 卷绳前、轮芯和内侧应衬一层中性防潮纸或塑料薄膜。卷绳时, 钢丝绳应均匀平整地缠绕在工字轮上。卷绳后, 应将绳头用胶布相扣固定好, 然后在外层钢丝绳上包上一层中性防潮纸和塑料薄膜, 并用胶布紧贴封闭。

包装好的工字轮应穿入铁管吊杆, 装入放有塑料袋的铁桶内, 塑料袋内放入干燥剂, 密封好塑料袋后, 将铁桶封闭严实。

8.2 标志

8.2.1 铁桶外部涂上果绿色。果绿色上的黑体字表示右同向捻 (ZZ); 白体字表示左同向捻 (SS)。

8.2.2 在每个工字轮上应注明生产日期、钢丝绳结构、捻向、长度和操作工号。在铁桶表面应注明制造厂名称、生产日期、产品名称、捻向、规格、长度、净重和毛重。并有明显的防雨、防潮和防撞击标记。

8.3 质量保证期

从出厂日期算起, 在没有打开包装铁桶的情况下, 钢丝绳的质量保证期为 1 年。

8.4 运输

在运输过程中应防止铁桶撞击损坏, 各种运输工具装运的铁桶上都必须盖上防雨油布, 扎紧运输。

8.5 贮存

钢丝绳应贮存在干燥通风的室内。

8.6 质量证明书

钢丝绳的质量证明书应符合 GB 2104 的规定。

五、胎圈用钢丝

Bead wire

GB 14450—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了轮胎胎圈用钢丝的尺寸、外形、重量、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志及质量证明书。

本标准适用于制造汽车、拖拉机、飞机及其他运载车辆的轮胎胎圈中钢丝束所用的碳素圆钢丝。

2 引用标准

- GB 228 金属拉伸试验法
- GB 238 金属线材反复弯曲试验方法
- GB 239 金属线材扭转试验方法
- GB 2103 钢丝验收、包装、标志及质量证明书的一般规定
- GB 4354 优质碳素钢盘条

3 分类及代号

3.1 钢丝按工艺状态分二类：

- 回火胎圈钢丝（以下简称“回火钢丝”） HT
- 冷拉胎圈钢丝（以下简称“冷拉钢丝”） LT¹⁾

注：1) 冷拉钢丝为保留产品，不推荐使用。

3.2 交货钢丝的工艺状态应在订货合同中注明。

4 尺寸、外形、重量

4.1 尺寸

4.1.1 钢丝的直径及允许偏差应符合表 6－82 的规定。

表 6－82 mm

公 称 直 径	允 许 偏 差
0.96 1.00	± 0.02

注：其他规格的钢丝参见附录 A。

4.1.2 钢丝的不圆度不得大于直径公差之半。

4.2 外形

4.2.1 钢丝线盘应缠绕整齐，不应散乱或交叉，当将钢丝线盘打开时，钢丝不得成“∞”形。

4.2.2 非工字轮收线钢丝盘应由一根钢丝组成，线盘内径为 400 ~ 600mm。

4.2.3 工字轮收线钢丝盘中允许有电接头存在。但每盘钢丝中的接头不得超过二个，接头处的强度不得低于最小抗拉强度的 50%（供方保证指标，不作试验），焊接点要对正磨光。

4.3 重量

工字轮收线钢丝盘每盘重量为 300 ~ 500kg；非工字轮收线钢丝盘每盘重量为 40 ~ 120kg。

4.4 标记示例

a. $\phi 1.00\text{mm}$ 回火钢丝标记为：

HT - 1.00 - GB 14450—93

b. $\phi 1.00\text{mm}$ 冷拉钢丝标记为：

LT - 1.00 - GB 14450—93

5 技术要求

5.1 牌号及化学成分

钢丝用 GB 4354 中规定的 65 或 70 钢，或化学成分相当的其他牌号钢制造。

5.2 力学性能和工艺性能

5.2.1 回火钢丝。

5.2.1.1 力学性能应符合表 6 - 83 的规定。

表 6 - 83

钢丝直径，mm	抗拉强度，MPa	伸长率，% $L_0 = 100\text{mm}$	单向扭转次/360° $L = 100d$
0.96 1.00	$\geq 1\ 770$	≥ 3	≥ 25

5.2.1.2 工艺性能

平直性：3m 长的钢丝应在两条相距 600mm 的平行线以内保持平整。

5.2.2 冷拉钢丝

5.2.2.1 力学性能应符合表 6 - 84 的规定。

表 6－84

钢丝直径，mm	抗拉强度，MPa	单向扭转次/360°	反复弯曲次/180°
1.00	≥1 770	≥27	≥12

5.2.2.2 工艺性能

平整度：1.7m 长的钢丝放置于光滑的平面上，所形成的圈径应不小于 400mm，钢丝上任意一点翘离平面的距离不得大于 50mm。

5.3 镀层

5.3.1 钢丝表面应镀有铜层。

5.3.2 镀层材料为紫铜、青铜、黄铜。

5.3.3 铜层附着量应符合表 6－85 的规定。

表 6－85

钢丝名称	直径，mm	铜层附着量，g/kg
回火钢丝	0.96	0.30～1.35
	1.00	
冷拉钢丝	1.00	0.60～2.00

5.4 钢丝与橡胶粘合力

根据需方要求，经供需双方协议（并在订货合同中注明），可进行粘合力试验。 ϕ 1.00mm 钢丝的粘合力指标不小于 685N，其他尺寸钢丝的粘合力指标由供需双方协议确定。

5.5 表面质量

5.5.1 钢丝表面镀层应均匀一致，不得有目测可见没有镀层之处。不得有锈蚀和油污。

5.5.2 冷拉钢丝表面允许有拉拔时润滑而形成的薄膜存在，允许有轻微划痕。

6 试验方法

钢丝的试验方法及取样要求应符合表 6－86 的规定。

表 6－86

序号	检试验项目	取样要求	取样数量	检试验方法
1	尺寸	任意一点	逐盘	用分度值为 0.01mm 的千分尺测量
2	表面质量	整体观查	逐盘	目测
3	拉伸试验	工字轮收线钢丝盘一端取样，非工字轮收线钢丝盘二端取样	逐盘	GB 228
4	扭转试验	工字轮收线钢丝盘一端取样，非工字轮收线钢丝盘二端取样	逐盘	GB 239

续表

序号	检试验项目	取样要求	取样数量	检试验方法
5	弯曲试验	(冷拉钢丝)工字轮收线钢丝盘一端取样,非工字轮收线钢丝盘二端取样	逐盘	GB 238
6	平直性	回火钢丝线盘一端取样	逐盘	
7	平整度	冷拉钢丝线盘一端取样	逐盘	在钢丝盘上取 1.7m 长的钢丝,在光滑的平面上自然放开,用钢板尺测其圈径和翘离平面最高点的垂直高度
8	铜层附着量	钢丝线盘一端取样	每批二盘	以电解法、称重法或其他可行的方法测定
9	粘合力	试验方法及要求按附录 B 的规定		

7 检验规则

- 7.1 钢丝的检查和验收按 GB 2103 规定执行。
- 7.2 组批规则：每批应由同一牌号、同一工艺状态、同一尺寸的钢丝组成。
- 7.3 检验、复验与判定规则
- 7.3.1 钢丝应逐盘提交验收（铜层附着量试验除外）。试验结果如有试样不合格，允许进行不合格项目的复验，合格者交货。
- 7.3.2 钢丝应逐批进行铜层附着量试验抽验。试验结果如有一个试样不合格，允许在该批钢丝中取双倍试样进行复验。如复验结果仍有一个试样不合格，则该批钢丝应逐盘试验，合格者交货。

8 包装、标志和质量证明书

8.1 包装

钢丝应成盘或绕工字轮交货。包装方法应符合 GB 2103 中第Ⅱ、Ⅴ类规定或根据供需双方协议，采用其他的包装方法。

8.2 标志和质量证明书

钢丝的标志和质量证明书应符合 GB 2103 中的规定。

附 录 A
钢丝的尺寸和特性指标
(参考件)

- A1 本附录所列的钢丝尺寸及特性指标均为推荐性的尺寸系列和特性指标。
- A2 供需双方在签订供货合同时，可参照此附录订立相应的技术条件和交货条件。
- A3 钢丝的尺寸和特性指标见表 A1。

表 A1

钢丝直径，mm	允许偏差，mm	破断拉力，N	单向扭转 ¹⁾ 次/360°	破断总伸长，% <i>L</i> = 200mm
		不小于		
0.80	± 0.02	1 000	50	5
0.89		1 200	50	
1.30		2 400	25	
1.42		2 880	22	
1.55		3 340	22	
1.65		3 680	20	
1.82		3 970	20	

注：1) 扭转试验标距 (*L*)：当钢丝直径小于或等于 0.89 时，*L* = 200*d*；当钢丝直径大于或等于 1.30 时，*L* = 100*d*。此规定仅适用于表 A1。

附 录 B

胎圈用钢丝粘合力试验方法

(参考件)

B1 本试验方法是测定胎圈钢丝从橡胶中抽出时钢丝与橡胶的粘合力

B2 鉴定配方和混炼工艺条件

B2.1 鉴定配方（配比）

2 号烟片胶（两段塑炼）	100.0
1 级氧化锌	25.0
硫黄	6.0
松焦油	5.0
促进剂 DM	1.0
半补强炭黑	60.0
轻体碳酸钙	150.0
三氧化二铁	10.0
合计	357.0

B2.2 混炼工艺条件

用 6in 炼胶机，辊温 45 ± 5℃，生胶 400g，加药顺序和时间如下：

生胶 $\xrightarrow{2\text{min}}$ DM $\xrightarrow{1\text{min}}$ 氧化锌 $\xrightarrow{2\text{min}}$ 碳酸钙 $\xrightarrow{10\text{min}}$ 松焦油 $\xrightarrow{3\text{min}}$ 1/2 炭黑 $\xrightarrow{2\text{min}}$ 三氧化二铁 $\xrightarrow{1\text{min}}$ 1/2
炭黑 $\xrightarrow{2\text{min}}$ 硫黄 $\xrightarrow{3\text{min}}$ 薄通五次 $\xrightarrow{4\text{min}}$ 下片
合计 30min

- B2.3 胶料停放时间 2h 以上。
- B3 试验用拉力机、试样形状及夹具
- B3.1 试验用 0~2 500N 拉力试验机。
- B3.2 试样的形状、尺寸和夹具如图 B1 所示。

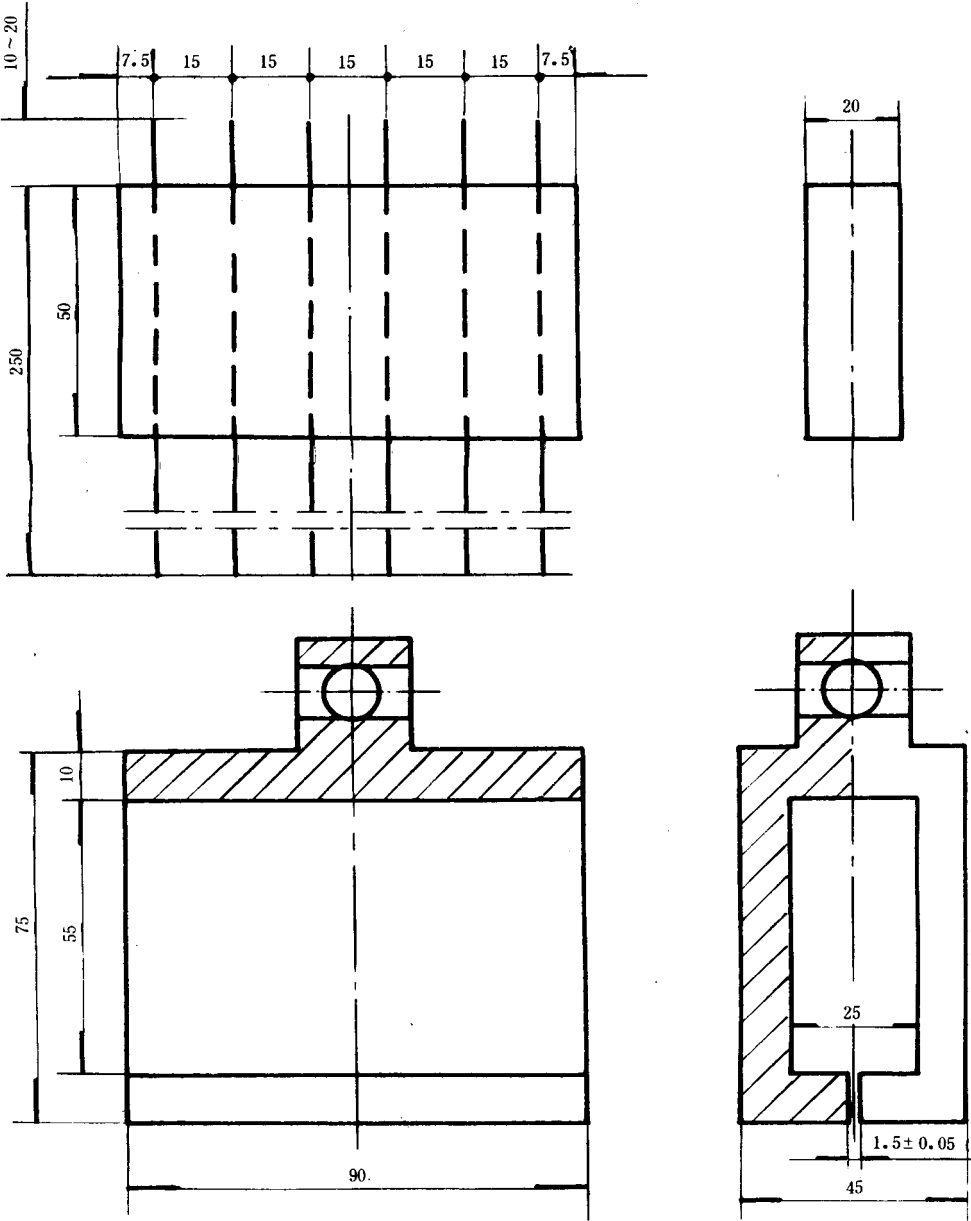


图 B1

B4 试样制作

B4.1 取样

每批钢丝取样不少于 3 盘

B4.2 冷拉钢丝酸处理¹⁾

用 6~8% 的稀盐酸对钢丝表面进行处理 3~5s，用水冲洗后擦干。试样要求 4h 内用完。

注：1) 酸处理为暂定措施，回火钢丝不作酸处理。

B4.3 将清洁的胶片和钢丝按试样尺寸 90mm×50mm×20mm 装于模具内（勿用手摸，戴手套操作）。

B4.4 硫化条件为：

硫化温度 142℃，硫化时间 40min 或 60min。

B4.5 平板压力为 196N/cm² 以上。试样停放 4h 以后进行粘合力抽出试验。

B5 试验条件和步骤

B5.1 试验条件

B5.1.1 室温 18~26℃。

B5.1.2 拉力机下夹持器下降速度为 200±10mm/min。

B5.2 试验步骤

B5.2.1 调拉力机指针为零。

B5.2.2 剪掉试样底面钢丝和上面钢丝附胶。

B5.2.3 试样放在上夹具内，下夹持器夹紧钢丝。开动机器使下夹持器下降，直到钢丝抽出为止。记录最大负荷。

B6 试验结果

B6.1 每个试作抽出 6 根钢丝，以它们的算术平均值表示试验结果。

B6.2 两个硫化点的试验结果中有一个达到指标，则该项指标即为合格。如不合格则重取样品复试。复试结果合格则该批钢丝粘合力指标为合格。

B7 鉴定配方胶料物理机械性能

鉴定配方胶料物理机械性能见表 B1（供参考）。

表 B1

硫化条件，137℃	30min
扯断强度，MPa	≥6
伸长率，%	≥300
硬度，邵氏 A	80±5

第七章 橡胶用增塑剂

第一节 增塑剂灰分和水分的测定

一、增塑剂灰分的测定

Determination of ash of plasticizers

UDC 66.063.72:543.06

GB 1658—82

代替 GB 1658—79

本标准适用于增塑剂灰分的测定。

增塑剂经蒸发及灼烧后，其矿物成分形成的氧化物及盐类的残留物称为增塑剂的灰分，以百分数表示。

1 仪器

带盖的石英坩埚或瓷坩埚，容量 30 毫升；

干燥器，内盛变色硅胶；

石棉板；

坩埚钳；

电炉；

高温炉或坩埚炉，附温度调节装置。

2 试剂

盐酸（GB 622—77）；

硝酸铵（GB 659—77）：化学纯（经检验无灰分）。

3 准备工作

用盐酸溶液（1:4）洗涤坩埚，并用蒸馏水洗净，然后放在高温炉或坩埚炉内，按

测定试样的温度和时间条件预先加热处理，经冷却，称重（称准至 0.0002 克）。

4 测定步骤

称取试样 10 克（称准至 0.01 克）于加热处理并称重后的坩锅中，置电炉上慢慢加热（防止起火），蒸发近干。

然后，将坩锅移入 $600 \pm 30^\circ\text{C}$ 高温炉或甘锅炉内，灼烧 1 ~ 1.5 小时至残留物灰化（难灰化的增塑剂可在残留物中加入 1 ~ 2 克硝酸铵，其灼烧温度和时间，必要时可由产品标准另行规定）。

残留物灰化后，将坩锅取出，稍冷约 2 分钟，移至干燥器内，冷却至室温（约 30 分钟），称重（称准到 0.0002 克）。再置于炉内重复灼烧半小时，冷却，称重。如此手续直至连续两次称重的重量变化不超过 0.0005 克。

5 计算

灰分百分含量（ X ）按下式计算：

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100$$

式中： G_1 ——灼烧后灰分与坩锅的重量，克；

G_2 ——坩锅重量，克；

G ——试样重量，克。

二、增塑剂水分的测定（比浊法）

Determination of water content of plasticizers
by turbidimetry

UDC66.063.72:543.71:543.436

GB1659——82

代替 GB1659—79

本标准适用于采用增塑剂与溶剂相混，含水分时产生混浊，用比浊法测定其水分。

1 仪器与试剂

1.1 比色量筒：容积 100 毫升（或 20 毫升），带塞刻度，分度为 1 毫升。

1.2 汽油：直馏汽油在 80°C 以上的馏分，或溶剂汽油在 $80 \sim 120^\circ\text{C}$ 的馏分。

1.3 苯（GB 690—77）：将苯以水饱和。其方法为：注苯于锥形瓶中，加过量水，装上

回流冷凝器，在沸水浴上回流 30 分钟，取出冷却、静置一昼夜，取上层备用。

2 测定步骤

方法一：称取 1 克试样（准确至 0.01 克）于 20 毫升带塞比色量筒中，在 15 ~ 20℃ 下，将 20 毫升水饱和的苯，分别以四次均匀加入，每次加入后剧烈摇动，然后观察其混浊程度，与同体积同温度所用水饱和的苯比浊。

方法二：取试样 5 毫升，置于 100 毫升带塞比色量筒中，在 20℃ 下，每次加入 5 毫升汽油，剧烈摇动，直至全部体积有 100 毫升。每次观察其混浊程度，与同体积的汽油比浊。

注：①根据增塑剂的种类可选取上述其中一种方法测定之。

②仲裁分析可用卡尔·弗休法。

第二节 增塑剂运动粘度的测定（品氏法）

Measuring method for kinematic viscosity of plasticizers (Pinkevitch Method)

UDC 66.063.72:543.06:532.133

GB 1660—82

代替 GB 1660—79

本标准适用于运动粘度在 1 ~ 15000 厘沱的液体增塑剂运动粘度的测定。当粘度大于 15000 厘沱时，应选用直径为 5.0 毫米或 6.0 毫米的品氏粘度计测定。

在相同温度下，液体的动力粘度与它的密度之比，称运动粘度。

1 仪器

1.1 品氏毛细管粘度计一组，每支具有 3 处扩张部分（见图 7-1）。符合 GB 265—75《石油产品运动粘度测定法》的规定。各支的毛细管内径分别为 0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0、5.0 和 6.0 毫米，每支粘度计必须有粘度计常数。

测定试样的运动粘度时，应根据试验的温度选用适当的粘度计，务使试样的流动时间能在 300 ± 180 秒范围内，选用内径适当的毛细管粘度计。

1.2 带有透明壁或装有观察孔的恒温器，高度不小于 180 毫米，容积不小于 2 升，并用附设着自动搅拌装置和一种能够准确地调节温度的电热装置（最好同时采用温度调节

2 试剂

橡胶溶剂油（符合 GB 1922—80）或用石油醚、乙醚、乙醇，均为化学纯试剂。

3 准备工作

3.1 测定增塑剂的粘度之前，必须将粘度剂用橡胶溶剂油、轻汽油、石油醚或乙醚洗涤，如果粘度计有污垢，就用铬酸洗液、蒸馏水或乙醇等仔细地洗涤，然后放入烘箱中烘干或用通过棉花滤过的热空气吹干。

3.2 使用品氏粘度计测定运动粘度时，在内径符合要求的清洁干燥毛细管粘度计内装入增塑剂。装入之前将橡皮管套在支管 6 上，并用手指堵住管身 B 的管口，同时倒置粘度计。然后将管身 4 插入装有试样的容器中，这时利用橡皮球、水流泵或其它真空泵将液体吸到标线 b，同时注意不要使管身 4、扩张部分 2 和 3 中的液体发生气泡或裂隙，当液面达到标线 b 时，就从容器提起粘度计并迅速恢复正常状态。同时将管身 4 的管端外壁所沾着的多余试样擦去，并从支管 6 取下橡皮管套在管身 4 上。

3.3 将装有试样的粘度计浸入事先准备妥当的恒温器中，并用夹子将粘度计固定在支架上，在固定位置时品氏毛细管粘度计必须把扩张部分 3 浸入一半。温度计要用另一支挟子来固定，务使水银球的位置接近毛细管 1 中央点的水平面，最好使温度计上要测温的刻度位于恒温器的液面上 20 毫米。

使用全浸式的温度计时，如果它的测温刻度露出在恒温器的液体上面，就依照下式计算水银柱露出部分的修正数 Δt ，才能准确地量出液体的温度。

$$\Delta t = kh (t_2 - t_1) \dots\dots\dots (1)$$

式中： k ——常数，水银温度计采用 $k = 0.00016$ ；

h ——在液面上露出的水银柱高度（用温度计的度数表示）；

t_1 ——测定粘度时的规定温度，℃；

t_2 ——接近水银柱露出部分的空气温度，℃（用另一支温度计量出）。

试验时取 t_1 与 Δt 的代数和，作为温度读数。

4 试验步骤

4.1 将粘度计调整成为垂直状态，要利用铅垂线从两个相互垂直的方向去检查毛细管的垂直情况。

将恒温器调整达到规定的温度，将装好试样的粘度计浸在恒温液体内，经过如表 7-2 规定的时间。

表 7-2

试 验 温 度，℃	预 热 时 间，分 钟
100	20

续表

试 验 温 度, °C	预 热 时 间, 分 钟
50	15
20	10

4.2 使用品氏毛细管粘度计测定运动粘度时, 利用管身 4 所套着的橡皮管将试样吸入扩张部分 2, 使液面稍高于标线 a , 并且注意不要让毛细管和扩张部分 2 中的液体产生气泡或裂隙。

4.3 此时观察试样在管身 A 中的流动情况。液面正好达到标线 a 时开动秒表, 液面正好流动到标线 b 时, 停住秒表。

试样的液面在扩张部分 2 (或扩张部分 3) 中流动时, 注意恒温器中正在搅拌的液体要保持恒定温度, 而且扩张部分中不应出现气泡。

4.4 用秒表记下流动时间, 应重复测定至少四次, 其中各次流动时间与算术平均值的差数应符合如下要求, 在 -30°C 以上测定粘度时, 差数不应超过算术平均值的 0.5%。然后取不少于 3 次的流动时间所得的算术平均值, 作为增塑剂的平均流动时间。

5 计算

在温度 t 时试样的运动粘度 v_t (厘沲) 按下式计算:

$$v_t = c\tau_t \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——粘度计常数, 厘沲/秒;

τ_t ——试样的平均流动时间, 秒。

6 精密度

测定试样的运动粘度时应在每一试验温度进行两次测定, 两次测定中, 测定结果与算术平均值的差不得超过 ± 1.0 厘沲。以测定结果的平均值作为试样的运动粘度。

第三节 增塑剂运动粘度的测定（恩氏法）

Measuring method for kinematic viscosity of plasticizers (Engler Method)

UDC 66.063.72:543.06:532.133

GB 1661—82

代替 GB 1661—79

本标准适用于运动粘度在 10000 厘沱以下的液体增塑剂运动粘度的测定。

恩氏粘度是试样在某温度，从恩氏粘度计流出 200 毫升所需的时间与蒸馏水在 20℃ 流出相同体积所需的时间（秒）（即粘度计的水值）之比。

1 仪器

恩氏粘度计（见图 7-2）：全套符合 GB 266—77《石油产品恩氏粘度测定法》。

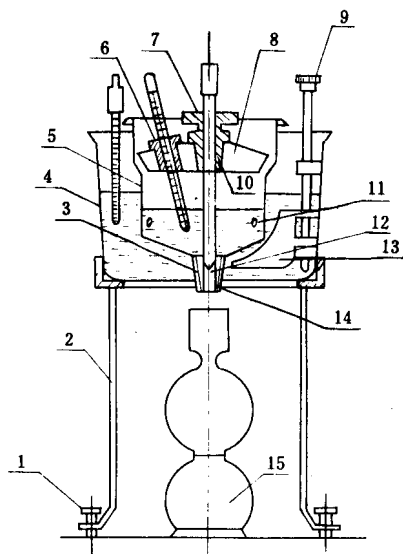


图 7-2 恩氏粘度计

- 1—调整螺钉；2—铁三角架；3—铂制小管；4—外容器；5—内容器；
6—插温度计孔；7—木塞孔；8—黄铜盖；9—搅拌手柄；10—木塞；11—小尖钉；
12—流出孔；13—搅拌器；14—黄铜小管；15—接受瓶，20℃时为 200 毫升

恩氏粘度计用的温度计：符合 GB 514—75《石油产品试验用液体温度计技术条件》。

恩氏粘度计用的接受瓶：符合 GB 266—77。

电加热装置。

吸量管：容积 5 毫升。

秒表：分度为 0.2 秒，经过校正。

2 试剂

石油醚、乙醚或乙醇，均为化学纯试剂。

3 试验方法

3.1 用石油醚、乙醚、乙醇和蒸馏水将粘度计内容器洗涤并用空气吹干，用铬酸洗液、水和蒸馏水将接受瓶洗涤，将新蒸馏的蒸馏水（20℃）装入内容器与外容器。将接受瓶再置于流出管下。

3.2 水值的测定：将内容器水面调至三个尖钉的尖端刚露出水面为止，将外容器的水调至扩大部分为止。

很好搅拌内容器和外容器中的水，首先将插有温度计的盖围绕木塞旋转，然后用安在外容器上的叶轮式搅拌器搅拌，确保两容器中的水温度等于 20℃（在 5 分钟内的温度差数不超过 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ ）。当内容器调整为水平线（三个尖钉端刚好在水面露出）时迅速略提木塞（自动保持稍微提起的状态），同时开动秒表，此时观察水从内容器流出的情况，到凹液面下边缘达到接受瓶的 200 毫升刻线时立即停止秒表。

连续测定四次，其每次测定结果与平均值之差不得大于 1 秒，取其算术平均值。

标准粘度计的水值为 51 ± 1 秒。恩氏粘度计的水值每四个月至少检查一次。

3.3 将恒温的试样注入内容器（注意不要产生气泡），注入的液面，必须稍离于尖顶尖端。以测水值法测定试样流速。

注：在全部试验中，液体的流动应为连续线状。

4 计算

在温度 t 时试样的恩氏粘度 E_t （以条件度为单位），按下式计算：

$$E_t = \frac{\tau_t}{k_{20}}$$

式中： τ_t ——在试验温度 t 时 200 毫升试样从粘度计中流出的时间，秒；

k_{20} ——粘度计水值，秒。

5 精密度

两次平行测定时间的差数不应超过下列数值：

流出时间，秒

允许误差，秒

250 以下

1

251 ~ 500	3
501 ~ 1000	5
大于 1000	10

取平行测定两个结果的算术平均值，作为试样的恩氏粘度。

注：恩氏粘度结果应换算为运动粘度，以厘沱表示（见附录 A）。

附 录 A
(补充件)

运动粘度（厘沱）与恩氏粘度（条件度）换算表

厘 沱	条件度	厘 沱	条件度	厘 沱	条件度	厘 沱	条件度	厘 沱	条件度	厘 沱	条件度
1.00	1.00	4.50	1.34	8.00	1.67	12.0	2.05	19.0	2.83	26.0	3.68
1.10	1.01	4.60	1.35	8.10	1.68	12.2	2.07	19.2	2.86	26.2	3.70
1.20	1.02	4.70	1.36	8.20	1.69	12.4	2.09	19.4	2.88	26.4	3.73
1.30	1.03	4.80	1.37	8.30	1.70	12.6	2.11	19.6	2.90	26.6	3.76
1.40	1.04	4.90	1.38	8.40	1.71	12.8	2.13	19.8	2.92	26.8	3.78
1.50	1.05	5.00	1.39	8.50	1.72	13.0	2.15	20.0	2.95	27.0	3.81
1.60	1.06	5.10	1.40	8.60	1.73	13.2	2.17	20.2	2.97	27.2	3.83
1.70	1.07	5.20	1.41	8.70	1.73	13.4	2.19	20.4	2.99	27.4	3.86
1.80	1.08	5.30	1.42	8.80	1.74	13.6	2.21	20.6	3.02	27.6	3.89
1.90	1.09	5.40	1.42	8.90	1.75	13.8	2.24	20.8	3.04	27.8	3.92
2.00	1.10	5.50	1.43	9.00	1.76	14.0	2.26	21.0	3.07	28.0	3.95
2.10	1.11	5.60	1.44	9.10	1.77	14.2	2.28	21.2	3.09	28.2	3.97
2.20	1.12	5.70	1.45	9.20	1.78	14.4	2.30	21.4	3.12	28.4	4.00
2.30	1.13	5.80	1.46	9.30	1.79	14.6	2.33	21.6	3.14	28.6	4.02
2.40	1.14	5.90	1.47	9.40	1.80	14.8	2.35	21.8	3.17	28.8	4.05
2.50	1.15	6.00	1.48	9.50	1.81	15.0	2.37	22.0	3.19	29.0	4.07
2.60	1.16	6.10	1.49	9.60	1.82	15.2	2.39	22.2	3.22	29.2	4.10
2.70	1.17	6.20	1.50	9.70	1.83	15.4	2.42	22.4	3.24	29.4	4.12
2.80	1.18	6.30	1.51	9.80	1.84	15.6	2.44	22.6	3.27	29.6	4.15
2.90	1.19	6.40	1.52	9.90	1.85	15.8	2.46	22.8	3.29	29.8	4.17
3.00	1.20	6.50	1.53	10.0	1.86	16.0	2.48	23.0	3.31	30.0	4.20
3.10	1.21	6.60	1.54	10.1	1.87	16.2	2.51	23.2	3.34	30.2	4.22
3.20	1.21	6.70	1.55	10.2	1.88	16.4	2.53	23.4	3.36	30.4	4.25
3.30	1.22	6.80	1.56	10.3	1.89	16.6	2.55	23.6	3.39	30.6	4.27
3.40	1.23	6.90	1.56	10.4	1.90	16.8	2.58	23.8	3.41	30.8	4.30
3.50	1.24	7.00	1.57	10.5	1.91	17.0	2.60	24.0	3.43	31.0	4.33
3.60	1.25	7.10	1.58	10.6	1.92	17.2	2.62	24.2	3.46	31.2	4.35
3.70	1.26	7.20	1.59	10.7	1.93	17.4	2.65	24.4	3.48	31.4	4.38
3.80	1.27	7.30	1.60	10.8	1.94	17.6	2.67	24.6	3.51	31.6	4.41
3.90	1.28	7.40	1.61	10.9	1.95	17.8	2.69	24.8	3.53	31.8	4.43
4.00	1.29	7.50	1.62	11.0	1.96	18.0	2.72	25.0	3.56	32.0	4.46
4.10	1.30	7.60	1.63	11.2	1.98	18.2	2.74	25.2	3.58	32.2	4.48
4.20	1.31	7.70	1.64	11.4	2.00	18.4	2.76	25.4	3.61	32.4	4.51
4.30	1.32	7.80	1.65	11.6	2.01	18.6	2.79	25.6	3.63	32.6	4.54
4.40	1.33	7.90	1.66	11.8	2.03	18.8	2.81	25.8	3.65	32.8	4.56

续表

厘 毫	条件度	厘 毫	条件度	厘 毫	条件度	厘 毫	条件度	厘 毫	条件度	厘 毫	条件度
33.0	4.59	40.0	5.50	47.0	6.42	54.0	7.33	61.0	8.26	68.0	9.20
33.2	4.61	40.2	5.52	47.2	6.44	54.2	7.35	61.2	8.28	68.2	9.22
33.4	4.64	40.4	5.54	47.4	6.47	54.4	7.38	61.4	8.31	68.4	9.25
33.6	4.66	40.6	5.57	47.6	6.49	54.6	7.41	61.6	8.34	68.6	9.28
33.8	4.69	40.8	5.60	47.8	6.52	54.8	7.44	61.8	8.37	68.8	9.31
34.0	4.72	41.0	5.63	48.0	6.55	55.0	7.47	62.0	8.40	69.0	9.34
34.2	4.74	41.2	5.65	48.2	6.57	55.2	7.49	62.2	8.42	69.2	9.36
34.4	4.77	41.4	5.68	48.4	6.60	55.4	7.52	62.4	8.45	69.4	9.39
34.6	4.79	41.6	5.70	48.6	6.62	55.6	7.55	62.6	8.48	69.6	9.42
34.8	4.82	41.8	5.73	48.8	6.65	55.8	7.57	62.8	8.50	69.8	9.45
35.0	4.85	42.0	5.76	49.0	6.68	56.0	7.60	63.0	8.53	70.0	9.48
35.2	4.87	42.2	5.78	49.2	6.70	56.2	7.62	63.2	8.55	70.2	9.50
35.4	4.90	42.4	5.81	49.4	6.73	56.4	7.65	63.4	8.58	70.4	9.53
35.6	4.92	42.6	5.84	49.6	6.76	56.6	7.68	63.6	8.60	70.6	9.55
35.8	4.95	42.8	5.86	49.8	6.78	56.8	7.70	63.8	8.63	70.8	9.58
36.0	4.98	43.0	5.89	50.0	6.81	57.0	7.73	64.0	8.66	71.0	9.61
36.2	5.00	43.2	5.92	50.2	6.83	57.2	7.75	64.2	8.68	71.2	9.63
36.4	5.03	43.4	5.95	50.4	6.86	57.4	7.78	64.4	8.71	71.4	9.66
36.6	5.05	43.6	5.97	50.6	6.89	57.6	7.81	64.6	8.74	71.6	9.69
36.8	5.08	43.8	6.00	50.8	6.91	57.8	7.83	64.8	8.77	71.8	9.72
37.0	5.11	44.0	6.02	51.0	6.94	58.0	7.86	65.0	8.80	72.0	9.75
37.2	5.13	44.2	6.05	51.2	6.96	58.2	7.88	65.2	8.82	72.2	9.77
37.4	5.16	44.4	6.08	51.4	6.99	58.4	7.91	65.4	8.85	72.4	9.80
37.6	5.18	44.6	6.10	51.6	7.02	58.6	7.94	65.6	8.87	72.6	9.82
37.8	5.21	44.8	6.13	51.8	7.04	58.8	7.97	65.8	8.90	72.8	9.85
38.0	5.24	45.0	6.16	52.0	7.07	59.0	8.00	66.0	8.93	73.0	9.88
38.2	5.26	45.2	6.18	52.2	7.09	59.2	8.02	66.2	8.95	73.2	9.90
38.4	5.29	45.4	6.21	52.4	7.12	59.4	8.05	66.4	8.98	73.4	9.93
38.6	5.31	45.6	6.23	52.6	7.15	59.6	8.08	66.6	9.00	73.6	9.95
38.8	5.34	45.8	6.26	52.8	7.17	59.8	8.10	66.8	9.03	73.8	9.98
39.0	5.37	46.0	6.28	53.0	7.20	60.0	8.13	67.0	9.06	74.0	10.01
39.2	5.39	46.2	6.31	53.2	7.22	60.2	8.15	67.2	9.08	74.2	10.03
39.4	5.42	46.4	6.34	53.4	7.25	60.4	8.18	67.4	9.11	74.4	10.06
39.6	5.44	46.6	6.36	53.6	7.28	60.6	8.21	67.6	9.14	74.6	10.09
39.8	5.47	46.8	6.39	53.8	7.30	60.8	8.23	67.8	9.17	74.8	10.12

续表

厘 沲	条件度	厘 沲	条件度	厘 沲	条件度	厘 沲	条件度	厘 沲	条件度	厘 沲	条件度
75.0	10.15	85	11.5	95	12.8	105	14.2	115	15.6		
76	10.3	86	11.6	96	13.0	106	14.3	116	15.7		
77	10.4	87	11.8	97	13.1	107	14.5	117	15.8		
78	10.5	88	11.9	98	13.2	108	14.6	118	16.0		
79	10.7	89	12.0	99	13.4	109	14.7	119	16.1		
80	10.8	90	12.2	100	13.5	110	14.9	120	16.2		
81	10.9	91	12.3	101	13.6	111	15.0				
82	11.1	92	12.4	102	13.8	112	15.1				
83	11.2	93	12.6	103	13.9	113	15.3				
84	11.4	94	12.7	104	14.1	114	15.4				

注：对于更高的厘沲数，需用下式换算：

$$E_t = 0135 v_t$$

$$v_t = 7.41 E_t$$

式中： E_t ——石油产品在温度 t 时的恩氏粘度，条件度；

v_t ——石油产品在温度 t 时的运动粘度，厘沲。

第四节 增塑剂结晶点和凝固点的测定

一、增塑剂结晶点的测定

GB 1662—81

代替 GB 1662—79

在降温条件下测得的增塑剂出现晶体（或呈凝胶状）时的最高温度，即为其结晶点。

1. 仪器

双层壁的玻璃试管（见图 7-3）：支管抽真空封闭；

圆筒型保温瓶；

水银温度计：- 80 ~ + 60℃，分度 1℃，两支；

搅拌器：铝或玻璃质；

试管架：供放双层壁试管用。

2. 冷剂

- 20℃以上：食盐和碎冰；

- 20℃以下：乙醇干冰。

3. 测定步骤

（1）试样温度应调节至 18 ~ 20℃，并混合均匀；

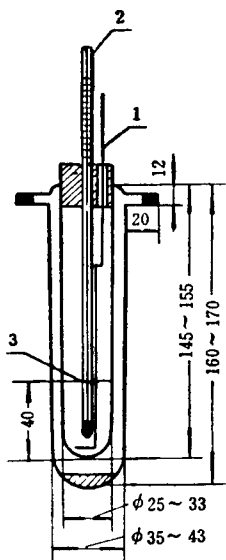


图 7-3

1—搅拌器；2—温度计；3—环形标线

(2) 将试样注入试管至标线处，并插入水银温度计，其位置处于试管中央与管底距离为 15 毫米；

(3) 容器中所贮冷剂液面高于试样液面 30~40 毫米，使冷剂的温度自始至终比试样温度低 15~17℃，并以每分钟 60~200 次的速度搅拌试样。估计到达结晶点前 5℃时，从冷剂中取出试样，置于光源下仔细观察。如试样未呈晶体，将试管放入冷剂中，以后每隔 1℃观察一次，每次观察时间不超过 12 秒。

当试样开始呈现出肉眼所能见的晶体或呈凝胶状时，所示温度即为其结晶点。

二、增塑剂凝固点的测定

Testing method for freezing point of plasticizers

UDC 66.063.72:532.77

GB 1663—82

代替 GB 1663—79

本标准适用于增塑剂如磷酸三苯酯凝固点的测定。

1 仪器

装置如图 7-4。

1.1 温度计：分度值为 0.1℃的内标式单球温度计。

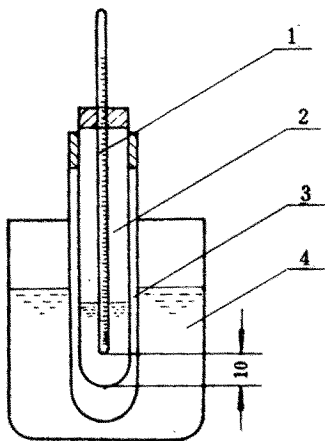


图 7-4

1—温度计；2—干燥试管；3—套管；4—冷却浴

1.2 干燥试管：长 150 毫米、内径 20 毫米。

1.3 套管：长 130 毫米、内径 40 毫米。

1.4 冷却浴：盛有适宜的冷却液。

2 测定步骤

称取 15~20 克固体样品或量取 15 毫升液体样品，置于干燥试管中。固体样品于超过熔点温度的热浴内，将其熔化，并加热至高于其凝固点约 10℃。将温度计插入试管中，距管底 10 毫米。然后将试管放入低于凝固点 5~7℃ 的冷却浴中（不使温度计接触管壁），使样品冷却至低于凝固点 3~5℃ 时，迅速移入事先浸在上述冷却浴的套管中，用温度计搅动样品至样品凝固时，温度上升高达一定数值，并于该点保持一短暂时间不变，然后开始下降，取此短暂不变的温度作为试样的凝固点。

第五节 增塑剂外观色度的测定

Plasticizers—Determination of colour

GB/T 1664—95

代替 GB 1664—81

GB 1673—81

本标准等效采用国际标准 ISO 2211:1973《液体化学产品——色泽测量（铂—钴标

度 》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了增塑剂外观色度的测定方法。

本标准适用于增塑剂产品：邻苯二甲酸酯类、癸二酸和己二酸酯类、磷酸三苯酯、磷酸三甲苯酯、氯化石蜡 - 52 等透明液体产品。

2 原理

将样品色与标准色度作目视比较，按“铂 - 钴色度”单位表示其结果。

3 定义

铂 - 钴色度单位：溶液的色度以每升含 1mg 氯铂酸形式中的铂和 2mg 的氯化钴六水化合物计。

4 试剂

4.1 氯化钴 (GB/T 1270)： $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，分析纯；

4.2 氯铂酸钾：分析纯；

4.3 盐酸 (GB/T 622)：分析纯；

4.4 蒸馏水：二次蒸馏水。

5 仪器

5.1 比色管：磨口带塞无色比色管，100mL，50mL。

5.2 比色箱及比色架：见图 7 - 5。

5.3 烧杯：150mL。

5.4 容量瓶：1 000mL (棕色磨口)。

6 分析步骤

6.1 500 号铂 - 钴比色标准原液的配制

称取 1.245 0g 氯铂酸钾 (4.2) 和 1.000 0g 氯化钴 (4.1)，精确至 0.000 2g，溶于 100mL 盐酸中，然后用蒸馏水 (4.4) 稀释至 1 000mL。此溶液即为 500 号色度标准比色液。

6.2 小于 500 号色度标准的配制

取不同量的 500 号原液，用蒸馏水 (4.4) 稀释至比色管的体积即可制得任意号数的色度标准。

其计算式如下：

$$V = \frac{N \times V_1}{500}$$

式中：V——配制 N 号色度标准溶液所取 500 号标准原液的体积，mL；

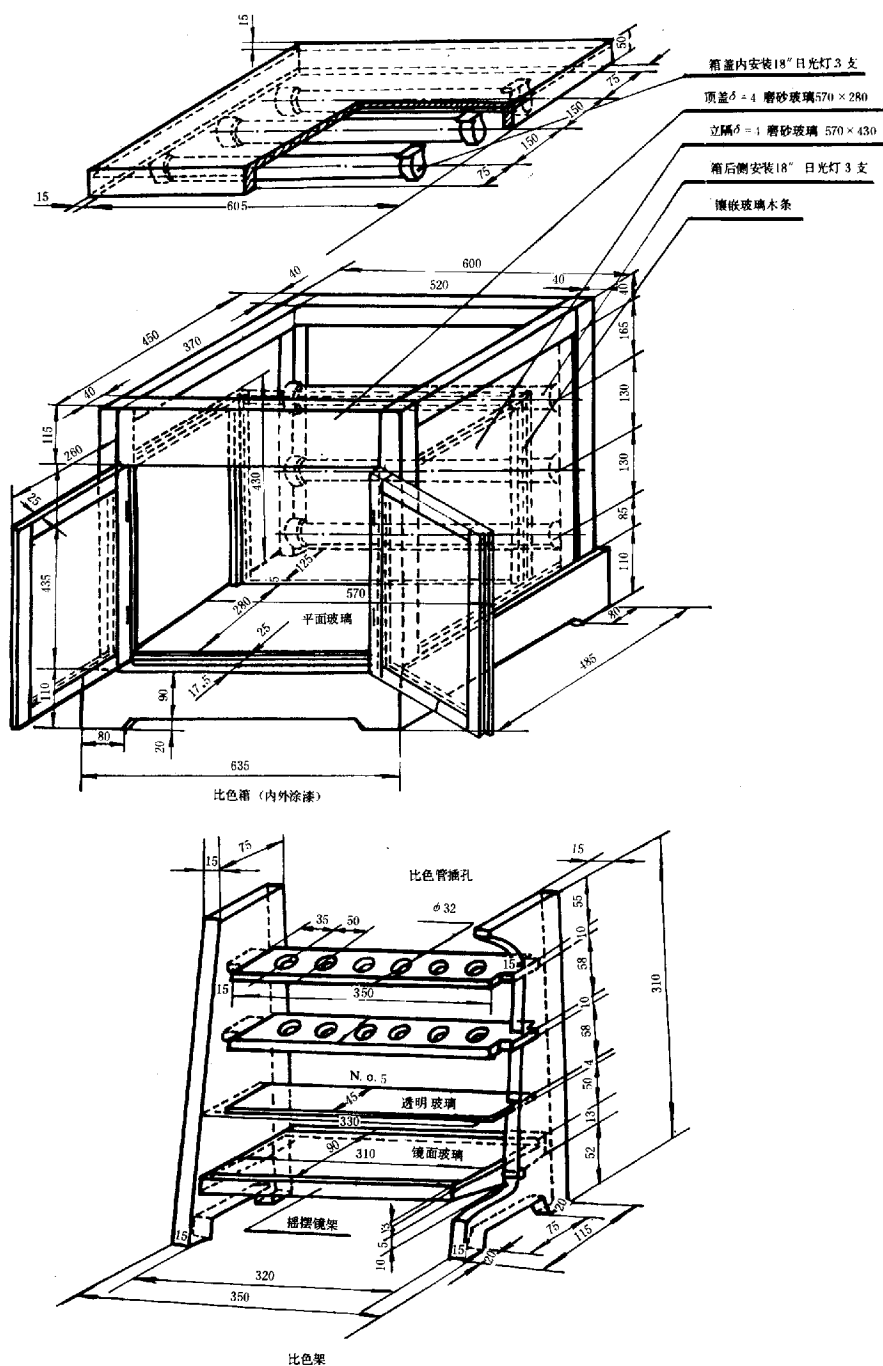


图 7-5

V_1 ——使用的比色管容积，mL；

N ——欲配制的色度标准液的号数。

注：500 号原液应贮于棕色瓶中，置暗处保存，有效期为六个月。稀释的 *N* 号铂 - 钴比色液，应贮于带磨口塞的比色管中，比色后置于暗处存放，有效期为一个月。

6.3 测定

取试样均匀混合后，注入比色管中，用肉眼观察，应是透明油状液体，无混浊现象，无明显机械杂质，在室温条件下进行比色测定。

取 2 支颜色相同，高度相等的比色管，一支注入 100mL 或 50mL 试样。另一支注入相同体积的色度标准液，置于装有反光镜的比色架上，拿下比色管盖，将此比色架放入比色箱中，转动反光镜，以反光镜中反射之颜色进行比色，读取样品最接近标准色度的号数。

7 允许差

平行测定结果的允许误差应符合表 7-3 规定：

表 7-3

色度范围	允许误差
60 号以下	4 号
60 ~ 100 号	10 号
120 号以上	15 号

第六节 增塑剂皂化值及酯含量的测定

Plasticizers—Determination of saponification value and ester-content

GB/T 1665—95

代替 GB 1665—81

1 主题内容与适用范围

本标准规定了增塑剂皂化值及酯含量的测定方法。
本标准适用于一般增塑剂皂化值及酯含量的测定。

2 引用标准

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

以酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液反滴经过氢氧化钾－乙醇溶液皂化试样后过量的氢氧化钾。

4 试剂

分析中，采用符合 GB/T 6682 的三级水。

4.1 氢氧化钾（GB/T 2306）： $c(\text{KOH}) = 1\text{mol/L}$ 的乙醇〔95%（V/V）〕溶液，按 GB/T 603 配制。

4.2 盐酸（GB/T 622）： $c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$ 的标准滴定溶液，按 GB/T 601 配制与标定。

4.3 酚酞指示液：10g/L，按 GB/T 603 配制。

5 仪器

5.1 磨口锥形瓶：250mL，硼硅酸盐玻璃，配磨口玻璃塞子。

5.2 水冷却式回流冷凝器：带磨口玻璃接头，与锥形瓶匹配。

5.3 移液管：50mL。

5.4 滴定管：50mL。

6 分析步骤

6.1 用同一移液管，分别吸入 50mL 氢氧化钾－乙醇溶液于两个干燥的磨口锥形瓶中，各瓶中即时加入 5mL 的水，并用玻璃塞塞住。称取按式（1）所得试样的质量 m （精确至 0.000 2g），置于其中的一个磨口锥形瓶中：

$$m = \frac{0.025 M_E}{n_E} \pm 0.2g \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： M_E ——试样的相对分子质量；

n_E ——分子中的酯基数。

6.2 将配有磨口玻璃接头的水冷却式回流冷凝器套在锥形瓶上，在沸水浴中加热 1h 后取出。将仍然附着冷凝器的锥形瓶冷却至室温。以 20mL 的水由上至下洗涤冷凝器内部，拆下锥形瓶，再以 20mL 的水洗涤接头。

6.3 分别加入 0.25mL 酚酞指示液，立即以盐酸标准滴定溶液滴定试样，直至粉红色消失为止，同时作一空白试验。

7 分析结果的表述

7.1 皂化值（mgKOH/g）：以皂化 1g 增塑剂所需氢氧化钾的质量（mg）表示：

$$\frac{c \cdot (V_0 - V) \times 56.11}{m} - X \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{或} \frac{c \cdot (V_0 - V) \times 56.11}{m} - \frac{A \cdot n_A \times 56.11 \times 10}{M_A} \dots\dots\dots (3)$$

式中： V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g；

M_A ——相应酸的摩尔质量，g/mol；

n_A ——相应酸的羧基数；

A ——相应酸的酸度；

X ——相应酸的酸值，mgKOH/g；

56.11——换算系数。

7.2 酯含量(%)：以增塑剂中相应酯的质量百分数表示。

$$\frac{M_E \cdot (V_0 - V) \cdot c}{10m \cdot n_E} - \frac{M_E \cdot A}{M_A} \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{或} \frac{M_E \cdot (V_0 - V) \cdot c}{10m \cdot n_E} - \frac{M_E \cdot X}{56.11 \times 10 \times n_A} \dots\dots\dots (5)$$

式中： V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V ——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g；

M_E ——相应酯的摩尔质量，g/mol；

M_A ——相应酸的摩尔质量，g/mol；

n_E ——相应酯的酯基数；

n_A ——相应酸的羧基数；

A ——相应酸的酸度；

X ——相应酸的酸值，mgKOH/g；

56.11——换算系数。

第七节 增塑剂酸值及酸度的测定

Plasticizers—Determination of acid value and acidity

GB/T 1668—95

代替GB 1668—81

GB 1674—81

GB 1675—81

1 主题内容与适用范围

本标准规定了增塑剂酸值及酸度的测定方法。

本标准适用于一般增塑剂酸值及酸度的测定。

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

用乙醇或石油醚—乙醇（无水）做溶解试样的溶剂，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠或氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液滴定待测试样。

4 试剂

分析中，除另有规定外，采用符合 GB/T 6682 的三级水。

4.1 95%乙醇（GB/T 679）。

4.2 无水乙醇（GB/T 678）。

4.3 石油醚（HG/T 3—1003）：馏程 90~120℃。

4.4 石油醚—乙醇（无水）混合液：按 1+1 体积比混合。

4.5 氢氧化钠（GB/T 629）： $c(\text{NaOH}) = 0.05\text{mol/L}$ ， $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 标准滴定溶液，按 GB/T 601 配制与标定。

4.6 氢氧化钾（GB/T 2306）： $c(\text{KOH}) = 0.02\text{mol/L}$ ， $c(\text{KOH}) = 0.05\text{mol/L}$ ，95%乙醇标准滴定溶液，按 GB/T 603 配制。

4.7 酚酞指示液：10g/L，按 GB/T 603 配制。

以稀碱调成微粉红色溶液。

4.8 溴甲酚紫指示液：1g/L，乙醇溶液。称取 0.10g 溴甲酚紫，溶于乙醇（95%）中，用乙醇（95%）稀释至 100mL。

5 仪器

5.1 磨口锥形瓶：100~125mL 或 250mL。

5.2 微量滴定管：分度不大于 0.02mL。

6 分析步骤

6.1 对含有易溶于乙醇和既不易溶于乙醇又不易溶于水的游离酸的两种类型增塑剂酸值及酸度测定

6.1.1 取 50mL 乙醇或石油醚 - 乙醇（无水）混合液，加入 0.25mL 酚酞指示液或 1mL 溴甲酚紫指示液，以 0.1mol/L 氢氧化钠或 0.02mol/L（0.05mol/L）氢氧化钾中和至微粉红色或绿色，备用。

6.1.2 用磨口锥形瓶称取易溶于乙醇的试样 50g（精确至 0.5g），不易溶于乙醇又不易溶于水的试样称取 5~10g（精确至 0.01g），然后加入中和好的溶液（6.1.1），待试样完全溶解后，以微量滴定管，用 0.1mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液或 0.02mol/L（0.05mol/L）氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定试样（滴定需在 30s 内完成），直至微粉红色出现并保持 5s。

6.2 对含有不易溶于乙醇易溶于水的游离酸的增塑剂酸值及酸度的测定

称取试样 5~10g（精确至 0.01g）于磨口锥形瓶中，加入石油醚 - 乙醇（无水）混合液 40mL，待完全溶解后再加入 50mL 无二氧化碳的水，加 5 滴酚酞指示液，用 0.05mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色，并保持 15s 不退色，即为终点，同时作一空白试验。

7 分析结果的表述

7.1 酸度（ $A, \%$ ）：以相应酸的质量百分数表示。酸度按式（1）计算：

$$A = \frac{M_A \cdot (V - V_0) \cdot c}{10n_A \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： M_A ——相应酸的摩尔质量，g/mol；

n_A ——相应酸的羧基数；

V ——滴定试样消耗氢氧化钠（氢氧化钾 - 乙醇）标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠（氢氧化钾 - 乙醇）标准滴定溶液的体积，mL；

c ——氢氧化钠（氢氧化钾 - 乙醇）标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g。

7.2 酸值（ $X, \text{mgKOH/g}$ ）：以中和 1g 增塑剂所需氢氧化钾的质量（mg）表示。酸值按

式(2)计算:

$$X = \frac{c \cdot (V - V_0) \times 56.11}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定试样消耗氢氧化钠(氢氧化钾-乙醇)标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠(氢氧化钾-乙醇)标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠(氢氧化钾-乙醇)标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

56.11——换算系数。

第八节 增塑剂加热减量的测定

plasticizers—Determination of mass loss on heating

UDC 678.049:543.06

GB 1669—88

代替 GB 1669—81

增塑剂在规定温度和时间条件下, 加热后所损失的质量百分数称为加热减量。

1 仪器

1.1 电热恒温干燥箱: 恒温波动范围 $\pm 2^\circ\text{C}$, 内装玻璃门。

1.2 称量瓶: 直径 40mm, 高 25mm。

1.3 干燥器: 内盛变色硅胶或无水氯化钙。

1.4 圆形石棉板: 直径 200mm, 厚 2~3mm。

2 测定步骤

将石棉板放在电热恒温干燥箱内, 使石棉板的中心与干燥箱温度计的水银球对正, 将电热恒温干燥箱调节至 $125 \pm 2^\circ\text{C}$ 。在已恒重的两个带盖称量瓶中分别称入 6~8g (准确至 0.000 2g) 试样, 然后将两称量瓶对称置于以干燥箱温度计为中心的石棉板上, 同时将称量瓶盖打开放在称量瓶旁边, 称量瓶的中心距温度计的水平距离不超过 70mm, 试样液面距温度计水银球的纵向距离应为 10~20mm。自温度回升到 $125 \pm 2^\circ\text{C}$ 起保持 2h, 然后把称量瓶加盖(不要太严密)移入干燥器(1.3)内, 冷却至室温, 称量。

3 计算

加热减量 X (%) 按下式计算:

$$X(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

式中： m_1 ——加热前试样与称量瓶质量，g；

m_2 ——加热后试样与称量瓶质量，g；

m ——试样质量，g。

4 精密度

平行测定两个结果的差不大于 0.05，以平行测定两个结果的算术平均值作为该试样的加热减量。

第九节 增塑剂热稳定性试验

Plasticizers – Test method of heat-resistance

UDC 678.049:678.016

GB 1670—88

代替 GB 1670—81

本标准参照采用 ISO 1385/2—1977《工业用邻苯二甲酸酯 试验方法 第 2 部分：热处理后颜色测定》，ISO 2524—1974《工业用己二酸酯类——热处理后颜色测定》。

1 适用范围

本标准运用于邻苯二甲酸酯类、己二酸酯类、癸二酸酯类增塑剂的热稳定性试验。

2 引用标准

GB 1664—81 增塑剂外观色泽测定（铂—钴比色法）

GB 1668—81 增塑剂酸值的测定（一）

3 原理

增塑剂在一定温度下加热后其色泽与酸值的变化称为热稳定性。

4 仪器

4.1 试管：硼硅酸盐玻璃制成，长度约 200mm，外径 $38 \pm 1\text{mm}$ ，壁厚 $1.5 \pm 0.2\text{mm}$ ，并配有磨口玻璃塞。

4.2 油浴：能控制在 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ ，并且当试管（4.1）装着试样插入时，油浴温度保持不变（油浴可参考附录 A）。

5 操作步骤

取 70ml 或 105ml 试样, 置于试管 (4.1) 中, 并且把塞子轻轻盖上, 置于油浴 (4.2) 中, 油浴液面应高于试样液面, 油温控制在 $180 \pm 2^\circ\text{C}$, 并确保温度均匀, 经过 $120 \pm 2\text{min}$ 以后, 从油浴中取出试样并在空气中冷却至室温, 约 1.5h 后, 测其色泽及酸值。

色泽测定方法见 GB 1664—81。

酸值测定方法见 GB 1668—81。

附 录 A
油浴及其温度控制器示意图
(参考件)

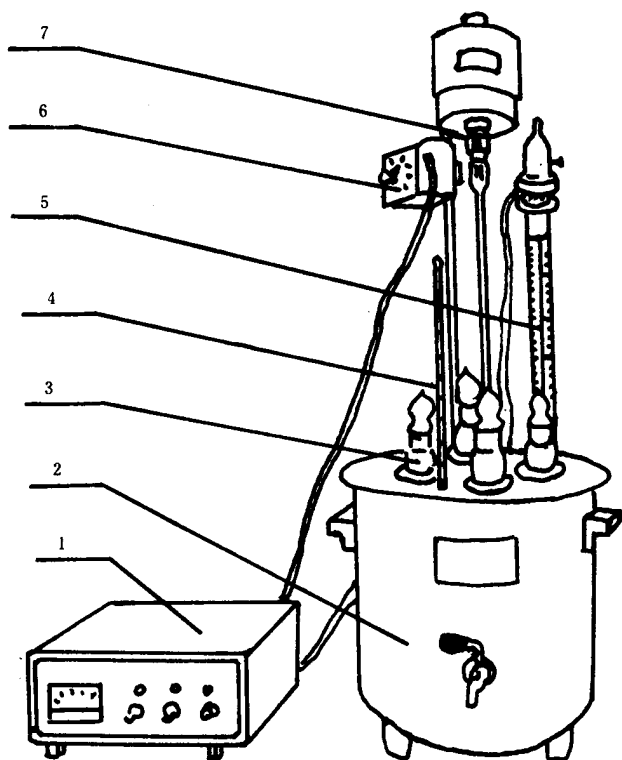


图 A1

1—油浴控制器；2—油浴；3—加热试管；4—温度计；
5—接点温度计；6—转速控制器，7—搅拌器

第十节 增塑剂闪点的测定——克利夫兰德开口杯法

Plasticizers—Determination of flash point —Cleveland open cup method

UDC 678.049:536.46

GB 1671—88

代替 GB 1671—81

本标准等效采用国际标准 ISO 2592—1973 (石油产品——闪点和燃点的测定——克利夫兰德开口杯法) 中的闪点测定部分。

1 适用范围

本标准规定采用克利夫兰德开口杯仪测定闪点的方法,适用于增塑剂类的产品。

2 原理

将试样装满于试验杯至规定的液面刻线,最初较快地升高试样温度,然后缓慢地以稳定的速度升温至接近于闪点,并不时地在规定的温度下以试验小火焰横扫过杯内液体表面上空,当由于火焰而引起液体表面上蒸气闪火时的最低温度为闪点。

3 仪器

克利夫兰德闪点测定仪 (见图 A1)。

3.1 克利夫兰德开口杯仪包括:试验杯、加热器、控制器、温度计支架、点火器。见附录 A。

3.2 温度计 (局浸型): 见附录 B。

3.3 防护屏: 46cm×46cm, 高 61cm, 正面开口, 内壁涂成黑色。

4 仪器的准备

4.1 将仪器置于无风房间中水平固定的台上,以适当的方式使仪器的顶部避免强光,以便易于观察闪光现象。有的试验要在试验室的通风柜中进行,当升温至离预期闪点 17℃时,要特别注意避免由于操作者的漫不经心的动作或在杯旁呼吸而搅动试验杯中的蒸气影响测定结果。

注:有些试样的蒸气或热分解产物是有害的,允许将有防护屏的仪器安置在通风柜内,但在距预期闪点前 56℃时,调节通风,使试样的蒸气既能排出而又能使试验杯上面无空气流动。

4.2 用无铅汽油或其他合适的溶剂洗涤试验杯，以除去前次试验留下的所有油迹、微量胶质或残渣。如有碳渣存在，应用钢丝绒除去，用水冲洗试验杯，并在明火或加热板上干燥几分钟，以除去残存的微量溶剂和水。使用前应将试验杯至少冷却到低于预期闪点 56℃。

4.3 将温度计放在垂直位置，使其球底离试验杯底 6mm，并位于试验杯中心与边之间的中心点和测试火焰扫过的弧（或线）相垂直的直径上，并在点火器的对边。

注：温度计的正确位置应使温度计上的浸入刻线位于试验杯边缘以下 2mm 处。

5 操作步骤

5.1 将适宜温度的试样装入试验杯中，使弯月面的顶部恰好至装样刻线。如果注入试验杯中的试样过多时，则可用移液管或其他适当的工具取出多余的试样。如果试样沾到仪器的外壁时，则需倒出试样，洗净烘干，重新再装试样，要除去试样表面上的气泡。

注：①粘稠试样应在注入试验杯前先加热到能流动，但加热的温度不得超过试样预期闪点前 56℃。

②含有溶解或游离水的试样可用氯化钙脱除，用定性滤纸过滤或用疏松干燥的脱脂棉脱除。

5.2 用点火器点燃试验火焰，并调节火焰直径到 4mm 左右，与仪器上金属比较小球的直径相同。

5.3 开始加热时，试样的升温速度为每分钟 14 ~ 17℃，当试样达到低于预期闪点 56℃时，要减慢加热速度，在达到预期闪点前约 28℃，升温速度应控制在每分钟 5 ~ 6℃。

5.4 在预期闪点前 28℃时，开始试验火焰扫划，温度计上的温度每升高 2℃就扫划一次。试验火焰需在通过温度计的直径垂直线上或沿着半径至少有 150mm 的圆弧线上划过试验杯的中心。扫划动作要平稳，连续进行。试验火焰的中心必须在试验杯边缘面上约 2mm 以内的平面上移动。先向一个方向扫划，下次再向相反的方向扫划。试验火焰每次越过试验杯所需时间约 1s。

5.5 当试验液面上任何一点出现闪火时，立即下读数。但不要把有时在试验火焰周围产生的浅蓝色光环与真正的闪点相混淆。

6 大气压力修正

试验时，若大气压力低于 $953 \times 10^2 \text{ Pa}$ 或 715mmHg 时，试验所得的闪点应加上如表 7 - 4 所示的修正值作为试验闪点。

表 7 - 4

大 气 压 力		修 正 值 ℃
10^2 Pa	mmHg ¹⁾	
953 ~ 887	715 ~ 665	2

续表

大 气 压 力		修 正 值 ℃
10 ² Pa	mmHg ¹⁾	
886 ~ 813	664 ~ 610	4
812 ~ 733	609 ~ 550	6

注：1) 为计算方便，增加大气压力用毫米汞柱（mmHg）表示的部分。

7 精密度

用下述规定来判断试验结果的可靠性（95%置信率）；

7.1 重复性

同一操作者用同一台仪器重复测定两次，试验结果之差不应超过 8℃。

7.2 再现性

由两个试验室不同的操作者取得的结果之差应不大于 16℃。

8 试验报告

在符合本标准的精密度时，取两个试验结果的平均值作为闪点。

附 录 A

克利夫兰德开口杯仪

（补充件）

克利夫兰德开口杯仪应由下列要求的试验杯、加热板、点火器、温度计支架、加热板支架组成。

A.1 试验杯：由黄铜或其他相同热传导的不锈金属制成，尺寸由如图所示，并配有手柄。

A.2 加热板：由黄铜、生铁、熟铁或铜板制成，并具有围绕中心孔的凹面，以及除了用以托住试验杯的凹面未被遮盖以外，其余面都能盖住的硬质石棉板。加热板的实际尺寸如图所示。而金属板也可以正方形代替圆形，具有适当的延伸面以安装点火器和温度计支架，并具有如 A.3 所述的金属珠，它是放在石棉板上的小洞中。

A.3 点火器：作为提供火焰的装置以任何适当的形式均可，但应提出的是喷嘴末端的直径接近 1.6mm，其锐孔直径为 0.8mm。点火器的操作装置应做成能使试验火焰自动来回扫描，其扫描的半径不超过 150mm，锐孔的扫描面与杯的端面距离不大于 2mm。

金属珠直径为 3.2 ~ 4.8mm，并安装在仪器的方便位置上以与试验火焰作比较。

A.4 加热器：任何方便的热源均可。允许采用气体燃烧气或酒精灯，但周围没有燃烧产物而不允许火焰喷在杯的周围。亦可采用可调变压器控制的电加热器，热表面应集中

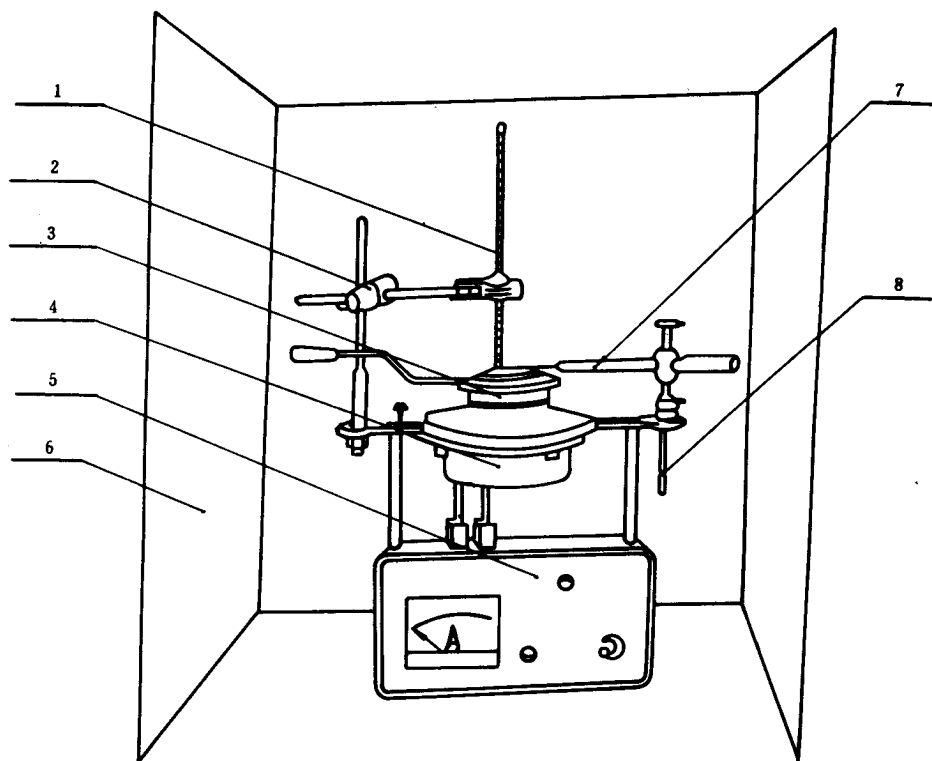


图 A1 克利夫兰德闪点测定仪

1—局浸专用温度计；2—温度计支架；3—试验杯；4—电加热器；

5—可控硅控制器；6—防风护罩；7—点火装置；8—可燃气管

在加热板开口处而不会局部过热。火焰形加热器应有挡风或以适宜的护罩挡住过量的辐射热，以免发射在石棉板表面的平面上。

A.5 温度计支架：试验中将温度计夹在规定的位置，并且在试验完毕后易于从试验杯中取出。

A.6 加热板支架：将加热板稳固而水平地夹住。

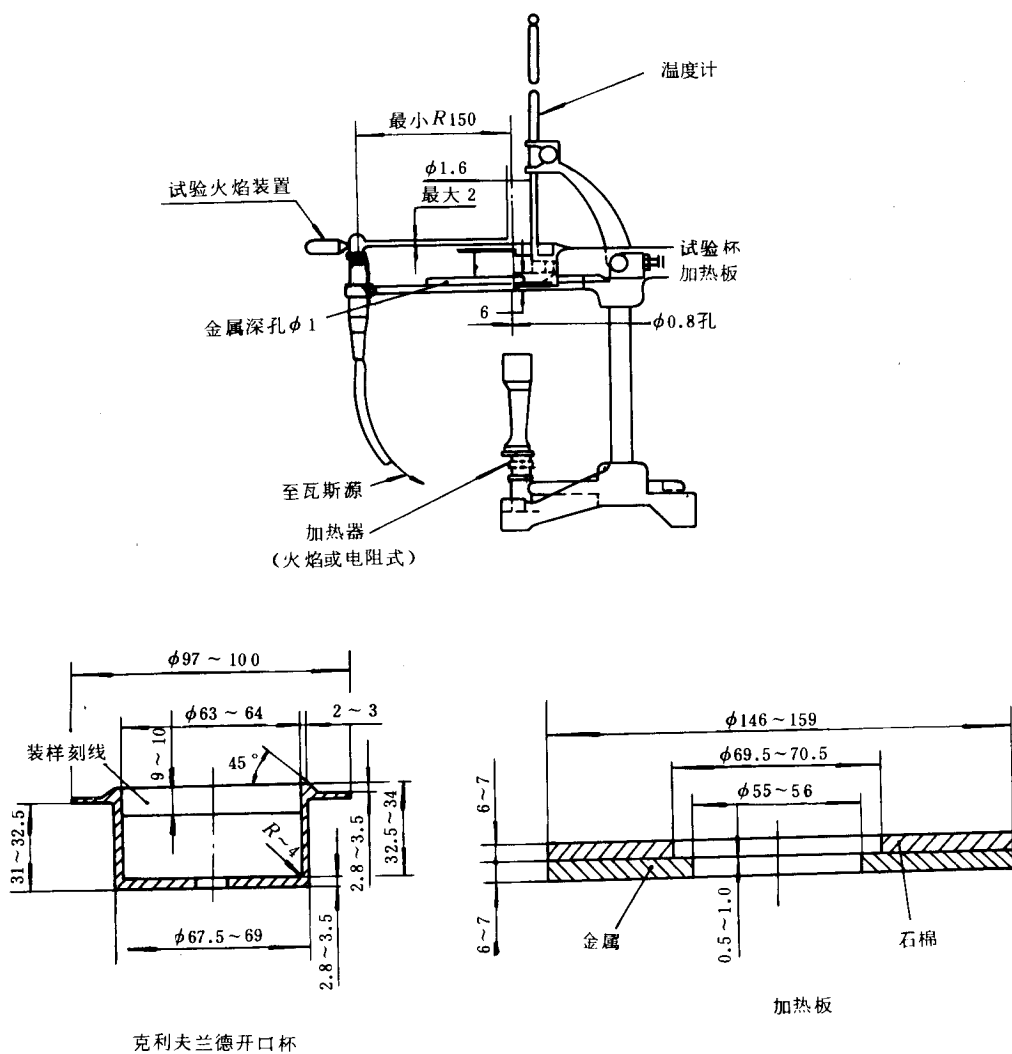


图 A2 克利夫兰德开口杯仪

附录 B

温度计规格 (补充件)

刻度范围：-6 ~ 400℃；

浸入深度：25mm；

分度：2℃；

大分度：10℃；

数字刻度：20℃；

刻度误差：≤260℃时为 1℃；> 260℃时为 2℃；

膨胀室允许加热至 400℃；

总长：308 ± 5mm；

棒径：6 ~ 7mm；

球长：7.5 ~ 10.0mm；

球径：4.5 ~ 6.0mm；

球底到 10℃刻度的距离：49 ~ 58mm；

球底到 360℃刻度的距离：237 ~ 254mm。

第十一节 液体增塑剂体积电阻率的测定

Liquid plasticizers—Determination of volume resistivity

UDC 678.049 : 621.317.33

GB 1672—88

代替 GB 1672—81

1 主题内容与适用范围

本标准规定了液体增塑剂的体积电阻率的测定方法。

本标准运用于测定该体增塑剂的体积电阻率。其他液体助剂也可参照本测定方法。

2 体积电阻率的定义

是在试样体积电流方向的直流电场强度与该处电流来度之比，以 $\Omega \cdot m$ 表示。

3 试样

3.1 液体旧塑剂试样每次用 40ml 左右。

3.2 试样应无气泡及杂质缺陷。

3.2 试样应在温度 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、相对湿度 60% ~ 70% 的条件下放置 2h 以上。

4 测试仪器及电极

4.1 高阻计

高阻计测试时应满足下列要求：

a. 高阻计测量范围应包括 $1 \times 10^6 \sim 1 \times 10^{17} \Omega$ 。

b. 阻值大于 $10^{12}\Omega$ 时, 测量误差小于 $\pm 20\%$, 阻值等于或小于 $10^{12}\Omega$ 时, 测量误差应小于 $\pm 10\%$ 。

c. 零点飘移每小时不大于全标尺的 4% 。

d. 输入接线的绝缘电阻应大于仪器输入电阻的 100 倍。

e. 测试电路应有良好屏蔽。

f. 仪器应定期进行校验。

4.2 电极

电极应由黄铜或不锈钢制成。高压电极内径 146mm, 测量电极外径 120mm, 护环宽度 8mm, 测量电极与高压电极的间隙为 2mm, 电极工作面粗糙度为 1.6 以下。电极的形状和尺寸如图 7-6 所示。

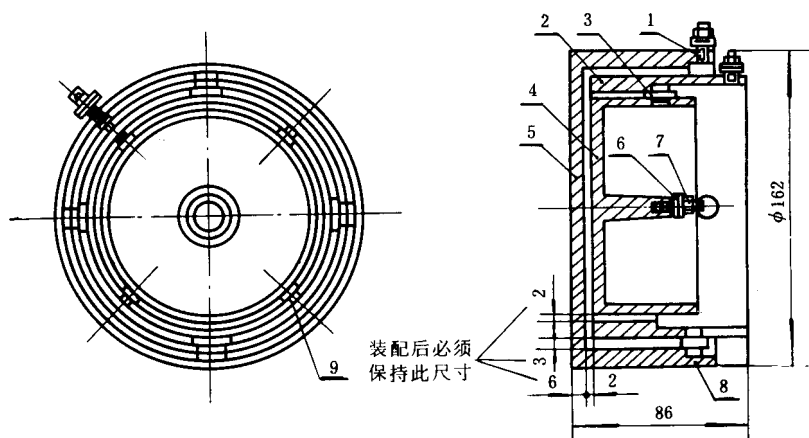


图 7-6

1—接线头; 2—护环; 3—撑块, 4—测量电极,

5—高压电极, 6、7—接线头; 8—撑块

5 试验步骤

5.1 将经处理后的试样倒入高压电极内, 使液面刚好和测量表面全部接触。

5.2 测试须在温度 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 及相对湿度 $60\% \sim 70\%$ 环境中进行。

5.3 试验时, 对试样所加的电压为 $100 \sim 500\text{V}$ 的直流电压。

5.4 将电极接入仪器测量端, 调整仪器, 按仪器说明书进行操作。加上试验电压 1min, 读取电阻的指示值, 同时须对试样连续测定两次, 取两次结果算术平均值。每次测定后试样及地极要放电 1min。

6 试验结果

$$S = \frac{\pi}{4} (D + g)^2$$

$$\rho_v = R_v \frac{S}{D}$$

式中： ρ_v ——体积电阻率， $\Omega \cdot m$ ；

R_v ——体积电阻， Ω ，

S ——平板测量电极的有效面积， m^2 ；

D ——平板测量电极直径， m ；

g ——测量电极与保护电极间隙宽度， m ，

d ——试样厚度， m 。

体积电阻率的计算结果取两位有效数字。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 试样的型号、名称、制造厂名称和制造日期。
- b. 试验环境温度和相对湿度。
- c. 试验仪器和外施电压。
- d. 测量数据及计算结果。
- e. 试验日期、试验人员及审核人员。

第十二节 增塑剂几个值的测定

一、增塑剂碘值的测定

GB 1676—81

代替 GB 1676—79

每 100 克试样吸收碘的克数，称为碘值。

本标准适用于环氧化物碘值的测定。

1. 仪器

碘量瓶：250 毫升；

移液管：25 毫升；

量筒：10 毫升、15 毫升；

碱式（棕色）滴定管：50 毫升。

2. 试剂和溶液

甲醇 (GB 683—79): 分析纯 ;
溴化钠 (GB 1265—77): 分析纯 ;
溴 (GB 1281—70): 分析纯 ;
三氯甲烷 (GB 682—78): 分析纯 ;
四氯化碳 (GB 688—79): 分析纯 ;
碘化钾 (GB 1272—77): 分析纯 , 15 % 水溶液 ;
硫代硫酸钠 (GB 637—77); 分析纯 , 0.1N 标准溶液 ;
0.5 % 淀粉指示液 : 按 GB 603—77 配制 ;
0.1N 三溴化合物甲醇溶液 : 取 76 克无水溴化钠 (在恒温箱中 , 保持 130℃ 恒温 3 小时) , 溶于 1 000 毫升甲醇中 . 加入 5.1 毫升溴 , 贮存于棕色试剂瓶中 , 混匀 , 过一昼夜用。

3. 测定步骤

精确称取 0.6 ~ 1.2 克试样 (视碘值大小而定) 准确到 0.0002 克 , 移入 250 毫升碘量瓶中 , 加入 10 毫升三氯甲烷 (或四氯化碳) 溶解。用移液管精确加入 25 毫升三溴化合物甲醇溶液 , 塞紧瓶塞 , 混匀。放置暗处静置 20 分钟 (或振摇 5 分钟) , 然后加入 15 毫升 15 % 碘化钾溶液和 75 毫升水 , 用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴定到淡黄色。加入 1 ~ 2 毫升 0.5 % 的淀粉指示液 , 继续滴定到蓝色消失。同时作空白试验。

4. 计算

碘值 X 按下式计算 :

$$X = \frac{(V_1 - V_2) N \times 0.1269 \times 100}{G}$$

式中 : V_1 ——滴定空白耗用硫代硫酸钠标准溶液的毫升数 ;
 V_2 ——滴定样品耗用硫代硫酸钠标准溶液的毫升数 ;
 N ——硫代硫酸钠标准溶液当量浓度 ;
 G ——样品重量 , 克 ;
0.1269——碘的毫克当量。

5. 精密度

平行测定结果的差效 , 不应超过下列规定 :

碘 值	允 许 误 差
10 以上	0.15
10 以下	0.05

平行测定的两个结果的算术平均值作为试样的碘值。

二、增塑剂环氧值的测定（盐酸—丙酮法）

GB 1677—81

代替 GB 1677—79

每 100 克样品中环氧乙烷基中氧的含量称为环氧值。

本标准适用于环氧增塑剂环氧值的测定。

1. 仪器

具塞磨口三角锥形瓶：250 毫升；

容量瓶：1000 毫升；

碱式滴定管：50 毫升，分度 0.01 毫升。

2. 试剂和溶液

盐酸（GB 622—77）：分析纯，比重 1.18。

丙酮（GB 686—78）：分析纯；

氢氧化钠（GB 629—81）：分析纯，0.15N 标准溶液；

95%乙醇（GB 679—80）；

酚酞（HGB 3039—59）；

甲酚红（邻位甲酚磺钛）（HGB 3084—59）；

百里香酚蓝（HG 3—1223—79）；

盐酸—丙酮溶液：取盐酸 1 份，丙酮 40 份（体积计）混合，密闭贮存于玻璃瓶中，备用（现配现用）。

酚酞指示液：取酚酞 1 克溶于 100 毫升乙醇。

混合指示液：

（1）0.1% 甲酚红溶液：精确称取甲酚红 100 毫克（准确至 0.0002 克），加 0.1N 氢氧化钠 26 毫升，溶解后加蒸馏水稀释至 100 毫升。

（2）0.1% 百里香酚蓝溶液：精确称取百里香酚蓝 100 毫克（准确至 0.0002 克），加 0.01N 氢氧化钠 22 毫升，溶解后加蒸馏水稀释至 100 毫升。

取 0.1% 甲酚红溶液 10 毫升，加 0.1% 百里香酚蓝溶液 30 毫升，混合均匀。以 0.01N 氢氧化钠及 0.01N 盐酸溶液调至中性（混合指示剂约在 pH 值 9.8 时变色）。

3. 测定步骤

精确称取试样约 0.5 ~ 1 克（准确至 0.0002 克），置于 250 毫升具塞磨口三角锥形瓶

中，精确加入盐酸－丙酮溶液 20 毫升，密塞。摇匀后放置暗处，静止 30 分钟。加入混合指示液 5 滴，用 0.15N 氢氧化钠标准溶液滴定至紫蓝色，同时作空白试验。

4. 计算

环氧值 X 按下式计算：

$$X = \frac{[V - (V_1 - \frac{V_2}{G} \times W)] N \times 0.016}{W} \times 100$$

式中： V ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

V_1 ——试样试验消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

V_2 ——试样中测定酸值消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

W ——试样重量，克；

G ——测定酸值时试样的重量，克；

0.016——氧的毫克当量。

试样酸值小于 0.5 时， $(\frac{V_2}{G} \times W)$ 项可忽略不计。

5. 精密度

两次平行测定结果的差数不应超过下列规定：

环 氧 值	允 许 误 差
4 以下	0.02
4 以上	0.03

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的环氧值。

三、增塑剂环氧值的测定（盐酸－吡啶法）

GB 1678—81

代替 GB 1678—79

每 100 克样品中环氧乙烷基中氧的含量称为环氧值。

本标准适用于在常温下与盐酸－丙酮溶液反应不完全的环氧化物类增塑剂环氧值的测定。

1. 仪器

具塞磨口三角锥形瓶：250 毫升；

碱式滴定管：50 毫升，分度 0.01 毫升；

直形冷凝管；长 40 厘米；

油浴锅。

2. 试剂和溶液

盐酸 (GB 622—77)：分析纯，比重 1.18；

吡啶 (GB 689—78)：分析纯；

氢氧化钠 (GB 629—81)：分析纯，0.2N 标准溶液；

丙酮 (GB 686—78)：分析纯；

95%乙醇 (GB 679—80)：

酚酞 (HGB 3039—50)：

盐酸—吡啶溶液：取盐酸 16 毫升加 984 毫升吡啶，混匀后密闭保存备用。

酚酞指示液：取酚酞 1 克溶于 100 毫升 95%乙醇。

3. 测定步骤

精确称取试样 0.5 ~ 1 克 (准确至 0.0002 克)，置于 250 毫升具塞磨口三角瓶中，加 20 毫升盐酸—吡啶溶液，装上回流冷凝器，置于油浴锅内，加热回流 20 分钟 (油浴温度 128℃)，放冷后，用 15 毫升中性丙酮冲洗冷凝管，加入酚酞指示液 4 ~ 5 滴，以 0.2N 氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色。同时作空白试验。

4. 计算

环氧值 X 按下式计算；

$$X = \frac{[V - (V_1 - \frac{V_2}{G} \times W)] N \times 0.016}{W} \times 100$$

式中： V ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

V_2 ——试样中测定酸值消耗氢氧化钠标准溶液的毫升数；

N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

W ——试样重量，克；

G ——测定酸值时试样的重量，克；

0.016——氧的毫克当量。

试样酸值小于 0.5 时， $(\frac{V_2}{G} \times W)$ 项可忽略不计。

5. 精密度

两次平行测定结果的差数不应超过下列规定：

环 氧 值	允 许 误 差
4 以下	0.02
4 以上	0.03

以两次测定结果的算术平均值作为试样的环氧值。

第十三节 工业用邻苯二甲酸酯类的检验方法

一、工业用邻苯二甲酸酯类的检验方法
——热处理后的色泽测量

Phthalate esters for industrial use Methods of test – Measurement
of colour after heat treatment

UDC 661.73:543.06
GB 6489.1—86

本标准参照采用国际标准 ISO 1385/2—1977《工业用邻苯二甲酸酯类——检验方法——第二部分：热处理后的色泽测量》。

1 适用范围

本标准适用于工业用邻苯二甲酸酯类热处理后的色泽测量。不适用于邻苯二甲酸二烯丙酯，因为它有爆炸性聚合的危险。

2 仪器

2.1 试管：硼硅酸盐玻璃制成，长度约 200mm，外径 $38 \pm 1\text{mm}$ ，壁厚 $1.5 \pm 0.2\text{mm}$ ，并配有磨口玻璃塞。

2.2 油浴：能控制在 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ ，并且当试管（2.1）装着试样插入时，油浴温度应保持不变〔油浴可参考附录 A（参考件）自制或购买〕。

3 操作步骤

取 60ml 试样于试管（2.1）中，并把塞子轻轻盖上，置于油浴（2.2）中，油浴液面应高于试样液面，油温控制在 $180 \pm 2^\circ\text{C}$ ，并确保温度均匀。

经过 $120 \pm 2\text{min}$ 以后，从油浴中取出试管并在空气中冷却至室温。约 1.5h 后，按

GB 1664—81《增塑剂外观色泽的测定（铂—钴比色法）》规定的方法测量色泽。

4 允许误差

平行测定结果的允许误差应符合下列规定：

色 泽 范 围	允 许 误 差
40 号以下	3 号
40 ~ 100 号	7 号
100 号以上	10 号

附 录 A
(参考件)

油浴：材质为不锈钢或铝。当同时加热 2 支试管时，内筒直径 180mm，高度 220mm，容积约 5.6L；当同时加热 4 支试管时，内筒直径 200mm，高度 225mm，容积约 7.1L。

水银接点温度计（短杆，杆长约 160mm）：150 ~ 250℃，分度为 2℃或更小。

温度计：150 ~ 200℃，分度为 1℃或更小。

加热系统：1、2kW。

恒温控制器：1、2kW。

搅拌器：材质为铜或玻璃。

传热介质：201 ~ 350 型甲基硅油或其它耐高温介质。

二、工业用邻苯二甲酸酯类的
检验方法—酸度的测定

Phthalate esters for industrial use—Methods
of test—Determination of acidity

UDC 661.73 : 543.06
GB 6489.2—86

——第四部分：以酚酞为指示剂的酸度测定——滴定法》。

1 适用范围

本标准适用于工业用邻苯二甲酸酯类酸度的测定（以酚酞作指示剂）。

2 原理

以乙醇作介质，用酚酞作指示剂，以氢氧化钠标准溶液滴定测定试样的酸度。

3 试剂

分析中，采用分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

3.1 乙醇：95%（V/V）。

3.2 氢氧化钠：0.1N 标准溶液。

3.3 酚酞：5g/l 的乙醇溶液。

溶解 0.5 克酚酞于 100ml 的乙醇（3.1）中，加入氢氧化钠溶液（3.2）制得微粉红色的溶液。

4 仪器

4.1 锥形烧瓶：硼硅酸盐玻璃，容量 250ml，并配有磨口塞。

4.2 微量滴定管：分度 0.02ml 或更小。

5 操作步骤

5.1 取 50ml 乙醇（3.1），加入 0.5ml 的酚酞指示剂（3.3），以氢氧化钠溶液（3.2）中和至微粉红色，备用。

5.2 用锥形烧瓶（4.1）称取试样 50g（准确至 0.5g），然后加入中和好的乙醇（5.1），待完全溶解后，以微量滴定管（4.2），用氢氧化钠标准溶液（3.2）滴定混合物，直至微粉红色出现并保持 5s。

6 结果表示

酸度（A）以邻苯二甲酸〔 $C_6H_4(COOH)_2$ 〕的质量百分数表示，按下式计算：

$$0.083 \times N \times V \times \frac{100}{m} = \frac{8.3 \times N \times V}{m}$$

式中： m ——试样量，g；

V ——所用氢氧化钠标准溶液的体积，ml；

N ——氢氧化钠标准溶液的当量浓度；

0.083——相当于 1ml1N 的氢氧化钠溶液的邻苯二甲酸的量，g。

三、工业用邻苯二甲酸酯类的检验方法 ——酯含量的测定——皂化滴定法

Phthalate esters for industrial use – Methods of
test—Determination of ester content—Titrimetric
method after saponification

UDC 661.73 : 543.06

GB 6489.3—86

ISO 1385/5—1997

本标准等同采用 ISO 1385/5—1997《工业用邻苯二甲酸酯类——检验方法——酯含量的测定——皂化滴定法》。

1 适用范围

本标准适用于工业用邻苯二甲酸酯类的酯含量测定。

2 原理

用过量的氢氧化钾乙醇溶液皂化试样中的酯，然后以酚酞作指示剂，用盐酸标准溶液反滴定。

3 试剂

分析中，采用分析纯试剂和刚煮沸过而冷却的蒸馏水或相应纯度的水。

3.1 氢氧化钾：1N 的乙醇〔95% (V/V)〕溶液。

3.2 盐酸：1N 的标准溶液。

3.3 酚酞：5g/l 的乙醇溶液。

于 100ml 95% (V/V) 乙醇中溶解 0.5g 的酚酞，并加入稀释的氢氧化钠溶液制得微粉红色溶液。

4 仪器

4.1 锥形烧瓶：硼硅酸盐玻璃，容量为 250ml，并配有磨口玻璃塞子。

4.2 水冷却式回流冷凝器：带磨口玻璃接头，与烧瓶 (4.1) 匹配。

4.3 称量瓶：能容 10g 样品。

5 操作步骤

5.1 分别于两个锥形烧瓶 (4.1) 中，用同一支移液管接连地加入 50ml 氢氧化钾溶液

(3.1), 同时加入 5ml 水至各烧瓶、用称量瓶 (4.3) 按表 7-5 中所列试样量称取样品, 加入其中的一个烧瓶中。

表 7-5

酯	烷基基团 R	试样量, g	相应的摩尔质量 <i>M</i>
邻苯二甲酸二甲酯	CH ₃	2.2 ~ 2.6	194.2
邻苯二甲酸二乙酯	C ² H ⁵	2.6 ~ 3.0	222.2
邻苯二甲酸二异丙酯	C ₃ H ₇	2.9 ~ 3.3	250.3
邻苯二甲酸二烯丙酯	C ₃ H ₅	2.9 ~ 3.3	246.3
邻苯二甲酸二异丁酯 } 邻苯二甲酸二正丁酯 }	C ₄ H ₉	3.3 ~ 3.7	278.3
邻苯二甲酸二己酯 (包括同分异构体)	C ₆ H ₁₃	4.0 ~ 4.4	334.4
邻苯二甲酸二庚酯 (包括同分异构体)	C ₇ H ₁₅	4.3 ~ 4.7	362.5
邻苯二甲酸二辛酯 (包括同分异构体)	C ₈ H ₁₇	4.7 ~ 5.1	390.5
邻苯二甲酸二壬酯 (包括同分异构体)	C ₉ H ₁₉	5.0 ~ 5.4	418.6
邻苯二甲酸二癸酯 (包括同分异构体)	C ₁₀ H ₂₁	5.4 ~ 5.8	446.6
邻苯二甲酸双十三烷酯 (包括同分异构体)	C ₁₃ H ₂₇	6.2 ~ 6.6	530.8
邻苯二甲酸二丁氧基乙醇酯	C ₆ H ₁₃	4.4 ~ 4.8	366.4
邻苯二甲酸丁苄酯	*	3.7 ~ 4.1	312.3

* 代表邻苯二甲酸丁苄酯分子式



5.2 把烧瓶与回流冷凝器 (4.2) 接上, 置于沸水中加热 1h 后取出烧瓶。将仍然附着冷凝器的烧瓶, 浸入流动的冷水中。冷却后, 以二份 20ml 的水由上至下洗涤各个冷凝器内部, 拆下烧瓶, 以 20ml 的水进一步洗涤各个接头。

5.3 分别加入 0.5ml 的酚酞溶液 (3.3) 于各烧瓶中, 立即以盐酸标准溶液 (3.2) 相继滴定样品和空白样, 直至粉红色消失为止。

6 结果表示

酯含量以邻苯二甲酸酯 [C₆H₄ (COOR)₂] 质量的百分数表示, 其中 R 是邻苯二甲酸酯中存在的烷基团 (见 5.1 中的表)。按下式计算:

$$\frac{\frac{M}{2}}{1000} \left[(V_0 - V_1) - \frac{\frac{A \times m}{100}}{\frac{166}{2}} \times 1000 \right] \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{M(V_0 - V_1)}{20m} - \frac{M \times A}{166}$$

式中： M ——相应的邻苯二甲酸酯摩尔质量（见表 7-5）；

V_0 ——空白试样所用的盐酸标准溶液（3.2）的体积，ml；

V_1 ——试样皂化后，未反应的氢氧化钾所消耗的盐酸标准溶液（3.2）的体积，ml；

A ——酸度（酚酞作指示剂），以邻苯二甲酸的质量百分数表示（见 GB 6489.2—86《工业用邻苯二甲酸酯类的检验方法 酸度的测定》）；

m ——试样量，g；

$\frac{166}{2}$ ——相当于 1000ml1N 氢氧化钾溶液的邻苯二甲酸的量，g。

第八章 橡胶用硫化剂

第一节 工业硫磺及其试验方法

Sulphur for industrial use
and its testing methods

GB 2449—92

代替 GB 2449 ~ 2458—81
GB 7683 ~ 7685—87

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业硫磺的技术要求、试验方法、检验规则以及对标志、包装、运输、贮存和安全的要求。

本标准适用于由硫铁矿制得的和由天然气、油炼厂气等回收制得的工业硫磺。工业硫磺用于制造硫酸、染料和橡胶制品，也用于医药、农药等工业部门。

化学符号：S

相对原子质量：32.066（按 1987 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用的制剂及制品的制备

GB 6682 实验室用水规格

3 技术要求

3.1 工业硫磺有块状、粉状、粒状和片状等，其优等品、一等品应呈黄色或淡黄色。

3.2 工业硫磺中应不含任何机械杂质。

3.3 工业硫磺应符合表 8－1 的要求：

表 8－1

% (m/m)

指标名称		优等品	一等品	合格品
硫 (S)	≥	99.90	99.50	99.00
水分	≤	0.10	0.50	1.00
灰分	≤	0.03	0.10	0.20
酸度 (以 H ₂ SO ₄ 计)	≤	0.003	0.005	0.02
有机物	≤	0.03	0.30	0.80
砷 (As)	≤	0.0001	0.01	0.05
铁 (Fe)	≤	0.003	0.005	—
筛余物：				
孔径 150μm	≤	无	无	3.0
孔径 75μm	≤	0.5	1.0	4.0

注：表 1 中的筛余物指标仅用于粉状硫磺。

4 试验方法

本标准中所用的试剂和水，除特殊规定外，均为分析纯试剂和符合 GB 6682 规定的三级水。

4.1 硫含量的测定

4.1.1 方法提要

本标准用扣除杂质（灰分、酸度、有机物及砷）含量总和的方法，以算得工业硫磺中的硫含量。

4.1.2 分析结果的表述

硫含量 (w_1) 以质量百分数表示，按式 (1) 计算：

$$w_1 = 100 - (w_3 + w_4 + w_5 + w_6) \dots\dots\dots (1)$$

式中： w_3 ——按 4.3 测得的灰分，% (m/m)；

w_4 ——按 4.4 测得的酸度，% (m/m)；

w_5 ——按 4.5 测得的有机物含量，% (m/m)；

w_6 ——按 4.6 测得的砷含量，% (m/m)。

所得结果应表示至二位小数。

4.2 水分的测定

水分的测定等效采用国际标准 ISO 3426—1976 《工业硫磺——80℃时失重的测定》。

4.2.1 方法提要

试样在 80℃烘箱中干燥，称量其失去的质量即为水分。

4.2.2 仪器、设备

普通实验室仪器及

4.2.2.1 称量瓶，直径 70mm，高 35mm。

4.2.2.2 电烘箱，可控制温度 $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.3 分析步骤

将称量瓶放在温度为 $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 2h，取出冷却、称量，精确至 0.001g。在此称量瓶中称取约 25g 试样（5.3.4），精确至 0.001g。

将盛有试样的称量瓶置于温度为 $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中，干燥 3h。然后，取出称量瓶置于干燥器中，冷却，称量，精确至 0.001g。重复以上操作，直至连续两次称量相差不超过 0.002g。如果干燥总时间超过 16h 仍未恒重，则记录最后一次称量结果。

4.2.4 分析结果的表述

水分（ w_2 ）以质量百分数表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_0 ——干燥前试样质量，g；

m ——干燥后试样失去的质量，g。

所得结果应表示至二位小数。

4.2.5 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值不得大于表 8-2 的规定。

表 8-2

水分，%	二次平行测定的允许差，%
≤ 0.10	0.05
$> 0.10 \sim \leq 0.50$	0.1
> 0.50	0.2

4.3 灰分的测定

灰分的测定参照采用国际标准 ISO 3425—1975《工业硫磺——850 ~ 900℃时灰分的测定方法》。

4.3.1 方法提要

在空气中缓慢燃烧试样，然后在温度为 800 ~ 850℃的高温电炉中灼烧，冷却，称量。

4.3.2 仪器、设备

普通实验室仪器及

- 4.3.2.1 瓷坩埚：50mL。
- 4.3.2.2 电热板。
- 4.3.2.3 高温电炉：可控制温度 $850 \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

4.3.3 分析步骤

瓷坩埚在 $800 \sim 850^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧 40min，取出置于干燥器中，冷却至室温，称量，直至连续两次称量之差不大于 0.000 5g。

在此已恒重的瓷坩埚中，称取约 25g 试样（5.3.4），精确至 0.05g。在电热板（或煤气灯上的泥三角）上，使硫磺缓慢燃烧。燃烧完毕，移至高温炉内，在 $800 \sim 850^{\circ}\text{C}$ 温度下灼烧 40min，取出瓷坩埚，置于干燥器中，冷却至室温后称量，直至连续两次称量之差不大于 0.000 5g。

4.3.4 分析结果的表述

灰分（ w_3 ）以质量百分数表示，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m}{m_0} \cdot A \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_0 ——试样质量，g；

m ——灼烧后的灰分质量，g；

A ——水分校正值，以 $\frac{100}{100 - w_2}$ 计算（ w_2 为水分的质量百分数）。

4.3.5 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值，不得大于表 8-3 的规定。

表 8-3 %(m/m)

灰 分	二次平行测定的允许差
$> 0.007 \sim \leq 0.03$	0.003
$> 0.03 \sim \leq 0.07$	0.005
$> 0.07 \sim \leq 0.10$	0.01
$> 0.10 \sim \leq 0.30$	0.02
$> 0.30 \sim \leq 0.40$	0.05

4.4 酸度的测定

酸度的测定等效采用国际标准 ISO 3704—1976《工业硫磺——酸度的测定——滴定法》。

4.4.1 方法提要

用水-异丙醇混合液萃取硫磺中的酸性物质，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.4.2 试剂和材料

试验中的用水除应符合 GB 6682 规定要求外，使用前还应煮沸并冷却。

4.4.2.1 异丙醇 (HG 1167)

4.4.2.2 氢氧化钠 (GB 629) 标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.050\,00\text{mol/L}$ 。

按 GB 601 规定配制成 $0.500\,0\text{mol/L}$ 的溶液，再稀释 10 倍而得，并按该标准规定的方法进行标定。

4.4.2.3 酚酞 (GB 10729) 乙醇溶液： 10g/L ，按 GB 603 配制。

4.4.3 仪器、设备

普通实验室仪器及

4.4.3.1 试验筛 GB 6003，R40/3 系列。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 称取通过 $250\mu\text{m}$ 试验筛的试样约 25g ，精确至 0.1g ，置于 250mL 具磨口塞的锥形瓶中，加 25mL 异丙醇 (4.4.2.1)，盖上瓶塞，使硫磺完全润湿，然后再加 50mL 水，塞上瓶塞，摇振 2min ，放置 20min ，其间不时地摇振，加三滴酚酞指示剂溶液，用氢氧化钠标准滴定溶液 (4.4.2.2) 滴至粉红色并保持 30s 不褪。

4.4.4.2 空白试验

在测定的同时，按与测定相同的步骤，使用相同数量的试剂做空白试验，以校正测定结果。

4.4.5 分析结果的表述

酸度 (w_4 ，以 H_2SO_4 计) 以质量百分数表示，按式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.049}{m_0} \cdot A \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_0 ——测定时称取的试样质量， g ；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度， mol/L ；

V ——测定时耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积， mL ；

V_0 ——空白试验时耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积， mL ；

0.049 ——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的，以克表示的硫酸质量， g ；

A ——水分校正值，以 $\frac{100}{100 - w_2}$ 计算 (w_2 为水的质量百分数)。

4.4.6 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值不得大于表

8-4 的规定。

表 8-4

% (m/m)

酸 度	二次平行测定的允许差
≤0.002 0	0.000 3
> 0.002 0 ~ ≤0.006 0	0.000 4
> 0.006 0 ~ ≤0.020	0.002
> 0.02	0.003

4.5 有机物含量的测定

有机物含量的测定参照采用国际标准 ISO 2866—74 《工业硫磺——总碳含量的测定——滴定法》。

4.5.1 方法提要

试样在氧气流中燃烧，生成二氧化硫、三氧化硫，在铬酸和硫酸溶液中氧化并被吸收。

试样中的有机物燃烧生成二氧化碳，用氢氧化钡溶液吸收，然后以酚酞和甲基红-次甲基蓝作指示剂滴定。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 三氧化铬 (HG 3—934)：500g/L 溶液。

4.5.2.2 硫酸 (GB 625)：密度约 1.84g/cm³，浓度约 96% (m/m) 溶液。

4.5.2.3 过氧化氢 (GB 6684) 溶液：分析纯，约 60g/L。

4.5.2.4 氢氧化钡 (GB 630) 溶液： $c \left[\frac{1}{2} \text{Ba} (\text{OH}) _2 \right] = 0.05 \text{mol/L}$ ，使用时现配，溶液中加入数滴酚酞指示剂。

该溶液需用装有碱石棉的捕集管与空气中的二氧化碳隔绝。

4.5.2.5 盐酸 (GB 622) 标准滴定溶液： $c (\text{HCl}) = 0.050 \, 00 \text{mol/L}$ ，按 GB 601 规定配制成 $c (\text{HCl}) = 0.500 \, 0 \text{mol/L}$ 的溶液，再稀释 10 倍而得，并按该标准规定的方法标定。

4.5.2.6 氢氧化钠 (GB 629) 标准滴定溶液： $c (\text{NaOH}) = 0.050 \, 00 \text{mol/L}$ ，按 GB 601 规定配制成 $c (\text{NaOH}) = 0.500 \, 0 \text{mol/L}$ 的溶液，再稀释 10 倍而得，并按该标准规定的方法标定。

4.5.2.7 甲基红-次甲基蓝混合指示剂：按 GB 603 规定配制。

4.5.2.8 酚酞指示剂：10g/L 乙醇溶液，按 GB 603 规定配制。

4.5.2.9 铂石棉：含铂 5% ~ 10%。

4.5.2.10 碱石棉。

4.5.2.11 纯氧 (不含 CO₂)，贮于具有减压阀的钢瓶中。

4.5.3 仪器、设备

普通实验室仪器及：

4.5.3.1 燃烧和吸收装置

该装置用以使试样燃烧完全；如图 8-1 所示。

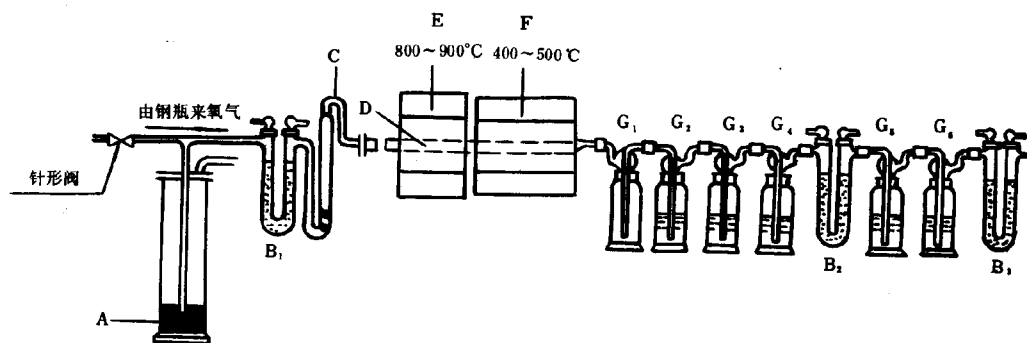


图 8-1 燃烧和吸收装置

包括：

- a. 汞封 (A)，有一内管插入汞面以下 1cm 深处。
- b. 三支 U 形管 (B_1 、 B_2 、 B_3)，具有两支侧管和磨口塞，例管直径为 15mm；U 形管高为 150mm。
- c. 流量计 (C)，适用于测量 20 ~ 200 mL/min 的氧气流量。
- d. 燃烧管 (D)，外径 15mm，长 700mm 的透明石英管，管的一端有 15mm 长的一段外径缩为 4mm。
- e. 管式炉 (E)，燃烧过程中可控制温度为 800 ~ 900℃。
- f. 管式炉 (F)，燃烧过程中可控制温度为 400 ~ 500℃。
- g. 洗气瓶 (G_1 ~ G_6) 共 6 个，容量各为 250mL。

4.5.3.2 瓷舟：88mm × 12mm。

4.5.3.3 滴定管：10mL，分度值为 0.05mL。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 燃烧装置的准备

在干燥的 U 形管 B_1 、 B_3 (4.5.3.1b) 中，装入碱石棉 (4.5.2.10)，在碱石棉上面垫一层玻璃棉。U 形管 B_2 (4.5.3.1b) 中疏松地填入玻璃棉，用以捕集测定时产生的酸蒸汽。如酸蒸汽过多，致使氢氧化钡完全被中和，则用孔径为 15 ~ 40 μm 的烧结玻璃过滤器，替换 U 形管 B_2 ，重新测定。

除非需要开启，U 形管 B_1 、 B_2 和 B_3 的气孔均应关闭。

洗气瓶 G_2 中装入至少 50mL 三氧化铬溶液 (4.5.2.1)，洗气瓶 G_3 和 G_4 中各装入至

少 50mL 硫酸溶液 (4.5.2.2)。

燃烧管 D 中装入铂石棉 (4.5.2.9)，其长度略小于管式炉 F 加热段的长度。

按图 1 所示，用橡皮短管连接整个装置。

4.5.4.2 空白试验

使管式炉 F 升温，同时以约 100mL/min 的流速使氧气通过装置。

当管式炉 F 温度达到 400 ~ 450℃ 后约 30min，取下洗气瓶 G_5 、 G_6 ，各加入 20mL 氢氧化钡溶液、40mL 水和 5mL 过氧化氢溶液，再接回装置中。应尽快地进行这些操作，以避免吸收空气中的二氧化碳。

在继续以约 100mL/min 的流速使氧气通过装置的情况下，使管式炉 E 通电，升温至 400 ~ 450℃，并维持此温度约 10min，再继续升温至 800 ~ 900℃，并维持此温度约 30min。切断管式炉 E 电源，继续通氧气约 30min，再切断管式炉 F 的电源。

拆下洗气瓶 G_5 和 G_6 ，打开瓶盖，用少量水冲洗，洗液并入吸收液中，然后按下述步骤分别做空白滴定。

以酚酞溶液 (4.5.2.8) 为指示剂，用盐酸标准滴定溶液 (4.5.2.5) 滴定吸收溶液，剧烈地搅拌，切勿滴过终点。

然后往每个洗气瓶中加二、三滴甲基红-次甲基蓝混合指示剂，准确加入一定体积 (一般为 10.0mL) 过量的盐酸标准滴定溶液 (4.5.2.5)，摇匀，用氢氧化钠标准滴定溶液 (4.5.2.6) 反滴定。

空白试验所耗用的盐酸标准滴定溶液，一般应少于 0.2mL。

按式 (5) 分别计算对 G_5 、 G_6 两洗气瓶内的吸收溶液、做空白试验所耗用的盐酸标准滴定溶液的体积：

$$V_0 = V_1 - V_2 \dots\dots\dots (5)$$

式中： V_0 ——空白试验耗用的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_1 ——准确加入的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——反滴定耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL。

注：如所用盐酸和氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度与 4.5.2 中所规定的浓度，不恰好相同，计算时应进行校正。

4.5.4.3 称样及燃烧

在瓷舟中称取未经干燥、全部通过 250 μ m 试验筛的试样 1 ~ 1.5g，精确至 0.01g。

使管式炉 F 升温，并以约 100mL/min 的流速使氧气通过装置。

当管式炉 F 温度达到 400 ~ 450℃ 后约 30min，取下洗气瓶 G_5 、 G_6 ，各加入 20mL 氢氧化钡溶液、40mL 水以及 5mL 过氧化氢溶液，用以氧化可能生成的任何亚硫酸盐。然后将洗气瓶 G_5 、 G_6 接回装置中。应尽快地进行这些操作，以避免吸收空气中的二氧化

碳。

将盛有试样的瓷舟，送至燃烧管 D 中位于进管式炉 E 前不加温的部位。立即以 100mL/min 的流速通入氧气，并使管式炉 E 升温。

当管式炉 E 温度达到 450℃ 时，维持此温度不再上升。向瓷舟方向缓慢移动管式炉 E，使硫磺燃烧，而微量的含碳物留在瓷舟和燃烧管 D 内。如果燃烧过于激烈，吸收瓶 G₂ 中的三氧化铬溶液可能回抽，应增大氧气流速予以防止。如果硫磺升华到瓷舟外并冷凝在瓷舟和铂石棉之间，应移动管式炉 E 使硫磺燃烧完全。

硫磺缓慢燃烧完毕后，将管式炉 E 移至加热瓷舟的位置，升温至 800 ~ 900℃，加热燃烧管 D 和瓷舟约 30min，使残留的碳燃烧和碳酸盐分解。切断管式炉 E 的电源，继续通氧气约 30min，吹净装置，再切断管式炉 F 的电源。

4.5.4.4 测定释出的二氧化碳

当二氧化碳全部被吸收（藉观察洗气瓶 G₅、G₆ 中的沉淀是否完全）后，拆下洗气瓶 G₅ 和 G₆。打开瓶盖，用少量水冲洗，洗液并入吸收液中。然后按下述步骤分别测定两个洗气瓶中所吸收的二氧化碳。

以酚酞溶液（4.5.2.8）为指示剂，用盐酸标准滴定溶液（4.5.2.5）滴定吸收溶液，剧烈地搅拌，切勿滴过终点。

然后往每个洗气瓶加二、三滴甲基红-次甲基蓝混合指示剂，准确加入一定体积（一般为 10.0mL）过量的盐酸标准滴定溶液（4.5.2.5），摇匀，用氢氧化钠标准滴定溶液（4.5.2.6）反滴定。

中和 G₅、G₆ 两洗气瓶中 CO₃²⁻ 所耗用的盐酸标准滴定溶液（4.5.2.5）的体积，按式（6）计算：

$$V_3 = V_4 - V_5 - V_0 \dots\dots\dots (6)$$

式中：V₃——中和 CO₃²⁻ 所耗用的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V₄——准确加入的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V₅——反滴定耗用的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V₀——由式（5）得到的空白试验耗用的盐酸标准滴定溶液体积，mL。

注：如所用盐酸和氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度与 4.5.2 中所规定的浓度，不恰好相同，计算时应进行校正。

4.5.5 分析结果的表述

有机物含量（w₅）以质量百分数表示，按式（7）计算：

$$w_5 = \frac{0.0003 \cdot V}{m_0} \cdot A \times 1.25 \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：0.0003——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液〔c（HCl）= 0.050 00mol/L〕相当的，以克表示的碳的质量，g；

V ——试样所耗用的盐酸标准滴定溶液的总体积〔即式（6）中 V_3 的和〕，
mL；

m_0 ——称取的试样量，g；

A ——水分校正值，以 $\frac{100}{100 - w_2}$ 计算（ w_2 为水的质量百分数）；

1.25——由碳换算成有机物的系数。

4.5.6 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值不得大于表 8-5 的规定。

表 8-5 % (m/m)

有机物含量	二次平行测定的允许差
$> 0.005 \sim \leq 0.030$	0.006
$> 0.030 \sim \leq 0.060$	0.010
$> 0.06 \sim \leq 0.20$	0.02
$> 0.20 \sim \leq 0.50$	0.08

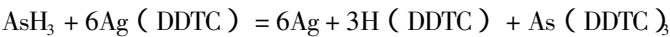
4.6 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

砷含量的测定等效采用国际标准 ISO 3705—1976《工业硫磺——砷含量的测定——二乙基二硫代氨基甲酸银光度法》。

本方法为工业硫磺中砷含量测定的仲裁法。

4.6.1 方法提要

试样溶解于四氯化碳中，用溴和硝酸氧化。在硫酸介质中，用金属锌将砷还原为砷化氢，用二乙基二硫代氨基甲酸银的吡啶溶液吸收砷化氢，生成紫红色胶态银溶液，然后对此溶液做光度测定。反应式如下：



4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 无砷金属锌（GB 2304）：粒径 0.5 ~ 1mm 或 5mm。使用前用 1 + 1 盐酸处理，然后用蒸馏水洗涤。

4.6.2.2 硝酸（GB 626）：密度为 1.40g/cm³。

4.6.2.3 硫酸（GB 625）溶液：1 + 1 溶液。

4.6.2.4 氢氧化钠（GB 629）溶液：50g/L。

4.6.2.5 碘化钾（GB 1272）溶液：150g/L。

4.6.2.6 氯化亚锡（GB 638）溶液：400g/L。溶解 40g 二水合氯化亚锡于 100mL 浓度 $c(\text{HCl}) = 9\text{mol/L}$ 的盐酸中。

4.6.2.7 乙酸铅 (HG 3—974) 溶液: 200g/L。

4.6.2.8 乙酸铅棉花: 用乙酸铅溶液 (4.6.2.7) 将脱脂棉浸透, 取出沥干, 在室温下干燥, 保存在密闭容器内。

4.6.2.9 溴-四氯化碳溶液: 溴 (GB 1281) 与四氯化碳 (GB 688) 体积比为 2:3。

4.6.2.10 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液 (简称 AgDDTC 吡啶溶液): 5g/L 吡啶溶液。该溶液应保存在密闭棕色玻璃瓶中, 有效期为两周。

4.6.2.11 砷标准溶液: 0.10 0g/L。

称取 0.132 0g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷 (GB 673), 精确至 0.000 1g。置于 100mL 烧杯中, 用约 2mL 氢氧化钠溶液 (4.6.2.4) 加以溶解。定量地移此溶液于 1 000mL 容量瓶中, 用水洗涤烧杯数次, 洗涤液并入容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

1mL 该标准溶液含砷 100 μ g。

4.6.2.12 砷标准溶液: 2.5mg/L。

吸取 25.0mL 砷标准溶液 (4.6.2.11), 置于 1 000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液使用时配制。

1mL 该溶液含砷 2.5 μ g。

4.6.3 仪器、设备

定砷所用的玻璃仪器都必须用铬酸洗液洗涤, 洗涤时注意不要把铬酸洗液溅在眼睛、皮肤和衣服上, 然后用水充分洗涤干净, 烘干。

普通实验室仪器及

4.6.3.1 分光光度计。

4.6.3.2 定砷仪, 如图 8-2 所示, 其组成部分有:

锥形瓶: 容积 100mL, 用于发生砷化氢;

连接管: 捕集硫化氢用;

15 球吸收器: 吸收砷化氢用。

4.6.4 分析步骤

基于吡啶的毒性和难闻的气味, 操作时必须小心, 并应在良好的通风厨中进行。溶解试样时应戴医用手套。

4.6.4.1 试液的制备

称取约 5g 试样 (5.3.4), 精确至 0.1g, 置试样于 400mL 烧杯中。

在良好的通风厨内, 向烧杯中加入 20mL 溴-四氯化碳 (4.6.2.9), 静置 45min, 在轻微搅拌下, 分三次加入 25mL 硝酸 (4.6.2.2), 也可分数次加下, 以防止亚硝酸烟的逸出太快。第一次加入约 5mL 硝酸, 加盖表面皿, 摇匀。细心观察, 待烧杯口稍有棕色烟冒出时, 立即将烧杯置于冰水浴中, 不断摇动, 直至无明显棕色烟冒出。然后再次

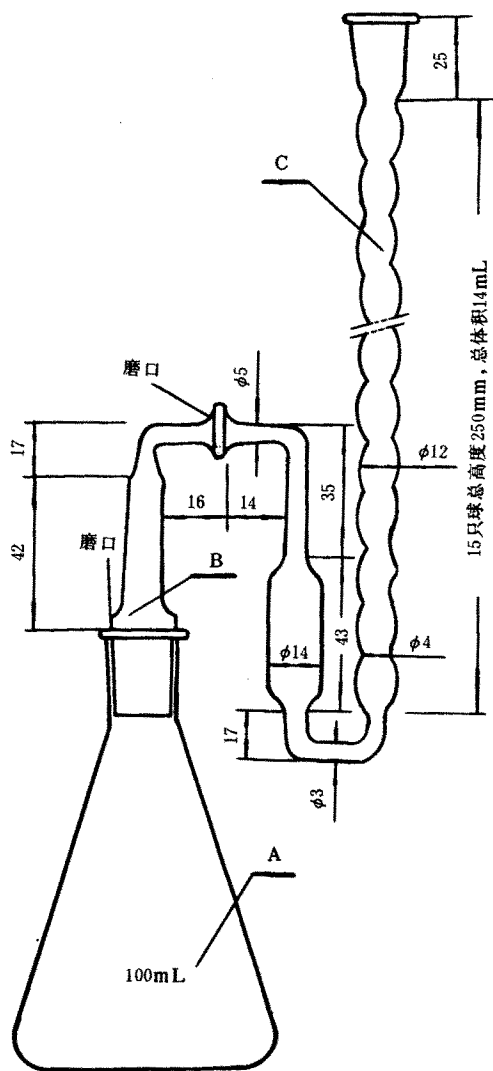


图 8-2 定砷仪

A—锥形瓶；B—连接导管；C—15 连球吸收管

加入硝酸，同样观察和操作，直至加完硝酸而烧杯内剩余少量的溴为止。如果硫磺未能完全溶解，应再用数毫升溴-四氯化碳和硝酸溶液，继续溶解。

为了除去多余的溴、四氯化碳和硝酸，将烧杯置于沸水浴上加热，至溶液呈无色透明。如果溶液混浊，则冷却后再加一些硝酸溶液，蒸发至不再有亚硝酸烟逸出，且溶液呈无色透明。再用少量水冲洗烧杯，将烧杯置于按浴上蒸发至逸出白色硫酸烟雾，冷却。如此重复三次，以除去痕量的亚硝酸化合物。冷却后，用水稀释至约 80mL，冷却至室温。

当试样中砷含量大于 0.001% (m/m) 时, 将试液定量地移入 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。准确吸取该液 20.0mL, 置于定砷用锥形瓶中, 加入 10mL 硫酸溶液 (4.6.2.3) 和 10mL 水。

当试样中砷含量在 0.001% ~ 0.0001% (m/m) 之间时, 将试液定量地移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。准确吸取该液 20.0mL, 置于定砷用锥形瓶中, 加入 10mL 硫酸溶液 (4.6.2.3) 和 10mL 水。

当试样中砷含量小于 0.0001% (m/m) 时, 不必稀释, 将试液全部移至定砷用锥形瓶中, 加热浓缩至体积为 40mL, 不再加硫酸溶液。

4.6.4.2 空白试验

在测定的同时, 按与测定相同的步骤, 使用相同数量的全部试剂做空白试验。

4.6.4.3 工作曲线的绘制

每换一批金属锌或新配一次 AgDDTC 吡啶溶液, 就必须做一次工作曲线。

在 6 个定砷用锥形瓶中, 分别加入由表 8 - 6 所示的一定体积的砷标准溶液 (4.6.2.12)。

表 8 - 6

砷标准溶液体积, mL	相应的砷质量, μg
0 ¹⁾	0
1.00	2.5
2.00	5.0
4.00	10.0
6.00	15.0
8.00	20.0

注: 1) 空白溶液。

在每一个定砷用锥形瓶中加入 10mL 硫酸溶液 (4.6.2.3), 加水至体积约 40mL, 加 2mL 碘化钾溶液 (4.6.2.5) 和 2mL 氯化亚锡溶液 (4.6.2.6), 摇匀, 静置 15min。

在每支连接管中塞入少量乙酸铅棉花, 以便吸收与砷化氢一同逸出的硫化氢。

在磨口玻璃接头上涂上薄薄一层真空油脂。吸取 5.0mL AgDDTC 吡啶溶液 (4.6.2.10) 于 15 球吸收器中。

静置 15min 后, 借助漏斗往定砷用锥形瓶中加入 5g 金属锌粒, 迅速按图 2 所示连接仪器, 放置 45min, 使反应完全。

拆开 15 球吸收器, 摇幌此吸收器, 以使在较低部位形成的红色沉淀溶解, 并使溶液完全混匀。

此种有色溶液在暗处可以稳定约 2h, 因此须在 2h 内完成测定。

在 540nm 波长处，用 1cm 吸收池，以空白溶液为参比，将分光光度计的吸光度调整到零后，测出各标准溶液的吸光度。以标准比色溶液中砷的质量（ μg ）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.6.4.4 测定

在按 4.6.4.1 步骤准备的、盛有 40mL 溶液的定砷用锥形瓶中，加 2mL 碘化钾溶液（4.6.2.5）和 2mL 氯化亚锡（4.6.2.6），摇匀，静置 15min。然后按 4.6.4.3 中自“在每连接管中塞入少量乙酸铅棉花……”至“……将分光光度计的吸光度调整到零后，测出溶液的吸光度”的步骤进行。

4.6.5 分析结果的表述

根据测得的溶液吸光度，从工作曲线上查出相应的砷质量（ μg ），
砷含量（ w_6 ）以质量百分数表示，按式（8）计算：

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \cdot K \cdot A \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中： m_0 ——称取试样质量，g；
 m ——从工作曲线上查得的砷质量， μg ；
 K ——稀释倍数；
 A ——水分校正值，以 $\frac{100}{100 - w_2}$ 计算（ w_2 为水的质量百分数）。

4.6.6 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值不得大于表 8-7 的规定。

表 8-7 %(m/m)

砷 含 量	两次平行测定的允许差
≤ 0.001	0.000 1
$> 0.001 \sim \leq 0.005$	0.000 5
$> 0.005 \sim \leq 0.010$	0.001
$> 0.01 \sim \leq 0.05$	0.005
> 0.05	0.01

4.7 砷含量的测定 古蔡法

4.7.1 方法提要

试样溶解于四氯化碳中，用溴和硝酸氧化。在硫酸介质中，用金属锌将砷还原为砷化氢，砷化氢在溴化汞试纸上形成红棕色砷斑，与标准色阶比较，测定砷含量。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 砷标准溶液：1.00mg/L。

准确吸取 5.0mL 砷标准溶液 (4.6.2.11)，置于 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

1mL 该标准溶液含砷 $1\mu\text{g}$ 。

4.7.3 仪器、设备

普通实验室仪器及

4.7.3.1 定砷器：如图 8-3 所示。

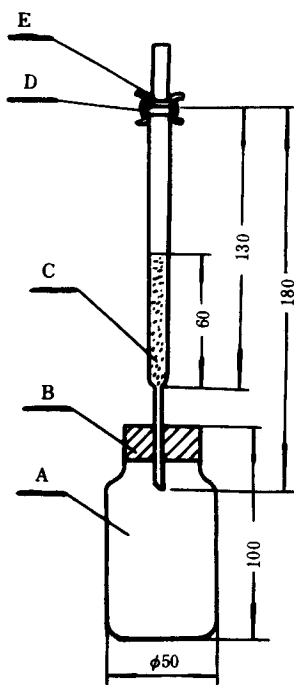


图 8-3 定砷器

A—广口瓶；B—胶塞；C—玻璃管；D—玻璃管上端管口；E—玻璃帽

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试液的制备

操作步骤均同 4.6.4.1 条规定；仅将 4.6.4.1 条中的“置于定砷用锥形瓶中”改为“置于定砷用的广口瓶中”。

4.7.4.2 标准色阶的制作

分别吸取 0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0mL 砷标准溶液 (4.7.2.1)，置于定砷器的广口瓶中，加入 10mL 硫酸溶液 (4.6.2.3)，加水至体积约为 40mL，再加入 2mL 碘化钾溶液 (4.6.2.5) 和 2mL 氯化亚锡溶液 (4.6.2.6)，摇匀，静置 15min。

将溴化汞试纸 (4.7.2.2) 预先剪成圆形，直径约 20mm，置于定砷器的玻璃管上端

口 D 和玻璃帽 E 之间，且用橡皮圈固定。然后往定砷器广口瓶中，加入 5g 金属锌，迅速按图 3 连接好仪器，使反应进行 45min。取出溴化汞试纸，注明相应的砷质量，用熔融石蜡浸透，贮于干燥器中。

4.7.4.3 测定

在盛有试液的定砷用广口瓶中，加 2mL 碘化钾溶液（4.6.2.5）和 2mL 氯化亚锡溶液（4.6.2.6），摇匀，静置 15min。然后按 4.7.4.2 中自“将溴化汞试纸（4.7.2.2）预先剪成圆形……”以下步骤进行。将所得色斑与标准色阶比较，测得砷质量。

4.7.5 分析结果的表述

砷含量（ w_7 ）以质量百分数表示，按式（9）计算：

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \cdot K \cdot A \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中： m_0 ——称取试样质量，g；
 m ——测得试液中的砷含量， μg ；
 K ——稀释倍数；
 A ——水分校正值，以 $\frac{100}{100 - w_2}$ 计算（ w_2 为水的质量百分数）。

4.7.6 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值不得大于表 8-8 的规定。

表 8-8 %(m/m)

砷 含 量	两次平行测定允许差
≤ 0.001	0.000 1
$> 0.001 \sim \leq 0.005$	0.000 5
$> 0.005 \sim \leq 0.01$	0.001
$> 0.01 \sim \leq 0.05$	0.005
> 0.05	0.02

4.8 铁含量的测定

铁含量的测定参照采用国际标准 ISO 6685—1982《工业用化学产品铁含量的测定——1，10-菲啰啉分光光度法》。

4.8.1 方法提要

试样燃烧后，其残渣溶解于硫酸中，用氯化羟胺还原溶液中的铁，在 pH2~9 条件下，二价铁离子与 1，10-菲啰啉反应生成橙色络合物，对此络合物进行吸光度测定。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 1, 10-菲啰啉（GB 1293）溶液：1g/L。

称取 0.1g1, 10-菲啰啉溶于少量水中，加入 0.5mL 盐酸〔浓度 $c(\text{HCl}) = 1\text{mol/L}$ 〕，溶解后用水稀释至 100mL，避光保存。

4.8.2.2 氯化羟胺（GB 6685）溶液：10g/L。

4.8.2.3 盐酸（GB 622）溶液： $c(\text{HCl}) = 1\text{mol/L}$ 。

4.8.2.4 硫酸（GB 625）溶液：1 + 1 溶液。

4.8.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH = 4.5，按 GB 603 规定配制。

4.8.2.6 铁标准溶液：0.100g/L。

称取十二水合硫酸铁铵（GB 1279）〔 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 〕0.863 5g，溶解于 200mL 水中，移入 1 000mL 容量瓶中，加 5mL 浓盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

1mL 该标准溶液含铁 100 μg 。

4.8.2.7 铁标准溶液：0.010g/L。

用铁标准溶液（4.8.2.6）稀释 10 倍而得，此溶液使用时配制。

1mL 该标准溶液含铁 10 μg 。

4.8.3 仪器、设备

普通实验室仪器及

4.8.3.1 分光光度计。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 试液的制备

在 50mL 瓷坩埚中称取 5 ~ 10g 试样（5.3.4），精确至 0.1g。在电炉上缓慢地加热燃烧坩埚中的硫磺，燃烧完毕后，移至温度在 600℃ 的高温电炉中灼烧 15min。取出冷却，加 5mL 硫酸（4.8.2.4），在沙浴上加热使残渣溶解，蒸干硫酸。冷却后，加 2mL 盐酸（4.8.2.3）20mL 水，再加热溶解残渣。将试液移入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，备用。

4.8.4.2 工作曲线的绘制

在 11 个 50mL 容量瓶中按表 8 - 9 所示，分别加入铁标准溶液（4.8.2.7）。

表 8 - 9

铁标准溶液体积，mL	相应的铁质量， μg
0 ¹⁾	0
2.5	25
5.0	50
7.5	75

续表

铁标准溶液体积，mL	相应的铁质量，μg
10.0	100
12.5	125
15.0	150
17.5	175
20.0	200
22.5	225
25.0	250

注：1) 空白溶液。

对每一容量瓶中的溶液做下述处理，加水至约 25mL，加 2.5mL 氯化羟胺和 5mL 缓冲溶液，5min 后加 5mL 1，10-菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 15 ~ 30min，显色。

在 510nm 波长处，用 1cm 吸收池，以水作参比，将分光光度计的吸光度调整到零后，测量标准显色溶液的吸光度。

从每一标准显色溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度，以所得的吸光度为纵坐标，相应的铁质量为横坐标，绘制工作曲线。

4.8.4.3 测定

取一定量的试液（4.8.4.1），使其含铁量在 50 ~ 200μg 之间，置于 50mL 容量瓶中，加水至约 25mL，然后按 4.8.4.2 中自“加 2.5mL 氯化羟胺溶液...”至“.....测量试液的吸光度”的步骤进行。

4.8.4.4 空白试验

在测定的同时，按与测定相同的步骤，使用同样数量的试剂做空白试验。

4.8.5 分析结果的表述

从试液的吸光度值减去空白试液的吸光度值，根据所得吸光度值差，从工作曲线上查得相应的铁质量。

铁含量（ w_8 ）以质量百分数表示，按式（10）计算：

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \cdot K \cdot A \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中： m_0 ——称取试样的质量，g；

m ——从工作曲线上查得试液的铁质量，μg；

K ——稀释倍数；

A ——水分校正值，以 $\frac{100}{100 - w_2}$ 计算（ w_2 为水的质量百分数）。

4.8.6 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值不得大于表 8-10 的规定。

表 8-10 % (m/m)

铁 含 量	两次平行测定允许差
≤ 0.001	0.0002
$> 0.001 \sim \leq 0.003$	0.0006
$> 0.003 \sim \leq 0.005$	0.001

4.9 粉状硫磺筛余物的测定

4.9.1 仪器、设备

4.9.1.1 试验筛 (GB 6003) : R40/3 系列。

4.9.1.2 振筛机。

4.9.2 分析步骤

称取粉状硫磺 20g，精确至 0.1g，置于 150 μ m 试验筛上，将 75 μ m 试验筛、筛底盘依次放在 150 μ m 试验筛下面，盖上筛盖，机械过筛 20min。然后打开筛盖，用软毛刷捻碎结成块的硫磺粉，将筛网背面的硫磺刷入下面的筛或筛底盘中，盖上筛盖再行过筛，直至筛余物不再通过为止。

过筛完毕，用软毛刷把两个筛内的余留物分别移至两个已称量的表面皿上，称量，精确至 0.001g。

如果没有振筛机，亦可进行手工过筛，步骤同上。

4.9.3 分析结果的表述

每号筛上的筛余物 (w_9) 以质量百分数表示，按式 (11) 计算：

$$w_9 = \frac{m}{m_0} \cdot 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中： m_0 ——称取试样的质量，g；
 m ——筛余物的质量，g。

4.10 200℃时残渣的测定

200℃时残渣的测定参照采用国际标准 ISO 3425—1975《工业用硫磺——在 200℃时加热残渣的测定》。

4.10.1 方法提要

试样在 200℃时，于氮气流中缓慢地蒸发挥发物质和硫磺，然后称置残渣。

4.10.2 仪器、设备

普通实验室仪器及

4.10.2.1 瓷舟：60mm×30mm×15mm 或 50mm×28mm×15mm。

4.10.2.2 烘箱：能控制温度 $200 \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

4.10.2.3 氮气：贮于具减压阀的钢瓶中。

4.10.2.4 缓冲瓶、洗气瓶：容积为 250mL 的洗气瓶，一为空瓶，作缓冲用；一内装 3/4 容积的、密度为 $1.84\text{g}/\text{cm}^3$ 的硫酸，作洗气用。

4.10.2.5 试验筛（GB 6003）：R40/3 系列。

4.10.3 分析步骤

4.10.3.1 试样的准备

试样通过 2.00mm 试验筛，在电烘箱内于 80°C 干燥 2h。

4.10.3.2 器皿的准备

将瓷舟（4.10.2.1）置于电烘箱内，于 200°C 干燥，然后取出冷却，称量，直至恒重，精确至 0.000 2g。

4.10.3.3 测定

在器皿（4.10.3.2）中称取约 2g 试样（4.10.3.1），精确至 0.000 2g。

将盛有试样的瓷舟置于烘箱中，通入氮气，为此在烘箱底部氮气入口处装一玻璃管，用橡皮管将其与洗气瓶、缓冲瓶（4.10.2.4）相连，缓冲瓶再与氮气钢瓶的减压阀相连。烘箱温度控制在 $200 \pm 10^{\circ}\text{C}$ ；氮气流速控制为每秒 2~3 个气泡。使试样中硫磺和挥发物质慢慢蒸发，这大约需 12h。然后取出瓷舟，在干燥器中冷却，称量，精确至 0.000 2g。再将瓷舟置于烘箱中，重复上述操作，直至二次称量之差小于 0.001 g。

4.10.4 分析结果的表述

200°C 时残渣含量（ w_{10} ）以质量百分数表示，按式（12）计算：

$$w_{10} = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中： m_0 ——称取试样的质量，g；

m ——试样在 200°C 时残渣的质量，g。

4.10.5 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果，二次平行测定结果的差值不得大于 0.080%。

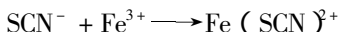
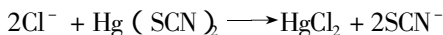
4.11 氯化物含量的测定

氯化物含量的测定等同采用国际标准 ISO 5793—1978《工业硫磺中氯化物含量的测定——光度法》。

4.11.1 方法提要

以异丙醇水溶液煮沸浸取出试样中的氯化物，在酸性溶液中定量取代硫氰酸汞中硫氰酸根，释放出的硫氰酸根与三价铁离子反应，生成红色的硫氰酸铁，用分光光度法测

量吸光度，从而间接测定氯化物含量。反应如下：



4.11.2 试剂和材料

必须在无氯环境中制备和贮存试剂及其溶液，试验用水为符合 GB 6682 规定的二级水。

4.11.2.1 异丙醇（HG 3—1167）溶液：1+7 溶液。

4.11.2.2 硝酸铁溶液：8.0g/L。

往 500mL 锥形瓶中，加入 80mL 水，4.0g 铁丝（纯度大于 99.5%），然后慢慢加入 80mL 硝酸（GB 626），将锥形瓶置于电炉上，于通风厨内缓缓加热，待激烈反应后，加热至沸，使反应完全。再加几滴过氧化氢（GB 6684）脱色，煮沸 2min，放冷，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

1mL 该溶液含铁 8mg。

4.11.2.3 硫氰酸汞溶液：0.500g/L。

准确称取 0.100g 硫氰酸汞（HG 12—935），精确至 0.001g，搅拌使之溶解于 180mL 50℃ 的水中，将溶液过滤于 200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

1mL 该溶液含硫氰酸汞 0.5mg。

4.11.2.4 氯化钠标准溶液：0.100g/L。

准确称取 0.165g 预先在 500℃ 灼烧至恒重的氯化钠（GB 1253），精确至 0.001g。置于烧杯中，加水溶解后，移入 1 000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

1mL 该标准溶液含氯 100μg。

4.11.2.5 氯化钠标准溶液：0.010g/L。

准确吸取 20mL 氯化钠标准溶液（4.11.2.4），移入 200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用时配制。

1mL 该标准溶液含氯 10μg。

4.11.3 仪器、设备

所用玻璃仪器应先用硝酸溶液（GB 626）洗涤，然后用水清洗干净。

普通实验室仪器及

4.11.3.1 分光光度计。

4.11.3.2 试验筛（GB 6003）：R40/3 系列。

4.11.4 分析步骤

4.11.4.1 试样的制备

充分研磨试样，使其通过 250μm 试验筛。称取 20~100g 磨细的试样，精确至 0.1g。

4.11.4.2 工作曲线的制作

在 6 个 50mL 容量瓶中，按表 8-11 所示，分别加入氯化钠标准溶液（4.11.2.5）。

表 8-11

氯化钠标准溶液体积，mL	相应的氯质量， μg
0 ¹⁾	0
1.0	10
2.5	25
5.0	50
7.5	75
10.0	100

注：1) 空白溶液。

向每个容量瓶中，按次序加入 5mL 硝酸（GB 626），5mL 硝酸铁溶液（4.11.2.2），20mL 硫氰酸汞溶液（4.11.2.3）。用水稀释至刻度，摇匀，放置 30min，显色。

在 460nm 波长处，用 5cm 吸收池，以水作参比，将分光光度计的吸光度调为零后，测量各标准溶液的吸光度。

从各标准溶液的吸光度中，减去空白溶液的吸光度，以所得的吸光度为纵坐标，相应的氯质量为横坐标制作工作曲线。

4.11.4.3 测定

将试样（4.11.4.1）置于 500mL 烧瓶中，准确加入 200mL 异丙醇水溶液（4.11.2.1）。连接好回流冷凝管、打开冷却水，缓缓煮沸烧瓶中的溶液，回流 30min。冷却后，用中速无氯滤纸过滤。弃去起初大约 100mL 滤液，收集其余滤液，不必洗涤。

注：无氯滤纸的制备：将直径 11cm 的中速定量滤纸折叠后，紧贴于口径为 60mm 的长颈漏斗中，用沸水洗涤 10~15 次。

准确吸取适量滤液于 50mL 容量瓶中，按次序加入 5mL 硝酸（GB 626），5mL 硝酸铁溶液（4.11.2.2），20mL 硫氰酸汞溶液（4.11.2.3），用水稀释至刻度，摇匀，放置 30min，显色。

在 460nm 波长处，用 5cm 吸收池，以水作参比，将分光光度的吸光度调为零后，测量试液和空白溶液的吸光度。

4.11.5 分析结果的表述

从试液吸光度中减去空白溶液的吸光度，以所得吸光度从工作曲线上查出相应的氯质量。

氯化物含量（ w_{11} ）以质量百分数表示，按式（13）计算：

$$w_{11} = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times \frac{200}{V} \cdot A \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

4.12.2.9 3, 3'-二氨基联苯胺盐酸盐溶液: 5g/L, 使用时现配, 贮于棕色瓶中。

此试剂有毒, 勿与手直接接触。

4.12.2.10 硒标准溶液: 0.50 0g/L。

称取 0.2500g 硒 (光谱纯) 置于 50mL 烧杯中, 加入 5mL 硝酸 (GB 626), 在水浴上加热溶解, 至溶液呈透明无色, 待冷却后全部移入 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

1mL 该标准溶液含硒 $500\mu\text{g}$ 。

4.12.2.11 硒标准溶液: 0.005g/L。

准确吸取 5.0mL 硒标准溶液 (4.12.2.10), 移入 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

1mL 该标准溶液含硒 $5\mu\text{g}$ 。

4.12.3 仪器、设备

普通实验室仪器及

4.12.3.1 分光光度计。

4.12.3.2 电动离心机。

4.12.3.3 pH 计。

4.12.3.4 试验筛 (GB 6003): R40/3 系列。

4.12.4 分析步骤

4.12.4.1 试样的制备

将试样 (5.3.4) 磨细, 通过孔径 $250\mu\text{m}$ 试验筛, 并置于扁形称量瓶内, 在 80°C 恒重 4h 后, 放入干燥器中冷却至室温, 立即称样。

4.12.4.2 测定硒含量不小于 2.5ppm 的试样

a. 工作曲线的制作

分别吸取 0、0.50、1.50、2.00、3.00、4.00mL 标准溶液 (4.12.2.11), 置于一组 50mL 烧杯中。根据测定称取的硫磺试样量, 按每克硫磺需加 3.3g 氯化铵的比例, 添加一定量的氯化铵于每一烧杯中。分别加入 2mL EDTA 溶液, 用盐酸 (4.12.2.4) 和氨水 (4.12.2.6) 调节溶液 pH 至 2~3, 再加入 2mL 甲酸 (4.12.2.8) 和 2mL 3, 3'-二氨基联苯胺 (4.12.2.9)。用水将每一烧杯中的溶液调至相同体积, 置于沸水浴中加热显色 10min。冷却后调节溶液 pH 至 6~7, 然后将溶液移入 60mL 分液漏斗中, 用水调节溶液体积约为 26mL, 准确加入 10mL 甲苯, 充分振荡 1min 后静止分层, 除去水相。将有机相移入 10mL 离心管, 并加入少许无水硫酸钠, 置于离心机中分离 1~2min, 然后移入 3cm 吸收池, 以甲苯作参比, 在分光光度计 420nm 波长处测量吸光度。

从标准溶液吸光度中减去空白溶液吸光度, 以所得的吸光度为纵坐标, 相应的硒质量为横坐标做工作曲线。

b. 测定

称取试样 (4.12.4.1) 0.5 ~ 5g (视试样含硒量的多少而定), 精确至 0.1g, 置于 400mL 烧杯中, 向烧杯中加入 20mL 溴-四氯化碳溶液, 静置 45min, 然后按 4.6.4.1 中自“在轻微搅拌下, 分三次加入硝酸……”至“……以除去痕量的亚硝酸化合物”步骤进行。冷却后将溶液全部移入 50mL 或 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

准确吸取 5.0mL 或 10.0mL 试液, 置于 50mL 烧杯中, 按每克硫磺需加入 3.3g 氯化铵的比例, 添加一定量的氯化铵。将烧杯置于冰水浴中, 在不断摇动的同时, 慢慢滴入 1+1 氨水, 直至滴入 1 滴氨水后、溶液不再明显发热为止。待溶液冷却至室温, 加入 2mLEDTA 溶液, 以下按 4.12.4.2a 中自“用盐酸 (4.12.2.4) 和氨水 (4.12.2.6) 调节溶液 pH 至 2~3, ……”至“……在分光光度计 420nm 波长处测量吸光度”。步骤进行。

在测定的同时, 按与测定相同的步骤, 使用同样数量的试剂, 做空白试验。

从萃取液的吸光度中减去空白溶液的吸光度, 根据所得的吸光度从工作曲线上查出相应的硒质量。

4.12.4.3 测定硒含量小于 2.5ppm 的试样

a. 工作曲线的制作

分别吸取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、3.00、400mL 标准溶液 (4.12.2.11), 置于盛有 10g 氯化铵的一组 100mL 烧杯中, 各加入 4mLEDTA 溶液, 用盐酸 (4.12.2.4) 和氨水 (4.12.2.6) 调节溶液 pH 至 2~3, 再加入 4mL 甲酸 (4.12.2.8) 和 4mL 3, 3'-二氨基联苯胺 (4.12.2.9)。用水将每一烧杯中的溶液调至相同体积, 置于沸水浴中加热显色 10min。冷却后调节溶液 pH 至 6~7, 然后将溶液移入 125mL 分液漏斗中, 用水调节溶液体积约为 40mL, 准确加入 15mL 甲苯, 充分振荡 1min 后静止分层, 除去水相。将有机相移入 15mL 离心管, 并加入少许无水硫酸钠, 置于离心机中分离 1~2min, 然后移入 5cm 吸收池, 以甲苯作参比, 在分光光度计 420nm 波长处测量吸光度。

从标准溶液吸光度中减去空白溶液吸光度, 以所得的吸光度为纵坐标, 相应的硒质量为横坐标做工作曲线。

b. 测定

称取试样 (4.12.4.1) 约 3g, 精确至 0.1g, 置于 400mL 烧杯中, 向烧杯中加入 20mL 溴-四氯化碳溶液, 静置 45min, 然后按 4.6.4.1 中自“在轻微搅拌下, 分三次加入硝酸, ……”至“……以除去痕量的亚硝酸化合物。”步骤进行。

冷却后, 将试液全部移入 100mL 烧杯中, 加 10g 氯化铵。然后按 4.12.4.3a 中自“各加入 4mLEDTA 溶液, ……”至“……在分光光度计 420nm 波长处测量吸光度”。步骤进行。

在测定的同时, 按与测定相同的步骤, 使用同样数量的试剂, 做空白试验。

从萃取液的吸光度中减去空白溶液的吸光度, 根据所得的吸光度从工作曲线上查出

相应的硒质量。

4.12.5 分析结果的表述

硒含量 (w_{12}) 以质量百分数表示, 按式 (14) 计算:

$$w_{12} = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} K \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中: m_0 ——称取试样的质量, g;
 m ——从工作曲线上查得的硒质量, μg ;
 K ——稀释倍数。

4.12.6 允许差

取二次平行测定的算术平均值作为分析结果, 二次平行测定结果的差值不得大于表 8-13 的规定。

表 8-13 % (m/m)

硒 含 量	两次平行测定的允许差
$> 0.000\ 2 \sim \leq 0.001\ 0$	0.000 08
$> 0.001\ 0 \sim \leq 0.005\ 0$	0.000 3
$> 0.005\ 0 \sim \leq 0.010$	0.000 5
$> 0.010 \sim \leq 0.030$	0.001

5 检验规则

5.1 工业硫磺由生产厂的质量检验部门按批检验, 每批出厂的工业硫磺必须符合本标准的要求, 并附有质量证明书, 其内容应包括: 生产厂厂名、商标、产品名称、本标准号、等级、批号、总重及净重、出厂日期等。

5.2 使用单位有权按照本标准的检验规则和试验方法, 验收所收到的工业硫磺。

5.3 试样的采取和制备

5.3.1 粒状和片状硫磺的取样方法

5.3.1.1 包装产品的取样

在用袋包装的情况下, 总体物料的单元数小于 500 时, 取样单元数可直接按表 8-14 查得; 如总单元数大于 500 时, 按总单元数的立方根的三倍数 $3\sqrt[3]{N}$ (N 为总件数) 来确定取样单元数, 如遇小数则进为整数。

表 8-14

总单元 (件) 数	取样单元 (件) 数	总单元 (件) 数	取样单元 (件) 数
1 ~ 10	全部	182 ~ 216	18
11 ~ 49	11	217 ~ 254	19

续表

总单元（件）数	取样单元（件）数	总单元（件）数	取样单元（件）数
50 ~ 64	12	255 ~ 296	20
65 ~ 81	13	297 ~ 343	21
82 ~ 101	14	344 ~ 394	22
102 ~ 125	15	395 ~ 450	23
126 ~ 151	16	451 ~ 512	24
152 ~ 181	17		

从选出的袋件中，用取样器插入 2/3 深处，取出试样合并缩分成 2kg 左右的总样。

5.3.1.2 散装产品的取样

按表 8-15 中的规定，确定取样单元（点）数，然后用取样器，在选出的取样点上，插入 0.3~0.5m 深处，取出试样合并、缩分成 2kg 左右的总样。

表 8-15

批量，t	采样单元（点）数
< 2.5	7
2.5 ~ 80	批量（t）× 20（计算至整数）
> 80	40

5.3.2 块状硫磺的取样方法

5.3.2.1 包装产品的取样

在用袋包装的情况下，按 5.3.1.1 规定，确定采样单元数。然后从选出的袋件内的硫磺块上，用手锤在不同部位敲取块径小于 25mm 的碎块，取出的试样，合并缩分成 2kg 左右的总样。

5.3.2.2 散装产品的取样

按 5.3.1.2 规定，确定取样单元（点）数。在选出的取样点上，用手锤从硫磺块的不同部位敲取块径小于 25mm 的碎块，取出的试样合并缩分成 2kg 左右的总样。

5.3.3 粉状硫磺的取样方法

按 5.3.1.1 规定确定采样单元数，并取总样。

5.3.4 试样的制备

将取得的总样磨碎至通过孔径为 2.00mm 的试验筛（粉状硫磺不必研磨），以四等分法分成两份，一份供测定水分用；另一份磨碎至通过孔径为 600μm 的试验筛，再用四等分法分成两份，一份供测定（除水分外）用，另一份保存 3 个月备复检。这些样品分别装入清洁、干燥的广口瓶中，加盖密封，然后贴上标签，注明生产厂厂名、产品名称、批号、取样日期、取样人姓名等。

5.4 检验结果即使有一项指标不符合本标准要求，应重新自同批产品的两倍量的包装

中或取样点上取样,进行检验。重新检验的结果,即使只有一项指标不符合要求,则整批硫磺不得验收。

5.5 若供需双方对产品质量发生异议,则由仲裁部门或经双方同意的第三方仲裁。

6 包装、标志、运输和贮存

6.1 工业硫磺用塑料编织袋或麻袋、内衬塑料薄膜袋包装。

块状硫磺也可用塑料编织袋或麻袋包装,若用户允许,可以散装,但应遮盖。

包装净重规定为 50kg 或 25kg,其净重偏差不得超过规定量的 $\pm 1\%$,批量抽检时,净重的平均值不得低于标明的规定量。

6.2 工业硫磺的运输按有关部门规定办理。

6.3 应在包装物的明显部位标上 GB 190 图 6 所示的“易燃固体”、“危险品”的标志。同时标明:生产厂名、产品名称、商标、等级、出厂日期、批号、产品净重等。

6.4 工业硫磺的贮存:

6.4.1 块状、粒状硫磺可贮存于露天或仓库内。

6.4.2 粉状、片状硫磺贮存于有顶盖的场所或仓库内。

6.4.3 袋装硫磺成垛堆放,堆垛间应留有不小于 0.75m 宽的通道。袋装硫磺不许放置在上下水管道和取暖设备的近旁。

7 安全要求

7.1 工业硫磺无毒、易燃,自燃温度为 205°C 。硫磺粉尘易爆。 $850\mu\text{m}$ 粒级的硫磺粉尘,当浓度大于 $2.3\text{g}/\text{m}^3$ 时会爆炸。使用和运输工业硫磺时应防止生成或泄出硫磺粉尘。

7.2 严格遵守国家有关消防、危险品的安全条例。工业硫磺堆放场所和仓库应设置专门的灭火器材,严禁明火。允许以喷水等方法熄灭烧着的硫磺。

7.3 从事工业硫磺的生产、运输、贮存及加工的工作人员,操作时应使用必要的防护用品。

第二节 工业六次甲基四胺

Hexamethylenetetramine for industrial use

GB/T 9015—1998

代替 GB/T 9015—1988

1 范围

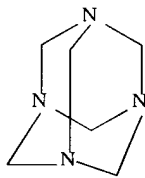
本标准规定了工业六次甲基四胺的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运

输、贮存等。

本标准适用于由氨和甲醛生产的工业六次甲基四胺。

分子式： $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$

结构式：



相对分子质量：140.19（按 1995 年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 190—1990 危险货物包装标志
- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备（ neq ISO 6353—1：1982）
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备（ neq ISO 6353 - 1：1982）
- GB/T 1250—1989 极限数值表示方法和判定方法
- GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
- GB/T 6679—1986 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7531—1987 有机化工产品灰分的测定

3 要求

- 3.1 外观：白色或略带色调的结晶，无可见杂质。
- 3.2 工业六次甲基四胺应符合表 8 - 16 要求。

表 8 - 16

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
纯度 ,%	≥ 99.3	99.0	98.0
水分 ,%	≤ 0.5		1.0

续表

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
灰分 ,% ≤	0.03	0.05	0.08
水溶液外观	合格		—
重金属 (以 Pb 计) ,% ≤	0.001		—
氯化物 (以 Cl 计) ,% ≤	0.015		—
硫酸盐 (以 SO ₄ 计) ,% ≤	0.02		—
铵盐 (以 NH ₄ 计) ,% ≤	0.001		—

4 试验方法

本标准所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中的三级水。

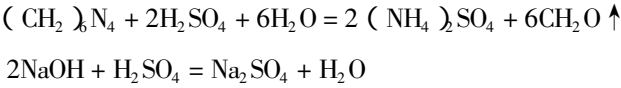
试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 GB/T 601、GB/T 602 及 GB/T 603 的规定制备。

4.1 纯度的测定

4.1.1 水解法（仲裁法）

4.1.1.1 方法原理

六次甲基四胺与强酸水溶液在加热时水解，放出甲醛气体同时生成铵盐，过量的酸用碱标准滴定溶液反滴。



4.1.1.2 试剂和材料

- a) 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ ；
- b) 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ ；
- c) 溴酚蓝指示液：1g/L，称取 0.10g 溴酚蓝，溶于 20mL95% 乙醇中，用水稀释至 100mL。

4.1.1.3 分析步骤

称取 3g 试样，精确至 0.000 2g，置于烧杯中，加少量水溶解，移入 250mL 的容量瓶中，稀释至刻度。移取硫酸标准滴定溶液 100.0mL 及上述样品溶液 25.0mL 于 300mL 锥形烧瓶中，放在沸水浴中（约 2h），至甲醛气味微弱时，进行冷却，加 3~5 滴溴酚蓝指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡紫色为终点。

4.1.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的六次甲基四胺含量 X_1 按式 (1) 计算：

$$V_1 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \times 0.035\ 05}{m_1 \times \frac{25}{250}} \times 100$$

$$= \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \times 35.05}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_1 ——硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

c_1 ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_2 ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m_1 ——试样的质量，g；

0.035 05——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的六次甲基四胺的质量。

两次平行测定结果的差值不得大于 0.2%，取其算术平均值为测定结果。

4.1.2 直接法

4.1.2.1 方法原理

用强酸滴定弱碱时，终点不明显，在浓盐（6mol/L 以上）存在下，提高了氢离子活度系数，因而可用酸标准滴定溶液直接滴定六次甲基四胺，达到终点时，pH 产生突变。

4.1.2.2 试剂和材料

a) 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ ；

b) 氯化钠；

c) 甲基黄指示液：1g/L 乙醇溶液；

d) 次甲基蓝指示液：1g/L 乙醇溶液；

e) 混合指示液：甲基黄指示液：次甲基蓝指示液为 2.5：1 (V/V)。

4.1.2.3 分析步骤

称取 0.5g 试样，精确至 0.000 2g，置于 100mL 锥形瓶中，加入 15g 氯化钠，精确至 0.1g，加 2~3 滴混合指示液，用硫酸标准滴定溶液滴定至淡桃红色为终点。

4.1.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的六次甲基四胺含量 X_2 按式 (2) 计算：

$$X_2 = \frac{V_3 c_3 \times 0.140\ 19}{m_2} \times 100 = \frac{V_3 c_3 \times 14.019}{m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_3 ——硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

c_3 ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m_2 ——试样的质量, g;

0.140 19——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的六次甲基四胺的质量。

两次平行测定结果的差值不得大于 0.2%, 取其算术平均值为测定结果。

4.2 水分的测定

4.2.1 卡尔·费休法(仲裁法)

按 GB/T 6283 规定进行。

4.2.2 无吡啶卡尔·费休试剂方法

4.2.2.1 无吡啶卡尔·费休试剂制备方法

置 63g 碘于干燥的 1L 带塞的棕色玻璃瓶中, 加入 600mL 甲醇, 再加 25g 已在 150℃ 干燥至恒重的无水碘化钠及 85g 已在 150℃ 干燥至恒重的无水乙酸钠, 塞上瓶塞, 振荡至碘及盐类全部溶解(溶液 A)。

通二氧化硫于用冰水冷却的无水甲醇中, 使 1L 含 256g (4mol/L) 二氧化硫(溶液 B)。

加 90mL 溶液 B (含二氧化硫 23g) 或直接通 23g 干燥二氧化硫气体于溶液 A 中, 再用甲醇稀释至 1L, 混匀, 置于暗处备用。

4.2.2.2 分析步骤

按 GB/T 6283 规定进行。

两次平行测定结果的差值不得大于 0.05%, 取其算术平均值为测定结果。

4.3 灰分的测定

试样量为 5g, 炭化后的灼烧温度为 $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$, 其余按 GB/T 7531 规定进行。

两次平行测定结果的差值不得大于 0.01%, 取其算术平均值为测定结果。

4.4 水溶液外观的测定

4.4.1 方法提要

一定量试样的水溶液与氯化银标准比浊液进行比较。

4.4.2 试剂和材料

- a) 硝酸溶液: 1 + 2;
- b) 糊精溶液: 20g/L;
- c) 硝酸银溶液: 20g/L;
- d) 氯化物标准溶液: 1mL 含有 0.01mgCl。

4.4.3 分析步骤

称取 2g 试样, 精确至 0.1g 于 50mL 比色管中, 加水 20mL 溶解后, 稀释至刻度摇匀。与氯化银标准比浊溶液进行轴向比较, 试样浊度不大于标准比浊溶液时即为合格。

标准比浊溶液的配制: 吸取氯化物标准溶液 0.2mL 置于 50mL 比色管中, 加水

20mL, 硝酸溶液 1mL, 糊精溶液 0.2mL, 硝酸银溶液 1mL, 稀释至刻度摇匀, 放置 15min。

4.5 重金属的测定

4.5.1 方法提要

在乙酸酸性溶液中微量重金属与硫化钠可生成黑褐色, 与已知含量的标准比色溶液相比较。

4.5.2 试剂和材料

- a) 乙酸溶液: 300g/L;
- b) 硫化钠溶液: 20g/L;
- c) 铅标准溶液: 1mL 含有 0.01mgPb。

4.5.3 分析步骤

称取 5g 试样, 精确至 0.1g, 于 50mL 比色管中, 加 25mL 水溶解, 加乙酸溶液 2 滴及硫化钠溶液 2 滴摇匀, 放置 5min, 与标准比色溶液进行轴向比较, 颜色不深于标准比色溶液颜色时即为合格。

标准比色溶液的配制: 取铅标准溶液 5.0mL, 与试样同时同样处理。

4.6 氯化物的测定

4.6.1 方法提要

在硝酸酸性溶液中, 试样中的氯化物与硝酸银作用生成白色浑浊, 与已知含量的标准比浊溶液相比较。

4.6.2 试剂和材料

同 4.4.2。

4.6.3 分析步骤

称取 0.2g 试样, 精确至 0.01g, 于 50mL 比色管中, 加 15mL 水溶解, 加硝酸溶液 5mL, 水 25mL, 糊精溶液 0.2mL 及硝酸银溶液 1mL, 稀释至刻度, 摇匀, 放置 15min。与标准比浊溶液进行轴向比较, 浊度不大于标准比浊溶液时即为合格。

标准比浊溶液的配制: 取氯化物标准溶液 3.0mL, 与试样同时同样处理。

4.7 硫酸盐的测定

4.7.1 方法提要

在强酸溶液中微量硫酸盐可与钡盐生成白色浑浊, 与已知含量的标准比浊溶液相比较。

4.7.2 试剂和材料

- a) 95% 乙醇;
- b) 硝酸钡溶液: 50g/L;
- c) 硝酸溶液, 1 + 2;

d) 硫酸盐标准溶液：1mL 含有 0.01mgSO₄。

4.7.3 分析步骤

称取 1g 试样，精确至 0.1g，于 50mL 比色管中，加 30mL 水溶解，硝酸溶液 5mL，乙醇 3mL 及硝酸钡溶液 4mL，稀释至刻度摇匀，放置 1h。与标准比浊溶液进行轴向比较，浊度不大于标准比浊溶液时，即为合格。

标准比浊溶液的配制：取硫酸盐标准溶液 20.0mL，与试样同时同样处理。

4.8 铵盐的测定

4.8.1 方法提要

微量铵盐可与纳氏试剂生成黄色，与已知含量的标准比色溶液相比较。

4.8.2 试剂和材料

a) 纳氏试剂；

b) 铵盐标准溶液：1mL 含有 0.01mgNH₄。

4.8.3 分析步骤

称取 1g 试样，精确至 0.1g，于 50mL 比色管中，加 25mL 水溶解，加纳氏试剂 2mL，稀释至刻度，摇匀，放置 5min。与标准比色溶液进行轴向比较，颜色不深于标准比色溶液时，即为合格。

标准比色溶液的配制：取铵盐标准溶液 1.0mL，与试样同时同样处理。

5 检验规则

5.1 本产品应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品质量都符合本标准的要求，每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、产品等级、本标准编号、生产日期、批号、商标、产品净重。

5.2 本标准所有项目均为型式检验项目，其中纯度、水分、水溶液外观为出厂检验项目。在正常情况下每半年进行一次型式检验。

5.3 使用单位有权按照本标准的要求对所收到的产品进行验收。

5.4 采样应按照 GB/T 6678 和 GB/T 6679 中的规定进行，所采样品量不得少于 600g。

5.5 将所采试样混匀，分装于两个清洁干燥的带盖广口瓶中，粘贴标签，注明产品名称，取样日期及批号，一瓶做分析检验，另一瓶保留 2 个月备查。

5.6 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法进行。

5.7 检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时，应重新自 2 倍量的包装单元中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、贮存及运输

6.1 工业六次甲基四胺内用薄膜塑料袋，外用编织袋或其他适宜材料包装，每袋净重 25kg。

6.2 包装袋上应注明：商标、本标准编号、生产厂名、产品名称、批号、净重及符合 GB 190 的防火防潮标志。

6.3 运输工业六次甲基四胺时，应装在带篷的货车或船舱中。

6.4 工业六次甲基四胺应贮存于干燥、清洁通风的仓库内，不得露天堆放。

7 安全

7.1 工业六次甲基四胺易燃，避免与明火接触。

第三节 工业三聚氰胺

Melamine for industrial use

GB/T 9567—1997

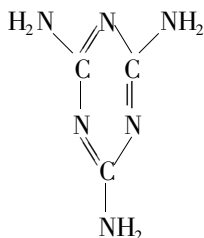
代替 GB/T 9567—88

1 范围

本标准规定了工业三聚氰胺的要求、采样、试验方法和标志、标签、包装等。

本标准适用于以尿素为原料制得的工业三聚氰胺。

结构式：



分子式： $C_3H_6N_6$

相对分子质量：126.12（按 1995 年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有的标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备（neq ISO 6353 - 1 : 1982）

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB 8946—88 塑料编织袋

GB 10454—89 柔性集装袋。

3 要求

工业三聚氰胺的质量必须符合表 8－17 要求。

表 8－17 项目与指标

项 目	指 标	产品级别	优等品	一等品
外观			白色粉末，无杂物混入	
纯度，%	≥		99.8	99.0
水分，%	≤		0.1	0.2
pH 值			7.5～9.5	
灰分，%	≤		0.03	0.05
甲醛水溶解试验				
浊度（高岭土浊度）	≤		20	30
色度（Hazen）单位——				
铂－钴色号	≤		20	30

4 采样

4.1 采样方法

- 4.1.1 把同一质量的产品作为一个批量，随机的从样品袋中抽取尽可能代表整批质量的必要的样品量。
- 4.1.2 在每批产品的 5% 包装袋中取样，小批量时，也不得少于 2 袋。
- 4.1.3 取样时，取样器在产品包装袋的中心垂直插入深度三分之二处采取试样，所取试样总量不得少于 1 000g。
- 4.1.4 生产厂可在包装前抽取有代表性的样品。
- 4.1.5 将所取试样混匀，分装入两个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中，密封，贴好标签，并注明产品名称、批号、生产日期、取样日期。一瓶供检验用，另一瓶封存，留样备查，留样保存期为半年。

5 试验方法

5.1 共同事项

本标准所使用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水或

同等纯度的水。

本标准所使用的制剂及制品，在没有注明其他要求时均按 GB/T 603 进行制备。

5.2 检验、复检及检验结果的判定与表示

5.2.1 产品由生产厂的质量监督检验部门进行检验，要保证出厂产品的各项技术指标符合本标准的要求，并附有一定格式的质量证明书。

质量证明书内容应包括：产品名称、产品等级、批号、净重、出厂日期、标准号、纯度试验方法等。

5.2.2 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法。检验结果有一项指标不符合表 8-17 要求时，应重新自两倍量包装袋中取样进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合表 8-17 要求，则整批产品为不合格。

5.2.3 分析结果的最终表示应和技术要求的量值的位数一致。

5.3 外观测定

将按第 4 条采取的试样，置于扩散的亮光下，用肉眼观察其颜色、形状以及有否杂物混入。

5.4 纯度测定

5.4.1 苦味酸法

5.4.1.1 方法提要

将水加入试样，加热溶解后，加入苦味酸溶液，称量所生成的苦味酸三聚氰胺沉淀的质量，即测得三聚氰胺纯度含量。

5.4.1.2 试剂和溶液

a) 硫酸溶液 (1 + 200)；

b) 酚酞指示液：10g/L；

c) 苦味酸溶液：10g/L；

d) 苦味酸三聚氰胺饱和溶液：取分析后收集的苦味酸三聚氰胺沉淀物 3 ~ 4g，加水 2L，煮沸 5min，冷却后过滤弃液，取其沉淀物烘干备用。取苦味酸三聚氰胺沉淀物 1g，加水 2L，加热溶解后静置存放。

苦味酸三聚氰胺饱和溶液，随用随时过滤，并使之与洗涤时的温度一致。

5.4.1.3 仪器和设备

a) 一般试验室仪器和设备。

b) 玻砂过滤器（坩锅形）：IG3 或 IG4。

5.4.1.4 分析步骤

a) 称取试样 1g（精确至 0.000 2g），置于 500mL 锥形瓶中，同时加入 400mL 水，加热溶解；

b) 冷却后，加入酚酞指示液 3 滴，若显色，加入硫酸溶液，直至溶液颜色消失，

若有不溶物，需过滤，水洗；

c) 把滤液和洗液合并，移入 500mL 容量瓶中，加水至刻度，仔细振摇混合后，准确吸取 100mL 置于 500mL 烧杯里；

d) 将此溶液加热至 80℃，另加入已加热至 80℃ 的 100mL 苦味酸溶液，冷却至室温后，保持在 15℃ 以下约 8h；

e) 用已恒重的玻砂过滤器过滤，之后，先用约 100mL 苦味酸三聚氰胺的饱和溶液洗涤，再用 10mL 水洗；

f) 在 100 ~ 105℃ 下经 2h 烘干玻砂过滤器，置于干燥器中冷却后，称量（精确至 0.000 2g）求得沉淀物质量。

5.4.1.5 分析结果的计算

纯度以三聚氰胺的质量百分含量 X_1 表示，按式（1）计算：

$$\begin{aligned} X_1 &= \frac{m_1}{m \times 1/5} \times 0.3550 \times 100 \\ &= \frac{m_1}{m} \times 177.5 \quad \dots\dots\dots (1) \end{aligned}$$

式中： m_1 ——沉淀物的质量，g；

m ——试样的质量，g；

0.3550——三聚氰胺与苦味酸三聚氰胺化合物的分子量之比。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.2%。

5.4.2 升华法

5.4.2.1 方法提要

在升华装置中将试样在负压下进行加热，让三聚氰胺完全升华后，称其残渣量，即测得三聚氰胺纯度。

5.4.2.2 试验装置

试样的减压升华装置，要具备下列条件，其结构如图 8-4 所示。

a) 试样容器的材质，采用铂金，玻璃，磁器等，其形状为盘状或管状，使内装试样易升华，且在减压升华时，内容物不致飞散；

b) 减压升华装置，应采用带有温控内部温度为 $(305 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，内压保持在 4.00kPa 以下的加热装置和真空装置。

5.4.3.3 分析步骤

a) 称取试样约 2g（精确至 0.000 2g），置于预先干燥了的且已知质量的试样容器里；

b) 将试样容器置入减压升华装置内，待完全密闭后，开启真空装置缓缓吸引，减

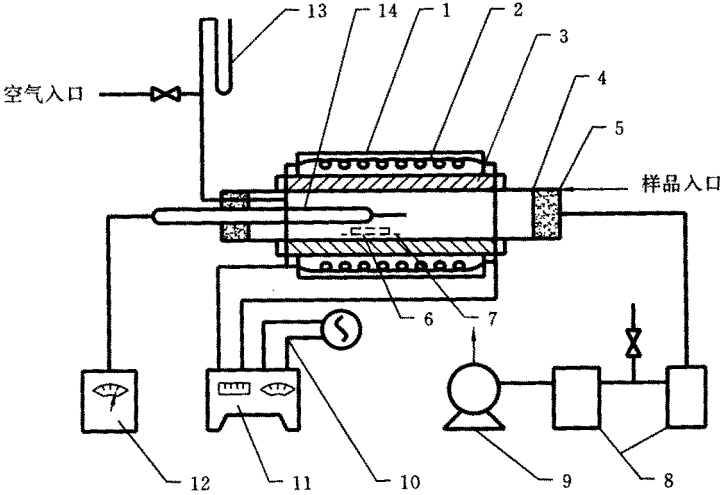


图 8-4 升华装置图

1—炉壳，1mm 铁皮（圆筒形）；2—电炉丝，2~3kW；3—炉用陶瓷管，直径 70~90mm，长 750mm；4—石英管，直径 60~80mm，长 1 000mm（加热区 700mm 左右）；5—橡胶塞，按石英管口径配备；6—石英舟或瓷舟，60mm×30mm×15mm；7—托架，可用铁丝自制，能使瓷舟不直接接触石英管即可；8—缓冲瓶，1 000mL 磨口瓶，串联两个，内填玻璃棉；9—真空泵；10—电源；11—控温器；12—热电偶温度计（表）；13—真空计；14—热电偶

压至 0.67~4.00kPa；

- c) 从吸引开始约 20min 内调节装置内的温度达到 $(305 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 在压力 0.67~4.00kPa、温度 $(305 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ ；条件下持续升华，经 2h 升华结束；
- e) 停止加热和吸引，让装置内的压力缓缓地回复到常压后，取出试样容器；
- f) 在干燥器中冷至室温后，称量试样容器的质量（精确至 0.000 2g），求得残余量。

5.4.2.4 分析结果的计算

纯度以三聚氯胺的质量百分含量 X_1 表示，按式（2）计算：

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 - X_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中： m ——试样的质量，g；
 m_1 ——试样残渣的质量，g；
 X_2 ——按 5.5 求得的水分，%。

取两次平行测中结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.2%。

5.5 水分测定

5.5.1 方法提要

将试样置于干燥箱中烘干，称出其减少量，即测得水分含量。

5.5.2 仪器和设备

- a) 平底称量瓶 50mm × 30mm；
- b) 恒温干燥箱。

5.5.3 分析步骤

- a) 将约 5g 试样加入预先干燥且已知质量的平底称量瓶里，尽量将试样铺成均匀的厚度，盖好瓶盖，称量，精确至 0.000 2g；
- b) 打开盖子，将称量瓶及盖子置于温度调节至 $(105 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的干燥箱中干燥 2h；
- c) 在玻璃干燥器中将称量瓶及盖子放冷至室温后，称量，求其减量。

5.5.4 分析结果的计算

水分的质量百分含量 X_2 ，按式 (3) 计算：

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中： m_1 ——坩埚加水分的重量，g；

m_2 ——坩埚的重量，g；

m ——试样的重量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.02%。

5.6 pH 的测定

5.6.1 方法提要

加水于试样中，煮沸后骤冷，测其上层澄清液的 pH。

5.6.2 仪器和设备

玻璃电极 pH 计：精度为 0.1pH 单位。

5.6.3 分析步骤

- a) 称取试样 5.0g 置于 200mL 高型烧杯里，加入 100mL 预先煮沸除去二氧化碳的水 (pH6.5 ~ 7.0) 煮沸 5min；
- b) 为避免受空气中二氧化碳的影响，在 10min 内骤冷至 20℃，立即测定上层澄清液的 pH。

5.7 灰分测定

5.7.1 方法提要

将试样置于高温炉中高温灰化，称出其残量，即测得灰分含量。

5.7.2 仪器和设备

- a) 铂金、瓷坩锅或石英坩锅；
- b) 高温炉。

5.7.3 分析步骤

- a) 称取 10g 以上试样（随灰分量不同而改变取样量），精确至 0.02g，置于预先干燥且已知质量的坩锅里；
- b) 先在温度调节为 400 ~ 500℃ 电热板上加热，使大部分试样挥发并碳化；
- c) 接着，放入已调节为 $(750 \pm 50)^\circ\text{C}$ 的高温炉中进行灰化，1h 时取出；
- d) 取出坩锅置于玻璃干燥器中，冷却至室温后，称出其残量，精确至 0.000 2g，求得灰分含量。

5.7.4 分析结果的计算

灰分的质量百分含量 X_3 ，按式（4）计算；

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 ——坩锅加灰分的质量，g；

m_2 ——坩锅的质量，g；

m ——试样的质量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.01%。

5.8 甲醛水溶解试验

5.8.1 方法提要

将已中和的甲醛水溶液加入试样中，加热溶解后测定其浊度和色度。

5.8.2 仪器和设备

- a) 甲醛水溶解试验装置：如图 8-5 所示；
- b) 空气冷却管：内径 6mm，长 500mm 的玻璃管；
- c) 温度计；
- d) 玻璃电极 pH 计：同 5.6.2；
- e) 电磁搅拌器。

5.8.3 试剂和溶液

- a) 氢氧化钠溶液：4g/L；
- b) 甲醛溶液。

5.8.4 分析步骤

- a) 在托盘天平上，称取试样 40g，置于 200mL 三角瓶中；
- b) 加入 100mL 预先以氢氧化钠溶液用 pH 计将 pH 调整为 8.3 ± 0.2 的甲醛水溶液；
- c) 将空气冷却管和温度计安装在 200mL 的三角瓶上；

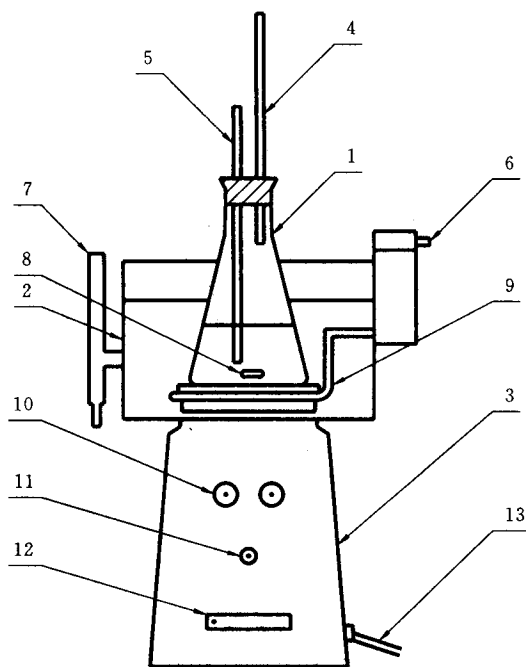


图 8-5 甲醛水溶解试验装置

- 1—三角烧杯 200mL；2—水浴；3—电磁搅拌器；
 4—空气冷却管，内径 6mm，长 500mm；5—温度计；6—温度调节器；
 7—自动水准器；8—搅拌器；9—加热器；10—电机用插孔；
 11—电机开关；12—搅拌速度调节器；13—电源软线

d) 在水浴中边搅拌边加热；

e) 从达到 80℃ 开始使其 10min 内溶解，并立即按附录 A（标准的附录）的规定，进行试样溶液浊度的测定；

f) 同样按附录 A（标准的附录）的规定，测定试样溶液的色度，用 Hazen 单位表示。

6 标志、标签、包装

6.1 三聚氰胺的包装袋上应注明如下事项

- 产品名称和商标；
- 生产厂名和厂址；
- 标准号、纯度、质量等级、净重等。

6.2 三聚氰胺采用两种包装方式

6.2.1 双层包装：外包装采用 GB 8946 规定的 B 型塑料编织袋；内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，薄膜袋扎口，编织袋缝口。每袋净重 $25\text{kg} \pm 0.1\text{kg}$ 、 $40\text{kg} \pm 0.2\text{kg}$ 。

6.2.2 集装袋包装：采用柔性集装袋，其规格尺寸、性能和检验方法应符合 GB 10454 的有关规定。根据用户需要，每袋净重为 $250\text{kg} \pm 0.5\text{kg}$ 、 $500\text{kg} \pm 1.0\text{kg}$ 、 $1\,000\text{kg} \pm 2.0\text{kg}$ 。

6.3 三聚氰胺在运输时应保持包装的完整、防雨和防潮。

6.4 三聚氰胺应贮存在清洁、干燥和通风的环境中。

附 录 A

（标准的附录）

甲醛水溶解试验的浊度与色度的测定

A1 浊度测定

A1.1 方法提要

通过目视试样的浊度并与高岭土标准液相比较，测出浊度值。

测定范围：1～10 度（高岭土）。

A1.2 试剂和溶液

a) 水：采用的蒸馏水用孔径约 $0.1\mu\text{m}$ 的过滤器过滤，弃掉最初的 200mL 后的过滤液；

b) 精制高岭土：取约 10g 白陶土（高岭土）置于 500mL 烧杯中，加入 300mL 水，再加入 0.2g 10 个结晶水的二磷酸钠（10 个结晶水的焦磷酸钠），然后用磁力搅拌器激烈搅拌 3min 左右，使其混匀。混匀后，移至 1L 带塞量筒中，加水至 1L 刻度，盖紧塞子，再激烈振荡 1min 左右。在室温下静置 1h 后，用虹吸管抽取从液面至 250mL 处的溶液弃之不用，采取以下至 500mL 处的溶液。

将所采取的溶液采用约 3 000r/min 的离心机进行约 20min 离心分离，或采用孔径为 $1\mu\text{m}$ 以下的过滤材料过滤。然后将过滤的高岭土在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 中加热 3h，在保干器中放冷之后，再置于广口瓶中保存；

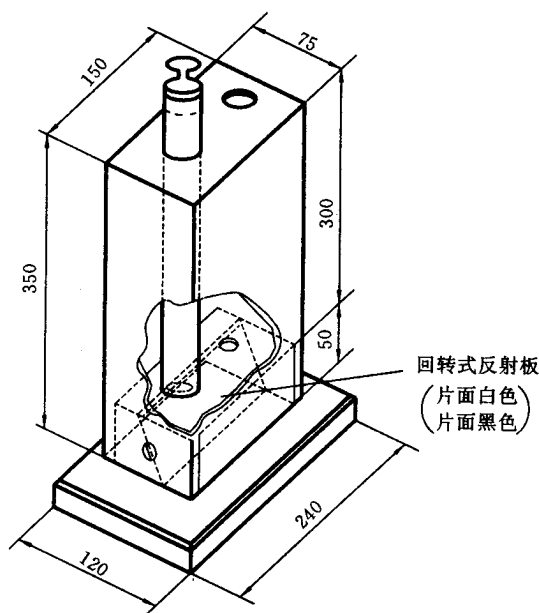
c) 高岭土标准液 [1 000 度（高岭土）]：取精制高岭土 1.00g 分散于适量的水中之后，移至容量为 1 000mL 的容量瓶中，再加入约 800mL 的水和约 10mL 的甲醛溶液（约 35%）后，加水至刻度；

d) 高岭土标准液 [100 度（高岭土）]：将高岭土标准液 [1 000 度（高岭土）] 激烈振荡之后，立即取其 100mL 溶液加入总量为 1 000mL 容量瓶中，加水至刻度。

A1.3 仪器和设备

a) 暗箱：若使用图 A1 示意的暗箱，将便于用肉眼比较浊度。灯泡接近暗箱的下窗观测容易看清。

b) 比色管：100mL 刻度的同塞平底比色管。



单位 mm

图 A1 暗箱

A1.4 分析步骤

a) 比浊用高岭土比对液 [1 ~ 10 度 (高岭土)]: 充分振摇 100 度 (高岭土) 比浊液, 并吸取 5 ~ 30mL 分别移入比色管中, 加水至 100mL 刻度;

b) 适量取 5.84 (e) 中溶解试样于 100mL 的比色管中, 立即同比浊用高岭土比对液在暗箱中由上至下轴向目视比较, 选出符合试样的浊度值。

A1.5 分析结果的计算

由符合试样浊度的高岭土比对液法度 [度 (高岭土)], 按式 A1 计算出试样的浊度 [度 (高岭土)]

$$T = T_s \times \frac{100}{V} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: T ——试样浊度 [度 (高岭土)];

T_s ——符合试样浊度的高岭土比对液的浊度 [度 (高岭土)];

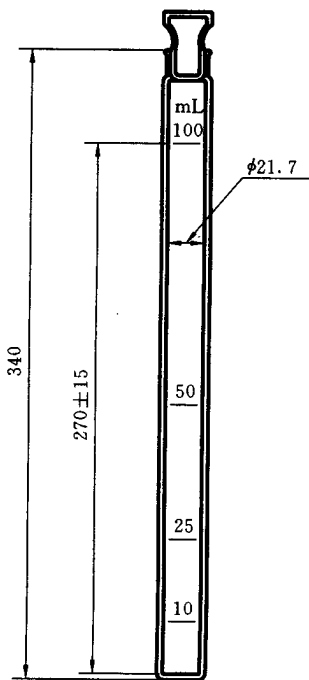
V ——试样的体积, mL。

A2 色度测定

A2.1 方法提要

将试样加入比色管中, 然后与 Hazen 标准溶液进行比色。

A2.2 仪器



单位 mm

图 A2 比色管

比色管；内径约 23mm 的同质同径并带玻璃塞的平底玻璃管，为使液量达到约 100mL，从底部往上在同样的高度划上标线。

A2.3 试剂和溶液

a) Hazen 标准溶液：将氯铂酸钾（ K_2PtCl_6 ）1.245g，氯化钴（ $CoCl \cdot 6H_2O$ ）1.000g，水 500mL 及盐酸 100mL 置于 1L 的容量瓶中完全溶解，加水稀释至刻度线，该溶液每 1mL 中含有 0.5mg 的 Pt 相当于 Hazen 标准溶液色号 500；

b) 系列比对溶液，相当于以色列号 500 的标准溶液按表 A1 的比例稀释配制而成；

表 A1 Hazen 系列比对溶液

Hazen 色号	稀 释 比 例	
	色号 500 标准溶液，mL	水，mL
5	1.0	99.0
10	2.0	98.0
15	3.0	97.0
20	4.0	96.0

续表

Hazen 色号	稀 释 比 例	
	色号 500 标准溶液， mL	水， mL
25	5.0	95.0
30	6.0	94.0
40	8.0	92.0
50	10.0	90.0

c) 将系列比对溶液取 100mL 分别置于比色管中，密闭保存于阴暗处，Hazen 系列比对溶液的有效期为 6 个月，过期作废。

A2.4 分析步骤

将 5.8.4e) 中试样所注入的比色管比浊后再接着在白色板上与适当的 Hazen 标准比对液比色管排放在一起，把比色管从白色板上稍稍离开，从上方比较，选定与试样最接近的 Hazen 标准比对溶液，并用 Hazen 色号表示。

第四节 橡胶用不溶性硫磺

HG/T 2525—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用不溶性硫磺（简称 IS）产品分类、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于三元稳定体系气相法生产的橡胶硫化剂——充油型和非充油型不溶性硫磺。

2 引用标准

- GB 190 危险货物包装标志
- GB 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB 6003 试验筛
- GB/T 6678 化工产品采样总则

- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8946 塑料编织袋

3 产品分类

不溶性硫磺分为充油型和非充油型两类。

4 技术要求

不溶性硫磺应符合表 8－18 规定的要求：

表 8－18

项 目	指 标					
	非充油型		充 油 型			
	IS 60	IS 90	IS 70－20	IS 60－33	IS 60－10	IS 60－05
外观	黄色粉末		黄色不飞扬粉末			
元素硫含量 ,%	≥ 99.50		79.00	66.00	89.00	94.00
不溶性硫含量 ,%	≥ 60.00 90.00		70.00	60.00		
油含量 ,%			19.00～21.00	32.00～34.00	9.00～11.00	4.00～6.00
酸度（以 H ₂ SO ₄ 计）,%	≤		0.05			
加热减量（60℃）,%	≤		0.50			
灰分 ,%	≤		0.30			
150μm 筛余物 ,%	≤		0.30			

5 试验方法

本标准中所用的试剂和水，除特殊规定外，均为分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.1 不溶性硫磺外观的测定

通过目视确定。

5.2 不溶性硫磺中元素硫含量的测定

5.2.1 充油型不溶性硫磺元素硫含量的测定。

5.2.1.1 方法提要

试样以正己烷作溶剂，分离出产品中的油组分，过滤、洗涤、干燥，称取剩余硫磺的质量。

5.2.1.2 试剂和材料

硫磺饱和的正己烷溶液：取一定量的正己烷（Q/HL 14—91）溶剂，按每升正己烷

加 3g 硫磺的比例向其中加入可溶性硫磺,充分搅拌,静置 24h 备用,该溶液使用前需过滤。

5.2.1.3 仪器设备

普通实验室仪器及

- a. 电热鼓风干燥箱,可控制温度 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- b. 玻璃滤器,滤板孔径 $15 \sim 40\mu\text{m}$ (G3),容积 30mL。

5.2.1.4 分析步骤

称取约 5g 试样,精确至 0.001g,置于 60°C 下已恒重的玻璃滤器中,在通风橱内,将盛试样的滤器放在抽滤瓶上,用硫磺饱和的正己烷溶液 100mL 分数次洗涤;调节抽吸速度,使其在约 5min 完成。最后尽量将试样抽干,再移入温度为 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥箱中烘 1h,取出放在干燥器中冷至室温,称量,继续烘干、冷却、称量,直至恒重。

5.2.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的充油型不溶性硫磺中元素硫 (S) 的含量 X_1 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——玻璃滤器质量, g;

m_2 ——玻璃滤器质量加剩余物质量, g;

m_3 ——试样质量, g。

5.2.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.50%。

5.2.2 非充油型不溶性硫磺元素硫含量的测定

5.2.2.1 方法提要

本标准采用扣除杂质(酸度、加热减量及灰分)含量总和的方法,以求得非充油型不溶性硫磺中元素硫的含量。

5.2.2.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的非充油型不溶性硫磺中元素硫 (S) 的含量 X_2 按式 (2) 计算:

$$X_2 = 100 - (X_5 + X_6 + X_7) \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_5 ——按 5.5 测定的酸度百分含量;

X_6 ——按 5.6 测定的加热减量百分含量;

X_7 ——按 5.7 测定的灰分百分含量。

5.3 不溶性硫含量的测定

5.3.1 方法提要

无论是充油型或非充油型不溶性硫磺中不溶性硫含量的测定，均以二硫化碳分离出试样中可溶性硫磺和油组分，称取剩余物质量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 二硫化碳。

5.3.3 仪器设备

与 5.2.1.3 相同

5.3.4 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.001g，置于 60℃ 已恒重的玻璃滤器中，在通风橱内，将盛试样的滤器放在抽滤瓶上。用二硫化碳试剂 100mL 分数次洗涤；调节抽吸速度，使其在约 5min 完成。最后尽量将试样抽干，再移入温度为 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥箱中烘 1h，取出放在干燥器中冷至室温，称量，继续烘干、冷却、称量，直至恒重。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的不溶性硫（IS）的含量 X_3 按式（3）计算：

$$X_3 = \frac{m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_4 ——洗涤烘干后试样的质量，g；

m_5 ——试样质量，g。

5.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.45%。

5.4 充油型不溶性硫磺中油含量的测定

5.4.1 方法提要

以正己烷作溶剂，分离出试样中油组分，用减量法计算油含量。

5.4.2 试剂和材料

与 5.2.1.2 相同。

5.4.3 仪器设备

与 5.2.1.3 相同。

5.4.4 分析步骤

与 5.2.1.4 相同。

5.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的充油型不溶性硫磺中油的含量 X_4 按式（4）计算：

$$X_4 = \frac{m_3 + m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 ——玻璃滤器质量，g；

m_2 ——玻璃滤器质量加剩余物质量，g；

m_3 ——试样质量，g。

5.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.50%。

5.5 不溶性硫磺中酸度的测定（以 H_2SO_4 计）

5.5.1 方法提要

无论是充油型或非充油型不溶性硫磺中酸度的测定，均用含少量乙醇的水萃取试样中的酸性物质，以溴百里香酚蓝为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 无水乙醇（GB/T 678）

5.5.2.2 氢氧化钠（GB/T 629）标准滴定溶液： $c(NaOH) = 0.1\text{mol/L}$ ，按 GB/T 601 制备和标定。

5.5.2.3 氢氧化钠（GB/T 629）标准滴定溶液： $c(NaOH) = 0.02\text{mol/L}$ ，将氢氧化钠标准滴定溶液（5.5.2.2）稀释 5 倍。此液使用时配制，必要时重新标定。

5.5.2.4 溴百里香酚蓝（HG 3-1222）指示剂：按 GB/T 603 中的规定配制。

5.5.3 分析步骤

称取约 10g 试样，精确至 0.1g，于 400mL 烧杯中，加 15mL 无水乙醇，搅匀使试样充分润湿，加 200mL 水充分搅拌 2~3min，放置 5min 后加入 10 滴溴百里香酚蓝指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液（5.5.2.3）滴至蓝绿色为终点。

5.5.4 空白试验

不加试样，分析步骤与 5.5.3 完全相同。

5.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的酸度 X_5 按式（5）计算：

$$X_5 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.04904}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： V ——测定所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m_6 ——试样质量，g；

0.04904——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(NaOH) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的，以克表示的硫酸的质量。

5.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

5.6 不溶性硫磺中加热减量的测定

5.6.1 方法提要

将充油型或非充油型不溶性硫磺试样在 60℃ 加热，减少的质量，即为试样中湿气和挥发物的质量。

5.6.2 仪器设备

普通实验室仪器及

- 称量瓶：直径 70mm，高 35mm。
- 电热鼓风干燥箱：可控制温度 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.6.3 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.001g，置于 60℃ 已恒重的称量瓶中，放入温度控制在 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱内烘 4h，取出放在干燥器中冷至室温，称量。继续烘干、冷却、称量，直至恒重。

5.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的不溶性硫磺中加热减量 X_6 按式 (6) 计算：

$$X_6 = \frac{m_7}{m_8} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中： m_7 ——加热烘干后减少的质量，g；

m_8 ——试样质量，g。

5.6.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

5.7 不溶性硫磺中灰分的测定

5.7.1 方法提要

将充油型或非充油型不溶性硫磺试样炭化后灼烧至恒重，称取剩余物的质量。

5.7.2 仪器设备

普通实验室仪器及

- 石英蒸发皿或瓷坩埚：容积为 50mL；
- 密闭式电炉；
- 高温箱式电热炉：可控制温度 $750 \pm 25^\circ\text{C}$ 。

5.7.3 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.01g，置于预先已恒重的石英蒸发皿或瓷坩埚中，在密闭式电炉盘上缓缓加热至完全炭化后，放入 $750 \pm 25^\circ\text{C}$ 的高温箱式电热炉内，灼烧 30min，

小心取出放在干燥器中冷至室温，称量。继续灼烧、冷却、称量，直至恒重。

5.7.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的不溶性硫磺中灰分 X_7 按式 (7) 计算：

$$X_7 = \frac{m_9}{m_{10}} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中： m_9 ——灼烧后剩余物的质量，g；

m_{10} ——试样质量，g。

5.7.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.8 不溶性硫磺筛余物的测定（详见图 8-6）

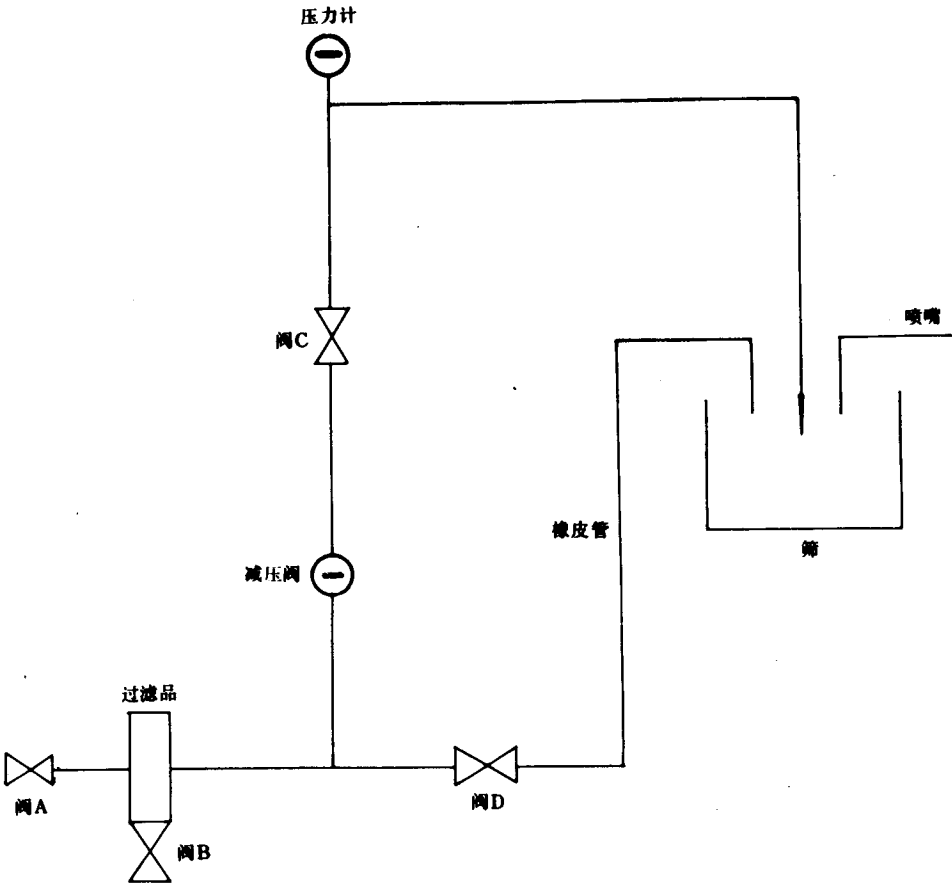


图 8-6 湿法过筛装置示意图

5.8.1 方法提要

将已知量试样，通过指定筛，称量其剩余物，规定有两种操作：(1) 非充油型不溶性硫磺用干法；(2) 充油型不溶性硫磺用湿法。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 无水乙醇 (GB/T 678)

5.8.3 仪器设备

普通实验室仪器及

- a. 电热鼓风干燥箱：可控制温度 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ ；
- b. $150\mu\text{m}$ 试验筛；符合 (GB 6003)；
- c. 表面皿；
- d. 毛刷；
- e. 湿法过筛装置。

5.8.4 分析步骤

a. 干法：称取约 10g 试样，准确至 0.01g，置于孔径为 $150\mu\text{m}$ 的试验筛内，振筛并用软毛刷反复轻刷，留下的筛余物移到已知质量的表面皿中称量。

b. 湿法：装试样前，按图开阀 A、B，同时关阀 C、D，用水冲洗过滤器 2min。然后关闭阀 B，轻轻开启阀 C，让水流出，通过减压阀调整水压使之在 $0.210 \pm 0.035\text{MPa}$ 。安装好过筛装置，用水冲洗并确认无杂质后，称取 50g 试样，精确至 0.01g，放入 600mL 烧杯中，加入少许表面活性剂，充分润湿，如 200mL 水搅拌，使润湿的试样分散均一。在将调好压力的水通过筛网的同时，慢慢将已润湿分散的试样定量转入筛内，注意不要填满筛网，接着开阀 D，使胶管中水成细流，不断冲洗筛网和筛壁上试样，直到冲不下为止。取下筛，用手指轻轻磨擦，将未过筛的剩余物压碎，脱离筛网，不致粘住（勿用湿润的纸磨擦）。经清理后的筛再装到过筛装置上，冲洗 2min。取下筛在 105°C 下干燥 1h，将剩余物移到已知质量的表面皿上称量。

5.8.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的不溶性硫磺筛余物含量 X_8 按式 (8) 计算：

$$X_8 = \frac{m_{11}}{m_{12}} \times 100 \dots \dots \dots (8)$$

式中： m_{11} ——筛余物质量，g；

m_{12} ——试样质量，g。

5.8.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

6 检验规则

6.1 不溶性硫磺产品由生产厂的质量检验部门检验，每批出厂的不溶性硫磺必须符合本标准的要求，并附有质量证明书，其内容包括生产厂厂名、商标、产品名称、型号、批号、总重及净重、生产日期等。

6.2 使用单位有权按本标准的规定对收到的橡胶用不溶性硫磺进行验收。

6.3 每批产品的批量应不大于 1t。

6.4 采样

6.4.1 按 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。

6.4.2 按 GB/T 6679 第 2.3.1 条的规定确定采样方法。将所得的全部样品迅速倾倒在平坦的清洁表面，用四分法缩分至 500g 左右，立即装入两个清洁、干燥带磨口的瓶中，加盖密封并贴上标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期、采样者姓名。一瓶作为试样，另一瓶作为保留样保存。

6.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求，则从同批产品的两倍取样单元数的袋中取样，重新检验，其结果适用于整批产品，重新检验结果即使有一项指标不符合本标准要求，则整批产品不能验收。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议时，按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6.7 按照 GB 1250 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合标准。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 包装袋上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂厂名、产品名称、商标、批号、型号、生产日期、净重、本标准编号和 GB 190 标志 8 “易燃固体”和 GB 191 标志 7 “怕湿”。

7.2 不溶性硫磺产品用塑料编织袋包装。塑料编织袋应符合 GB 8946 的要求，内衬塑料袋，袋厚 0.18 ~ 0.25mm，袋的容积应大于外包装。内袋的袋口双层扎口，外袋折叠后用机械缝合、针距不大于 10mm。每袋净重 25kg，或根据用户要求确定包装量。

7.3 不溶性硫磺在运输过程中应加遮篷，不得与碱性物混装，注意防火、防热、防潮、以免产品变质。

7.4 不溶性硫磺应贮存在干燥、通风、阴凉库房内，贮存场地应注意防火、防潮、防热，贮存处温度不能超过 45℃，不能接近碱性物质，防止受压结块。自生产日算起，贮存期为 1 年。

8 安全要求

8.1 橡胶用不溶性硫磺无毒、可燃，堆放场所和仓库应设置专门的灭火器材、严禁明火。

8.2 从事橡胶用不溶性硫磺生产、运输、贮存及加工的工作人员，操作时应使用必要的防护用品。

第九章 橡胶用软化剂

第一节 石 蜡

一、重质液体石蜡

SH/T 0416—92

代替 ZB E42 051—90

1 主题内容与适用范围

本标准规定了重质液体石蜡的技术要求及检验方法。

本标准适用于由天然原油生产的柴油馏分，经尿素脱蜡或分子筛脱蜡而制取的重质液体石蜡。

本产品适用于生产加酯剂、增塑剂、合成洗涤剂等产品的原料。

2 引用标准

GB/T 259 石油产品水溶性酸及碱测定法

GB/T 260 石油产品水分测定法

GB/T 261 石油产品闪点测定法（闭口杯法）

GB/T 511 石油产品和添加剂机械杂质测定法（重量法）

GB/T 3555 石油产品赛波特颜色测定法（赛波特比色计法）

GB/T 4756 石油和液体石油产品取样法（手工法）

GB/T 6536 石油产品蒸馏测定法

SH 0164 石油产品包装、贮运及交货验收规则

SH/T 0236 石油产品溴值测定法

SH/T 0253 轻质石油产品中总硫含量测定法（电量法）

SH/T 0411 液体石蜡中芳香烃含量测定法（比色法）

3 产品分类

本产品按质量分为一级品、合格品两个等级。

4 技术要求

详见表 9－1

表 9－1

项 目		一级品	合格品	试验方法
馏程：				
初馏点 ,℃	不低于	220	195	GB/T 6536
98% (V/V) 馏出温度 ,℃	不高于	310	310	
颜色，赛波特号	不低于	+ 20	+ 15	GB/T 3555
芳香烃含量 ,% (m/m)	不大于	0.7	1.0	SH/T 0411
正构烷烃含量 ,% (m/m)	不大于	95	90	附录 A
溴值 , gBr/100g	不大于	1.5	2.0	SH/T 0236
硫 , ppm (m/m)	不大于	40	—	SH/T 0253
闪点 (闭口) ,℃	不低于	90	80	GB/T 261
水溶性酸或碱		无	无	GB/T 259
水分及机械杂质		无	无	注

注：将样品注入 100mL 量筒中，在 20±5℃时观察，应当是透明的，不应有悬浮物和机械杂质及水。遇有争议时须依 GB/T 511 及 GB/T 260 测定。

5 包装、标志、贮运及交货验收

本产品的包装、标志、贮存、运输及交货验收按 SH 0165 进行。

6 采样

采样按 GB/T 4756 进行，取 2L 作为检验及留样用。

附 录 A

液体石蜡正构烷烃含量测定法

(补充件)

A1 适用范围

本方法适用于液体石蜡正构烷烃含量的测定。

A2 方法概要

以氮气为载气，试样在涂有 OV－101 固定液的毛细管色谱柱上被分离。正构烷烃

按沸点先后次序通过氢焰离子检定器检定，并在记录器上得到正构烷烃、非正构烷烃的色谱图，以峰面积归一化法定量。

A3 仪器与材料

A3.1 经改装后具有分流和尾吹装置的气相色谱仪。

A3.2 XWC - 100/A 型记录仪，满刻度 10mV，扫描时间 1s。

A3.3 氢气发生器或氢气钢瓶。

A3.4 微量注射器：1 μ L。

A3.5 氮气：纯度为 99.5%。

A3.6 净化空气。

A3.7 长 18m，涂有 OV - 101 固定液的弹性石英毛细管柱。

A4 准备工作

A4.1 检测室温度 250℃，汽化室温度 290 ~ 300℃，进样 0.2 ~ 0.3 μ L，柱温 130℃恒温，进样后以每分钟 10℃的速度升到 230℃恒温。

A4.2 载气（氮气）每分钟 0.5mL；尾吹气（氮气）每分钟 25mL。

A4.3 氢气每分钟 30mL，空气每分钟 300mL，分流比为 7:1，柱压为 5.9×10^4 Pa。

A5 试验步骤

A5.1 仪器启动前要先通载气。

A5.2 氢焰放大器预热时间 2 ~ 3h。

A5.3 按操作温度启动色谱仪，使检测、汽化、层析室温度处于恒温状态，待放大器稳定后，加极化电压，把氢气、空气流量调到所需值后点火，待基线走稳后，方可进样。

A5.4 汽化室用密封胶垫，要做一次试验换一次胶垫，用微量注射器注进 0.2 ~ 0.3 μ L 试样。出峰后，用 1 $\times$ 10 或 1 $\times$ 20 倍的读数放大镜准确量取正构烷烃峰和非正构烷烃峰的面积。

A5.5 停机后，在开启层析室上盖迅速降温时，应小心操作，以防毛细管损坏，并一定要等层析室温度降至室温后，才能关闭载气，以防固定液变质。

A5.6 氢焰灭火后要及时关闭氢气路气源，以防爆炸。

A5.7 色谱图：见图 A1。

A6 计算

把测得的各正构烷烃峰面积和非正构烷烃峰面积加在一起，按式（A1）归一法进行定量计算：

$$W = \frac{A}{A + B} \times 100 \dots\dots\dots (A1)$$

式中：W——液体石蜡正构烷烃的百分含量（重量），%；

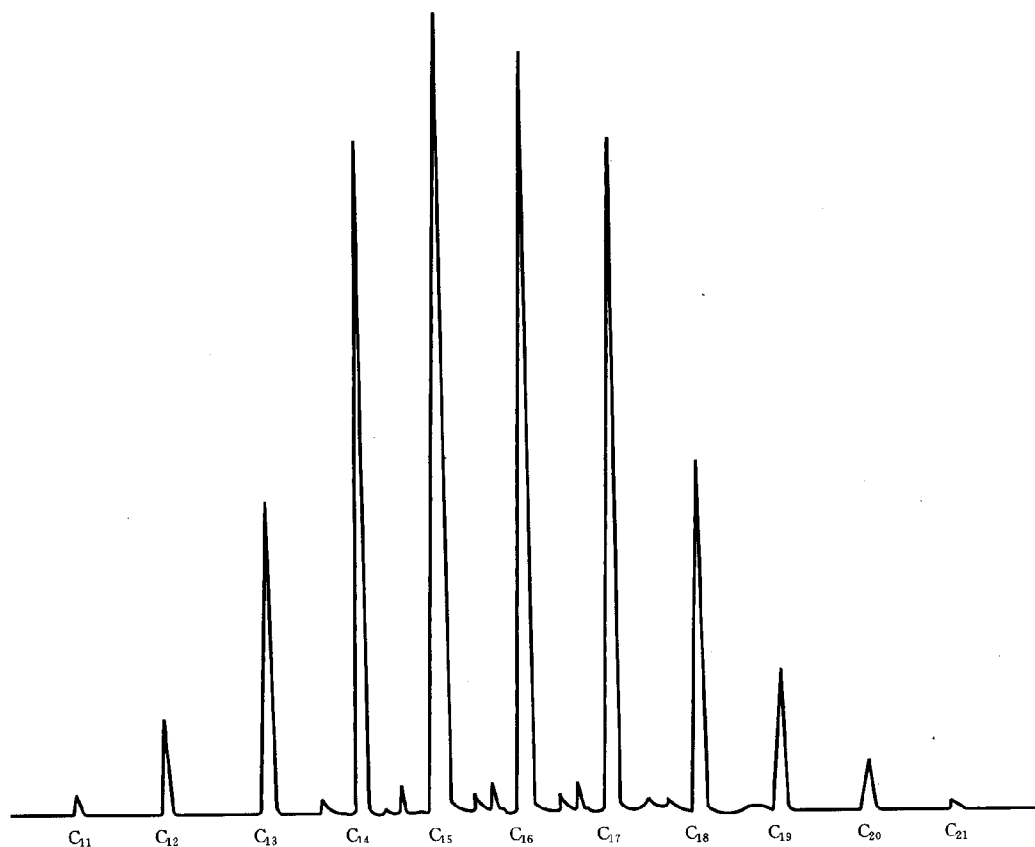


图 A1 液体石蜡正构烷烃色谱图

A——正构烷烃峰面积之和；

B——非正构烷烃峰面积之和。

A7 精密度

重复测定的两个结果与其算术平均值之差不应大于 $\pm 0.5\%$ 。

A8 报告

取重复测定两个结果的算术平均值，作为试样的测定结果。

二、氯化石蜡 - 42

HG 2091—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氯化石蜡 - 42 的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存要求等。

本标准适用于石蜡烃经氯化、精制后得到的，含氯量为 40% ~ 44% 的工业氯化石蜡。该产品主要用作聚氯乙烯辅助增塑剂。

2 引用标准

- GB 1657 增塑剂折光率的测定
- GB 1660 增塑剂运动粘度的测定 品氏法
- GB 1673 增塑剂外观色泽的测定 碘比色法
- GB 1679 氯化石蜡氯含量测定 汞量法
- GB 1680 氯化石蜡热稳定指数的测定
- GB 6680 液体化工产品采样通则

3 技术要求

- 3.1 外观：黄色或橙黄色粘稠液体。
- 3.2 氯化石蜡 - 42 应符合下列指标要求：

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色泽 (碘) , 号 ≤	3	15	30
密度 (50℃) , g/cm ³	1.13 ~ 1.16	1.13 ~ 1.17	1.13 ~ 1.18
氯含量 , %	41 ~ 43	40 ~ 44	
粘度 (50℃) , mPa · s	140 ~ 450	≤ 500	≤ 650
折光率 n_D^{20}	1.500 ~ 1.508		—
加热减量 (130℃ , 2h) , % ≤	0.3		—
热稳定指数 ¹⁾ (175℃ , 4h , 氮气 10L/h) , HCl % , ≤	0.20		0.30

注：1) 至少半年检验一次。

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均为分析纯试剂和蒸馏水。

4.1 色泽的测定

按 GB 1673 规定进行测定。

4.2 氯含量的测定

按 GB 1679 规定进行测定。

4.3 密度的测定

4.3.1 比重瓶法（仲裁法）

4.3.1.1 原理

在同一温度下，用水标定比重瓶的体积，然后测同体积试样的质量以求其密度。

4.3.1.2 仪器

- a. 分析天平：感量为 0.0001g；
- b. 温度计：分度值为 0.1℃；
- c. 恒温水浴：温度控制在 $50 \pm 0.1^\circ\text{C}$ ；
- d. 比重瓶：容积为 25mL。

4.3.1.3 操作步骤

称量清洁、干燥的带塞比重瓶，然后将煮沸并冷却至 50℃ 以下的水注满瓶中，加塞后立即浸入 $50 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中，恒温半小时，用滤纸除去溢出毛细管外的水，迅速从水浴中取出，擦干比重瓶外的水，冷却至室温称量。

将比重瓶中的水倾出，干燥后注满试样，在烘箱中加热至 70℃ 左右，试样中无气泡后，使之冷却到 50℃ 以下，盖上比重瓶塞，按上述方法进行操作，即得试样的质量。

4.3.1.4 计算

50℃ 时氯化石蜡 - 42 的密度 ρ_{50} 按式 (1) 计算：

$$\rho_{50} = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} \times \rho_0 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——比重瓶的质量，g；

m_2 ——比重瓶及试样的质量，g；

m_3 ——比重瓶及水的质量，g；

ρ_0 ——50℃ 时水的密度，0.988 05g/cm³。

4.3.1.5 允许差

每一试样在相同条件下连续测定两次，其结果的差不大于 0.001g/cm³，取其算术平均值作为试样的密度。

4.3.2 密度计法

4.3.2.1 仪器

- a. 密度计：分度值为 0.002g/cm³；
- b. 恒温水浴：温度控制在 $50 \pm 0.2^\circ\text{C}$ ；

c. 玻璃量筒：250mL；

d. 温度计：50℃，分度值为 0.2℃。

4.3.2.2 操作步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒内，然后把量筒放入 $50 \pm 0.2^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中，温度恒定后，将清洁、干燥的密度计缓缓放入被测试样中，其下端离量筒底部的距离不小于 2cm，并且不能与量筒壁接触，露出液面外的部分所沾液体不得超过 3 个分度。待密度计底部和壁上无气泡，温度恒定后，读出密度计弯月面下缘的刻度值（标有读弯月面上缘刻度的密度计除外），该刻度值则为被测试样在 50℃ 时密度计的读数。

4.3.2.3 计算

50℃ 时氯化石蜡 - 42 的密度 ρ_{50} 按式 (2) 计算：

$$\begin{aligned}\rho_{50} &= \rho'_{50} + \rho'_{50} \cdot \alpha (20 - t) \\ &= \rho'_{50} - 0.001 \dots\dots\dots (2)\end{aligned}$$

式中： ρ'_{50} ——试样在 50℃ 时，密度计的读数， g/cm^3 ；

α ——玻璃膨胀系数，0.000 025；

20——标准温度，℃；

t ——测定温度，℃；

0.001——50℃ 时密度计读数修正近似值， g/cm^3 。

4.3.2.4 允许差

每一试样在相同条件下连续测定两次，其结果差不大于 $0.002\text{g}/\text{cm}^3$ ，取其算术平均值作为试样的密度。

4.4 粘度的测定

按 GB 1660 规定进行测定。

4.4.1 计算

50℃ 时粘度 η_{50} 按式 (3) 计算：

$$\eta_{50} = \nu_{50} \cdot \rho_{50} \dots\dots\dots (3)$$

式中： ν_{50} ——50℃ 时试样的运动粘度， $10^{-6}\text{m}^2/\text{s}$ ；

ρ_{50} ——50℃ 时试样的密度， $10^3\text{kg}/\text{m}^3$ 。

4.4.2 允许差

两次平行测定结果的差不大于算术平均值的 1%，取其算术平均值作为试样的粘度。

4.5 折光率的测定

按 GB 1657 规定进行测定。

4.6 加热减量的测定

4.6.1 仪器

- a. 电热恒温箱：内层尺寸：长、宽、高各为 400 ~ 500mm；
- b. 称量瓶：直径 40mm，高 25mm；
- c. 干燥器：内装变色硅胶；
- d. 圆形石棉板：直径 200mm，厚 2 ~ 3mm。

4.6.2 操作步骤

用已恒重的两个带盖称量瓶（b）分别称取 6.4 ~ 6.6g（精确至 0.000 2g）试样，置于调节至 $130 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱（a）内的石棉板上的适当位置，石棉板距恒温干燥箱内层顶部的距离为 120 ~ 150mm，试样液面距恒温干燥箱温度计水银球底部水平线的距离为 10 ~ 20mm，称量瓶的对称轴线与温度计的距离不超过 70mm。自恒温干燥箱温度升到测试温度起，保持 2h。然后，把称量瓶移入干燥器（c）内，冷却至室温，称量。

4.6.3 计算

以质量百分数表示的加热减量 X 按式（4）计算：

$$X = \frac{m_4 - m_5}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_4 ——加热前称量瓶与试样的质量，g；

m_5 ——加热后称量瓶与试样的质量，g；

m ——试样的质量，g。

4.6.4 允许差

两次平行测定结果的差数不大于 0.05%，取其算术平均值作为试样的加热减量。

4.7 热稳定指数的测定

按 GB 1680 进行测定。

5 检验规则

5.1 氯化石蜡 - 42 由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂保证所有出厂的产品都符合本标准的要求，（热稳定指数至少半年检验一次，其他项均作出厂检验）。每批产品出厂时，都要附有一定格式的质量证明书。

5.2 以每一槽罐的产品为一批，采样按 GB 6680 规定进行。

5.3 将所取样品混合均匀，等量分装于两个清洁、干燥的磨口棕色玻璃瓶中，并贴标签，在标签上注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样者和取样日期，一瓶送检验部门进行检验，另一瓶封存于避光处备查。

5.4 检验结果有一项指标不符合本标准要求时，重新自两倍量的包装桶中取样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合要求，整批产品不能验收。

5.5 当供需双方对产品质量发生异议时，用户应在产品出厂后二个月内提出，由双方

协商解决。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 标志

包装容器上要涂刷牢固的标志，其内容包括生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、毛重、本标准号及级别。

6.2 包装

本产品用干燥、清洁、无锈的 200L 镀锌铁桶或铁桶包装，桶盖垫圈用耐磨塑料制成，每桶净重 $200 \pm 0.5\text{kg}$ 。

6.3 运输

运输时要轻装轻卸，避免碰撞，防止日晒雨淋。

6.4 贮存

氯化石蜡 - 42 应贮存于通风良好，阴凉干燥的库房内或棚内，防止日晒、雨淋。

三、氯化石蜡 - 52

HG 2092—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氯化石蜡 - 52 的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存要求等。

本标准适用于以平均碳原子数约为 15 的正构液体石蜡经氯化、精制后，制得含氯量为 50% ~ 54% 的工业氯化石蜡。该产品主要用作聚氯乙烯辅助增塑剂。

2 引用标准

GB 1657 增塑剂折光率的测定

GB 1660 增塑剂运动粘度的测定 品氏法

GB 1664 增塑剂外观色泽的测定 铂 - 钴比色法

GB 1679 氯化石蜡氯含量测定 汞量法

GB 1680 氯化石蜡热稳定指数的测定

GB 6680 液体化工产品采样通则

3 技术要求

3.1 外观：水白色或黄色粘稠液体。

3.2 氯化石蜡 - 52 应符合下列指标要求：

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色泽（铂－钴），号 ≤	100	250	600
密度（50℃），g/cm ³	1.23～1.25	1.23～1.27	1.22～1.27
氯含量，%	51～53	50～54	50～54
粘度（50℃），mPa.s	150～250	≤300	—
折光率 n_D^{20}	1.510～1.513	1.505～1.513	—
加热减量（130℃，2h），% ≤	0.3	0.5	0.8
热稳定指数 ¹⁾ （175℃，4h，氮气 10L/h），HCl% ≤	0.10	0.15	0.20

注：1) 至少半年检验一次。

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均为分析纯试剂和蒸馏水。

4.1 色泽的测定

按 GB 1664 规定进行测定。

当所测试样色泽深于 500 号时，比色时所取试样体积为标准比色液的二分之一，将所测得的色号乘以 2，即为该试样的色号。

4.2 氯含量的测定

按 GB 1679 规定进行测定。

4.3 密度的测定

4.3.1 比重瓶法（仲裁法）

4.3.1.1 原理

在同一温度下，用水标定比重瓶的体积，然后测同体积试样的质量以求其密度。

4.3.1.2 仪器

- a. 分析天平：感量为 0.0001g；
- b. 温度计：分度值为 0.1℃；
- c. 恒温水浴：温度控制在 50±0.1℃；
- d. 比重瓶：容积为 25mL。

4.3.1.3 操作步骤

称量清洁、干燥的带塞比重瓶，然后将煮沸并冷却至 50℃ 以下的水注满瓶中，加塞后立即浸入 50±0.1℃ 的恒温水浴中，恒温半小时，用滤纸除去溢出毛细管外的水，迅速从水浴中取出，擦干比重瓶外的水，冷却至室温称量。

将比重瓶中的水倾出，干燥后注满试样，在烘箱中加热至 70℃ 左右，试样中无气

泡后,使之冷却到 50℃以下,盖上比重瓶塞,按上述方法进行操作,即得试样的质量。

4.3.1.4 计算

50℃时氯化石蜡-52 的密度 ρ_{50} 按式 (1) 计算:

$$\rho_{50} = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} \times \rho_0 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——比重瓶的质量, g;

m_2 ——比重瓶及试样的质量, g;

m_3 ——比重瓶及水的质量, g;

ρ_0 ——50℃时水的密度, 0.988 05g/cm³。

4.3.1.5 允许差

每一试样在相同条件下连续测定两次,其结果的差不大于 0.001g/cm³,取其算术平均值作为试样的密度。

4.3.2 密度计法

4.3.2.1 仪器

- a. 密度计:分度值为 0.002g/cm³;
- b. 恒温水浴:温度控制在 50±0.2℃;
- c. 玻璃量筒:250mL;
- d. 温度计:50℃,分度值为 0.2℃。

4.3.2.2 操作步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒内,然后把量筒放入 50±0.2℃的恒温水浴中,温度恒定后,将清洁、干燥的密度计缓缓放入被测试样中,其下端离量筒底部的距离不小于 2cm,并且不能与量筒壁接触,露出液面外的部分所沾液体不得超过 3 个分度。待密度计底部和壁上无气泡,温度恒定后,读出密度计弯月面下缘的刻度值(标有读弯月面上缘刻度的密度计除外),该刻度值则为被测试样在 50℃时密度计的读数。

4.3.2.3 计算

50℃时氯化石蜡-52 的密度 ρ_{50} 按式 (2) 计算:

$$\begin{aligned} \rho_{50} &= \rho'_{50} + \rho'_{50} \cdot \alpha (20 - t) \\ &= \rho'_{50} - 0.001 \dots\dots\dots (2) \end{aligned}$$

式中: ρ'_{50} ——试样在 50℃时,密度计的读数, g/cm³;

α ——玻璃膨胀系数, 0.000 025;

20——标准温度,℃;

t ——测定温度,℃;

0.001——50℃时密度计读数修正近似值, g/cm³。

4.3.2.4 允许差

每一试样在相同条件下连续测定两次，其结果差不大于 $0.002\text{g}/\text{cm}^3$ ，取其算术平均值作为试样的密度。

4.4 粘度的测定

按 GB 1660 规定进行测定。

4.4.1 计算

50℃时粘度 η_{50} 按式 (3) 计算：

$$\eta_{50} = \nu_{50} \cdot \rho_{50} \dots\dots\dots (3)$$

式中： ν_{50} ——50℃时试样的运动粘度， $10^{-6}\text{m}^2/\text{s}$ ；

ρ_{50} ——50℃时试样的密度， $10^3\text{kg}/\text{m}^3$ 。

4.4.2 允许差

两次平行测定结果的差不大于算术平均值的 1%，取其算术平均值作为试样的粘度。

4.5 折光率的测定

按 GB 1657 规定进行测定。

4.6 加热减量的测定

4.6.1 仪器

- a. 电热恒温箱：内层尺寸：长、宽、高各为 400 ~ 500mm；
- b. 称量瓶：直径 40mm，高 25mm；
- c. 干燥器：内装变色硅胶；
- d. 圆形石棉板：直径 200mm，厚 2 ~ 3mm。

4.6.2 操作步骤

用已恒重的两个带盖称量瓶 (4.6.1b) 分别称取 6.4 ~ 6.6g (精确至 0.000 2g) 试样，置于调节至 $130 \pm 2^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱 (4.6.1a) 内的石棉板上的适当位置，石棉板距恒温干燥箱内层顶部的距离为 120 ~ 150mm，试样液面距恒温干燥箱温度计水银球底部水平线的距离为 10 ~ 20mm，称量瓶的对称轴线与温度计的距离不超过 70mm。自恒温干燥箱温度升到测试温度起，保持 2h。然后，把称量瓶移入干燥器 (4.6.1c) 内，冷却至室温，称量。

4.6.3 计算

以质量百分数表示的加热减量 X 按式 (4) 计算：

$$X = \frac{m_4 - m_5}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_4 ——加热前称量瓶与试样的质量，g；

m_5 ——加热后称量瓶与试样的质量，g；

m ——试样的质量, g。

4.6.4 允许差

两次平行测定结果的差数不大于 0.05%, 取其算术平均值作为试样的加热减量。

4.7 热稳定指数的测定

按 GB 1680 进行测定。

5 检验规则

5.1 氯化石蜡-52 由生产厂的质量检验部门进行检验, 生产厂保证所有出厂的产品都符合本标准的要求, (热稳定指数至少半年检验一次, 其他项均作出厂检验)。每批产品出厂时, 都要附有一定格式的质量证明书。

5.2 以每一槽罐的产品为一批, 采样按 GB 6680 规定进行。

5.3 将所取样品混合均匀, 等量分装于两个清洁、干燥的磨口棕色玻璃瓶中, 并贴标签, 在标签上注明: 生产厂名称、产品名称、批号、取样者和取样日期, 一瓶送检验部门进行检验, 另一瓶封存于避光处备查。

5.4 检验结果有一项指标不符合本标准要求时, 重新自两倍量的包装桶中取样进行复验, 复验结果即使有一项指标不符合要求, 整批产品不能验收。

5.5 当供需双方对产品质量发生异议时, 用户应在产品出厂后二个月内提出, 由双方协商解决。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 标志

包装容器上要涂刷牢固的标志, 其内容包括生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、毛重、本标准号及级别。

6.2 包装

本产品用干燥、清洁、无锈的 200L 镀锌铁桶或铁桶包装, 桶盖垫圈用耐磨塑料制成, 每桶净重 $200 \pm 0.5\text{kg}$ 。

6.3 运输

运输时要轻装轻卸, 避免碰撞, 防止日晒雨淋。

6.4 贮存

氯化石蜡-52 应贮存于通风良好, 阴凉干燥的库房内或棚内, 防止日晒、雨淋。

四、半精炼石蜡

Semi-refined paraffin wax

GB/T 254—1998

代替 GB 254—87

1 范围

本标准规定了半精炼石蜡的技术要求、试验方法及包装、标志、贮运。

本标准适用于以含油蜡为原料，经发汗或溶剂脱油，再经白土或加氢精制所得到的半精炼石蜡。本产品应用于蜡烛、蜡笔、蜡纸，一般电讯器材及轻工、化工原料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过引用而成为本标准的一部分，除非在标准中另有明确规定，下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法

GB/T 2539 石蜡熔点（冷却曲线）测定法

GB/T 3554 石油蜡含油量测定法

GB/T 3555 石油产品赛波特颜色测定法（赛波特比色计法）

GB/T 4985 石油蜡针入度测定法

SH 0164 石油产品包装、贮运及交货验收规则

SH 0229 固体和半固体石油产品取样法

SH/T 0404 石蜡光安定性测定法

SH/T 0407 石油蜡水溶性酸或碱试验法

SH/T 0414 石蜡臭味试验法

3 产品分类

本产品按熔点分为 50、52、54、56、58、60、62 号共 7 个牌号。

4 技术要求（见表 9-2）

表 9-2 技术要求

项目		质 量 指 标							试验方法
		50 号	52 号	54 号	56 号	58 号	60 号	62 号	
熔点 ,℃ 不低于 低 于		50 52	52 54	54 56	56 58	58 60	60 62	62 64	GB/T 2539
含油量 ,%(m/ m)不大于		1.8							GB/T 3554
颜色 ,号 不小于		+ 17							GB/T 3555
光安定性 ,号 不大于		6			7				SH/T 0404
针 入 度	(100g ,25℃) ,1/10mm 不大于	23							GB/T 4985
	(100g ,35℃) ,1/10mm	报告							
运动粘度(100℃) ,mm ² /s		报告							GB/T 265
嗅味 ,号 不大于		2							SH/T 0414
水溶性酸或碱		无							SH/T 0407
机械杂质及水		无							1)
1) 将约 10g 蜡放入容积为 100 ~ 250mL 的锥形瓶内 ,加入 50mL 初馏点不低于 70℃ 的无水直馏汽油 ,并在振荡下于 70℃ 水浴内加热 ,直到石蜡熔解为止 ,将该溶液在 70℃ 水浴内放置 15min 后 ,溶液中不应呈现眼睛可以看见的浑浊、沉淀或水。允许溶液有轻微乳光。									

5 取样

取样按 SH 0229 进行,取 2.5kg 作为检验和留样用。

6 包装、标志、贮运

本产品包装、标志、贮运按 SH 0164 进行。

五、全精炼石蜡

Refined paraffin wax

GB 446—93

代替 GB 446—87

1 主题内容与适用范围

本标准规定了全精炼石蜡的技术要求、试验方法、包装、标志、贮运及交货验收。

本标准适用于以含油蜡为原料，经发汁或溶剂脱油、再经白土或加氢精制所得到的全精炼石蜡。本产品应用于高频瓷、复写纸、铁笔蜡纸、精密铸造、装饰吸音板等产品。

2 引用标准

- GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法
- GB/T 2539 石蜡熔点（冷却曲线）测定法
- GB/T 3554 石油蜡含油量测定法
- GB/T 3555 石油产品赛波特颜色测定法（赛波特比色计法）
- GB/T 4985 石油蜡针入度测定法
- SH 0164 石油产品包装、贮运及交货验收规则
- SH/T 0229 固体和半固体石油产品取样法
- SH/T 0404 石蜡光安定性测定法
- SH/T 0407 石油蜡水溶性酸或碱试验法
- SH/T 0414 石蜡臭味试验法

3 产品分类

- 本产品按含油量分为优级品和一级品。
- 本产品按熔点分为 52，54，56，58，60，62，64，66，68，70 共十个牌号。

4 技术要求（见表 9－3）

表 9－3

项 目		质 量 指 标																验方法				
		优 级 品								一 级 品												
		52	54	56	58	60	62	64	66	68	70	52	54	56	58	60	62		64	66	68	70
		号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	
熔点 ,℃	不低于	52	54	56	58	60	62	64	66	68	70	52	54	56	58	60	62	64	66	68	70	GB/T 2539
	低于	54	56	58	60	62	64	66	68	70	72	54	56	58	60	62	64	66	68	70	72	
含油量 ,% (m / m)	不大于	0.5								0.8								GB/T 3554				
颜色 , 号	不小于	+ 28				+ 25				+ 25				+ 22				GB/T 3555				
光安定性 , 号	不大于	4				5				4				5				SH/T 0404				
针入度 (25℃) , 1/10mm	不大于	18				16				19				17				GB/T 4985				
运动粘度 (100℃) , mm ² /s		报 告								报 告								GB/T 265				
嗅味 , 号	不大于	2								2								SH/T 0414				

续表

项 目	质 量 指 标																验方法				
	优 级 品								一 级 品												
	52	54	56	58	60	62	64	66	68	70	52	54	56	58	60	62		64	66	68	70
	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号	号		号	号	号	号
水溶性酸或碱	无								无								SH/T 0407				
机械杂质及水	无								无								注				

注：将约 10g 蜡放入容积为 100~250mL 的锥形瓶内，加入 50mL 初馏点不低于 70℃ 的无水直馏汽油，并在振荡下于 70℃ 水浴内加热，直到石蜡溶解为止，将该溶液在 70℃ 水浴内放置 15min 后，溶液中不应呈现眼睛可以看见的浑浊、沉淀或水。允许溶液有轻微乳光。

5 取样

取样按 SH/T 0229 进行，取 2.5kg 作为检验和留样用。

6 包装、标志、贮运及交货验收

本产品包装、标志、贮运及交货验收按 SH 0164 进行。

六、粗 石 蜡

Crude scale paraffin wax

UDC 665.41

GB/T 1202—87

代替 GB 1202—77

本标准适用于以含油蜡为原料，经发汗或溶剂脱油，不经精制脱色所得到的粗石蜡。

本产品按熔点分为 50，52，54，56，58，60 六个牌号，适用于橡胶制品、蓬帆布、火柴及其他工业原材料。

1 引用标准

GB 2539 石蜡熔点（冷却曲线）测定法

GB 3554 石油蜡含油量测定法

GB 3555 石油产品赛波特颜色测定法（赛波特比色计法）

SY 2864 石蜡臭味试验法

2 技术要求（见表 9－4）

表 9－4

项 目		质 量 指 标						试 验 方 法
		50 号	52 号	54 号	56 号	58 号	60 号	
熔点，℃	不 低 于	50	52	54	56	58	60	GB 2539
	低 于	52	54	56	58	60	62	
含油量，% 不大于		2.0						GB 3554
色度，号 不低于		－ 10						GB 3555
嗅味，号 不大于		3						SY 2864
机械杂质及水分		无						注

注：机械杂质及水分测定：将约 10g 蜡放入容积为 100～250ml 的锥形瓶内，加入 50ml 初馏点不低于 70℃的无水直馏汽油，并在振荡下于 70℃的水浴内加热，直到石蜡熔解为止，将该溶液在 70℃的水浴内放置 15min 后，溶液中不应呈现眼睛可以看出的浑浊、沉淀或水分，允许溶液有轻微乳光。

3 包装、标志、贮运

本产品的包装、标志、贮存、运输及交货验收按 ZB E 30005 进行。

4 采样

采样按 SY 2001 进行，取 1kg 作为验收和留样用。

本标准是参照采用民主德国标准 TGL 21766—76《石蜡标准》制订的。

编者注：本标准中引用标准的标准号和标准名称变动见表 9－5。

表 9－5

原 标 准 号	现 标 准 号	现 标 准 名 称
GB 2539	GB/T 2539	石蜡熔点（冷却曲线）测定法
GB 3554	GB/T 3554	石油蜡含油量测定法
GB 3555	GB/T 3555	石油产品赛波特颜色测定法（赛波特比色计法）
SY 2864	SH/T 0414	石蜡嗅味试验法
ZB E30 005	SH/T 0229	固体和半固体石油产品取样法
SY 2001	SH 0164	石油产品包装、贮运及交货验收规则

七、石蜡熔点（冷却曲线）测定法

Petroleum waxes—Determination of melting point—Cooling curve

GB/T 2539—81

本标准适用于石蜡熔点的测定，不适用于微晶蜡和石油脂。

1 方法概要

在规定的条件下冷却融化了的石蜡试样，当冷却曲线上第一次出现停滞期的温度，即为石蜡的熔点。

在石蜡试样冷却过程中，每 15 秒记录一次温度，当第一次出现五个连续数总差不超过 0.1°C 时，即为第一次停滞期，五个连续数的平均值即为所测试样的熔点。

2 仪器

2.1 试管：用钠—钙玻璃制作。外径 25 毫米，壁厚 2~3 毫米，长 100 毫米，管底为半球形。在距试管底 50 毫米高处刻一环状装样线，在距试管底 10 毫米处刻一温度计定位线。

2.2 空气浴：内径 51 毫米，深 113 毫米的圆筒。

2.3 水浴：内径 130 毫米，深 150 毫米，空气浴置于水浴中，要求空气浴周围与水浴壁以及底部保持 38 毫米水层。水浴测温孔要使温度计离水浴壁 20 毫米。

2.4 熔点温度计：符合附录 A 要求。

2.5 水浴温度计：半浸入式，要求在使用范围内能准确到 1°C 。

2.6 烘箱或水浴：温度控制能达到 93°C 。

3 试验步骤

3.1 将温度计、试管、空气浴、水浴按图 9-1 示安装：试管配一合适的软木塞，中间开孔固定熔点温度计，温度计 79 毫米浸没段要插在软木塞下面。温度计插入试管，温度计底距管底 10 毫米。

3.2 在水浴中注入 $16\sim 28^{\circ}\text{C}$ 的水，水面与顶部距离小于 15 毫米。在整个试验过程中，水温保持在 $16\sim 28^{\circ}\text{C}$ 。

3.3 将试样放入洁净的烧杯，在烘箱或水浴中加热到估计熔点 8°C 以上，或加热到试样熔化后再升高 10°C ，或加热到 $90\sim 93^{\circ}\text{C}$ ，不可用明火式电热板直接加热试样。

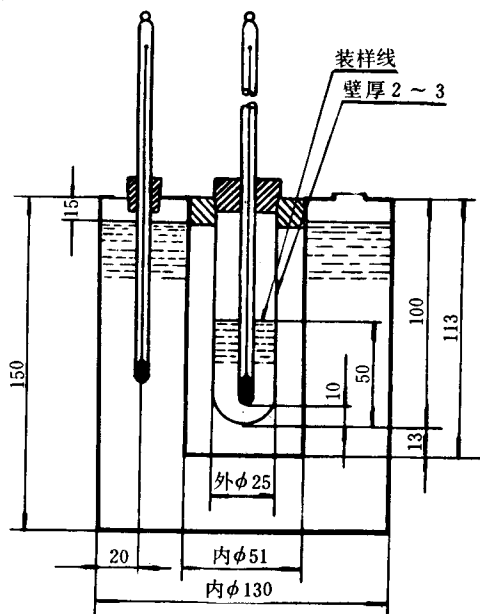


图 9-1 石蜡熔点（冷却曲线）测定器

3.4 将熔化的试样装到预热的试管中，加至 50 毫米刻线处，插入带温度计的软木塞，使温度计底至 10 毫米刻线。

3.5 在保证蜡温比估计熔点至少高 8°C 的情况下，将试管垂直装在空气浴中。

3.6 每隔 15 秒记录一次温度，估计到 0.05°C ，当第一次出现五个连续数总差不超过 0.1°C 时，在试样冷却曲线上出现平稳段，即为停滞期，此时可停止试验。如无上述情况出现，可继续读数至 38°C 或低于凝固点 8°C ，即可停止试验，并判断为本方法不适用于该试样。

4 计算

计算第一次停滞期五个连续数的平均值，取至 0.05°C 。

5 精密度

重复测定两个结果之间最大差值不得超过 0.1°C 。

6 报告

取重复测定两个结果中较小值为试样熔点。

注：根据不同实验室统计试验结果，本方法为：

①由同一操作者同一仪器，对同一试样，在规定的条件下，正确操作测得重复试验结果间的差值，经长期试验：在 20 次试验的差值中只有一次超过 0.1°C 。

②由不同试验室不同操作者对同一试样，在规定的条件下，正确操作各自测得结果间的差值，经长期验证：在 20 次试验的差值中只有一次超过 0.5°C 。

附 录 A
熔点温度计技术条件
(补充件)

半浸棒式	
温度范围	38 ~ 82℃ ；
最小分度	0.1℃ ；
长线分度	0.5℃ ；
刻字分度	1.0℃ ；
示值误差	最大 0.1℃ ；
膨胀室允许加热温度	100℃ ；
浸入深度	79 毫米 ；
全长	377 ± 5 毫米 ；
棒直径	6.0 ~ 7.0 毫米 ；
水银球长	18 ~ 28 毫米 ；
水银球直径	5.0 ~ 6.0 毫米 ；
水银球底至 40℃ 线距离	{ 116 ~ 125 毫米 ； 315 ~ 325 毫米 ； 不大于 41 毫米。
水银球底至 80℃ 线距离	
水银球至收缩室顶部距离	

八、石油蜡含油量测定法

Petroleum waxes – Determination of oil content

UDC 665.772:665.13
GB/T 3554—83
≈ ISO 2908—1974

本方法适用于测定石油蜡含油量。蜡的冻凝点要在 30℃ 以上。含油量不大于 15%。
注：蜡的冻凝点用 ISO 2707《石油蜡冻凝点测定法》，待建立。目前暂用 GB/T 2539《石蜡熔点（冷却曲线）测定法》代替。
对于某些含油量大于 5% 的蜡，如果油在丁酮中不能完全溶解而分层，则不宜采用本方法。

本方法是将试样溶解于丁酮中，冷却至 -32°C ，析出蜡，过滤并将滤液中的丁酮蒸出，称重残留油，计算蜡的含油量。

本方法是参照 ISO 2908—1974 制订的，与之等效。

1 仪器和设备

1.1 过滤管：包括管式浸液滤器和试管（图 9-2），并用磨口连接。管式浸液滤器按附录 A 方法测定滤片孔径为 $10 \sim 15$ 微米；试管直径 25 毫米，长 170 毫米。

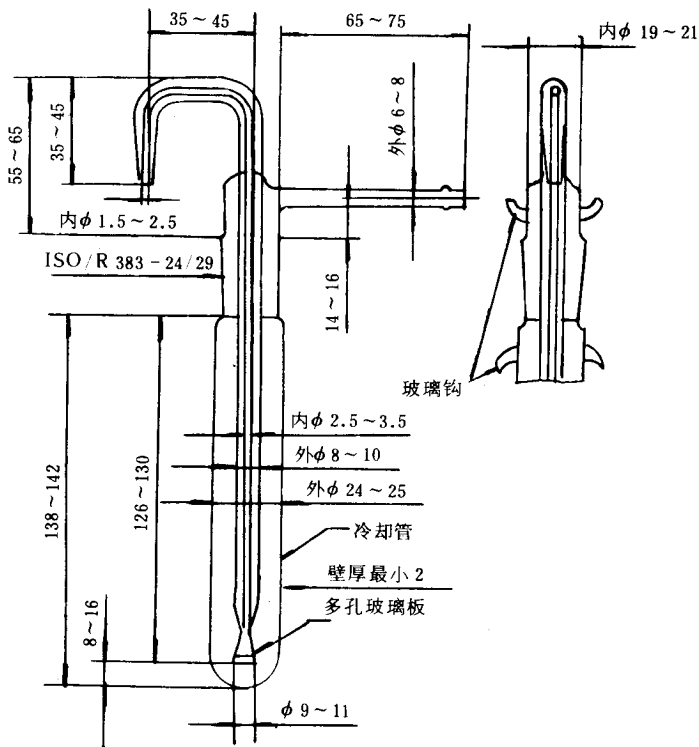


图 9-2 过滤管

1.2 取样移液管：取液体蜡样 1 ± 0.05 克。

1.3 溶剂移液管： 15 ± 0.06 毫升。

1.4 锥形称量瓶：带磨口塞，容量为 15 毫升。

1.5 玻璃搅拌棒：直径约 5 毫米，长约 300 毫米，在 30 ~ 40 毫米处稍加弯曲，使之容易接触瓶壁。

1.6 温度计：半浸棒式，应符合下列规格。

温度范围 $-37 \sim 21^{\circ}\text{C}$

最小分度 0.5°C

- 长线分度 1 和 5℃
- 刻字分度 5℃
- 示值误差 最大 0.2℃
- 膨胀室允许加热温度 105℃
- 浸没深度 76 毫米
- 刻度段全长 105 ~ 140 毫米
- 全长 350 ~ 355 毫米
- 水银球底至 - 37℃ 线长 170 ~ 185 毫米
- 棒直径 7.0 ~ 8.0 毫米
- 水银球长 15 ~ 20 毫米
- 水银球直径 6.0 ~ 7.0 毫米
- 水银球形状 圆柱形
- 顶部封口 平顶
- 试验期间温度计露出部分周围介质的平均温度 21℃

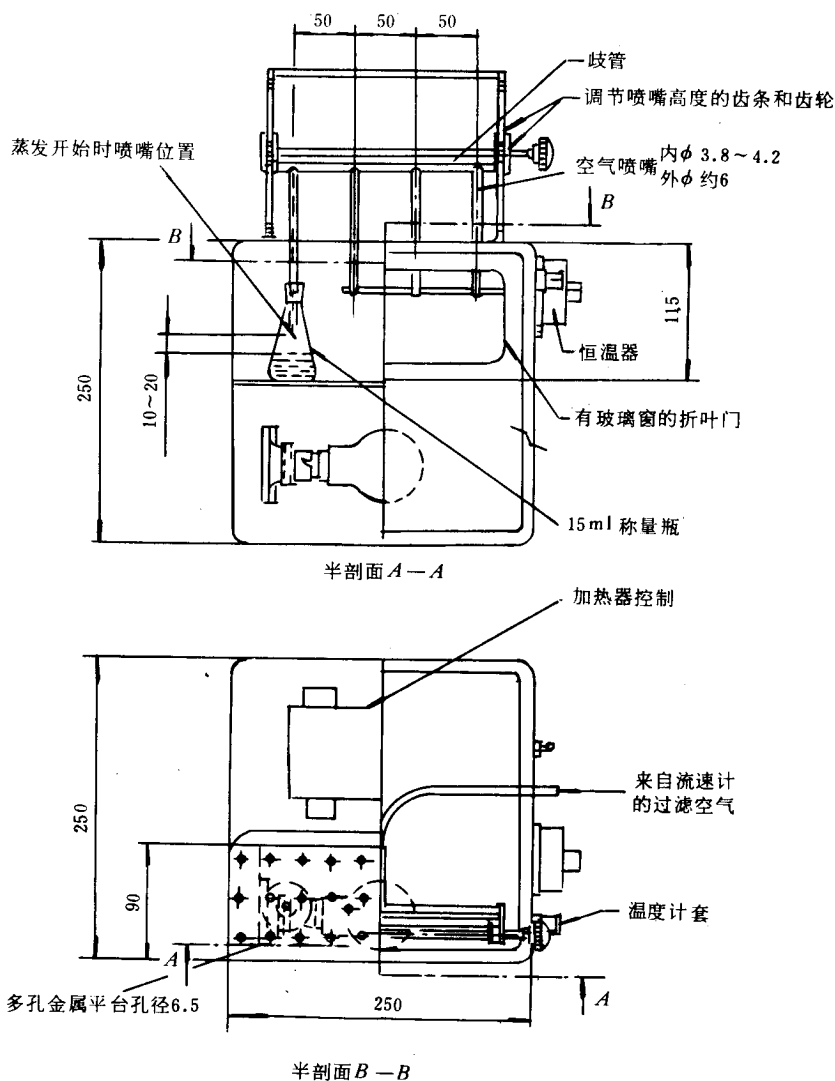
- 1.7 化蜡烘箱：能恒温在 70 ~ 100℃
- 1.8 冷浴：冷浴孔直径 25.4 毫米，深度大于 130 毫米，要能冷至 - 34.5 ± 1℃ 并恒温。
- 1.9 蒸发装置：如图 9 - 3 所示，保证每个喷嘴 2 ~ 3 升/分的洁净空气喷入瓶中，并保持瓶周围的温度为 35 ± °C。
- 1.10 空气压缩机：能为蒸发装置提供稳定足量清洁干燥的空气流。
- 1.11 减压阀：能为过滤器提供均匀流速和适当压力的空气流。
- 1.12 分析天平：准确到 0.0001 克。为此，天平室要恒温、恒湿。

2 溶剂

丁酮：用规定方法或相当的方法检验应符合下列规格（表 9 - 6）。为保证丁酮无水，可加入重量比 5% 的无水硫酸钙，使用前进行过滤。

表 9 - 6

项 目	指 标	方 法
比 重（ 20℃/ 20℃ ）	0.805 ~ 0.807	准确到小数点后第三位数的任何方法
色 度	水白色最大 1.0	IP ₁₇ （ B ）
馏 程	78 ~ 81℃ 100%	ASTM D 1078
酸 度	最大 0.003%（重量比）（以乙酸表示）	ASTM D 1613
水 分	不大于 0.35（重量比）	ASTM D 1364
蒸发残渣	蒸发 4 毫升溶剂剩余残渣不得超过 0.001 克	详见本方法 3.8
折 光 率（ 20℃ ）	1.378 ± 0.002	ASTM D 1218



注：方法——待溶剂分析建立 ISO 方法后即行代替 ASTM 和 IP 方法号。

3 操作步骤

3.1 取有代表性的试样在洁净的烧杯中熔化，化蜡在化蜡烘箱或水浴上进行，化蜡温度不超过试样估计熔点 20℃，待蜡完全熔化后，立即充分搅拌并取样，不要在烘箱中久置，以防氧化。

3.2 用洁净预热过的取样移液管取 1 ± 0.05 克蜡样，放入预先称准到 0.001 克洁净干燥的试管中。转动试管使蜡均匀地凝固在试管底部，待冷却至室温后，称准至 0.001 克。

为使试管不滚动，可在天平盘上放一试管架。

3.3 用溶剂移液管取丁酮 15 毫升于试管中，在 80 ~ 90℃ 的水浴中迅速加热，并用玻璃棒搅拌，使蜡完全溶解在溶剂中，形成透明溶液（高熔点蜡允许形成均匀的雾状混合液）。不要使丁酮沸腾，水浴温度较高使蜡溶解迅速，方能保证溶剂损失在 1% 以下。

3.4 将试管在冰 - 水中冷却 10 分钟，使溶液呈糊状，擦干外部，称准至 0.1 克，如果多次称量溶剂重量大于 11.9 克，则该数值可做为常数使用。这一步骤可以省略。

3.5 将试管置于盛有乙醇或其他介质的 $-34.5 \pm 1^\circ\text{C}$ 的冷浴中，先用玻璃棒剧烈搅拌，防止蜡结块或粘附在管壁，造成蜡包油。待蜡形成细粒结晶后插入温度计，在温度计搅拌下使糊状物冷至 $-31.7 \pm 0.3^\circ\text{C}$ 。

3.6 在此同时，将管式浸液滤器用过滤纸包好插入无介质的 -34.5°C 的冷浴中约 10 分钟，用滤纸迅速擦拭管壁放入取出温度计的试管中，注意不要因在空气中停留过长在管壁上形成霜层，插入后磨口塞密封，并用弹簧或橡皮圈连接玻璃钩。

3.7 将空气由空气进入管压入，用预先经丁酮冲洗并用蒸发装置（见图 2）干燥称准至 0.0001 克的称量瓶在滤液喷嘴收集约 4 毫升滤液，立刻盖上瓶塞，不待升至室温，称准至 0.01 克，以避免溶剂损失，同时要避免因瓶壁过冷，凝固空气中水分而增加重量。

3.8 将不带盖的锥形称量瓶置于恒温 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ 的蒸发装置（见图 2）中，使空气喷嘴与瓶颈同心，喷嘴尖端比液面高 15 ± 5 毫米，以 2 ~ 3 升/分的流速吹 30 分钟，移入不带干燥剂的干燥器中。盖上瓶盖、在天平附近静置 10 分钟称准至 0.0001 克，重复操作，每次吹 5 分钟，直至连续两次称重不超过 0.0002 克为止。要防止因空气湿度过大或因空气中灰尘造成结果偏高。

4 计算

石油蜡含油量以重量百分数（ X ）表示，按下式计算：

$$X = \frac{100m_1 \cdot m_3}{m_2 \cdot m_4} - 0.15$$

式中： m_2 ——蜡样重，克（蜡样加试管减试管重）；

m_3 ——溶剂丁酮重，克（溶解蜡样后试管加蜡样加溶剂减去试管加蜡样重，正常操作下溶剂重不少于 11.9 克，该数值可作为常数使用）；

m_1 ——残留油分重，克（称量瓶加残留油分减去称量瓶重）；

m_4 ——蒸发溶剂重，克（称量瓶加滤液减去称量瓶加油分重）；

0.15——在 -31.7°C 时，蜡在溶剂中溶解度的平均校正值。

5 精密度

5.1 重复性

同一操作者重复试验差值如大于 0.06 加平均值的 8%，应被认为是可疑的。

5.2 再现性

两个实验室提供的试验结果，其差值，如大于 0.2 加平均值的 11%，应被认为是可疑的。

6 试验结果

取重复试验的平均值作为含油量试验结果，如为负值，则含油量为零。

附 录 A 滤器孔径测定法 (补充件)

本方法用来检验管式浸液滤器是否合格。方法是将滤器洗净并用水润湿、浸没在水中，对滤器上表面施加空气压力。直到第一个空气泡通过滤器。用水的表面张力和施加的压力计算孔径。

A.1 仪器

A.1.1 压力计，装有水银并读准到 0.5 毫米。

A.1.2 针形阀式空气压力调节器。

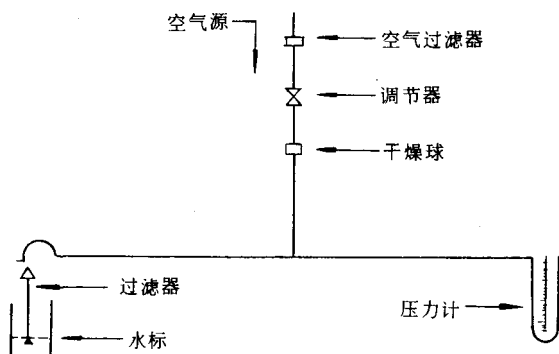
A.1.3 空气源，清洁并经过滤。

A.2 试验步骤

A.2.1 将滤器浸泡在浓盐酸内清洗，再用蒸馏水洗涤，丙酮淋洗后空气干燥，再放在 105℃ 烘箱中 30 分钟。

A.2.2 将洁净滤器浸泡在蒸馏水中润湿。

A.2.3 按图所示安装仪器，从一清洁空气源慢慢施加压力。



检验滤器孔径仪器安装图

A.2.4 要使滤器低于水的表面，滤片上的水层要尽量减少。

A.2.5 升高空气压力到低于估计气泡穿过压力 10 毫米汞柱，然后以每分钟约 3 毫米汞柱的速度缓慢增压，直到第一个气泡穿过滤器，记下第一个气泡离开滤器时的压力。为便于观察，水杯底可放一面镜子。

A.3 计算

按下式计算孔径

$$D = \frac{2180}{P}$$

式中：D——孔径，微米；

P——压力计读数，毫米汞柱。

用上式计算出 10 ~ 15 微米的相应压力为 218 ~ 145 毫米汞柱。在这一压力范围内的滤器即认为合格。

九、石油蜡针入度测定法

Determination of needle
penetration of petroleum waxes

GB/T 4985—1998
代替 GB/T 4985—85

1 范围

本标准规定了通过测量标准针刺入深度，评价石油蜡硬度的方法。

本标准适用于针入度值不大于 250 的石油蜡。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过引用而成为本标准的一部分，除非在标准中另有明确规定，下述引用标准都应是现行有效标准。

SH/T 0132 石油蜡冻凝点测定法

3 术语

针入度 Needle petroleum

在规定的条件下，标准针垂直刺入蜡试样的深度，以 10^{-1} mm 为单位。

4 方法概要

将试样熔化，加热到其冻凝点以上约 17℃，倒入成型器中，在控制条件下，置于空

气中冷却，然后用水浴将试样温度控制在试验温度，用针入度计测量其针入度，将针入度计的标准针在 100g 负荷下刺入试样 5s。

5 意义和用途

石油蜡的硬度各异，针入度是测量石油蜡硬度的方法，硬度对其他物理性质有明显影响。

6 仪器

6.1 针入度计

用于使标准针接触试样表面并且在试验后给出刺入的深度。针入度计在指示器读数为“零”时，针尖应能准确置于试样的水平面上。

图 9-4 中的装置是两种调节方式的组合图：一种是调节测试台；另一种是调节指示器针组件，二者任选其一。在释放时，带负荷的针必须脱落且无明显阻力。仪器上备有水平调节螺丝和酒精水准器，用以保证滑杆轴处于垂直的位置。指示器的刻度按 10^{-1}mm 精度校准，刻度范围不少于 250 个 10^{-1}mm 。

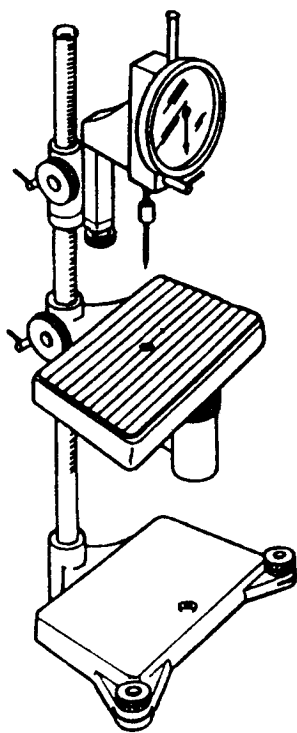


图 9-4 针入度计

6.2 计时器

针入度计可附有自动释放计时机构，也可使用分度为 0.1s 的秒表。

6.3 标准针和滑杆

标准外的尺寸要求见图 9-5，针长约 83mm，针的一端被对称地加工成圆锥形。锥体的锥角在 $8^{\circ}55' \sim 9^{\circ}25'$ 范围内，锥体轴与针杆轴重合，最大偏心率（指示器全程刻度）在 0.13mm 之内。锥体部分要用充分硬化并回火的 440-C 级或相当的不锈钢制作，其洛氏硬度为 C57~60，锥尖磨光并截掉尾部成为截顶圆锥体，小头的截面直径为 0.14~0.16mm。截面与针轴成直角，允许偏离在 2° 以内，边缘应锐利而无芒刺，锥面与截面顶的粗糙度为 $0.2\mu\text{m}$ 。标准针的实际重量为 $25\text{g} \pm 0.05\text{g}$ （用杆钻孔深度调整），滑杆的总重量为 $47.5\text{g} \pm 0.05\text{g}$ ，滑杆上加 $50\text{g} \pm 0.05\text{g}$ 重物。

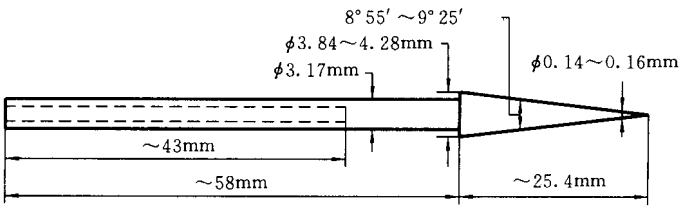


图 9-5 标准针

注：标准针要经计量部门按上述要求检定。

6.4 试样成型器

成型器为两端开口的黄铜圆筒，内径 25.4mm，高 31.8mm，壁厚 3.2mm。为避免过硬蜡样滑动，在筒内壁的中心部位刻上少数螺纹式沟槽。在试样成型时，将成型器置于用等体积甘油和水混合物润湿过的黄铜板上。

6.5 试验室或试验箱

能保持 $23.^{\circ}\text{C} \pm 2.2^{\circ}\text{C}$ 。

6.6 水浴

水浴的容积不少于 10L，能保持试验温度准确至 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。水浴可用玻璃制作或开一可以水平观察试样的看窗，试样浸在水浴中的深度不少于 102mm，并将其置于离浴底不少于 51mm 的多孔调节架上。还需在低于水面约 51mm 处装有固定的多孔试样架，用来支承进行针入度测定时的试样。测定也可在另一个恒温小水浴中进行，详见附录 A。

6.7 温度计

温度计是用于水浴温度测量的精密温度计，全浸型，刻度范围 $25 \sim 55^{\circ}\text{C}$ 。具体要求如下：

温度范围	25 ~ 55℃
最小分度	0.1℃
长线分度	0.5℃
刻度分度	1℃
示值误差	最大 0.1℃

允许最高加热温度	105℃
全长	379mm ± 5mm
杆直径	7 ~ 8mm
水银球长	25 ~ 35mm
水银球直径	6 ~ 7mm
冰点范围	- 0.5 ~ + 0.5℃
球底到冰点距离	60 ~ 70mm
球底到收缩室底的距离	最小 80mm
球底到收缩室顶的距离	最大 100mm
球底到 25℃刻线距离	115 ~ 135mm
球底到 55℃刻线距离	324 ~ 344mm

6.8 黄铜板

黄铜板规格为 63.5mm × 38mm × 6.4mm，用于成型时承托试样。该板在样品冷却期间要置于软木塞上。

7 试样制备

将蜡样加热至其冻凝点以上约 17℃，防止局部过热。充分搅拌使蜡样均匀并使气泡逸出。在保持 23.9℃ ± 2.2℃ 的试验室或试验箱内，将黄铜板置于两个软木塞上（16 号或 18 号），然后用等体积甘油和水混合物润湿黄铜板的上表面。将成型器放在黄铜板上，然后将蜡样倒入成型器内，使其形成凸弯月面。将其在 23.9℃ ± 2.2℃ 的温度下冷却 1h。然后从成型器顶部刮去凸出的蜡，从黄铜板上取下，将与黄铜板接触的蜡表面朝上，在试验温度 ± 0.1℃ 的水浴中放置 1h。

注：很硬的蜡往往因收缩而与器壁分离，在这种情况下允许再注入蜡样使之楔合。

8 试验步骤

8.1 将针入度计基底转向背后，使外入度计的头部置于水浴边缘，并置于支承试样的多孔试验架的上方。可能需要在基座上放一重物，以平衡头部的重量，将针入度计和水浴中的多孔试验架调至水平。也可将一小水浴置于针入度计台架上，保持小水浴中的水温在试验温度 ± 0.1℃（见附录 A），每次测定前，用 6.7 中所规定的温度计测量小水浴温度，温度计露出部分校正值等于或超过 0.05℃ 时需加校正值。

8.2 将装有试样的成型器置于多孔试验架上或小水浴中，使与黄铜板接触的光滑面朝上，并确保试验过程中成型器和试验架或小水浴不晃动。水面调至高于试样上表面 25mm，将试样保持在试验温度上 0.1℃ 内。

注：试验温度可以在 25 ~ 55℃ 范围内的任一温度，通常使用的是 25℃、35℃、45℃ 或 50℃。

8.3 加 50g 重物于标准针上，使外及其附件的总质量为 100g ± 0.15g，检查释放机构是

否卡杆，指示器应在“零”位。按针入度计不同类型调节指示器组件或调节台，调到针尖几乎触及蜡的表面，并将位置固定。

8.4 用微调法使针尖恰好接触试样的蜡表面，观察针尖投影有助于准确调节。5min 后，释放滑杆并持续 5s，用自动计时器或 0.1 分度的秒表计时。用秒表计时，应在试验前开动秒表。当表的秒针走到某一刻度时释放滑杆，到 5s 时立即卡住滑杆。轻轻压下指示器杆直至被滑杆顶住为止，并由指示器刻度盘读出针入度值。

8.5 在距成型器边缘至少 3.2mm 的圆周上，取约相等间隔（不少于 12.7mm）的四个点进行测定，每个点测定前用清洁的干布顺针尖方向仔细擦拭，以除去所有的附着的蜡，并按 8.4 中的要求定位标准针，然后再进行测定。

9 报告

取四个点的测定值的算术平均值作为测定结果，精确到 10^{-1} mm，同时报告试验温度。

10 精确度和偏差

10.1 根据实验室间测定结果的统计分析确定方法的精密度如下：

10.1.1 重复性

用一台仪器，在恒定不变的操作条件下，由同一操作者，对同一试样进行两次连续测定结果之差超过下列公式计算值的，二十次中仅有一次。

$$r = 1.72 \times [10^{0.005\ 2\bar{X}}] \dots\dots\dots (1)$$

式中：r——重复性；
 $\bar{X}$ ——针入度。

10.1.1 再现性

由不同操作者在不同实验室对同一试样进行测定，所得任意两个独立结果之间的差值超过下述计算值的，二十次中仅有一次。

$$R = 4.81 \times [10^{0.004\ 4\bar{X}}] \dots\dots\dots (2)$$

式中：R——再现性；
 $\bar{X}$ ——针入度。

10.1.3 由上面的两个公式计算出的各针入度值重复性和再现性对于表 9-7。

表 9-7 对不同针入度值所计算出的重复性和再现性

针入度 $\bar{X}$	重复性	再现性
10	2	5
20	2	6
30	2	7
40	3	7

续表

针入度 $\bar{x}$	重复性	再现性
50	3	8
60	4	9
70	4	10
80	5	11
90	5	12
100	6	13
125	8	17
150	11	22
175	14	29
200	19	37

10.2 偏差

因为针入度值的确定只依据一种试验方法，因此本方法没有偏差。

附 录 A
(标准的附录)
小水浴恒温仪

- A1 本仪器专为石蜡针入度而研制，能对四个恒温点进行计算机智能控制，按下所需温度按键，即进入自动控制升温及恒温状态。
- A2 在升温阶段，由于不同环境影响，可以超过恒温点 1℃左右，此时可待其自动回到恒温点，不必采用其他降温办法。
- A3 环境温度要在 15 ~ 25℃，室内空气保持稳定。
- A4 恒温精度为 ±0.1℃，并保证上下左右均匀。
- A5 与恒温仪配套的小水浴，外径 140mm ± 1mm，高 80mm ± 1mm，底部内外都要达到玻璃板一样平整，以免成型器和小水浴晃动。

十、石蜡中稠环芳烃试验法

Paraffin wax—Determination of
polynuclear aromatics

UDC 665.41:543.062
GB/T 7363—87

本方法适用于检验食品用石蜡中稠环芳烃，以紫外吸光度表示。

2.9 真空蒸馏装置：全部用玻璃制作（用于二甲亚砷净化），包括一个 2 升的蒸馏瓶，带有加热罩，一个真空夹套冷凝器以及一指状冷凝器的蒸馏头及受器（见图 9-8）。

2.10 光谱用熔融石英吸收池：光程在 4.000 ± 0.005 厘米范围内。可用光程为 1.000 ± 0.005 厘米的石英池校正分光光度计性能。此时，以水作参比，测定吸光度值的差异。

2.11 分光光度计：波长范围 250~400 纳米（nm），有小于 2 纳米的狭缝。在仪器操作条件下，测定其吸光度。分光光度计性能须符合下列要求：

吸光度的重复性：在 0.4 吸光度处为 ± 0.01 。

吸光度的精确度：在 0.4 吸光度处为 ± 0.05 。

波长重复性： ± 0.2 纳米。

波长精确度： ± 1.0 纳米。

2.12 瓶装氮气：（纯度 99.5% 的氮气）。瓶上装有控制阀，控制压力为 3.43 帕〔斯卡〕（0.35 千克力/厘米²）下的流量。

2.13 玻璃小量勺：自制，量取氢硼化钠用，一勺相当于 0.3 克氢硼化钠。

2.14 玻璃棒：自制，长 250~300 毫米，外径约 5 毫米，一端呈扁平圆型。用于压紧吸附剂。

2.15 金属棒：自制，长 250~300 毫米，外径约 5 毫米，一端磨尖，用于挑松吸附剂。

3 试剂

3.1 异辛烷（2,2,4-三甲基戊烷）：应符合下述检验指标。必要时，需通过长约 90 厘米，直径 5~8 厘米的活化硅胶柱净化。

3.2 苯：试剂级，应符合下述方法检验指标。必要时，可采用蒸馏法或其他方法净化。

3.3 丙酮：试剂级，应符合下述方法检验指标。必要时，用蒸馏法净化。

3.4 甲醇：应符合下述方法检验指标。必要时，用蒸馏法净化。

3.5 正十六烷：纯度 99%，无烯烃，应符合下述方法检验指标。必要时，需通过活化硅胶柱渗滤或采用蒸馏法净化。

3.6 蒸馏水：应符合下述方法检验指标。必要时需通过离子交换树脂或用其他合适的方法净化。

3.7 二甲亚砷：分析纯，应符合下述方法检验指标。必要时按下法净化：

将二甲亚砷加入 2000 毫升带玻璃塞的烧瓶中，再加入 6.0 毫升磷酸和 50 克碱性活性炭或类似物品。盖上瓶塞，用电磁搅拌器搅拌 15 分钟（搅拌棒须涂有聚四氟乙烯涂层），二甲亚砷通过四层厚的折成凹槽型的滤纸过滤（滤纸直径 18.5 厘米）。如最初的滤液含炭粉，滤液需返回同一漏斗重新过滤，直至滤液透明为止。为防止二甲亚砷与空气和湿气接触，在操作过程中，分液漏斗和集合瓶中的溶剂表面都用一层异辛烷覆盖。滤液移至 2000 毫升分液漏斗中，将二甲亚砷从下部排至真空蒸馏装置的 2000 毫升蒸馏烧瓶中，在约 400 帕〔斯卡〕（3 毫米汞柱）或更小的压力下进行蒸馏。弃去开始的 200

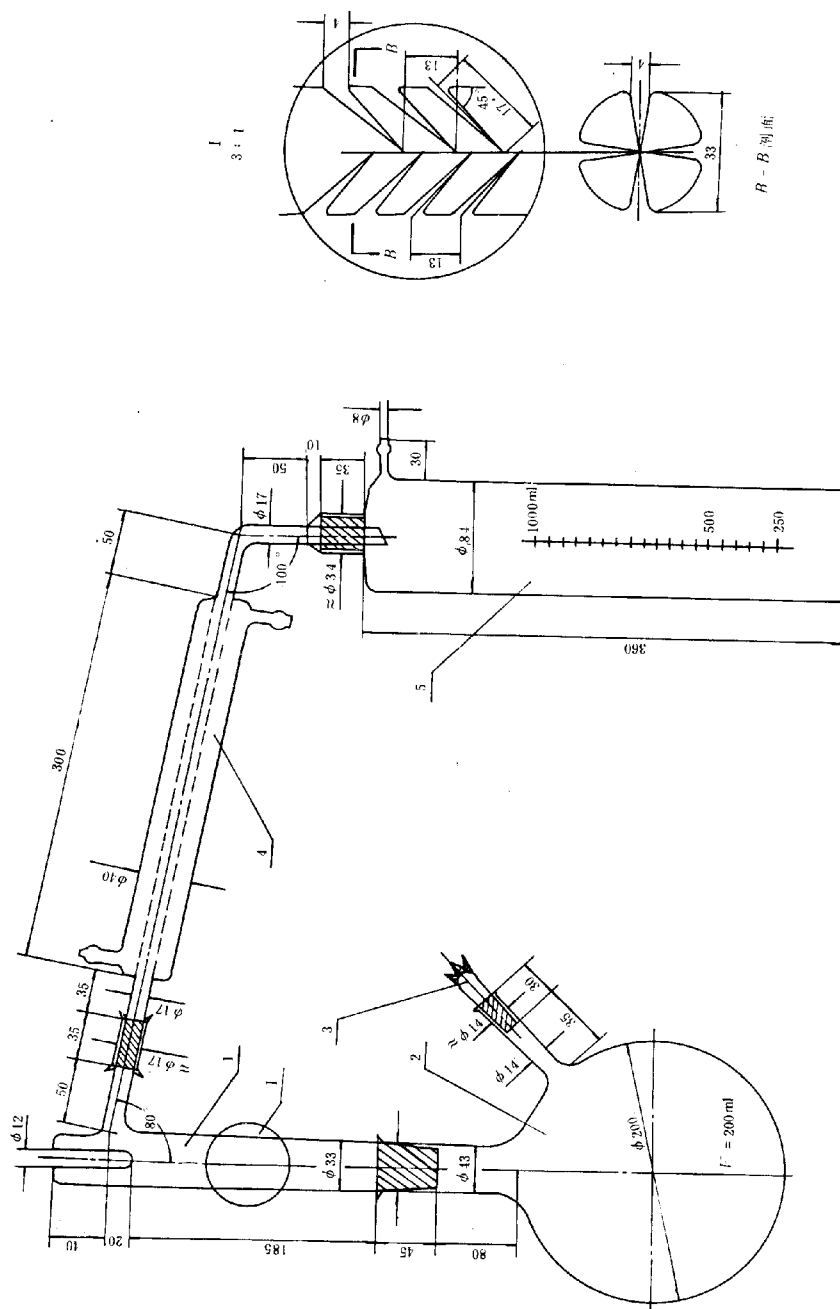


图 9-8

1—精馏柱；2—蒸馏烧瓶；3—磨口塞；4—冷凝器；5—受器

毫升蒸馏液，再换上一个洁净馏出液受器，蒸馏继续进行直至得到 1000 毫升的二甲亚

砒为止。由于此试剂很易吸湿，并在空气存在下，易与某些金属容器起作用，故在蒸馏完毕后，必须贮藏于有玻璃塞的瓶中。

3.8 磷酸：85%，试剂级。

3.9 氢硼化钠：纯度 98%。

3.10 氧化镁：试剂级。

3.11 硅藻土：化学纯。

3.12 无水硫酸钠：试剂级，粒状。对所用的每一瓶硫酸钠必须按下法进行预洗涤，以提供本方法中所需的过滤介质。

3.13 氯化钠：试剂级。

3.14 活性炭：色层用、粒状。

4 试验准备

4.1 实验室要求

本试验灵敏度高，因此在操作中务必十分小心，以免污染引起误差。所有玻璃仪器包括旋塞和塞子都必须细心洗净，以除去润滑油、脂类及残留洗涤剂一切有机物质，并需要用紫外光检查是否有任何荧光污染。在仪器使用前必须用净化后异辛烷淋洗。在玻璃旋塞式接头处不准涂抹润滑脂。

4.2 样品处理

处理样品时必须十分注意避免污染，并保证不得因包装不当而带入任何外来杂质。在试验中被测试的某些稠环芳烃易被光氧化，故全部试验过程必须在柔和的光线下进行。

4.3 溶剂的检验

4.3.1 正十六烷的检验

取 1 毫升正十六烷，用异辛烷直接稀释至 25 毫升，以异辛烷作参比，用 4 厘米光程吸收池测定紫外吸光度。在波长 280 ~ 400 纳米 (nm) 范围内，每 1 厘米的吸光度不应超过 0.00。

4.3.2 异辛烷、丙酮、苯、甲醇的检验

将规定量（见表 9-8）的溶剂放入 250 毫升蒸发烧瓶中，加入 1 毫升正十六烷，在水浴上通氮气蒸至残液量不大于 1 毫升。蒸发速度控制在每分钟液体蒸出量约为 4 毫升，对苯及丙酮的残液，再加入两次 10 毫升异辛烷，同上操作，以保证除去全部的苯或丙酮。将残液溶于异辛烷中，使总体积为 25 毫升，以异辛烷作参比，用 4 厘米光程吸收池测定溶液的紫外吸光度。在 280 ~ 400 纳米 (nm) 范围内，每 1 厘米光程紫外吸光度应符合表 9-8 的规定值。

表 9-8

溶 剂	规定量（毫升）	紫外吸光度
异辛烷	180	不大于 0.01
苯	150	不大于 0.01
丙 酮	200	不大于 0.01
甲 醇	10	不大于 0.00

若测定结果大于规定值，则需净化及处理后再进行检验。

4.3.3 二甲亚砷的检验

取 120 毫升二甲亚砷，用 240 毫升蒸馏水稀释，置于 500 毫升分液漏斗中，混合并冷却 5~10 分钟。加入 40 毫升异辛烷，将漏斗剧烈振荡 2 分钟，进行抽提。分层后，将下部的水层放入第二个 500 毫升分液漏斗中，加入 40 毫升异辛烷再抽提一次，弃去水层。将两份 40 毫升抽出液，各用蒸馏水洗三次，每次用水 50 毫升并洗涤振荡 1 分钟，弃去水层，第一份抽出液通过用异辛烷预洗涤的无水硫酸钠过滤至 250 毫升蒸发烧瓶中，用第二份 40 毫升异辛烷抽出液洗涤第一个分液漏斗，通过上述无水硫酸钠层过滤，放入同一烧瓶中。两个分液漏斗各再用 10 毫升异辛烷洗涤，洗涤溶剂均通过上述无水硫酸钠层滤入同一个烧瓶中。往烧瓶中加入 1 毫升正十六烷，放在水浴上，并通氮气蒸掉异辛烷，蒸发速度同（4.3.2），直至残液不大于 1 毫升。往残液中加入两次 10 毫升异辛烷，同上操作，以保证所有挥发物全部除去。将残液溶于异辛烷中，使总体积为 25 毫升，在 4 厘米光程吸收池中以异辛烷作参比，测定紫外吸光度。在波长 280~400 纳米（nm）范围内，每 1 厘米光程吸光度不应大于 0.02，若不合格则需按 3.7 所述的净化法处理后再进行检验。

4.3.4 蒸馏水的检验

取 500 毫升蒸馏水放入 1000 毫升分液漏斗中，加 25 毫升异辛烷进行抽提，剧烈振荡 5 分钟，静置 30 分钟，分层后弃去下层水，用 4 厘米光程吸收池测定紫外吸光度，每厘米光程紫外吸光度应不大于 0.00。若不合格则需净化处理后，再进行检验。

4.4 试剂的制备

4.4.1 预平衡二甲亚砷-磷酸溶液及预平衡异辛烷的制备

取 300 毫升二甲亚砷放入 1000 毫升分液漏斗中，加入 75 毫升磷酸，剧烈振荡混合均匀（由于二甲亚砷和磷酸作用是放热反应，在混合时注意排气），然后放置 10 分钟，再加入 150 毫升异辛烷并振荡混合，使溶剂达到平衡。将各层分别放出，保存于带塞瓶中。

4.4.2 冲洗剂的制备

4.4.2.1 10% 苯-异辛烷溶液，用移液管取 50 毫升苯，放入 500 毫升带塞容量瓶中，

加入异辛烷至刻线，并混合均匀。

4.4.2.2 20% 苯 - 异辛烷溶液，用移液管取 50 毫升苯，放入 250 毫升带塞容量瓶中，加入异辛烷至刻线，并混合均匀。

4.4.2.3 顶替剂的制备

丙酮 - 苯 - 水混合液，取 380 毫升丙酮加到 200 毫升苯中，再加入 20 毫升蒸馏水，并混合均匀。

4.4.3 无水硫酸钠的制备

取 35 克无水硫酸钠放入耐酸漏斗中，根据所用溶剂洗涤数次（过滤异辛烷溶液时，用异辛烷洗涤；过滤苯溶液时，则用苯洗涤），每次用 15 毫升，直至最后一次 15 毫升洗涤液，按上述检验法加入 1 毫升正十六烷，蒸发至 1 毫升，蒸发速度同（4.3.2），再加入两次异辛烷蒸发后，加入异辛烷使总体积为 25 毫升，测定紫外吸光度进行检验直至在波长 280 ~ 400 纳米（nm）范围内，每 1 厘米光程吸光度不大于 0.00 为止，一般洗涤四次即能满足要求。

4.4.4 氧化镁 - 硅藻土吸附剂的制备

取 100 克氧化镁放入一个大烧杯中，加入 700 毫升蒸馏水使其变成糊状。将此混合物在水浴上加热（水浴温度 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ）30 分钟，并不断搅拌，以保证所有氧化镁完全浸湿，用垫有滤纸的布氏漏斗进行真空抽滤直至不再滴水为止。将过滤后的氧化镁移入洁净的搪瓷盘里，铺成 1 ~ 2 厘米的厚层，然后放入烘箱中在 $160 \pm 1^\circ\text{C}$ 恒温干燥 24 小时。取出，用乳钵粉碎，并用 60 目标准筛过筛。

将过筛的氧化镁和硅藻土以 2:1 混合（重量比）放入 1000 毫升磨口锥形瓶中，用力振荡 10 分钟，并混合均匀。在使用前将此混合物移至搪瓷盘内铺成 1 ~ 2 厘米的厚层，在 $160 \pm 1^\circ\text{C}$ 下干燥 2 小时，然后装入磨口瓶里，存放在干燥器中。

5 试验步骤

5.1 抽提测定阶段（按同样的手续测定空白的紫外吸光度）

5.1.1 准备工作：取 100 毫升预平衡二甲亚砷 - 磷酸溶液，放入 500 毫升分液漏斗中，并放在加热套上预热至使试样可以达到完全熔化的温度。加热时随时打开塞子，排除内部压力。

另外准备好三个装有 30 毫升预平衡异辛烷的 250 毫升分液漏斗，一个松松地塞着一薄层玻璃毛或玻璃布（须经异辛烷洗涤）的玻璃漏斗和一个装有 35 克用异辛烷洗过的无水硫酸钠的耐酸漏斗。

5.1.2 取试样：取 1 千克试样（如不足 1 千克，则全部取用）先刮去表面一层，切碎。混合均匀，用四分法取 25 ± 0.2 克，装入 100 毫升烧杯中，放在比试样熔点高 $15 \sim 20^\circ\text{C}$ 恒温烘箱中熔化。保存剩余试样，作为以后需要做重复试验时使用。

5.1.3 抽提：将熔化的试样立即倾入在加热套中的含有 100 毫升预平衡二甲亚砷溶液

的 500 毫升分液漏斗中，并迅速用几份预平衡异辛烷洗涤烧杯中残留试样至同一分液漏斗中，溶剂总用量为 50 毫升。必要时可将烧杯温热。如在操作过程中有试样析出，则须重新加热溶解。注意要不时打开塞子，以排除内部压力，当试样熔化后，从加热套中取出漏斗，并用力振荡 2 分钟，进行抽提。液相分层后，让漏斗内的物质冷却，当漏斗内壁上开始析出蜡时，将漏斗徐徐回转以加速蜡的析出。待蜡全部析出后，将下层二甲亚砷-磷酸抽出液通过装有玻璃毛的玻璃漏斗过滤，将滤液放至一个盛有 30 毫升预平衡异辛烷的 250 毫升分液漏斗中。振荡 1 分钟，进行洗涤，分层后，将二甲亚砷-磷酸抽出液再用另外两个 250 毫升漏斗中的 30 毫升预平衡异辛烷按同样操作洗涤。共洗涤三次，以洗去带入二甲亚砷-磷酸抽出液中的蜡。然后，将二甲亚砷-磷酸抽出液放入内盛 480 毫升蒸馏水的 2000 毫升分液漏斗中。抽提后的试样，在原 500 毫升分液漏斗中，再用另外两批 100 毫升预平衡二甲亚砷-磷酸溶液按上述操作重复抽提，两次抽出液均用洗涤第一次抽出液的三个 250 毫升分液漏斗中的预平衡异辛烷顺次洗涤，操作同上。洗涤后的二甲亚砷-磷酸抽出液均放入盛有第一次抽出液的 2000 毫升的分液漏斗中。

5.1.4 反抽提：将 2000 毫升分液漏斗中的三份二甲亚砷-磷酸抽出液（总量 300 毫升）和蒸馏水混合均匀，冷却几分钟，加入 80 毫升异辛烷，将漏斗用力振荡 2 分钟进行反抽提。液相分层后，将下部二甲亚砷-磷酸水溶液排入第一个 2000 毫升分液漏斗中，再用 80 毫升异辛烷重复反抽提一次。液相分层后弃去下部水层，每份 80 毫升异辛烷抽出液各用蒸馏水洗三次，每次 100 毫升，振荡 1 分钟。

5.1.5 过滤：将第一个 2000 毫升分液漏斗中的 80 毫升异辛烷抽出液用一个耐酸漏斗进行过滤，漏斗上铺有 35 克经异辛烷预洗涤的无水硫酸钠层。滤液至 250 毫升蒸发烧瓶中。然后用第二个分液漏斗中的 80 毫升异辛烷抽出液，洗涤第一个分液漏斗，洗涤液也通过同一个有无水硫酸钠层的耐酸漏斗过滤，滤液并入同一蒸发瓶中。再用两份 20 毫升异辛烷，每份异辛烷按先洗第二个分液漏斗，后洗第一个分液漏斗的顺序洗涤。洗涤液均通过上述的同一个有无水硫酸钠层的耐酸漏斗过滤，滤液均并入上述同一蒸发瓶中。

5.1.6 浓缩：往蒸发烧瓶里加入 1 毫升正十六烷，将烧瓶放在水浴上，通氮气吹蒸异辛烷至残液量不大于 1 毫升，蒸发速度同上。再加入两次 10 毫升异辛烷，操作同上，蒸至残液量不大于 1 毫升。

5.1.7 紫外吸光度测定：将残液溶于异辛烷中，使总体积为 25 毫升，混合均匀。将溶液放在 4 厘米光程吸收池中，注意样品在倒入吸收池时不得有丝毫损失。在波长 280 ~ 400 纳米 (nm) 范围内，以异辛烷作参比测定紫外吸光度。并进行无试样的空白试验。

5.1.8 判断用无试样的空白试验的紫外吸光度补正试样的紫外吸光度。空白试验的紫外吸光度和补正后的试样的紫外吸光度如符合表 9-9 中的规定值，则认为试样合格。

表 9-9

样品	紫外吸光度 波长 纳米 nm	每 1 厘米光程时最大紫外吸光度			
		280 ~ 289	290 ~ 299	300 ~ 359	360 ~ 400
空 白		0.04	0.04	0.04	0.04
试 样		0.15	0.12	0.08	0.02

如果补正后的每 1 厘米光程紫外吸光度超过所规定的界限值，但数值不大于 0.50，则试验需要按下法继续进行。

注：①由于水试验使用溶剂较多，操作要在通风橱内进行，实验室也要经常进行通风。

②在试验中含有稠环芳烃的废液，必须用硫酸处理，以免污染环境。

5.2 吸附分离测定阶段（按同样的手续测定空白的紫外吸光度）

5.2.1 甲醇 - 氢硼化钠的处理：将抽提测定后在吸收池中的异辛烷溶液全部移至原 250 毫升蒸发烧瓶中，将吸收池用少量异辛烷洗涤三次，洗液并入蒸发烧瓶，将烧瓶放在水浴上通氮气吹蒸至残液不大于 1 毫升为止，蒸发速度同上。取下烧瓶，冷却，加入 10 毫升甲醇和约 0.3 克氢硼化钠（为使氢硼化钠尽量不暴露在空气中，使用玻璃小量勺），立即接上水冷凝器，振荡烧瓶至氢硼化钠溶解。在室温下放置 30 分钟，并不时摇晃，然后卸下水冷凝器，将蒸发烧瓶放在水浴上通氮气蒸发甲醇，直至氢硼化钠开始从溶液中析出。然后，加入 10 毫升异辛烷，将混合物浓缩至 2 ~ 3 毫升，再加入 10 毫升异辛烷，再蒸发至 5 毫升左右，不断摇晃烧瓶，以保证氢硼化钠得到充分洗涤。

5.2.2 色谱柱的准备：先将色谱柱用聚四氟乙烯垫圈与吸滤瓶相连。称取 14 克氧化镁 - 硅藻土吸附剂，在抽真空下（约 135 毫米汞柱），分次装入色谱柱内，每次约装 3 厘米高的吸附层。每装好一层，用玻璃棒均匀的压紧吸附剂面，以保证充填良好，将每层上部几毫米表面层用金属棒尖端挑松，然后再加第二层吸附剂。按这样的方法，将 14 克吸附剂全部装入在内，用玻璃棒压紧吸附剂层，使吸附剂层全高约 14 ~ 16 厘米，停止抽真空，取下吸滤瓶，将 500 毫升加压容器接在色谱柱上端。色谱柱先用 100 毫升异辛烷浸湿，调节氮气压力，使异辛烷下行速度为每分钟 2 ~ 3 毫升。当最后一些异辛烷快要达到吸附剂上部平面时，停止冲压（注意：在任何时候液面不能低于吸附剂面）。

5.2.3 吸附分离：往吸附柱内加入上述异辛烷浓缩物，稍加氮气压力，使液面下降至恰好稍高于吸附剂面，蒸发烧瓶和残液用二份 5 毫升异辛烷充分洗涤，并迅速倒入吸附柱中。当最后 5 毫升洗涤液恰好达到吸附剂顶面之前，接上容器，并加入 100 毫升异辛烷。渗滤下行速度为每分钟 2 ~ 3 毫升，当最后一些异辛烷恰好达到吸附剂顶面时，向容器中加入 100 毫升 10% 苯 - 异辛烷冲洗剂，继续按上述速度渗滤。当最后一些混合物

恰好达到吸附剂顶面时，向容器中加入 25 毫升 20% 苯 – 异辛烷冲洗剂，继续按上述速度渗滤，直至所有溶剂全部通过吸附柱，弃去所有冲洗溶液。向容器中加入 300 毫升丙酮 – 苯 – 水顶替剂，顶替下来的溶液收集于洁净的 1000 毫升分液漏斗中，直至溶液滴完（0.2 表压下 1 分钟内不滴为滴完）。

5.2.4 过滤：将顶替溶液用蒸馏水洗三次。每次用量 300 毫升，振荡 1 分钟。液相分层后（如有乳化现象，可用氯化钠破乳化）弃去下部水层。苯残留物通过苯预洗过的无水硫酸钠过滤至 250 毫升蒸发烧瓶中，分液漏斗中的苯残留物用苯洗涤两次，每次用 20 毫升，洗涤液放入同一个无水硫酸钠漏斗中过滤，并入蒸发烧瓶中。

5.2.5 浓缩：往蒸发烧瓶中加入 1 毫升正十六烷，在水浴上通氮气吹蒸，蒸发速度同上，直至残液不大于 1 毫升，再加两次 10 毫升异辛烷，每次蒸至残液不大于 1 毫升为止。

5.2.6 紫外吸光度测定：将残液溶于异辛烷中，使总体积为 25 毫升。将溶液放在 4 厘米吸收池中，以异辛烷作参比，在波长 280 ~ 400 纳米（nm）范围内测定紫外吸光度。

注：为了防止苯在溶液中存在，影响测定结果，应在 250 ~ 260 纳米（nm）间检测苯的谱线。如果显出苯谱线的特征，则必须重新吹蒸以除去全部的苯，然后再测定其紫外吸光度。

5.2.7 判断测定值用空白试验测得的紫外吸光度进行补正。空白试验的紫外吸光度和补正后的试样的紫外吸光度如符合表 9 – 10 规定值，则认为试样合格。

表 9 – 10

样品	紫外吸光度 波长 纳米 nm	每 1 厘米光程时最大紫外吸光度			
		280 ~ 289	290 ~ 299	300 ~ 359	360 ~ 400
空 白		0.07	0.07	0.04	0.04
试 样		0.15	0.12	0.08	0.02

6 报告

无论是 5.1 抽提测定或 5.2 吸附分离测定，若不大于规定值则报告通过。按 5.2 吸附分离测定仍大于规定值则报告未通过。

附 录 A

试剂净化及处理用方法

（补充件）

A.1 蒸馏法

适用于苯、丙酮和蒸馏水的净化。可采用本标准中 2.9 所述的蒸馏装置，在常压下进行蒸馏。

A.1.1 净化蒸馏水

先将 75 毫升碱性高锰酸钾溶液^注放入蒸馏烧瓶中，加入几粒沸石，再加 1500 毫升需净化的蒸馏水进行蒸馏。控制馏速为 4~5 毫升/分，弃去开始馏出液 200 毫升，取中间馏出液 1000 毫升，残液约 300 毫升。

注：碱性高锰酸钾溶液的配制是取 0.5 克分析纯高锰酸钾，2.5 克氢氧化钠溶于 1000 毫升蒸馏水中。

A.1.2 净化丙酮

取 1500 毫升丙酮放入蒸馏烧瓶中，加入少量高锰酸钾，使液体呈现紫色，加入几粒沸石进行蒸馏，控制馏速为 4~5 毫升/分。弃去前 200 毫升馏出液，取中间 1000 毫升馏出液进行检验。

A.1.3 净化苯

取 1500 毫升苯放入蒸馏烧瓶中，加入几粒沸石进行蒸馏，馏速和截取馏出液量均与丙酮相同。

A.2 色谱柱法

适用于异辛烷和正十六烷的净化。

先将长约 900 毫米，直径 50 毫米的玻璃色谱柱下端用洁净的棉花堵塞，边敲边装填活化好的硅胶^注至 3/4 高度处，硅胶装入量约 1 千克左右，继续敲打柱子至硅胶不再下降。柱子应垂直放置并用夹子夹稳，然后加入异辛烷（或十六烷），异辛烷处理量根据其中杂质而定（一般是 1 千克硅胶可净化 4~5 升异辛烷），先滴下来的 200 毫升须倒回上端容器再处理一次，液体流速可控制在每分钟 4~5 毫升左右。

因正十六烷用量少，也可用小色谱柱净化，色谱柱的径高比以 15~20 为宜。

注：用 100~200 目细孔硅胶在 150℃ 温度下活化 4~5 小时。

A.3 二甲亚砷的预处理

A.3.1 将需净化的二甲亚砷置于恒温水浴中结晶。结晶条件为 14℃，8 小时。然后在 18℃ 恒温 2 小时，再将其中不结晶部分倒出弃去，将结晶部分熔化后，按本标准中 3.7 叙述净化。

A.3.2 碱性活性炭的制备：称取 500 克色层分析用粒状活性炭，放入 2000 毫升烧杯中，加入 20% 氢氧化钠水溶液浸泡，在水浴中加热到 50℃ 左右，恒温 1 小时，并随时用玻璃棒搅拌，然后用蒸馏水清洗活性炭。将浮面的氢氧化钠洗去，用石蕊试纸检验洗后的蒸馏水，直至其 pH 为 7 为止。再用玻璃布在布氏漏斗中进行真空过滤至不滴水后，放入烘箱中，在 120℃ 干燥 24 小时。

十一、石蜡易炭化物试验法

Paraffin wax—Determination of carbonizable substances

UDC 665.41:543.062

GB/T 7364—87

本方法适用于测定石蜡的易炭化物。本法应用于按 GB/T 2539—81《石蜡熔点（冷却曲线）测定法》所测得的熔点在 70℃ 以下的化妆、医药、食品用石蜡。

1 方法概要

本方法是将 5 毫升熔化的试样在 70℃ 下用 5 毫升无氮的浓硫酸处理，把反应后的酸层颜色与标准比色液进行比较，若酸层的颜色不深于标准比色液颜色，则报告该试样合格，通过试验。

2 仪器与设备

2.1 比色管（图 9-9）：带有磨口玻璃塞的耐热玻璃试管，长 140 ± 3 毫米，外径 14.5 ~ 15.0 毫米，内径 14 ± 1 毫米，在 5 毫升和 10 毫升刻线处误差不应大于 ± 0.2 毫升。比色管容积为 16 ± 1.0 毫升，上口带有外沿，便于卡在水浴盖上，比色管及塞均刻有号码。

2.2 水浴：应能将比色管浸入至 10 毫升刻线以上，并可在 $70 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 浴中恒温，水浴有盖，盖上有直径约 16 毫米的孔以放置比色管，并带有搅拌器，以使温度均匀。

2.3 比色器：尺寸应符合图 9-10。

2.4 恒温箱。

2.5 滴定管：50 毫升。

2.6 称量瓶。

2.7 容量瓶：500 毫升。

2.8 移液管：1，5，10，20 和 25 毫升。

2.9 碘量瓶：500 毫升。

2.10 锥形烧瓶：250 毫升。

2.11 洗瓶：500 毫升。

2.12 烧杯：100 和 250 毫升。

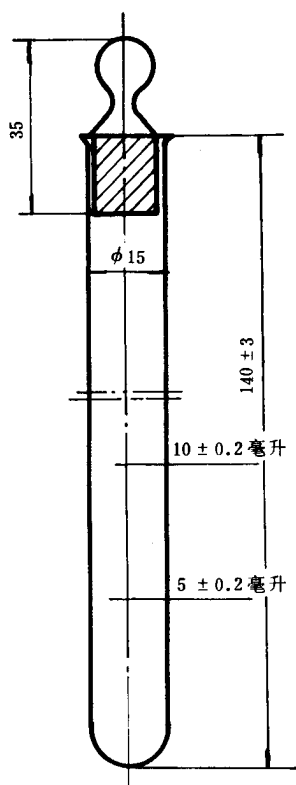


图 9-9 比色管

2.13 药勺。

3 试剂

3.1 硫酸：优级纯，硫酸含量 95 ~ 98%，配成 $94.7 \pm 0.2\%$ 硫酸溶液。应无氮，并按硫酸与蒸馏水体积比 1:4 配成硫酸溶液。

注：①无氮的检查方法是将被检验的硫酸用同体积的蒸馏水稀释，冷却。取冷却后的硫酸 10 毫升，轻轻地加在二苯胺溶液上层，不要混合，在 1 小时内接触面不应出现蓝色。本方法可检测出 0.0002% 的硝酸根含量。

② $94.7 \pm 0.2\%$ 硫酸以中和滴定法进行标定

3.2 盐酸：分析纯，盐酸含量 36 ~ 38%，按盐酸与蒸馏水体积比 1:39 配成稀盐酸溶液。

3.3 冰乙酸：分析纯，乙酸含量 99%。

3.4 30% 过氧化氢：分析纯。

3.5 硫酸铜：分析纯。

3.6 氯化钴：分析纯。

3.7 三氯化铁：化学纯。

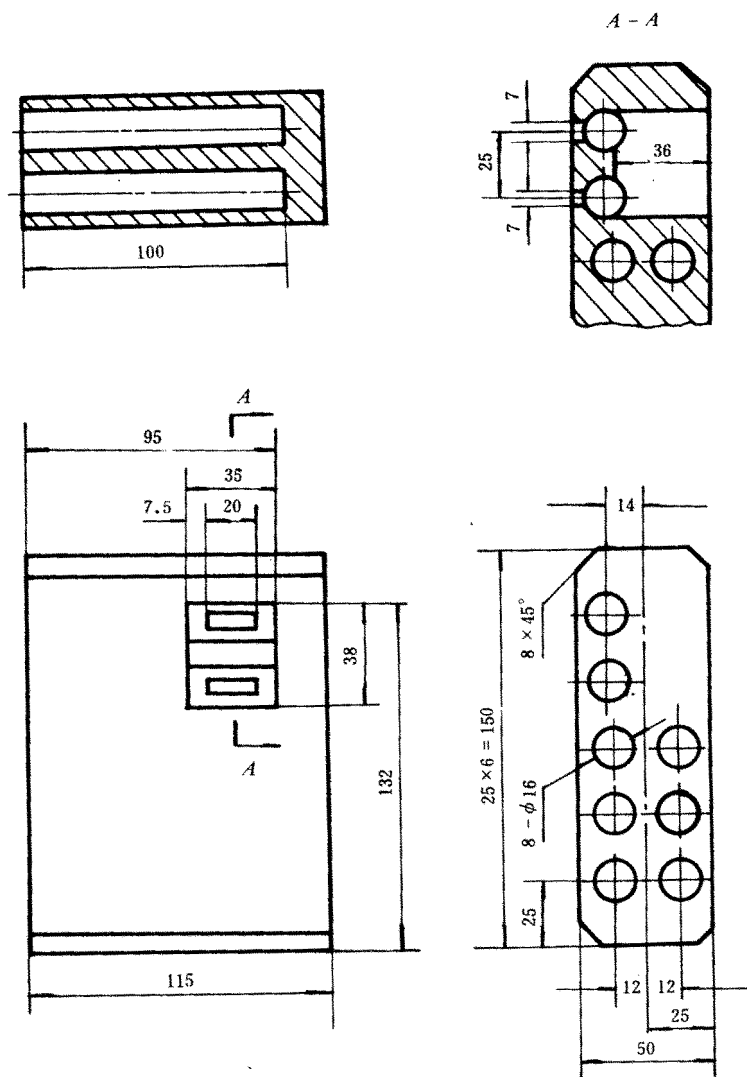


图 9-10

- 3.8 氢氧化钠：分析纯，按氢氧化钠与蒸馏水重量比 1:5 配成溶液。
- 3.9 碘化钾：分析纯。
- 3.10 二苯胺：分析纯，配成 1% 硫酸溶液，将 1 克二苯胺溶解在 100 毫升浓硫酸中。
- 3.11 可溶性淀粉指示剂：配成 1% 水溶液。
- 3.12 甲基橙指示剂：配成 0.5% 水溶液。
- 3.13 硫代硫酸钠：分析纯，配成 0.1N 标准溶液。
- 3.14 蒸馏水。

4 基础溶液的配制

4.1 氯化钴基础溶液 (59.5 毫克 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /毫升) 称取氯化钴约 32.5 克, 置于 500 毫升容量瓶中, 用稀盐酸溶液稀释到刻线。溶解后, 用移液管准确量取 5 毫升于碘量瓶中, 加 15 毫升氢氧化钠溶液和 10~15 毫升 30% 过氧化氢, 放置 10 分钟后, 煮沸 10 分钟, 冷却后, 加 2 克碘化钾和 20 毫升 1:4 的硫酸溶液, 并迅速盖好瓶塞, 用蒸馏水封住瓶口。静置, 当沉淀完全溶解后, 以淀粉溶液作指示剂, 用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴定游离碘 (每毫升 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液相当于 23.799 毫克 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。用稀盐酸调节氯化钴溶液的浓度, 使每毫升基础溶液中含 59.5 毫克氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

4.2 三氯化铁基础溶液 (45.0 毫克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ /毫升)

称取三氯化铁约 27.5 克, 置于 500 毫升容量瓶中, 用稀盐酸溶液稀释到刻线。溶解后, 用移液管准确量取 10 毫升于碘量瓶中, 加 5 毫升盐酸、25 毫升蒸馏水和 3 克碘化钾, 并迅速盖好瓶塞, 用蒸馏水封住瓶口, 静置 5 分钟后, 用 50 毫升蒸馏水稀释混合物, 以淀粉溶液作指示剂, 用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴定游离碘 (每毫升 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液相当于 27.03 毫克 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。用稀盐酸溶液调节三氯化铁溶液的浓度, 使每毫升基础溶液中含 45.0 毫克三氯化铁 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

4.3 硫酸铜基础溶液 (62.4 毫克 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ /毫升)

称取硫酸铜约 32.5 克, 置于 500 毫升容量瓶中, 用稀盐酸溶液稀释到刻线。溶解后, 用移液管准确量取 10 毫升于碘量瓶中, 加 50 毫升蒸馏水、4 毫升冰乙酸和 3 克碘化钾, 并迅速盖好瓶塞, 用蒸馏水封住瓶口。混合物静置 5 分钟后, 以淀粉溶液作指示剂, 用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴定游离碘 (每毫升 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液相当于 24.97 毫克 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。用稀盐酸溶液调节硫酸铜溶液的浓度, 使每毫升基础溶液中含 62.4 毫克硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

4.4 标准比色液的配制

取 1.5 毫升氯化钴基础溶液, 3 毫升三氯化铁基础溶液和 0.5 毫升硫酸铜基础溶液, 置于洁净、干燥的比色管中, 混合物的颜色应为浅棕黄色。溶液上面用液体石蜡覆盖到 10 毫升刻线处。标准比色液的有效期为一个月。

5 试验步骤

5.1 用重铬酸钾洗液清洗比色管, 再用蒸馏水冲洗, 在恒温箱内干燥。

5.2 将水浴升温到 $70 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 恒温。

5.3 在水浴中将试样熔化, 移入 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温箱内, 用定性滤纸过滤到洁净的烧杯中, 加硫酸 ($94.7 \pm 0.2\%$) 于比色管到 5 毫升刻线处, 再加已过滤的试样 5 毫升到 10 毫升

刻线处，盖上试管塞，放入已恒温的水浴中（ $70 \pm 0.5^\circ\text{C}$ ）。

5.4 将装有试样和硫酸的比色管在水浴中加热 5 分钟，打开塞子排气后重新盖上，迅速从水浴中取出比色管，用一个手指压住塞子，以垂直方向剧烈振荡三次，振幅约 15 厘米，速率为每秒钟五次。以后每分钟重复一次，共振荡五次。每次振荡时，比色管在水浴外的停留时间不得超过 3 秒钟。

5.5 从比色管最初放入水浴中到振荡完毕共 10 分钟，取出比色管擦干，立即放在比色器中，与标准比色液进行比较。

5.6 在某些情况下，硫酸与试样形成乳化物不能分层时，可将标准比色液剧烈振荡成类似的乳化液，再进行比较。

6 结果判断

6.1 平行测定的两个结果，当酸层颜色不深于标准比色液时，认为试样合格（乳化液的判断与分层液判断相同）。若酸层颜色深于标准比色液时，认为试样不合格。

6.2 如果平行测定的两个结果，有一个不合格时，允许作一次重复试验。重复试验时，平行测定的两个结果都合格时，认为试样合格。有一个不合格时，则认为试样不合格。

7 报告

判断试样合格，报告“通过”；判断试样不合格，报告“未通过”。

第二节 石油蜡和石油脂

一、石油蜡和石油脂微量氮测定法（微库仑法）

Petroleum waxes and petrolatums—
Determination of trace nitrogen—
Microcoulometric method

UDC 665.521.6:543.06:546.17

GB/T 8024—87

本方法适用于测定液体石蜡、白色油、凡士林、石蜡、地蜡等石油蜡和石油脂中微量氮含量，测定范围为 0.5 ~ 300 微克/毫升。

1 方法概要

试样用注射器注入小舟推入裂解管汽化段汽化后，在催化剂作用下，样品中的氮化物被定量的转化成氨（ NH_3 ），与滴定池中的氢离子（ H^+ ）反应生成铵离子（ NH_4^+ ），消耗的氢离子通过电解来补充。测定电解产生氢离子所消耗的电量，根据法拉第电解定律计算试样的氮含量。

2 仪器与材料

2.1 微库仑计：能测量指示-参比电极对间的电势，具有抵消这一电势的偏置电压；有可调节的放大控制系统，放大此电势差，输出放大电压信号到电解电极对，电压信号正比于电解电流，并且有可变的量程衰减。

2.2 裂解炉：有三个炉温控制段。

2.3 裂解管：石英玻璃管制成，分汽化段和反应段，尺寸见图 9-11，反应段内填满镍丝催化剂（催化剂活化见附录 A）。

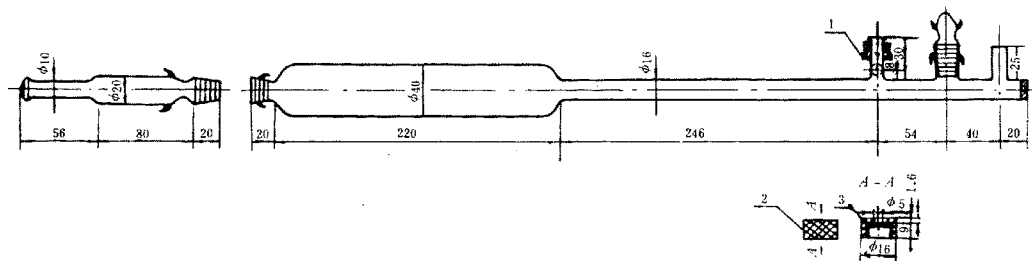


图 9-11 裂解管

1—螺母（钢质）；2—螺帽（与螺母配套）；3—硅橡胶垫

2.4 镍丝催化剂：直径 0.2~0.5 毫米，长 1.5~2.5 毫米，纯度为 99.5~99.9%。

2.5 石英吸收管：为吸收酸性气体的净化管，与裂解管以磨口连接，尺寸见图 9-12。内装烧碱石棉，已吸附氢氧化钠的氧化铝小球和碳酸钾，吸收管两端用石英棉隔离。

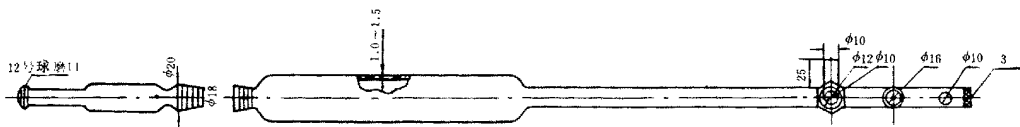


图 9-12 吸收管

2.6 滴定池：具有一对测量电极和一对电解电极。测量电极对的指示电极为镀铂黑的铂片；参考电极为镀铅的铂丝浸没在电解液—饱和硫酸铝中构成。电解电极对的阳极为光亮的铂片，阴极为螺旋状的铂丝，尺寸见图 9-13（电极镀制和组装见附录 B）。

2.7 记录器：1~10毫伏电子电位差计或积分仪。

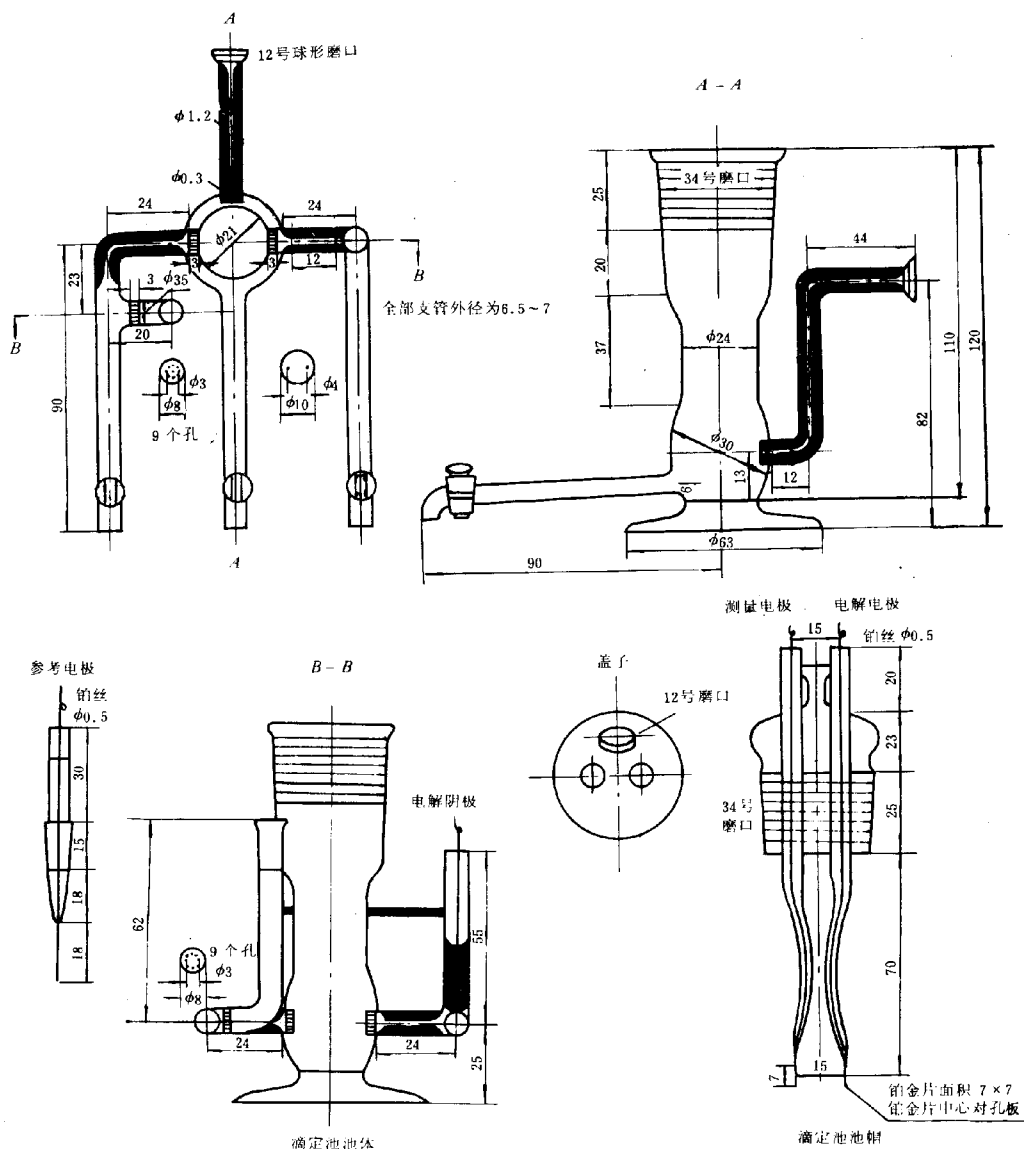


图 9-13 滴定池

2.8 电磁搅拌器：速度可调。

2.9 微量注射器：10 微升，手动或自动进样均可。

2.10 浮子流量计：0~500 毫升/分。

2.11 氢气：超纯氢，含氧量小于 1ppm。

2.12 电热带：用于滴定池入口，以防水蒸气冷凝。

2.13 称样皿：用 0.5 毫米厚的铂片制成，尺寸为长 10 毫米，宽 3 毫米，高 2 毫米，称量固体样品用。

- 2.14 容量瓶：100 或 500 毫升。
- 2.15 酒精灯。
- 2.16 塑料杯。
- 2.17 进样舟：用 0.5 毫米厚的镍片制成，作固体样品送样用（见图 9-14）。

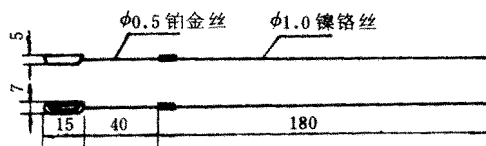


图 9-14 进样舟

3 试剂

- 3.1 氢氧化钠：分析纯。
- 3.2 碳酸钾：分析纯。
- 3.3 无水硫酸钠：分析纯。
- 3.4 2,4-二甲基吡啶：分析纯。
- 3.5 蒸馏水：一次蒸馏水经过活性炭和离子交换树脂处理的去离子水。水质电阻值应大于 1×10^6 厘米·欧姆。
- 3.6 烧碱石棉：市售。
- 3.7 氧化铝小球。
- 3.8 硝酸：优级纯。
- 3.9 乙酸铅：分析纯。
- 3.10 氯铂酸：分析纯。
- 3.11 硫酸：优级纯，配成 0.5M 水溶液。
- 3.12 硼酸：分析纯。
- 3.13 氢氟酸：分析纯，浓度 48.7%。
- 3.14 碳酸铅：分析纯。
- 3.15 硫酸铅：分析纯。
- 3.16 明胶。
- 3.17 溶剂：优级纯苯或甲苯，80~160℃重整原料油。
- 3.18 硅酮润滑脂。

4 试验准备

4.1 碱性氧化铝小球的制备

将氧化铝小球浸泡在 20% 氢氧化钠水溶液中，1 小时后取出，烘干装于磨口瓶中备用。

4.2 电解液的制备

称取 4.0 克无水硫酸钠溶于 1000 毫升蒸馏水中，振荡使之完全溶解。

4.3 标准样品的制备：

4.3.1 高纯度溶剂的精制：用在 500℃ 下活化 4 小时的硅胶和氧化铝（1:1）吸附柱脱除溶剂中的硫和氮。

4.3.2 在 100 毫升或 500 毫升容量瓶中加入少量高纯度溶剂，称取 15 ~ 20 毫克 2, 4 - 二甲基吡啶，准确称至 0.00002 克，加入该容量瓶中，再用高纯度溶剂稀释至刻度。逐级稀释成不同氮含量的标准样品。标准样品的氮含量 N （微克/毫升）按式（1）计算：

$$N = \frac{g \times 14 \times 10^6}{M \cdot V} \dots\dots\dots (1)$$

式中： g ——基准氮化物的重量，克；

M ——基准氮化物的分子量，克；

V ——容量瓶的体积，毫升；

14×10^6 ——常数。

4.4 仪器调试：

4.4.1 检查设备及其联结线。

4.4.2 接通氢气。调节氢气流量使干氢气流量为 200 毫升/分，湿氢气流量为 80 毫升/分。

4.4.3 打开裂解炉电源开关，升温。控制炉温：汽化段 800℃；反应段 800℃；净化段 200℃。

4.4.4 用新鲜电解液冲洗中心池反侧臂，排除侧臂中的气泡，放入池帽，使电解液液面高出电极 5 毫米左右，调整好电极位置，待炉温升到指定温度后，将滴定池放在电磁搅拌器上，将滴定池与裂解管连接好。调整搅拌速度。

4.4.5 接通滴定池加热带、记录器电源，接好滴定池电极与库仑计的联结导线。

4.4.6 打开库仑计电源开关，将功能转换开关旋到放大功能（平衡）档。调偏压旋钮，使偏压值在 90 ~ 110 毫伏之间。调节增益在 1100 左右，根据待测样品氮含量的大小选择合适的取样电阻（在 50 ~ 200 欧姆之间选择）。

4.4.7 用标准样品进行仪器校准，以两次平行测定结果的平均值与标准样品氮含量的比值作为仪器的回收率。其值应在 90 ~ 110% 之间。

5 试验步骤

将仪器功能转换开关旋到工作档，当记录器基线稳定后，即可进行试样测定。

5.1 取样：

5.1.1 常温下为液体的液体石蜡，白色油用经试样直接洗涤过的注射器取样；半固体

凡士林和固体石蜡先在烘箱中熔化，控制烘箱温度不高于试样滴点或熔点 20°C ，待试样熔化后用经试样洗涤的注射器取样。取样量根据试样氮含量的大小取 $2 \sim 5$ 微升。

5.1.2 地蜡等熔化后不能用注射器取样的试样用称样皿取样。

5.1.2.1 称样皿的预处理：将称样皿在酒精灯上烧至赤红三次，从裂解管固体进样口放入预先置于其中的进样舟内，推至裂解炉入口处稳定，待记录器基线平稳后，再以 5 毫米/秒的速度将进样舟推至裂解炉内 $5 \sim 6$ 厘米，反复推拉几次，直至记录纸上的空白峰稳定为上，在测定试样氮含量时应扣除空白值。

5.1.2.2 将试样在烘箱中熔化，控制烘箱温度不高于试样滴点或熔点 20°C ，待试样熔化后用滴管取样滴加在称样皿中，称取样品约 10 毫克，称准至 0.00002 克。

5.2 用注射器将试样从裂解管液体进样口注入预先置于裂解管中的进样舟内，以 5 毫米/秒的速度将进样舟推入裂解炉内 $5 \sim 6$ 厘米处；对熔化后不能用注射器取样的高凝点试样，则用称样皿从裂解管固体进样口处放入预先置于裂解管中的进样舟内，推至裂解炉入口处稳定。待记录器基线平稳后，以 5 毫米/秒的速度推至裂解炉内 $5 \sim 6$ 厘米处。

5.3 记录试样量和电阻值。

6 计算

6.1 剪纸称重法

剪取样品峰称重，试样中氮含量 N （微克/毫升）按式（2）进行计算：

$$N = \frac{A \cdot B \cdot C \cdot d \times 10^3 \times 10^{-3} \times 14 \times 10^6}{96500 \times R \cdot V \cdot f} \dots\dots\dots (2)$$

式中： A ——试样峰面积重量，毫克；

B ——单位重量记录纸的面积，厘米²/毫克；

C ——记录器灵敏度，毫伏/厘米；

d ——记录器纸速的倒数，秒/厘米；

V ——试样进样体积，微升；

R ——取样电阻，欧姆；

f ——标准样品的回收率；

14×10^6 ——氮的微克当量，微克/克当量；

96500 ——法拉第电解常数，库仑/克当量；

10^{-3} ——毫伏换算为伏特的系数，伏/毫伏；

10^3 ——毫升换算为微升的系数，微升/毫升。

6.2 峰面积积分法

试样中氮含量 N （微克/毫升）按式（3）计算：

$$N = \frac{0.145 \times Q}{V \cdot f} \dots\dots\dots (3)$$

式中： Q ——测定电量，微库仑；

V ——试样进样体积，微升；

0.145——系数，微克/微库仑。

7 精密度

7.1 重复性 (r): 对于同一样品, 同一操作者两次测定结果之差不应大于图 9-15a、b 中重复性直线最大允许误差。

7.2 再现性 (R): 对于同一样品, 两个实验室测定结果之差不应超过图 9-15a、b 中再现性直线最大允许误差。

8 报告

以两次平行测定结果的平均值作为样品的氮含量。

附 录 A

催化剂的再生与活化

(补充件)

A.1 当标准样品的回收率低于 90% 时, 催化剂需要再生与活化。

A.2 取下石英吸收管, 用流量为 400 ~ 500 毫升/分的氮气吹扫裂解管 15 分钟。加热裂解管升温至 800℃, 用流量为 400 ~ 500 毫升/分氧气流通过裂解管 15 分钟, 烧去镍催化剂上的积炭。

A.3 用 400 毫升/分的氮气置换裂解管中的氧气 5 分钟, 然后通氢气 15 分钟升温至 900℃ 恒温半小时, 降温至 800℃ 2 小时, 以除去催化剂表面的硫。

A.4 装上石英吸收管即可正常使用。

附 录 B

电极的镀制与组装

(补充件)

B.1 指示电极的镀制

B.1.1 指示电极电镀液的配制: 称取 0.005 克乙酸铅和 5 克氯铂酸溶于 100 毫升蒸馏水中。

B.1.2 将电极在小酒精灯上烧至赤红, 放入热硝酸中清洗。再用蒸馏水反复冲洗干净后放在电镀液中以 10 毫安电流电镀至极片上稍呈灰黄色。

B.1.3 用蒸馏水洗净电极, 浸于 0.5M 的硫酸溶液中, 在电极上加 25 ~ 30 毫安电流 15 ~ 20 分钟, 以除去电极上吸附的氯。

B.1.4 电极贮存在蒸馏水中保存备用。

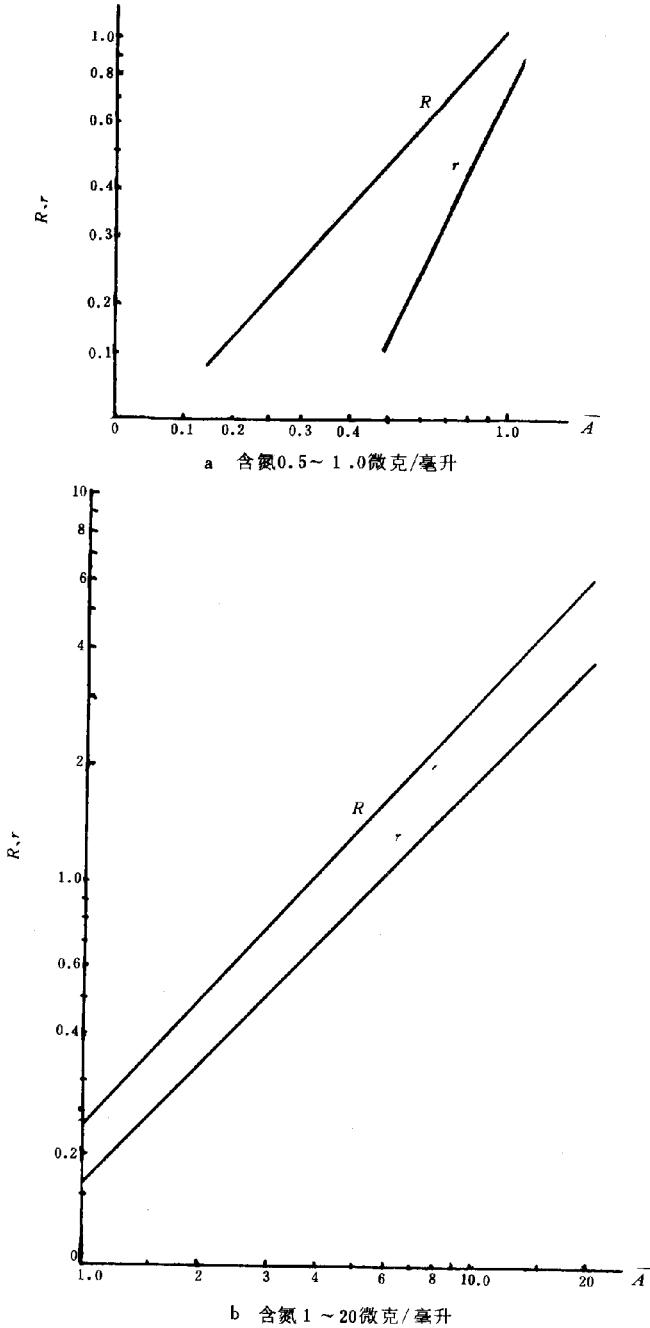


图 9-15 精密度曲线

B.2 参考电极的镀制

B.2.1 电镀液的配制

在 100 毫升去离子水中加入 10.6 克硼酸、22 毫升 48.7% 的氢氨酸，缓慢加入 15.6 克碳酸铅，0.02 克明胶，待其完全溶解后备用。

B.2.2 参考电极的镀制

将洗净的铂丝放入盛有电镀液的塑料杯中，在电极上依次通 1 毫安电流 1 分钟，2 毫安电流 3 分钟，4 毫安电流 15 分钟进行电镀。电极镀好后用去离子水洗净，放在电解液中稳定 1 小时后即可组装。

B.2.3 参考电极的检验

以甘汞电极为正极，镀好的参考电极为负极，如在电解液中的电位差为 500 毫伏左右即可使用。

B.3 组装

将滴定池参考电极侧臂充满电解液，用被电解液湿润的硫酸铅粉末加入到参考电极侧臂磨口 1/3 处，在磨口处涂上硅酮润滑脂密封。

二、石油蜡和石油脂微量流测定法（微库仑法）

Petroleum waxes and petrolatums—

Determination of trace sulfur—

Microcoulometric method

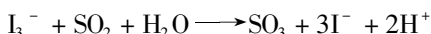
UDC 665.521.6:543.06.546.22

GB/T 8025—87

本方法适用于测定石油蜡和石油脂，包括白油、液体石蜡、凡士林、石蜡、地蜡中微量硫的含量，测定范围为 0.5 ~ 500ppm。分析试样中卤素含量不得大于 10 倍硫含量，氮含量不得大于 10% 以及重金属不得超过 500ppm。

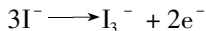
1 方法概述

分析试样在裂解管汽化段汽化并与载气（氮气）混合进入燃烧段，在此与氧气混合并裂解氧化。硫转化为二氧化硫，随载气一并进入滴定池与电解液中的三碘离子按下式进行反应：



滴定池中三碘离子浓度降低，测量电极感知到偏压和“参考—测量”电极对之间电势变化，此信号输入微库仑计放大器，经放大后输出电压加到电解电极，电解阳极处按

下式进行反应：



被消耗的三碘离子得到补充，消耗的电量就是电解电流对时间的积分，根据法拉第电解定律得到相当于二氧化硫的总流量，按回收率计算试样的硫含量。

2 仪器及材料

2.1 微库仑计：能测量“测量－参考”电极对之间的电势。具有抵消这个电势的偏置电压，有可以调节的放大控制，经放大后的电压信号加到电解电极对，电压信号正比于电解电流，具有可变的量程衰减。

2.2 记录仪：灵敏度 1～10 毫伏/25 厘米，或配备库仑积分仪。

2.3 裂解炉：具有两个或三个炉温控制段。

2.4 裂解管：由石英玻璃制作，形状及尺寸见图 9-16。

注：可用其他型式裂解管代替。但裂解管燃烧段要保证试样完全燃烧，以达到所需的最低检出下限。

2.5 滴定池：形状及尺寸见图 9-17，或性能相当的滴定池。

2.6 电磁搅拌器：速度可调，保证滴定池中搅拌棒平滑搅拌。

2.7 气体流量计：0～200 毫升/分的浮子式流量计。

2.8 氧气和氮气应该稳压和稳流，以保证气量平稳。

2.9 铂金舟：用铂金制作，尺寸为长 10 毫米，宽 3 毫米，高 2 毫米。

2.10 微量注射器：10 微升。

2.11 天平：准确度十万分之一。

3 试剂

试验用试剂均为化学纯。

3.1 冰乙酸。

3.2 碘化钾。

3.3 叠氮化钠 (NaN_3)

3.4 碘：参考电极使用粒度为 20 目或小于 20 目的碘粒。

3.5 蒸馏水：一次蒸馏水经活性炭和混合离子交换树脂处理或用石英蒸馏器二次蒸馏后使用。

3.6 氧气。

3.7 氮气。

3.8 脱硫白油或脱硫液体石蜡：硫含量小于 0.1ppm，用来配制标准试样。

3.9 硫化化合物的基准试剂：可选用二苄基二硫化物，苯并噻吩等硫化化合物。

4 试验准备

4.1 配制电解液：取 0.5 克碘化钾，0.6 克叠氮化钠溶于 500 毫升蒸馏水中，加入 5 毫

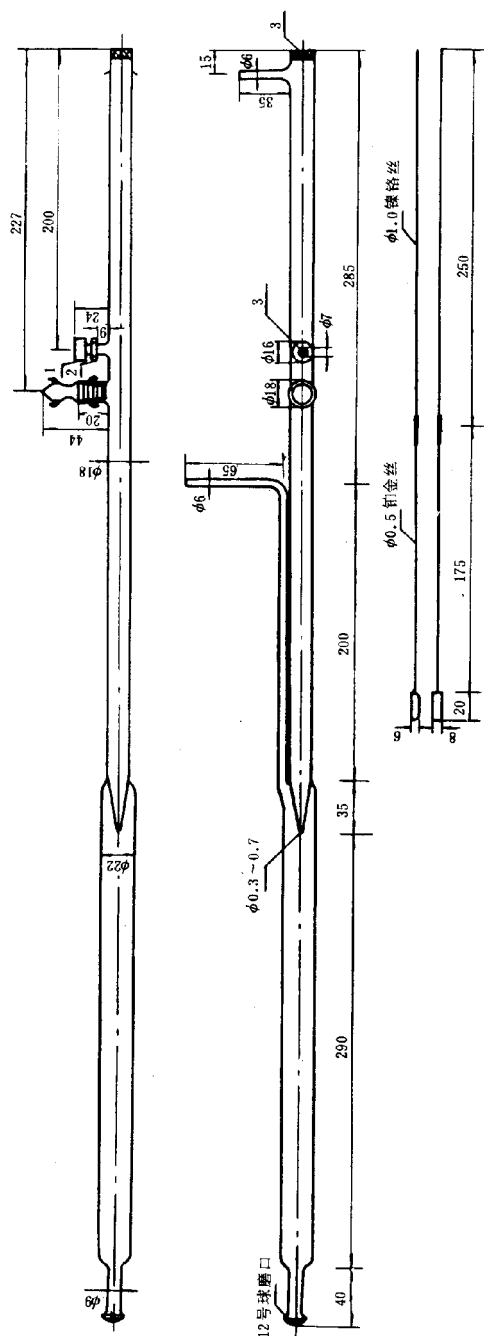


图 9-16 裂解管

1—螺帽 (钢质); 2—螺母 (与螺帽配套); 3—硅橡胶垫

升冰乙酸, 稀释到 1000 毫升。贮存在棕色瓶中。

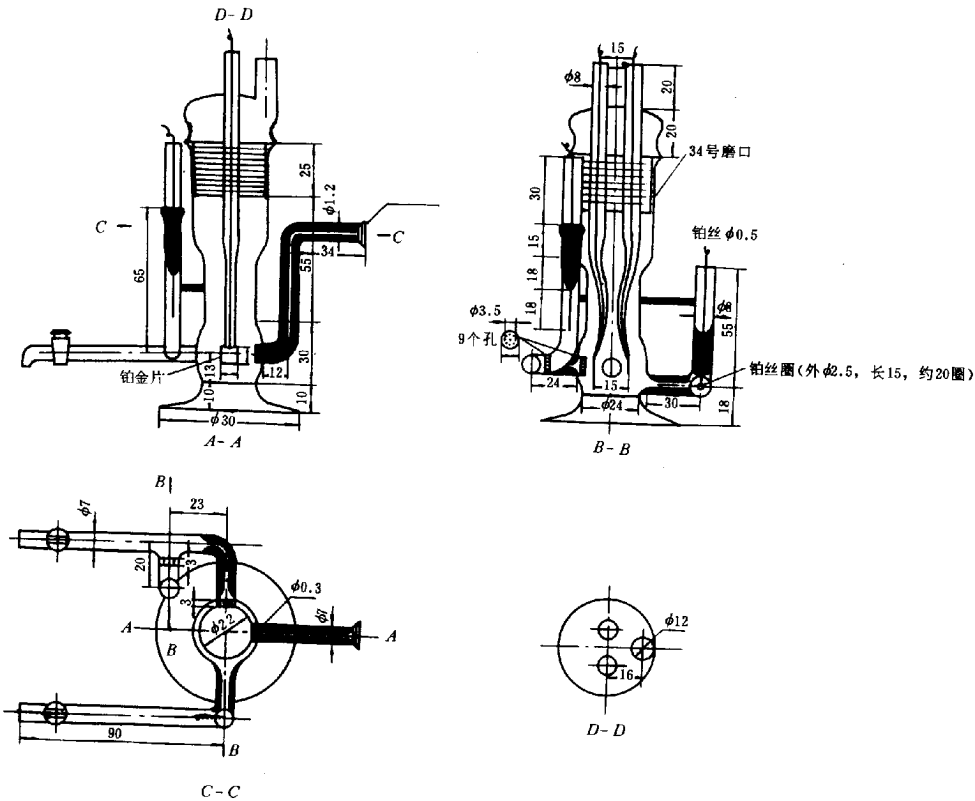


图 9-17 滴定池

4.2 配制硫的标准试样：配制时要考虑到标准试样浓度范围与分析试样硫含量相适应，相应地配制一系列不同浓度的标准试样。采用称取一定量脱硫白油及基准硫化物的方法，标准试样硫含量 (S_{ppm}) 按式 (1) 计算：

$$S_{\text{ppm}} = \frac{g \cdot S \times 10^6}{g + G} \dots\dots\dots (1)$$

式中： g ——基准硫化物重量，克；
 S ——基准硫化物中硫含量百分数；
 G ——溶剂重量，克。

- 4.3 石英裂解管的 2 号进样口，换上新的耐热硅橡胶垫。
- 4.4 仔细地把石英裂解管安放在裂解炉中并按图 9-16 要求联接氧气和氮气。
- 4.5 调节气体流量及炉温，操作条件如下：

裂解炉温度 : $^{\circ}\text{C}$
入口段 550 ~ 700
中心段 900

出口段 800 ~ 900

气体流量：毫升/分

反应气氧 (O₂) 90 ~ 100

载气氮 (N₂) 100 ~ 110

4.6 称样用铂金舟的预处理：从 2 号进样口将空铂金舟放入进样舟内，推进样舟入炉内 5 ~ 8 厘米，停留 20 分钟左右。用推杆将进样舟移出炉外，停留在裂解管内备用。

4.7 用电解液冲洗滴定池数次。假如参考电极和电解电极侧臂中有气泡，要仔细地排除。保持电解液面高出铂电极 3 ~ 6 毫米。

4.8 滴定池入口导管外侧应加绕电热带，以防止水蒸气冷凝。

4.9 把滴定池放在搅拌器上。注意池底要放到搅拌器中心，滴定池入口球形磨口与裂解管出口联接，调整滴定池盖位置，使电解阳极铂片面对电解阴极一侧。

4.10 控制合适的搅拌速度很重要，最适合的速度是使电解液发生轻微的旋涡为宜。速度过快或不平稳，搅拌棒可能把电极铂片撞弯，速度过慢将延迟电解液的平衡过程而影响整个测试结果。

4.11 接通电热带电源，调节电压达到所需温度。

5 试验步骤

5.1 微库仑计操作条件要根据硫含量大小，调整偏压在 120 ~ 160 毫伏之间，选择适当的放大倍数和量程选择电阻值。在记录量程内得到不拖尾、不超调的峰形。

5.2 检查铂金舟是否有空白峰值，推进样舟入炉内，进舟速度与测定试样的进样速度相同，在记录仪上显示不出峰，即可取出铂金舟放入称样瓶内备用，否则重新处理。

5.3 选用一个与估计试样中硫含量近似的标准试样，进行标定试验，取三次测定平均值，回收率 C 按式 (2) 计算：

$$C = \frac{S_1}{S_2} \times 100 \quad (2)$$

式中： C ——回收率，%；

S_1 ——标准试样硫含量测定平均值，ppm。

S_2 ——标准试样硫含量配制值，ppm。

5.4 回收率必须大于 75%，才能进行试验。

5.5 试样的取量方法有体积法及重量法两种：

5.5.1 体积法：白油及液体石蜡用 10 微升注射器取样，先用分析试样冲洗注射器数次，准确抽取一定量试样，通过 1 号进样口注射试样到铂金舟内，然后推动推杆进样。

5.5.2 重量法：从 2 号进样口取出在炉内处理过的空的铀金舟，放入带盖称样瓶内。然后准确称取一定量石蜡或凡士林试样，装有试样的铂金舟从 2 号进样口放入进样舟

内，盖好磨口塞，然后推动推杆进样。

5.6 试样的取样量：根据试样硫含量不同，取样量范围如下；称量准确到 0.01 毫克。

试样硫含量，ppm <1 1~5 5~10 10~100 >100

取样量，毫克或微升 10~5 10~3 5~1 4~1 1 左右

5.7 进样速度与燃烧完全与否有密切关系，按三个阶段分别控制。从 1 号或 2 号进样口以 10~12 毫米/秒的速度推动进样舟到裂解炉炉口，出峰后进样舟停留不动，待峰至峰顶左右时为止；继续以 1 毫米/秒的速度推动进样舟进入裂解炉内 10~40 厘米处为止；推进深度随试样熔点增大而加深。

5.8 每一个试样出峰完回到基线后将进样舟从炉内拉出放在炉口与 2 号进样口之间，待冷却后再做下一次测定。

5.9 未知试样的试验步骤与标准试样相同。

6 计算

按式 (3) (4) 两个公式之一，计算试验结果。式 (3) 适用于配有电量积分的仪器；式 (4) 适用于没有配备电量积分的仪器或测定硫含量较低的试样。

$$S_{\text{ppm}} = \frac{0.166 \times Q}{G \cdot C} \dots\dots\dots (3)$$

$$S_{\text{ppm}} = \frac{9948 \times A \cdot V' \cdot S'}{R \cdot G \cdot C} \dots\dots\dots (4)$$

式中：S——试样总硫含量，ppm；

Q——测定电量，微库仑；

G——试样重量，毫克；

C——回收率，%；

A——测定峰面积，厘米²；

V'——记录器灵敏度，毫伏/厘米；

S'——记录器纸速，分钟/厘米；

R——微库仑计量程选择电阻值，欧姆；

9948——常数；

0.166——系数，微克/微库仑。

7 精密度

7.1 重复性：同一操作者在同一实验室，测定同一试样，两次平行测定结果之差不应超过图 9-18 中重复性直线的最大允许差值。

7.2 再现性：不同操作者在不同实验室，测定同一试样，测定结果之差不应超过图 9-18 中再现性直线的最大允许差值。

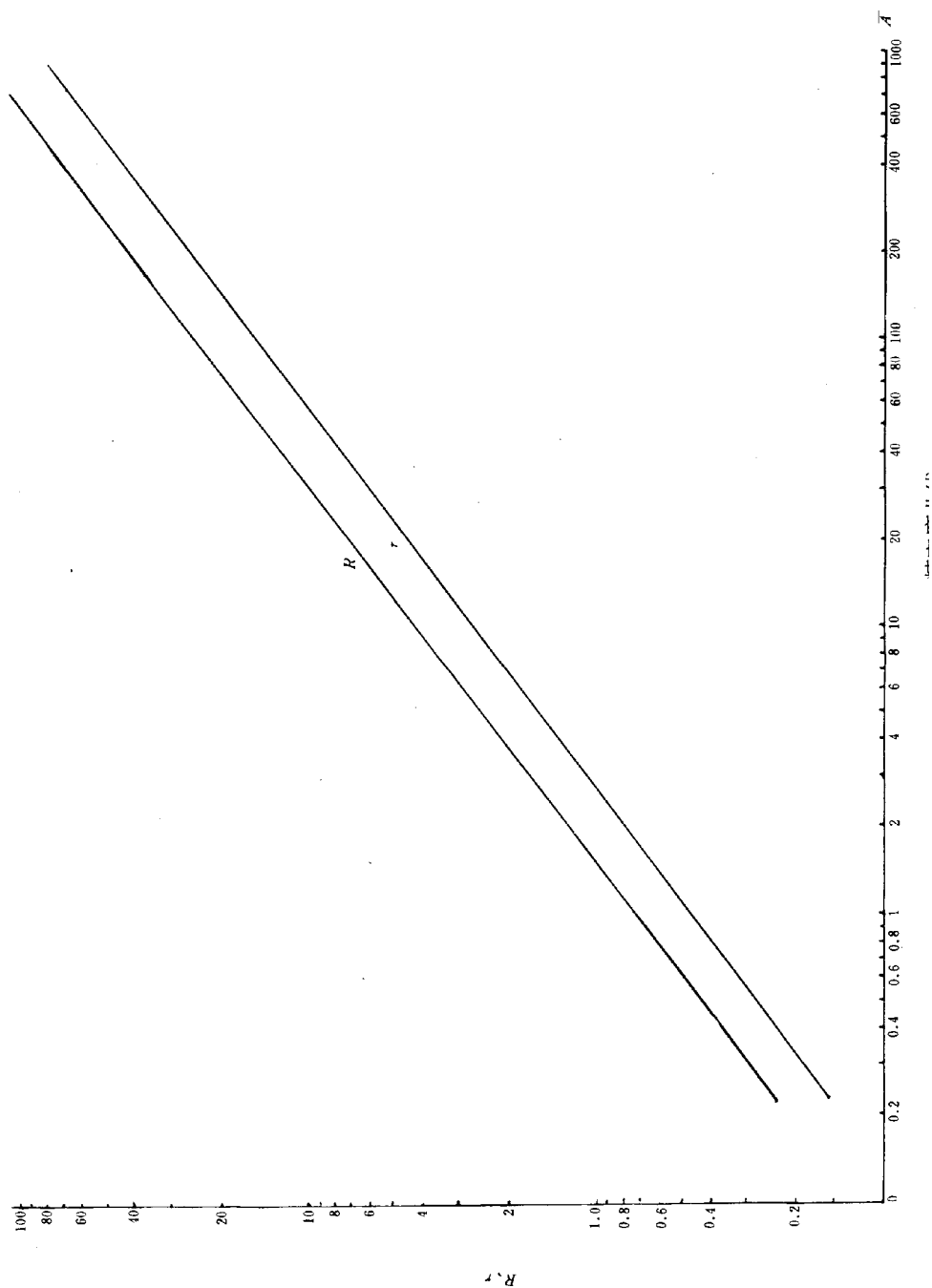


图 9-18 精密度曲线

r —重复性； R —再现性； $\bar{A}$ —平均值

8 报告

每一个试样，进行两次平行测定试验，取平均值为该试样测定值。

附录 A 公式的推导 (参考件)

根据法拉第电解定律，试样中总硫量按式 (A1) 计算：

$$S_{\text{克}} = \frac{Q_{\text{库仑}}}{F_{\text{库仑}}} \times \frac{16 \text{ 克}}{\text{克当量}} \dots\dots\dots (A1)$$

因为 ppm 为微克/克。

所以试样中总硫含量可按式 (A2) 或式 (A3)：

$$\begin{aligned} S_{\text{ppm}} &= \frac{Q \times 16 \times 10^6 \times 10^{-6}}{F \cdot V \cdot d \cdot C \times 10^{-3}} \\ &= \frac{0.166 \times Q}{V \cdot d \cdot C} \\ &= \frac{0.166 \times Q}{G \cdot C} \dots\dots\dots (A2) \end{aligned}$$

式中：S——试样总硫含量，ppm；

Q——测定的总电量，微库仑；

16——硫的克当量，克/当量；

10^6 ——克转换为微克的系数，微克/克；

10^{-6} ——微库仑转换为库仑的系数，库仑/微库仑；

F——法拉第电解常数为 96500，库仑/克当量；

V——试样体积，微升；

d——试样密度，克/毫升；

G——试样重量，毫克；

C——回收率，%；

10^{-3} ——微升转换为毫升的系数，毫升/微升；

毫克转换为克的系数，克/毫克。

$$\begin{aligned} S_{\text{ppm}} &= \frac{A \cdot V' \cdot S' \times 16 \times 10^{-3} \times 10^6 \times 60}{F \cdot R \cdot V \cdot d \cdot C \times 10^{-3}} \\ &= \frac{9948 \times A \cdot V' \cdot S'}{R \cdot V \cdot d \cdot C} \\ &= \frac{9948 \times A \cdot V' \cdot S'}{R \times G \times C} \dots\dots\dots (A3) \end{aligned}$$

式中： S ——试样总硫含量，ppm；

A ——峰面积，厘米²；

V' ——记录器灵敏度，毫伏/厘米；

S' ——记录器纸速，分钟/厘米；

16——硫的克当量，克/当量；

10^{-3} ——毫伏转换为伏的系数，伏/毫伏；

10^6 ——克转换为微克的系数，微克/克；

60——分转换为秒的系数，秒/分；

F ——法拉第电解常数为 96500，库仑/克当量；

R ——微库仑计量程选择电阻值，欧姆；

V ——试样体积，微升；

d ——试样密度，克/毫升；

G ——试样重量，毫克；

C ——回收率，%；

10^{-3} ——微升转换为毫升的系数，毫升/微升；

毫克转换为克的系数，克/毫克。

三、石油蜡和石油脂滴熔点测定法

Petroleum waxes and petrolatums—

Determination of drop melting point

UDC 665.521.6:536.421.1

GB/T 8026—87

本方法适用于测定石油蜡和石油脂的滴熔点。

本标准等效采用国际标准 ISO 6244—1982《石油蜡和石油脂滴熔点测定法》。

1 方法概要

在规定的条件下，将已冷却的温度计垂直浸入试样中，使试样粘附在温度计球上。把附有试样的温度计置于试管中，通过水浴加热使试样熔化直至从温度计球都滴落第一滴为止，此时温度计的温度读数即为试样的滴熔点。

2 仪器

2.1 试管：外径 25mm，壁厚 2~3mm，长 150mm 的标准试管，并备有软木塞，在塞子

边缘开槽以便使空气流通，在塞子正中钻一插温度计的孔。

2.2 水浴：容量不小于 1500mL 的透明容器，试管浸入深度不小于 100mm，并使试管底下仍有 15mm 的水层。

2.3 滴熔点温度计：半浸棒式。应符合下列规格。

温度范围	32 ~ 127℃
最小分度	0.2℃
长线分度	1.0℃
刻字分度	2.0℃
示值误差	0.2℃
膨胀室允许加热温度	150℃
浸没深度	79mm
刻字段全长	200 ~ 240mm
全长	375 ~ 385mm
水银球底部至 32℃刻线长	105 ~ 115mm
棒直径	6 ~ 8mm
水银球长	18 ~ 28mm
水银球直径	5 ~ 6mm

2.4 水浴温度计：在试验温度范围内，准确到 0.5℃的任何类型温度计皆可使用。

2.5 平底耐热容器：能盛入足够的试样，并在距内底 $12 \pm 1\text{mm}$ 处有一环形刻线。

2.6 可调电炉：供加热水浴用。

2.7 刮刀。

2.8 秒表。

3 试验步骤

3.1 取具有代表性的试样，在洁净的烧杯中缓慢熔化，直至温度达到 93℃或达到预计滴熔点以上 11℃左右，应取两者中较高的温度。将试样放入平底耐热容器中，使试样厚度达到 $12 \pm 1\text{mm}$ 。用一般试验室的温度计测量试样的温度。调节至高出预期滴熔点 6 至 11℃。

3.2 把一支试验用的温度计球部冷却到 4℃，迅速擦干并小心地将温度计球部垂直插入已准备好的热样中，直至碰到容器的底部（浸没 12mm）。然后立即取出温度计，垂直握住使之冷却，直至球表面浑浊。然后把它放入温度为 16℃的水中 5min。按同样的步骤用同一样品制备另一试样。

3.3 在试管底部放入一张圆形白纸，用软木塞把制备好的温度计固定于试管中，使温度计及管身成垂直状态并使温度计的球顶端距试管底白纸 15mm，将试管浸入温度为 16℃的水浴中，调节试管的高度使温度计上的浸没线同水面平。水浴以每分钟 2℃的速

度升温至 38℃，然后以每分钟 1℃的速度升温至第一滴试样脱离温度计为止，记录从温度计上落下第一滴试样的温度。

4 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性（95%置信水平）。

4.1 重复性：同一操作者平行测定两个结果之差，不应超过 0.8℃。

4.2 再现性：由两个实验室各测得的结果之差，不应超过 1.3℃。

5 报告

取平行测定两个结果的算术平均值，做为试样的滴熔点。

第十章 橡胶用发泡剂

第一节 工业碳酸钠

Sodium carbonate for industrial use

GB 210—92

代替 GB 210—89
GB 2368 ~ 2373—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业碳酸钠的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以工业盐或天然碱为原料，由氨碱法、联碱法或其他方法制得的工业碳酸钠。该产品主要用于化工、玻璃、冶金、造纸、印染、合成洗涤剂、石油化工等工业。

分子式： Na_2CO_3

相对分子质量：105.99（按 1987 年国际相对原子量）

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

- GB 6003 试验筛
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 实验室用水规格
- GB 8946 塑料编织袋
- GB 8947 复合塑料编织袋
- GB 10454 柔性集装袋
- GSB G12 001 工业碳酸钠国家标准样品

3 产品分类

工业碳酸钠分为三种类别：

- Ⅰ类为特种工业用重质碳酸钠。适用于制造显象管玻壳、浮法玻璃、光学玻璃等。
- Ⅱ类为一般工业盐及天然碱为原料生产的工业碳酸钠。包括轻质碳酸钠和重质碳酸钠。
- Ⅲ类为硫酸钠型卤水盐为原料联碱法生产的工业碳酸钠。包括轻质碳酸钠和重质碳酸钠。

4 技术要求

- 4.1 外观：Ⅰ类为白色细小颗粒。Ⅱ、Ⅲ类轻质碳酸钠为白色结晶粉末，重质碳酸钠为白色细小颗粒。
- 4.2 工业碳酸钠应符合表 10－1 要求：

表 10－1

指 标 项 目	指 标						
	Ⅰ类	Ⅱ类			Ⅲ类		
	优等品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
总碱量（以 Na ₂ CO ₃ 计）, %	≥ 99.2	99.2	98.8	98.0	99.1	98.8	98.0
氯化物（以 NaCl 计）含量, %	≤ 0.50	0.70	0.90	1.20	0.70	0.90	1.20
铁（Fe）含量, %	≤ 0.004	0.004	0.006	0.010	0.004	0.006	0.010
硫酸盐（以 SO ₄ 计）含量, %	≤ 0.03	0.03 ¹⁾	—	—	—	—	—
水不溶物含量, %	≤ 0.04	0.04	0.10	0.15	0.04	0.10	0.15
烧失量 ²⁾ , %	≤ 0.8	0.8	1.0	1.3	0.8	1.0	1.3
堆积密度 ³⁾ , g/mL	≥ 0.85	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90
粒度 ³⁾ , 180μm 筛余物, % 1.18mm	≥ 75.0	70.0	65.0	60.0	70.0	65.0	60.0
	≤ 2.0	—	—	—	—	—	—

注：1) 为氨碱法控制项目，用户有要求时检验。

2) 为包装时检验结果。

3) 为重质碳酸钠控制项目。

5 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

5.1 总碱量的测定

本方法参照采用国际标准 ISO 740—1976《工业用碳酸钠——总碱量的测定——滴定法》。

5.1.1 方法提要

以溴甲酚绿—甲基红混合液为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定总碱量。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 盐酸 (GB 622) 标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 1mol/L;

5.1.2.2 溴甲酚绿 (HG 3—1220) —甲基红 (HG 3—958) 混合指示液。

5.1.3 仪器、设备

5.1.3.1 称量瓶: $\phi 30\text{mm} \times 25\text{mm}$; 或瓷坩埚: 容量 30mL。

5.1.4 分析步骤

称取约 1.7g 试样,置于已恒重的称量瓶或瓷坩埚中,移入烘箱或高温炉内,在 250 ~ 270℃ 下干燥至恒重,精确至 0.0002g。将试料倒入锥形瓶中,再准确称量称量瓶或瓷坩埚的质量。两次称量之差为试料的质量。用 50mL 水溶解试料,加 10 滴溴甲酚绿—甲基红混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至试验溶液由绿色变为暗红色。煮沸 2min,冷却后继续滴定至暗红色。

同时做空白试验。

5.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总碱量 (以 Na_2CO_3 计) X_1 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.05300}{m} \times 100$$

$$= \frac{5.3c(V - V_0)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.053 00——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液〔 $c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的，以克表示的碳酸钠的质量。

5.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5.2 氯化物含量的测定

5.2.1 汞量法

本方法参照采用国际标准 ISO 742—1973《工业用碳酸钠——氯化物含量的测定——汞量法》。

5.2.1.1 方法提要

同 GB 3051 第 2 条。

5.2.1.2 试剂和材料

5.2.1.2.1 硝酸 (GB 626) 溶液：1 + 1；

5.2.1.2.2 硝酸 (GB 626) 溶液：1 + 7；

5.2.1.2.3 氢氧化钠 (GB 629) 溶液：40g/L；

5.2.1.2.4 硝酸汞标准滴定溶液； $c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}\right]$ 约为 0.05mol/L。

按 GB 3051 第 4.9 条配制并标定；

5.2.1.2.5 溴酚蓝 (HG 3—1224) 指示液：1g/L；

5.2.1.2.6 二苯偶氮碳酰肼指示液：5g/L。

5.2.1.3 仪器、设备

5.2.1.3.1 微量滴定管：分度值为 0.01 或 0.02mL。

5.2.1.4 分析步骤

5.2.1.4.1 参比溶液的制备

在 250mL 锥形瓶中加入 40mL 水和 2 滴溴酚蓝指示液。滴加硝酸溶液 (5.2.1.2.2) 至溶液由蓝色恰变为黄色，再过量 2 ~ 3 滴。加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色，记录所用硝酸汞标准滴定溶液的体积。此溶液在使用前制备。

5.2.1.4.2 试样的测定

称取约 2g 试样，精确至 0.01g，置于 250mL 锥形瓶中。加 40mL 水溶解试料，加入 2 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液 (5.2.1.2.1) 中和至溶液变黄后，滴加氢氧化钠溶液 (5.2.1.2.3) 至试验溶液变蓝，再用硝酸溶液调至溶液恰呈黄色再过量 2 ~ 3 滴。加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为与参比溶液 (5.2.1.4.1) 相同的紫红色即为终点。

将滴定后的废液保存起来，按 GB 3051 附录 D 规定进行处理。

5.2.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物（以 NaCl 计）含量 X_2 按式（2）计算：

$$X_2 = \frac{c(V - V_0) \times 0.05844}{m \frac{100 - X_0}{100}} \times 100$$

$$= \frac{584.4c(V - V_0)}{m(100 - X_0)} \dots\dots\dots (2)$$

式中： c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定中消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——参比溶液制备中所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试料的质量，g；

X_0 ——按 5.6 条测得的烧失量，%；

0.05844——与 1.00mL 硝酸汞标准滴定溶液 $\{c[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 1.000\text{mol/L}\}$ 相当的，以克表示的氯化钠的质量。

5.2.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.2.2 电位滴定法

本标准参照采用国际标准 ISO 6227—1982《工业用化学产品——测定氯离子的通用方法——电位滴定法》。

5.2.2.1 方法提要

同 GB 3050 第 2 章。

5.2.2.2 试剂和材料

5.2.2.2.1 氯化钠基准溶液（GB 1253）： $c(\text{NaCl}) = 0.05\text{mol/L}$ 基准溶液。

称取 2.922 5g 预先在 500~600℃ 下干燥至恒重的基准氯化钠，精确至 0.000 2g，置于烧杯中，加水溶解后移入 1 000mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

5.2.2.2.2 硝酸银（GB 670）标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.05mol/L。

称取约 8.75g 硝酸银，溶于 1 000mL 水中，摇匀。溶液保存于棕色瓶中。

用移液管移取 5mL 氯化钠基准溶液，置于 100mL 烧杯中，放入电磁搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，加 2 滴溴酚蓝指示液（5.2.1.2.5）滴加硝酸溶液（5.2.1.2.1）至试验溶液恰呈黄色。把测量电极（5.2.2.3.3）和参比电极（5.2.2.3.2）插入溶液中，将电极与电位计连接，调整电位计零点，记录起始电位值。用硝酸银标准滴定溶液滴定。先加入 4.00mL，再逐次加入 0.10mL，记录每次加入硝酸银标准滴定溶

液后的总体积和对应的电位值 E ，计算出连续增加的电位值 $\Delta_1 E$ 和 $\Delta_2 E$ 。 $\Delta_1 E$ 的最大值即为滴定的终点。终点后再记录一个电位值 E 。记录格式见 GB 3050 附录 C。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积 V 按式 (3) 计算：

$$V = V_0 + \frac{b}{B} \times V_1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： V_0 ——电位增量值 $\Delta_1 E$ 达最大值前所加入硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

V_1 ——电位增量值 $\Delta_1 E$ 达最大值前最后一次加入硝酸银标准滴定溶液体积，mL；

b —— $\Delta_2 E$ 最后一次正值；

B —— $\Delta_2 E$ 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和（详见 GB 3050 附录 C 的举例）。

硝酸银标准滴定溶液的实际浓度 c 按式 (4) 计算：

$$c = \frac{c_2 V_2}{V} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： c_2 ——氯化钠基准溶液的实际浓度，mol/L；

V_2 ——滴定时移取的氯化钠基准溶液的体积，mL；

V ——滴定所消耗硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

5.2.2.3 仪器、设备

5.2.2.3.1 电位计：精度应不低于 10mV/格，量程为 -500 ~ +500mV；

5.2.2.3.2 参比电极：双液接型饱和甘汞电极，内充饱和氯化钾溶液，滴定时外套管内盛饱和硝酸钾溶液和甘汞电极相连接。

5.2.2.3.3 测量电极：银电极或硫化银涂层的银电极，（制备方法见 GB 3050 附录 A）；

5.2.2.3.4 微量滴定管：分度值为 0.01 或 0.02mL。

5.2.2.4 分析步骤

称取适量试样（Ⅰ类 2g，Ⅱ、Ⅲ类 1g），精确至 0.01g。置于 100mL 烧杯中，加入 40mL 水溶解，以下操作按 (5.2.2.2.2) 条规定进行，自“放入电磁搅拌子”开始，到“终点后再继续记录一个电位值 E ”止，但不再一次先加入 4.00mL 硝酸银标准滴定溶液。

同时做空白试验。

5.2.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物（以 NaCl 计）含量 X_2 按式 (5) 计算：

$$\begin{aligned} X_2 &= \frac{c (V - V_0) \times 0.05844}{m \frac{(100 - X_0)}{100}} \times 100 \\ &= \frac{584.4c (V - V_0)}{m (100 - X_0)} \quad \dots\dots\dots (5) \end{aligned}$$

式中： c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定中所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

X_0 ——由 5.6 条测得的烧失量，%；

m ——试料的质量，g；

0.058 44——与 1.00mL 硝酸银标准滴定溶液〔 $c(\text{AgNO}_3) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的，以克表示的氯化钠的质量。

5.2.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.3 铁含量的测定

本方法参照采用国际标准 ISO 6685—1982《工业用化学产品——测定铁含量的通用方法——1，10-菲啰啉分光光度法》。

5.3.1 方法提要。

同 GB 3049 第 2 条。

5.3.2 试剂和材料

同 GB 3049 第 3 条。

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 分光光度计：带有厚度为 3cm 的吸收池。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 工作曲线的绘制

按 GB 3049 第 5.3 条规定，选用厚度为 3cm 吸收池及其对应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

5.3.4.2 试样的测定

称取 10g 试样，精确至 0.01g，置于烧杯中，加少量水润湿，滴加 35mL 盐酸溶液 (1+1)，煮沸 3~5min，冷却（必要时过滤），移入 250mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

用移液管移取 50mL（或 25mL）试验溶液，置于 100mL 烧杯中；另取 7mL（或 3.5mL）盐酸溶液 (1+1) 于另一烧杯中，用氨水 (2+3) 中和后，与试验溶液一并用氨水 (1+9) 和盐酸溶液 (1+3) 调节 pH 值为 2（用精密 pH 试纸检验）。分别移入 100mL 容量瓶中，以下操作按 GB 3049 第 5.3.2 条及 5.3.3 条规定，选用 3cm 吸收池，以水为参比，测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁 (Fe) 含量 X_3 按式 (6) 计算：

$$X_3 = \frac{m_1 - m_0}{\frac{m(100 - X_0)}{100}} \times 100$$

$$= \frac{10(m_1 - m_0)}{m(100 - X_0)} \dots\dots\dots (6)$$

式中： m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度，从工作曲线上查出的铁的质量，mg；
 m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度，从工作曲线上查出的铁的质量，mg；
 m ——移取试验溶液中所含试料的质量，g；
 X_0 ——按 5.6 条测得的烧失量，%。

5.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值：优等品、一等品不大于 0.0005%，合格品不大于 0.001%。

5.4 硫酸盐含量的测定

5.4.1 硫酸钡重量法 仲裁法

本方法参照采用国际标准 ISO 743—1976《工业用碳酸钠——硫酸盐含量的测定——硫酸钡重量法》。

5.4.1.1 方法提要

溶解试样并分离不溶物，在稀盐酸介质中使硫酸盐沉淀为硫酸钡，将得到的沉淀进行分离，在 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧后称量。

5.4.1.2 试剂和溶液

5.4.1.2.1 盐酸（GB 622）溶液：1+1；

5.4.1.2.2 氨水（GB 631）；

5.4.1.2.3 氯化钡（GB 652）溶液；100g/L；

5.4.1.2.4 硝酸银（GB 670）溶液；5g/L。

用少量水溶解 0.5g 硝酸银，加 20mL 硝酸溶液（1+1），用水稀释至 100mL，摇匀。

5.4.1.2.5 甲基橙（HGB 3089）指示液：1g/L。

5.4.1.3 分析步骤

称取约 20g 试样，精确至 0.01g，置于烧杯中，加 50mL 水，搅拌，滴加 70mL 盐酸溶液中和试料并使之酸化，用中速定量滤纸过滤。滤液和洗液收集于烧杯中，控制试验溶液体积约 250mL。滴加 3 滴甲基橙指示液，用氨水中和后再加 6mL 盐酸溶液酸化，煮沸，在不断搅拌下滴加 25mL 氯化钡溶液（约 90s 加完），在不断搅拌下继续煮沸 2min。在沸水浴上放置 2h，停止加热，静置 4h，用慢速定量滤纸过滤，用热水洗涤沉淀直到取 10mL 滤液与 1mL 硝酸银溶液混和，5min 后仍保持透明为止。

将滤纸连同沉淀移入预先在 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 下恒重的瓷坩埚中，灰化后移入高温炉内，

于 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒重。

5.4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐（以 SO_4 计）含量 X_4 按式（7）计算：

$$X_4 = \frac{m_1 \times 0.4116}{m \frac{100 - X_0}{100}} \times 100$$

$$= \frac{4116m_1}{m(100 - X_0)} \dots\dots\dots (7)$$

式中： m_1 ——灼烧后硫酸钡的质量，g；

m ——试料的质量，g；

X_0 ——按 5.6 条测得的烧失量，%；

0.4116——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

5.4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.006%。

5.4.2 硫酸钡比浊法

5.4.2.1 方法提要

在微酸性介质中，用氯化钡沉淀硫酸根离子，与硫酸钡标准比浊液比较。

5.4.2.2 试剂和材料

5.4.2.2.1 氯化钡（GB 652）溶液：250g/L；

5.4.2.2.2 硫酸盐标准溶液：1mL 含有 0.1mg 硫酸根（ SO_4 ）；

5.4.2.2.3 酚酞指示液：10g/L；

5.4.2.3 分析步骤

称取 1g 试样，精确至 0.01g，置于 250mL 烧杯中，加 20mL 水和 1 滴酚酞指示液，滴加盐酸溶液（5.4.1.2.1）中和至中性并过量 2mL，煮沸 2min，冷却（必要时过滤），移入 50mL 比色管中。

同时根据试料中的硫酸盐含量，分别取 3~4 份硫酸盐标准溶液，分别置于 50mL 比色管中，每份间隔相差 0.5mL（根据试料中硫酸盐含量，可适当缩小或扩大间隔）。分别加入 20mL 水、2mL 盐酸溶液（5.4.1.2.1）。

在试料管及标准管中同时加入 10mL 氯化钡溶液（5.4.2.2.1），加水至刻度，摇匀。置于 40~50℃ 水浴中 20min 后比较标准管和试料管的浊度。

取与试料管浊度相当的标准管中的硫酸盐的量进行计算。当试料管浊度介于二支标准管浊度之间时，按两标准管中硫酸盐量的平均值进行计算。

5.4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐（以 SO_4 计）含量 X_4 按式（8）计算：

$$X_4 = \frac{m_1 \times 100}{m \times 1\,000} = \frac{0.1 m_1}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中： m_1 ——与试料管浊度相当的标准管中硫酸盐（以 SO_4 计）的质量，mg；

m ——试料的质量，g。

5.5 水不溶物含量的测定

5.5.1 方法提要

将试料溶于 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 的水中，将不溶物过滤、洗涤、干燥并称量。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 酸洗石棉（HG 3—1062）：取适量酸洗石棉，浸泡于 1 + 3 盐酸溶液中，煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并洗涤至中性。再用 100g/L 无水碳酸钠（GB 639）溶液浸泡并煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并洗涤至中性（用酚酞指示液检查）。以水调成糊状，备用。

5.5.2.2 酚酞指示液：10g/L。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 古氏坩埚：容量 30mL。

5.5.4 分析步骤

将古氏坩埚置于抽滤瓶上，在筛板上下各匀铺一层酸洗石棉，边抽滤边用平头玻璃棒压紧，每层厚约 3mm。用 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 水洗涤至滤液中不含石棉毛。将坩埚移入干燥箱内，于 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 下烘干后称量。重复洗涤、干燥至恒重。

称取 20 ~ 40g 试样，精确至 0.01g，置于烧杯中，加入 200 ~ 400mL 约 40°C 的水溶解，维持试验溶液温度在 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 。用已恒重的古氏坩埚过滤，以 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 的水洗涤不溶物，直至在 20mL 洗涤液与 20mL 水中加 2 滴酚酞指示液后所呈现的颜色一致为止。将古氏坩埚连同不溶物一并移入干燥箱内，在 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

5.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_5 按式（9）计算：

$$\begin{aligned} X_5 &= \frac{m_1}{m \frac{(100 - X_0)}{100}} \times 100 \\ &= \frac{m_1 \times 10^4}{m (100 - X_0)} \dots\dots\dots (9) \end{aligned}$$

式中： m_1 ——水不溶物的质量，g；

m ——试料的质量，g；

X_0 ——按 5.6 条测得的烧失量，%。

5.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值：优等品、一等品不大于 0.006%，合格品不大于 0.008%。

5.6 烧失量的测定

本方法参照采用国际标准 ISO 745—1976《工业用碳酸钠——250~270℃时质量损失和不挥发物的测定》。

5.6.1 方法提要

试料在 250~270℃下加热至恒重，加热时失去游离水和碳酸氢钠分解出的水和二氧化碳，计算烧失量。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 称量瓶： $\phi 30\text{mm} \times 25\text{mm}$ 或瓷坩埚，容积约 30mL。

5.6.3 分析步骤

称取约 2g 试样，精确至 0.0002g，置于已恒重的称量瓶或瓷坩埚内，移入烘箱或高温炉中，在 250~270℃下加热至恒重。

5.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的烧失量 X_0 按式 (10) 计算。

$$X_0 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中： m_1 ——试料加热时失去的质量，g；

m ——试料的质量，g。

5.6.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

5.7 堆积密度的测定

5.7.1 方法提要

一定量的试料通过圆锥形漏斗，进入一已知容积的圆柱形料罐中，测定装满料罐所需试料的质量。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 堆积密度的测定装置

如图 10-1 所示。

5.7.3 测定步骤

按图安装好堆积密度测定装置。

称取料罐质量，精确至 1g。

关好漏斗下底，将试样自然倒满，用直尺刮去高出部分，放好已知质量的料罐，打

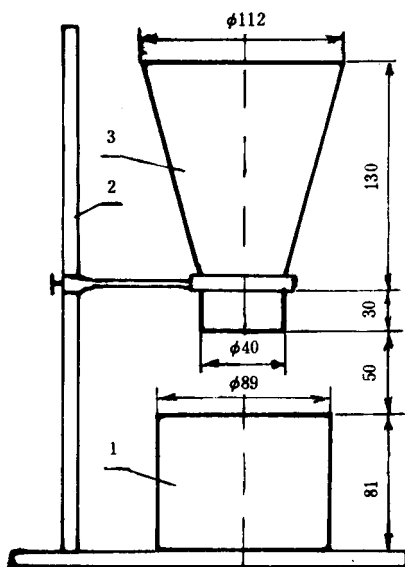


图 10-1 堆积密度测定装置图

1—料罐；2—支架；3—漏斗

开漏斗下底，使试料全部自动流入料罐中，用直尺刮去高出部分（刮平前勿移动料罐），称量试料和料罐的质量，精确至 1g。

5.7.4 测定结果的表述

以单位体积的质量表示的堆积密度 ρ 按式（11）计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \dots\dots\dots (11)$$

式中： m_1 ——料罐和试料的质量，g；

m_2 ——料罐的质量，g；

V ——料罐的容积，mL。

5.7.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.02g/mL。

5.8 粒度的测定

5.8.1 仪器、设备

5.8.1.1 试验筛（GB 6003）：R40/3 系列， $\phi 200 \times 50/1.18\text{mm}$ 、 $\phi 200 \times 50/180\mu\text{m}$ ，附有筛底及筛盖。

5.8.1.2 震筛机。

5.8.2 测定步骤

称取约 50g 试样，精确至 0.1g。放入装好筛底的试验筛中（试验筛孔径 I 类为 1.18mm 和 180 μ m，II、III 类为 180 μ m），盖好筛盖，手工水平震筛 2min，每分钟振动 80 次，或以震筛机筛分 5min，称取筛余物质量，精确至 0.1g。

5.8.3 测定结果的表述

以质量百分数表示的筛余物 X_6 按式（12）计算：

$$X_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中： m_1 ——筛余物的质量，g；

m ——试料的质量，g。

5.8.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值：180 μ m 筛余物不大于 2%；1.18mm 筛余物不大于 0.5%。

6 检验规则

6.1 工业碳酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、产品名称、类别、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业碳酸钠进行验收。

6.3 以每天产量为一批。

6.4 按 GB 6678 第 6.6 条规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至轻质碳酸钠不少于 400g，重质碳酸钠不少于 1000g。将样品分装于两个清洁、干燥的具塞广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。

6.5 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求，则应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验。核验的结果即使有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品不能验收。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议时，按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6.7 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6.8 工业碳酸钠有关项目的测定结果应采用 GSB G12 001 进行测定予以核验，每月至少一次。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业碳酸钠包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商

标、类别、等级、净重、批号或生产日期及本标准编号，以及 GB 191 规定的标志 6 “怕湿”标志。

7.2 工业碳酸钠采用 3 种包装方式。

7.2.1 双层包装：外包装采用塑料编织袋，其有效宽度为：轻质碳酸钠 550 ~ 600mm，重质碳酸钠 500 ~ 550mm，有效长度由供需双方协商确定，其性能和检验方法应符合 GB 8946 中 B 型的规定；内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度为 0.03 ~ 0.1mm，内袋比外袋长 100mm、宽 50mm。工业碳酸钠每袋净重 40kg 或 50kg。

7.2.2 单层包装：采用 GB 8947 规定的 B 型复合塑料编织袋，其有效宽度为：轻质碳酸钠 550 ~ 600mm，重质碳酸钠 500 ~ 550mm，有效长度由供需双方协商确定，其性能和检验方法应符合 GB 8947 中 B 型的规定。工业碳酸钠每袋净重 40kg 或 50kg。

7.2.3 集装袋包装：采用 GB 10454 中规定的柔性集装袋，其规格尺寸、性能和检验方法应符合 GB 10454 中的有关规定。每袋净重 1 000kg。

7.3 工业碳酸钠采用双层包装时，内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其他方式封口；外袋在距袋边不小于 30mm 处折边，在距袋边不小于 15mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。采用复合塑料编织袋单层包装时，应在距袋边不小于 30mm 处折边，在距袋边不小于 15mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距 7 ~ 12mm，缝线整齐，针距均匀，无漏缝和跳线现象。采用集装袋包装时，应用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其他方式封口。

7.4 工业碳酸钠每袋净重 40kg 或 50kg 的包装袋，随机抽取 10 袋称量时，平均偏差应在全 0.2kg 范围内；随机抽取 1 袋，偏差在 $\pm 0.3\text{kg}$ 范围内。

7.5 工业碳酸钠在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮。运输工具应清洁、干燥，尽量采用集装箱、网或集装托盘装卸和运输。不得与酸类混运。

7.6 工业碳酸钠应贮存于阴凉干燥处，防止雨淋、受潮，防止日晒、受热，不得与酸混贮。

第二节 工业碳酸氢钠

Sodium hydrogen carbonate for industrial use

GB/T 1606—1998

代替GB/T 1606—1986

GB/T 6393.1 ~ 6393.6—1986

1 范围

本标准规定了工业碳酸氢钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业碳酸氢钠。该产品主要用于消防和橡胶等工业中。本标准不适用于食品添加剂。

分子式： NaHCO_3

相对分子质量：84.01（按 1995 年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
（neq ISO 6685：1982）

GB/T 3050—1982 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法
（neq ISO 6227：1982）

GB/T 3051—1982 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法
（neq ISO 5790：1979）

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法（eqv ISO 3696：1987）

3 要求

3.1 外观：白色结晶状粉末。

3.2 工业碳酸氢钠应符合表 10－2 要求：

表 10－2 要求

项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
碳酸氢钠（NaHCO ₃ ）含量	≥	99.5	98.2	97.4
碳酸钠（Na ₂ CO ₃ ）含量	≤	0.4	1.2	1.7
水分	≤	0.10	0.25	0.40
氯化物（以 NaCl 计）含量	≤	0.02	0.30	—
铁（Fe）含量	≤	0.001	0.002	0.01
不溶物含量	≤	0.01	0.05	0.10
钙（Ca）含量	≤	0.04	—	—
硫酸盐（以 SO ₄ 计）含量	≤	0.02	—	—

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

安全提示：本标准所用强酸强碱均具有腐蚀性，使用者应小心操作，避免溅到皮肤上！

4.1 碳酸氢钠含量的测定

4.1.1 方法提要

试料溶于水，以溴甲酚绿－甲基红作指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定其总碱量，减去 4.2 条测得的碳酸钠含量相当的碱度。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸标准滴定溶液：*c*（HCl）约为 1mol/L。

4.1.2.2 溴甲酚绿－甲基红指示剂。

4.1.3 分析步骤

称取约 2.5g 试样，精确至 0.000 2g，置于 250mL 锥形瓶中，加 50mL 水使其溶解，

滴加 10 滴溴甲酚绿 - 甲基红指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至试验溶液由绿色变为暗红色后，煮沸 2min，冷却至室温，用盐酸标准滴定溶液继续滴定至暗红色为终点。

同时作空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸氢钠 (NaHCO_3) 含量 X_1 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) c \times 0.08401}{m} \times 100 - 1.585 X_2$$

$$= \frac{8.401 (V_1 - V_2) c}{m} - 1.585 X_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试料的质量，g；

X_2 ——由 4.2 条测得的碳酸钠 (Na_2CO_3) 的含量，%；

0.08401——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸氢钠的质量；

1.585——碳酸钠换算为碳酸氢钠的换算系数。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.2 碳酸钠含量的测定

4.2.1 方法提要

在室温下用氯化钠饱和溶液溶解试样中的碳酸钠，用甲酚红 - 百里香酚蓝为指示剂，以盐酸标准滴定溶液进行滴定。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氯化钠饱和溶液。

4.2.2.2 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})$ 约 0.1mol/L。

4.2.2.3 甲酚红 - 百里香酚蓝指示液：

1 份甲酚红指示液 (1g/L 乙醇溶液) 和 3 份百里香酚蓝指示剂 (1g/L 乙醇溶液) 混合。

4.2.3 分析步骤

称取约 25g 试样，精确至 0.01g，置于 500mL 干燥而洁净的碘量瓶中，准确加入 50mL 氯化钠饱和溶液，盖上碘量瓶塞，充分摇动 10min，用中速滤纸干过滤。

用移液管移取 10mL 滤液，置于 250mL 锥形瓶中，加 50mL 水和 5 滴甲酚红 - 百里

香酚蓝指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为黄色。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钠 (Na_2CO_3) 含量 X_2 按式 (2) 计算：

$$X_2 = \frac{V_c \times 0.1060}{m \times \frac{10}{50}} \times 100 = \frac{53 V_c}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定中消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试料的质量，g；

0.1060——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钠的质量。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定的绝对差值不大于 0.05%。

4.3 水分的测定

4.3.1 方法提要

在 250 ~ 270℃ 下灼烧试样至恒重，测得总的灼烧失量，从中减去由碳酸氢钠分解所放出的水和二氧化碳的量。

4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 瓷坩埚：约 30mL；

4.3.2.2 高温炉：能控制在 250 ~ 270℃ 下操作。

4.3.3 分析步骤

称取约 2g 试样，精确至 0.000 2g，置于已于 250 ~ 270℃ 下灼烧至恒重的瓷坩埚中，把坩埚连同试料一并移入高温炉内，于 250 ~ 270℃ 下灼烧至恒重。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧失量 X_3 按式 (3) 计算：

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m} - 0.3692 X_1 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_1 ——灼烧前试料和坩埚的质量，g；

m_2 ——灼烧后残渣和坩埚的质量，g；

m ——试料的质量，g；

X_1 ——按 4.1 测得的碳酸氢钠 (NaHCO_3) 的含量，%；

0.369 2——每加热 1g 碳酸氢钠所分解出的水和二氧化碳的量。

4.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 氯化物含量的测定

4.4.1 方法提要

按 GB/T 3050—1982 第 2 章。

4.4.2 试剂和材料

按 GB/T 3050—1982 第 4 章。

4.4.3 仪器、设备

按 GB/T 3050—1982 第 3 章。

4.4.4 分析步骤

称取 2~5g 试样，精确至 0.01g，置于 100mL 烧杯中，加少量水润湿，加 2~3 滴溴酚蓝指示液，用 1+1 硝酸溶液中和至溶液由蓝变黄。以下按 GB/T 3050—1982 第 5 章规定，使用 0.02mol/L 的硝酸银标准滴定溶液进行测定。

4.4.5 分析结果的表述

按 GB/T 3050—1982 第 6 章。

4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定的绝对差值不大于 0.01%。

4.5 铁含量的测定

4.5.1 方法提要

按 GB/T 3049—1986 第 2 条。

4.5.2 试剂和材料

按 GB/T 3049—1986 第 3 条。

4.5.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 第 4 条。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 的 5.3 规定，使用 3cm 的吸收皿及相应的铁标准溶液，绘制工作曲线。

4.5.4.2 试验溶液的制备

称取约 10g 试样，精确至 0.01g，置于 250mL 烧杯中，加 40mL 水，滴加 1+1 盐酸溶液中和，加热煮沸，冷却后移入 250mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

用移液管移取 50mL（或 25mL）试验溶液，置于 100mL 烧杯中，用 1+8 氨水和 1+3 盐酸溶液调节试液的 pH 值为 2~3（用精密 pH 试纸检验）。

4.5.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试料外，其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同，并与试料同时进行同样处理。

4.5.4.4 测定

将试验溶液和空白试验溶液按 GB/T 3049—1986 的 5.4 规定，从“必要时，加水至 60mL”开始，至“测量试液和试剂空白溶液的吸光度”为止。

选用 3cm 吸收池，按 GB/T 3049—1986 的 5.4 规定测量吸光度，根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁 (Fe) 含量 X_4 按式 (4) 计算：

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^3}{m} \times 100 = \frac{0.1 (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 ——试验溶液中铁的质量，mg；

m_2 ——空白试验溶液中铁的质量，mg；

m ——移取试验溶液中所含试料的质量，g。

4.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定的绝对差值：优等品、一等品不大于 0.000 5%；合格品不大于 0.001 %。

4.6 不溶物含量的测定

4.6.1 方法提要

将试料溶于水中，将不溶物过滤、洗涤、干燥并称量。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 酸洗石棉：

取适量酸洗石棉，浸泡于 1+3 盐酸溶液中，煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并洗涤至中性。再用 100g/L 碳酸钠溶液浸泡并煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并洗涤至中性（用酚酞指示液检查）。以水调成糊状，备用。

4.6.2.2 酚酞指示液：10g/L。

4.6.3 仪器、设备

4.6.3.1 古氏坩埚：容量 30mL。

4.6.4 分析步骤

将古氏坩埚置于抽滤瓶上，在筛板上下各匀铺一层酸洗石棉，边抽滤边用平头玻璃棒压紧，每层厚约 1~2mm。用热水洗涤至滤液中不含石棉毛。将坩埚移入干燥箱内，于 $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干后称量。重复洗涤、干燥至恒重。

称取约 10g 试样，精确至 0.01g，置于烧杯中，加 200mL 水溶解，加热至沸并保持

10min。用已恒重的古氏坩埚过滤，用热水洗涤不溶物，直至在 20mL 洗涤液与 20mL 水中加 2 滴酚酞指示液后所呈现的颜色一致为止。将古氏坩埚连同不溶物一并移入干燥箱内，在 $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的不溶物含量 X_5 按式 (5) 计算：

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中： m_1 ——坩埚和不溶物的质量，g；

m_2 ——坩埚的质量，g；

m ——试料的质量，g。

4.6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定的绝对差值：优等品不大于 0.005%。一等品、合格品不大于 0.01%。

4.7 钙含量的测定

4.7.1 方法提要

在微碱性介质中，用草酸铵沉淀钙离子，与草酸钙标准悬浮液比浊。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 冰乙酸溶液：1 + 19。

4.7.2.2 氨水溶液：1 + 1。

4.7.2.3 氯化铵溶液：50g/L。

4.7.2.4 草酸铵溶液：50g/L。

4.7.2.5 钙标准溶液：1mL 溶液含 0.1mgCa。

4.7.3 分析步骤

称取 $5.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样，用水稀释至 100mL，制成试验溶液 A。

用移液管移取 10mL 试验溶液 A，置于 25mL 比色管中，用乙酸溶液中和至中性（pH 试纸检验），加入 1mL 氯化铵溶液、1mL 氨水溶液和 1mL 草酸铵溶液，摇匀。10min 后比较，其浊度不得深于标准比浊液。

标准比浊溶液是取 2.0mL 钙标准溶液，置于 25mL 比色管中，与试料同时同样处理。

4.8 硫酸盐含量的测定

4.8.1 方法提要

在微酸性介质中，用氯化钡沉淀硫酸根离子，与硫酸钡标准悬浮液比浊。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 盐酸溶液：1 + 2。

4.8.2.2 氯化钡溶液：100g/L。

4.8.2.3 硫酸盐标准溶液：1mL 溶液含有 0.1mg SO_4 。

4.8.3 分析步骤

用移液管移取 10mL 试验溶液 A，置于 100mL 烧杯中，加入盐酸溶液中和至 pH 接近 7 (pH 试纸检验)，并过量 5 滴，煮沸 3 ~ 5min，以赶出二氧化碳，冷却，移入 50mL 比色管中，加入 2mL 氯化钡溶液，加水至刻度，摇匀，置于 40 ~ 50℃ 水浴中，10min 后比较，其浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是取 1.0mL 硫酸盐标准溶液，置于 50mL 比色管中，与试料同时同样处理。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 100t。

5.3 按 GB/T 6678—1986 的 6.6 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或双层塑料袋中，密封。粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存三个月备查。

5.4 工业碳酸氢钠由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品均符合本标准要求。试验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

5.5 采用 GB/T 1250—1989 的 5.2 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业碳酸氢钠包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191—1990 中规定的标志 7 “怕湿”标志。

6.2 每批出厂的工业碳酸氢钠都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 工业碳酸氢钠采用两种包装方式：

6.3.1 塑料编织袋包装：内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不小于 0.03mm；外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25kg 或 50kg。

6.3.2 复膜袋包装：每袋净含量 25kg 或 50kg。

6.4 工业碳酸氢钠采用塑编袋包装时,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。采用复膜袋包装时,应在距袋边 30mm 处折边,在距袋边不小于 15mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

6.5 工业碳酸氢钠每袋净含量 25kg 或 50kg 的包装袋,随机抽取 10 袋称量时,平均偏差应在 $\pm 0.2\text{kg}$ 范围内;随机抽取 1 袋,偏差在 $\pm 0.3\text{kg}$ 范围内。

6.6 工业碳酸氢钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸混运。

6.7 工业碳酸氢钠应贮存于阴凉干燥处,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸混贮。

附 录 A

(标准的附录)

氯化物含量的测定 汞量法

氯化物含量的测定亦可采用 GB/T 3051—1982《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》。

A1 方法提要

按 GB/T 3051—1982 第 2 章。

A2 试剂和材料

按 GB/T 3051—1982 第 4 章。

A3 仪器、设备

按 GB/T 3051—1982 第 3 章。

A4 分析步骤

称取 2~5g 试样,精确至 0.01g,置于 250mL 锥形瓶中,如 40mL 水和 2~3 滴溴酚蓝指示液,用 1+1 硝酸溶液中和至溶液由蓝变黄,滴加 1mol/L 氢氧化钠溶液至溶液呈蓝色,再滴加 1mol/L 硝酸溶液至溶液呈黄色并过量 4~6 滴。以下按 GB/T 3051—1982 的 5.2 的规定,使用 0.02mol/L 硝酸汞标准滴定溶液进行测定。

A5 分析结果的表述

按 GB/T 3051—1982 第 6 条。

A6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的绝对差值不大于 0.01%。

A7 含汞废液的处理

按 GB/T 3051—1982 附录 D。

第三节 工业亚硝酸钠

Sodium nitrite for industrial use

GB 2367—90

代替 GB 2367—80

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业亚硝酸钠的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于硝酸生产过程中由氧化氮气体制得的工业亚硝酸钠。该产品主要用作制造硝基化合物、偶氮染料等的原料和织物染色的媒染剂、漂白剂、金属热处理剂、水泥早强剂和防冻剂等。

分子式：NaNO₂

相对分子质量：69.00（按 1987 年国际原子量）

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB 6678 化工产品采样总则

3 技术要求

3.1 外观：白色或微带淡黄色结晶。

3.2 工业亚硝酸钠应符合下表 10-3 要求：

表 10-3

指 标 项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
亚硝酸钠（NaNO ₂ ）含量（以干基计），% ≥	99.0	98.5	98.0

续表

指 标 项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硝酸钠 (NaNO_3) 含量 (以干基计) , %	≤ 0.80	1.00	1.90
氯化物 (以 NaCl 计) 含量 (以干基计) , %	≤ 0.10	0.17	—
水不溶物含量 (以干基计) , %	≤ 0.05	0.06	0.10
水分 , %	≤ 1.8	2.0	2.5

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时均按 GB 601、GB 603 之规定配制。

4.1 亚硝酸钠含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性溶液中，用高锰酸钾氧化亚硝酸钠。根据高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量计算出亚硝酸钠含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸 (GB 625) : 1 + 29 溶液。按比例配制出硫酸溶液后，加热至 70℃ 左右，滴加高锰酸钾标准滴定溶液至溶液呈微红色为止。冷却，备用；

4.1.2.2 硫酸 (GB 625) : 1 + 5 溶液。配制方法同 4.1.2.1 条；

4.1.2.3 高锰酸钾 (GB 643) : $c (1/5\text{KMnO}_4)$ 约 0.1mol/L 标准滴定溶液；

4.1.2.4 草酸钠 (GB 1289) : $c (1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$ 约 0.1mol/L 标准滴定溶液；

称取约 6.7g 草酸钠，溶解于 300mL 硫酸溶液 (4.2.2.1) 中，用水稀释至 1 000mL，摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液标定。

4.1.3 分析步骤

称取 2.5 ~ 2.7g 试样，精确至 0.000 2g，置于 250mL 烧杯中，加水溶解。全部移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。在 300mL 锥形瓶中，用滴定管滴加约 40mL 高锰酸钾标准滴定溶液。用移液管加入 25mL 试验溶液，加入 10mL 硫酸溶液 (4.1.2.2)，加热至 40℃。用移液管加入 10mL 草酸钠标准滴定溶液，加热至 70 ~ 80℃，继续用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉色并保持 30s 不消失为止。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚硝酸钠 (NaNO_2) 含量 (X_1) 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) \times 0.034\ 50}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{(100 - X_5)}{100}} \times 100 = \frac{6\ 900 (V_1 c_1 - V_2 c_2)}{m (100 - X_5)} \dots\dots\dots (1)$$

式中： c_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——加入和滴定用去高锰酸钾标准滴定溶液的总体积，mL；

c_2 ——草酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_2 ——加入草酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

X_5 ——按 4.5 条测得的水分，%；

m ——试料质量，g；

0.034 50——与 1.00mL 高锰酸钾标准滴定溶液〔 $c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的以克表示的亚硝酸钠的质量。

所得结果应表示至一位小数。

4.1.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%。取其算术平均值为测定结果。

4.2 硝酸钠含量的测定

4.2.1 方法提要

于试液中加入甲醇，在硫酸作用下与亚硝酸根生成亚硝酸甲酯。蒸发将其除去。再加入过量的硫酸亚铁铵还原硝酸钠，用高锰酸钾标准滴定溶液返滴定。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 甲醇（GB 683）；

4.2.2.2 硫酸（GB 625）；

4.2.2.3 硫酸（GB 625）：1 + 5 溶液；

4.2.2.4 氢氧化钠（GB 629）：200g/L 溶液；

4.2.2.5 氢氧化钠（GB 629）：1g/L 溶液；

4.2.2.6 硫酸亚铁铵〔 $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 〕（GB 661）： $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2]$ 约 0.2mol/L 溶液；

称取 80g 硫酸亚铁铵，溶于 300mL 1 + 8 硫酸（GB 625）溶液中，再加 700mL 水，摇匀。

4.2.2.7 高锰酸钾（GB 643）： $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约 0.1mol/L 标准滴定溶液；

4.2.2.8 酚酞（HGB 3039）：10g/L 溶液。

4.2.3 分析步骤

称取约 3g 试样，精确至 0.000 2g，置于 500mL 锥形瓶中，加 10mL 水溶解。加 10mL 甲醇，在不断摇动下滴加 15mL 硫酸溶液（4.2.2.3），控制硫酸加入速度，勿使亚硝酸甲酯生成过于激烈。用水洗涤锥形瓶内壁，加热微沸 2min。冷却后，加 2 滴酚酞指示

液,用氢氧化钠溶液(4.2.2.4)中和至呈粉红色为止〔近终点时,用氢氧化钠溶液(4.2.2.5)中和〕。微沸下使溶液蒸发至10~15mL。冷却,以少量水洗涤瓶内壁。用移液管加入25mL硫酸亚铁铵溶液,在不断摇动下,沿瓶壁徐徐加入25mL硫酸(4.2.2.2)。加热,微沸至溶液由褐色转变为亮黄色为止。取下锥形瓶迅速冷却至室温。加入250~300mL水,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色并保持30s不消失为止。

同时做空白试验。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硝酸钠(NaNO_3)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_1) c \times 0.0283}{m \times \frac{100 - X_5}{100}} \times 100 = \frac{283 (V_0 - V_1) c}{m (100 - X_5)} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——测定中消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

X_5 ——按4.5条测得的水分, %;

m ——试料质量, g;

0.0283——与1.00mL高锰酸钾标准滴定溶液〔 $c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的以克表示的硝酸钠的质量。

所得结果应表示至二位小数。

4.2.5 允许差

两次平行测定结果之差不得大于0.05%。取其算术平均值为测定结果。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 方法提要

在酸性溶液中,加入尿素将亚硝酸钠分解。在微酸性水溶液中,用硝酸汞将氯离子转化成弱电离的氯化汞。用二苯偶氮碳酰肼指示剂与过量的汞离子生成紫红色络合物来判断终点。

4.3.2 试剂和材料

GB 3051第4条规定的试剂和材料以及下列材料。

4.3.2.1 尿素(GB 696);

4.3.2.2 参比溶液:于250mL锥形瓶中加入100mL水和3滴溴酚蓝指示液,滴加1+15硝酸溶液至由蓝变黄并过量5滴。加入1mL二苯偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用0.05mol/L硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色。记录所用体积。此溶液在使用前配制。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 微量滴定管：分度值为 0.0.1 或 0.02mL。

4.3.4 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.01g，置于 250mL 锥形瓶中，用 50mL 水溶解。加 3g 尿素，待其溶解后，加热。于微沸下滴加 1 + 1 硝酸溶液至亚硝酸钠分解完全为止（无细小气泡产生）。冷至室温。加入 2 ~ 3 滴溴酚蓝指示液，滴加氢氧化钠溶液至溶液呈蓝色，再滴加 1 + 15 硝酸溶液至恰呈黄色，并过量 2 ~ 6 滴，加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，使用微量滴定管，用 0.05mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄变为与参比溶液相同的紫红色。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物（以 NaCl 计）含量（ X_3 ）按式（3）计算：

$$X_3 = \frac{(V - V_0) c \times 0.0585}{m \times \frac{100 - X_5}{100}} \times 100 = \frac{585 \times (V - V_0) c}{m (100 - X_5)} \dots\dots\dots (3)$$

式中： c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——配制参比溶液时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

X_5 ——按 4.5 条测得的水分，%；

m ——试料质量，g；

0.0585——与 1.00mL 硝酸汞标准滴定溶液 $\{c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] = 1.000\text{mol/L}\}$ 相当的以克表示的氯化钠的质量。

所得结果应表示至二位小数。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.01%。取其算术平均值为测定结果。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 盐酸（GB 622）；

4.4.1.2 淀粉（HGB 3095）- 碘化钾（GB 1272）试纸。

4.4.2 仪器、设备

4.4.2.1 坩埚式过滤器：滤板孔径 5 ~ 15 μm 。

4.4.3 分析步骤

称取约 100g 试样，精确至 0.1g，置于 500mL 烧杯中，加 300mL 水，加热溶解。用预先于 105 ~ 110℃ 下干燥至恒重的坩埚式过滤器过滤。用热水洗至无亚硝酸根离子为止（取约 20mL 洗涤液，加 2 滴盐酸，用淀粉 - 碘化钾试纸检查）。在 105 ~ 110℃ 下干燥至

恒重。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 (X_4) 按式 (4) 计算：

$$X_4 = \frac{m_2 - m_1}{m \times \frac{100 - X_5}{100}} \times 100 = \frac{(m_2 - m_1) \times 10^4}{m (100 - X_5)} \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 ——坩埚式过滤器的质量，g；

m_2 ——水不溶物和坩埚式过滤器的质量，g；

X_5 ——按 4.5 条测得的水分，%；

m ——试料质量，g。

所得结果应表示至二位小数。

4.4.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.01%。取其算术平均值为测定结果。

4.5 水分的测定

4.5.1 仪器、设备

4.5.1.1 称量瓶： $\phi 50 \times 30\text{mm}$ 。

4.5.2 分析步骤

用预先于 105 ~ 110℃ 下干燥至恒重的称量瓶称取约 5g 试样，精确至 0.000 2g。于 105 ~ 110℃ 下干燥至恒重。

4.5.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 (X_5) 按式 (5) 计算：

$$X_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中： m_1 ——干燥后试料质量，g；

m ——试料质量，g。

所得结果应表示至一位小数。

4.5.4 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.1%。取其算术平均值为测定结果。

5 检验规则

5.1 工业亚硝酸钠应由生产厂的质量监督检查部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业亚硝酸钠都符合本标准的要求。每批出厂的工业亚硝酸钠都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、净重、生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业亚硝酸钠进行验收。

5.3 每批产品的重量不超过 60t。

5.4 按 GB 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 500g，立即装入两个干燥、清洁的广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存一个月备查。

5.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装袋中取样核验。核验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时，按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 包装袋上要有牢固清晰的黑色标志，内容包括：生产厂名称、产品名称、商标、等级、批号或生产日期、净重、本标准编号和 GB 190 所规定的《图 9 氧化剂标志》、《图 11 有毒品标志》以及 GB 191 所规定的《图 4 怕热标志》、《图 6 怕湿标志》。并应在包装袋背面中间涂刷一道 10cm 宽的黑色条带。

6.2 工业亚硝酸钠用内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋包装。每袋净重 25 或 50kg。如需特殊包装，供需双方另行协商。

6.3 工业亚硝酸钠应装在铁路棚车或其他帘篷带盖的交通工具内运输。不得与强还原剂、易燃易爆品、食品、饲料及其添加剂混贮混运。

6.4 工业亚硝酸钠应贮存于阴凉、干燥处，防止受热和阳光曝晒。

第十一章 橡胶用防老剂

第一节 2 - 萘酚

2 - Naphthol

GB/T 1646—94

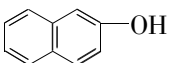
代替 GB 1646—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了 2 - 萘酚的技术要求，试验方法，检验规则以及标志、包装、运输和贮存等要求。

本标准适用于萘经磺化、中和后所制得的 2 - 萘酚。该产品主要用于染料、橡胶和油漆等工业中。

分子式： $C_{10}H_8O$

结构式：

相对分子质量：144.17（按 1989 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 2384 染料中间体熔点范围测定通用方法

GB/T 13753 染料中间体水分测定通用方法 卡尔·费休法及卡尔·费休改良法

3 技术要求

2 - 萘酚应符合表 11 - 1 要求：

表 11－1

项 目	指 标	
	优 等 品	合 格 品
(1) 外观	灰白色薄片或粉末，贮存时允许变暗黄色或暗红色	
(2) 干品初熔点,℃ ≥	120.0	119.5
(3) 2－萘酚含量,% ≥	99.0	98.5
(4) 1－萘酚含量,% ≤	0.3 (仪器法) 0.2 (化学法)	0.4 (仪器法) 0.3 (化学法)
(5) 水分,% ≤	0.1	0.1

注：医药和香料用的 2－萘酚应完全溶于乙醇中。

4 试验方法

4.1 外观

采用目视法测定。

4.2 干品初熔点的测定

样品置于烘箱中或红外灯下于 60～70℃干燥 0.5h 后，按 GB/T 2384 的规定进行。

4.3 2－萘酚及 1－萘酚含量的测定

4.3.1 液相色谱法（仲裁法）

4.3.1.1 方法提要

采用正相液相色谱法，用面积归一化法定量以求得 2－萘酚和 1－萘酚含量。

4.3.1.2 仪器

4.3.1.2.1 液相色谱仪：

- a. 输液泵：流量范围 0.1～5mL/min，在此范围时其流量稳定性 ± 2%；
- b. 检测器：254nm 单波长紫外分光光度检测器或具有同等性能的分光光度检测器；
- c. 色谱柱：250mm×4mm 不锈钢柱，湿法填充以 3μm 或 5μm 的 Zorbax-SIL（硅胶）或性能相同的其他牌号的硅胶固定相；
- d. 微处理机。

4.3.1.2.2 微量注射器：平头。

4.3.1.3 试剂

- a. 无水乙醇（GB 678）；
- b. 乙酸乙酯（HG 3－1226）；
- c. 正己烷；
- d. 环己烷；

e.2-萘酚：工业标准样。

4.3.1.4 色谱分离条件

流动相体积配比：正己烷 + 环己烷 + 乙酸乙酯 = 80 + 9 + 9；

流量：1.1mL/min；

柱温：常温；

进样量：4 μ L。

可根据装置不同，气候条件不同，选择最佳分离条件。

4.3.1.5 校正因子的测定

称取 0.10g（精确至 0.001g）标准样，置于 10mL 容量瓶中，用无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀。立即用微量注射器吸取 4 μ L 溶液注入进样阀中，进行分析。

2-萘酸、1-萘酚及其他杂质的校正因子按式（1）计算：

$$f_i = \frac{m_i}{A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中： f_i ——组分 i 的校正因子（若计算其他杂质校正因子时， f_i 为所有其他杂质的平均校正因子），mg/mm²；

m_i ——组分 i 的质量（若计算其他杂质的校正因子时， m_i 为所有其他杂质质量总和），mg；

A_i ——组分 i 的峰面积（若计算其他杂质的校正因子时， A_i 为所有其他杂质峰面积总和），mm²。

校正因子需每天进行测定。

4.3.1.6 测定步骤

称取 0.10g（精确至 0.001g）磨细的试样，置于 10mL 容量瓶中，用无水乙醇溶解并稀释至刻度，摇匀。立即用微量注射器吸取 4 μ L 溶液注入进样阀中，进行分析。（色谱图见图 11-1）。

4.3.1.7 分析结果的计算

2-萘酚及 1-萘酚的质量百分含量按式（2）计算：

$$X_i = \frac{f_i \cdot A_i}{\sum (f_i \cdot A_i)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： X_i ——试样中组分 i 的质量百分含量，%；

f_i ——组分 i 的校正因子，mg/mm²；

A_i ——组分 i 的峰面积，mm²。

4.3.1.8 允许差

两次平行测定结果之差，2-萘酚不大于 0.2%；1-萘酚不大于 0.03%，取其算术平均值作为测定结果。

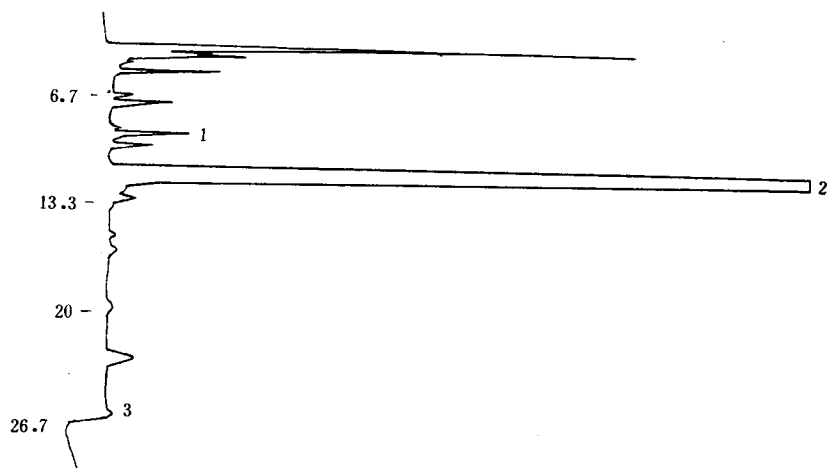


图 11-1 2-萘酚液相色谱图

1—1-萘酚峰；2—2-萘酚峰；3—溶剂峰

4.3.2 化学法

4.3.2.1 1-萘酚含量的测定

4.3.2.1.1 方法原理

在碱性溶液中，1-萘酚与碘作用生成紫色化合物，根据紫色深浅程度用比色法确定 1-萘酚含量。

4.3.2.1.2 试剂和溶液

a. 1-萘酚 (HG 3—969)；

b. 碘 (GB 675) 标准滴定溶液： $c(1/2I_2) = 0.1\text{mol/L}$ ，按 GB 601 有关规定配制与标定；

c. 氢氧化钠 (GB 629) 标准溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.5\text{mol/L}$ ，按 GB 601 有关规定配制与标定；

d. 2-萘酚：精制品，应不含 1-萘酚，精制方法见附录 A。

4.3.2.1.3 2-萘酚饱和溶液的制备

称取 5g (精确至 0.01g) 2-萘酚精制品放入 1 000mL 烧杯中，加入 500mL 蒸馏水，加热煮沸，2-萘酚溶化后，取下烧杯，在搅拌下用冷水冷却至 10~13℃，立即抽滤 (抽滤过程中应保持 10~13℃)，将滤液收集于 500mL 茶色瓶中备用。

4.3.2.1.4 1-萘酚标准比色溶液的制备

称取 0.100 0g (精确至 0.000 2g) 1-萘酚放入 400mL 烧杯中，加 200mL 蒸馏水，加热至 50~60℃使之溶解，再降温至室温后移入 500mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。该溶液 1mL 含 0.000 2g 1-萘酚。

4.3.2.1.5 测定步骤

称取 0.200 0g (精确至 0.000 2g) 研细的 2-萘酚试样放入 100mL 烧杯中, 加 20mL 蒸馏水, 加热至全溶, 取下烧杯, 剧烈搅拌打碎油珠至溶液出现结晶即可停止搅拌, 降温至 10~13℃, 用 G3 漏斗抽滤于 50mL 比色管中, 用水洗涤至体积为 20mL, 再往比色管中加入 2mL 氢氧化钠标准溶液, 并加水至 25mL, 混匀。

于 5 个 50mL 比色管中, 分别加入 1.00、1.50、2.00、2.50、3.00mL 1-萘酚标准比色溶液, 然后于各管中分别加入 20.00mL 2-萘酚饱和溶液、2mL 氢氧化钠标准溶液, 加水至 25mL, 混匀。上述 5 个标样管中分别相当于 2-萘酚样品中 1-萘酚的质量百分含量为 0.1%、0.15%、0.2%、0.25%、0.3%。

最后用滴定管往试样管和标样管中各加 2mL 碘标准滴定溶液, 摇匀后把试样管及标样管放入同一个 10~30℃ 的水浴中, 15min 后取出进行目测比色。

4.3.2.1.6 分析结果的评定

1-萘酚的质量百分含量由试样管和标样管进行比色确定。

4.3.2.1.7 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.03%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2.2 2-萘酚含量的测定

4.3.2.2.1 方法原理

在碳酸氢钠介质中, 碘与萘酚进行碘化反应, 消耗的碘量相当于 1-萘酚和 2-萘酚含量, 从总量中扣除 1-萘酚的量后为 2-萘酚的量。

4.3.2.2.2 试剂和溶液

a. 碳酸氢钠 (GB 640);

b. 碘化钾 (GB 1272);

c. 氢氧化钠 (GB 629) 溶液: 10% (m/m);

d. 碘 (GB 675) 标准滴定溶液: $c(1/2I_2) = 0.1\text{mol/L}$, 按 GB 601 的有关规定配制与标定;

e. 盐酸 (GB 622) 标准溶液: $c(\text{HCl}) = 0.5\text{mol/L}$, 按 GB 601 的有关规定配制与标定;

f. 可溶性淀粉指示液: 10g/L 溶液。

4.3.2.2.3 测定步骤

称取 $1.4 \pm 0.05\text{g}$ (精确至 0.000 2g) 研细的 2-萘酚试样, 置于 100mL 烧杯中, 加 20mL 氢氧化钠溶液, 搅拌使之溶解 (溶解较慢可加热至 50~60℃), 然后移入 500mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 混匀。用移液管吸取 50mL 溶液, 放入 1 000mL 烧杯中, 加入盐酸标准溶液 (约 13mL), 使溶液对刚果红试纸呈弱酸性反应后, 再加入 900mL 蒸馏水、2.5g 碳酸氢钠 (搅拌至全溶解, 此时溶液对刚果红试纸呈碱性) 及 10mL 淀粉指

示液,于 20~24℃并在不断搅拌下,用碘标准滴定溶液滴定,滴定时碘滴定管尖端应插入溶液内,当滴定近终点时,将滴定管提出液面继续滴定至溶液呈现浅蓝色,保持 3min 不消失即为终点。

空白试验:在 1 000mL 烧杯中,加入 950mL 蒸馏水、2mL 氢氧化钠溶液、13mL 盐酸标准溶液、2.5g 碳酸氢钠、0.4g 碘化钾及 10mL 淀粉指示液,用碘标准滴定溶液滴定至溶液呈现浅蓝色,保持 3min 不消失即为终点。

4.3.2.2.4 分析结果的计算

2-萘酚的质量百分含量按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.072\ 08}{m \times 50/500} \times 100 - X_1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_2 ——2-萘酚的质量百分含量, %;

V ——滴定试样时碘标准滴定溶液的用量, mL;

V_0 ——空白试验时碘标准滴定溶液的用量, mL;

c ——滴定时碘标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.072 08——与 1.00mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2 I_2) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的,以克表示的 2-萘酚的质量;

m ——试样的质量, g;

X_1 ——样品中 1-萘酚的质量百分含量, %。

4.3.2.2.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 水分的测定

按 GB/T 13753 的有关规定进行。称样量 2g。

4.5 乙醇中溶解度的测定

4.5.1 试剂和溶液

乙醇(GB 679): 95%。

4.5.2 测定步骤

称取 1g(精确至 0.01g) 2-萘酚试样,置于试管中,加 5mL 乙醇振荡使之溶解,然后于透射的光线下顺试管轴心的垂直线观察溶液,若溶液为微现颜色的透明溶液,即为 2-萘酚试样于乙醇中完全溶解。

5 检验规则

5.1 检验分类

第 3 条表 11-1 中规定的全部项目为型式检验项目,其中(1)~(4)项为出厂检验项目,第(5)项每季度检验一次。

5.2 生产厂检验

2-萘酚应由生产厂的检验部门根据本标准的要求进行检验，生产厂应保证所有出厂的2-萘酚都符合本标准的要求。每批出厂的2-萘酚都应附有一定格式的质量证明书。

5.3 用户验收

使用单位有权按照本标准的各项规定对所收到的2-萘酚进行检验，检验其是否符合本标准要求。

5.4 取样方法

从每批（以均匀产品为一批）产品的10%袋（或桶）中取样，小批时不得少于3袋（或桶）。取样时用探管探取包括上、中、下三部分的样品。取样量不得少于200g。将探取的样品仔细混匀，装于两个清洁干燥、带磨口塞的玻璃瓶中，用石蜡密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、批次和取样日期，一瓶用于检验，一瓶保存备查。

5.5 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中取样进行检验，重新检验的结果，即使只有一项不符合本标准要求时，则整批2-萘酚不能验收。

5.6 仲裁

当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，仲裁机构可由双方协商确定。仲裁时应按照本标准规定的试验方法进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

2-萘酚的外包装上应涂刷牢固标志，注明：生产厂名称、产品名称、注册商标、产品等级、批号、生产日期和净重。

每批包装好的产品都应附有质量证明书。证明书内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、出厂日期、产品净重、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

6.2 包装

2-萘酚用内衬塑料袋的麻袋、编织袋或铁桶包装，每袋（桶）净重25kg或50kg。

6.3 运输

运输时不接近火源，搬运时应小心轻放，避免重压，以免包装损坏。2-萘酚对人的皮肤及眼睛有刺激作用，搬运时应戴防护用具。

6.4 贮存

2-萘酚应贮存在清洁、干燥、通风的库房内，不得接近火源。

附 录 A

2 - 萘酚的精制方法

(参考件)

称取 100g 工业 2 - 萘酚置于 1 000mL 烧杯中，加 1 000mL 蒸馏水，在搅拌下加热煮沸 30min，自然冷却至室温（20℃）后进行抽滤，用蒸馏水洗涤烧杯和滤饼两次，抽干后将滤饼放入原烧杯中，仍按上述方法处理，如此反复处理 8 次后，取出滤饼干燥之，干燥后按碘量比色法鉴定，溶液不呈现紫色，该精制品即可作为 2 - 萘酚精制品。

第二节 防 老 剂 RD

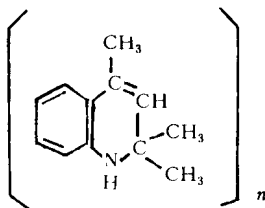
Antioxidant RD

UDC 678.048

GB 8826—88

本标准适用于由苯胺与丙酮在催化剂存在下缩聚而成的 2, 2, 4 - 三甲基 - 1, 2 - 二氢化喹啉聚合物。该产品主要用途为橡胶防老剂。

结构式：



分子式： $(C_{12}H_{15}N)_n$

1 技术要求

1.1 防老剂 RD 应符合下列要求：

指 标 名 称	指 标	
	优级品	一级品
外观	琥珀至棕色片状	
软化点,℃	80 ~ 100	80 ~ 100

续表

指 标 名 称	指 标	
	优级品	一级品
加热减量,% ≤	0.30	0.50
灰分,% ≤	0.30	0.50

2 试验方法

2.1 软化点的测定

2.1.1 方法提要

将规定质量的钢球放在内盛试样、规定尺寸的金属环盘上，以恒定的加热速度加热此组件，当试样软化，在钢球的作用下，一起下坠到规定距离时的温度为软化点。

2.1.2 仪器装置

2.1.2.1 沥青软化点测定器（见图 11-2）：钢球直径为 9.53mm，质量为 $3.50 \pm 0.05\text{g}$ ；黄铜环上内径 $17.5 \pm 0.1\text{mm}$ ，下内径 $15.9 \pm 0.1\text{mm}$ ，高 $6.35 \pm 0.1\text{mm}$ 。

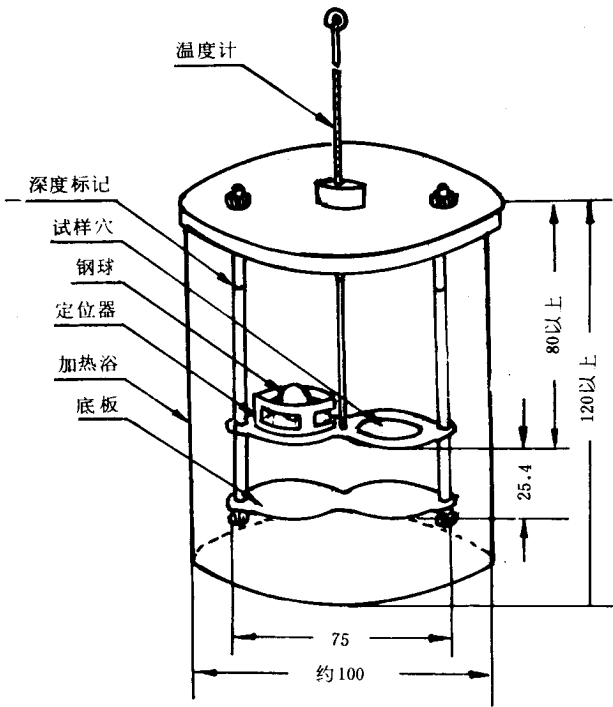


图 11-2

2.1.2.2 温度计：分度值为 0.5°C 局浸式温度计，温度范围为 $0 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 。

2.1.2.3 电炉及调压器。

2.1.2.4 传热液：甘油。

2.1.3 准备工作

2.1.3.1 将黄铜环置于涂有甘油的金属板或瓷板上。

2.1.3.2 在 50ml 有柄蒸发皿中取试样约 5g，在电炉上加热熔化，并不断搅拌以防止局部过热，加热温度不得高于试样估计软化点 40℃。将试样注入黄铜环内至略高于环面为止。

2.1.3.3 试样在环境温度下冷却约 30min 后，用热刀刮去高出环面的试料，使与环面平齐。

2.1.3.4 将盛有试样的铜环水平地安放在环架的承板圆孔中，套上钢球定位器，将钢球放在试样上。

2.1.3.5 然后将料架移入盛有保持 32 ~ 42℃甘油的 800ml 烧杯中，恒温 10 ~ 15min，甘油面略低于连杆的深度标记，环架任何部分不得有气泡，将温度计从上垂直插入，使水银球下端与环的下端在同一水平。

2.1.4 试验步骤

2.1.4.1 将烧杯置于电炉上加热，使杯内甘油温度在 3min 后保持每分钟升 $3 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。升温速度超过范围时，则试验应重作。

2.1.4.2 随着温度升高，试样变软，在钢球作用下，试料和钢球一起下坠到与底层板面接触时的温度即为试样的软化点。两钢球测定结果的平均值在一次测定值。取二次测定结果的算术平均值作为测定结果。

2.1.5 精密度

重复测定两个结果之间的差值不得大于 2°C ，取其算术平均值为测定结果。

2.2 加热减量的测定

2.2.1 仪器

电热恒温干燥箱：温度波动范围 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

称量瓶：直径 $\phi 50\text{mm}$ ，高 30mm。

干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

2.2.2 操作步骤

调节电热恒温干燥箱至 50 ~ 55℃，在此温度下，预先将两个带盖的称量瓶按与试样测定相同的步骤干燥，于已知质量的此二称量瓶中分别称取试样约 3g（准确至 0.0002g），置于电热恒温干燥器箱内上层，打开瓶盖，使称量瓶与干燥箱温度计水银球纵向距离不大于 100mm，对称置于温度计水银球两侧各 100mm 以内，保持 3h，然后把称量瓶移入干燥器中，冷却至室温，称量。

2.2.3 计算

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中： X_1 ——加热减量，%；

m_1 ——加热前试样与称量瓶质量，g；

m_2 ——加热后试样与称量瓶质量，g；

m_3 ——试样质量，g。

2.2.4 精密度

平行测定两个结果的差数不应大于其算术平均值的 10%，取其算术平均值作为测定结果。

2.3 灰分的测定

2.3.1 仪器

瓷坩埚：30ml；

干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙；

高温炉。

2.3.2 操作步骤

在预先按测定试样的手续已恒重的瓷坩埚中，分别称取试样 1.5 ~ 2g（准确至 0.01g），在电炉上小心加热除去挥发分，并在不使着火的条件下使其全部炭化，然后将坩埚放入高温炉中，加盖而略留空隙，在 750 ± 25 下灼烧 2h，取出先放置约 2min，然后移入干燥器内冷却至室温（约 30min），称量。再置于高温炉内灼烧半小时，如此手续直至恒重（连续两次称量差值小于 0.0005g）。

2.3.3 计算

$$X_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中： X_2 ——灰分，%；

m_4 ——灼烧后坩埚和灰分质量，g；

m_5 ——坩埚质量，g；

m_6 ——试样质量，g。

2.3.4 精密度

平行测定两个结果的差数不应大于 0.04%，取其算术平均值作为测定结果。

3 检验规则

3.1 防老剂 RD 应由生产厂的质量检验部门进行取样检验，生产厂应保证所出厂的防老剂 RD 都符合本标准要求。每批出厂的防治剂 RD 都应附有一定格式的质量证明书。

3.2 使用单位有权按照本标准所规定的检验规则和检验方法对所收到的防老剂 RD 的

质量进行检验, 核验其指标是否符合本标准要求。

3.3 以每次检验包装的均匀产品为一批。

3.4 取样方法: 由每批交付总数中随机抽取 10%, 小批时不能少于 5 袋。用不锈钢取样器自桶中产品的上、中、下层取样, 将其充分混匀, 从中取出约 500g 试样, 分装两个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中, 瓶上粘贴标签, 注明: 生产厂名、产品名称、批号和取样日期。

3.5 将所取之样品, 一瓶由质量检验部门进行检验, 一瓶保存备查。当供需双方对产品质量发生争议时, 由双方协商解决。

3.6 检验结果有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量包装袋中取样进行检验。重新检验结果有一项指标不符合本标准要求时, 则整批防老剂 RD 不能验收。

4 标志、包装、运输、贮存

4.1 防老剂 RD 用内衬塑料袋的编织袋包装, 每袋净重 50kg 或 25kg。

4.2 包装容器上应涂刷牢固的、醒目的标志, 其内容包括: 生产厂名、产品名称、生产日期、批号、净重和“防潮”字样。

4.3 装有防老剂 RD 的包装袋应贮存在干燥的房屋内, 与墙壁之间的距离大于 0.5m, 并不应靠近自来水管、下水道或取暖装置。

4.4 应装于清洁、有顶篷的车辆内运输。

第三节 防老剂甲

Antioxidant A

UDC 678.048

GB 8827—88

本标准适用于由苯胺与 1-萘胺以对氨基苯磺酸为接触剂加热缩合, 经真空分馏所得之 N-苯基-1-萘胺。其主要用途为橡胶制品的防老剂。

结构式:

分子式: $C_{16}H_{13}N$

分子量: 219.29 (按 1983 年国际原子量)

1 技术要求

防老剂甲应符合下列要求 (见表 11-2):

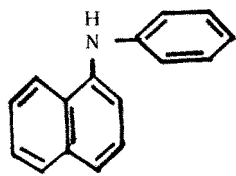


表 11-2

指 标 名 称	指 标
外观	黄色或紫色片状
凝固点,℃ ≥	53.0
游离胺含量(以苯胺计),% ≤	0.20

2 试验方法

2.1 凝固点的测定

2.1.1 仪器(见图 11-3)

- 结晶管：长约 150mm，外径约 25mm；
- 外套管：长约 120mm、壁厚约 2mm，内径约 28mm；
- 杜瓦瓶：尺寸如图所示；
- 搅拌器：0.8~1mm 不锈钢丝制成，下部绕成约 20mm 直径的环；
- 温度计：分度值 0.1℃局浸温度计，长约 300mm，温度范围约 40~60℃。

2.1.2 测定步骤

将于 60~65℃充分熔化的防老剂甲试样倾入预热之凝固点测定器的结晶管内(试样高度约 65mm)，垂直插入不锈钢搅拌器及带橡皮塞的温度计(温度计底部距结晶管底部约 10mm)，不断上下拉动搅拌器(每分钟约 100 次左右)，使试样冷却，在温度计示值出现回升过程中逐渐减慢搅拌速度，临近试样凝固点时可微微抖动温度计代替搅拌，当温度上升到最高点不再上升时，此点温度即为防老剂甲的凝固点。

2.1.3 精密度

平行两次测定结果之差不得大于 0.15℃，取算术平均值作为测定结果。

2.2 游离胺含量的测定

2.2.1 试剂和溶液

- 盐酸(GB 622—77)：化学纯，(1+1)溶液；
- 溴化钾(GB 649—77)：化学纯，10%溶液；
- 亚硝酸钠(GB 633—77)：分析纯，0.1N 标准溶液；

2.2.2 测定步骤

称取试样 10g(称准至 0.01g)于 250ml 烧杯中，加入 150ml 蒸馏水，将其置于 60~

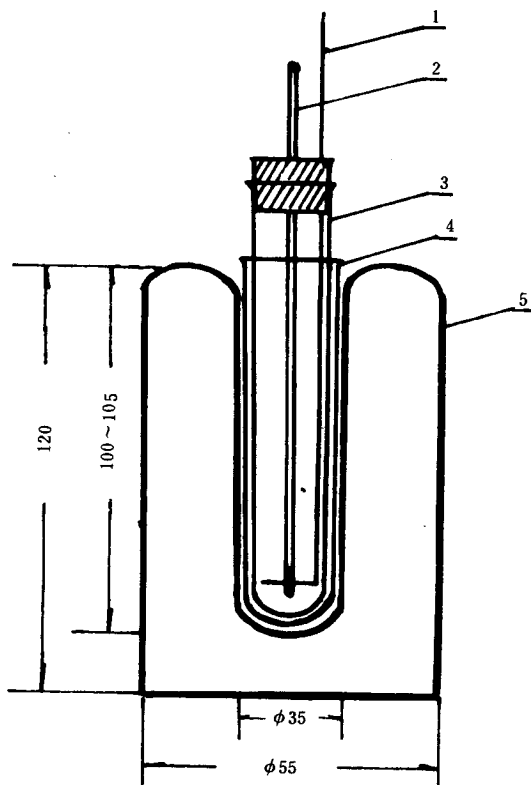


图 11-3

1—搅拌器；2—温度计；3—结晶管；

4—外套管；5—杜瓦瓶

70℃水浴中充分搅拌 30min，使游离胶溶解，趁热过滤，并以少量热水洗涤之，滤液和洗液并入 250ml 烧杯中，加入 4ml (1+1) 盐酸，5ml 10% 溴化钾溶液，在 10~15℃ 下用 0.1N 亚硝酸钠标准溶液滴定，以淀粉碘化钾试纸为指示剂，滴至保持 5min 被测试液仍对淀粉碘化钾试纸显微蓝色为终点。同时作一空白试验。

计算：

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \cdot N \times 0.09313}{m} \times 100$$

式中： X_1 ——游离胶含量，%；

V ——试样耗用 0.1N 亚硝酸钠标准溶液体积，ml；

V_0 ——空白耗用 0.1N 亚硝酸钠标准溶液体积，ml；

N ——亚硝酸钠标准溶液当量浓度；

0.09313——每毫克当量苯胺之克数；

m ——试样质量, g。

2.2.3 精密度

平行测定两次结果之差不大于 0.02%, 取算术平均值作为测定结果。

3 检验规则

3.1 防老剂甲应由生产厂的质量检验部门进行检验, 生产厂应保证所有出厂的防老剂甲都符合本标准的要求。每一批出厂的防老剂甲都应附有一定格式的质量证明书, 内容包括: 制造厂名称、产品名称、生产日期、批号、净重、检验结果。

3.2 使用单位有权按照本标准所规定的检验规则和试验方法对所收到的防老剂甲的质量进行检验, 核验其是否符合本标准要求。

3.3 以均匀产品为一批。

3.4 取样方法: 生产厂每批包装 3 袋 (或桶) 后, 用干净搪瓷盘在切片机出料口取约 650g 试样; 用户由每批交付总数中选取 10% 袋 (或桶) 数取样, 小批时亦不得少于 3 袋 (或桶), 如整批不足 3 袋 (或桶) 时, 应在每袋 (或桶) 中取样。取样时用不锈钢取样器取出包括上、中、下三部分试样放入搪瓷盘中, 仔细混匀, 从其中取出约 650g 试样, 分装入两个清洁、干燥带磨口塞的广口瓶中, 瓶上粘贴标签, 注明: 生产厂名称、产品名称、批号和取样日期。一瓶进行检验, 一瓶保存备查。

3.5 检验结果如有一项不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装袋 (或桶) 中采取试样进行检验。重新检验的结果即使有一项不符合本标准要求时, 则整批防治剂甲不能验收。

3.6 当供需双方对产品质量发生异议时, 由供需双方协商解决。

4 标志、包装、运输和贮存

4.1 防老剂甲用木纤维桶式编织袋内衬塑料袋包装, 每袋 (或桶) 净重 25kg。

4.2 包装容器上应用不褪色的漆注明: 生产厂名称、产品名称、生产日期、批号和净重。

4.3 防老剂甲应贮存在清洁、干燥的库房内, 袋 (或桶) 与墙的距离应大于 0.5m, 并不得靠近自来水管、下水道和取暖装置。

4.4 防老剂甲应在清洁有顶篷的车辆中运输。搬运时应小心轻放、防止日晒、雨淋。

第四节 防老剂 4010NA

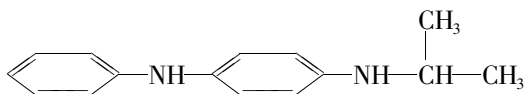
Antioxidant 4010NA

UDC 678.048

GB 8828—88

本标准适用于由 RT 培司（4-氨基二苯胺）与丙酮缩合经催化加氢而制得的防老剂 4010NA。

结构式：



分子式： $C_{15}H_{18}N_2$

分子量：226.32（按 1983 年国际原子量）

1 技术要求。

1.1 防老剂 4010NA 应符合表 11-3 要求：

表 11-3

指 标 名 称		指 标
外观		灰紫色至紫褐色片状
熔点,℃	≥	70.0
加热减量, %	≤	0.50
灰分, %	≤	0.30

2 试验方法

2.1 熔点的测定

2.1.1 仪器

圆底烧瓶：容积 250ml，直径 80mm，颈长 20~30mm，口径 30mm；

试管：长 100~110mm，直径 20mm；

温度计：分度值 0.1℃，局浸式，范围 50~80℃；

毛细管：长 70~100mm，内径 0.8~1mm，壁厚约 0.15mm；

投掷玻璃管：内径 8mm，长约 800mm；

玛瑙研钵；

电炉：300W、附有调压器；

传热液：水。

2.1.2 安装

如图 11-4 所示，将烧瓶、试管及温度计以胶塞连接，烧瓶中注入约四分之三的传热液，并向试管中注入传热液（与烧瓶中传热液液面一致）。

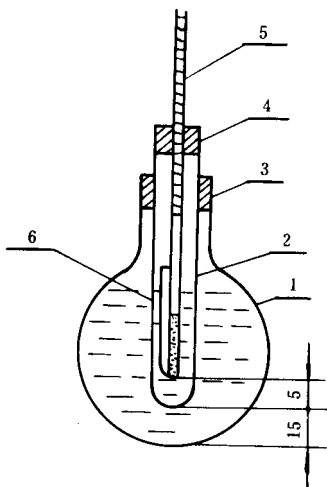


图 11-4

1—圆底烧瓶；2—试管；3、4—胶塞；

5—温度计；6—毛细管

2.1.3 操作步骤

将测定加热减量后的试样在玛瑙研钵中研细，然后装入一端封闭的清洁、干燥的毛细管中，经直立的投掷管投掷十余次，至毛细管中试样紧缩为 2~3mm 高时，立即将上端熔封，缓缓加热传热液，待温度升至距预测试样熔点前约 20℃ 时，将装有试样的毛细管附着于温度计上，此时注意使试样层面与温度计水银球的中部在同一高度，插入传热液中，并以每分钟 2℃ 的速度升温，待温度升至距预测熔点前约 10℃ 时，以每分钟 $1 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 的速度升温，这时要细心观察试样在毛细管中的变化情况。当试样收缩、开始出现液体时的温度，即为该试样的熔点。

2.1.4 精密度

平行测定两个结果的差数不应大于 0.4°C ，取其算术平均值为测定结果。

2.2 加热减量的测定

2.2.1 仪器

电热恒温干燥箱：温度波动范围 $\pm 2^\circ\text{C}$ ；

称量瓶：直径 $\phi 50\text{mm}$ ，高 30mm ；

干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

2.2.2 操作步骤

调节电热恒温干燥箱至 $50 \sim 55^\circ\text{C}$ ，在此温度下，预先将两个带盖的称量瓶与试样相同的步骤干燥，称量。于已知质量的此两称量瓶中分别称取试样约 3g （准确至 0.0002g ）置于电热恒温干燥箱内上层，打开瓶盖，使称量瓶与干燥箱温度计水银球纵向距离不大于 100mm ，对称置于温度计水银球两侧各 100mm 以内，保持 3h ，然后把称量瓶移入干燥器中，冷却至室温，称量。

计算：

$$X_1 (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： X_1 ——加热减量，%；

m_1 ——加热前试样与称量瓶质量，g；

m_2 ——加热后试样与称量瓶质量，g；

m_3 ——试样质量，g。

2.2.3 精密度

平行测定两个结果的差数不应大于其算术平均值的 10% ，以此算术平均值为测定结果。

2.3 灰分测定

2.3.1 仪器

瓷坩埚： 30ml ；

干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙；

高温炉。

2.3.2 操作步骤

在预先按测定试样的手续已恒重的两瓷坩埚中，分别称取试样 $1.5 \sim 2\text{g}$ （准确至 0.01g ），在电炉上小心加热除去挥发分，并在不使试样着火的条件下使其全部炭化，然后将坩埚放入高温炉中，加盖而略留空隙，在 $750 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧 2h ，取出先放置约 2min ，然后移入干燥器内冷却至室温（约半小时），称量，再置于高温炉内灼烧半小时，如此手续直至恒重（连续两次称量差值小于 0.0005g ）。

计算：

$$X_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： X_2 ——灰分，%；

m_4 ——灼烧后坩埚和灰分质量，g；

m_5 ——坩埚质量, g;

m_6 ——试样质量, g;

2.3.3 精密度。

平行测定两个结果的差数不应大于 0.04%, 取其算术平均值为测定结果。

3 检验规则

3.1 防老剂 4010NA 应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的防老剂 4010NA 都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书。

3.2 使用单位有权按照本标准的各项规定对所收到的防老剂 4010NA 的质量进行检验, 核验其是否符合本标准的要求。

3.3 以均匀的产品为一批。

3.4 取样方法: 由每批产品中随机抽取 10% 的袋数, 但小批时也不得少于 5 袋。用取样器自袋中产品的上、中、下层取样, 将选取的试样仔细混匀, 从中取出约 500g 左右, 分装于两个带磨口、清洁干燥之玻璃瓶中, 瓶上粘贴标签, 注明生产厂名、产品名称、批号和取样日期。

3.5 将所取之样品一瓶由检验部门进行检验, 一瓶密封保存, 以备仲裁分析之用。如遇使用单位与生产厂发生争议时, 经双方商定, 可将保存样品进行复验。

3.6 检验结果有一项不符合本标准要求时, 应重新自两倍量包装袋中取样, 进行检验, 重新检验结果有一项指标不符合本标准要求时, 则整批防老剂 4010NA 不能验收。

4 标志、包装、运输、贮存

4.1 防老剂 4010NA 用编织袋内衬塑料袋包装, 每袋净重 25 或 50kg。

4.2 每批包装好的成品袋上都应涂刷牢固的、醒目的标志, 其内容包括生产厂名、产品名称、批号、净重、生产日期和“防潮”字样。

4.3 装有防老剂 4010NA 的包装袋应保存在干燥的房屋内。

4.4 应在清洁有顶篷的车内运输。

第五节 防老剂 BLE

Antioxidant-BLE

HG/T 2862—1997

1 范围

本标准规定了防老剂 BLE 的要求、抽样、试验方法、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于丙酮与二苯胺经常压法高温缩合的产物——防老剂 BLE。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 11409.7—89 橡胶防老剂、硫化促进剂 灰分的测定方法
- GB/T 11409.8—89 橡胶防老剂、硫化促进剂 粘度的测定方法 旋转粘度计法

3 要求

3.1 外观

深褐色粘稠体，无结晶析出。

3.2 防老剂 BLE 应符合表 11－4 要求。

表 11－4

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
粘度（30℃），Pa·s	2.5～5.0	5.1～7.0
密度（20℃），g/cm ³	1.08～1.10	1.08～1.12
灰分，% ≤	0.3	0.3
挥发分，% ≤	0.4	0.4

4 抽样

4.1 以每釜产量为一批。

4.2 在产品出料时抽样，试样量不少于 400mL，用高型烧杯，杯上粘贴标签，注明产品名称、批号、抽样日期。

4.3 如果检验结果中有一项不符合标准要求时，应重新自两倍量的包装中选取试样进行复检，复检结果即使只有一项不符合本标准要求，则整批产品为不合格品。

4.4 使用单位对收到的产品按 10% 的包装桶（箱）内等量选取样品，数量少时也不应少于三桶（箱）。抽样量不少于 400mL。

4.4.1 在包装桶内抽样时，用清洁干燥的抽样管深入桶内均匀抽样。

4.4.2 在包装箱内抽样时，应随机抽取箱内的小包装。

5 试验方法

本标准分析时所用的水（水浴中的水除外），指 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.1 外观

目测采样烧杯中的样品，应为深褐色粘稠体，无结晶析出。

5.2 粘度的测定

按 GB/T 11409.8 规定测定，温度为 30℃。

5.3 密度的测定

5.3.1 仪器、设备

5.3.1.1 比重瓶，瓶塞上附有 0.2 分刻度的温度计或带有毛细孔，其容积为 10 ~ 50mL。

5.3.1.2 恒温水浴：温度控制在 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

5.3.2 试样的测定

将新煮沸并冷却至 20℃ 的蒸馏水，注满清洁干燥的比重瓶中，不得带入气泡，装好后立即浸入 $20^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中静止 15 ~ 20min 后取出，用滤纸除去溢出毛细孔的水，揩干后称量（准确至 0.0002g），将比重瓶中的水倾出，用丙酮洗涤数次，吹干后称量，以试样代替水，按上述方法同样操作，即得试样质量。

5.3.3 分析结果的表述

密度（ ρ ）按式（1）计算：

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} \rho_1 \dots\dots\dots (1)$$

式中： ρ_1 ——水的密度（20℃）， g/cm^3 ；

m_1 ——比重瓶的质量，g；

m_2 ——比重瓶及试样的质量，g；

m_3 ——比重瓶及水的质量，g。

5.3.4 允许差

平行测定结果的差数不大于 $0.002\text{g}/\text{cm}^3$ 。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.4 挥发分的测定

5.4.1 仪器、设备

5.4.1.1 扁型称量瓶：直径为 45mm。

5.4.1.2 真空干燥器：内装有硅胶。

5.4.1.3 真空泵。

5.4.2 挥发分的测定

用分析天平称取约 2g 试样（准确至 0.0002g），置于预先用真空泵抽气干燥至恒重的扁型称量瓶中，放入真空干燥器，用真空泵抽气 2h，进行称量。在测定过程中，真空干燥的真空度保持在 0.098MPa 以下。

5.4.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的挥发分 X 按式 (2) 计算：

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_2 ——试样和称量瓶抽气前的质量，g；

m_1 ——试样和称量瓶抽气后的质量，g；

m ——试样的质量，g。

5.4.4 允许差

平行测定的结果的差数不大于 0.02%。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.5 灰分的测定

按 GB/T 11409.7 规定测定，灼烧温度为 700 ~ 800℃。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 防老剂 BLE 包装桶或箱上，应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、等级、净重、生产日期及本标准编号。

每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、类别、等级、净重、生产日期及本标准编号，产品质量应符合本标准的要求。

6.2 防老剂 BLE 采用二种包装方式。

6.2.1 小包装采用纸板箱，内包装用两层聚乙烯塑料袋包装，各小袋再用聚乙烯塑料袋分若干个大袋分装。

6.2.2 铁桶包装，铁桶应牢固、干燥，内无机械杂质，每桶净重 200kg，平均偏差应在 $\pm 2\text{kg}$ 范围内。

6.2.3 防老剂 BLE 采用小包装时，袋口用封边机封口，每袋净重由生产厂与用户商定。随机抽样 10 袋称量时，平均偏差应在 $\pm 10\text{g}$ 范围内。

6.3 防老剂 BLE 在运输过程中，应有遮盖物，防止雨淋、受潮，防止猛烈撞击，以免漏损，小包装堆高不得超过六箱。

6.4 防老剂 BLE 应储存在阴凉，通风干燥处，保持包装的密封，以免水及其他杂质渗入，小包装堆高不得超过六箱。

6.5 本产品自生产日起储存期一年。

第六节 橡胶防老剂和硫化促进剂的有关测定

一、橡胶防老剂和硫化促进剂——表观密度的测定

Test method of apparent density for rubber
antiagers and vulcanizing accelerators

GB/T 11409.6—2003

代替 GB/T 11409.6—1989

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程，本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题，制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了采用气缸及活塞装置测定橡胶防老剂、硫化促进剂表观密度的方法。本标准适用于橡胶防老剂、硫化促进剂固体样品表观密度的测定。

2 原理

在定压作用下，测定试样的体积，根据质量和体积之比计算表观密度。

3 仪器

3.1 活塞 [如图 11-5 中 (a)]: 外径 $\phi (21.80 \pm 0.05)$ mm，长度 115mm，质量为 190g 的空心筒体，由一般钢材制作。

3.2 气缸 [如图 11-5 中 (b)]: 内径 $\phi (22.00 \pm 0.05)$ mm，内部深度 100mm，由一般钢材制作。

3.3 游标卡尺。

4 测定步骤

把活塞对正气缸使其自然下落，用游标卡尺测量上端露出的尺寸 H_1 ，准确至 0.01cm。然后拔出活塞，准确称取 1g ~ 5g 试样（称准至 0.1g）慢慢地倒入气缸内，轻轻地摇动气缸或敲击气缸外壁使粘附在气缸内侧的试样落至缸底，使缸内试样保持水平，然后缓缓放入活塞，使活塞在手指帮助下徐徐下落，活塞下落至与试样表面接触的时间原则上为 5s。这时必须感觉到活塞接触到试样表面，将活塞轻轻地旋转 1 圈，或用

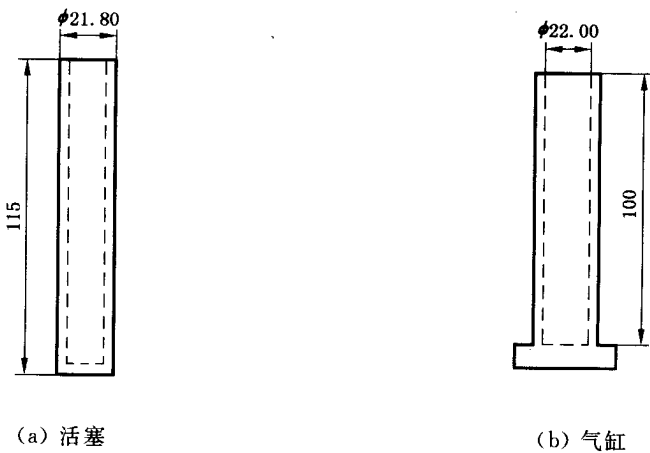


图 11-5 表观密度测定装置

木板轻轻敲击外壁，然后测量活塞上端露出的尺寸 H_2 ，准确至 0.01cm。

5 分析结果的表述

试样的表现密度 G 按式 (1) 计算：

$$G = \frac{m}{(H_2 - H_1) \times 0.785 4 D^2} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中： G ——表现密度， g/cm^3 ；
 m ——试样的质量， g ；
 H_2 ——试样存在时活塞的外露尺寸， cm ；
 H_1 ——空白时活塞的外露尺寸， cm ；
 D ——气缸内径， cm 。

取 3~5 次测定值的算术平均值作为测定结果。

二、橡胶防老剂、硫化促进剂——盐酸不溶物含量的测定

Test method of insoluble matter in hydrochloric acid
for rubber antiagers and vulcanizing accelerators

GB/T 11409.9—2003
代替 GB/T 11409.9—1989

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程，本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题，制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者

的责任。

1 范围

本标准规定了采用盐酸溶解试样，经洗涤、过滤、灼烧后，以重量法测定橡胶防老剂、硫化促进剂中盐酸不溶物含量的方法。

本标准适用于固体橡胶防老剂、硫化促进剂中盐酸不溶物含量的测定，也适用于塑料抗氧剂中盐酸不溶物含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170—1987 数值修约规则

3 试剂

3.1 蒸馏水：符合 GB/T 6682 三级水的规定。

3.2 盐酸 (GB/T 622) : 1 + 1。

4 仪器

4.1 玻璃漏斗。

4.2 瓷坩埚：30mL。

4.3 高温炉。

5 测定步骤

称取试样 5g ~ 10g (试样不易溶于盐酸时取 2g ~ 5g , 准确至 0.1g) 置于 100mL 烧杯中，用少量水湿润后加入盐酸 (3.2) 50mL，在电炉上加热至微沸，在不断搅拌下维持 30min，使试样充分溶解。待冷却到 50℃ 以下，用无灰中速滤纸过滤，用热水充分洗涤残渣。再将残渣和滤纸一起移入已恒量的坩埚中，半开盖在电炉上逐渐升温使其全部炭化，然后放入高温炉中灰化 2h ~ 3h，取出坩埚，移入干燥器中，冷却至室温后称量。再将坩埚移入高温炉中灼烧 30min，取出冷却后称量，反复操作，直至质量恒定。

6 分析结果的表述

盐酸不溶物含量以质量分数 w (%) 表示并按式 (1) 计算：

$$w (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： w ——盐酸不溶物的质量分数，%；

m_1 ——坩埚及盐酸不溶物的总质量，g；

m_2 ——坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

取两次测定值的算术平均值作为测定结果。

三、橡胶防老剂和硫化促进剂——软化点的测定

Test method of softening point for rubber
antiagers and vulcanizing accelerators

GB/T 11409.3—2003
代替 GB/T 11409.3—1989

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程，本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题，制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了使用环球法测定橡胶防老剂、硫化促进剂软化点的方法。

本标准适用于橡胶防老剂、硫化促进剂软化点的测定。

2 方法提要

将规定质量的钢球置于灌满试样的试样环上，以恒定的加热速度加热此组件，当试样软化并在钢球重力作用下一起坠落到规定距离时的温度为试样的软化点。

3 仪器及试剂

3.1 软化点测定器（见图 11-6）

3.1.1 试样环：用黄铜或不锈钢制成的环，其形状及尺寸见图 11-7。

3.1.2 钢球：直径 9.53mm、质量 $3.5\text{g} \pm 0.05\text{g}$ 的钢制圆球。

3.1.3 钢球定位器：用金属制成，使钢球位于试样中央。

3.2 温度计：长约 300mm、分度值为 0.5°C 的全浸式或局浸式温度计。

3.3 电炉及调压器。

3.4 瓷板或玻璃板。

3.5 有柄蒸发器：50mL。

3.6 平口刀。

3.7 传热液：硅油、水或甘油。

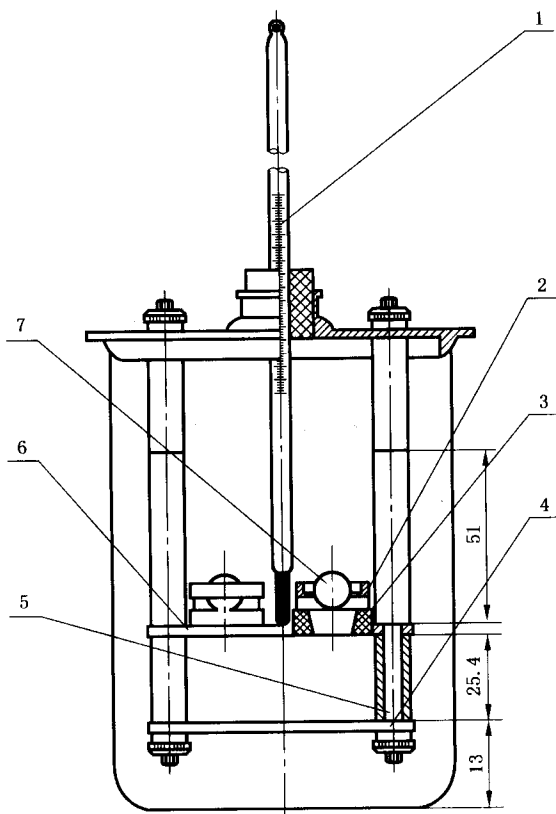


图 11-6 软化点测定器

1—温度计；2—钢球定位器；3—试样环；4—底板；
5—定距管；6—试样环承板；7—钢球

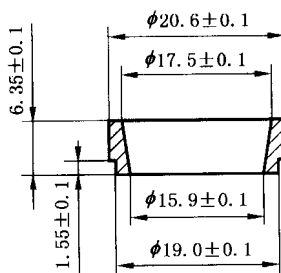


图 11-7 试样环

4 试样的准备

4.1 将试样环置于涂有油膜的瓷板或玻璃板上。

4.2 取约 10g 试样，置于有柄蒸发器中，在有调压器的电炉上加热熔化，加热时不断搅拌试样以防止局部过热。加热温度不得高出估计的试样软化点约 40℃。将试样注入

试样环内，至试样表面略高于环面。

4.3 试样在室温下冷却 30min 后，用热刀刮去高出环面的试样部分，使试样面与环面平齐。

5 测定步骤

5.1 将盛有试样的试样环水平安放在承板的圆孔中，套上钢球定位器，钢球放在试样上，试样架放入盛有传热液的加热浴中。加热液温度低于估计的试样软化点约 50℃，维持 10min ~ 15min。传热液浴面略低于连杆上的深度标记，试样环任何部位不得有气泡。将温度计由上承板中心孔垂直插入，使温度计水银球底部与环的底部在同一水平位置。

5.2 将加热浴置于电炉上加热，使传热液温度的升温速度保持每分钟 5℃。

5.3 试样受热软化，在钢球的重力作用下，试样与钢球一起坠落到与底板面接触时的温度为试样的软化点。

若使用全浸式温度计，观测值应按下列公式校正：

$$T = t_1 + 0.000\ 16h (t_1 - t_2)$$

式中：T——试样的软化点，℃；

t_1 ——温度计指示的温度，℃；

t_2 ——露出液面水银球中部周围空气的温度（由辅助温度计指示），℃；

h ——露出液面水银柱的高度，用温度计的度数表示；

0.00016——水银的体积表观膨胀系数。

第十二章 橡胶用补强剂和填充剂

第一节 不透性石墨材料

一、不透性石墨材料力学性能试验方法总则

General rules for test methods of mechanical
properties of impermeable graphite materials

GB/T 13465.1—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了不透性石墨材料力学性能试验的取样、试样加工方法，以及对仪器设备、数据处理、试验报告等的基本要求。

本标准适用于不透性石墨材料（块材、管材、浇注件）的抗压、抗拉、抗弯、抗冲击、水压爆破强度等力学性能的测定，也适用于石墨粘结剂材料的抗拉、抗压、抗弯、抗剪强度等力学性能的测定。

2 引用标准

GB 2611 试验机通用技术要求

3 术语

3.1 不透性石墨

指人造石墨和合成树脂等材料，按一定生产工艺制成的介质难以渗透的石墨材料。按照制造工艺的不同可分为三类：浸渍类不透性石墨、压型类不透性石墨、浇注类不透性石墨。

3.2 有效试验数据

指试验时试样在规定部位破坏所得到的试验数据，简称有效数据。

4 试样制备

4.1 取样

4.1.1 块材

4.1.1.1 以相同原料、配方及生产工艺生产的同一规格不多于 30t 的石墨块作为一批，随机抽样，抽样数量不少于 3 块。

4.1.1.2 外购材料以同一时间、从同一生产厂购进的同一规格材料为一批，随机抽样，抽样数量不少于 3 块。

4.1.1.3 最小截面不大于 200mm × 200mm 的材料，在端部截去 50mm，其余部分均可取材加工试样。

4.1.1.4 最小截面大于 200mm × 200mm 的材料，将各表层均刨去 50mm，其余部分均可取材加工试样。

4.1.1.5 直径不大于 350mm 的材料，在端部截去 50mm，然后在中心且直径为 100mm 的圆柱体内取材加工试样。

4.1.1.6 直径大于 350mm 的材料，在端部截去 50mm，然后在中心且直径为 200mm 的圆柱体内取材加工试样。

4.1.2 管材

4.1.2.1 以同批原料、相同生产工艺制成的同一规格不透性石墨管为一批，随机抽样 3 ~ 5 根。

4.1.2.2 外购不透性石墨管以同一时间、从同一生产厂购进的同一规格材料为一批，随机抽样 3 ~ 5 根。

4.1.2.3 将管的两端各截去 50mm，剩余部分用于加工试样。

4.1.3 浇注件

按配方抽取所需原料，按生产工艺配制并浇注成石墨试样。

4.1.4 粘结剂

4.1.4.1 按配方抽取所需原料，按生产工艺配制并浇注成石墨粘结剂浇注试样。

4.1.4.2 按配方抽取所需原料，按生产工艺配制并将石墨件粘结成粘结件试样。

4.2 试样加工

4.2.1 每组试样须分别从所抽石墨材料中制取。

4.2.2 浇注试样应进行热固化处理，热处理温度按产品要求确定。

4.2.3 试样加工时，除有特殊要求外，应使抗拉、抗压试样试验时的受力方向与材料的成型压力方向平行；使抗弯、抗冲击试样试验时的受力方向与材料的成型压力方向垂直。

4.2.4 先对所取石墨材料进行粗加工，然后按生产工艺进行浸渍，加工成试样；也可用浸渍石墨直接加工。

4.2.5 试样加工（或浇注）尺寸按有关方法标准确定。

4.2.6 加工后试样表面粗糙度须达 $R_a \leq 3.2$ 。

4.2.7 粘结剂试样成型后不需再加工。

4.2.8 试样表面应无气泡、裂纹、砂眼、树脂瘤等明显缺陷。

5 设备和仪器

5.1 材料试验机应符合 GB 2611，测量精度不低于 1 级。

5.2 材料试验机的量程应使试验结果在其全量程的 10% ~ 90% 之间。

5.3 试验所用的压力表精度等级不低于 0.4 级。

5.4 游标卡尺：量程 0 ~ 150mm，分度值 0.02mm。

6 试验

6.1 将试样用广告颜料或油漆作标记编号。

6.2 试样尺寸测量精确到 0.02mm。

6.3 如无特殊要求，试验应在室温下进行。

6.4 每组试样数量应多于 5 个，以保证有 5 个有效试验数据。

7 试验结果

7.1 用式（1）计算有效数据的算术平均值 $\bar{X}$ ，修约到三位有效数字。

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^n X_i / n \quad \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中： X_i ——某一试样的试验值；

n ——有效数据数量。

7.2 用式（2）计算有效数据的标准差 S ，修约到三位有效数字。

$$S = \left(\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n - 1) \right)^{1/2} \quad \cdots \cdots \cdots (2)$$

式中符号含义同式（1）。

7.3 用式（3）计算有效数据的变异系数 C_v ，修约到两位有效数字。

$$C_v (\%) = (S / \bar{X}) \times 100 \quad \cdots \cdots \cdots (3)$$

式中符号含义同式（1）和式（2）。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 试验名称、编号、送样单位及送样日期；
- b. 仪器设备名称、型号；
- c. 试样尺寸、数量；
- d. 试验加载速度；

- e. 每个试样的破坏载荷及破坏部位；
- f. 试验结果：算术平均值 $\bar{X}$ 、标准差 S 、变异系数 C_v ；
- g. 试验日期及试验人员。

二、不透性石墨材料抗弯强度试验方法

Test method for flexure strength of impermeable graphite materials

GB/T 13465.2—92

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定不透性石墨材料抗弯强度时所用仪器、设备、试样、试验步骤和结果计算的方法。

本标准适用于不透性石墨材料抗弯强度测定。

2 引用标准

GB/T 13465.1 不透性石墨材料力学性能试验方法总则

3 仪器、设备

仪器和设备应符合 GB/T 13465.1 的有关规定。

4 试样

4.1 取样、试样加工方法及制备按 GB/T 13465.1 的有关规定。

4.2 试样尺寸

4.2.1 块材： $120 \pm 0.5\text{mm} \times 20 \pm 0.1\text{mm} \times 20 \pm 0.1\text{mm}$ ；平行度不大于 $0.1\text{mm}/100\text{mm}$ ；表面粗糙度 $R_a \leq 3.2\mu\text{m}$ 。

4.2.2 管材：直径、壁厚及偏差均按产品规格规定，长度等于管外径的 5 倍加 30mm。

4.2.3 粘结剂浇铸件： $120 \pm 0.5\text{mm} \times 20 \pm 0.2\text{mm} \times 20 \pm 0.2\text{mm}$ 。

4.3 每组试样不少于 5 个。

5 试验条件

5.1 抗弯试验装置如图 12-1。

5.1.1 上压头宽度应大于试样宽度。

5.1.2 石墨管试样试验用上压头，其半径 R 、宽度 b 与试样半径名义尺寸及偏差相同，

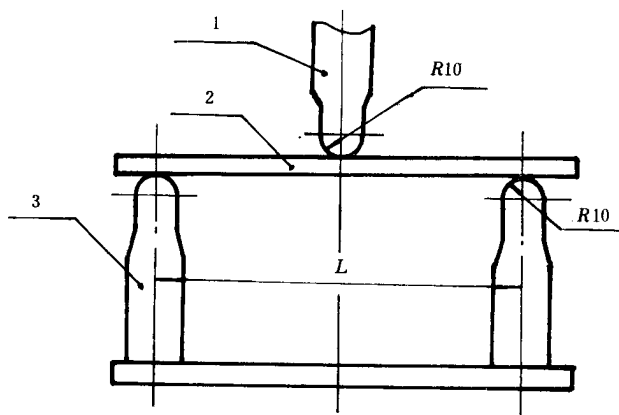


图 12-1 抗弯试验装置

1—上压头；2—试样；3—支座

上压头示意图 12-2。

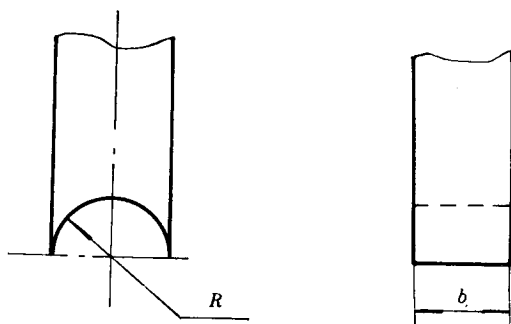


图 12-2 石墨管试验用上压头

5.2 支座跨距

5.2.1 块材：支座跨距 L 等于 $100 \pm 0.5\text{mm}$ 。

5.2.2 管材：支座跨距 L 等于试样外径的 5 倍。

6 试验步骤

6.1 块材的测量：用游标卡尺沿轴向测量宽度和厚度各 3 次，分别取其算术平均值。

6.2 管材的测量：用游标卡尺测量内外径，外径沿轴向测 3 处，每处测量互相垂直方向的直径各 1 次，取所得 6 个数据的算术平均值；内径测量两端管口处，每处测量互相垂直的内径各 1 次，取所得 4 个数据的算术平均值。

6.3 按要求调整好支座跨距，放好试样，且使上压头，支座轴向皆垂直于试样轴。

6.4 压头要压在整个试样宽度上，以每秒 0.1MPa 或 5mm/min 的加载速度均匀且无冲击地施加负荷，直至试样断裂，读取断裂负荷值。

7 结果计算

7.1 计算方法

7.1.1 用式(1)计算石墨块抗弯强度 σ , 单位 MPa。

$$\sigma = 3PL/2bh^2 \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中： P ——断裂负荷值，N；
 L ——支座跨距，mm；
 b ——试样宽度，mm；
 h ——试样厚度，mm。

7.1.2 用式(2)计算石墨管抗弯强度 σ_f , 单位 MPa。

$$\sigma_f = 8PLD/\pi(D^4 - d^4) \cdots \cdots \cdots (2)$$

式中： P ——断裂负荷值，N；
 L ——支座跨距，mm；
 D ——石墨管外径，mm；
 d ——石墨管内径，mm。

7.2 试验结果处理按 GB/T 13465.1 的有关规定。

8 试验报告

试验报告内容按 GB/T 13465.1 的有关规定。

三、不透性石墨材料抗压强度试验方法

Test method for compressive strength
of impermeable graphite materials

GB/T 13465.3—92

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定不透性石墨材料抗压强度时所用仪器、设备、试样、试验步骤和结果计算的方法。

本标准适用于不透性石墨块材、管材、浇铸件及粘结剂的抗压强度测定。

2 引用标准

- GB/T 13465.1 不透性石墨材料力学性能试验方法总则
- GB 2611 试验机通用技术要求

3 仪器、设备

3.1 材料试验机，测量精度不低于 1 级。

3.2 游标卡尺，0~150mm，分度值 0.02mm。

4 试样

4.1 取样、试样加工方法及数量按 GB/T 13465.1 的有关规定。

4.2 试样尺寸

块材： $\phi (45 \pm 0.1\text{mm}) \times (45 \pm 0.1\text{mm})$

管材：取高度等于管子公称外径，极限偏差 $\pm 0.1\text{mm}$

浇铸件、粘结剂件： $\phi (25 \pm 0.1\text{mm}) \times (25 \pm 0.1\text{mm})$

4.3 试样受压面平行度允差为 0.05mm。

5 试验步骤

5.1 直径测量：沿试样轴向测 3 处，每处测互相垂直的直径各 1 次，取所得 6 个数据的算术平均值，准确至 0.02mm。

5.2 管材内径测量：在试样两端管口处，每处测互相垂直的直径各 1 次，取所得 4 个数据的算术平均值，准确至 0.02mm。

5.3 将试样放在试验机工作台面中心。试样周围安放一个适当的保护套，以防止试样破裂时碎片飞出。

5.4 以每秒 1.0~1.5MPa 的加载速度连续、均匀、无冲击地施加压缩载荷，直到试样破坏为止，读取极限载荷值。

6 结果计算

6.1 块材、浇铸件、粘结剂试样的抗压强度按式 (1) 计算，结果修约到三位有效数字。

$$\sigma_c = \frac{P}{\frac{\pi}{4} D^2} \dots\dots\dots (1)$$

式中： σ_c ——抗压强度，MPa；

P ——压缩载荷极限值，N；

D ——试样直径，mm。

6.2 管材的抗压强度按式 (2) 计算，结果修约到三位有效数字。

$$\sigma_c = \frac{P}{\frac{\pi}{4} (D^2 - d^2)} \dots\dots\dots (2)$$

式中： D ——试样外径，mm；

d ——试样内径，mm。

6.3 试验结果处理按 GB/T 13465.3 的有关规定。

7 试验报告

试验报告内容按 GB/T 13465.3 的有关规定。

四、不透性石墨材料冲击试验方法

Method for impact testing of impermeable graphite materials

GB/T 13465.4—92

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定不透性石墨材料冲击吸收功和冲击强度所用仪器、设备、试样、试验步骤及结果计算的方法。

本标准适用于处在简支梁状态下不透性石墨材料的冲击吸收功和冲击强度的测定。

2 引用标准

GB/T 13465.1 不透性石墨材料力学性能试验方法总则

3 术语、符号、代号

3.1 冲击吸收功 A_k ——具有一定形状和尺寸的不透性石墨试样在冲击负荷作用下破坏时所吸收的功。

3.2 冲击强度 α_k ——冲击吸收功除以试样缺口底部处横截面面积所得商。

4 仪器、设备

4.1 冲击试验机

4.1.1 试验机的结构应具有足够的刚性，应放在牢固的工作台上，试验机机座的水平度允差为 0.2/1 000。

4.1.2 试验机的标准打击能量为 0.490J、0.981J 和 3.923J，试验机正常使用范围为每套摆锤最大打击能量的 10% ~ 90%。

4.1.3 试验机试样支座及摆锤刀刃尺寸应符合图 12-3 的规定。

4.1.4 试验机的摆锤刀刃开始接触试样的瞬时打击速度为 2.9m/s。

4.1.5 试验机应符合 JJG 145《摆锤式冲击试验机检定规程》技术要求的規定。

4.2 游标卡尺，0 ~ 150mm，分度值 0.02mm。

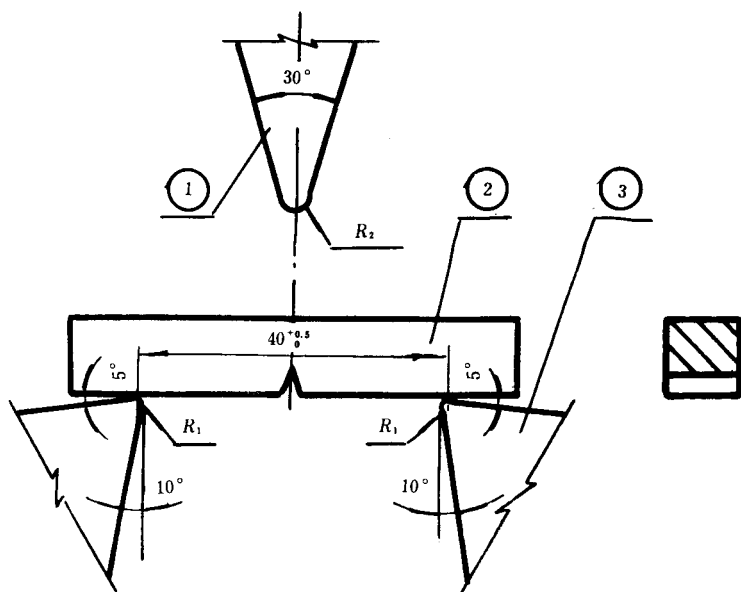


图 12-3

1—摆锤；2—试样；3—支座

5 试样

5.1 标准试样带有 V 型缺口，试样尺寸应符合图 12-4 规定。

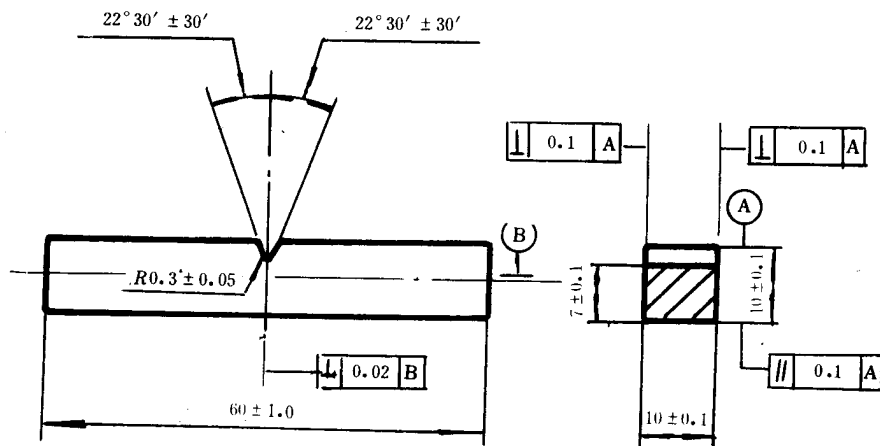


图 12-4

注：在必要情况下，允许采用带钥孔型缺口的辅助试样（见附录 A）。

5.2 试样取样、加工方法及数量按 GB/T 13465.1 的有关规定。

6 试验步骤

6.1 用游标卡尺测量缺口处的宽度和厚度。

- 6.2 根据试样预期冲击消耗功选择试验机量程，选择量程时应符合 4.1.2 要求。
- 6.3 用试验机跨距找正器调准简支梁跨距为 $40_0^{+0.5}$ mm。
- 6.4 调整读数指针到零度处，试验机摆锤空打一次，检查试验机消耗功，是否超差。
- 6.5 试样的放置应紧贴支座，使用试样找正器使摆锤刀刃正好能打击在缺口中心背面。
- 6.6 试样经试验机摆锤冲击后读取试样断裂时表盘冲击功示值。

7 结果计算

- 7.1 冲击吸收功 A_k 由式 (1) 计算，结果修约到 0.005J。

$$A_k = A - \Delta A \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： A_k ——试样冲击吸收功，J；

A ——试样断裂时的冲击功示值，J；

ΔA ——冲击试验机消耗功，J。由试验机说明书查出。

- 7.2 冲击强度由式 (2) 计算，结果修约到 $0.005\text{J}/\text{cm}^2$ 。

$$\alpha_k = \frac{A_k}{b \cdot h} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： α_k ——冲击强度， J/cm^2 ；

b ——试样缺口处宽度，cm；

h ——试样缺口处厚度，cm。

- 7.3 试验过程中遇有下列情况之一时，试验数据无效：

- (1) 误操作；
- (2) 试样打断时有卡锤现象；
- (3) 断裂在非缺口处。

- 7.4 试验结果处理按 GB/T 13465.1 规定。

8 试验报告

试验报告内容按 GB/T 13465.1 规定。

附 录 A 辅 助 试 样 (补 充 件)

辅助试样为带钥孔型缺口试样，尺寸如图 A1 所示：

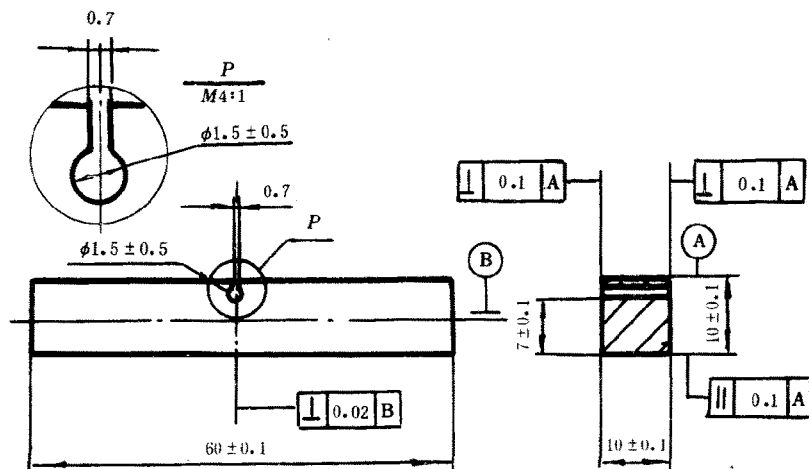


图 A1

第二节 橡胶用炭黑的有关测定

一、橡胶用炭黑

Carbon black for use in rubber industry

GB 3778—94

代替 GB 3778—89
GB 3779—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用炭黑技术要求、检验规则和包装、采样、贮运要求。
本标准适用于橡胶用炭黑。

2 引用标准

GB/T 528 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定

GB/T 3780.1 橡胶用炭黑吸碘值试验方法

GB/T 3780.2 炭黑邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定

GB/T 3780.4 炭黑（压缩试样）邻苯二甲酸二丁酯吸收值测定方法和试样制备

- GB/T 3780.5 橡胶用炭黑比表面积测定 CTAB 法
- GB/T 3780.6 橡胶用炭黑着色强度试验方法
- GB/T 3780.7 炭黑 pH 值的测定
- GB/T 3780.8 炭黑加热试量的测定
- GB/T 3780.10 炭黑灰分的测定
- GB/T 3780.11 炭黑筛余物的测定
- GB/T 3780.12 炭黑杂质的检查
- GB/T 3780.18 炭黑在天然橡胶中配方及鉴定方法
- GB/T 3780.21 橡胶用炭黑筛余物测定 水冲洗法
- GB/T 10722 炭黑比表面积的测定 氮吸附方法

3 品种分类

- a. N100 系列炭黑；
- b. N200、S200 系列炭黑；
- c. N300、S300 系列炭黑；
- d. N472 超导电炭黑；
- e. N500 系列炭黑；
- f. N600 系列炭黑；
- g. N700 系列炭黑；
- h. N800 系列炭黑；
- i. 混气炭黑；
- j. 天然气半补强炭黑；
- k. 天然气槽法炭黑。

4 技术要求

各等级炭黑应符合表 12－1 中相应各项技术指标的要求。

表 12－1 橡胶用炭黑技术指标

序号	产品名 称		N110			N115			N121			N125			N134			S212		
	指标	等级																		
	项目		优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格
1	吸碘值 g/kg		145 ± 5	145 ± 7	145 ± 9	160 ± 5	160 ± 7	160 ± 9	121 ± 5	121 ± 7	121 ± 9	117 ± 5	117 ± 7	117 ± 9	142 ± 5	142 ± 7	142 ± 9	—		
2	DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ³ /kg		113 ± 5	113 ± 7	113 ± 10	113 ± 5	113 ± 7	113 ± 10	132 ± 5	132 ± 7	132 ± 10	104 ± 5	104 ± 7	104 ± 10	127 ± 5	127 ± 7	127 ± 10	85 ± 5	85 ± 7	85 ± 10
3	压缩样 DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ² /kg		93 ~ 103	91 ~ 105	88 ~ 108	91 ~ 101	89 ~ 103	86 ~ 106	107 ~ 117	105 ~ 119	102 ~ 122	84 ~ 94	82 ~ 96	79 ~ 99	97 ~ 107	95 ~ 109	92 ~ 112	77 ~ 87	75 ~ 89	72 ~ 92

Glossary

序号	产品名称 指标 等级 项目		N110			N115			N121			N125			N134			S212			
			优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	
4	CTAB 吸附比表面积 $10^3 \text{ m}^2/\text{kg}$		121 ~ 131	119 ~ 133	116 ~ 136	123 ~ 133	121 ~ 135	118 ~ 138	116 ~ 126	114 ~ 128	111 ~ 131	121 ~ 131	119 ~ 133	116 ~ 136	129 ~ 139	127 ~ 141	124 ~ 144	114 ~ 124	112 ~ 126	109 ~ 129	
5	氮吸附比表面积 ¹⁾ $10^3 \text{ m}^2/\text{kg}$		138 ~ 148	136 ~ 150	133 ~ 153	140 ~ 150	138 ~ 152	135 ~ 155	127 ~ 137	125 ~ 139	122 ~ 142	127 ~ 137	125 ~ 139	122 ~ 142	141 ~ 151	139 ~ 153	136 ~ 156	112 ~ 122	110 ~ 124	107 ~ 127	
6	着色强度, %		119 ~ 129	117 ~ 131	114 ~ 134	118 ~ 128	116 ~ 130	113 ~ 133	116 ~ 126	114 ~ 128	111 ~ 131	118 ~ 128	116 ~ 130	113 ~ 133	127 ~ 137	125 ~ 139	122 ~ 142	110 ~ 120	108 ~ 122	105 ~ 125	
7	pH 值		—															3.5 ~ 5.5			
8	加热减量, %		≤		3.0																
9	灰分, %		≤		0.5																
10	45 _{μm} 筛余物, %		≤		0.10		—		0.10		—		0.10		—		0.10		—		
11	150 _{μm} 筛余物, %		≤		—		0.02		—		0.02		—		0.02		—		0.02		
12	500 _{μm} 筛余物, %		≤		0.001		—		0.001		—		0.001		—		0.001		—		
13	杂质		无																		
14	拉伸强度 ²⁾ MPa		≥		+0.5		0.0		-1.0		—		0.0		-0.5		-1.5		—		
15	扯断伸长率 ²⁾ , %		≥		+30		+20		0		—		-10		-20		-40		—		
16	300% 定伸应力 ²⁾ MPa		-1.6 ± 1.0		-1.6 ± 1.2		-1.6 ± 1.6		-2.0 ± 1.0		-2.0 ± 1.2		-2.0 ± 1.6		+0.5 ± 1.0		+0.5 ± 1.2		+0.5 ± 1.6		
序号	产品名称 指标 等级 项目		N219			N220			N231			N234			N242			N293			
			优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	
1	吸碘值 g/Kg		118 ± 5	118 ± 7	118 ± 9	121 ± 5	121 ± 7	121 ± 9	121 ± 5	121 ± 7	121 ± 9	120 ± 5	120 ± 7	120 ± 9	121 ± 5	121 ± 7	121 ± 9	145 ± 5	145 ± 7	145 ± 9	
2	DBP 吸收值 $10^{-5} \text{ m}^2/\text{kg}$		78 ± 5	78 ± 7	78 ± 10	114 ± 5	114 ± 7	114 ± 10	92 ± 5	92 ± 7	92 ± 10	125 ± 5	125 ± 7	125 ± 10	121 ± 5	121 ± 7	121 ± 10	100 ± 5	100 ± 7	100 ± 10	
3	压缩样 DBP 吸收值 $10^{-5} \text{ m}^2/\text{kg}$		70 ~ 80	68 ~ 82	65 ~ 85	95 ~ 105	93 ~ 107	90 ~ 110	81 ~ 91	79 ~ 93	76 ~ 96	95 ~ 105	93 ~ 107	90 ~ 110	95 ~ 105	93 ~ 107	90 ~ 110	87 ~ 97	85 ~ 99	82 ~ 102	
4	CTAB 吸附比表面积 $10^3 \text{ m}^2/\text{kg}$		102 ~ 112	100 ~ 114	97 ~ 117	106 ~ 116	104 ~ 118	101 ~ 121	103 ~ 113	101 ~ 115	98 ~ 118	114 ~ 124	112 ~ 126	109 ~ 129	105 ~ 115	103 ~ 117	100 ~ 120	109 ~ 119	107 ~ 121	104 ~ 124	
5	氮吸附比表面积 ¹⁾ $10^3 \text{ m}^2/\text{kg}$		111 ~ 121	109 ~ 123	106 ~ 126	114 ~ 124	112 ~ 126	109 ~ 129	112 ~ 122	110 ~ 124	107 ~ 127	121 ~ 131	119 ~ 133	116 ~ 136	110 ~ 120	108 ~ 122	105 ~ 125	125 ~ 135	123 ~ 137	120 ~ 140	
6	着色强度, %		118 ~ 128	116 ~ 130	113 ~ 133	110 ~ 120	108 ~ 122	105 ~ 125	112 ~ 122	110 ~ 124	107 ~ 127	119 ~ 129	117 ~ 131	114 ~ 134	110 ~ 120	108 ~ 122	105 ~ 125	112 ~ 122	110 ~ 124	107 ~ 127	
7	pH 值		—																		
8	加热减量, %		≤		2.5																
9	灰分, %		≤		0.5																
10	45 _{μm} 筛余物, %		≤		0.10		—		0.10		—		0.10		—		0.10		—		

续表

产品名称		N219			N220			N231			N234			N242			N293			
序号	指标	等级		项目	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	
			优等		一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格		
11	150 μ m 筛余物, %	≤	—		0.02		—		0.02		—		0.02		—		0.02		—	
12	500 μ m 筛余物, %	≤	0.001		—		0.001		—		0.001		—		0.001		—		0.001	
13	杂质			无																
14	拉伸强度 ²⁾ MPa	≥	+1.0	+0.5	-0.5	-0.5	-1.0	-2.0	-0.5	-1.0	-2.0	0.0	-0.5	-1.5	—					
15	扯断伸长率 ²⁾ %	≥	+50	+40	+20	+20	+10	-10	+30	+20	0	+10	0	0						
16	300%定伸应力 ²⁾	MPa	-3.5	-3.5	-3.5	-1.5	-1.5	-1.5	-4.0	-4.0	-4.0	+0.5	+0.5	+0.5	-0.5	-0.5	-0.5	-3.0	-3.0	-3.0
	±1.0		±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	
序号	产品名称		N299			S315			N326			N330			N332			N335		
	指标	等级	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格
1	吸碘值 g/kg		108	108	108	—			82	82	82	82	82	82	85	85	85	92	92	92
			±5	±7	±9				±5	±7	±9	±5	±7	±9	±5	±7	±9	±5	±7	±9
2	DBP 吸收值		124	124	124	79	79	79	72	72	72	102	102	102	101	101	101	110	110	110
	10 ⁻⁵ m ³ /kg		±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10
3	压缩样 DBP 吸收值		100	98	95	70	68	65	64	62	59	83	81	78	86	84	81	89	87	84
	10 ⁻⁵ m ³ /kg		~110	~112	~115	~80	~82	~85	~74	~76	~79	~93	~95	~98	~96	~98	~101	~99	~101	~104
4	CTAB 吸附比表面积		99	97	94	90	89	87	78	77	75	77	76	74	85	84	82	83	82	80
	10 ³ m ² /kg		~109	~111	~114	~100	~101	~103	~88	~89	~91	~87	~88	~90	~95	~96	~98	~93	~94	~96
5	氮吸附比表面积 ¹⁾		103	101	98	83	81	78	79	77	74	78	76	73	85	83	80	83	81	78
	10 ³ m ² /kg		~113	~115	~118	~93	~95	~98	~89	~91	~94	~88	~90	~93	~95	~97	~100	~93	~95	~98
6	着色强度, %		108	106	103	80	79	77	107	106	104	98	97	95	110	109	107	105	104	102
			~118	~120	~123	~90	~91	~93	~117	~118	~120	~108	~109	~111	~120	~121	~123	~115	~116	~118
7	pH 值		—			3.5~5.5			—											
8	加热减量, %	≤	2.5																	
9	灰分, %	≤	0.5																	
10	45 μ m 筛余物, %	≤	0.10		—		0.10		—		0.10		—		0.10		—		0.10	
11	150 μ m 筛余物, %	≤	—		0.02		—		0.02		—		0.02		—		0.02		—	
12	500 μ m 筛余物, %	≤	0.001		—		0.001		—		0.001		—		0.001		—		0.001	
13	杂质			无																
14	拉伸强度 ²⁾ MPa	≥	-0.5	-1.0	-2.0	—			+1.0	+0.5	-0.5	-0.5	-1.0	-2.5	-1.5	-2.0	-3.0	—		
15	扯断伸长率 ²⁾ %	≥	0	-10	-30				+40	+30	+10	0	-10	-20	-10	-20	-40			
16	300%定伸应力 ²⁾	MPa	+1.0	+1.0	+1.0	-5.5	-5.5	-5.5	-3.0	-3.0	-3.0	-1.0	-1.0	-1.0	-0.5	-0.5	-0.5	+0.5	+0.5	+0.5
			±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6
序号	产品名称		N339			N343			N347			N351			N358			N375		
	指标	等级	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格
1	吸碘值 g/kg		90	90	90	92	92	92	90	90	90	68	68	68	84	84	84	90	90	90

续表

序号	产品名称		N339			N343			N347			N351			N358			N375		
	指标	等级	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格
	项目																			
			±5	±7	±9	±5	±7	±9	±5	±7	±9	±5	±7	±9	±5	±7	±9	±5	±7	±9
2	DBP 吸收值		120	120	120	130	130	130	124	124	124	120	120	120	150	150	150	114	114	114
	$10^{-5}\text{m}^3/\text{kg}$		±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10
3	压缩样 DBP 吸收值		96	94	91	99	97	94	95	93	90	92	90	87	107	105	102	92	90	87
	$10^{-5}\text{m}^3/\text{kg}$		~106	~108	~111	~109	~111	~114	~105	~107	~110	~102	~104	~107	~117	~119	~122	~102	~104	~107
4	CTAB 吸附比表面积		88	87	85	90	89	87	82	81	79	68	67	65	83	82	80	91	90	88
	$10^3\text{m}^2/\text{kg}$		~98	~99	~101	~100	~101	~103	~92	~93	~95	~78	~79	~81	~93	~94	~96	~101	~102	~104
5	氮吸附比表面积 ¹⁾		91	89	86	92	90	87	85	83	80	68	66	63	82	80	77	95	93	90
	$10^3\text{m}^2/\text{kg}$		~101	~103	~106	~102	~104	~107	~95	~97	~100	~78	~80	~83	~92	~94	~97	~105	~107	~110
6	着色强度 %		105	104	102	109	108	106	98	97	95	95	94	92	94	93	91	110	109	107
			~115	~116	~118	~119	~120	~122	~108	~109	~111	~105	~106	~108	~104	~105	~107	~120	~121	~123
7	pH 值		—																	
8	加热减量 %	≤	2.5																	
9	灰分 %	≤	0.5																	
10	45 μm 筛余物 %	≤	0.10	—		0.10	—		0.10	—		0.10	—		0.10	—		0.10	—	
11	150 μm 筛余物 %	≤	—	0.02		—	0.02		—	0.02		—	0.02		—	0.02		—	0.02	
12	500 μm 筛余物 %	≤	0.001	—		0.001	—		0.001	—		0.001	—		0.001	—		0.001	—	
13	杂质		无																	
14	拉伸强度 ²⁾ MPa	≥	+0.5	0.0	−0.5	—			−1.0	−1.5	−2.5	−1.0	−1.5	−2.5	—			+0.5	0.0	−1.0
15	扯断伸长率 ²⁾ %	≥	−15	−25	−50				−20	−30	−40	−30	−40	−50				−10	−20	−40
16	300%定伸应力 ²⁾		+0.5	+0.5	+0.5	+1.5	+1.5	+1.5	+1.0	+1.0	+1.0	+1.0	+1.0	+1.0	+2.5	+2.5	+2.5	0.0	0.0	0.0
	MPa		±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6
序号	产品名称		N472			N539			N550			N582			N630					
	指标	等级	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格			
	项目																			
1	吸碘值 g/kg		250	250	250	43	43	43	43	43	43	100	100	100	36	36	36			
			±8	±10	±18	±4	±6	±8	±4	±6	±8	±5	±7	±9	±4	±6	±8			
2	DBP 吸收值		178	178	178	111	111	111	121	121	121	180	180	180	78	78	78			
	$10^{-5}\text{m}^3/\text{kg}$		±5	±7	±12	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±12	±4	±6	±8			
3	压缩样 DBP 吸收值		109	107	102	79	77	74	83	81	78	109	107	104	58	56	54			
	$10^{-5}\text{m}^3/\text{kg}$		~119	~121	~126	~89	~91	~94	~93	~95	~98	~119	~121	~124	~66	~68	~70			
4	CTAB 吸附比表面积		140	136	133	37	35	35	38	36	36	71	70	70	31	29	29			
	$10^3\text{m}^2/\text{kg}$		~150	~154	~157	~45	~47	~51	~46	~48	~52	~81	~82	~86	~39	~41	~45			
5	氮吸附比表面积 ¹⁾		265	263	255	37	35	33	38	36	34	75	73	70	33	32	30			
	$10^3\text{m}^2/\text{kg}$		~275	~277	~285	~45	~47	~49	~46	~48	~50	~85	~87	~90	~43	~44	~46			
6	着色强度 %		—										62	61	59	—				
													~72	~74	~75					

续表

序号	产品名称 指标 等级 项目		N472			N539			N550			N582			N630			
			优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	
7	pH 值		70~9.5			—												
8	加热减量, % ≤		2.5			1.5												
9	灰分, % ≤		0.5															
10	45 μ m 筛余物, % ≤		0.10		—		0.10		—		0.10		—		0.10		—	
11	150 μ m 筛余物, % ≤		—		0.02		—		0.02		—		0.02		—		0.02	
12	500 μ m 筛余物, % ≤		0.001		—		0.001		—		0.001		—		0.001		—	
13	杂质		无															
14	拉伸强度 ²⁾ MPa ≥		—			-4.0	-4.5	-1.0	-3.5	-4.0	-5.0	—			-1.3	-1.8	-4.0	
15	扯断伸长率 ²⁾ % ≥					+10	0	-20	-10	-20	-40				+40	+30	+10	
16	300%定伸应力 ²⁾ MPa		-5.0	-5.0	-5.0	-1.5	-1.5	-1.5	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-1.0	-3.5	-3.5	-3.5	
			±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	
序号	产品名称 指标 等级 项目		N642			N650			N660			N683			N754			
			优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	
1	吸碘值 g/kg		36	36	36	36	36	36	36	36	36	35	35	35	24	24	24	
			±4	±6	±8	±4	±6	±8	±4	±6	±8	±4	±6	±8	±4	±6	±8	
2	DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ³ /kg		64	64	64	122	122	122	90	90	90	133	133	133	58	58	58	
			±4	±6	±8	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±5	±7	±10	±4	±6	±8	
3	压缩样 DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ³ /kg		58	56	54	83	81	79	71	69	67	—			53	51	49	
			~66	~68	~70	~91	~93	~95	~79	~81	~83				~61	~63	~65	
4	CTAB 吸附比表面积 10 ³ m ² /kg		30	28	28	34	32	32	32	30	30	35	33	33	25	23	23	
			~38	~40	~44	~42	~44	~48	~40	~42	~46	~43	~45	~49	~33	~35	~39	
5	氮吸附比表面积 ¹⁾ 10 ³ m ² /kg		32	31	29	33	32	30	30	29	27	32	31	29	—			
			~42	~43	~45	~43	~44	~46	~40	~41	~43	~42	~43	~45				
6	着色强度, %		—															
7	pH 值		—															
8	加热减量, % ≤		1.5															
9	灰分, % ≤		0.5															
10	45 μ m 筛余物, % ≤		0.10		—		0.10		—		0.10		—		0.10		—	
11	150 μ m 筛余物, % ≤		—		0.02		—		0.02		—		0.02		—		0.02	
12	500 μ m 筛余物, % ≤		0.001		—		0.001		—		0.001		—		0.001		—	
13	杂质		无															
14	拉伸强度 ²⁾ MPa ≥		-3.5	-4.0	-5.0	-2.5	-3.0	-4.0	-3.0	-3.5	-4.5	—			-4.0	-4.5	-5.5	
15	扯断伸长率 ²⁾ % ≥		+70	+60	+40	-30	-40	-60	+20	+10	-10				+80	+70	+50	
16	300%定伸应力 ²⁾ MPa		-4.5	-4.5	-4.5	-1.0	-1.0	-1.0	-2.5	-2.5	-2.5	+0.5	+0.5	+0.5	-6.7	-6.7	-6.7	
			±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	±1.0	±1.2	±1.6	

续表

产品名称			N762			N765			N772			N774			N787			N907			N908		
序号	指标	等级	N762			N765			N772			N774			N787			N907			N908		
			项目	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等
1	吸碘值 g/kg		27 ±4	27 ±6	27 ±8	31 ±4	31 ±6	31 ±8	30 ±4	30 ±6	30 ±8	29 ±4	29 ±6	29 ±8	30 ±4	30 ±6	30 ±8	—					
2	DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ³ /kg		65 ±4	65 ±6	65 ±8	115 ±5	115 ±7	115 ±10	65 ±4	65 ±6	65 ±8	72 ±4	72 ±6	72 ±8	80 ±5	80 ±7	80 ±10	34 ±4	34 ±6	34 ±8	34 ±4	34 ±6	34 ±8
3	压缩样 DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ³ /kg		53 ~61	51 ~63	49 ~65	82 ~90	80 ~92	78 ~94	54 ~62	52 ~64	50 ~66	58 ~66	56 ~68	54 ~70	70 ~78	68 ~80	66 ~82	—					
4	CTAB 吸附比表面积 10 ³ m ² /kg		25 ~33	23 ~35	23 ~39	29 ~37	27 ~39	27 ~43	29 ~37	27 ~39	27 ~43	25 ~33	23 ~35	23 ~39	27 ~35	25 ~37	25 ~41	—					
5	氮吸附比表面积 ¹⁾ 10 ³ m ² /kg		23 ~33	22 ~34	20 ~36	26 ~36	25 ~37	23 ~39	27 ~37	26 ~38	24 ~40	24 ~34	23 ~35	21 ~37	25 ~35	24 ~36	22 ~38	8 ~14	5 ~17	4 ~18	—		
6	着色强度 %		—																				
7	pH 值		—																				
8	加热减量 %	≤	1.5																				
9	灰分 %	≤	0.5																				
10	45 μ m 筛余物 %	≤	0.10	—	0.10	—	0.10	—	0.10	—	0.10	—	0.10	—	0.10	—	0.10	—	0.10	—	0.10	—	
11	150 μ m 筛余物 %	≤	—	0.02	—	0.02	—	0.02	—	0.02	—	0.02	—	0.02	—	0.02	—	0.02	—	0.02	—	0.02	
12	500 μ m 筛余物 %	≤	0.001	—	0.001	—	0.001	—	0.001	—	0.001	—	0.001	—	0.001	—	0.001	—	0.001	—	0.001	—	
13	杂质		无																				
14	拉伸强度 ²⁾ MPa	≥	-3.5	-4.0	-5.0	—					-3.0	-3.5	-4.5	—									
15	扯断伸长率 ²⁾ %	≥	+50	+40	+20	—					+30	+20	0	—									
16	300%定伸应力 ²⁾ MPa		-5.8 ±1.0	-5.8 ±1.2	-5.8 ±1.6	-2.0 ±1.0	-2.0 ±1.2	-2.0 ±1.6	-5.8 ±1.0	-5.8 ±1.2	-5.8 ±1.6	-4.0 ±1.0	-4.0 ±1.2	-4.0 ±1.6	-4.0 ±1.0	-4.0 ±1.2	-4.0 ±1.6	-9.2 ±1.0	-9.2 ±1.2	-9.2 ±1.6	-10.0 ±1.0	-10.0 ±1.2	-10.0 ±1.6
序号	产品名称		N990			N991			天然气半补强炭黑			天然气槽法炭黑			混气炭黑								
	指标	等级	N990			N991			天然气半补强炭黑			天然气槽法炭黑			混气炭黑								
			项目	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格					
1	吸碘值 g/kg		—									14±3	14±5	14±6	—								
2	DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ³ /kg		43±4	43±6	43±8	35±4	35±6	35±8	47±4	47±6	47±10	98±5	98±7	98±10	100±5	100±7	100±10						
3	压缩样 DBP 吸收值 10 ⁻⁵ m ³ /kg		36 ~44	34 ~46	32 ~48	34 ~42	32 ~44	30 ~46	—														
4	CTAB 吸附表面积 10 ³ m ² /kg		6 ~12	5 ~13	4 ~14	5 ~11	4 ~12	3 ~13	—			105 ~115	104 ~116	102 ~118	70 ~80	68 ~82	65 ~85						
5	氮吸附表面积 ¹⁾ 10 ³ m ² /kg		6 ~12	5 ~13	4 ~14	4 ~10	3 ~11	2 ~12	10 ~20	8 ~22	5 ~25	140 ~150	138 ~152	135 ~155	86 ~94	84 ~96	83 ~97						
6	着色强度 %		—																				
7	pH 值		—									8.0~10.5			3.5~4.5	3.2~4.5	3.0~4.5	2.9~3.5					

续表

序号	产品名称 指标 等级		N990			N991			天然气半补强炭黑			天然气槽法炭黑			混气炭黑				
			优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格	优等	一等	合格		
	项目																		
8	加热减量, %		≤		1.5						1.0			4.3			3.5		
9	灰分, %		≤		0.5						0.3		0.5	0.1		0.2	0.1		
10	45μm 筛余物, %		≤		0.10		—	0.10		—	0.10		—	0.10		—	0.10		—
11	150μm 筛余物, %		≤		—		0.02	—		0.02	—		0.02	—		0.02	—		0.02
12	500μm 筛余物, %		≤		0.001		—	0.001		—	0.001		—	0.001		—	0.001		—
13	杂质		无																
14	拉伸强度 ²⁾ , MPa		≥		—						- 4.5	- 5.0	- 5.5	- 0.5	- 1.0	- 1.5	- 2.0	- 2.5	3.5
15	扯断伸长率 ²⁾ , %		≥		—						+ 110	+ 100	+ 90	+ 40	+ 30	+ 10	+ 30	+ 20	0
16	300%定伸应力 ²⁾				- 8.5	- 8.5	- 8.5	- 10.0	- 10.0	- 10.0	- 8.5	- 8.5	- 8.5	- 4.5	- 4.5	- 4.5	- 4.0	- 4.0	- 4.0
	MPa				± 1.0	± 1.2	± 1.6	± 1.0	± 1.2	± 1.6	± 1.0	± 1.2	± 1.6	± 1.0	± 1.2	± 1.6	± 1.0	± 1.2	± 1.6

注 1 除 N472 炭黑外, 氮吸附比表面积均作为推荐指标。

2 拉伸强度、300% 定伸应力及扯断伸长率三项技术指标是指每天的炭黑试样采用 GB 528 规定的 I 型哑铃形裁刀、在相同试验条件下与标准参比炭黑(SRB2 号) 的差值。天然气槽法炭黑硫化时间为 50min , 其余所有品种炭黑硫化时间为 30min。标准参比炭黑标准值见附录 A。

5 试验方法

- 5.1 试样在测定前, 除杂质检查一项外, 均需通过 850μm 筛。
- 5.2 吸碘值的测定按 GB/T 3780.1 执行。
- 5.3 DBP 吸收值的测定按 GB/T 3780.2 执行。
- 5.4 压缩试样 DBP 吸收值的测定按 GB/T 3780.4 执行。
- 5.5 CTAB 吸附比表面积的测定按 GB/T 3780.5 执行。
- 5.6 着色强度的测定按 GB/T 3780.6 执行。
- 5.7 氮吸附比表面积的测定按 GB/T 10722 执行。
- 5.8 pH 值的测定按 GB/T 3780.7 执行。
- 5.9 加热试量的测定按 GB/T 3780.8 执行。
- 5.10 灰分测定按 GB/T 3780.10 执行。
- 5.11 45μm 及 500μm 筛余物测定按 GB/T 3780.21 执行。
- 5.12 150μm 筛余物测定按 GB/T 3780.11 执行。
- 5.13 杂质测定按 GB/T 3780.12 执行。
- 5.14 拉伸强度、扯断伸长率及 300% 定伸应力的测定按 GB/T 528 和 GB/T 3780.18 执行。

6 检验规则

- 6.1 橡胶用炭黑检验分出厂检验和例行检验。

6.1.1 出厂检验 产品出厂时必须进行的各项检验。其检验项目如下：

a. N100 ~ N900 系列均检验吸碘值 ,DBP 吸收值 ,杂质 ,CTAB 吸附表面积 ,45 μm 、150 μm 、500 μm 筛余物 ,拉伸强度 ,300%定伸应力 ,扯断伸长率；

b. S200 ~ S300 系列及天然气槽法炭黑、混气炭黑均检验 CTAB 吸附比表面积 ,DBP 吸收值 ,pH 值 ,45 μm 、150 μm 、500 μm 筛余物 ,杂质 ,拉伸强度 ,300%定伸应力 ,扯断伸长率(s 系列物理性能只测 300%定伸应力)；

c. 天然气半补强炭黑检验吸碘值 ,DBP 吸收值 ,pH 值 ,45 μm 、150 μm 、500 μm 筛余物 ,杂质 ,拉伸强度 ,300%定伸应力和扯断伸长率。

6.1.2 例行检验 对产品质量进行全面考核 ,即对产品标准中规定的技术指标进行全项检验。

有下列情况之一时 ,进行例行检验。

- a. 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b. 正式生产后 ,如原料、工艺有较大改变、可能影响产品性能时；
- c. 正常生产时 ,定期或积累一定产量后周期进行一次检验 ,以考核产品质量的稳定性；
- d. 产品长期停产后再恢复生产时；
- e. 出厂检验结果与上次检验结果有较大差异时；
- f. 国家质量监督机构提出例行检验要求时。

6.2 采样

6.2.1 采样工具

- a. 不锈钢有柄采样勺；
- b. 采样管 :主管为硬质塑料或不锈钢管。密封板为橡胶板 ,其内孔略小于主管外径 ,并可沿主管轴向移动 ,示意图见图 12-6。

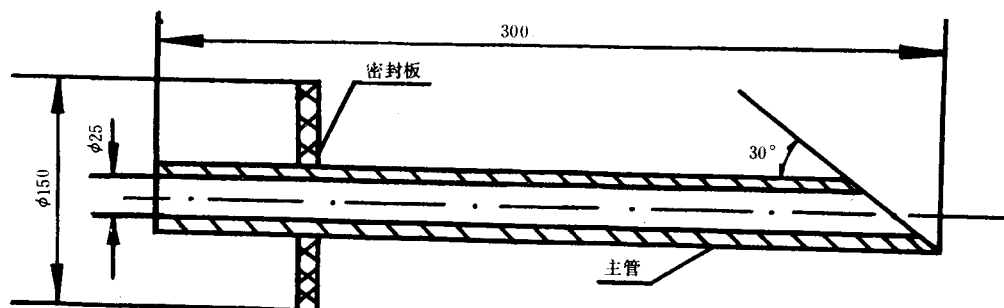


图 12-6 采样管

6.2.2 样品容器

能盛 2kg 炭黑样品的旋盖广口瓶或其他不污染炭黑的容器。

当总体物料的单元数小于 500 时, 采样单元数的选取按表 2 的规定进行; 当总体物料单元数大于 500 时, 采样单元数为总体单元数立方根的三倍即 $3\sqrt[3]{N}$ (N 为总体单元数)。如遇小数时, 则进为整数。

选取采样单元的规定

总体物料单元数 N	选取最小单元数
1 ~ 10	全采
11 ~ 49	11
50 ~ 64	12
65 ~ 81	13
82 ~ 101	14
102 ~ 125	15
126 ~ 151	16
152 ~ 181	17
182 ~ 216	18
217 ~ 254	19
255 ~ 296	20
297 ~ 343	21
344 ~ 394	22
395 ~ 450	23
451 ~ 512	24

6.2.5 采样方法

从炭黑包装袋的缝合口，用采样勺以每单元大约均等的数量取样于样品容器中，取样后将包装袋口缝合；或把炭黑包放平，把需要取样的包装部位清除干净，将取样管斜口端向上插到包装袋内所需处，使炭黑从管中流入样品瓶中，取足数量后将炭黑包放平，抽出采样管，封闭取样口。将不同采样单元取得的样品通过炭黑样品缩分器至少三次，以获得两份均匀样品（其中一份留用）。

6.2.6 样品标签

样品盛入容器后随即在容器壁上贴上标签，标签内容包括：

- a. 样品名称及样品编号；
b. 总体物料批号及数量；

- c. 生产单位；
- d. 采样方法；
- e. 样品量；
- f. 采样日期；
- g. 采样者。

6.2.7 样品保存

6.2.7.1 样品应保存在温、湿度适宜的样品室内。

6.2.7.2 样品有效贮存期为 6 个月。

6.3 验收

6.3.1 产品验收按出厂检验规定进行，其中有一项指标未达到该产品品级规定的，则判为下一等级品或不合格品级。

6.3.2 验收期限由产品到达收货方车站或口岸之日起 30d 内完成。

6.3.3 当供需双方发生质量争议时，由双方共同采样，送或邮寄到国家炭黑产品质检中心进行仲裁。

7 包装、标志、贮存、运输

7.1 包装

7.1.1 在生产过程结束时，按每包产品净重 $20 \pm 0.2\text{kg}$ 进行包装。

7.1.2 产品采用袋装，包装形式为扁平长方体。

7.1.3 产品包装材料必须具备防潮防污染的能力。

7.1.4 包装袋的结构

- a. 内袋是三层 $80\text{g}/\text{m}^2$ 牛皮纸，外袋是内壁涂一层塑料薄膜的塑料编织袋；
- b. 内袋是三层 $80\text{g}/\text{m}^2$ 牛皮纸，外袋是二层 $80\text{g}/\text{m}^2$ 牛皮纸袋；
- c. 符合用户要求的其他包装。

7.1.5 包装袋的缝合及缝合材料

- a. 棉线或合成纤维线缝合；
- b. 合适的粘合剂粘合；
- c. 热压合（内袋应缝合）。

7.2 标志

包装袋的正面应有醒目的标志，标志的内容包括：

- a. 制造厂名或厂址；
- b. 产品名称；
- c. 产品标准代号；
- d. 商标；
- e. 净重；

- f. 质量等级；
- g. 制造日期（编号）或生产批号；
- h. 产品合格证。

7.3 贮存

- 7.3.1 产品仓库应保持干燥、通风、防湿、严防破包造成污染。
- 7.3.2 不得与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存。
- 7.3.3 凡漏出包外的产品，一律不得再返回包内。
- 7.3.4 按产品种类、品级分开堆放，每堆不多于 4 000 袋，堆间距不得小于 1m。

7.4 运输

- 7.4.1 运输工具：火车、汽车、轮船等一律遮篷。
- 7.4.2 运输过程中不得与可使产品变质或使包装破损的物品在同一车厢（船舱）内混放。
- 7.4.3 装卸时要严防破损。

附 录 A
标准参比炭黑标准值表
(补充件)

项 目 \ 试样名称		SRB1 号 ¹⁾	SRB2 号 ^{2) 3)}	试验方法
吸碘值 , g/kg		78.7	80.1	GB/T 3780.1
DPB 吸收值 , 10 ⁻⁵ m ³ /kg		100.0	100.1	GB/T 3780.2
压缩样 DBP 吸收值 , 10 ⁻⁵ m ³ /kg		84.2	84.0	GB/T 3780.4
CTAB 吸附比表面积 , 10 ³ m ² /kg		81.6	79.6	GB/T 3780.5
着色强度 , %		102.2	102.5	GB/T 3780.6
NR (30min)	扯断伸长率 , %	463	- 2	GB/T 3780.18
	拉伸强度 , MPa	26.7	- 0.2	GB/T 3780.18
	300% 定伸应力 , MPa	17.3	- 0.2	GB/T 3780.18

注：1) SRB1 号为国产标准参比炭黑。鞍山化工二厂于 1986 年 11 月生产，批量 60 000kg。

2) SRB2 号为国产标准参比炭黑。天津炭黑厂于 1991 年 10 月生产，批量 60 000kg。

3) SRB2 号的橡胶物理性能是与 SRB1 号的差值。

二、橡胶用炭黑吸碘值试验方法

Carbon black used in rubber products —Test method for iodine adsorption number

GB/T 3780.1—1998

代替 GB/T 3780.1—91

吸碘值可以有效地表征炉法炭黑的表面积。在通常情况下，炭黑的吸碘值与氮吸附表面积有很好的—致性，但炭黑表面空隙、挥发分及溶剂抽出物对吸碘值有一定影响。

1 范围

本标准规定了橡胶用炭黑吸碘值的试验方法。

本标准适用于各类橡胶用炭黑（不包括 S 系列，混气和天然气槽法炭黑）。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 3778—94 橡胶用炭黑

GB/T 6682—92 实验室用水规格和试验方法（eqv ISO 3696：1987）

GB 8170—87 数值修约规则

3 方法提要

以规定浓度的碘标准溶液浸润定量的炭黑试样，并使其充分混合，待达到吸附平衡后，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘，吸附的碘量与炭黑试样量的比值为吸碘值。

4 试剂和材料

所有试剂均为分析纯，水是蒸馏水或等同纯度的水，应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

4.1 正戊醇。

4.2 碘化汞。

4.3 三氧化二砷：优级纯。

4.4 碘化钾溶液：111g/dm³，配制见附录 A。

- 4.5 硫酸溶液： 10% （ v/v ），配制见附录 A。
- 4.6 重铬酸钾基准溶液： $c\left(1/6K_2Cr_2O_7\right)=0.0394\text{mol}/\text{dm}^3$ ，配制见附录 A。
- 4.7 氢氧化钠溶液： $c\left(\text{NaOH}\right)=1\text{mol}/\text{dm}^3$ ，配制见附录 A。
- 4.8 硫酸溶液： $c\left(1/2H_2SO_4\right)=1\text{mol}/\text{dm}^3$ ，配制见附录 A。
- 4.9 碘酸钾—碘化钾基准溶液： $c\left(1/6KIO_3\right)=0.0394\text{mol}/\text{dm}^3$ 。
- 4.10 碘标准溶液： $c\left(1/2I_2\right)=0.0473\text{mol}/\text{dm}^3$ ，配制及标定见附录 A。
- 4.11 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c\left(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\right)=0.0394\text{mol}/\text{dm}^3$ ，配制及标定见附录 A。
- 4.12 可溶性淀粉溶液： $10\text{g}/\text{dm}^3$ ，配制见附录 A。
- 4.13 酚酞指示剂： $10\text{g}/\text{dm}^3$ ，配制见附录 A。
- 4.14 饱和碳酸氢钠溶液。

5 仪器

试验室常规仪器设备及

- 5.1 分析天平：精度 0.1mg 。
- 5.2 具塞透明玻璃离心瓶：容量 50cm^3 。
- 5.3 烘箱：可控温度为 $(125 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，温度均匀性 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。
- 5.4 滴定管：可选用以下两种类型：
- 5.4.1 数字滴定管：容量为 25cm^3 ，计数器增量为 0.01cm^3 ，可调节至零位。
- 5.4.2 棕色玻璃滴定管：容量为 25cm^3 ，A 级，分度值 0.1cm^3 。
- 5.5 离心机：转数在 $1\,000\text{r}/\text{min}$ 以上。
- 5.6 容量瓶：容量 $1\,000\text{cm}^3$ ，具磨口玻璃塞。
- 5.7 漏斗：大直径具有标准锥度，接口能与 $1\,000\text{cm}^3$ 容量瓶相匹配。
- 5.8 振荡机： $240\text{次}/\text{min}$ 。
- 5.9 碘量瓶： 250cm^3 。

6 试验条件

在温度 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ 或温度 $(27 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 的室内进行。

7 操作步骤及结果表示

7.1 A 法（仲裁方法）

- 7.1.1 取适量炭黑试样于 125°C 烘箱中干燥 1h 。置于干燥器中冷却至室温。
- 7.1.2 按表 12-3 规定称取定量干燥炭黑试样于离心瓶中（称准至 0.1mg ）。

表 12-3

吸碘值范围, g/kg	试样量, g	碘溶液与试样量比率 (V/m)
0.0 ~ 130.9	0.500 0	50:1
131.0 ~ 280.9	0.250 0	100:1
281.0 ~ 520.9	0.125 0	200:1
521.0 以上	0.062 5	400:1
注		
1 如果按预计的吸碘值所确定试样量的测定结果不在规定的范围之内, 则应以实测值按表 1 中对应的试样量重新试验。		
2 粉状炭黑试样在干燥称量前应压实。		
3 表中规定的试样量所对应的碘标准溶液量为 25cm ³ 。在符合表中规定的碘标准溶液与试样量比率的情况下, 最大允许试样量为 1.000 0g, 随着试样量 and 对应溶液量的增加, 应选用适当容量的离心瓶, 以保证振摇效果。		

7.1.3 吸取 25cm³ 碘标准溶液 (4.10) 于离心瓶中, 加塞。在速率为 240 次/min 的振荡机上振荡 1min, 立即离心分离。粒状炭黑试样分离时间为 1min, 粉状为 3min。

7.1.4 轻轻地倾出清液, 如果有一个以上试样应将清液倾入洁净、干燥的细口瓶中并立即加塞。

7.1.5 吸取 20cm³ 清液于 250cm³ 碘量瓶中, 以硫代硫酸钠标准滴定溶液 (4.11), 用数字滴定管或玻璃滴定管分别按下述步骤进行滴定。

7.1.5.1 用数字滴定管滴定

7.1.5.1.1 调开关至充液位置, 使滴定管充满硫代硫酸钠标准滴定溶液, 用此溶液冲洗入口及输液管。

7.1.5.1.2 调至滴定位置, 使计数器回零并用薄绢纸擦净管尖部。

7.1.5.1.3 滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液至浅黄色, 用水冲洗滴定管关部及瓶壁。加 5 滴淀粉溶液, 继续滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液直至蓝色近于消失时, 再用水冲洗滴定管尖部和瓶壁, 调计数器增量为 0.01cm³, 继续滴定直至变为无色即为终点。

7.1.5.1.4 记录滴定管读数, 准至 0.01cm³。

7.1.5.1.5 吸取 20cm³ 碘标准溶液做空白试验。取两次结果的平均值。如两种溶液均符合规定, 空白试验结果应为 (24.00 ± 0.05) cm³, 否则重新核查两种溶液浓度。

7.1.5.2 用玻璃滴定管滴定

7.1.5.2.1 取洁净的 25cm³ 的滴定管注满硫代硫酸钠标准滴定溶液调至零点, 用薄绢纸擦净滴定管尖部, 滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液至浅黄色。用水冲洗滴定管尖部和瓶壁, 加 5 滴淀粉溶液, 继续滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液直至最后一滴变为无色即为终点。

7.1.5.2.2 记录滴定管读数，准至 0.01cm³。

7.1.5.2.3 按 7.1.5.1.5 做空白试验。

7.1.6 结果及计算：

吸碘值以每千克炭黑吸附碘的质量（以克计）表示（g/kg），按式（1）计算。

$$I = \frac{V_0 - V_1}{V_0} \cdot \frac{V_2}{m} \cdot c \times 126.91 \dots\dots\dots (1)$$

式中：I——吸碘值，g/kg；

V₀——滴定空白碘标准溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积，cm³；

V₁——滴定炭黑试样碘标准溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积，cm³；

V₂——吸取碘标准溶液体积，cm³；

m——炭黑试样质量，g；

c——碘标准溶液（6.2）浓度，mol/dm³；

126.91——与 1.00 dm³ 硫代硫酸钠标准滴定溶液。

[c（Na₂S₂O₃）= 1.000 mol/dm³] 相当的，以克表示的碘的质量。

7.2 B 法

7.2.1 取适量炭黑试样于 125℃烘箱中干燥 1h，置于干燥器中冷却至室温。

7.2.2 按表 12-4 规定称取定量干燥炭黑试样于离心瓶中（准至 0.1mg。）

表 12-4

吸碘值范围，g/kg	试样量，g
0.0 ~ 130.9	0.800 0
131.0 ~ 280.9	0.400 0
281.0 ~ 520.9	0.200 0
521.0 以上	0.100 0
注	
1 如果按预计的吸碘值所确定的试样量的测定结果不在规定范围之内，则应以按表 2 中对应的试样量重新试验。	
2 粉状炭黑试样在干燥称量前应压实。	

7.2.3 吸取 40cm³ 碘标准溶液于离心瓶中，立即加塞，在速率为 240 次/min 的振荡机上振荡 1min，立即取下用离心机离心分离，粒状炭黑试样分离时间为 1min，粉状为 3min。

7.2.4 从离心瓶中轻轻倾出清液，如果有一个以上的炭黑试样，其清液应入洁净、干燥的细口瓶中并立即加塞。

7.2.5 吸取 25cm³ 清液于 250cm³ 碘量瓶中，用硫代硫酸钠标准滴定溶液（4.11）滴定。

用数字滴定管或玻璃滴定管分别按下述步骤进行滴定。

7.2.5.1 用数字滴定管滴定

7.2.5.1.1 调开关至充液位置，使滴定管充满硫代硫酸钠标准滴定溶液，用此溶液冲洗入口及输液管。

7.2.5.1.2 调至滴定位置，使计数器回零并用薄绢纸擦净尖部。

7.2.5.1.3 滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液至浅黄色，用水冲洗滴定管尖部及瓶壁。加 5 滴淀粉溶液，继续滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液直到蓝色近于消失时，再用水冲洗滴定管尖部和瓶壁，调计数器增量为 0.01cm^3 ，继续滴定直至变为无色即为终点。

7.2.5.1.4 记录滴定管读数，准至 0.01cm^3 。

7.2.5.1.5 吸取 25cm^3 碘标准溶液做空白试验，取两次结果的平均值。如两种溶液均符合规定，空白试验结果应为 $(30.00 \pm 0.05)\text{cm}^3$ ，否则应重新核查两种溶液浓度。

7.2.5.2 用玻璃滴定管滴定

7.2.5.2.1 取洁净的 25cm^3 的滴定管注满硫代硫酸钠标准滴定溶液，调至零点，用薄绢纸擦净滴定管尖部，滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液至浅黄色。用水冲洗滴定管尖部及瓶壁，加 5 滴淀粉溶液，继续滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液直至最后一滴变为无色即为终点。

7.2.5.2.2 记录滴定管读数，准至 0.01cm^3 。

7.2.5.2.3 按 7.2.5.1.5 做空白试验。

7.2.6 结果及计算：

按式 (2) ~ 式 (5) 计算吸碘值，准至 0.1g/kg 。

$$\text{试样质量为 } 0.800\text{ g} \quad I = (V_0 - V_1) \times 10 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{试样质量为 } 0.400\text{ g} \quad I = (V_0 - V_1) \times 20 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{试样质量为 } 0.200\text{ g} \quad I = (V_0 - V_1) \times 40 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{试样质量为 } 0.100\text{ g} \quad I = (V_0 - V_1) \times 80 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： I ——吸碘值， g/kg ；

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积， cm^3 ；

V_1 ——炭黑试样碘标准溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积， cm^3 。

8 试验结果取值

a) 试验结果应按 GB 3778 中规定的有效位数表示。

b) 试验数据应比 GB 3778 规定的有效位数多一位，然后按 GB 8170 进行修约。

9 精密度

9.1 重复性：同一实验室两次试验结果之差不超过 1.1g/kg 。

9.2 再现性：不同实验室两个试验结果之差不超过 3.4g/kg 。

10 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a) 试样标志及编号；
- b) 试样质量，g；
- c) 两次试验结果平均值；
- d) 所用试验步骤（A 法或 B 法）及滴定方式；
- e) 试验中的异常现象。

附 录 A

（标准的附录）

溶液的配制及标定

A1 溶液的配制

A1.1 碘标准溶液： $c(1/2I_2) = 0.472\ 8\text{mol/dm}^3$

A1.1.1 称取 1 140g 碘化钾于 1 000cm³ 烧杯中，从中取约 850g 碘化钾，通过大径漏斗于洁净的 2 000cm³ 容量瓶中，加水浸没容量瓶中的碘化钾，振摇使其溶解，静置至室温。

A1.1.2 从 1 000cm³ 烧杯中再称取 50g 碘化钾于 250cm³ 烧杯中加适量水溶解。加 300cm³ 水溶解剩余在 1 000cm³ 烧杯中的碘化钾。

A1.1.3 用具磨口塞高型称量瓶称取 120.0g 碘，通过大径漏斗用 1 000cm³ 烧杯中的碘化钾溶液冲洗碘入 2 000cm³ 容量瓶中。

注：称量碘时称量瓶具塞，转移碘需用瓷勺。

A1.1.4 用 250cm³ 烧杯中的碘化钾溶液（A1.1.2）连续冲洗称量瓶中粘附的碘于 2 000cm³ 容量瓶（A1.1.1）中，直至称量瓶无色。

A1.1.5 置容量瓶子磁力搅拌器上，中速搅拌 30 ~ 60min，稀释至刻度。倒置一、二次，再置于磁力搅拌器上连续搅拌至少 2h。

注：不考虑搅拌棒所占体积。

A1.1.6 转移溶液至棕色瓶中停放 12h 以上。转移前需搅拌 5min。

A1.2 碘标准溶液： $c(1/2I_2) = 0.047\ 3\text{mol/dm}^3$

可用 2 000cm³ 的碘溶液 $c(1/2I_2) = 0.472\ 8\text{mol/dm}^3$ 准确稀释 10 倍，制备出 20dm³ 的碘标准溶液 $c(1/2I_2) = 0.047\ 3\text{mol/dm}^3$ 或按下述步骤制备。

A1.2.1 称取 912g 碘化钾于 1 000cm³ 烧杯中，从中取约 700g 的碘化钾通过大径漏斗于 20dm³ 玻璃容器中，加水浸没并振摇溶解后静置至室温。

A1.2.2 从 1 000cm³ 烧杯中再称取 50g 碘化钾于 250cm³ 烧杯中加适量的水溶解。加

300cm³ 水溶解剩余在 1 000cm³ 烧杯中的碘化钾。

A1.2.3 用具磨口塞高型称量瓶称取 96.000 0g 碘, 通过大径漏斗用 1 000cm³ 烧杯中碘化钾溶液冲洗碘入 20dm³ 玻璃容器中。

A1.2.4 用 250cm³ 烧杯中的碘化钾溶液连续冲洗粘附在称量瓶中的碘于 20dm³ 玻璃容器中, 直至称量瓶无色。

A1.2.5 以 2~3dm³ 增量加水并随之搅拌直至略低于 15dm³ 刻度线后, 置于磁力搅拌器上中速搅拌 30~60min, 再加水至 16dm³ 刻度线, 剧烈振摇后置于磁力搅拌器上搅拌 12h 以上。

注: 需用溶液量较少时, 可按比例缩小配制量。

A1.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.0394 \text{ mol/dm}^3$

A1.3.1 加约 4dm³ 水于 16dm³ 玻璃容器中, 称量 156.5g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 通过大径漏斗冲洗入 16dm³ 玻璃容器中, 加 0.16g 碘化汞或 80cm³ 正成酸搅拌至硫代硫酸钠固体溶解, 再加水至 16dm³ 刻度线。

A1.3.2 置玻璃容器于磁力搅拌器上搅拌 1~2h, 停放 1~2d。用前需搅拌 0.5h。

注: 需用溶液量较少时, 可按比例缩小配制量。

A1.4 重铬酸钾基准溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.0394 \text{ mol/dm}^3$

A1.4.1 取适量的重铬酸钾于 125℃ 烘箱中烘 1h, 取出放入干燥器中冷却至室温。

A1.4.2 准确称取 0.966 0g 干燥过的重铬酸钾于适当的烧杯中, 然后加入适量的水溶解。将溶液完全转移到 500cm³ 容量瓶中, 再加水至刻度。

A1.4.3 盖上容量瓶塞, 停放 30min 后方可使用。

A1.5 碘化钾溶液: 111g/dm³

称 10g 碘化钾于细颈瓶中, 用量筒加 90cm³ 水充分混合到溶解。

A1.6 硫酸溶液: 10% (v/v)

用量筒量取 90cm³ 水于洁净的 250cm³ 烧杯中, 量取 10cm³ 浓硫酸缓慢加入 250cm³ 烧杯中并轻轻地搅拌混合。用稀硫酸洗涤硫酸量筒, 混合冷却至室温后, 倾入细口瓶中备用。

A1.7 可溶性淀粉溶液: 10g/dm³

A1.7.1 称约 1g 可溶性淀粉和 0.002g 碘化汞于 100cm³ 烧杯中, 边加水边用玻璃搅拌棒搅拌使其呈稀糊状。

A1.7.2 加约 100cm³ 水于 250cm³ 烧杯中并置于电热板上加热至沸。加稀淀粉糊于沸水中搅拌至沸腾 2~3min。冷却后加 2~3g 的碘化钾并搅拌至溶解。

A1.8 碘酸钾-碘化钾基准溶液: $c(1/6\text{KIO}_3) = 0.0394 \text{ mol/dm}^3$

A1.8.1 取适量的碘酸钾于 125℃ 烘箱中烘 1h, 取出放入干燥器中冷却至室温。

A1.8.2 称取 45g 碘化钾用 200cm³ 水溶解在 1000cm³ 容量瓶中, 加 1.405 4g 新干燥的碘

酸钾并加水至刻度线。

A1.9 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 1\text{mol/dm}^3$

称取 20g 固体氢氧化钠溶于含有适量水的 250cm^3 的烧杯中，待溶液冷至室温后，转移到 500cm^3 的容量瓶中。用水冲洗烧杯 2~3 次，将洗液倒入容量瓶，然后加水至刻度线。将溶液转移至具橡皮塞的细口瓶中保存。

A1.10 硫酸溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\text{mol/dm}^3$

用量筒量取 13.5cm^3 的浓硫酸缓慢加入盛有适量水的 250cm^3 的烧杯中，待溶液冷至室温后转入 500cm^3 容量瓶。用水冲洗烧杯 2~3 次，将洗液倒入容量瓶，然后加水至刻度线。

A1.11 酚酞指示剂： 10g/dm^3

称取 1.0g 的酚酞，溶解于 100cm^3 的乙醇中。

A2 溶液标定

A2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = (0.039\ 4 \pm 0.000\ 08)\text{mol/dm}^3$

A2.1.1 用重铬酸钾基准溶液 (A1.4) 标定

A2.1.1.1 吸取 20cm^3 碘化钾溶液 (4.4) 于 250cm^3 具塞碘量瓶中，加 20cm^3 硫酸溶液 (4.5)，得到碘化钾-硫酸混合液，该混合液应保持无色。如混和液呈现浅黄色，则做空白试验：如混合液呈现深黄色则弃去，重新制备。

A2.1.1.2 用吸液管取 20cm^3 重铬酸钾基准溶液于上述碘量瓶中，盖瓶塞，振摇，置暗柜里停放 15min。

A2.1.1.2.1 用数字滴定管滴定硫代硫酸钠标准滴定溶液：

a) 将数字滴定管调至充液位置，用未经标定的硫代硫酸钠标准滴定溶液充入储存器，冲洗入口和输液管，然后转换至滴定位置并将计数器回零。

b) 滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液直至碘量瓶中呈现浅黄绿色，用水冲洗滴定管尖部及瓶壁，加 5 滴淀粉溶液。继续滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液，直至蓝色或紫色近于消失。用水冲洗滴定管尖部及瓶壁。调计数器至 0.01cm^3 的增量，继续滴加直至呈硫酸铬的浅蓝绿色即为终点。

c) 记录滴定体积，再作一次平行测定。按式 (A1) 计算硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度：

$$c = \frac{20 \times 0.039\ 4}{V - V_0} \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中： V ——所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积， cm^3 ；

V_0 ——如需做空白试验，空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积， cm^3 ；

20——重铬酸钾基准溶液体积， cm^3 ；

0.039 4——重铬酸钾基准溶液浓度 [即 $c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.039\ 4\text{mol/dm}^3$] mol/dm^3 。

A2.1.1.2.2 用玻璃滴定管标定硫代硫酸钠标准滴定溶液：

a) 滴定管中充满未标定的硫代硫酸钠标准滴定溶液，并从尖部放出 $2 \sim 3\text{cm}^3$ 、调至刻度线，滴定到碘量瓶中至溶液呈黄绿色。用水冲洗滴定管尖部及瓶壁。加 5 滴淀粉溶液，继续滴加硫代硫酸钠标准滴定溶液直至最后一滴蓝色恰好消失，此时，呈硫酸铬的浅蓝绿色即为终点。记录滴定体积，准至 0.01cm^3 ，再做一次平行测定。

b) 按式 (A1) 计算硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度。

A2.1.2 用碘酸钾—碘化钾基准溶液 (A1.8) 标定

准确吸取 20cm^3 碘酸钾—碘化钾基准溶液 (4.9) 于 250cm^3 碘量瓶中 (如溶液呈黄色，则应弃去重新制备)。用小量筒量取 5cm^3 硫酸溶液 (4.5) 于碘量瓶中，立即加盖充分混合，按 A2.1.1.1.1 或 A2.1.1.1.2 的操作步骤滴定至无色，即为终点。计算硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度。

A2.2 碘标准溶液： $c(1/2I_2) = (0.047\ 3 \pm 0.000\ 03)\text{mol/dm}^3$

A2.2.1 用硫代硫酸钠标准滴定溶液标定

A2.2.1.1 吸取 20cm^3 碘标准溶液 (A1.1) 于 250cm^3 碘量瓶中，用已标定过的硫代硫酸钠标准滴定溶液 (A2.1) 滴定，当碘液黄色近于消失时，加 5 滴淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好消失即为终点。

A2.2.1.2 按式 (A2) 计算碘标准溶液浓度：

$$c = \frac{0.0394V}{20} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： c ——碘标准溶液浓度， mol/dm^3 ；

V ——滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积， cm^3 ；

20——碘标准溶液体积， cm^3 ；

0.039 4——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度， mol/dm^3 。

A2.2.2 用三氧化二砷溶液标定 (仲裁方法)

称取 0.1g 预先在硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷 (4.3) (准至 0.1mg) 放入锥形瓶中，加 25cm^3 水和 15cm^3 氢氧化钠 (4.7) 加热溶解，冷却，加 (2~3) 滴酚酞指示剂 (4.13)，用硫酸溶液 (4.8) 中和，至酚酞刚褪去红色，加 40cm^3 饱和碳酸氢钠溶液 (4.14) 及 3cm^3 淀粉溶液 (4.12)，用碘标准溶液滴定至蓝色保持 30s 即为终点，记录碘标准溶液体积，准至 0.01cm^3 ，按式 (A3) 计算碘标准溶液浓度。

$$c = \frac{m}{0.049\ 46V} \dots\dots\dots (A3)$$

式中： m ——三氧化二砷质量，g；

V ——滴定消耗碘标准溶液体积， cm^3 ；

0.049 46——与 1.00cm^3 碘标准溶液 $[c(1/2\text{I}_2) = 1.000\text{mol}/\text{dm}^3]$ 相当的, 以克表示的三氧化二砷的质量。

三、橡胶用炭黑着色强度试验方法

Carbon black used in rubber products —Tinting strength test method

GB/T 3780.6—1998

代替 GB/T 3780.6—1991

炭黑着色强度主要取决于炭黑粒径的大小, 同时也和炭黑的结构及聚集体的尺寸分布有关。因此, 可用以表征不同炭黑的粒径大小及聚集体分布情况。

1 范围

本标准规定了以工业着色参比炭黑 ITRB 为基准, 用反射仪测定炭黑着色强度的试验方法。

本标准适用于各类橡胶用炭黑。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 3778—1994 橡胶用炭黑

GB 8170—1987 数值修约规则

3 方法提要

用白色粉末 (ZnO) 和液体增塑剂 (环氧化豆油) 分别与工业着色参比炭黑及试样炭黑相混合, 研磨成墨浆并涂敷成厚度均匀、平展的薄膜, 以适合的光电反射仪测定这两种墨浆的反射率, 以其反射率之比计算试样炭黑的着色强度。

4 试剂

4.1 增塑剂: 环氧化豆油 $\rho = 0.92 \sim 0.99\text{g}/\text{cm}^3$

4.2 溶剂: 100 号溶剂汽油, 乙醇或丙酮。

4.3 氧化锌: 分析纯。

4.4 工业着色参比炭黑 ITRB。

4.5 标准参比炭黑 (见附录 A)

5 仪器和材料

试验室常规仪器设备及

5.1 分析天平：精度 0.1mg 。

5.2 自动平板研磨机。

5.3 光电反射仪，可测出灰度梯度之间反射率的差异。

5.4 调墨刀；锥形，长 $100 \sim 150\text{mm}$ 。

5.5 注射器： $(5 \pm 0.02)\text{cm}^3$ 。

5.6 玻璃板： $750\text{mm} \times 500\text{mm} \times 10\text{mm}$ 。

5.7 薄软纸：吸湿，不起毛。

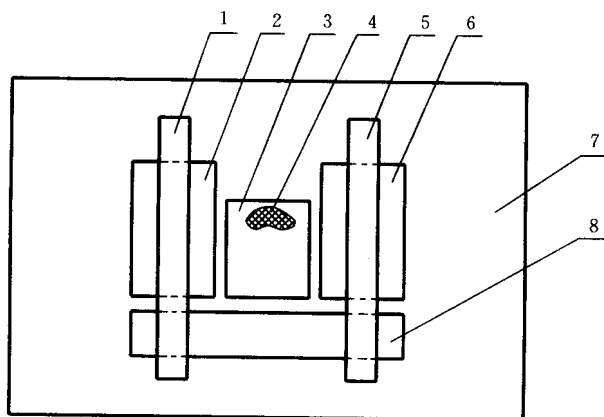
5.8 墨浆制样器

5.8.1 玻璃载片制膜法

5.8.1.1 光学玻璃载片： $75\text{mm} \times 50\text{mm} \times (1.22 \pm 0.05)\text{mm}$ 。

5.8.1.2 玻璃棒： $\phi 6\text{mm}$ ，长 230mm 。

5.8.1.3 载片制样器 (如图 12-7)。



1、5—对厚度均为 0.5mm 的钢条，粘贴在玻璃板上；

2、3、6、8—玻璃载片；4—墨浆；7—玻璃板

图 12-7 载片制样器

5.8.2 涂层制膜法

5.8.2.1 涂层制膜器：槽深 0.10mm 。

5.8.2.2 玻璃板： $250\text{mm} \times 80\text{mm} \times 5\text{mm}$ 。

6 试验条件

试验在室温 $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ 或室温 $(27 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $(65 \pm$

5)%条件下进行。

7 试验步骤

7.1 取适量的氧化锌、ITRB 及炭黑试样于 $(125 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 1h, 移至干燥器中冷却至室温。

注: 氧化锌、ITRB 及炭黑试样应在相同条件同时干燥。

7.2 准确称取双份 0.100 0g 炭黑试样, ITRB 及相应份数的 3.750 0g 氧化锌。

注: N500、N600、N700 系列的炭黑试样每份称 0.200 0g, 氧化锌仍为 3.750 0g, 测试结果除以 2。

7.3 用注射器吸 220cm^3 环氧化豆油于研磨机下平板的中心位置。

注: 如用 2.20cm^3 环氧化豆油, 其墨浆的流动性不易控制, 允许取 2.00cm^3 。

7.4 置一份氧化锌和炭黑于环氧化豆油的中心部位, 用调墨刀对其充分混合后, 将粘附在调墨刀上的墨浆清理到研磨机的上平板上, 并使墨浆损失为最少。

7.5 合上研磨机的上平板, 调准压力为 0.017MPa, 开机研磨 25 转。

7.6 停机、打开上平板, 用调墨刀将粘附于上平板上的墨浆移至下平板中心部位, 收集全部墨浆于下平板中心, 并随着下平板的转动使墨浆扩展成平的圆环, 继续研磨 25 转, 如此重复三遍共 100 转。

7.7 置墨浆于光滑、洁净的玻璃板或硫酸纸上。

7.8 按上述程序制备另一份试样炭黑墨浆及工业着色参比炭黑墨浆。

7.9 用溶剂和薄软纸擦洗干净研磨机平板。

7.10 用下述方法中的任何一种方法制备墨浆薄膜。

7.10.1 玻璃载片制膜法(仲裁方法)

7.10.1.1 用调墨刀取少许墨浆于洁净的光学玻璃载片(5.8.1.1)上。

7.10.1.2 把载片带墨浆的一端置于制样器(5.8.1.3)(见图1)的开口处, 用横架在钢条上的玻璃棒从开口端向闭口端平行拉一次, 使其均匀分布在载片上呈宽约 50mm、厚 0.5mm 的墨浆薄膜, 将载片置于搪瓷盘中备用。

7.10.2 涂层制膜法

7.10.2.1 用薄软纸擦净玻璃板(5.8.2.2)。

7.10.2.2 用调墨刀将部分墨浆放在玻璃板顶端。用涂层制膜器(5.8.2.1)以适当、稳定的压力在 $(2 \sim 3)\text{s}$ 内将墨浆从顶端刮涂到底端, 形成墨浆薄膜。

7.10.2.3 用调墨刀再取少量墨浆放在墨浆薄膜的起始端。不必清除粘附在制膜器上的墨浆, 把制膜器放回到墨浆薄膜的起始端, 重复 7.10.2.2 一次。

7.10.2.4 制成的墨浆薄膜宽度约 50mm, 表面均匀、平整。否则, 应用调墨刀将墨浆收集起来, 按 7.10.2.1 ~ 7.10.2.3 的规定重新制备。

7.11 炭黑墨浆反射率的测定

7.11.1 玻璃载片制膜法

7.11.1.1 按仪器说明书要求调试反射仪,在不带滤色镜情况下,把反射头放在工业着色参比炭黑墨浆载片的背面,打开测量开关,旋转校正开关调反射率于 80 的刻度处,测定载片中部四个不同部位的反射率。一般稳定 (15~30) s 后读数。

7.11.1.2 如果四个不同部位测得的反射率在 79.5~80.5 之间,说明是符合要求的。同时测定另一份 ITRB 墨浆的反射率。

7.11.1.3 如果两份 ITRB 墨浆的反射率均在 79.5~80.5 之间,可用调墨刀将两份墨浆混合均匀,再按 7.11.1.1~7.11.1.2 要求重新操作一次。

7.11.1.4 如果两份墨浆均不符合要求,须按 7.10.1 要求制备另一份墨浆,按 7.11.1.1~7.11.1.2 要求测定其反射率,然后从三份墨浆中选出符合要求的两份,再按 7.11.1.3 要求重新操作一次。

7.11.1.5 关闭测量开关,取下工业着色参比炭黑墨浆载片,放上待测试样炭黑墨浆载片,打开测量开关,测定墨浆载片的四个不同部位的反射率,同时测定另一份试样的反射率,记录每个读数,取其平均值。

7.11.2 涂层制膜法

7.11.2.1 将一份 ITRB 墨浆置于反射头下,使墨浆面对着反射仪的光孔,离墨浆膜顶端 20mm 内的墨浆不予考虑。

7.11.2.2 定位 (15~20) s 后,用校正开关调整反射率值为 80,然后测定四个不同部位的反射率,记录每个读数。如果四个读数在 79.5~80.5 之间,可认为符合要求。同时测定另一份 ITRB 墨浆的反射率。

7.11.2.3 如果两份 ITRB 墨浆的反射率均在 79.5~80.5 之间,可用调墨刀将两份墨浆混合均匀,再按 7.11.2.1~7.11.2.2 要求重新操作一次。

7.11.2.4 如果两份墨浆不符合要求,须按 7.10.2 的要求制备另一份墨浆,按 7.11.2.1~7.11.2.2 要求测定其反射率,然后从三份墨浆中选出符合要求的两份,再按 7.11.2.3 重新操作一次。

7.11.2.5 将一份试样墨浆置于反射仪的反射头下,使墨浆面对着反射仪的光孔,离墨浆膜顶端 20mm 内的墨浆不予考虑。

7.11.2.6 定位 (15~20) s 后,测定四个不同部位的反射率,同时测定另一份试样的反射率。记录每个读数,取其平均值。

8 仪器的校正

8.1 按 7.10.1 或 7.10.2 的程序,按表 12-5 中规定的 ITRB 炭黑的质量,制备双份的五个标准墨浆校正着色强度值。

表 12-5

IIRB , g	标准墨浆着色强度值 ,%
0.090 0	90
0.100 0	100
0.110 0	110
0.120 0	120
0.130 0	130

- 8.2 按 7.11.1 或 7.11.2 的步骤测定着色强度，取双份测试结果的平均值。
- 8.3 标准墨浆测定值与其对应的标准值之差应在 ± 0.8 之内，否则须用最小二乘方的方法以测量值回归计算出标准值，或把测定值对应标准值作图。
- 8.4 试样炭黑的测量数据须代入回归方程中校正或者从图中算出一个校正因子进行校正。
- 8.5 必要时可用标准参比炭黑校准。

9 结果表示

着色强度 T （以百分数表示）按式（1）计算：

$$T = \frac{R}{S} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： R ——IIRB 墨浆反射率；
 S ——试样墨浆反射率。

计算结果比 GB 3778 中规定的有效数位增加一位，取其平均值，然后按 GB 8170 进行数值修约。

10 精密度

- 10.1 重复性：同一实验室两次测定结果之差小于 2.0%。
- 10.2 再现性：不同实验室两个测定结果之差小于 4.2%。

11 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a) 试样标志编号及产地；
- b) 本试验依据的标准名称或编号；
- c) IIRB 反射率值；
- d) 试验结果；
- e) 试验中异常现象。

附 录 A
(标准的附录)
标准参比炭黑着色强度标准值

标准参比炭黑	A ₄ (N326)	B ₄ (N330)	C ₄ (N121)	D ₄ (N762)	E ₄ (N660)	F ₄ (N683)	SRB ₂ (N330)
着色强度值 %	110.8 ± 1.5	98.5 ± 1.5	119.5 ± 1.5	41.2 ± 1.5	55.2 ± 1.5	55.8 ± 1.5	102.5 ± 1.5

四、橡胶用炭黑甲苯抽出物透光率
的测定产品鉴定方法

Carbon black for use in the rubber industry—
Determination of light transmittance of toluene extract—
Method for product evaluation

GB/T 3780.20—1997
idt ISO 3858—2：1990
代替 GB/T 3780.20—88

1 范围

本标准规定了橡胶用炭黑甲苯抽出物透光率的测定。
本标准适用于橡胶用炭黑产品鉴定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 3778—94 橡胶用炭黑
- GB/T 3780.8—92 炭黑加热减量的测定 (neq ISO 1126：85)
- GB/T 8170—87 数值修约规则

3 原理

称取一定量干燥炭黑试样，在室温下与一定体积的甲苯混合，过滤混合物并将滤液

移入比色槽。使用分光光度计，在给定波长下，以纯甲苯为空白测定滤液的透光率。

4 试剂

甲苯：分析纯。

5 仪器

5.1 分析天平：精确至 0.01g。

5.2 恒温干燥箱：可控制在 $15^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 分光光度计：波长 360nm ~ 600nm，精度 $\pm 3\text{nm}$ ，在 425nm 波长下可直接读出透光率。供电电压变化大于 4V 时，需配稳压器。

注：普通比色计光带的半宽度大，使用时可与波长精度为 $425\text{nm} \pm 2\text{nm}$ 的分光光度计比较作出校正曲线。

5.4 比色槽：抛光面平面度应在 10nm 内，平行面间的内部间距（即光程）为 $10.00\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$ 。

注

1 使用内径为 $10.00\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$ 的圆形比色槽时，必须与方形比色槽比较作出校正曲线。

2 使用光程不是 10mm 比色槽时，用下式换算成光程为 10mm 比色槽的透光率。

$$\lg \tau_0 = \frac{10}{L} \times \lg \tau - \frac{20}{L} + 2$$

式中： τ_0 ——比色槽光程为 10mm 的透光率百分数；

τ ——光程为 L 的比色槽测得的透光率百分数；

L ——所用比色槽的光程。

3 相同光程的比色槽其透光率可能不同，本标准建议使用同一个比色槽来调校分光光度计和进行实际测试。

5.5 锥形瓶：容量 100cm^3 或 125cm^3 ，具有磨口塞。

5.6 量筒：容量 50cm^3 ，最小分度为 1cm^3 。

5.7 粉碎器：研钵研杵或相当的粉碎设备。

5.8 滤纸：直径 150mm 不含甲苯可抽出的物质，不透滤炭黑。

5.9 漏斗：直径 75mm 由耐化学腐蚀的玻璃制成。

5.10 光学镜薄绢：不含棉、麻。

6 试样制备

6.1 按 GB 3778 中 6.2 的规定采取炭黑试样。

6.2 用研钵研杵或其他相当的粉碎设备将粒状炭黑粉碎。

6.3 称取 4g 已粉碎的炭黑，按 GB/T 3780.8 的规定在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥 1h，在干燥器中冷却至室温备用。

注：炭黑干燥温度不可高于规定的温度，也不能用红外灯干燥，因为有些抽出物可能在较高温度

下挥发而影响结果。

7 试验条件

试验应在室温为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 $50\% \pm 5\%$ 或室温为 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 $65\% \pm 5\%$ 的条件下进行。试剂和仪器在使用前应达到环境温度。

甲苯易燃、有毒，试验应在通风橱内进行。使用的电动机必须防爆，不允许橱内有影响试验结果的烟雾或蒸气。

8 步骤

8.1 校正分光光度计（5.3）之前，至少预热 10min。把约 30cm^3 的甲苯（4.1）滤入锥形瓶（5.5）中盖上瓶塞，用此甲苯清洗比色槽三次，每次甲苯用量为比色槽容积的 $1/3$ 。

手只能拿比色槽被磨毛的两玻璃面，切勿触及比色槽的抛光面。将滤出的甲苯注满比色槽，用薄绢（5.10）擦干外部，置入分光光度计中，在波长 425nm 下，调节分光光度计使纯甲苯透光率指示为 100%。

8.2 称取 $2\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 已粉碎并干燥的炭黑试样，放入锥形瓶（5.5）中。

如果比色槽的容积较大，也可称取较多的试样，每增加 1g 炭黑需增加 10cm^3 甲苯。

8.3 用量筒（5.6）量取滤出的甲苯 $20\text{cm}^3 \pm 0.5\text{cm}^3$ ，注入盛有试样的锥形瓶（8.2）中并盖上瓶塞。

8.4 加入甲苯 5s 内，用手摇动混合物（ 60_0^{+5} ）s，也可用每分钟振荡 240 次的振荡器进行。

8.5 立即过滤混合物于另一个锥形瓶（5.5）中，盖上瓶塞。如果有炭黑透滤，本次试验即作废并应重新作试验。每个试样都要用新滤纸过滤，不允许滤纸重复使用。

8.6 每次用 1cm^3 的滤液（8.5）清洗比色槽，共清洗三次。

8.7 过滤后 1min 内将滤液（8.5）注入比色槽（8.6），并用薄绢擦净表面。

8.8 把比色槽放入调节好的分光光度计（8.1）中，在 425nm 的波长下读取透光率百分数。

8.9 测试结束后立即用清洁的甲苯冲洗比色槽。

9 结果表示

由 8.8 得到的读数即甲苯抽出物的透光率，以百分数表示，结果按 GB/T 8170 规定修约到整数（1%）。

10 试验报告

试验报告包括下列内容：

- a) 注明采用标准方法编号；
- b) 试样的完整编号；

- c) 分光光度计型号；
- d) 试验结果；
- e) 试验日期。

五、橡胶用造粒炭黑细粉含量的测定

Rubber compounding ingredients—Carbon black ,
pelletized—Determination of fines content

GB/T 14853.2—93

本标准等效采用 ISO 1435—1988《橡胶配合剂——造粒炭黑——细粉含量的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用造粒炭黑细粉含量的测定方法。

本标准适用于各类橡胶用造粒（干法和湿法）炭黑细粉含量的测定。

2 引用标准

GB 3779 炭黑包装、贮运、采样及验收方法

GB 6003 试验筛

GB 8170 数值修约规则

GB 14853.3 橡胶用造粒炭黑粒子磨损量的测定

3 方法提要

准确称取一定量的造粒炭黑试样于机械振筛机的试验筛网上进行振筛，达到规定时间后，将通过试验筛的炭黑作为造粒炭黑的细粉量，其结果以质量百分数表示。

4 仪器、设备

4.1 机械振筛机：振筛机能进行均匀地转动并对一叠直径为 200mm 试验筛做敲击运动。振筛机转速为 280 ~ 320r/min，敲击频率为 2.3 ~ 2.7Hz (140 ~ 160min⁻¹)。筛盖的中央固定一个软木塞（不能用橡胶或其他材料代替），木塞高出筛盖 3 ~ 9mm。

4.2 试验筛：φ200 × 25/125，符合 GB 6003 中 R40/3 系列，6 个。

4.3 试验筛接收盘：5 个。

4.4 筛底接收盘。

4.5 筛盖。

4.6 样品缩分器：缩分器两边有 6 个或更多的平行沟槽，用来将炭黑样品分为两份。

4.7 天平：精确至 0.1g。

4.8 小铲。

4.9 秒表或计时器。

5 步骤

5.1 按 GB 3779 抽取实验室样品。

5.1.1 将炭黑样品通过样品缩分器至少两次。

5.1.2 从样品缩分器中小心取出 25 ~ 28g 炭黑试样二份。

5.1.3 准确称量每份炭黑试样 25.0g，精确至 0.1g。

5.2 将称好的试样分别倒入 $\phi 200 \times 25/125$ 试验筛中。

注：当用 6 个试验筛组合时，可对 6 份试样同时进行测试，以获得三组测试数据。

5.3 盖好筛盖并将筛组放入振筛机，紧固筛组以防有任何松动。

5.4 起动振筛机，锤击振筛 5min。

5.5 从振筛机中取出筛组。称留在每个接收盘中的炭黑，精确至 0.1g。

注：如果同时测定造粒炭黑的磨损量，可弃去这部分称过量的炭黑样品，重新组合试验筛并将筛组固定在振筛机上再振筛 15min，取出筛组称量留在试验筛接收盘中的炭黑，精确至 0.1g。清扫干净每个试验筛和底部接收盘，以便下一次试验。

6 结果表示

6.1 造粒炭黑细粉含量以质量百分数表示，按下式进行计算：

$$w = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中： m_0 ——炭黑试样的质量，g；

m_1 ——试验筛接收盘中炭黑的质量，g；

w ——细粉含量，%。

6.2 试验结果取两个测定值的平均值，按 GB 8170 进行修约，精确至 0.1%。

7 允许差

两次试验结果之差不超过平均值的 50%。

8 试验报告

8.1 试验报告应包括如下内容：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 样品的编号和标志；
- c. 两次测定结果的平均值；
- d. 在本标准中没有规定的操作步骤；
- e. 试验中出现的异常现象。

六、橡胶用造粒炭黑粒子磨损量的测定

Rubber compounding ingredients—Carbon black ,
pelletized—Determination of pellet attrition

GB/T 14853.3—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用造粒炭黑粒子磨损量的测定。

本标准适用于各类橡胶用造粒（干法和湿法）炭黑粒子磨损量的测定。

2 引用标准

GB 3779 炭黑包装、贮运、采样及验收方法

GB 6003 试验筛

GB 8170 数值修约规则

GB/T 14853.2 橡胶用造粒炭黑细粉含量的测定

3 方法提要

将炭黑试样倒入振筛机的试验筛中，按 GB/T 14853.2 测试细粉含量并将细粉炭黑倒掉。再继续振筛 15min，准确称量留在试验筛接收盘中炭黑的质量，按公式计算磨损量，其结果以百分数表示。

4 仪器、设备

4.1 机械振筛机：符合 GB/T 14853.2.4.1 条规定。

4.2 试验筛： $\phi 200 \times 25/125$ 符合 GB 6003R40/3 系列，6 个。

4.3 试验筛接收盘：5 个。

4.4 筛盖。

4.5 底部接收盘。

4.6 样品缩分器：缩分器两边有 6 个或更多的平行沟槽，用来将炭黑样品分为两份。

4.7 小铲。

4.8 天平：精确至 0.1g。

5 步骤

5.1 按 GB 3779 抽取炭黑样品，并按下列方法制备炭黑试样。

5.1.1 将抽取的炭黑样品通过样品缩分器至少二次。

5.1.2 从样品缩分器接收盘中小心取出大约 25 ~ 28g 炭黑试样二份。

5.1.3 准确称量每份炭黑试样 25.0g, 精确至 0.1g。

5.2 把称好的炭黑试样倒入 $\phi 200 \times 25/125$ 试验筛中。

注: 当用 6 个试验筛组合时, 可对 6 份试样同时进行测试, 以获得 3 组测试数据。

5.3 盖好筛盖并将筛组放入振筛机中, 紧固筛组以防有任何松动。

5.4 启动振筛机, 锤击振筛 5min。

5.5 从振筛机中取出筛组, 倒掉留在每个试验筛接收盘中的炭黑。

5.6 重新叠起试验筛并将筛组装回振筛机, 锤击振筛 15min。

5.7 取出筛组称量留在每个试验筛接收盘中炭黑的质量, 精确至 0.1g。

5.8 清理干净每个试验筛和底部接收盘以便下一次试验。

6 结果表示

6.1 造粒炭黑磨损量以质量百分数表示, 其结果精确至 0.1%, 按下式进行计算:

$$w = \frac{m}{m_s} \times 100$$

式中: w ——造粒炭黑的磨损量, %;

m ——锤击振筛 15min 后底部接收盘中炭黑的质量, g;

m_s ——炭黑试样的质量, g。

6.2 试验结果取两个测定值的平均值, 按 GB 8170 进行修约, 精确至 0.1%。

7 允许差

两次测试结果之差不超过平均值的 95%。

8 试验报告

8.1 试验报告应包括如下内容:

- a. 本试验依据的国家标准编号;
- b. 样品的编号和标志;
- c. 两次测试结果的平均值;
- d. 在本标准中没有规定的操作步骤;
- e. 试验中出现的异常现象。

七、橡胶用造粒炭黑堆积强度的测定

Rubber compounding ingredients—Carbon black ,
pelletized——Determination of mass strength

GB/T 14853.4—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用造粒炭黑粒子堆积强度的测定。

本标准适用于各类橡胶用造粒（湿法和干法）炭黑堆积强度的测定。

2 引用标准

GB 3779 炭黑包装、贮运、采样及验收方法

GB 8170 数值修约规则

3 方法提要

测定一定圆柱体积的造粒炭黑总体强度，其结果以力的单位（N）表示。

4 仪器、设备

4.1 堆积强度试验机（见图 12-8）

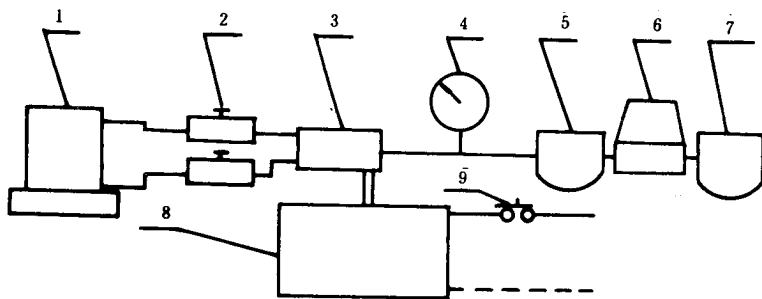


图 12-8 堆积强度试验机原理图

1— $\phi 38.1 \times 254.0$ 冲程气缸（两端头有缓冲垫）；2—气流控制阀；

3—四通电磁阀；4—气压表（量程 0~0.69MPa）；5—雾化式加油器；

6—空气调节阀；7—空气过滤器；8—复位计时器及外壳；9—按钮

4.2 校正块： $\phi 47\text{mm} \times 250\text{mm}$ ，由圆木制成。

4.3 台秤：量程 0~50kg，用于气压表的校准。

4.4 溢流杯：由镀锌铁皮制成，用于盛装多余的造粒炭黑。

4.5 直尺或刮刀：用于刮去圆缸上方多余的造粒炭黑。

5 堆积强度试验机气压表的校正

5.1 取掉堆积强度试验机气压表上的面板，换上一块用铝或其他材料制作的空白面板。

5.2 把台秤放在堆积强度试验机圆缸下面，随着滑动门的开启，使校正块穿过圆缸直至台秤盘上。校正块的顶部靠近圆缸的顶部。校正块必须能自由地在圆缸中活动，不得与圆缸内壁相蹭。在放置校正块的同时，调整台秤置零刻度，并在空白板上标上零刻度记号。

5.3 调节空气调节阀，直到气压表上的指针从零位移动到气压表总负荷的 $1/3$ 或 $1/3$ 以上的位置。

5.4 按下计时器按钮，使活塞缓慢下降与校正块相抵，用台秤称取活塞产生的等量质量。

5.5 重复 5.4，调节空气调节阀，直到获得 50N 的任一倍数，将这些数值标刻在面板上。

5.6 在 50N 刻度之间，分为 5 等份，每等份为 10N。最后以台秤的精度校准这些刻度。

5.7 利用校正好的面板，标定其他面板的刻度，要求与校正好的面板刻度相符并经台秤检查。

注：校正后的面板至少一月校准一次或根据需要进行更频繁的校准。

6 步骤

6.1 按 GB 3779 抽取炭黑样品。

6.2 用毛刷刷净粘附在圆缸中的炭黑。闭合滑动门，放好溢流杯，将炭黑样品倾入圆缸中以至在圆缸上面形成一个圆锥体。持直尺或刮刀成垂直状态，紧贴圆缸边缘，一次把圆缸上面的炭黑刮平，使表面成水平状。

6.3 调节气流阀，选择适当压力，直到压力表上指示出所需的数值为止。

6.4 按下计时器按钮，启动机械装置，让空气进入气缸内，使活塞缓慢下降至试样上，然后在试样上压 $10s_0$ 。

6.5 当活塞返回到原始位置时，打开滑动门以观察圆缸里面的情况，若发现压缩后的炭黑形成环或桥形，说明达到了测试终点，并记录压力表所指示的数值。若圆缸内无炭黑保留，说明未达到终点。

6.6 按 6.2~6.5 重复上述操作，测试另一份炭黑试样。

7 结果表示

7.1 受压造粒炭黑在圆缸内形成环或桥所需的最低力作为造粒炭黑堆积强度。

7.2 试验结果取两个测定值的平均值，按 GB 8170 进行修约，精确至 1N。

8 允许差

两次测试结果之差不超过平均值的 11%。

9 试验报告

9.1 试验报告应包括如下内容：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 样品的编号和标志；
- c. 两次测试结果的平均值；
- d. 试验中出现的异常现象。

八、橡胶用造粒炭黑粒子尺寸分布的测定

Rubber compounding ingredients—Carbon black ,
pelletized—Determination of pellet size distribution

GB/T 14853.5—93

本标准等效采用国际标准 ISO 8511—1987《橡胶配合剂——造粒炭黑——粒子尺寸分布的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用造粒炭黑粒子尺寸分布的测定。

本标准适用于各类橡胶用造粒（干法和湿法）炭黑粒子尺寸分布的测定。

2 引用标准

GB 3779 炭黑包装、贮运、采样及验收方法

GB 6003 试验筛

GB 8170 数值修约规则

3 方法提要

将一定量造粒炭黑通过一组不同规格的试验筛，称量留在每个试验筛中炭黑的质量，计算炭黑粒子尺寸的分布。

4 仪器、设备

4.1 机械振筛机：振筛机能均匀地转动并对一叠直径为 200mm 的试验筛做敲击运动。

振筛机转速为 280 ~ 320r/min，敲击频率为 2.3 ~ 2.7Hz (140 ~ 160min⁻¹)。筛盖的中央固定一个软木塞 (不能用橡胶或其他材料代替)，木塞高出筛盖 3 ~ 9mm。

4.2 试验筛：直径 $\phi 200 \times 25/2.00$ 、 $\phi 200 \times 25/1.00$ 、 $\phi 200 \times 25/500$ 、 $\phi 200 \times 25/250$ 、 $\phi 200 \times 25/125$ ，符合 GB 6003 R40/3 系列。

4.3 筛底接收盘。

4.4 筛盖。

4.5 样品缩分器，缩分器两边有 6 个或更多的平行沟槽，用来将炭黑样品分为两份。

4.6 天平：精确至 0.1g。

4.7 容器：用来盛装炭黑试样或试验过的炭黑。

5 步骤

5.1 按下列方法制备试样：

5.1.1 按 GB 3779 抽取炭黑样品。

5.1.2 将炭黑样品通过缩分器至少二次，以获得均匀的炭黑试样。准确称取两份炭黑试样，每份质量为 $100.0 \pm 10.0\text{g}$ ，精确至 0.1g。

5.2 按下列顺序从底到顶把试验筛叠起：

底部接收盘、 $\phi 200 \times 25/125$ 、 $\phi 200 \times 25/250$ 、 $\phi 200 \times 25/500$ 、 $\phi 200 \times 25/1.00$ 、 $\phi 200 \times 25/2.00$ 。

5.3 将炭黑试样倒入顶部试验筛中，装上筛盖并将筛组装入振筛机。

5.4 启动振筛机，锤击振筛 60^{+10}_0s 。

5.5 取掉顶盖，取出筛组，取掉筛盖，分别称量留在每个试验筛中和底部接收盘中的炭黑，精确至 0.1g，记录数据。

5.6 按 5.4 至 5.5 进行重复操作，以获得平行测定结果。

6 结果表示

6.1 按下式计算造粒炭黑粒子尺寸的分布，计算结果填入表 12-6。

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中： m_1 ——振筛后试验筛中或底部接收盘中的炭黑，g；

m_0 ——试样的质量，g。

表 12-6

试验筛标记	试验筛中炭黑的质量，g	百分含量，%
$\phi 200 \times 25/2.00$		
$\phi 200 \times 25/1.00$		

续表

试验筛标记	试验筛中炭黑的质量，g	百分含量，%
φ200×25/500		
φ200×25/250		
φ200×25/125		
底部接收盘		
总 计		

6.2 相加表 1 所列试验筛中和底部接收盘中炭黑的质量，若发现损失量超过 2%，本次试验无效。

6.3 试验结果取两个测定值的平均值，按 GB 8170 进行修约，其结果精确至 0.1%。

7 允许差

符合表 12－7 中的规定。

表 12－7

试验筛标记	两次测定结果之差不超过平均值的，%
φ200×25/2.00	26.8
φ200×25/1.00	8.7
φ200×25/500	12.9
φ200×25/250	19.9
φ200×25/125	44.8
底部接收盘	52.2

8 试验报告

8.1 试验报告应包括如下内容：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 样品的编号和标志；
- c. 两次测试结果的平均值；
- d. 本标准中没有规定的操作步骤；
- e. 试验中出现的异常现象。

九、橡胶用造粒炭黑单个粒子破碎强度的测定

Rubber compounding ingredients—Carbon black , pelletized— Determination of individual pellet crushing strength

GB/T 14853.6—93

代替 GB 3780.16—83

本标准参照采用国际标准 ISO 8942—1988《橡胶配合剂——造粒炭黑——单个粒子破碎强度的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用造粒炭黑单个粒子破碎强度的测定。

本标准适用于各类橡胶用造粒（干法和湿法）炭黑单个粒子破碎强度的测定。

2 引用标准

GB 3779 炭黑包装、贮运、采样及验收方法

GB 6003 试验筛

GB 8170 数字修约规则

3 方法提要

用筛取方法选取若干炭黑试样，将其放入粒子强度测定仪的两个可施加作用力的平板之间进行测定。记录当粒子破碎时所施加的力。

4 设备、仪器

4.1 粒子强度测定仪：能测定单个粒子的破碎强度，以 mV 为单位，并具有以下的特性：

4.1.1 粒子强度测定仪两施加力平板应在整个测试过程中保持水平状态。上平板应透明，以便对试验中的粒子进行观察。

4.1.2 能在恒速下施加力，速度范围 $5 \times 10 \sim 25 \times 10 \text{ mN/s}$ 。

4.1.3 测力系统的精度为 $1 \times 10 \text{ mN}$ 。

4.1.4 底板和施力机构应被牢固固定，以防在试验前引起粒子的滚动。

4.1.5 有校正系统。可利用砝码和测力装置进行校正，要求校正装置的精度高于试验仪器的精度。

注：可利用称量范围为 200g 托盘天平改为单个粒子强度测定仪，将力的施加装置置于天平托盘

上。

4.2 机械振筛机。

4.3 试验筛： $\phi 200 \times 25/1.40$ 和 $\phi 200 \times 25/1.70$ 符合 GB 6003，R40/3 系列。

4.4 筛盖。

4.5 筛底接收盘。

4.6 样品缩分器：缩分器两边有 6 个或更多的平行沟槽，用来将炭黑样品分为两份。

4.7 浅盘：大约 300mm 长。

4.8 玻璃表面皿： $\phi 90\text{mm}$ 。

4.9 镊子：镊子尖端包以海绵。

5 试样制备

5.1 根据 GB 3779 抽取试验炭黑样品。

5.2 将足够量的炭黑样品通过缩分器至少两次以获得有代表性的炭黑样品大约 100g。

5.3 把大约 100g 炭黑样品倒入 $\phi 200 \times 25/1.70$ 试验筛中并按下列顺序从底到顶把接收盘及试验筛叠起：筛底接收盘， $\phi 200 \times 25/1.40$ 、 $\phi 200 \times 25/1.70$ 试验筛。装好筛盖将筛组装入振筛机上，紧固筛组以防有任何松动。

5.4 将敲击锤置于停止状态，启动振筛机，振筛 60^{+10}_0 s 。

5.5 取出 $\phi 200 \times 25/1.40$ 试验筛，倒出大约 45 颗炭黑粒子在浅盘的一端轻轻倾斜并振动浅盘使大部分球状粒子滚到浅盘的另一端。

5.6 将大约 25 颗球状粒子装入表面皿备用。

6 步骤

6.1 用砝码或测力装置校正粒子强度测定仪，使其达到规定的精度。

6.2 将选好的大约 25 颗炭黑试样小心轻轻倒入粒子强度测定仪的样品槽中，也可用包有海绵的镊子夹取炭黑粒子。

6.3 按仪器说明书规定操作仪器，直到 20 颗粒子全被测试完。取下仪器自动记录结果，清扫底盘和压力脚，去掉剩余的炭黑粒子以准备下一次测试。

7 结果表示

7.1 单个粒子破碎强度以 20 个粒子破碎强度的平均值表示，单位 mN，计算值精确至整数位。

7.2 如需要，可计算其他的值，如最高值、最低值和 5 个最高数据的平均值等。

7.3 试验结果取值：

a. 试验结果取值取整数位；

b. 数值修约按 GB 8170 有关规定进行。

8 允许差

两次测试结果之差不超过平均值的 31%。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 样品的编号和标志；
- c. 20 颗炭黑粒子试验结果的平均值；
- d. 本标准中没有规定的操作步骤；
- e. 所用设备的详细技术要求；
- f. 施加力的速度；
- g. 所要求的其他粒子破碎强度值；
- h. 试验中出现的异常现象。

十、橡胶用造粒炭黑技术条件

Rubber compounding ingredient—Carbon black , pelletized—Specification

GB/T 14853.7—94

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶用造粒炭黑技术要求，试验方法和检验规则。

本标准适用于各类橡胶用造粒（干法和湿法）炭黑。

2 引用标准

GB 3778 橡胶用炭黑技术条件

GB 3779 炭黑包装、贮运、采样及验收方法

GB 8170 数值修约规则

GB/T 14853.1 橡胶用造粒炭黑倾注密度的测定

GB/T 14853.2 橡胶用造粒炭黑细粉含量的测定

3 技术要求

各类橡胶用造粒炭黑优等品和一等品除符合 GB 3778 中规定的指标要求外，还应符合表 12-8 技术要求。

表 12－8

产品名称	项 目		
	倾注密度 kg/m ³	细粉含量 ,% ≤	
		散 装	袋 装
N110	335 ± 50	—	—
N121	320 ± 50		
N219	440 ± 50		
N220	345 ± 50		
N231	390 ± 50		
N234	320 ± 50		
N299	335 ± 50		
S212	400 ± 50		
N326	465 ± 50		
N330	375 ± 50		
N332	375 ± 50	7.0	10.0
N339	345 ± 50	—	—
N347	335 ± 50		
N351	345 ± 50		
N375	345 ± 50		
S315	450 ± 50		
N472	255 ± 50		
N539	385 ± 50		
N550	360 ± 50		
N630	465 ± 50		
N642	513 ± 50		
N650	370 ± 50		
N660	425 ± 50		
N754	495 ± 50		
N762	505 ± 50		
N774	495 ± 50		
天然气半补强炭黑	550 ± 50		
天然气槽法炭黑	365 ± 50		

注：用户有特殊要求时由供需双方协商解决。

4 试验方法

4.1 细粉含量的测定按 GB/T 14853.2 执行。

4.2 倾注密度的测定按 GB/T 14853.1 执行。

5 检验规则

检验分出厂检验和型式检验

5.1 出厂检验：产品出厂时必须进行的各项检验，其检验项目包括 GB 3778 中规定的出厂检验项目和倾注密度项目。

5.2 型式检验：对产品质量进行全面考核，下列情况之一者，应执行型式检验。

- a. 新产品和老产品转厂生产的试制定型鉴定。
- b. 正式生产后，如原料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时。
- c. 正常生产时，应每月进行一次检验，以考核产品质量的稳定性。
- d. 产品长期停产后恢复再生产时。
- e. 出厂检验结果与上次检验结果有较大差异时。
- f. 国家质量监督机构进行质量评比和型式检验要求时。

5.3 数值修约按 GB 8170 有关规定进行。

6 判定规则

6.1 出厂检验：其中有一项未达到该产品品级出厂检验规定的技术指标，则该产品判为下一个等级品或不合格品。

6.2 型式检验：其中有一项未达到该产品品级规定的技术指标，则该产品判为下一个等级品或不合格品。

7 包装、贮运、采样及验收

符合 GB 3779 的规定。

第三节 乙炔炭黑的有关测定

一、乙炔炭黑 pH 值的测定

Acetylene black—Determination of pH value

GB/T 3781.4—93

代替 GB 3781.4—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙炔炭黑 pH 值的测定方法。

本标准适用于乙炔炭黑 pH 值的测定。

2 引用标准

GB 679 化学试剂 95%乙醇

GB 1263 化学试剂 磷酸氢二钠

GB 1274 化学试剂 磷酸二氢钾

GB 1291 化学试剂 邻苯二甲酸氢钾

GB 6682 实验室用水规格

3 仪器

3.1 工业天平：精确至 0.1g。

3.2 分析天平：精确至 0.1mg。

3.3 酸度计：精度为 0.1pH。

3.4 烧杯：250mL 以上。

3.5 表面皿：直径 100mm。

3.6 电热板或电热炉。

3.7 电动离心机：可控制在 1 000r/min 以上。

4 试剂

4.1 95%乙醇 (GB 679)：分析纯。

4.2 磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4 , GB 1263)：分析纯。

4.3 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4 , GB 1274): 分析纯。

4.4 邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$, GB 1291): 分析纯。

4.5 符合 GB 6682 三级水的要求。使用前应将其放入一个耐化学腐蚀的玻璃容器中煮沸 5~10min, 并加盖冷却, 放置时间不超过 30min。

5 步骤

5.1 试验室中应无酸、碱气体。测定时, 试样温度应力求与缓冲溶液一致。

5.2 称取试样 5g, 精确至 0.2g, 移入 250mL 烧杯 (3.4) 中, 加入新煮沸并冷却的蒸馏水 150mL, 若试样不为水浸润, 可加入 3~5mL 乙醇, 在电热炉或电热板上煮沸 5min, 注意不允许煮沸至干。

5.3 取下烧杯, 盖上表面皿, 冷却至室温。

5.4 倾去上层清液, 将炭黑浆状物移入离心瓶中在电动离心机 (3.7) 上, 离心 2min。

5.5 取下离心瓶, 倾去上层清液, 留下炭黑泥浆。

5.6 在试验温度下, 按仪器操作程序用与炭黑 pH 值相近的标准缓冲溶液 (见附录 A) 校正仪器。

5.7 将炭黑泥浆移入小烧杯中, 用玻璃棒充分搅拌, 将洁净的甘汞电极与玻璃电极的整个球都插入炭黑泥浆中, 让炭黑泥浆很好地粘着在电极周围。按仪器操作程序进行测量。

5.8 再次用搅拌棒充分搅拌炭黑泥浆并测量, 重复此操作, 直到连续三次的测量值变化不超过 0.1pH 值为止, 取其平均值。

6 结果表示

6.1 试样的 pH 值以 pH 计所显示的数字表示。两次测定结果之差不得超过 0.3pH。

6.2 试验结果修约至整数位。

7 试验报告

试验报告应包括下列项目:

- 本试验依据的国家标准编号;
- 试样的类别和标志;
- 两次试验结果的平均值;
- 注明与规定的试验步骤不同之处;
- 试验日期。

附 录 A

标准缓冲溶液

(补充件)

表 A1

标准缓冲溶液

序 号	试剂名称	溶液浓度 , g/L	试剂处理	蒸馏水的水质要求	试剂等级
1	邻苯二甲酸氢钾 KHC ₈ H ₄ O ₄	10.12	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
2	磷酸二氢钾 KH ₂ PO ₄	3.388	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
	磷酸氢二钠 Na ₂ HPO ₄	3.533	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
3	磷酸二氢钾 KH ₂ PO ₄	1.179	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
	磷酸氢二钠 Na ₂ HPO ₄	4.302	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯

表 A2

标准缓冲溶液 pH 值

序号	温度 , °C pH 值 溶液	0	10	20	25	30	35	40	50
1	10.12g/L 邻 苯 二 甲 酸氢钾	4.003	3.998	4.002	4.008	4.015	4.024	4.035	4.060
2	3.388g/L 磷 酸 二 氢 钾 + 3.533g/L 磷 酸 氢 二 钠	6.984	6.923	6.881	6.865	6.853	6.844	6.838	6.833
3	1.179g/L 磷 酸 二 氢 钾 + 4.302g/L 磷 酸 氢 二 钠	7.534	7.472	7.429	7.413	7.400	7.389	7.380	7.367

二、乙炔炭黑粗粒分的测定

Acetylene black—Determination of grit content

GB/T 3781.5—93

代替 GB 3781.5—83

本标准 A 法参照采用国际标准 ISO 1437—1985《橡胶配合剂——炭黑筛余物的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙炔炭黑粗粒分的测定方法。

本标准适用于乙炔炭黑粗粒分的测定。

2 A 法（仲裁法）

2.1 原理

控制水流压力冲洗已知质量的乙炔炭黑，使之通过试验筛，干燥试验筛并称量残留物。

2.2 仪器

2.2.1 水洗筛余物测定仪。图 12-9 为该仪器的主要部件原理示意图。国产 TBY-60 水洗筛余物测定装置符合本标准要求。

2.2.1.1 试验筛：150 μ m（100 目）。

2.2.1.2 漏斗或容器：底部和试验筛相组合。

2.2.1.3 喷嘴：在控制压力范围内，喷出洁净的水以冲洗试样，使其通过试验筛。

2.2.1.4 水压调节装置。

2.2.1.5 过滤器：安装在供水管线上的金属丝网，其孔径至少应与试验筛相同。

2.2.2 恒温干燥箱：能控制 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

2.2.3 分析天平：精确至 0.1mg。

2.2.4 干燥器。

2.2.5 工业天平：精确至 0.2g。

2.2.6 烧杯：1 000mL。

2.3 试剂

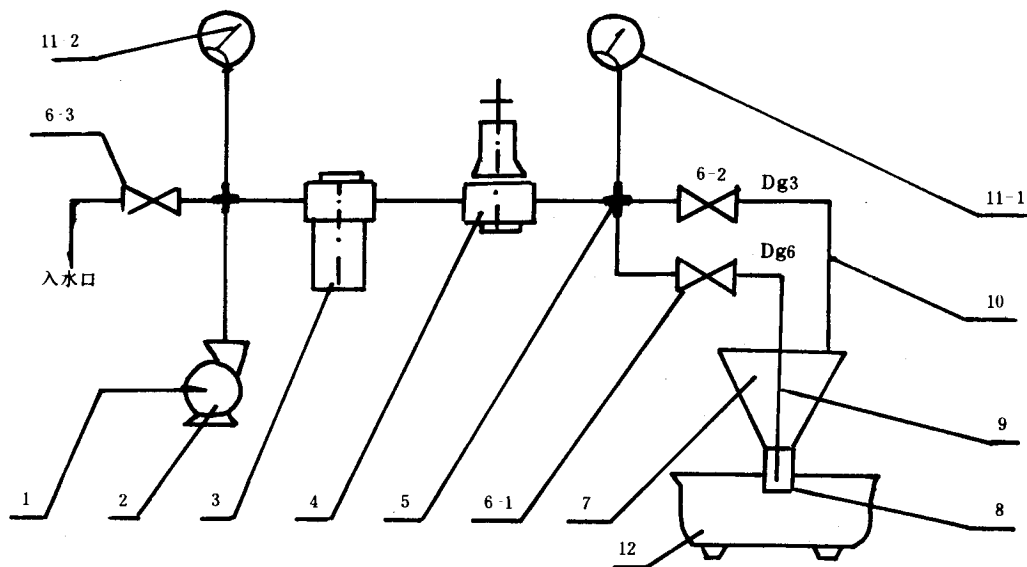


图 12-9 水洗筛余物测定仪原理示意图

1—入水管；2—清水泵；3—水过滤器；4—水压力调节器；
5—管件；6—水阀；7—炭黑贮斗（漏斗）；8—试验筛（过滤网）；
9—水喷嘴；10—冲洗软管；11—压力表；12—水槽

2.3.1 95%乙醇（GB 679）：分析纯。

2.3.2 5%乙醇溶液：量取 53mL 95% 的乙醇溶液于 1 000mL 量筒中，加水稀释至标线。

2.4 步骤

2.4.1 用工业天平称取 50g 试样，精确至 0.2g。

2.4.2 将试样放入洁净的 1 000mL 烧杯（2.2.6）中，加入 5% 的乙醇溶液（2.3.2）约 200mL，并不断用玻璃棒搅拌，使之成糊状为止。

2.4.3 试验前应清洗装在供水管线上的过滤器。

2.4.4 调节水压到规定的压力 $0.21 \pm 0.04\text{MPa}$ 。把试验筛（2.2.1.1）安装到漏斗或容器（2.2.1.2）上，用水冲洗 3min，检查试验筛网，如未见颗粒状物，则装置可使用。

2.4.5 开始冲水，将烧杯中的糊状物分数次倒入漏斗或容器中，仔细操作使全部试样通过筛网。

2.4.6 从漏斗或容器的周边冲洗试样，连续冲洗筛上的残留物直到通过筛网的水清澈为止。

2.4.7 取下试验筛，用手轻轻地破碎未冲下的块状试样，但不要用力太大以免筛网变形。

2.4.8 按上述方法（2.4.6，2.4.7）将试验筛再冲洗 2min。

2.4.9 取下带残留物的试验筛，放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱（2.2.2）中干燥 1h。

2.4.10 取出试验筛，移入干燥器（2.2.4）中冷却 30min，称量（ m_1 ），精确至 0.1mg。用细毛刷将筛余物从筛板上刷下，再称试验筛（ m_2 ），精确至 0.1mg。

2.5 结果表示

粗粒分 G 以质量百分率表示，按式（1）计算：

$$G = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——试验筛加粗粒分的质量，g；

m_2 ——试验筛的质量，g；

m_0 ——试样的质量，g。

计算结果准确至 0.01%，以一次测定结果为准。

2.6 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 试样的类别和标志；
- c. 试验筛的规格；
- d. 设备型号及水压；
- e. 注明干燥箱温度；
- f. 试验方法及结果；
- g. 试验日期。

3 B 法

3.1 原理

精确地称取一定量的试样于烧杯中，加入乙醇的稀溶液为润湿剂，调制成糊状后，倒入 $150\mu\text{m}$ （100 目）的试验筛中，用自来水冲洗。然后干燥并称量留在筛上的残留物，即为粗粒分。

3.2 试剂

3.2.1 95% 乙醇（GB 679）：分析纯。

3.2.2 5% 乙醇溶液：量取 53mL95% 的乙醇溶液于 1 000mL 量筒中，加水稀释至标线。

3.3 仪器

3.3.1 分析天平：精确至 0.1mg。

3.3.2 工业天平：精确至 0.2g。

3.3.3 恒温干燥箱：可控制在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

3.3.4 烧杯：1 000mL。

3.3.5 量筒：1 000mL。

3.3.6 称量瓶：矮型，直径 50mm，高 30mm。

3.3.7 试验筛：规格 150 μ m（100 目），筛框同金属筛网的连接部分的缝隙，用焊锡或环氧树脂从内侧封住。

3.3.8 橡胶刷：橡胶部分 40mm×2mm×20mm，邵尔 A 硬度 70~80 度。

3.3.9 干燥器。

3.4 试验步骤

3.4.1 用工业天平称取 50g 试样，精确至 0.2g。

3.4.2 放入洁净的 1 000mL 烧杯（3.3.4）中，加入 5% 的乙醇溶液（32.2）约 200mL，并不断用玻璃棒搅拌，使之成糊状为止。

3.4.3 调节适当自来水流。将烧杯中的糊状物分数次倒入筛中，一边用水冲洗一边用橡胶刷轻轻刷动，使试样通过筛网。

3.4.4 重复上述（3.4.3）操作，直至把烧杯中糊状物全部倒入筛中，用水冲净烧杯，直到从筛中流出的水清澈为止。

3.4.5 把筛上的残留物边用自来水冲洗边用橡胶刷把它清扫到筛子中央。

3.4.6 将筛连同残留物放入恒温干燥箱（3.3.3），保持温度 105±2℃，干燥 30min。

3.4.7 带有残留物的筛放入干燥器，冷却至室温，约 30min 后，将残留物移入已知质量的称量瓶中，称量，精确至 0.1mg。

3.5 结果表示

粗粒分 G 以质量百分率表示，按式（2）计算：

$$G = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_1 ——残留物的质量，g；

m ——试样的质量，g。

以一次测量结果为准，结果准确至 0.01%。

3.6 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 试样的类别和标志；
- c. 注明与规定的试验步骤不同之处；
- d. 记录试验中出现的异常现象；
- e. 试验日期。

三、乙炔炭黑视比容的测定

Acetylene black—Determination of apparent specific volume

GB/T 3781.6—93

代替 GB 3781.6—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙炔炭黑视比容的测定方法。

本标准适用于乙炔炭黑在规定的条件下沉实体积的测定。

2 仪器

2.1 分析天平：精确至 1mg。

2.2 具塞量筒：50mL，分度 1mL。

2.3 橡胶板：厚度约 6mm，邵尔 A 硬度 70~80。

3 步骤

3.1 称取试样 2g，精确至 1mg，置于 50mL 具塞磨口量筒中，盖上塞子。

3.2 从高约 5cm 处垂直向橡胶板作自由跌落动作。

3.3 重复（3.2）操作，直到试样在量筒内体积不变为止，记录沉实后试样的体积。

4 结果表示

视比容 A (mL/g) 按式（1）计算：

$$A = \frac{V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V ——沉实后试样的体积，mL；

m ——试样质量，g。

计算结果取整数位。

5 允许差

两次测定结果之差不得超过 0.5mL/g。

6 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 试样的类别和标志；
- c. 两次试验结果的平均值；
- d. 注明与规定的试验步骤不同之处；
- e. 试验日期。

四、乙炔炭黑吸碘值的测定

Acetylene black—Determination of iodine absorption number

GB/T 3781.7—93
代替 GB 3781.7—83

本标准参照采用国际标准 ISO 1304—1985《炭黑吸碘值的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙炔炭黑吸碘值的测定方法。

本标准适用于乙炔炭黑吸碘值的测定。

2 原理

将乙炔炭黑试样干燥、称量并与一定量体积的碘标准溶液剧烈地混合，然后把这混合物离心分离。取一定体积的分离后的清澈碘液，用标准的硫代硫酸钠溶液滴定。由滴定值和样品重量计算乙炔炭黑的吸碘值。

3 试剂

3.1 碘 (GB 675): 分析纯。

3.2 碘化钾 (GB 1272): 分析纯。

3.3 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, GB 637): 分析纯。

3.4 碘酸钾 (GB 651): 基准试剂。

3.5 碘化汞: 分析纯。

3.6 硫酸 (GB 625): 比重 1.84, 分析纯。

3.7 可溶性淀粉: 分析纯。

3.8 试验用水: 应符合 GB 6683 三级水的要求, 新鲜蒸馏水或用其他方法制备的同等纯度的水。

4 仪器

- 4.1 分析天平：精确至 0.1mg。
- 4.2 恒温干燥箱：可控制在 $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.3 电动振荡机：国际型或康氏。
- 4.4 电动离心机：转速在 1 000r/min 以上。
- 4.5 无分度移液管：50mL，20mL。
- 4.6 滴定管：50mL，25mL。
- 4.7 容量瓶：具塞，1 000mL。
- 4.8 三角烧瓶：具塞，125mL，150mL，250mL。
- 4.9 漏斗：短颈，直径 75mm。
- 4.10 离心管。

5 溶液的配制与标定

5.1 淀粉指示剂：2.5g/L。

称取 2.5g 粉状的可溶性淀粉和 2mg 碘化汞，放入 50mL 的烧杯中，加入 25mL 水搅拌均匀，将上述淀粉/碘化汞悬浮液立即注入 1 000mL 沸腾着的水中，同时加以搅拌，煮沸不少于 10min，以保证充分溶解，使之冷却至室温，将上部澄清溶液倾入具塞的玻璃瓶中。

5.2 碘酸钾/碘化钾溶液： $c(1/6\text{KIO}_3) = 0.03941\text{mol/L}$ 。

5.2.1 将适量的碘酸钾放在 $125 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱（4.2）中干燥 1h，移入干燥器中冷却至室温。

5.2.2 在 1 000mL 容量瓶中，将 45g 碘化钾溶于约 200mL 的水中，然后再加入 1.4058g 新干燥的碘酸钾（5.2.1），精确至 0.0001g，当完全溶解后，用水稀释到 1 000mL。

5.3 硫代硫酸钠溶液： $c(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.03941\text{mol/L}$ 。

5.3.1 配制：称取含 5 个结晶水的硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）9.79g，精确至 0.005g，约用 500mL 蒸馏水溶于 1 000mL 容量瓶中加入 5mL 正戊醇或 0.01g 碘化汞，摇动容量瓶中的溶液，使其充分混合，用水稀释至 1 000mL，剧烈振摇瓶中的溶液，以保证稀释均匀。

5.3.2 标定：静置 24h 后，用碘酸钾/碘化钾基准溶液（5.2）标定硫代硫酸钠溶液（5.3），按以下步骤操作：

a. 准确吸取 25mL 的碘酸钾/碘化钾（5.2）置于 250mL 三角瓶中，加入 3mL 约为 20%（m/m）的硫酸溶液，使其游离出碘，用硫代硫酸钠溶液进行滴定，直到呈现浅黄色时，加入约 5mL 淀粉溶液（5.1）继续滴定，直到加入 1 滴硫代硫酸钠溶液由蓝色变为无色时，即为终点。滴定管的读数应读准到 0.01mL。

b. 按公式 (1) 计算硫代硫酸钠溶液的浓度 c_1 :

$$c_1 = \frac{25 \times 0.03941}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——滴定所消耗的硫代硫酸钠溶液体积, mL。

注: 浓度系数为 $25/V_1$, 如有必要可调整到 1.00。

5.4 碘标准溶液: $c(1/2I_2) = 0.04728 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1 配制: 1.0 份碘用 9.5 份碘化钾配成 0.04728 mol/L 的溶液。

称取 57.00g 的碘化钾精确至 0.01g, 移入 1 000mL 的容量瓶中, 加入约 30mL 的蒸馏水使之溶解, 快速称取 6.01g 的碘, 精确至 0.005g, 迅速地移入上述的容量瓶中, 用蒸馏水缓慢地稀释到 1 000mL。

5.4.2 标定: 将上述配制的碘溶液放置 24h 后, 用已经标定好的硫代硫酸钠溶液标定碘溶液 (5.4), 按以下步骤操作:

a. 用移液管准确地吸取 25mL 待标定的碘溶液, 移入 250mL 的三角烧瓶中。

b. 用上述标定过的硫代硫酸钠溶液 (5.3) 滴定三角烧瓶中的碘溶液, 当碘的黄色接近消失时, 加入约 1mL 的淀粉溶液 (5.1), 继续滴定直至蓝色消失为止。

c. 按公式 (2) 计算碘溶液的浓度 c_2 :

$$c_2 = \frac{V_2 \times c_1}{25} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_2 ——滴定消耗的硫代硫酸钠溶液体积, mL;

c_1 ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/L。

当配制的碘溶液浓度高于所要求的浓度时, 可按式 (3) 确定调整到要求的浓度时所需要加入的蒸馏水体积 V :

$$V = \frac{V_3 \times c_2}{c_3} - V_3 \dots\dots\dots (3)$$

式中: V_3 ——调整之前碘溶液的体积, mL;

c_2 ——调整之前碘溶液的浓度, mol/L;

c_3 ——碘溶液规定的浓度, $c(1/2I_2) = 0.04728 \text{ mol/L}$ 。

将蒸馏水按式 (3) 计算的需要量加入到碘溶液中, 塞紧瓶塞, 振摇以保证稀释均匀。

注: ①碘溶液的浓度应在 $c(1/2I_2) = 0.04723 \sim 0.04733 \text{ mol/L}$ 范围内, 方能使碘溶液标定至 $\pm 0.00005 \text{ mol/L}$ 。

②全部试剂在使用前, 贮存在棕色带塞的玻璃瓶中, 并放在暗柜中。

6 试验条件

试验最好在温度为 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ （仲裁条件）或者温度为 $27 \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 的实验室中进行试验。

建议所用仪器及试剂应在相同室温下，至少平衡几小时后再使用。

在实验室中，不应有影响试验结果的烟气或蒸气。

7 步骤

7.1 将适量的试样置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱（4.2）中，干燥 1h，移入干燥器中冷却备用。

7.2 称取上述干燥的试样 0.5g，精确至 0.0002g，置于洁净干燥的三角烧瓶中，用移液管准确地加入 50mL $c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right) = 0.04728\text{mol/L}$ 的碘标准溶液，立即塞紧瓶塞。

7.3 用手振摇 2min（100~120 次/min）或用电动振荡机振荡 2min，静止 5min，用倾泻法经玻璃棉过滤或在转速为 1000r/min 的电动离心机中离心 3min。

7.4 弃去最初滤液 3~5mL，用移液管准确吸取 20mL 滤液，注入另一洁净的三角烧瓶中。

7.5 立即用 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.03941\text{mol/L}$ 的硫代硫酸钠标准溶液滴定，当溶液呈淡黄色时，加入淀粉指示剂（5.1）3~5mL，继续滴定使蓝色变为无色即为终点。

7.6 同时做空白试验。

8 结果表示

8.1 试样的吸碘值 I （g/kg）按式（4）计算：

$$I = (V_4 - V_5) \times 126.9 c_1 \frac{5}{2m} \quad \text{..... (4)}$$

$$I = 317.2 (V_4 - V_5) \frac{c_1}{m} \quad \text{..... (5)}$$

式中： V_4 ——滴定空白碘溶液所消耗的硫代硫酸钠溶液体积，mL；

V_5 ——滴定试样碘溶液所消耗的硫代硫酸钠溶液体积，mL；

c_1 ——硫代硫酸钠溶液的浓度，mol/L；

m ——试样的质量，g。

乙炔炭黑试样质量为 0.5g 时，则公式简化为式（6）：

$$I = (V_4 - V_5) \times 25.0 \times \text{浓度系数} \quad \text{..... (6)}$$

式（6）中的浓度系数见 5.3.2 中的注。

计算结果取整数位。

8.2 允许差

两次测定结果之差不得超过 2g/kg 。

9 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 试样的类别和标志；
- c. 两次测定结果的平均值；
- d. 试验条件；
- e. 试验日期。

五、乙炔炭黑盐酸吸液量的测定

Acetylene black—Determination of hydrochloric
acid absorption number

GB/T 3781.8—93

代替 GB 3781.8—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙炔炭黑盐酸吸液量的测定方法。

本标准适用于乙炔炭黑盐酸吸液量的测定。

2 原理

根据乙炔炭黑结构发达、体积大、吸收液体能力强的特点，在试样中加入过量的盐酸，待试样充分吸收盐酸后，施加一定压力，挤出余量的盐酸，未挤出部分即为试样所吸收的盐酸量。

3 仪器

3.1 分析天平：精确至 1mg 。

3.2 秒表：精确至 0.2s 。

3.3 滴定管： 25mL （酸式）。

3.4 量筒： 10mL ，精度为 0.1mL 。

3.5 测试管：医用 20mL 中头式玻璃注射器。

3.6 容量瓶：具塞， $1\,000\text{mL}$ 。

3.7 吸液量测定仪：如图 12-10 和图 12-11 所示。

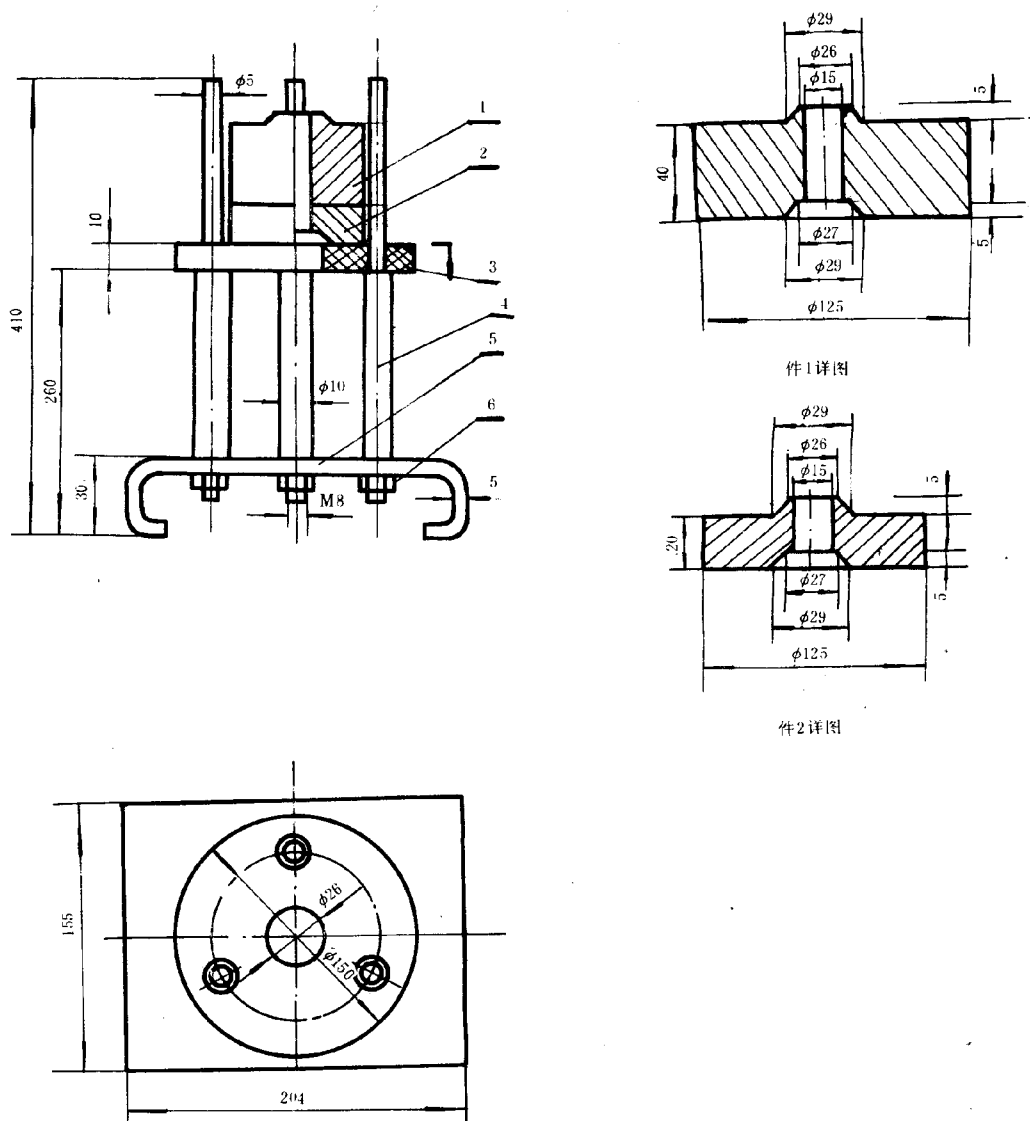


图 12-10

- 1—金属砝码, 4kg; 2—金属砝码, 2kg; 3—有机玻璃托盘; 4—柱;
5—底座; 6—螺母 M8

4 试剂

4.1 盐酸 (GB 622): 比重 1.18, 分析纯。

4.2 95% 乙醇 (GB 679): 分析纯。

4.3 盐酸 (含 5% 乙醇) 溶液: $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ 。配制: 量取约 9mL 盐酸及 50mL

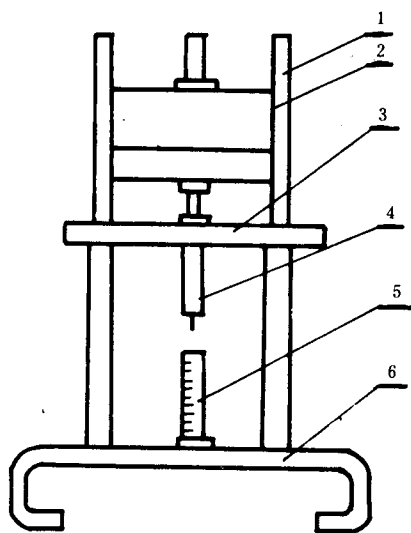


图 12-11

1—支柱；2—砝码；3—托盘；4—测试管；5—量筒；6—底座

乙醇于 1 000mL 的容量瓶中，加蒸馏水稀释至标线摇匀。

5 步骤

5.1 称取试样 1g，精确至 1mg。

5.2 放入测试管（管内事先垫好两层不透滤乙炔炭黑的玻璃纤维过滤布）。

5.3 测试管下端流液孔戴上小胶皮帽。

5.4 用滴定管缓慢地滴加 $c(\text{HCl}) = 0.1\text{mol/L}$ 盐酸 10 ~ 13mL，使炭黑试样全部浸润，停止滴加，准确地记下滴定管读数。

5.5 放置 3min 使试样得到充分吸液后，取下小胶皮帽，将测试内管缓缓推入，使溶液流入量筒（3.4）中，待测试管中空气全部排除后，把测试管放入测定仪的压孔中，（见图 12-10b）。

5.6 将量筒置于测试管流液孔下端，先加一个 2kg 砝码，立即按动秒表计时，经 1min 后，再加一个 4kg 砝码继续加压，共经 5min 压缩，立即停止试验，把最后未流下的余滴收入量筒中。

5.7 将两个砝码全部取下，记录量筒内所收集的溶液量。

6 结果表示

试样的吸液量 a (mL/g) 按下式计算：

$$a = \frac{V_1 - V_2}{m}$$

式中： V_1 ——滴定管加入盐酸溶液的量，mL；

V_2 ——量筒收集的盐酸溶液量，mL；

m ——试样的质量，g。

计算结果准确至 10%。

7 允许差

两次测定结果之差不得超过 0.15mL/g。

8 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 试样的类别和标志；
- c. 两次试验结果的平均值；
- d. 注明与规定的试验步骤不同之处；
- e. 试验日期。

六、乙炔炭黑电阻率的测定

Acetylene black—Determination of resistivity

GB/T 3781.9—93

代替 GB 3781.9—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙炔炭黑电阻率的测定方法。

本标准适用于乙炔炭黑电阻率的测定。

2 引用标准

GB/T 3780.8 炭黑加热减量的测定

3 原理

将试样放在基本绝缘的邻苯二甲酸二丁酯中，借助电动搅拌器的作用，使之分散均匀并形成稳定的悬浮体，测定悬浮体的电阻率以表征导电性的强弱。

4 A 法（仲裁法）

4.1 试剂

4.1.1 邻苯二甲酸二丁酯：分析纯。

4.1.2 95%乙醇（GB 679）：分析纯。

4.2 仪器

4.2.1 乙炔炭黑电阻率测定仪：国产 TBY-30 型符合本标准要求。

4.2.2 恒温干燥箱：可控制在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

4.2.3 干燥器。

4.2.4 分析天平：精确至 0.1mg 。

4.2.5 量筒：50mL，精度为 1mL。

4.2.6 烧杯：150mL。

4.2.7 测定池：如图 12-12 所示。

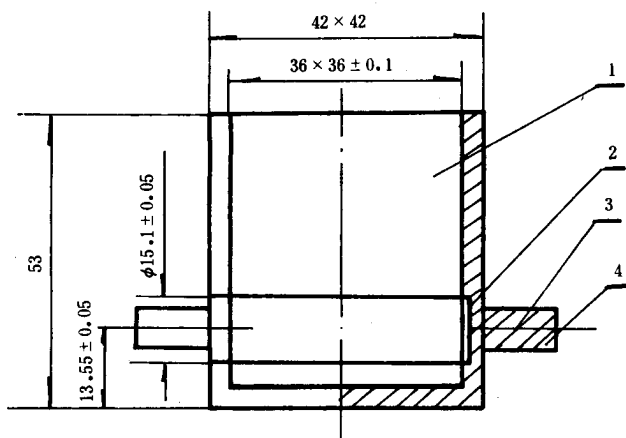


图 12-12 测定池规格

1—电阻测定池；2—银片电极，面积 1.79cm^2 ；

3—电极银丝引线；4—引线套管

4.3 步骤

4.3.1 取适量试样放入烧杯中，根据 GB/T 3780.8 的规定，置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱中干燥 1h，移入干燥器中冷却备用。

4.3.2 称取干燥后的试样 1g，精确至 0.5mg 。

4.3.3 置于洁净干燥的 150mL 烧杯（4.2.6）中，缓缓加入 50mL 邻苯二甲酸二丁酯。

4.3.4 接通 TBY-30 型乙炔炭黑电阻率测定仪（4.2.1）电源，预热 30min。

4.3.5 待试样全部浸润后，把它放到事先按仪器说明书调好的搅拌器中，将其搅拌桨放入烧杯（4.2.6）的中心位置，离底部为 13.5mm。

4.3.6 将转速调到 $1050 \sim 1100\text{r/min}$ ，将定时器调到 10min 处，立即搅拌 10min。

4.3.7 电阻率的测定

4.3.7.1 将干燥洁净的电阻率测定池（4.2.7）置于测试卡簧中，打开测量开关。

4.3.7.2 将烧杯中的悬浮液全部倒入测定池中静置 1min，按读数键，显示器上所显示的数字即为电阻率。

4.4 结果表示

试样的电阻率由显示器上直接读取，结果准确至 $0.1\Omega\cdot\text{m}$ 。

4.5 允许差

两次测定结果之差不得超过 $0.4\Omega\cdot\text{m}$ 。

4.6 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 本试验依据的国家标准编号；
- b. 试样的类别和标志；
- c. 两次测试结果的平均值；
- d. 注明与规定的试验步骤不同之处；
- e. 试验日期。

5 B 法

5.1 试剂

5.1.1 邻苯二甲酸二丁酯：分析纯。

5.1.2 95%乙醇（GB 679）：分析纯。

5.2 仪器

5.2.1 欧姆表。

5.2.2 电动搅拌器（包括微型电动机和搅拌桨）。

5.2.3 微型电动机：型式 U 25/20 - 220，25W，220V，0.37A，60C，50Hz，4 000r/min 连续。

5.2.4 搅拌桨：自制的，横向、纵向成直角焊接，直径 $\phi 3.0 \sim 3.2\text{mm}$ ，长度 40mm，材料为不锈钢，规格如图 12 - 13 所示。

5.2.5 光电转速表；国产型号为 SZG - 1 的转速表符合本标准要求。

5.2.6 自耦变压器。

5.2.7 稳压器。

5.2.8 搅拌装置和测量装置按图 12 - 14 连接。

5.2.9 测定池：如图 12 - 12 所示。

5.2.10 恒温干燥箱：可控制在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.2.11 干燥器。

5.2.12 分析天平：精确至 0.1mg。

5.2.13 秒表。

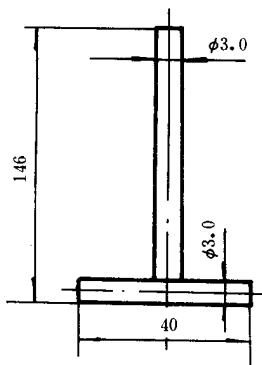


图 12-13 搅拌桨的规格

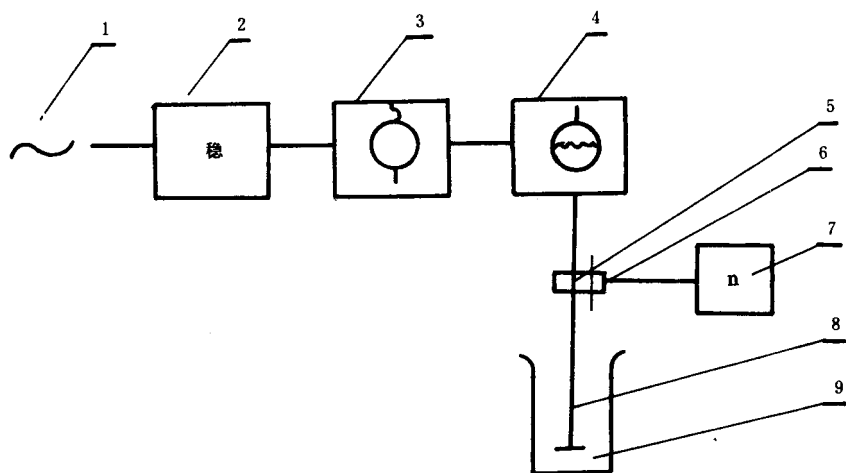


图 12-14 搅拌装置和测量转速装置连接示意图

- 1—电源；2—稳压器；3—自耦变压器；4—微型电动机；5—连轴器；
6—反光带；7—光电转速表；8—搅拌桨；9—烧杯

5.2.14 量筒：50mL，精度为 1mL。

5.2.15 烧杯：150mL。

5.3 步骤

5.3.1 取适量试样放入烧杯中，根据 GB 的规定置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱中，干燥 1h，移入干燥器中冷却备用。

5.3.2 称取上述干燥后的试样 1g，精确至 0.0005g。

5.3.3 将试样（5.3.2）置于洁净干燥的 150mL 烧杯（5.2.15）中，缓缓加入 50mL 邻苯二甲酸二丁酯（5.1.1）。

5.3.4 接通电源，用可调自耦变压器（5.2.6）把搅拌器转速调到 1 450 ~ 1 500r/min 后，切断电源。

5.3.5 待试样全部浸润后, 把它放到事先已按图 3 连接好的搅拌装置中, 使搅拌浆与烧杯外底距离为 13.5mm (如图 12-15 所示)。

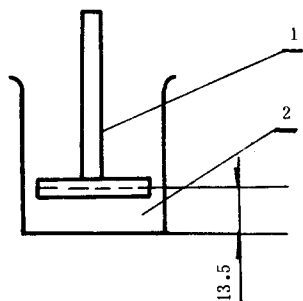


图 12-15 搅拌浆与烧杯外底距离

1—搅拌浆; 2—烧杯

5.3.6 接通电源, 由于烧杯里混合物的阻力, 电动机转速即减速到 1 050 ~ 1 100r/min。

注: 在搅拌过程中如发现转速不恒定在 1 050 ~ 1 100r/min, 立即用变压器调整。

5.3.7 立即用秒表准确地记录搅拌时间, 经 10min 后, 停止搅拌取下烧杯, 立即进行测量。

5.3.8 电阻率的测定

5.3.8.1 测量之前, 将测量装置按图 12-16 连接。

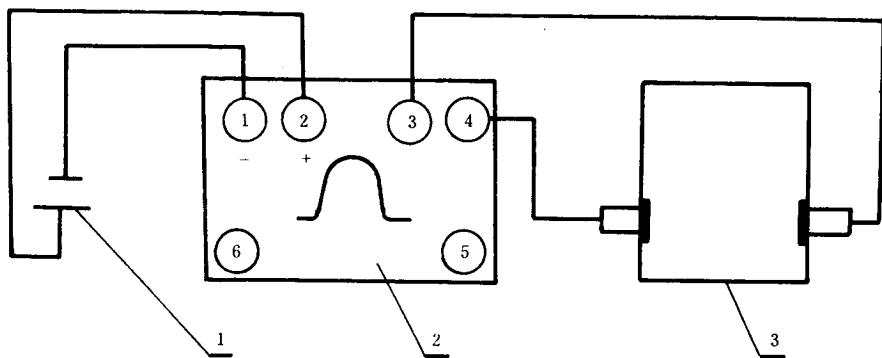


图 12-16 测量装置连接示意图

1—干电池; 2—欧姆表; ①—正极; ②—负极; ③—欧姆接线柱; ④—接地接线柱;

⑤—电阻量程选择; ⑥—零位调节; 3—电阻测定池

5.3.8.2 接通电源, 预热 10min, 调节表头指针使其短路时为零, 断开时为 ∞ 。

5.3.8.3 将干燥洁净的电阻率测定池的两个电极接到线路中, 检查表指针是否指在 ∞ , 否则应进一步清洗电阻率测定池, 达到要求后, 将量程调至 $R \times 100$ 档备用。

5.3.8.4 将烧杯中混合物全部倒入已备好的电阻率测定池中, 待倾倒完毕, 静置 1min 后读数, 准确至 2Ω 。

5.4 结果表示

试样的电阻率 R 按下式计算：

$$R = \frac{r \cdot A}{S} \approx 0.5r$$

式中： r ——测得的悬浮液电阻， $\text{k}\Omega$ ；

A ——测定池电极面积， 1.79cm^2 ；

S ——测定池两极间距离， 3.6cm 。

计算结果准确至 $0.1\Omega \cdot \text{m}$ 。

5.5 允许差

两次测定结果之差不得超过 $0.4\Omega \cdot \text{m}$ 。

5.6 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 试验依据的国家标准编号；
- b. 试样的类别和标志；
- c. 两次测试结果的平均值；
- d. 注明与规定的试验步骤不同之处；
- e. 试验日期。

七、乙炔炭黑技术条件

Acetylene black—Specification limits

GB/T 3782—93

代替 GB 3781.1—83

GB 3782—83

1 主题内容与适用范围

本标准规定乙炔炭黑（亦称乙炔黑）的产品分类、技术要求、测定方法、检验规则及包装、贮运、采样和验收方法。

本标准适用于以乙炔气为原料，在高温下进行裂解而制得的炭黑。

本标准适用于干电池、无线电元件以及橡胶制品等行业用乙炔炭黑。

2 引用标准

GB/T 3780.8 炭黑加热减量的测定

- GB/T 3780.9 炭黑灰分的测定
- GB/T 3780.12 炭黑杂质检查
- GB/T 3781.4 乙炔炭黑 pH 值的测定
- GB/T 3781.5 乙炔炭黑粗粒分的测定
- GB/T 3781.6 乙炔炭黑视比容的测定
- GB/T 3781.7 乙炔炭黑吸碘值的测定
- GB/T 3781.8 乙炔炭黑盐酸吸液量的测定
- GB/T 3781.9 乙炔炭黑电阻率的测定

3 产品分类

- 3.1 粉状品。
- 3.2 50%压缩品。将粉状乙炔炭黑压缩，使它的视比容达到粉状时的二分之一左右。
- 3.3 75%压缩品。将粉状乙炔炭黑压缩，使它的视比容达到粉状时的三分之一左右。

4 技术要求

各类别等级的乙炔炭黑，不得含有砂砾、铁屑等杂质。各项化学、物理性能检验用的试样均需通过 850 μ m（20 目）筛。

乙炔炭黑的物理、化学性能应符合表 12-9 规定。

表 12-9 乙炔炭黑技术指标

指 标 项 目	类 别 等 级	粉 状	50% 压缩品		75% 压缩品
		合格品	优等品	合格品	合格品
加热减量 ,% ≤		0.4	0.3	0.4	0.4
灰分 ,% ≤		0.3	0.2	0.3	0.3
pH 值 ¹⁾		6~8	6~8	6~8	6~8
粗粒分 ,% ≤		0.03	0.02	0.03	0.03
视比容 , mL/g		30~50	14~17	13~17	9~12
吸碘值 , g/kg		≥80	90~105	≥80	≥80
盐酸吸液量 , mL/g ≥		4.0	4.0	3.8	3.0
电阻率 , $\Omega\cdot\text{m}$ ≤		3.0	2.5	3.5	5.5

注：1) 除无线电元件用外，pH 值不做考核指标。

5 试验方法

5.1 杂质检查按 GB/T 3780.12 执行。

5.9 电阻率的测定按 GB/T 3781.9 执行，并在每次测定时用标样 SRAB1 号作对比试验。

6.1 采样方法

6.1.1 按表 12-10 的采样袋数在总体物料中, 分层、分点在不同部位随机地选出采样袋数。

选取采样袋数的规定

总体物料袋数	最少采样袋数
1 ~ 2	全部
3 ~ 8	2
9 ~ 25	3
26 ~ 100	5
101 ~ 500	8
501 ~ 1 000	13
1 001 ~ 3 000	20
3 001 ~ 10 000	32
≥ 10 001	50

6.1.3 为使采集的样品能够代表该批产品的质量，将采好的全部样品充分混合均匀，混合后组成的样品应在 300g 以上。

6.1.4 样品标签

样品盛入带有磨口的玻璃容器后，立即在外壁贴上标签，作为检验和保留的样品。
标签包括下列内容：

- a. 样品类别及编号；
b. 总体物料批号及数量；
c. 生产单位；

- d. 样品量；
- e. 采样地点；
- f. 采样日期；
- g. 采样者姓名。

6.1.5 样品的保存

6.1.5.1 样品应保存在温、湿度适宜的样品室内。

6.1.5.2 样品有效贮存期为半年。

6.2 检验分类

6.2.1 出厂检验

出厂检验项目分为干电池或无线电元件用的乙炔炭黑两种情况。

a. 干电池用乙炔黑需检验粒料分、视比容、吸碘值、盐酸吸液量和电阻率。

b. 无线电元件用乙炔炭需检验粗粒分、pH 值、视比容、吸碘值、盐酸吸液量和电阻率。

6.2.2 型式检验

对本标准中规定的技术要求全部进行检验。

6.3 验收规则

6.3.1 每个出厂批检验 1 个样品，如果有 1 项不符合相应要求，则允许复验 1 次，仍不符合要求则应降级或为不合格品。

6.3.2 型式检验如有 1 项不符合相应要求，则应复验 1 次，仍不符合要求则该时期产品应降级或判为不合格品。

6.3.3 生产厂的检验部门必须保证出厂的产品符合标准规定的要求，并在每批产品出厂同时给收方寄送产品质量合格证书。

6.3.4 用户有权按标准对产品进行检验，有权拒收不符合标准要求的产品。

6.3.5 验收期限为产品到达收货方或口岸的 30 ~ 40d 之内，如发现产品有问题时，则应按 6.1 条抽样复验，复验规则同 6.3.1 条和 6.3.2 条。

7 产品的包装、标志

7.1 生产过程结束时，按每包净重 50kg 或 10.0kg 进行包装、称量。

7.2 为了便于贮运，包装袋的形式为扁平长方体，袋口封好。

7.3 包装材料必须有足够的强度，防止在贮运过程中破损，一般内层用二层 80g 的牛皮纸外套以聚乙烯塑料袋（或在集装袋上涂覆聚乙烯）再用聚丙烯塑料编织袋集装，特殊情况由供需双方商定。

7.4 包装标志

每个包装袋正面应有醒目的标志，标志包括下列内容：

- a. 产品名称；

- b. 注册商标；
- c. 所执行标准的编号，产品质量等级；
- d. 净重；
- e. 生产厂名；
- f. 生产日期和生产批号以及“小心轻放”，注意防潮等字样。

8 产品的贮存和运输

- 8.1 产品应贮存在通风、干燥的仓库内。
- 8.2 产品堆放应整齐、清洁，注册商标、批号生产日期等标志应清晰辨认，严禁重压。
- 8.3 避免与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存，混运。
- 8.4 贮存和运输过程中应保证产品的包装清洁和不破损，凡漏出包外的产品，不得返入包内。

第四节 硅铝炭黑的有关测定和技术条件

一、硅铝炭黑包装、贮运、采样及验收方法

HG/T 2796—1996

1 范围

本标准规定了袋装硅铝炭黑包装、贮存、运输、采样及验收方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效，所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

3 产品包装

- 3.1 在生产过程结束时，按每包产品净重为 25kg 或用户要求进行包装，称量允许误差为 $\pm 0.2\text{kg}$ 。
- 3.2 产品采用袋装，包装形式为扁平长方体，袋口封好。
- 3.3 包装材料必须有足够的强度，防止在运输过程中破损并且具备防潮防污染的能力。

3.4 包装袋结构

- a) 内袋是三层 80g/m^2 牛皮纸, 外袋是内壁涂一层塑料薄膜的塑料编织袋;
b) 内袋是聚乙烯袋, 外袋为塑料编织袋;
c) 纸塑复合袋。

3.5 包装标志

每个包装袋正面应有醒目的标志，标志的内容包括：

- a) 生产厂名；
b) 产品名称、类别；
c) 注册商标；
d) 净重；
e) 生产日期。

4 产品贮存及运输

4.1 产品应贮存在通风、干燥的仓库内。

4.2 避免与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存、混运。

4.3 贮存和运输应保证产品的包装清洁和不破损，凡漏出包外的产品不得返入包内。

5 采样

5.1 采样器

为有柄不锈钢勺。

5.2 样品容器

能盛 2kg 试样的旋盖广口塑料瓶。

5.3 样品数

5.3.1 按 GB/T 6678 规定总体物料的单元数小于 500 的, 采样单元数的选取按表 12-11 的规定进行。

表 12-11

选取采样单元的规定

总体物料袋数	最少采样袋数
1 ~ 10	全部
11 ~ 49	11
50 ~ 64	12
65 ~ 81	13
82 ~ 101	14
102 ~ 125	15
126 ~ 151	16

续表

总体物料袋数	最少采样袋数
152 ~ 181	17
182 ~ 216	18
217 ~ 254	19
255 ~ 296	20
297 ~ 343	21
344 ~ 394	22
395 ~ 450	23
451 ~ 512	24

5.3.2 总体物料单元大于 500，采样单元数为 $3\sqrt[3]{N}$ （ N 为总体单元数），如遇小数时，进为整数。

5.4 采样方法

打开采样袋的袋口，用采样器在袋的中心附近采样，在每个采样袋中各取一等份混合后盛入样品容器中。试样总量 2kg。

5.5 样品标签

样品盛入容器后，立即在容器外壁上贴上标签，标签包括下列内容：

- a) 样品名称及编号；
- b) 总体物料批号及数量；
- c) 生产单位；
- d) 采样部位；
- e) 样品量；
- f) 采样日期；
- g) 采样者姓名。

5.6 采样报告

采样报告包括鉴别样品的资料，以及对检验者有用的详细说明。样品附带报告的复制件。

5.7 样品的保存

- 5.7.1 样品应保存在温、湿度适宜的样品室内。
- 5.7.2 样品有效贮存期为半年。

6 检验

产品出厂检验和型式检验按技术条件标准中规定的项目进行。

7 判定规则

出厂检验和型式检验如有一个项目未达到指标，则判定为不合格品。

8 验收

8.1 产品验收按出厂检验规定进行。

8.2 验收期限为产品送达收货方车站或口岸之日起 30d 内。

二、硅铝炭黑筛余物的测定

HG/T 2797.1—1996

1 范围

本标准规定了硅铝炭黑干法筛余物的测定方法。

本标准适于各种类型硅铝炭黑筛余物的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 6003—85 试验筛

GB 8170—87 数值修约规则

HG/T 2796—1996 硅铝炭黑包装、贮运、采样及验收方法

3 原理

将一定量的硅铝炭黑试样置于规定筛号的试验筛中，用毛刷轻轻的刷动，硅铝炭黑试样通过试验筛。留在筛网上的残余物即为筛余物。

4 装置

4.1 试验筛

试验筛网应以黄铜、磷青铜或不锈钢的金属丝编织而成，筛底应光滑。筛网的标准孔径为 $150\mu\text{m}$ ，符合 GB 6003 的规定。

4.2 毛刷：扁平、毛长不短于 2cm。

4.3 表面皿： $\phi 80\text{mm}$ 。

4.4 分析天平：精确至 0.000 1g。

4.5 工业天平：精确至 0.1g。

4.6 抽风设备（见图 12-17）。

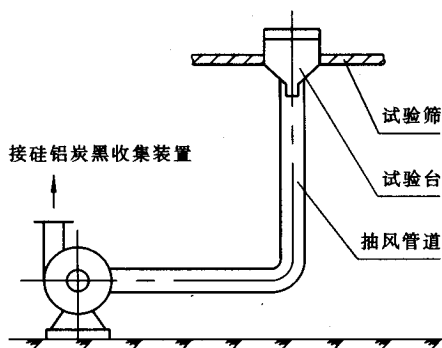


图 12-17 抽风设备示意图

5 采样

按 HG/T 2796—1996 中第 5 章进行。

6 步骤

6.1 称取试样 20g，称准至 0.1g。

6.2 将清洁、干燥的孔径为 150 μ m 的试验筛放入抽风设备的抽气口上，将称好的试样倒入试验筛内，开动抽风机。

6.3 用毛刷轻轻刷筛内试样，如果遇有未松散的硅铝炭黑颗粒时，可用手指轻擦使之松散、再继续用刷轻轻刷，直至通不过为止。

6.4 将通不过筛的筛余物移入已称量过的表面皿中，用分析天平称量，称准至 0.0001g。

7 结果表示

7.1 筛余物的结果以质量百分率表示，并按下式计算：

$$\frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

式中： m_1 ——表面皿和筛余物的质量，g；

m_2 ——表面皿的质量，g；

m ——硅铝炭黑试样的质量，g。

试验结果以一次测定结果为准。

7.2 试验结果取值

7.2.1 试验结果取小数点后二位数，然后按 GB 8170 有关规定进行修约。

8 实验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 本试验依据的标准编号；

- b) 试样的完整编号及产地；
- c) 测定结果；
- d) 在本标准中没有规定的操作方法；
- e) 记录试验中出现的异常现象。

三、硅铝炭黑吸碘值的测定

HG/T 2797.2—1996

eqv ISO 1304:1985

1 范围

本标准规定了硅铝炭黑吸碘值的测定方法。

本标准适用于各种类型硅铝炭黑吸碘值的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法（eqv ISO 3696:1987）

HG/T 2796—1996 硅铝炭黑包装、贮运、采样及验收方法

HG/T 2797.7—1996 硅铝炭黑加热减量的测定

3 原理

将硅铝炭黑试样干燥、称量，并与一定体积的标准碘溶液剧烈地混合，然后把混合物离心分离，取一定体积的分离后清澈碘溶液，用标准硫代硫酸钠溶液滴定，由滴定的体积和试样质量计算硅铝炭黑的吸碘值。

4 试剂

4.1 硫酸：密度 $1.84\text{g}/\text{cm}^3$ ，分析纯。

4.2 硫代硫酸钠：分析纯。

4.3 碘酸钾：优级纯。

4.4 碘：分析纯。

4.5 碘化汞：分析纯。

4.6 碘化钾：分析纯。

4.7 可溶性淀粉：分析纯。

4.8 试验室用水规格：符合 GB/T 6682 三级水的要求。

5 仪器

5.1 分析天平：精确至 0.1mg。

5.2 恒温干燥箱：可控制在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 或 $125^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 机械振荡机：240r/min；

5.4 离心机：速度在 1 000r/min 以上。

5.5 移液管：20cm³、25cm³、50cm³，A 级。

5.6 滴定管：25cm³、50cm³，A 级。

5.7 具塞的单刻度容量瓶：1 000cm³。

5.8 具塞三角烧瓶：125cm³、150cm³、250cm³。

5.9 具塞棕色玻璃瓶：1 000cm³。

5.10 漏斗：短颈， $\phi 75\text{mm}$ 。

5.11 离心管：具塞容量 50cm³。

5.12 烧杯：50cm³。

5.13 干燥器。

6 溶液的配制与标定

6.1 淀粉指示剂：2.5g/dm³

称取 2.5g 粉状的可溶性淀粉和 2mg 碘化汞，放入 50cm³ 的烧杯中，加入 25cm³ 水，搅拌均匀。将上述淀粉/碘化汞悬浮液立即注入 1dm³ 沸腾着的蒸馏水中，同时加以搅拌，煮沸不少于 10min，以保证充分溶解，使之冷却至室温，将上部澄清溶液倾入带塞的玻璃瓶中。

6.2 碘酸钾/碘化钾标准溶液： $c(1/6\text{KIO}_3) = 0.03941\text{mol/dm}^3$ 。

6.2.1 将适量的碘酸钾放在 $125^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ (5.2) 中干燥 1h，移入干燥器中冷却至室温。

6.2.2 在 1 000cm³ 容量瓶中，将 45g 碘化钾溶于约 200cm³ 的水中，然后再加入 1.4058g 新干燥的碘酸钾 (6.2.1) (称准至 0.0001g)，当完全溶解后，用水稀释到 1 000cm³。

6.3 硫代硫酸钠溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.03941\text{mol/dm}^3$ 。

6.3.1 配制

称取含 5 个结晶水的硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 9.79g (称准至 0.005g)，用约 500cm³ 蒸馏水溶于 1 000cm³ 容量瓶中，加入 5cm³ 正戊醇或 0.01g 碘化汞用水稀释至 1 000cm³，剧烈振摇瓶中的溶液，以保证稀释均匀。

6.3.2 标定

静置 24h 后，用碘酸钾/碘化钾溶液 (6.2) 标定硫代硫酸钠溶液 (6.3)，按以下步骤操作：

a) 准确吸取 25cm^3 碘酸钾/碘化钾 (6.2) 置于 250cm^3 三角瓶中, 加入 3cm^3 约为 20% (m/m) 的硫酸溶液, 使其游离出碘, 用硫代硫酸钠溶液进行滴定, 当呈现浅黄色时, 加入约 5cm^3 淀粉溶液 (6.1) 继续滴定, 直到加入 1 滴硫代硫酸钠溶液即由蓝色变为无色时为终点, 滴定管读数应读准至 0.01cm^3 。

b) 按公式 (1) 计算硫代硫酸钠溶液的浓度 c_1 :

$$c_1 = \frac{25 \times 0.03941}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——滴定消耗的硫代硫酸钠溶液体积, cm^3 。

注: 浓度系数为 $25/V_1$, 如有必要可调整到 1.00。

6.4 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2) = 0.04728\text{mol/dm}^3$ 。

6.4.1 配制

称取 57.00g 碘化钾 (称准至 0.01g), 并转移到 1000cm^3 单刻度的容量瓶中, 加入约 30cm^3 蒸馏水使之溶解。快速称取 6.01g 碘 (称准至 0.005g), 迅速转移到上述容量瓶中并用蒸馏水缓慢地稀释至 1000cm^3 。

6.4.2 标定

将上述配制好的碘溶液放置 24h 后, 用标定过的硫代硫酸钠溶液标定碘溶液 (6.4), 按以下步骤操作:

a) 用移液管准确地吸取 25cm^3 待标定的碘溶液, 移入 250cm^3 的三角烧瓶中。

b) 用上述标定过的硫代硫酸钠溶液 (6.3) 滴定三角烧瓶中的碘溶液, 当碘的黄色接近消失时, 加入约 1cm^3 的淀粉溶液 (6.1), 继续滴定直至蓝色消失为止。

c) 按公式 (2) 计算碘溶液的浓度 c_2 :

$$c_2 = \frac{V_2 \times c_1}{25} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_2 ——滴定消耗的硫代硫酸钠溶液体积, cm^3 ;

c_1 ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/dm^3 。

当配制的碘溶液浓度高于所要求的浓度时, 可按式 (3) 确定调整到要求的浓度时, 所需要加入的蒸馏水体积:

$$\frac{V_3 \times c_2}{c_3} - V_3 \dots\dots\dots (3)$$

式中: V_3 ——调整之前碘溶液的体积, cm^3 ;

c_2 ——调整之前碘溶液的浓度, mol/dm^3 ;

c_3 ——碘溶液规定的浓度 (0.04728mol/dm^3)。

按式 (3) 计算出的一定量的蒸馏水加入碘溶液中, 塞紧瓶塞, 振摇以保证稀释均匀。

注

- 1 标定之前,应测量从碘溶液贮瓶中取出溶液的量,由此可知留下的碘溶液体积。
- 2 碘溶液应标定到 $\pm 0.000\ 05\text{mol/dm}^3$, 浓度应在 $0.047\ 23 \sim 0.047\ 33\text{mol/dm}^3$ 的范围。
- 3 所有试剂在使用前,应贮存在棕色瓶中并放在暗柜里。

7 试验条件

试验最好在温度为 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, 相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ 或温度为 $27^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$, 相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 的实验室中进行试验。

建议所用的试剂和仪器在使用前,保持在同一室温条件下,至少平衡几个小时后在使用。

在实验室中,不应有影响试验结果的烟气或蒸气。

8 采样

按 HG/T 2796 中的第 5 条执行。

9 试样准备

将适量的硅铝炭黑试样按 HG/T 2797.7 规定放在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱中干燥 1h, 取出置于干燥器中冷却至室温, 开始试验前, 干燥的试样应放在干燥器中。

10 步骤

10.1 称取上述干燥好的试样 0.5g (称准至 0.1mg), 置于洁净的离心瓶中, 立即塞好塞子。

10.2 用移液管准确地吸取 25mL 碘溶液, 加入盛有试样的离心管中, 塞紧瓶塞, 在振荡机上振摇 1min。

10.3 振摇后, 立即用转速为 1 000r/min 的离心机离心分离。转速达 1 000r/min 计时, 离心时间 3min。

10.4 离心后, 将离心管平稳地从离心机中取出, 并立即将全部碘液倾入 50cm^3 的小烧杯中, 试样则留在离心管底部, 立即用移液管准确地吸取 20cm^3 分离的清撤碘液, 称入 150cm^3 的三角烧瓶中在未扰动试样的情况下, 也可直接从离心管中吸取 20cm^3 碘液。

10.5 立即用硫代硫酸钠溶液滴定, 当溶液呈浅黄色时, 加大约 5cm^3 淀粉指示剂, 继续滴定使蓝色变为无色即为终点。读取滴定管读数, 读准至 0.01cm^3 。

10.6 同时做空白试验。

11 结果表示

11.1 试样的吸碘值 I , 以每 g 硅铝炭黑吸附碘的 mg 数表示, 按公式 (4) 计算:

$$I = (V_4 - V_5) \times 126.9c_1 \times \frac{5}{4m} = 158.6 (V_4 - V_5) \times \frac{c_1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_4 ——滴定空白碘液所用的硫代硫酸钠溶液体积, cm^3 ;

V_5 ——滴定试样碘液所消耗的硫代硫酸钠溶液体积, cm^3 ;

c_1 ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/dm^3 ;

m ——试样的质量, g 。

硅铝炭黑试样质量为 0.5g 时, 公式化简为:

$$I = (V_4 - V_5) \times 12.5 \times \text{浓度系数} \dots\dots\dots (5)$$

式(5)中的浓度系数见 6.3.2 中的注。计算结果取整数位。

11.2 允许差

两次测定结果之差不得超过 $2\text{mg}/\text{g}$ 。

12 试验报告

试验报告应包括下列项目:

- a) 本试验依据的标准编号;
- b) 试样的类别和标志;
- c) 试验结果;
- d) 试验条件;
- e) 试验日期。

四、硅铝炭黑邻苯二甲酸二丁酯 吸收值的测定

HG/T 2797.3—1996

1 范围

本标准规定了硅铝炭黑邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定方法。

本标准适用于各种类型硅铝炭黑邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2796—1996 硅铝炭黑包装、贮运、采样及验收方法

HG/T 2797.7—1996 硅铝炭黑加热减量的测定

3 原理

3.1 硅铝炭黑粒子大小和附聚程度直接影响使用性能, 邻苯二甲酸二丁酯测定空隙容

积可间接反映硅铝炭黑粒子和附聚程度大小。

3.2 将邻苯二甲酸二丁酯滴到一定量试样上，用玻璃棒在玻璃板上调合、搅拌、滚压、使其混合物由自由流动的粉末状态变为半塑性体，以试样全部滚至玻璃棒上，而玻璃板上不出现油迹为终点。

4 试剂

邻苯二甲酸二丁酯：分析纯，密度 $\rho_{25} 1.045 \sim 1.050 \text{g/cm}^3$ 。

5 仪器

5.1 微量滴定管：最小分度值 0.02cm^3 。

5.2 分析天平：精确至 0.001g 。

5.3 玻璃板： $170 \text{mm} \times 140 \text{mm}$ 。

5.4 玻璃棒：直径 $\phi 7 \sim 8 \text{mm}$ 。

6 试验条件

测试时室温不得低于 21°C 。

7 采样

按 HG/T 2796 的规定进行。

8 试验步骤

8.1 称取试样 1g （称准至 0.001g ）。

注：当试样水分大于 2.0% 时，按 HG/T 2797.7 规定干燥后测定。

8.2 将称好的试样置于玻璃板上，滴加邻苯二甲酸二丁酯，用玻璃棒轻轻调和，使邻苯二甲酸二丁酯与试样浸润均匀。

8.3 以较慢速度继续滴加邻苯二甲酸二丁酯并不断滚压，当试样与邻苯二甲酸二丁酯混合物出现小条状或小块状时，可将试样全部滚至玻璃棒上，同时玻璃板上不出现油迹时即为终点。

8.4 记录滴定管读数。

8.5 以上操作应在 $4 \sim 6 \text{min}$ 内完成。

9 结果表示

9.1 试验结果以 1kg 硅铝炭黑吸收的邻苯二甲酸二丁酯的体积表示，单位为 $10^{-5} \text{m}^3/\text{kg}$ ，按下式计算：

$$\frac{V}{m} \times 100$$

式中： V ——消耗邻苯二甲酸二丁酯的体积， cm^3 ；

m ——试样的质量， g 。

计算结果精确至 $0.1 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg}$ 。

9.2 允许差：两次测试结果之差不得超过 $5 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{kg}$ 。

10 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 本试验依据的标准编号；
- b) 试样的类型和标志；
- c) 两次测试结果的平均值；
- d) 注明与本标准规定的试验步骤不同之处；
- e) 试验日期。

第十三章 橡胶用硫化促进剂

第一节 硫化促进剂 NOBS (N-氧二乙撑-2-苯并噻唑次磺酰胺)

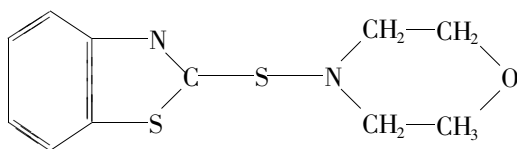
Vulcanization accelerator NOBS
(N-oxydiethylene-2-benzothiazyl sulfenamide)

UDC 678.044

GB 8829—88

本标准适用于橡胶用硫化促进剂 NOBS。

结构式：



分子式； $C_{11}H_{12}N_2S_2O$

分子量：253.35 (按 1983 年国际原子量)

1 技术要求

1.1 外观：淡黄色或橙黄色颗粒。

1.2 促进剂 NOBS 应符合表 13-1 要求：

表 13-1

指 标 名 称		指 标	
		一级品	合格品
初熔点,℃	≥	80	78
加热减量, %	≤	0.5	0.5
灰分含量, %	≤	0.3	0.4

2 试验方法

2.1 熔点测定

将试样研细过 100 目筛, 然后按 HG 2—1234—79《防老剂、促进剂熔点测定》中电热法进行。

2.2 加热减量测定

2.2.1 使用仪器

- a. 电热恒温干燥箱: 温度波动范围为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- b. 称量瓶: 直径 $\phi 50\text{mm}$, 高 30mm 。
- c. 干燥器: 内盛变色硅胶或无水氯化钙。

2.2.2 测定步骤

调解电热恒温干燥箱至 $50 \sim 55^{\circ}\text{C}$, 在此温度下预先将两个带盖的称量瓶与试样测定相同的步骤称重, 将试样放入于已知重量的此二称量瓶中, 铺平到厚 $3 \sim 5\text{mm}$, 分别称取试样约 3g (准确至 0.0002g), 置于电热恒温干燥箱内上层, 打开瓶盖, 使称量瓶与干燥箱温度计水银球纵向距离不大于 100mm , 对称置于温度水银球两侧各 100mm 以内, 保持 3h , 然后把称量瓶移入干燥器内, 冷却至室温 (约 30min), 称量。

2.2.3 计算

加热减量 X (%) 按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100$$

式中: m_1 ——加热前试样与称量瓶质量, g ;

m_2 ——加热后试样与称量瓶质量, g ;

m_3 ——试样质量, g 。

2.2.4 精密度

平行测定两个结果的差数不应大于其算术平均值的 10% , 取此算术平均值作为试样的加热减量。

2.3 灰分测定

2.3.1 使用仪器

- a. 瓷坩埚: 30ml ;
- b. 干燥器: 内盛变色硅胶或无水氯化钙;
- c. 高温炉。

2.3.2 测定步骤

准确称取试样 $3 \sim 5\text{g}$ (准确至 0.01g), 置于已灼烧至恒重的两瓷坩埚 (准确至 0.0002g) 中, 在电炉上小心加热除去挥发分, 并在不使试样着火的条件下使全部炭化,

然后将坩埚放入高温炉中，加盖而略留孔隙，在 $750 \pm 2^\circ\text{C}$ 下灼烧 2h，取出先放约 2min，然后移入干燥器内冷却至室温（约 30min），称量，再置于高温炉内灼烧半小时，如此手续直至恒重（连续两次称量，质量变化小于 0.0002g ）。

2.3.3 计算

灰分含量 Y （%）按下式计算：

$$Y = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100$$

式中： m_4 ——灼烧后坩埚和灰分质量；

m_5 ——坩埚质量，g；

m_6 ——试样质量，g。

2.3.4 精密度

平行测定两个结果的差数不应大于 0.04% ，以平行测定两个结果的算术平均值作为试样的灰分含量。

3 检验规则

3.1 促进剂 NOBS 应由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的 NOBS 都符合本标准要求，每一批出厂的促进剂 NOBS 都应附有一定格式的质量合格证。

3.2 促进剂 NOBS 以每包装一次的均匀产品为一批，用户有权按本标准各项规定对所收到的产品进行检验。

3.3 取样方法：

3.3.1 由每批产品中选出 10% 的袋（桶）取样，小批产品取样不得少于 3 袋（桶），少于 3 袋（桶）时，各袋（桶）均取。

3.3.2 用不锈钢制的取样管在袋（桶）之上、中、下三部各取等量试样。

3.3.3 将取之试样，仔细混匀后，以四分法取出不少于 300g 装入清洁、干燥的磨口瓶中，瓶口加封并注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样日期，送交检验部门进行检验。

3.4 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量包装中选取试样进行复检，复检结果，如仍不符合标准，则该产品不应验收。

3.5 当供需双方对产品质量发生异议须仲裁时，仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行检验。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 促进剂 NOBS 应用聚乙烯或聚丙烯编织带（桶）包装，内衬一层聚乙烯袋和二层牛皮纸袋。产品净重可分为 20、25、40kg 等。

4.2 每袋应于明显部位注明：生产厂名称、产品名称、商标、等级、批号、净重、生

产年、月、日。

4.3 货袋应贮存在干燥的库房内，距墙壁应大于 0.5m，不应放于上、下水道与暖气设备近旁，更不应靠近火源。

4.4 促进剂 NOBS 在贮存过程中会降解，应定期周转使用。贮存稳定期不应超过六个月。

4.5 每批包装好的成品袋内应附有质量合格证。合格证内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、净重、出厂日期和本标准编号。

第二节 硫化促进剂 M

Vulcanizing accelerator M

GB 11407—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶工业用 2-硫醇基苯并噻唑（以下简称硫化促进剂 M）的技术性能要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于硫磺、二硫化碳与苯胶经高压反应生成的硫化促进剂 M，也适用于以邻硝基氯苯、硫化钠、硫磺、二硫化碳在常压下合成的硫化促进剂 M。

2 引用标准

GB 6678—86 化工产品采样总则

3 概述

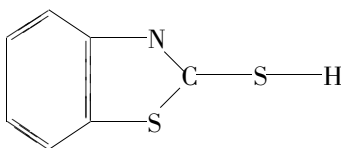
3.1 名称

商品名称：硫化促进剂 M。

化学名称：2-硫醇基苯并噻唑或巯基苯并噻唑。

3.2 分子式： $C_7H_5NS_2$

3.3 结构式：



3.4 相对分子质量：167.26（1985 年国际原子量）

4 技术要求

本产品应符合表 13-2 的技术要求。

表 13-2 硫化促进剂 M 技术要求

指标名称	指标	级 别		
		优级品	一级品	合格品
外观 (目测)		淡黄色或灰白色粉末、粒状		
初熔点 ,℃	≥	173.0	171.0	170.0
灰分 ,%	≤	0.30	0.30	0.30
加热减量 ,%	≤	0.30	0.40	0.50
筛余物 ¹⁾ (150 μ m) ,%	≤	0.0	0.1	0.1

注：1) 筛余物：适用于粉末，不适用于粒状。

5 试验方法

5.1 熔点测定

5.1.1 仪器。

5.1.1.1 熔点测定装置 (见图 13-1)。

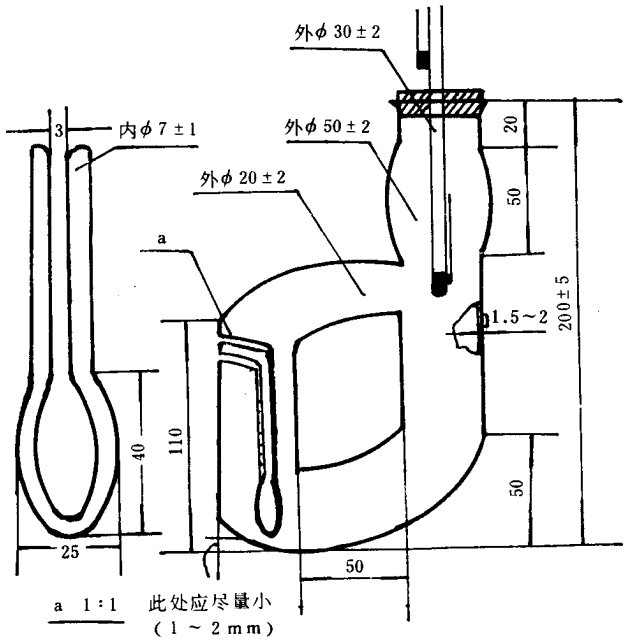


图 13-1 熔点测定装置

5.1.1.2 温度计：见附录 A 表 A1。

5.1.1.3 辅助温度计：温度范围 0~100℃，最小刻度 1℃。

5.1.1.4 毛细管：长度 70~100mm；内径 0.8~1.2mm，壁厚 0.1~0.15mm 材质为硬质玻璃。

5.1.1.5 投掷管：长度约 800mm，内径约 10mm。

5.1.1.6 玛瑙研钵。

5.1.1.7 调压变压器：1kW。

5.1.2 传热液

可选用硫酸、液体石蜡、100 号甲基硅油、甘油等。

5.1.3 操作

将试样在 100~105℃ 的恒温干燥箱中烘干后，于玛瑙研钵中研成微细粉末，装入清洁干燥的一端熔封的毛细管中，在投掷玻璃管中投掷，至毛细管中试样紧缩为 2~3mm，立即将毛细管上端熔封。加热熔点测定装置，升温至比预想熔点低约 30℃ 时，把装有试样的毛细管附着于温度计上，使试样中心和温度计水银球中心处于同一高度，插入传热液中，继续加热，使温度以 3℃/min 上升，从比预想熔点低约 5℃ 起，使温度以 2℃/min 上升。注意观察试样，当试样在接触毛细管的内壁上产生细小液滴时（如图 13-2 所示）的温度即为该试样的初熔点。

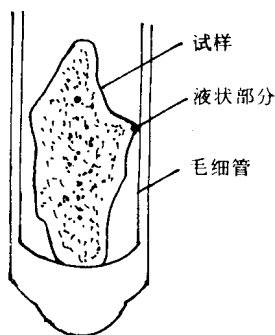


图 13-2 初熔点示意图

使用全浸式温度计按式 (1) 计算初熔点：

$$T = t + 0.00016(t - t')h \quad (1)$$

式中：T——初熔点，℃；

t——温度计的读数，℃；

t'——辅助温度计的读数，℃；

h——水银柱露出液面部分的高度（以℃表示）。

5.1.4 精密度

5.1.4.1 重复性 (r)

本标准规定 $r = 0.8^{\circ}\text{C}$ 并取两次重复试验结果的算术平均值为测定结果。

5.1.4.2 再现性 (R)

本标准规定 $R = 1.2^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 灰分测定

5.2.1 仪器

5.2.1.1 高温炉。

5.2.1.2 玻璃干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

5.2.1.3 瓷坩埚：约 30 ~ 50mL。

5.2.2 操作

称取试样约 3g (准确至 0.1g) 放入质量已恒定的瓷坩埚内，在较低的温度下挥发并碳化后，置于高温炉里，在 $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 2h，移出，稍冷后置入干燥器中冷却至室温 (约 30min)，称其质量 (准确至 0.0002g)。反复操作直至前后两次称量差小于 0.0004g。

5.2.3 试验结果计算

灰分按式 (2) 计算

$$H (\%) = \frac{m_A}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： H ——灰分，%；

m_A ——剩余物质量，g；

m_s ——试样的质量，g。

5.2.4 精密度

灰分含量为 0.01 ~ 0.30% 时其相对允许误差为 50% ~ 17%。

5.3 加热减量测定

5.3.1 仪器

5.3.1.1 电热恒温干燥箱。

5.3.1.2 称量瓶：直径 $\phi 50$ ，高 $h 30\text{mm}$ 。

5.3.1.3 干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

5.3.2 操作

将电热恒温干燥箱控制在 $100 \sim 105^{\circ}\text{C}$ ，称取试样约 3g (准确至 0.0002g) 于预先在相同条件下干燥的两个带盖的称量瓶内，置于电热恒温干燥箱内上层中，打开瓶盖，使称量瓶对称分布于温度计水银球两侧各 100mm 以内，加热 2h，将称量瓶移入玻璃干燥器中，冷却至室温 (约 30min) 称量 (准确至 0.0002g)。

5.3.3 试验结果计算

加热减量由式 (3) 计算

$$J(\%) = \frac{m_j}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：J——加热减量，%；

m_j ——试样的减量，g；

m_s ——试样的质量，g。

5.3.4 精密度

加热减量为 0.01% ~ 0.50% 时，其相对允许误差为 50% ~ 13%。

5.4 筛余物测定

5.4.1 仪器

5.4.1.1 试验筛：GB 6003 中 C_{ss} - HF 化工系统分样专用筛，孔径 0.150mm，筛框规格 $\phi 200 \times 50$ mm。

5.4.1.2 毛刷：漆刷，毛长约 40mm，宽约 30mm。

5.4.2 操作

称取试样约 5g（准确至 0.1g）装入筛子内，用毛刷反复刷擦，直至可能通过的试样全通过后，将筛面上未通过的残留部分全部收集于已知质量的表面皿内，称其质量（准确至 0.0002g）。

5.4.3 试验结果计算

筛余物按式（4）计算

$$S(\%) = \frac{m_s}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：S——筛余物，%；

m_s ——剩余物的质量，g；

m ——试样的质量，g。

6 检验规则

6.1 硫化促进剂 M 应由制造厂的质量监督检验部门进行检验，出厂的硫化促进剂 M 应符合本标准要求。

6.2 用户有权按照本标准验收。

6.3 以一次提供检验的均匀产品为一批。

6.4 按 GB 6678 中表 2 采样。

6.5 采用随机抽样的方法用取样管在袋（桶）上、中、下三个部位各取等量样品，放入干净的盘里，混合均匀，用四分法取出不少于 300g，装在具有磨口塞的清洁干燥的玻璃瓶内。

6.6 瓶口加封并粘贴标签，注明：制造厂名，产品名称，批号，取样日期，由质量监督检验部门进行检验。

6.7 检查结果有一项不符合本标准要求时，应从两倍量的包装容器中取样复检，复检结果若仍不符合要求时，则该批产品降级或拒绝验收。

6.8 当供需双方对产品质量发生争议要求仲裁时，仲裁机构可由双方协议选定，仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行检验。

7 包装、标志、贮存和运输

7.1 硫化促进剂 M 用编织袋内衬塑料袋或纤维桶、木桶内衬塑料袋包装。每袋（桶）净量 $25 \pm 0.2\text{kg}$ 或 $50 \pm 0.2\text{kg}$ 。

7.2 每袋（桶）应于明显部位注明生产厂名，产品名称，商标名称，等级，质量，出厂日期。

7.3 货袋（桶）应贮存在干燥的库房内，离墙壁的距离应大于 0.5m 。不应放置于上下水道或暖气设备近旁，以防潮湿或变质，更不能靠近火源。

7.4 每批售出的产品都应附有质量证明书，其内容包括生产厂名称、产品名称、等级、批号、净量、出厂日期和符合本标准要求的证明书。

7.5 使用注意事项：

本品有特殊苦味，避免触及食品或做食品包装物的原料。

7.6 贮存期二年。

附 录 A

熔点测定温度计规格

（补充件）

表 A1

温度计规格

项 目	规 格
液体	水银
液体上充满气体	氮气
温度范围 , $^{\circ}\text{C}$	140 ~ 180
最小刻度 , $^{\circ}\text{C}$	0.5
长刻度线 , $^{\circ}\text{C}$	1（每格）
刻度数字 , $^{\circ}\text{C}$	10（每格）
全长，mm	340
棒的直径，mm	6 ~ 7
水银球的直径，mm	5 ~ 6
水银球的长度，mm	10 ~ 14

续表

项 目	规 格
浸没长度 , mm	50
水银球的上端到最低刻度线的距离 , mm	约 35
顶部的形状	环状
允许误差 ,℃	0.5

第三节 硫化促进剂 DM

Vulcanizing accelerator DM

GB 11408—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶工业用硫化促进剂二硫化二苯并噻唑（以下简称硫化促进剂 DM）的技术性能要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于由 2－硫醇基苯并噻唑以空气、亚硝酸钠、硫酸、双氧水、氯气等氧化制得的硫化促进剂 DM。

2 引用标准

GB 6678—86 化工产品采样总则

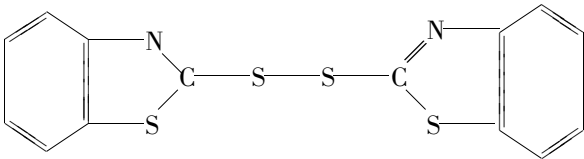
3 概述

3.1 名称

商品名称：硫化促进剂 DM。
化学名称：二硫化二苯并噻唑。

3.2 分子式：C₁₄H₈N₂S₄

3.3 结构式：



3.4 相对分子质量：332.50（1987 年国际原子量）

4 技术要求

本产品应符合表 13-3 的技术要求。

表 13-3 硫化促进剂 DM 技术要求

指 标 名 称	指 标	优级品	一级品	合格品
外观（目测）		白色或浅黄色粉末或粒状		
初熔点，℃	≥	170.0	165.0	160.0
灰分，%	≤	0.30	0.50	0.70
加热减量，%	≤	0.30	0.40	0.50
筛余物 ¹⁾ （150μm），%	≤	0.0	0.1	0.1

注：1) 筛余物：适用于粉末，不适用于粒状。

5 试验方法

5.1 熔点测定。

5.1.1 仪器

5.1.1.1 熔点测定装置 (见图 13-3)。

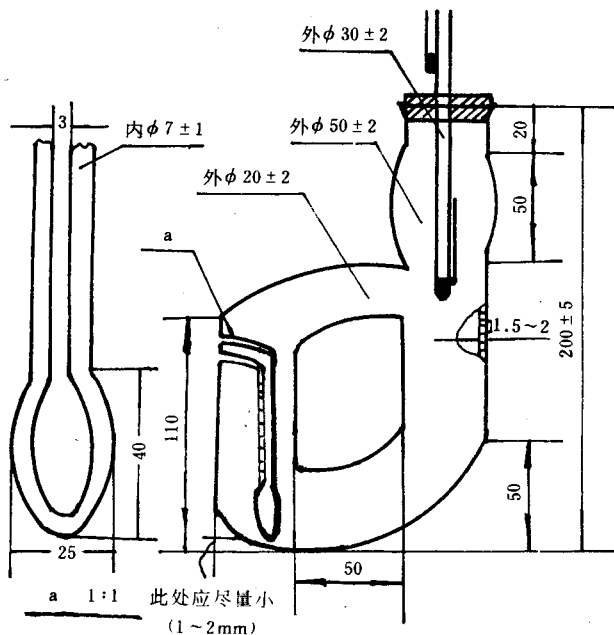


图 13-3 熔点测定装置

5.1.1.2 温度计：见附录 A 表 A1。

5.1.1.3 辅助温度计：温度范围 0~100℃，最小刻度 1℃。

5.1.1.4 毛细管：长度 70~100mm，内径 0.8~1.2mm，壁厚 0.1~0.15mm，材质为硬质玻璃。

5.1.1.5 投掷管：长度约 800mm，内径约 10mm。

5.1.1.6 玛瑙研钵。

5.1.1.7 调压变压器：1kW。

5.1.2 传热液

可选用硫酸、液体石蜡、100 号甲基硅油、甘油等。

5.1.3 操作

将试样在 100~105℃ 的恒温干燥箱中烘干后，于玛瑙研钵中研成微细粉末，装入清洁干燥的一端熔封的毛细管中，在投掷玻璃管中投掷，至毛细管中试样紧缩为 2~3mm，立即将毛细管上端熔封。加热熔点测定装置，升温至比预想熔点低约 30℃ 时，把装有试样的毛细管附着于温度计上，使试样中心和温度计水银球中心处于同一高度，插入传热液中，继续加热，使温度以 3℃/min 上升，从比预想熔点低约 5℃ 起，使温度以 2℃/min 上升。注意观察试样，当试样在接触毛细管的内壁上产生细小液滴时（如图 13-4 所示）的温度，即为该试样的初熔点。

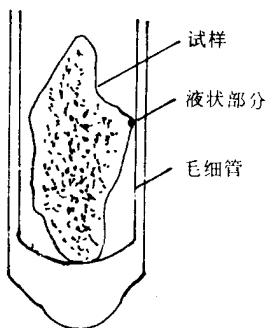


图 13-4 初熔点示意图

使用全浸式温度计按式 (1) 计算初熔点：

$$T = t + 0.00016(t - t')h \quad (1)$$

式中：T——初熔点，℃；

t——温度计的读数，℃；

t'——辅助温度计的读数，℃；

h——水银柱露出液面部分的高度（以℃表示）。

5.1.4 精密度

5.1.4.1 重复性 (r)

本标准规定 $r = 0.6^{\circ}\text{C}$ 并取两次重复试验结果的算术平均值为测定结果。

5.1.4.2 再现性 (R)

本标准规定 $R = 1.5^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 灰分测定

5.2.1 仪器

5.2.1.1 高温炉。

5.2.1.2 玻璃干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

5.2.1.3 瓷坩埚：约 30 ~ 50mL。

5.2.2 操作

称取试样约 3g (准确至 0.1g) 放入质量已恒定的瓷坩埚内，在较低的温度下挥发并碳化后，置于高温炉里，在 $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 2h，移出，稍冷后置入干燥器中冷却至室温 (约 30min)，称其质量 (准确至 0.0002g)。反复操作直至前后两次称量差小于 0.000 4g。

5.2.3 试验结果计算

灰分按式 (2) 计算：

$$H (\%) = \frac{m_A}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： H ——灰分，%；

m_A ——剩余部分质量，g；

m_s ——试样的质量，g。

5.2.4 精密度

本标准规定，灰分为 0.01% ~ 0.70% 时其相对允许误差为 50% ~ 10%。

5.3 加热减量测定

5.3.1 仪器

5.3.1.1 电热恒温干燥箱。

5.3.1.2 称量瓶：直径 $\phi 50$ ，高 $h 30\text{mm}$ 。

5.3.1.3 干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

5.3.2 操作

将电热恒温干燥箱控制在 $100 \sim 105^{\circ}\text{C}$ ，称取试样约 3g (准确至 0.0002g) 于预先在相同条件下干燥的两个带盖的称量瓶内，置于电热恒温干燥箱内上层中，打开瓶盖，使称量瓶对称置于温度计水银球两侧各 100mm 以内，加热 2h，将称量瓶移入玻璃干燥器中，冷却至室温 (约 30min) 称量 (准确至 0.000 2g)。

5.3.3 试验结果计算

加热减量由式 (3) 计算：

$$J(\%) = \frac{m_j}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：J——加热减量，%；

m_j ——试样的减量，g；

m_s ——试样的质量，g。

5.3.4 精密度

加热减量为 0.01% ~ 0.50% 时，其相对允许误差为 50% ~ 13%。

5.4 筛余物测定

5.4.1 仪器

5.4.1.1 试验筛：GB 6003 中 C_{ss} - HF 化工系统分样专用筛，孔径 0.150mm，筛框规格 $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}$ 。

5.4.1.2 毛刷：漆刷，毛长约 40mm，宽约 30mm。

5.4.2 操作

称取试样约 5g（准确至 0.1g）装入筛子内，用毛刷反复刷擦，直至可能通过的试样全通过后，将筛面上未通过的残留部分全部收集于已知质量的表面皿内，称其质量（准确至 0.000 2g）。

5.4.3 试验结果计算

筛余物按式（4）计算：

$$S(\%) = \frac{m_s}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：S——筛余物，%；

m_s ——剩余物的质量，g。

m ——试样的质量，g。

6 检验规则

6.1 硫化促进剂 DM 应由制造厂的质量监督检验部门进行检验，出厂的硫化促进剂 DM 应符合本标准要求。

6.2 用户有权按照本标准验收。

6.3 以一次提供检验的均匀产品为一批。

6.4 按 GB 6678 中表 2 采样。

6.5 采用随机抽样的方法用取样管在袋（桶）上、中、下三个部位各取等量样品，放入干净的盘里，混合均匀，用四分法取出不少于 300g，装在具有磨口塞的清洁干燥的玻璃瓶内。

6.6 瓶口加封并粘贴标签，注明：制造厂名、产品名称、批号、取样日期，由质量监督检验部门进行检验。

6.7 检查结果有一项不符合本标准要求时，应从两倍量的包装容器中取样复检，复检结果若仍不符合要求时，则该批产品降级或拒绝验收。

6.8 当供需双方对产品质量发生争议要求仲裁时，仲裁机构可由双方协议选定，仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行检验。

7 包装、标志、贮存和运输

7.1 硫化促进剂 DM 用编织袋内衬塑料袋或纤维桶、木桶内衬塑料袋包装。每袋（桶）净量 $25 \pm 0.2\text{kg}$ 或 $40 \pm 0.2\text{kg}$ 。

7.2 每袋（桶）应于明显部位注明生产厂名、产品名称、商标名称、等级、质量、出厂日期。

7.3 货袋（桶）应贮存在干燥的库房内，离墙壁的距离应大于 0.5m ，不应放置于上下水道或暖气设备近旁，以防潮湿或变质，更不能靠近火源。

7.4 每批售出的产品都应附有质量证明书，其内容包括生产厂名称、产品名称、等级、批号、净质量、出厂日期和符合本标准要求的证明书。

7.5 使用注意事项：

本品有特殊苦味，避免触及食品或做食品包装物的原料。

7.6 贮存期二年。

附录 A 熔点测定温度计 (补充件)

表 A1

温度计规格

项 目	规 格
液体	水银
液体上充满气体	氮气
温度范围 ,℃	140 ~ 180
最小刻度 ,℃	0.5
长刻度线 ,℃	1 (每格)
刻度数字 ,℃	10 (每格)
全长 , mm	340
棒的直径 , mm	6 ~ 7
水银球的直径 , mm	5 ~ 6
水银球的长度 , mm	10 ~ 14

续表

项 目	规 格
浸没长度, mm	50
水银球的上端到最低刻度线的距离, mm	约 35
顶部的形状	环状
允许误差, °C	0.5

第四节 硫化促进剂 CBS

HG 2096—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫化促进剂 CBS 的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存和运输。

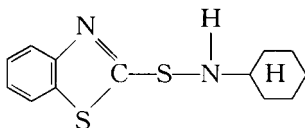
本标准适用于以促进剂 MBT 和环己胺经次氯酸钠氧化而制成的 N-环己基-2-苯骈噻唑次磺酰胺即硫化促进剂 CBS。

商品名称：硫化促进剂 CBS

化学名称：N-环己基-2-苯骈噻唑次磺酰胺。

分子式： $C_{13}H_{16}N_2S_2$

结构式：



相对分子质量：264.42（按 1987 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 6678 化工产品采样总则

GB 11409.1 橡胶防老剂、硫化促进剂 熔点测定方法

GB 11409.4 橡胶防老剂、硫化促进剂 加热减量测定方法

GB 11409.5 橡胶防老剂、硫化促进剂 筛余物测定方法

GB 11409.7 橡胶防老剂、硫化促进剂 灰分测定方法

3 技术要求

3.1 硫化促进剂 CBS 应符合表 13-4 要求。

表 13-4

项 目	指 标		
	优级品	一级品	合格品
外观 (目测)	灰白色或淡黄色粉末		
初熔点, % $\geq$	99.0	98.0	96.0
加热减量, % $\leq$	0.20	0.30	0.50
灰分, % $\leq$	0.20	0.30	0.40
筛余物 (150 μm), % $\leq$	0.00	0.05	0.10

4 试验方法

4.1 熔点测定

按 GB 11409.1 规定进行 (电热法)。

允许差：平行测定两个结果的差值不应大于 0.5℃，从平行测定两个结果的算术平均值为试样的熔点。

4.2 加热减量测定

按 GB 11409.4 规定进行，加热温度为 50~55℃。

允许差：平行测定两个结果的差值不应大于 0.04%，以平行测定两个结果的算术平均值为试样的加热减量。

4.3 灰分测定

按 GB 11409.7 规定进行，称样量为 3g，灼烧温度为 800±20℃。

4.4 筛余物测定

按 GB 11409.5 (干筛法) 规定进行，标准筛规格为 $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/150\mu\text{m}$ 。

5 检验规则

5.1 促进剂 CBS 应由生产厂的质量监督检验部门进行检验，每一批出厂的促进剂 CBS 都应附有一定格式的质量合格证。

5.2 促进剂 CBS 以每包装一次的均匀产品为一批。

5.3 用户有权按照本标准对所收到的产品进行验收。

5.4 取样方法

5.4.1 按 GB 6678 中表 2 采取样本单位。

5.4.2 采用随机抽样的方法用取样管在袋 (桶) 上、中、下三个部位各取等量样品，放入干净的盘里。

5.4.3 将采取之样品仔细混匀后，以四分法取出不少于 300g 分别装入清洁、干燥的两个磨口瓶中，瓶口加封并注明：生产厂名称、产品名称、批号、取样日期，一瓶送交质量监督检验部门进行检验，另一瓶贮存于避光处，以备复查，保存期限为三个月。

5.5 如果某项检验结果不符合本标准要求时，应从两倍量的包装容器中取样复检，复检结果若仍不符合本标准时，则该批产品降级或拒绝验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议要求仲裁时，仲裁机构可由双方协商选定，仲裁时应按照本标准的规定进行仲裁分析。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 促进剂 CBS 应用桶、聚丙烯或聚乙烯编织袋包装，内衬聚乙烯袋，每袋净重为 $20 \pm 0.1\text{kg}$ ， $25 \pm 0.1\text{kg}$ 或 $40 \pm 0.1\text{kg}$ 等。

6.2 每袋（桶）应于明显部位注明生产厂名、产品名称、商标、等级、批号、净重、生产日期。

6.3 每批包装好的成品袋（桶）内部应附有质量合格证，合格证内容包括生产厂名称、产品名称、等级、批号、净重、出厂日期和本标准编号。

6.4 产品应贮存在干燥的库房内，距墙壁应大于 0.5m，不应放置于上、下水道与暖气设备近旁，以防潮湿或变质，更不应靠近火源。

6.5 促进剂 CBS 贮存期为六个月。

6.6 运输时防雨防潮，装卸时应轻拿轻放，以免包装袋（桶）破损。

第五节 硫化促进剂 TMTD

HG/T 2334—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硫化促进剂 TMTD 的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、贮存和安全要求。

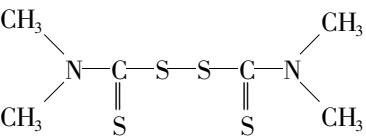
本标准适用于二甲胺、二硫化碳、氢氧化钠或氨水经氯气、亚硝酸钠、双氧水、次氯酸钠氧化或电解制得的硫化促进剂 TMTD。

商品名称：硫化促进剂 TMTD

化学名称：二硫化四甲基秋兰姆

分子式： $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_4$

结构式：



相对分子质量：240.41（按 1989 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB 6678 化工产品采样总则

GB 11409.1 橡胶防老剂、硫化促进剂 熔点测定方法

GB 11409.4 橡胶防老剂、硫化促进剂 加热减量测定方法

GB 11409.5 橡胶防老剂、硫化促进剂 筛余物测定方法

GB 11409.7 橡胶防老剂、硫化促进剂 灰分测定方法

3 技术要求

本产品应符合表 13－5 的技术要求。

表 13－5

项 目	指 标	
	一等品	合格品
外观（目测）	白色，淡灰色粉末或粒状	
初熔点，℃	≥ 142.0	140.0
灰分 ¹⁾ ，%	≤ 0.30	0.40
加热减量，%	≤ 0.40	0.50
筛余物 ²⁾ （0.150mm），%	≤ 0.0	0.1

注：1) 灰分每 10 批至少随机抽取一批进行测定。

2) 筛余物只适于粉状产品。

4 试验方法

4.1 外观

目测。

4.2 熔点测定

熔点测定采用 GB 11409.1。本标准作如下补充规定：

4.2.1 仪器

- a. 熔点测定器采用 GB 11409.1 中 2.1.2 条规定的电热熔点测定器。
- b. 温度计；局浸温度计，见附录 A。

4.2.2 升温速度：把熔点测定器加热，升至比预测熔点低 15°C 时，把装有试样的毛细管附着于温度计上，使装有试样的毛细管内的试样层面位于温度计水银球的中部。继续加热，升温速度约为 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。从比预测熔点低约 5°C 起，控制升温速度约为 $2.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

4.2.3 初熔点的确定：本标准规定毛细管内壁和试样接触部位出现透明液体时的温度为初熔点。

4.2.4 精密度

a. 重复性 (r)：本标准规定 $r = 0.7^{\circ}\text{C}$ ，并取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

b. 再现性 (R)：本标准规定 $R = 1.6^{\circ}\text{C}$ 。

4.3 灰分测定

灰分测定采用 GB 11409.7，本标准作如下补充规定：

4.3.1 灼烧温度： $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

4.3.2 试样量：约 3g (精确至 0.1g)。

4.3.3 允许差：两次平行测定结果之差不大于 0.04%，取其算术平均值为测定结果。

4.4 加热减量测定

加热减量测定采用 GB 11409.4，本标准作如下补充规定：

4.4.1 加热温度： $75 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.2 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.05%，取其算术平均值为测定结果。

4.5 筛余物测定

筛余物测定采用 GB 11409.5 中的干法进行，本标准作如下补充规定：

4.5.1 试验筛 (GB 6003)： $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}/0.150\text{mm}$ 。

4.5.2 筛余物质量百分含量 w 按式 (1) 计算：

$$w = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——筛余物的质量，g；

m ——试样的质量，g。

4.5.3 允许差

两次平行测定结果的相对误差不大于算术平均值的 20%，取算术平均值为测定结果。

5 检验规则

5.1 本品应由生产厂的质量监督检验部门检验，生产厂应保证出厂产品都符合本标准的要求。

5.2 用户对收到的产品有权按本标准验收。

5.3 本品应严格按照生产批次（每一反应罐为一批）包装，严禁不同生产批次的产品组成包装件提交检验。

5.4 采样

5.4.1 采样单元数

总体物料的单元数小于 500 的，采样单元数按 GB 6678 中表 2 选取。

总体物料单元数大于 500 的，采样单元数按式（2）计算：

$$3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (2)$$

式中：N——总体的单元数。

5.4.2 样本量

所采样本之量应满足三次重复检验及留存备考样即可，约 300g。

5.4.3 采样探子

采样探子由一根金属管构成，材质为不锈钢或铝制品。管子的一端有一 T 型手柄，另一端有一锥形钝点，管子的一侧切去约 1/3，使金属管成 U 型，长度根据物料的包装而定。

5.4.4 采样方法

采样时，将采样探子按一定角度插入物料，槽口向下把探子转动三圈，小心地把探子抽回。注意抽回时保持槽口向上，再将探子内物料倒入样品盘内，混匀后装入两个清洁干燥的磨口瓶或塑料薄膜袋内，一瓶送交检验，一瓶留存备查。

5.4.5 采样记录

采样时应记录被采物料的名称、来源、编号（或批号）、数量、包装情况、存放环境、所采的样品数和样品量、采样者姓名等。

5.5 样品的保存和撤销

样品保存期为六个月。样品瓶（袋）应按日期有序整齐地放在洁净干燥、常温、无污染的样品柜内，到期的样品应及时撤销。

5.6 复验规则

当出现分析异常时，需要进行复验。首先是原样复验；其次，根据实际情况整批、分批或单包重新采样复验，并以复验结果作为最终结果报出。

5.7 试验结果的判定按修约值比较法进行。

6 包装、标志、贮存

6.1 包装

6.1.1 包装人员应穿戴防护衣帽、口罩、手套、鞋等。

6.1.2 本品采用塑料薄膜袋为内袋，外用编织袋的包装。

- 6.1.3 每袋净质量 $25 \pm 0.2\text{kg}$ 或 $20 \pm 0.2\text{kg}$ 。
- 6.1.4 本产品应严格按照生产批次进行包装，提交检验的批次应与生产的批次对应一致。
- 6.1.5 每批出厂的硫化促进剂 TMTD 均需附有产品合格证或质量证明书，证明书内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、出厂日期、产品净质量、产品质量技术指标及标准号。
- 6.1.6 包装要求：内袋用线绳结牢，外袋用缝包机将口缝合。
- 6.2 标志
- 6.2.1 包装储运图示标志
- 采用 GB 191 中规定的“禁用手钩标志”及“怕湿标志”的图示标志。
- 6.2.2 其他有关标志
- 硫化促进剂 TMTD 每袋包装件，应在明显的部位标明生产厂名称、产品名称、商标、产品牌号或标记、生产日期（或编号）或生产批次、产品的主要参数、质量等级、本标准编号和有效期限。
- 6.3 贮存
- 6.3.1 贮存场所：仓库或遮篷存放。
- 6.3.2 贮存条件：温度不得超过 40°C ，干燥，无其他污染物。
- 6.3.3 贮存期限：本品贮存期为两年、超过贮存期者，按本标准进行复验，符合本标准质量技术要求的，仍可照常使用。

7 使用注意事项

本品对皮肤有刺激作用，要避免触及眼睛和皮肤。使用本品后要彻底清洗。饮酒后，刺激加剧。

附 录 A
熔点测定温度计规格
(补充件)

表 A1

项 目	规 格
液体	水银
液体上充满气体	氮气
温度范围 , $^{\circ}\text{C}$	95 ~ 105
最小刻度线 , $^{\circ}\text{C}$	0.1
长刻度线 , $^{\circ}\text{C}$	1 (每格)

续表

项 目	规 格
刻度数字 ,℃	2 (每格)
全长 , mm	300 ~ 320
棒的直径 , mm	6 ~ 7
水银球的直径 , mm	5 ~ 6
水银球的长度 , mm	15 ~ 19
浸没长度 , mm	50
水银球的上端到最低刻度线的距离 , mm	35 ~ 40
顶部的形状	环状
允许误差 ,℃	0.2

第十四章 橡胶用溶剂

第一节 溶剂——醇

一、工业用乙二醇

Ethylene glycol for industrial use—Specification

GB 4649—93

代替 GB 4649—84

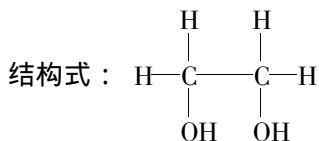
1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用乙二醇的技术条件、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于乙烯直接氧化得到环氧乙烷再经水合制成的乙二醇。

本产品主要作为生产聚酯、醇酸树脂的单体及电解电容器的电解液。此外还可用作抗冻剂、增塑剂、溶剂等。

分子式： $C_2H_6O_2$



相对分子质量：62.069（按 1987 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂—钴色号）

- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7531 有机化工产品灰分的测定
- GB/T 7534 工业用挥发性有机液体沸程的测定
- GB 10479 铝制铁道罐车技术条件
- GB/T 14571.1 工业用乙二醇酸度的测定 滴定法
- GB/T 14571.2 工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量测定 气相色谱法
- GB/T 14571.3 工业用乙二醇中醛含量的测定 分光光度法
- SH/T 1053 工业用二乙二醇沸程的测定

3 技术要求

工业用乙二醇应符合表 14－1 规定的物理、化学指标，并按本标准规定的试验方法检验。

表 14－1

指标名称	指 标		
	优级品	一级品	合格品
外 观	无色透明 无机械杂质	无色透明 无机械杂质	无色或微黄色 无机械杂质
色度（铂－钴） 加热前，号 ≤	5	15	40
加盐酸加热后，号 ≤	20	—	—
密度（20℃），g/cm ³	1.112 8～1.113 8	1.112 5～1.114 0	1.112 0～1.115 0
沸程（在 0℃，0.10133MPa） 初馏点，℃ ≥	196	195	193
干 点，℃ ≤	199	200	204
水分，% ≤	0.1	0.2	—
酸度（以乙酸计），% ≤	0.002	0.005	0.01
铁含量（以 Fe 计），% ≤	0.000 01	0.000 5	—
灰分，% ≤	0.001	0.002	—
二乙二醇和三乙二醇，% ≤	0.1	1.0	—
醛含量（以甲醛计），% ≤	0.001	—	

续表

指标名称	指 标		
	优级品	一级品	合格品
紫外透光率, %			
220nm ≥	70	—	
275nm ≥	90		
350nm ≥	98		

注：紫外透光率仅对供出口的优级品测定。

4 试验方法

4.1 外观测定

取 50 ~ 60mL 乙二醇试样，置于清洁、干燥的 100mL 比色管中，在日光或日光灯透射下，直接目测。

如有争议时，取 100g 试样，用已恒重的 4 号玻璃滤坩抽滤，抽滤速度应控制在使滤液呈滴状，再用蒸馏水洗涤 4 ~ 5 次，每次用量约 20mL。然后，移入烘箱中，在 105 ~ 110℃ 下烘至恒重。其增量不大于 1mg 时，认为无机械杂质。

4.2 色度测定

4.2.1 加热前色度测定

按 GB/T 3143 的规定进行，采用 100mL 比色管。

4.2.2 加盐酸加热后色度测定

4.2.2.1 仪器、器皿与试剂

- a. 可调电炉。
- b. 移液管：1mL。
- c. 标准磨口锥形瓶：250mL。
- d. 玻璃毛细管：直径约 1mm，长约 10mm，用盐酸煮沸，然后用蒸馏水洗净，烘干。
- e. 标准磨口空气冷却管，见图 14 - 1。
- f. 盐酸：优级纯。

4.2.2.2 测定步骤

取 100mL 试样置于锥形瓶中，用移液管加入盐酸 1mL，放入 2 ~ 3 根玻璃毛细管，将锥形瓶与空气冷却管连接。预热电炉 5min，然后把带有空气冷却管的锥形瓶置于电炉上，调整电压使试液在 5min 达到沸腾，煮沸 30s。取下锥形瓶（仍带空气冷却管），冷却 1h。

色度测定同 4.2.1。

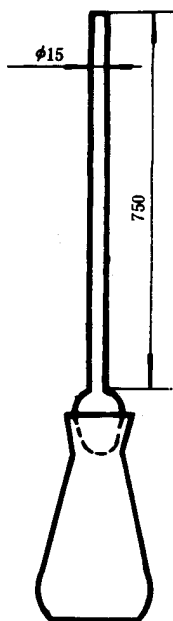


图 14-1 标准磨口空气冷却管图



4.2.3 重复性

本方法测定下限为 5 个色度号，重复测定结果的差值应不大于 2 个色度号。

4.3 密度测定

按 GB/T 4472 中 2.3.1 条规定进行，采用 50cm³ 比重瓶。测定密度时可在室温 15℃ 至 40℃ 范围内进行，并按式 (1) 校正到 20℃ 时的试样密度 ρ_{20} (g/cm³)。

$$\rho_t = \left(\frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} \right) + \frac{A}{A} \cdot \rho_{H_2O} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$A = 0.001\,2 (m_3 - m_1) \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho_{20} = \rho_t + 0.000\,70 (t - 20) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_1 ——比重瓶重量，g；

m_2 ——比重瓶加试样质量，g；

m_3 ——比重瓶加水的质量，g；

A ——浮力校正值；

0.001 2——20℃ 时空气密度，g/cm³；

ρ_t ——室温为 t 时测定的试样密度值，g/cm³；

ρ_{H_2O} ——温度 t 时水的密度（见表 14-2），g/cm³；

t ——测定试样密度时的温度，℃；

0.000 70——15℃至 40℃范围内每增减 1℃时乙二醇密度校正值。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为：两次重复测定结果的差值应不大于 0.000 2g/cm³（95%置信水平）。

表 14-2 不同温度下水的密度值

温度,℃	密度, g/cm ³	温度,℃	密度, g/cm ³
15	0.999 1	28	0.996 3
16	0.999 0	29	0.996 0
17	0.998 8	30	0.995 7
18	0.998 6	31	0.995 4
19	0.998 4	32	0.995 1
20	0.998 2	33	0.994 7
21	0.998 0	34	0.994 4
22	0.997 8	35	0.994 1
23	0.997 6	36	0.993 7
24	0.997 3	37	0.993 4
25	0.997 1	38	0.993 0
26	0.996 8	39	0.992 6
27	0.996 5	40	0.992 2

4.4 沸程测定

按 GB/T 7534 的规定进行。热源采用 500W 电炉或煤气灯，主温度计采用标有 150 ~ 220℃刻度值、分度值为 0.1℃的棒状玻璃温度计，感温泡顶端距第一条刻度线的距离至少 100mm。

重复性为：两次重复测定结果的差值，初馏点应不大于 0.5℃，干点应不大于 0.4℃（95%置信水平）。

也允许采用 SH/T 1053 所规定的装置进行测定。

4.5 水分测定

按 GB/T 6283 的规定进行。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为：当水分在 0.02% ~ 0.1% 范围时，两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 15%；当水分大于 0.1% 时，两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 10%（95%置信水平）。

4.6 酸度的测定

按 GB/T 14571.1 的规定进行测定。

4.7 铁含量的测定

按 GB/T 3049 的规定进行。但绘制标准曲线和样品测定时,均需采用 100mL 容量瓶或 100mL 比色管,并采用 3cm (或 5cm) 比色皿。取样量为 80g 左右。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为:当铁含量 $\leq 0.000\ 05\%$ 时,两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 15%;当铁含量 $> 0.000\ 05\%$ 时,两次重复测定结果的差值应不大于其平均值的 10% (95% 置信水平)。

4.8 灰分的测定

按 GB/T 7531 的规定进行。采用 100mL 瓷坩埚,取样量 80g 左右,灼烧温度为 800℃。

分析结果取两次重复测定结果的算术平均值。重复性为:两次重复测定结果的差值应不大于 0.000 5% (95% 置信水平)。

4.9 二乙二醇和三乙二醇含量的测定

按 GB/T 14571.2 的规定进行测定。

4.10 醛含量的测定

按 GB/T 14571.3 的规定进行测定。

4.11 紫外透光率测定

4.11.1 仪器与试剂

4.11.1.1 紫外分光光度计:以氢灯或氘灯作光源,在 190 ~ 350nm 波长范围内透光率测量误差应不超过 1%。

注:仪器波长和透光率的精确度是保证有效测量的关键,特别在 220nm 处,因为此处的透光率曲线斜率较大。

4.11.1.2 石英比色皿:光径 1cm。

4.11.1.3 蒸馏水:符合 GB/T 6682 规定的一级水要求。

4.11.2 测定步骤

4.11.2.1 仔细清洗所用的石英比色皿 (不能使用丙酮),按照仪器规定操作步骤校验比色皿的同一性。

4.11.2.2 在参考池内注入蒸馏水,在试样池内注入待测的乙二醇试样。测量 220nm、275nm、350nm 三个波长条件下的透光率。必要时,需对测得的透光率进行比色皿差异和仪器基线漂移的校正。

5 检验规则

5.1 乙二醇应由生产厂的技术检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求,并应附有一定格式的质量证明书。

5.2 乙二醇产品采样按 GB/T 6680 液体化工产品采样通则进行。槽车取样,整列槽车除在首车、尾车取样外,其余每 4 辆车中取一份样。如整列车在 7 辆以下,则取样数应

不少于 3 辆。

5.3 密度、铁含量、灰分定期测定，每月不少于 1 次。

5.4 当用户要求测定氯化物含量时，测试方法见附录 A，氯化物含量（以 Cl 计）应不大于 0.5ppm。

5.5 用户可按照本标准规定的检验规则和试验方法，在收到乙二醇 7 天之内检查质量是否符合本标准的要求。

5.6 如果检验结果不符合本标准要求，应加倍取样复查。复查结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则该批乙二醇不予验收。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 乙二醇应装入铝制或不锈钢容器的铁路槽车（符合 GB 10479 铝制铁道槽车技术条件）或船舱中，槽车或船舱应标明“乙二醇专用”。

6.2 在有残余液的铁路槽车或船舱中装入乙二醇之前，必须按本标准的要求对残余液进行检验。若残余液符合本标准，可往槽车或船舱中装入乙二醇产品；若不符合本标准，则应将残余液排出，清洗槽车或船舱，再用蒸汽处理，并使其干燥后方可装入乙二醇产品。

6.3 每批出厂产品应附有质量证明书，内容包括：产品名称、生产厂名、产品等级、批号、商标、检验日期、符合本标准的质量指标及本标准编号。

6.4 乙二醇为吸水性物质，在贮存、运输过程中应保持包装容器的密闭性。

7 安全要求

7.1 乙二醇具有一定毒性，在操作区域内，空气中最大允许浓度不超过 $5\text{mg}/\text{m}^3$ 。采样现场要求具有良好的通风条件，洒在地上或设备上的乙二醇应用大量水冲洗。

7.2 消防器具：生产装置应按有关规程配备各种灭火设备。灭火时应采用细雾化水、泡沫或惰性气体。

附 录 A 氯化物含量的测定 (补充件)

A1 方法原理

试样中氯离子与硝酸银反应，生成白色氯化银沉淀，然后与标准溶液进行比浊。

A2 仪器与试剂

A2.1 恒温水浴。

A2.2 磨口比色管：25mL。

A2.3 氯化钠：基准试剂。

A2.4 氨水。

A2.5 硝酸。

A2.6 硝酸银：5%（ m/m ）水溶液；按 GB/T 601 配制和贮存。

A2.7 氯标准溶液：

A2.7.1 氯标准溶液 A：称取在 500 ~ 600℃ 灼烧至恒重的氯化钠（A2.3）0.164 9g，溶于水中，移入 1 000mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含氯 0.1mg。

A2.7.2 氯标准溶液 B：用移液管吸取 5mL 氯标准溶液 A 置于 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含氯 0.005mg。

A3 测定步骤

A3.1 取 2 支磨口比色管（A2.2），其中一支加入 4.5mL 乙二醇试样，另一支加入 0.5mL 氯标准溶液 B。

A3.2 在上述比色管中分别加入氨水（A2.4）1.5mL，摇匀，在 70 ~ 80℃ 恒温水浴中加热 15min，冷却后加硝酸（A2.5）3mL，硝酸银溶液（A2.6）1mL，用水稀释至刻度，摇匀后静置 2min，在黑色底板上观察，试样的混浊度应不大于含氯标准溶液的混浊度。

二、工业丙酮

Acetone for industrial use

GB/T 6026—1998

代替 GB/T 6026—1989

1 范围

本标准规定了工业丙酮的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于异丙苯法和发酵法制得的丙酮。该产品主要用作有机溶剂及有机合成的原料。

分子式： $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$

相对分子质量：58.08（按 1995 年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版

时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 190—1990 危险货物包装标志
- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1250—1989 极限数值表示方法和判定方法
- GB/T 3143—1982 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位—铂—钴号）
- GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB/T 6324.2—1986 挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法（eqv ISO 759：1981）
- GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
- GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7534—1987 工业用挥发性有机液体沸程的测定（eqv ISO 918：1983）

3 要求

- 3.1 外观：透明液体。
- 3.2 工业丙酮应符合表 14-3 要求。

表 14-3 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度，Hazen 单位（铂—钴号） ≤	5	5	10
密度（20℃），g/cm ³	0.789 ~ 0.791	0.789 ~ 0.792	0.789 ~ 0.793
沸程（0℃，101.3kPa）（包括 56.1℃），℃ ≤	0.7	1.0	2.0
蒸发残渣，%（m/m） ≤	0.002	0.003	0.005
酸度（以乙酸计），%（m/m） ≤	0.002	0.003	0.005
高锰酸钾时间试验（25℃），min ≥	120	80	35
水混溶性	合 格		
水分，%（m/m） ≤	0.30	0.40	0.60
醇含量，%（m/m） ≤	0.2	0.3	1.0
纯度，%（m/m） ≥	99.5	99.0	98.5
注：异丙苯法不考核醇含量。			

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均使用符合现行标准的分析纯试剂和 GB/T 6682 中实验室用三级蒸馏水或相应纯度的水。

4.1 色度的测定

按 GB/T 3143 进行测定。

4.2 密度的测定

按 GB/T 4472—1984 中 2.3.3 进行测定。

密度计示值范围为 0.800 ~ 0.750。

试样应在 (20 ± 5)℃ 下进行测定。密度 - 温度校正系数为 0.001 1g/cm³ · °C。

4.3 沸程的测定

按 GB/T 7534 进行测定。

4.3.1 仪器

温度计：局浸式，温度范围 45 ~ 65℃ 或 50 ~ 70℃，分度值 0.1℃，局浸线 110mm。

4.3.2 结果计算

按 GB/T 7534—1987 中第 6 条计算，K 值列于表 14 - 4。

表 14 - 4 K 值

气压, kPa	78.6 ~ 81.3	81.3 ~ 86.6	86.6 ~ 92.0	92.0 ~ 98.6	98.6 ~ 104.0	104.0 ~ 106.6
K 值, °C/kPa	0.322	0.315	0.308	0.300	0.293	0.285

4.4 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 进行测定。

4.5 酸度的测定

4.5.1 仪器

- a) 碱式滴定管：2mL 或 1mL，分度值为 0.05mL；
- b) 移液管：25mL；
- c) 锥形瓶：100mL。

4.5.2 试剂和溶液

- a) 蒸馏水：按 GB/T 603 制备；
- b) 氢氧化钠标准滴定溶液：c (NaOH) = 0.01mol/L；
- c) 酚酞指示液：10g/L。

4.5.3 分析步骤

在 100mL 锥形瓶中，加入 25mL 蒸馏水及 2 滴酚酞指示液，加氢氧化钠标准滴定溶液中和至淡粉红色，再用移液管量取试样 25mL 于 100mL 锥形瓶中，用氢氧化钠标准滴

定溶液滴定至淡粉红色，保持 15s 不褪色为终点。

酸度以质量百分数 X_1 表示（以乙酸计），按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{cV \times 0.060}{25 \times \rho_t} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——氢氧化钠标准滴定溶液的用量，mL；

ρ_t —— $t^\circ\text{C}$ 时试样的密度，g/cm³；

25——试样的体积，mL；

0.060——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的乙酸质量。

4.5.4 允许差

平行测定两次结果的差值不大于 0.000 2%，取算术平均值作为测定结果。

4.6 高锰酸钾时间试验

4.6.1 仪器

- 恒温水浴：温度可控制在 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ ，试验时能避免光对试样的照射；
- 移液管：2mL；
- 无色透明具塞比色管：50mL；
- 定时器：能测量 120min 或较多间歇时间，备有闹铃。

4.6.2 试剂和溶液

- 高锰酸钾溶液：0.200g/L。称取 0.200g 高锰酸钾，用新鲜煮沸的水溶解后，置于 1L 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液必须储存在棕色瓶中，有效期为一周；
- 氯化钴 - 铂 - 钴标准比色液：称取 175mg 氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，加入 21.4mL 500 号铂 - 钴比色液，转移至 50mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，转移到与试验相同的 50mL 比色管中，此标准比色液有效期为三个月；
- 500 号铂 - 钴比色液按 GB/T 3143 制备。

4.6.3 分析步骤

将待测试样注入 50mL 具塞比色管中至超过刻度，放置在恒温水浴中 [温度控制在 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$]，当试样温度达到 $(25 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 时，使比色管中液面位于 50mL 刻度。用移液管加入 2mL 高锰酸钾溶液，摇匀，放入恒温水浴中，记录时间。待给定的最少时间到达后，从恒温水浴中取出比色管，对着光线，在白色衬底下，用手提起比色管，纵向观察，与标准比色液相比较。若试样颜色深于标准比色液，则还原高锰酸钾时间为“大于 $X_{\min}$ ”；若试样颜色与标准比色液相同，则还原高锰酸钾时间为“ $X_{\min}$ ”；若试样颜色浅于标准比色液，则还原高锰酸钾时间为“小于 $X_{\min}$ ”。 X 是按 3.2 给出的被测试样的最少时间。

4.7 水混溶性试验

4.7.1 仪器

a) 具塞量筒：250mL；

b) 移液管：25mL。

4.7.2 试剂

蒸馏水：按 GB/T 603 制备。

4.7.3 分析步骤

用移液管吸取 25mL 试样于 250mL 量筒中，用蒸馏水稀释到刻度，摇匀。在另一 250mL 量筒中加入 250mL 蒸馏水做标准，在环境条件下放置 30min 后，通过液柱对着黑色背景进行观察，比较试样溶液与蒸馏水的清浊程度。如用人工光源，使光线处于横向通过量筒的位置。若试样与蒸馏水浊度相同，则为合格；若试样浊度大于蒸馏水浊度，则为不合格。

4.8 丙酮中水、醇含量的测定（醇含量为甲醇加乙醇）

色谱参考操作条件见附录 C（提示的附录）。

4.8.1 仪器

热导气相色谱仪。

4.8.1.1 色谱仪性能

a) 仪器灵敏度：以氢气作载气，对甲醇的灵敏度应优于 $500\text{mV} \cdot \text{mL}/\text{mg}$ 。

b) 仪器稳定性：在操作条件不变的情况下，仪器连续运转 8h，色谱峰的保留值的变化差值不得大于 $\pm 5\%$ 。

4.8.2 分析步骤

按仪器操作规程开启仪器，严格控制操作条件，待仪器稳定后方可测定。用 $10\mu\text{L}$ 注射器进样，进样前必须用待测试样将注射器清洗 5 次以上，快速进样。测定结果以两次进样平均值为准。

4.8.3 计算

按校正面积归一法进行计算。

丙酮中水、甲醇、乙醇含量以质量百分数 X_i 表示，按式（2）计算：

$$X_i = \frac{A_i \cdot f_i}{\sum A_i \cdot f_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： X_i —— i 组分的百分含量；

A_i —— i 组分的峰面积；

f_i —— i 组分的质量校正因子值。

4.8.4 质量校正因子的测定

4.8.4.1 用重量添加法配制接近实际样品浓度的一系列已知含量的水、甲醇、乙醇和

丙酮的混合样品，按实际测试试样条件进行测定。

4.8.4.2 质量校正因子用 f_i 表示，按式（3）计算，丙酮校正因子为 1。

$$f_i = \frac{A \cdot m_i}{A_i \cdot m} \dots\dots\dots (3)$$

式中： f_i —— i 组分的质量校正因子；

A ——丙酮峰面积；

A_i —— i 组分的峰面积；

m ——丙酮的质量百分数；

m_i —— i 组分的质量百分数。

4.8.5 允许差

平行测定两次结果的差值不大于 0.03%，取算术平均值作为测定结果。

4.9 纯度

丙酮的纯度以质量百分数 X_2 表示，按式（4）计算：

$$X_2 = 100\% - (\text{水}\% + \text{酸}\% + \text{醇}\%) \dots\dots\dots (4)$$

酸%、水%、醇%由 4.5 和 4.8 条中获得。

5 检验规则

5.1 工业丙酮应由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的工业丙酮都符合本标准的要求。每一批出厂的工业丙酮都应附有一定格式的质量证明书。内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称、等级、批号、检验日期、产品净重、本标准编号。

5.2 组批：可按生产周期、生产班次或产品贮罐进行组批。

5.3 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的工业丙酮的质量进行验收，验收其指标是否符合本标准的要求。

5.4 取样方法：按 GB/T 6680 中第 2 章“常温下为流动态的液体”的相应规定进行。桶装时，取样桶数应根据 GB/T 6678 中的规定取样，所取试样总量不得少于 1L。

5.5 将选取的试样充分混匀后，等量分别装入二个清洁、干燥带磨口塞的玻璃瓶中，贴上标签，注明：生产厂名称、产品名称、批号和取样日期，一瓶作检验分析，一瓶保存二个月以备查验。

5.6 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新选取两倍数量的包装取样，进行检验，重新检验结果即使有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生争议需要解决时，用户应在产品到货之日起一个月内提出仲裁，仲裁单位可由双方协议选定，按照本标准的规定进行检验。

5.8 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法进行。

- 5.9 蒸发残渣、密度、水混溶性项目为型式检验项目，每两周检验一次。
- 6 标志、包装、运输、贮存
- 6.1 包装容器上应有牢固的标志，其内容包括：注册商标、生产厂名称、产品名称、等级、批号、净重及按 GB 190 规定的易燃物品标志。
- 6.2 工业丙酮应用干燥、清洁的镀锌桶或槽车包装。桶装净重 160kg。
- 6.3 装卸及运输时，均应防止猛烈撞击，避免日晒、雨淋。
- 6.4 工业丙酮应贮存在干燥、通风、温度保持在 35℃ 以下的防火、防爆的仓库内。
- 7 安全

丙酮是高度易燃、易挥发产品，使用时要注意远离火源。

附 录 A

（提示的附录）

丙酮中水、醇含量的色谱测定参考操作条件

A1 色谱参考操作条件（见表 A1）

表 A1 色谱参考操作条件

项 目		参 考 条 件		
固定相	名称	GDX - 102	GDX - 104	有机担体 401
	目数	80 ~ 100	80 ~ 100	80 ~ 100
色谱柱	内径，mm	4	4	4
	长度，m	2	2	2
色谱柱温度，℃		130	120	124
载气		氢气	氢气	氢气
载气流量，mL/min		35	48	42
汽化室温度，℃		150	150	150
桥电流，mA		180	180	180
柱前压，kPa		78.45	117.68	1 176.52
固定相填充量，g		3.0	4.0	4.0
进样量，μL		4.0	4.0	4.0
相对保留值	水	0.18	0.12	0.19
	甲醇	0.40	0.28	0.34
	乙醇	0.86	0.70	0.75

A2 各色谱柱的典型谱图 (如图 A1, 实样色谱图如图 A2)

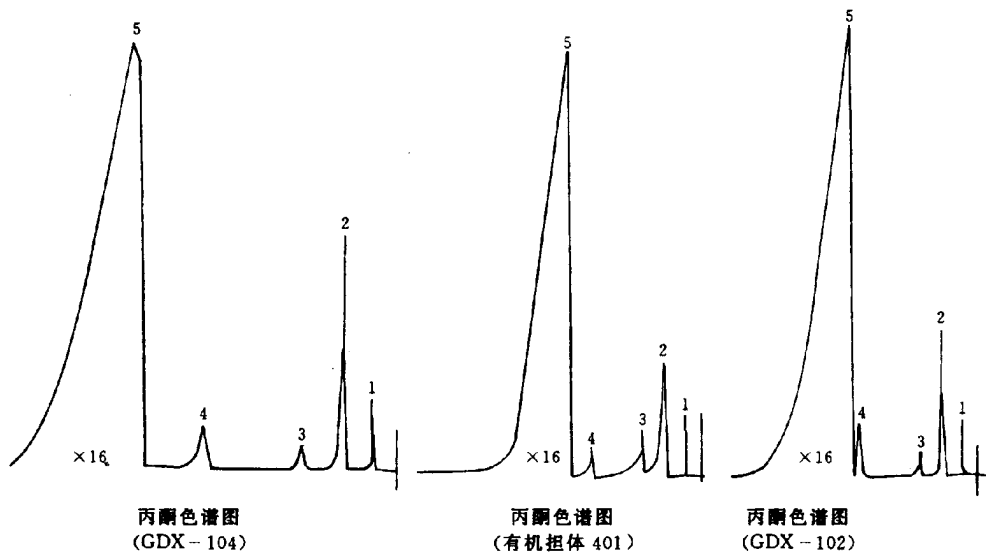


图 A1 典型色谱图

1—空气 ; 2—水 ; 3—甲醇 ; 4—乙醇 ; 5—丙酮

三、工业正丁醇

n - Butanol for industrial use

GB/T 6027—1998

代替 GB/T 6027—1989

GB/T 9014—1988

1 范围

本标准规定了工业正丁醇的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于合成法与发酵法生产的工业正丁醇。

分子式 : C_4H_9OH

相对分子质量 : 74.12 (按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版

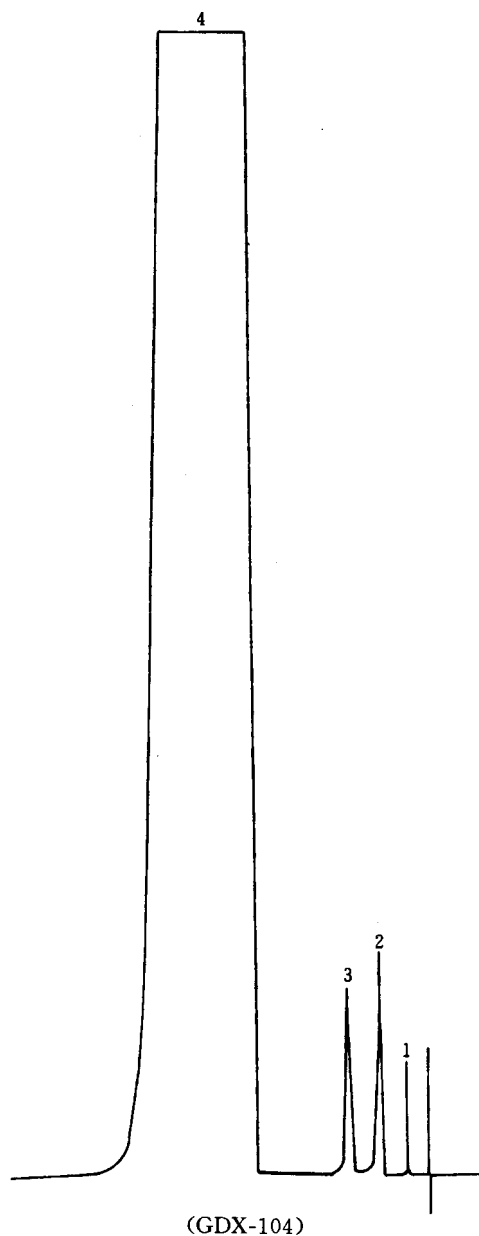


图 A2 实样色谱图

1—空气；2—水；3—甲醇；4—丙酮

时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 601—1988 化学试剂滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备 (neq ISO 6353 - 1 : 1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3143—1982 液体化学产品颜色测定法 (Hazen 单位—铂—钴色号)

GB/T 4472—1984 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定卡尔·费休法 (通用方法) (eqv ISO 760 : 1978)

GB/T 6324.2—1986 挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法 (eqv ISO 759 : 1981)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6680 — 1986 液体化工产品采样通则

GB/T 7534—1987 工业用挥发性有机液体 沸程的测定 (eqv ISO 918 : 1983)

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：透明液体，无可见杂质。

3.2 工业正丁醇应符合表 14 - 5 要求。

表 14 - 5 要 求

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
色度，Hazen 单位 (铂 - 钴号) ≤	10		15
密度 (ρ ₂₀)，g/cm ³	0.809 ~ 0.811		0.808 ~ 0.812
沸程 (0℃，101.325kPa) (包括 117.7℃)，℃ ≤	1.0	2.0	3.0
正丁醇含量，% ≥	99.5	99.0	98.0
硫酸显色试验，(铂 - 钴号) ≤	20	40	—
酸度 (以乙酸计)，% ≤	0.003	0.005	0.01
水分，% ≤	0.1		0.2
蒸发残渣，% ≤	0.003	0.005	0.01

4 试验方法

本标准中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

本标准中所用标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 制备。

4.1 色度的测定

按 GB/T 3143 规定的方法进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 2 号。

4.2 密度的测定

4.2.1 密度计：示值范围为 $0.800 \sim 0.850 \text{ g/cm}^3$ 。

4.2.2 在 $15 \sim 30^\circ\text{C}$ 范围内试样密度的温度校正系数为 $0.00075 \text{ g/(cm}^3 \cdot ^\circ\text{C})$ 。其余按 GB/T 4472—1984 中 2.3.3 规定的方法进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 0.0005 g/cm^3 。

4.3 沸程的测定

按 GB/T 7534 的规定进行测定。

4.3.1 主温度计：玻璃水银温度计，示值范围 $105 \sim 125^\circ\text{C}$ ，分度值 0.1°C 。

4.3.2 分析结果的表述

按 GB/T 7534—1987 第 6 条进行计算，式中的 K 值列于表 14-6。

表 14-6 正丁醇沸点随压力的变化率 (K 值)

气压, kPa	78.0 ~ 85.3	85.4 ~ 93.3	93.4 ~ 102.7	102.8 ~ 107.0
K 值, $^\circ\text{C/kPa}$	0.30	0.29	0.28	0.27

4.4 正丁醇含量的测定

4.4.1 方法提要

试样通过色谱柱，各组分得到分离，用火焰离子化检测器检测，面积归一化法定量。

4.4.2 试剂和材料

- a) 丙酮；
- b) 聚乙二醇 20000；
- c) 101 白色担体， $0.18 \sim 0.25 \text{ mm}$ (80 ~ 60 目)；
- d) 氮气：纯度不小于 99.99%；

e) 氢气：纯度不小于 99.9%；

f) 空气：经净化处理。

4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 气相色谱仪：灵敏度及稳定性符合 GB/T 9722 中有关规定的任何型号的气相色谱仪。

4.4.3.2 色谱柱

a) 柱管：内径 3mm，长 2~3m 的不锈钢管或玻璃管；

b) 固定相：聚乙二醇 20000 + 101 白色担体 = 1 + 10；

c) 色谱柱的老化：将已填充好的色谱柱装入色谱仪柱箱中，检查气密性后，自柱温 60℃ 开始，以 3℃/min 的速度升温，最终温度至 150℃，通氮气分段老化，在 150℃ 下老化 10h 以上，直到基线稳定。

4.4.3.3 检测器：火焰离子化检测器。

4.4.3.4 色谱数据处理机或记录仪。

4.4.3.5 进样器：微量注射器，10 μ L。

4.4.4 分析步骤

按照色谱操作条件调整仪器，基线稳定后，用微量注射器进样，量取各组分峰面积，用面积归一化法或数据处理机计算。

色谱操作条件、各组分相对保留时间及典型色谱图见附录 A（标准的附录）。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的正丁醇含量 x_1 ；按式（1）计算：

$$x_1 = \frac{A}{A + \sum A_i} \times (100 - x_3) \dots\dots\dots (1)$$

式中：A——试样中正丁醇的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各杂质峰面积之和；

x_3 ——试样中水分含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 0.1%。

4.5 硫酸显色试验

4.5.1 方法提要

在规定的条件下，用硫酸处理试样，并将显示的颜色与相同体积的标准比色溶液比较。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 硫酸。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 锥形烧瓶：250mL，具内磨口；

4.5.3.2 回流冷凝器：带有玻璃磨口接头，与 4.5.3.1 配套；

4.5.3.3 滴定管：10mL；

4.5.3.4 比色管：100mL。

4.5.4 分析步骤

取 100mL 试样于清洁干燥的锥形瓶中，放入冰水浴中冷却 5min，摇动试样并立即以每秒 2 滴的速度用滴定管滴加 8mL 硫酸。在滴加硫酸时，要不断摇动锥形瓶，以确保试样的温度不超过 20℃。滴加硫酸完毕后，锥形瓶仍留在冰水浴中，保持 3min。然后，装上回流冷凝器，接通冷却水，转移至沸水浴中，使水浴液面略超过瓶内试样液面。保持 (60 ± 1) min 后，取出锥形瓶，去掉回流冷凝器，用流水冷至室温。将试样倒入比色管中，按 4.1 进行比色。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 3 号。

4.6 酸度的测定

4.6.1 方法提要

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液测定试样的酸度。

4.6.2 试剂和溶液

4.6.2.1 乙醇；

4.6.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.05\text{mol/L}$ ；

4.6.2.3 酚酞指示液：10g/L。

4.6.3 仪器

4.6.3.1 微量滴定管：10mL，分刻度为 0.02mL 或 0.05mL。

4.6.4 分析步骤

取 25mL 乙醇于锥形瓶中，加入 2~3 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液中和至微红色，移取 50.0mL。试样于此锥形瓶中，混合均匀，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色，保持 30s 不褪色为终点。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的酸度 x_2 （以乙酸计），按式（2）计算：

$$x_2 = \frac{cV_1 \times 0.060}{V_2 \rho_t} \times 100 = \frac{cV_1 \times 6.0}{V_2 \rho_t} \dots\dots\dots (2)$$

式中： c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——试样的体积，mL；

ρ_t ——试样的密度，g/cm³；

0.060——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液〔 $c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的以克表示的乙酸的质量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 0.0005%。

4.7 水分的测定

用移液管吸取 10.0mL 试样，按 GB/T 6283 规定的方法进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不大于 0.02%。

4.8 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 规定的方法进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差值不得大于 0.001%。

5 检验规则

5.1 工业正丁醇由生产厂的质量监督部门进行检验。生产厂应保证所有出厂产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称、批号、等级、净重及本标准编号等。

5.2 桶装产品，以同一次灌装的产品为一批。槽车装产品，以每一槽车装产品为一批。

5.3 采样按 GB/T 6678—1986 中 6.6.1 及 GB/T 6680 的规定进行，总采样量不得少于 2L，分装于两个干燥清洁的带磨口塞的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签，注明：产品名称、生产厂名称、取样日期和取样者姓名。一瓶做质量检验用，另一瓶密封保存一个月，以备查验。

5.4 使用单位应按本标准的规定对所收到的工业正丁醇进行验收，检验其是否符合本标准的规定。

5.5 沸程为发酵法产品控制项目，正丁醇含量为合成法产品控制项目。

5.6 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法。检验结果有一项指标不符合本标准的要求时，应重新自两倍数量的包装中采样检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

5.7 本标准所列项目均为型式检验项目，其中色度、密度、沸程、正丁醇含量、硫酸显色试验、酸度、水分 7 项为出厂检验项目。在正常情况下，每季度至少进行一次型式检验。

5.8 当供需双方对产品质量有异议时，由双方协商解决。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 包装容器应有牢固标志，其内容包括：生产厂名称、厂址、商标、产品名称、批

- 号、净重、本标准编号以及符合 GB 190 规定的易燃液体标志。
- 6.2 工业正丁醇应用干燥清洁的镀锌钢桶或槽车包装。桶装产品每桶净重 150kg。
- 6.3 工业正丁醇在装卸及运输过程中，应轻拿轻放，并防止日晒雨淋。
- 6.4 工业正丁醇应贮存于干燥、通风、温度不超过 35℃ 的仓库内，附近不得有明火。

7 安全

工业正丁醇易燃，避免高温曝晒和与明火接触。

附 录 A
(标准的附录)

色谱操作条件、相对保留时间及典型色谱图

A1 色谱操作条件

操作条件可根据不同仪器作适当变动，应得到合适的分离度。

- a) 汽化室温度：180℃；
- b) 检测室温度：180℃；
- c) 柱箱温度：110℃；
- d) 氮气流速：40mL/min；
- e) 空气流速：400mL/min；
- f) 氢气流速：40mL/min；
- g) 进样量：1μL。

A2 相对保留时间

见表 A1。

表 A1 相对保留时间

峰 序	组分名称	相对保留时间
1	未知峰	0.70
2	异丁醇	0.81
3	正丁醇	1.00
4	异戊醇	1.48
5	辛醇	5.10

A3 典型色谱图

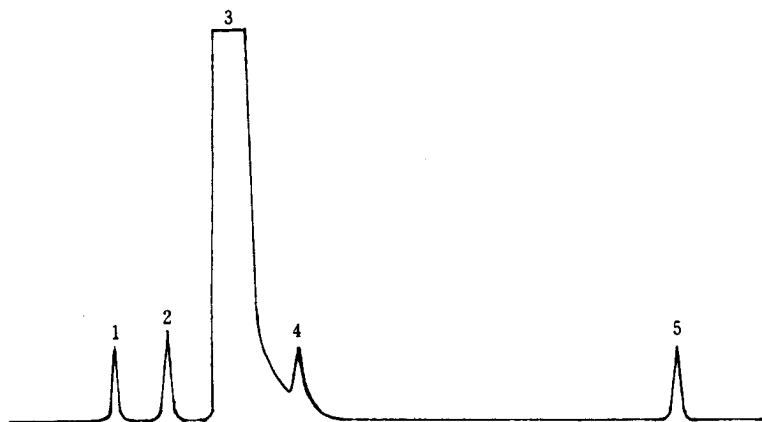


图 A1 典型色谱图

1—未知峰；2—异丁醇；3—正丁醇；4—异戊醇；5—辛醇

四、工业合成乙醇

Synthetic ethanol for industrial use

GB 6820—92

代替 GB 6820—86

本标准中酸度的试验方法等同采用 ISO 1388/2—1981《工业用乙醇——试验方法——第2部分：碱度检定或以酚酞为指示剂的酸度测定》。

本标准中甲醇含量的试验方法等同采用 ISO 1388/7—1981《工业用乙醇——试验方法——第7部分：甲醇含量的测定〔甲醇含量为 0.01% ~ 0.20% (V/V)〕——光度法》。

本标准中醛含量的试验方法参照采用 ISO 1388/5—1981《工业用乙醇——试验方法——第5部分：醛含量的测定——目视比色法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业合成乙醇的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于乙烯在磷酸触媒作用下，直接水合制得的工业合成乙醇。

分子式： C_2H_5OH

相对分子质量：46.07（按 1987 年国际相对原子质量）

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位——铂－钴色号）
- GB 6324.1 有机化工产品水溶性试验方法
- GB 6324.2 挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法
- GB 6324.3 有机化工产品高锰酸钾氧化时间试验方法 钴铈色标法
- GB 6680 液体化工产品采样通则
- GB 6682 实验室用水规格

3 技术要求

- 3.1 外观：无机械杂质的透明液体。
- 3.2 工业合成乙醇质量应符合表 14－7 要求：

表 14－7

项 目		质 量 指 标	
		优等品	一等品
色度（铂－钴），号	≤	5	10
乙醇含量，%（V/V）	≥	96.0	96.0
酸含量（以乙酸计），%	≤	0.0020	0.0025
醛含量（以乙醛计），%	≤	0.0020	0.0040
甲醇含量，%（V/V）	≤	0.02	0.03
蒸发残渣，%	≤	0.0025	0.0030
高锰酸钾氧化时间，min	≥	20	15
杂醇油含量，%	≤	0.0080	0.0150
水溶性试验		无乳色	无乳色

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品按 GB 601、GB 602、GB 603 之

规定制备。

4.1 色度的测定

按 GB 3143 中规定的方法执行。

4.2 乙醇含量的测定

4.2.1 原理

在一定温度下，用乙醇含量与其密度呈一定的函数关系而制成的酒精计进行测定（见附录 A、附录 B）。

4.2.2 仪器、设备

4.2.2.1 酒精计：94.0% ~ 98.0% (V/V)，分度值为 0.1%。

4.2.2.2 温度计：0 ~ 50℃ 水银温度计，分度值为 0.1℃。

4.2.2.3 夹套式量筒：500mL。

4.2.2.4 超级恒温水浴：温度控制在 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

4.2.3 分析步骤

将试样置于清洁、干燥的夹套式量筒中，夹套内通入 20℃ 的水，把酒精计缓缓地放入试样中，其下端应离筒底 2cm 以上；待试样温度达到 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 时，将酒精计压下 2 个刻度，轻轻旋转并放开手，不能与筒壁接触。待静止后，读出酒精计弯月面下缘的刻度，即为 20℃ 时乙醇含量。

4.2.4 结果的表示

从酒精计上直接读取乙醇含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.2.5 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.1% (V/V)。

4.3 酸含量的测定

4.3.1 原理

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的酸。

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 不含二氧化碳的水。

4.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 。

4.3.2.3 酚酞乙醇溶液：5g/L。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 滴定管：1mL，分度值 0.02mL。

4.3.3.2 移液管：100mL。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 量取 100mL 水置于三角瓶中，滴加 2 ~ 3 滴酚酞溶液，用氢氧化钠标准滴定溶

液调至淡粉红色，保持 15s 不退色。

4.3.4.2 用移液管吸取 100mL 试样注入上述溶液中，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡粉红色，保持 15s 不退色为终点。

4.3.5 结果的计算

酸的百分含量 x_1 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{0.06005 \times V \cdot c}{\rho \times 100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

0.060 05——与 1.00mL 氢氧化钠标准溶液〔 $c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的以克表示的乙酸的质量；

ρ ——20℃时试样的密度，g/cm³。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.3.6 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.0001%。

4.4 醛含量的测定

4.4.1 原理

品红-亚硫酸溶液与试样中醛反应生成红紫色醌型染料，用分光光度计在波长 560nm 处进行测量。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 无醛乙醇。

4.4.2.2 品红-亚硫酸溶液；

取 1500mL 水置于 3000mL 烧瓶中，加入 $4.5 \pm 0.001\text{g}$ 碱性品红 ($\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{Cl} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 搅拌溶解，加入 $96.00 \pm 0.05\text{g}$ 偏重亚硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$)，混匀，放置 5~10min，再加入 40mL 16% (m/m) 的硫酸溶液混匀，加盖静置 12h (如带色时用活性炭脱色)，放在阴凉处保存。

4.4.2.3 乙醛标准溶液的配制：

溶液 A

称取 0.6930g 乙醛氨，称准至 0.001g。将其置于 500mL 容量瓶中，用无醛乙醇溶解并稀释至刻度，混匀，得到 0.001g/mL 乙醛标准溶液。

注：乙醛氨带色，可按下法纯化：

将 5g 已醛氨溶于少量无水乙醇中，加约 2 倍体积量的干燥乙醚使之沉淀。通过布氏漏斗过滤，沉淀物用乙醚充分洗涤后，移至浓硫酸真空干燥器中，干燥 3~4h。

溶液 B

吸取 100mL 溶液 A 于 250mL 容量瓶中，用无醛乙醇稀释至刻度，混匀，得到 0.0004g/mL 乙醛标准溶液。

溶液 C

吸取 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0mL 溶液 B 分别于 8 个 100mL 容量瓶中，用无醛乙醇稀释至刻度，混匀，得到 0.0005%, 0.0010%, 0.0015%, 0.0020%, 0.0025%, 0.0030%, 0.0035%, 0.0040% (m/m) 乙醛标准溶液。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 移液管：5、10mL，分刻度 0.1mL。

4.4.3.2 比色管：25mL。

4.4.3.3 容量瓶：100mL。

4.4.3.4 分光光度计。

4.4.4 分析步骤

吸取试样和标准溶液 C 各 3mL 分别置于比色管中，用水稀释至 10mL，加 4mL 品红-亚硫酸溶液，盖塞，混匀。放置 25min 后，用 2cm 比色皿，在波长 560nm 处，以水为参比，用分光光度计分别测定试样和乙醛标准溶液的吸光度 A 。

4.4.5 结果的计算

醛的百分含量 x_2 按式 (2) 计算：

$$x_2 = \frac{A_1}{A_2} \cdot x' \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： A_1 ——被测试样的吸光度；

A_2 ——乙醛标准溶液的吸光度；

x' ——乙醛标准溶液的百分含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.4.6 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.0003%。

4.5 甲醇含量的测定

4.5.1 原理

试样中甲醇在磷酸存在下，被高锰酸钾氧化成甲醛，甲醛与变色酸反应生成紫色溶液，在波长 570nm 处用分光光度计进行测量。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 高锰酸钾溶液：30g/L。

用适量水溶解 3.0g 高锰酸钾于 100mL 容量瓶中，加入 15.5mL 磷酸，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.2.2 偏重亚硫酸钠溶液：100g/L。

用适量水溶解 10.0g 偏重亚硫酸钠于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.2.3 变色酸溶液：1g/L。

称取 0.1 ± 0.001 g 变色酸二钠盐 ($C_{10}H_6O_8S_2Na_2$) 于 200mL 烧杯中，加 10mL 水，边冷却边慢慢加入 90mL 90% (m/m) 的硫酸溶液，混匀。现用现配。

4.5.2.4 甲醇标准溶液：0.05% (V/V)。

用移液管吸取 1mL 无水甲醇于 250mL 容量瓶中，加入 99mL 不含甲醇的无水乙醇，用水稀释至刻度，混匀。

吸取上述溶液 25mL 置于 200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 恒温水浴：温度控制在 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

4.5.3.2 分光光度计。

4.5.3.3 比色管。25mL。

4.5.3.4 移液管：1、2.5mL。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 标准曲线的绘制

a. 吸取 0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0mL 甲醇标准溶液分别置于 5 个 100mL 容量瓶中，用不含甲醇的 5% (V/V) 乙醇溶液稀释至刻度，混匀，得到 0, 0.0005, 0.0010, 0.0020, 0.0030mL/100mL 标准甲醇比色液。

b. 分别吸取 2mL 标准甲醇比色液置于 5 只比色管中，各加入 1.0mL 高锰酸钾溶液，15min 后各加入 0.6mL 偏重亚硫酸钠溶液，此时溶液呈无色，边用水冷却边慢慢加入 10mL 变色酸，在 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 水浴上加热 20min 后冷却。

c. 用 1cm 比色皿，在波长 570nm 处，以不含甲醇的 5% 的乙醇溶液做参比，用分光光度计测定标准比色液的吸光度值，同时做空白试验。

d. 将标准甲醇比色液的吸光度值减去空白溶液的吸光度值，以标准甲醇比色液的体积为横坐标，相应的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

4.5.4.2 试样的测定

用移液管吸取 5mL 试样，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

吸取上述试样溶液 2mL 置于比色管中，按标准曲线的绘制步骤 (b 和 c) 进行测定，同时做空白试验。

4.5.5 结果的计算

根据试样的吸光度在标准曲线上查出甲醇的体积。

甲醇的百分含量 x_3 按式 (3) 计算：

$$x_3 = \frac{V_1 - V_0}{V_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： V_0 ——从标准曲线上查得空白试验中甲醇体积，mL；

V_1 ——从标准曲线上查得试样中甲醇体积，mL；

V_2 ——试样体积，mL。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

4.5.6 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.003%。

4.6 蒸发残渣的测定

按 GB 6324.2 规定执行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

允许差：两次平行测定结果的差值不大于 0.0003%。

4.7 高锰酸钾氧化时间的测定

按 GB 6324.3 规定执行。

4.8 杂醇油含量的测定

4.8.1 原理

对二甲氨基苯甲醛与试样中杂醇油反应所生成的颜色和已知杂醇油含量标准溶液的颜色进行目视比较。

4.8.2 试剂和溶液

4.8.2.1 异丁醇。

4.8.2.2 异戊醇。

4.8.2.3 硫酸（优级纯）。

4.8.2.4 对二甲氨基苯甲醛显色剂：

称取 0.1000g 称准至 0.001g，对二甲氨基苯甲醛〔 $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CHO}$ 〕，置于 200mL 容量瓶中，用硫酸溶解并稀释至刻度，混匀。移入棕色瓶中。

4.8.2.5 杂醇油标准溶液：0.0080%、0.0150%。

取 1.0mL 异丁醇及 1.0mL 异戊醇，分别置于 2 个已有部分无杂醇油乙醇的 1000mL 容量瓶中，以无杂醇油乙醇稀释至刻度。得到 0.1% 异丁醇溶液（甲液）及 0.1% 异戊醇溶液（乙液）。

按甲液：乙液 = 3：1 比例混合，得到 0.1% 杂醇油标准溶液 A。

用移液管吸取 8.0，15.0mL 杂醇油标准溶液 A，分别置于 100mL 容量瓶中，用无杂醇油乙醇稀释至刻度。

注：无杂醇油的乙醇的制备：取杂醇油含量低的乙醇进行蒸馏，去初馏和终馏各 50mL，截取中间馏分，反复两次蒸馏。

4.8.3 仪器

4.8.3.1 容量瓶：100、200mL。

4.8.3.2 比色管：25mL。

4.8.4 分析步骤

用移液管吸取试样和 0.0080%、0.0150% 杂醇油标准溶液各 0.5mL，分别置于 25mL 比色管中，加显色剂 10mL，混匀。置沸水浴中，20min 后取出，用水冷却至室温，在散射光下，轴向比较试样溶液和杂醇油标准溶液的颜色。

4.8.5 结果的表示

试样中杂醇油的含量，为最接近试样的杂醇油标准溶液中杂醇油的含量。

4.9 水溶性试验

按 GB 6324.1 规定执行，但试样与水混溶的体积比为 1：19。

5 检验规则

5.1 本产品应由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证出厂产品各项指标符合标准要求，并应附有一定格式的质量证明书。

5.2 用户有权按照本标准规定的技术条件、试验方法、检验规则对所收到的工业合成乙醇进行验收，自到货之日起，有效期为一个月。

5.3 例行检验项目：甲醇含量、杂醇油含量。

5.4 取样：

5.4.1 产品由检验部门进行检验，检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，则应重新自两倍批量中取样进行复检。所得结果若仍有一项不合格则此批产品判为不合格。

5.4.2 取样方法按 GB 6680 规定执行。取样量不少于 2L，分装入 2 个清洁干燥的磨口瓶中。粘贴标签注明：产品名称、取样日期、批号。一瓶进行检验，另一瓶保留 2 个月备查。

5.5 当供需双方对产品质量发生异议需要仲裁时，可由双方协商选定仲裁单位，按本标准规定进行仲裁检验。

5.6 技术指标值按 GB 1250 中修约值比较法判定。

6 包装、标志、贮存、运输

6.1 工业合成乙醇应装于清洁、干燥的钢制槽车或保证质量的其他容器内。

6.2 出厂的工业合成乙醇应附有一定格式的质量证明书。证明书包括下列内容：生产厂名、产品名称、槽车号、批号、出厂日期、净重、件数、产品质量符合本标准要求的证明和标准编号。

6.3 包装容器上应涂刷牢固的标志，其内容包括：生产厂名称、产品名称、生产日期、批号、净重、商标及标准编号，并有明显“易燃”标志。

6.4 工业合成乙醇应贮藏在通风、阴凉、干燥的仓库内，远离热源和火种。

6.5 工业合成乙醇属易燃危险品，在运输中不得在日光下曝晒，不得与易燃物、氧化

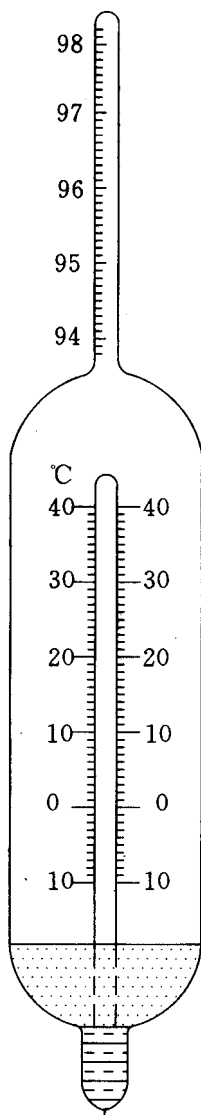
物一起堆放，应严格遵守交通运输部门的运输规定。

附 录 A
合成乙醇在 20℃下密度和含量对照表
(参考件)

表 A1

密度 ρ_{20} , g/mL	乙醇含量 ,% (V/V)	密度 ρ_{20} , g/mL	乙醇含量 ,% (V/V)
0.8075	95.99	0.806	96.36
0.8074	96.02	0.8059	96.39
0.8073	96.04	0.8058	96.40
0.8072	96.07	0.8057	96.43
0.8071	96.09	0.8056	96.45
0.8070	96.12	0.8055	96.48
0.8069	96.14	0.8054	96.51
0.8068	96.17	0.8053	96.53
0.8067	96.18	0.8052	96.56
0.8066	96.21	0.8051	96.58
0.8065	96.24	0.8050	96.60
0.8064	96.26	0.8049	96.62
0.8063	96.29	0.8048	96.65
0.8062	96.31	0.8047	96.67
0.8061	96.34	0.8046	96.70

附 录 B
工业合成乙醇用酒精计
(参考件)



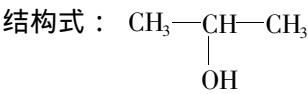
五、异 丙 醇

2 - Propanol

UDC 661.725.3

GB 7814—87

本标准适用于丙烯经直接水合法、硫酸酯化法或丙酮加氢法生产的异丙醇。
异丙醇是重要的基本有机原料，广泛用于医药、农药、化工及油漆等部门作为原料或溶剂。



分子式：C₃H₇OH

分子量：60.09（按 1983 年国际原子量）

1 技术条件

异丙醇应符合表 14－8 要求：

表 14－8

序号	指 标 名 称	质 量 指 标		
		优级品	一级品	合格品
1	外观	透明液体，无机械杂质		
2	色度（Pt－Co 色号） ≤	5	10	15
3	密度 ρ ₂₀ ，g/cm ³	0.784～0.786	0.784～0.787	0.784～0.789
4	水溶性试验	澄清		
5	纯度，%（质量） ≥	99.7	99.5	98.5
6	沸程（在 101325Pa 下）			
	初馏点，℃ ≥	81.8	81.5	81.5
	干点，℃ ≤	82.8	83.0	83.5
7	水含量，%（质量） ≤	0.15	0.20	0.25
8	酸含量（以乙酸计），%（质量） ≤	0.002	0.002	0.003

续表

序号	指 标 名 称	质 量 指 标		
		优级品	一级品	合格品
9	蒸发残渣, % (质量) ≤	0.002	0.005	0.010
10	羰基含量 (以丙酮计), % (质量) ≤	0.02	0.05	0.10
11	硫化物含量 (以 S 计), ppm ≤	1	2	实测

2 检验方法

2.1 色度测定法

按 GB 3143—82《液体化学产品颜色测定法 (Hazen 单位——铂—钴色号)》进行测定。

2.2 密度测定法

2.2.1 仪器

石油密度计: SY—1 型, 密度范围 $0.7700 \sim 0.8100 \text{ g/cm}^3$, 分度 0.0005 g/cm^3 。

温度计: $0 \sim 50^\circ\text{C}$, 分度 0.1°C 。

玻璃量筒: 250ml (或具相同直径的玻璃圆筒)。

2.2.2 测定方法

将试样注入清洁、干燥的量筒中, 把密度计轻轻地插入试样中, 待温度平衡后, 按液面上边缘读取其视密度 (读数时眼睛应与液面上边缘在同一水平上), 同时测定试样温度。

2.2.3 结果计算

按式 (1) 将视密度换算为 20°C 时的密度:

$$\rho_{20} = \rho_t + \gamma (t - 20) \dots \dots \dots (1)$$

式中: ρ_t —— $t^\circ\text{C}$ 时的视密度, g/cm^3 ;

γ ——密度温度补正系数 (见表 14-9), $\text{g/cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}$;

t ——测定时试样温度, $^\circ\text{C}$ 。

表 14-9

异丙醇密度 - 温度补正系数 γ 值表

测气温度, $^\circ\text{C}$	γ , $\text{g/cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}$
10	8.4×10^{-4}
15	8.4×10^{-4}
20	8.3×10^{-4}
25	8.3×10^{-4}
30	8.3×10^{-4}

续表

测气温度,℃	$\gamma, \text{g/cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}$
35	8.2×10^{-4}
40	8.2×10^{-4}

注：仲裁试验时应在 20℃ 下恒温测定。

2.2.4 精密度

两次平行测定结果的差值不应大于 0.0005g/cm^3 。
取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

2.3 水溶性试验

按 GB 6324.1—86《有机化工产品水溶性试验方法》进行试验。
醇与水的比例（体积）按下述规定选择：
优品质、一级品：异丙醇：水 = 1：9；
合格品：异丙醇：水 = 1：3。

2.4 异丙醇纯度测定法

从异丙醇总量中扣除己烷、异丙醚、正丙醇等杂质以及水、酸含量后的质量作为异丙醇的纯度。

2.4.1 异丙醇纯度计算法

$$X_2 = 100 - X_3 - X_4 - X_5 \dots\dots\dots (2)$$

式中： X_2 ——异丙醇纯度，%（质量）；
 X_3 ——乙烷、异丙醚、正丙醇及叔丁醇等杂质含量，%（质量）；
 X_4 ——酸含量，%（质量）；
 X_5 ——水含量，%（质量）。

2.4.2 异丙醇杂质含量测定法——色谱法

本方法适用于异丙醇中己烷、异丙醇、正丙醇等杂质的测定，测定结果以质量百分数表示。

以氮气为载气，采用 6201/聚乙二醇柱分离己烷、异丙醚等杂质，经火焰离子化检测器检定，以内标法对杂质进行定量。

2.4.2.1 仪器与试剂

- a. 气相色谱仪：凡具有火焰离子化检测器的气相色谱仪均可使用。对整机灵敏度的要求是：在本方法规定的色谱条件下，注入 $0.5\mu\text{l}$ 含正辛烷 0.02%（质量）的异丙醇试样时，正辛烷峰高不应低于 15mm。
- b. 记录仪：5mV，满量程响应时间在 2s 以下，记录纸幅宽不应小于 250mm。
- c. 色谱柱：内径 4mm，长 3m 的不锈钢柱。
- d. 注射器： $1\mu\text{l}$ 、 $50\mu\text{l}$ 。

于已称重（称准至 0.0002g）的 25ml 容量瓶中加入异丙醇至刻线，再称量（称准至 0.0002g），以注射器向容量瓶中加入 5~10 μ l 正辛烷（其量应与试样所含杂质质量相近），称量（称准至 0.0002g），混匀。

c. 微量滴定管：2ml 或 5ml，分度 0.02ml。

d 移液管：50ml。

e. 密度计：0.7700 ~ 0.8100。

f. 氢氧化钠：分析纯，溶液浓度 $c(\text{NaOH}) = 0.01\text{mol/L}$ 标准溶液。

g. 酚酞：1% 乙醇溶液。

h. 蒸馏水：煮沸除去二氧化碳。

2.7.2 测定方法

用移液管吸取 50ml 试样移入已盛有 50ml 蒸馏水的锥形瓶中，加 3 滴酚酞指示剂，用 0.01mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈浅红色 30s 不退色为止。同时进行空白试验。

2.7.3 结果计算

试样中酸的百分含量按式 (6) 计算：

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c(\text{NaOH}) \times 0.06}{V \cdot \rho} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中： X_4 ——试样中酸的含量（按乙酸计），%（质量）；

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准溶液的体积，ml；

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的体积，ml；

$c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

0.06——乙酸的毫摩尔质量，g；

V ——试样体积，ml；

ρ ——试验温度下试样的密度，g/cm³。

2.7.4 精密度

两次平行测定结果的差值不应大于 0.0005%；

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

2.8 蒸发残渣含量的测定

按 GB 6324.2—86《挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法》进行测定。

精密度：两次平行测定结果之差不应大于 0.0004%；

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

2.9 羰基化合物含量测定法

按 GB 6324.5—86《有机化工产品中羰基化合物的测定 容量法》进行测定。

为使滴定终点易于观察，须将中和盐酸羟胺时加的指示剂由 5ml 改为 0.5ml；中和异丙醇时加的指示剂由 1.25ml 改为 2~3 滴，溶液由黄色转变到黄绿色为滴定终点。

精密度：

两次平行测定结果之差不应大于 0.003%。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

2.10 硫含量测定法

按 GB 6324.4—86《有机液体产品微量硫的测定 微库仑法》进行测定。

试样中总硫含量按式(7)计算：

$$X_6 = \frac{W}{V \cdot \rho \cdot f} \dots\dots\dots (7)$$

式中： X_6 ——试样中总硫含量，ppm；

W ——微库仑计滴定的总硫量，ng；

V ——试样体积， μl ；

ρ ——试样密度， g/cm^3 ；

f ——硫的回收率。

3 验收规则

3.1 异丙醇的质量由生产厂的技术检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的异丙醇都符合本标准的要求，并应附有质量合格证书。

3.2 使用单位应按照本标准规定的验收规则和检验方法对所收到的异丙醇进行验收，其质量应符合本标准规定。

3.3 取样方法：异丙醇的取样工具、要求及方法分别按 GB 4756—84《石油及液体石油产品取样法（手工法）》中有关规定进行，采取试样总量不得少于 1L。

3.4 将采取的试样仔细摇匀后，分装于两个清洁、干燥的细口瓶中。一瓶做分析检验用，另一瓶贴好注明产品名称、批号、采样日期、到站等内容的标签后作为留样，以备复验。留样期为两个月。

3.5 若检验结果中有某项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中重新采样检验。重新检验结果中即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批异丙醇不能验收。

3.6 若供需双方对异丙醇质量发生争议时，可由双方协商选定仲裁机构，仲裁分析时应按本标准规定进行。

3.7 用铁质容器贮运的异丙醇，用户验收时，优质品色度允许不大于（Pt - Co 色号）10 号。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 异丙醇可装入铁槽车或镀锌桶（每桶净重 15kg）内，盛装容器应符合 SY 2000—78《石油产品包装、贮运及交货验收规则》中特别刷洗的要求，达到无杂质、水、油垢和纤维，并且无明显铁锈。目视或用抹布擦拭检查时，不应呈现锈皮、锈渣及黑色。桶盖

应封严，以防漏损。

4.2 包装容器上应涂刷牢固标志，内容包括：产品名称、生产厂名称、标准编号、净重、防潮及易燃品标志等内容。

4.3 每批出厂的异丙醇都应附有质量合格证书，内容包括：产品名称、生产厂名、标准编号、生产批号、出厂日期和净重等内容。

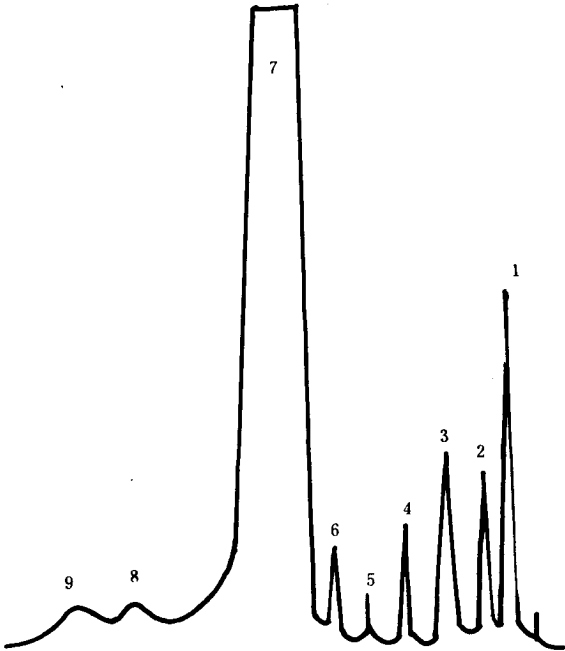
4.4 异丙醇应贮存在干燥、通风的库房内，库房周围严禁烟火。

4.5 异丙醇易吸水，在贮存和运输中应严防湿气侵入。

附 录 A

大气压力对异丙醇馏出温度之校正系数表
(补充件)

大气压力, Pa	$K, ^\circ\text{C}/100\text{Pa}$	大气压力, Pa	$K, ^\circ\text{C}/100\text{Pa}$
59995 ~ 62265	0.031	75196 ~ 80530	0.028
62266 ~ 65865	0.030	80531 ~ 86660	0.027
65866 ~ 70260	0.029	86661 ~ 93325	0.026
70261 ~ 75195	0.028	93326 ~ 103995	0.026



异丙醇在 6201/聚乙二醇色谱柱上各杂质典型色谱图
1—己烷；2—异丙醚；3—正辛烷；4—丙酮；5—苯；
6—叔丁醇；7—异丙醇；8—仲丁醇；9—正丙醇

六、工业用季戊四醇

Pentaerythritol for industrial use

GB/T 7815—1995

代替 GB 7815—87

1 范围

本标准规定了工业用季戊四醇的技术要求、采样、试验方法、标志、包装等。
本标准适用于除炸药用以外的工业季戊四醇。

分子式： $C(CH_2OH)_4$

相对分子质量：136.14（按 1991 年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 7531—87 有机化工产品灰分的测定

3 技术要求

工业用季戊四醇的质量应符合表 14—12 要求。

表 14—12 项目与指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
单季戊四醇含量 ,% ≥	93	86	—
羟基含量 ,% ≥	47	47	46
加热减量 ,% ≤	0.5	0.5	0.7
灰分 ,% ≤	0.1	0.1	0.1
邻苯二甲酸树脂着色度 , (Fe Co Cu 标准比色液号) ≤	2	4	6

4 采样

4.1 采样方法

把认为同一质量的产品作为一批进行采样，所采样品的质量代表本批的平均质量。

4.2 采样器

采样器如图 14-2 或其他适宜的采样器

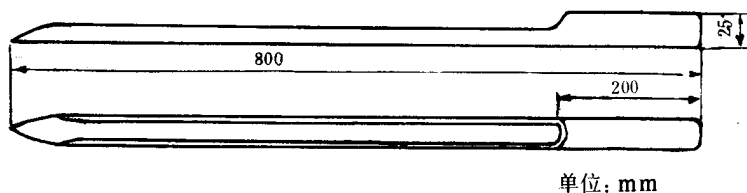


图 14-2 采样器

4.3 操作

4.3.1 从生产现场中采样

由连续生产出的一批产品中按表 14-13 规定的个数等间隔一次采等量样品，混匀后用四分法缩分到约 250g 作为试样。

4.3.2 从生产现场之外的场地采样

从一批产品中按表 14-14 规定随机选取容器个数，打开容器开口，把采样器插至容器底部，各自采一次等量的样品，混匀后，用四分法缩分到约 250g 作为试样。

将所采试样平分装于两个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中，其中一瓶检验；一瓶封存留样备查，留样保存期三个月。

表 14-13

采样个数

容器个数	采样个数	容器个数	采样个数
2 ~ 10	2	51 ~ 100	5
11 ~ 20	3	101 ~ 200	10
21 ~ 50	4	201 ~ 500	15

5 试验方法

5.1 共同事项

本标准所使用的试剂和水在没有注明其他要求时均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

本标准所使用的标准溶液，制剂及制品在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601—88，GB/T 603—88 进行制备。

5.2 检验结果的判定与表示方法

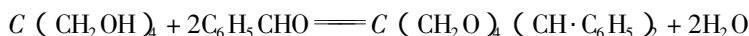
5.2.1 检验结果的判定按 GB/T 1250 修约值比较法。检验结果如果有一项指标不符合表 1 要求时,应重新自两倍量包装中取样进行复检,复检结果即使只有一项不符合表 1 要求则整批产品为不合格。

5.2.2 分析结果的最终表示应和技术要求的量值的位数一致。

5.3 单季戊四醇含量的测定

5.3.1 方法提要

在试样的热溶液中加入苯甲醛的甲醇溶液及盐酸,生成二苄叉化合物(沉淀物),将沉淀经过滤、洗净、干燥,称其质量来求取单季戊四醇的百分含量。



5.3.2 试剂和溶液

a) 苯甲醛 甲醇溶液: 15 + 100;

b) 甲醇水溶液: 1 + 1。

5.3.3 仪器和设备

a) 一般试验室仪器;

b) 多孔玻璃漏斗: G3。

5.3.4 分析步骤

a) 称取在研钵中研细的约 0.5g 试样,精确至 0.000 2g。置于具塞锥形瓶中,加 5.00mL 的水,轻轻加盖,或水浴上或直接加热。加热时,不应使溶液沸腾,并使试样迅速溶解;

b) 在上述热溶液中加入 20.00mL 苯甲醛甲醇溶液和 12.00mL 盐酸,加盖,在室温下放置 15min ~ 30min。放置期间要时常摇动锥形瓶、结晶析出后还要继续摇动;

c) 然后把锥形瓶置于 0℃ ~ 2℃ 的冰水浴中放置 1h,使结晶完全析出,从冰水浴中取出锥形瓶,马上用多孔玻璃漏斗抽滤;

d) 停止抽滤,用 20mL 的 20℃ ~ 25℃ 的甲醇水溶液洗涤锥形瓶内壁,将其液移入多孔玻璃漏斗内,用一头扁平的玻璃棒搅拌沉淀物再抽滤。此操作再反复进行三次。停止抽滤后,再用剩下的 20mL 甲醇水溶液洗锥形瓶内壁、玻璃棒及多孔玻璃漏斗内壁,再抽滤完毕;

注:此操作所用的甲醇水溶液总量为 100mL。

e) 沉淀物在 120℃ ± 3℃ 的条件下干燥 2h。在干燥器中冷却至室温,精确称量。

5.3.5 分析结果的计算

单季戊四醇的百分含量 x_1 按式 (1) 计算

$$x_1 = \frac{(m_1 + 0.0300) \times 0.4359}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——沉淀物的质量, g;

m ——试样的质量, g;

0.435 9——单季戊四醇与二苯叉化合物的分子量之比;

0.030 0——溶解部分的校正质量, g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果之差不得大于 0.4%。

5.4 羟基含量测定

5.4.1 方法提要

在试样中加入乙酸化试剂, 在 $90^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 进行乙酰化, 然后以酚酞为指示剂, 用氢氧化钠溶液滴定之, 求取羟基含量。

5.4.2 试剂和溶液

a) 吡啶;

b) 乙酰化试剂: 10mL 乙酸酐和 90mL 吡啶, 互相混合, 装入密闭瓶中, 避光保存。此试剂在不变色的情况下保存期为一周;

注: 该试剂可能因所使用的乙酸酐或吡啶而使放置时变色速度加快, 此时如加入 0.3mL ~ 0.4mL 水配成, 可以减慢变色速度;

c) 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 1\text{mol/L}$;

d) 酚酞指示液: 10g/L。

5.4.3 仪器和设备

a) 一般试验室仪器;

b) 乙酰化装置: 200mL 带磨口的平底烧瓶, 能与平底烧瓶接合的带磨口的直形玻璃冷凝管, 冷凝管长度 750mm ~ 1 000mm²;

c) 油浴或水浴: 适于保持 $90^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 下加热。

5.4.4 分析步骤

称量经研钵研细的约 0.4g 试样, 精确至 0.000 2g, 于平底烧瓶中。用移液管准确加入 20.00mL 乙酰化试剂, 安装上冷凝器, 用 1 ~ 2 滴吡啶将连接处密封, 将烧瓶半浸入至保持 $90^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ 的油浴 (或水浴) 中, 在时常摇动下加热回流 1h。

从油浴 (或水浴) 中取出烧瓶, 在 5°C 以下的冰水浴中边冷却, 边加入 20mL 水冲洗冷凝器, 冷却至室温后再加入 2 ~ 3 滴酚酞指示液, 以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。当溶液呈浅红色时为终点。

同时做空白试验。

5.4.5 分析结果的计算

羟基的百分含量 x_2 按式 (2) 计算:

$$x_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0170}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_1 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——试样试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试样质量，g；

0.017 0——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液〔 $c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$ 〕相当的以克表示的羟基质量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.2%。

5.5 加热减量的测定

5.5.1 方法提要

试样经烘干后测定其减少的量。

5.5.2 仪器和设备

a) 称量瓶：扁平、直径 50mm；

b) 恒温烘箱：可恒温 $88^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.5.3 分析步骤

用已恒重的扁平称量瓶称取约 2g 试样，精确至 0.000 2g，置于恒温烘箱中，于 $88^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下烘 2h，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。

5.5.4 分析结果的计算

加热减量的百分含量 x_3 按式 (3) 计算：

$$x_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m ——试样质量，g；

m_1 ——加热后试样质量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.04%。

5.6 灰分的测定

估计样品灰分量的多少，在 5g~20g 范围中选取称样量，灼烧温度为 $850^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ ，其他均按 GB 7531 进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.02%。

5.7 邻苯二甲酸树脂着色度的测定

5.7.1 方法提要

在试样中加入邻苯二甲酸酐，加热生成树脂化合物的颜色与标准比色液进行比色。

5.7.2 试剂和溶液

5.7.3 仪器和设备

b) 比色试管：无色透明、同质、同厚度、同形 25mL 的比色管。

a) 氯化钴比色原液：称取 59.5g 氯化钴 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 用 (1 + 39) 盐酸溶解，稀释至 1 000mL；

b) 氯化铁比色原液：称取 45.0g 氯化铁（ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）用（1+39）盐酸溶解并稀释至 1 000mL；

c) 硫酸铜比色原液：称取 62.4g 硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 用 (1 + 39) 盐酸溶解并稀释至 1 000mL；

d) 标准比色贮备液：取 5.7.4 中 a、b、c 比色原液，以体积比 2:5:1 混合，贮备，待用；

e) 标准比色液：将上述 d 贮备液按表 14-15 要求稀释，放入 5.7.3 的 b 比色试管中，密封、暗处保存、备用。

标准比色液色阶

标准比色号	贮备液体积 mL	水体积 mL	总体积 mL
1	1	9	10
2	2	8	10
3	3	7	10
4	4	6	10
5	5	5	10
6	6	4	10
7	7	3	10
8	8	2	10
9	9	1	10
10	10	0	10

称取 3.00g 试样及 5.40g 邻苯二甲酸酐，精确至 0.01g，于 25mL 比色管中，将比色管置于 260℃ ~ 265℃ 的油浴（溶液可使用甲基硅油）中，边振荡边加热 5min，趁热与标准比色液色阶管并列放在白色背景的散射光下，由前方透视比色，得出试样比色结

果。

6 标志、包装

6.1 季戊四醇的包装袋上应注明产品标志

产品标志的基本内容：产品名称，生产厂厂名和厂址，商标、生产日期或生产批号、出厂日期、标准号、质量等级、净重等。

6.2 包装上要注明防火、防潮。

6.3 季戊四醇用复合塑编袋、外用编织袋或三层牛皮纸袋内衬塑料袋包装。每袋净重 $25\text{kg} \pm 0.2\text{kg}$ 。

6.4 季戊四醇运输时应装在清洁、干净带篷的货车或船中。

6.5 季戊四醇应贮存于干燥、清洁、通风的仓库内，不得露天堆放。

七、工业甲醇

Methanol for industrial use

GB 338—92

代替 GB 338—85

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业甲醇的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以煤、焦、天然气、轻油、重油等为原料合成的工业甲醇。

分子式： CH_3OH

相对分子质量：32.042（按 1989 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判断方法

GB 3143 液体化学产品颜色的测定方法（Hazen 单位——铂—钴色号）

GB 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB 6324.1 有机化工产品水溶性试验方法

- GB 6324.2 挥发性有机液体 水浴上蒸发后干残渣测定的通用方法
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6680 液体化工产品采样通则
- GB 7534 工业用挥发性有机液体沸程的测定
- GB 8170 数值修约规则

3 技术要求

- 3.1 工业甲醇为无特殊异臭气味，无色透明液体，无可见杂质。
- 3.2 工业甲醇应符合表 14－15 要求：

表 14－15

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度（铂－钴），号 ≤	5		10
密度（20℃），g/cm ³	0.791～0.792	0.791～0.793	
温度范围（0℃，101325Pa），℃	64.0～65.5		
沸程（包括 64.6±0.1℃），℃ ≤	0.8	1.0	1.5
高锰酸钾试验，min ≥	50	30	20
水溶性试验	澄清		—
水分含量，% ≤	0.10	0.15	—
酸度（以 HCOOH 计），% ≤	0.001 5	0.003 0	0.005 0
或碱度（以 NH ₃ 计），% ≤	0.000 2	0.000 8	0.001 5
羰基化合物含量（以 CH ₂ O 计），% ≤	0.002	0.005	0.010
蒸发残渣含量，% ≤	0.001	0.003	0.005

4 试验方法

本试验方法所用试剂和水除特殊注明外，均为分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 色度的测定

按 GB 3143 的规定进行测定。

4.2 密度的测定

4.2.1 密度计法

4.2.1.1 按 GB 4472 中 2.3.3 的规定，在常温下进行测定。密度计的示值范围 0.750～0.800g/cm³。在 15～35℃ 的温度范围内，试样密度的温度校正系数 *K* 值为 0.000 93g/

cm³℃。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.2.1.2 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.000 5g/cm³。

4.2.2 比重瓶法（仲裁法）

4.2.2.1 按 GB 4472 中 2.3.1 的规定进行测定。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.2.2.2 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.000 5g/cm³。

4.3 沸程的测定

按 GB 7534 的规定进行测定。主温度计的示值范围 50 ~ 70℃，冷凝器规格符合 GB 7534 中 3.4.1 要求。

气压变化对沸点温度的校正值应符合表 14 – 16 规定。

表 14 – 16

气压, kPa	773 ~ 813	814 ~ 866	867 ~ 933	934 ~ 986	987 ~ 1 066
R 值 ,℃/Pa	2.78 × 10 ⁻⁴	2.70 × 10 ⁻⁴	2.62 × 10 ⁻⁴	2.55 × 10 ⁻⁴	2.48 × 10 ⁻⁴

4.4 高锰酸钾试验

4.4.1 原理

甲醇中含有还原性杂质，在中性溶液中与高锰酸钾反应，还原高锰酸钾为二氧化锰

4.4.2 仪器

4.4.2.1 水浴：控制温度 15 ± 0.5℃，KF – 4 型低温恒温水浴或相当精度的仪器；

4.4.2.2 比色管：50mL，无色玻璃制品，带玻璃磨口塞；

4.4.2.3 移液管：2mL。

4.4.3 试剂和溶液

4.4.3.1 水的制备：取适量的水加入足够量的稀高锰酸钾溶液使呈稳定的粉红色，煮沸 30min。如粉红色消失补加高锰酸钾溶液再呈粉红色，放冷备用。此溶液用时制备。

4.4.3.2 高锰酸钾溶液的配制；准确称取 0.200g 高锰酸钾置于 1 000 mL 棕色容量瓶中，用水（4.4.3.1）溶解，并稀释至刻度，摇匀。密封存放于暗处，使用期一周。

4.4.3.3 色标的配制：称取 2.500 0g 氯化钴（CoCl₂ · 6H₂O）和 2.800 0g 硝酸铈酸〔UO₂（NO₃） · 6H₂O〕溶解于水，定量地移于 1 000 mL 容量瓶中加入 10mL 硝酸溶液〔c（HNO₃） = 2 mol/L〕，用水稀释至刻度，摇匀备用。此溶液使用期三个月。

4.4.4 分析步骤

测定前对所使用的仪器预先用盐酸（1 + 1）泡洗，再用自来水洗净，然后用蒸馏水

洗涤、干燥。

用移液管取约 15℃ 的甲醇试样 50mL，注入比色管中，放入 $15 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 水浴中。水浴中的水面要高出比色管中试样水平线之上，经过 15min 后从水浴中取出比色管，用移液管加入 2mL 高锰酸钾溶液，加入第一滴时记录时间。并加盖塞住、摇匀、放回水浴中。此后间隔一定时间从水浴中取出与另一支注入等体积的色标的比色管（此管不必放入水浴中），在白色背景下侧向观察甲醇试样的颜色的变化。注意：避免将试样溶液直接暴露在阳光下，以防高锰酸钾分解。记录甲醇试样的颜色变化与色标颜色一致时的时间。此时间范围为高锰酸钾试验的测定时间。

4.4.5 允许差

平行测定结果之差值不超过 3min。

4.5 水溶性试验

按 GB 6324.1 的规定进行测定。选择试样与水混溶的比例分别为，优等品 1 + 3，一等品 1 + 9。

4.6 水分的测定

4.6.1 按 GB 6283 的规定进行测定，吸取试样的体积为 10.0mL。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.6.2 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.01%。

4.7 酸度或碱度的测定

4.7.1 原理

甲醇试样用不含二氧化碳的水稀释，加入溴百里香酚蓝指示剂，试样呈酸性则用氢氧化钠标准滴定溶液中和游离酸，试样呈碱性则用硫酸标准滴定溶液中和游离碱。

4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.01\text{mol/L}$ ；

4.7.2.2 硫酸标准滴定溶液： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.01\text{mol/L}$ ；

4.7.2.3 溴百里香酚蓝溶液：称取 0.1g 溴百里香酚蓝溶解于 50% 乙醇中，并稀释至 100mL；

4.7.2.4 不含二氧化碳水的制备：将蒸馏水放入烧瓶中煮沸 10min，立即将装有碱石棉玻璃管的塞子塞紧，放冷后使用。

4.7.3 仪器

4.7.3.1 滴定管：容量 10mL，分刻度 0.05mL；

4.7.3.2 三角瓶：250 ~ 300mL。

4.7.4 分析步骤

甲醇试样用等量的不含二氧化碳水稀释,加入溴百里香酚蓝溶液鉴别,呈黄色为酸性反应测酸度,呈蓝色则为碱性反应,测碱度。

取 50mL 无二氧化碳水,注入三角瓶中,加入 4~5 滴溴百里香酚蓝溶液。测定游离酸时,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至成浅蓝色(不计消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积),然后用 50mL 移液管加入 50mL 甲醇试样,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为浅蓝色,30s 不退色即为终点。测定游离碱时,用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液由蓝色变为黄色,30s 不变色即为终点。

4.7.5 结果的表示

以质量百分数表示的酸度 X_1 (以 HCOOH 计)或碱度 X_2 (以 NH_3 计),分别按公式(1)和式(2)计算:

$$X_1 = \frac{c_1 V_1 \times 0.046 \times 100}{50 \rho_t} \dots\dots\dots (1)$$

$$X_2 = \frac{c_2 V_2 \times 0.017 \times 100}{50 \rho_t} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.046——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的,以克表示的甲酸的质量;

ρ_t ——在温度 t 时甲醇试样的密度, g/cm^3 ;

c_2 ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——滴定消耗硫酸标准滴定液的体积, mL;

0.017——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的,以克表示的氨的质量。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.7.6 允许差

两次平行测定结果的相对偏差不超过 30%。

4.8 羰基化合物含量的测定

4.8.1 原理

甲醇试样中的羰基化合物,在酸性介质中与 2,4-二硝基苯肼发生化学反应,生成 2,4-二硝基苯腙。将溶液转化成碱性后即呈红棕色。用分光光度计在波长 430nm 处进行测量。

4.8.2 试剂和溶液

4.8.2.1 苯乙酮 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{COCH}_3$);

4.8.2.2 2,4-二硝基苯胂;

4.8.2.3 盐酸;

4.8.2.4 氢氧化钾;

4.8.2.5 无羰基甲醇的制备:取 1L 甲醇放入蒸馏瓶中,加入 6g 2,4-二硝基苯胂,10 滴盐酸,将蒸馏瓶放在水浴中,装上回流冷凝器,加热至沸腾并回流 3~4h 后放置过夜,装上适宜的分馏柱和冷凝器进行缓慢蒸馏,弃去初馏液 75mL,接收随后馏出液 850mL,余下的弃去。如果馏出液带颜色,则应重新蒸馏;

4.8.2.6 氢氧化钾溶液:称取 10g 氢氧化钾,溶解于 20mL 水中,冷却后加入 80mL 无羰基甲醇,混合均匀。当日配制;

4.8.2.7 2,4-二硝基苯胂溶液:称取约 0.03g 2,4-二硝基苯胂,称准至 0.001m,溶于 49mL 无羰基甲醇中,加入 1.5mL 盐酸,混匀。当日配制;

4.8.2.8 羰基化合物标准溶液的制备:用针筒减量法(针尖用硅橡胶封住),称取 1.200g 苯乙酮注入 100mL 干燥的容量瓶中,用无羰基甲醇稀释至刻度混匀。此溶液为溶液 A;

取溶液 A 1mL 于 100mL 干燥的容量瓶中,用无羰基甲醇稀释至刻度、摇匀,此溶液为溶液 B。此溶液 1mL 含苯乙酮 0.000 12g,相当于甲醛 30 μ g。

4.8.3 仪器

4.8.3.1 水浴:可控制温度 $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$;

4.8.3.2 比色管:容量 25mL,无色玻璃制品,带玻璃磨口塞;

4.8.3.3 移液管:容量 1、2、10mL,分刻度 0.1mL;

4.8.3.4 容量瓶:容量 25、100mL;

4.8.3.5 分光光度计。

4.8.4 羰基化合物标准曲线的绘制

取数个 25mL 容量瓶,分别准确地加入溶液 B 0、2.5、5.0、7.5、10.0、12.5、15.0、20.0mL,用无羰基甲醇稀释至刻度,相当于每毫升含 0、3、6、9、12、15、18、24 μ g 甲醛。

从上述各容量瓶中,各取 1mL 溶液置于比色管中。分别向各支比色管中加入 1mL 2,4-二硝基苯胂溶液,盖紧塞子,放入水浴中,保持 $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$, 30min 后取出,冷至室温,分别向各支比色管中加入 5mL 氢氧化钾溶液,混匀,放置 15min 后,用分光光度计在波长 430nm 处(用 5~10mm 比色皿,以试剂补偿溶液调吸光度的零点),测定每个标准溶液的吸光度。以测得的吸光度值为纵坐标,标准溶液的甲醛含量为横坐标,绘制标准曲线。此曲线使用期为 3 个月。

4.8.5 分析步骤

用移液管取 1mL 甲醇试样置于比色管中,取 1mL 无羰基甲醇于另一支比色管中以

用调吸光度的零点。测定吸光度的步骤按 4.8.4 进行操作。

将测得试样的吸光度从标准曲线上查得出相当于甲醛含量的质量 (μg)。如果甲醇试样中含羰基化合物超过曲线范围,则取 0.5mL 试样用无羰基甲醇稀释至 1mL。

4.8.6 结果的表示

羰基化合物 (HCOH 计) 含量 X_3 以质量百分数表示按式 (3) 计算:

$$X_3 = \frac{m \times 100}{V \cdot \rho_t \times 10^6} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m ——从标准曲线上查出的甲醛量, μg ;

V ——甲醇试样的体积, mL;

ρ_t ——在温度 t 时甲醇试样的密度, g/cm^3 。

取两次平行测定结果的算术平均值为结果。

4.8.7 允许差

平行测定结果的相对偏差不超过 20%。

4.9 蒸发残渣的测定

4.9.1 按 GB 6324.2 的规定进行测定。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.9.2 允许差

两次平行测定结果的差值不大于 0.000 3%。

5 检验规则

5.1 工业甲醇应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每一批出厂的工业甲醇都符合本标准的要求。

5.2 每一批出厂的工业甲醇都应附有一定格式的质量证明书。内容包括: 生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、产品质量和本标准编号。

5.3 工业甲醇按 GB 6678 中表 2 的规定进行采样。若采样的总体单元数大于 500 时, 应按总体单元数立方根的三倍数, 即 $3 \times \sqrt[3]{N}$ (N 为总体单元数) 进行采样。采样方法按 GB 6680 中的 2.1.3 进行。(用户自备容器有关产品质量问题由供需双方协商解决)。

5.4 所采样品总量不得少于 2L, 将样品充分混匀后, 分装于两个干燥清洁带有磨口塞的玻璃瓶中, 粘上标签, 并注明生产厂名称、产品名称批号、采样日期和取样者姓名。一瓶作为检验分析用, 一瓶保留 1 个月, 以备查验。

5.5 水溶性试验和蒸发残渣两项每月抽检一次。

5.6 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业甲醇的质量进行核验。

5.7 生产厂和使用单位在对产品进行检验时, 如果发现检验结果有一项指标不符合本标准的要求时, 应重新加倍取样进行检验。所得结果即使只有一项不符合本标准的要求时,

则整批产品为不合格品。

5.8 当供需双方对产品质量发生争议时，按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定进行仲裁。

5.9 执行本标准时采用修约值比较法判定结果，按 GB 1250 中修约值比较法规定进行。数值修约按 GB 8170 规定进行。数值有效位数应与技术指标一致。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 工业甲醇产品包装容器上应涂有牢固的标志，其内容包括：生产厂名称、产品名称、本标准编号、商标、批号、净重和 GB 190 中图 5 “易燃液体标志”和图 11 “有毒品标志”。

6.2 工业甲醇应用清洁干燥的铁槽车及牢固的铁桶（每桶净重 150kg）包装。包装容器应严加密封。

6.3 甲醇应贮存在干燥、通风、低温的仓库中。不受日光直接照射并隔绝热源和火种。贮存期 6 个月。

6.4 安全措施：甲醇是无色易燃液体，燃点为 8°C ，自燃温度为 436°C 。其蒸汽含量在空气中的爆炸范围是 $6\% \sim 36.5\%$ 。甲醇溢出时应立刻用水冲洗。着火时用砂子、泡沫灭火器，石棉布等进行扑救。

应避免甲醇与皮肤接触，如果溅到皮肤上和眼睛里，应迅速用大量的清水冲洗。甲醇蒸汽，对神经系统有刺激作用，当吸入人体内时，可引起失明和中毒。如有上述情况发生，应急速医疗。

第二节 工业用乙二醇酸有关测试方法

一、工业用乙二醇酸度的测定—滴定法

Ethylene glycol for industrial use—
Determination of acidity—Titrimetric method

GB/T 14571.1—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用乙二醇酸度的测定方法。

本方法适用于工业用乙二醇酸度的测定，其最小检测浓度为 0.0002%。

2 引用标准

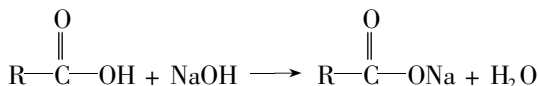
GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

3 方法原理

试样中的酸性物质用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至酚酞指示剂变微红色，反应式如下：



4 仪器与试剂

4.1 锥形瓶：容积 500mL，带开口磨口塞和氮气吹管，如图 14-3。

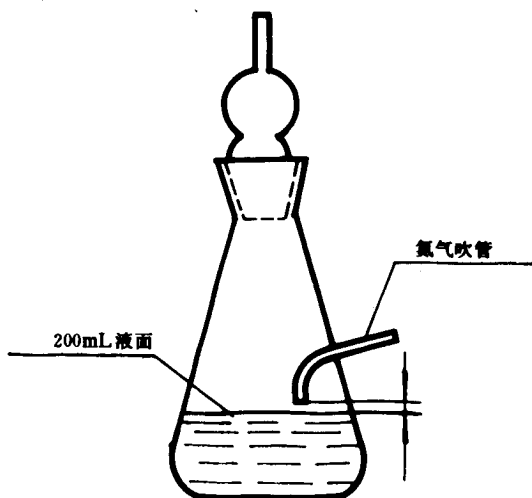


图 14-3 锥形瓶图

4.2 量筒：100mL。

4.3 碱式滴定管：容积 5mL，分度为 0.02mL。

4.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ ，按 GB 601—88 配制。

4.5 酚酞指示液（10g/L）：按 GB 603—88 配制。

4.6 氮气；纯度 $\geq 99.9\%$ 。

5 测定步骤

以 300 ~ 500mL/min 的流速向 500mL 锥形瓶（4.1）内通入氮气约 5min，在通氮条件

下用量筒量取 100mL 蒸馏水倾入锥形瓶内, 加入 0.2 ~ 0.3mL (约 5 ~ 6 滴) 酚酞指示液 (4.5), 用氢氧化钠标准滴定溶液 (4.4) 滴定至溶液呈微红色并保持 15s 不褪色为终点 (不计体积)。称取乙二醇试样约 50g (精确至 0.0005g), 加入锥形瓶中混匀, 继续在通氮条件下再用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至终点。

6 计算和报告

乙二醇的酸度 (以乙酸计) 按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot c \times 0.0601}{m} \times 100$$

式中: X ——乙二醇的酸度, % (m/m);

V ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.0601——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的, 以克表示的乙酸的质量。

报告两次重复测定结果的算术平均值。分析结果应精确至 0.0001%。重复性为: 两次重复测定结果的差值不大于 0.0003% (95% 置信水平)。

二、工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定——气相色谱法

Monoethylene glycol for industrial use—
Determination of diethylene glycol and triethylene
glycol—Gas chromatographic method

GB/T 14571.2—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定的气相色谱法。

本方法适用于工业用乙二醇中二乙二醇和三乙二醇含量的测定, 其最小检测浓度分别为 0.01% 和 0.02%。

2 引用标准

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

3 方法原理

试样通过微量注射器注入，并被载气带入色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测。采用外标法计算二乙二醇和三乙二醇的含量。必要时也可用内标法定量（见附录 A）。

4 材料及试剂

4.1 载气：高纯氮气或氦气，纯度大于 99.999%。

4.2 辅助气：

4.2.1 氢气，纯度大于 99.99%。

4.2.2 空气，经硅胶及 5A 分子筛干燥、净化。

4.3 固定液：聚乙二醇－20M。

4.4 载体：Chromosorb W AW—DMCS，粒径为 0.149～0.177mm（80～100 目）或其他性能类似的载体。

4.5 乙二醇：商品乙二醇经减压蒸馏提纯，收集中间 30% 的馏分备用。该馏分按本标准规定条件进行分析，应检不出二乙二醇和三乙二醇。

4.6 二乙二醇和三乙二醇，纯度应大于 99%（必要时可按 4.5 条所述进行提纯）。

5 仪器

为配有分流装置及氢火焰离子化检测器的气相色谱仪，该色谱仪对本标准规定最小检测浓度的二乙二醇和三乙二醇所产生的峰高应至少大于仪器噪声的两倍。

5.1 汽化室：应配置石英或玻璃内衬管。

5.2 色谱柱：推荐的色谱柱及其典型操作条件见表 14－17。能达到同等分离效能的其他色谱柱也可使用。

表 14－17 推荐的色谱柱及典型操作条件

柱型	填充柱	毛细管柱
柱管材质	玻璃，不锈钢或铜	熔融石英
固定液	聚乙二醇－20M	
固定液含量，%	10	—
液膜厚度， μm	—	0.25
载 体	Chromosorb W AW—DMCS	—
粒径，mm	0.149～0.177（80～100 目）	
柱 长，m	1.2	30
内 径，mm	2	0.32

续表

柱型	填充柱	毛细管柱
柱 温 ,℃	170	180
汽化室温度 ,℃	290	
检测器温度 ,℃	260	
载气流速 , mL/min	30 (N ₂)	—
载气线速 , cm/s	—	18.0 (N ₂)
分流比		130:1
进样量 , μL	1	

5.3 记录装置：记录仪、积分仪或色谱数据处理机。

5.4 微量注射器 1 或 10μL。

6 取样

按 GB 6680—86 的规定进行。

7 操作步骤

7.1 仪器调整

色谱仪启动后进行必要的调节，以达到表 14－18 所示的典型操作条件或能获得同等分离的其他适宜条件。当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，即可进行试样的测定。

7.2 校准

7.2.1 外标配制

取约 15mL 乙二醇（4.5）置于洁净、干燥并称量过的 25mL 容量瓶中，准确称量（精确至 0.0002），以差减法求得乙二醇质量，然后相继加入适量的二乙二醇和三乙二醇标样（4.6），并分别称量，摇匀备用。所配制的二乙二醇和三乙二醇的浓度应与待测试样相近。按式（1）计算出标样中二乙二醇和三乙二醇的浓度。

$$E_i = \frac{m_i}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：E_i——标样中配入的二乙二醇或三乙二醇浓度，%（m/m）；

m_i——二乙二醇或三乙二醇的质量，g；

m——标样质量，g。

7.2.2 外标校正

每次试样分析前或分析后，均需用标样（7.2.1）进行外标校正，即用微量注射器，在规定的色谱条件下，注入一定量的标样，重复测定三次，以获得相应的峰面积，作为

定量计算的标准。

7.3 试样测定

7.3.1 测定

用微量注射器准确抽取与外标校正(7.2.2)体积相同的试样注入色谱柱,将待测组分的色谱峰面积与相应的外标峰面积进行比较,以求得待测组分含量。

注:必要时,可注入 $1\mu\text{L}$ 蒸馏水数次,以清除吸附在进样器中的试样残留物。

7.3.2 色谱图

典型色谱图见图 14-4 和图 14-5。

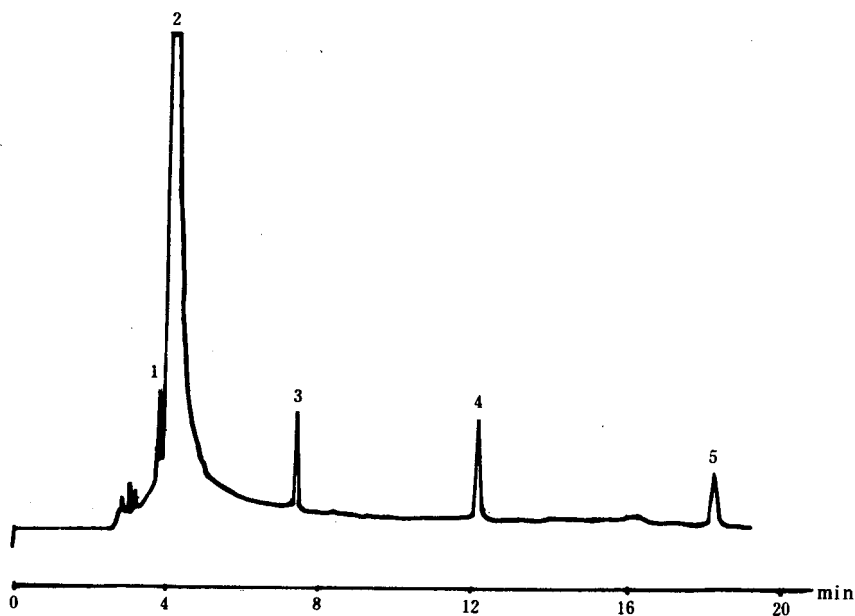


图 14-4 毛细管典型色谱图

1—未知峰(X); 2—乙二醇; 3—二乙二醇; 4—内标; 5—三乙二醇

7.3.3 计算

试样中二乙二醇和三乙二醇含量按式(2)计算。

$$X_i = \frac{A_i}{A_E} \cdot E_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_i ——试样中二乙二醇或三乙二醇的含量, % (m/m);

E_i ——标样中二乙二醇或三乙二醇的含量, % (m/m);

A_i ——试样中二乙二醇或三乙二醇的峰面积;

A_E ——标样中二乙二醇或三乙二醇的峰面积。

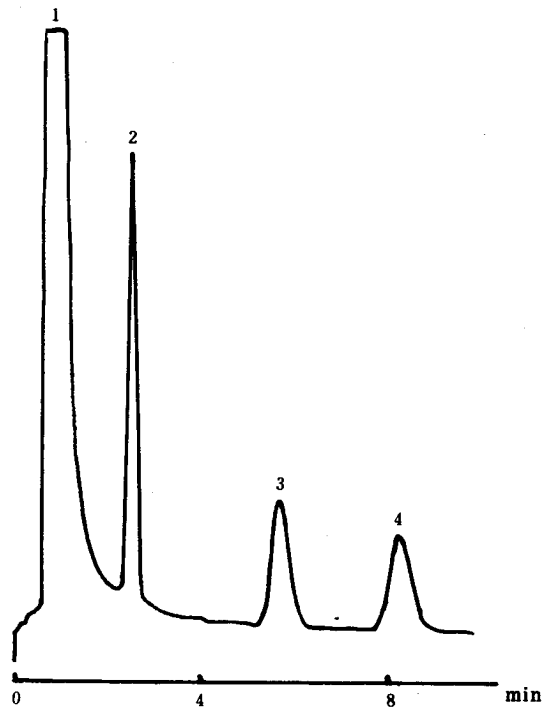


图 14-5 填充柱典型色谱图

1—乙二醇 + X；2—二乙二醇；3—内标；4—三乙二醇



8 结果的表示

8.1 分析结果

以两次重复测定的算术平均值作为其分析结果，以质量百分浓度为单位，并应精确到 0.001%。

8.2 精密度

本方法的精密度数据是 1991 年 6 月，由 10 个实验室对 5 个浓度水平试样所做的空间精密度试验（集中试验）确定的。

8.2.1 重复性

在同一实验室由同一操作员，用同一试验方法与仪器，对同一试样相继进行两次重复测定，测定值之差应符合表 14-18 所规定的数值（置信水平 95%）。

表 14-18

方法精密度

组分浓度范围	重复性	再现性
二乙二醇 0.01 ~ 0.1 %	平均值的 15 %	平均值的 30 %
大于 0.1 % ~ 1.0 %	平均值的 10 %	平均值的 25 %

续表

组分浓度范围	重复性	再现性
三乙二醇 0.02 ~ 0.2%	平均值的 10%	平均值的 25%

8.2.2 再现性

在任意两个不同实验室，由不同操作者，采用不同仪器，在不同或相同时间内，对同一试样所得两次结果之差应符合表 14 - 18 所规定的数值（置信水平 95% ）。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a. 有关试样的全部资料：批号、日期、时间、采样地点等；
- b. 测定结果；
- c. 试验中观察到的异常现象；
- d. 不包括在本标准中的任何操作及自由选择的操作条件的说明。

附 录 A
内标定量法
（补充件）

根据实验室条件或测定要求，需要采用内标法定量时，应按本附录规定进行测定。

A1 内标物

壬二酸二乙酯（纯度大于 99% ）。

A2 标样配制

取适量乙二醇（4.5），置于洁净、干燥并已称量过的容量瓶中，用万分之一天平称量，以差减法求得加入的乙二醇质量，然后相继加入适量的二乙二醇和三乙二醇（4.6）以及壬二酸二乙酯（A1），分别称量，最后充分摇匀备用。所配入的二乙二醇和三乙二醇浓度应与待测试样中其含量相近为宜。

A3 校正因子的测定

在表 1 所推荐的色谱条件下，注入 1μL 标样（A2），并测得各色谱峰的峰面积（重复测定两次）并按式（A1）计算二乙二醇和三乙二醇的相对质量校正因子 $f_{s,i}$ ；

$$f_{s,i} = \frac{A_s \cdot m_i}{A_i \cdot m_s} \dots\dots\dots (A1)$$

式中：A_i A_s——标样中二乙二醇或三乙二醇和内标物的峰面积；

m_i 和 m_s——标样中二乙二醇或三乙二醇和内标物的质量，g。

A4 试样测定

取适量试样置于洁净、干燥并已称量过的容量瓶中，用万分之一天平称量，以差减法求得试样质量，然后加入与待测组分含量相近的壬二酸二乙酯，再次称量，并充分摇匀后，抽取 $1\mu\text{L}$ 该试样注入色谱柱，记录并测得各色谱峰的峰面积后，即可按式（A2）计算乙二醇或三乙二醇的含量。

$$X_i = \frac{m_s \cdot A_i \cdot f_{s,i}}{m \cdot A_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A2})$$

式中： X_i ——试样中乙二醇或三乙二醇的质量百分含量；

m ——试样的质量，g；

m_s ——加入内标物质的质量，g；

A ——乙二醇或三乙二醇的峰面积；

A_i ——内标物质的峰面积；

$f_{s,i}$ ——乙二醇或二乙一醛相对质量校正因子。

A5 色谱图

典型色谱图见图 14-4 或图 14-5。

三、工业用乙二醇中醛含量的测定 分光光度法

Ethylene glycol for industrial use—
Determination of content of total aldehydes
present—Spectrophotometric method

GB/T 14571.3—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业用乙二醇中醛含量测定的分光光度法。

本标准适用于工业用乙二醇中醛含量的测定，测定范围为 $0.00001\% \sim 0.003\%$ (m/m)。

2 引用标准

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 4471 化工产品试验方法精密度室内试验重复性和再现性的确定

3 方法原理

试样中的脂族醛，在氯化铁存在下，与 3-甲基-2-苯并噻唑酮腙（MBTH）反应，生成蓝-绿色稠合阳离子，在波长 620nm 处用分光光度计测量吸光度。

4 试剂与溶液

分析时，应采用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 0.2% 3-甲基-2-苯并噻唑酮腙（MBTH）溶液：

称取 0.26g MBTH（盐酸盐的单水合物）溶于适量水中，然后移入 100mL 容量瓶中，并用水稀释至刻度。溶液应呈无色，如混浊应予过滤。宜贮存于棕色瓶中，并放置于暗冷处，可稳定一周。

注：MBTH 全名为：3-methyl-2-Benzothiazolinone hydrazone，本试验中使用 LR 级 MBTH，得到满意结果。

4.2 氧化剂溶液（1.0% 氯化铁 + 1.4% 氨基磺酸）：

分别称取六水合氯化铁 1.67g 和氨基磷酸 1.40g 溶于适量水中，并稀释至 100mL。

4.3 甲醛（ $\geq 36\%$ 水溶液）：

使用前，按 GB 602—88 附录 A 规定方法标定。

4.4 甲醛标准溶液：

用 $100\mu\text{L}$ 微量注射器吸取甲醛（4.3） $50\mu\text{L}$ （用减差法求得其质量，精确至 0.0001g ）注入 50mL 容量瓶中（瓶中预先放置约 40mL 水），用水稀释至刻度，摇匀。准确移取此溶液 1.00mL 至另一个 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液甲醛含量约为 $4.0\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器

5.1 分光光度计。

5.2 比色皿：光径 1cm。

6 测定步骤

6.1 工作曲线的绘制

在 6 个 25mL 容量瓶中分别加入标准溶液（4.4）0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0mL，再依次分别加入水 4.0、3.5、3.0、2.0、1.0、0mL，然后各加入 5.0mL MBTH 溶液（4.1），摇匀，室温反应 30min。然后再各加入氧化剂溶液（4.2）5.0mL，摇匀，放置 20min。最后用水稀释至刻度，于 620nm 处，以水作参比液，使用 1cm 比色皿测定其吸光度。

以甲醛的质量（ μg ）为横坐标，以相应的净吸光度（扣去试剂空白的吸光度）为纵坐标，绘制工作曲线。

注：操作场所应避免阳光直射。试剂空白的吸光度一般应 < 0.080 。

6.2 试样测定

于 25mL 容量瓶中称取试样 0.5 ~ 1g 左右 (精确至 0.0002g), 加入 3.0mL 水, 以后步骤同 (6.1)。

同时做一试剂空白。

7 结果的表示

7.1 计算

在工作曲线 (6.1) 上, 根据净吸光度查出醛的质量 (μg), 然后按下式计算试样中醛的含量 (以甲醛计):

$$w = \frac{m_1}{m} \times 10^{-4}$$

式中: w ——试样中醛的含量, %;

m_1 ——查得的醛的量, μg ;

m ——试样质量, g。

7.2 分析结果

取二次重复测定结果的算术平均值作为分析结果。二次测定结果之差应符合第 8 章精密度的规定。

8 精密度

8.1 重复性

同一操作人员使用同一台仪器, 在相同的操作条件下, 用正常和正确的操作方法对同一试样进行二次重复测定, 其测定值之差应不大于平均值的 15% (95% 置信水平)。

8.2 再现性

在任意两个不同实验室、由不同操作员, 用不同仪器和设备, 在不同或相同的时间对同一试样进行测定的结果之差应不大于平均值的 20% (95% 置信水平)。

注: 上述精密度数值是按 GB 4471, 在 1991 年 9 月由 11 个实验室参加, 甲醛试样 4 个水平、乙酸试样 3 个水平的室间精密度试验 (集中试验) 确定的。

9 报告

报告应包括以下内容:

- 有关试样的全部资料, 例如试样的名称、批号、采样点、采样日期、时间等;
- 分析结果;
- 测定时观察到的任何异常现象的细节及其说明;
- 分析人员的姓名及分析日期等。

第三节 溶剂——苯

一、焦 化 苯

Coking benzole

GB/T 2283—93

代替 GB 2283—80

1 主题内容与适用范围

本标准规定了焦化苯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于从焦炉煤气中回收的粗苯、经酸洗、分馏所制得的焦化苯。

2 引用标准

GB 1815 苯类产品溴价测定法

GB 1816 苯类产品反应测定法

GB 1999 焦化产品轻油类取样方法

GB/T 2012 苯烃酸洗试验方法

GB 3145 苯结晶点测定法

GB 3146 苯类产品馏程测定法

GB 8032 焦化苯类产品密度的测定方法

GB 8034 焦化苯类产品铜片腐蚀的测定方法

GB 8035 焦化苯类产品酸洗比色的测定方法。

GB/T 14326 苯中二硫化碳含量的测定方法。

GB/T 14327 苯中噻吩含量的测定方法

3 技术要求

焦化苯的技术指标应符合表 14—19 规定：

表 14－19

指 标 名 称	特 级	一 级	二 级	三 级
外观	定温（18～25℃）下透明液体，不深于每 1 000mL 水中含有 0.003g 重铬酸钾的溶液的颜色			
密度（20℃），g/cm ³	0.876～0.880	0.876～0.880	0.875～0.880	0.874～0.880
馏程，℃				
大气压 101325Pa				
（包括 80.1℃） 不大于	0.7	0.8	0.9	1.0
酸洗比色（按标准比色液）				0.40
不深于	0.15	0.20	0.30	
溴价，g/100mL	0.06	0.15	0.30	0.40
结晶点，℃	5.2	5.0	4.9	—
二硫化碳，g/100mL	0.005	0.006	—	—
噻吩，g/100mL	0.04	0.06		
中性试验	中 性			
水 分	室温（18～25℃）下目测无可见不溶解的水。			
铜片腐蚀试验	1 号			
不深于	（轻度变色）			

注：①铜片腐蚀试验为参考指标。

②槽车中苯的水层高度大于 5mm，铁桶中苯的水层高度大于 1mm 不得发货。若产品已运至需方时复检超过上述规定应由供需双方协议。

4 试验方法

- 4.1 外观的测定：将试样倒入试管中与装有 1 000mL 水含有 0.003g 重铬酸钾的标准液的同样试管，在试管侧面目测进行比色。
- 4.2 密度的测定按 GB 8032 规定进行。
- 4.3 馏程的测定按 GB 3146 规定进行。
- 4.4 酸洗比色的测定按 GB 8035 或 GB 2012 规定进行，以 GB 8035 为仲裁。
- 4.5 溴价的测定按 GB 1815 规定进行。
- 4.6 结晶点的测定按 GB 3145 规定进行。
- 4.7 二硫化碳的测定按 GB/T 14326 规定进行。
- 4.8 噻吩的测定按 GB/T 14327 规定进行。
- 4.9 中性试验的测定按 GB 1816 规定进行。
- 4.10 铜片腐蚀试验按 GB 8034 规定进行。

4.11 水分的测定：将试样在室温（18～25℃）下放置 1h，目测有无不溶解的水。

5 检验规则

5.1 焦化苯的验收和质量检验由供方技术监督部门进行。

5.2 试样的采取按 GB 1999 规定进行。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 焦化苯须装入洁净、干燥的槽车或铁桶中，并将槽车口铅封后发给需方，包装桶上应标有易燃标记。

6.2 每批产品出厂时应附有质量证明书，证明书内容包括：供方名称、产品名称、批号、毛重、净重、车号、注册商标、发货日期和本标准规定的各项检验结果、质量等级、本标准编号等。

6.3 本品易挥发并有毒，故须贮存于阴凉通风处，运离火种及热源，应与氧化剂分开存放。如采用贮罐存放时，贮罐区应设立严禁火种标志，罐装时应控制流速并设有导除静电的接地装置。搬运时应轻装轻卸，防止包装破损。

二、焦 化 甲 苯

Coking tolouenl

GB/T 2284—93

代替 GB 2284—80

1 主题内容与适用范围

本标准规定了焦化甲苯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于从焦炉煤气中回收的粗苯、经酸洗、分馏所制得的焦化甲苯。

2 引用标准

GB 1815 苯类产品溴价测定法

GB 1816 苯类产品反应测定法

GB 1999 焦化产品轻油类取样方法

GB/T 2012 芳烃酸洗试验法

GB 3146 苯类产品馏程测定法

GB 8032 焦化苯类产品密度的测定方法

GB 8034 焦化苯类产品铜片腐蚀的测定方法

GB 8035 焦化苯类产品酸洗比色的测定方法

3 技术要求

焦化甲苯的技术指标应符合表 14－20 规定：

表 14－20

指 标 名 称	特 级	一 级	二 级
外观	室温（18～25℃）下透明液体，不深于每 1 000mL 水中含有 0.003g 重铬酸钾的溶液的颜色		
密度（20℃），g/cm ³	0.863～0.868	0.861～0.868	0.860～0.870
馏程，℃ 大气压 101 325Pa（包括 110.6℃） 不大于	0.7	0.9	2.0
酸洗比色（按标准比色液） 不深于	0.15	0.20	0.30
溴价，g/100mL 不大于	0.1	0.2	0.3
中性试验	中 性		
水分	室温（18～25℃）下目测无可见不溶解的水		
铜片腐蚀试验 不深于	1 号 （轻度变色）	—	—

注：①铜片腐蚀试验为参考指标。

②槽车中甲苯的水层高度大于 5mm，铁桶中甲苯的水层高度大于 1mm 时不得发货。若产品已运至需方时复检超过上述规定由供需双方协议。

4 试验方法

- 4.1 外观的测定：将试样倒入试管中与装有 1 000mL 水含有 0.003g 重铬酸钾的标准液的同样试管，在试管侧面目测进行比色。
- 4.2 密度的测定按 GB 8032 规定进行。
- 4.3 馏程的测定按 GB 3146 规定进行。
- 4.4 酸洗比色的测定按 GB 8035 或 GB 2012 规定进行，以 GB 8035 为仲裁。
- 4.5 溴价的测定按 GB 1815 规定进行。
- 4.6 中性试验测定按 GB 1816 规定进行。
- 4.7 水分的测定：将试样在室温（18～25℃）下放置 1h，目测有无不溶解的水。
- 4.8 铜片腐蚀试验按 GB 8034 规定进行。

5 检验规则

- 5.1 焦化甲苯的验收和质量检验由供方技术监督部门进行。

5.2 试样的采取按 GB 1999 规定进行。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 焦化甲苯须装入洁净、干燥的槽车或铁桶中，并将槽车口铅封后发给需方，包装桶上应标有易燃标记。

6.2 每批产品出厂时应附有质量证明书，证明书内容包括：供方名称、产品名称、批号、毛重、净重、车号、注册商标、发货日期和本标准规定的各项检验结果、质量等级、本标准编号等。

6.3 本品易挥发并有毒，故须贮存于阴凉通风处，远离火种及热源，应与氧化剂分开存放。如采用贮罐存放时，贮罐区应设立严禁火种标志，罐装时应控制流速并设有导除静电的接地装置。搬运时应轻装轻卸，防止包装破损。

三、焦化二甲苯

Coking xylene

GB/T 2285—93

代替 GB 2285—80

1 主题内容与适用范围

本标准规定了焦化二甲苯的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输与贮存。

本标准适用于从焦炉煤气中回收的粗苯经酸洗、分馏所得的焦化二甲苯。

2 引用标准

GB 1816 苯类产品反应测定法

GB 1999 焦化产品轻油类取样方法

GB 2012 苯类产品酸洗比色测定法

GB 3146 苯类产品馏程测定法

GB 8032 焦化苯类产品密度的测定方法

GB 8034 焦化苯类产品铜片腐蚀的测定方法

GB 8035 焦化苯类产品酸洗比色的测定方法

3 技术要求

焦化二甲苯的技术指标应符合表 14-21 规定：

表 14－21

指 标 名 称		3℃二甲苯	5℃二甲苯	10℃二甲苯
外 观		室温（18～25℃）下透明液体，不深于每 1 000mL 水中分别含有		
		0.003g	0.03g	
		重铬酸钾的溶液的颜色		
密度（20℃），g/cm ³		0.857～0.866	0.856～0.866	0.840～0.870
馏 程 （大气压 101325Pa）				
初馏点 ,℃	不小于	137.5	136.5	135.0
终 点 ,℃	不大于	140.5	141.5	145.0
酸洗比色 （按标准比色液）		0.6	2.0	4.0
水 分		室温（18～25℃）下目测无可见的不溶解的水		
中性试验		中 性		
铜片腐蚀试验	不深于	2 号 （即中等变色）	—	—

注：①铜片腐蚀试验为参考指标。

②槽车中二甲苯水层高度大于 5mm，铁桶中二甲苯的水层高度大于 1mm 不得发货。若产品运至需方时复检超过上述规定应由供需双方协议。

4 试验方法

- 4.1 外观的测定：将试样倒入试管中与装有 1 000mL 水并分别含有 0.03g 和 0.003g 重铬酸钾的标准液的同样试管，在试管侧面目测进行比色。
- 4.2 密度的测定按 GB 8032 规定进行。
- 4.3 馏程的测定按 GB 3146 规定进行。
- 4.4 酸洗比色的测定按 GB 8035 或 GB 2012 规定进行，以 GB 8035 为仲裁。
- 4.5 水分的测定：将试样在室温（18～25℃）下放置 1h，目测有无不溶解的水。
- 4.6 中性试验测定按 GB 1816 规定进行。
- 4.7 铜片腐蚀试验按 GB 8034 规定进行。

5 检验规则

- 5.1 焦化二甲苯的验收和质量检验由供方技术监督部门进行。
- 5.2 试样的采取按 GB 1999 规定进行。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 焦化二甲苯须装入洁净、干燥的槽车或铁桶中，并将槽车口铅封后发给需方，包装桶上应标有易燃标记。

6.2 每批产品出厂时应附有质量证明书，证明书内容包括：供方名称、产品名称、批号、毛重、净重、车号。注册商标、发货日期和本标准规定的各项检验结果、质量等级、本标准编号等。

6.3 本品易挥发并有毒，故须贮存于阴凉通风处，远离火种及热源，应与氧化剂分开存放。如采用贮罐存放时，贮罐区应设立严禁火种标志，罐装时应控制流速并设有导除静电的接地装置。搬运时应轻装轻卸，防止包装破损。

四、氯 苯

Chlorobenzene

GB 2404—92

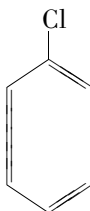
代替 GB 2404—80

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯苯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等要求。

本标准适用于在三氯化铁存在下，苯经氯化精制而得的氯苯。该产品主要用于染料、农药及有机合成等工业。

结构式：



分子式： C_6H_5Cl

相对分子质量：112.56（按 1989 年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

- GB 191 包装贮存图示标志
- GB 3143 液体化学产品颜色测量法（Hazen 单位——铂 - 钴色号）
- GB 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB 6388 运输包装收发货标志
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 技术要求

氯苯的质量应符合表 14 - 22 要求：

表 14 - 22

项 目	指 标		
	优级品	一级品	合格品
外观	20℃时为无色或微带黄色的透明液体（其色度不得深于 40 号）		
水分含量 ,%	≤ 0.05	0.10	0.15
酸度（以 H ₂ SO ₄ 计）,%	≤ 0.001	0.001	0.001
氯苯含量 ,%	≥ 99.8	99.5	99.0
苯含量 ,% ¹⁾	≤ 0.05	0.15	0.20
二氯苯含量 ,% ²⁾	≤ 0.15	0.35	0.65

注：1) 苯含量包括苯及氯苯峰前所有杂质。
2) 二氯苯含量包括氯苯峰后的二氯苯、邻氯甲苯及其他所有的杂质。

4 试验方法

4.1 外观的测定

按 GB 3143 的规定测定氯苯的色度。

4.2 水分的测定

4.2.1 方法原理

本方法是在甲酸及吡啶的存在下，利用水和碘及二氯化硫定量地反应以定量测定氯苯中水分。

4.2.2 仪器

仪器装置见 GB 6283。

4.2.3 试剂

卡尔·费休试剂（制备按 GB 6283 中 4.12 条的规定进行）或卡尔·费休改良试剂（制备见附录 A）；

三氯甲烷无水甲醇 (3+1) 混合试剂。

4.2.4 卡尔·费休试剂 (或卡尔·费休改良试剂) 的滴定度的标定

4.2.4.1 5 μ L 纯水质量 (m) 的测定

用 10 μ L 微量注射器准确吸取纯水 5 μ L, 称其质量 (精确至 0.0002g), 重复两次, 取其算术平均值作为 5 μ L 纯水质量。

4.2.4.2 空白试验

用移液管吸取 25mL 三氯甲烷无水甲醇 (3+1) 混合试剂于反应器中, 盖上瓶塞, 接通电源, 开启电磁搅拌器, 用卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂滴定溶液中微量水, 滴定至电流表指针产生较大偏转并保持 1min 不变为终点 (不记录所消耗试剂的体积, 不排除溶液)。

4.2.4.3 标定

用 10 μ L 微量注射器向反应器中加入 5 μ L 水, 盖上瓶塞, 继续用卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂滴定至电流表指针停留在空白试验时终点的位置, 并保持 1min 不变为终点。记录卡尔·费休试剂的用量 V , 排掉废液。

4.2.4.4 滴定度的计算

卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂的滴定度 T 按式 (1) 计算:

$$T = \frac{m}{V} \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中: T ——卡尔·费休试剂的滴定度, g/mL;

m ——5 μ L 纯水的质量, g;

V ——标定时所消耗的卡尔·费休试剂或卡尔·费休改良试剂的体积, mL。

重复两次, 取其算术平均值作为该试剂的滴定度。

试剂的滴定度每天标定一次。

4.2.5 分析步骤

4.2.5.1 空白试验

同 4.2.4.2。

4.2.5.2 试样中水分的测定

用 25mL 移液管吸取试样 25mL 注入反应器 (做完空白试验的溶液中), 在搅拌下继续用卡尔·费休试剂 (或卡尔·费休改良试剂) 滴定至电流表指针停留在空白试验滴定终点时指针位置, 并保持 1min 不变为终点。

4.2.6 计算

氯苯中水分质量百分数 w 按式 (2) 计算:

$$w = \frac{V_1 T}{V_2 \times 1.11} \times 100 \cdots \cdots (2)$$

式中： w ——水分质量百分数，%；

V_1 ——滴定试样时卡尔·费休试剂（或卡尔·费休改良试剂）之用量，mL；

V_2 ——加入试样体积，mL；

1.11——20℃时试样的近似密度，g/mL；

T ——卡尔·费休试剂（或卡尔·费休改良试剂）的滴定度，g/mL。

两次平行测定结果之差不大于 0.005%，取其算术平均值作为测定结果。

注：在测定样品中含水量时，每加入一次三氯甲烷无水甲醇（3+1）混合试剂作样品溶剂，只能测定两次，否则由于样品中溶剂用量不够，使终点提前，而引起测定误差。

4.3 酸度的测定

4.3.1 试剂

刚果红指示液：1g/L 水溶液。

4.3.2 分析步骤

用移液管吸取 20mL 试样于 250mL 带磨口塞的锥形瓶中，加入新煮并冷却的蒸馏水 50mL，经强烈振荡 3min、静置分层后，再加入刚果红指示液 2 滴，上层液不变蓝为合格，即含酸（以 H_2SO_4 计）在 0.001% 以下。

4.4 氯苯、苯和二氯苯的含量测定

4.4.1 方法提要

用气相色谱法进行测定，检测器用热导检测器，计算方法采用校正的面积归一法并用微处理机。

4.4.2 仪器

a. 气相色谱仪：所用仪器应符合 GB 9722 第 5 章之规定。

b. 微处理机（或积分仪）。

c. 检测器：热导检测器。

d. 微量注射器：1 μ L，5 μ L 或 10 μ L。

4.4.3 试验条件

a. 载气及流量：以经干燥净化处理的氢气为载气，其纯度在 99.8% 以上；柱后流量为 55~65mL/min。

b. 色谱柱：内径为 3mm 或 4mm，长度为 2 000mm 的不锈钢柱或玻璃柱。

c. 固定相：以经碱处理的 250~180 μ m（60~80 目）6201 红色硅藻土为载体，将 100g 6201 红色硅藻土置于锥形瓶中，用加有 5g 氢氧化钾的甲醇溶液浸泡，密闭放置一昼夜。然后在水浴上蒸发至近干，移入结晶皿中，并于 100℃ 烘箱中烘 1h，再升温至 120~130℃ 烘 4h，冷却后备用。固定液为聚乙二醇 20 000，固定液与载体的质量比为 15:100。

d. 柱温：140℃（实际温度）。

- e. 汽化室温度：200℃。
- f. 检测器温度；200℃。
- g. 桥电流：160 ~ 180mA。
- h. 进样量：1μL，视仪器灵敏度的不同而不同。最大进样量不超过 10μL，使各杂质峰在选定的进样量下应记录清楚，主体峰高（或衰减后）应在记录仪上占满标度 70% 以上。

难分物质对分离度 $R \geq 1.0$ 。
各组分的相对保留值 $r_{i,s}$ 见表 14 – 23。

表 14 – 23

组 分	保留值 r, min	相对保留值 $r_{i,s}$
苯	0.85	0.32
氯苯	2.64	1.00
邻氯甲苯	3.50	1.33
间二氯苯	5.09	1.93
对二氯苯	6.59	2.50
邻二氯苯	8.08	3.06

操作条件可根据具体仪器性能在操作时作适当调整。
各组分相对质量校正因子 f_i 见表 14 – 24。

表 14 – 24

组分	苯	氯苯	邻氯甲苯	间二氯苯	对二氯苯	邻二氯苯
f_i	0.81	1.00	1.05	1.14	1.06	1.12

4.4.4 固定液的涂渍方法

以三氯甲烷为溶剂，操作按 GB 9722 中 7.1.1 的规定进行。

4.4.5 色谱柱的填充

按 GB 9722 中 7.1.3 的规定进行。填充量约 6g/m。

4.4.6 色谱柱的老化

老化色谱柱须在载气流中缓缓升温，先在 100℃ 老化 1h，再升温至 150 ~ 160℃ 下老化 12h。老化完毕后在载气流中逐渐降温，防止载体结块。

4.4.7 仪器衰减比标定法

按 GB 9722 中 7.4 条的规定进行。

4.4.8 分析步骤

4.4.8.1 进样

当仪器开启一定时间，各参数均达到本标准所规定数值后，用清洁干燥的微量注射器进样。

色谱图例：按 4.4.3 所示的试验条件用标样作出色谱图，见图 14-6：

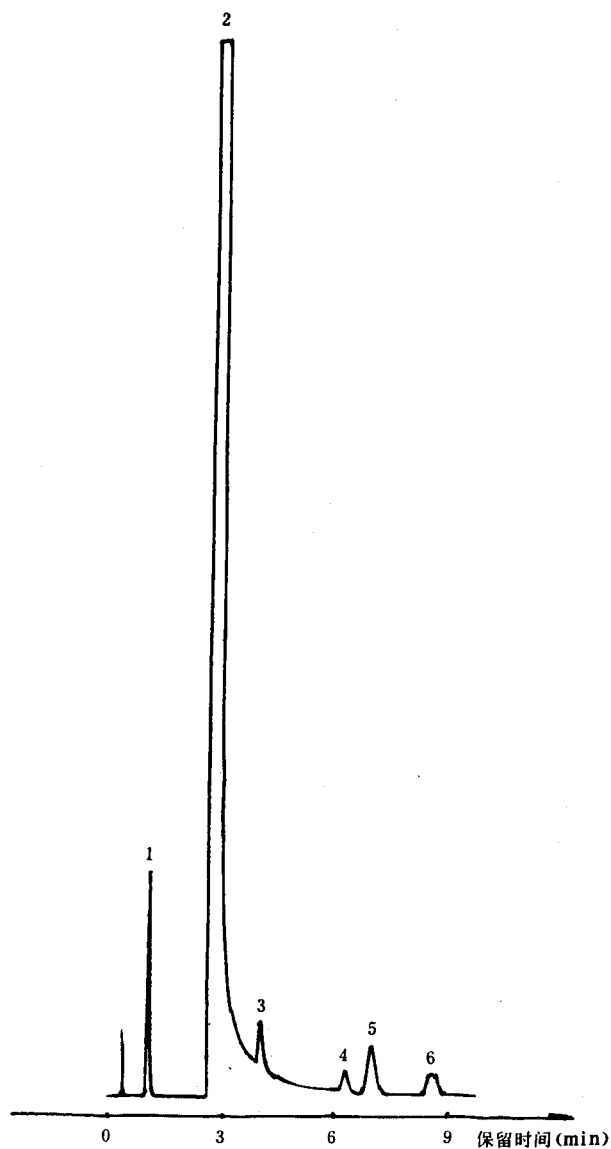


图 14-6 色谱图

1—苯；2—氯苯；3—邻氯甲苯；4—间二氯苯；
5—对二氯苯；6—邻二氯苯

4.4.8.2 定量方法

a. 峰面积的测量：用微处理机进行。

b. 定量方法：用校正面积归一法。各组分校正因子用表 14-24 给出的数值，但氯苯峰前各组分的校正因子均用苯的校正因子，氯苯峰与间二氯苯峰间未知组分的校正因子均用邻氯甲苯的校正因子进行计算。

c. 计算：

各组分的质量百分数 x_i 按式 (3) 计算：

$$x_i = \frac{A_i \cdot f_i}{\sum (A_i \cdot f_i)} \times (100 - w) \quad \cdots \cdots (3)$$

式中： x_i ——试样中组分 i 的质量百分数，%；

A_i ——组分 i 的峰面积， mm^2 ；

f_i ——组分 i 的相对质量校正因子；

w ——由 4.2 条测得的水分质量百分数，%。

两次平行测定结果之差要求：

氯苯：不大于 0.05%；

苯：不大于 0.01%；

二氯苯：不大于 0.01%。

5 核验规则

5.1 氯苯由质量检验部门进行取样检验。

5.2 生产厂应保证所有出厂的氯苯都符合本标准要求，并附有一定格式的质量证明书。

5.3 使用单位可按本标准的各项规定对所收到的氯苯进行检验。

5.4 每批重量规定不得超过 60t。

5.5 采样：

5.5.1 槽车装运的氯苯，从槽车顶部的进样口用加有铅锤（或将瓶置于加重笼罐中）的玻璃瓶取样。将取样瓶敞口放入槽车内从上到下取集代表性样品。

5.5.2 铁桶装运氯苯时，选取取样桶数应符合 GB 6678 中 6.6.1 的规定。样品用直径 20mm 一端带哨口的玻璃管，以管内外液面相平之速度插至桶底，用拇指按住管口取出。

5.5.3 样品的缩分：将所取的样品合并在一起，仔细混匀，取出不少于 500mL 的样品装入清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号和取样日期，以备分析。

5.5.4 如检验结果有一项指标不符合本标准要求，应从槽车（或加倍桶数）重新取样核验。核验结果仍不符合本标准要求时，则整批氯苯不能验收。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 包装氯苯用专用槽车或铁桶装运。铁桶包装时，每桶净重 200kg。

6.2 包装容器上应涂刷牢固的标志。其内容包括：生产厂名称、产品名称、生产日期、批次、商标、净重以及 GB 190 中图 5 及 GB 6388 中图 1~5 的标志。槽车装运时，可在发货单上写明并将以上各项印刷在牛皮纸上，装入塑料夹中，牢固地拴挂在槽车的特定位置上。

6.3 本品为二级易燃液体，且易挥发，应贮存在禁火区，与火源隔绝，防止阳光暴晒或在温度较高的地方存放。

6.4 储运中要符合 GB 191 及我国铁路部门对危险货物贮存和运输有关规定。

附 录 A

卡尔·费休改良试剂的制备

(补充件)

A1 试剂

A1.1 干燥碘：将升华碘置于硫酸干燥器内 48h 以上。

A1.2 5A 分子筛：直径 3~5mm 颗粒，用作干燥剂。使用前于 500℃ 下焙烧 2h，并在内装分子筛的干燥器中冷却。使用过的分子筛可用水洗涤、烘干，焙烧后再用。

A1.3 无水甲醇 (GB 683)，若水分含量大于 0.05%，需按下述方法处理：

无水甲醇的制备：于 500mL 甲醇中加入 5A 分子筛 A1.2 约 50g，塞上瓶塞，放置过夜，使用时，吸上层清液。

A1.4 无水碘化钠：于 120℃ 下烘干后，贮存于密闭瓶中。

A1.5 无水乙酸钠。

A1.6 二氯化硫：压缩气体或用亚硫酸氢钠制取：置亚硫酸氢钠的糊状水溶液于支管烧瓶中，滴加浓硫酸发生二氧化硫。二氧化硫需经脱水干燥处理。

A2 装置

见 GB 6283。

A3 卡尔·费休改良试剂的制备

置 63g 干燥碘于清洁干燥的 1L 棕色细口瓶中，加入 600mL 无水甲醇、25g 无水碘化钠及 85g 无水乙酸钠，塞上瓶塞，振荡至碘全部溶解 (溶液甲)。

于盛有不少于 90mL 无水甲醇并用冰水浴冷却的带塞瓶中，通入二氧化硫，使二氧化硫的浓度为 256g/L (溶液乙)。

加 90mL 溶液乙 (含二氧化硫 23g) 或直接通干燥的二氧化硫气体于溶液甲中，再用甲醇稀释至 1L，均匀后置于暗处备用。

五、石 油 苯

Petroleum benzene

GB 3405—89

代替 GB 3405—82

本标准参照采用国际标准 ISO 5271—79《工业苯》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了由石油轻馏分经预加氢精制、催化重整和分离所得石油苯的技术条件。

本标准所属产品适用于有机合成或其他化工原料。

2 引用标准

- GB/T 1816 苯类产品反应测定法
- GB/T 2012 芳烃酸洗试验法
- GB/T 2013 苯类产品密度测定法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂—钴色号）
- GB/T 3145 苯结晶点测定法
- GB/T 3146 苯类产品馏程测定法
- GB/T 3209 苯类产品蒸发残留量的测定方法
- GB/T 4756 石油和液体石油产品取样法（手工法）
- SH 0164 石油产品包装、贮运及交货验收规则
- SH/T 0253 轻质石油产品中总硫含量测定法（电量法）

注：除非另有说明，上述引用标准都是现行的有效标准。

3 技术内容（详见表 14—25）

3.1 产品质量分级

本产品按质量分为优级品、一级品和合格品。

3.2 技术条件

表 14—25

项 目	质 量 指 标			试验方法
	优级品	一级品	合格品	
外 观	透明液体、无不溶水及机械杂质			目测 ⁽¹⁾

续表

项 目	质 量 指 标			试验方法
	优级品	一级品	合格品	
颜色（ Hazen 单位 ——铂 - 钴色号） 不深于	20			GB/T 3143
密度（ 20℃ ）， kg/m ³	878 ~ 881		876 ~ 881	GB/T 2013
馏程范围 ,℃	—		79.6 ~ 80.5	GB/T 3146
酸洗比色	酸层颜色不深于 1 000mL 稀酸中含 0.1g 重铬酸钾的标准溶液	酸层颜色不深于 1 000mL 稀酸中含 0.2g 重铬酸钾的标准溶液		GB/T 2012
总流含量 ppm 不大于	2		3	SH/T 0253
中性试验	中 性			GB/T 1816
结晶点（干基） ℃ 不低于	5.40	5.35	5.00	GB/T 3145
蒸发残余物 mg/100mL 不大于	5		—	GB/T 3209

注：1）将试样注入 100mL 玻璃量筒中，在 20±3℃ 下观察，应是透明、无不溶水及机械杂质。

4 包装、标志、运输、贮存

包装、标志、运输、贮存及交货验收按 SH 0164 进行。

5 取样

取样按 GB/T 4756 进行，取 1L 作为检验和留样用。

六、石 油 甲 苯

Petroleum toluene

GB 3406—90

代替 GB 3406—82

本标准中一级品参照采用国际标准 ISO 5272—1979《工业用甲苯——规格》。

1 主题内容与适用范围

本所准规定了石油甲苯的技术要求，试验方法及包装、标志、运输、贮存要求。

本标准适用于由催化重整工艺所得重整生成油或乙烯裂解工艺所得的轻焦油经精制和分离制得的石油甲苯。

石油甲苯产品用作硝化、合成工艺的化工原料和溶剂。

2 引用标准

- GB/T 511 石油产品和添加剂机械杂质测定法（重量法）
- GB/T 1816 苯类产品反应测定法
- GB/T 2012 芳烃酸洗试验法
- GB/T 2013 苯类产品密度测定法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂 - 钴色号）
- GB/T 3144 甲苯中烃类杂质的气相色谱测定法
- GB/T 3209 苯类产品蒸发残留量的测定方法
- GB/T 4756 石油和液体石油产品取样法（手工法）
- SH 0164 石油产品包装、贮运及交货验收规则
- SH/T 0174 芳烃和轻质石油产品硫醇定性试验法（博士试验法）
- SH/T 0252 轻质石油馏分中微量硫测定法（镍还原法）
- SH/T 0253 轻质石油产品中总硫含量测定法（电量法）

3 技术要求及试验方法

- 3.1 石油甲苯产品按质量分为优级品和一级品。
- 3.2 石油甲苯的质量指标及试验方法见表 14 - 26。

表 14 - 26

项 目	质 量 指 标		试验方法
	优级品	一级品	
外观	透明液体，无不溶水及机械杂质		目测 ¹⁾
颜色（Hazen 单位——铂 - 钴色号） 不深于	20		GB/T 3143
密度（20℃），kg/m ³	865 ~ 868		GB/T 2013
烃类杂质含量：			GB/T 3144
苯含量，%（m/m） 不大于	0.05	0.10	
C8 芳烃含量，%（m/m） 不大于	0.05	0.10	
非芳烃含量，%（m/m） 不大于	0.20	0.25	

续表

项 目	质 量 指 标		试验方法
	优级品	一级品	
酸洗比色	酸层颜色不深于 1 000mL 稀酸中含 0.2g 重铬酸钾的标准溶液		GB/T 2012
总硫含量，mg/kg	不大于	2	SH/T 0253 ²⁾
蒸发残余物，mg/100mL	不大于	5	GB/T 3209
博士试验	通过	—	SH/T 0174
中性试验	中性		GB/T 1816

注：1) 20±3℃下目测。对机械杂质有争议时，用 GB/T 511 方法进行测定，应无。

2) 允许用 SH/T 0252 方法测定，有争议时以 SH/T 0253 方法为准。

4 包装、标志、运输、贮存

包装、标志、贮运及交货验收按 SH 0164 进行。

5 取样

取样按 GB/T 4756 进行，取 2L 作为检验和留样用。

第十五章 其他橡胶用配合剂

第一节 沉淀水合二氧化硅的有关测定

一、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅 干燥样品二氧化硅含量的测定

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated,
hydrated—Determination of silica content on dried sample

HG/T 3062—1999 eqv ISO 5794 - 1:1994

代替 HG/T 3062—1989

1 范围

本标准规定了干燥样品二氧化硅含量的测定方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅的干燥样品二氧化硅含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法（neq ISO 3696:1987）

HG/T 3066—1989 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅干燥样品灼烧减量的测定（eqv ISO 5794 - 1:1994）

HG/T 3074—1989 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 试剂

所有试剂均为分析纯试剂，水是蒸馏水或同等纯度的水，应符合 GB/T 6682 三级水

的要求。

3.1 硫酸：1 + 1。

将 1 体积硫酸 ($\rho = 1.84\text{g}/\text{cm}^3$) 缓慢地加入 1 体积水中。

3.2 氢氟酸：40% (质量分数)。

4 仪器

4.1 铂坩埚：容积约 35cm^3 ；

4.2 马弗炉：温度可保持在 $(900 \pm 20)^\circ\text{C}$ ；

4.3 分析天平：精度 0.1mg ；

4.4 干燥器：装有五氧化二磷干燥剂；

4.5 电热板：可调温。

5 采样

按 HG/T 3074 采样。

6 步骤

6.1 用铂坩埚按 HG/T 3066 规定测定灼烧减量，并记录灼烧前的试样质量 m_0 ，及灼烧后质量 m_1 。

6.2 将 15cm^3 氢氟酸 (3.2) 和 1cm^3 硫酸 (3.1) 加入带剩余物的铂坩埚中，并在电热板上蒸发至浆糊状，同时应避免飞溅损失。冷却坩埚并用水将壁上物质冲下，再加入 10cm^3 氢氟酸并蒸发至干。

6.3 在电热板上加热剩余物，直到不再放出白烟，然后在 $(900 \pm 20)^\circ\text{C}$ 的马弗炉中灼烧 15min 。

6.4 从炉中取出坩埚，在干燥器 (4.4) 中冷却至室温，称量 m_2 (精确到 0.1mg)。

7 结果表示

以质量百分数表示的干燥样品二氧化硅含量 (X) 按式 (1) 计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——测定灼烧减量时的试样质量，g；

m_1 ——测定灼烧减量后的试样质量，g；

m_2 ——加氢氟酸灼烧后的质量，g。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a 本试验依据的标准编号；

b 试样的类型及标志；

- c 试验条件；
- d 每个试样所得的结果；
- e 可影响结果的，与规定步骤间的任何差异；
- f 试验日期。

二、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅 颜色的比较法

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated,
hydrated—Comparison method of colour

HG/T 3063—1999 eqv ISO 5794 - 1:1994

代替 HG/T 3063—1989

1 范围

本标准规定了橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅颜色的比较法。

本标准适用于橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅颜色的比较。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本大为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696:1987)

HG/T 3074—1989 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 试剂

所用水为蒸馏水，应符合 GB/T 6682 三级水要求。

无水乙醇：分析纯。

4 仪器

4.1 架盘天平：分度 0.1g；

4.2 玻璃板：2 块 170mm × 140mm × 3mm；

4.3 烧杯或坩埚：容量大小足以适应于所取的试样量；

4.4 烘箱：可保持在 (105 ± 2)℃；

4.5 干燥器：装有有效干燥剂。

5 采样

按 HG/T 3074 采样。

6 试验步骤

6.1 将按 HG/T 3074 采取的试样和标样置于 $(105 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 1h，取出放入干燥器中冷却备用。

6.2 称取干燥好的试样和标样各 0.2g 置于玻璃板上，标样放在左边，试样放在右边。玻璃板下面放一张白纸。

6.3 将另一块玻璃板竖着放在试样和标样之间以便把二者隔开，将试样和标样向玻璃板推进，直到试样和标样都向玻璃板靠拢、接触上为止。把间隔的玻璃板移开并把此板压在试样和标样的表面，使其表面平整，用肉眼观测其颜色是否有差异。

6.4 将 6.3 中的表面玻璃板取下，在试样和标样上小心地加入数滴无水乙醇或蒸馏水，使试样和标样刚好润湿而没扰乱，再观测，比较颜色。

7 结果的表示

试样的颜色以润湿后的情况表示，分下列三种情况（以白为优）：

- a 试样等于标样，表示为试样 = 标样；
- b 试样优于标样，表示为试样 > 标样；
- c 试样差于标样，表示为试样 < 标样。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a 本试验依据的标准编号；
- b 试样的类型及标志；
- c 目视观测的结果；
- d 注明与规定的试验不同之处；
- e 试验日期。

三、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅 45 μm 筛余物的测定

Rubber compounding ingredients—Silica , precipitated ,
hydrated—Determination of residue on 45 μm sieve

HG/T 3064—1999

eqv ISO 5794 - 1:1994

代替 HG/T 3064—1989

1 范围

本标准规定了用机械冲洗法测定 45 μm 筛余物的方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅 45 μm 筛余物的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 3074—1989 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 定义

本标准采用下列定义。

45 μm 筛余物 (residue on 45 μm sieve)：

按本标准进行试验时残留在标准孔径为 45 μm 筛上的粗粒子。

4 原理

在试验中，由水的旋转喷射系统使分散于水中的沉淀水合二氧化硅作离心运动；水将细粒子冲过筛子，把粗粒子留在筛上，然后干燥并称量筛余物。

5 材料

5.1 经过滤的自来水：压力比大气压高 (300 $\pm$ 20) kPa。

5.2 润湿剂：对于难与水润湿的沉淀水合二氧化硅，可选用 95% (体积分数) 的乙醇或磺酸盐。选择合适的润湿剂应在供需间取得一致意见，并在试验报告中表述所用的润湿剂。

6 仪器

6.1 机械冲洗仪：见图 15-1 包括下列部件：

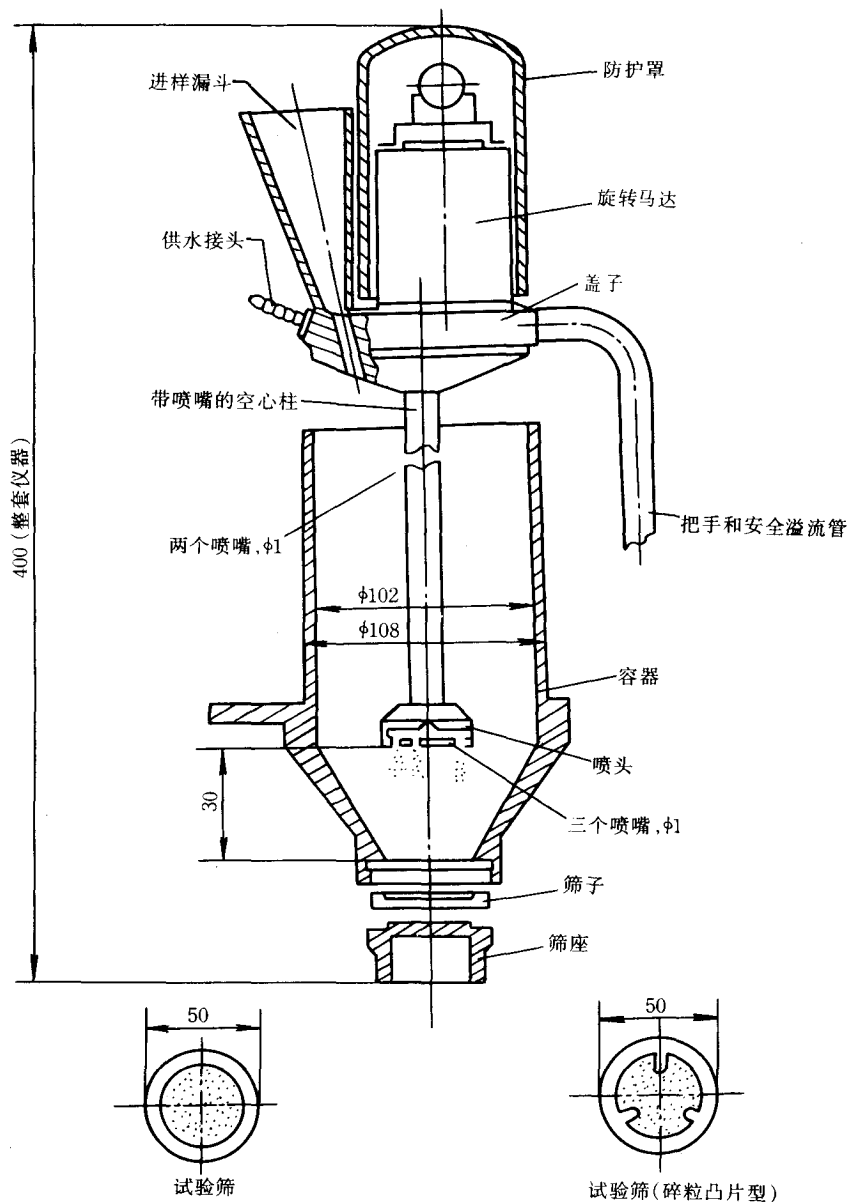


图 15-1 机械冲洗装置

注：推荐使用 TBY-60 水洗筛余物测定仪。

6.1.1 容器。

6.1.2 盖子：带有防护罩、传动马达、有 2 个内径为 (1 ± 0.2) mm 喷嘴的空心柱、有

3 个直径为 (1 ± 0.2) mm 喷嘴的喷头、供水接头、进样漏斗、把手和溢流管。

注：

- 1) 在规定的压力和喷嘴内径下，水流约 $5\text{dm}^3/\text{min}$ ，要定期检查喷嘴的内径。
- 2) 应当用不腐蚀喷嘴的化学物质来溶解其含钙沉积物，而不能用机械方法清洗。

6.1.3 筛：由磷青铜或不锈钢丝网与金属或塑料框组成。标准孔径为 $45\mu\text{m}$ 。

注：

- 1) 也可用带有 3 个分开的凸片的筛，这是为了使聚积体散开后再投射到筛面上。
- 2) 如果使用塑料框筛，注意塑料的软化点应高于干燥筛余物所用的温度。第 1 次使用前，塑料框筛应在 105°C 下加热到质量恒定。

6.1.4 筛座。

6.2 干燥箱：可保持在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

6.3 分析天平：精度 0.1mg 。

6.4 干燥器：装有有效干燥剂。

7 采样

按 HG/T 3074 采样。

8 步骤

用双份试样进行测定。

8.1 称一定量试样 (m_0) (称准至 0.1%)，放入适当容量的烧杯中，以便得到足够的筛余物。通常试样量为 $(5 \sim 50)\text{g}$ ，但在产品筛余物很低的情况下，可称量到 300g 。

8.2 在烧杯中加入适量水，用玻璃棒搅拌，使试样分散在水中，使之呈自由流动的悬浮液。如果试样不易被水润湿，可用润湿剂 (5.2)。

注：可用慢速旋转桨式搅拌器。

8.3 调节机械冲洗仪 (6.1) 的水流量，使水压比大气压高 $(300 \pm 20)\text{kPa}$ ，并开动马达。通过进样漏斗 (见图 1) 将悬浮液定量加入仪器，并用水冲洗烧杯和漏斗。等细粒子几乎全部通过筛子时，水流过喷嘴的声音变得更响，发出尖厉的咝咝声并持续下去，此时通过筛子的水将变得清晰。记录时间，继续冲洗 10min ，以使用快速喷射的水流打碎聚积体，并将最后的细粒子冲过筛子。

注：如果冲洗水硬度很高，最后可用蒸馏水冲洗仪器，以防止干燥过程中在筛上形成钙盐沉积物。

8.4 关掉马达，并停止水流。从仪器上取下筛子，在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的干燥箱 (6.2) 中干燥 1h 。让筛和剩余物在干燥器 (6.4) 中冷却后称量 (m_1) (称准至 0.1mg)。用细毛刷将剩余物从筛上刷下，称空筛质量 (m_2) (称准至 0.1mg)。

8.5 如果两次测定结果之差的绝对值大于 0.1% 则重复测定。如果再测定的两结果绝对值之差仍大于 0.1% ，则在报告中表述全部四个值，并检查产品的不均匀性。

8.6 如果筛余物含有外来物质，则报告其存在和特性。

9 结果表示

以质量百分数表示的筛余物（ R ）含量按式（1）计算（机械冲洗法）：

$$R = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——试样质量，g；

m_1 ——带剩余物的筛质量，g；

m_2 ——空筛的质量，g。

如果两次测定结果的绝对值之差不大于 0.1%，报告其平均值，反之见 8.5。如果 100g 试样的结果都小于 0.01%，则在试验报告中表述为“小于 0.01%”。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a 被测产品的型号和标志；
- b 本试验依据的标准编号；
- c 所用筛的标准孔径；
- d 试样质量；
- e 注明使用的仪器；
- f 如果使用润湿剂，其类型和用量；
- g 描述筛余物的类型和状态（如外来物质）；
- h 与规定步骤间的任何差异；
- i 试验日期。

四、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅 加热减量的测定

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated,
hydrated—Determination of loss on heating

HG/T 3065—1999 eqv ISO 5794 - 1:1994

代替 HG/T 3065—1989

1 范围

本标准规定了沉淀水合二氧化硅在 105℃ 时加热减量的测定方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅加热减量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 3074—1989 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 仪器

3.1 称量瓶：宽口矮形，带磨口玻璃盖；

3.2 烘箱：可保持在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ ；

3.3 干燥器：装有有效干燥剂；

3.4 分析天平：精度 0.1mg 。

4 采样

按 HG/T 3074 进行采样。

5 步骤

用双份试样进行测定。

5.1 在烘箱（3.2）中加热称量瓶（3.1）及已移开的瓶盖 2h。然后在干燥器（3.3）中冷却，盖上瓶盖并称量（准至 0.1mg ）。

5.2 将约 2g 试样在称量瓶底上均匀地铺一层，盖上瓶盖并称量（准至 0.1mg ）。

5.3 将装有试样的称量瓶放在烘箱（3.2）中，移开瓶盖加热 1h。然后在干燥器中冷却，盖上瓶盖并称量（准至 0.1mg ），继续加热 30min 以上，在干燥器中冷却，盖上瓶盖并称量（准至 0.1mg ）。

5.4 重复步骤 5.3，直到两次称量之差不大于 5mg 为止，以较小的称量值为计算值。

5.5 如果两次测定结果之差大于较大值的 10% 时，重复进行测定。

注：如果试验的物质在 105°C 时不稳定，试验条件应由供需双方协商一致，并在试验报告中说明。

6 结果表示

以质量百分数表示的 105°C 加热减量（ X ）按式（1）计算：

$$X = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_0 ——试样质量， g ；

m_1 ——加热后剩余物质量， g 。

如果两次测定结果之差小于较大值的 10% 时，则计算两者的平均值，且报告结果

(精确到 0.1%); 在 (0~0.1)% 之间为“小于 0.1%”。

7 试验报告

试验报告至少包括下列内容：

- a 被测产品的类型和标志；
- b 本试验依据的标准编号；
- c 试验结果；
- d 与规定步骤间的任何差异，特别是另一试验温度；
- e 试验日期。

五、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅干燥样品灼烧减量的测定

Rubber compounding ingredients—Silica ,
precipitated , hydrated—Determination
of loss on ignition on dried sample

GB 10522—89

本标准等效采用国际标准 ISO 5794/1—1984《橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅——第一部分：非橡胶试验》的干燥样品灼烧减量测定方法。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了干燥样品 1000℃灼烧减量的测定方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅的干燥样品灼烧减量测定。

2 引用标准

GB 10521 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅加热减量的测定

GB 10530 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 仪器

3.1 浅的陶瓷或铂坩埚。

3.2 马弗炉：可保持在 $1\,000 \pm 25^\circ\text{C}$ 。

3.3 天平：精确到 0.1mg。

3.4 干燥器：装有五氧化二磷。

3.5 干燥箱：可保持在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

4 采样

按 GB 10530 采样。

5 步骤

5.1 称约 2g 预先按 GB 10521 测定方法干燥过的试样，放入已称准的铂或瓷坩埚（3.1）中，精确到 0.001g。

5.2 将坩埚放入 $1\,000 \pm 25^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉（3.2）中灼烧至质量恒定。然后在干燥器（3.4）中冷却并称量，精确至 0.001g。

6 结果表示

由下式计算以质量百分数表示的灼烧减量：

$$\frac{100 (m_0 - m_1)}{m_0}$$

式中： m_0 ——试样质量，g；

m_1 ——灼烧后试样的质量，g。

7 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a. 完全鉴别样品所需的详细说明；
- b. 试验条件；
- c. 得到的试验结果；
- d. 可影响结果的与规定步骤间的差异；
- e. 本国家标准编号；
- f. 试验日期。

六、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅水悬浮液 pH 值的测定

Rubber compounding ingredients—Silica ,
precipitated , hydrated—Determination of
pH value of an aqueous suspension

GB 10523—89

——第一部分：非橡胶试验》水悬浮液 pH 值的测定。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了水悬浮液 pH 值的试验方法。

本标准适用于各种类型的沉淀水合二氧化硅 pH 值的测定。

2 引用标准

GB 632 化学试剂 四硼酸钠（硼砂）

GB 679 化学试剂 95%乙醇

GB 1263 化学试剂 磷酸氢二钠

GB 1274 化学试剂 磷酸二氢钾

GB 1291 化学试剂 苯二甲酸氢钾

GB 10530 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 试验方法

3.1 试剂

3.1.1 新鲜蒸馏水或用其他方法制备的同等纯度的水。使用前应将其放入一个耐化学腐蚀的玻璃容器中煮沸 5 ~ 10min 并冷却。冷却后的水防止与空气接触，放置时间不超过 30min。

3.1.2 95%乙醇（GB 679）：分析纯。

3.1.3 邻苯二甲酸氢钾（ $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ，GB 1291）：分析纯。

3.1.4 磷酸氢二钠（ Na_2HPO_4 ，GB 1263）：分析纯。

3.1.5 磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ，GB 1274）：分析纯。

3.1.6 四硼酸钠（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ，GB 632）：分析纯。

3.2 仪器

3.2.1 25 型酸度计或其他类型的酸度计：精度为 0.1pH。

3.2.2 烧杯：大小尺寸足以适应于所取的试样量。

3.2.3 具塞三角瓶：125cm³。

3.2.4 工业天平：精确至 0.2g。

3.2.5 分析天平：精确至 0.1mg。

3.3 步骤

3.3.1 用工业天平称取 3g 试样，置于具塞三角瓶中，每克试样加入 10cm³ 经煮沸并冷却的新鲜蒸馏水，配制成 10% 的水悬浮液，若试样不为水润湿可加 3 ~ 5cm³ 乙醇，然后盖上塞子。

3.3.2 强烈振摇 1min，放置 5min，取下塞子，将悬浮液移入烧杯（3.2.2）中，测量该悬浮液 pH 值，测准至 0.1pH。

3.3.3 在试验温度下,按仪器操作程序用与试样 pH 值相近的标准缓冲溶液(见附录 A)校正仪器。

3.4 结果的表示

3.4.1 试样的 pH 值以 pH 计所显示的数字表示。

3.4.2 2 次测试结果之差不超过 0.3pH。

3.5 试验报告

3.5.1 试验报告应包括下列项目:

- a. 试样的类型和标志;
- b. 本试验依据的国家标准编号;
- c. 2 次测试结果的平均值;
- d. 注明与规定的试验步骤不同之处;
- e. 试验日期。

附 录 A 标准缓冲溶液 (补充件)

表 A1 标准缓冲溶液

序号	试剂名称	溶液浓度, mol/L	试剂处理	蒸馏水的水质要求	试剂等级
1	邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)	$c(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 0.05$	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
2	磷酸二氢钾 (KH_2PO_4)	$c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0.025$	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
	磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4)	$c(\frac{1}{2}\text{NaHPO}_4) = 0.025$	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
3	磷酸二氢钾 (KH_2PO_4)	$c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0.008695$	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
	磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4)	$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0.03043$	110℃下干燥 1h	不必除去溶解的二氧化碳	分析纯
4	四硼酸钠 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	$c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 0.01$	室温	煮沸 15min	分析纯

表 A2

标准缓冲溶液的 pH 值

序 号	温度，℃ 溶液	0	10	20	25	30	35	40	50
1	0.05mol/L 邻 苯二甲酸氢钾	4.003	3.998	4.002	4.008	4.015	4.024	4.035	4.060
2	0.025mol/L 磷酸二氢钾 + 0.025mol/L 磷酸氢二钠	6.984	6.923	6.881	6.865	6.853	6.844	6.838	6.833
3	0.008695mol/L 磷酸二氢钾 + 0.03043mol/L 磷酸氢二钠	7.534	7.472	7.429	7.413	7.400	7.389	7.380	7.367
4	0.01mol/L 四 硼酸钠	9.464	9.332	9.225	9.180	9.139	9.102	9.068	9.011

七、橡胶配合剂——沉淀水合二
氧化硅总含铜量的测定

Rubber compounding ingredients—Silica ,
precipitated , hydrated—Determination of
total copper content

GB 10524—89

本标准等效采用国际标准 ISO 5794/1—1984《橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅——第一部分：非橡胶试验》附录 A，总含铜量的测定。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用原子吸收光谱仪测定总含铜量的方法。
本标准适用于沉淀水合二氧化硅的总含铜量的测定。

2 引用标准

GB 10530 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 原理

试样与氢氟酸和硫酸浸煮，使硅成为四氟化硅挥发出去。将经浸煮的试样中的金属

溶于盐酸中，然后稀释并输入波长置于 324.7nm 的原子吸收光谱仪的火焰中。

此方法适用于含铜量在 125mg/kg 以下的测定，有措施使范围扩大到 1250mg/kg。

4 试剂和材料

所有试剂均为分析纯，水是蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 乙炔：提供压缩后气体。

4.2 空气：提供压缩后气体。

4.3 盐酸：10% (m/m) 溶液。

用 50cm³ 水稀释 20cm³ 的盐酸溶液〔浓度 35% (m/m)〕。

4.4 氢氟酸：40% (m/m) 溶液。

4.5 硫酸：98% (m/m) 溶液。

4.6 铜：1g/dm³ 的标准溶液

在一个 100cm³ 烧杯中，把 1.000 ± 0.001 g 的高纯铜溶于 10cm³ 水和 5cm³ 硝酸 ($\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$) 的混合液。在蒸发皿下煮沸，以排出氧化氮。冷却后转入一个 1dm³ 容量瓶中，加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 1 000μg 铜。

4.7 铜：50mg/dm³ 的标准溶液

用滴管将 50.0cm³ 标准铜溶液 (4.6) 移入一个 1dm³ 容量瓶中，加入 5cm³ 硝酸 ($\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$)，加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 50μg 铜。

4.8 铜：10mg/dm³ 的标准溶液

用滴管将 50.0cm³ 标准铜溶液 (4.7) 移入一个 250cm³ 容量瓶中，加入 1cm³ 硝酸 ($\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$)，加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 10μg 铜。

注：可用市售的符合要求的标准铜溶液代替第 4.6、4.7 和 4.8 条的溶液。

5 仪器

5.1 铂坩埚：容积约 35cm³。

5.2 原子吸收光谱仪：装有空气-乙炔燃烧器。

5.3 分析天平：精确到 0.001g。

6 采样

按 GB 10530 采样。

7 步骤

7.1 试样

称约 2g 样品放入铂坩埚（5.1）中，精确到 0.001g。

7.2 空白试验

空白试验与测定同时进行，用同样的试剂和同样步骤，但不包括试样。

7.3 校准曲线的绘制

7.3.1 标准校准溶液的制备

将标准溶液（4.8）按表 15-1 中规定的体积量分别转移到 6 个 50cm³ 的容量瓶中，用水稀释至刻度并混匀。

表 15-1 测定铜的标准校准溶液

标准铜溶液（4.8）的体积 cm ³	对应的含铜量 μg/cm ³
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

7.3.2 光谱测量方法

按照仪器生产厂的说明书，依次将每份标准校准溶液吸入原子吸收光谱仪（5.2）的火焰，并记录它们在波长 324.7nm 时的吸收率。

在每次测量后将水吸入火焰。

7.3.3 画曲线

画一条曲线，其横坐标为含铜量，单位是微克每立方厘米（μg/cm³），纵坐标为对应的吸收率值。

7.4 测定

7.4.1 试验溶液的制备

将 10cm³ 氢氟酸溶液（4.4）和 0.5cm³ 硫酸溶液（4.5）加入有试样（7.1）的坩埚（5.1）中。

将坩埚放在已加热的沙盘上，并在蒸发皿下蒸发，直到稠密的白色烟雾不再产生。

把剩余物溶入 5cm³ 盐酸溶液（4.3），并转移到一个 10cm³ 容量瓶中，加水至刻度，并把溶液转移到一个干燥聚乙烯瓶中。

7.4.2 光谱测量方法

按仪器生产厂的说明书，将试验溶液（7.4.1）和空白试验溶液（7.2）吸入原子吸收光谱仪的火焰，并测量 324.7nm 时它们的吸收率。重复这一步骤，分别记录试验溶液和空白试验溶液吸收率的平均值。

每次测量后将水吸入火焰。

如果试验溶液的吸收率比含铜量最高的标准校准溶液吸收率大，则用水将 5cm^3 试验溶液稀释到 50cm^3 ，重复测量并在结果表示中加以说明。

8 结果表示

查校准曲线图，确定对应于试验溶液和空白试验溶液吸收率的含铜量。

以毫克每千克 (mg/kg) 表示的试样总含铜量，由下式得出：

$$\frac{10 (M_1 - M_2)}{m}$$

式中： M_1 ——试验溶液含铜量， $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ；

M_2 ——空白试验溶液含铜量， $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ；

m ——试样质量，g。

如果按第 7.4.2 条描述的方法稀释了试验溶液则上面公式要乘 10。

表示结果精确到 0.1mg/kg 。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 完全鉴别试样所需的详细说明；
- b. 试验条件；
- c. 每个试样所得的结果；
- d. 可影响结果的，与规定步骤间的任何差异；
- e. 本国家标准编号。

八、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅总含锰量的测定

Rubber compounding ingredients—Silica ,
precipitated , hydrated—Determination of
total manganese content

GB 10525——89

本标准等效采用国际标准 ISO 5794/1—1984《橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅——第一部分：非橡胶试验》附录 B，总含锰量的测定。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用原子吸收光谱仪测定总含锰量的方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅总含锰量的测定。

2 引用标准

GB 10530 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 原理

试样与氢氟酸和硫酸浸煮，使硅成为四氟化硅挥发出去。将经浸煮的试样中的金属溶于盐酸中，然后稀释并输入波长置于 279.5nm 的原子吸收光谱仪的火焰中。

此方法适用于含锰量在 125mg/kg 以下的测定，并有措施可使范围扩大到 1250mg/kg。

4 试剂和材料

所有试剂均为分析纯，水是蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 乙炔：提供压缩后气体。

4.2 空气：提供压缩后气体。

4.3 盐酸：10% (m/m) 溶液。

用 50cm³ 水稀释 20cm³ 盐酸溶液〔浓度 35% (m/m)〕。

4.4 氢氟酸：40% (m/m) 溶液。

4.5 硫酸：98% (m/m) 溶液。

4.6 锰：1g/dm³ 的标准溶液

在一个有 50cm³ 水和 5cm³ 硝酸 ($\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$) 混合液的 400cm³ 烧杯中溶入 $1.000 \pm 0.001\text{g}$ 无氧高纯锰。在蒸发皿下煮沸，以排出氧化氮。冷却后转移到一个 1dm³ 的容量瓶中，加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液合 1 000 μg 锰。

4.7 锰：50mg/dm³ 的标准溶液

用滴管将 50.0cm³ 标准锰溶液 (4.6) 转入一个 1dm³ 容量瓶中，加入 5cm³ 硝酸 ($\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$)，用水稀释至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 50 μg 锰。

4.8 锰：10mg/dm³ 的标准溶液

用滴管将 50.0cm³ 标准锰溶液 (4.7) 移入一个 250cm³ 容量瓶中，加入 1cm³ 硝酸 ($\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$)，加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 10 μg 锰。

注：可用市售的符合要求的标准溶液代替第 4.6、4.7、4.8 条的溶液。

5 仪器

5.1 铂坩埚：容积约 35cm³。

5.2 原子吸收光谱仪：装有空气－乙炔燃烧器。

5.3 分析天平：精确到 0.001g。

6 采样

按 GB 10530 采样。

7 步骤

7.1 试样

称约 2g 样品放入铂坩埚（5.1）中，精确到 0.001g。

7.2 空白试验

空白试验与测定同时进行，用同样的试剂和同样步骤，但不包括试样。

7.3 校准曲线的绘制。

7.3.1 标准校准溶液的制备

将标准溶液（4.8）按表 15－2 规定的体积量分别转移到 6 个 50cm³ 的容量瓶中，用水稀释至刻度并混匀。

表 15－2 测定锰的标准校准溶液

标准锰溶液（4.8）的体积 cm ³	对应的含锰量 μg/cm ³
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

7.3.2 光谱测量方法

按照仪器生产厂的说明书，依次将每份标准校准溶液吸入原子吸收光谱仪（5.2）的火焰，并记录它们在波长 279.5nm 时的吸收率。

在每次测量后将水吸入火焰。

7.3.3 绘制曲线

绘制一条曲线，其横坐标为含锰量，单位是微克每立方厘米（μg/cm³），纵坐标为对应的吸收率值。

7.4 测定

7.4.1 试验溶液的制备

将 10cm³ 氢氟酸溶液（4.4）和 0.5cm³ 硫酸溶液（4.5）加入有试样（7.1）的坩埚

(5.1) 中。

将坩埚放在已加热的沙盘上,并在蒸发皿下蒸发,直到稠密的白色烟雾不再产生。

把剩余物溶入 5cm^3 盐酸溶液(4.3),并转移到一个 10cm^3 容量瓶中,加水至刻度,并把溶液转移到一个干燥的聚乙烯瓶中。

7.4.2 光谱测量方法

按仪器生产厂的说明书,将试验溶液(7.4.1)和空白试验溶液(7.2)吸入原子吸收光谱仪的火焰,并测量它们在 279.5nm 时的吸收率。重复这一步骤,分别记录试验溶液和空白试验溶液吸收率的平均值。

每次测量后将水吸入火焰。

如果试验溶液的吸收率比含锰量最高的校准溶液吸收率大,则用水将 5cm^3 试验溶液稀释到 50cm^3 ,重复测量并在结果表示中考虑这一稀释。

8 结果表示

查校准曲线,确定对应于试验溶液和空白试验溶液吸收率的含锰量。

以毫克每千克(mg/kg)表示的试样总含锰量,由下式得出:

$$\frac{10(M_1 - M_2)}{m}$$

式中: M_1 ——试验溶液含锰量, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$;

M_2 ——空白试验溶液含锰量, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$;

m ——试样质量, g。

如果按第 7.4.2 条描述的方法稀释了试验溶液,则上式应乘 10。

表示结果精确到 0.1mg/kg 。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a. 完全鉴别试样所需的详细说明;
- b. 试验条件;
- c. 每个试样所得结果;
- d. 可影响结果的、与规定步骤间的任何差异;
- e. 本国家标准编号。

九、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅总含铁量的测定

Rubber compounding ingredients—Silica ,
precipitated , hydrated—Determination
of total iron content

GB 10526—89

本标准等效采用国际标准 ISO 5794/1—1984《橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅——第一部分：非橡胶试验》附录 C，总含铁量的测定。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用原子吸收光谱仪测定总含铁量的方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅的总含铁量测定。

2 引用标准

GB 10530 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 原理

试样与氢氟酸和硫酸浸煮，使硅成为四氟化硅挥发出去。将经浸煮的试样中的金属溶于盐酸中，然后稀释并输入波长置于 248.3nm 的原子吸收光谱仪的火焰中。

此方法适用于含铁量在 125mg/kg 以下的测定，并有措施使范围扩大到 2500mg/kg。

4 试剂和材料

所有试剂均为分析纯，水是蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 乙炔：提供压缩后气体。

4.2 空气：提供压缩后气体。

4.3 盐酸：10% (m/m) 溶液。

用 50cm³ 水稀释 20cm³ 盐酸溶液〔浓度 35% (m/m)〕。

4.4 氢氟酸：40% (m/m) 溶液。

4.5 硫酸：98% (m/m) 溶液。

4.6 铁：1g/dm³ 的标准溶液

将 1.000 ± 0.001 g 的高纯铁溶入一个 100cm³ 烧杯中的 10cm³ 水和 5cm³ 硝酸 ($\rho_{20} = 1.42$ g/cm³) 混合溶液里。在蒸发皿下煮沸，以便排出氧化氮。冷却后转移到一个 1dm³

容量瓶中，加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 1000μg 铁。

4.7 铁：50mg/dm³ 的标准溶液

用滴管将 50.0cm³ 标准铁溶液（4.6）移入一个 1dm³ 容量瓶中，加入 5cm³ 硝酸（ $\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$ ），加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 50μg 铁。

4.8 铁：10mg/dm³ 的标准溶液

用滴管将 50.0cm³ 标准铁溶液（4.7）移入一个 250cm³ 容量瓶中，加入 1cm³ 硝酸（ $\rho_{20} = 1.42\text{g/cm}^3$ ），加水至刻度并混匀。

1cm³ 此标准溶液含 10μg 铁。

注：可用市售的符合要求的标准铁溶液代替第 4.6、4.7、4.8 条的溶液。

5 仪器

5.1 铂坩埚：容积约 35cm³。

5.2 原子吸收光谱仪：装有空气－乙炔燃烧器。

5.3 分析天平：精确到 0.001g。

6 采样

按 GB 10530 采样。

7 步骤

7.1 试样

称约 2g 样品放入铂坩埚（5.1）中，精确到 0.001g。

7.2 空白试验

空白试验与测定同时进行，用同样的试剂和同样步骤，但不包括试样。

7.3 校准曲线的绘制

7.3.1 标准校准溶液的制备

将标准溶液（4.8）按表 15－3 中规定的体积量分别移到 6 个 50cm³ 的容量瓶中，用水稀释至刻度并混匀。

表 15－3 测定铁的标准校准溶液

标准铁溶液（4.8）的体积 cm ³	对应的含铁量 μg/cm ³
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0

续表

标准铁溶液 (4.8) 的体积 cm^3	对应的含铁量 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

7.3.2 光谱测量方法

按仪器生产厂的说明书, 依次将每个标准校准溶液吸入原子吸收光谱仪的火焰, 并记录波长 248.3nm 时它们的吸收率。

每次测量后将水吸入火焰。

7.3.3 绘制曲线

绘制一条曲线, 其横坐标为含铁量, 单位是微克每立方厘米 ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$), 纵坐标为对应的吸收率值。

7.4 测定

7.4.1 试验溶液的制备

将 10cm^3 氢氟酸溶液 (4.4) 和 0.5cm^3 硫酸溶液 (4.5) 加入有试样 (7.1) 的坩埚 (5.1) 中。

将坩埚放在已加热的沙盘上, 并在蒸发皿下蒸发, 直到稠密的白色烟雾不再产生。

把剩余物溶入 5cm^3 盐酸溶液 (4.3) 中, 并转移到一个 10cm^3 容量瓶中, 加水至刻度, 并把溶液转移到一个干燥聚乙烯瓶中。

7.4.2 光谱测量方法

按仪器生产厂的说明书, 将试验溶液 (7.4.1) 和空白试验溶液 (7.2) 吸入原子吸收光谱仪的火焰, 并测量 248.3nm 时它们的吸收率。重复此步骤, 分别记录试验溶液和空白试验溶液吸收率的平均值。

每次测量后将水吸入火焰。

如果试验溶液的吸收率大于含铁量最高的标准校准溶液的吸收率, 则用水将 5cm^3 试验溶液稀释到 100cm^3 , 重复测量并在结果表示中考虑这一稀释。

8 结果表示

查校准曲线, 确定对应于试验溶液和空白试验溶液吸收率的含铁量。

以毫克每千克 (mg/kg) 表示的试样总含铁量, 由下式得出:

$$\frac{10 (M_1 - M_2)}{m}$$

式中: M_1 ——试验溶液含铁量, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$;

M_2 ——空白试验溶液含铁量, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$;

m ——试样质量, g 。

如果按第 7.4.2 条描述的方法稀释了试验溶液, 则上面公式要乘 20。

表示结果精确到 $0.1\text{mg}/\text{kg}$ 。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a. 完全鉴别试样所需的详细说明;
- b. 试验条件;
- c. 每个试样所得的结果;
- d. 可影响结果的, 与规定步骤间的任何差异;
- e. 本国家标准编号。

十、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅折光率的测定

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated,
hydrated—Determination of refractive index

GB 10527—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定用阿贝折光仪测定透明、半透明的液体或固体折光率。

本标准运用于沉淀水合二氧化硅, 也适用于颜料及其他浅色填料折光率的测定。

2 引用标准

GB 678 化学试剂 无水乙醇

GB 687 化学试剂 丙三醇(甘油)

GB 10530 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 定义

光线自一种透明介质进入另一种透明介质时, 产生折光现象, 这种现象是由于光线在各种不同的介质中进行的速度不同造成的。折光率系指光线在空气中传播的速度与在其他物质中传播速度之比值。

4 测定方法

4.1 仪器

4.1.1 阿贝型折光仪：测量范围为 1.300 ~ 1.700，测量精度为 0.000 3。

4.1.2 超级恒温水浴：准确度 0.1℃。

4.1.3 分析天平：精确至 0.1mg。

4.1.4 托盘天平：精确至 0.1g。

4.1.5 玻璃板：170mm × 140mm × 3mm。

4.1.6 调墨刀：长 178mm，宽 7 ~ 18mm。

4.1.7 玻璃棒：直径 ϕ 7 ~ 8mm。

4.1.8 烧杯：50cm³。

4.2 试剂

4.2.1 丙三醇（GB 687）：分析纯。

4.2.2 无水乙醇（GB 678）：分析纯。

4.3 折光仪的校正

折光仪在使用前应用标准玻璃块或蒸馏水校正，20℃时水的折光率为 1.333 0。

按仪器说明书要求校正仪器，即用仪器本身带的已知折光率的标准玻璃块进行校正，将标准玻璃块贴附在上下棱镜表面，立即闭合棱镜，当读数镜内的折光率值指示于标准值时，观察望远镜内明暗分界线是否在十字线中间，若有偏差，则用方孔调节扳手转动示值调节螺钉，使明暗分界线调整至中央，在以后的测定过程中，螺钉不允许再动。

4.4 步骤

4.4.1 试样的制备：称取试样 0.2g（称准至 0.1mg）置于 50cm³ 烧杯中，称取丙三醇 1g（称准至 0.1g）。将称好的试样和丙三醇放在玻璃板上，用调墨刀调和，拟调成均匀的液体试样。

4.4.2 折光仪放置在光线充足的位置，与恒温水浴连接好。将折光仪通规定温度的水（一般为恒温在 20 ± 0.1℃ 的水），当折光仪棱镜指示温度达到规定温度时，开始操作。

4.4.3 分开两面棱镜，用少量无水乙醇擦净上下两块棱镜，然后注入试样并使试样均匀地附在下棱镜表面，立即闭合棱镜。待温度计读数恢复到原规定温度时，调节棱镜之旋钮至视场分为明暗两部分，转动补偿器旋钮，消除彩虹，并使明暗分界线清晰，继续调节旋钮使明暗分界线对准在十字线上。读取此时的刻度值，读数应精确至小数点后第四位（最后一位为估计数字）。此刻度值即为折光率。

5 结果的表示

5.1 试样的折光率以折光仪读数视场中所显示的刻度值数字表示。

5.2 对同一个试样进行 2 次测定，折光率之差不超过平均值的 0.08%。

5.3 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 试样的类型和标志；
- b. 本试验依据的国家标准编号；
- c. 2 次测试结果的平均值；
- d. 注明与规定的试验步骤不同之处；
- e. 试验日期。

十一、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅 邻苯二甲酸二丁酯吸收值的测定

Rubber compounding ingredients—Silica ,
precipitated , hydrated—Determination of
dibutylphthalate absorption number

GB 10528—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用手工法测定邻苯二甲酸二丁酯吸收值的方法。

本标准适用于测定各类沉淀水合二氧化硅的邻苯二甲酸二丁酯吸收值的方法。

2 引用标准

GB 10530 橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样、检验和验收

3 试验方法

3.1 原理

3.1.1 沉淀水合二氧化硅粒子的聚集程度影响其使用性能。沉淀水合二氧化硅聚集体的空隙容积取决于粒子的聚集程度，这种空隙容积可以用沉淀水合二氧化硅所吸收的邻苯二甲酸二丁酯的体积得到。因此邻苯二甲酸二丁酯吸收值可作为衡量沉淀水合二氧化硅粒子聚集程度的指标。

3.1.2 将邻苯二甲酸二丁酯以一定速度滴加到定量的试样上，用玻璃棒在玻璃板上搅拌、滚压，使混合物由自由流动的粉末变为半塑性的物体，以试样全部滚至玻璃棒上，玻璃板上不出现油迹为终点。

3.2 试剂

3.2.1 邻苯二甲酸二丁酯：分析纯。

3.3 仪器

3.3.1 微量滴定管：最小分度值为 0.02cm^3 。

3.3.2 分析天平：精确至 0.1mg 。

3.3.3 玻璃板： $170\text{mm} \times 140\text{mm}$ 。

3.3.4 玻璃棒：直径 $\phi 7 \sim 8\text{mm}$ 。

3.4 试验条件

3.4.1 试验过程中室温应控制在 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

3.4.2 按 GB 10530 采取的试样在试验前应在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 1h。

3.5 步骤

3.5.1 称取干燥试样 1g (积推至 0.001g)，置于玻璃板上，开始以较快的速度滴加邻苯二甲酸二丁酯。

3.5.2 当滴加到相当于试样吸收值的三分之二量时，用玻璃棒轻轻调和，使邻苯二甲酸二丁酯与试样浸润均匀。然后不断滚压，使粒状试样全部破碎。

3.5.3 以较慢的速度继续滴加邻苯二甲酸二丁酯并不断滚压。

3.5.4 当试样与邻苯二甲酸二丁酯混合物出现小条状或小块状时，可将试样全部滚全玻璃棒上，同时玻璃板上不出现油迹时即为终点。

3.5.5 吸收值以 1g 试样所吸收的邻苯二甲酸二丁酯的体积数 (cm^3/g) 表示。

3.6 精确度

3.6.1 重复性：2 次测试结果之差不得超过 $0.13\text{cm}^3/\text{g}$ 。

注：每次操作应在 $5 \sim 7\text{min}$ 内完成。

3.7 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a. 试样的类型和标志；
- b. 本试验依据的国家标准编号；
- c. 2 次测试结果的平均值；
- d. 注明与规定的试验步骤不同之处；
- e. 试验日期。

十二、橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅 比表面积测定——氮吸附方法

Rubber compounding ingredients—Silica , precipitated ,
hydrated—Determination of specific surface
area—Nitrogen adsorption method

GB 10529—89

本标准等效采用国际标准 ISO 4652《橡胶配合剂——炭黑——比表面积的测定——氮吸附方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了两种测定比表面积的方法。

本标准运用于沉淀水合二氧化硅的比表面积测定。

2 引用标准

GB 9578 标准参比炭黑

3 试验方法

3.1 A 法——静态吸附法

3.1.1 原理

将试样脱气、称量并置于液氮温度下的氮气中，测量吸附达到平衡时沉淀水合二氧化硅表面吸附的氮量，由此量值和脱气试样的质量计算比表面积。

3.1.2 试剂

3.1.2.1 氮气：装于钢瓶或其他氮气源中，分析纯。

3.1.2.2 液氮。

3.1.2.3 高真空脂 1 号。

3.1.2.4 精细玻璃棉。

3.1.2.5 苯：化学纯。

3.1.2.6 丙酮：化学纯。

3.1.2.7 乙醇：化学纯。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 奈康特 1 型 (Ni - Count - 1) 比表面积测定仪 (见图 15 - 2 和图 15 - 3) 或等

效的一点法吸附仪。

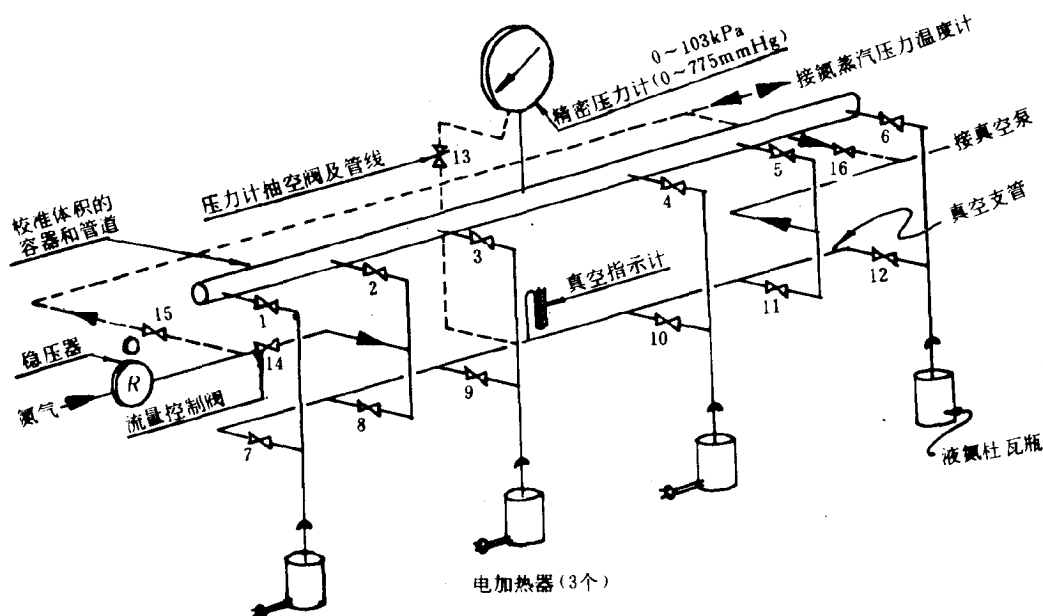


图 15-2 四试样管 Ni-Count-1 表面积测定仪简图

3.1.3.2 调温加热电炉。

3.1.3.3 真空泵：极限压力 $1.3 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 。

3.1.3.4 杜瓦瓶：容量约 265 cm^3 。

3.1.3.5 液氮容器：容量 30 dm^3 。

3.1.3.6 氮蒸气压力温度计（见图 15-3）。

3.1.3.7 试样管（见图 15-4）。

3.1.3.8 分析天平，精确到 0.1 mg 。

3.1.4 试样制备

粒状试样不需压碎，粉状试样如需要可压实后在仪器上或机外专用真空脱气装置上进行脱气。

3.1.5 试验条件

3.1.5.1 试验应在相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 、室温 $23 \pm 2^\circ \text{C}$ 或相对湿度 $65\% \pm 5\%$ 、室温 $27 \pm 2^\circ \text{C}$ 下进行。

3.1.5.2 试剂和仪器使用前应在实验室温、湿度下保持至少 24h。

3.1.5.3 实验室应无可污染试剂和仪器并影响试验结果的烟气。

3.1.6 步骤

3.1.6.1 仪器的准备和标定

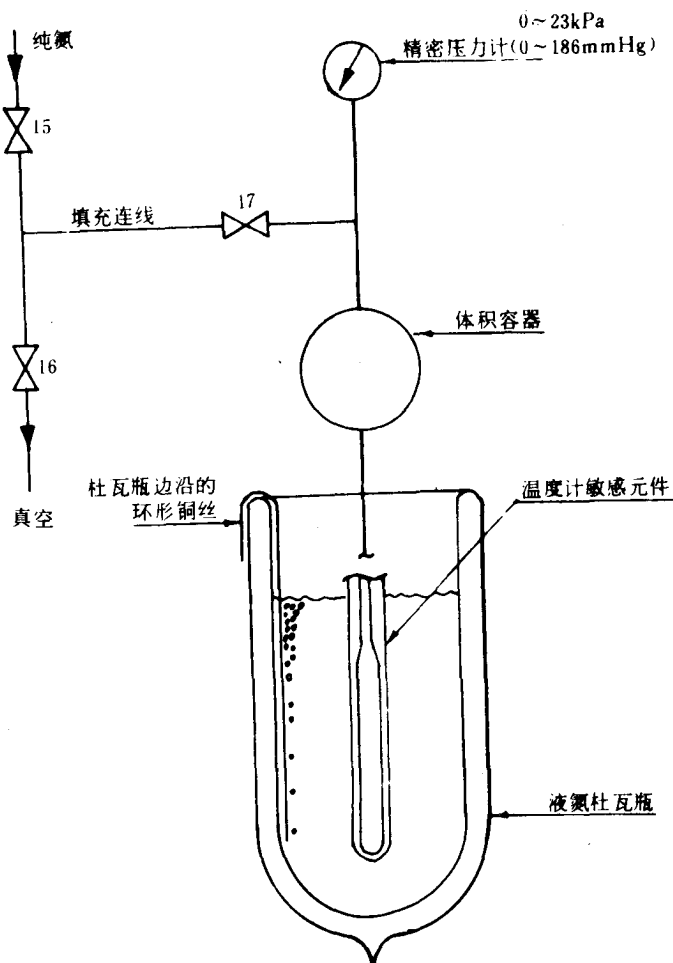


图 15-3 氮蒸汽压力温度计

注：系统已被纯氮填充，压力为 13~20kPa (100~150mmHg)。

a. 奈康特 1 型 (Ni-Count-1) 比表面积测定仪的内部体积已调节为 139.5cm^3 ，它包括所有通向试样的阀门及管线和压力计感压箱的体积。如果内部体积已调准到 139.5cm^3 ，根据表面积与压力关系表（与仪器一起提供），将得出精确比表面积。

b. 建议用 SRB1 号标准参比炭黑进行试验来确认仪器的内部体积。

c. 奈康特 1 型 (Ni-Count-1) 仪器的准备应按仪器说明书进行。包括用氮气 (3.1.2.1) 冲满氮蒸汽压力温度计 (3.1.3.6)，抽空大压力计的表箱并关闭箱阀，用氮气冲洗容器和真空支管几次，直至排出空气为止。

d. 调节电炉 (3.1.3.2)，控制温度在 $160 \pm 10^\circ\text{C}$ 。

e. 仪器的标定和精度应用 SRB1 号标准参比炭黑进行检验。

3.1.6.2 测定

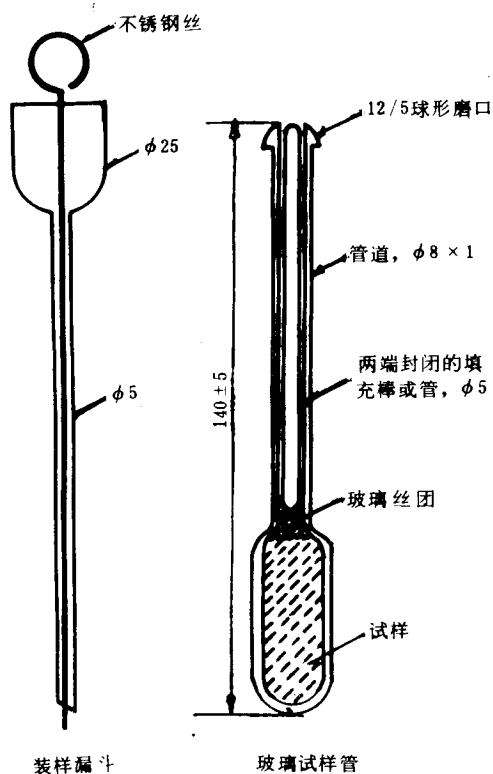


图 15-4 装样漏斗及玻璃试样管

注：等地标注管和填充物。

a. 参考表 15-4，选择适当试样量。

表 15-4 沉淀水合二氧化硅试样量参考表

比表面积， m^2/g	试样量，g
191 ~ 600	0.84 ~ 0.27
161 ~ 190	1.00 ~ 0.84
136 ~ 160	1.20 ~ 1.00
106 ~ 135	1.50 ~ 1.20
71 ~ 105	2.25 ~ 1.50
70	2.25

b. 称一团大小合适的玻璃棉，精确到 0.1mg，记录质量。

c. 称一个带填充物的干燥、洁净试样管和玻璃棉团，精确到 0.1mg，记录质量 (m_1)。

d. 粗称试样（未脱气质量）。

e. 把试样放入试样管中，将玻璃棉团推到试样上面，放入填充棒。

- f. 用高真空脂（3.1.2.3）涂抹试样管球形接头，注意勿进入管内，将试样管装上仪器。
- g. 在 $160 \pm 10^{\circ}\text{C}$ 下进行真空脱气，用氮气对试样进行几次瞬时净化，此时，关闭去真空泵的阀，开氮气源到真气管的阀，然后重新抽真空。
- h. 关闭真空阀，用真空指示计检查是否有气体从试样中放出，待保持压力 5min 后真空指示计的变化不大于 0.1kPa 时，证明试样脱气完毕。
- i. 关闭阀门使脱气后试样与真空管隔离，移开加热电炉。
- j. 用氮气充满净化后的容器、压力计和管线，直到室温 27°C 时，压力为 66.7kPa（500mmHg），若超过或低于此室温时，则每高 1°C 或低 1°C 时应加上或减去 0.222kPa（1.67mmHg）。
- k. 开氮气容器通向试样管的阀，使氮气进入试样管。
- l. 将盛有液氮（3.1.2.2）的杜瓦瓶（3.1.3.4）套在试样管上。
- m. 试样进行氮吸附时，应仔细观察，待压力计指针稳定不变时，证明吸附达至平衡。记录压力计读数，准至 0.1kPa（1mmHg）。全部吸附过程必须保持液氮面的高度不变。
- n. 将杜瓦瓶套在氮蒸气压力温度计（3.1.3.6）的敏感元件上。待氮蒸气压力温度计稳定后，观察并记录其读数，准至 0.1kPa（1mmHg）。
- o. 向氮气源和试样管中加入氮气，直到压力计读数约比大气压高 1.3kPa（10mmHg）。关闭通向试样管的阀，取下试样管。
- p. 打开通向试样管的阀，接通大气，并记录压力计读数，推至 0.1kPa（1mmHg），关闭阀门。
- q. 用脱脂棉沾少许溶剂尽可能擦净试样管球形磨口上的高真空脂，并擦干试样管外部的水滴。
- r. 称量试样管（包括干燥脱气后的试样，玻璃棉及填充玻璃棒），准至 0.1mg，记录质量（ m_2 ）。
- s.3.1.6.2p 条获得的值加上大气压力即为氮蒸气压力 P_N ，查表 15-5 即得液氮温度校正因子 B 。

表 15-5

液氮温度校正因子

氮蒸气压力 P_N			校正因子			氮蒸气压力 P_N			校正因子			氮蒸气压力 P_N			校正因子			氮蒸气压力 P_N			校正因子		
mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B
660	88.0	0.954 16	695	92.7	0.974 22	730	97.3	0.994 27	765	102.0	1.014 32	661	88.1	0.954 73	696	92.8	0.974 79	731	97.5	0.994 84	766	102.1	1.014 90
662	88.3	0.955 31	697	92.9	0.975 36	732	97.6	0.995 42	767	102.3	1.015 47	663	88.4	0.955 88	698	93.1	0.975 93	733	97.7	0.995 99	768	102.4	1.016 04

续表

氮蒸气压力 P_N			校正因子			氮蒸气压力 P_N			校正因子			氮蒸气压力 P_N			校正因子		
mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B	mmHg	kPa	B
664	88.5	0.956 45	699	93.2	0.976 51	734	97.9	0.996 56	769	102.5	1.016 62	804	106.5	1.036 74	839	109.5	1.056 86
665	88.7	0.957 03	700	93.3	0.977 08	735	98.0	0.997 14	770	102.7	1.017 19	805	106.7	1.037 31	840	109.7	1.057 91
666	88.8	0.957 60	701	93.5	0.977 65	736	98.1	0.997 71	771	102.8	1.017 76	806	106.9	1.038 43	841	109.9	1.058 43
667	88.9	0.958 17	702	93.6	0.978 23	737	98.3	0.998 28	772	102.9	1.018 34	807	107.1	1.039 55	842	110.1	1.059 43
668	89.1	0.958 74	703	93.7	0.978 80	738	98.4	0.998 85	773	103.1	1.018 91	808	107.3	1.040 67	843	110.3	1.060 31
669	89.2	0.959 32	704	93.9	0.979 37	739	98.5	0.999 43	774	103.2	1.019 48	809	107.5	1.041 79	844	110.5	1.061 31
670	89.3	0.959 89	705	94.0	0.979 95	740	98.7	1.000 00	775	103.3	1.020 05	810	107.7	1.042 91	845	110.7	1.062 31
671	89.5	0.960 46	706	94.1	0.980 52	741	98.8	1.000 57	776	103.5	1.020 63	811	107.9	1.043 91	846	110.9	1.063 31
672	89.6	0.961 04	707	94.3	0.981 09	742	98.9	1.001 15	777	103.6	1.021 20	812	108.1	1.044 91	847	111.1	1.064 31
673	89.7	0.961 61	708	94.4	0.981 66	743	99.1	1.001 72	778	103.7	1.021 77	813	108.3	1.045 91	848	111.3	1.065 31
674	89.9	0.962 18	709	94.5	0.982 24	744	99.2	1.002 29	779	103.9	1.022 35	814	108.5	1.046 91	849	111.5	1.066 31
675	90.0	0.962 76	710	94.7	0.982 81	745	99.3	1.002 86	780	104.0	1.022 92	815	108.7	1.047 91	850	111.7	1.067 31
676	90.1	0.963 33	711	94.8	0.983 38	746	99.5	1.003 44	781	104.1	1.023 49	816	108.9	1.048 91	851	111.9	1.068 31
677	90.3	0.963 90	712	94.9	0.983 96	747	99.6	1.004 01	782	104.3	1.024 07	817	109.1	1.049 91	852	112.1	1.069 31
678	90.4	0.964 47	713	95.1	0.984 53	748	99.7	1.004 58	783	104.4	1.024 64	818	109.3	1.050 91	853	112.3	1.070 31
679	90.5	0.965 05	714	95.2	0.985 10	749	99.9	1.005 16	784	104.5	1.025 21	819	109.5	1.051 91	854	112.5	1.071 31
680	90.7	0.965 62	715	95.3	0.985 68	750	100.0	1.005 73	785	104.7	1.025 78	820	109.7	1.052 91	855	112.7	1.072 31
681	90.8	0.966 19	716	95.5	0.986 25	751	100.1	1.006 30	786	104.8	1.026 36	821	109.9	1.053 91	856	112.9	1.073 31
682	90.9	0.966 77	717	95.6	0.986 82	752	100.3	1.006 88	787	104.9	1.026 93	822	110.1	1.054 91	857	113.1	1.074 31
683	91.1	0.967 34	718	95.7	0.987 39	753	100.4	1.007 45	788	105.1	1.027 50	823	110.3	1.055 91	858	113.3	1.075 31
684	91.2	0.967 91	719	95.9	0.987 97	754	100.5	1.008 02	789	105.2	1.028 08	824	110.5	1.056 91	859	113.5	1.076 31
685	91.3	0.968 49	720	96.0	0.988 54	755	100.7	1.008 59	790	105.3	1.028 65	825	110.7	1.057 91	860	113.7	1.077 31
686	91.5	0.969 06	721	96.1	0.989 11	756	100.8	1.009 17	791	105.5	1.029 22	826	110.9	1.058 91	861	113.9	1.078 31
687	91.6	0.969 63	722	96.3	0.989 69	757	100.9	1.009 74	792	105.6	1.029 80	827	111.1	1.059 91	862	114.1	1.079 31
688	91.7	0.970 20	723	96.4	0.990 26	758	101.1	1.010 31	793	105.7	1.030 37	828	111.3	1.060 91	863	114.3	1.080 31
689	91.9	0.970 78	724	96.5	0.990 83	759	101.2	1.010 89	794	105.9	1.030 94	829	111.5	1.061 91	864	114.5	1.081 31
690	92.0	0.971 35	725	96.7	0.991 41	760	101.3	1.011 46	795	106.0	1.031 51	830	111.7	1.062 91	865	114.7	1.082 31
691	92.1	0.971 92	726	96.8	0.991 98	761	101.5	1.012 03	796	106.1	1.032 09	831	111.9	1.063 91	866	114.9	1.083 31
692	92.3	0.972 50	727	96.9	0.992 55	762	101.6	1.012 61	797	106.3	1.032 66	832	112.1	1.064 91	867	115.1	1.084 31
693	92.4	0.973 07	728	97.1	0.993 12	763	101.7	1.013 18	798	106.4	1.033 23	833	112.3	1.065 91	868	115.3	1.085 31
694	92.5	0.973 64	729	97.2	0.993 70	764	101.9	1.013 75	799	106.5	1.033 81	834	112.5	1.066 91	869	115.5	1.086 31

注：液氮温度校正因子 B 由 $1 + 0.0573 \left[\frac{(P_N - 98.7)}{13.3} \right]$ 导出。

其中： P_N ——液氮温度下纯氮的蒸气压力，由氮蒸气压力温度计测量，kPa；

98.7——用校正后仪器测定平衡压力下表面积 S （见表 15-6）时的大气压，kPa。

如果压力用毫米汞柱（mmHg）表示则上式变成 $1 + 0.0573 \left[\frac{(P_N - 740)}{100} \right]$ 。

3.1.7 结果表示

$$S_m = \frac{S}{m} \left[1 - F \left(V_t - V_{dt} - V_{gw} - \frac{m}{\rho} \right) \right] B \dots\dots\dots (1)$$

B ——液氮温度校正因子，由表 15-5 得。

表 15-6 与平衡压力对应的 S 和 F 值

平 衡 压 力		关联因子	表面积
mmHg	kPa		
100	13.3	0.006 99	255.7
101	13.4	0.007 08	254.6
102	13.5	0.007 17	253.5
103	13.7	0.007 26	252.4
104	13.8	0.007 35	251.3
105	13.9	0.007 44	250.2
106	14.1	0.007 53	249.1
107	14.2	0.007 62	248.0
108	14.3	0.007 71	247.0
109	14.5	0.007 81	245.9
110	14.6	0.007 90	244.8
111	14.7	0.007 99	243.7
112	14.9	0.008 09	241.7
113	15.0	0.008 18	241.6
114	15.1	0.008 28	240.5
115	15.3	0.008 37	239.5
116	15.4	0.008 47	238.4
117	15.5	0.008 56	237.3
118	15.7	0.008 66	236.3
119	15.8	0.008 76	235.2
120	15.9	0.008 86	234.2
121	16.1	0.008 96	233.1

续表

平 衡 压 力		关联因子	表面积
mmHg	kPa		
122	16.2	0.009 06	232.1
123	16.3	0.009 16	231.0
124	16.5	0.009 26	230.0
125	16.6	0.009 36	229.0
126	16.7	0.009 46	227.9
127	16.9	0.009 56	226.9
128	17.0	0.009 66	225.9
129	17.1	0.009 77	224.9
130	17.3	0.009 87	223.8
131	17.4	0.009 97	222.8
132	17.5	0.010 08	221.8
133	17.7	0.010 19	220.8
134	17.8	0.010 29	219.8
135	17.9	0.010 40	218.8
136	18.1	0.010 51	217.8
137	18.2	0.010 61	216.8
138	18.3	0.010 72	215.8
139	18.5	0.010 83	214.8
140	18.6	0.010 94	213.8
141	18.7	0.011 05	212.8
142	18.9	0.011 17	211.8
143	19.0	0.011 28	210.8
144	19.1	0.011 39	209.8
145	19.3	0.011 51	208.8
146	19.4	0.011 62	207.9
147	19.5	0.011 73	206.9
148	19.7	0.011 85	205.9
149	19.8	0.011 97	204.9
150	19.9	0.012 08	204.0
151	20.1	0.012 20	203.0
152	20.2	0.012 32	202.0
153	20.3	0.012 44	201.1
154	20.5	0.012 56	200.1
155	20.6	0.012 68	199.2
156	20.7	0.012 80	198.2
157	20.9	0.012 93	197.3
158	21.0	0.013 05	196.3
159	21.1	0.013 17	195.4

续表

平 衡 压 力		关联因子 <i>F</i>	表面积 <i>S</i>
mmHg	kPa		
160	21.3	0.013 30	194.5
161	21.4	0.013 42	193.5
162	21.5	0.013 55	192.6
163	21.7	0.013 68	191.7
164	21.8	0.013 81	190.7
165	21.9	0.013 93	189.8
166	22.1	0.014 06	188.9
167	22.2	0.014 19	188.0
168	22.3	0.014 33	187.1
169	22.5	0.014 46	186.1
170	22.6	0.014 59	185.2
171	22.7	0.014 73	184.3
172	22.9	0.014 86	183.4
173	23.0	0.015 00	182.5
174	23.1	0.015 13	181.6
175	23.3	0.015 27	180.7
176	23.4	0.015 41	179.8
177	23.5	0.015 55	178.9
178	23.7	0.015 69	178.1
179	23.8	0.015 83	177.2
180	23.9	0.015 98	176.3
181	24.1	0.016 12	175.4
182	24.2	0.016 26	174.5
183	24.3	0.016 41	173.7
184	24.5	0.016 56	172.8
185	24.6	0.016 70	171.9
186	24.7	0.016 85	171.0
187	24.9	0.017 00	170.2
188	25.0	0.017 15	169.3
189	25.1	0.017 31	168.5
190	25.3	0.017 46	167.6
191	25.4	0.017 61	166.8
192	25.5	0.017 77	165.9
193	25.7	0.017 93	165.1
194	25.8	0.018 08	164.2
195	25.9	0.018 24	163.4
196	26.1	0.018 40	162.5
197	26.2	0.018 56	161.7

续表

平 衡 压 力		关联因子 <i>F</i>	表面积 <i>S</i>
mmHg	kPa		
198	26.3	0.018 73	160.9
199	26.5	0.018 89	160.0
200	26.6	0.019 05	159.2
201	26.7	0.019 22	158.4
202	26.9	0.019 39	157.6
203	27.0	0.019 56	156.8
204	27.1	0.019 73	155.9
205	27.3	0.019 90	155.1
206	27.4	0.020 07	154.3
207	27.5	0.020 24	153.5
208	27.7	0.020 42	152.7
209	27.8	0.020 59	151.9
210	27.9	0.020 77	151.1
211	28.1	0.020 95	150.3
212	28.2	0.021 13	149.5
213	28.3	0.021 31	148.7
214	28.5	0.021 50	147.9
215	28.6	0.021 68	147.2
216	28.7	0.021 87	146.4
217	28.9	0.022 06	145.6
218	29.0	0.022 25	144.8
219	29.1	0.022 44	144.0
220	29.3	0.022 63	143.3
221	29.4	0.022 82	142.5
222	29.5	0.023 02	141.7
223	29.7	0.023 22	141.0
224	29.8	0.023 42	140.2
225	29.9	0.023 62	139.5
226	30.1	0.023 82	138.7
227	30.2	0.024 02	138.0
228	30.3	0.024 23	137.2
229	30.5	0.024 44	136.5
230	30.6	0.024 65	135.7
231	30.7	0.024 86	135.0
232	30.9	0.025 07	134.2
233	31.0	0.025 29	133.5
234	31.1	0.025 50	132.8
235	31.3	0.025 72	132.1

续表

平 衡 压 力		关联因子 <i>F</i>	表面积 <i>S</i>
mmHg	kPa		
236	31.4	0.025 94	131.3
237	31.5	0.026 16	130.6
238	31.7	0.026 39	129.9
239	31.8	0.026 61	129.2
240	31.9	0.026 84	128.4
241	32.1	0.027 07	127.7
242	32.2	0.027 31	127.0
243	32.3	0.027 54	126.3
244	32.5	0.027 78	125.6
245	32.6	0.028 02	124.9
246	32.7	0.028 26	124.2
247	32.9	0.028 50	123.5
248	33.0	0.028 74	122.8
249	33.1	0.028 99	122.1
250	33.3	0.029 24	121.5
251	33.4	0.029 50	120.8
252	33.5	0.029 75	120.1
253	33.7	0.030 01	119.4
254	33.8	0.030 27	118.7
255	33.9	0.030 53	118.1
256	34.1	0.030 79	117.4
257	34.2	0.031 06	116.7
258	34.3	0.031 33	116.1
259	34.5	0.031 60	115.4
260	34.6	0.031 88	144.7
261	34.7	0.032 16	114.1
262	34.9	0.032 44	113.4
263	35.0	0.032 72	112.8
264	35.1	0.033 01	112.1
265	35.3	0.033 30	111.5
266	35.4	0.033 59	110.8
267	35.5	0.033 88	110.2
268	35.7	0.034 18	109.6
269	35.8	0.034 48	108.9
270	35.9	0.034 79	108.3
271	36.1	0.035 09	107.7
272	36.2	0.035 41	107.1
273	36.3	0.035 72	106.4

续表

平 衡 压 力		关联因子 <i>F</i>	表面积 <i>S</i>
mmHg	kPa		
274	36.5	0.036 04	105.8
275	36.6	0.036 36	105.2
276	36.7	0.036 68	104.6
277	36.9	0.037 01	104.0
278	37.0	0.037 34	103.4
279	37.1	0.037 67	102.8
280	37.3	0.038 01	102.1
281	37.4	0.038 36	101.5
282	37.5	0.038 70	100.9
283	37.7	0.039 05	100.4
284	37.8	0.039 40	99.8
285	37.9	0.039 76	99.2
286	38.1	0.040 12	98.6
287	38.2	0.040 49	98.0
288	38.3	0.040 86	97.4
289	38.5	0.041 23	96.8
290	38.6	0.041 61	96.3
291	38.7	0.042 00	95.7
292	38.9	0.042 38	95.1
293	39.0	0.042 78	94.6
294	39.1	0.043 17	94.0
295	39.3	0.043 57	93.4
296	39.4	0.043 98	92.9
297	39.5	0.044 39	92.3
298	39.7	0.044 81	91.8
299	39.8	0.045 23	91.2

3.2 B 法——动态吸附法

3.2.1 原理

将定量的标准参比炭黑及沉淀水合二氧化硅试样置于液氮温度下，以氦气为载气，氮气为吸附质的氮－氧一定比例的混合气流中，当氮气被吸附饱和时，再解吸，利用热导池参比臂与测量臂的电位变化，可在记录仪上划出峰面积，并与标准参比炭黑对比，求出被测试样的比表面积。

3.2.2 试剂

3.2.2.1 氮－氮混合气（体积比为 8:2），盛于钢瓶中，分析纯。

3.2.2.2 液氮。

3.2.3 仪器

3.2.3.1 HP DAI-88 型高效动态吸附仪 (见图 15-5)

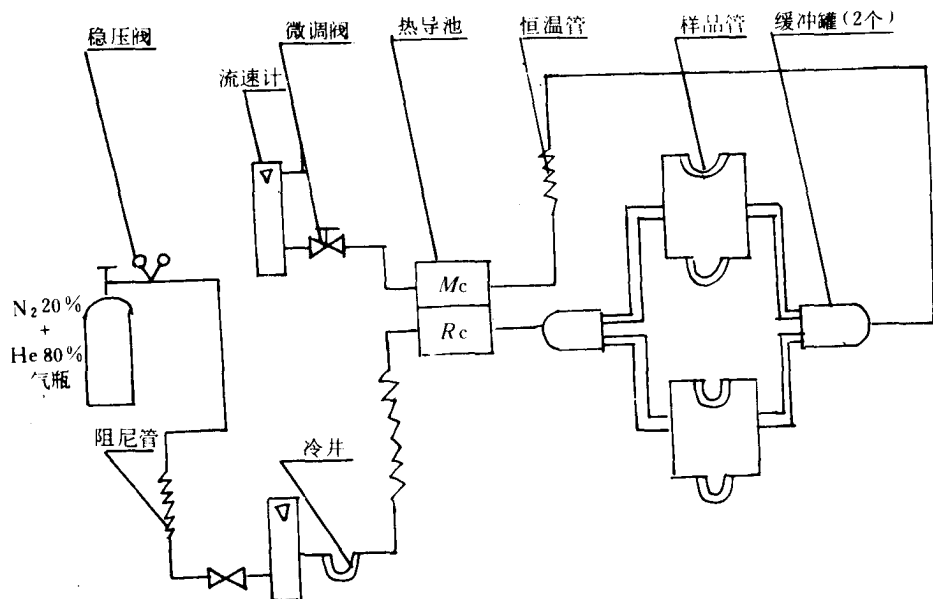


图 15-5 高效动态吸附仪

3.2.3.2 杜瓦瓶, 容量约 265cm^3 。

3.2.3.3 干燥器。

3.2.3.4 分析天平, 精度 0.1mg 。

3.2.4 试样制备

将试样在 $160 \pm 10^\circ\text{C}$ 下用惰性气体吹扫 0.5h 。

3.2.5 试验条件

3.2.5.1 试验应在相对湿度为 $50\% \pm 5\%$ 、室温 $23 \pm 2^\circ\text{C}$, 或相对湿度 $65\% \pm 5\%$ 、室温 $27 \pm 2^\circ\text{C}$ 下进行。

3.2.5.2 仪器和试剂在使用前应在试验条件下保持至少 24h 。

3.2.5.3 实验室应使仪器和试剂不受烟气污染, 以免影响试验结果。

3.2.6 步骤

3.2.6.1 称量沉淀水合二氧化硅试样, 准至 0.1mg , 试样量由式 (2) 经验公式确定:

$$\text{试样量 (g)} = \frac{20}{\text{被测试样比表面积估计值 (m}^2\text{)}} \cdots \cdots (2)$$

3.2.6.2 将试样倾于试样管中, 当心粘附在管壁上, 试样管细口端与出气管相接, 粗口端与进气管相接。要保证试样管底部和实验台间高度一致, 以使试样管浸入液氮的深度相同。

3.2.6.3 以 $\phi 3\text{mm}$ 铜管一端和钢瓶的减压接口相连, 另一端和仪器的进口相接, 旋紧螺丝至不漏气为止。

3.2.6.4 接通电源, 将电源线一端插头和仪器相连, 另一端接于 220V、50Hz 电源上。

3.2.6.5 将信号输出线和记录仪信号插座相接。

3.2.6.6 打开气路, 调流速为 $120 \sim 150\text{cm}^3/\text{min}$, 将气路中空气全部排出。

3.2.6.7 开电源开关, 调电压至 15V, 电流 100mA。

3.2.6.8 按标准参比炭黑试样 (GB 9578) 选择衰减档次, 以使解吸峰全部记录在记录仪上。

3.2.6.9 将液氮倒入杜瓦瓶 (3.2.3.2) 中, 使四瓶液氮的液面高度一致。将试样管装于仪器上, 吸附时将杜瓦瓶套于试样管外面。

3.2.6.10 待吸附平衡后, 将显示器接口、主机电源依次打开, 待屏幕上显示出提示符“J”后, 打入 GC 两个字母, 再按 $\downarrow$ ($\downarrow$ 表示回车键 RETURN), 接着打入 RUN $\downarrow$, 此时屏幕出现“DATE”, 待输入试验日期后, 在屏幕上显示出菜单功能如下:

FUNCTIONS:

1 BASELINE TEST

2 CONSTANT = ?

3 PEAK WIDTH = ?

4 N = ?

5 INPUT SAMPLE WEIGHT

6 SAMPLE TEST

7 EXIT

PLEASE INPUT YOUR SELECTION (1—7)?

3.2.6.11 菜单各条意义

“1”是基线测试。打入 1 后, 开进样开关, 屏幕上显示基线图形和数据, 此时调整系统, 待显示 100 个数左右且基线稳定后, 将开关开至结束位置, 屏幕回到主菜单。

“2”是改变标准比表面积值。打入 2 后, 输入新数据, 又回到主菜单。

“3”是改变峰的归并数, 打入 3 后, 输入新的归并数 (一般峰小, 用的归并数也小, 峰大归并数也大, 但一定用偶数), 又回到主菜单。

“4”是改变测定样品的个数, 打入 4 后, 输新的 N 值。

“5”是输入试样的质量, 打入 5 后, 屏幕显示“STANDARD SAMPLE WEIGHT = ?”时, 输入标准参比炭黑质量。显示“SAMPLE WEIGHT OF NO1 = ?”时, 输入第一个被测试样质量, 直到第 N 个被测试样质量全部输完后, 回到主菜单。

“6”是试样测定, 打入 6 后, 屏幕显示“STANDARD SAMPLE”, 此时可进样, 将开关开至进样位置, 出峰后, 开关回原位置。屏幕显示“SAMPLE NAME?”时, 输入被测

试样名称。屏幕显示“ANALYZED SAMPLE”，此时可进样，试样解吸结束后，扳回进样开关，屏幕显示并打印出分析结果：

DATE

NO

SAMPLE NAME

AREA $\times \times \text{m}^2/\text{g}$

随后显示“SAMPLE NAME?”，输入下一个试样名称后，屏幕显示“PRESS ANY KEY TO CONTINUE”，此时打入任一键都可回到主菜单，再根据需要选择功能。

“7”是退出程序。

3.2.6.12 当吸附平衡，微机主菜单功能也全部选定后，可开始测定。解吸前要使微机处于工作状态，主菜单选择6↓，此时将液氮取下，迅速将20~40℃的温水杯套到试样管上，解吸开始，立刻将接口打印机进行开关拨到进样一端，解吸完毕后将开关扳到停止，微机即可自动将数据进行处理。

4 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a. 本国家标准编号（标明A或B法）；
- b. 试样的全部标志；
- c. 试验条件；
- d. 所用的试样质量；
- e. 得到的试验结果；
- f. 试验日期。

十三、橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 包装、贮运、采样、检验和验收

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated,
hydrated—Packing, storing, transporting,
sampling, certificating and accepting

GB 10530—89

本标准采样部分参照采用国际标准 ISO 842《涂料和清漆的原料——采样》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了包装、贮运、采样、检验和验收方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅。

2 引用标准

GB 6678 化工产品采样总则

GB 6679 固体化工产品采样通则

3 包装

3.1 生产过程结束时,按每包净重为 5.0kg 的倍数或用户要求进行包装,称量允许误差为 $\pm 0.2\text{kg}$ 。

3.2 用袋包装产品。包装形式为扁平长方体,袋口封好。

3.3 包装材料必须有足够的强度,防止在贮运过程中破损,并具备防潮和防污染能力。

3.4 当采用聚乙烯袋和塑料编织袋时,包装结构为:

a. 内袋:厚度不小于 0.04mm 的聚乙烯袋;

b. 外袋:塑料编织袋。

3.5 包装标志

每个包装袋正面应有醒目的标志,标志包括下列内容:

a. 产品名称;

b. 注册商标;

c. 类别;

d. 净重;

e. 生产厂名;

f. 生产日期。

4 产品贮存和运输

4.1 产品应贮存在通风、干燥的仓库内。

4.2 避免与可使产品变质或使包装袋损坏的物品混存、混运。

4.3 贮存和运输应保证产品的包装清洁和不破损,凡漏出包外的产品不得返入包内。

5 采样

5.1 采样器为不锈钢勺。

5.2 样品容器

能密封、防潮且不会污染样品的适当容器。

5.3 采样方法

按表 15-7 中的采样袋数在总体物料中随机地选出采样袋,打开采样袋的袋口,用

选取采样袋数的规定

总体物料袋数	最少采样袋数
1 ~ 2	全部
3 ~ 8	2
9 ~ 25	3
26 ~ 100	5
101 ~ 500	8
501 ~ 1 000	13
1 001 ~ 3 000	20
3 001 ~ 10 000	32
≥ 10 001	50

- a. 样品名称及编号；
- b. 总体物料批号及数量；
- c. 生产单位；
- d. 样品量；
- e. 采样地点；
- f. 采样日期；
- g. 采样者姓名。

6.2 型式检验

对技术条件标准中规定的全部项目进行检验。

有下列情况之一时，一般应进行型式检验：

- a. 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b. 正式生产后，如原料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c. 正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期性进行一次检验；
- d. 产品长期停产后，恢复生产时；
- e. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f. 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时；
- g. 进出口的产品；
- h. 供需双方发生矛盾，需要仲裁时。

7 判定规则

出厂检验和型式检验都按技术条件标准的要求进行，如有一个项目未达到指标，则判定为不合格。

8 验收

8.1 产品验收按出厂检验规定进行。

8.2 验收期限为产品送达收货方车站或口岸之日起 30d 内。

第二节 陶土的有关测定和计算

一、橡胶配合剂—陶土—总铜含量的测定

Rubber compounding ingredients—Kaolin
clay—Determination of total copper content

HG/T 2879.1—1997

eqv ISO 5795—1:1988

1 范围

1.1 本标准规定了用原子吸收光谱法测定橡胶配合剂陶土的总铜含量。

1.2 本标准适用于橡胶配合剂天然陶土总铜含量的测定，其他工业用天然陶土总铜含

量的测定亦可使用。

1.3 本标准适用于在生产过程中,用中和酸性的物质(如胺)进行化学处理过的天然陶土总铜含量的测定。

1.4 本标准不适用于经表面改性(如硅烷处理)的天然陶土总铜含量的测定。

1.5 本标准不适用于煅烧过的天然陶土总铜含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO36 96:1987)

GB/T 10530—89 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样及验收方法

3 原理

用高氯酸和氢氟酸处理陶土试样,使大多数试样溶解。再用碳酸钠熔融不溶物,将熔融物与酸处理过的溶液混合,得到一个整体溶液用原子吸收光谱仪在波长为 324.5nm 时测定试样的总铜含量。

4 试剂

所有试剂均为分析纯,试验用水符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 高氯酸 60% (m/m)。

4.2 硝酸 $\rho = 1.42 \text{Mg/m}^3$ 。

4.3 氢氟酸 40% (m/m)。

4.4 盐酸 36% (m/m) $\rho = 1.18 \text{Mg/m}^3$ 。

4.5 无水碳酸钠。

4.6 铜标准溶液: $1\,000 \text{mg/dm}^3$, 在适宜的烧杯中,将 $(1.000 \pm 0.001) \text{g}$ 高纯度铜屑溶于含有 10cm^3 水和 5cm^3 硝酸(4.2)的混和液中,煮沸以排除氧化氮,然后冷却并移入 $1\,000 \text{cm}^3$ 容量瓶中用水稀释至刻度。 1cm^3 该标准溶液含 $1\,000 \mu\text{g}$ 铜。

4.7 铜标准溶液: 50mg/dm^3 , 用移液管将 50.0cm^3 铜标准溶液(4.6)移入 $1\,000 \text{cm}^3$ 容量瓶中,加入 5cm^3 硝酸(4.2),然后用水稀释到刻度并摇匀。 1cm^3 该标准溶液含 $50 \mu\text{g}$ 铜。

4.8 铜标准溶液: 10mg/dm^3 , 用移液管将 50.0cm^3 铜标准溶液(4.7)移入 250cm^3 容量瓶中,加入 1cm^3 硝酸(4.2),然后用水稀释到刻度并摇匀。 1cm^3 该标准溶液含 $10 \mu\text{g}$ 铜。

5 仪器

常规实验室仪器及

5.1 铂坩埚,容积为 $50 \sim 75 \text{cm}^3$ 。

5.2 原子吸收光谱仪,带铜灯。

5.3 聚乙烯瓶（带螺旋盖），容积分别为 250cm^3 和 1dm^3 。

5.4 Meker 喷灯或相似的喷灯，温度达 900°C 时用来熔融碳酸钠与试样，温度达 $1\,100^\circ\text{C}$ 时用来进行下一步灼烧。

5.5 铂坩埚， 20cm^3 ，带铂盖和铂搅拌棒（长 50mm ）。

5.6 恒温干燥箱：可控制在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

6 采样

按 GB/T 10530 中第 5 条规定执行。

7 步骤

7.1 试样制备

称取试样约 2g （精确至 1mg ），放入铂坩埚（5.1）中。

7.2 测试溶液的制备

7.2.1 在铂坩埚内（5.1），用 2cm^3 水分散样品，然后加入约 5cm^3 高氯酸（4.1）和 10cm^3 氢氟酸（4.3），再将铂坩埚放在热的沙浴上蒸发直到高氯酸烟雾形成。将铂坩埚从沙浴上移走并冷却，再加入 10cm^3 氢氟酸并放在沙浴上蒸发到铂坩埚内的样品至干。

7.2.2 用 5cm^3 高氯酸（4.1）处理残余物，再用 2cm^3 水冲洗铂坩埚内壁，然后在沙浴上蒸发至干。

7.2.3 于坩埚内加入 5cm^3 盐酸（4.4）和 20cm^3 水，处理残余物，然后将坩埚放在加过热的沙浴上进行溶解，直到各种盐都溶解。

7.2.4 用中速无灰滤纸进行过滤，将滤液收集在 100cm^3 容量瓶中。用热水洗涤坩埚和滤纸，将洗涤液（F3）也收集在容量瓶中备用。将滤纸放入铂坩埚（5.5），并在干燥箱（5.6）干燥 1h ，然后在喷灯（5.4）上灼烧。用 0.5g 的碳酸钠（4.5）熔融残渣冷却并用热水处理。逐滴加入盐酸（4.4）进行酸化。将此溶液与贮存的滤液（F3）混合并稀释至 100cm^3 摇匀。将此测试溶液转移到聚乙烯瓶中（5.3）贮存，该溶液为铜、锰含量的测试溶液。

7.3 标准曲线的绘制

7.3.1 用吸液管分别吸取铜标准溶液（4.8） 0.5cm^3 、 2.5cm^3 、 5.0cm^3 、 10.0cm^3 、 15.0cm^3 、 25.0cm^3 于一组六个 50cm^3 的容量瓶中用水分别稀释至刻度并摇匀。各瓶中铜浓度分别为 $0.1\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $0.5\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $2.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $3.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、和 $5.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 。

7.3.2 按仪器生产厂使用说明书要求，调试原子吸收光谱仪（5.2），使用空气/乙炔火焰测定在波长为 324.5nm 时各标准溶液的吸光度。

7.3.3 依次将上述系列标准溶液吸入原子吸收光谱仪中，分别测定其吸光度并记录。每测定一种标准溶液后，将水吸入火焰以洗涤系统。

7.3.4 以铜标准溶液的浓度（ $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ）为横坐标，其相应的吸光度为纵坐标，绘制标

准曲线。

7.4 测量

7.4.1 交叉吸入测试溶液和水，如 7.3.3 那样，测试两次，记录吸收值的平均值。

7.4.2 从标准曲线上（7.3.4）查出平均吸收值所对应的测试溶液的铜浓度，以 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 表示。

7.5 空白试验

空白试验按上述步骤（7）进行，不加试样。

8 结果的表示

试样总铜含量 $e_{\text{总}}$ （ mg/kg ）按下式计算：

$$e_{\text{总}} = \frac{e_{(\text{Cu})\text{I}} - e_{(\text{Cu})\text{Z}}}{m_7} \times 100$$

式中： $e_{(\text{Cu})\text{I}}$ ——试样中铜含量， $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ；

$e_{(\text{Cu})\text{Z}}$ ——空白试验中铜含量， $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ ；

m_7 ——试样（7.1）的质量，g。

9 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 本试验依据的标准编号；
- b) 试样完整编号及产地；
- c) 试验结果；
- d) 记录试验中出现的异常现象；
- e) 试验日期。

二、橡胶配合剂——陶土——铝含量的测定

Rubber compounding ingredients—Kaolin
clay—Determination of aluminium content

HG/T 2879.2—1997

eqv ISO 5795 - 1:1998

1 范围

1.1 本标准规定了用 EDTA 滴定法，测定橡胶配合剂陶土的铝的含量。

1.2 本标准适用于橡胶配合剂天然陶土铝含量的测定, 其他工业用天然陶土铝含量的测定亦可使用。

1.3 本标准适用于在生产过程中, 用中和酸性的物质(如胺)进行化学处理的天然陶土铝含量的测定。

1.4 本标准不适用于经表面改性(如硅烷处理)的天然陶土铝含量的测定。

1.5 本标准不适用于煅烧过的天然陶土铝含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696: 1987)

HG/T 2879.3—1997 橡胶配合剂 陶土 硅含量的测定(eqv ISO 5795—1: 1988)

3 原理

定量吸取测定硅含量的滤液 F_2 , 用铜铁试剂—氯仿萃取法, 除掉全部铁钛。分离后, 在水层中加入过量的 EDTA 标准溶液, 络合铝, 用锌标准滴定溶液返滴定过量的 EDTA, 以得到铝(Al_2O_3)的含量。

4 试剂与配制

所有试剂均为分析纯, 试验用水符合 GB/T 6682 的规定。

注: 在分析过程中, 应遵守公认的安全、卫生规程。

4.1 氯仿。

4.2 无水乙醇。

4.3 盐酸: 36% (m/m), $\rho = 1.18 \text{ Mg/m}^3$ 。

4.4 氨水: 35% (m/m), $\rho = 0.880 \text{ Mg/m}^3$ 。

4.5 醋酸铵缓冲溶液: 在 500 cm^3 水中, 加入 120 cm^3 冰醋酸, 搅拌, 立即加入 74 cm^3 氨水(4.4), 搅拌, 冷却, 用水稀释至 1 dm^3 。

4.6 铜铁试剂: 60 g/dm^3 , 在 50 cm^3 水中, 溶解 6.0 g 铜铁试剂 [$C_6H_5N(NO)ONH_4$] 用水稀释至 100 cm^3 , 过滤以除掉不溶物。使用新制备的试剂。

4.7 锌标准滴定溶液: $c(1/2Zn^{2+}) = 0.05 \text{ mol/dm}^3$, 在 100 cm^3 烧杯中, 加入 15 cm^3 盐酸(4.3)溶解 3.268 g 纯锌碎片, 将此溶液转移到 1000 cm^3 容量瓶中并用水稀释至刻度。

4.8 EDTA 标准溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.05 \text{ mol/dm}^3$ 。

4.8.1 制备

在 1000 cm^3 容量瓶中, 用 800 cm^3 水溶解 18.612 g EDTA [$CH_2N(CH_2COOH)$]

$\text{CH}_2\text{COON} \frac{1}{2} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 用水稀释至刻度。

4.8.2 标定

准确吸取 20.0cm^3 EDTA 溶液 (4.8.1) 置于 500cm^3 锥形瓶中, 加 4 滴溴酚蓝指示剂 (4.9), 然后加醋酸铵缓冲溶液 (4.5) 直至溶液由黄色变为蓝色, 再加 10cm^3 过量的醋酸铵缓冲溶液, 用水稀释至约 100cm^3 , 立即加入等体积的乙醇 (4.2) 滴加 1cm^3 至 2cm^3 双硫腙指示剂 (4.10), 用锌标准滴定溶液 (4.7) 进行滴定, 至溶液出现粉红色不变, 即为终点, 记录滴定消耗的体积 $V_2 (\text{cm}^3)$ 。

4.8.3 标定系数的计算

标定系数由下式计算, 该系数必须调整为 1, 以适用于 (6.2) 和 (7) 计算, 所使用 EDTA 溶液浓度, 能准确表示为 0.05mol/dm^3 。

$$\frac{V_1}{V_2}$$

式中: V_1 ——吸取 EDTA 标准溶液 (4.8) 体积, cm^3 , ($V_1 = 20\text{cm}^3$);

V_2 ——标定所消耗锌标准溶液 (4.7) 体积, cm^3 。

4.9 溴酚蓝指示剂: 1g/dm^3 , 称取 0.10g 溴酚蓝, 溶于 1.5cm^3 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/dm}^3$ 中, 用水稀释至 100cm^3 。

4.10 双硫腙指示剂: 0.25g/dm^3 , 称取 0.025g 双硫腙 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{N}_2\text{CSNHNHC}_6\text{H}_5$), 溶于 80cm^3 乙醇 (4.2) 中, 用无水乙醇稀释至 100cm^3 。

5 仪器

常规实验室仪器和:

5.1 分析天平: 精确至 0.1mg 。

5.2 移液管: 20cm^3 、 25cm^3 、 50cm^3 , A 级。

5.3 具塞锥形瓶: 250cm^3 、 500cm^3 。

5.4 容量瓶: $1\,000\text{cm}^3$ 。

5.5 量筒: 20cm^3 、 100cm^3 。

5.6 烧杯: 50cm^3 、 100cm^3 、 200cm^3 。

5.7 分液漏斗: 250cm^3 。

5.8 滴定管: 50cm^3 , A 级。

6 步骤

6.1 用移液管准确吸取 100cm^3 滤液 F_2 。(见 HG/T 2879.3—1997 中 7.4.1), 注入 250cm^3 分液漏斗中, 加盐酸 (4.3) 20cm^3 摇匀并冷却, 加 2cm^3 铜铁试剂 (4.6) 进行混合, 然后加 20cm^3 氯仿 (4.1) 振摇 30s, 以抽提铜铁试剂盐, 分离出氯仿萃取液, 排除并弃掉。再加 20cm^3 氯仿进行萃取至混合液分层, 加 1cm^3 铜铁试剂, 进行水层分析, 当铜

铁试剂盐萃取完全，反应物将形成瞬间白色沉淀。继续用新鲜氯仿萃取，直至将铜铁试剂盐和过量的铜铁试剂萃取完全，以显示出水白色氯仿层（过量的铜铁试剂将使氯仿显绿色），弃掉全部氯仿萃取液。

6.2 将剩余的水层，定量地转移到 500cm^3 锥形瓶中，并加热煮沸，以排除痕量的氯仿，冷却，加 4 滴溴酚蓝指示剂（4.9），小心地加氨水（4.4），颜色由黄色变为蓝色。然后逐滴加入盐酸（4.3）进行酸化，使溶液显黄色，再多加 4 滴至 6 滴盐酸（4.3），用滴定管滴加足量的 EDTA 溶液（4.8）至全部铝转变为络合物，再多加 2cm^3 EDTA 溶液。记录滴加 EDTA 溶液的体积 V_3 （ cm^3 ）。加醋酸铵缓冲溶液（4.5），直至溴酚蓝指示剂指示颜色从黄色变为蓝色。再多加 10cm^3 醋酸铵缓冲溶液，然后加热溶液至沸腾 10min，冷却至室温。

6.3 用等体积的乙醇（4.2），稀释上述溶液，加 1cm^3 至 2cm^3 双硫踪指示剂（4.10），然后用锌标准溶液（4.7）滴定，至溶液出现粉红色不变，即为终点，记录满定消耗的锌标准溶液的体积 V_4 （ cm^3 ）。

7 结果的计算

铝（ Al_2O_3 ）含量，以质量百分率表示，按下式计算：

$$\frac{(V_3 - V_4) \times 0.00255 \times 5 \times 100}{m_0}$$

$$= \frac{V_3 - V_4}{m_0} \times 1.275$$

式中： V_3 ——往试样溶液中加入 EDTA 标准溶液浓度为 $0.05\text{mol}/\text{dm}^3$ 的体积， cm^3 ；

V_4 ——滴定试样溶液中过量的 EDTA 所消耗锌标准溶液的体积 cm^3 ；

m_0 ——试样的质量（见 HG/T 2879.3），g。

0.00255 是 1.00cm^3 EDTA 溶液 $c(\text{EDTA}) = 0.05\text{mol}/\text{dm}^3$ ；相当于铝的质量，g。

8 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- 本试验依据的标准编号；
- 试样的等级和标志；
- 试验结果；
- 试验日期。

三、橡胶配合剂——陶土——硅含量的测定

Rubber compounding ingredients—Kaolin clay—Determination of silicon content

HG/T 2879.3—1997

eqv ISO 5795 - 1 : 1998

1 范围

1.1 本标准规定了橡胶配合剂陶土的硅含量的测定。

1.2 本标准适用于橡胶配合剂天然陶土硅含量的测定，其他工业用天然陶土硅含量的测定亦可使用。

1.3 本标准适用于在生产过程中，用中和酸性的物质（如胺）进行化学处理过的天然陶土硅含量的测定。

1.4 本标准不适用于经表面改性（如硅烷处理）的天然陶土硅含量的测定。

1.5 本标准不适用于煅烧过的天然陶土硅含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法（eqv ISO 3696：1987）

GB/T 10530—89 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅包装、贮运、采样及验收方法

3 原理

将试样用碳酸钠熔融，在浓酸介质中形成不溶解的硅（不溶性硅），用氢氟酸转变成挥发性四氟化硅，以质量损失作为不溶性硅的质量来计算。滤液中残留硅质量，用硅钼蓝光度法测定。

总硅含量为不溶性硅与残留硅之和，以二氧化硅质量百分率表示。

4 试剂与配制

所有试剂均为分析纯，试验用水应符合 GB/T 6682 的规定。

注：在试验过程中，应遵守公认的安全、卫生规程。

4.1 无水碳酸钠。

4.2 盐酸：36% (m/m , $\rho = 1.18 \text{Mg/m}^3$)。

4.3 氢氟酸：40% (m/m)。

4.4 钼酸铵溶液：80g/dm³，称取 8.0g 钼酸铵 [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] 晶体，用 80cm³ 热水溶解，然后用水稀释至 100cm³。贮存在聚乙烯瓶 (5.1) 中。

4.5 硫酸亚铁 (II) 铵溶液：100g/dm³，称取 10g 硫酸亚铁 (II) 铵 [(NH₄)₂SO₄·FeSO₄·6H₂O] 晶体，用 60cm³ 热水溶解，加 0.2cm³ 硫酸 (4.9)，用水稀释至 100cm³。

注：应使用新配制的试剂。

4.6 硫酸铁 (III) 铵溶液：0.1g/dm³ (按三氧化二铁计算)，称取 0.060 3g 硫酸铁 (III) 铵 [(NH₄) Fe (SO₄)₂·12H₂O] 晶体，溶解在含 1cm³ 硫酸 (4.9) 的 60cm³ 热水中，然后用水稀释至 100cm³。贮存在聚乙烯瓶 (5.1) 中。

4.7 硝酸银溶液：10g/dm³，将 1.0g 硝酸银 (AgNO₃) 晶体，溶解在水中，然后用水稀释至 100cm³。贮存在棕色玻璃瓶 (5.6) 中。

4.8 硫酸溶液：50% (V/V)，小心地量取 125cm³ 硫酸 [98% (m/m) , $\rho = 1.84 \text{Mg/m}^3$] 置于内含 100cm³ 水的烧杯中，冷却，然后在量筒中用水稀释至 250cm³。贮存在聚乙烯瓶 (5.1) 中。

4.9 硫酸溶液：20% (V/V)，小心地量取 50cm³ 硫酸 [98% (m/m) , $\rho = 1.84 \text{Mg/m}^3$] 置于内含 150cm³ 水的烧杯中，冷却，然后在量筒中用水稀释至 250cm³。贮存在聚乙烯瓶 (5.1) 中。

4.10 硅标准溶液：1.000g/dm³，由在 1 100℃ 下灼烧至恒重的高纯二氧化硅或沉淀二氧化硅制备。称取灼烧过的二氧化硅 1.000g (称准至 1mg) 与 5s 碳酸钠 (4.1)，置于带盖的铂坩埚 (5.2) 中，进行熔融。将铂坩埚移入镍烧杯 (5.5) 中，用热水抽提熔融物，冷却，然后将铂坩埚抽提液和冲洗镍烧杯的溶液一起转移到 1 000cm³ 容量瓶中，用水稀释至刻度。贮存在聚乙烯瓶 (5.1) 中。1cm³ 此标准溶液含 1.000mg 二氧化硅 (SiO₂)。

4.11 硅标准溶液：50.0mg/dm³，量取 50.0cm³ 硅标准溶液 (4.10) 置于 1 000cm³ 容量瓶中，用水稀释至刻度。1cm³ 此标准溶液含 50μg 二氧化硅 (SiO₂)。

4.12 硅标准溶液：10.0mg/dm³，量取 50.0cm³ 硅标准溶液 (4.11) 置于 250cm³ 容量瓶中，用水稀释至刻度。1cm³ 此标准溶液含 10μg 二氧化硅 (SiO₂)。

5 仪器

常规试验室仪器和：

5.1 具塞聚乙烯瓶：250cm³，1dm³。

5.2 铂坩埚：20cm³，带铂盖和铂搅拌棒 (长约 50mm)。

5.3 梅克尔 (Meker) 喷灯或相似喷灯：温度可达 900℃，用碳酸钠 (4.1) 熔融试样。

(7.1.2), 并可达 $1\ 100^{\circ}\text{C}$ 进行下一步的灼烧 (7.1.3.4)。

5.4 分光光度计: 波长 $400\sim 800\text{nm}$, 精度 $\pm 3\text{nm}$, 在 800nm 下可直接读出吸光度。

5.5 镍烧杯: 200cm^3 、 400cm^3 。

5.6 具塞棕色玻璃瓶: 500cm^3 、 $1\ 000\text{cm}^3$ 。

5.7 分析天平: 精确至 0.1mg 。

5.8 恒温干燥箱: 可控制在 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

5.9 移液管: 5cm^3 、 10cm^3 、 20cm^3 、 50cm^3 , A 级。

5.10 玻璃漏斗。

5.11 烧杯: 50cm^3 、 100cm^3 、 200cm^3 、 500cm^3 、 600cm^3 。

5.12 包橡皮头玻璃棒: 皮头长约 60mm 。

5.13 电热板。

5.14 量筒: 100cm^3 、 250cm^3 。

5.15 容量瓶: 100cm^3 、 250cm^3 、 1000cm^3 。

5.16 滴定管: 25cm^3 、 50cm^3 , A 级。

6 采样

按 GB/T 10530 第 5 条执行

7 步骤

7.1 不溶性硅的测定

7.1.1 试样

称取约 1g 试样, 置于预先称量过 (称准至 0.1mg) 的铂坩埚 (5.2) 中, 然后称量含有试样的铂坩埚, 以得到试样质量 (m_0)。

7.1.2 试样的制备

将 5g 碳酸钠 (4.1), 分几次加入上述装有试样的铂坩埚中, 用铂搅拌棒 (5.2), 边加边搅拌使其充分混合, 保留 0.5g 碳酸钠, 以覆盖混合物, 把盖盖在铂坩埚上, 小心的在喷灯 (5.3) 上加热 (900°C), 直至铂坩埚中内容物全部熔融, 保持熔融状态 30min , 然后冷却。

7.1.3 测定

7.1.3.1 将上述冷却的盖好盖的铂坩埚, 置于 600cm^3 烧杯中, 加 50cm^3 热水, 小心谨慎的加 30cm^3 盐酸 (4.2), 盖上表面皿, 将烧杯放在低温电热板 ($85^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$) 上, 加热, 直至熔融物与铂坩埚分离为止。把铂坩埚从烧杯中取出, 用热水冲洗铂坩埚熔融物, 用包橡皮头的玻璃棒剥下附着的颗粒并冲洗坩埚, 将冲洗液置于烧杯中, 用相同的方法冲洗坩埚盖, 冲洗液也置于烧杯中。

7.1.3.2 将烧杯中的内容物, 置于低温电热板上, 加热, 蒸发至干。然后置于 $105^{\circ}\text{C} \pm$

5℃的干燥箱中干燥 1h。

7.1.3.3 移出烧杯并冷却，加 10cm^3 盐酸浸透残留物，加 90cm^3 热水进行稀释，加热溶解可溶性盐并用漏斗和直径为 12.5cm 的中速无灰滤纸进行过滤，将滤液收集在 500cm^3 容量瓶中。用热水彻底冲洗滤纸和烧杯，用包有橡皮头的玻璃棒剥掉附着在烧杯上的颗粒，继续冲洗直至从漏斗流出的滤液，加一滴硝酸银溶液（4.7）检验而不含氯化物止。将滤液全部收集在 500cm^3 容量瓶中，保留此滤液（ F_1 ）。

7.1.3.4 将滤纸移入铂坩埚（5.2），用湿无灰滤纸擦烧杯里面，将擦后的滤纸放入铂坩埚，将铂坩埚和内容物置于 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 的干燥箱中，干燥 1h。然后小心的将坩埚置于喷灯（5.3）上，在温度 $1\ 000^\circ\text{C}$ 下进行灼烧，以除掉全部含碳物，将坩埚移入干燥器中冷却，称量，称准至 0.1mg （ m_1 ）。

7.1.3.5 用水润湿铂坩埚中的残留硅，加 10 滴硫酸溶液（4.9），加 10cm^3 氢氟酸（4.3）。将铂坩埚置于电热板上蒸发至出现硫酸烟雾。然后小心谨慎的把坩埚移入喷灯（5.3）上，约 $1\ 000^\circ\text{C}$ 温度下。灼烧 5min，以驱赶残留的硫酸，将铂坩埚置于干燥器中冷却，称量，称准至 0.1mg （ m_2 ）。

7.2 不溶性硅质量的计算

试样（7.1.1）中不溶性硅质量 m_3 ，以 g 表示，按式（1）计算：

$$m_3 = m_1 - m_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——加氢氟酸前（7.1.3.4）铂坩埚加熔融物的质量，g；

m_2 ——加氢氟酸后（7.1.3.5）铂坩埚加熔融物的质量，g。

7.3 残留硅的测定

7.3.1 标准曲线的绘制

7.3.1.1 标准溶液的制备

吸取六份硅标准溶液（4.12），按表 15-8 规定的标准溶液体积量，分别移入六个 100cm^3 容量瓶中，然后分别加入 6cm^3 硫酸铁（Ⅲ）铵溶液（4.6）和 1cm^3 盐酸（4.2）加 12cm^3 硫酸溶液（4.8）加 10cm^3 钼酸铵溶液（4.4）加 10cm^3 硫酸亚铁（Ⅱ）铵（4.5）进行颜色显示反应，然后用水稀释至刻度，摇匀并放置 5min。

表 15-8 测定硅的标准校正溶液

序 号	硅标准溶液（4.12）的体积， cm^3	对应的含硅量， μg
1	0	0
2	5.0	50
3	10.0	100
4	20.0	200

续表

序 号	硅标准溶液 (4.12) 的体积, cm^3	对应的含硅量, μg
5	30.0	300
6	35.0	350

对于标准校正溶液, 只需要用一种硅标准溶液 (4.12), 按表 15 - 8 制备六个序号标准溶液即可。

7.3.1.2 分光光度计测量方法

将分光光度计的波长调至约 800nm 下, 比色槽光程为 10mm, 按表 15 - 8 硅标准溶液的六个序号, 依次测量每个标准溶液在 800nm 波长时的吸光度并记录。

7.3.1.3 以硅含量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制一条标准曲线。

7.4 测定

7.4.1 用 0.5g 碳酸钠 (4.1), 熔融铂坩埚里的残留物 (7.1.3.5) 冷却, 按 7.1.2 和 7.1.3.1 规定的程序, 用热水抽提, 逐滴加盐酸 (4.2) 进行酸化, 然后将抽出物和 7.1.3.3 保留滤液 (F_1) 混合在一起, 稀释至 500cm^3 (F_2)。

7.4.2 准备两个 100cm^3 容量瓶 (A、B 瓶), 取上述稀释滤液 (F_2) 10cm^3 置于 A 瓶, 取 10cm^3 蒸馏水置于 B 瓶。

注: A 瓶为试样溶液将产生硅钼蓝色, B 瓶为空白溶液。

保留剩下的稀释滤液 (F_2), 以测定铝含量和铁含量。

7.4.3 往 A 瓶和 B 瓶中分别加 6cm^3 硫酸铁 (Ⅲ) 铵溶液 (4.6) 和 1cm^3 盐酸 (4.2), 然后加适量的水, 使 A 瓶和 B 瓶的容积分别为 $50\text{cm}^3 \pm 1\text{cm}^3$ 。

7.4.4 往 A 瓶中加 12cm^3 硫酸溶液 (4.8), 然后加 10cm^3 钼酸铵溶液 (4.4), 摇匀并放置 5min。

7.4.5 往 B 瓶中, 加 12cm^3 硫酸溶液 (4.8), 然后加 10cm^3 钼酸铵溶液 (4.4), 摇匀并放置 5min。

7.4.6 往 A 瓶、B 瓶中分别加 10cm^3 硫酸亚铁 (Ⅱ) 铵溶液 (4.5), 立即稀释至 100cm^3 , 摇匀并放置 5min。

7.4.7 用分光光度计测量

将分光光度计的波长调至 800nm, 然后将 A 瓶试样溶液, B 瓶空白溶液分别移入光程为 10mm 的比色槽中, 以 B 瓶溶液为空白溶液, 测定 A 瓶试样溶液的吸光度。根据测得 A 瓶试样溶液吸光度, 从标准曲线上确定对应试样溶液的含硅质量 (m_4), μg 。

7.5 残留硅质量的计算

试样 (7.1.1) 中, 残留硅质量 m_5 , 以 g 表示, 按式 (2) 计算:

$$m_5 = \frac{m_4 \times 50}{10^6} \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_4 ——测定(7.4)试样中残留硅从曲线查的质量， μg 。

8 结果的表示

硅(SiO_2)含量，以质量百分率表示，按式(3)计算：

$$\frac{(m_3 + m_5) \times 100}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_0 ——试样(7.1.1)质量，g；

m_3 ——试样中不溶性硅质量(按7.2)计算，g；

m_5 ——试样中残留硅质量(按7.5)计算，g。

9 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 本试验依据的标准编号；
- b) 试样的等级和标志；
- c) 试验结果；
- d) 试验日期。

四、橡胶配合剂—陶土— $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算

Rubber compounding ingredients—Kaolin

clay—Calculation of the $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ratio

HG/T 2879.4—1997

eqv ISO 5795 - 1 : 1988

1 范围

1.1 本标准规定了计算天然陶土 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的方法。

1.2 本标准适用于橡胶配合剂天然陶土 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算。其他工业用天然陶土 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算亦可使用。

1.3 本标准适用于在生产过程中,用中和酸性的物质(如胺)进行化学处理过的天然陶土 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算。

1.4 本标准不适用于经表面改性(如硅烷处理)的天然陶土 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算。

1.5 本标准不适用于煅烧过的天然陶土 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2879.2—1997 橡胶配合剂 陶土 铝含量的测定 (eqv ISO 5795—1:1988)

HG/T 2879.3—1997 橡胶配合剂 陶土 硅含量的测定 (eqv ISO 5795—1:1988)

3 概要

$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率是用来表征陶土(水合硅铝化合物)的化学组成。

3.1 硅(按 SiO_2 计算)根据 HG/T 2879.3—1997 第 8 章硅(SiO_2)的计算结果,作为 SiO_2 的百分含量。

3.2 铝(按 Al_2O_3 计算)根据 HG/T 2879.2—1997 第 7 章铝(Al_2O_3)的计算结果,作为 Al_2O_3 百分含量。

4 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$ 比率的计算

$$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{\text{SiO}_2 \text{ 的百分含量}}{\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ 的百分含量}}$$

试验结果取小数点后两位数。

5 试验报告

试验报告应包括下列项目:

- a) 本试验依据的标准编号;
- b) 试样的等级和标志;
- c) 比率的计算结果;
- d) 计算日期。

五、橡胶配合剂——陶土——总铁含量的测定

Rubber compounding ingredients—Kaolin
clay—Determining of total iron content

HG/T 2879.5—1997
eqv ISO 5795-1:1988

1 范围

- 1.1 本标准规定了 2, 2' - 联吡啶光度法测定橡胶配合剂陶土的总铁含量。
- 1.2 本标准适用于橡胶配合剂天然陶土总铁含量的测定, 其他工业用天然陶土总铁含量的测定亦可使用。
- 1.3 本标准适用于在生产过程中, 用中和酸性的物质 (如胺) 进行化学处理过的天然陶土总铁含量的测定。
- 1.4 本标准不适用于经表面改性 (如硅烷处理) 的天然陶土总铁含量的测定。
- 1.5 本标准不适用于煅烧过的天然陶土总铁含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2879.3—1997 橡胶配合剂 陶土 硅含量的测定 (eqv ISO 5795—1:1988)

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法 (eqv ISO 3696:1987)

3 原理

用碳酸钠熔融试样, 使铁成为酸溶性的, 用 2, 2' - 联吡啶作显色剂, 用光度法测定试样的总铁含量。

4 试剂

所有试剂均为分析纯, 试验用水符合 GB/T 6682 的规定。

- 4.1 盐酸: 36% (m/m), $\rho = 1.18 \text{ Mg/m}^3$ 。
- 4.2 乙酸铵溶液: $2009/\text{dm}^3$, 将 200g 乙酸铵 ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), 溶解在 600cm^3 水中, 然后在量筒中用水稀释至 $1\,000\text{cm}^3$ 。
- 4.3 2, 2' - 联吡啶溶液: $2\text{g}/\text{dm}^3$, 将 0.2g 的 2, 2' - 联吡啶 [$(\text{C}_5\text{H}_4\text{N})_2$], 溶解在

60cm³ 温水中, 冷却, 在量筒中用水稀释到 100cm³。该溶液有效期为四周。

4.4 盐酸羟胺: 500g/dm³, 将 50g 盐酸羟胺 (HONH₂Cl) 溶解在 50cm³ 水中, 在量筒中用水稀释到 100cm³。

4.5 硝酸 $\rho = 1.42\text{Mg/m}^3$ 。

4.6 铁标准贮备溶液: 1000mg/dm³, 在 100cm³ 的烧杯中, 将 1.000g $\pm 0.001\text{g}$ 的纯铁溶于 10cm³ 水和 5cm³ 硝酸 (4.5) 的混合液中, 煮沸以排出氧化氮。冷却后将溶液转移到 1 000cm³ 的容量瓶中, 加水稀释至刻度开摇匀。1cm³ 此标准溶液含 1 000 μg 铁。

4.7 铁标准溶液: 50mg/dm³, 用移液管将 50.0cm³ 的铁标准贮备溶液 (4.6) 移入一个 1 000cm³ 的容量瓶中, 加入 10cm³ 盐酸 (4.1), 加水稀释至刻度并摇匀。1cm³ 此标准溶液含 50 μg 铁。

4.8 铁标准溶液: 10mg/dm³, 用移液管将 50.0cm³ 的铁标准溶液 (4.7) 移入一个 250cm³ 的容量瓶中, 加入 2.5cm³ 盐酸 (4.1), 加水稀释至刻度并摇匀。1cm³ 此标准溶液含 10 μg 铁。

5 仪器

常规试验室仪器和:

5.1 分光光度计: 波长可在 400 ~ 800nm 之间调整。

5.2 分析天平: 精确到 0.000 1g。

6 步骤

6.1 测试溶液的制备

6.1.1 用移液管吸取 20cm³ 滤液 F₂ (见 HG/T 2879.3—1997 中 7.4.1), 移入 50cm³ 的容量瓶中。

6.1.2 加入 0.5cm³ 盐酸羟胺溶液 (4.4), 5cm³ 2, 2'-联吡啶溶液 (4.3) 和 10cm³ 的醋酸铵溶液 (4.2) 加水稀释至刻度并混匀, 放置 10min 后进行光度测量 (7.1)。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 在一组 6 个 50cm³ 容量瓶中, 分别加入 0cm³、5.0cm³、10.0cm³、20.0cm³、25.0cm³、30.0cm³ 铁标准溶液 (4.8), 这 6 个容量瓶分别含 0 μg , 50 μg , 100 μg , 200 μg , 250 μg 和 300 μg 的铁。

6.2.2 将每一个标准溶液, 按 (6.1.2) 显色程序进行显色反应。

6.2.3 以水为参比溶液, 在光程为 10mm 的吸收池, 用分光光度计 (5.1) 在波长为 520nm 时测量每个标准溶液的吸光度。

6.2.4 将上述各个容量瓶中所含 μg 铁量为横坐标, 其对应的吸光度为纵坐标画一曲线, 即为标准曲线。

7 测量

7.1 按 (6.1.2), 以水为参比溶液, 在光程为 10mm 的吸收池中, 波长为 520nm 下用分光光度计测定溶液的吸光度。

7.2 用测出的吸光度在标准曲线 (6.2.4) 上直到测试溶液的含铁量 (m_6)。

7.3 如果吸光度超出标准曲线 (6.2.4) 的范围, 则减少试样用量 (从 HG/T 2879.3—1997 中 7.4.1 的 F_2 中吸取), 再进行上述测定, 以使吸光度在标准曲线的范围内。

8 结果表示

总铁含量 (Fe_2O_3), 以质量百分率表示, 按下列公式计算:

$$\frac{m_6 \times 1.43 \times 500}{m_0 V_5}$$

式中: m_0 ——试样 (HG/T 2879.3—1997 中 7.1.1) 的质量, g;

m_6 ——由 (7.2) 得到的试验溶液中铁的质量, g;

V_5 ——测试溶液 (6.1.1) 的体积, cm^3 ;

1.43——测出的铁含量换算为 Fe_2O_3 含量的换算系数。

9 试验报告

试验报告应包括下列项目:

- a) 本试验依据的标准编号;
- b) 试样完整编号及产地;
- c) 试验结果;
- d) 记录试验中出现的异常现象;
- e) 试验日期。

六、橡胶配合剂——陶土——总锰含量的测定

Rubber compounding ingredients—Kaolin
clay—Determination of total manganese content

HG/T 2879.6—1997

eqv ISO5795 - 1 : 1988

1 范围

1.1 本标准规定了用原子吸收光谱法测定橡胶配合剂陶土的总锰含量。

1.2 本标准适用于橡胶配合剂天然陶土总锰含量的测定,其他工业用天然陶土总锰含量的测定亦可使用。

1.3 本标准适用于在生产过程中,用中和酸性的物质(如胺)进行化学处理过的天然陶土总锰含量的测定。

1.4 本标准不适用于经表面改性(如硅烷处理)的天然陶土总锰含量的测定。

1.5 本标准不适用于煅烧过的天然陶土总锰含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

HG/T 2879.1—1997 橡胶配合剂 陶土 总铜含量的测定(eqv ISO 5795—1:1988)

3 原理

用高氯酸和氢氟酸处理陶土试样,使大多数试样溶解。再用碳酸钠熔融不溶物,将熔融物与酸处理过的溶液混合,得到一个整体溶液。在279nm波长下用原子吸收光谱测定试样的总锰含量。

4 试剂

所有试剂均为分析纯,试验用水符合GB/T 6682的规定。

4.1 硝酸 $\rho = 1.42\text{Mg}/\text{m}^3$ 。

4.2 锰标准储备溶液: $1\,000\text{mg}/\text{dm}^3$,将 $(1.000 \pm 0.001)\text{g}$ 高纯度无氧锰金属,溶于含有 50cm^3 水和 5cm^3 硝酸(4.1)混和液的烧杯中,煮沸以排除氧化氮,然后冷却并移入 $1\,000\text{cm}^3$ 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。 1cm^3 该标准溶液含 $1\,000\mu\text{g}$ 锰。

4.3 锰标准溶液: $50\text{mg}/\text{dm}^3$,用移液管将 50.0cm^3 标准溶液(4.2)移入 $1\,000\text{cm}^3$ 容量瓶中,加入 50cm^3 硝酸,然后用水稀释到刻度并摇匀。 1cm^3 该标准溶液含 $50\mu\text{g}$ 锰。

4.4 锰标准溶液: $10\text{mg}/\text{dm}^3$,用移液管将 50.0cm^3 锰标准溶液(4.3)移入 250cm^3 容量瓶中,加入 1cm^3 硝酸(4.1),然后用水稀释到刻度并摇匀。 1cm^3 该标准溶液含 $10\mu\text{g}$ 锰。

5 仪器

常规实验室仪器及原子吸收光谱仪,带锰灯。

6 步骤

6.1 测试溶液

HG/T 2879.1—1997 中 7.2.4 保留的试验溶液作为本测试溶液。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 用移液管分别吸取锰标准溶液 (4.4) 0.5cm^3 、 2.5cm^3 、 5.0cm^3 、 10.0cm^3 、 15.0cm^3 和 25.0cm^3 于一组六个 50cm^3 的容量瓶中用水分别稀释至刻度并摇匀。各瓶中锰浓度分别为 $0.1\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $0.5\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $2.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $3.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 和 $5.0\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 。

6.2.2 按仪器生产厂使用说明书要求, 调试原子吸收光谱仪 (5.1), 使用空气/乙炔火焰, 测定在波长为 279nm 时各标准溶液的吸光度。

6.2.3 依次将上述系列标准溶液吸入原子吸收光谱仪, 分别测定其吸光度, 每测定一种标准溶液后将水吸入火焰, 以洗涤系统。

6.2.4 以锰标准溶液的浓度 ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$) 为横坐标, 其相应的吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线。

6.3 测量

6.3.1 交叉吸入测试溶液和水, 如 6.2.3 那样。测试两次, 记录吸收值的平均值。

6.3.2 从标准曲线上 (6.2.4) 查出平均吸收值所对应的测试溶液的锰浓度, 以 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 表示。

6.4 空白试验

空白试验按上述步骤 (6) 进行, 不加试样。

7 结果的表示

试样总锰含量按下式计算, mg/kg 。

$$\frac{e_{(\text{Mn})\text{B}} - e_{(\text{Mn})\text{A}}}{m_7} \times 100$$

式中: $e_{(\text{Mn})\text{B}}$ ——试样中锰含量, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$;

$e_{(\text{Mn})\text{A}}$ ——空白试验中锰含量, $\mu\text{g}/\text{cm}^3$;

m_7 ——试样 (HG/T 2879.1 中 7.1) 的质量, g 。

9 试验报告

试验报告应包括下列项目:

- a) 本试验依据的标准编号;
- b) 试样完整编号及产地;
- c) 试验结果;
- d) 记录试验中出现的异常现象;
- e) 试验日期。

第三节 配合剂的有关定义和试验方法

一、橡胶配合剂——氧化锌——试验方法

Rubber compounding ingredients —Zinc oxide—Test methods

GB/T 18951—2003

eqv ISO 9298 : 1995

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程，本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了橡胶配合剂氧化锌的测定方法。

本标准适用于所有的工业氧化锌的测定，如直接法、间接法和不同化学方法生产的氧化锌。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

(neq ISO 6353 - 1 : 1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1715—1979 颜料筛余物测定法

GB/T 2922—1982 化学试剂 色谱载体比表面积的测定方法

GB/T 5211.2—1985 颜料水溶物测定 热萃取法

GB/T 5211.3—1985 颜料在 105℃挥发物的测定

GB/T 5211.13—1986 颜料水萃取液酸碱度的测定

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 9285—1988 色漆和清漆用原材料 取样 (eqv ISO 842 : 1984)

3 取样

按 GB/T 9285 有关规定取得干燥粉末。

4 试验方法

本标准所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时, 按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 之规定配制。实验用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。

本标准中试验数据的表示应符合 GB/T 1250 的规定, 数值的修约应符合 GB/T 8170 的规定。

4.1 概要

经表面涂敷的氧化锌可按表 15-9 所列的方法进行测定, 无需事先计算或抽提。若将表面涂层除去, 测定筛余物的含量, 水溶物的含量以及酸度则失去任何意义。

表 15-9 橡胶配合剂氧化锌的物理和化学性质的试验方法

性 质	单 位	试验方法
105℃挥发物	%	GB/T 5211.3—1985 (eqv ISO 787-2 : 1981)
水溶物	%	GB/T 5211.2—1985 (neq ISO 787-3 : 1979)
酸/碱度 (相当于 H_2SO_4)	g (H_2SO_4) /100g	GB/T 5211.13—1986 (eqv ISO 787-4 : 1981)
筛余物	%	GB/T 1715 中 2 甲法: 湿筛法
氮吸附表面积	m^2/g	GB/T 2922
氧化锌	%	本标准中 4.7
铅	%	本标准中 4.8
镉	%	本标准中 4.8
铜	%	本标准 4.8
锰	%	本标准中 4.8
酸不溶物	%	本标准中 4.9
注: 表中单位以 “ % ” 表示均指质量分数。		

4.2 105℃挥发物的测定

按 GB/T 5211.3 的规定进行测定。

4.3 水溶物的测定

按 GB/T 5211.2 的规定进行测定。

4.4 酸/碱度的测定

按 GB/T 5211.13 的规定进行测定。结果表述除根据 GB/T 5211.13 表示成中和每 100g 样品的萃取液所需要的 0.1mol/L 碱（酸）溶液的体积（mL）外，也可表示成中和每 100g 样品所需硫酸的质量（g），即结果乘以 4.9×10^{-3} 。

4.5 筛余物的测定

按 GB/T 1715 中 2. 甲法：湿筛法的规定进行测定。

4.6 氮吸附表面积的测定

按 GB/T 2922 的规定进行测定。

4.7 氧化锌含量的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 抗坏血酸（GB/T 15347）。

4.7.1.2 硫酸（GB/T 625）：1 + 3。

4.7.1.3 氨水（GB/T 631）：1 + 1。

4.7.1.4 六次甲基四胺（GB/T 1400）- 硫酸缓冲溶液（pH = 5 ~ 6）：称取 300g 六次甲基四胺于 2 000mL 的烧杯中，加 950mL 水溶解（若溶液有红色，用棉花过滤），再加 50mL 硫酸（1 + 1），混匀。

4.7.1.5 亚硫酸钠溶液：称取 30g 无水亚硫酸钠溶于 200mL 水中，加入 50mL 亚硫酸，控制 pH = 6 左右（当天有效）。

4.7.1.6 碘化钾溶液：称取 20g 碘化钾溶于 100mL 水中，加少许抗坏血酸至黄色褪尽。

4.7.1.7 甲基红溶液（1.0g/L）。

4.7.1.8 二甲酚橙溶液（2.0g/L）。

4.7.1.9 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 [c（EDTA）= 0.06mol/L]：称取 228.7g 乙二胺四乙酸二钠，加水微热溶解，冷至室温，移入 10L 试剂瓶，加水稀释至 10L，充分混匀，放置三天后标定。

4.7.1.10 基准氧化锌：99.95% ~ 100.05%（质量分数）。

标定：称取 0.500 00g（准确至 0.02mg）的基准氧化锌（4.7.1.10）3 份（用前于瓷皿中 800℃灼烧 2h ~ 3h）于 300mL 烧杯中，按分析步骤（4.7.4.3）进行测定，取平均值，差值不符合要求应重新标定，同时作空白试验。

用式（1）计算乙二胺四乙酸二钠标准溶液对氧化锌的滴定系数：

$$F = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中： F ——EDTA 标准溶液对氧化锌的滴定系数，g/mL；

m ——称取基准氧化锌的质量，g；

V ——标定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试验消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL。

取三次标定结果的平均值为滴定系数，三次标定结果的极差值应不大于 0.000 005g/mL。

4.7.2 仪器

4.7.2.1 微量分析天平：感量为 0.01mg。

4.7.2.2 胖肚滴定管：100mL，95.00mL ~ 100.00mL 刻度值为 0.05mL。

4.7.2.3 电磁搅拌器，附转子。

4.7.3 试样

试样应预先在 100℃ ~ 105℃ 烘干 2h，置于干燥器中冷至室温。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试样质量，0.500 0g。

4.7.4.2 随同试样做空白试验。

4.7.4.3 测定

4.7.4.3.1 将试样（4.7.4.1）置于 300mL 烧杯中，用水润湿，加 10mL 硫酸（4.7.1.2），盖表面皿，微热至完全溶解。取下稍冷，以水洗表面皿及杯壁。

4.7.4.3.2 加入 1 滴甲基红（4.7.1.7），以氨水（4.7.1.3）中和至黄色，再用硫酸（4.7.1.2）中和至红色。以水洗杯壁。

4.7.4.3.3 加入 20mL 六次甲基四胺 - 硫酸缓冲溶液，加入 12.5mL 亚硫酸钠溶液（4.7.1.5）加入 20mL 碘化钾溶液（4.7.1.6），加入 0.1g 抗坏血酸（4.7.1.1），加 2 ~ 3 滴二甲酚橙指示剂（4.7.1.8），加一枚搅拌子，在电磁搅拌器上不断搅拌，用乙二胺四乙酸二钠标准溶液进行滴定，当标准溶液至微量刻度部分时缓慢加入，滴至亮黄色终点。

4.7.5 分析结果的表述

用式（2）计算氧化锌的质量分数 ω_{ZnO} ：

$$\omega_{ZnO} (\%) = \frac{F (V_1 - V_2)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： F ——EDTA 标准溶液对氧化锌的滴定系数，g/mL；

m ——试样的质量，g；

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL；

V_2 ——空白试验消耗 EDTA 标准溶液的体积，mL。

4.8 铅、镉、铜、锰含量的测定

4.8.1 原理及适用范围

氧化锌试样溶解于盐酸中,添加硝酸,在下列标准波长下,用原子吸收分光仪测定每种金属离子。

镉: 228.8nm;

铜: 324.7nm;

铅: 283.3nm;

锰: 279.5nm。

本方法不适用于铅含量大于 1.0% 的氧化锌,这是由于不溶性所致。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 铅、镉、铜和锰标准溶液:按 GB/T 602 的规定进行配制。

4.8.2.2 盐酸 (GB/T 622): 优级纯。

4.8.2.3 硝酸 (GB/T 626): 优级纯。

4.8.3 仪器

原子吸收分光仪:以火焰方式操作。

4.8.4 测定步骤

4.8.4.1 称取 0.2g ~ 10.0g 试样,于 150mL 的烧杯中,用水润湿,加适量的盐酸 (4.8.2.2),在电炉上将溶液加热至沸,然后小心添加 1mL ~ 2mL 的浓硝酸 (4.8.2.3),继续加热不超过 5min,冷却后,转移至 250mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,并混匀。

4.8.4.2 按完全相同的步骤,用相同数量试剂但不加试样做空白试验。在计算氧化锌中铅、镉、铜或锰含量之前,用适当的方法减去正的空白值。

4.8.4.3 使用专用仪器标准火焰原子吸收方式完成分析,按仪器手册最佳性能操作。

用于测试的氧化锌溶液必须符合标准曲线的线性范围,任何不符合标准曲线的溶液应稀释以使其符合范围。

4.8.5 分析结果的表述

计算可以用曲线、等式或适用于原子吸收分光仪的校正法。

金属含量分析结果以质量分数表示。

4.9 酸不溶物的测定

4.9.1 试剂

4.9.1.1 盐酸 (GB/T 622)。

4.9.1.2 盐酸 (GB/T 622): 1 + 9。

4.9.2 仪器

4.9.2.1 烘箱:在 $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ 下操作。

4.9.2.2 抽滤瓶。

4.9.2.3 G_4 砂芯坩埚。

4.9.3 测定步骤

称取 10g (准确至 0.01g) 试样 (m_0), 于 250mL 的烧杯中, 加 100mL 的蒸馏水, 小心添加 25mL 的盐酸 (4.9.1.1), 用搅拌和缓慢加热的方法使试样溶解, 煮沸约 15min, 连同沉淀倾入已称量的 (m_1) G_4 砂芯坩埚 [在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下恒量, 干燥器中冷却 30min, 称准至 0.1mg] 进行抽滤, 用 3 份 25mL 盐酸 (4.9.1.2) 冲洗坩埚上的不溶物。

在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下, 于烘箱中将 G_4 砂芯坩埚和不溶物烘至恒量, 干燥器中冷却 30min, 并称准至 0.1mg (m_2)。

4.9.4 分析结果的表述

用式 (3), 计算酸不溶物的质量分数 ω_{ins} :

$$\omega_{\text{ins}} (\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_0 ——试样的质量, g;

m_1 ——空 G_4 砂芯坩埚的质量, g;

m_2 —— G_4 砂芯坩埚和不溶物的质量, g。

二、橡胶配合剂——硬脂酸——定义及试验方法

Rubber compounding ingredients—Stearic acid—Definition and test methods

GB/T 18953—2003

eqv ISO 8312:1999

警告: 使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程, 本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题, 制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了橡胶配合剂硬脂酸的定义及试验方法。

本标准适用于橡胶配合剂硬脂酸 (包括棕榈酸和硬脂酸的混合物) 的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

(neq ISO 6355 – 1 : 1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 5534—1995 动植物油脂皂化值的测定 (eqv ISO 3657:1988)

GB/T 5535.2—1998 动植物油脂 不皂化物的测定 第2部分：己烷提取快速法

(eqv ISO 3596 – 2 : 1988)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 9285—1988 色漆和清漆用原材料 取样 (eqv ISO 842:1984)

GB/T 17377—1998 动植物油脂 脂肪酸甲酯的气相色谱分析

(eqv ISO 5508 : 1990)

ISO 660 : 1996 动植物油脂 酸值及酸度的测定

ISO 662 : 1998 动植物油脂 水分和挥发分含量的测定

ISO 935 : 1988 动植物油脂 脂肪酸凝固点的测定

ISO 3961 : 1996 动植物脂肪和油 碘值的测定

硬脂酸（用于橡胶工业）的主要成分是分子式为 $C_{17}H_{35}COOH$ 和分子式为 $C_{15}H_{31}COOH$ 的直链饱和脂肪酸的混合物。

根据 GB/T 9285 的规定，使用清洁的不锈钢采样装置进行采样。

橡胶配合剂硬脂酸的物理及化学性质按表 15-10 所列的试验方法进行测定。

表 15-10 硬脂酸的物理化学性质及试验方法

性 质	试 验 方 法
碘值/ (g/100g)	eqv ISO 3961
酸值/ [(KOH) mg/g]	eqv ISO 660
凝固点/℃	idt ISO 935
水分及挥发分的质量分数 (105℃ ± 3℃) / %	idt ISO 662
皂化值 (KOH/g) /mg	GB/T 5534—1 995 (idt ISO 3657)

续表

性 质	试 验 方 法
不皂化物的质量分数/%	GB/T 5535.2—1998 (idt ISO 3596 – 2)
组分的质量分数/%	GB/T 17377—1998 (eqv ISO 5508)
灰分的质量分数 (550℃ ± 25℃) / %	本标准中 6.8
无机酸度/ (mL/100g)	本标准中 6.9
铜含量/ (mg/kg)	本标准中 6.10
锰含量/ (mg/kg)	本标准中 6.11
铁含量/ (mg/kg)	本标准中 6.12
镍含量/ (mg/kg)	本标准中 6.13

6 试验方法

本标准中所用标准滴定溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时，按 GB/T 601、GB/T 603 的规定配制，实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

本标准中试验数据的表示和判定应符合 GB/T 1250 的规定，数值的修约应符合 GB/T 8170 的规定。

6.1 碘值的测定

6.1.1 定义

碘值：100g 硬脂酸试样所吸收的卤素，以相当量碘的质量 (g) 表示。

6.1.2 方法原理

将硬脂酸样品溶于溶剂中，加入 Wijs 试剂。在一段规定的时间后，加入碘化钾溶液和水，用硫代硫酸钠溶液滴定释放出的碘。

6.1.3 试剂

6.1.3.1 碘化钾 (GB/T 1272) 水溶液：100g/L，不含碘酸盐或游离碘。

6.1.3.2 淀粉指示剂：称取可溶性淀粉 5g，加少许蒸馏水搅拌成糊状，再加煮沸的蒸馏水 1 000mL，煮沸 3min 迅速搅拌，冷却至室温后备用。

6.1.3.3 硫代硫酸钠 (GB/T 601) 标准滴定溶液： $c (Na_2S_2O_3) = 0.1mol/L$ ，在使用前 7 天内标定。

6.1.3.4 溶剂：环己烷和乙酸 (GB/T 676) 为 1 + 1。

6.1.3.5 Wijs 试剂，含有一氯化碘的乙酸溶液。可使用有效的商品 Wijs 试剂，Wijs 试剂的 I/Cl 比率应限定在 1.10 ± 0.1 ，或通过以下方法进行配制：

将 13g 碘溶入 1L 乙酸中配制成碘溶液，从中取出 20mL，用 0.1mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定并取得滴定量。向碘溶液中通入干燥的氯气后取出 20mL 溶液，

加入约 15mL 的碘化钾溶液 (100g/L) 和约 100mL 的水, 用 0.1mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定, 滴定量约是最初滴定量的两倍。

6.1.4 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.1.4.1 锥形烧瓶: 容量 500mL, 配有磨口玻璃塞, 完全干燥。

6.1.4.2 分析天平: 精度为 0.1mg。

6.1.5 操作步骤

称量 2g ~ 3g 试样于锥形烧瓶 (6.1.4.1) 中, 精确至 0.000 1g。加入 20mL 溶剂 (6.1.3.4), 加热溶解。再用移液管加入 10mL Wijs 试剂 (6.1.3.5), 盖好盖子, 摇动均匀后放于暗处 1h。加入 10mL 碘化钾溶液 (6.1.3.1) 和 150mL 水。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (6.1.3.3) 滴定至碘具有的黄色几乎消失, 加几滴淀粉指示剂 (6.1.3.2) 继续滴定至蓝色恰好消失。同条件下作空白试验。

6.1.6 分析结果的表述

碘值 (ω_{I_2}) 以每 100g 硬脂酸中所吸收碘的质量 (g) 表示, 由式 (1) 计算:

$$\omega_{I_2} = \frac{(V_0 - V_1) c \times 0.1269 \times 100}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: ω_{I_2} ——碘值, g/100g;

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——试样所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——样品的质量, g;

0.1269——碘原子的毫摩尔质量, g/mmol。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的结果, 保留一位小数。

6.1.7 允许差

平行测定结果与其算术平均值之差应不超过 0.1gI₂/100g。

6.2 酸值的测定

6.2.1 定义

酸值: 按照本标准规定的步骤进行测定时, 中和 1g 硬脂酸所需要的氢氧化钾的质量 (mg) 以 KOHmg/g 表示。

6.2.2 方法原理

用热的乙醇溶解硬脂酸样品, 用氢氧化钾水溶液进行滴定。

6.2.3 试剂

6.2.3.1 乙醇 (GB/T 679): 纯度不低于 95% (体积分数)。

6.2.3.2 氢氧化钾 (GB/T 2306) 标准滴定溶液: $c(KOH) = 0.1\text{mol/L}$ 。

6.2.3.3 酚酞指示剂；10g/L 乙醇（6.2.3.1）溶液 [95%（体积分数）]

6.2.4 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.2.4.1 滴定管：容量 50mL，分度为 0.1mL。

6.2.4.2 锥形烧瓶：容量 250mL。

6.2.4.3 分析天平：精度为 0.1mg。

6.2.5 操作步骤

准确称取 1g 左右试样（精确至 0.000 1g），于第一个锥形烧瓶（6.2.4.2）中。在第二个锥形烧瓶（6.2.4.2）中加入 50mL 乙醇（6.2.3.1）和 0.5mL 酚酞指示剂（6.2.3.3），加热至沸腾。在乙醇的温度还在 70℃ 以上时，小心地用氢氧化钾标准滴定溶液（6.2.3.2）中和至恰好微红并保持 15s 不褪色。把中和好的乙醇加入装有试样的烧瓶中，充分混合均匀并煮沸后用氢氧化钾标准滴定溶液（6.2.3.2）滴定至恰好微红并保持 15s 不褪色即为终点。

6.2.6 分析结果的表述

硬脂酸的酸值（A）以中和 1g 硬脂酸所需要的氢氧化钾的质量（mg）表示。按式（2）计算：

$$A = \frac{V_c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：A——样品的酸值，（KOH）mg/g；

V——滴定试样所消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积，mL；

c——氢氧化钾标准滴定溶液的浓度，mol/L；

m——试样的质量，g；

56.1——氢氧化钾的毫摩尔质量，g/mmol。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的结果，保留一位小数。

6.2.7 允许差

平行测定结果不应大于其算术平均值的 0.5%。

6.3 凝固点的测定

6.3.1 定义

凝固点：在持续搅拌下，冷却液体硬脂酸，当出现了温度暂时停止下降或出现了温度升高并达到最高温度时观察到的恒定温度。

6.3.2 方法原理

硬脂酸样品用氢氧化钾甘油溶液皂化，用水溶解皂液并中和，用热的氯化钠溶液洗涤分离出的未溶解的脂肪酸，过滤干燥。熔融的硬脂酸，在持续搅拌下冷却，观察到的温度暂时停止下降并伴随着温度暂时升高时的温度。

6.3.3 试剂

6.3.3.1 氢氧化钾 (GB/T 2306) 甘油 (GB/T 13206) 溶液：溶解 100g 氢氧化钾于 500g 甘油中，加热至不大于 130℃。

6.3.3.2 硫酸 (GB/T 625) 溶液：1 + 4，小心地加 1 体积的浓硫酸 ($d = 1.84\text{g/mL}$) 到 4 体积的水中，搅拌均匀。

6.3.3.3 氯化钠 (GB/T 1266) 溶液：100g/L。

6.3.3.4 无水硫化钠 (HG3—905)。

6.3.3.5 甲基橙指示剂 (HGB 3089) 溶液：5g/L。

6.3.4 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.3.4.1 平底烧瓶或烧杯：1L，硼硅酸盐玻璃制成。

6.3.4.2 电热板：能够控制温度 (140 ± 10)℃，并备有一个磁力搅拌器。

6.3.4.3 分液漏斗：500mL；

6.3.4.4 冷凝器：配有一个能连续搅拌的配备 (见图 15-6)。

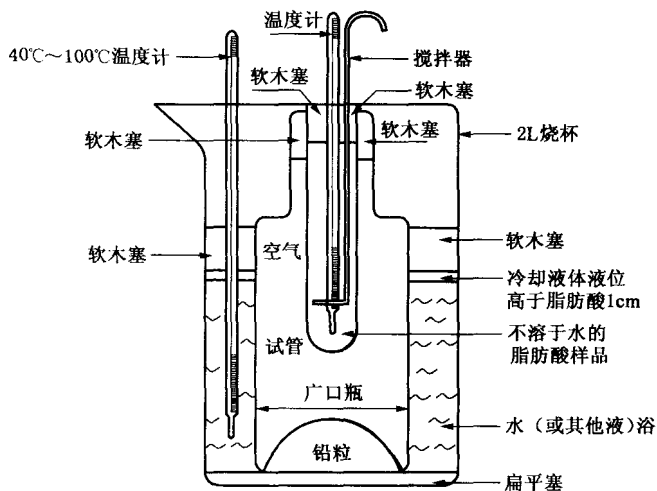


图 15-6 搅拌和冷却装置

6.3.4.5 广口瓶：高 130mm，外径 100mm。

6.3.4.6 试管：25mm × 100mm，配有通过搅拌器的一个垂直的大约 40mm 直径的空间，能不断地操作其运动，可在试管 55mm 高处做一标记。

6.3.4.7 搅拌器：用直径 2mm ~ 3mm 的玻璃或金属棒制成。底端弯曲形成一个水平面直径为 19mm 的圈。

6.3.4.8 扁平塞：同广口瓶 (6.3.4.5) 匹配，中间有一个孔插入试管 (6.3.4.6)。

6.3.4.9 温度计：分度为 0.1℃，须经校正，温度范围在硬脂酸凝固点之上，合适的悬

放温度计，使水银球距试管（6.3.4.6）底部约 10mm 的位置。

6.3.4.10 水（或其他液）浴：能够保持温度在硬脂酸凝固点之下 $20^{\circ}\text{C} \sim 25^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.5 操作步骤

6.3.5.1 不溶于水的脂肪酸样品的制备

称量约 110g 氢氧化钾甘油溶液（6.3.3.1），置于 1L 烧杯或烧瓶（6.3.4.1）中，搅拌并在加热板（6.3.4.2）上加热到约 130°C ，再加入约 45g 约 60°C 加热的试样。控制加热板在 $(140 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 下搅拌混合物到完全被皂化，即混合物呈透明均匀状。此过程一直有泡沫形成，当搅拌及加热停止时，泡沫减少。使温度降至约 105°C ，加入 300mL 热水，搅拌并加热直到完全溶解，再加入硫酸溶液（6.3.3.2）50mL。同时搅拌，直到混合物中和，加甲基橙指示剂（6.3.3.5），继续加热并搅拌直到脂肪酸层变为清液。转移热的混合物到分液漏斗（6.3.4.3）中，排掉水层。用 3 份 150mL 氯化钠溶液（6.3.3.3）洗涤脂肪酸，同时加热到足够保持脂肪酸为液态。每次洗涤后尽可能排掉全部水层。转移脂肪酸到 150mL 烧杯中，加入约 5g 硫化钠（6.3.3.4）搅拌，用干燥滤纸过滤，保持剩余硬脂酸为液态。

6.3.5.2 硬脂酸凝固点的测定

加热硬脂酸样品（6.3.5.1）到距离预计硬脂酸凝固点 10°C 以上，将其倾入试管（6.3.4.6）至 55mm 高度，装上冷凝器（6.3.4.4）并放入水浴（6.3.4.5）中，立即操作搅拌器以 80 次/min ~ 100 次/min 的速率上下运动。观察温度计，起初一段快速下降后，开始缓慢下降，并出现结晶状态，然后趋于稳定或回升，回升区间有 30s，停止搅拌。回升至最高点的温度即为硬脂酸的凝固点。

6.3.6 允许差

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定的结果，平行测定结果之差不大于 0.2°C 。

6.4 水分及挥发分的测定

6.4.1 定义

水分及挥发分含量：在本标准规定的条件下，于 $(105 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ 加热产品后质量的损失。以质量分数表示。

6.4.2 方法原理

于 $(105 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ 加热硬脂酸，直到水分及挥发分完全除去，测量其质量的损失。

6.4.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.4.3.1 分析天平：精度为 0.1mg。

6.4.3.2 称量瓶：平底，直径约 50mm，高度约 30mm。

6.4.3.3 烘箱：控温 $(105 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.3.4 干燥器：内有有效干燥剂。

6.4.4 操作步骤

称取约 10g 试样，精确至 0.0001g。置于预先恒定质量的称量瓶（6.4.3.2）中，并称量。将装有试样的称量瓶置于温度在 $(105 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱（6.4.3.3）内维持 1h，取出放入干燥器（6.4.3.4）中冷却至室温。并称量，精确至 0.001g，然后重复加热 30min，经冷却后再称量，直至连续两次称量的质量损失不大于 0.004g。

6.4.5 分析结果的表述

以水分及挥发分的质量分数 ω_1 计，数值以 % 表示，按式（3）计算：

$$\omega_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中： ω_1 ——水分及挥发分，%；

m_1 ——干燥前称量瓶及试样的质量，g；

m_2 ——干燥后称量瓶及试样的质量，g；

m ——试样的质量，g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的水分及挥发分含量。保留两位小数。

6.4.6 允许差

平行测定结果的绝对误差不大于 0.02%。

6.5 皂化值的测定

按照 GB/T 5534—1995 的规定执行。

6.6 不皂化物的测定

按照 GB/T 5535.2—1998 的规定执行。

6.7 组分的测定

按照 GB/T 17377—1998 的规定执行。

6.8 灰分的测定

6.8.1 方法原理

将称好的试样在非燃烧状态下挥发，挥发后的残留物在 $(550 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 的燃烧炉中灰化。以质量分数表示灰分的含量。

6.8.2 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.8.2.1 瓷坩埚：50mL。

6.8.2.2 绝缘隔热板；约 150mm × 150mm。

6.8.2.3 分析天平：精度 0.1mg。

6.8.2.4 箱式电阻炉：能保持温度 $(550 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 。

6.8.3 操作步骤

在 600℃ 时加热清洁的瓷坩埚 (6.8.2.1), 放在干燥器中冷却后称量, 准确至 0.1mg, 再称量大约 10g 样品, 准确至 0.1mg, 置于坩埚中, 放在隔热板 (6.8.2.2) 的洞中。加热坩埚, 使样品渐渐挥发, 小心拿取, 不得使蒸气着火, 并不得使燃烧出的热气进入坩埚。当全部挥发物除去后, 把坩埚置于箱式电阻炉 (6.8.2.4) 中保持温度 $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$, 使其燃烧 30min。取出坩埚, 在干燥器中冷却称量。反复灼烧至质量差小于 2mg。

6.8.4 分析结果的表述

以灰分的质量分数 ω_A 计, 数值以 % 表示, 按式 (4) 计算

$$\omega_A = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中: ω_A ——灰分的质量分数, %;

m_1 ——坩埚和灰分的质量, g;

m_2 ——坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的灰分含量。

6.9 无机酸度的测定

6.9.1 方法原理

把试样溶于石油醚中, 用水萃取, 水相用氢氧化钾标准滴定溶液滴定。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 石油醚 (HG/T 3-1003): 沸点 $60^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$ 。

6.9.2.2 氢氧化钾 (GB/T 2306): $c(\text{KOH}) = 0.01\text{mol/L}$ 标准滴定溶液。

6.9.2.3 甲基橙指示剂 (HGB 3089): 5g/L 溶液。

6.9.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.9.3.1 锥形烧瓶: 250mL 和 500mL。

6.9.3.2 分液漏斗: 500mL。

6.9.4 操作步骤

称取约 50g 试样, 置于 500mL 锥形烧瓶 (6.9.3.1) 中, 并加入 100mL 的石油醚 (6.9.2.1)。在通风橱中加热混合物, 要小心防止火焰。将锥形烧瓶中的混合物转移至 500mL 分液漏斗 (6.9.3.2) 中。取 10mL 40°C 热水冲洗锥形烧瓶并加入分液漏斗中, 取 40mL 水直接加入分液漏斗中, 不要用力摇动以防乳化, 允许有沉淀。将分液漏斗下部的水层放入 250mL 锥形烧瓶 (6.9.3.1) 中, 用 50mL 热水分两次洗涤分液漏斗中剩余的石油醚馏出层, 每次把底层放入 250mL 锥形烧瓶中, 此时总量为 150mL。加入几滴甲基橙指示剂 (6.9.2.3), 如为黄色则说明试样中不含无机酸。如为红色, 用氢氧化钾标准

滴定溶液 (6.9.2.2) 滴定至溶液由红色变为黄色即为终点。

6.9.5 分析结果的表述

无机酸度以每 100g 样品中盐酸溶液 $c(\text{HCl}) = 0.01\text{mol/L}$ 的体积 (mL) 表示, 按式 (5) 计算:

$$N_{\text{ma}} = \frac{V}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: N_{ma} ——无机酸度, mL/100g;

V ——滴定试样所消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的无机酸度。

6.10 铜含量的测定

6.10.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中, 并配制成标准溶液, 用原子吸收光谱仪在 324.7nm 处测定其吸光度, 用此吸光度与测定铜标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定铜的含量。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸 (GB/T 622): 10% (质量分数) 溶液。

6.10.2.2 铜标准溶液: 10mg/L。

6.10.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.10.3.1 原子吸收光谱仪, 装有铜空心阴极灯。

6.10.3.2 刻度容量瓶: 2 个, 10mL; 6 个, 50mL, A 级。

6.10.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5mL 的盐酸溶液 (6.10.2.1) 中, 并将此溶液全部转移至 10mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪 (6.10.3.1) 的波长到 324.7nm 处, 在规定的仪器条件下, 用原子吸收光谱仪测定, 紧接着吸水清洗燃烧器, 相同条件下测定空白溶液。重复此步骤, 记录平均吸光度。

6.10.5 校正曲线的制备

6.10.5.1 溶液的制备

在 6 个 50mL 的刻度容量瓶中 (6.10.3.2), 分别移入铜标准溶液 (6.10.2.2), 其体积如表 15-11 所示, 用水混合并稀释至刻度。

表 15-11

测定铜所需的标准校正液

铜标准溶液的体积/mL	铜含量/ ($\mu\text{g/mL}$)
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.10.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液于火焰原子吸收光谱仪中，并记录 324.7nm 波长时的吸光度。

6.10.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 $\text{Cu}\mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标，以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.10.6 分析结果表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比，确定铜含量。

试样中铜含量以 ω_{Cu} (mg/kg) 表示，按式 (6) 计算：

$$\omega_{\text{Cu}} = \frac{10 (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中： ω_{Cu} ——铜含量， mg/kg ；

m_1 ——检验溶液的铜含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

m_2 ——空白溶液的铜含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——试样的质量， g 。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的铜含量。结果保留一位小数。

6.11 锰含量的测定

6.11.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中，并配制成标准溶液，用原子吸收光谱仪在 279.5nm 处测定其吸光度，用此吸光度与测定锰标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定锰的含量。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 盐酸 (GB/T 622)：10% (质量分数) 溶液。

6.11.2.2 锰标准溶液：10mg/L。

6.11.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.11.3.1 原子吸收光谱仪，装有锰空心阴极灯。

6.11.3.2 刻度容量瓶：2 个，10mL；6 个，50mL，A 级。

6.11.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5mL 的盐酸溶液（6.11.2.1）中，并将此溶液全部转移至 10mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪（6.11.3.1）的波长到 279.5nm 处，在规定的仪器条件下，用原子吸收光谱仪测定，紧接着吸水清洗燃烧器，相同条件下测定空白溶液。重复此步骤，记录平均吸光度。

6.11.5 校正曲线的制备

6.11.5.1 溶液的制备

在 6 个 50mL 的刻度容量瓶中（6.11.3.2），分别移入锰标准溶液（6.11.2.2），其体积如表 15－12 所示，用水混合并稀释至刻度。

表 15－12 测定锰所需的标准校正液

锰标准溶液的体积/mL	锰含量/（ $\mu\text{g/mL}$ ）
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.11.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液于火焰原子吸收光谱仪中，并记录 279.5nm 波长时的吸光度。

6.11.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 Mn $\mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标，以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.11.6 分析结果的表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比，确定锰含量。

试样中锰含量以 ω_{Mn} （mg/kg）表示，按式（7）计算：

$$\omega_{\text{Mn}} = \frac{10 \left(m_1 - m_2 \right)}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中： ω_{Mn} ——锰含量，mg/kg；
 m_1 ——检验溶液的锰含量， $\mu\text{g/mL}$ ；
 m_2 ——空白溶液的锰含量， $\mu\text{g/mL}$ ；
 m ——试样的质量，g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的锰含量。结果保留一位小数。

6.12 铁含量的测定

6.12.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中，并配制成标准溶液，用原子吸收光谱仪在 248.3nm 处测定其吸光度，用此吸光度与测定铁标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定铁的含量。

6.12.2 试剂

6.12.2.1 盐酸 (GB/T 622): 10% (质量分数) 溶液。

6.12.2.2 铁标准溶液: 10mg/L。

6.12.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.12.3.1 原子吸收光谱仪，装有铁空心阴极灯。

6.12.3.2 刻度容量瓶: 2 个, 10mL; 6 个, 50mL, A 级。

6.12.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5mL 的盐酸溶液 (6.12.2.1) 中，并将此溶液全部转移至 10mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪 (6.12.3.1) 的波长到 248.3nm 处，在规定的仪器条件下，用原子吸收光谱仪测定，紧接着吸水清洗燃烧器，相同条件下测定空白溶液。重复此步骤，记录平均吸光度。

6.12.5 校正曲线的制备

6.12.5.1 溶液的制备

在 6 个 50mL 的刻度容量瓶中 (6.12.3.2)，分别移入铁标准溶液 (6.12.2.2)，其体积如表 15-13 所示，用水混合并稀释至刻度。

表 15-13 测定铁所需的标准校正液

铁标准溶液的体积/mL	铁含量/ ($\mu\text{g/mL}$)
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.12.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液于火焰原子吸收光谱仪中，并记录 248.3nm 波长时的吸光度。

6.12.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 $\text{Fe } \mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标，以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.12.6 分析结果的表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比，确定铁含量。

试样中铁含量以 ω_{Fe} (mg/kg) 表示，按式 (8) 计算：

$$\omega_{\text{Fe}} = \frac{10 (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中： ω_{Fe} ——铁含量， mg/kg ；

m_1 ——检验溶液的铁含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

m_2 ——空白溶液的铁含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——试样的质量， g 。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的铁含量。结果保留一位小数。

6.13 镍含量的测定

6.13.1 方法原理

将按照 6.8 测定的灰分溶解于盐酸中，并配制成标准溶液，用原子吸收光谱仪在 232.0nm 处测定其吸光度，用此吸光度与测定镍标准溶液的吸光度绘制成的标准曲线对比确定镍的含量。

6.13.2 试剂

6.13.2.1 盐酸 (GB/T 622)：10% (质量分数) 溶液。

6.13.2.2 镍标准溶液：10mg/L。

6.13.3 仪器

普通的实验室仪器及下列仪器。

6.13.3.1 原子吸收光谱仪，装有镍空心阴极灯。

6.13.3.2 刻度容量瓶：2 个，10mL；6 个，50mL，A 级。

6.13.4 操作步骤

将 6.8 中测定的灰分溶于 5mL 的盐酸溶液 (6.13.2.1) 中，并将此溶液全部转移至 10mL 容量瓶中。煮解后用水稀释至刻度。调原子吸收光谱仪 (6.13、3.1) 的波长到 232.0nm 处，在规定的仪器条件下，用原子吸收光谱仪测定，紧接着吸水清洗燃烧器，相同条件下测定空白溶液。重复此步骤，记录平均吸光度。

6.13.5 校正曲线的制备

6.13.5.1 溶液的制备

在 6 个 50mL 的刻度容量瓶中 (6.13.3.2)，分别移入镍标准溶液 (6.13.2.2)，其体积如表 15 - 14 所示，用水混合并稀释至刻度。

表 15-14

测定镍所需的标准校正液

镍标准溶液的体积/mL	镍含量/ ($\mu\text{g/mL}$)
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

6.13.5.2 光谱仪的测定

吸每种标准校正液注入火焰原子吸收光谱中，并记录 232.0nm 波长时的吸光度。

6.13.5.3 校正曲线的绘制

以校正液 Ni $\mu\text{g/mL}$ 的量为横坐标，以对应的吸光度为纵坐标绘制曲线图。

6.13.6 分析结果的表述

用检验溶液和空白溶液的吸光度与校正曲线对比，确定镍含量。

试样中镍含量以 ω_{Ni} (mg/kg) 表示，按式 (9) 计算：

$$\omega_{\text{Ni}} = \frac{10 (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (9)$$

式中： ω_{Ni} ——镍含量，mg/kg；

m_1 ——检验溶液的镍含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

m_2 ——空白溶液的镍含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——试样的质量，g。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的镍含量。结果保留一位小数。

三、橡胶配合剂——硫磺——试验方法

Rubber compounding ingredients—

Sulfur—Methods of test

GB/T 18952—2003

eqv ISO 8332：1997

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程，本标准无意涉及因使用本标

准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了橡胶配合剂硫磺的主要物理和化学性质测定的试验方法。
本标准适用于橡胶配合剂硫磺的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文，本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
(neq ISO 6353 - 1 : 1982)
- GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 2449—1992 工业硫磺及其试验方法
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696 : 1987)
- GB/T 6003.1 ~ 6003.3—1997 试验筛
- GB/T 8170—1987 数值修约规则
- GB/T 9285—1988 色漆和清漆用原材料 取样 (eqv ISO 842 : 1984)

3 取样

按 GB/T 9285 的有关规定进行。

4 试验方法

本标准中所用标准滴定溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时，按 GB/T 601、GB/T 603 规定配制，所用试剂未加注明时均为分析纯，实验用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。

本标准中试验数据的表示应符合 GB/T 1250 的规定，数值的修约应符合 GB/T 8170 的规定。

用作橡胶配合剂硫磺的物理和化学性质按表 15 - 15 所列的方法进行测定。

表 15 - 15 橡胶配合剂硫磺的物理和化学性质的试验方法

性 质	试验方法
总硫的质量分数/%	本标准中 4.1
筛余物的质量分数/%	本标准中 4.2

续表

性 质	试验方法
油的质量分数/%	本标准中 4.3
不溶性硫的质量分数/%	本标准中 4.4
热返原/%	本标准中 4.5
酸度(以 H_2SO_4 计)的质量分数/%	GB/T 2449—1992 中 4.4 (eqv ISO 3704:1976)
80℃时加热减量的质量分数/%	GB/T 2449—1992 中 4.2 (eqv ISO 3426:1975)
灰分的质量分数/%	GB/T 2449—1992 中 4.3 (neq ISO 3425:1975)
砷的质量分数/%	GB/T 2449—1992 中 4.6 (eqv ISO 3705:1976)

4.1 总硫含量的测定

4.1.1 原理

试样中的硫首先转换成硫代硫酸盐,然后用碘标准溶液滴定的方法予以测定。

4.1.2 试剂

4.1.2.1 亚硫酸钠溶液(50g/L):在 1L 水中溶解 50g 亚硫酸钠。

4.1.2.2 碘标准体积溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2) = 0.05\text{mol/L}$,新配制并标定。

4.1.2.3 甲醛溶液:40%(体积分数)。

4.1.2.4 冰乙酸(GB/T 676)。

4.1.2.5 润湿溶液(20g/L):在 1L 水中溶解 20g 十二烷基苯磺酸钠。

4.1.2.6 可溶性淀粉溶液(10g/L):新制备。

4.1.3 测定步骤

4.1.3.1 在已知质量的表面皿中称取硫磺试样 0.2g,准确至 0.1mg,用 1mL 吸量管加 1mL 润湿溶液(4.1.2.5),通过小玻璃漏斗用 50mL 亚硫酸钠(4.1.2.1)将上述混合液转移至 250mL 烧瓶中,填加几粒沸石,安装好空气冷凝器,将整个装置置于可调电加热砂浴中,调节电加热砂浴温度,使溶液缓缓煮沸,但要避免产生泡沫或大量水泡。

4.1.3.2 2h 后,硫磺将完全被溶解(通过 $125\mu\text{m}$ 筛的磺粉)。用水冲洗冷凝器壁,并将洗液收集于烧瓶中,移开冷凝器,取下烧瓶,并冷却至 15°C ,将烧瓶中溶液转移至 250mL 的容量瓶中。

4.1.3.3 用 50mL 移液管移取该溶液至 250mL 锥形瓶中,加 10mL 甲醛溶液(4.1.2.3),1mL 冰乙酸(4.1.2.4),3mL 淀粉溶液(4.1.2.6),用碘标准溶液滴定,当溶液由无色变成葡萄紫色,并保持 15s 即为终点。同时以相同步骤做空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量分数表示的总硫含量 ω_1 (%) 按式(1)计算:

$$\omega_1 (\%) = \frac{(V_1 - V_0) cM}{m_0 \times 1\,000 \times \frac{50}{250}} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_0 ——空白滴定耗用碘标准溶液的体积，mL；

V_1 ——样品滴定耗用碘标准溶液的体积，mL；

c ——碘标准溶液的准确浓度，mol/L；

m_0 ——试样的质量，g。

M ——硫的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M = 32$ ）。

4.2 筛余物的测定

4.2.1 原理

将已知质量试样，通过指定试验筛，称量其剩余物，规定有两种方法，即：

- a) 充油型和粒径在 $154\mu\text{m}$ 以下的硫磺用湿法；
- b) 非充油型硫磺用干法。

4.2.2 试剂和装置

4.2.2.1 无水乙醇（GB/T 678）：化学纯。

4.2.2.2 金属或玻璃盛液器：高约 10cm，直径约 18cm。

4.2.2.3 试验筛（GB/T 6003）。

4.2.2.4 扁毛刷：驼毛制，约 25mm 宽。

4.2.3 测定步骤

4.2.3.1 湿法的测定

在盛液器中倒入高约 5cm 的无水乙醇，称取约 10g 试样，准确至 0.01g，倒入指定孔径的试验筛内，将试验筛移入盛液器中，使液体充分润湿样品，并浸没样品 1cm ~ 2cm，轻微振荡试验筛，并用毛刷反复轻刷至试样不再减少，取出试验筛，用 200mL 的无水乙醇反复淋洗试样（边清洗毛刷及筛壁），将试验筛置于通风处待无水乙醇完全挥发，放入 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的干燥箱中烘 1h，取出后冷至室温，再用毛刷轻刷至试样不再减少，留下的筛余物转移到已知质量的表面皿中称量。

4.2.3.2 干法的测定

称取约 10g 试样，准确至 0.01g，置于指定孔径的试样筛内，振荡并用软毛刷反复轻刷，留下的筛余物转移到已知质量的表面皿中称量。

4.2.4 分析结果的表述

以质量分数表示的硫磺筛余物 $\omega_2 (\%)$ 按式（2）计算：

$$\omega_2 (\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_1 ——筛余物的质量，g；

m_0 ——试样的质量, g。

4.3 充油硫磺中油含量的测定

4.3.1 原理

使用一种溶剂使样品中的油分离出来, 再将该溶剂蒸发掉, 测定剩余油的质量, 有两种测定方法, 即:

- a) 对斜方晶体硫磺(可溶性硫磺)使用己烷法;
- b) 对不溶性硫磺使用硫磺饱和己烷法。

4.3.2 试剂和装置

4.3.2.1 正己烷。

4.3.2.2 硫磺饱和正己烷溶液: 添加 60g 试剂斜方晶体硫磺(可溶性硫磺)于 4L 的正己烷(4.3.2.1)中, 使用前, 将上述溶液混匀放置 24h, 允许过量的硫磺沉降于容器底部, 仅使用上层透明清晰液体。

4.3.2.3 电热鼓风干燥箱, 可控制温度 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.3.2.4 G_3 砂芯坩埚, 滤板孔径 15mm ~ 40 μm , 容积 30mL。

4.3.3 己烷法测定步骤

称取约 10g 试样 (m_0), 准确至 1mg, 放入 250mL 锥形瓶中, 用移液管准确添加 100mL 的正己烷(4.3.2.1), 塞上塞子, 在室温下放置 30min, 每 5min 摇晃锥形瓶, 轻轻倒出 75mL 上层清液于 100mL 烧杯中, 确保此溶液没有硫磺颗粒存在, 移取 50mL 该溶液于另一个 100mL 的烧杯中, 置于水浴中蒸发掉溶剂, 取出烧杯, 冷却至室温, 用移液管吸取 2mL 正己烷萃取剩余物, 将烧杯侧壁洗净, 慢慢旋转烧杯, 用溶剂溶解分散的剩余物, 萃取三次, 轻轻倒出上层清液至一个 50mL 预先在 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒量, 准确至 1mg (m_1) 的烧杯中, 蒸发掉溶剂, 然后在 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中烘 1h, 干燥器中冷至室温, 立即称量 (m_2), 准确至 1mg, 继续烘干、冷却、称量, 直至恒量。

4.3.4 己烷法分析结果的表述

以质量分数表示的油含量 ω_3 (%) 按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{2(m_2 - m_1) \times 100}{m_0} - 0.20 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_0 ——试样的质量, g;

m_1 ——烧杯的质量, g;

m_2 ——烧杯和油的质量, g;

0.20——硫磺在己烷中溶解性的校正值。

4.3.5 硫磺饱和己烷法测定步骤

称取约 5g 试样, 准确至 1mg, 置于 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下已恒量的 G_3 砂芯坩埚中, 在通风

橱内，将盛试样的 G_3 砂芯坩埚放在抽滤瓶上，用硫磺饱和的正己烷溶液 100mL 分数次洗涤，调节抽吸速度，使其约 5min 完成。尽量将试样抽干，再移入鼓风干燥箱中，在 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下的烘 1h，取出放在干燥器中冷至室温，称量。继续烘干、冷却、称量，直至恒量。同时以相同步骤用同样细度不充油不溶性硫磺做空白试验。

4.3.6 硫磺饱和己烷法分析结果的表述

以质量分数表示的充油型不溶性硫磺中油含量 ω_4 (%) 按式 (4) 计算：

$$\omega_4 (\%) = \frac{(m_0 + m_1 - m_2)}{m_0} \times 100 - \frac{(m'_0 + m'_1 - m'_2)}{m'_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_1 —— G_3 砂芯坩埚的质量，g；

m_2 —— G_3 砂芯坩埚的质量和剩余物的质量，g；

m_0 ——试样的质量，g；

m'_1 ——空白分析 G_3 砂芯坩埚的质量，g；

m'_2 ——空白分析 G_3 砂芯坩埚的质量和剩余物的质量，g；

m'_0 ——空白分析试样的质量，g。

4.4 不溶性硫含量的测定

4.4.1 原理

无论是充油型或非充油型不溶性硫磺中不溶性硫磺含量的测定，均以二硫化碳分离山试样中可溶性硫磺和油组分，称取剩余物质量。

4.4.2 试剂和装置

4.4.2.1 二硫化碳。

4.4.2.2 装置与 4.3.2 相同。

4.4.3 测定步骤

称取约 1g 试样，准确至 0.001g，置于 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 已恒量的 G_3 砂芯坩埚中，在通风橱内，将盛试样的 G_3 砂芯坩埚放在抽滤瓶上。用二硫化碳试剂 100mL 分数次洗涤，调节抽吸速度，使其约 5min 完成。尽量将试样抽干，再移入温度为 $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的鼓风干燥箱中烘 1h，取出放在干燥器中冷至室温，称量。继续烘干、冷却、称量、直至恒量。

4.4.4 分析结果的表述

以质量分数表示的不溶性硫磺的含量 ω_5 (%) 按式 (5) 计算：

$$\omega_5 (\%) = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： m_1 —— G_3 砂芯坩埚的质量，g；

m_2 —— G_3 砂芯坩埚和剩余物的质量，g；

m_0 ——试样的质量，g。

以质量分数表示的不溶性硫磺占总硫量的含量 ω_6 (%) 按式 (6) 计算 :

$$\omega_6 (\%) = \frac{\omega_5}{\omega_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

4.5 不溶性硫磺热返原的测定

4.5.1 原理

试样在 105℃ 液体石蜡中加热 15min 后迅速冷却, 对经此处理后剩余的不溶性硫磺的质量进行测定。

4.5.2 试剂和装置

4.5.2.1 二硫化碳。

4.5.2.2 液体石蜡。

4.5.2.3 恒温浴: 充满硅油, 配有磁力搅拌器, 使温度保持在 (105 ± 0.2)℃。

4.5.2.4 秒表

4.5.2.5 玻璃试管: 长 20cm, 直径 φ44mm, 螺旋帽或玻璃塞。

4.5.2.6 G₃ 砂芯坩埚。

4.5.2.7 温度计: 100℃ ~ 110℃, 分度值 0.2℃。

4.5.2.8 干燥烘箱: 保持 (80 ± 2)℃。

4.5.2.9 磁力搅拌器。

4.5.2.10 水浴: 溶有碎冰。

4.5.2.11 吸滤瓶。

4.5.3 测定步骤

混匀代表性试样 (最少 10g)

倒 30mL 的液体石蜡 (4.5.2.2) 于玻璃试管 (4.5.2.5) 中, 加一磁力搅拌棒。

将试管浸入温度为 (105 ± 0.2)℃ 的恒温浴中, 浸入至少 10cm 的深度, 和磁力搅拌器同心 (见图 15-7), 试管放入该浴中 15min 后, 迅速添加 (1 000 ± 50) mg 的硫磺, 准确至 1mg (m_0), 立刻计时 (4.5.2.4), 15min ± 5s 后, 从油浴中取出试管, 立即放入装有水和冰的水浴中, 搅拌 1min。

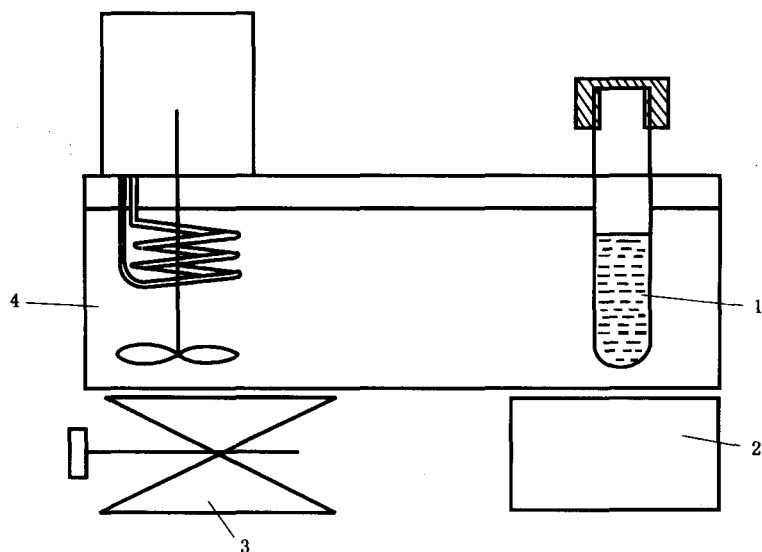
添加 50mL 的二硫化碳 (4.5.2.1), 并放试管于磁力搅拌器上 3min。

将已在 (80 ± 2)℃ 下恒量的 G₃ 砂芯坩埚安装在抽滤瓶上, 一边抽吸, 一边倒入油/溶剂/硫磺混合物, 用每份 20mL 的二硫化碳冲洗五次, 然后彻底过滤, 尽可能抽干。

将抽滤后的坩埚, 放入 (80 ± 2)℃ 烘箱中干燥 1h, 在干燥器中冷至室温, 称量。继续烘干、冷却、称量, 直至恒量。

4.5.4 分析结果的表述

以式 (7) 计算不溶性硫磺热返原的百分率 (f):



1—液体石蜡；2—磁力搅拌器；3—实验架；4—硅油

图 15-7 装有磁力搅拌器的恒温浴

$$f = \left[W_s - \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_0} \right] \times \frac{100}{W_s} \dots\dots\dots (7)$$

式中： m_0 ——试样的质量，g；

m_1 —— C_3 砂芯坩埚的质量，g；

m_2 —— C_3 砂芯坩埚和不溶性硫磺剩余物的质量，g；

W_s ——是最初不溶性硫磺含量表示为总样品质量的百分率，计算按(5)式。

4.6 酸度的测定

按 GB/T 2449—1992 中 4.4 的规定进行测定。

4.7 80℃时加热减量的测定。

按 GB/T 2449—1992 中 4.2 的规定进行测定。

4.8 灰分的测定

按 GB/T 2449—1992 中 4.3 的规定进行测定。

4.9 砷含量的测定

按 GB/T 2449—1992 中 4.6 的规定进行测定。

第十六章 塑料材料和相关技术标准

第一节 通用热塑性塑料

一、聚乙烯及乙烯共聚物

(一) 聚乙烯 (PE)

1. 聚乙烯的品种。由乙烯聚合而得的高聚物称为聚乙烯, 聚乙烯颗粒外观呈蜡状, 乳白色或半透明。易燃, 燃烧时熔融滴落, 产生石蜡气味。

根据生产工艺不同, 聚乙烯可分为高压法、中压法和低压法。按其密度, 聚乙烯则可分为低密度聚乙烯 (密度为 $0.910 \sim 0.925 \text{g/cm}^3$, 英文缩写为 LDPE)、中密度聚乙烯 (密度为 $0.926 \sim 0.940 \text{g/cm}^3$, 英文缩写为 MDPE) 及高密度聚乙烯 (密度为 $0.941 \sim 0.97 \text{g/cm}^3$, 英文缩写为 HDPE), 习惯上也将中密度聚乙烯并入低密度聚乙烯中。通常低密度聚乙烯由高压法聚合而得, 故又叫高压聚乙烯。高密度聚乙烯则由低压法聚合而得, 故又常被叫做低压聚乙烯。低密度聚乙烯有较多支链, 且存在长支链, 支化复杂, 大分子链呈枝状。而高密度聚乙烯支化少, 且支链短, 大分子链呈线型。20 世纪 80 年代后获得广泛应用的新一代聚乙烯 (第三代聚乙烯) 系采用低压法, 以乙烯与少量 α -烯烃共聚而得。其密度在低密度聚乙烯的范围内, 大分子链上分布了较多的短支链, 但从整体看, 分子链仍为线型结构, 故这类聚乙烯称为线型低密度聚乙烯 (英文缩写为 LLDPE)。此外, 近些年来一些化工公司还开发了密度在 0.910g/cm^3 以下甚至低至 0.89g/cm^3 的聚乙烯新品种, 称之为超低密度聚乙烯, 其英文缩写为 VLDPE。VLDPE 富有强韧性而又比 LDPE 更加柔软。

不同合成方法得到了不同类型的聚乙烯。不仅如此, 同一种类的聚乙烯还可以有分子量上的巨大差别, 尤其是高密度聚乙烯。按分子量划分, 高密度聚乙烯还分为中分子量, 即一般的高密度聚乙烯 (分子量在 25 万以下), 高分子量高密度聚乙烯 (分子量 25 万 ~ 80 万), 超高分子量高密度聚乙烯 (编写 UHMWPE, 分子量在 150 万以上)。此外, 尚有低分子量聚乙烯 (LMWPE), 即聚乙烯蜡, 其分子量低于 1 万, 只能用作塑料加工助剂。

2. 聚乙烯的性能。聚乙烯分子链柔顺，规整性好，易于结晶，能达到较高的结晶度。高密度聚乙烯有更高的结晶度。因而高密度聚乙烯刚性较大，透明度较低。

聚乙烯的机械强度并不高，不能承受高的载荷，但断裂伸长率高（一般在 500% 以上），韧性好，耐冲击。一般地说，聚乙烯的拉伸强度、冲击强度随分子量增大而提高。尤其是超高分子量聚乙烯，表现出了极佳的耐冲击性。

聚乙烯的熔点（ T_m ）随生产方法、品种牌号不同而有差异。高密度聚乙烯的熔点较高，约为 130 ~ 135℃，低密度聚乙烯熔点较低，约 108 ~ 115℃。由此看来，聚乙烯的耐热性较差，但有很好的耐低温特性，通常聚乙烯脆化温度（ T_b ）在 -50℃ 以下。

聚乙烯能耐无氧酸、碱、盐，许多物质的水溶液对聚乙烯无化学作用。在室温时，聚乙烯耐稀硫酸和稀硝酸。但强氧化性酸和发烟硫酸、浓硝酸、铬酸同硫酸的混合液体在室温下能缓慢地和聚乙烯作用，在 90 ~ 100℃ 能迅速毁坏聚乙烯。

聚乙烯在室温下几乎不溶于任何一种溶剂。但是升高到一定温度时，某些烃类溶剂可溶解聚乙烯，如温度超过 70℃ 时，聚乙烯就能溶于甲苯、二甲苯、四氢化萘、十氢化萘中。

聚乙烯容易发生光氧老化。在紫外线作用下，聚乙烯发生光降解，致使发脆和介电性能变劣。炭黑对聚乙烯有良好的光屏蔽作用。

由于聚乙烯是非极性聚合物，具有透水率低和有高度的耐水性、很低的水蒸汽透过率这一突出特点。高密度聚乙烯对气体、液体或其蒸汽的阻隔性要比低密度聚乙烯好得多。

聚乙烯材料通常可以长时间承受低于某一瞬间强度的负荷而不发生开裂，但是如有某些介质如醇、液态烃、甲酸、烷基酚聚氧乙烯醚等时，便可能在较小的应力作用下发生开裂而破坏。聚乙烯是一种对环境应力开裂极为敏感的材料，而敏感的程度又与聚乙烯的品种有关。

由于聚乙烯的非极性长链结构，加上吸湿性小，因而具有优异的电绝缘性。

聚乙烯有较宽的加工温度范围，一般在 150 ~ 230℃ 下进行，在某些场合可高达 280℃（如涂层、纺丝）。由于其吸湿性小（<0.01%），成型前可不干燥。

聚乙烯熔体有良好的流动性和延伸性，其中低密度聚乙烯的熔体粘度对剪切速率有更强烈的依赖性，易剪切变稀，而高密度聚乙烯、线性低密度聚乙烯则易拉伸变稀，故更宜用来生产超薄薄膜。

聚乙烯在 95 ~ 100℃ 进行热拉伸，取向发展顺利，可获得较高的拉伸倍数（9 ~ 10 倍或更高）和稳定的取向结构。由于聚乙烯的结晶度高，因此冷却后收缩率也较大（1.5% ~ 3.5%），在制品壁厚不均匀处和加强筋处易产生瘪痕，不均匀的冷却极易造成翘曲变形。

聚乙烯是非极性的低表面能的聚合物，因此它的粘接性和印刷性较差，要获得较高

的粘接强度和良好的表面印刷性,需经过表面处理。

3. 应用。聚乙烯具有优异的综合性能,用途十分广泛。常用于制造各种用途的薄膜、丝、软板、管材、中空容器、电线电缆绝缘与护套、泡沫塑料、编织物(如编织袋、集装袋、土工材料)以及日用品。超分子量聚乙烯常用作摩擦材料和多孔性材料。

(二) 乙烯共聚物

1. 乙烯-醋酸乙烯酯共聚物(EVA)。乙烯-醋酸乙烯酯共聚树脂是在乙烯聚合时,加入共聚单体醋酸乙烯酯进行共聚而得。

乙烯-醋酸乙烯酯共聚树脂的性能与共聚物的组成及分子量有很大关系。当其中醋酸乙烯酯(VA)含量越低时,越接近于聚乙烯的性能。醋酸乙烯酯含量增高,它的弹性、柔软性、粘合性、透明性提高,熔点降低。分子量越高(MI 越小),力学强度越高,但熔体粘度也越高。乙烯-醋酸乙烯酯共聚物除可单独用来生产制品外,常用来与其他树脂共混改性。

2. 乙烯-丙烯酸乙酯共聚物(EEA)。乙烯-丙烯酸乙酯共聚物的结晶性比聚乙烯低,柔软而有弹性,有良好的拉伸强度和低温抗冲击性,突出的耐环境应力开裂性。乙烯-丙烯酸乙酯的高温稳定性优良,能耐受 300℃ 以上的加工温度,特别适合于无底层的高温挤出涂层,且涂层有良好的粘合力。

3. 乙烯-丙烯酸盐共聚物(Surlyn 树脂)。乙烯-丙烯酸盐共聚物是在乙烯和丙烯酸(或甲基丙烯酸)的共聚物主链上引入金属离子(如锌、镁等),以实现分子链交联的一类聚合物。杜邦公司的商品名为 Surlyn 树脂。与聚乙烯相比,Surlyn 树脂只具有很低的结晶度,故透明性好。透光率为 80%~92%,是良好的透明包装材料。

4. 乙烯-丙烯酸共聚物(EAA)。乙烯-丙烯酸共聚物也是一类粘合性树脂,尤其是经特殊改良的品种更具优良的粘合性能。对铝箔、尼龙、纸及其他极性基材有较强的粘接力,适用于多层结构与共挤出产品中的粘合层或封合材料。

(三) 聚乙烯的其他化学改性品种

1. 氯化聚乙烯(CPE)。用溶液法或悬浮法,在过氧化物存在下,通氯使聚乙烯氯化,得到氯化聚乙烯,氯化聚乙烯的含氯量一般为 25%~40%。通常含量的氯化聚乙烯具有橡胶状弹性。氯化聚乙烯具有优良的耐候性、耐寒性、耐化学药品性、耐油性和电气性能,广泛用于电绝缘制品、片材、地板等方面。氯化聚乙烯具有较好的耐燃性,常作为高分子阻燃剂与聚乙烯等共混,使它达到阻燃化。含氯量 36% 左右的氯化聚乙烯常用于硬质聚氯乙烯的增韧改性。

2. 有机羧酸(酐)接枝聚乙烯。采用熔融挤出接枝的方法,将有机羧酸(酐)如马来酸酐接枝到聚乙烯分子链上,使非极性的聚乙烯分子链带上具有反应性的羧酸或酸酐基团。这类接枝聚乙烯由于带有反应性基团,与某些极性高聚物(如尼龙)具有良好

的亲合力。因此常用作聚乙烯和尼龙层合制品的粘合层，以及聚乙烯/尼龙共混物的增容剂。

二、聚丙烯（PP）

（一）聚丙烯的品种

以丙烯聚合而得到的聚合物称为聚丙烯，聚丙烯颗粒外观为白色蜡状物，比聚乙烯更轻，透明性也略好。它易燃，燃烧时熔融滴落并发出石油气味。

大多数工业聚丙烯是仅由丙烯一种单体聚合而得到的，即为均聚聚丙烯。有时为了满足各种性能需要，在聚丙烯合成过程中，常引入少量乙烯单体（或丁烯-1、己烯-1等）进行共聚，得到共聚聚丙烯。共聚聚丙烯中最重要的是乙烯与丙烯的共聚物。

（二）聚丙烯的性能

工业聚丙烯结晶性好，其结晶度一般为 50% ~ 70%，有时可达 80%。结晶性越好，密度越大。聚丙烯的密度一般为 $0.90 \sim 0.91 \text{g/cm}^3$ 。

工业聚丙烯的熔点为 $164 \sim 170^\circ\text{C}$ ，与聚乙烯相比，有较好的耐热性，其制品能耐 100°C 以上的温度，耐寒性较差，脆化温度高。低温使用温度极限一般为 -20°C 到 -15°C 。实际上在 0°C 附近，聚丙烯就显得有点发脆。

聚丙烯的拉伸强度、屈服强度、刚性、硬度都较聚乙烯高。聚丙烯的电气性能与聚乙烯相似，有优良的电绝缘性。

聚丙烯的基本化学性能与聚乙烯相似，对大多数介质稳定。无机酸、碱或盐的溶液，除具有强氧化性者外，在 100°C 以下对它几乎无破坏作用。室温下任何液体对聚丙烯不发生溶解作用。

聚丙烯对氧很敏感，易发生热氧老化和光氧老化，老化速度比聚乙烯快得多。铜离子对聚丙烯的老化有强烈的催化作用。聚丙烯的加工温度一般为 $210 \sim 250^\circ\text{C}$ 。过高的温度或过长的受热时间，会由于热降解而使分子量明显下降，而引起性能变劣。

三、苯乙烯系树脂与塑料

（一）聚苯乙烯（PS）

聚苯乙烯是苯乙烯单体在一定条件下聚合而成的热塑性树脂，聚苯乙烯的密度为 1.054g/cm^3 。常规的工业聚苯乙烯为无规立构聚合物，不具有结晶性，基本为无定形态，具有较高的透明度，可见光透光率 88% ~ 92%。聚苯乙烯易燃，燃烧时产生浓黑烟，并放出芳香气味。

由于聚苯乙烯分子链碳原子上交替存在着庞大的苯基侧基，分子链的刚性大，有较高的拉伸强度、弯曲强度，质坚而刚，但脆性很大，冲击强度低，易碎裂。聚苯乙烯的长期载荷性差，在长期载荷作用下，拉伸强度只有原来强度的三分之一到四分之一。

聚苯乙烯最高连续使用温度为 $60 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 。聚苯乙烯具有非常低的导热系数，且导热系数随温度变化小。因此，其发泡塑料可作为良好的冷冻绝热材料。

聚苯乙烯耐酸、耐碱但不耐强氧化性酸，如硝酸、硫酸与铬酸混合液。与聚乙烯、聚丙烯不同，聚苯乙烯在常温下便可溶于芳香烃类溶剂中，如苯、甲苯及氯苯中。聚苯乙烯的耐辐射性良好，在高能射线辐照下，性能变化较小。因此可用于 X 光室、放射性室等有高能射线的工作环境中。聚苯乙烯有优良的电绝缘性能，且吸水率很低（ $< 0.02\%$ ）。

聚苯乙烯有优良的成型加工性，加工温度区间为 $170 \sim 250^{\circ}\text{C}$ 。熔体有良好的流动性，成型加工中，调节温度和调节压力，都会有效地改变熔体粘度。

与聚乙烯、聚丙烯相比，聚苯乙烯的比热小，且无结晶，成型收缩率低（约 0.45% ）。但聚苯乙烯制品生产中，易形成内应力的问题较为突出。带有内应力的制品比无内应力的制品更脆，在贮存和使用过程中，其力学性能、光学性能迅速下降，甚至产生表面银丝纹、开裂。

（二）高抗冲击聚苯乙烯（HIPS）

聚苯乙烯具有许多优异的性能，但其质脆，冲击强度低，易应力开裂。为了克服聚苯乙烯的这些缺点，工业上采用接枝共聚共混法生产出了高抗冲击聚苯乙烯，将橡胶溶解于苯乙烯单体中，然后用通常方式聚合聚苯乙烯。所用橡胶通常为聚丁二烯、丁苯橡胶、丁苯嵌段共聚物、乙丙橡胶等。

高抗冲击聚苯乙烯是白色或微黄色的热塑性颗粒，大多数高抗冲击聚苯乙烯都不透明。它具有通用级聚苯乙烯的大多数优点，但由于采用了橡胶改性，冲击强度得到了大幅度提高，拉伸强度、弯曲强度、模量、耐热性、耐候性却有所降低。其降低的程度与橡胶品种和用量有关。

四、ABS 类树脂与塑料

（一）ABS

1. ABS 的组成。ABS 是由丙烯腈（A）、丁二烯（B）和苯乙烯（S）三种单体组成。通常 A 含量为 $20\% \sim 30\%$ ，B 含量为 $5\% \sim 40\%$ ，S 含量为 $40\% \sim 70\%$ 。ABS 虽然通常被认为是丙烯腈-丁二烯-苯乙烯三元共聚物，但实际上是一类复杂的聚合物共混体系（聚合物合金）。ABS 树脂具有复杂的两相结构，即由橡胶相、树脂相以及两相过渡层所

构成。橡胶相通常是聚丁二烯橡胶，树脂相为丙烯腈与苯乙烯的共聚物，过渡层则由 AS 接枝橡胶构成。橡胶相呈分散粒子分散于树脂连续相中，过渡层则起着两相间的中间桥梁作用。

2. ABS 的性能。由于 ABS 的组成特性，它不仅兼有 A、B、S 三组分各自均聚物的特点，而且突出地表现出三组分间的协同作用，使之呈现出较为理想而全面的综合性能。其中苯乙烯提供了刚性、易加工性、染色性；丁二烯提供了韧性，提高冲击强度；丙烯腈提高耐化学药品性，提高热变形温度、表面硬度及拉伸强度。

通常 ABS 的耐热性比高抗冲击聚苯乙烯好。由于橡胶组分的存在，ABS 的耐寒性好。在 -40°C 仍表现出良好的韧性。由于它既耐热，又耐寒，使用温度范围较宽，一般可从 $-40 \sim 100^{\circ}\text{C}$ 。

ABS 的线膨胀系数小，制品具有良好的尺寸稳定性，且抗蠕变性好。

ABS 有较好的综合力学性能。拉伸、弯曲强度、冲击强度、硬度值都较高。

ABS 能耐水、无机酸、碱及盐，但不耐氧化性酸、冰醋酸、矿物油、植物油、醇类，对有内应力的制件会产生较大的影响，长期接触甚至会引起环境应力开裂。酮、醛、酯、卤代烃及芳烃会引起溶胀或溶解作用。此外，由于 ABS 中 B 组分（丁二烯）的存在，结构中含有双键，耐候性差，易发生光氧老化和热氧老化。为了提高耐候性，可加入抗氧化剂和光稳定剂。

ABS 具有优良的成型加工性。一般成型加工温度在 $180 \sim 230^{\circ}\text{C}$ 。其流动性比聚苯乙烯稍差，热稳定性也不及聚苯乙烯和聚乙烯，最高加工温度一般不要超过 250°C 。

水分的存在对 ABS 成型制品的外观影响较大。虽然 ABS 的吸水率并不高，但少量的水分会使产品表面出现银丝纹。因此与加工 PE、PP 不同。原料一定要经干燥，含水量控制在 0.06% 以下。

ABS 的模塑收缩率低（一般为 $0.4\% \sim 0.6\%$ ），且制品后变形小。故易于成型尺寸精度较高的零部件。此外，ABS 还易于着色，并有优良的二次加工特性，如容易进行电镀等表面装饰，有良好的热成型性等。

（二）新型 ABS

ABS 树脂虽然综合性能良好，但却有不透明、耐候性不足、不耐燃等缺点。为改进 ABS 的性能，发展了许多结构类似于 ABS 的接枝共聚 - 共混物。尽管它们的组成已不是丙烯腈、丁二烯、苯乙烯三者的结合，但习惯上仍划在 ABS 之列，故常称为新型 ABS，其典型品种有 MBS、MABS、ACS、AAS、EPSAN 等。

五、氯乙烯类树脂与塑料

(一) 聚氯乙烯 (PVC)

聚氯乙烯是由氯乙烯单体聚合而得,它是最早工业化生产的塑料品种之一,目前产量仅次于聚乙烯。

1. 聚氯乙烯的品种。聚氯乙烯的工业化生产方法主要有悬浮法、乳液法、本体法和微悬浮法。乳液法聚氯乙烯树脂粒径较细,一般为 $0.1 \sim 1\mu\text{m}$ 。乳液法聚氯乙烯树脂的缺点是杂质含量高,电绝缘性差,透明度差,产品成本高。悬浮法聚氯乙烯树脂是聚氯乙烯的主要品种,其产量约占世界聚氯乙烯产量的 80% 以上。悬浮法聚氯乙烯树脂粒径大,约 $5 \sim 150\mu\text{m}$,按合成工艺的不同,颗粒形态又可从紧密的光滑球形到外形不规则、表面毛糙的多孔疏松型。目前悬浮法聚氯乙烯树脂绝大部分为疏松型。疏松型加工方便,适合多种成型方法,并可以粉料直接采用挤出或注射成型得到制品,且产品性能好。

本体法聚氯乙烯树脂性能优于悬浮法。树脂中杂质含量少,热稳定性好,透明性和电绝缘性都较高,故尤适合于生产高级绝缘和高透明度制品。微悬浮法所得树脂,粘度介于悬浮法和乳液法树脂之间,产品质量稳定,可用于替代糊用树脂。树脂吸收增塑剂量大,制品透明性好。

2. 聚氯乙烯的性能。PVC 树脂为白色粉末状物,密度在 $1.40\text{g}/\text{cm}^3$ 左右。PVC 的吸水性、透水性、透气性都较低,能耐大多数无机酸、碱、盐,不溶于石油、矿物油等非极性溶剂。常用的 PVC 的有效溶剂有环己酮、四氢呋喃、硝基苯、二氯乙烷等。PVC 塑料制品的力学性能可以在宽广的范围内变化,它主要取决于分子量、增塑剂及填料。如随着增塑剂用量的增加,PVC 可由硬质变成柔软的塑料,但硬度、模量、拉伸强度降低,而断裂伸长率提高。硬质制品的拉伸强度通常为 $35 \sim 52\text{MPa}$,伸长率小于 40%;而软质制品的拉伸强度通常只有 $12 \sim 24\text{MPa}$,断裂伸长率则可达 300% 甚至更高。

PVC 制品的耐热性较差。一般情况下,连续使用温度不宜超过 65°C 。PVC 的耐寒性也较差,即使是有些加有增塑剂的软 PVC 制品,在低温下也会变硬甚至发脆。在要求耐寒的场合,软制品中应添加耐寒性增塑剂,硬制品则应添加抗冲击改性剂或适当增加其用量。

PVC 有较高的介电常数和介电损耗。由于聚氯乙烯中含有大量的氯原子,使其具有很好的耐燃性、自熄性。

PVC 中有少量的微晶体,因此,为使树脂充分熔融塑化,得到性能较佳的制品,在加工过程中应使这些微晶熔化,工业 PVC 中微晶的熔点为 175°C 左右。故实际加工温度应控制在 $170 \sim 190^\circ\text{C}$ 。然而,PVC 的分解温度低。 140°C 时即有明显分解现象, 170°C 时

就大量分解脱出氯化氢。可见,实际加工温度都高于分解温度。为使聚氯乙烯的成型加工能顺利进行,必须在配方中加入热稳定剂,以抑止聚氯乙烯的热分解。

聚氯乙烯成型收缩率低,吸湿性小,并具有良好的染色性、印刷性。这些是聚氯乙烯成型加工的有利方面。

(二) 其他氯乙烯类树脂与塑料

1. 氯化聚氯乙烯(CPVC)。氯化聚氯乙烯(亦称过氯乙烯)是由聚氯乙烯树脂氯化制得,含氯量一般为65%左右,与聚氯乙烯相比有更高的拉伸强度、弯曲强度,耐热性则有大幅度提高。氯化聚氯乙烯制品在沸水中不变形,最高连续使用温度达100~105℃,比未增塑聚氯乙烯提高约40℃。氯化聚氯乙烯的其他使用性能与聚氯乙烯相似。

2. 氯乙烯-醋酸乙烯酯共聚物(VC/VAC)。氯乙烯-醋酸乙烯酯共聚物是由3%~20%的醋酸乙烯酯单体与相应数量的氯乙烯单体共聚而得,简称氯醋树脂。与聚氯乙烯相比,氯醋树脂有良好的冲击韧性和耐寒性。且适宜于添加更多的填料。因此,广泛用于生产地板砖、硬质板材等。氯醋树脂在酮类、酯类溶剂中,比聚氯乙烯有更好的溶解性,故常配制溶液,用于制造涂料、粘合剂。

3. 氯乙烯-丙烯酸酯共聚物。氯乙烯-丙烯酸酯共聚物中的丙烯酸酯具有内增塑作用,与氯乙烯均聚物相比,熔体粘度和熔融流动温度、软化温度较低,柔韧性好,制品透明度高,耐冲击性与耐寒性好。此外,该共聚物比聚氯乙烯的成型性好,制品表面质量高。

六、丙烯酸类树脂与塑料

丙烯酸类树脂是一大类聚合物的总称。它是以丙烯酸及其衍生物为单体聚合所得到的聚合物,或以它作为主要单体与其他不饱和单体进行共聚合而得到的共聚物。丙烯酸塑料则是以丙烯酸类树脂为基体的塑料。

(一) 丙烯酸类树脂的主要品种

丙烯酸类树脂的主要品种是聚甲基丙烯酸甲酯及其共聚物。聚甲基丙烯酸甲酯俗称有机玻璃,是由甲基丙烯酸甲酯单体聚合而得。它是丙烯酸类树脂中最早工业化生产,也是最重要的品种。根据成型过程及制品的不同,聚甲基丙烯酸甲酯分为铸型和模塑料两类。前者用于直接浇铸成型制品,如板材;后者用于注射和挤出成型各类产品。

(二) 聚甲基丙烯酸甲酯的性能

聚甲基丙烯酸甲酯的密度为1.19g/cm³,透光率为92%,折光率为92%,加速老化240h后仍达92%,在室外使用10年后仅降至89%。不加紫外线吸收剂时,能透过波长

270nm 以上的紫外线，透过率随厚度而异。这种优良的光学性能是聚甲基丙烯酸甲酯的最大特点，可与光学玻璃媲美，故有“有机玻璃”之称。

聚甲基丙烯酸甲酯的机械强度中等，它比聚苯乙烯的韧性好，但比 ABS 树脂韧性差。在抗冲击性方面，它远优于未经处理的玻璃。聚甲基丙烯酸甲酯最大的不足之处是表面硬度低，容易被硬物擦伤生痕。聚甲基丙烯酸甲酯电绝缘性质比聚乙烯差，介电常数较高。

聚甲基丙烯酸甲酯耐稀无机酸、油脂和弱碱的性能优良，耐浓无机酸性能中等，能被温热的 NaOH、KOH 等强碱溶液侵蚀。聚甲基丙烯酸甲酯不耐醇、酮，可溶于醋酸乙酯、二氯乙烯、三氯乙烯、氯仿以及甲苯等氯代烃、芳烃溶剂。这些氯代烃、芳烃溶剂可作为聚甲基丙烯酸甲酯的有效粘合剂。

聚甲基丙烯酸甲酯具有优良的耐候性，在热带气候下曝晒多年，它的透明度和色泽变化很小。

第二节 工程塑料

工程塑料是一个特定的名称。其广义泛指具有高性能又可代替金属材料的塑料；狭义指比通用塑料的强度与耐热性优异，可作为工业用的结构材料并具有功能作用的高性能塑料。

与通用塑料相比，工程塑料的显著特点是：比强度（强度/密度）高；优异的电绝缘性；良好的耐化学性；耐高温，且高温机械强度高；低蠕变，高温尺寸稳定性好；热膨胀系数小。

工程塑料又可分为通用工程塑料和特种工程塑料。

通用工程塑料是指拉伸强度 $> 49\text{MPa}$ ，拉伸模量 $> 2000\text{MPa}$ ，耐热性（UL 长期使用温度） $100 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 。通用工程塑料通常在汽车、机械、电气、电子等领域中作为结构部件。其品种多，用途广。

特种工程塑料的耐热性比通用工程塑料更高，可在 150°C 以上高温下长期使用。特种工程塑料又称为高性能工程塑料，性能优异，价格昂贵。大都用于高技术领域、尖端技术方面。

一、通用工程塑料

（一）聚酰胺（尼龙，PA）

聚酰胺是最先发现的能承受载荷的热塑性塑料，也是目前机械行业中应用较为广泛

的一类工程塑料。

聚酰胺俗称尼龙 (Nylon), 可分为脂肪族尼龙、芳香族尼龙、脂肪族 - 芳香族尼龙等几类。芳香族尼龙是高耐热性的特种工程塑料 (使用温度达 250°C 以上); 脂肪族 - 芳香族尼龙的主要品种有聚对苯二酰三甲基己二胺, 它具有良好的透明性 (透光率可达 90%); 脂肪族尼龙是使用最多的一大类尼龙品种, 它又可分为尼龙 - n、尼龙 - mm、尼龙共聚物等几类。

(二) 聚甲醛 (POM)

聚甲醛按聚合所用单体可分为均聚甲醛和共聚甲醛两大类, 是一种熔点、结晶性较高的通用热塑性工程塑料。其熔点为 175°C , 结晶度为 $70\% \sim 85\%$ 。共聚甲醛由于受共聚组分的影响, 熔点和结晶度稍低, 其熔点为 165°C , 结晶度为 $70\% \sim 75\%$ 。聚甲醛的分子堆积紧密, 因而密度较高。

(三) 聚碳酸酯 (PC)

聚碳酸酯是在分子链中含有碳酸酯结构的一类高分子化合物的总称。根据组成的不同, 可以是脂肪族、脂环族、芳香族或脂肪族 - 芳香族的聚碳酸酯。作为工程塑料用的都是芳香族聚碳酸酯, 其中产量最大、用途最广的是双酚 A 型聚碳酸酯。

聚碳酸酯的密度为 $1.20\text{g}/\text{cm}^3$ 。聚碳酸酯是非结晶性的, 具有良好的透明性, 2mm 厚的薄板透光率达 90% 。折光指数为 1.586 , 比丙烯酸酯类塑料的折光指数高, 更适宜于用作透镜材料。但聚碳酸酯的表面硬度比较低, 耐磨性也较差, 表面容易发毛。

聚碳酸酯重要的机械特性是韧而刚, 它具有优异的冲击强度和高的弯曲弹性模量, 在热塑性塑料中名列前茅, 接近玻璃纤维增强的不饱和聚酯。但聚碳酸酯不耐疲劳, 易于应力开裂, 对缺口敏感, 作为工程材料时应当注意。

聚碳酸酯的热变形温度为 $135 \sim 143^{\circ}\text{C}$, 若用玻璃纤维增强后可达 $150 \sim 160^{\circ}\text{C}$ 。长期使用温度为 130°C , 脆化温度 -100°C , 玻璃纤维增强后更能降低。在 100°C 以上作长时间热处理, 它的刚硬性增加, 内应力降低。

(四) 聚苯醚 (PPO) 及改性聚苯醚

以铜 - 胺络合物为催化剂, 以苯 - 乙醇混合剂作反应介质, $2, 6$ -二甲酚单体和氧在 30°C 下聚合反应即可生成聚苯醚。

聚苯醚具有很高的玻璃化温度 (T_g 为 210°C), 脆点 $< -170^{\circ}\text{C}$, 分解温度 350°C 以上, 马丁耐热 160°C 。具有小的吸水性 (室温下饱和吸水率 $< 0.1\%$), 在沸水中煮沸仍具有尺寸稳定性。

聚苯醚硬而韧, 有很高的机械强度, 并且随着温度上升下降缓慢, 在 -167°C 时仍具延展性, 在 149°C 以上仍有良好的强度及刚度。

聚苯醚介电性能良好, 吸水性小, 是所有热塑性工程塑料中吸水性最小的一种。用

聚苯醚制成的医疗器械经反复蒸汽消毒处理后，其性能无显著变化。

聚苯醚能耐稀酸、稀碱、合成洗涤剂、皂液和一些浓酸。在受力情况下浸于矿物油、酮类、酯类溶液中，会产生应力开裂。卤代脂肪烃（如氯仿）、芳香烃（如甲苯）能溶解聚苯醚，因此这类溶剂有粘合剂之功用。

（五）饱和热塑性聚酯

饱和热塑性聚酯是工程塑料的一大类。主要品种有聚对苯二甲酸乙二醇酯和聚对苯二甲酸丁二醇酯。

1. 聚对苯二甲酸乙二醇酯（PETP）。是饱和聚酯型热塑性工程塑料，它是由对苯二甲酸二甲酯与乙二醇进行酯交换后进一步缩聚而得。在塑料工业中，聚对苯二甲酸乙二醇酯主要用于生产聚酯瓶、聚酯薄膜，注射成型各种制品则通常采用经增强改性、结晶改性、抗冲改性的聚对苯二甲酸乙二醇酯。

2. 聚对苯二甲酸丁二醇酯（PBTP）。是由对苯二甲酸或对苯二甲酸二甲酯与过量的1,4-丁二醇通过酯交换或直接酯化制得对苯二甲酸双羟丁酯后，进一步进行缩聚而成。

聚对苯二甲酸丁二醇酯一般都经玻璃纤维增强改性后才用作工程塑料。若未经增强改性，除长期使用温度较高外，机械性能大都不如其他工程塑料。经增强改性后，拉伸强度、弯曲强度、冲击强度、模量等都成倍提高。用30%玻璃纤维增强的聚对苯二甲酸丁二醇酯的综合性能优于30%玻璃纤维增强改性的聚苯醚。此外，它耐蠕变，在长时间高负荷下形变量小，尺寸稳定性好。

二、特种工程塑料

最重要的特种工程塑料有如下一些品种：

（一）聚砜（PSF）

聚砜是一种很好的工程材料，具有高模量、高强度。脆化温度为 -101°C ，在 1.83MPa （ 18.6kgf/cm^2 ）下热变形温度为 174°C 。实际考核，在 150°C 下使用2年性能无显著变化。

聚砜使用温度范围、频率范围都很宽，介电常数稳定，介电损耗小，适于制作印刷电路板、片状电容器、接插件等电子电气产品零部件。

聚砜可在苛刻环境下工作。适宜用作设备的防腐衬里。可耐碱、无机盐溶液侵蚀。在高温下耐洗涤（与烃类），但对极性有机溶剂要注意。

聚砜可长期耐沸水和蒸汽。用它制造的各种零部件无毒，可反复用蒸汽和沸水消毒，反复进行自动洗涤，其物理性能与表面光泽都不会因此降低。利用以上特性，可用

它代替玻璃、金属制造医疗器械、食品加工机械等。

（二）聚苯醚砜（聚醚砜，PES）

聚苯醚砜也称聚醚砜。聚醚砜的耐热性高，在 200℃ 下机械性能基本不变。聚醚砜在高温下有优良的抗蠕变性和尺寸稳定性。在加入 30% 玻璃纤维增强后，200℃ 高负荷下 4 个月的变形小于 0.005%。由此推断：按拉伸强度下降一半计，聚醚砜在 180℃ 下可使用 20 年，在 200℃ 下可使用 5 年。故可以认为聚醚砜的长期使用温度为 180℃，若加 30% 玻璃纤维增强则为 200℃。此外聚醚砜制品在 -150℃ 低温下仍不脆裂。

聚醚砜的机械性能在热塑性塑料中属于高者。聚醚砜对酸、碱等无机药品及溶剂有优良的耐受性，但对极强的有机溶剂如二氯乙烷、N-甲基吡咯烷酮等，使用时需要注意。聚醚砜在高温下，会发生因残留应力而引起的应力开裂。故在这种环境中应采用玻璃纤维增强的聚醚砜。聚醚砜具有优异的电性能，在 200℃ 下绝缘性能稳定。

（三）聚芳酯（PAR）

聚芳酯是芳香族二元酸与芳香族二元酚的缩聚酯。其常用的原料是含对苯二甲酸和间苯二甲酸的混合苯二甲酸与双酚 A。

聚芳酯的结晶度极低，故透明度很好，且抗紫外线老化、耐气候性优异。

聚芳酯具有高耐热性，用玻璃纤维增强后其耐热性更高，在重负荷下热变形温度为 175℃。若以 10℃/min 的速率升温，聚芳酯到 443℃ 时失重仅为 5%。聚芳酯的机械强度优异，耐蠕变、抗冲击，屈服伸长大，弹性回复好，表面硬度高。

聚芳酯为自熄性材料，难燃，除了比聚氯乙烯及聚四氟乙烯等低一些外，比其他塑料，包括通常的含有阻燃剂的塑料均要高。

聚芳酯的电性能类似聚碳酸酯和聚甲醛。它吸湿性小，其电性能在潮湿环境中也是十分稳定的。聚芳酯的耐化学药性与聚碳酸酯类似，对油类介质及稀酸稳定，但易受浓硫酸、碱、热水、氨水等侵蚀，易溶于氯代烃及酚类。

（四）聚苯硫醚（PPS）

聚苯硫醚是结晶性热塑性聚合物。其软化点为 277 ~ 282℃， T_g 为 85 ~ 93℃。

根据制造方法不同，聚苯硫醚分为交联型与直链型两种。直链型有优良的韧性和延伸性；而交联型又有其独特性能：在氧气存在下能加热固化，超过 200℃ 热处理熔融指数急剧下降。利用该性能可将聚合终了的低粘度聚苯硫醚通过热处理制造适合注射、挤出的任意粘度的聚合物。

聚苯硫醚具有突出的热稳定性，长期使用温度在 180℃ 以上，耐化学药品性优异。还具有良好的刚性、尺寸稳定性和抗蠕变性。对玻璃、陶瓷、钢材等基础材料都有很好的粘合力。此外，它与各种填料及高分子材料具有良好的共混性。聚苯硫醚可用一般热塑性塑料加工方法成型。用玻璃纤维增强后，其冲击强度显著提高，其他力学性能也有

提高。

聚苯硫醚无论在长期负荷下还是在热负荷下，都具有较好的耐蠕变性，即使是在较高的温度下，其蠕变也是很小的。

聚苯硫醚的阻燃性也很好。由于其主链由密集的苯环构成，遇火成焦倾向大，故本身即具有阻燃作用。

聚苯硫醚与其他工程塑料相比，介电常数较小，介电损耗相当低，并且在宽广的频率、温度和湿度范围内变化很小，能保持良好的电性能。

（五）聚醚醚酮（PEEK）

聚醚醚酮是在受热熔融时加入玻璃纤维或碳纤维制得的相应的增强聚醚醚酮塑料。聚醚醚酮是一种具有热固性树脂特性的热塑性树脂，熔点 334℃，其制品具有良好的机械性能和耐热性，可在 220℃连续使用，最高使用温度为 240℃。加入 30%玻璃纤维后，可在 310℃连续使用。聚醚醚酮有优良的耐辐射性和耐化学药品性，除浓硫酸外，能耐所有的化学试剂。此外具有优异的电绝缘性能，良好的韧性，在高温下仍保持优良的耐磨性。聚醚醚酮在火焰中燃烧性低，且只发出低量的烟气。

（六）聚酰胺-酰亚胺（PAI）

聚酰胺-酰亚胺是一种新型的耐高温、耐辐射绝缘材料和结构材料。它在可以注射成型的热塑性工程塑料中具有最好的机械性能。不仅在室温下，而且在高温下均有优良的机械性能。

聚酰胺-酰亚胺的摩擦系数较低，在高温下也具有较好的耐摩擦、磨耗性能。为进一步提高其耐磨性和减小摩擦系数，可采用添加石墨的方法。

聚酰胺-酰亚胺具有优异的耐热性，其热变形温度为 274℃，长期使用温度 220℃。在 220℃经 1 500h 热老化后，拉伸强度仍保持在 80% 以上。聚酰胺-酰亚胺的体积电阻率高，耐辐射性优异。

（七）聚醚酰亚胺（PEI）

聚醚酰亚胺又称聚醚亚胺，是一种非结晶性的热塑性聚醚亚胺。聚醚酰亚胺把聚醚亚胺的高性能与通用热塑性工程塑料的良好成型加工性能结合在一起，使它既具有优良的机械性能、耐热性、电性能和阻燃性，又可以方便地用注射、挤出、吹塑等方法成型加工。

聚醚酰亚胺在非结晶性工程塑料中，显示了最好的耐药品性。能耐几乎所有的脂肪族烃类，对酸也有良好的耐受性。聚醚酰亚胺即使在沸水中经 1 万小时老化后，还能保持拉伸强度的 85%，显示了优良的耐水性和耐沸水水解性。聚醚酰亚胺的电性能优异，而且介电性能随温度的变化甚微。

（八）聚四氟乙烯（PTFE）

聚四氟乙烯是单体四氟乙烯的均聚物，是一种没有支化的线性聚合物，化学结构简单。因而，在适当的条件下可以达到很高的结晶度。其结晶熔点很高，为 327℃。

聚四氟乙烯的力学强度较低。因此，作为工程塑料使用，力学强度不是其长处，制品在长时间的连续载荷作用下蠕变量大。它的突出优点是在 -270 ~ 260℃ 的广泛范围内，有韧性及延展性。聚四氟乙烯具有极好的热稳定性，分解温度大约在 390℃ 以上。加热到 415℃ 时，聚四氟乙烯产生明显的分解，放出有剧毒的全氟异丁烯气体。由于聚四氟乙烯的高熔点、高的热稳定性以及低温下的韧性，使其适应宽广的使用温度范围，从 -270℃ 的低温到 250℃ 的高温，都可使用。无载荷时至少到 250℃ 时，仍保持尺寸稳定性，连续在 210℃ 以上使用 1 万小时，其性能基本不变。

聚四氟乙烯具有良好的耐候性。0.1mm 厚的薄膜经室外暴露 6 年，其外观和机械性能均无显著变化。然而，聚四氟乙烯在高辐射下会降解，分子量降低，性能变劣。

聚四氟乙烯在很宽的温度和频率范围内是一种优良的绝缘体，介电常数和介电损耗都很小，是最优良的介电材料之一。

聚四氟乙烯具有极低的摩擦系数，且通常不受有无润滑剂存在的影响。因此，它具有优异的自润滑性，是一种优良的减摩耐磨材料。

聚四氟乙烯有卓越的耐腐蚀性，能耐强酸、浓碱、强氧化剂，如硫酸、盐酸、硝酸、王水、烧碱、重铬酸钾、高锰酸钾、油脂、去污剂、有机溶剂等化学药品对它均不起作用。只有熔融的碱金属、碱金属的萘化物或氢化物才能侵蚀聚四氟乙烯。

聚四氟乙烯是表面能最低的塑料，它极疏水，水蒸汽透过率低于聚乙烯。此外，它属于难粘材料，必须经过表面处理才能用其他粘合剂进行粘合。

工业聚四氟乙烯分子量很大，在熔点以上，呈弹性状态，难以流动成型。因而难以用通常的热塑性塑料的加工方法进行加工，而要采用类似于“粉末冶金”的那种冷压与烧结相结合的加工方法。

（九）聚偏二氟乙烯（聚偏氟乙烯，PVDF）

聚偏二氟乙烯是偏二氟乙烯的均聚物。聚偏二氟乙烯冲击强度高，耐磨耗，耐蠕变，韧性好，是氟塑料中韧性最好的品种。聚偏二氟乙烯具有较高的耐热性，长期使用温度为 -40 ~ 150℃，有突出耐气候老化性、耐臭氧、耐辐照、耐紫外光。聚偏二氟乙烯介电性能优异，耐腐蚀性优良，与其他氟塑料相似，聚偏二氟乙烯为难燃性塑料，具有自熄性。

（十）聚全氟乙丙烯（PFA）

聚全氟乙丙烯为四氟乙烯 - 六氟丙烯共聚物（F-46），也被称为可熔性聚四氟乙烯。F-46 的机械性能、化学稳定性、电绝缘性、润滑性、耐大气老化性以及不燃性均

与聚四氟乙烯相仿，但耐热性略低于聚四氟乙烯，长期使用温度为 $-85 \sim 205^{\circ}\text{C}$ 。它的突出优点是加工性能较聚四氟乙烯好，可用一般热塑性塑料的加工法进行加工。F-46 耐蠕变性在室温时比聚四氟乙烯好，但在高温下却不及聚四氟乙烯，温度越高，变形也越大。与聚四氟乙烯相比，F-46 具有冲击强度高，气密性好，耐辐照，低温柔性好，与金属、玻璃粘接力强等优点。

（十一）乙烯-四氟乙烯聚物（E/TFE）

乙烯-四氟乙烯聚物基本是乙烯与四氟乙烯以 1:1 摩尔比进行共聚制得的，不仅基本保持了氟塑料的某些特性，又可用普通热塑性塑料成型方法加工。与聚四氟乙烯相比，乙烯-四氟乙烯聚物相对密度较小，表面自润滑性稍差，粘接性和印刷性稍好。

乙烯-四氟乙烯聚物机械性能优异，耐冲击、抗蠕变性和压缩强度优于聚四氟乙烯，低温冲击强度是现有氟塑料中最好的品种；乙烯-四氟乙烯聚物有优异的耐热性，长期使用温度为 $-60 \sim 180^{\circ}\text{C}$ ，短时达 230°C ；乙烯-四氟乙烯聚物的其他性能与聚四氟乙烯相当。

（十二）液晶聚合物（LCP）

受热熔融或被溶剂溶解之后，虽然失去固态物质的刚性，而获得液态物质的流动性，却仍然部分地保存着晶态物质分子的有序排列。这类聚合物称为液晶态聚合物，或称液晶聚合物。

液晶聚合物主要有如下特性：

1. 自增强作用。棒状刚性分子链在熔融加工时，由于沿流动方向高度走向排列，而具有自增强特性，从而赋予超高强度和超高模量。液晶聚合物不经增强改性即可达到或超过通用工程塑料玻璃纤维增强后的机械强度。

2. 极低的蠕变性。LCP 在使用温度下的蠕变量很小，可基本忽略。因此，LCP 克服了绝大多数塑料易发生蠕变的严重缺点，使其在使用条件下有很高的尺寸稳定性。

3. 优异的阻燃性和突出的耐化学腐蚀性。宽广的温度范围内，能耐所有工业溶剂、洗涤剂、酸碱的腐蚀。

4. 极小的线膨胀系数，很高的尺寸精度。由于液晶聚合物在熔融状态已具有结晶性，加工成的制品冷却时，不发生从无定形到结晶的相变引起的体积收缩，故成型收缩率很低，制品尺寸精度高，常用于高技术制品。

第三节 热塑性弹性体 (TPE)

一、热塑性弹性体的基本概念

热塑性弹性体是在高温下能塑化成型,而在常温下能显示硫化橡胶弹性的一类新型材料。这类材料兼有热塑性塑料的加工成型性和硫化橡胶的高弹性性能。

由于热塑性弹性体优异的橡胶弹性和良好的热塑性相结合,使其得到了迅速发展。它的兴起,使塑料与橡胶的界限变得更加模糊。在性能满足使用要求的条件下,热塑性弹性体可以代替一般硫化橡胶,制成各种具有实用价值的弹性体制品。此外,由于热塑性弹性体的弹性和塑性两种物理状态之间的相互转变取决于温度变化,而且是可逆的,因而在生产加工中的边角料、废次品以及用过的废旧制品等,可以方便地重新加以利用。

目前,热塑性弹性体的种类日趋增多,根据其化学组成,常用的有四大类,即:热塑性聚氨酯弹性体(TPU)、苯乙烯嵌段类热塑性弹性体(TPS)、热塑性聚酯弹性体(TPEE)、热塑性聚烯烃弹性体(TPO)。除了这四大类热塑性弹性体外,人们还在探索热塑性弹性体的新品种,如聚硅烷类热塑性弹性体、热塑性氟弹性体以及聚氯乙烯类热塑性弹性体等。

二、苯乙烯类热塑性弹性体(TPS)

苯乙烯类热塑性弹性体是苯乙烯和二烯烃(如丁二烯、异戊二烯)单体经聚合反应合成的嵌段共聚物,因此,又称作苯乙烯类嵌段共聚物。

(一) 苯乙烯类热塑性弹性体的结构特征

苯乙烯类热塑性弹性体,是指聚苯乙烯链段和聚丁二烯(或者聚异戊二烯)链段组成的嵌段共聚物。聚苯乙烯链段作为硬段(塑料段),聚丁二烯(或者聚异戊二烯)链段作为软段(橡胶段)。在这种嵌段共聚物中,相应于两个组分,形成两个相,并有各自的玻璃化温度。在室温下聚苯乙烯链段互相缔合或“交联”,形成物理交联区域,它们起到补强剂作用。这种由聚苯乙烯硬段和聚丁二烯(或聚异戊二烯)软段形成的“交联”网状结构,与硫化橡胶中的交联网状结构有相似之处,这是苯乙烯热塑性弹性体在常温显示硫化橡胶特性,高温下发生塑性流动的原因所在。

（二）苯乙烯类热塑性弹性体的性能

未经充油和未加填料的纯苯乙烯类热塑性弹性体，具有很好的强度和弹性，其扯断永久变形比塑料要小得多，但比硫化橡胶稍高。当温度升高时，拉伸强度和硬度下降，塑性增加，有利于加工。

由于苯乙烯类热塑性弹性体中的丁二烯或异戊二烯橡胶链段含有不饱和的双键，双键的存在使材料抗热氧老化、耐臭氧、耐紫外光等耐老化性能受到影响。与丁苯橡胶类似，苯乙烯热塑性弹性体可以与水、弱酸、碱等接触，但许多烃、酯、酮类化合物能使其溶解或溶胀。苯乙烯热塑性弹性体具有优良的绝缘性能，可用作电线、电缆及电器材料。

为了改善苯乙烯热塑性弹性体的加工性能，可添加如硬脂酸、石蜡、低分子量聚乙烯等加工助剂。

苯乙烯热塑性弹性体因兼有橡胶的高弹性和热塑性塑料的加工特性，因此，各种传统的塑料加工工艺技术，诸如开炼、挤出、注射、压延、吹塑及真空成型等均可利用。

三、热塑性聚氨酯弹性体（TPU）

热塑性聚氨酯弹性体是一类由多异氰酸酯和多羟基物，借助扩链剂进行加聚反应生成的线型或轻度交联结构的聚合物。根据所用多异氰酸酯、多羟基物、扩链剂的不同，形成不同品种的热塑性聚氨酯弹性体。

（一）热塑性聚氨酯弹性体的结构

热塑性聚氨酯弹性体之所以具有良好的弹性，是因为分子链结构中同时包含着交替结构的低玻璃化温度的软段和高度极性基团的硬段。软段一般由脂肪族聚酯或聚醚组成。软段主要影响弹性及其低温性能，同时对硬度、撕裂强度、模量等有很大贡献。聚氨酯弹性体中的硬段是由二异氰酸酯和二元醇或二胺相互作用形成的。硬段的性质决定弹性体中分子链间相互作用有一宽广的范围，同时决定其网状结构。

（二）热塑性聚氨酯弹性体的性能

热塑性聚氨酯弹性体的最大特点是在获得高硬度的同时还富有弹性，并具有良好的机械强度。通常，纯聚氨酯随着硬度的增加，表现出：拉伸强度和撕裂强度增加；伸长率下降；耐油性提高；压缩强度增加；动态生热增加。

热塑性聚氨酯弹性体有极好的抗撕裂性，撕裂强度与拉伸强度有关（虽然不是比例关系），并且随聚合物硬度的增加而增加。

热塑性聚氨酯弹性体的压缩永久变形性能与聚合物类型、交联度、后硫化或试样的状态调节有关。轻度交联的热塑性聚氨酯弹性体往往具有较低压缩永久变形值，特别是

在较高温度下。试样的后硫化能大幅度降低压缩变形，特别是高温下的永久变形。

热塑性聚氨酯弹性体具有极好的耐磨性，几乎超过所有其他材料，所以常在苛刻磨损条件下应用。在某些情况下，耐磨性还可用润滑剂（如硅酮、二硫化钼）加以改善。

热塑性聚氨酯弹性体具有水解性质。聚醚型热塑性聚氨酯在潮湿环境中水解稳定性大大超过聚酯型热塑性聚氨酯。聚酯型热塑性聚氨酯的稳定性可以通过加入聚碳化二亚胺稳定剂在一定程度上加以改进。

由于热塑性聚氨酯弹性体的优越性能，被广泛应用于制造工业油管、坚韧而耐磨的同步齿形带、鞋底、鞋跟、缓冲器、减震垫和高速运转并受载荷的滚轮、滑雪靴、防滑链等。

四、热塑性聚烯烃弹性体（TPO）

热塑性聚烯烃弹性体主要是指二元乙丙橡胶（EPM）或三元乙丙橡胶（EPDM）与聚烯烃树脂共混，不需硫化即可成型加工的一类热塑性弹性体材料。丁基橡胶接枝改性聚乙烯等也属此列。

（一）热塑性聚烯烃弹性体的品种

1. 热塑性乙丙弹性体。

（1）部分结晶型热塑性乙丙弹性体：此种热塑性乙丙弹性体是特种乙丙橡胶和聚烯烃的共混料，其主要特点是乙丙橡胶分子链中存在着部分结晶的链段，显示出硬段的性质，起到了物理“交联”作用。这种物理“交联”点，在加热时呈现塑性行为，具有流动性，因而可以用热塑性塑料加工工艺进行成型加工；而聚合物中的无定型弹性橡胶链段，借助于物理“交联”作用，表现出类似硫化橡胶的性能。

将部分结晶型热塑性乙丙橡胶与聚烯烃树脂共混，便得到部分结晶型热塑性乙丙弹性体。用来共混的树脂通常为聚乙烯或聚丙烯。理想的聚烯烃树脂为聚丙烯，共混比例随用途而异，理想的配比为 100 份乙丙橡胶中混入 25 ~ 100 份聚丙烯。混炼可以在密炼机或其他高效的连续混炼设备上实现。根据加工要求和制品的性能及应用要求，混炼过程中可以加进如防老剂、软化剂、填充剂等各种添加剂。

（2）动态硫化热塑性乙丙弹性体：上述部分结晶型热塑性乙丙弹性体是采用简单的物理共混技术制得的。由于体系中橡胶部分未经化学交联，其拉伸强度和定伸应力都较低，永久变形大，目前大多数热塑性聚烯烃弹性体都采用三元乙丙橡胶与聚烯烃树脂共混，与此同时加入硫化剂和硫化促进剂，使橡胶在实现共混的同时达到部分硫化或完全硫化。由这类方法制得的热塑性聚烯烃弹性体称为动态硫化热塑性乙丙弹性体。在动态硫化法中，橡胶在硫化的同时被剪切成微细颗粒，均匀分散在塑料中（相当于微细的填充剂颗粒分散在塑料中，不过颗粒是经硫化了的富有高弹性的橡胶颗粒）。塑料相赋予

这类热塑性弹性体高强度、高模量和良好的加工性，而橡胶经硫化后，赋予足够的高弹性，并可明显提高其拉伸强度，改善永久变形和伸长率。橡胶的含量越高，材料性能更接近于硫化橡胶；反之，则材料性能更接近于塑料。

2. 丁基橡胶和聚乙烯接枝的热塑性聚烯烃弹性体。丁基橡胶和聚乙烯接枝的热塑性聚烯烃弹性体，是将丁基橡胶用苯酚树脂接枝到聚乙烯链上。苯酚树脂可以采用溴化羟甲基苯酚。在这种热塑性聚烯烃弹性体中，丁基橡胶形成软段，聚乙烯链段成为硬段，利用聚乙烯的结晶性能从而形成物理“交联”。因此，这种热塑性聚烯烃弹性体兼有聚乙烯的塑性性能和丁基橡胶的橡胶弹性。

（二）热塑性聚烯烃弹性体的性能

热塑性聚烯烃弹性体具有良好的综合机械性能。通常，随硬度的不同，产品性能可以从硫化橡胶特性变化到橡胶-塑料特性。热塑性聚烯烃弹性体具有弹性高、永久变形小、耐磨、耐撕裂等性能，一般随着硬度的升高，热塑性聚烯烃弹性体的拉伸强度增高，永久变形也增加。

热塑性聚烯烃弹性体表现出具有橡胶手感和外观，高弹性和良好的牵引性以及耐屈挠性。通常，它们在正常使用条件下具有弹性，摩擦系数高。

热塑性聚烯烃弹性体可以在 $-50 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 很宽的温度范围内使用。短时间间歇使用，温度范围更宽。它还具有优异的耐热老化性、良好的耐紫外线和耐户外天候老化性。

热塑性聚烯烃弹性体是比较稳定的高分子材料，具有很好的耐无机酸和碱的能力，对水也很稳定。对大多数低分子有机溶剂及低分子量烃衍生物如胺及酰胺，化学稳定性相当好。但不耐芳香烃和氯代烃，直接接触会产生明显的溶胀及表面腐蚀。通用型的热塑性聚烯烃弹性体的耐油性能欠佳，但可以采用特殊配合，以提高耐油性。

热塑性聚烯烃弹性体是一种具有优良介电性能的材料，其介电强度高于一般热塑性塑料，也比一般硫化橡胶高，且这种性能不受湿度的影响。

热塑性聚烯烃弹性体优异的性能使其获得广泛的应用，尤其是在汽车行业和电线电缆行业。如汽车车体的保险杠罩、挡泥板部件、护板等，内部配件方向盘、密封件、轴衬等，以及电线电缆的绝缘层。

五、热塑性聚酯弹性体（TPFE）

热塑性聚酯弹性体通常是由二羧酸及其衍生物、长链二醇（分子量 $600 \sim 6000$ ）及低分子量二醇混合物通过熔融酯交换反应制备的。随原料品种及其原料配比的不同，得到不同品种和牌号的热塑性聚酯弹性体。

（一）热塑性聚酯弹性体的结构特征

由对苯二甲酸二甲酯、聚四亚甲基乙二醇醚和 1,4-丁二醇通过交换反应得到的

是长链的无规嵌段共聚物。对苯二甲酸和聚四亚甲基乙二醇醚反应生成较长的链段，它们为无定形的软段。对苯二甲酸和低分子二醇反应生成较短的链段，它们是硬段，并具有结晶性。其中软段的玻璃化温度约为 -50°C ，硬段的结晶熔点达 215°C 。连续相由软段以及链长度不够或链缠结而不能结晶的其他聚酯嵌段构成，它赋予聚合物以弹性。改变结晶相与无定型相的相对比例，可以调整聚合物的硬度、模量、耐化学侵蚀性能和气密性能。显然，结晶链段的含量越多，硬度就越高。

（二）热塑性聚酯弹性体性能

热塑性聚酯弹性体具有一系列的优越性能，尤其是弹性好，抗屈挠性能优异，耐磨以及使用温度范围宽。此外，还具有良好的耐化学介质、耐油、耐溶剂及耐大气老化等性能。

热塑性聚酯弹性体在工业领域中有着广泛的应用。用热塑性聚酯弹性体做成的工业油管具有强度高、柔软、使用温度范围宽、耐屈挠疲劳和耐蠕变等特点，因而，适于多种场合下使用。如软管即使很薄，强度也较大，温度使用范围可在 $-40 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 。还可以用该材料制造传动带以代替织物—橡胶层压传动带，用于生产如挠性联轴节、垫圈、防震制品、阀门衬里，以及高压开关、电线电缆护套、配电盘绝缘子和保护罩等电气零配件。

六、其他热塑性弹性体

（一）聚氯乙烯类热塑性弹性体（PVC—TPE）

聚氯乙烯类热塑性弹性体是以聚氯乙烯（PVC）为主体，通过增塑、共聚、共混等改性手段而制成的具有类似于硫化橡胶特性而又可以采用通常热塑性塑料加工方法进行成型加工的一种新材料。为制备聚氯乙烯类热塑性弹性体，发展了高聚合度聚氯乙烯（UHMWPCV）聚氯乙烯与橡胶的动态硫化共混。

高聚合度聚氯乙烯是指聚合度在 1600 以上的聚氯乙烯。它是通过低温聚合技术而得到的。由高聚合度聚氯乙烯制成的 PVC—TPE 较通常的软质 PVC 有更高的拉伸强度和撕裂强度。此外，热分解温度升高，耐热老化性优于一般的 PVC 树脂。因此，PVC—TPE 尤适合于制造耐温等级高（ 105°C 、 120°C ）的电线电缆护层。

PVC—TPE 的应用已很广泛，主要是用来代替橡胶及普通软质 PVC。PVC—TPE 的典型用途有：车用的许多小零部件，如防尘罩、密封条、密封垫、导管、内衬、扶手等；建材行业应用的异型挤出制品，如门垫、门窗密封条、密封垫等；电线电缆及电器行业中耐热电缆、移动电缆、耐低温电缆护套及高级电器电线，电器元件的衬垫、配电箱的防护衬里、插座、软线接头、软管、插头等；体育用品中的耐磨、耐寒登山靴、运

运动鞋等。

（二）动态硫化法 TPE

由橡胶和热塑性塑料通过动态硫化共混法制造 TPE 的技术愈来愈受到重视。动态硫化法生产的 TPE 已经或者正在成为 TPE 的最大品种。其价格便宜，生产简易。通过不同品种、不同比例的橡胶与塑料的动态硫化共混，可获得各种各样的优异性能。

动态硫化法广泛用于生产以三元乙丙橡胶或二烯类橡胶与聚烯烃塑料（如 HDPE、LDPE、PP）共混，丁腈橡胶、氯丁橡胶、氯磷化聚乙烯与 PVC 或尼龙类塑料共混为主的 TPE。

所谓动态硫化共混，是在混炼设备中进行混炼的同时加入硫化剂及硫化助剂，使其中的橡胶实现交联。根据其中橡胶硫化的程度，又可分为部分动态硫化和完全动态硫化。

部分动态硫化随着交联密度的增加，其改性作用也越大。当塑料为连续相，橡胶为分散相，所得共混物为热塑性弹性体时，可像塑料一样加工，不再需要硫化工序，但又具有已硫化交联的橡胶弹性。不过，橡胶粒子（硫化胶）需经高温强剪切，粉碎到 $1\mu\text{m}$ 以下，且应快速混匀，以确保共混物不降解或不解聚。否则，其物理机械性能将严重下降。

完全动态硫化法 TPE 简称为 TPV，又称为 TPR（即热塑性橡胶）。对于 TPV，在一定的配比范围内，无论橡胶相的含量如何变化，其充分交联的粒子必定是分散相，而熔融的塑料基质，必定是连续相，这就保证了共混物的热塑性和流动性，前提是硫化了的橡胶粒子必须被粉碎到 $1\mu\text{m}$ 以下，恰如分散在塑料基质中的细微的填料一样。由于 TPV 中橡胶已经充分交联，这有利于提高其强度、弹性和耐热油性能以及改善压缩永久变形性能。

第四节 塑料助剂

塑料助剂是在塑料配制及成型加工过程中添加到塑料中起各种辅助功用的添加剂。它是塑料工业的重要组成部分，不但在塑料的成型加工中起重要作用，而且直接影响塑料制品的性能、用途及使用寿命。塑料助剂的应用在很大程度上弥补了合成树脂本身的缺陷。通过各种助剂的适当配合，赋予制品多种多样的性能，再加上不同的加工工艺过程，就可以制造出能够胜任在特定条件下使用的塑料制品。

常用的塑料助剂，按习惯和用途划分为增塑剂、热稳定剂、抗氧剂、光稳定剂、阻燃剂、发泡剂、填充剂、偶联剂、润滑剂、抗静电剂等几大类。填充剂及偶联剂在稍后的“塑料改性”一书中综合阐述，这里不作讲述。

一、增 塑 剂

增塑剂是品种多、产量大的一类助剂，在塑料助剂中居于首位。增塑剂的发展，是以聚氯乙烯的增塑为中心，80%的增塑剂都是用于聚氯乙烯的增塑。因此，本书对增塑剂的阐述，都以聚氯乙烯为典型代表。

（一）增塑作用与增塑剂的概念

通过在极性高聚物（如聚氯乙烯）中加入某种助剂，使其柔软，增加流动性，易于成型加工，这种作用叫增塑作用。加入到聚合物中，能发挥增塑作用的一类助剂叫做增塑剂。如聚氯乙烯的流动温度比分解温度高，加工时极易分解，加入大量增塑剂后，其成型加工温度就可适当降低，并且制品变得具有弹性和柔性。

（二）增塑剂的分类

增塑剂通常是高沸点（ $> 250^{\circ}\text{C}$ ）的液体或低熔点固体酯类化合物，其品种繁多。习惯上，常根据化学结构、相溶性与应用性能进行分类。

1. 按化学结构分。可分为苯二甲酸酯类、磷酸酯类、脂肪族二元酸酯类、缩乙二醇酯类、含氯增塑剂、环氧酯类、聚酯类等七大类。此外，还有石油苯磺酸酯、季戊四醇酯、柠檬酸酯等。

2. 按相溶性分。常可划分为主增塑剂和辅助增塑剂。主增塑剂与聚合物的相溶性好，可单独大量添加。辅助增塑剂则是指与聚合物相溶性较差的增塑剂，一般不单独使用，而是与主增塑剂配合使用，用量受到限制。然而，辅助增塑剂也有其独特的应用效果，如降低成本、赋予制品某些特殊性能。

3. 按应用性能分。主要可分为耐寒增塑剂、耐热增塑剂、耐光耐候增塑剂、耐燃增塑剂、耐霉菌增塑剂、无毒增塑剂、耐久性增塑剂。

（三）增塑剂的性能

前已述及，增塑剂品种多且又性能各异，故在选用增塑剂时，就必须注意不同品种增塑剂的特性，了解各项性能对制品的影响。

1. 相溶性。相溶性是增塑剂与聚合物间的混溶亲和性。相溶性好，即是指增塑剂分子与聚合物分子间有较强的相互作用；若相溶性差，则加入量大时，增塑体系易发生相分离，出现离析、渗出等现象。因此，增塑剂的相溶性常以 100g 树脂吸收增塑剂的极限量来衡量。所谓极限量，即开始要出现“渗出”、“发汗”现象时的量。一般来说，苯二甲酸酯类、磷酸酯芳基酯类都有较好的相溶性。

2. 增塑效率。增塑剂的增塑效率，可以增塑等效值表示。而增塑等效值是指在增塑剂的混溶能力范围内，以改变树脂的定量的物理机械性能所需加入的增塑剂的量。增

塑效率高的增塑剂，其增塑等效值小，即为达到相同的某一确定的性能（等效）时，所需添加的量少。通常，苯二甲酸烷基酯、脂肪族二元酸酯、磷酸烷基酯有较高的增塑效率。

3. 耐寒性。增塑剂的耐寒性实际是指增塑剂使聚合物在低温下表现出来的柔软性。有强相溶性的、分子中环状结构较多的增塑剂如磷酸芳基酯、苯二甲酸芳基酯，其耐寒性一般较差，而脂肪族二元酸酯、缩乙二醇酯类则是典型的耐寒增塑剂。苯二甲酸烷基（丁基以上）酯通常也有较好的耐寒性，尤其是直链醇酯。

4. 耐久性。增塑剂的耐久性指其在制品中的保留性，包括耐迁移性、耐抽出性和挥发性。在相溶性适中的前提下，分子量大的增塑剂，能耐迁移，耐抽出，挥发性小。如偏苯三酸酯类、季戊四醇酯类与聚酯类，都是耐久性优良的增塑剂。

5. 稳定性。增塑剂的稳定性主要包括热稳定性和水解稳定性。一般酯类增塑剂在200℃左右的加工温度下，具有热分解的倾向。热分解产生烯烃和酸，使分子量减小，挥发性上升。酸性杂质的存在会使增塑剂的热稳定性受到很大影响。增塑剂的酸值（中和每100g增塑剂需要消耗的氢氧化钾的毫克数）越高，热稳定性越差，更易发生分解，分解产生酸，使酸值又进一步提高。

增塑剂和水作用时，特别是在酸性杂质的催化作用下，易发生水解，生成酸和醇。水解过程在热的作用下大大加速，又使酸值很快上升，挥发性加大。贮存时，增塑剂的含水量应小于0.05%，水分越多，酸值上升越快，并随贮存时间增长而加快。

作为对增塑剂的综合质量的分析，常需测定其酸值、加热减量、热处理后色泽与酸值变化等指标。

6. 耐霉菌性。在使用过程中，由于微生物的侵蚀，会使增塑剂分解。如果分解产物可供细菌营养，细菌就会得以繁殖，使制品表面产生霉斑、菌丝，这样的增塑剂耐霉菌性就较差。相反，如果分解产物不能作为细菌的营养源，甚至能杀灭细菌，这样的增塑剂就有良好的耐霉菌性。通常，磷酸酯类增塑剂具有最好的耐霉菌性，而脂肪族二元酸酯类、环氧脂肪酸酯类耐霉菌性很差。

7. 阻燃性。聚氯乙烯本身具有良好的阻燃性、自熄性，但当与可燃性增塑剂配合，尤其是配合量很多的情况下，其阻燃性会大大下降。不过，也有一些增塑剂具有良好的阻燃性，能抑制燃烧过程。在常用的增塑剂中，含氯增塑剂、磷酸酯类、含氯（溴）磷酸酯类是阻燃性的，并且随着其中含氯（溴）量、含磷量的增加，阻燃性提高。

8. 毒性。当聚氯乙烯树脂本身只含极微量（1ppm）的氯乙烯单体时，则可以认为是无毒的。但由于制品中添加了其他助剂，如增塑剂、稳定剂等，便有可能造成毒害作用。其中以增塑剂的用量最大，因此，某些场合要注意到增塑剂的毒害问题。

增塑剂的毒性常用急性毒性指标 LD_{50} 表示。 LD_{50} 的含义是：将试样一次性给实验动物群（如大白鼠）投喂，能使其一半致死的剂量。 LD_{50} 的单位通常以 mg （试样）/kg

(实验动物)表示。 LD_{50} 值越大,毒性越小;反之, LD_{50} 越小,毒性越大。在增塑剂中,环酯类、脂肪族二元酸酯类、柠檬酸酯类大多为无毒增塑剂;苯二甲酸酯类中,辛基及其以上的烷基酯也属无毒增塑剂;磷酸芳基酯中除个别品种外,大多有较强的毒性。

(四) 常用增塑剂及其主要特性

1. 苯二甲酸酯类。该类增塑剂综合性能好。相溶性、增塑效率、耐寒性等诸方面都较平衡,用途广泛,用量最大。典型的品种有邻苯二甲酸二辛酯(DOP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)、邻苯二甲酸二(十三)酯(DTDP)、对苯二甲酸二辛酯(DOTP)。其中DOP最具代表性,性能全面,是最常用的主增塑剂;DIDP、DTDP则以耐久性为胜。

2. 脂肪族二元酸酯类。主要特点是:突出的耐寒性,增塑效率高,无毒。但与聚氯乙烯相溶性稍差,易迁移渗出,故常与苯二甲酸酯类增塑剂并用,作为提高制品耐寒性的辅助增塑剂,一般只能占主增塑剂用量的5%~20%。典型品种有癸二酸二辛酯(DOS)、癸二酸二丁酯(DBS)、己二酸二辛酯(DOA)、壬二酸二辛酯(DOZ)。其中DOS是最具代表性也是最常用的品种。

3. 磷酸酯类。主要特点是:相溶性强,阻燃、耐菌,但增塑效率较低;耐寒性较差,毒性较高。典型品种有磷酸三甲酚酯(TCP)、磷酸三辛酯(TOP)、磷酸三(β -氯乙基)酯(TCEP)、磷酸二苯一辛酯(DPOP)。其中TCP为强相溶性, TOP耐寒性较优, TCEP以阻燃性为胜。DPOP则是这类增塑剂中较为特殊的品种,其综合性能好,并且是常用的磷酸酯类中惟一被公认为是无毒的。

4. 环酯类。主要特点是在聚氯乙烯配方中具有辅助稳定作用,因此能提高聚氯乙烯制品的耐热、耐光性。此外,该类增塑剂一般都无毒,耐寒性较好,但相溶性大多较差,多作为辅助增塑剂用,发挥其在聚氯乙烯中的辅助热稳定作用。典型品种有环氧大豆油(ESBO)、环氧硬脂酸丁酯(EBSt)、环氧硬脂酸辛酯(EOSSt)、环氧四氢邻苯二甲酸二辛酯(EPS)。其中ESBO最具有代表性(类似的品种还有环氧胡麻油、环氧菜籽油)。EPS是环酯类增塑剂中比较特殊的品种,相溶性较DOP好,可作主增塑剂,增塑效率高,耐霉菌性优。

5. 缩乙二醇酯类。主要特点是耐寒性优,相溶性较好,塑化效率较高,无毒,但挥发性较大,耐水性较差。典型品种有乙二醇-5,9酸酯(0259)、一缩二乙二醇-5,9酸酯(1259)、二缩三乙二醇-7,9酸酯(2379)等。

6. 其他增塑剂。

(1) 氯化石蜡:主要特点是阻燃性优,电绝缘性好,挥发性小,成本低,但与聚氯乙烯相溶性较差,增塑效率较低,耐寒性差。在增塑剂总量较多的情况下,氯化石蜡通常只作辅助增塑剂使用,用量最好控制在增塑剂总量的三分之一以下。

(2) 石油磺酸苯酯(简称石油酯):主要特点是热稳定性、耐候性好,挥发性低,相溶性、增塑效率、耐寒性较 DOP 略差,但仍较好,在某些情况下可代替部分 DOP 作主增塑剂,以节约成本。

(3) 偏苯三酸三辛酯(TOTM):相溶性、增塑效率、耐寒性等和 DOP 类似,有优良的综合性能,并且由于其分子量较高,挥发性小,耐抽出、耐热性好,常用于耐温等级较高的电线电缆制品。

(4) 季戊四醇酯及双季戊四醇酯:主要特点是热稳定性高,挥发性低,耐抽出性、电绝缘性好,故常用于高温电绝缘材料配方中。其缺点是相溶性、增塑效率、耐寒性都较差。

(5) 聚酯类增塑剂:由己二酸或癸二酸与乙二醇或丙二醇等为原料,聚合而得的分子量为 1000~6000 的线型聚酯。该类增塑剂有突出的耐挥发、耐迁移、耐油和水抽出性,优异的电性能及高温稳定性,但增塑效率与耐寒性较差。常作为辅助增塑剂用于耐热电线电缆制品。

(6) 柠檬酸酯类:该类增塑剂是经美国粮食与药品管理局(FDA)认可的无毒增塑剂,可用于直接与食品接触的制品中。常用品种有柠檬酸三丁酯(TBC)、乙酰基柠檬酸三丁酯(ATBC)。

二、热稳定剂

热稳定剂的主要功能是防止高分子材料在加工或使用过程中,因受热而发生降解,以便顺利地成型加工,防止制品性能劣化。一些热降解温度较低的高分子材料在加工时,常需添加热稳定剂,尤以聚氯乙烯最为突出。聚氯乙烯的一般成型加工温度为 170~200℃,但未经稳定化的聚氯乙烯树脂在加热到 140℃时就明显出现分解现象,产生氯化氢,到 170℃时就会大量分解。分解温度比加工温度还要低,这是聚氯乙烯加工中的难题。为了能够顺利地成型聚氯乙烯制品,热稳定剂是配料中不可缺少的。下面特别介绍聚氯乙烯以及氯乙烯共聚物加工中所添加的热稳定剂。

(一) 聚氯乙烯的热降解及其稳定化

工业聚氯乙烯分子结构中,最有害的是聚氯乙烯分子链中存在的少量双键,双键能使相邻碳原子上的氯原子活化。由于它的活泼性,在受热情况下,容易和邻近亚甲基上的氢原子共同脱去一分子氯化氢,这样又出现了新的双键,并形成新的共轭双键。随着新的双键的产生,又出现了新的活泼氯原子,这样一个接一个地脱除氯化氢,使共轭链越来越长。这种特殊的降解称作“拉链式降解”。降解反应发展的结果,物料颜色逐渐加深,本来无色的聚氯乙烯由微黄色、黄色、橙色,发展到褐色,甚至成为黑色。值得注意的是,从聚氯乙烯中分解出来的氯化氢又能自动催化脱氯化氢反应,大大加速聚氯

乙烯的降解过程。此外，某些金属氯化物（如氯化锌、氯化镉）也有强烈的催化脱氯化氢作用。

针对上述聚氯乙烯的热降解反应，为实现其稳定化，热稳定剂通常应有如下功能：

1. 置换活泼氯原子，减少不稳定结构，抑制脱氯化氢反应。

2. 捕捉脱出的氯化氢，终止氯化氢的自动催化作用。

3. 与双键加成或与共轭链进行双烯加成反应，从而抑制活泼氯原子的脱出。另外，双烯加成的结果，还可减轻发色程度。因为通常认为，多烯发色团是由 10 个左右的共轭双键排列在一起而形成的，共轭链越长，颜色越深。

4. 螯合金属氯化物。为避免活泼金属氯化物的催化脱氯化氢作用，可添加具有螯合金属氯化物的螯合剂，钝化金属离子。

5. 捕捉自由基。脱氯化氢反应也可能以自由基方式进行。此外，聚氯乙烯在加工过程中，不可避免地要和氧接触，也会夹杂有自由基氧化反应，加速热降解过程。添加具有捕捉自由基功能的助剂，可抑制这些自由基式降解反应。

（二）热稳定剂的种类及作用

目前，广泛使用的热稳定剂主要类别及作用如下：

1. 盐基性铅盐类。由于其中有大量盐基氧化铅，有很强的捕捉氯化氢的作用。

2. 金属皂类。它们既有捕捉氯化氢作用，又有置换烯丙基氯的功能。

3. 有机锡类。这类热稳定剂有置换烯丙基氯、捕捉游离基、捕捉氯化氢的作用。其中马来酸盐型有机锡还有双烯加成作用。

4. 环氧酯类。在聚氯乙烯热稳定体系中主要作辅助热稳定剂用。能使不同活性的金属皂之间发挥协同作用，加强稳定效能。此外，也有捕捉氯化氢作用，且产物能与双键加成。

5. 亚磷酸酯类。在聚氯乙烯热稳定体系中主要也用作辅助热稳定剂。能螯合活性金属氯化物。此外，也能起抑制自由基反应、置换活泼氯原子、捕捉氯化氢的作用。

（三）热稳定剂间的协同作用

不同的热稳定剂，由于其分子组成不同，作用机理与效能也有差异，合理地复配使用，不仅可以取长补短，而且可以发挥协同作用。将不同稳定剂复配，就可以使稳定体系既有良好的初期稳定性又有良好的长期稳定性。

1. 初期热稳定性与长期热稳定性。如果加有某一热稳定剂的聚氯乙烯体系，在受热的开始阶段就发生了较大的颜色变化，则可认为这种热稳定剂初期热稳定性差；相反，如果初期未发生较大的颜色变化，则可认为这一稳定剂初期稳定性好。同理，如果加有某一稳定剂的聚氯乙烯体系后期颜色变化剧烈，则可认为这一稳定剂的后期稳定性差；而如果后期颜色变化缓慢，则这一稳定剂后期稳定性较好。

2. 不同金属皂之间的协同作用。如上所述,硬脂酸锌、硬脂酸镉、硬脂酸钡、硬脂酸钙这几种稳定剂单独使用,热稳定效能都很差。硬脂酸锌、硬脂酸镉虽然属高活性金属皂,有较好的初期稳定性,但由于其生成物氯化锌、氯化镉对聚氯乙烯的脱氯化氢反应有较强的催化作用,并且随着这些金属氯化物的不断生成,这种催化作用愈加明显,所以后期会急剧变黑。这种急剧变黑的现象被喻之为“锌灼烧”。如果在体系中复配有硬脂酸钡或硬脂酸钙,则情况就不一样。

3. 环氧化合物与金属皂的协同作用。在高活性金属皂与低活性金属皂并用体系中,加入环氧化合物,可进一步发挥协同作用。环氧化合物能作为中间媒介物,把硬脂酸锌(或硬脂酸镉)经过一次置换或中和和一次氯化氢分子后生成的一氯硬脂酸锌(或一氯硬脂酸镉)中的氯原子转移给低活性金属皂硬脂酸钡(或硬脂酸钙),一方面加快高活性金属皂的再生,另一方面延迟了氯化锌(或氯化镉)的生成。

4. 亚磷酸酯与金属皂类的协同作用。当体系中复配有亚磷酸酯后,由于亚磷酸酯对金属氯化物有螯合作用,其生成物与聚氯乙烯相溶性好,对聚氯乙烯的降解无催化作用。

(四) 常用热稳定剂及其主要特性

1. 盐基性铅盐类。盐基性铅盐是一类带有未成盐的一氧化铅(俗称盐基)的无机酸或有机酸铅盐。其共同特点是:具有很强的结合氯化氢的能力,稳定效能高,遮盖力大,严重降低制品透明性,主要用于不透明制品;由于重金属铅含量高,故而有毒;易受硫化污染,不能与含硫有机锡等助剂并用;大多数缺乏润滑性,须与金属皂并用,以改善润滑性、最常与其并用的有铅皂、钡皂、钙皂;分散性差,密度大,所以用量一般都较大,在以此为主稳定剂的体系中,其用量通常为2~5份。

2. 金属皂类。这是一类高级脂肪酸金属盐类。最常用的高级脂肪酸为硬脂酸,此外还有月桂酸、蓖麻油酸;最常用的金属元素则有铅、钡、钙、锌、镉。金属皂的共同特点是:具有良好的润滑性,尤其是铅皂;对制品的透明性影响小,可用于透明、半透明制品,尤其是锌皂、镉皂有良好的透明性;因为其金属元素含量低,热稳定总效能不如盐基性铅盐;由于活性原因,一般须复配使用,以不同的金属皂组成协同体系,甚至再配以环氧化合物、亚磷酸酯等以加强稳定效能。金属皂稳定剂中最常用品种是硬脂酸铅、硬脂酸钡、硬脂酸钙、硬脂酸锌和硬脂酸镉。

3. 有机锡类。该类稳定剂的共同特点是:热稳定效能高,可单独构成稳定体系,但通常复配使用;透明性好,用于要求高透明的配方中;在毒性方面,凡二正辛基锡都无毒,而二丁基锡有毒;价贵,但用量小。有机锡类中的主要品种有硫醇有机锡、马来酸锡、月桂酸锡等。

4. 环氧化合物。主要有环氧大豆油、环氧菜籽油、环氧胡麻油、环氧硬脂酸丁酯、环氧硬脂酸辛酯。此外,某些环氧酚醛树脂也可采用。该类稳定剂仅用作辅助热稳定

剂，与金属皂类发挥协同效应，特别对钙－锌、钡－镉体系，效果最为突出，能大幅度提高体系的热稳定性和耐候性。

5. 亚磷酸酯。在聚氯乙烯的热稳定体系中，它们仅用作辅助热稳定剂，能螯合金属氯化物，同时保持制品的透明性。亚磷酸酯与环氧化合物、有机锡类也能显示明显的协同作用。此外，它们也兼有辅助抗氧作用。亚磷酸酯中的主要品种有亚磷酸三苯酯、亚磷酸三壬基苯酯、亚磷酸二苯一辛酯、亚磷酸双酚 A 酯。

6. 复合稳定剂。由于稳定剂单独使用时总不如配合使用效果好，而且很多是粉末状有毒化学物质，使用上很不方便。为了充分发挥不同稳定剂之间的协同作用及减少粉尘污染，便于加工和使用，复合稳定剂的品种越来越多。常见的复合稳定剂的类型和品种主要有：共沉淀金属皂（钙－锌、钡－镉、钡－镉－锌）、液体复合稳定剂（液体钙－锌、液体钡－锌、液体钡－镉、液体钡－镉－锌）、无尘铅复合稳定剂。

除了上述常用的热稳定剂外，近些年来还开发了一些新的热稳定剂，如有机锑、稀土及复合稀土等热稳定剂， β -二酮衍生物与多元醇等辅助热稳定剂。

三、抗 氧 剂

高聚物在加工、贮存和使用过程中，不可避免地要受到氧和热的作用。热氧化反应是高分子材料老化的一个主要因素。抗氧剂是专为抵御高分子材料的热氧老化而研制的。

（一）高聚物的热氧老化

高聚物的热氧老化过程从机理上讲，一般认为是按自由基链式反应过程进行的。从阶段上看，开始聚合物吸收氧，成为氢过氧化物而积存，当氢过氧化物积累到一定浓度（极限浓度），氢过氧化物分解出自由基，开始了自动催化氧化反应。值得注意的是当体系中存在可变价金属杂质（如铜、锰等）会催化氢过氧化物的分解，进一步加速热氧老化的进程。

高聚物热氧老化的结果，会引起化学结构变化，从而使外观质量下降、导致物理机械性能变劣，逐渐失去使用价值。

（二）抗氧剂的作用与抗氧剂的类别

根据高分子材料的热氧老化过程，可以设想，抗氧剂应能起到如下作用：

1. 消除活性自由基。起这种作用的抗氧剂被称之为主抗氧剂，主抗氧剂的主要类型有受阻酚类和芳香族胺类。

2. 分解氢过氧化物。热氧老化过程中形成的氢过氧化物分解出自由基，导致自由基的增生，会自动催化氧化反应。因此，若能有效地分解氢过氧化物，也将阻止链式反

应的发展。这种氢过氧化物分解剂被称之为辅助抗氧剂。辅助抗氧剂的主要类型有硫代酯类、亚磷酸酯类、硫酸类。

3. 钝化有害金属杂质。由于变价金属离子会催化氢过氧化物分解出自由基，从而加速氧化反应过程，因而，抗氧体系应将有害金属离子螯合起来，使其致钝，失去催化作用。具有这种功能的抗氧剂被称之为金属钝化剂，有时也叫抗铜剂。主要的抗铜剂为酰肼类化合物。

（三）常用的抗氧剂及其主要特性

1. 阻酚类。该类抗氧剂共同特点是对制品无污染性，可用于白色、浅色及透明制品；大多无毒；与辅助抗氧剂配合使用，有良好的协同作用。

阻酚类抗氧剂品种都属烷代酚类。另有一些抗氧剂为硫代双酚。硫代双酚抗氧剂是由硫原子将烷代酚连接起来的化合物，由于硫代双酚抗氧剂具有硫醚结构，因而兼有主抗氧剂和辅助抗氧剂的双重功能和自协效性。此外，它们与紫外线吸收剂、炭黑并用有良好的协同效果。

2. 芳香族胺类。该类抗氧剂着色性强，故有污染性，只适用于深色制品，且大多数有毒。与酚类抗氧剂相比，有较高的抗氧效能，并兼有抑制有害金属杂质的作用。

3. 硫代酯类。它们无毒、无污染、挥发性小，但一般不单独使用，而仅用作辅助抗氧剂，与主抗氧剂并用，有良好的协同效应。另外，由于含硫醚结构，遇铅、镉等易引起硫化污染。

4. 亚磷酸酯类。这一类抗氧剂主要起氢过氧化物分解作用，故一般与主抗氧剂并用，发挥协同效应。此外，它们兼能赋予制品耐光耐候性，用于 PVC 中能起辅助稳定作用。

5. 金属钝化剂（抗铜剂）。主要特点是能螯合有害金属，抑制有害金属的催化氧化作用。当应用于电子电器、电线电缆时，常接触铜并且有较高环境温度，因此常有必要添加抗铜剂。在常用的塑料中，聚烯烃塑料是比较易受“铜害”的品种，尤其是聚丙烯更应引起重视。

四、光稳定剂

塑料在户外使用时，受到太阳辐射和大气环境的影响而发生的老化，通常称之为“大气老化”。而大气老化中，“光氧老化”是主要的因素。在塑料中添加光稳定剂，其目的就在于抑制光氧老化，延长制品的户外使用寿命。

（一）高聚物的光氧老化

太阳辐射的光波，其波长为 200 ~ 10000nm，通过大气层时，大气层滤去了其中小

于 290nm 的紫外光和大于 3000nm 的红外光，到达地球表面的太阳光波，其波长为 290 ~ 3000nm。在总能量分配上，紫外光部分（290 ~ 400nm）约占 5%。虽然到达地球表面的紫外光的总能量只占很少部分。但由于紫外光波长短，光子的能量高，被聚合物吸收后，足以破坏聚合物中某些较弱的化学键，引起自由基链反应，加之大气环境中有大量氧存在，于是发生了光氧化反应，即光氧老化。当然，并不是每一个被聚合物吸收的光子都会引起光氧化反应。大部分入射光的能量是通过光物理过程而被耗散。即通过放热、光发散、能量转移三种不同途径耗散了大量的光辐射能。再加之聚合物吸收辐射能缓慢，因此，光氧老化过程比较缓慢，而不像高温下的热氧老化，在短期内（几分钟、几十分钟或几小时）即可使聚合物失去使用性能。然而，对户外使用的塑料制品，添加光稳定剂，抑止光氧老化，延长使用寿命，仍是塑料成型加工中值得注意的事项。

（二）光稳定剂的作用及其类别

由于光氧老化过程中，光是最重要的引发因素，因此，为实现聚合物的光稳定化，光稳定体系应具备如下一种或几种功能。

1. 光屏蔽作用。即光稳定剂能阻碍光线向聚合物内部的透入，使光线在射到聚合物之前被吸收掉或反射出。能起到这种作用的光稳定剂叫做光屏蔽剂。

2. 优先地、选择性地、强烈地吸收紫外线。光稳定剂的这种作用，使得射向高聚物材料内部的最具破坏作用的高能量紫外光被吸收。能起到这种作用的光稳定剂叫做紫外线吸收剂。

3. 猝灭吸收了紫外线的高能态聚合物分子。即光稳定剂能利用光物理过程的能量转移途径，通过分子间转移能量，迅速而有效地将吸收了紫外线的高能态的聚合物分子猝灭，使其回到稳定基态。能起到这种作用的光稳定剂叫做光猝灭剂。

4. 抗氧作用。由于光氧老化是光引发、氧参与的自由基链式氧化反应过程，因此高效的抗氧作用同样有助于聚合物的抗光氧老化。前述的抗氧剂也可用于光稳定体系。

（三）常用的光稳定剂及其主要特性

1. 光屏蔽剂。这类光稳定剂的共同特点是遮盖力大，仅适用于不透明制品。常用品种有二氧化钛（金红石型）、氧化锌、炭黑。前两者能几乎完全吸收紫外光，反射可见光，可用于白色、浅色制品。炭黑仅限于黑色制品。但炭黑是效能最高的光屏蔽剂，遮盖力极强，能强烈地反射紫外光，是具有多效性的光稳定剂。

2. 紫外线吸收剂。这类光稳定剂透明性好，效能高，常用于塑料薄膜和薄板，提高塑料制品的户外使用寿命。

3. 光猝灭剂。这类光稳定剂在薄膜和丝类等比表面积大的制品中有突出的光稳定效果，所以广泛用于薄膜、单丝中。与紫外线吸收剂配合使用，效果更好。一般用量为 0.1% ~ 0.5%。光猝灭剂的主要品种是一些有机镍络合物。

4. 新型光稳定剂（受阻胺类）。受阻胺类是较新开发的一类光稳定剂。其共同特点是具有多效性、高效能。它们通过捕获自由基、分解氢过氧化物、光猝灭等多种途径，使聚合物具有光稳定作用。

五、润 滑 剂

（一）使用润滑剂的目的

塑料在成型加工过程中，存在着多种形式的摩擦现象。熔融状态的材料内部分子之间产生粘性流体的内部摩擦；固体颗粒（如填料）间的摩擦及熔体与固体添加剂颗粒的摩擦；塑料材料与加工设备表面的粘附现象，造成塑料熔体与设备金属壁面间的摩擦（即外部摩擦）。过度的摩擦使流动困难，易产生大量的摩擦热，还能引起物料的分解，反映到制品上则表现为质量下降。为此，就需要使用润滑剂。尤其对聚氯乙烯的成型加工，润滑剂的重要性并不亚于热稳定剂。

（二）润滑剂的分类

1. 按化学结构分类。润滑剂按化学结构常可分为烃类、脂肪酸类、脂肪酸酰胺类、脂肪酸酯类、高级醇类和金属皂类。

2. 按作用机能分类。润滑剂按作用机能可分为内润滑剂、外润滑剂和内兼外润滑剂。内润滑剂的作用是能减轻熔体内部分子间的摩擦，而外润滑剂的作用在于减轻外部摩擦。必须注意，将润滑剂按作用机能划分的关键是以它与聚合物的相溶性为依据的。内润滑剂与聚合物有少量的相溶性，外润滑剂与聚合物之间几乎没有相溶性，易迁移到界面。正因为是以聚合物的相溶性为依据，因此内部润滑剂与外部润滑剂并没有严格的界限，它们还与应用场合有关。

（三）常用的润滑剂及其主要特性

1. 烃类。常用品种有石蜡和低分子量聚乙烯（俗称聚乙烯蜡）。它们与聚氯乙烯相溶性差，在聚氯乙烯加工中外润滑作用强，尤其是聚乙烯蜡，在较高的加工温度下仍有良好的润滑作用。石蜡和聚乙烯蜡对聚氯乙烯的透明性影响较大，故不适用于透明制品。此外，近年来还发展了一些新的高分子蜡类润滑剂。如氧化低分子量聚乙烯（氧化聚乙烯蜡）与 EVA 蜡。

2. 脂肪酸类。这类润滑剂中最广泛使用的是硬脂酸。在聚氯乙烯中外润滑性优越，少量使用（0.2% ~ 0.5%）即可收到很好的润滑效果。当温度较高时，硬脂酸也能表现出较好的内润滑效果。

3. 脂肪酸酰胺类。常用的有硬脂酸胺、油酰胺、N, N' - 乙撑双硬脂酸胺、芥酸酰胺等品种。它们的共同特点是外部润滑效果优良，并可在聚烯烃塑料薄膜料中用作防粘

连剂。

4. 脂肪酸酯类。由于含有酯基，这类润滑剂对 PVC 相溶性较好，具有较强的内润滑作用，对制品透明性影响小，并且无毒。常用品种有硬脂酸丁酯、硬脂酸单甘油酯、硬脂酸单季戊四醇酯。其中硬脂酸丁酯对透明性影响最小；硬脂酸单季戊四醇酯具有一定的防雾滴及对聚氯乙烯的辅助热稳定作用。

5. 高级醇类。作为润滑剂使用的醇类，主要是含有 16 个碳原子以上的饱和脂肪酸。最重要的有硬脂醇（十八碳醇）。硬脂醇与 PVC 相溶性良好，具有良好的内润滑性，对制品透明性影响小，与其他润滑剂混合性良好，能改善其他润滑剂的分散性。

6 金属皂类。金属皂类是聚氯乙烯中广泛使用的热稳定剂，另外，它们也是性能优良的润滑剂。常用品种主要也是硬脂酸铅、钡、镉、锌、钙。在聚氯乙烯加工中，以硬脂酸铅的外润滑性最好，而硬脂酸钙则内润滑性最好。

六、发 泡 剂

（一）使用发泡剂的目的

发泡剂是能使塑料形成具有微孔结构的泡沫体（泡沫塑料）的一类助剂。泡沫塑料较固体聚合物密度小，省材料，并且有许多特出的气固态相结合的有益性质，如隔热、隔音、消震；高分散的密闭气孔增大了材料的浮力，使泡沫塑料适用于救生材料、浮球等水上制品。

为使塑料形成具有微孔结构的泡沫体就必须使用专用的助剂即发泡剂。

（二）发泡剂的分类

按生产中使塑料形成泡孔结构的过程，通常将发泡剂分成两类，即物理发泡剂和化学发泡剂。

物理发泡剂是指发泡剂在发泡过程中，本身通过物理状态的变化来达到发泡的目的，形成泡沫细孔的一类化合物。如低沸点挥发性液体戊烷等在一定温度下，由于受热而在熔融塑料内部汽化，产生大量气体而使塑料膨胀，产生气孔。又如将压缩的气体注入到挤出机料筒中，与熔融塑料在高压下混合在一起，而当熔融物料在模具出口处，由于压力降低时，体积膨胀产生气孔。

化学发泡剂是一种热敏性化合物，在一定的温度下，会分解而产生一种或多种气体，从而使塑料膨胀形成泡沫体。

（三）常用的发泡剂及其主要特性

1. 物理发泡剂。常用的物理发泡剂有丁烷、戊烷、二氯甲烷、氟氯烷（氟里昂 11、氟里昂 12、氟里昂 113）等。丁烷、戊烷沸点低，发气量大，常用于聚苯乙烯、聚烯烃

等的物理发泡。氟里昂发泡剂对树脂基体扩散系数小，加之氟里昂气体的绝热性好，常用于硬质聚氨酯泡沫塑料，用作保温材料。但是，由于氟里昂对地球臭氧层的破坏作用，从环保角度看，必将要被取代。

2 化学发泡剂。常用的品种有偶氮二甲酰胺（AC）、偶氮二甲酸钡（BaAC）、偶氮二异丙酯（DIPA）、4,4'-氧代双苯磺酰肼（OBSH）。OBSH 为低温发泡剂，分解温度为 140~160℃，适用于低温加工场合，可用于厚制品；DIPA、BaAC 为高温发泡剂，分解温度为 240~250℃，适用于高温加工场合，用于聚丙烯、聚酰胺等的发泡。AC 则是中温发泡剂（空气中分解温度为 195~210℃），是塑料中用途最为广泛、最重要的化学发泡剂。

七、阻 燃 剂

（一）聚合物的燃烧过程

许多聚合物如 PE、PP、PS、ABS、POM 等都是易燃性的。在空气中，由于外部热源（或火源）使这些聚合物被加热，而最终导致聚合物分解、解聚，产生可燃性气体。可燃性气体与空气混合，形成可燃性混合气。当局部小空间中的这些可燃性混合气体达到可燃性浓度范围，并被加热到燃点时，即发生着火燃烧。燃烧产生的热量通过传导、对流、辐射等途径被正在分解着的聚合物所吸收，于是分解出更多的可燃性产物。如果燃烧着的聚合物能充分吸收自己燃烧时所放出的热量，并且这些热量如果足以维持燃烧，则即使移去最初的热源，聚合物仍将继续燃烧，维持燃烧的循环过程。由此可见，聚合物的燃烧是气相燃烧、在气相中，可燃性气体分子于高温下进一步发生激烈的氧化反应，形成燃烧的连锁反应即燃烧链。在此过程中，增殖出大量的羟基自由基，羟基自由基的连锁反应使燃烧持续下去。

（二）阻燃的途径与阻燃剂的类型

凡添加到聚合物中能降低聚合物的燃烧性，无论它与聚合物是机械混合还是与其预聚体或聚合物起化学反应的物质，统称为阻燃剂。这儿的燃烧性，即是指燃烧难易的程度。其定量表征方法是用氧指数（OI）。所谓氧指数，是指使标准试样在规定的条件下维持持续燃烧 3min（或燃烧长度 50mm）所需要的最低氧浓度（氧氮混合气流中氧的体积百分数）。氧指数值越大，越难燃烧；相反，氧指数值越小，越易燃烧。一般认为，聚合物的氧指数小于 22 时，即为易燃性的。对易燃性的聚合物，用于要求阻燃的场合时，就需要添加阻燃剂，以提高氧指数。

1. 阻燃剂的分解产物将羟基自由基的连锁反应切断。能起到这种阻燃作用的一般是含卤（氯，溴）有机化合物，它们在高温条件下能迅速分解并形成卤化氢，释出到气

相捕捉羟基自由基，干扰气相中的燃烧反应。

2 利用阻燃剂产生的高密度蒸汽或高沸点液体的表面覆盖作用。如氧化锑与含卤阻燃剂并用时，发挥卤 - 锑协同效应，产生三卤化锑。三卤化锑是高沸点液体，因而能较长时间地停留在燃烧区域中，发挥其覆盖作用。

3. 阻燃剂分解形成不挥发性的保护皮膜。含磷、含硼阻燃剂就具有这样的效果。这类阻燃剂在聚合物燃烧温度下分解，其分解产物形成不挥发性皮膜覆盖在聚合物表面，从而使之与空气隔开，同时阻止可燃性气体进入气相。

4. 阻燃剂分解产物使聚合物脱水炭化。塑料的燃烧是分解燃烧，而通常单质碳不进行分解燃烧。因此，如果使塑料的热分解不停留在产生可燃性物质阶段而一直到炭化成焦，并生成炭黑皮膜起隔绝空气作用，就可有效地抑止燃烧。如含磷化合物即可起此作用。

5. 控制燃烧热。由于聚合物的燃烧热会加速火焰周围聚合物的热分解，从而源源不断地提供可燃性气体，使火焰得以传播。如果某种添加剂能有效地吸热以降低火焰温度，使反馈给聚合物的热量减少，燃烧过程就会逐渐衰竭，以至于熄灭。氢氧化铝、氢氧化镁便是具有这种效能的阻燃剂。

（三）常用的阻燃剂及其特性

1. 卤系阻燃剂。常用的卤系阻燃剂有：氯化石蜡、全氯戊环癸烷、氯化聚乙烯、聚氯乙烯等。为使含氯阻燃剂发挥较高的阻燃效果，通常与三氧化二锑并用，发挥协同作用。

卤系阻燃剂有良好的阻燃效果，但也有严重的缺点：由于卤系阻燃剂主要是释出氯化氢干扰气相燃烧反应，故该类阻燃体系发烟量大，并且释出的氯化氢有腐蚀性，易造成二次危害。

2. 磷系阻燃剂。主要品种有磷酸酯、含卤磷酸酯。这些阻燃剂也是聚氯乙烯的增塑剂，与聚氯乙烯相溶性好，故尤适合于软质聚氯乙烯。

近年来还开发了含氮磷酸酯，能充分发挥磷 - 氮协同效应，可用作聚烯烃的无卤阻燃体系。

3. 无机阻燃剂。常用的有三氧化二锑、氢氧化铝、氢氧化镁、硼酸锌、三氧化钼、红磷。其中三氧化二锑通常与卤系阻燃剂并用，组成卤 - 锑阻燃体系。氢氧化铝、氢氧化镁常常是通过大量填充的方式，并配以其他阻燃剂，用于聚烯烃的无卤或低卤阻燃配方。硼酸锌、三氧化钼常用于含卤阻燃体系。红磷由于含磷量高，是高效的磷系阻燃剂。但一般的工业红磷不能用作阻燃剂，必须经过特殊的表面包覆处理。

八、抗静电剂

（一）静电及其危害

塑料良好的电绝缘性扩大了其应用范围，但在某些场合，却又表现出其不利的一面。塑料的高电阻率及低的吸水性（回潮率低），使其在受磨擦时容易引起静电荷的积累。静电积累会带来一系列的危害：制品易吸附尘埃，影响制品的透明性、表面洁净及美观；生产过程中，静电压过高会影响正常操作；在某些使用场合，高压静电放电会引燃引爆，或产生电磁干扰，诱发意想不到的事故。因此，随着塑料的应用领域进一步扩大，人们越来越注重塑料的抗静电问题。

（二）抗静电剂及其作用

抗静电剂是指添加于塑料中或涂敷于其制品表面，能够降低表面电阻，适度增加导电性，从而防止制品上积累电荷的物质。

抗静电剂主要是一些特殊品种的表面活性剂，其分子结构可看成是由亲油基、亲水基和连接基三部分构成。按亲水基的性质，可分为阳离子型、阴离子型、两性离子型和非离子型抗静电剂。按使用方式，抗静电剂可分为外部（涂敷）抗静电剂和内部（添加）抗静电剂。

内部抗静电剂是在配料时加入到树脂中，成型后逐渐迁移到制品表面，形成抗静电剂分子层，其亲水基向着空气，吸收空气中的水分形成水膜。以这种形式使用的抗静电剂，耐摩擦、洗涤，效能持久。外部抗静电剂则不同，使用时将其分散在水、醇或其他有机溶剂中，涂敷于制品表面，见效快，但易因摩擦、洗涤而脱落，不持久。

具有表面活性剂结构的抗静电剂，不管哪种类型，发挥抗静电作用主要通过以下三个途径：

1. 减轻摩擦，减少静电荷产生。抗静电剂能增加制品表面的平滑性，增加摩擦体间隙之间的介电常数，相应减少电荷的产生。

2. 提高塑料制品表面的吸湿性，从而使静电荷尽快泄漏，防止静电荷的积累。

3. 降低表面电阻率，有利于静电荷的传导。表面活性剂结构类型的抗静电剂，通常能使制品表面电阻率降至 $10^9 \Omega$ ，如果要求制品达到更低表面电阻率，最好采用添加导电填料的方式。导电填料实际上可看成是永久性的防静电材料，不过它不适用于透明制品。

第五节 塑 料 改 性

在把树脂加工成塑料制品的过程中，利用化学方法或物理方法改变塑料制品的一些性能，以达到预期的目的，这就是塑料改性。目前，在塑料改性技术中，用物理方法进行改性应用较广。其中有用各种无机、有机填料进行填充改性；用各种有机、无机纤维进行增强改性；也有用另外一种或两种以上高聚物进行共混改性。当然，这类物理改性有时也含有丰富的化学改性的内容。物理改性在一般塑料成型加工厂容易实现，且容易见效，因此受到普遍的重视。

一、塑料的填充改性

（一）填充改性及填充剂

塑料中添加无机或有机填充剂，以改变其力学、工艺、使用性能或降低成本的改性方法叫作填充改性。概括起来，在塑料中添加填充剂可起到增量、增强和赋予功能等作用，但以增量为主，增强和赋予功能则越来越受到重视。

- 1. 增量。添加廉价的填充剂以降低成本，节约原材料。这时的填充剂也称增量剂，如在聚氯乙烯中添加大量碳酸钙即是此例。
- 2. 增强。填料可提高塑料的力学性能和耐热性能。如径厚比较大的云母粉填充聚丙烯，可提高拉伸强度、弯曲强度、模量和热变形温度。
- 3. 赋予功能。填料可赋予塑料自身所没有的一些特殊功能，此时填料的化学组成往往起着重要作用。主要起赋予功能效果的填料加麦 16-1 所示。

表 16-1 赋予的功能和相应的填料

赋予功能	填 料
阻燃性	氢氧化铝、氢氧化镁
耐磨耗性	石墨、二硫化钼
导电性、电磁波屏蔽性	炭黑、石墨、碳纤维、金属粉、金属纤维
磁性	高铁酸钡、高铁酸锶、高铁酸镍
防辐射性	铅粉、硫酸钡
导热性	铝粉、硫酸钡
压电性	钛酸锆酸铅

(二) 最常用的填充剂

1. 碳酸钙。碳酸钙是目前最常用的无机粉状填料。从制造方法分, 碳酸钙可分为重质碳酸钙和轻质碳酸钙。碳酸钙容易制成不同的粒径。一般平均粒径为 $2 \sim 10 \mu\text{m}$ 。当粒径为 $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ 时, 称之为微细碳酸钙; 粒径在 $0.02 \sim 0.1 \mu\text{m}$ 时, 称之为超细碳酸钙; 粒径小于 $0.02 \mu\text{m}$ 时, 称之为超微细碳酸钙。为了提高碳酸钙在塑料中的分散性, 改善填充塑料的流动性, 改进制品的表面质量和力学性能, 常用脂肪酸或脂肪酸皂对碳酸钙进行表面处理。经过表面处理的碳酸钙叫活性碳酸钙。各种品级的碳酸钙最常用于软、硬质聚氯乙烯和聚乙烯。

2. 滑石粉。滑石粉是白色微细粉末, 不溶于水, 化学性质不活泼, 性柔软有滑腻感, 是典型的片状填料。滑石粉作为塑料填料, 可提高制品的硬度、耐火性、抗酸碱性、电绝缘性、尺寸稳定性、耐蠕变性。且由于柔软而滑腻, 可减少机械及模具的磨损。它是聚丙烯常用的填充剂。

3. 云母。云母的主要成分是铝硅酸盐。可分成四种主要类型, 分别取名为白云母、金云母、黑云母和锂云母。从结构上讲, 云母属于层状结构硅酸盐, 容易剥成薄的弹性薄片。使用碾磨的方法, 就能容易地把它破碎成细小的薄片。加入塑料中, 能使塑料获得平面增强作用, 而不是像纤维状填充剂那样只沿着轴向增强。云母薄片的平面增强作用, 使云母填充塑料具有较高的抗弯模量, 且各向异性小, 尺寸稳定性卓越, 耐蠕变, 制品翘曲性低, 热变形温度大大提高。此外, 云母填充塑料有良好的电气绝缘性、耐腐蚀性和耐渗透性。

4 硅灰石。硅灰石是天然的硅酸钙, 填充塑料后, 尺寸稳定性好, 有耐摩擦性、平滑性, 并富有自然色泽。用硅烷偶联剂处理后, 用来填充塑料, 可使塑料的力学性能、电性能大幅度改善。

5. 硅藻土。其主要成分为二氧化硅。它含有许多细孔, 性质柔软, 多孔而轻。因其具有多孔结构, 所以比表面积相当大, 一般约为 $22\text{m}^2/\text{g}$ 。因此对电和热都是不良导体, 它不溶于酸, 但溶于强碱。具有强吸水性, 能吸收其本身重量的 $1.5 \sim 4$ 倍的水。

作为塑料填料, 可用来填充聚氯乙烯、聚烯烃、热固性塑料等。还可作轻质、隔音、隔热的建筑用塑料复合材料, 但缺点是吸油量较大。

6. 粉煤灰。粉煤灰是热电厂所排放出来的废渣, 属于烧结土类、火山灰质材料, 其化学成分主要为: 二氧化硅 (61%)、三氧化二铝 (22%)。由于原料煤的化学成分不尽相同, 因此粉煤灰的化学成分也差别很大, 尤其是硅铝比值。

粉煤灰填充的聚氯乙烯塑料的相对热稳定性优于普通聚氯乙烯。粉煤灰在塑料中的添加量一般为 40% 以下, 量太多时难于成型加工。粉煤灰的粒度选择也应根据制品性质而定, 一般应在 120 目以上。

7. 玻璃微珠。玻璃微珠可以从粉煤灰中提取。从粉煤灰中提取的玻璃微珠占灰重

的 20% ~ 70%，其中又分漂珠和沉珠两种。漂珠只占灰的 1% ~ 3%，壳壁较薄（约 $2\mu\text{m}$ ），呈半透明或乳白色，属于一种中空玻璃微珠。沉珠相对密度大，表面光滑晶莹，呈白色或灰白色，抗压强度较高。玻璃微珠也可用人工方法制作。

玻璃微珠作为塑料填料，由于其表面光滑，球状、中空，相对密度小，所以使得复合塑料熔体的流动性好，残留应力分布均匀。由于中空玻璃微珠的壳体很薄，在高剪切条件下易破裂成碎片，因此较低剪切条件下使用较为适宜。中空玻璃微珠主要用于热固性树脂中，也常用于泡沫聚丙烯中。

8. 高岭土。高岭土属于粘土的一种，又称瓷土、陶土。其化学组成为带有不同结晶水的含水硅酸铝。

作为塑料填料，高岭土具有优良的电绝缘性能，常用于聚氯乙烯、聚乙烯、聚丙烯电缆料中。例如在聚氯乙烯中加入重量为 10% 的高岭土，可提高电绝缘性能 5 ~ 10 倍。

9. 炭黑。工业炭黑是由烃类经高温不完全燃烧而制得的高度分散的黑色粉末状物质。炭黑品种繁多，按用途划分，则可分为橡胶用炭黑、色素炭黑和导电炭黑。塑料中最常用的是色素炭黑和导电炭黑。色素炭黑主要用作着色剂和光屏蔽剂，导电性炭黑则用来制造导电塑料和永久性抗静电塑料。

10. 金属填料。金属填料主要用于导电塑料的制造。按填料的形态分，金属填料有粉末状、箔片状、纤维状等类型。按化学成分，导电性的金属填料种类有：铝、锌、铁、镍、银、紫铜、黄铜、不锈钢及各种金属合金。镀铝、镀镍、镀银的玻璃球、玻璃纤维、云母粉也可算是导电性金属填料。

在金属填料中，纤维状金属填料是最有发展前途的品种。金属纤维直径相同时，纤维越长，则在相同填充量情况下，导电性越好。具有不同化学成分的金属纤维，也具有不同的特性。

11. 其他填料。高铁酸钡等磁粉作塑料填料，可使塑料具有磁性，以供特殊用途，如电冰箱门上的磁封条等。硫化钨、硫化铅、二硫化钼等作为塑料填料，可提高材料的自润滑性及耐磨性。氧化锌填充到聚丙烯中，可提高制品的耐气候性。填充硫酸钡的塑料可遮蔽 X 射线。木粉、纸浆、淀粉等有机材料也可作为塑料填料。

二、塑料的增强改性

（一）增强改性及其应用

增强改性是在聚合物中加入增强材料以改进聚合物性质，特别是力学性能的一种改性方法。增强材料通常是纤维类材料及其制品，如玻璃纤维、碳纤维、硼纤维、晶须、有机聚合物纤维等。它们在聚合物中的作用犹如钢筋骨架在水泥建筑材料中的作用一样。将热塑性树脂与增强材料进行组合便得到热塑性增强塑料，简称为 FRTP。常用于

制作 FRTP 的热塑性树脂有尼龙 6、尼龙 66、聚碳酸酯、聚丙烯、聚乙烯、聚甲醛、聚砜、聚苯醚等。热塑性塑料经增强后其机械强度大大提高,甚至一些通用塑料经过增强以后,也能作为工程材料应用。对于某些工程塑料,通过增强,其比强度跨进了金属强度范畴,从而作为结构材料广泛应用于工程领域。热塑性增强塑料的性能特点,概括起来主要有:

1. 比强度高。材料的强度与密度的比值,称作比强度。增强塑料的比强度优于一般的金属材料,表 16-2 列举了几种金属及热塑性增强塑料的比强度值,由此可见,有的增强塑料比强度已超过了高级合金钢。因此,热塑性增强塑料是一类轻质高强的新型工程结构材料。一般情况下,增强塑料的强度和刚性随纤维含量增加而提高,抗蠕变特性得到显著的改善,动态载荷条件下的耐疲劳特性也成倍提高,冲击强度则常常取决于本体高分子树脂的耐冲击特性。若本体高分子树脂为脆性者,则增强后抗冲击性能成倍提高;若本体高分子树脂为韧性者,则增强后抗冲击性能基本不变或略有下降。

表 16-2 几种金属及 FRTP 的比强度值

材 料		密 度 (g/cm^3)	拉伸强度 (MPa)	比强度 ($\text{N}\cdot\text{m}/\text{g}$)
金属	普通碳素钢 A3	7.85	400	50.0
	不锈钢 1Cr18Ni9Ti	8	550	68.8
	合金钢 50CrVA	8	1300	162.5
	灰铸铁 HT25-47	7.4	250	33.8
	硬铝 LY12	2.8	470	167.8
	普通黄铜 H59	8.4	390	46.4
FRTP	增强尼龙 610	1.45	256	176.6
	增强尼龙 1010	1.23	180	146.3
	增强聚碳酸酯	1.42	140	98.6
	增强聚丙烯	1.12	90	80.4

2. 良好的热性能。一般未增强的热塑性塑料,其热变形温度是较低的,只能在 $50\sim 100^{\circ}\text{C}$ 以下使用。但纤维增强塑料的热变形温度则显著提高,可在 100°C 以上甚至在 $150\sim 200^{\circ}\text{C}$ 左右长期工作。例如尼龙 6,未增强前其热变形温度在 50°C 左右,而增强以后,热变形温度可提高到 190°C 以上。

由于纤维类材料的加入,增强塑料的线膨胀系数比本体树脂低得多,因而制品成型收缩率小,这给制造尺寸精度要求较高的制品带来有利的条件。但是成型收缩率有方向性,这一点在产品设计和模具设计及制造时应考虑周到。

3. 良好的介电性能。采用玻璃纤维作增强材料制得的 FRTP 有着良好的电绝缘性。这是因为玻璃纤维和本体高分子都是良好的电绝缘体。可作电机、电器、仪表中的绝缘零件。

热塑性玻璃纤维增强塑料制品在高频作用下仍能保持良好的介电性能，不受电磁作用，不反射无线电电波，微波透过性良好，因而在国防上也受到重视。

4. 良好的耐化学腐蚀性能。除氢氟酸等强腐蚀性介质外，玻璃纤维的耐化学腐蚀性能是优良的。FRTP 的耐化学腐蚀性能一般取决于本体高分子树脂。但改变 FRTP 中增强材料的品种，则强度和耐腐蚀性能也会随之而有所不同。

对每一种塑料而言，在强度和耐化学腐蚀方面都各有一定的特点。由于耐腐蚀塑料品种较多，应该根据具体使用环境、塑料来源及价格，谨慎地选用。耐腐蚀性能比较全面的有氟塑料、聚苯硫醚、氯化聚醚、聚丙烯、聚乙烯、聚氯乙烯等。

5. 良好的耐老化性。FRTP 虽然在光和热的作用下会发生老化，性能下降，但下降的幅度比本体树脂为小。对于需要防老化的 FRTP 制品，目前都添加各种防老化剂，因而就更延长了制品的使用寿命。

FRTP 材料的明显缺点是：材料的密度增加，制品表面平滑性降低；材料的力学性能、成型收缩率及热膨胀系数容易出现各向异性；制品透明性下降；材料的焊接强度减小；高硬度的玻璃纤维对设备磨损作用大；随着纤维含量的增加而流动性能降低。

（二）常用增强材料

1. 玻璃纤维。玻璃纤维的品种、性能和用途各异，因而有如下多种分类方法：

（1）按玻璃纤维的成分分类：系按玻璃中碱金属氧化物（一般指氧化钾、氧化钠）的含量多少来划分，有无碱玻璃纤维（其碱金属氧化物含量小于 1%），此种玻璃纤维相当于 E 玻璃纤维；中碱玻璃纤维（其碱金属氧化物含量为 8% ~ 12%），此种玻璃纤维相当于 C 玻璃纤维；高碱玻璃纤维（其碱金属氧化物含量为 14% ~ 15%），此种玻璃纤维相当于 A 玻璃纤维；特种成分玻璃纤维（由于在配方中添加了特种氧化物，因而赋予玻璃纤维各种特殊性能）。

（2）按玻璃纤维的直径粗细分类：其中有初级玻璃纤维，单丝直径在 $20\mu\text{m}$ 以上；中级玻璃纤维，单丝直径在 $10 \sim 20\mu\text{m}$ 之间；高级玻璃纤维，单丝直径在 $3 \sim 9\mu\text{m}$ 之间；超级玻璃纤维，单丝直径在 $3\mu\text{m}$ 以下。玻璃纤维的直径越细，则强度越高，扭曲性越好。增强塑料常选用的玻璃纤维单丝直径是 $6 \sim 15\mu\text{m}$ ，是属于高中级玻璃纤维类型，此种玻璃纤维抗拉强度一般在 $1000 \sim 3000\text{MPa}$ 之间，因而有很高的机械强度。对于超级玻璃纤维，由于产量低，成本高，不宜采用。它一般作高级绝缘基材。

（3）按纤维长度分类：其中有连续玻璃纤维、定长玻璃纤维、玻璃棉、短切纤维等品种。

2. 碳纤维。碳纤维通常是将有机纤维在高温下烧制而成。有机纤维如：聚丙烯腈、

沥青、人造丝、木质素聚乙烯醇等。与玻璃纤维相比，碳纤维的导电性好，导热系数大，弹性模量很高，且在湿态条件下的力学性能保持优良，蠕变性小，耐磨性好。

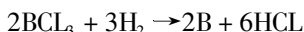
碳纤维的性能受烧制温度的影响。根据烧制温度，可分为耐火质碳纤维、碳素纤维、石墨纤维三种。耐火质碳纤维因强度太差（以聚丙烯腈为原料除外）而无实际使用价值。随着烧制温度的上升，碳原子的相对含量相应增多，随着碳原子的相对含量增加，纤维的导电性上升，由绝缘体到半导体直至导电性均接近金属。

碳纤维与高分子树脂的粘合性较低，使得增强塑料（CFRTP）的剪切强度不高。对此，通常采用氧化剂对碳纤维进行表面处理，使碳纤维的表面氧化。例如用硝酸氧化法，使碳纤维表面接有活性基团，以改善与高分子树脂粘合性能。

3. 硼纤维及其他增强材料。玻璃纤维和碳纤维是已经广泛应用的纤维增强材料。从今后发展看，金属纤维和硼纤维是很有前途的两类纤维增强材料。

金属纤维主要有铝纤维、镍纤维、镀镍铝纤维、铜纤维、不锈钢纤维等。此外还有表面被覆金属的碳纤维或石墨纤维，如镀镍碳纤维、镀镍石墨纤维。

硼纤维的制造方法是由钨丝作为芯线，通过硼的蒸气炉，使硼沉积于钨丝表面（此沉积决不是硼微粒的无规堆积，而是硼晶核的成长）。在制造过程中，钨丝通电加热，而氢气和三氯化硼蒸气进行化学反应，使硼蒸发并沉积于钨丝表面。



硼纤维的比强度与比弹性模量极高，因而作为轻质高强结构材料，特别引人注目。硼纤维的缺点是直径较粗，可弯性不良，延伸率也不好，价格比碳纤维高得多。

除上述新型增强纤维外，目前还有另一类称作晶须的增强材料。晶须是极细而又近乎单晶的纤维类增强材料，所以其强度极高，可以相当于材料组成中原子间的结合力。晶须类纤维兼有玻璃纤维的延伸率，又有硼纤维的弹性模量。晶须增强塑料的应用，目前还是开始阶段，但效果甚佳。所以晶须作为塑料中的增强材料，有着相当大的发展潜力。最近国内已开发成功并小规模生产高性能的短纤维增强材料——钛酸钾晶须。

作为增强用纤维材料的发展方向之一是制成复合纤维，上述硼纤维就是很好的例子。即使是碳纤维，也有在碳纤维表面成长碳化硅晶须小枝的产品。这些小枝可以在基体树脂中起到一种“锚”的作用，从而提高了界面的粘结力，并使碳纤维增强塑料的强度增大。此外，还可考虑在玻璃、金属等纤维上预先镀上热塑性塑料而制取复合纤维。

三、塑料的共混改性

塑料共混改性就是在一种塑料中，混入其他品种的塑料、橡胶、添加剂等，互相取长补短，使各组份间发挥良好的协同作用，成为具有卓越性能的塑料。一般来说，塑料共混改性的方法有两种：物理混合法和化学混合法。化学混合法有接枝共聚共混、交联

共聚等。化学混合方法在一般塑料成型加工厂难于实现，较少采用。物理混合法有机械混合、溶液或乳液混合，而尤以机械混合法应用最为普遍。该法使用混炼设备（如炼塑机、挤出机、密炼机等）将物料在软化或熔融状态下进行混合。当然，必须说明，尽管采用的是机械方法，但不同聚合物大分子之间难免有少量化学键存在，例如在强剪切力作用下的熔融混炼过程中，可能由于剪切作用使得大分子断裂，从而形成少量嵌段或接枝共聚物。

（一）塑料共混改性的主要目的

共混是塑料改性和制备独特性能塑料的重要途径之一。通过共混可达到以下几方面目的：

1. 综合均衡各聚合物组分的性能，取长补短，消除各单一聚合物组分性能上的弱点，获得综合性能较为理想的塑料材料。

2 使用少量的某一聚合物作为另一聚合物的改性剂，改性效果显著。最突出的例子是在聚苯乙烯、聚氯乙烯等硬脆性树脂中掺入 10% ~ 15% 的弹性体类物质，可使它们的冲击强度大幅度地提高。

3. 改善塑料的加工性能。如不同牌号的聚乙烯共混，可得到合适熔体流动速率的聚乙烯材料；硬质聚氯乙烯中加入丙烯酸酯类共聚物可促进塑化，改善制品的外观质量，提高表面光洁度等。

4. 促进塑料材料的多功能化。通过共混可以制备一系列具有特异性能的新型塑料材料。例如将液晶塑料加入到某些塑料中进行共混，可以获得良好的耐热性、优异的阻燃性和高的耐辐射性等。

5. 对某些性能卓越，但价格昂贵的工程塑料，可通过共混，在不影响使用要求条件下降低原料成本，例如聚碳酸酯、聚酰胺、聚苯硫醚等与聚烯烃的共混。

需要指出，不是任意两种塑料或塑料与橡胶都能形成有良好性能的塑料共混物的。选择共混的各种塑料或塑料与橡胶之间既要有良好的相容性，又要能够产生改善性能的协同效应，并且必须严格控制共混比例和共混工艺条件等，从而使共混塑料具有预期的性能。

（二）共混聚合物的相容性

对于共混聚合物的相容性，有热力学相容性与工艺相容性两种提法。

从热力学角度讲，相容性是指相混合的两种化合物形成均相体系的能力。两种极端的情况是完全相容与完全不相容。若两种化合物完全相容，则能形成稳定的、无规的、分子混合的均相体系；若完全不相容，则形成两个完全分离的区域结构。然而，聚合物的相容性只能是一个相对的概念，不像低分子化合物在相容与不相容之间有一个明显的区别。在大多数情况下，共混的聚合物形成分相而又不分离的结构，即具有部分相容

性。不过，不同的聚合物共混时，相容性程度或好坏会有较大的差别。

从工艺上讲，如果两种聚合物共混物的力学性能指标满足对该制品的预期要求，而且在长期使用过程中性能稳定、耐用，则这一对聚合物共混物在工艺上是相容的。可见工艺相容性是指两种聚合物之间容易相互分散而形成性能稳定的共混物的能力。这与热力学相容的概念是不同的，但两者有着密切的关系。聚合物之间有适当的热力学相容性，就容易产生良好的工艺相容性。

应当指出，由于聚合物链很长，粘度很大，有些聚合物分子链间存在氢键作用（或生成结晶结构），这些因素会给分子链的位移造成很大的阻力，严重影响它们之间的相互扩散。因此，要使聚合物能够实现良好的混合，需要给予一定的热量（提高共混温度），以提高聚合物分子链段的运动能力，并利用机械功强制其混合。

不同聚合物共混时，之所以能出现工艺相容性，归纳起来主要有以下四个方面的原因：

1. 聚合物本体粘度特别大，当用机械方法将两种（或两种以上）聚合物混合后，虽然共混体系是热力学不相容的，但是由于粘度大，分子链移动困难，尽管有自动分离为两相的趋势，但实际上进行得极为缓慢，以至于在极长的时间内也难以分成两个宏观的相。

2. 由于共混聚合物大分子的相互扩散，而使分子链段位移，形成过渡层，因而也增加了共混体系的稳定性。两种聚合物相互扩散的深度则取决于相混聚合物热力学相容性的程度。

3. 两种聚合物在机械捏炼混合时，由于机械的高剪切力作用，使大分子链被切断，生成新的共聚物，如生成接枝或嵌段共聚物。这种共聚物在共混体系中的两组分之间起着桥梁作用，即起到增容作用，从而提高了共混体系的热力学相容性。

4. 在有些共混体系中，同时还加有填充剂、增强剂和交联剂，并经混炼和交联等工艺。由于有填充剂的存在，混炼时可使共混体系的相结构趋于细小，容易形成微观多相形态，又在交联时，不但能在同一聚合物相内形成交联，并在不同聚合相间也产生交联或接枝。这样，可使微观多相形态得以固定下来。据此，共混体系的共交联作用可使化学成分上的热力学不相容性，转变为机械性能上的相容性。

（三）共混聚合物的选择

为使两种或两种以上的聚合物能实现充分的混容，除了应考虑到共混聚合物的相容性以外，还要充分考虑其他化学性质（组成、极性、聚合度、分子量分布、结晶度、立体规整性）、物理性质（熔点、耐热性和流动性）、聚合物的状态和混合方法等。总的来说，选择聚合物共混时应从如下几方面考虑：

1. 化学结构。化学结构越是类似，彼此越是能相容。若选择极性相差不多的两种聚合物进行共混，则易混得均匀。

2. 溶解度参数。溶解度参数属热力学范畴，溶解度参数相近的聚合物易于共混。

3. 熔融粘度。在共混温度下，组成共混体系的两种聚合物粘度越接近，越易于混

合均匀，且不易出现分离现象，共混物的性质也越好。

4. 表面张力。若两种聚合物的表面张力相近，则可导致共混时相之间的界面张力很小，界面间混容性好，有利于混合。

5. 分子链段渗透性。如果共混物两相界面一侧聚合物的链段过长，不易运动，则在两相界面区很难形成相互扩散层。放两侧聚合物链段的运动能力应当相近，才能有助于形成各自向对方扩散的渗透层。

当然，也并非上述诸方面都要满足才能选为参与共混的聚合物。在选择不同聚合物进行共混时，还应当考虑所得到的共混体系应当具有的特殊性能以及工艺混容性问题。对一些热力学相容性较差，而在性能上却颇有互补特征的聚合物共混物组合，还可采用增容技术并配以强有力的混炼措施，实现工艺上的混溶性，避免相分离现象。

（四）增容作用

在相容性差的聚合物共混体系中可以借助增容作用来增加共混组分之间的相容性。增容作用有两方面的涵义：一是使聚合物之间易于相互分散以得到宏观上均匀的共混产物；另一是改善聚合物之间相界面的性能，增加相间的粘合力，从而使共混物具有长期稳定的优良性能。

目前，产生增容作用的最常用方法是加入增容剂。增容剂是指与两种聚合物组分都有较好相容性的物质，它可降低两组分间界面张力，增加相容性，其作用类似于胶体化学中的乳化剂以及高分子复合材料中的偶联剂。

第六节 通用型聚氯乙烯树脂在室温下增塑剂吸收量的测定

Determination of plasticizer absorption
for polyvinyl chloride resins of general
use at room temperature

GB/T 3400—93

代替 GB 3400—82

本标准参照采用国际标准 ISO 4608—1984《塑料——通用型聚氯乙烯树脂在室温下增塑剂吸收量的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了在室温下测定通用型聚氯乙烯树脂增塑剂吸收量的方法。

本标准适用于通用型聚氯乙烯树脂增塑剂吸收量的测定。

2 方法提要

将过量的邻苯二甲酸二辛酯加入规定量的树脂中,在规定的条件下将混合物离心分离,计算留在树脂中的增塑剂量。

3 材料

3.1 工业邻苯二甲酸二辛酯(DOP)(GB 11406)。

3.2 脱脂棉(医用级),或玻璃棉。

4 仪器

4.1 分析天平:感量 0.1mg。

4.2 滴定管。

4.3 离心机:离心机转子在水平面内转动,在实验条件下,管底部位测得的加速度为 $11\,000 \sim 13\,000 \text{ m/s}^2$ 。

4.4 离心管,其底部为圆锥形带有直径约为 0.8mm 孔的玻璃管,尺寸见图 16-1,或 2 号玻璃砂芯离心试管,尺寸见图 16-2。仲裁时采用图 16-1 所示离心管。

5 操作步骤

5.1 采用离心管:

5.1.1 于离心管中称取脱脂棉 0.098 ~ 0.102g,精确至 0.0001g,在 5.3、5.4 条所述条件下进行空白试验,测定脱脂棉吸收 DOP 的质量。

5.1.2 于离心管中称取脱脂棉 0.098 ~ 0.102g,精确至 0.0001g,并轻轻地向下推压,防止树脂流失,而后再在此管中称取样品 2.0 ~ 2.1g,精确至 0.0001g,用滴定管加入 4mL DOP,放置 10min。

5.2 采用砂芯离心试管,则于管中称取样品 1.0 ~ 1.1g,精确至 0.0001g,用滴定管加入 2mL DOP,放置 20min。

5.3 将离心管或砂芯离心试管装入套管中,然后把套管放入离心机转子的定位孔中,并注意管所放位置,要对称保持平衡。

5.4 开动离心机,使其样品底部位置的向心加速度为 $11\,000 \sim 13\,000 \text{ m/s}^2$,转动 60min。待离心机静止后,取出离心管,仔细擦去外壁上的 DOP 并称量,精确至 0.0001g。

5.5 当离心机转子中心到样品底部的距离为 12.0cm 时,转速 3 000r/min,所具有的加速度是合适的,对其他距离的离心机,向心加速度($a, \text{ m/s}^2$)按式(1)计算:

$$a = \frac{\pi^2 \cdot R \cdot n^2}{90\,000} \dots\dots\dots (1)$$

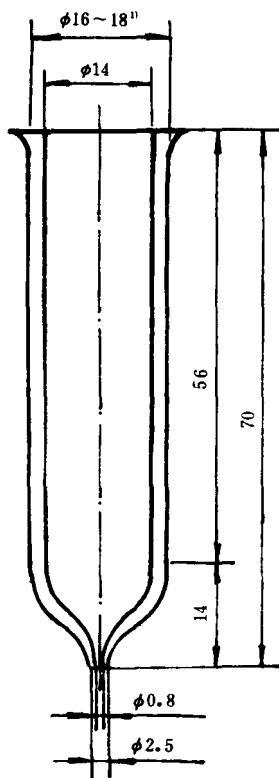


图 16-1 离心管

注：1) 直径大小与套管相吻合。

式中： R ——转子中心至样品底部的距离，cm；

n ——转子的转速，r/min。

6 结果的计算与表示

6.1 计算

6.1.1 采用离心管时，室温下每 100g 树脂所吸收增塑剂克数 (x_1)，按式 (2) 计算：

$$x_1 (\text{g}) = 100 \times \frac{m_3 - m_0 - m_2}{m_2 - m_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_0 ——脱脂棉吸收 DOP 的质量，g；

m_1 ——装有脱脂棉的离心管的质量，g；

m_2 ——装有脱脂棉和样品的离心管的质量，g；

m_3 ——离心后离心管与脱脂棉、样品、增塑剂的质量，g。

6.1.2 采用砂芯离心试管时，室温下每 100g 树脂所吸收增塑剂克数 (x_2) 按式 (3) 计算：

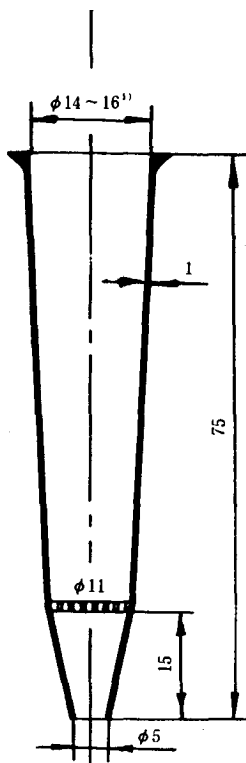


图 16-2 玻璃砂芯离心试管

注：1) 直径大小与套管相吻合。

$$x_2 (\text{g}) = 100 \times \frac{m_6 - m_5}{m_5 - m_4} \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_4 ——砂芯离心试管的质量，g；

m_5 ——装有样品的砂芯离心试管的质量，g；

m_6 ——离心后砂芯离心试管与样品、增塑剂的质量，g。

6.2 结果

取平行试验的两个测定值的算术平均值为报告结果。当测定值间的极差与平均值之比大于 5% 时，需重测。

7 测试报告

测试报告应包括如下项目：

- a. 采用本国家标准；
- b. 试验样品的完整标志；
- c. 室温下增塑剂吸收的量；
- d. 测试日期。

第七节 通用型聚氯乙烯树脂“鱼眼”测试方法

Determination method of “fish eyes” for polyvinyl
chloride resins of general use

GB/T 4611—93

代替 GB 4611—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以压延成膜法测定通用型聚氯乙烯树脂（PVC）“鱼眼”数的方法。
本标准适用于通用型聚氯乙烯树脂“鱼眼”数的测定。

2 方法提要

样品按规定配方和制片条件压延成膜，在检测箱上计数一定面积中的“鱼眼”数。

3 材料

3.1 邻苯二甲酸二辛酯（DOP）（GB 11406）；

3.2 硬脂酸钡（HG 2—1205）；

3.3 炭黑（GB 3778）（通过 0.149mm 筛孔）。

4 设备与仪器

4.1 二辊炼塑机， $\phi 160\text{mm} \times 320\text{mm}$ ，速比 1:1.35（辊筒转速 17.8r/min 和 24r/min），辊筒表面温度能控制在 $(140 \sim 165) \pm 2^\circ\text{C}$ 。

注：其他参数的炼塑机也可以使用，在报告中应注明规格，但仲裁时应采用符合本规定的设备。

4.2 弓型表面温度计，量程中有 $140 \sim 165^\circ\text{C}$ 范围，分度值 1°C ，精度不低于三级，使用前按附录 A 校准。

4.3 厚度计， $0 \sim 5\text{mm}$ ，分度值 0.01mm 。

4.4 秒表，精度 0.1s 。

4.5 搪瓷杯， 500mL 。

4.6 天平，感量 0.5g 和 0.1g 。

4.7 检测箱，见图 16—3。

4.8 20 倍放大镜。

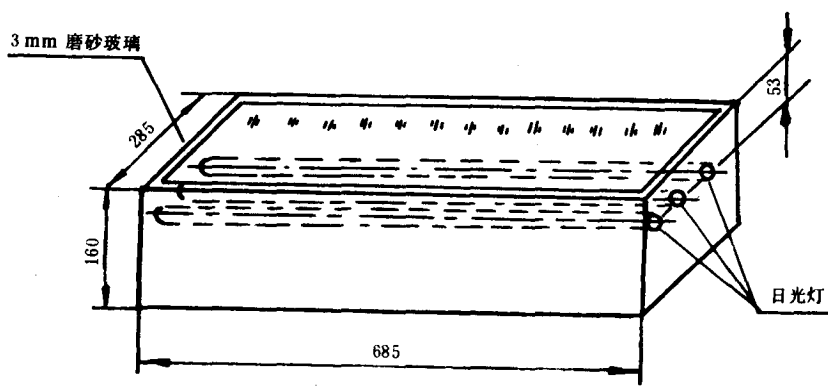


图 16-3

5 试片制备

5.1 配方

配方见表 16-3。

表 16-3

用 量	名称 粘 数 , mL/g	DOP			PVC	硬脂酸钡	炭 黑
		> 156	156 ~ 96	95 ~ 73			
配比（重量份数）		50	45	40	100	2.0	0.2
用量，g		25.0	22.5	20.0	50	1.0	0.1

5.2 制片条件

5.2.1 温度，各辊筒平均温度见表 16-4，且温差不大于 5℃。

表 16-4

粘数, mL/g	> 156	156 ~ 127	126 ~ 96	95 ~ 73
温度, °C	162 ± 2	156 ± 2	152 ± 2	148 ± 2

5.2.2 时间，6min ± 5s。

5.2.3 试片厚度，0.20 ± 0.02mm。

5.2.4 室温，不低于 20℃。

5.3 操作过程

5.3.1 按表 1 先称取 DOP 和各种助剂放在搪瓷杯中搅拌均匀，加 50g 树脂，再搅拌均匀。

5.3.2 将辊筒表面清擦干净并接通热源，加热至辊筒温度符合要求后，把辊筒调至试片厚度所需间隙，同时排风，辊筒表面风速不大于 0.5m/s。

5.3.3 开动炼塑机，将混合试样投入辊筒上，并计时。

注：若辊筒工作面是可调的，试样量可按工作面比例加入。但仲裁时仍按本条原规定进行。

5.3.4 使试样包在快辊上，不断切翻。待全部成片后，清除两端粘附粉末，并使试样在辊间分布均匀，呈滚动状态，防止有局部隆起。

5.3.5 在 1.5min 前，取样检查包辊两端试片厚度（检查样片不放回辊中，但最后试片总重不少于 65g，严防挡板漏料），并及时调整到要求厚度。

5.3.6 1.5min 后每 0.5min 切翻一次，料卷应贴辊筒转动，到 6min 时拉出试片。

6 “鱼眼”数的计数与结果表示

6.1 剪去试片两端不规矩部分，放在检测箱上，从中间部位划取 20cm × 20cm 一块，手持试片与毛玻璃板约成 30°角，对光源目视查数这块面积中的“鱼眼”数，对个别可疑的“鱼眼”用 20 倍放大镜鉴别。

注：“鱼眼”（fish eye）是在试片中存在的未得到充分塑化的树脂颗粒。

6.2 试验结果以 400cm² 中含“鱼眼”数表示，取平行试验的两个测定值的算术平均值，当大于 10 颗时，测定值与平均值的允许相对偏差应小于或等于 20%，如大于 20% 时需重新测定，若少于 10 颗时不计误差。

附 录 A

表面温度计的校正

（补充件）

A1.1 将金属模拟辊（见图 A1）放在电炉上加热，同时插入标准水银温度计，加热至 165℃时，切断电源。在降温时，按“表面温度计说明书”中的使用方法，对模拟辊表面（水银温度计水银球处）进行温度测量。分别同时读取表面温度计和标准水银温度计读数。

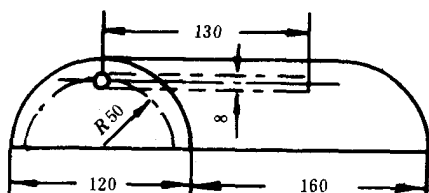


图 A1

A1.2 校正后的表面温度计读数按式（A1）表示：

$$t = t_1 + \Delta t \dots\dots\dots (A1)$$

式中：t——校正后表面温度计读数，℃；

t_1 ——表面温度计读数，℃；

Δt ——标准水银温度计读数减表面温度计读数,℃。

A1.3 表面温度计应使用半年校验一次。

第八节 悬浮法通用型聚氯乙烯树脂

Suspension polyvinyl chloride
resins of general purpose

GB/T 5761—93
代替 GB 5761—86

1 主题内容与适用范围

本标准规定了悬浮法通用型聚氯乙烯树脂的型号、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、贮存和运输等。

本标准适用于以悬浮法生产的通用型聚氯乙烯树脂。

2 引用标准

- GB 1.3 标准化工作导则 产品标准编写规定
- GB 2913 塑料白度试验方法
- GB 2914 聚氯乙烯树脂挥发物(包括水)测定方法
- GB 2915 聚氯乙烯树脂水萃取液电导率测定方法
- GB 2916 聚氯乙烯树脂干筛试验方法
- GB 2917 聚氯乙烯热稳定性测试方法 刚果红法和 PH 法
- GB 3400 通用型聚氯乙烯树脂在室温下增塑剂吸收量的测定
- GB 3401 聚氯乙烯树脂稀溶液粘数的测定
- GB 3402 氯乙烯均聚和共聚树脂命名
- GB 4611 通用型聚氯乙烯树脂“鱼眼”测试方法
- GB 4615 聚氯乙烯树脂中残留氯乙烯单体含量测定方法
- GB 6679 固体化工产品采样通则
- GB 9348 聚氯乙烯树脂的杂质与外来物粒子数的测定方法
- GB 9349 聚乙烯均聚物共聚物树脂及组合物热稳定性的测定 变色法

3 产品分类

悬浮法通用型聚氯乙烯树脂的产品型号由 GB 3402 中规定的产品名称、聚合方法和

```

graph LR
    A[PVC-SGn] --- B[粘数分类]
    A --- C[用途分类]
    A --- D[聚合方法]
    C --- E[产品名称]
  
```

表 16-5

分类号 n	1	2	3	4	5	6	7	8
粘数, mL/g	156 ~ 144	143 ~ 136	135 ~ 127	126 ~ 119	118 ~ 107	106 ~ 96	95 ~ 87	86 ~ 73

4.1 外观：白色粉末。

4.2 物化性能应符合表 16-6 要求。

表 16-6

序号	项 目	型 号	SG1			SG2			SG3			SG4			SG5			SG6			SG7			SG8		
			优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
1	粘度 mL/g (或 K 值) (或平均聚合度)		156 ~ 144 (77 ~ 75)			143 ~ 136 (74 ~ 73)			135 ~ 127 (72 ~ 71) [1350 ~ 1250]			126 ~ 119 (70 ~ 69) [1250 ~ 1150]			118 ~ 107 (68 ~ 66) [1100 ~ 1000]			106 ~ 96 (65 ~ 63) [950 ~ 850]			95 ~ 87 (62 ~ 60) [850 ~ 750]			86 ~ 73 (59 ~ 55) [750 ~ 650]		
2	杂质粒子数, 个 $\leq$		16	30	90	16	30	90	16	30	90	16	30	90	16	30	90	16	30	90	20	40	100	20	40	100
3	挥发物(包括水)含量, % $\leq$		0.30	0.40	0.50	0.30	0.40	0.50	0.30	0.40	0.50	0.30	0.40	0.50	0.40	0.40	0.50	0.40	0.40	0.50	0.40	0.40	0.50	0.40	0.40	0.50
4	表 观 密 度, g/mL $\geq$		0.45	0.42	0.40	0.45	0.42	0.40	0.45	0.42	0.40	0.45	0.42	0.40	0.45	0.42	0.40	0.48	0.45	0.40	0.48	0.45	0.40	0.48	0.45	0.40
5	筛余物 %	0.25mm 筛孔 $\leq$	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0	2.0	2.0	8.0
		0.063mm 筛孔 $\geq$	90	90	80	90	90	80	90	90	80	90	90	80	90	90	80	90	90	80	90	90	80	90	90	80
6	"鱼眼"数, 个/ 400cm^2 $\leq$		20	40	—	20	40	—	20	40	—	20	40	—	20	40	—	20	40	—	30	50	—	30	50	—
7	100g 树脂的增 塑剂吸收量, g $\geq$		27	25	—	27	25	—	26	25	—	23	22	—	20	19	—	18	16	—	16	14	—	14	14	—
8	白 度 (160℃, 10min 后), % $\geq$		74	—	—	74	—	—	74	—	—	74	—	—	74	—	—	74	—	—	70	—	—	70	—	—
9	水萃取液电导 率, S/m $\leq$		5×10^{-3}			5×10^{-3}			5×10^{-3}			—			—			—			—			—		

续表

序号	指标项目	型 号			SG1			SG2			SG3			SG4			SG5			SG6			SG7			SG8		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
10	残留氯乙烯含量, ppm ≤	8	10	—	8	10	—	8	10	—	8	10	—	8	10	—	8	10	—	8	10	—	8	10	—	8	10	—

注：①粘数、K 值和平均聚合度指标可任选其一。

②使用者若对热稳定性还有其他指标要求，可与生产厂协商确定，并根据指标选用 GB 2917（或 GB 9349、HG2—1278）进行测定。

5 试验方法

5.1 外观评定

目视观察。

5.2 粘数（或 K 值及聚合度）的测定

5.2.1 粘数的测定

按 GB 3401 进行。

5.2.2 K 值的测定

按 GB 3401 进行。其中 K 值按下式计算：

$$K = \frac{10^3 \times \left[\left(1.5 \lg t_s / t_0 - 1 \right) + \sqrt{1 + \left(3 + 300 / c_1 + 2.25 \lg t_s / t_0 \right) \cdot \lg t_s / t_0} \right]}{150 + 3 c_1}$$

式中：t_s——溶液三次流经时间的算术平均值，s；

t₀——溶剂三次流经时间的算术平均值，s；

c₁——溶液的浓度，g/100mL。

试验结果取平行测定两个结果的算术平均值，修约至整数。

5.2.3 平均聚合度的测定

按附录 A 进行。

5.3 表观密度的测定

按 GB 3402 附录 A 进行。

5.4 增塑剂吸收量的测定

按 GB 3400 进行。

5.5 挥发物（包括水）含量的测定

按 GB 2914 进行。其中在 110 ± 2℃烘箱中加热的时间为 1h，并按 1h 的失重量计算结果。

5.6 筛余物的测定

按 GB 2916 进行。

5.7 “鱼眼”数的测定

按 GB 4611 进行。

5.8 水萃取液电导率的测定

按 GB 2915 进行。

5.9 杂质粒子数的测定

按 GB 9348 进行。

5.10 残留氯乙烯含量的测定

按 GB 4615 进行。

5.11 白度（160℃，10min）的测定

按附录 B 进行。

6 检验规则

6.1 组批

以单釜所得产品或同聚合条件的数釜产品经混合均匀为一批。

6.2 采样

6.2.1 从批量总袋数中按下述规定的采样单元数进行随机采样。当总袋数小于 500 时，按表 16-7 确定；大于 500 时，以公式 $(n) = 3 \times \sqrt[3]{N}$ （N 为总袋数）确定，如遇小数进为整数。

表 16-7

总袋数	采样袋数	总袋数	采样袋数
1 ~ 10	全部	182 ~ 216	18
11 ~ 49	11	217 ~ 254	19
50 ~ 64	12	255 ~ 296	20
65 ~ 81	13	297 ~ 343	21
82 ~ 101	14	344 ~ 394	22
102 ~ 123	15	395 ~ 450	23
124 ~ 151	16	451 ~ 512	24
152 ~ 181	17		

6.2.2 采样时，用采样探子（GB 6679 附录 A 和附录 C 或相似探子）自袋的中心垂直插入深度的 3/4 处，采取均匀样品或用连续自动采样器在包装线按采样单元数确定的间隔自动采样。

6.2.3 采样量不少于 2kg，混均后分装于两个洁净干燥的磨口玻璃瓶（或三层塑料袋）中封严，并标明型号、批号和采样时间，一份供检测，一份保存三个月备查。

6.3 出厂检验

6.3.1 产品出厂前应由生产厂技术检验部门进行质量检验，并保证每批出厂产品符合本标准的规定，附有质量检验报告单，其内容包括生产厂名称、产品名称、型号、批号、批量、质量指标、等级、生产日期，并盖出厂检验章和检验人员章。

6.3.2 技术要求中的粘数、表观密度、挥发物含量、0.25mm 筛余物、杂质粒子数、“鱼眼”数、残留氯乙烯含量等项指标为每批必检项目。增塑剂吸收量、0.063mm 筛余物、白度（160℃、10min）和水萃取液电导率为型式检验项目中的抽检项目，在连续正常生产时应保证达到本标准规定指标，每季度抽检一次，当抽检不达标时应每批都检，直至连续五批检验结果都符合标准规定后，方可按正常抽检。型式检验按 GB 1.3 中 6.6.1 条规定进行。

6.3.3 检验结果中如有一项不符合本标准的技术要求时，应自同批产品中以双倍采样单元数采样复检，以复检结果确定。如仍不符合本标准的技术要求，即为不合格品。

6.4 用户验收

使用单位有权按本标准规定对收到的产品进行验收，如发现产品有不符合本标准规定时，自出厂日起，三个月内向生产厂提出处理意见，若有争议应由质量监督检验机构进行仲裁检验。

因贮运管理不当影响产品质量，则应由贮运单位负责。

7 标志、包装、贮存和运输

7.1 标志

包装袋上应标明商标、产品名称、产品标准号、净重、型号、等级和生产厂名称。

7.2 包装

本产品用内衬大于 0.1mm 厚塑料薄膜袋的四层“牛皮”纸袋、聚丙烯编织袋或“牛皮”纸与聚丙烯编织物复合袋包装。封口应保证产品在正常贮运中不被污染、不泄漏。每袋净重 $250 \pm 0.2\text{kg}$ 。

7.3 贮存

产品应存放在干燥通风的仓库内，以批为单位分开存放，不得露天堆放，防止日晒和受潮。

7.4 运输

运输时必须用洁净有篷的运输工具，防止雨淋。

本产品为非危险品。

A2.5 分析天平, 感量 0.1mg。

A2.6 秒表，刻度 0.1s。

A3 操作步骤

A3.1 测试溶液的制备

A3.1.1 称取 $200 \pm 0.1\text{mg}$ 干燥并冷却的聚氯乙烯试样，准确地放入一个 50mL 带玻璃塞的容量瓶内。

A3.1.2 加入约 40mL 的硝基苯，并在保持 $100 \pm 2^\circ\text{C}$ 的甘油浴中加热，间断摇动使试样完全溶解。

A3.1.3 取出容量瓶冷却至室温，再在 $30 \pm 0.05^\circ\text{C}$ 恒温水浴中放置 20min 后，用同样温度的硝基苯稀释至刻度，用干燥滤纸过滤后，作为测试溶液。

A3.2 测试

A3.2.1 将测试溶液放入粘度计球 A，直到溶液的液面处于刻在球 A 上的两条刻度线之间，以便使溶液在球的两刻度之间成为水平。

A3.2.2 再将粘度计垂直浸入恒温水浴内，维持温度 $30 \pm 0.05^\circ\text{C}$ ，保持球 C 在水平面以下。

A3.2.3 把粘度计管 2 和管 3 接上乳胶管。当测试的溶液达到 $30 \pm 0.05^\circ\text{C}$ 时，关闭管 3 的橡胶管，通过附在管 2 上的橡胶管吸取溶液注入球 B 至上刻度之后，打开管 2 和管 3 口。

A3.2.4 立刻用秒表测量液面从上刻度降至下刻度所需要的时间，精确至 0.1s。

A3.2.5 重复进行测试并取其平均值。

A3.2.6 用无样品的硝基苯进行相同的操作进行校正。

A4 计算

A4.1 增比粘度 η_{sp}

按式 (A1) 计算：

$$\eta_{\text{sp}} = \frac{t_1}{t_2} - 1 \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中： t_1 ——无样品硝基苯流出时间，s；

t_2 ——测试溶液流出时间，s。

A4.2 特性粘度 $[\eta]$

按式 (A2) 计算：

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2}}{c} \cdot \sqrt{\eta_{\text{sp}} - \ln \eta_r} \dots\dots\dots (\text{A2})$$

式中 η_r ——相对粘度 (t_2/t_1)；

η_{sp} ——增比粘度；

c ——溶液浓度，g/L。

A4.3 平均聚合度 $\bar{P}$

按式 (A3) 计算：

$$\overline{P} = 500 \left[\text{antilg} \frac{[\eta]}{0.168} - 1 \right] \dots\dots\dots (A3)$$

式中：[η] ——特性粘度。

附 录 B

白度 (160℃，10min) 试验方法
(补充件)

B1 仪器

- B1.1 热老化试验箱，带转动盘和鼓风，箱内温度均匀，能控制在 160 ± 2℃。
- B1.2 称量瓶，φ75mm × 35mm。
- B1.3 托盘天平，感量 0.5g。

B2 试验步骤

- B2.1 称取 9.5 ~ 10.5g 树脂样品，均匀地铺在称量瓶中，然后在试验箱外把装有样品的称量瓶先放在转盘上，用夹子固定之。
- B2.2 将试验箱升温并调控在 160 ± 2℃，把转盘迅速地安放在试验箱中，使样品瓶的上平面距温度计 1cm，立即关门计时，使转盘转动，这时试验箱的温度不低于 155℃。并继续升温至 160 ± 2℃。
- B2.3 10min ± 5s 时关闭试验箱电源，取出转盘，用样品勺把结块样品压碎并混合均匀。
- B2.4 按 GB 2913 中规定的粉末样品白度试验方法进行白度测定。
- B2.5 取平行试验两个测定值的算术平均值为结果。若相对偏差大于 1%时，需重测。
- B2.6 取、放转盘时，手臂应带好防护用具，免得烫伤。

第九节 聚氯乙烯增塑糊刮板细度的测定

Polyvinyl chloride plastols – Determination
of fineness of grind

GB/T 12004.5—02

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用刮板细度计测定聚氯乙烯增塑糊中粗粒粒径的方法。

本标准适用于聚氯乙烯增塑糊粗粒粒径的测定。

2 方法提要

把聚氯乙烯增塑糊试样放在测定器上，通过刮刀移动出现的刮痕，检测增塑糊中的粗粒。

3 仪器

刮板细度计。

3.1 测定器：约长 175mm、宽 50mm、厚 12mm。

平板测定器由工具合金钢（牌号 Cr12）制成，板上有一与金属板的长边平行的沟槽，长 $155 \pm 0.5\text{mm}$ 、宽 $12 \pm 0.2\text{mm}$ 在 150mm 长度内刻有 $0 \sim 150\mu\text{m}$ （沟槽倾斜度 1:1 000） $0 \sim 100\mu\text{m}$ （沟槽倾斜度 1:1 500）的表示槽深的等分刻度线。刮板细度计的正面槽底及反面平直度允许差 $0.003\text{mm}/\text{全长}$ ，正面粗糙度应为 $\sqrt{0.2}$ ，分度值误差为 $\pm 0.001\text{mm}$ （见图 16-4）。

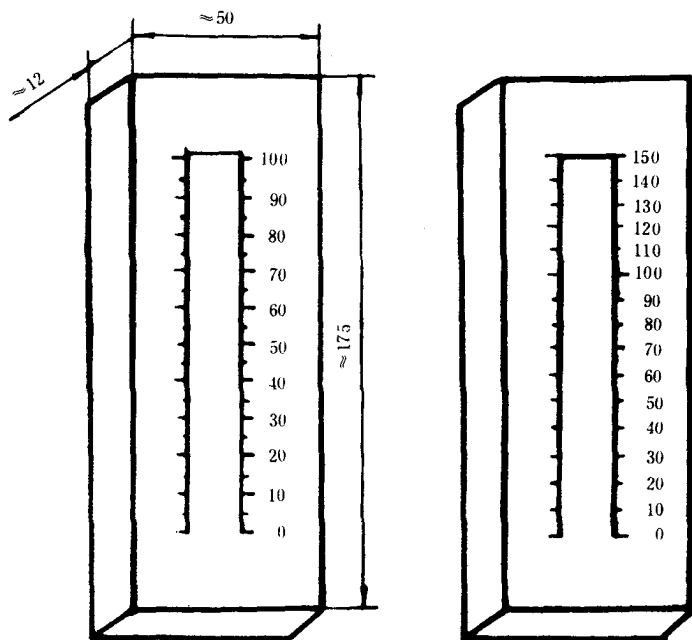


图 16-4 测定器

刮板细度测定的精度取决于使用的测定器，因此，将测定器的测定范围及刻度列于表 16-8。

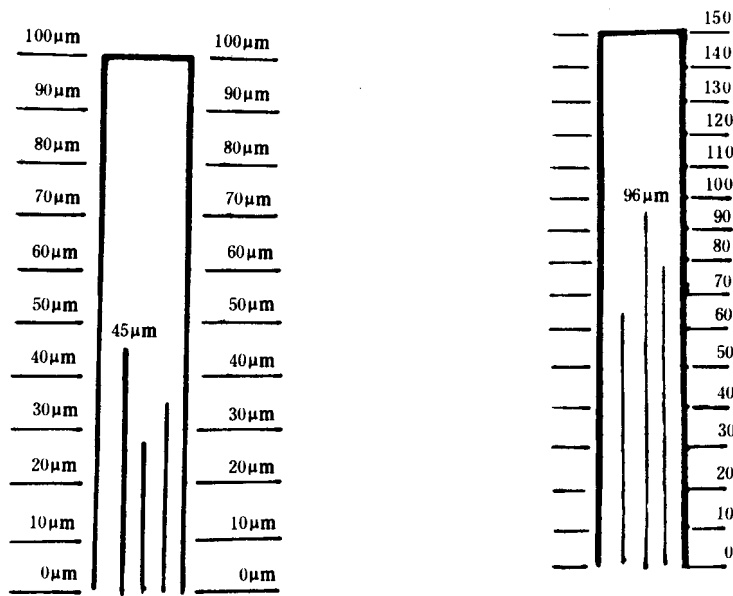


图 16-6 测定的读数

- c. 测定结果， μm ；
- d. 测定日期，测定人姓名。

第十节 聚丙烯酰胺分子量测定——粘度法

Determination for molecular weight
of polyacrylamide by viscometry

GB/T 12005.10—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用粘度法测定聚丙烯酰胺的分子量。

本标准适用于粉状或胶状非离子型聚丙烯酰胺分子量的测定和粉状或胶状阴离子型聚丙烯酰胺表观分子量的测定。

本标准不适用于含有添加剂的聚丙烯酰胺分子量的测定。对这类样品，在除去添加剂后可使用本标准。

2 引用标准

GB 12005.1 聚丙烯酰胺特性粘数的测定方法

3 方法原理

高聚物的分子量 (M) 与特性粘数 $[\eta]$ 有式 (1) 关系 :

$$[\eta] = KM^\alpha \dots\dots\dots (1)$$

式中 : K 、 α ——经验常数。

4 测定方法

按 GB 12005.1 规定。

5 结果的计算和表示

分子量按式 (2) 计算 :

$$M = 802 [\eta]^{1.25} \dots\dots\dots (2)$$

或

$$[\eta] = 4.75 \times 10^{-3} M^{0.80} \dots\dots\dots (3)$$

式中 : M ——分子量 ;

$[\eta]$ ——特性粘数 , mL/g。

6 试验报告

试验报告包括下列内容 :

- a. 注明按本国家标准 ;
- b. 样品名称、型号、规格、批号、生产日期和生产厂 ;
- c. 试验结果 ;
- d. 试验人员和试验日期。

第十一节 氯乙烯均聚物和共聚物树脂——水中筛析方法

Test method of vinyl chloride homopolymer and
copolymer resins—Sieve analysis in water

GB/T 13453.1—92

本标准等效采用国际标准 ISO 1624—1978 《塑料——氯乙烯均聚物和共聚物树脂水中筛析》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以水筛析测定氯乙烯均聚物和共聚物树脂粒度的方法。

本标准适用于氯乙烯均聚物和共聚物树脂，特别适用于乳液及微悬浮法聚氯乙烯树脂的粒度测定。

2 原理

用标准孔筛在水流下进行过筛。

3 试剂

润湿剂：1%的十二烷基硫酸钠溶液。

4 仪器设备

4.1 试验筛（GB 6003）：具有筛孔 0.063mm 和 0.250mm 或其他筛孔的筛子。

4.2 天平：感量 0.1g 或 0.01g，范围能满足称量的需要。

4.3 烘箱：能控制在 $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 喷水装置：为一个或几个筛子而设计（见图 16-7），其技术性能必须满足如下要求：

a. 喷淋所用的水必须经过滤，过滤用之筛网的孔径要小于树脂控制筛分最小的粒径；

b. 喷淋的水能将筛子的筛孔和内壁彻底喷淋；

c. 为了搅动筛面上的树脂，喷射孔应倾斜于筛网一定角度；

d. 为了防止树脂形成流道，水流射出的方向以相互交叉为佳；

e. 喷洒的水要立即通过筛网，并在树脂过筛过程中不发生聚集的水。

4.5 砂芯漏斗：直径 40mm，孔径为 $20 \sim 40\mu\text{m}$ 。

5 操作过程

5.1 试样准备，称取 25g 实验室样品，准确至 0.1g，放于 400mL 烧杯中，逐渐加入适量润湿剂，用玻璃棒搅拌成均匀的糊。取蒸馏水 100mL，分两次加入树脂糊中，并仔细地混合成悬浮液。把它倒入上层筛上之前，树脂不应再聚集或结块。

5.2 把准备使用的筛子（见 5.5.2 条）放在喷水装置上。如果使用两层重叠筛子，则筛子按从顶到底，筛孔尺寸依次减小排列。开动喷水系统，充分地把网眼润湿。

5.3 把制备的试样一次或几次倒入上层筛中，并认真地把烧杯冲洗几次，每次洗液亦倒入上层筛中。

5.4 开动喷水系统，加大水速，水的流速以避免溢出或溅出为标准，喷淋至无树脂颗粒筛下为止。把筛子取下，将粘在筛子下边的少量粒子冲洗到它下面的筛子中。

5.5 干燥和称量：

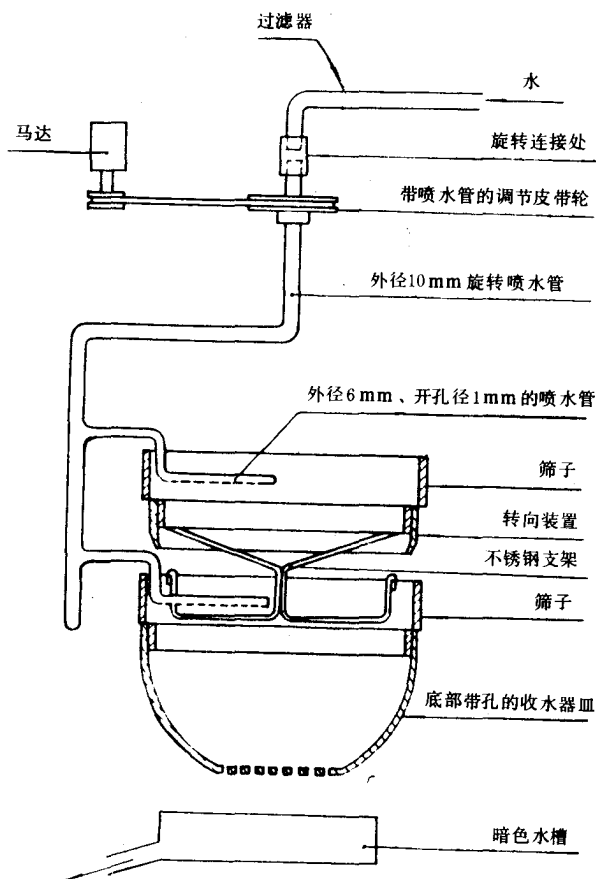


图 16-7 复合筛喷水装置简图

5.5.1 在砂芯漏斗上干燥 洗净的过滤漏斗于 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 1h，并在干燥器中冷却后称量，精确至 0.1g；

把每个筛子上的筛余物用水仔细地冲洗于配有真空过滤瓶的漏斗中，将漏斗放在 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中干燥，并在干燥器中冷却后称量，精确至 0.1g，直至恒重。

5.5.2 在筛子上干燥

将洗净的筛子在 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥 1h，并在干燥器中冷却后称量，精确至 0.1g。经筛析后，把带有筛余物的每个筛子放在 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中干燥，取出放在干燥器中冷却后称量，准确至 0.1g，直至恒重。

注：以上干燥方法任选其一。若直接在筛子上干燥，要求筛子能耐反复加热和冷却。例如：采用全部不锈钢制作的筛子。

5.5.3 对筛余物的称量有更高精密度要求时，可选用感量 0.01g 的天平。

6 结果的计算与表示

6.1 筛余物百分率的计算

6.1.1 如果采用两个重叠筛操作，筛余物的百分率按式（1）、式（2）计算：

$$w_1 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$w_2 = \frac{m_1 + m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： w_1 ——0.250mm 筛上筛余物百分率，%；

w_2 ——0.063mm 筛上筛余物百分率，%；

m_1 ——0.250mm 筛上筛余物的质量，g；

m_2 ——0.063mm 筛上筛余物的质量，g；

m ——试样的质量，g。

6.1.2 如果两个筛子采用分别的操作过程，筛余物的百分率按式（3）计算：

$$w = \frac{m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_0 ——筛余物的质量，g；

m ——试样的质量，g。

6.2 误差

每个试样的测定都应进行平行样试验，满足如下条件方能作为结果：

- a. 筛余物大于或等于 5% 时，两次测定值的绝对偏差小于或等于 2%。
- b. 筛余物小于 5% 时，两次测定值的绝对偏差应小于或等于 1%。

6.3 报告结果的表示

- a. 筛余物大于或等于 5% 时，百分率的结果修约到整数，即无小数。
- b. 对筛余物小于 5% 的，百分率结果修约到一位小数。

注：若选用感量 0.01g 的天平，其结果的修约应分别为第一位小数和第二位小数。

- c. 以平行试验的两个结果的算术平均值作为报告结果。

7 试验报告

试验报告应包括如下项目：

- a. 采用本国家标准；
- b. 试验产品的完整标志；
- c. 试验结果。

第十二节 聚氯乙烯树脂甲醇或乙醇萃取物含量的测定方法

Determination for the content of methanol or ethanol extract of polyvinyl chloride resins

GB/T 13453.2—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用索格利特萃取器测定聚氯乙烯树脂的甲醇或乙醇萃取物含量的方法。

本标准适用于聚氯乙烯树脂的甲醇或乙醇萃取物含量的测定。

2 方法提要

将聚氯乙烯树脂试样置于索格利特萃取器中，经甲醇或乙醇萃取后蒸出萃取液中的萃取剂，再干燥至恒重，计算萃取物的百分含量。

3 试剂

3.1 乙醇（GB 678）；

3.2 甲醇（GB 683）。

4 仪器

4.1 索格利特萃取器：容量 100mL，并具 250mL 单颈平底烧瓶。

4.2 萃取筒：33mm×94mm 的不使试样流失的滤纸筒或底部带孔的玻璃筒。

4.3 分析天平：感量 1mg。

4.4 烘箱：能控制恒温 $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 烧瓶电热炉：配有控制加热速度的调压器。

5 测定步骤

5.1 在萃取筒中称取试样约 12g，精确至 0.001g，用脱脂棉（或玻璃棉）的团塞盖好，置于萃取器中。

5.2 在清洗过的烧瓶中加两粒洁净的碎瓷片，经干燥后称重，精确至 0.001g，加甲醇（或乙醇）200mL，并与萃取器连接后置于电热炉上加热。

5.3 萃取器的回流冷凝器中有萃取剂，回滴时开始记时，至 $6\text{h} \pm 10\text{min}$ （或另有商定）。

5.4 控制萃取速度为萃取器中收集的萃取剂循环排出至少每小时六次。

5.5 萃取结束后把萃取器中存留的萃取液全部倾入烧瓶中并与蒸馏装置连接进行蒸馏，至绝大部分萃取剂蒸出。

注：萃取和蒸馏时仪器的接口处不涂润滑剂。

5.6 烧瓶的外表面用滤纸轻擦干净，置于 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 的烘箱中干燥 2h，放入干燥器中冷至室温称量，再烘约 30min 至恒重（连续两次称量允许差 $\pm 0.001\text{g}$ ）。

5.7 按相同操作进行一次不加试样的空白试验。

6 结果的计算与表示

6.1 甲醇或乙醇萃取物百分含量（ w ）按下式计算：

$$w = \frac{m - m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

式中： m ——烧瓶、瓷片和萃取物的质量，g；

m_1 ——烧瓶和瓷片的质量，g；

m_2 ——空白试验中烧瓶和瓷片增加的质量，g；

m_0 ——试样的质量，g。

6.2 试验结果以平行测定的两个结果算术平均值表示。如果单个测定值与平均值间的差大于 0.1% 时，需重新测定。

7 试验报告

7.1 试验报告应包括如下内容：

7.1.1 试验样品的完整标志；

7.1.2 萃取物的百分含量（平均值和范围）；

7.1.3 萃取时间和速度。

第十三节 聚氯乙烯灰分和硫酸化灰分的测定

Determination of ash and sulphated ash of PVC

GB/T 13453.3—92

本标准等效采用国际标准 ISO 3451.5—1989《塑料——灰分测定——第 5 部分：聚氯乙烯》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了聚氯乙烯灰分测定的两个方法：A 法测灰分，B 法测硫酸化灰分。

本标准适用于聚氯乙烯树脂、组合物及制品。

2 方法提要

A 法：试样经燃烧后，残留物在 850℃ 下灼烧至恒重。

B 法：试样经燃烧后，加硫酸把残留物转变成硫酸盐，再在 850℃ 下灼烧至恒重。

3 试剂（仅用 B 法）

硫酸（GB 625）。

4 仪器

4.1 坩埚：60 ~ 100mL 的瓷或铂高型坩埚。

4.2 本生灯或合适的加热器。如：附调压器和保温罩（上面带孔，能放入坩埚并使坩埚露出 1/4）的电炉。

4.3 坩埚钳。

4.4 箱式电阻炉：恒温 $850 \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

4.5 分析天平：感量 0.0001g。

4.6 滴液管。

4.7 干燥器：装与灰分不发生反应的干燥剂，如变色硅胶等。

5 测试步骤

5.1 A 法

5.1.1 坩埚在 $850 \pm 50^{\circ}\text{C}$ 电阻炉（4.4）中灼烧 30min，取出后于空气中冷却 2min，放干燥器中冷至室温，至少 1h，并称重（准至 0.0001g）。

5.1.2 在坩埚中加入约 5g 试样（准至 0.001g），放在加热器（4.2）上加热，使试样缓慢燃烧，防止溅出，并持续至坩埚中剩有少量残留物，无烟放出。

5.1.3 坩埚置于 $850 \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的电阻炉入口处，然后逐渐地推入炉中，在 $850 \pm 50^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至灰化完全，约 30min。

5.1.4 取出坩埚置于空气中冷却 2min，再放在干燥器中冷至室温，至少 1h，并称重（准至 0.0001g）。

5.1.5 在相同条件下再灼烧 30min，直至恒重（相继两次之差不大于 0.0005g），但在炉中累计加热不应超过 3h，如 3h 内仍未恒重，3h 时称重的量用于计算试验结果。

5.2 B 法

5.2.1 同 5.1.1 和 5.1.2。

5.2.2 坩埚冷却后，滴加硫酸浸没残留物，放在加热器（4.2）上小心地加热，防止溅

出，至无烟放出。

5.2.3 如果坩埚冷却后还有明显的炭存在，再加 1~5 滴硫酸并加热至无白烟放出。

5.2.4 坩埚置于 $850 \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的电阻炉入口处，并按 5.1.3、5.1.4 和 5.1.5 规定进行。

6 结果的计算与表示

6.1 灰分或硫酸化灰分含量（以每 100g 试样中灰分的质量计）按下式计算：

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中： m_0 ——试样的质量，g；

m_1 ——灰分的质量，g。

6.2 试验结果以平行测定的两个结果算术平均值表示，修约至两位小数。如果两个测定值间的差大于平均值的 10%，需重测，直至符合要求。如果两个测定值都小于 0.10g，它们间的差无论多少都不重测。

7 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- a. 注明采用本标准并说明使用方法；
- b. 试样的完整标志；
- c. 按第 6 章表示的结果（平均值及测定值）。

第十四节 聚酰胺熔点的测定方法

HG/T 2235—91

本标准等同采用国际标准 ISO 1218—75《塑料——聚酰胺——熔点的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定聚酰胺熔点的两种方法。

熔点是一个带有随意性的测得的温度，事实上它具有一个温度范围。对于一个均聚物而言，这一范围只有几度。熔点的测定对于聚酰胺均聚物的表征是有用的，而对于共聚物而言用处较少，因共聚物熔融范围可能相当宽。

本标准所叙述的两种方法，其任一试验结果都很接近，且两种方法测定的结果也极其一致。不同于这两种方法的其他方法，可能给出差别很大的结果。

2 A 法 毛细管加热室法

2.1 原理

将装有聚酰胺试样的毛细管插入加热室内，观测聚酰胺试样状态变化时的温度。

2.2 材料

标准物

2.2.1 铋：分析纯，熔点为 271.3°C 。

2.2.2 锡：分析纯，熔点为 231.9°C 。

2.2.3 已知熔点的适当的纯化合物。

2.3 仪器

2.3.1 熔点仪：由下列几项组成（见图 16-8）

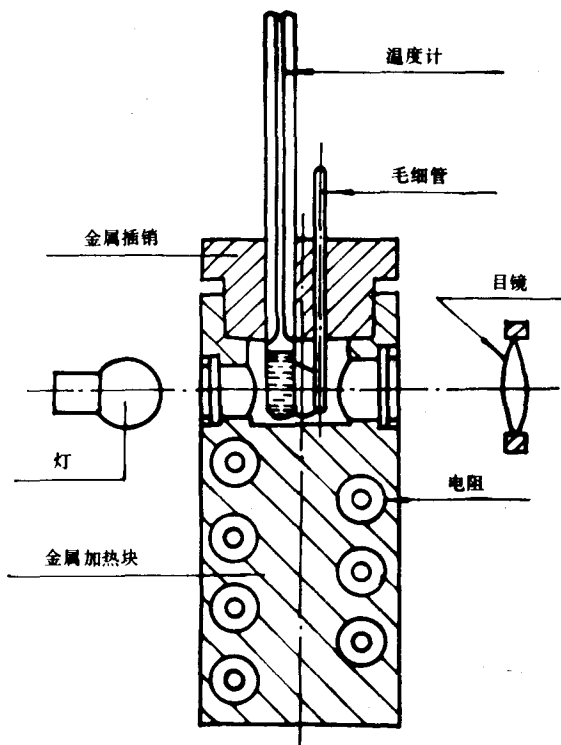


图 16-8 毛细管熔点仪 (A 法)

a. 圆柱形金属块，其上部是中空的，形成一个加热室；

b. 带有两个或几个孔的金属塞，使温度计和一个或几个毛细管能插入金属块 (a) 中；

c. 金属块 (a) 的加热系统，例如可由安装在金属块内的电阻元件组成；

d. 变阻器，如果使用电加热的方式，通过它来调节输入功率；

e. 在加热室侧壁有四个耐热玻璃窗，它们彼此成直角排列。其中一个的前面，装配一个用于观察毛细管的目镜，其余三个窗口通过灯光照明加热室内的物品。

2.3.2 耐热玻璃毛细管，一端封闭，最大外径为 2mm。

2.3.3 精密温度计，刻度为 20 ~ 300℃，间隔为 1℃。

2.4 试样

2.4.1 用刀片从聚酰胺树脂样品上取一个长约 5mm 的薄片，将它放入毛细管中。

2.4.2 一种聚酰胺样品，用两个试样即可。

2.5 试验步骤

2.5.1 在第一次使用熔点仪以前，以及每次更换温度计时，要按照 2.5.2 至 2.5.7 条校准仪器。不要使用聚酰胺试样校准，要使用一个或几个适当的标准物，其熔点要接近或包含被测样品的熔点范围。

2.5.2 将温度计插入熔点仪中。

2.5.3 将装有试样的毛细管插入熔点仪并用最大功率加热。

2.5.4 当温度升到约低于预期熔点 10℃ 时，调节变阻器，使升温速度降为每分钟 $2 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

2.5.5 打开熔点仪照明灯。

2.5.6 观察试样并记录试样熔融温度，试样锐边消失的温度即为“熔点”。

2.5.7 使用第二个试样重复上述操作。如果两次测定差大于 5℃，则结果无效并另取两个试样进行试验。

2.6 结果的表示

2.6.1 按 2.5.6 测得的两个试样温度的算术平均值作为熔点。

2.6.2 校准时（用锡和铋或已知熔点的其他标准物），如测得值与该标准物的理论熔点之差超过 1℃，则要对聚酰胺试样测得的温度用上述差值进行修正。

注：因为聚酰胺“熔点”是一种实验温度，一般测定精度足可达到 0.5℃，如测定值间差别不大，不必进行修正。然而，如果标准物的实测值和理论值之差超过 5℃ 时，需要对熔点仪进一步校正。

2.7 试验报告

试验报告应包括以下几点：

- 样品的标识：即类型、来源、批号、商品名以及其他必要的资料；
- 注明按照本标准 A 法；
- “熔点”根据 2.6 表示；
- 观察到的可能已经影响结果的任何情况；
- 试验日期；
- 试验人员。

3 B 法 加热块法

3.1 原理

观测放在热台和由聚酰胺试样支撑的盖玻片之间的硅油弯液面发生位移时的温度。

3.2 材料

3.2.1 标准物

3.2.2 铋：分析纯，熔点为 271.3°C 。

3.2.3 锡：分析纯，熔点为 231.9°C 。

3.2.4 已知熔点的适当的纯化合物。

3.2.5 硅油（例如适当的甲基苯基硅油）。

3.3 仪器

3.3.1 熔点仪：由下列几项组成（见图 16-9）：

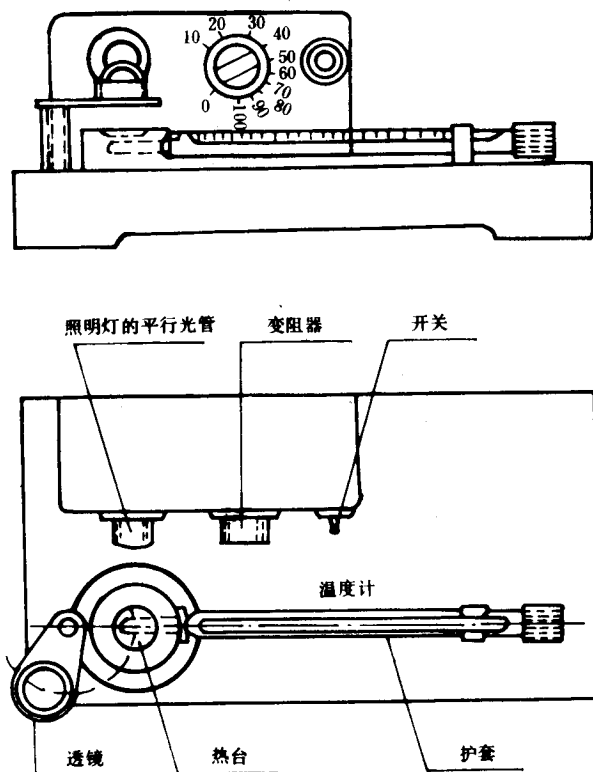


图 16-9 加热块熔点仪（B 法）

注：其他相应的加热块熔点仪均可采用。

- a. 铝块，有一个水平台 and 水平圆孔，使温度计紧配在水平圆孔中，至使温度计球紧贴热台。
- b. 在铝块（a）中的电加热系统；
- c. 调节输入功率的变阻器；
- d. 放大倍数为 $3\times$ 至 $5\times$ 的透镜；
- e. 有准直管的照明灯；

f. 为了减少热损失,对某些仪器可附加一个透明玻璃罩。

3.3.2 精密温度计:刻度为 $20 \sim 300^{\circ}\text{C}$, 间隔为 1°C 。

3.3.3 银绒或其他金属绒。

3.3.4 圆形盖玻片:直径约 18mm 。

3.3.5 切片器或任何其他能切制薄片的工具,如刀片。

3.3.6 筛子:筛孔为 $800\mu\text{m}$ 。

3.3.7 筛子:筛孔为 $630\mu\text{m}$ 。

3.3.8 冲压器:能切下直径约为 1.6mm 的圆片(见图 16-10)。

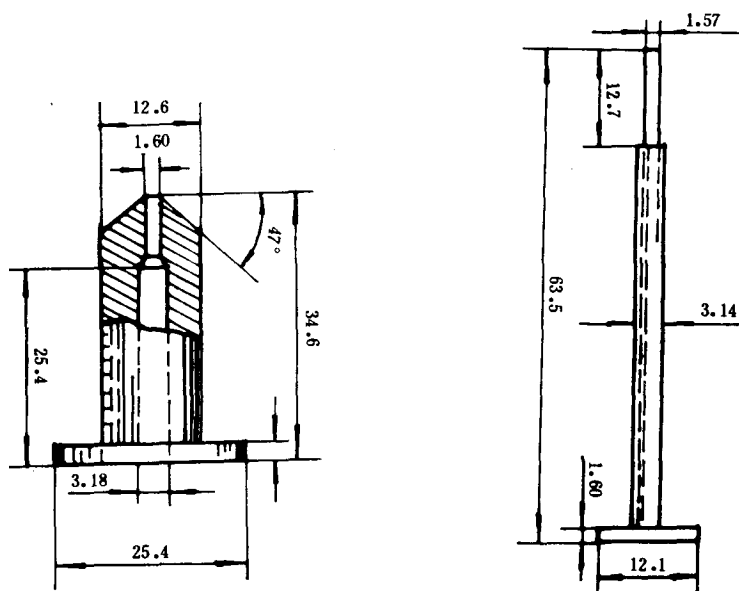


图 16-10 切片用冲压器

3.3.9 弯的手术针

3.4 试样

3.4.1 在试验条件下聚酰胺粒子大小显著地影响试验结果,因此需要使用尺寸大致相同的试样。

3.4.2 如聚酰胺样品为粉末状,用筛子筛取 $630 \sim 800\mu\text{m}$ 的粒子作为试样。

3.4.3 如聚酰胺样品不是粉末状,用切片器切制厚度约为 0.1mm 的薄片,然后用冲压器从这一切片中冲出若干直径约 1.6mm 的圆片,再用刀片将每一个圆片分成四等份,使用其中一个小片作为试样。

3.4.4 一种聚酰胺样品,用两个试样即可。

3.5 试验步骤

3.5.1 在第一次使用熔点仪以前,以及每次更换温度计时,要按照 3.5.2 至 3.5.10 的

步骤来校准熔点仪。不要使用聚酰胺试样校准，要使用一个或几个适当的标准物，其熔点要接近或包含被测样品的熔点范围。当使用金属标准物时，务必在金属粒和加热台之间放一个盖玻片。对聚酰胺试样，则用或不用这种盖玻片所得到的熔融温度事实上都是一样的。

对于每个标准物测定一次。

3.5.2 插入温度计：用银绒填满温度计球和铝块孔壁之间的所有空隙。

3.5.3 在铝块加热台（3.3.1a）上或在加热台上的盖玻片上放三滴硅油。

3.5.4 将试样放在硅油内。

3.5.5 将盖玻片放到试样上，使它被试样支撑并且保持一个稍微倾斜的位置（见图 16-11）。硅油不能与整个盖玻片表面接触，在试样稍前处必须形成一个弯液面。

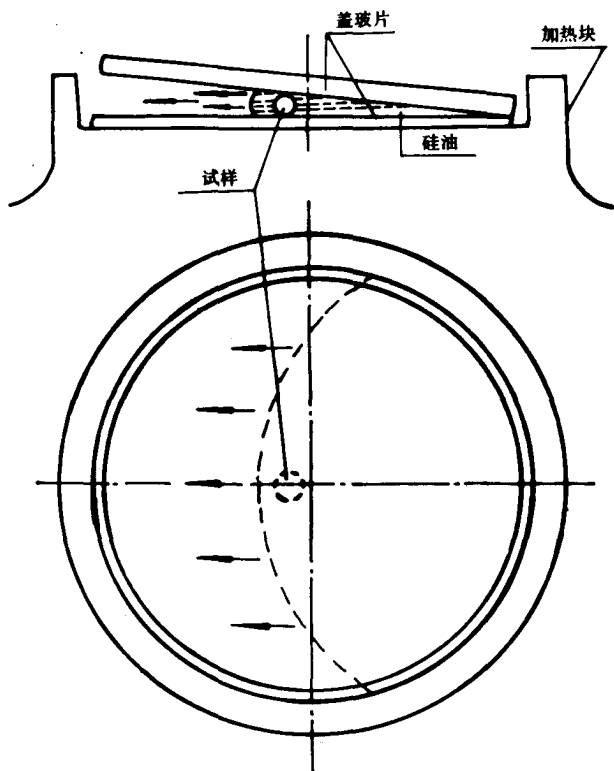


图 16-11 试样在加热块熔点仪上的配置（B 法）

注：需用附加玻璃罩（3.3.1f），将其盖上。

3.5.6 调节变阻器，加热铝块，使温度迅速上升。

3.5.7 当温度达到比预期熔点低约 20°C 时，调节变阻器，将温度上升速度降低到每分钟为 $2 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

3.5.8 打开熔点仪照明灯。

3.5.9 因在熔融温度下，试样不再能支撑盖玻片，硅油的弯液面开始横过盖玻片移动。

注：当接近熔点时，可采用一种灵活的办法，如用弯的手术针（3.3.9），每间隔 1℃ 轻微地压盖玻片，同时通过透镜连续观测弯液面开始横过盖玻片移动时的温度。

3.5.10 读出弯液面开始移动时的温度，精确到 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

3.5.11 使用第二个试样重复上述操作。如果两次测定差大于 5°C ，则结果无效并另取两个试样进行试验。

3.6 结果的表示

3.6.1 按 3.5.10 测得的两个试样温度的算术平均值作为熔点。

3.6.2 校准时（用锡和铋或已知熔点的其他标准物），如测得值与该标准物的理论熔点之差超过 1°C ，则要对聚酰胺试样测得的温度用上述差值进行修正。

注：因为聚酰胺熔点是一种实验温度，一般测定精度足可达到 0.5°C ，如测定值间差别不大，不必进行修正。然而，如果标准物的实测值和理论值之差超过 5°C 时，需要对熔点仪进一步校正。

3.7 试验报告

试验报告应包括以下几点：

- a. 样品的标识：即类型、来源、批号、商品名以及其他必要的资料；
- b. 注明按照本标准 B 法；
- c. 熔点根据 3.6 表示；
- d. 观察到的可能已经影响结果的任何情况；
- e. 试验日期；
- f. 试验人员。

第十五节 塑料——抗冲击聚苯乙烯（PS-I） 模塑和挤出材料

第 2 部分：试样制备和性能测定

1 范围

GB/T 18964 的本部分规定了抗冲击聚苯乙烯（PS-I）模塑和挤出材料试样制备和性能测定的方法。本部分还规定了对试验材料的预处理及试样在试验前的状态调节的要求。

本部分规定了试样制备和性能测定的方法和条件。本部分列出了表征 PS-I 模塑和挤出材料合适和必要的性能和测试方法。

这些性能是从 ISO 10350-1 通用测试方法中选择的。本部分还规定了模塑和挤出材

料广泛应用的或有特殊意义的其他试验方法,以及第1部分中的命名性能的测定方法。

为了获得具有重现性和可比性的试验结果,应使用本部分规定的试样制备和状态调节的方法、试样尺寸和试验方法。使用不同条件制备的试样或使用不同尺寸的试样所获得的测试数据可能不一致。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18964 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 1409—1988 固体绝缘材料在工频、音频、高频(包括米波长在内)下相对介电常数和介质损耗因数的试验方法(eqv IEC 60250:1969)

GB/T 1410—1989 固体绝缘材料体积电阻率和表面电阻率试验方法(eqv IEC 60093:1980)

GB/T 1633—2000 热塑性塑料维卡软化温度(VST)的测定(idt ISO 306:1994)

GB/T 1634.1—塑料 负荷变形温度的测定 第1部分:通用试验方法

GB/T 1634.2—塑料 负荷变形温度的测定 第2部分:塑料和硬橡胶试验方法

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(idt ISO 291:1997)

GB/T 3682—2000 热塑性塑料熔体质量流动速率和熔体体积流动速率的测定(idt ISO 1133:1997)

GB/T 4207—1984 固体绝缘材料在湿润条件下相比漏电起痕指数和耐漏电起痕指数的测定方法(neq IEC 60112:1979)

GB/T 9341—2000 塑料弯曲性能试验方法(idt ISO 178:1993)

GB/T 9352—1988 热塑性塑料压塑试样的制备(eqv ISO 293:1986)

GB/T 16867—1997 聚苯乙烯和丙烯腈丁二烯-苯乙烯树脂中残留苯乙烯单体的测定 气相色谱法

GB/T 17037.1—1997 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第1部分:一般原理及多用途试样和长条试样的制备(idt ISO 294-1:1996)

GB/T 17037.3—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第3部分:小方试样(ISO 294-3:2002, IDT)

GB/T 17037.4—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第4部分:模塑收缩率的测定(ISO 294-4:2001, IDT)

ISO 62:1999 塑料 吸水性的测定

ISO 179-1:2000 塑料 简支梁冲击强度的测定 第1部分:非仪器冲击试验

ISO 527-1:1993 塑料 拉伸性能的测定 第1部分:一般原则

ISO 527 - 1 : 1993/Cor.1 : 1994 塑料 拉伸性能的测定 第 1 部分 : 一般原则 技术勘误表 1

ISO 527 - 2 : 1993 塑料 拉伸性能的测定 第 2 部分 : 模塑和挤出材料的试验条件

ISO 527 - 2 : 1993/Cor.1 : 1994 塑料 拉伸性能的测定 第 2 部分 : 模塑和挤出材料的试验条件技术勘误表 1

ISO 899 - 1 : 1993 塑料 蠕变行为的测定 第 1 部分 : 拉伸蠕变

ISO 1183 : 1987 塑料 非泡沫塑料密度和相对密度的测定方法

ISO 2818 : 1994 塑料 机加工法试样的制备

ISO 2897 - 1 : 1997 塑料 抗冲击聚苯乙烯 (PS - I) 模塑和挤出材料 第 1 部分 : 命名系统和分类基础

ISO 4589 - 2 : 1996 塑料 氧指数法燃烧行为的测定 第 2 部分 : 室温试验

ISO 6603 - 2 : 2000 塑料 硬质塑料穿刺冲击性能的测定 第 2 部分 : 仪器冲击试验

ISO 8256 : 1990 塑料 拉伸冲击性能的测定

ISO 10350 - 1 : 1998 塑料 可比单点数据的获得和表示 第 1 部分 : 模塑材料

ISO 11357 - 1 : 1997 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第 1 部分 : 一般原则

ISO 11357 - 2 : 1999 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第 2 部分 : 玻璃化转变温度的测定

ISO 11359 - 1 : 1999 塑料 热机械分析法 (TMA) 第 1 部分 : 一般原则

ISO 11359 - 2 : 1999 塑料 热机械分析法 (TMA) 第 2 部分 : 热膨胀系数和玻璃化转变温度的测定

IEC 60243 - 1 : 1998 固体绝缘材料电气强度试验方法 工频下试验

IEC 60296 : 1982 变压器和开关设备用的未使用过的矿物绝缘油规范

IEC 60695 - 11 - 10 : 1999 着火危险试验 第 11 - 10 部分 : 试验火焰 : 50W 水平和垂直火焰的试验方法

IEC 60695 - 11 - 20 : 1999 着火危险试验 第 11 - 20 部分 : 试验火焰 : 500W 火焰试验方法

3 试样制备

无论是注塑还是压塑使用相同的条件和步骤制备试样是非常必要的。

制样前材料应保存在防潮的容器中。

填充和增强材料的湿含量用含水的质量占混合料总质量的百分数表示。

3.1 模塑前材料的处理

模塑前, 试验样品通常无需预处理。

3.2 注塑

使用表 16－8 规定的条件，按 GB/T 17037.1 或 GB/T 17037.3 制备注塑试样。

表 16－8 试样的注塑条件

材 料	熔体温度/℃	模具温度/℃	平均注射速率/（mm/s）
所有级	220	45	200±100
注：熔体温度 220℃时，阻燃级材料可能变色，在这种情况下，熔体温度可选 210℃。			

3.3 压塑

使用表 16－9 规定的条件，按 GB/T 9352—1988 制备压塑试片。

用于性能测定的试样应使用冲切的方法或按 ISO 2818：1994 的规定采用机加工方法从压塑试片上制得。

表 16－9 试样的压塑条件

材 料	热 压					冷却		
	模塑 温度/℃	预 热		全 压		平均冷却 速率/ （℃/min）	全压 压力/MPa	脱模 温度/℃
		压力/MPa	时间/min	压力/MPa	时间/min			
所有级	200	接触	5±1	4±0.5	5±1	10	4±0.5	≤60

4 试样状态调节

试样的状态调节应按 GB/T 2918—1998 的规定进行。状态调节的条件为温度 23℃ ± 2℃，相对湿度 50% ± 10%，时间至少 16h。

5 性能测定

抗冲击聚苯乙烯模塑和挤出材料性能测定和数据表示应使用 ISO 10350－1：1998 列出的标准、附加说明和注释。除非表 16－10 和表 16－11 中有特别的规定，所有试验都应在 GB/T 2918－1998 规定的标准试验环境下进行，温度 23℃ ± 2℃，相对湿度为 50% ± 10%。

表 16－10 引自 ISO 10350－1：1998，所列性能适合于抗冲击聚苯乙烯模塑和挤出材料。这些性能对于不同的热塑性塑料数据的比较是有用的。

表 16－11 所列性能是表 16－10 未涉及到的，在表征抗冲击聚苯乙烯模塑和挤出材料时广泛应用的或具有特殊意义的性能。

表 16－10 一般性能和试验条件

性 能	符号	标 准	试样类型及 尺寸/mm	试样 制备	单 位	试验条件和附加说明
1	流变性能					

续表

性 能		符号	标 准	试样类型及尺寸/mm	试样制备	单 位	试验条件和附加说明		
1.1	熔体质量流动速率	MFR	GB/T 3682—2000	模塑料	—	g/10min	200℃/5kg		
1.2	熔体体积流动速率	MVR				cm ³ /10min			
1.3	模塑收缩率	S _{MP}	GB/T 17037.4—2003	GB/T 17037.3 D2 型	M	%	平行于熔体流动方向		
1.4		S _{Mn}					垂直于熔体流动方向		
2	力学性能								
2.1	拉伸弹性模量	E _l	ISO 527－1：1993 ISO 527－2：1993	GB/T 17037.1 A 型	M	MPa	试验速度：1mm/min		
2.2	拉伸屈服应力	σ _y					有屈服断裂时 ^a ： 试验速度 50mm/min		
2.3	拉伸屈服应变	ε _y				%			
2.4	拉伸断裂标称应变	ε _{tB}					MPa	无屈服断裂时 ^b ： ε _B ≤10% ,试验速度 5mm/min ε _B >10% ,试验速度 5mm/min	
2.5	50%应变时应力	σ ₅₀				%			
2.6	拉伸断裂应力	σ _B					MPa	1h	应变<0.5%
2.7	拉伸断裂应变	ε _B				1 000h			
2.8	拉伸蠕变模量	E _{tc} 1	ISO 899－1：1993			MPa			
2.9		E _{tc} 10 ³							
2.10	弯曲模量	E _f	GB/T 9341—2000	80×10×4	M	MPa	试验速度：2mm/min		
2.11	弯曲强度	σ _{fM}							
2.12	简支梁冲击强度	a _{cU}	ISO 179－1：2000	80×10×4	M	kJ/m ²	侧向冲击 记录破坏方式		
2.13	简支梁缺口冲击强度	a _{cA}		80×10×4 机加工 V 形缺口 , r=0.25					
2.14	拉伸缺口冲击强度	a _{tI}	ISO 8256：1990	80×10×4 机加工双 V 形缺口 r=1			仅在得不到简支梁缺口冲击强度时使用此法		
2.15	全部贯穿能	F _M	ISO 6603－2：2000	60×60×2 (GB/T 17037.3 D2 型)	M	N	最大力		
2.16		W _p				J	最大力减小 50%时的穿刺能量		
3	热性能								
3.1	玻璃化转变温度	T _{mg}	ISO 11357－1：1997 ISO 11357－2：1999	模塑料	—	℃	氮气流量 50mL/min，升温速率 10℃/min		
3.2	负荷变形温度	T _f 1.8	GB/T 1634.1	80×10×4	M	℃	1.8MPa	在贯层向加负荷	
3.3		T _f 0.45	GB/T 1634.2				0.45MPa		
3.4	维卡软化温度	T _V 50/50	GB/T 1633—2000	10×10×4 (GB/T 17037.1 A 型样中间部分)	M	℃	B ₅₀ 法：使用 50N 的力，升温速率为 50℃/h		

续表

性 能		符号	标 准	试样类型及尺寸/mm	试样制备	单 位	试验条件和附加说明		
3.5	线性热膨胀系数	α_p	ISO 11359－1：1999	GB/T 17037.1 A 型样中间部分	M	1/℃	平行	记录温度范围在 23℃～55℃内的正割 值	
3.6		α_n	ISO 11359－2：1999				垂直		
3.7	燃烧性	B 50/3	IEC 60695－11－10：1999	125×13×3	M		记录燃烧等级：V－0，V－1，V－2，HB40 或 HB75		
3.8		B 500/3	IEC 60695－11－20：1999	150×150×3	M		记录燃烧等级：5VA，5VB 或 N		
3.9	氧指数		ISO 4589－2：1996	80×10×4	M	%	步骤 A：顶部点火		
4	电性能								
4.1	相对介电常数	ϵ_r 100	GB/T 1409 —1988	$\geq 60\times\geq 60\times 2$	M/Q		100Hz	补偿电极边缘效应，试样应足够宽以防止沿表面放电	
4.2		ϵ_r 1 M					1MHz		
4.3	介质损耗因数	$\tan \delta$ 100							100Hz
4.4		$\tan \delta$ 1 M							1MHz
4.5	体积电阻率	ρ_v	GB/T 1410 —1989			$\Omega\cdot m$	电压 500V	1min 值	
4.6	表面电阻率	σ_v				Ω		使用长 50mm，宽 1mm 到 2mm 的接触线电极，间隔 5mm	
4.7	电气强度	E_B 1	IEC 60243－1 1998		$\geq 60\times\geq 60\times 1^c$		kV/mm	用直径 20mm 的球面电极浸入 IEC 60296 规定的变压油采用 2kV/s 的升压速度	
4.8		E_B 2			$\geq 60\times\geq 60\times 2^c$				
4.9	相比漏电起痕指数	CTI	GB/T 4207 —1984	$\geq 15\times\geq 15\times 4$ (GB/T 17037.1 A 型样肩部)	M		用溶液 A		
5	其他性能								
5.1	吸水性	W_W	ISO 62：1999	GB/T 17037.3 D1 型	M	%	23℃水中饱和值		
5.2		W_H					温度 23℃，相对湿度 50% 环境下的平衡值		
5.3	密度	ρ	ISO 1183：1987	GB/T 17037.1 A 型样中间部分	M	kg/m ³			
注：M=注塑，Q=压塑。									
a 见 ISO 10350－1：1998 注 7。 b 见 ISO 10350－1：1998 注 8。 c 见 ISO 10350－1：1998 注 15 和注 16。									

表 16－11 PS－I 模塑和挤出材料特别有用的附加性能和试验条件

性 能		符 号	标 准	试样类型及 尺寸/mm	试样 制备	单 位	试验条件和附加说明
1							
1.1	残留苯乙烯单体含量	c_i	GB/T 16867—1997	模塑料	—	mg/kg	

附 录 A
(资料性附录)

本部分规范性引用文件与 ISO/DIS 2897－2：2001 引用标准的对照

表 A.1 给出了本部分规范性引用文件与 ISO/DIS 2897－2：2001 引用标准的对照一览表。

表 A.1 本部分规范性引用文件与 ISO/DIS 2897－2：2001 引用标准的对照

序号	本部分规范性引用标准	ISO/DIS 2897－2：2001 引用标准
1	GB/T 1409—1988 (eqv IEC 60250：1969)	IEC 60250：1969
2	GB/T 1410—1989 (eqv IEC 60093：1980)	IEC 60093：1980
3	GB/T 1633—2000 (idt ISO 306：1994)	ISO 306：1994
4	GB/T 1634.1— ^a	ISO 75－1：1993
5	GB/T 1634.2— ^b	ISO 75－2：1993
6	GB/T 2918—1998 (idt ISO 291：1997)	ISO 291：1997
7	GB/T 3682—2000 (idt ISO 1133：1997)	ISO 1133：1997
8	GB/T 4207—1984 (neq IEC 60112：1979)	IEC 60112：1979
9	GB/T 9341—2000 (idt ISO 178：1993)	ISO 178：1993
10	GB/T 9352—1988 (eqv ISO 293：1986)	ISO 293：1986
11	GB/T 16867—1997 ^c	ISO 2561：1974
12	GB/T 17037.1—1997 (idt ISO 294－1：1996)	ISO 294－1：1996
13	GB/T 17037.3—2003 (ISO 294－3：2002 , IDT)	ISO 294－3：1996
14	GB/T 17037.4—2003 (ISO 294－4：2001 , IDT)	ISO 294－4：1997
15	ISO 62：1999	同左
16	ISO 179－1：2000	ISO 179：1993
17	ISO 527－1：1993 及 ISO 527－1：1993/Cor.1：1994	ISO 527－1：1993
18	ISO 527－2：1993 及 ISO 527－2：1993/Cor.1：1994	ISO 527－2：1993

续表

序号	本部分规范性引用标准	ISO/DIS 2897-2：2001 引用标准
19	ISO 899-1：1993	同左
20	ISO 1183：1987	同左
21	ISO 2818：1994	同左
22	ISO 2897-1：1997	同左
23	—	ISO 3167：1993
24	ISO 4589-2：1996	同左
25	ISO 6603-2：2000	ISO 6603-2：1989
26	ISO 8256：1990	同左
27	ISO 10350-1：1998	同左
28	ISO 11357-1：1997	—
29	ISO 11357-2：1999	同左
30	ISO 11359-1：1999	—
31	ISO 11359-2：1999	同左
32	IEC 60243-1：1998	同左
33	IEC 60296：1982	同左
34	IEC 60695-11-10：1999	同左
35	IEC 60695-11-20：1999	同左
a 该标准即将发布。新标准等同采用 ISO 75-1 第二版。 b 该标准即将发布。新标准等同采用 ISO 75-2 第二版。 c 我国国家标准采用溶液注入法和顶空法测定 PS 和 ABS 中残留苯乙烯单体，避免了沉淀法中由于溶剂和沉淀剂的存在影响有关组分的准确测定。		

第十六节 塑料——聚苯乙烯（PS）模塑和挤出材料

第 2 部分：试样制备和性能测定

1 范围

GB/T 6594 的本部分规定了聚苯乙烯（PS）模塑和挤出材料试样制备和性能测定的方法。本部分还规定了对试验材料的预处理及试样在试验前的状态调节的要求。

本部分规定了试样制备和性能测定的方法和条件。本部分列出了表征 PS 模塑和挤出材料合适和必要的性能和测试方法。

这些性能是从 ISO 10350 - 1 通用测试方法中选择的。本部分还规定了模塑和挤出材料广泛应用的或有特殊意义的其他试验方法, 以及第 1 部分中的命名性能的测定方法。

为了获得具有重现性和可比性的试验结果, 应使用本部分规定的试样制备和状态调节的方法、试样尺寸和试验方法。使用不同条件制备的试样或使用不同尺寸的试样所获得的测试数据可能不一致。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6594 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件, 其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分, 然而, 鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本适用于本部分。

GB/T 1409—1988 固体绝缘材料在工频、音频、高频(包括米波长在内)下相对介电常数和介质损耗因数的试验方法(eqv IEC 60250: 1969)

GB/T 1410—1989 固体绝缘材料体积电阻率和表面电阻率试验方法(eqv IEC 60093: 1980)

GB/T 1633—2000 热塑性塑料维卡软化温度(VST)的测定(idt ISO 306: 1994)

GB/T 1634.1— 塑料 负荷变形温度的测定 第1部分: 通用试验方法

GB/T 1634.2— 塑料 负荷变形温度的测定 第2部分: 塑料和硬橡胶试验方法

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(idt ISO 291: 1997)

GB/T 3682—2000 热塑性塑料熔体质量流动速率和熔体体积流动速率的测定(idt ISO 1133: 1997)

GB/T 4207—1984 固体绝缘材料在湿润条件下相比漏电起痕指数和耐漏电起痕指数的测定(neq IEC 60112: 1979)

GB/T 6594.1—1998 聚苯乙烯(PS)模塑和挤出材料 第1部分: 命名系统和分类基础(eqv ISO 1622—1: 1994)

GB/T 9341—2000 塑料弯曲性能试验方法(idt ISO 178: 1993)

GB/T 9352—1988 热塑性塑料压塑试样的制备(eqv ISO 293: 1986)

GB/T 16867—1997 聚苯乙烯和丙烯腈 丁二烯-苯乙烯树脂中残留苯乙烯单体的测定 气相色谱法

GB/T 17037.1—1997 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第1部分: 一般原理及多用途试样和长条试样的制备(idt ISO 294—1: 1996)

GB/T 17037.3—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第3部分: 小方试片(ISO 294-3: 2002, IDT)

GB/T 17037.4—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第4部分: 模塑收缩率的测定(ISO 294—4: 2001, IDT)

ISO 62 : 1999 塑料 吸水性的测定

ISO 179—1 : 2000 塑料 简支梁冲击强度的测定 第 1 部分 : 非仪器冲击试验

ISO 489 : 1999 折光指数的测定

ISO 527—1 : 1993 塑料 拉伸性能的测定 第 1 部分 : 一般原则

ISO 527—1 : 1993/Cor.1 : 1994 塑料 拉伸性能的测定 第 1 部分 : 一般原则 技术勘误表 16 - 12

ISO 527—2 : 1993 塑料 拉伸性能的测定 第 2 部分 : 模塑和挤出材料的试验条件

ISO 527—2 : 1993/Cor.1 : 1994 塑料 拉伸性能的测定 第 2 部分 : 模塑和挤出材料的试验条件技术勘误表 16 - 12

ISO 899—1 : 1993 塑料 蠕变行为的测定 第 1 部分 : 拉伸蠕变

ISO 1183 : 1987 塑料 非泡沫塑料密度和相对密度的测定方法

ISO 2818 : 1994 塑料 机加工法试样的制备

ISO 4589—2 : 1996 塑料 氧指数法燃烧行为的测定 第 2 部分 : 室温试验

ISO 4589—3 : 1996 塑料 氧指数法燃烧行为的测定 第 3 部分 : 高温试验

ISO 8256 : 1990 塑料 拉伸冲击性能的测定

ISO 10350—1 : 1998 塑料 可比单点数据的获得和表示 第 1 部分 : 模塑材料

ISO 11357—1 : 1997 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第 1 部分 : 一般原则

ISO 11357—2 : 1999 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第 2 部分 : 玻璃化转变温度的测定

ISO 11359—1 : 1999 塑料 热机械分析法 (TMA) 第 1 部分 : 一般原则

ISO 11359—2 : 1999 塑料 热机械分析法 (TMA) 第 2 部分 : 热膨胀系数和玻璃化转变温度的测定

IEC 60243—1 : 1998 固体绝缘材料电气强度试验方法 工频下试验

IEC 60296 : 1982 变压器和开关设备用的未使用过的矿物绝缘油规范

IEC 60695—11—10 : 1999 着火危险试验 第 11—10 部分 : 试验火焰 : 50W 水平和垂直火焰的试验方法

3 试样制备

无论是注塑还是压塑使用相同的条件和步骤制备试样是非常必要的。

表 16 - 14 和表 16 - 15 给出了每种试验方法的条件, 在试样制备栏中, 表示字母 M 表示注塑, Q 表示压塑。

3.1 模塑前材料的处理

模塑前, 试验样品通常无需预处理。

3.2 注塑

使用表 16 - 12 规定的条件, 按 GB/T 17037.1 或 GB/T 17037.3 制备注塑试样。

表 16－12 试样的注塑条件

材 料	熔体温度/℃	模具温度/℃	平均注射速率/（mm/s）
所有级	220	45	200±100

3.3 压塑

使用表 16－13 规定的条件，按 GB/T 9352 制备压塑试片。

用于性能测定的试样应使用冲切的方法或按 ISO 2818 的规定采用机加工方法从压塑试片上制得。

表 16－13 试样的压塑条件

材 料	热 压					冷却		
	模塑 温度/℃	预 热		全 压		平均冷却 速率/ （℃/min）	全压 压力/MPa	脱模 温度/℃
		压力/MPa	时间/min	压力/MPa	时间/min			
所有级	200	接触	5±1	4±0.5	5±1	10	4±0.5	≤60

4 试样状态调节

试样的状态调节应按 GB/T 2918—1998 的规定进行。状态调节的条件为温度 23℃ ± 2℃，相对湿度 50% ± 5%，时间至少 16h。

5 性能测定

聚苯乙烯模塑和挤出材料性能测定和数据表示应使用 ISO 10350－1 列出的标准、附加说明和注释。除非表 16－13 和表 16－14 中有特别的规定，所有试验都应在 GB/T 2918—1998 规定的标准试验环境下进行，温度 23℃ ± 2℃，相对湿度 50% ± 5%。

表 16－14 引自 ISO 10350－1 所列性能适合于聚苯乙烯模塑和挤出材料。这些性能对于不同的热塑性塑料数据的比较是有用的。

表 16－15 所列性能是表 16－14 未涉及到的，在表征聚苯乙烯模塑和挤出材料时广泛应用的或具有特殊意义的性能。

表 16－14 一般性能和试验条件

性 能		符 号	标 准	试样类型及 尺寸/mm	试样 制备	单 位	试验条件和附加说明
1	流变性能						
1.1	熔体质量流动速率	MFR	GB/T 3682—2000	模塑料	—	g/10min	200℃/5kg
1.2	熔体体积流动速率	MVR				cm ³ /10min	

续表

性 能		符号	标 准	试样类型及尺寸/mm	试样制备	单 位	试验条件和附加说明	
1.3	模塑收缩率	S_{MP}	GB/T 17037.4—2003	GB/T 17037.3—2003 D2 型	M	%	平行于熔体流动方向	
1.4		S_{Mn}					垂直于熔体流动方向	
2	力学性能							
2.1	拉伸弹性模量	E_t	ISO 527—1：1993 ISO 527—2：1993	GB/T 17037.1—1997 A 型	M	MPa	试验速度：1mm/min	
2.2	拉伸断裂应力	σ_B					试验速度：5mm/min	
2.3	拉伸断裂应变	ε_B						
2.4	拉伸蠕变模量	E_{tc1}	ISO 899—1：1993	80×10×4	M	MPa	1h	应变<0.5%
2.5		$E_{tc}10^3$					1 000h	
2.6	弯曲模量	E_f	GB/T 9341—2000			80×10×4	M	MPa
2.7	弯曲强度	σ_{fM}						
2.8	简支梁冲击强度	a_{cU}	ISO 179—1：2000	80×10×4	M			
2.9	简支梁缺口冲击强度	a_{cA}		80×10×4 机加工 V 形缺口 $r=0.25$				
2.10	拉伸缺口冲击强度	a_{tI}	ISO 8256：1990	80×10×4 机加工双 V 形缺口 $r=1$		仅在得不到简支梁缺口冲击强度时使用此法		
3	热性能							
3.1	玻璃化转变温度	T_{mg}	ISO 11357—1：1997 ISO 11357—2：1999	模塑料	—	℃	氮气流量 50mL/min，升温速率 10℃/min	
3.2	负荷变形温度	$T_f1.8$	GB/T 1634.1	80×10×4	M	℃	1.8MPa	在贯层向施加负荷
3.3		$T_f0.45$	GB/T 1634.2				0.45MPa	
3.4	维卡软化温度	$T_{V50/50}$	GB/T 1633—2000	10×10×4 (GB/T 17037.1 A 型样中间部分)	M	℃	B ₃₀ 法：使用 50N 的力，升温速率为 50℃/h	
3.5	线性热膨胀系数	α_p	ISO 11359—1：1999	GB/T 17037.1 A 型样中间部分	M	1/℃	平行	记录温度范围在 23℃～55℃内的正割值
3.6		α_n	ISO 11359—2：1999				垂直	
3.7	燃烧性	$B 50/3$	IEC 60695—11—10：1999	125×13×3	M		记录燃烧等级：V—0，V—1，V—2，HB 40 或 HB 75	
3.8	氧指数		ISO 4589—2：1996 ISO 4589—3：1996	80×10×4	M	%	步骤 A：顶部点火	

附 录 A
(资料性附录)

本部分规范性引用文件与 ISO 1622 – 2 : 1995 引用标准情况的对照

表 A.1 列出了本部分规范性引用文件与 ISO 1622 – 2 : 1995 引用标准的对照一览表。

表 A.1 本部分规范性引用文件与 ISO 1622 – 2 : 1995 引用标准的对照

序号	本部分规范性引用标准	ISO 1622 – 2 : 1995 引用标准
1	GB/T 1409—1988 (eqv IEC 60250 : 1969)	IEC 250 : 1969
2	GB/T 1410—1989 (eqv IEC 60093 : 1980)	IEC 93 : 1980
3	GB/T 1633—2000 (idt ISO 306 : 1994)	ISO 306 : 1994
4	GB/T 1634.1— ^a	ISO 75 – 1 : 1993
5	GB/T 1634.2— ^b	ISO 75 – 2 : 1993
6	GB/T 2918—1998 (idt ISO 291 : 1997)	ISO 291 : 1977
7	GB/T 3682—2000 (idt ISO 1133 : 1997)	ISO 1133 : 1991
8	GB/T 4207—1984 (neq IEC 60112 : 1979)	IEC 112 : 1979
9	GB/T 6594.1—1998 (eqv ISO 1622 – 1 : 1994)	ISO 1622 – 1 : 1994
10	GB/T 9341—2000 (idt ISO 178 : 1993)	ISO 178 : 1993
11	GB/T 9352—1988 (eqv ISO 293 : 1986)	ISO 293 : 1986
12	GB/T 16867—1997 ^c	ISO 2561 : 1974
13	GB/T 17037.1—1997 (idt ISO 294 – 1 : 1996)	ISO 294 : 1995
14	GB/T 17037.3—2003 (ISO 294 – 3 : 2001 , IDT)	—
15	GB/T 17037.4—2003 (ISO 294 – 4 : 2002 , IDT)	
16	ISO 62 : 1999	ISO 62 : 1980
17	ISO 179 – 1 : 2000	ISO 179 : 1993
18	ISO 489 : 1999	ISO 489 : 1983
19	ISO 527 – 1 : 1993 及 ISO 527 – 1 : 1993/Cor.1 : 1994	ISO 527 – 1 : 1993
20	ISO 527 – 2 : 1993 及 ISO 527 – 2 : 1993/Cor.1 : 1994	ISO 527 – 2 : 1993
21	ISO 899 – 1 : 1993	同左
22	ISO 1183 : 1987	同左
23	ISO 2818 : 1994	同左
24	—	ISO 3167 : 1993

续表

序号	本部分规范性引用标准	ISO 1622-2：1995 引用标准
25	ISO 4589-2：1996	即将出版的 ISO 4589-2：1996
26	ISO 4589-3：1996	即将出版的 ISO 4589-3：1996
27	ISO 8256：1990	同左
28	ISO 10350-1：1998	ISO 10350：1993
29	ISO 11357-1：1997 ^d	IEO 1006：1991
30	ISO 11357-2：1999 ^d	
31	ISO 11359-1：1999	—
32	ISO 11359-2：1999	
33	IEC 60243-1：1998	IEC 243-1：1988
34	IEC 60296：1982	IEC 296：1982
35	IEC 60695-11-10：1999	ISO 1210：1992
a 该标准即将发布。新标准等同采用 ISO 75-1 第二版。 b 该标准即将发布。新标准等同采用 ISO 75-2 第二版。 c 我国国家标准采用溶液注入法和顶空法测定 PS 和 ABS 中残留苯乙烯单体，避免了沉淀法中由于溶剂和沉淀剂的存在影响有关组分的准确测定。 d 1999 年 ISO 国际标准化组织发布了用 DSC 法测定塑料玻璃化转变温度的测试方法 ISO 11357-1、ISO 11357-2。		

第十七节 塑料——聚丙烯（PP）模塑和挤出材料

第 2 部分：试样制备和性能测定

1 范围

GB/T 2546 的本部分规定了聚丙烯（PP）模塑和挤出材料试样制备和性能测定的方法。本部分还规定了对试验材料的预处理及试样在试验前的状态调节的要求。

本部分规定了试样制备和性能测定的方法和条件。本部分列出了表征 PP 模塑和挤出材料合适和必要的性能和测试方法。

这些性能是从 ISO 10350-1 通用测试方法中选择的。本部分还规定了模塑和挤出材料广泛应用的或有特殊意义的其他试验方法，以及第 1 部分中的命名性能的测定方法。

为了获得具有重现性和可比性的试验结果，应使用本部分规定的试样制备和状态调节的方法、试样尺寸和试验方法。使用不同条件制备的试样或使用不同尺寸的试样所获得的测试数据可能不一致。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 2546 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 1409—1988 固体绝缘材料在工频、音频、高频（包括米波长在内）下相对介电常数和介质损耗因数的试验方法（eqv IEC 60250：1969¹⁾）

GB/T 1410—1989 固体绝缘材料体积电阻率和表面电阻率试验方法（eqv IEC 60093：1980）

GB/T 16341—塑料 负荷变形温度的测定 第1部分：通用试验方法²⁾

GB/T 1634.2—塑料 负荷变形温度的测定 第2部分：塑料和硬橡胶试验方法³⁾

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境（idt ISO 291：1997）

GB/T 3682—2000 热塑性塑料熔体质量流动速率和熔体体积流动速率的测定（idt ISO 1133：1997）

GB/T 4207—1984 固体绝缘材料在湿润环境下相比漏电起痕指数和耐漏电起痕指数的测定（neq IEC 112：1979）

GB/T 9341—2000 塑料弯曲性能试验方法（idt ISO 178：1993）

GB/T 9352—1988 热塑性塑料压塑试样的制备（eqv ISO 293：1986）

GB/T 17037.1—1997 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第1部分：一般原理及多用途试样和长条试样的制备（idt ISO 294-1：1996）

GB/T 17037.3—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第3部分：小方试样（ISO 294-3：2002，IDT）

GB/T 17037.4—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第4部分：模塑收缩率的测定（ISO 294-4：2001，IDT）

ISO 62：1999 塑料 吸水性的测定

ISO 179-1：2000 塑料 简支梁冲击强度的测定 第1部分：非仪器冲击试验

ISO 527-1：1993 塑料 拉伸性能的测定 第1部分：一般原则

ISO 527-1：1993/Cor.1：1994 塑料 拉伸性能的测定 第1部分：一般原则 技术勘误表1

ISO 527-2：1993 塑料 拉伸性能的测定 第2部分：模塑和挤出材料的试验条件

ISO 527-2：1993/Cor.1：1994 塑料 拉伸性能的测定 第2部分：模塑和挤出材料的试验条件技术勘误表1

ISO 899-1：1993 塑料 蠕变行为的测定 第1部分：拉伸蠕变

ISO 1183 : 1987 塑料 非泡沫塑料密度和相对密度的测定方法

ISO 1628 - 3 : 2001 塑料 粘数和极限粘数的测定 第 3 部分 : 聚乙烯和聚丙烯

ISO 1873 - 1 : 1995 塑料 聚丙烯 (PP) 模塑和挤出材料 第 1 部分 : 命名系统和分类基础

ISO 2818 : 1994 塑料 机加工法试样的制备

ISO 4589 - 2 : 1996 塑料 氧指数法燃烧行为的测定 第 2 部分 : 室温试验

ISO 6603 - 2 : 2000 塑料 硬质塑料穿刺冲击性能测定 第 2 部分 : 仪器冲击试验

ISO 8256 : 1990 塑料 拉伸冲击性能的测定

ISO 10350 - 1 : 1998 塑料 可比单点数据的获得和表示 第 1 部分 : 模塑材料

ISO 11357 - 1 : 1997 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第 1 部分 : 一般原则

ISO 11357 - 3 : 1999 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第 3 部分 : 熔融和结晶的温度及热焓的测定

ISO 11359 - 1 : 1999 塑料 热机械分析法 (TMA) 第 1 部分 : 一般原则

ISO 11359 - 2 : 1999 塑料 热机械分析法 (TMA) 第 2 部分 : 热膨胀系数和玻璃转化温度的测定

IEC 60243 - 1 : 1998 固体绝缘材料电气强度试验方法 工频下试验

IEC 60296 : 1982 变压器及开关设备用的未使用过的矿物绝缘油规范

IEC 60695 - 11 - 10 : 1999 着火危险燃烧试验 第 11 - 10 部分 : 50W 水平和垂直火焰试验方法

ASTM D5420 - 98a 硬质塑料试样以摆锤重为伽德纳 (Gardner) 冲击落锤重的贯层冲击强度试验方法

3 试样制备

无论是注塑还是压塑, 使用相同的条件和步骤制备试样是非常必要的。

表 16 - 18 和表 16 - 19 给出了每种试验方法的条件, 表中试样制备一列字母 M 表示注塑, Q 表示压塑。

3.1 模塑前材料的处理

模塑前, 试验样品通常无需预处理。

3.2 注塑

使用表 16 - 16 规定的条件, 按 GB/T 17037.1 或 GB/T 17037.3 制备注塑试样。

表 16 – 16

试样的注塑条件

材 料	熔体温度 /℃	模具温度 /℃	平均注射速度 / (mm/s)	保压时间 /s	总循环时间 /s
$MFR < 1.5\text{g}/10\text{min}$	255	40	200 ± 20	40	60
$1.5 \leq MFR < 7\text{g}/10\text{min}$	230	40	200 ± 20	40	60
$MFR \geq 7\text{g}/10\text{min}$	200	40	200 ± 20	40	60
注 1：某些热敏性的聚丙烯模塑过程中可导致分子降解。应避免这些材料模塑后的 MFR 值大于原值的 1.5 倍。如果 MFR 值超过了原值的 1.5 倍，应降低熔体温度，每次降 10℃，直至 MFR 值小于原值的 1.5 倍。应报告这种熔体温度的调整。					
注 2：应通过称量模塑件质量检查其均匀性，质量偏差不应超过模塑件质量的 1%。					

注塑时应使用合适的保压压力以获得无缺陷的模塑件。

3.3 压塑

使用表 16 – 17 规定的条件，按 GB/T 9352 制备压塑试片。

用于性能测定的试样应使用冲切的方法或按 ISO 2818 的规定采用机加工方法从压塑试片上制得。

表 16 – 17

试样的压塑条件

材料	热 压					冷 却		
	模塑 温度 /℃	预热		全压		平均冷却 速率/ (°C/min)	全压 压力 ^a /MPa	脱模 温度 /℃
		压力 /MPa	时间 /min	压力 ^a /MPa	时间 /min			
所有级	210	接触	5 ~ 15	5/10	5 ± 1	15	5/10	≤40
^a 溢料式模具使用 5MPa，不溢式模具使用 10MPa 压力。								

可使用溢料式模具，但冷却的同时保持全压是必要的。这可以避免熔体被压出模框或出现凹坑。

使用不溢式模具制备较厚的试片（如 4mm）较合适。预热时间取决于模具类型和加热方式（蒸汽，电）。使用溢料式模具模塑，通常预热 5min 已足够，而由于不溢式模具质量较大，特别是使用电加热方式时，可能需要预热近 15min。

4 试样状态调节

未填充的 PP 材料试样的状态调节应按 GB/T 2918 的规定进行。状态调节条件为温度 23℃ ± 2℃，时间至少 40h 但不超过 96h。填充的 PP 材料试样还应附加相对湿度 50% ± 10% 的要求。

5 性能测定

聚丙烯模塑和挤出材料性能测定和数据表示应使用 ISO 10350 – 1 列出的标准、附加说明和注释。除非表 16 – 18 和表 16 – 19 中有特别的规定，所有试验都应在 GB/T 2918 规定的标准试验环境下进行，温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 。

表 16 – 18 引自 ISO 10350 – 1，所列性能适合于聚丙烯模塑和挤出材料。这些性能对于不同的热塑性塑料数据的比较是有用的。

表 16 – 19 所列性能是表 16 – 18 未涉及到的，在表征聚丙烯模塑和挤出材料时广泛应用的或具有特殊意义的性能。

表 16 – 18 一般性能和试验条件

性 能		符 号	标 准	试样类型和尺寸 /mm	试样 制备	单 位	试验条件和附加说明		
1	流变性能								
1.1	熔体质量流动速率	<i>MFR</i>	GB/T 3682 —200	模塑料	—	g/10min	230℃/2.16kg 230℃/5kg		
1.2	溶体体积流动速率	MVR				cm ³ /10min	230℃/2.16kg， 230℃/5kg 使用熔体密度值 738.6kg/m ³ 计算 <i>MFR</i> ^a		
1.3	模塑收缩率	<i>S</i> _{Mp}	GB/T 17037.4 —1997	GB/T 17037.3 D2 型	M	%	平行于熔体流动方向		
1.4		<i>S</i> _{Mn}					垂直于熔体流动方向		
2	力学性能								
2.1	拉伸弹性模量	<i>E</i> _t	ISO 527 —1： 1993	GB/T 17037.1 A 型	M	MPa	试验速度 1mm/min		
2.2	拉伸屈服应力	σ_y					有屈服断裂时 ^b ：		
2.3	拉伸屈服应变	ϵ_y				%	试验速度 50mm/min		
2.4	拉伸断裂标称应变	ϵ_{tB}							
2.5	50%应变时应力	σ_{50}	ISO 527 —2： 1993			MPa	无屈服断裂时 ^c ：		
2.6	拉伸断裂应力	σ_B					$\epsilon_B \leq 10\%$ ，试验速度 5mm/min		
2.7	拉伸断裂应变	ϵ_B				%	$\epsilon_B > 10\%$ ，试验速度 50mm/min		
2.8	拉伸蠕变模量	<i>E</i> _{tc} 1	ISO 899—1： 1993				MPa	1h	应变 < 0.5%
2.9		<i>E</i> _{tc} 10 ³				1 000h			

性 能		符 号	标 准	试样类型和尺寸 /mm	试样 制备	单 位	试验条件和附加说明	
2.10	弯曲模量	E_f	GB/T 9341 —2000	$80 \times 10 \times 4$	M	MPa	试验速度：2mm/min	
2.11	弯曲强度	σ_{fM}						
2.12	简支梁冲击强度	a_{cU}	ISO 179 – 1：2000	$80 \times 10 \times 4$	M	kJ/m ²	侧向冲击 记录破坏方式 仅在得不到简支梁缺 口冲击强度时使用此 法	
2.13	简支梁缺口冲击强度	a_{cA}		机加工 V 形缺口 $r = 0.25$				
2.14	拉伸缺口冲击强度	a_{tU}	ISO 8256：1990	机加工双 V 形 缺口 $r = 1$				
3	热性能							
3.1	熔融温度	T_{pm}	ISO 11357 – 1：1997 ISO 11357 – 3：1999	模塑料	—	℃	氮 气 流 量 50mL/min , 升降温速率 10℃/min	
3.2	负荷变形温度	$T_f 1.8$	GB/T 1634.1 GB/T 1634.2	$80 \times 10 \times 4$	M	℃	1.8MPa	在贯层向施 加负荷
3.3		$T_f 0.45$					0.45MPa	
3.4	线性热膨胀系数	α_p	ISO 11359 – 1：1999	GB/T 17037.1 A 型样中间部分	M	1/℃	平行	记录温度范 围在 23℃ ~ 55℃ 内的正 割值
3.5		α_n	ISO 11359 – 2：1999				垂直	
3.6	燃烧性	B50/3	IEC 60695 – 11 – 10：1999	$125 \times 13 \times 3$	M		记录燃烧等级：V – 0 , V – 1 , V – 2 , HB40 或 HB75	
3.7	氧指数		ISO 4589 – 2：1996	$80 \times 10 \times 4$	M	%	步骤 A：顶部点火	
4	电性能							

表 16－19 对 PP 模塑和挤出材料有特殊意义的附加性能和试验条件

性 能		符 号	标 准	试样类型和尺寸 /mm	试样 制备	单 位	试验条件和附加说明
1	力学性能						
1.1	全部贯穿能	F_M	ISO 6603－ 2：2000	GB/T 17037.3 D2 型	M	N	最大力
1.2		E_p				J	最大力减小 50% 时的 穿刺能量
1.3	伽德纳 (Gardner) 冲击强度		ASTM D5420： 1998	厚 3.2	M	J	方法 GC
2	其他性能						
2.1	粘数		ISO 1628－ 3：2001	模塑料	—	mL/g	
注：M＝注塑。							

附 录 A

(资料性附录)

本部分规范性引用文件与 ISO 1873－2：1997 引用标准的对照

表 A.1 列出了本部分规范性引用文件与 ISO 1873－2：1997 引用标准的对照一览表。

表 A.1 本部分规范性引用文件与 ISO 1873－2：1997 引用标准的对照

序号	本部分规范性引用文件	ISO 1873－2：1997 引用标准
1	GB/T 1409－1988 (eqv IEC 60250：1969)	IEC 250：1969
2	GB/T 1410－1989 (eqv IEC 60093：1980)	IEC 93：1980
3	GB/T 1634.1— ^a	ISO 75－1：1993
4	GB/T 1634.2— ^b	ISO 75－2：1993
5	GB/T 2918—1998 (idt ISO 291：1997)	ISO 291：1997
6	GB/T 3682—2000 (idt ISO 1133：1997)	ISO 1133：1997
7	GB/T 4207—1984 (neq IEC 60112：1979)	IEC 112：1979
8	GB/T 9341—2000 (idt ISO 178：1993)	ISO 178：1993
9	GB/T 9352—1988 (eqv ISO 293：1986)	ISO 293：1986
10	GB/T 17037.1—1997 (idt ISO 294－1：1996)	ISO 294－1：1996
11	GB/T 17037.3—2003 (ISO 294－3：2002，IDT)	ISO 294－3：1996

续表

序号	本部分规范性引用文件	ISO 1873-2：1997 引用标准
12	GB/T 17037.4—2003 (ISO 294-4：2001 , IDT)	—
13	ISO 62：1999	ISO 62：1980
14	ISO 179-1：2000	ISO 179：1993
15	ISO 527-1：1993 及 ISO 527-1：1993/Cor.1：1994	ISO 527-1：1993
16	ISO 527-2：1993 及 ISO 527-2：1993/Cor.1：1994	ISO 527-2：1993
17	ISO 899-1：1993	同左
18	ISO 1183：1987	同左
19	ISO 1628-3：2001	ISO 1628-3：1991
20	ISO 1873-1：1993	同左
21	ISO 2818：1994	同左
22	—	ISO 3167：1993
23	ISO 4589-2：1996	同左
24	ISO 6603-2：2000	ISO 6603-2：1989
25	ISO 8256：1990	同左
26	ISO 10350-1：1998	ISO 10350：1993
27	ISO 11357-1：1997 ^c	ISO 3146：1985
28	ISO 11357-3：1999 ^c	
29	ISO 11359-1：1999	—
30	ISO 11359-2：1999	
31	IEC 60243-1：1998	IEC 243-1：1988
32	IEC 60296：1982	IEC 296：1982
33	IEC 60695-11-10：1999	ISO 1210：1997
34	ASTM D5420：98a	ASTM D5420：93
a 该标准即将发布。新标准等同采用 ISO 75-1 第二版。 b 该标准即将发布。新标准等同采用 ISO 75-2 第二版。 c 2000 年发布的 ISO 3146：2000《塑料 毛细管和偏光显微镜法半结晶聚合物熔融行为（熔融温度或范围）的测定》已不包括 DSC 法。ISO 已发布了用 DSC 法测定熔融温度的标准 ISO11357-1 和 ISO 11357-3，等同采用该标准的我国国家标准即将发布。		

第十八节 塑料—热塑性塑料材料注塑试样的制备

第 3 部分：小方试片

GB/T 17037.3—2003/ISO 294-3：2002

1 范围

GB/T 17037 的本部分规定了 D1 型和 D2 型两个两型腔的标准模具，用于注塑 60mm × 60mm 的小方试片，试片厚度为 1mm（D1 型）和 2mm（D2 型）。试片可用于多种测试（见附录 A）。另外，模具可以装配嵌件用于研究熔接线对力学性能的影响（见附录 B）。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17037 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 17037.1—1997 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 1 部分：一般原理及多用途试样和长条试样的制备（idt ISO 294-1：1996）

GB/T 17037.4—2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 4 部分：模塑收缩率的测定（ISO 294-4：2001，IDT）

ISO 6603-1：2000 塑料 硬质塑料穿刺冲击性能的测定 第 1 部分：非仪器冲击试验

ISO 6603-2：2000 塑料 硬质塑料穿刺冲击性能的测定 第 2 部分：仪器冲击试验

3 术语和定义

GB/T 17037.1 中确立的术语和定义适用于 GB/T 17037 的本部分。

4 设备

4.1 D1 型和 D2 型标准模具

D1 型和 D2 型标准模具（见图 16-13）是有两个型腔的模具，用于制备 60mm × 60mm 的试片。使用该模具模塑试片的尺寸见图 16-14 和表 16-20。

表 16-20 用 D1 型和 D2 型标准模具模塑试片的尺寸 单位为毫米

代 号	名 称	尺 寸
<i>l</i>	试片长度	60 ± 2 ^a

续表

代 号	名 称	尺 寸
b	试片宽度	60 ± 2^a
h	试片厚度	D1 型模具 1.0 ± 0.1 D2 型模具 2.0 ± 0.1^a
l_G	浇口长度	$4.0 + 0.1^b$
h_G	浇口高度	$(0.75 \pm 0.05) \times h^c$
l_R	分流道长度	$25 - 30^d$
b_R	分流道在浇口处宽度	$\geq (b + 6)$
h_R	分流道高度	h
l^*	未规定距离	—
l_p	浇口至压力传感器距离	5 ± 2 $l_p + r_p \leq 10^e$ $l_p - r_p \geq 0$

注：因为收缩使最终制件尺寸小于模具尺寸，所以此表中给出的试片尺寸不同于 4.1 中 g) 给出的型腔尺寸。

- a 这些尺寸是 ISO 6603 中试样的优先尺寸。
- b 见 4.1 中注 2 和注 3。
- c 见 4.1 中注 1 和注 2。
- d 见 4.1 中注 4。
- e r_p 是压力传感器的半径。

D1 型和 D2 型标准模具主要结构如图 16－13、图 16－14 所示，并满足下述要求：

- a) GB/T 17037.1，4.1.1.4 中 a)；
- b) GB/T 17037.1，4.1.1.4 中 b) 不适用；
- c) GB/T 17037.1，4.1.1.4 中 c)；
- d) 和 e) GB/T 17037.1，4.1.1.4 中 d) 和 e) 不适用；
- f) GB/T 17037.1，4.1.1.4 中 f)；
- g) GB/T 17037.1，4.1.1.4 中 g)，但应参考 ISO 6603；

模具型腔（见图 16－13）的主要尺寸如下，单位为 mm：

- 长度 60～62
- 宽度 60～62
- 高度，D2 型模具 2.0～2.1

D1 型模具 1.0~1.1

h) ~ j) GB/T 17037.1, 4.1.1.4 中 h) ~ j)

k) 压力传感器 P 在型腔内的位置见图 16-13。压力传感器仅在模塑收缩率测定时使用 (见 GB/T 17037.4)。然而, 在使用任何一个标准模具时, 用它控制注射期间的压力也是合适的 [见 GB/T 17037.1, 4.1.1.4 中 k)]。压力传感器应该与模具表面在同一平面, 以防止干扰熔体流动。

l) ~ n) GB/T 17037.1, 4.1.1.4 中 l) ~ n)

注 1: 被严格限定高度的浇口对材料在型腔内 (甚至离浇口很长距离内) 的取向有很大影响。因此, 已经将浇口高度设定在一个有利于模塑收缩率测量的值 (见 GB/T 17037.4)。

注 2: 浇口的高度和长度对熔体流进型腔的凝固过程和模塑收缩率有很大影响 (见 GB/T 17037.4)。因此, 浇口尺寸公差较小。

注 3: 在材料变更导致模塑收缩率发生变化时, 浇口长度 l_c 的值也能使试片与流道分离的两切断线间距离 l_c (见图 16-12 和图 16-13) 保持不变。

注 4: 试片与流道分离的两切断线间距离 l_c 按公式 $l_c = 2(l_G + l_R + l^*)$ 计算 (见图 16-13)。把距离 l_c 设定为 80mm 有利于使用与从多用途试样中心部分切取 80mm × 10mm × 4mm 的试样相同的切割机。[见 GB/T 17037.1, 4.1.1.4 中 l)]。

4.2 注塑机

注塑机应符合 GB/T 17037.1 中 4.2 的要求, 但推荐 D1 型和 D2 型标准模具使用的最小锁模力 $F_M \geq 11\,000 \times P_{\max} \times 10^{-3}$, 例如, $P_{\max} = 80\text{MPa}$ 时, $F_M > 880\text{kN}$ 。

5 步骤

5.1 材料的状态调节

应符合 GB/T 17037.1 中 5.1 的规定。

5.2 注塑

应符合 GB/T 17037.1 中 5.2 的规定, 但对于 D1 型和 D2 型标准模具, 选择合适的注射时间 t_1 以使注射速度 v_1 与使用 A 型模具时的速度相符。

6 试样制备的报告

报告应包括以下内容:

a) 采用 GB/T 17037 的本部分:

b) ~ h) 按 GB/T 17037.1, 第 6 条中 b) ~ h) 的规定。

附 录 A

(资料性附录)

小方试片的推荐用途

推荐使用 D2 型标准模具制备测定 ISO 6603 规定的多轴冲击性能的试样 (见注 1), 按

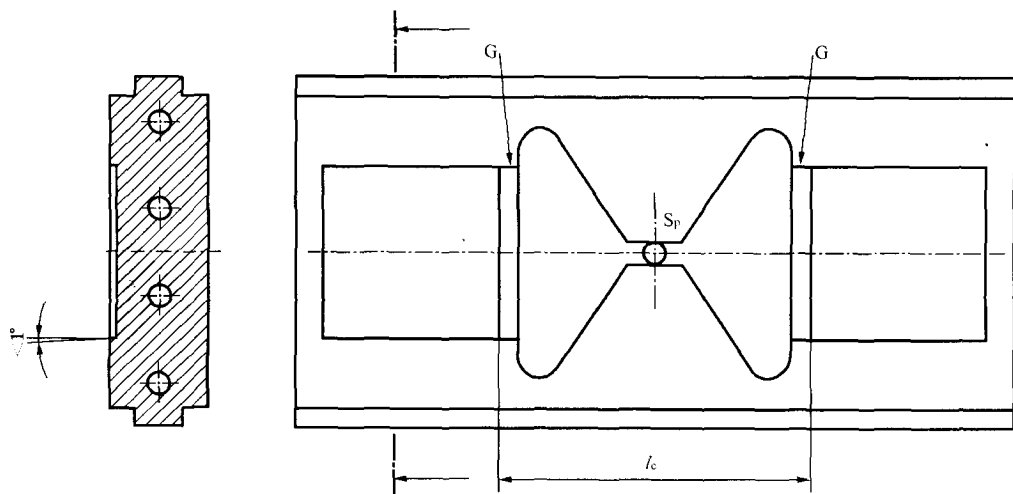


图 16-12 D1 型和 D2 型标准模具的型腔板图

S_p —主流道；

G —浇口；

l_c ——试片与流道分离的两切断线间距离（见 4.1 中注 3 和注 4）；

模塑体积 $V_M \approx 23\,000\text{mm}^3$ （2mm 厚试片）；

投影面积 $A_p \approx 11\,000\text{mm}^2$ 。

GB/T 17037.4 规定测定模塑收缩率及光学性能的试样（见注 2），测定有色塑料试样（见注 3），研究力学性能各向异性（见注 4）以及通过镶置嵌块制备研究熔接线影响的试样（见附录 B）。

D1 型标准模具特别适用于制备测定电性能的试样（见注 5）、测定吸水性的试样（见注 6）以及测定动态力学性能的试样（见注 7）。

注 1：在 ISO 10350-1^[8]中，多轴冲击强度包括在力学性能内。推荐试样厚度为 2mm。

注 2：由天然或本色材料制备的试样适合于测定折光指数^[2]和透光率^[9 和 10]。

注 3：用天然或有色材料制备的试样适合于测定光学和力学特征性能，例如，按照 ISO 4892-2^[5]研究气候的影响。

注 4：按照 ISO 2818^[4]可用机械加工的方法从试片不同的位置和不同的方向截取符合 ISO 8256^[7]的 4 型拉伸试样，并分别按照 ISO 527-1^[3]和 ISO 8256^[7]做拉伸和拉伸冲击试验，用以研究力学性能各向异性。

注 5：ISO 10350-1^[8]推荐使用厚度为 1mm、边长 $\geq 60\text{mm}$ 的方形试样测定相对介电常数、介质损耗指数、体积电阻率、表面电阻率和电气强度等电学性能。

注 6：ISO 10350-1^[8]推荐使用厚度 $\geq 1\text{mm}$ 的试样按 ISO 62^[1]规定测定吸水性。使用该厚度试样可以在合适的测定时间内测得饱和吸水值。

注 7：ISO 6721-2^[6]规定使用扭力摆锤及 1mm 厚的试样测定复合剪切模量。这些试样可以从 D1 型标准

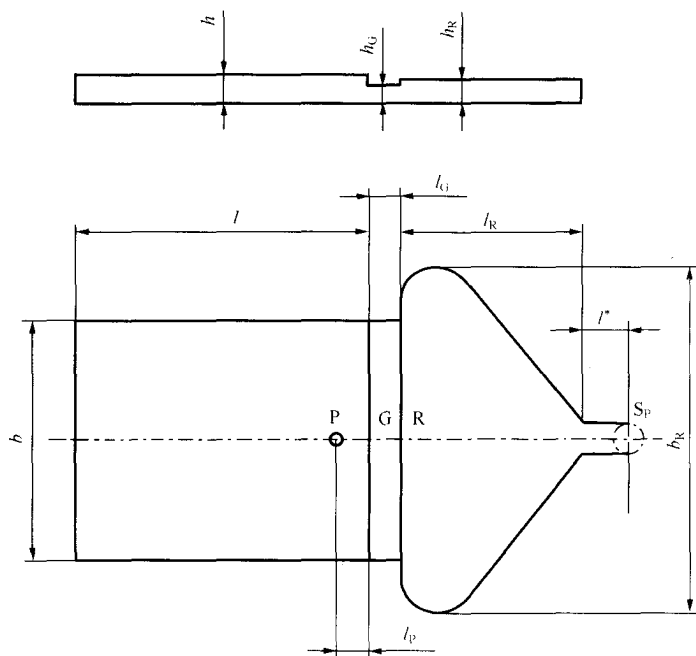


图 16-13 D1 型和 D2 型标准模具详图

S_p —主流道；
 R—分流道；
 G—浇口；
 P——压力传感器。

模具注塑的试片中截取。

附录 B

(资料性附录)

熔接线

在模具型腔内设置合适的嵌件，可用来研究熔接线对机械性能的影响（见图 B.1 和 B.2）。

图 B.1 显示的是紧挨着浇口的单个嵌件（阴影部分），熔接线（实线）在两个平行流动的熔体间形成。可用机械的方法从能够研究熔接线影响的注塑试片中（用虚线表示）截取符合 ISO 8256^[7] 的 4 型拉伸试样，按 ISO 527-1^[3] 和 ISO 8256^[7] 做拉伸和拉伸冲击试验，研究试样性能与距嵌件距离的关系。

图 B.2 显示的是使用多个嵌块的情况，熔接线由熔体相对流动产生，每个熔接线代表了不同长度的流道。

图 B.1 表示的熔体的平行流动和图 B.2 表示的熔体的相对流动产生的熔接线代表了熔接

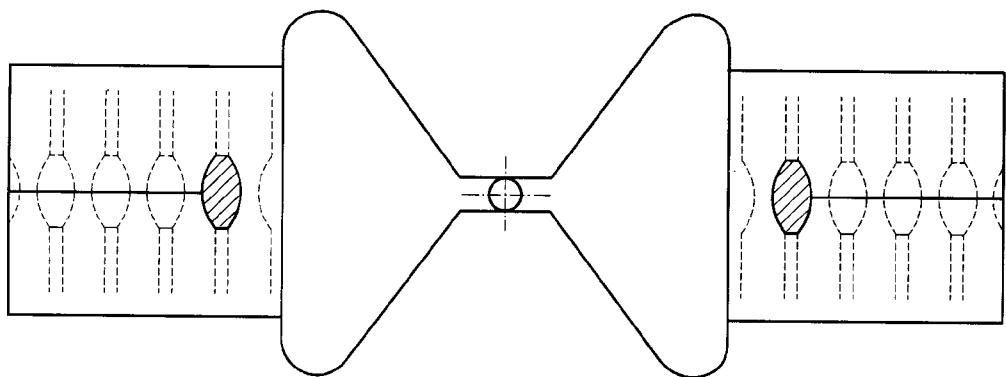


图 B.1 用单个嵌件（阴影部分）的注塑试片裁出
拉伸试样的位置（点画线）

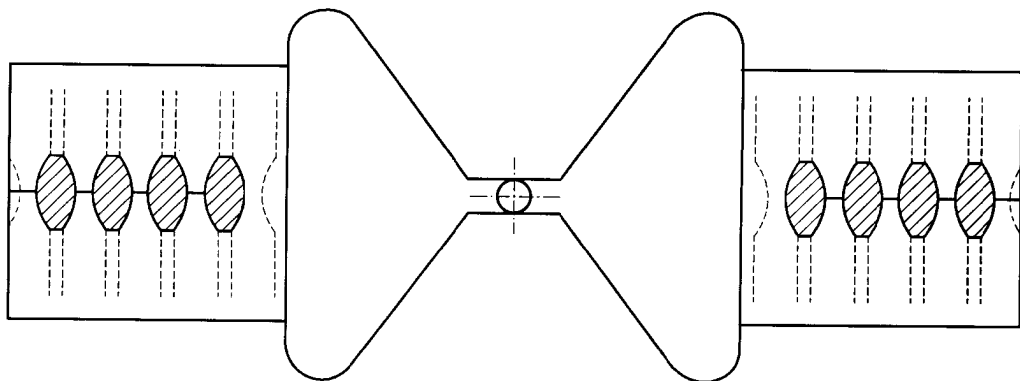


图 B.2 用多个嵌件（阴影部分）的注塑试片裁出
拉伸试样的位置（点画线）

线的两个基本类型。无论哪一种情况下，只能应用对称排列的两型腔模具。

注：对于一些材料，如果因为熔融塑料压力随距浇口距离增加而下降导致流动距离影响结果，从图 B.1 和图 B.2 所示模具获得的数据是有效的。其他一些因素，如填充均匀性和半结晶材料的结晶速度也可能对结果有影响。所以熔接线强度与距浇口距离的不同而不同。

第十九节 塑料—热塑性塑料材料注塑试样的制备

第 4 部分：模塑收缩率的测定

GB/T 17037.4—2003/ISO 294-4:2001

1 范围

GB/T 17037 的本部分规定了热塑性塑料材料注塑试样在平行和垂直于熔体流动方向上的模塑收缩率和模塑后收缩率的测定方法。

热固性材料收缩率的测定方法见 ISO 2577^[2]。

本部分规定的模塑收缩率不包括吸湿的影响。该影响包括在模塑后收缩率和总收缩率中。仅由吸湿而产生的模塑后收缩率的测定方法见 ISO 175^[1]。

本部分规定的模塑收缩率系指自由收缩率，即保压期间模具中的试片因冷却而不受限制变形产生的收缩。因而它可被视为受限制收缩的最大值。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17037 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 17037.1-1997 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 1 部分：一般原理及多用途试样和长条试样的制备（idt ISO 294-1:1996）

GB/T 17037.3-2003 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第 3 部分：小方试片（ISO 294-3:2002，IDT）

3 术语和定义

GB/T 17037.1 中确立的以及下列术语和定义适用于 GB/T 17037 的本部分。

3.1 模塑收缩率 moulding shrinkage

S_M

试验室温度下测量的干燥的试样和模塑它的模具型腔之间的尺寸差异。

注 1： S_M 用相关型腔尺寸的百分数表示。

注 2：平行于熔体流动方向的模塑收缩率 S_{M_p} 在试样宽度的中间测定；垂直于熔体流动方向的模塑收缩率 S_{M_n} 在试样长度的中间测定。

3.2 模塑后收缩率 post – moulding shrinkage

$$S_p$$

试验室温度下测量的模塑收缩率测定后又经后处理的试样在后处理前后的尺寸差异。

注 1： S_p 用百分数表示。

注 2：平行于熔体流动方向的模塑后收缩率 S_{p_p} 和垂直于熔体流动方向的模塑后收缩率 S_{p_n} 按与 3.1 中 S_{M_p} 和 S_{M_n} 类似的方式定义。

3.3 总收缩率 total shrinkage

$$S_T$$

试验室温度下测量的模塑后处理之后的试样与模塑它的模具型腔之间的尺寸差异。

注 1： S_T 用百分数表示。

注 2：平行于熔体流动方向的总收缩率 S_{T_p} 和垂直于熔体流动方向的总收缩率 S_{T_n} 按与 3.1 中 S_{M_p} 和 S_{M_n}

类似的方式定义。

3.4 型腔压力 cavity pressure

$$P_c$$

模塑过程中任意时刻，在靠近浇口中心处测量的型腔内热塑性塑料材料的压力。

注： P_c 用 MPa 表示。

3.5 保压时的型腔压力 cavity pressure at hold

$$P_{CH}$$

注射时间 t_1 （见图 1）结束后 1s 时的型腔压力（3.4）。

注： P_{CH} 用 MPa 表示。

4 设备

4.1 D2 型标准模具

D2 型标准模具应符合 GB/T 17037.3 中 4.1 的规定，用于制备 60mm × 60mm × 2mm 的试片。

为便于用光学法测量试样尺寸，可在模具型腔内刻上参考标记。参考标记应在距模具型腔边缘 (4 ± 1) mm 处。

为确保在任何方向都不限制收缩，建议参考标记的最大深度为 $5\mu\text{m}$ （见引言）。使用调整到合适位置的镶件效果较好。

GB/T 17037.1 中 4.1.1.4，k）和 GB/T 17037.3 中图 2 建议安装的压力传感器 P 对测定收缩率是必需的。

模具型腔板应有足够的硬度，以防止保压期间模塑试片厚度超过型腔的厚度，保证试片长度和宽度的收缩率为正值。

4.2 注塑机

注塑机应符合 GB/T 17037.3 中 4.2 的规定，但应在 GB/T 17037.1 中 4.2.2 给出的操作条件内增加下述允许偏差的内容：

型腔压力 P_c ：±5%

4.3 测量设备

测量设备应能测量试样及其对应的型腔长度和宽度，精确至 0.02mm。测量在对边的中心之间、对边之间或参考标记之间进行（见附录 A）。测量试样长度时，注意试样末端浇口处 0.5mm 高的台阶。如果使用机械测量仪，注意测量系统的触头不能划出刻痕。

建议使用校准板定期校准测量设备。

4.4 恒温箱

当有关双方同意进行模塑后收缩率测定时，才需要恒温箱。

5 步骤

5.1 材料的状态调节

应符合 GB/T 17037.1 中 5.1 的规定。

5.2 注塑

5.2.1 注塑的基本条件应符合 GB/T 17037.3 中 5.2 的规定。

5.2.2 制备测定模塑收缩率的试样时，保压时的型腔压力 P_{ch} （见 3.5）最好在 20MPa、40MPa、60MPa、80MPa 和 100MPa 中选择一个或多个值，也可以使用其他值。

注：型腔压力高于 80MPa，需要很高的锁模力，普通商用设备可能达不到此要求。

5.2.3 测定保压压力 P_H ，确认其是否与选定的 P_{ch} 相符，并且在每一个压力下模塑试样时，考虑以下附加说明：

a) 仔细找出注射和保压的转换点，避免时间 – 压力曲线出现凹陷的情况（见图 16 – 14，曲线 c），同时也要在转换点后 1s 内避免峰值超出保压时型腔压力的 10%（见图 16 – 14，曲线 b）；

由于注塑机惯性的影响，有效的转换时间要比正常值长。在试验中需要对每种材料和每一注射速度调整正确的转换点；

注：型腔压力曲线出峰是由于部分熔体回流引起型腔瞬时超压。因而注射到型腔内的材料的质量没有被清楚地确定，接近浇口处材料的取向将被扰动。

b) 保压期间保持压力恒定；

c) 保压时间按 GB/T 17037.1 中 5.2.4 给出的细节，保压期间型腔压力减少到零，表明浇口里的材料已经充分凝固不再向型腔内流动；

d) 选择试样从模具中移出且不变形的最短的冷却时间。因为材料的冷却速率与厚度平方的倒数成正比，所以对于 GB/T 17037.3 中浇口高度与试片厚度比为 3:4 的情况，型腔的最短冷却时间约为保压时间（浇口的冷却时间）的 1.8 倍；

e) 按 GB/T 17037.1 中 5.2.5 的规定维持稳定状态的条件。

图 16-14 靠近 A 点曲线的曲率变化表明从熔体流动期到膨胀压缩期的转变。保压时的型腔压力值在 R 点记录，最短的保压时间是型腔压力值降为零的时间。

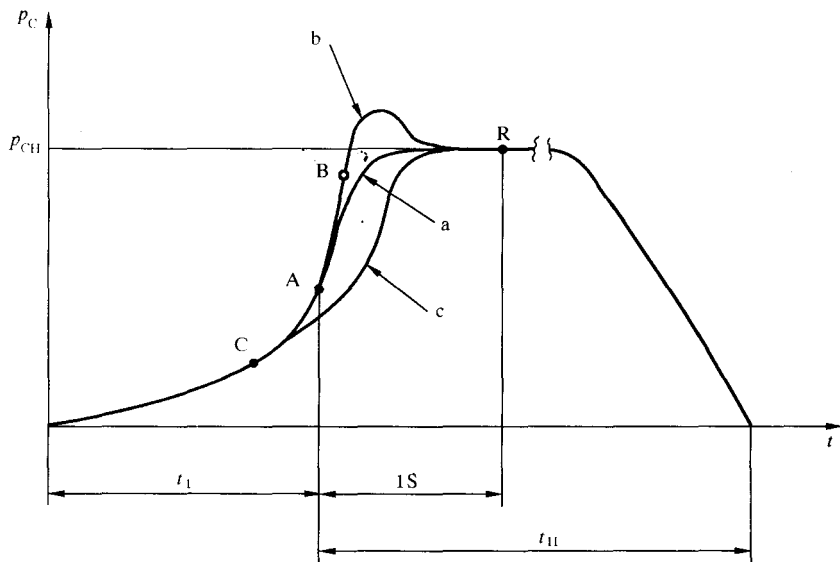


图 16-14 注塑过程中型腔压力 - 时间的关系图

曲线 a——注射时间（接近 A 点）合适；

曲线 b——注射时间（B 点）过长；

曲线 c——注射时间（C 点）过短。

5.3 模具温度的测量

应符合 GB/T 17037.1 中 5.3 的规定。

5.4 熔体温度的测量

应符合 GB/T 17037.1 中 5.4 的规定。

5.5 脱模后试样的处理

5.5.1 为减小试样的变形，脱模后应立即将试样与流道分离开。在切割时，注意不能损伤尺寸测量所用的边。

5.5.2 允许把试样平放在低导热的表面上冷却到室温。冷却后，试样应在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下，放置 16h ~ 24h。假如材料放置在潮湿与干燥的环境中收缩率有明显的差异，则应将它放置在干燥的环境（例如装有干燥剂的密闭容器）中。

5.6 模塑收缩率的测定

5.6.1 比较试片厚度和型腔高度，特别是接近浇口中间位置，检验模具型腔板是否有足够硬度（见 4.1）。

5.6.2 假如没有已知数据，应在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下测量模具对边的参考点处型腔的长度 l_0 和宽度 b_0 ，精确到 0.02mm。这些点可以是对边中点、浇口末端与对边中点、边棱中点或模具

型腔内的参考标记。

记录这些数据，用于收缩率计算。

注：应经常检查型腔内的标记是否磨损。

5.6.3 在测量试样尺寸之前，可将试样放在一个平面上或靠在一个直边上以检查试样是否有变形。任何试样，变形高度（超出平面的变形量）超过 2mm 时，均应废弃。

5.6.4 在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下，在与型腔尺寸测量相对应的位置测量试样长度 l_1 和宽度 b_1 ，精确到 0.02mm（见 5.6.2）。

可通过使试样水平受压以减小其变形（小于 2mm 的变形）。在尺寸测量中，试样的任何变形应小于 1mm。

注：变形使试样的尺寸减小，试样尺寸减小可用近似式（1）计算：

$$-\Delta x \approx 4h^2/3x \quad \cdots \cdots (1)$$

式中： x ——试样尺寸（长度 l 或宽度 b ），单位为毫米（mm）；

$-\Delta x$ ——尺寸减小（长度 l 或宽度 b ），单位为毫米（mm）；

h ——变形高度（超出平面的变形量），单位为毫米（mm）。

试样尺寸 x 为 60mm，变形高度 h 为 1mm， x 的减小 Δx 为 0.02mm，符合 5.6.2 和 5.6.4 给出的允许偏差。

5.6.5 每一个注塑条件，至少测量 5 个试样。

5.7 模塑收缩率测定后试样的处理

试样模塑收缩率测定后至模塑后收缩率测定前试样的处理条件（温度、湿度或其他环境）应采用相关材料标准的规定或按有关双方商定的条件。

注：模塑后处理的条件也可以作为贮存或使用时的条件。

5.8 模塑后收缩率的测定

试样按 5.7 要求处理后，在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下再次测量试样，结果精确至 0.02mm（见 5.6.3 至 5.6.5），长度记为 l_2 ，宽度记为 b_2 。

6 结果表示

6.1 模塑收缩率

平行和垂直于熔体流动方向的模塑收缩率 S_{M_p} 和 S_{M_n} 分别按式（2）和式（3）计算，以百分数表示。

$$S_{M_p} = 100(l_0 - l_1)/l_0 \quad \cdots \cdots (2)$$

$$S_{M_n} = 100(b_0 - b_1)/b_0 \quad \cdots \cdots (3)$$

式中： l_0 ——型腔长度（见 5.6.2），单位为毫米（mm）；

l_1 ——试样长度（见 5.6.4），单位为毫米（mm）；

b_0 ——型腔宽度（见 5.6.2），单位为毫米（mm）；

b_1 ——试样宽度 (见 5.6.4), 单位为毫米 (mm);

6.2 模塑后收缩率

平行和垂直于熔体流动方向的模塑后收缩率 S_{p_p} 和 S_{p_n} 分别按式 (4) 和式 (5) 计算, 以百分数表示。

$$S_{p_p} = 100(l_1 - l_2)/l_1 \quad \cdots \cdots \cdots (4)$$

$$S_{p_n} = 100(b_1 - b_2)/b_1 \quad \cdots \cdots \cdots (5)$$

式中: l_1 ——试样长度 (见 5.6.4), 单位为毫米 (mm);

l_2 ——试样经模塑后处理 (见 5.8) 后的长度, 单位为毫米 (mm);

b_1 ——试样宽度 (见 5.6.4), 单位为毫米 (mm);

b_2 ——试样经模塑后处理 (见 5.8) 后的宽度, 单位为毫米 (mm);

6.3 总收缩率

平行和垂直于熔体流动方向的总收缩率 S_{T_p} 和 S_{T_n} 分别按式 (6) 和式 (7) 计算, 以百分数表示。

$$S_{T_p} = 100(l_0 - l_2)/l_0 \quad \cdots \cdots \cdots (6)$$

$$S_{T_n} = 100(b_0 - b_2)/b_0 \quad \cdots \cdots \cdots (7)$$

式中: l_0 ——型腔长度 (见 5.6.2), 单位为毫米 (mm);

l_2 ——试样经模塑后处理 (见 5.8) 后的长度, 单位为毫米 (mm);

b_0 ——型腔宽度 (见 5.6.2), 单位为毫米 (mm);

b_2 ——试样经模塑后处理 (见 5.8) 后的宽度, 单位为毫米 (mm);

模塑收缩率、模塑后收缩率和总收缩率之间的相互关系见式 (8)

$$S_T = S_M + S_p - S_p S_M / 100 \quad \cdots \cdots \cdots (8)$$

注: 模塑收缩率和模塑后收缩率表示的百分数不是用相同的起始尺寸 [分别见式 (2) 和式 (3), 式 (4) 和 (5)], 因此总收缩率并不是二者之和。但是式 (8) 的最后一项通常可以忽略。

7 精密度

因未获得实验室间的数据, 本方法的精密度尚不可知。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

a) 采用 GB/T 17037 的本部分;

b) ~ h) 按 GB/T 17037.1, 第 6 章中 b) ~ h) 的规定, 但 g) 中保压压力 P_H 用型腔压力 P_{CH} 代替;

i) 平行和垂直于熔体流动方向的模塑收缩率、模塑后收缩率和总收缩率, 用百分数表

示，精确到 0.1%。

附 录 A

(资料性附录)

测量长度和宽度的参考点

图 A.1 是试样的透视图，阴影为浇口末端台阶和与流道切割处的剖面。

用机械测量仪测量长度 l_1 和 l_2 ，宽度 b_1 和 b_2 ，试样三对模塑面的中心 S 和台阶中心 G 是合适的参考点。

用光学仪器测量时，可用试样边棱的中点 E 或距边棱 4mm 处（见 4.1）型腔板上预制的标记 M 作为参考点（图 A.1 仅显示了一个这样的标记）。

只要采用相同的参考点测量试样和型腔，每对参考点间的高度差就不会对收缩率产生显著的影响。参考点的一致可避免测量试样时的倾角和不同类型的参考点产生的影响，例如：一面的“机械”参考点 S 和与之相对面的“光学”参考点 E 或 M 相结合。

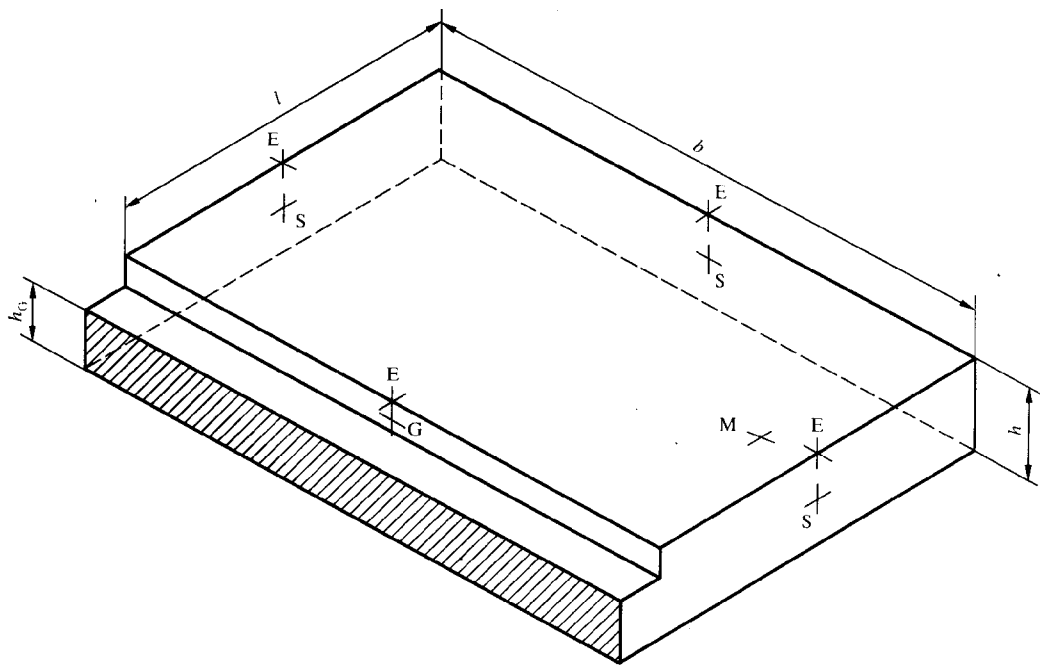


图 A.1 注塑试片透视图

第十七章 橡胶、塑料软管及软管组合件

第一节 橡胶、塑料软管及软管组合件 液压试验方法

Rubber and plastics hoses and hose assemblies
—Hydrostatic testing

GB/T 5563—94
代替 GB 5563—85

本标准参照采用国际标准 ISO/DIS 1402—1991《橡胶、塑料软管及软管组合件——液压试验》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了软管在充压条件下进行耐压性能、管体变形及爆破压力的测定方法。

本标准适用于内径 $\psi 2 \sim \psi 51\text{mm}$ 的软管（包括软管组合件），不适用于特殊形状的软管。

2 引用标准

GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB/T 9573 橡胶、塑料软管和软管组合件 尺寸测量方法

GB 9574 橡胶、塑料软管和软管组合件 试验压力和爆破压力与设计工作压力的比率

3 一般要求

除另有规定外，全部试验都应在标准试验室温度下进行（见 GB 2941）。

4 仪器设备

4.1 压力表：每次试验都要选择校正过的 1.5 级压力表，并使试验压力在满标压力读数的 15% ~ 85% 之间。

4.2 游标卡尺、卷尺。

5 试样

软管试样的最低自由长度为 600mm。对于软管组合件，除另有规定外，应采用其成品长度进行试验。试样数量不得少于两根。

6 加压

6.1 一般要求

试验时应采用水或其他适于软管试验的液体作为试验介质，应从试样里排除所有的气体。

6.2 程序

6.2.1 把试验液体充满软管并排出所有空气，同时连接好试验设备，关闭阀门，按规定的升压速率均匀升压。使用压力表（4.1）测量压力，在试验过程中，试样的自由端活动应不受任何限制。

6.2.2 升压速率

- a. 软管爆破压力小于等于 12.5MPa 的，其升压速率为 0.075 ~ 0.175 MPa/s。
- b. 软管爆破压力在 12.5 ~ 40 MPa 之间的其升压速率为 0.35 ~ 1.17 MPa/s。
- c. 如果试验压力大于 40 MPa，则应采用一个较高的恒定的升压速率，以便在 120s 内达到最终的试验压力。
- d. 如果达不到这些升压速率，可由委托试验单位与试验单位协商确定一合适的升压速率。

7 低、中压软管液压试验

7.1 静压力试验

采用静压力试验测定软管（包括软管组合件）的性能时，应按 6.2.2 规定施加试验压力，保持压力时间多于 30s，少于 60s，在此期间检查试样是否有泄漏、龟裂、起泡、扭转等及其他不正常现象。

除有特殊规定的软管外，试验压力与设计工作压力的关系应符合 GB 9574 中列出的压力比率。

7.2 管体变形值测定

7.2.1 一般程序

在测定软管长度变化、外径变化和扭转变化试验时，应将软管水平放置，施加 0.07 MPa 的静液压使之伸直，在软管的外表面划 3 个参照标记 A、B、C。B 标记在近于软管全长中间位置，距 B 250 mm 的两侧标记 A、C。每一标记应是软管圆周上的一段弧线，沿软管的外表面划一母线，该母线应与三弧线垂直（见图 17-1）。

在 0.07 MPa 的初始压力下，在参照标记处进行有关测量（见 7.2.2、7.2.3、7.2.4），以 6.2.2 规定的速率升压到规定的试验压力，保持该压力 1 min 后，尽量快完成测量，以免延长

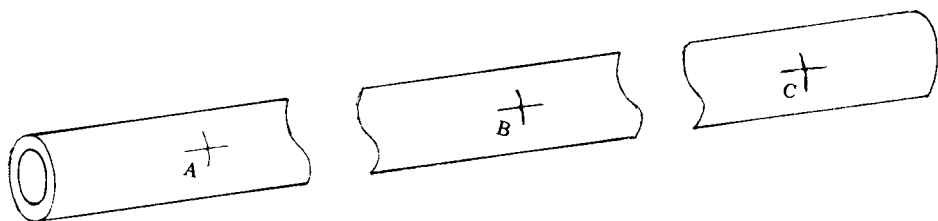


图 17-1 尺寸稳定性测定

试验时间。

7.2.2 长度变化

用卷尺分别在初始压力和试验压力下测量两个最外侧参照标记 A、C 之间的长度 L_0 、 L_1 ，精确度为 $\pm 1\text{mm}$ 。

长度变化率 ΔL 用初始长度的百分数来表示，按式 (1) 计算：

$$\Delta L = \frac{L_1 - L_0}{L_0} \times 100 \quad (1)$$

式中： L_0 ——初始压力下测得的两个最外侧参照标记间的距离，mm；

L_1 ——规定试验压力下测得的两个最外侧参照标记间的距离，mm

7.2.3 外径变化

外径变化可用卷尺测量圆周长，精确到 1 mm；也可用游标卡尺直接测量。

a. 圆周长度变化法

用卷尺 (4.2) 分别在初始压力 (0.07 MPa) 和规定的试验压力下，测量每 3 个参照标记 (A、B 和 C) 处的圆周长。

外径变化率 ΔC 用初始直径的百分数来表示。按式 (2) 计算：

$$\Delta C = \frac{\Sigma C_1 - \Sigma C_0}{C_0} \times 100 \quad (2)$$

式中： ΣC_0 ——初始压力下测得的 3 个参照标记处的圆周长总和，mm；

ΣC_1 ——规定试验压力下测得的 3 个参照标记处的圆周长总和，mm。

b. 直接测量法

用游标卡尺分别在初始压力和规定试验压力下，在每 3 个参照标记处垂直测量两个外径。

外径变化率 ΔD 用初始直径的百分数来表示，按式 (3) 计算：

$$\Delta D = \frac{\Sigma D_1 - \Sigma D_0}{D_0} \times 100 \quad (3)$$

式中： ΣD_0 ——初始压力下在参照标记处测得的 6 个外径总和，mm；

ΣD_1 ——规定试验压力下在参照标记处测得的 6 个外径总和，mm。

如遇争议以 b 法为准。

7.2.4 扭转

在受压情况下，如果软管发生扭转，以参照标记连成的初始直线就会呈螺旋状（见图 17-2）

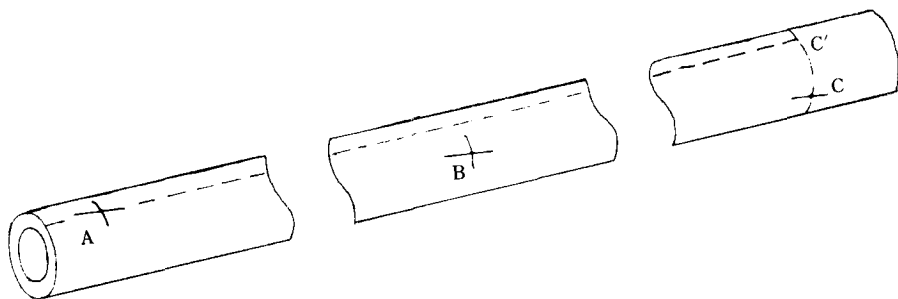


图 17-2 扭转量测定

在规定的试验压力下，在标记 A 处沿软管母线方向划一直线与标记 C 处的圆弧相交于 C'，然后用卷尺测得圆弧 CC' 的长度 S，精确到 1 mm。

每米软管的扭转量 T，用角度数来表示，单位为度每米。按式（4）计算：

$$T = \frac{360S}{C_c L} \dots\dots\dots (4)$$

式中：S——CC' 弧长，mm；

C_c ——参照标记 C 处的圆周长，mm；

L——参照标记 A、C 间距离，mm。

7.2.5 扭曲

扭曲是指软管某一部分在试验压力下与初始压力（0.07 MPa）下两管接头中心之间连线的最大偏离程度。试验过程中，可以用一根绷紧的帘线来确定两管接头中心之间的连线。

扭曲量以最大偏离点到连线的距离来表示，试验结果精确到 5 mm。

7.3 爆破压力试验

以 6.2.2 规定的升压速率升压，达到规定的最小爆破压力或软管爆破为止，如果在试验过程中压力中断，则试样报废。

记录试验压力。

8 高压、超高压软管液压试验

8.1 静压力试验

按 7.1 规定执行。

8.2 管体变形值测定

按 7.2 规定执行。

8.3 爆破压力试验

选择适宜升压速率，在小于 60 s 的时间内将软管充压至规定的爆破压力，直至软管爆破为止。如果试验压力在软管爆破前中断，则试样报废。

记录试验压力。

8.4 泄漏试验

8.4.1 试样

试样应是扣压管接头后不少于 1 d，不超过 30 d 的软管组合件。

8.4.2 程序

使试样承受相当于 70% 的规定最小爆破压力的静液压，保持 5 ± 0.5 min 后降至零。再升至规定的试验压力，保持 5 ± 0.5 min，检查试样，不得出现泄漏或其他不正常情况。该试验视为破坏性试验，试验后试样应报废。

9 试验失效准则

在软管组合件进行爆破试验时，管接头拔脱或在距管接头 25 mm 内出现的爆破不应视为软管的爆破，应在试验报告中记录。

在软管进行爆破试验时，在距端部接头 25 mm 内或相当于软管外径的距离内出现破坏，无论哪种情况都应重新进行此项试验。

10 试验报告

进行的每项试验的试验报告包括下列内容：

- a. 采用的试验方法。
- b. 试验的试样数量、试样长度。
- c. 试验压力和升压速率。
- d. 试验介质（除水之外）。
- e. 每项试验每个试样获得的试验结果。
- f. 如果试样破损，记录破损的位置和类型。
- g. 试验时出现的异常情况。
- h. 试验人。
- i. 审核人。
- j. 试验日期。

第二节 橡胶、塑料软管低温曲挠试验

Rubber and Plastics hoses—Subambient temperature flexibility tests

GB/T 5564—94
代替 GB 5564—85

本标准参照采用国际标准 ISO 4672—1988《橡胶、塑料软管低温曲挠试验》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定橡胶、塑料软管在低温下保持适宜曲挠性能的两种试验方法。

方法 A：低温刚性试验适用于内径 25 mm 以下（包括 25 mm）的非折叠型软管，此法是测定在标准试验室温度下软管刚度的增量，以比较软管的曲挠性能。

方法 B：低温弯曲试验适用于内径 100 mm 以下（包括 100 mm）的软管。

2 引用标准

GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB/T 5563 软管液压试验方法

GB 9868 橡胶获得高于或低于常温试验温度通则

3 方法 A 低温刚性试验

3.1 试验装置

3.1.1 扭矩轮直径为软管弯曲半径的 2 倍或软管公称内径的 12 倍，轮上装备可使软管绕着轮子弯曲并保持切线方向的合适装置。另外还装有应变仪和图表记录仪，用以测量扭矩，精确至 $\pm 3\%$ 。

3.1.2 低温箱内装有搅拌器，测温装置和直径 50 mm 的软管导向辊（见图 17-3）。

3.1.3 冷却液不得影响待试软管，应当按 GB 9868 规定使用。

适宜的冷却液可以是加入碎干冰（固体二氧化碳）的甲醇或乙醇。如果设计的装置能使用气体冷却介质试验而获得与液体冷却介质同样的试验结果，则也可使用气体冷却介质。

3.2 试样

3.2.1 试样类型

从待试软管上截取试样，截取的长度为：

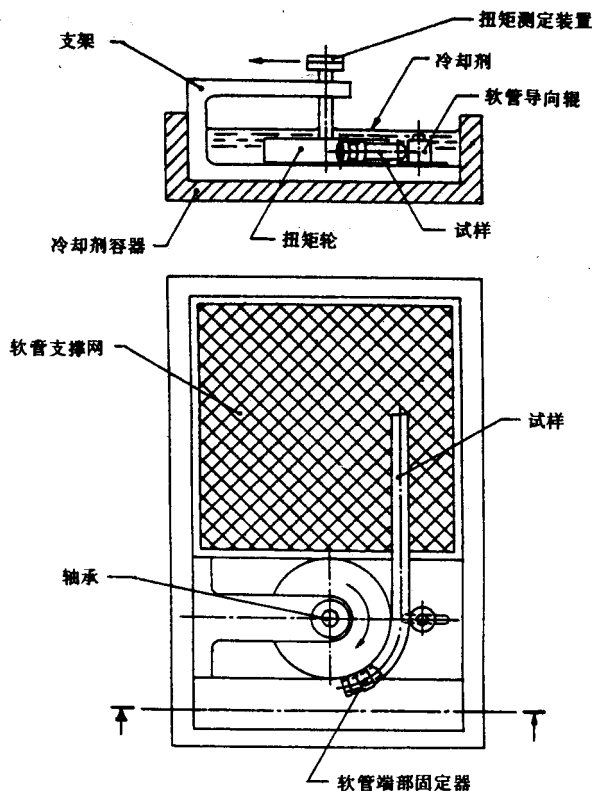


图 17-3 低温刚性试验装置图

$$L = \pi R + 2d \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： L ——试样长度，mm；

R ——符合相应产品标准规定的软管弯曲半径，mm；

d ——软管外径，mm。

3.2.2 数量

每次试验至少要使用 3 个试样。

在软管生产后的 24 h 内不得进行此项试验。

3.3 试验温度

试验应取下列温度之一进行：

$0 \pm 2^\circ\text{C}$ ； $-10 \pm 2^\circ\text{C}$ ； $-25 \pm 2^\circ\text{C}$ ； $-40 \pm 2^\circ\text{C}$ ； $-55 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

或者按有关产品标准确定的其他低温进行试验。

3.4 试验程序

将软管试样一端紧固在扭矩轮一侧的夹持器上，将伸直的或弯曲的软管试样自然地围靠在扭矩轮上。

在 GB 2941 规定的标准试验温度下测定试样围绕扭矩轮 180° 时的扭矩, 扭转时间为 $12 \pm 2 s_0$ 。

往低温箱中充入冷却剂使其达到所需试验温度, 将软管试样一端紧固在扭矩轮一侧的夹持器上, 将伸直或弯曲的软管自然地围靠在扭矩轮上, 在该试验温度下停放 6 h, 测定软管试样围绕扭矩轮 180° 的扭矩, 扭转时间为 $12 \pm 2 s_0$ 。

3.5 试验结果计算及表示

以 3 个试样的扭矩轨迹在 50% 中心线处的峰值平均数作为标准温度下的平均扭矩 T_0 和试验温度下的平均扭矩 T_t , 再代入式 (2) 求出试样刚度 S 。

$$S = \frac{T_t}{T_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: T_t ——试验温度下的平均扭矩;

T_0 ——标准温度下的平均扭矩。

如果每个试验温度下任一试样的扭矩超过该温度下平均值 T_t 的 15%, 则应重新试验。

3.6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a. 引用的本国家标准;
- b. 软管的详细说明和它的原始资料;
- c. 试样尺寸;
- d. 所用的冷却液;
- e. 标准温度和试验温度;
- f. 在标准温度和试验温度下的扭矩;
- g. 刚度计算值;
- h. 试验日期;
- i. 试验者。

4 方法 B 低温弯曲试验

4.1 试验装置

4.1.1 外径为软管最小弯曲半径 2 倍的芯轴或者弧度至少为 180° 的辊轴。如果未规定软管最小弯曲半径, 则芯轴或辊轴的外径应为软管公称内径的 12 倍。

4.1.2 低温箱, 应能保持规定的温度。

4.2 试样

从要进行试验的软管上截取试样, 截取的长度要适量以保证在环绕芯轴 180° 外, 试样两端应留有适当长度, 以便能安装固定。

完成试验后, 试样报废。

4.3 试验温度

试验应取下列温度之一进行：

$0 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ； $-10 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ； $-25 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ； $-40 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ； $-55 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

或者按有关的产品标准确定的其他低温进行试验。

4.4 试验程序

将芯轴和试样在选定的试验温度下置放于低温箱，停放时间为 6 h，在低温箱里不要取出，将内径 22 mm 以下（包括 22 mm）的软管试样围绕芯轴弯曲 180° ，在 10 ± 2 s 的时间内完成，内径大于 22 mm 的软管试样围绕芯轴弯曲 90° ，也在 10 ± 2 s 的时间内完成。

在试验内径大于 22 mm 的软管试样时，允许在低温箱外面进行试验，但是要注意在试验时不得使试样的温度上升。

观察软管内胶层和外胶层是否有龟裂或破坏的现象。

在弯曲后，使软管试样恢复到环境温度，并按 GB/T 5563，对软管试样进行所规定的试验压力试验，观察软管试样是否出现外胶层和内胶层的龟裂或破坏现象。

4.5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 引用的本国家标准；
- b. 软管的详细说明和它的原始资料；
- c. 试样的尺寸；
- d. 试验温度；
- e. 试样在弯曲后的外观检查结果；
- f. 试样在压力试验后的外观检查结果；
- g. 试验程序的说明；
- h. 试验日期；
- i. 试验者。

第三节 橡胶或塑料软管及纯胶管——弯曲试验

Rubber or plastics hoses and tubing—Bending tests

GB/T 5565—94

代替 GB 5565—85

本标准参照采用国际标准 ISO 1747—1983《橡胶或塑料软管及纯胶管——弯曲试验》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶或塑料软管及纯胶管弯曲试验的装置、试样、试验步骤、结果表示、试验报告等内容。

本标准适用于内径尺寸 80 mm 以下的橡胶或塑料软管及纯胶管弯曲性能的测定。

2 引用标准

GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB/T 9573 橡胶、塑料软管和软管组合件 尺寸测量方法

3 装置

该装置由 A 和 B 两块导板及一轨道组成，导板 A 固定在轨道上，导板 B 则沿该轨道移动，平行于导板 A 并与导板 A 高低一致（见图 17-4）。

4 试样

4.1 试样为两根软管。

4.2 试样长度按式（1）计算：

$$L = \pi R + 400 \dots\dots\dots (1)$$

式中：L——试样的长度，mm；

R——最小弯曲半径，mm；

400——附加长度，mm。

4.3 试验条件

试验室标准温度和湿度，试验与硫化之间的时间间隔以及试样试验前的调节均按 GB 2941 标准中的有关规定执行。

对比试验应在相同的条件下进行。

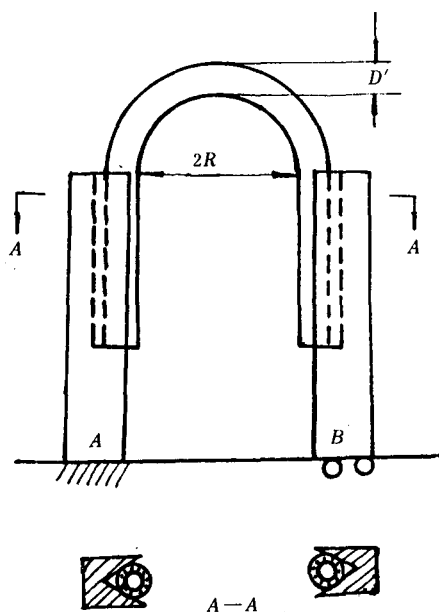


图 17-4 弯曲试验装置示意图

5 试验步骤

5.1 采用 GB/T 9573 规定的测量仪器测定软管的平均外径 D 。

5.2 按产品最小弯曲半径调节 A、B 导板间距离使之小于试样长度，调节试样呈 $\cap$ 型（如试样有自然弯曲，则顺其弯曲弧），放入两导板之间，调节 B 板使试样达到弯曲半径的要求。

5.3 测量弯曲部分的最小压扁外径 D' 。

5.4 如果需要测定试样达弯曲半径时所用外力大小应在导板上装测力计测量。

6 结果表示

6.1 变形系数 K 按式 (2) 计算：

$$K = \frac{D'}{D} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： D' ——弯曲部分最小压扁外径，mm；

D ——弯曲前试样平均外径，mm。

6.2 变化百分率 T 按式 (3) 计算：

$$T = \frac{D - D'}{D} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： D' ——弯曲部分最小压扁外径，mm；

D ——弯曲前试样平均外径，mm。

6.3 取两根软管弯曲试验的算术平均值为试验结果。变形系数取两位小数；变化百分率精确至 0.1%。

7 试验报告

- a. 本国家标准代号；
- b. 所试验软管的产品标准；
- c. 试验温度；
- d. 试验数据（如有要求，包括达弯曲半径时所需要的力）；
- e. 试验人；
- f. 审核人；
- g. 试验日期。

第四节 胶管耐压扁试验方法

Rubber hose—Test method for crush resistance

UDC 621.643.33

: 620.173

GB 5566—85

本标准规定了胶管试样抵抗定量外加压扁负荷性能的试验方法。

本标准参照采用国际标准 ISO 2929—1975《油槽车用橡胶管》及英国国家标准 BS 5173—1977《胶管试验方法（第三部分）》。

1 试样

在硫化后停放时间不少于 24h 的胶管成品中抽出 1 根，并在其任意部位截取平直、光滑、长度为 300mm 的 3 段胶管做为试样。

试样需在 23 ± 5 °C 试验室内停放 3h（该 3h 可包括在上述 24h 之内）以上方可进行试验。

2 设备及工具

- 2.1 拉力试验机：被测胶管的负荷应在试验机满负荷的 15% ~ 85% 之间；
- 2.2 卡尺：精度 0.02mm；
- 2.3 钢板尺：200mm 规格；
- 2.4 换向器（如图 17-5）。

注：上、下压缩板尺寸为长 × 宽 × 高 = 120mm × 80mm × 10mm。

3 试验步骤

- 3.1 将换向器上、下接头紧固在试验机的上、下夹持器上，调整试验机的平衡装置至负荷

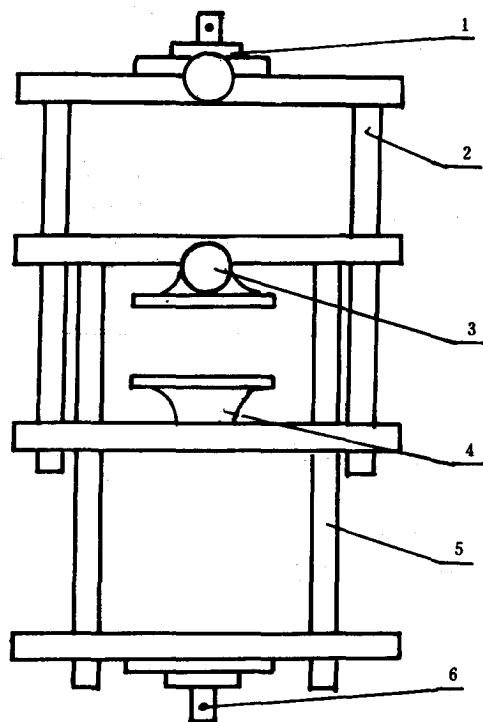


图 17-5

1—上接头；2—下压缩板连杆；3—上压缩板；
4—下压缩板；5—上压缩板连杆；6—下接头

指针指于零点。

3.2 在试样上作 1 条与轴线平行且与试样等长的线段，在线段上取 A 、 B 、 C 3 点， B 点为中点， A 、 C 各距 B 为 25mm，垂直测量出 3 点所在圆周的 6 个直径，取其算术平均值 D_0 做为压缩前的胶管外径。

3.3 将试样平放在试验机的两压缩板之间，并使 B 点在压缩板中部，使试样 80mm 受到挤压，调整压缩板间的距离为 D_0 （精确到 0.1mm），记录此时负荷表上的初读数 G_0 。

3.4 开动拉力试验机，以 $50 \pm 5 \text{ mm/min}$ 的牵引速度压缩，达到规定负荷量 G 时（即负荷表指示数减去初读数）停机，保持该负荷停放一定时间（按产品标准规定执行），测量压缩板间的距离 D （精确到 0.1mm）。

3.5 使拉力试验机原速反向运转至负荷为零，停机，停放规定时间（按产品标准规定执行）后再开机至负荷达 G_0 值，测压缩板间距离 D' （精确到 0.1mm）。

4 试验结果

试验结果以压缩变形率和压缩永久变形率表示。

4.1 压缩变形率 ϵ' (%) 按式 (1) 计算:

$$\epsilon = \frac{D_0 - D}{D_0} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中: D_0 ——胶管初始外径 (即在初始负荷量 G_0 下压缩板间距离), mm;

D ——胶管压缩外径 (即在规定负荷量作用下压缩板间的距离), mm。

4.2 压缩永久变形 ϵ (%) 按式 (2) 计算:

$$\epsilon' = \frac{D_0 - D'}{D_0} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中: D_0 ——胶管初始外径 (即在初始负荷量 G_0 作用下压缩板间距离), mm;

D' ——除去规定负荷量并停放规定时间后, 试样又在 G_0 作用下压缩板间的距离, mm。

4.3 3 个平行试验结果取最大值 (计算精确度达 0.0001)

第五节 橡胶、塑料软管及软管组合件 真空性能的测定

Rubber and plastics hoses and hose
assemblies—Determination of suction resistance

GB/T 5567—94

代替 GB 5567—85

本标准参照采用 ISO/DIS 7233—1990《橡胶、塑料软管和软管组合件——真空性能的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了抽、吸用软管被抽空到规定的负压后, 软管内、外表面形状变化的试验方法。

本标准中的 A 法适用于内径为 80mm 及 80mm 以下的软管, B 法适用于内径为 80mm 以上的软管。

2 引用标准

GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

3 原理

在规定条件下,用试样模拟抽吸用软管使用条件作降压试验,以保证这类软管能够承受软管内降压使用过程中造成的压差。该项试验的真空度在相关的产品标准中作出规定。

4 试验设备及附件

4.1 设备

真空泵:真空极限达 $1.33 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 。

4.2 附件

4.2.1 真空表 ($-1.0 \sim 0 \text{MPa}$)

4.2.2 软管塞: A 法用金属塞; B 法用透明材料制成的密封塞 (或透明的密封板)。

4.2.3 照明工具:符合一定亮度的光源。

4.2.4 实心球: A 法用,其尺寸精确到 1mm,并相当于软管内径 0.9 倍的光滑的实心球。

5 试样

试验软管的最低长度,不包括端部管接头。应当 5 倍于软管的公称内径,或者为 1m 长度。两者中取其较长者,如果长度不足 1m,则取整根软管或软管组合件。

6 试样停放

软管在制成后的 24h 内不得进行此项试验。试验前,试样应在标准试验室温度下 (按照 GB 2941 的规定) 至少停放 3h,这一时间可视为产品制成后的 24h 中的一部分。如用户和生产厂另有协定,则按协定执行。

7 试验程序

7.1 A 法

将软管尽可能地平放在一平面上,用金属塞塞住软管一端,使其不漏气,向软管内塞入一实心球,然后将软管的开口端接到附有真空表的真空泵上,在 60s 之内将软管的内压降到规定的试验压力值,并保持此压力不得少于 10min。

在保持试验压力的同时,检查软管的外部是否有凹陷或塌瘪的情况,然后将试验软管倾斜,使实心球在整根软管内通过,并检查软管是否有由于内变形而产生的任何障碍。

7.2 B 法

在软管的一端安装上透明材料制成的密封塞 (或透明的密封板),其一端接到附有真空表的真空泵上,在 60s 之内将软管的内压降至规定的试验压力值,并不得少于 10min 内保持此压力。

在保持试验压力的同时,用符合一定亮度的光源,通过透明板检查软管内部情况,并检查软管的外部是否有离层凹陷或塌瘪情况。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 软管名称和规格；
- b. 软管制造日期和批号；
- c. 试验依据的标准名称及代号；
- d. 试验温度、试验日期、试验方法；
- e. 试验结果，详细记录在试验过程中软管外表面有无塌瘪、凹陷等现象，实心球的滚动情况，及软管内部有否脱层、突起、裂口等现象；
- f. 试验者；
- g. 其他必要的说明。

第六节 橡胶、塑料软管及软管组合件—— 无屈挠液压脉冲试验

Rubber or plastics hoses and hose assemblies—
Hydraulic impulse test without flexing

GB/T 5568—94

代替 GB 5568—85

本标准参照采用国际标准 ISO/DIS 6803—1991《橡胶或塑料软管及软管组合件——无屈挠的液压脉冲试验》。

1 主题内容和适用范围

本标准规定了橡胶、塑料液压软管和软管组合件的无屈挠液压脉冲试验的要求。

本标准适用于使用中承受脉冲压力的高压液压软管和软管组合件的无屈挠脉冲试验。

本标准不适用于带屈挠的脉冲试验。

2 引用标准

GB 262 石油产品苯胺点测定法

GB 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法

GB 443 L-AN 全损耗系统用油

GB 510 石油产品凝点测定法

GB 786 液压及气动图形符号

GB/T 1690 硫化橡胶耐液体试验方法

GB 3536 石油产品闪点与燃点测定法（克利夫兰开口杯法）

3 试样

3.1 试样应为装有适宜管接头的软管组合件。

3.2 软管试样的弯曲程度和自由长度（即不包括管接头）按下列规定：

软管公称内径，mm	弯曲程度	自由长度 L ，mm
> 25	90°	$0.5\pi R + 2d$
≤ 25	180°	$\pi R + 2d$

注：R——为软管规定的最小弯曲半径；

d ——为软管外径，公差为 $^{+1.5}_{0}$ mm。

3.3 软管组合件试样的自由长度测量如图 17-6 所示：

3.4 应试验 4 根同规格软管组合件试样。

4 试验装置

脉冲试验台

4.1 该试验台的典型液压环路（GB 786）应如图 17-7 所示：

4.2 该试验台应能用一种通过试样的循环液压流体，以 0.5 至 1.0Hz 之间的频率对试样施加一内脉冲压力；

4.3 该试验台试验液体应保持在所需要的试验温度下；

4.4 每次压力周期应在图 17-8 所示的公差范围内；

4.5 压力脉冲周期的第一部分的升压速率应在 350 至 550MPa/s（3 500 ~ 5 500bar/s）之间。按图 17-9 所示测定；

4.6 为了能对照图 17-8 检查压力周期，需要一台适用的曲线图记录仪。记录仪应具有大于 250Hz 的固有频率，能精确地控制以得出一个范围在固有频率的 0.05 ~ 0.6 倍的频率特性曲线平坦区。

5 试验温度

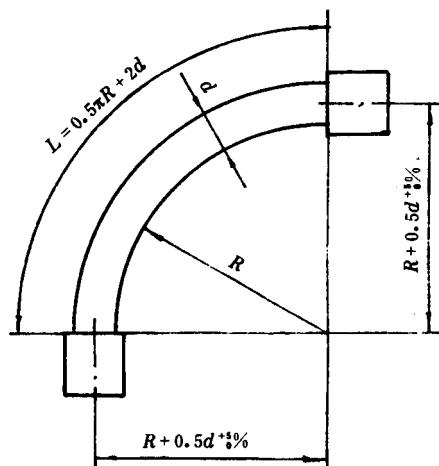
试验温度应为下列温度之一：

（55、85、93、100、125、135 或 150）±3℃

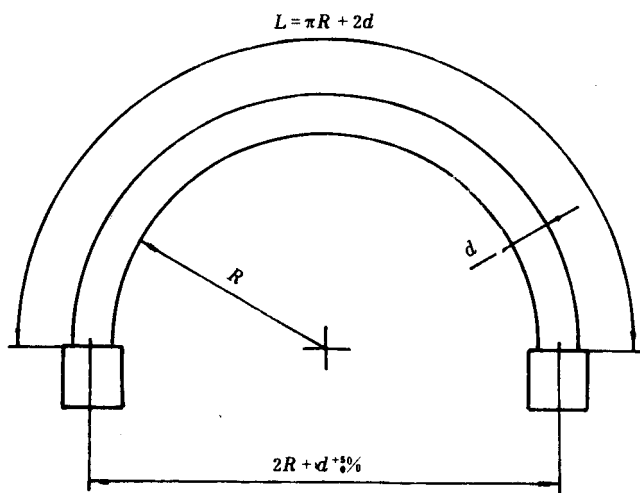
试验液体应在规定温度范围内循环流经试样。在试样的入口和出口处分别测定温度，取其平均值为试验温度。任一温度测定值均不可偏离试验温度 ±3℃。

6 脉冲试验压力

脉冲试验压力根据软管产品标准要求选择。



a. 弯曲 90°



b. 弯曲 180°

图 17-6 脉冲试验软管连接及自由长度测量

7 试验液体

进行 (55、85、93) $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的试验, 用 N46 机械油 (原称 30 号机油);

进行 (100、125、135 或 150) $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的试验, 用 1 号标准油。

其性能指标为表 17-1 所示。

表 17-1

试验液体性能要求

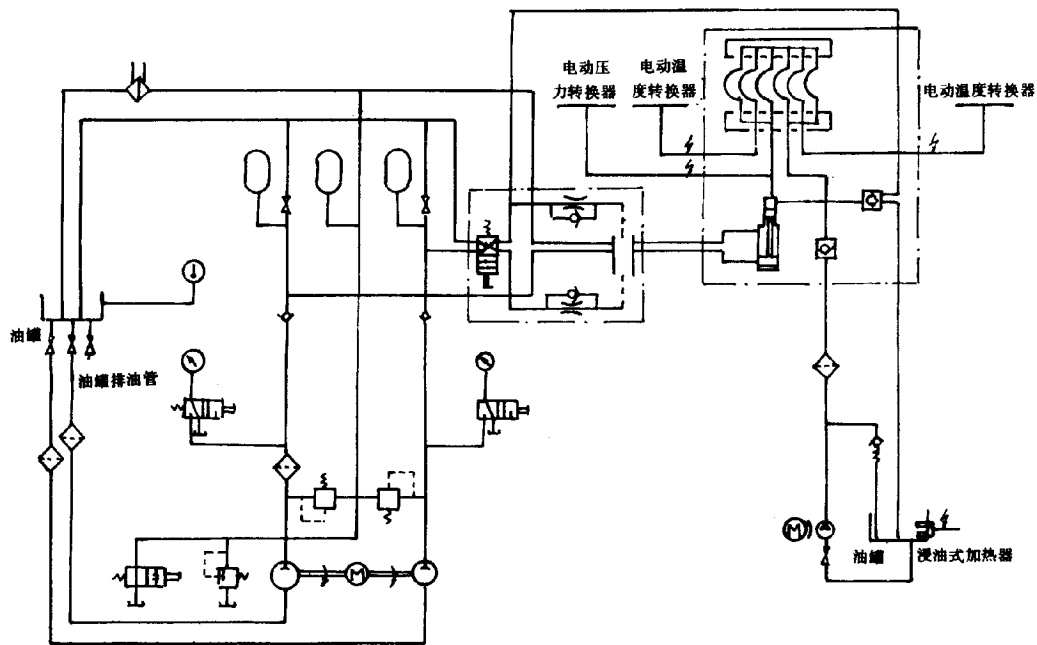


图 17-7 软管试验装置典型液压回路

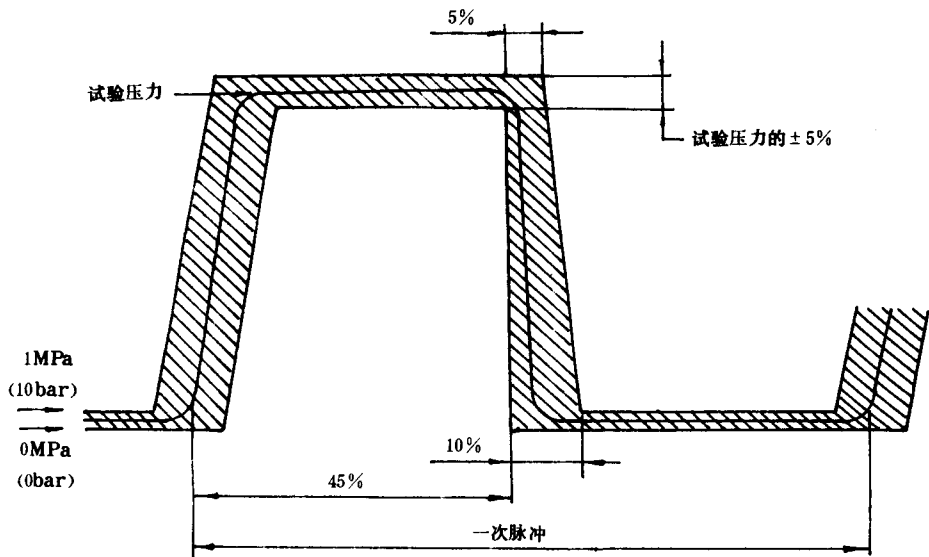


图 17-8 压力脉冲周期

项 目	油品种类及标准号		试验方法标准号
	N46 (GB 443)	1 号标准油 (GB/T 1690)	

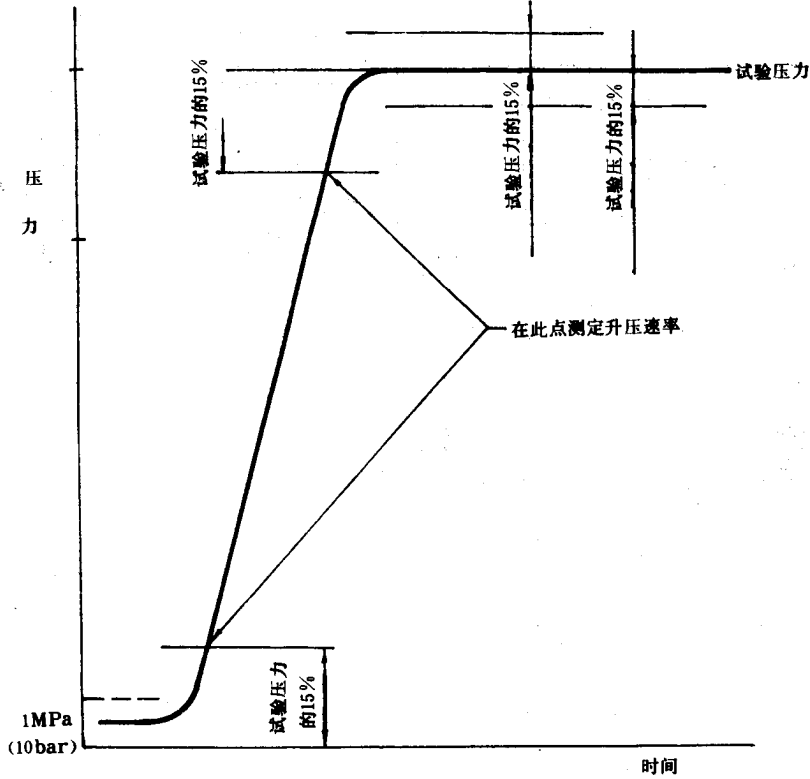


图 17-9 脉冲试验中升压速率测定

项 目	油品种类及标准号		试验方法标准号
	N46 (GB 443)	1 号标准油 (GB/T 1690)	
苯胺点 ,℃	103 ± 10	124 ± 1	GB 262
运动粘度 ,mm ² /s	41.4 ~ 50.6 ¹⁾	20 ± 1 ¹⁾	GB 265
闪点 (开口杯法) ,℃	≥ 180	≥ 240	GB 3536
凝点 ,℃	< - 10		GB 510

注：1) 40℃测定；
2) 100℃测定。

8 试验步骤

- 8.1 按图 17-6 要求，将试样安装到试验装置上，调节软管到所规定的弯曲程度，不得扭曲，并排尽内含气体。
- 8.2 使试验液体温度达到试验温度后，按图 17-8 要求施加周期性脉冲压力（方形波），按规定的周期数连续进行试验，或一直进行到组合件破坏为止。
- 8.3 如脉冲试验进行到规定要求之前，由于不可避免的原因停机 24h 以上，当重新开始试验

时,可能在软管和管接头接合处出现流体的轻微渗漏,这一现象如在 30min 内自动消失,则不视为试验失效。

如果在距管接头 25mm 内出现故障应当视为管接头的故障,并记录下来。

9 结果表示

9.1 记录破坏时的周期数,如未发生破坏时则记录所完成的周期数;

9.2 损坏判定标准如下;

在试验软管组合件时,由于接头脱落或在距接头 25mm 处内爆破而发生的损坏,仅能作为组合件组合损坏,应在试验报告中如实记录。

在试验软管试样时,在距管接头处的 25mm 距离内,或在与软管的外径相等的距离内(两者之中按其值较大者考虑)发生的损坏,都不应视为试样损坏,而应重新进行试验。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a. 本国家标准号;
- b. 试样软管或软管组合件的全面说明;
- c. 试验温度;
- d. 试验压力;
- e. 升压速率;
- f. 试验液体;
- g. 脉冲频率;
- h. 试样弯曲程度;
- i. 每试样达到破坏时的周期数,或所完成的周期数;
- j. 每一试样破坏的位置和方式,或试验完成时,每试样的状况;
- k. 试验日期。

第七节 橡胶和塑料软管及软管组合件电阻的测定

Rubber and plastics hoses and hose assemblies—
Determination of electrical resistance

代替 GB/T 9572—1988

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了用于测定橡胶和塑料软管及软管组合件的电性能试验方法，以测定导电、抗静电和不导电的橡胶、塑料软管的电阻以及软管组合件管接头之间电连续性和电间断性。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2439—2001 硫化橡胶或热塑性橡胶 导电性能和耗散性能电阻率的测定

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境 (idt ISO 291:1997)

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间 (eqv ISO 471:1983)

3 导电、抗静电和不导电软管及软管组合件的电阻的测定

对仅具有导电内衬层、导电外覆层以及全部用导电胶料制成的三种橡胶软管及软管组合件分别规定了电阻的测定方法。

3.1 装置

要求使用下列装置，此装置基本上与 GB/T 2439 规定的相同。

3.1.1 试验仪器

3.1.1.1 为了测定导电、抗静电和不导电的软管的电阻，宜使用能测定绝缘电阻的具有 500V 额定开路电压（直流）的特定仪器，或者采用已知可比结果的其他仪器进行试验。仪器应具有足够精度以保证测量电阻误差在 $\pm 10\%$ 之内。在试验过程中为了防止由于温度效应而产生的误差，在试样内消耗的电能应不超过 3W，消耗的功率应由测得的电阻除开路电压的平方而求得。试验电压低时，测得的电阻值会随着所施加的电压而变化，并产生误差。在有争议的情况下，施于试样的电压不得低于 40V。当试样内损耗的电功率超过 3W 时除外。

3.1.1.2 在测定端部管接头之间或有连通的内连线和外连线的电连续性时，可使用能测出毫欧姆、精度为 $\pm 10\%$ 的欧姆表。

3.1.2 电极和接触片

应采用导电银漆、胶体石墨或导电液在试样表面形成宽 $25\text{mm} + \frac{2\text{mm}}{0}$ 的圆周形带状电极。

采用导电液时，电极接触面积应当完全湿润，直到完成这项试验为止。

导电液应由下列成分组成：

相对分子量为 600 的无水聚乙二醇：800 质量份；

水：200 质量份；

润湿剂：1 质量份；

氯化钾：10 质量份。

当采用导电银漆或胶体石墨时，在干燥膜试样上的任意两点间的表面电阻不得超过 100Ω 。干净的金属接触片应施加在电极上，除非另有说明，用于电极的清洁的金属接触片的接触面应与电极尺寸大致相等，但不得大于该电极。

在软管内径小于 50mm 时，难以把导电液准确地涂到软管的内壁上，这时可以采用一根外径和软管内径相同的黄铜塞，涂以导电液后插入软管内 25mm。

3.2 试验准备和清洗

软管或试样的表面应清洗，如果必要应用干净的脱脂棉棒、干硅藻土（铝镁硅酸盐）和水将待施加电极的试样或软管表面上所有粉屑清除掉，再用浸蒸馏水的脱脂棉棒擦拭，最后使其干燥，不要使用能够侵蚀或溶胀橡胶的有机物质，也不要使试样表面磨损或抛光。

在施加接触片或试验过程中，软管的表面均不得出现变形，当使用软管试样时，支撑点应当在试验长度之外，当使用一般长的软管时，软管应松卷，拉直铺放在聚乙烯或其他绝缘材料上，应保证整根软管与外界任何漏电通路处于绝缘状态。

3.3 调节

软管试样应当根据 GB/T 2941 和 GB/T 2918 的规定，至少在如下的标准试验室条件下停放 16h；

温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ ；

温度 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 。

但如果对很长的软管进行试验，可以根据供货方和用户协商决定，只要相对湿度不超过 70%，允许采用工厂、仓库或实验室现有的条件。

3.4 有导电内衬层软管的试验步骤（整根软管）

在软管每端的内表面上施加 3.1.2 规定的电极，电极带边缘应与软管的端部重合。在使用导电液时，应注意防止软管内衬层、增强层和外覆层之间产生漏电通路，把金属接触片安在电极上，施加测试电压 $5\text{s} \pm 1\text{s}$ 后测量其电阻。

3.5 有导电外覆层软管的试验步骤

3.5.1 方法 1（整根软管）

在软管每端的外表面上施加 3.1.2 规定的电极，施加金属接触片，施加测试电压 $5\text{s} \pm 1\text{s}$ 后测量其电阻。

3.5.2 方法 2（在软管试样上）

3.5.2.1 试样

从一批产品中任意选取的样品中切取五根各长约 300mm 的软管，以制备试样。按 3.3 的规定调节试样。

将 3.1.2 规定的电极沿试验试样对称地放置，以使其边缘之间最近的距离为 $100\text{mm} \pm 1\text{mm}$ （见图 17-10）。

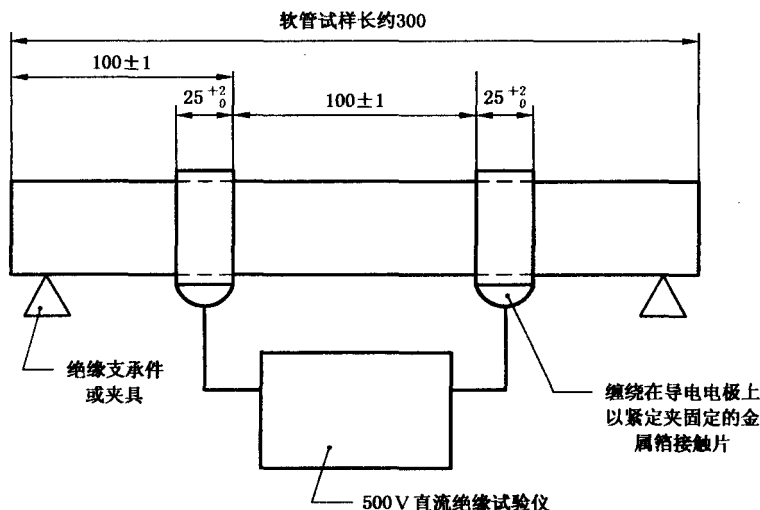


图 17-10 3.5.2.1 所述的试验用电极和接触片

应当保证沿着试样软管圆周同电极保持最紧的接触。金属接触片应比软管圆周长，以便连接后留出一小段长度为电连接夹子牢固地夹住。

3.5.2.2 试验步骤

把试样安装在聚乙烯或其他绝缘材料的支承件上，使在试样和支承件表面之间产生 $10^{11}\Omega$ 以上的电阻。应保证仪器上的导线不得相互接触，也不得接触软管或除每一导线连接端以外的任何部件。

把试验仪器引出的导线连接在相应接触片，施加测试电压 $5\text{s} \pm 1\text{s}$ 后测量其电阻。应避免试样表面受潮而造成凝集现象，使结果产生误差。

3.6 全部采用导电胶料制作的软管的试验步骤

3.6.1 方法 1 [长度 6m 以下（含 6m）的软管]

3.6.1.1 将 3.1.2 规定的电极施加在软管一端（A 端）内表面和另一端（B 端）的外表面，将金属接触片安在电极上，施加测试电压 $5\text{s} \pm 1\text{s}$ 后测量其电阻。

3.6.1.2 把电极安在软管 A 端的外表面和 B 端的内表面，然后重复上述的试验。

3.6.2 方法 2（长度 6m 以上的软管）

3.6.2.1 将 3.1.2 规定的电极施加在软管一端的内表面和距该端 3m 和 6m 处的外表面上，把金属接触片接到内电极和距内电极 3m 处的外电极上，施加测试电压 $5\text{s} \pm 1\text{s}$ 后测量其电阻。

3.6.2.2 在内电极和距内电极 6m 处的外电极之间重复此试验，其电阻值之差应视为 3m 软管

的电阻。

3.6.2.3 在软管的另一端重复此试验。

注：该项试验的目的不仅为了测量和比较软管两端各 3m 长的电阻，也是为了检验整根软管结构的均匀性。

3.7 用金属管接头装配的软管组合件的试验

3.7.1 当需要测定软管组合件的电阻值时，应将试验仪器上的导线和两端金属管接头直接连接。

3.7.2 某些软管，尤其是热塑性软管，在软管壁内有导电层，这些软管应当用按软管和管接头生产厂提出的接头装配工艺加工的组件进行试验。

4 管接头与金属导线连通的软管组合件的电连续性的测定

在某些导电型软管结构中，通过连在每个管接头上的连续导线使软管端部管接头之间形成电连续性。当软管的结构是内、外均装上导线时，应使用 3.1.1.2 所述的适宜的欧姆表确定内外导线之间的电连续性。

但需使端部管接头和仪表之间有最小的接触电阻。

5 管接头与金属导线断开的软管组合件的电间断性的测定

在某些结构内含导线的软管中，要求导线与两端管接头绝缘，在这种情况下，软管应按 3.3 规定进行调节，并按 3.7 所述来测量两个管接头之间的电阻。

但需使端部管接头与仪表之间有最小的接触电阻。

6 试验报告

试验报告的内容应当包括 a) ~ e)，并根据实际试验包括 f) ~ k)：

a) 软管型号和公称内径；

b) 本标准的编号；

c) 状态调节和试验环境（即温度和相对湿度）；

d) 所用的电极材料；

e) 电极之间的距离；

f) 软管内衬层的电阻值 (Ω/m) 以及所采用的测定方法（详记各个读数）；

g) 软管外覆层的电阻值 (Ω/m) 以及所采用的测定方法（详记各个读数）；

h) 软管内衬层到外覆层胶之间的电阻值 (Ω/m) 以及采用的测定方法（详记各个读数）；

i) 在两个管接头之间软管组合件的电阻值 (Ω/m) 以及所采用的测定方法（详记各个读数）；

j) 是否已进行软管电连续性的测定；

k) 确定电间断性所得的绝缘电阻值 (Ω)。

第八节 橡胶、塑料软管和软管组合件 ——尺寸测量方法

Rubber and plastics hoses and hose
assemblies—Methods of measurement of dimensions

UDC 621.643.3/.4 : 531.71

GB 9573—88

ISO 4671—1984

本标准等同采用国际标准 ISO 4671—1984《橡胶、塑料软管和软管组合件——尺寸测量方法》

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测量软管内径、外径、壁厚、同心度、内衬层和外覆层厚度的方法。还规定了液压软管组合件孔径的检查方法。

本标准运用于各类软管的内径、外径、壁厚、同心度、内衬层和外覆层厚度测量和液压软管组合件孔径的检查。

2 引用标准

GB 1214 游标卡尺

GB 1216 千分尺

GB 1219 百分表

GB 6322 光滑极限量规型式和尺寸

3 一般要求

所选用的方法应适用于待测量的特定软管。

4 内径

方法 1 到方法 5 (4.1~4.5) 的测量可在整根软管的端部或从整根软管切下的试样 (最低长度为 150mm) 上进行。对于钢丝增强液压软管, 应在至少离端部 25mm 处测量。

测量应用下列方法之一进行。

4.1 方法 1

测量公称内径小于 150mm 和各种尺寸可折叠型软管, 可用直径增量为 0.25mm 的塞规

(见图 17-11 和 GB 6322)。将塞规轻轻插入软管试样里,不施加压力。如果软管内膛不特别圆,更应小心。

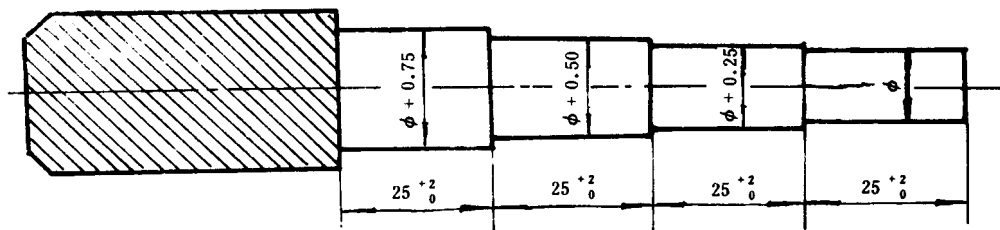


图 17-11 塞规

4.2 方法 2

对于公称内径小于 63mm 精确度要求高的软管,如钢丝增强的液压软管,应使用一个合适的扩张球或伸缩式内径规来测量。

4.3 方法 3

公称内径 100mm 及 100mm 以下的软管,可使用符合 GB 1214 要求的滑动游标卡尺的内卡测量,在互为直角处取两个测量值,取其平均值为内径。测量时应注意不要使软管变形;测量 100mm 以上内径的软管,如要求测量的精确度比方法 5 更高,可以使用适当规格的卡尺。

4.4 方法 4

测量所有内径软管,可以使用带有适应于内壁的、用弹性体材料制作的、圆脚的内卡千分尺(见 GB 1219),卡尺规格要适合于被测量的内径。在互为直角处取两个测量值,再取平均值。

4.5 方法 5

测量 100mm 以上软管的公称内径,使用有刻度的钢尺一般就能达到足够的精确度,在互为直角处取两个测量值,再取平均值。

4.6 方法 6

对于适当直径的软管和软管断面未因切割而变形的软管,可使用 0.1mm 分度的光学放大镜,在互为直角处取两个测量值,再取平均值。

5 外径

方法 1 到方法 3 (5.1~5.3) 的测量可用整根软管或从整根软管上切取的样品(最小长度为 150mm)进行。测量位置至少距离端部 25mm。

测量应采用下列适当方法之一。

5.1 方法 1

测量公称外径 100mm 及 100mm 以下的软管,可使用滑动游标卡尺或符合 GB 1216 要求的千分尺。在互为直角处取两个测量值,再取平均值。测量时应注意不要使软管变形。当要求精度较高时,应将试样套在外径等于软管内控的芯轴上,以防止变形。

5.2 方法 2

测量公称外径 20mm 以上的软管, 可使用游标分级 π 卷尺。

5.3 方法 3

测量公称外径超过 100mm 的软管, 可使用能直接读出直径的卷尺或用卷尺测量周长, 再由周长计算出软管直径。

5.4 方法 4

对于适当直径和软管断面未因切割操作而变形的软管, 可使用 0.1mm 分度的光学放大镜, 在互为垂直处取两个测量值, 再取平均值。

6 增强层外径

增强层外径的测量一般只限于装配管接头的液压软管。应用从软管上切取的试样进行测量。

完全剥掉外覆层材料之后, 应按 5.1 或 5.2 条规定进行测量。

7 软管壁厚

在需要知道壁厚的情况下, 取外径与内径之差的一半计算就可以了。

此外, 壁厚可以用下列方法之一直接测量出来。

7.1 方法 1

用滑动游标卡尺测量, 注意不要因曲率造成误差。

7.2 方法 2

用带有圆形的与软管内表面相接触的测量头的千分尺进行测量, 或者使用类似于图 17-12 所示装置的千分表来测量。

7.3 方法 3

用适用于弹性体材料的、带有圆形脚的测厚卡尺千分表测量。

7.4 方法 4

用节度为 0.1mm 的光学放大镜测量。

8 同心度

内径与增强层外径之间、内径与外径之间的同心度应用下列方法之一进行测量。

8.1 方法 1

将软管试样安装在一根外径等于软管内径的芯轴上, 芯轴端部支撑在 V 型轴块上, 使用千分表可读出大小读数之间的最大偏差值。对于公称内径小于 63mm 的软管, 同心度应为千分表 360°范围内读数的差值; 对于公称内径为 63mm 及 63mm 以上的软管, 应按软管周长每隔 45°共取 8 个读数, 所有读数都应距软管试样端部至少 15mm 处获取。

8.2 方法 2

使用带有与软管内表面接触的圆形测量头千分表或者使用类似图 2 所示的装署的千分表

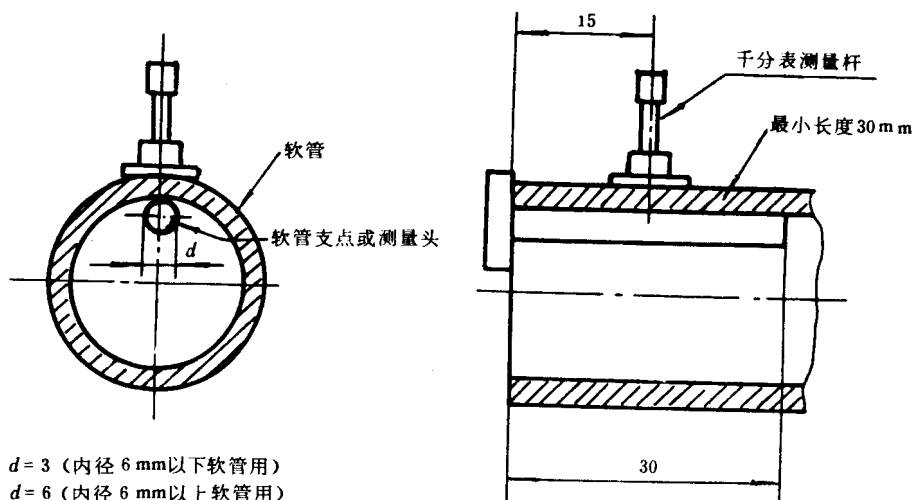


图 17-12 用千分表测软管壁厚的适用装置

进行测量。测量应按 7.1 规定的程序进行。

9 内、外胶层厚度

9.1 方法 1

9.1.1 取一段长约 50mm 的软管试样，并在其每端标出一个直径，两个直径标记应互为直角 [见图 17-13 (a)]

9.1.2 将试样切成相等长度的两段，然后将每一段沿标出直径纵向切开两等份 [见图 17-13 (b) 和图 17-13 (c)]

9.1.3 用分度 0.1mm 的光学放大镜在纵向切开边缘的每一边的一点上测量并记录各段内衬层和外覆层厚度。

9.1.4 计算 8 个测量值的平均值，即为内衬层或外覆层厚度。

9.1.5 在外覆层呈沟槽或波纹状时，测量应在最薄处进行。

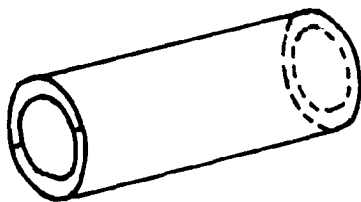
9.2 方法 2

9.2.1 测量从任何类型软管上截取的内衬层和外覆层厚度，可用刻度为 0.02mm、带有 3~10mm 直径的压脚，可施加 $22 \pm 5\text{kPa}$ 压力的标准千分尺。

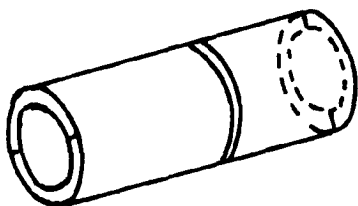
9.2.2 测量邻接编织或缠绕增强部分的内衬层或外覆层的厚度。作为两个厚度测量值的平均值，其中一个测量值应采用刚好磨去编织层或缠绕层波纹的试样获得，记录取自间隔 90° 的两个试样的平均值。

9.2.3 在试样上测量邻接纺织物增强层的内衬层或外覆层厚度。所测的试样应磨去由纺织物增强层引起的波纹。

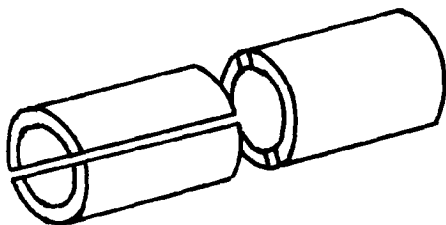
9.3 方法 3



a) 所标的直径



b) 切成两段的试样



c) 纵切成的每一半试样

图 17-13 内胶层和外胶层厚度的测量

在对钢丝增强软管规定最大外覆层厚度的情况下，外覆层厚度应用带有圆形压脚的千分表测深规进行。圆形压脚应平行于软管放置，横跨从软管外覆层上切除 12.5 ~ 25mm 宽的条所形成的凹槽，应将一个芯轴放到软管孔腔中，以保证使偏差降至最小。应记录沿圆周测量最大和最小读数。

10 软管组合件内径检验

该试验适用于端部装有管接头的软管组合件。用来确认整个组合件的内径（包括由于安装管接头而产生的凸起或收缩部分）不得小于规定的数值。

这项试验是通过确定一个规定尺寸的试验球能否完全通过组合件未完成的。

注意：建议软管规范应规定所用试验球的尺寸，选用一标准的滚珠轴承尺寸，而不必标出公称内径的百分率，因为后者通常会得出不易得到的非标准的球尺寸。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 所试验软管全称；
- b. 试验日期；
- c. 该国家标准引用标准，
- d. 内径（包括所用的方法和测得的各个读数）
- e. 外径（包括所用的方法和测得的各个读数）；

- f. 增强层外径 (包括所用的方法和测得的各个读数);
- g. 壁厚 (包括所用的方法和测得的各个读数);
- h. 同心度 (包括所用的方法和测得的各个读数);
- i. 内衬层厚度 (包括所用的方法和测得的各个读数);
- j. 外覆层厚度 (包括所用的方法和测得的各个读数);
- k. 内径检验试验所用球尺寸以及球体是否顺利地、完全地通过软管组合件。

第九节 橡胶和塑料软管及软管组合件—— 选择、贮存、使用和维护指南

Rubber and plastics hoses and hose assemblies—
Guide to selection , storage , use and maintenance

GB/T 9576—2001

idt ISO 8331 : 1991

代替 GB/T 9576—1988

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

第1篇 总则

1.1 范围

本标准提出了一些建议，旨在使橡胶和塑料软管及软管组合件在使用前尽可能地保持在收到时的状态，并在正常的操作条件下获得最大的使用寿命。

注：本标准应与任何适用的法规一起阅读。

1.2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5563—1994 橡胶、塑料软管及软管组合件 液压试验方法

GB/T 9572—2001 橡胶和塑料软管及软管组合件 电阻的测定（idt ISO 8031：1993）

第2篇 一般建议

2.1 选择的准则

为预定的用途选择符合现行国家标准或国际标准的软管或软管组合件以符合用户的最大利益。如果难以说明是否适合，或者有任何特殊要求，或者难以得到必要的信息，则应向软管生产厂或行业协会咨询。

当为特定用途选择软管或软管组合件时应考虑下列因素：

a) 工作环境：

- 环境温度；
- 大气条件；
- 与有害介质的接触；

b) 传输的介质：

- 液体；
- 气体；
- 固体；
- 上述物质的混合物；

c) 传输方法

- 压力（包括流速）；
- 吸引（句话流速）；
- 重力（包括流速）；
- 加力（固体/液体，固体/气体的混合物）；

d) 工作条件：

- 所传输产品的压力和温度；
- 使用频率；

e) 安装：

- 弯曲的程度；
- 系统的振动；
- 因冲击和磨损造成损坏的危险；
- 正确连接型式的使用。

2.2 贮存条件

2.2.1 概述

在贮存，尤其是长期贮存期间，当暴露于某些因素下时，软管和软管组合件的物理性能将会发生变化。当投入使用时，这些变化可能使其不再具有与其作用相应的最佳特性。贮存条件应能对软管和软管组合件提供最佳的保护和最小的损害。

2.2.2 贮存期

贮存期应尽可能地短。因此，必须实施存货的周转，并遵循“先进先出”的规则。如果不能避免长期贮存，软管组合件最长规定为二年，散装软管最长四年，则产品在使用前应进行检查和/或试验。

2.2.3 温度

只要可能，贮存温度应在 $0^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ 之间，最好在 15°C 左右。在产品贮存期间，温度不应超过 50°C 和低于 -30°C ，也不应有反常的波动。

2.2.4 湿度

相对湿度最好不应超过 65%。

2.2.5 光

产品应在远离阳光和强的人工光源的暗处贮存。如果贮存区有窗户或装有玻璃的开口，应使用红、橙或白色遮盖物遮蔽。

2.2.6 臭氧

由于臭氧对橡胶基的产品有有害的影响，贮存区内不应有能产生臭氧的设备，如汞蒸气灯或管、高压电设备、电机或其他可能产生电火花或电荷的设备。

2.2.7 环境

产品不应与某些物料相应接触，或暴露于其蒸气中，尤其是溶剂、油类、油脂、酸、消毒剂等。某些金属，如铜、铁和锰，对某些橡胶胶料有有害的影响。

2.2.8 热源

产品不应贮存在与热源很近的地方。与热源的距离应足以保证符合 2.2.3。

2.2.9 电磁场

贮存区附近不应有可产生电场或磁场的设备，因为电磁场的变化或波动会在金属接头内感生电流，从而生热。

2.2.10 贮存方法

产品应以不承受过量的应力、拉伸或变形的方式贮存。应避免与锐利的、带尖的或磨蚀性物体或表面相接触，应尽可能架置贮存。

盘卷的软管或软管组合件应平放贮存。当堆放不可避免时，堆的高度应限制在底部的产品不产生永久变形的程度。不推荐将软管卷悬挂在桩钉上。

以伸直状态交货的软管和软管组合件应平放贮存，不要弯曲。

交货时所带的管端封头不应去掉。

2.2.11 啮齿动物

产品应避免受到啮齿类动物的侵害，如果有此危险应给予足够的保护。

2.2.12 出库

务必保证从仓库内发出的产品处于其合格的状态，并适合于其预定用途。为此，有必要对库内不同型别的产品进行标识。

对未带有永久性管接头的软管组合件，即带有可调卡箍/夹持器的软管组合件，应进行检查，以确保管接头是牢固的。

2.2.13 返库

从使用中撤回的产品在返库之前应排净它们曾传输的物质。对那些曾用于传输化学物质、易爆、易燃或腐蚀性物料的软管应特别注意。在清洗之后和返库之前，应对产品进行检查，以确定其是否适合继续使用。

2.3 使用与维护

2.3.1 搬运

对软管和软管组合件始终应小心搬运。不应在锋利和粗糙的表面上拖拽，不应使其经受折曲和压扁，例如车辆压过。

2.3.2 压力

产品不应在超过设计工作压力的压力（包括冲击压力）下使用。

2.3.3 温度

产品的使用温度，不论是所传输物料的温度还是环境的温度，不应超出生产厂规定或建议的温度范围。

2.3.4 传输的物料

软管和软管组合件仅应用于传输预定的物料。如果对其适用性有疑问，应向生产厂咨询。当传输有潜在危险的物料，如有毒、具腐蚀性、易爆或易燃品时，应采取预防措施以便将由于泄漏而溢流的影响降低到最低程度。建议不使用时不要将软管和软管组合件保持在充满传输介质的状态。

2.3.5 环境

软管和软管组合件不应用于预定用途以外的环境。如果对环境适应性有疑问，或遇到了不常见的或易变的条件，应向生产厂咨询。

2.3.6 弯曲半径

软管和软管组合件不应在小于生产厂规定或建议的最小弯曲半径下使用，因为这样可能会阻碍所传输物料的通过或损坏软管组合件。要避免在靠近管接头处发生弯曲或折曲，因为连续在同一部位弯曲可能使增强层疲劳，导致过早的失效。

2.3.7 扭转应力

通常，软管和软管组合件不设计成在扭转状态下使用，因此应安装成机器部件的相对运动可使软管产生弯曲，但不产生扭转。

2.3.8 拉伸应力

仅当特殊设计这样使用时，软管和软管组合件才可经受拉伸应力。如果对其适用性有疑问，应向生产厂咨询。

2.3.9 振动

振动使软管和软管组合件疲劳发热，尤其是在连接处，这能导致过早失效。应当向生产厂了解清楚软管是否设计得能承受振动。

2.3.10 管接头的装配

在装配前，应弄清管接头、软管和固定方法的适应性。如有疑问，应向软管和管接头生产厂咨询。

管接头应无锋利的棱角。芯管、套管等尺寸应能在正确装配时保障有效密封。扣压压力和箍紧扭矩载荷应予控制，因为压力或载荷不足或过量都将导致组合件的过早失效。为使管

接头易于插入软管中，建议使用清水或肥皂水。不应使用含有油、脂或溶剂的物料，除非该软管是专门设计用于传输这些物料的。当插入管接头时应尽量避免使软管承受扭转应力。

2.3.11 不泄漏性

装配上管接头后，建议对组合件在规定的试验压力下进行静液压试验，以确认连接的有效性，即无泄漏，软管和管接头之间无拔脱现象。在没有法规或其他标准的情况下，建议按照 GB/T 5563 进行静液压试验。

2.3.12 电性能

当有关于软管和软管组合件电性能的要求时，建议按 GB/T 9572 进行检验。应通过定期进行重复试验来确定连续一致性。

2.3.13 固定安装

在固定安装中使用的软管和软管组合件，应尽可能通过适当的夹持加以支撑。务必保证软管在压力/抽吸作用下的正常运动，即膨胀、长度变化和扭曲不受夹持装置的限制。

2.3.14 活动部件

当软管或软管组合件用作活动部件间的联接器时，应保证长度足够但不过量，任何运动不会使软管承受冲击负荷、收缩、磨损、过度弯曲或拉伸/扭转应力。

2.3.15 标志/标识

如果需要软管标准中规定以外的标志或进一步的标识，建议通过在软管上粘贴带有所需标志内容的胶粘带来实现。不推荐直接用涂料和油墨在软管上进行标志，因为软管的外胶可能与制造涂料和油墨的溶剂不相适应。

2.3.16 维护

除有法规、标准或合同要求者外，应对软管和软管组合件进行定期试验检验以确定其是否适合继续使用。尤其应该注意连接处及其邻近部位的情况，以及是否出现由于正常老化或在使用中不正常的使用条件、恶劣操作或事故造成的损坏所引起的表示软管性能下降的缺陷。

有下列缺陷者应停止使用：

- 穿孔、裂口、撕裂、增强层暴露；
- 臭氧龟裂；
- 局部变形、气泡、压力下膨胀；
- 软或黏的补斑。

当在软管标志中有使用截止日期时，即使软管没有出现明显的性能下降的迹象，也应遵守。

2.3.17 软管的修理

不推荐对软管进行修理，除非生产厂特别提出。如果允许对软管进行修理，应认真按生产厂的说明操作。

第3篇 对特定用途的附加建议

注：下列建议是第2篇给出的一般建议的补充。

3.1 焊接与气割用软管

这些用途所使用的气体是氧气、乙炔、液化石油气（LPG）和不可燃的惰性气体，譬如，氩气、氮气等。这些软管的内衬层应专门配合以避免与所传输的特定气体发生反应。为避免混淆，并保证使用正确的软管，软管的外覆层的颜色规定如下：

蓝或绿色：传输氧气用；

红色：传输乙炔用；

橙色：传输 LPG 用；

黑色：传输不可燃的气体用。

无论在什么情况下，这些软管都不应作他用，也不应用于传输它们所标识以外的气体。

注：用于传输 LPG，即带橙色外覆层的焊接或气割用软管不适于连接使用丙烷/丁烷的家用器具。

3.2 蒸汽软管

除非另有规定，蒸汽软管用于传输温度与压力有直接关系的饱和蒸汽。如需传输温度与压力无直接关系的过热蒸汽，由于软管要承受不同的应力，应向软管生产厂咨询。

当蒸汽软管不是连续使用或在使用过程中有冷却阶段时，软管要承受热冲击，这可导致玉米花效应，因此该软管应以相对短的时间间隔进行检查以确定其是否适合进一步使用。

考虑到软管失效的严重后果，即烫伤，应采取有效的预防措施以保护人身安全，并使软管和软管组合件爆破的后果降低到最小。

3.3 传输食品用软管

该用途的软管和软管组合件要符合健康法规。因此，软管应使用不与所传输物料发生反应而造成污染的内衬层。软管和软管组合件应仅用于传输预定的物料，并必须严格遵守关于清洗材料、方法和频率的规定。

3.4 传输磨蚀性物料用软管

为获得最大使用寿命，用于传输磨蚀性物料的软管和软管组合件应尽可能在平直状态下使用。当弯曲不能避免时，弯曲半径应尽可能的大。软管以小半径弯曲或盘卷的安装会不可避免地引起涡流，导致内衬层局部迅速磨损而过早失效。

为减少磨损，建议使用外部管接头，因为没有向软管内插入的芯管会减少出现涡流的可能性。

有电连续性要求的这种软管组合件应定期检查以确保所传输物料粒子与软管壁磨擦所产生的静电能有效地导出。如果静电不能导出，则软管可能会因电弧穿孔而过早失效。

3.5 传输腐蚀性物料的软管

农药制品、酸及某些化学制品都标明有腐蚀性，而软管和软管组合件则设计用于传输某一特定的或特定范围的物料。如果将要传输的物料在标准或其他技术文件的范围内没有提

及,或者浓度、温度或压力范围不在所述范围之内,应向软管生产厂咨询。

务必避免物料,特别是溶液和乳液在软管内停滞,因为由此而产生的沉淀会导致浓度超过允许的限度,从而使软管内衬层性能下降。为避免这样情况的发生,建议在使用后应尽可能将软管排干,并对其进行冲洗。

考虑到软管失效的严重后果,应采取适当的预防措施以使软管和软管组合件爆破的后果降低到最小。

3.6 传输易燃物料的软管

在我国,有关于贮存及运输易燃品,包括液态烃类(汽油,煤油和柴油)和液化烃(LPG)的规定。这些规定只要适用于装卸作业的软管时就应严格执行。

软管和软管组合件应定期检验,以确定其继续使用的可能性,尤其是在电性能方面。建议不使用时应将软管排干。

当使用软管和软管组合件传输液态烃时,芳香烃含量必须在软管产品标准规定的范围之内。

3.7 汽车用软管

汽车用软管和软管组合件暴露于恶劣的环境,应制造得耐受或免受这些环境的侵害。譬如:

a) 软管和软管组合件的现场部位条件:例如,在引擎顶盖下,可能与燃油、滑油、电池酸等相接触,暴露于发动机的热或富臭氧的环境中;

b) 可能要求车辆在其中工作的条件,如极限温度和湿度或溅上沙、泥、砾、雪、冰等;

c) 软管或软管组合件所连接的车辆部件之间的运动和振动。

在上述 a) 和 b) 给出的条件中,建议尽可能将软管和软管组合件用护套保护起来。

如果安装中有严重弯曲或固定点在不同平面上,应考虑使用模压软管。无论什么情况下,软管所承受的弯曲半径都不应小于标准的规定。要注意保证张力最小、避免扭转,以及与相邻组件之间有足够的间隙。在静态下存在这种间隙的地方,应保证车辆的动态工作条件不会使软管产生振动和位移,否则会使软管与热的部位相接触或与相邻部件相磨擦。软管或软管组合件的长度应为满足上述条件所需的最小值,并且只要有可能,软管就要用适当的夹持装置加以支撑。

下列特殊情况也应考虑:

冷却剂软管应有足够的柔软性以保证散热器的连接不承受不适当的应力。制动软管和软管组合件应有足够的长度以使其可在极端操作条件下满意地工作而无不当应力,同时应考虑:

——与其他部件的间隙,尤其在位移极限处,譬如车轮的完全锁定;

——相对于固定点的运动,应考虑由于车轮弹跳和在转向期间的旋转运动造成的位置高低变化。

3.8 液压软管

3.8.1 概述

在本章中所提及的是用于液压与气动的液体动力系统的软管和软管组合件，因此它们可能会承受脉冲压力或屈挠或两者结合的作用。它们通常以定制的组合件的形式，即带有适当的正确装配的管接头，提供给最终用户，以适应已确定的摆布。

除 2.2 所包含的建议外，特别应注意清洁，因为颗粒对软管内腔的污染会导致装配软管组合件的设备的损坏。在贮存期间对软管和软管组合件必须进行保护，以防止外来物体的进入。

液压软管组合件的基本作用是在需要软连接的情况下以比较高的压力提供满意的流体流动。当确定恰当的软管长度的时候，应考虑运动吸收、因压力引起的软管长度变化及软管与机器的公差。图 17-14 示出了一些推荐的和应避免安装形式。当使用弯曲形式时，邻近管接头的部分应有足够的长度，以适应预期在该部位发生的运动。

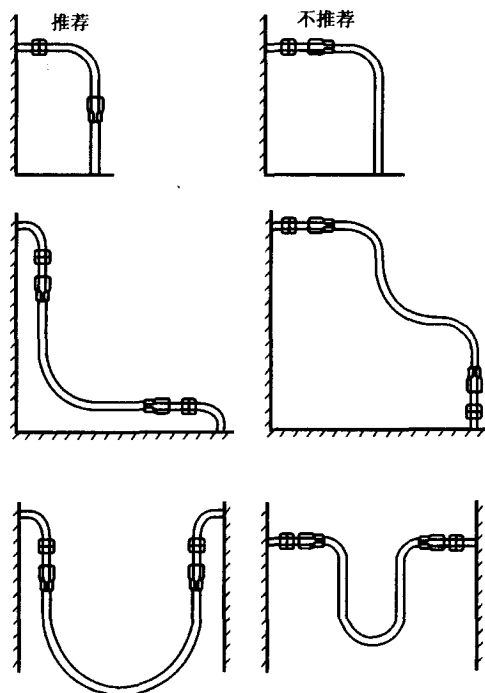


图 17-14 液压软管的弯曲构形

3.8.2 应遵守的要点

3.8.2.1 摆布

应提供足够的位移空间及与相邻部件的间距以适应设备在振动和运动下产生的偏移。摆布不应使软管在操作期间与热部位相接触或与相邻部件相磨擦。

3.8.2.2 长度

组合件的长度应足以保证充分运动而不使其承受拉伸应力。

3.8.2.3 弯曲

摆布应使软管的弯曲半径尽可能地大，无论何时都不应小于规定的最小值。重要的是应考虑安装软管组合件的设备在正常运转期间可能使软管产生弯曲，并保证符合有关弯曲的要求。

要尽可能对软管组合件提供适当的支撑，以防其自重造成额外弯曲和在连接处产生应力。

3.8.2.4 振动

应使振动引起的应力降到最低，可能时应避免出现。当组合件连接到刚性部件上时，应使用适当的固定装置，且尽可能地靠近连接点。

3.8.2.5 拉伸应力

重要的是保证不因软管与设备连接点的运动，或因软管内部压力使软管缩短，或因其他原因而在软管中引发拉伸应力。

3.8.2.6 热

应避免软管承受辐射热，如在排气系统附近。在环境温度高的情况下，应使用热隔热屏蔽材料对软管进行保护。

3.8.2.7 可达性

软管和软管组合件应位于便于安装和维护的位置上。

3.8.2.8 安装的准备

在安装软管和软管组合件前，应予检查以确保内壁清洁，无堵塞物（如管端防护封头），管接头表面上无外来杂质、毛刺和飞边。表面缺陷，尤其是管接头锥形芯管表面上的缺陷会产生泄漏。

3.8.2.9 安装

当安装软管或软管组合件时，必须保证其不扭转（见图 17-15）。

在软管组合件的每一端连接到其固定位置上时，应取其自然状态，不要紧绷。要确保无扭转，连接紧密。当对管接头或卡箍规定有具体扭转负荷时，不应超过这些负荷。

3.8.2.10 修理

鉴于液压软管设计在高压下工作，失效可能会造成伤害，因而在制造组合件时需要严格控制，即准备软管端部，选用正确型别管接头，并且需要遵循适当的装配规程（取决于所用管接头的型别），所以不赞成对这种软管进行修理。

3.9 消防软管

3.9.1 概述

本章所提及的软管和软管组合件是指那些使用水或泡沫溶液灭火的平置的和普通软管。

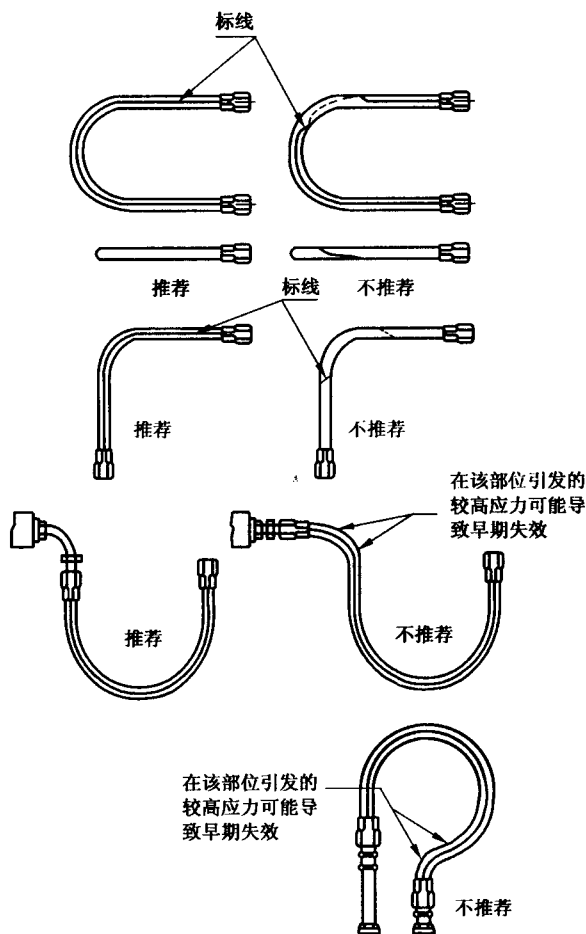


图 17-15 液压软管组合件的安装

图 17-15 是在实际工作条件下安装的软管组合件的示意图。某些试验规范要求的构形与这些建议相抵触。要强调的是这种情况仅适用于特定的试验条件，并不允许将这样的构形用于一般用途。

软管是为不同的工作环境制造的，务必确保使用正确型别的软管，即民用的、工业用的、陆基的、船用的，等等。

还应该考虑系统的工作压力、与侵蚀性物质及燃烧着的余烬或热表面接触的可能性。未确定最终使用条件会导致软管过早失效。

如果有要遵守的、在法规或合同标准或规范中规定的要求，应严格遵守。

3.9.2 应遵守的要点

3.9.2.1 贮存

在使用前，软管和软管组合件应贮存于干燥、通风良好的地方。

3.9.2.2 安装

当安装软管和软管组合件时，不论是安装于固定位置还是车辆上，其放置方式都应保证空气流通，不与其他能导致磨损的部件（如消防车上的柜侧）相接触。

当软管盘卷于芯轴上时，为减少产生永久变形的危险，应定期将其展开，然后再以相反的方向重新卷起来。

注：这种方法不适用于分别以盘卷和预折叠形式硫化的软管。

平置的软管可折叠成片状贮存。为防止损坏和产生永久变形，应定期将其展开，再以不同的折叠位置重新折卷起来。

3.9.2.3 使用

使用时，应采取预防措施避免因车辆碾压引起损坏，因为这会使流速或压力受到限制。当软管沿地面展开时，不应将其拖拽通过粗糙地面或锋利物体，也不应为打开给扣而过度用力拉。在软管可能与磨蚀性表面相接触时，尤其是靠近泵水点处，应该使用保护套。

3.9.2.4 施加压力

在施加压力前，软管和软管组合件应尽量地伸直，并不应有结扣。

喷嘴和阀门应缓慢地开启和关闭，以防压力波动和水击。

3.9.2.5 维护

使用后，软管和软管组合件应排干，清洗（内部和外部）和干燥，而后检验是否有缺陷。

如果软管使用在与化学物质接触的场合或承受了很大的应力，建议对其进行静液压试验以确定是否适合继续使用。除有法定要求或规定外，建议按 GB/T 5563 进行试验。

不论软管和软管组合件是否使用过，每年至少进行一次检查和试验。

3.10 石油工业用软管和软管组合件

3.10.1 概述

本章所提及的是石油工业用于散装输送液体石油制品的软管和软管组合件。

它们可用于船对船或船对岸输送，这时它们可沉没于水中、漂浮于水面或悬挂在空中。陆地上公路或铁路油罐车散装输送所用的软管和软管组合件采用第 3 章的一般建议，其他建议见 3.6。

通常，这种软管的内径要大于普通工业用的软管。虽然第 3 章的一般建议适用，但是由于其容量和使用场所，对贮存、搬运和维修有特殊的要求。

也应参考下列文件：

- a) OCIMF（石油公司国际海事论坛）指南；
- b) 浮标系泊论坛——软管现场搬运、贮存、检验和试验指南；
- c) 相关的国家、国际、生产厂和石油公司的规范。

3.10.2 应遵守的要点

3.10.2.1 贮存

在不得已而将软管和软管组合件贮存在户外时，务必保证软管和软管组合件免受大气的侵害。以平直状态供应的大口径软管，尤其带有模制式管接头的软管，始终应有适当的支撑，并始终带有管端封头（见图 17-16）。

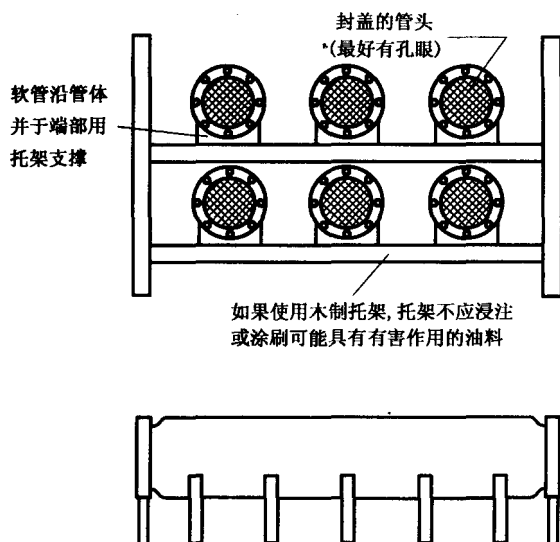


图 17-16 大口径石油工业用软管的贮存支撑

3.10.2.2 搬运

以平直状态供应的大口径软管和软管组合件，在移动时，特别是在吊升时应有适当的支撑（见图 17-17）。

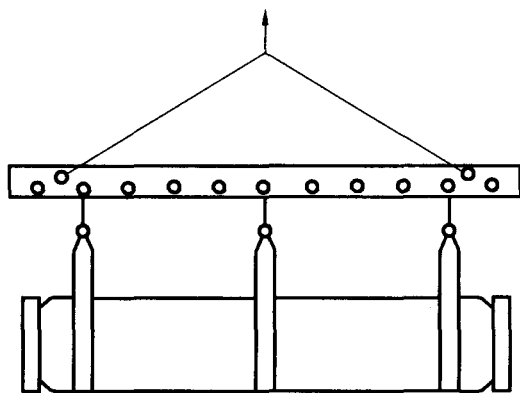


图 17-17 大口径石油工业用软管的搬运

3.10.2.3 修理

虽然不推荐对软管，尤其是管体进行修理，但是由于其规格和高的初始成本也可进行小的修补。当允许这种修补时（应遵循法规和承保人的要求），应按生产厂的说明书进行。经

修理后，软管和软管组合件应重新试验，如可行，还应包括电性能试验。

第十节 橡胶和塑料软管及软管组合件 标志、包装和运输规则

Rubber and plastics hoses and hose assemblies—
Rules for marking, package and transportation

GB/T 9577—2001

代替 GB/T 9577—1988

1 范围

本标准规定了橡胶和塑料软管及软管组合件的标志、包装和运输规则。

本标准适用于各种类型橡胶和塑料软管及软管组合件。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 9576—2001 橡胶和塑料软管及软管组合件选择、贮存、使用和维护指南（idt ISO 8331：1991）

3 标志

软管上应有永久性的明显标志，根据不同类型的软管选择以下内容：

- a) 中文标明的生产厂名或商标、产品名称；
- b) 标准代号、规格、型号和等级；
- c) 生产日期（年、月）。

对于输送特种介质（油类、酸碱液、高压蒸汽等）的软管，其标志不应因接触这些介质而脱落。

4 包装

4.1 一般要求

包装材料和包装方法根据具体软管产品标准规定。

软管及软管组合件两端必须封口，以免杂质进入软管。法兰式管接头应使用比法兰直径

大的圆盘保护，外螺纹式管接头应使用螺纹保护装置或其他适当的方法进行保护。

4.2 平直包装

内径 76mm 以上或长度较短的软管和软管组合件可采用平直包装。

在包装件上要备有抓持条带。其数目和位置的确定以保证在搬运时能使软管组合件保持足够平直为原则。

4.3 盘卷包装

内径在 76mm 以下或长度较长的软管和软管组合件可采用盘卷包装。盘卷内径不应小于软管内径的 15 倍或软管最小弯曲半径的 2 倍。

一个包装中捆装一根以上的软管组合件，应在盘卷之间对管接头做好适当的间隔保护。

5 运输

5.1 堆放

5.1.1 运输时的堆放规则应按 GB/T 9576 中的贮存规则执行。

5.1.2 软管应伸直平放或盘卷平放。堆放高度不应超过 1.5m。不允许将软管卷盘悬挂在一个固定物上。

5.1.3 软管伸直平放时，应考虑使用支架或托架。

5.2 搬运

5.2.1 搬运时要将包装上的抓持条带同时提起，保持软管基本平直。在使用机械、吊环或钢丝绳束搬运软管时，要防止对软管造成损伤。

5.2.2 在搬运时，不要在粗糙地面任意拖、拉软管。口径大或管体重的软管应以轮车或悬臂起重机械搬运或移动。

5.2.3 带有法兰式管接头的软管，应将软管组合件整体固定好，以免滚动时由于管头和管体的不同步而产生管体扭曲或扭结的现象。

5.2.4 软管在装卸过程中，要做到轻装轻卸，对带有金属螺旋线的软管（如吸引软管、铠装耐压软管等），尤其要注意避免螺旋线的受损或变形。

5.2.5 软管需分类应按卷（条）整齐装运，要避免管体过度弯曲和打折。

5.2.6 软管若因故需在露天（或车站码头）暂时停放时，场地必须平整，软管要整齐平放，并做到下垫上盖，不堆压重物。

5.3 环境

软管在搬运和运输过程中，应注意以下事项：

a) 需按类搬运和停放。

b) 应避免雨雪浸淋，避免与过热的物质相接触，距离热源不应少于 1m。

c) 应避光，特别是直射的日光和强烈的灯光。

d) 保持空气流通，附近不应有能产生臭氧、电火花或无声放电的设备。

e) 不应与油、脂、溶剂、酸碱等腐蚀性物质或任何其他可能对软管和软管组合件有不

利影响的物质接触。

f) 软管的堆放应符合 GB/T 9576 的要求。

第十一节 橡胶和塑料软管及其组合件透气性的测定

Rubber and plastics hoses and hose assemblies— Determination of permeability to gas

GB/T 18422—2001

eqv ISO 4080 : 1991

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了对在规定的时间内气体通过橡胶或塑料软管管壁渗透的体积的三种测定方法。

方法 1：用于测定除管接头外整个软管管壁对试验气体的渗透性。在评价外胶层穿孔的软管透气特性时使用这种方法。

方法 2：用于测定软管内胶层和增强层对试验气体的渗透性。在测定外胶层未穿孔的软管的透气特性时，气体通常从软管切割端的织物增强层渗出，此时使用这种方法。

方法 3：用于准确测定在规定的时间内，软管管壁对试验气体的渗透性。

这些方法仅适用于那些不溶于水的试验气体。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间（eqv ISO 471 : 1983）

3 试验装置

3.1 水槽 能够保持在规定的温度下，并有足够的长度可容纳试样。

3.2 供气源 装备有适宜气压表和在软管失效时用的应急过流断流阀。

3.3 集气装置 由量筒组成,有时还含有适合于三种方法中每种方法的装置,如图 17-18~图 17-20 所示。量筒的容量和精度应按照预计收集的气体体积加以选择。

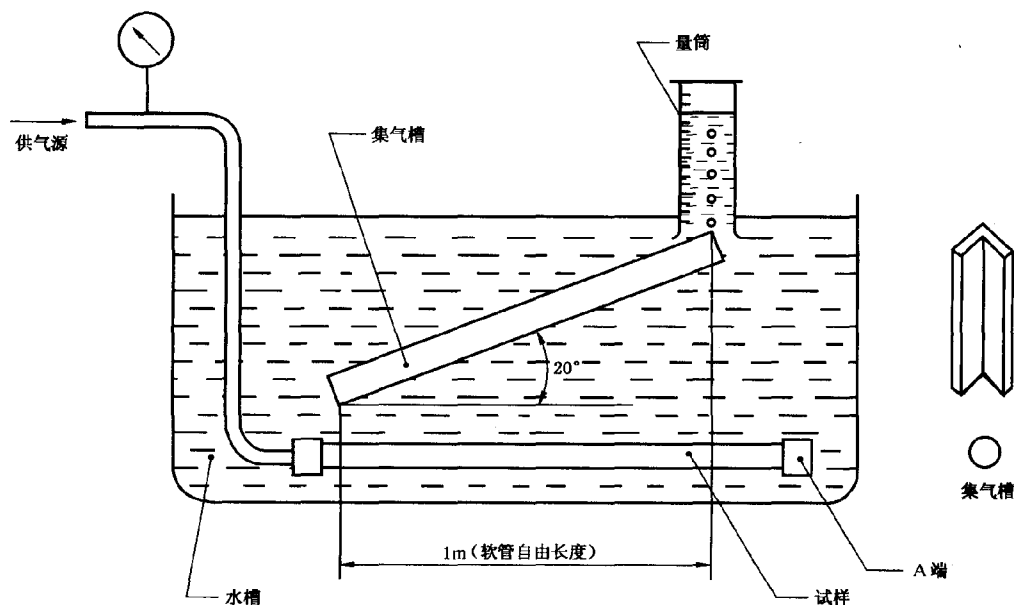


图 17-18 试样的 A 端应离量筒的右侧远至不能使气泡从中逸出而上升进入量筒内。

图 17-18 方法 1 用的试验装置示意图

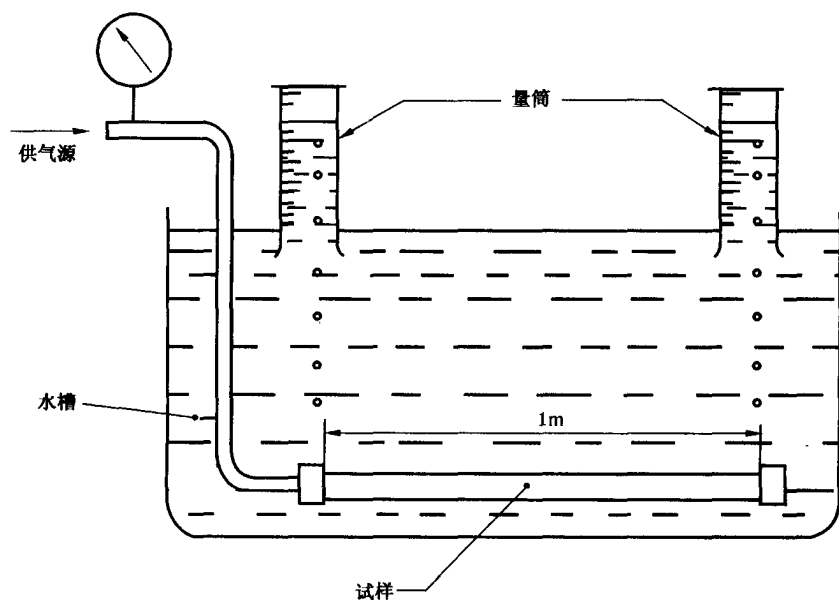


图 17-19 方法 2 用的试验装置示意图

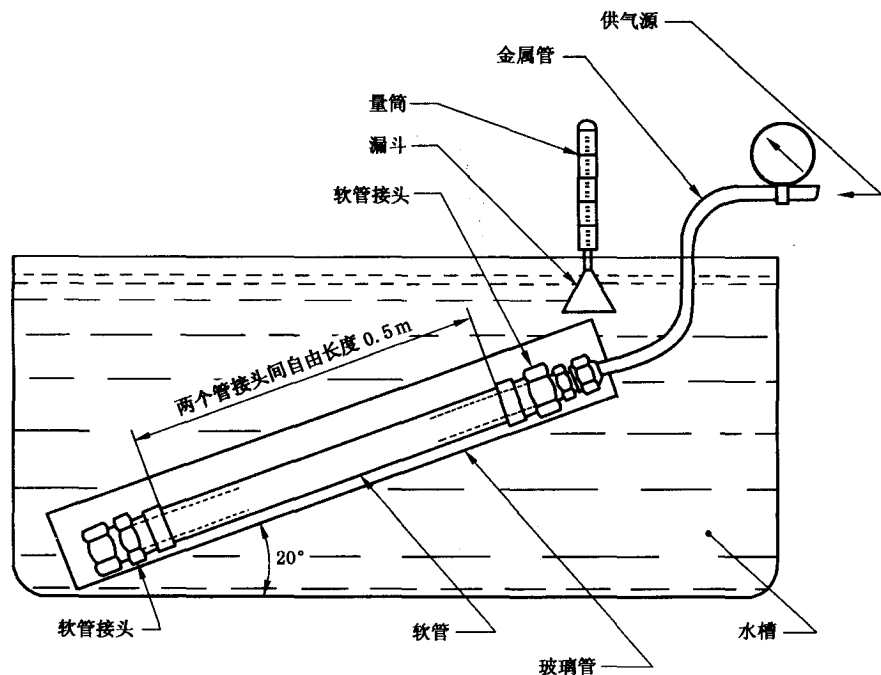


图 17-20 方法 3 用的试验装置示意图

3.4 气压表 用于记录试验时的气压。

3.5 两支温度计 用于记录气体收集处的水温和气温。

这三种试验方法的试验装置示意图见图 17-18 ~ 图 17-20。

4 试样

4.1 方法 1 试样应为一适当长度的软管，其长度足以保证在气体收集槽下面暴露的软管长度为 1m。

4.2 方法 2 试样应为自由长度为 1m 的软管。

4.3 方法 3 试样的两个管接头之间的软管自由长度为 0.5m。

5 试样的调节

在软管生产 24h 之内不应进行任何试验。试验前，试样应按 GB/T 2941 在选定的温度和湿度下至少调节 3h。

6 试验温度

试验应在 GB/T 2941 规定的温度下进行。

7 试验压力

除非另有规定，试验应在 1MPa 的气压下进行。

8 程序

8.1 方法 1

将试样一端封闭,另一端连接到规定的供气源(3.2)上。在最后封闭试验组合件之前用气体清洗试验组合件 30s,排除截留的空气。

将水槽(3.1)的温度调节至规定的值。

把试验组合件浸入水槽,施加气压并在收集气体之前将该压力保持 72h。

图 17-18 中所示,把集气装置(3.3)安置在试样的上方,记录收集 3.0cm^3 气体所需要的时间。将此项测量重复两次。另一做法是,测量在 24h 内收集的气体体积。

如果需要测量不同压力下的透气性,首先在最低压力下试验,然后再升到较高的压力下试验。

8.2 方法 2

在试样上安装适当的进气和尾部管接头,进气端连接在规定的供气源(3.2)上,然后堵住尾部管接头。用气体清洗试验组合件,排出空气,最后封闭试验组合件。

将水槽(3.1)的温度调至规定的温度。

向软管组合件施加试验压力,保持 24h,然后将试验组合件及其端部连接件浸入水槽(3.1)中(见图 17-19)。用两个带有刻度的量筒(3.3)在两端收集并计量逃逸的气体 1h。保持试验组合件中的气压,将其从水槽中取出。

将试验组合件再浸入水槽中,每 24h 测量 1h 的逃逸气体的体积,再得出六次测量值。重要的是 1h 测量之后将组合件取出,而不是留在水中继续浸泡,因为暴露的织物增强层会膨胀,使试验结果没有代表性。

8.3 方法 3

将试样的一端部分封闭,另一端连接在规定的供气源(3.2)上。在最后封闭试验组合件之前用气体将其清洗 30s,排除截留的空气。将水槽(3.1)的温度调至规定的温度。

将试验组合件插入玻璃管,浸入水槽,使它们应与水平面倾斜约 20° (见图 17-20)。施加气体压力,保持 14d。之后收集气体 6h,或者收集 $450\text{cm}^3 \sim 500\text{cm}^3$ 的气体。每隔 24h 重复这一试验程序,直至相连二次收集的气体体积相差在 5%之内。用相连二次读数的平均值计算透气性。

如果欲测定不同压力下的透气性,首先在最低压力下,然后再在较高压力下进行试验。

9 试验结果表示

9.1 方法 1

以三次测量结果计算收集 1cm^3 气体的平均时间,由该值计算出气体的渗透速率,用每米软管每小时气体的立方厘米 [$\text{cm}^3/(\text{m} \cdot \text{h})$] 表示。如果采用另一种做法,收集气体 24 h(见 8.1 条第 4 段),也可以进行相似的计算。

9.2 方法 2

由于试验组合件可能仍含有一些空气,所以不要第一个读数。平均剩下的六个读数,以每米软管每小时立方厘米 [$\text{cm}^3/(\text{m}\cdot\text{h})$] 表示透气速率。

9.3 方法 3

所研究的部位是与气体相接触的软管内表面。与气体相接触的软管内表面透气速率以每平方米每秒立方厘米气体 [$\text{cm}^3/(\text{m}^2\cdot\text{s})$] 表示。根据在干燥条件下的标准温度 273.15 K 和标准压力 101.325kPa 修正所有试验结果。测量软管两端的内径,取其平均值。用式(1)计算透气速率,以每平方米每秒立方厘米气体表示:

$$\frac{858.09 \times V (p - p_w)}{dLt (273.15 + \theta)} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——收集到的气体的体积, cm^3 , 精确到 $\pm 2.0\text{cm}^3$;

p ——收集气体之时的大气压, kPa, 精确到 $\pm 0.7\text{kPa}$;

p_w ——在温度 θ 下(见表 17-2)水的饱和蒸汽压力, kPa, 精确到 $\pm 0.01\text{kPa}$;

d ——软管内径, mm, 精确到 $\pm 0.5\text{mm}$;

t ——收集气体的时间, s, 精确到 $\pm 30\text{s}$;

θ ——收集气体时收集装置的温度, $^{\circ}\text{C}$, 精确到 $\pm 0.10^{\circ}\text{C}$;

L ——软管长度, m, 精确到 $\pm 0.001\text{m}$ 。

表 17-2 在 15℃ ~ 35℃ 的温度 (θ) 下液态水的饱和蒸汽压力 (p_w) kPa

$\theta/^\circ\text{C}$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
15	1.705	1.716	1.727	1.738	1.749	1.760	1.772	1.783	1.794	1.806
16	1.817	1.829	1.841	1.853	1.864	1.876	1.888	1.900	1.912	1.925
17	1.937	1.949	1.962	1.974	1.987	1.999	2.012	2.025	2.037	2.050
18	2.063	2.076	2.089	2.102	2.116	2.129	2.142	2.156	2.169	2.183
19	2.196	2.210	2.224	2.238	2.252	2.266	2.280	2.294	2.309	2.323
20	2.338	2.352	2.366	2.381	2.396	2.411	2.426	2.441	2.456	2.471
21	2.486	2.501	2.517	2.532	2.548	2.563	2.579	2.595	2.611	2.627
22	2.643	2.659	2.675	2.692	2.708	2.725	2.741	2.758	2.775	2.791
23	2.808	2.825	2.842	2.860	2.877	2.894	2.912	2.930	2.947	2.965
24	2.983	3.000	3.019	3.037	3.056	3.074	3.092	3.111	3.129	3.148
25	3.167	3.186	3.204	3.223	3.243	3.262	3.281	3.301	3.321	3.340
26	3.360	3.380	3.400	3.420	3.441	3.461	3.481	3.502	3.523	3.543
27	3.564	3.585	3.606	3.628	3.649	3.670	3.692	3.713	3.735	3.757
28	3.779	3.801	3.823	3.845	3.868	3.890	3.913	3.936	3.959	3.982
29	4.005	4.028	4.051	4.075	4.100	4.122	4.146	4.170	4.194	4.218
30	4.242	4.267	4.291	4.316	4.340	4.365	4.390	4.415	4.440	4.466
31	4.492	4.517	4.543	4.569	4.595	4.621	4.647	4.674	4.700	4.727
32	4.754	4.781	4.808	4.835	4.862	4.890	4.918	4.945	4.973	5.001
33	5.029	5.058	5.086	5.115	5.143	5.172	5.201	5.230	5.260	5.289
34	5.318	5.348	5.378	5.408	5.438	5.468	5.499	5.529	5.560	5.591
35	5.622	5.653	5.684	5.716	5.747	5.779	5.811	5.843	5.876	5.908

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准编号；
- b) 试验软管的全称；
- c) 使用的试验气体；
- d) 采用的试验压力；
- e) 采用的试验方法；
- f) 环境温度；
- g) 试验温度；
- h) 透气速率，方法 1 和方法 2 以每米软管每小时立方厘米 [$\text{cm}^3 / (\text{m} \cdot \text{h})$] 表示，方法 3 是以每平方米每秒立方厘米 [$\text{cm}^3 / (\text{m}^2 \cdot \text{s})$] 表示；
- i) 任何特殊的观测结果；
- j) 试验日期。

第十二节 工业通用橡胶和塑料软管内径尺寸及公差和长度公差

Rubber and plastics hoses for gneral – purpose industrial applications—Bore diameter and tolerances , and tolerances on length

GB/T 9575—2003
idt ISO 1307 : 1992
代替 GB/T 9575—1988

1 范围

本标准规定了工业通用橡胶和塑料软管优选的内径尺寸及公差和长度公差。
本标准适用于未列出它自己的特定直径和公差的制品。
本标准不适用于液压和汽车用橡胶和塑料软管。

2 内径及公差

橡胶和塑料软管的公称内径和内径公差应符合表 17－3 的要求。

表 17－3 公称内径及公差

公称内径	公差/mm		
	硬芯成型软管	软芯成型软管	无芯成型软管
3.2	± 0.30	+ 0.50 ~ - 0.30	± 0.60
4.0	± 0.40	+ 0.60 ~ - 0.40	
5.0			
6.3			
8.0		± 0.80	
10.0			
12.5	± 0.60		+ 0.70 ~ - 0.50
16.0			+ 0.90 ~ - 0.70
19.0			
20.0			
25.0	± 0.80		

续表

公称内径	公差/mm		
	硬芯成型软管	软芯成型软管	无芯成型软管
31.5	± 1.00	+ 1.20 ~ - 0.80	± 1.60
38.0			
40.0			
50.0	± 1.20	+ 1.50 ~ - 1.00	
51.0			
63.0			
76.0	± 1.40		
80.0			
100.0			
125.0	± 1.60		
150.0			
200.0			
250.0	± 3.00		
315.0			

3 长度公差

切割长度公差应符合表 17-4 要求。

表 17-4 长度及公差

长 度	公 差
≤300	± 3.0
> 300 ~ ≤600	± 4.5
> 600 ~ ≤900	± 6.0
> 900 ~ ≤1200	± 9.0
> 1200 ~ ≤1800	± 12.0
> 1800	± 1%
注：除非另作说明，数值以 mm 计。	

第十三节 橡胶、塑料软管及软管组合件尺寸测量方法

Rubber and plastics hoses and hose assemblies—Methods of measurement of dimensions

GB/T 9573—2003

idt ISO 4671 : 1999

代替 GB/T 9573—1988

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了测量橡胶、塑料软管内径、外径（包括液压软管增强层外径）、壁厚、同心度、内衬层及外覆层厚度的方法，规定了测量及标识橡胶、塑料软管和软管组合件长度的方法，还规定了检验液压软管组合件孔径的方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1214.2—1996 游标类卡尺 游标卡尺

GB/T 1216—1985 外径千分尺

GB/T 1219—2000 几何量技术规范 长度测量器具：指示表 设计及计量技术要求

3 内径的测量

3.1 一般要求

方法 1 到方法 5 的测量可在整根软管的端部或从整根软管切下的试样（最低长度为 150mm）上进行。钢丝增强液压软管，应在离软管端部至少 25 mm 处测量。

进行测量应选用下列方法之一。

3.2 方法 1

测量公称内径小于 150 mm 和各种规格可折叠型软管，可用直径增量为 0.25 mm 的

塞规进行（见图 17-21）。将塞规不施加压力缓慢插入软管试样里。如果软管管腔不是精确地圆形时，更应小心测量。

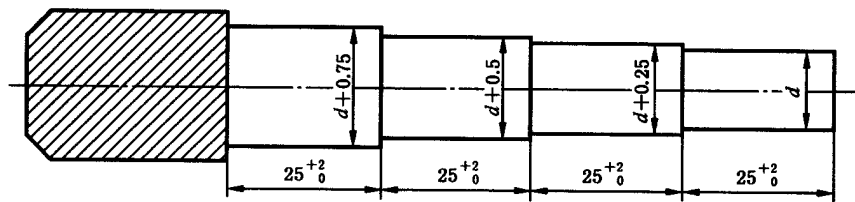


图 17-21 塞规

3.3 方法 2

对公称内径小于 63mm 准确度要求高的软管，如钢丝增强的液压软管，应使用一个扩张球式或伸缩式内径量规来测量。

3.4 方法 3

测量公称内径为 100 mm 及 100 mm 以下的软管，可使用符合 GB 1214.2 要求的滑动游标卡尺的内测量爪测量。在互为直角处进行两次测量，取其平均值作为内径。测量时注意不要使软管变形。测量 100 mm 以上公称内径的软管时，如要求测量结果的准确度比方法 5（见 3.6）要求更高时，可使用适当规格卡尺进行测量。

3.5 方法 4

测量所有规格内径的软管，都可以使用设计用于测量弹性体材料制成的管壁并带有圆脚内径指示表（见 GB/T 1219），卡尺规格要适合于被测量的内径，应在互为直角处进行两次测量，并取其平均值作为内径。

3.6 方法 5

测量公称内径在 100 mm 以上的软管时，使用有刻度的钢尺一般就能达到足够的准确度。应在互为直角处进行两次测量，并取其平均值作为内径。

3.7 方法 6

对断面未受切割操作影响而造成变形的适宜直径软管，可使用 0.1mm 分度的光学放大镜，应在互为直角处进行两次测量，并取其平均值作为内径。

4 外径的测量

4.1 一般要求

方法 1 到方法 3 的测量可在整根软管或从整根软管切取的试样（最低长度为 150 mm）上进行。测量部位至少离软管端部 25 mm。

测量应适当选用下列方法之一。

4.2 方法 1

测量公称外径为 100 mm 及 100 mm 以下的软管时，可使用滑动游标卡尺或符合 GB/

T 1216 规定的千分尺。在互为直角处进行两次测量，并取其平均值作为外径。测量时应注意不要使软管变形。当要求准确度较高时，应将外径等于软管内径的圆棒插入软管内，以防试样变形。

4.3 方法 2

测量公称外径为 20 mm 以上的软管时，可使用以 π 标度的游标卷尺。

4.4 方法 3

测量公称外径为 100 mm 以上的软管时，可使用能直接读出直径的卷尺，或用卷尺测量周长，再由周长计算出软管直径。

4.5 方法 4

对断面未受切割操作影响而造成变形的适宜直径软管，可使用 0.1mm 分度的光学放大镜，应在互为直角处进行两次测量，并取平均值作为外径。

5 增强层外径的测量

增强层外径的测量一般只限于装配管接头的液压软管，并应在从软管上切取的试样上进行测量。

完全去掉外覆层材料之后，按 4.2 或 4.3 规定进行测量。

6 壁厚的测量

6.1 一般要求

当需要知道壁厚时，通常以取外径与内径之差的一半来计算。

或者使用下列方法之一直接测量壁厚。

6.2 方法 1

用滑动游标卡尺测量，测量时注意不要因弧度影响造成误差。

6.3 方法 2

用带有可与软管内表面相接触的圆形测量头的千分尺或用类似图 17 - 22 所示装置进行测量。

6.4 方法 3

用适用于测量弹性材料的、带有圆形压脚的测厚千分尺测量。

6.5 方法 4

用分度为 0.1 mm 的光学放大镜测量。

7 同心度的测量

7.1 一般要求

同心度是软管内径和外径的最高和最低读数之间差的度量。这些读数应采用下列方法之一来测量。所有读数处应在离软管试样端部至少 15 mm 处读取。

7.2 方法 1

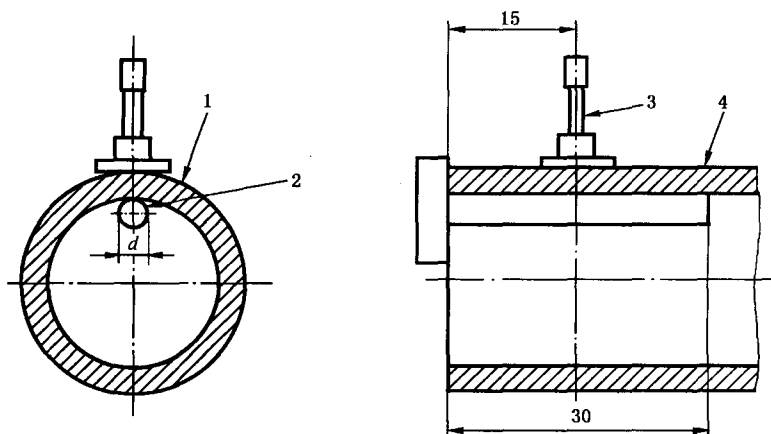


图 17-22 用指示表测软管壁厚的适用装置

1—软管；2—软管支撑物或支座；

3—指示表的测量轴；4—软管（最小长度 30 mm）。

$d = 3 \text{ mm}$ ，当软管内径不超过 6 mm 时； $d = 6 \text{ mm}$ ，当软管内径超过 6 mm 时。

将软管试样安装在一根外径等于软管内径的芯轴上，芯轴的端部支撑在 V 型垫块上。使用千分表测出沿软管圆周上高低读数之间的最大偏差值。

7.3 方法 2

使用带有可与软管内表面相接触的圆形测量头千分表或用类似图 17-22 所示仪器，对于公称内径为 63 mm 及 63 mm 以上的软管，应沿软管圆周按 45° 间隔取八个读数，对公称内径小于 63 mm 的软管，应沿软管圆周按 90° 间隔取四个读数。

8 内衬层和外覆层厚度的测量

8.1 方法 1

8.1.1 取一段长约 50 mm 的软管试样，并在其两端标出直径，两端直径标记应相互垂直（见图 17-23a）。

8.1.2 将试样切成相等长度的两段，然后将每段沿标出直径纵向切开两等份（见图 17

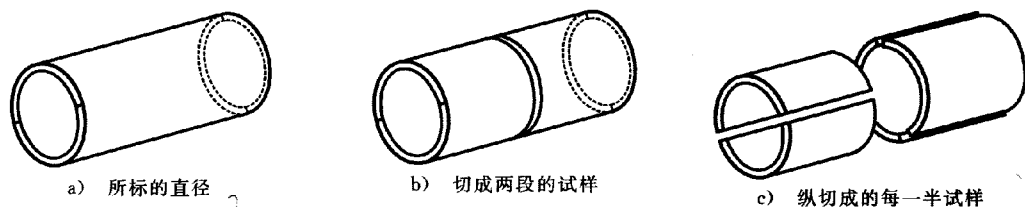


图 17-23 内胶层和外胶层厚度的测量

- 23b 和见图 17-23c)。

8.1.3 用分度为 0.1 mm 的光学放大镜测量软管切开部分八个纵向切边的每边上最薄部

分的内衬层和外覆层厚度。

8.1.4 记录和计算这八个测量值的平均值，即为内衬层及外覆层的厚度。

8.1.5 当外覆层呈波纹状时，应测量最薄处。

8.2 方法 2

8.2.1 测量从任何型别的软管上所截取的内衬层和外覆层的厚度，都可以用刻度 0.02 mm，带有直径 3 mm ~ 10 mm、能施加 $22 \text{ kPa} \pm 5 \text{ kPa}$ 压力的压脚的标准厚度计进行测量。

8.2.2 测量贴近编织或缠绕增强层的内衬层或外覆层的厚度时，取其两次厚度测量的平均值，其中一次测量值应从刚好磨去编织层或缠绕层波纹的试样获得。记录取自间隔 90° 两个试样读数的平均值。

测量贴近织物增强层的内衬层或外覆层的厚度时，应测量刚好磨去由织物增强层引起的皱纹的试样厚度。记录取自间隔 90° 两个试样读数的平均值。

8.3 方法 3

当对钢丝增强软管规定了最大外覆层厚度时，外覆厚度应采用带有圆形压脚的千分表测深规进行，圆形压脚应于软管干行放置，横跨从软管外覆层上切取的 12.5 mm ~ 25 mm 宽的条所形成的凹槽，测量外胶层的壁厚。将一根圆棒放入软管孔腔中，以保证使偏差降至最小。记录沿圆周测量最大和最小读数。

9 长度的测量及测量点的标志

9.1 长度的测量

对长度在 20 m 及 20 m 以下的软管，使用有刻度的钢卷尺进行测量。对长度在 20 m 以上的软管，用一把带刻度的钢卷尺或一个轮型测量仪进行测量。

所有测量应在软管呈直线状，且在未受拉伸的状态下进行。

9.2 测量点

9.2.1 未装有管接头的软管

测定切割长度两末端间的软管长度。

9.2.2 装有管接头的软管

标志出软管组合件长度的测量点。图 17-24 到图 17-29 示出了典型的管接头及如何标识不同测量点的方法。

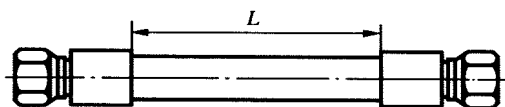


图 17-24 管接头间外露软管的长度

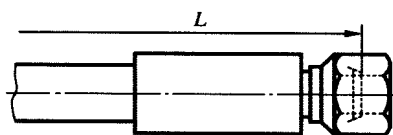


图 17-25 管接头（阴螺纹）芯杆端部开始的长度

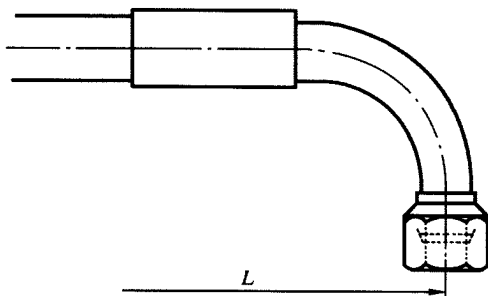


图 17-26 变形管接头（90°）芯杆中心线开始的长度

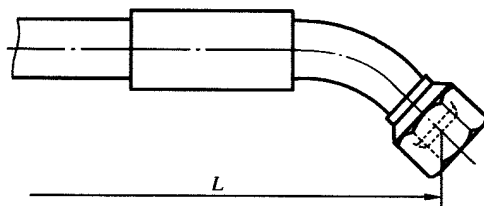


图 17-27 变形管接头（大于 90°）芯杆中心线开始的长度

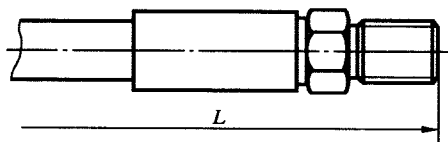


图 17-28 管接头（阳螺纹）芯杆端部开始的长度

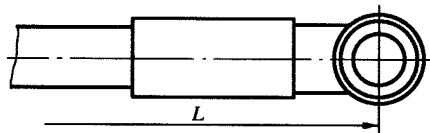


图 17-29 从鼓形管接头中心线开始的长度

未在图 17-24 到图 17-29 中示出的带管接头的软管组合件，应按照管接头按装者数据对接头测量点进行标识。

10 软管组合件内经检验（过球试验）

本项试验适用于端部装有管接头的软管组合件，用来确认整个组合件的内径（包括由于安装管接头引起的凸起或收缩部分）是否小于规定数值。

本项试验是通过测量一个规定尺寸的试验球能否顺利通过组合来完成的。

注：建议软管规范应规定所用试验球的尺寸，该尺寸应选用标准滚珠轴承规格，而不是标出公称内径的百分数，因为后者通常会导致试验球的规格不标准，而且这种球是不易得到的。

11 试验报告

试验报告应包括下列适用的内容：

- a) 本国家标准的编号；
- b) 所试验软管或软管组合件的详细说明；
- c) 试验日期；
- d) 内径，包括所用方法和测得的各个读数；
- e) 外径，包括所用方法和测得的各个读数；
- f) 增强层外径，包括所用方法和测得的各个读数；
- g) 壁厚，包括所用方法和测得的各个读数；
- h) 同心度，包括所用方法和测得的各个读数；
- i) 内衬层厚度，包括所用方法和测得的各个读数；
- j) 外覆层厚度，包括所用方法和测得的各个读数；
- k) 软管或软管组合件的长度，包括所用方法和测量点；
- l) 过球试验所用球的规格，以及该球是否能够顺利地通过软管组合件。

第十四节 矿用输送空气和水的织物增强橡胶软管及软管组合件

1 范围

本标准规定了工作压力为 0.7 MPa ~ 1.4 MPa、具有抗静电和难燃性能的织物增强橡胶软管。

本标准适用于地下采矿用的橡胶软管及软管组合件，其用于输送空气和水。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 321 优先数和优先数系

GB/T 528 硫化橡胶或热塑性橡胶拉伸应力应变性能的测定（GB/T 528—1998，eqv

ISO 37：1994）

GB/T 3512 橡胶热空气老化试验方法

GB/T 5563 橡胶、塑料软管及软管组合件 液压试验方法

GB/T 9572—2001 橡胶和塑料软管及软管组合件 电阻的测定（idt ISO 8031：1993）

GB/T 9573 橡胶、塑料软管及软管组合件 尺寸测量方法（GB/T 9573—2003，idt ISO 4671：1999）

GB/T 9575 工业通用橡胶和塑料软管内径尺寸公差和长度公差（GB/T 9575—2003，idt ISO 1307：1992）

GB/T 12721 橡胶软管 外胶层耐磨耗性能的测定（GB/T 12721—1991，idt ISO 6945：1983）

GB/T 14905 橡胶和塑料软管各层间粘合强度测定（GB/T 14905—1994，eqv ISO 8033：1991）

GB/T 15907 橡胶、塑料软管 燃烧试验方法（GB/T 15907—1995，eqv ISO 8030：197）

3 结构

软管应由内衬层、织物增强层和外覆层构成。内衬层和外覆层的厚度应均匀，无气泡和其他缺陷。

4 尺寸和公差

4.1 内径

当按 GB/T 9573 进行测量时，软管内径应符合表 17－4a 的规定。

4.2 外覆层厚度

当按 GB/T 9573 进行测量时，软管外覆层厚度应符合表 17－4a 的规定。

表 17－4a 公称内径和外覆层最小厚度

公称内径	公差/mm	外覆层最小厚度/mm
12.5	± 0.75	1.5
16		
20		
25	± 1.25	2.0
31.5		
40	± 1.50	
50		
63		
80	± 2.0	
100		

续表

公称内径	公差/mm	外覆层最小厚度/mm
如特殊情况要求其他的规格：		
a) 对于小于或大于上述范围的产品尺寸，应从 GB/T 321 中 R10 优先数系选取，公差应符合 GB/T 9575 的要求；		
b) 对于上述范围内未规定的产品尺寸，应从 GB/T 321 中 R20 优先数系选取，公差按下一相邻的较大尺寸公差规定。		

4.3 长度

切割长度公差应符合 GB/T 9575 的规定。

5 物理性能

5.1 内衬层、外覆层的拉伸强度和拉断伸长率

当按 GB/T 528 的方法试验时，内衬层和外覆层的拉伸强度和拉断伸长率应不低于表 17－5 中规定的值。

表 17－5 拉伸强度和拉断伸长率

组 分	拉伸强度/MPa	拉断伸长率/%
内衬层	7.0	250
外覆层	10.0	250

5.2 加速老化

当按 GB/T 3512 的方法试验时，在 70℃±2℃ 的温度下经 168h±2h 后，内衬层、外覆层的拉伸强度和拉断伸长率下降分别不应小于 25% 和 30%。

5.3 静液压要求

软管按 GB/T 5563 所述的方法进行试验并应满足表 17－6 规定的要求。

表 17－6 静液压要求

公称内径	设计工作压力/MPa	试验压力/MPa	最小爆破压力/MPa	在试验压力下直 径的变化率/%	在试验压力下长 度的变化率/%
12.5	1.4	2.8	5.6	± 7	± 7
16	1.2	2.4	4.8		
20	1.1	2.2	4.4		
25	1.0	2.0	4.0		
31.5	0.9	1.8	3.6		
40	0.8	1.6	3.2		
50	0.7	1.4	2.8		
63	0.7	1.4	2.8		
80	0.7	1.4	2.8		
100	0.7	1.4	2.8		

5.4 粘合试验

当按 GB/T 14905 进行试验时，内衬层与增强层之间、增强层与增强层之间、增强层与外覆层之间的粘合强度不应小于 2.0 kN/m 。

5.5 难燃性能

当按 GB/T 15907 进行试验时，撤掉火焰之后，火焰或阴燃的平均持续时间（6 个试样）不超过 30s 。

5.6 电性能

5.6.1 内衬层

当按 GB/T 9572—2001 第 3.4 条进行试验时，内衬层的电阻不应超过 $10^5 \Omega/\text{m}$ 。

5.6.2 外覆层

外覆层的电阻应按 GB/T 9572—2001 第 3.5 条方法 1 或方法 2 测量。

当用方法 1 测量时，电阻不应超过 $10^5 \Omega/\text{m}$ 。

当用方法 2 测量时，电阻不应超过 $(1.25/D) \times 10^7 \Omega/\text{m}$ ，其中 D 是软管的外径，单位是 mm 。

5.7 耐磨耗性能

当按 GB/T 12721 进行试验时，在磨耗工具运行 2000 周期后，最大质量损耗不应超过 1g 。

6 标志

每根软管应至少每隔 3m 的距离清晰地标志出下列内容：

- a) 生产厂名称和商标；
- b) 产品名称及本标准的编号；
- c) 软管公称内径；
- d) 设计工作压力；
- e) 生产日期。

第十五节 橡胶和塑料软管——静态下耐 紫外线性能测定

Rubber and plastics hoses—Determination of ultra—violet
resistance under static conditions

GB/T 18950—2003

idt ISO 8580 : 1987

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了静态下橡胶和塑料软管耐紫外线性能的评价方法。

本标准对软管外覆层耐紫外线性能的测定规定了三种方法：

方法 1：用于内径 25mm 和 25mm 以下的软管，试验用软管自身进行。

方法 2：用于内径大于 25mm 的软管，试验用从软管壁上裁取的试样进行。

方法 3：用于内径大于 25mm 的软管，试验用从软管外覆层上我取的试样进行。

一般应使用方法 1 或方法 2。仅在不能使用方法 2 进行试验的情况下使用方法 3。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境（idt ISO 291 : 1998）

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间（idt ISO 471 : 1983）

GB/T 16422.3—1997 塑料实验室光源曝露试验方法 第 3 部分：荧光紫外线灯
（eqv ISO 4892—3 : 1994）

3 装置

3.1 试验箱

包括如 GB/T 16422.3 中规定的一组荧光灯，并能容纳试样和试样夹具。该试验箱应具有温度和湿度调节装置，能使环境温度保持在 $50^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 之间，精确至 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ ；使相对湿度保持在 $35\% \sim 90\%$ 之间，精确至 $\pm 5\%$ 。

注：大多数紫外辐射源都有一个限定寿命，在该寿命以后，辐射强度将下降。应注意保证记录荧光灯操作寿命，并按照 GB/T 16422.3 中的要求旋转，当超过光源使用寿命后，应更换这些光源。

所有安放于试验箱中的器件都应采用对紫外光不会吸收或不会起反应的材料制造。

3.2 试样架 1

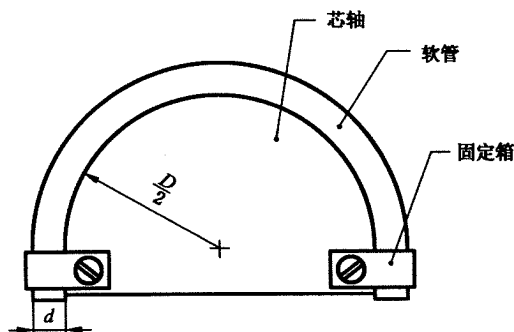


图 17-30 方法 1 中将软管固定在轴芯上的装置

用于方法 1，如图 17-30 所示。

3.3 试样架 2

用于方法 2，如图 17-31 所示。

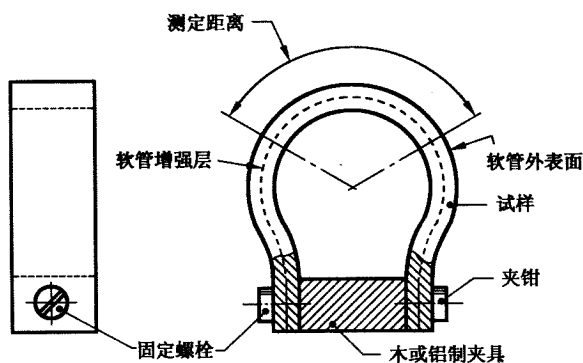


图 17-31 方法 2 使用的试样夹具

3.4 试样架 3

用于方法 3，如图 17-32 所示。

4 试样

4.1 试样类型

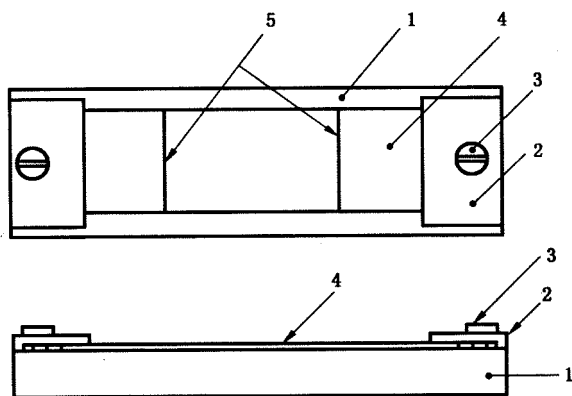


图 17-32 方法 3 使用的试片夹具

1—木制或铝制夹具；2—夹子（夹钳）；

3—固定螺栓；4—试片；5—测量伸长的标线

4.1.1 方法 1

试样应为一根软管试样，其长度用下式计算：

$$L = \pi \left(\frac{D}{2} + d \right) + 2d$$

式中：L——试样长度；

D——所需要的芯轴（见图 17-30）直径，该芯轴用以使试样产生所要求的伸长率（见第 6 条），测量伸长率应在最小长度为 10d 的软管上进行；

d——试验软管的外径。

4.1.2 方法 2

试样应为从软管纵向切取的一根长条状试样。其长为 150 mm，宽为 25 mm。

4.1.3 方法 3

试样为软管外覆层的一根长条状试料，从软管纵向上切取，该试样长为 100mm，宽为 25 mm。

4.2 试样数量

试验用 2 个试样进行。

5 试样调节

试验前，如适用，按 GB/T 2941 或 GB/T 2918 所规定的适用标准条件在黑暗或柔光下，按第 7 条规定安装并进行试样调节。

6 试验条件

除非在相关的软管标准中另有规定，试样用波长为 290 nm ~ 400 nm 的紫外光以 $50 \text{ W/m}^2 \pm 5\%$ 的辐照度，在 $70^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 的温度和 50% ~ 55% 的湿度条件下曝露 $500\text{h} \pm 4\text{h}$ 。

除非在相关的软管规范中另有规定外，试样伸长率应为 $20\% \pm 10\%$ 。

7 程序

7.1 方法 1

7.1.1 试样的固定如图 1 所示。

7.1.2 调节试验箱温度为 $70^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 $50\% \sim 55\%$ 。

7.1.3 把组装件放置于试验箱中，并暴露于辐射源的有效作用下，时间为 $500\text{h} \pm 4\text{h}$ 。

7.1.4 从试验箱中取下芯轴和试样。由芯轴上取下试样。使软管伸直为自然状态。再把试样放在芯轴上，并于 2 倍放大镜下检查试样的表面。记录龟裂的性质和状态或颜色变化或外观状态。

7.2 方法 2

7.2.1 按图 17-31 所示，把试样安装于试样夹具上，将组装件置于试验箱中，将其暴露于辐照源的有效作用下，时间为 $500\text{h} \pm 4\text{h}$ 。

7.2.2 从试验箱中取出试样夹具和试样，从试样夹具上取下试样，使其伸直为自然状态。再把试样放于夹具上，并于 2 倍放大镜下检查试样表面。记录龟裂状态和性质或颜色变化或外观状态。

7.3 方法 3

7.3.1 把试样固定于试验箱中的试样夹具上（见图 17-32）。施以适当的伸长，并暴露于辐照源的有效作用下，时间为 $500\text{h} \pm 4\text{h}$ 。

7.3.2 从试验箱中取出试样夹具和试样。从试样夹具上取下试样，使试样恢复其正常长度，时间为 1min 。再将试样放置于试样夹具上，施以适当的伸长并用 2 倍放大镜检查试样表面。记录龟裂性质和状态或颜色变化或外观状态。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 1) 软管试验的全部说明；
- 2) 本标准的引用标准；
- 3) 使用的试验方法（1、2 或 3）；
- 4) 试验条件的详细说明；
- 5) 龟裂的扩展和状态；
- 6) 颜色和状态变化；
- 7) 试验日期。

第十六节 橡胶和塑料软管——动态条件下耐臭氧性能的评定

Rubber and plastics hoses—Assessment of ozone resistance under dynamic conditions

GB/T 18949—2003

idt ISO 10960 : 1994

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了动态条件下软管耐大气臭氧的有毒影响的评定方法。它适用于内径不超过 25mm（包括 25mm）的软管。

2 引用标准

下列标准包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间（eqv ISO 471 : 1983）

ISO 1431 - 1 : 1989 硫化橡胶或热塑性橡胶 耐臭氧龟裂 第一部分：静态应变试验

3 原理

软管外覆层以新月形形状逆向弯曲暴露于臭氧中，定期检查其龟裂情况。

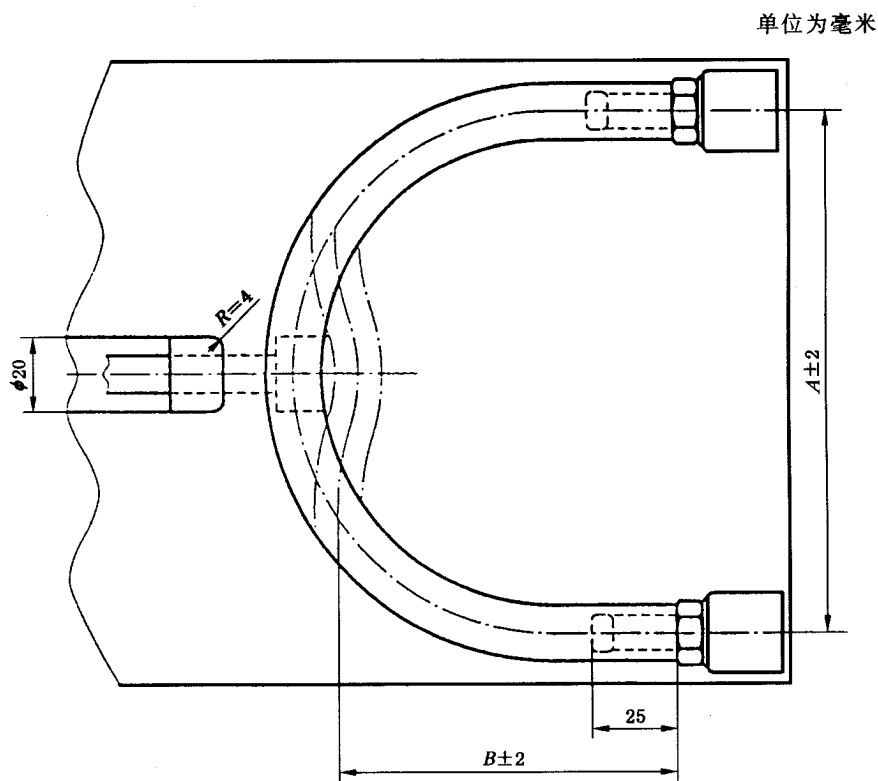
4 装置

4.1 臭氧箱

如 ISO 1431 - 1 所述，此装置用以生成臭氧并监控臭氧的浓度。

4.2 试样夹具

如图 17 - 33 所示，根据要求的频率使试样弯曲。



$$A = 10d, B = 5d$$

d —试验软管的外径; R —活塞端部的曲率半径

图 17-33 试样安装

细节应符合 ISO 1431-1 中第 5.6 条的规定。

试验箱中的所有装置应由不吸收或不分解臭氧的材料制成。

5 试样

5.1 试样类型

试样为一根其自由长度按照 $L = 20 \times d$ 公式计算出来的软管样品, 其中 d 为试验所用软管的外径。

5.2 试样数量

试验要用两个试样。

6 试样的调节

软管样品制造出来之后 24h 内不应进行试验。

为使评定具有可比性, 样品要尽可能在制造后经相同时间间隔进行试验, 样品制造和试验之间的时间间隔应符合 GB/T 2941 的规定。

试样按照 8.1 所述安装后,应在基本无臭氧的大气环境中在标准温度下(见 GB/T 2941)于昏暗处或柔光下调节 48h。

7 试验条件

除非在相关的软管规范中对其他条件有所规定,试样应在 $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下,在 $(50 \pm 5) \text{ mPa}$ 的臭氧分压下暴露于臭氧箱中 $(72_{-2}^{+0}) \text{ h}$ 。

8 步骤

8.1 将试样按图 1 安装并将它放置在臭氧箱内。

8.2 以 $0.3\text{Hz} \pm 0.03\text{Hz}$ 的频率,在第 7 章规定的试验条件下弯曲试样。

活塞往返的最大冲程应为这样的距离:即使活塞较低端到软管端部的距离为软管外径的 5 倍,公差为 $\pm 2\text{mm}$ (图 1 中的距离 B),在回程时,活塞应回到可使软管完全卸载的位置。

8.3 试样在暴露 2h、4h、24h、48h 和 72h 后,仍装在试验装置内,用 2 倍放大镜检查弯曲点(不计弯曲点附近的区域)。如果发现龟裂,记录其特性及第一次发现龟裂的时间。

9 试样报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 所有表述试验软管的详细说明;
- c) 试验条件的详细说明,即臭氧浓度、温度和暴露时间;
- d) 是否出现龟裂,以及如果出现龟裂,其特征及发现龟裂的时间;
- e) 试验日期。

第十七节 矿用钢丝增强液压 软管及软管组合件

GB/T 18947—2003

1 范围

本标准规定了对内径从 5mm~51mm 使用矿物油、可溶性油、油和水乳液、含水乙二醇以及水等普通液压流体的六种埋线式钢丝增强的软管和软管组合件的要求。其中 1 型至 5 型软管的使用温度范围是 $-40^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$,6 型为 $-40^{\circ}\text{C} \sim 12^{\circ}\text{C}$ 。在此极限温度或此温度范围以外会明显降低软管的使用寿命。

这种软管不适用于蓖麻油或脂类流体。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 1690 硫化橡胶 耐液体试验方法（neq ISO 1817）
- GB/T 3683 钢丝增强液压橡胶软管和软管组合件（neq ISO 1436）
- GB/T 5563 橡胶、塑料软管及软管组合件 液压试验方法（neq ISO 1402）
- GB/T 5564 橡胶、塑料软管 低温曲挠试验（neq ISO 4672）
- GB/T 5568 橡胶、塑料软管及软管组合件 无屈挠液压脉冲试验（neq ISO 6803）
- GB/T 9572 橡胶、塑料软管和软管组合件 电阻的测定（eqv ISO 8031）
- GB/T 9573 橡胶、塑料软管及软管组合件 尺寸测量方法（idt ISO 4671）
- GB/T 10544 钢丝缠绕增强外覆橡胶的液压橡胶软管和软管组合件（eqv ISO 3862）
- GB/T 12721 橡胶软管 外胶层耐磨耗性能测定（idt ISO 6945）
- GB/T 14905 橡胶和塑料软管各层间粘合强度测定（eqv ISO 8033）
- GB/T 15907 橡胶、塑料软管 燃烧试验方法（eqv ISO 8030）
- HG/T 2869 橡胶和塑料软管 静态条件下耐臭氧性能的评价（idt ISO 7326）

3 软管型别

本标准规定为 6 个型别软管：

1 型：尺寸和结构上符合 GB/T 3683 中 2 型软管规定的双层钢丝编织增强的软管。

2 型：目前专用于许多深井采煤设备的双层钢丝编织增强的软管，已选择的软管尺寸参数是用以提高其可靠性。

3 型：尺寸和结构上符合 GB/T 10544 中 2 型软管规定的四层钢丝缠绕增强的软管。

4 型：尺寸符合 2 型软管要求，但结构能保证有更高的最大工作压力值的双层钢丝编织增强的软管。

5 型：尺寸和结构符合 GB/T 10544 中 5 型软管规定的四层钢丝缠绕增强的软管。

6 型：工作压力和温度高于 5 型软管的四层或六层钢丝缠绕增强的软管。

4 材料和结构

注：本标准不包括对端部管接头的要求，它仅限于软管和软管组合件的性能。

4.1 软管应具有防静电和阻燃的性能。软管应由耐油、耐水的合成橡胶内衬层，钢丝增强层和耐油、耐水、耐气候及耐磨的合成橡胶外覆层组成。在内衬层或在钢丝增强层上可加一层适宜的织物层或织物编织层以保证合成橡胶层与钢丝的粘合固定。每一钢丝

编织层或钢丝缠绕层都应用一橡胶层隔离。

4.2 当按照 GB/T 9573 规定测量时，软管的同心度应符合表 17－7 的要求。

表 17－7 软管的同心度

公称内径	同心度最大变化值/mm	
	内径至外径	内径至增强层外径
6.3 及其以下	0.5	0.5
6.3 以上至 25（含 25）	0.7	0.7
25 以上	1.0	1.0

5 尺寸

按照 GB/T 9573 规定测量时，内径、增强层外径和成品软管的外径应符合表 17－8～表 17－13 的要求。

表 17－8 软管尺寸——1 型

公称内径	内径/mm		外钢丝编织层外径/mm		成品软管外径/mm	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大
5	4.5	5.4	10.6	11.7	15.1	16.7
6.3	6.1	7.0	12.1	13.3	16.7	18.3
10	9.3	10.1	16.1	17.3	20.6	22.2
12.5	12.3	13.5	19.0	20.6	23.8	25.4
16	15.4	16.7	22.2	23.8	27.0	28.6
19	18.6	19.8	26.2	27.8	31.0	32.6
25	25.0	26.4	34.1	35.7	38.5	40.9
31.5	31.3	33.0	43.3	45.7	49.2	52.4
38	37.7	39.3	49.6	52.0	55.6	58.8
51	50.4	52.0	62.3	64.7	68.2	71.4

表 17－9 软管尺寸——2 型

公称内径	内径/mm		外钢丝编织层外径/mm		成品软管外径/mm	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大
6.3	6.1	6.6	12.3	13.1	16.4	17.7
10	9.3	9.8	16.2	17.2	20.8	22.1
12.5	12.4	13.0	20.6	21.6	25.8	27.1
16	15.6	16.1	24.0	25.0	29.2	30.5
19	18.8	19.3	27.8	28.8	33.0	34.3
25	25.0	25.8	34.7	36.0	39.9	41.4
31.5	31.4	32.1	40.8	42.0	46.7	48.3

表 17－10 软管尺寸——3 型

公称内径	内径/mm		外钢丝编织层外径/mm		成品软管外径/mm	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大
6.3	6.2	7.0	14.1	15.3	17.1	18.7
10	9.3	10.1	16.9	18.1	20.6	22.2
12.5	12.3	13.5	19.4	21.0	23.8	25.4
16	15.5	16.7	23.0	24.6	27.4	29.0
19	18.6	19.8	27.4	29.0	33.0	33.4
25	25.0	26.4	34.5	36.1	38.5	40.9
31.5	31.4	33.0	45.0	47.0	49.2	52.4
38	37.7	39.3	51.4	53.4	55.6	58.8
51	50.4	52.0	64.3	67.3	68.2	71.4

表 17－11 软管尺寸——4 型

公称内径	内径/mm		外钢丝编织层外径/mm		成品软管外径/mm	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大
12.5	12.4	13.0	20.6	21.6	25.8	27.1
19	18.8	19.3	27.8	28.8	33.0	34.3
25	25.0	25.8	34.7	36.0	39.9	41.4
31.5	31.4	32.1	40.8	42.0	46.7	48.3
38	37.8	39.0	47.4	48.7	53.3	54.9
51	50.5	51.7	60.1	61.3	66.0	67.6

表 17－12 软管尺寸——5 型

公称内径	内径/mm		外钢丝编织层外径/mm		成品软管外径/mm	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大
12.5	12.3	13.5	21.8	23.4	24.6	26.2
19	18.6	19.8	27.6	29.2	31.4	33.0
25	25.0	26.4	34.4	36.0	37.5	39.9
31.5	31.4	33.0	40.9	42.9	43.9	47.1
38	37.7	39.3	47.8	49.8	51.9	55.1
51	50.4	52.0	62.2	64.2	66.5	69.7

表 17－13 软管尺寸——6 型

公称内径	内径/mm		外钢丝编织层外径/mm		成品软管外径/mm	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大

公称内径	内径/mm		外钢丝编织层外径/mm		成品软管外径/mm	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大
19	18.6	19.8	28.2	29.8	31.0	33.2
25	25.0	26.4	34.9	36.4	37.6	39.8
31.5	31.4	33.0	45.6	48.0	48.3	51.3
38	37.7	39.3	53.1	55.5	55.8	58.8
51	50.4	52.0	66.9	69.3	69.5	72.7

6 压力要求

6.1 软管最大工作压力应当符合表 17-14 的要求。

表 17-14 最大工作压力

公称内径	最 大 工 作 压 力											
	1 型		2 型		3 型		4 型		5 型		6 型	
	MPa	bar	MPa	bar	MPa	bar	MPa	bar	MPa	bar	MPa	bar
5	41.5	415										
6.3	40.5	405	38.0	380	45.0	450						
10	33.0	330	32.7	327	44.5	445						
12.5	27.5	275	27.5	275	41.5	415	36.2	362	55.0	550		
16	25.0	250	21.5	215	35.0	350						
19	21.5	215	18.7	187	35.0	350	27.6	276	42.0	420	34.5	345
25	16.5	165	16.7	167	28.0	280	21.5	215	38.0	380	34.5	345
31.5	12.5	125	13.2	132	21.0	210	17.2	172	32.5	325	34.5	345
38	9.0	90			18.5	185	14.6	146	29.0	290	34.5	345
51	8.0	80			16.5	165	11.2	112	25.0	250	34.5	345

6.2 软管应能承受 2 倍于表 17-14 给出最大工作压力的试验压力, 并按照 GB/T 5563 所述方法保持压力而不得损坏或破坏。

6.3 当按照 GB/T 5563 规定的爆破压力试验方法进行试验时, 软管应具有 4 倍于表 8 给出的最大工作压力的最小爆破压力的性能。

7 在最大工作压力下软管的最小弯曲半径和长度变化

7.1 当在最大工作压力下弯曲至不小于表 17-15 给出的半径时, 软管应能保持其性能。

注意：如果软管的一部分被弯曲至小于规定的弯曲半径时，就会降低软管的性能。

表 17-15	最小弯曲半径
---------	--------

公称内径	最小弯曲半径/mm				
	1 型	2 型和 4 型	3 型	5 型	6 型
5	90				

续表

公称内径	最小弯曲半径/mm				
	1 型	2 型和 4 型	3 型	5 型	6 型
6.3	100	100	150		
10	130	130	180		
12.5	180	150	230	200	
16	200	190	250		
19	240	230	300	280	240
25	300	300	340	350	305
31.5	420	380	460	455	420
38	500	450	560	560	510
51	630	600	660	710	635

7.2 当按照 GB/T 5563 规定的长度变化试验方法测定时，在最大工作压力下，所有型别软管长度变化率均不应超过 + 2 % ~ - 4 %。

8 软管长度

8.1 软管的供货长度应当按买方规定执行，其规定长度的公差为 ± 2 %。

8.2 若订货时没有规定长度，那么任何一批软管中不同长度的百分比应为：

- a) 13m 以上的不少于 65 % ；
 - b) 7.5m ~ 13m 的不多于 35 % ；
 - c) 1m ~ 7.5m 的不多于 10 % ；
- 不应有 1m 以下的软管。

9 脉冲试验要求

9.1 按照 GB/T 5568 规定的要求试验时，用以下试验压力参数。

1 型 ~ 5 型：表 8 中给出的最大工作压力的 133 % ；

6 型：表 8 中给出的最大工作压力的 120 %。

软管组合件应承受的最小脉冲次数如下：

- 1 型：200 000 次 ；
- 2 型和 4 型：100 000 次 ；
- 3 型和 5 型：400 000 次 ；
- 6 型：500 000 次。

9.2 在试验时软管组合件内环循油应保持的温度是：

- 1 型、3 型和 5 型：100℃ ± 5℃ ；
- 2 型和 4 型：55℃ ± 5℃ ；
- 6 型：121℃ ± 5℃。

9.3 在达到规定的脉冲次数后,软管不应出现泄漏或其他异常现象。

管接头处泄漏、管接头拔脱或者临近管接头处软管断裂都视为软管组合件的破坏,这种破坏并不一定说明在更换管接头后软管就不能符合规定的要求。应另取三个试样进行该试验,应当记录破坏的情况和位置。

除了要达到 9.1 规定的脉冲试验要求外,2 型中的 6.3mm 和 10mm 的软管还应当符合下列的脉冲试验:

当按照 GB/T 5568 规定,对内径 6.3mm 软管进行 76MPa 的脉冲压力试验和对内径 10mm 的软管进行 65.5MPa 的脉冲压力试验时,要求软管应能达到 5 000 次脉冲而不破坏。

10 低温曲挠试验要求

按照 GB/T 5564 的规定,在 -40°C 温度下试验时,软管的内衬层和外覆层不应出现龟裂。在恢复到室温后进行试验压力试验时,试样不应出现泄漏或龟裂。

11 耐臭氧性能

按照 HG/T 2869 规定进行试验时,外覆层不应有可见的龟裂或损坏。

12 耐油性能

按照 GB/T 1690 规定的方法、在 100°C 温度下浸渍在 3 号标准油中经 72h 的试验后,内衬层和外覆层不应出现收缩,外覆层的体积膨胀不应大于 100%,内衬层不应大于 60%。

13 耐磨性能

按照 GB/T 12721 规定的方法,用 50N 的垂直力,在经过 2 000 次磨耗试验后,软管外覆层的最大磨耗量应为 1.0g 。

14 电性能

按照 GB/T 9572 规定试验,以所述的方法测其电极间的电阻时,电阻值不应超过 $2\text{M}\Omega/\text{m}$ 。

试验应在 5 根软管试样上进行,所有试验结果都应在规定范围内。

15 阻燃性能

按照 GB/T 15907 规定试验时,在撤掉火焰后,燃烧或阴燃的持续平均时间不得超过 30s。取 6 根软管试样进行此项试验,取各次试验结果的平均值。

16 层间粘合强度

按照 GB/T 14905 规定进行试验时,内衬层与增强层的粘合强度,以及增强层与增强层之间的粘合强度不应低于 $2.5\text{kN}/\text{m}$ 。增强层和外覆层之间的粘合强度不应低于 $4.0\text{kN}/\text{m}$ 。

17 标志

符合本标准的软管应当至少标志下列内容：

- a) 本标准编号；
- b) 软管型别；
- c) 公称内经；
- d) 生产厂名和商标；
- e) 生产日期；
- f) 最大工作压力。

如有需要，也可标志出用户和生产厂商定的其他内容。

第十八节 钢丝缠绕增强外覆橡胶的液压橡胶软管和软管组合件

GB/T 10544—2003

1 范围

本标准规定了 5 种型别内径从 6.3mm ~ 51mm 的钢丝缠绕增强液压软管和软管组合件的要求。它们适用于符合 GB/T 7631.2 要求的 HH、HL、HM、HR 和 HV 液压流体，4SP 和 4SH 型适用温度范围为 - 40℃ 到 + 100℃，R12、R13 和 R15 型为 - 40℃ 到 + 120℃。

本标准不适用于蓖麻油基或脂基流体。

本标准未包括对管接头的要求，只限于对软管和软管组合件性能的要求。

注：确定软管与所使用的流体的相容性是使用者的责任，他应与软管制造厂商议。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。所有标准都会进行修订，鼓励使用标准的各方探讨使用下列标准最新版本的可能性。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1690 硫化橡胶耐液体试验方法

GB/T 5563 橡胶、塑料软管及软管组合件 液压试验方法

GB/T 5564 橡胶、塑料软管低温曲挠试验

- GB/T 5568 橡胶、塑料软管及软管组合件 无屈挠液压脉冲试验
- GB/T 9573 橡胶、塑料软管和软管组合件 尺寸测量方法
- GB/T 9574 橡胶和塑料软管和软管组合件 试验压力、爆破压力与设计工作压力的比率
- GB/T 9575 橡胶、塑料软管内径尺寸和长度公差
- GB/T 12721 橡胶软管 外胶层耐磨耗性能的测定
- GB/T 14905 橡胶和塑料软管各层间粘合强度测定
- HG/T 2869 橡胶、塑料软管 静态条件下耐臭氧性能的评价

3 型别

软管按其结构、工作压力和耐油性能分为 5 种型别：

- 4SP 型：4 层钢丝缠绕的中压软管；
- 4SH 型：4 层钢丝缠绕的高压软管；
- R12 型：4 层钢丝缠绕苛刻条件下的高温中压软管；
- R13 型：多层钢丝缠绕苛刻条件下的高温高压软管；
- R15 型：多层钢丝缠绕苛刻条件下的高温超高压软管。

注：R12 型、R13 型和 R15 型不进行耐磨性能试验。

4 材料和结构

4.1 软管

软管应由一层耐液压流体的橡胶内衬层、以交替方向缠绕的钢丝增强层和一层耐油和耐天候的橡胶外覆层构成。每层缠绕钢丝层应由橡胶隔离。

4.2 软管组合件

软管组合件只可装配经验证符合 6.1、6.3、6.4 和 6.5 要求的管接头。应遵循制造厂的软管组合件装备和装配说明书。

5 尺寸

5.1 直径和同心度

当按 GB/T 9573 测量时，软管的内径应符合表 17-16 给出的值，增强层外径和软管外径应符合表 17-17 给出的值，软管的同心度应符合表 17-18 给出的值。

表 17-16 软管的尺寸

公称内径	内径/mm									
	4SP 型		4SH 型		R12 型		R13 型		R15 型	
	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大
6.3	6.2	7.0	—	—	—	—	—	—	—	—

续表

公称内径	内径/mm									
	4SP 型		4SH 型		R12 型		R13 型		R15 型	
	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大
10	9.3	10.1	—	—	9.3	10.1	—	—	9.3	10.1
12.5	12.3	13.5	—	—	12.3	13.5	—	—	12.3	13.5
16	15.5	16.7	—	—	15.5	16.7	—	—	—	—
19	18.6	19.8	18.6	19.8	18.6	19.8	18.6	19.8	18.6	19.8
25	25.0	26.4	25.0	26.4	25.0	26.4	25.0	26.4	25.0	26.4
31.5	31.4	33.0	31.4	33.0	31.4	33.0	31.4	33.0	31.4	33.0
38	37.7	39.3	37.7	39.3	37.7	39.3	37.7	39.3	37.7	39.3
51	50.4	52.0	50.4	52.0	50.4	52.0	50.4	52.0	—	—

5.2 长度

软管和软管组合件的供货长度应由制造厂和采购方协商确定。

注：推荐的软管和软管组合件供货长度见附录 A（资料性附录）。

表 17－17 增强层外径和软管外径

公称内径	4SP 型				4SH 型				R12 型				R13 型				R15 型			
	增强层 外径/mm		软管 外径/mm		增强层 外径/mm		软管 外径/mm		增强层 外径/mm		软管 外径/mm		增强层 外径/mm		软管 外径/mm		增强层 外径/mm		软管 外径/mm	
	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大
6.3	14.1	15.3	17.1	18.7	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
10	16.9	18.1	20.6	22.2	—	—	—	—	16.6	17.8	19.5	21.0	—	—	—	—	—	20.3	—	23.3
12.5	19.4	21.0	23.8	25.4	—	—	—	—	19.9	21.5	23.0	24.6	—	—	—	—	—	24.0	—	26.8
16	23.0	24.6	27.4	29.0	—	—	—	—	23.8	25.4	26.6	28.2	—	—	—	—	—	—	—	—
19	27.4	29.0	31.4	33.0	27.6	29.2	31.4	33.0	26.9	28.4	29.9	31.5	28.2	29.8	31.0	33.2	—	32.9	—	36.1
25	34.5	36.1	38.5	40.9	34.4	36.0	37.5	39.9	34.1	35.7	36.8	39.2	34.9	36.4	37.6	39.8	—	38.9	—	42.9
31.5	45.0	47.0	49.2	52.4	40.9	42.9	43.9	47.1	42.7	45.1	45.44	48.6	45.6	48.0	48.3	51.3	—	48.4	—	51.5
38	51.4	53.4	55.6	58.8	47.8	49.8	51.9	55.1	49.2	51.6	51.9	55.0	53.1	55.5	55.8	58.8	—	56.3	—	59.6
51	64.3	66.3	68.2	71.4	62.2	64.2	66.5	69.7	62.5	64.8	65.1	68.3	66.9	69.3	69.5	72.7	—	—	—	—

表 17－18 软管的同心度

公称内径	壁厚最大偏差/mm	
	内径与外径之间	内径与增强层直径之间
6.3	0.8	0.5
大于 6.3 但小于或等于 19	1.0	0.7
大于 19	1.3	0.9

6 要求

6.1 静液压要求

6.1.1 当按照 GB/T 5563 进行试验时，软管和软管组合件的最大工作压力、试验压力和最小爆破压力应符合表 17－19 的值。

表 17－19 最大工作压力、试验压力和最小爆破压力

公称内径	最大工作压力/MPa					试验压力/MPa					最小爆破压力/MPa				
	4SP	4SH	R12	R13	R15	4SP	4SH	R12	R13	R15	4SP	4SH	R12	R13	R15
6.3	45.0	—	—	—	—	90.0	—	—	—	—	180.0	—	—	—	—
10	44.5	—	28.0	—	42.0	89.0	—	56.0	—	84.0	178.0	—	112.0	—	168.0
12.5	41.5	—	28.0	—	42.0	83.0	—	56.0	—	84.0	16.0	—	112.0	—	168.0
16	35.0	—	28.0	—	42.0	70.0	—	56.0	—	84.0	140.0	—	112.0	—	168.0
19	35.0	42.0	28.0	35.0	42.0	70.0	84.0	56.0	70.0	84.0	140.0	168.0	112.0	140.0	168.0
25	28.0	38.0	28.0	35.0	42.0	56.0	76.0	56.0	70.0	84.0	112.0	152.0	112.0	140.0	168.0
31.5	21.0	32.5	21.0	35.0	42.0	42.0	65.0	42.0	70.0	84.0	84.0	130.0	84.0	140.0	168.0
38	18.5	29.0	17.5	35.0	42.0	37.0	58.0	35.0	70.0	84.0	74.0	116.0	70.0	140.0	168.0
51	16.5	25.0	17.5	35.0	42.0	33.0	50.0	35.0	70.0	84.0	66.0	100.0	70.0	140.0	168.0

6.1.2 当按照 GB/T 5563 进行试验时，软管在最大工作压力下的长度变化，4SP 和 4SH 型不应大于 + 2% 和小于 - 4%，R12、R13 和 R15 型不应大于 + 2% 和小于 - 2%。

6.2 最小弯曲半径

使用长度至少是最小弯曲半径 4 倍的试样。当弯曲到表 17－20 给出的最小弯曲半径（在弯曲部位内侧测量）时，软管随后应分别符合 6.3 和 6.5 款规定的脉冲和低温屈挠性的要求。

表 17－20 最小弯曲半径

公称内径	最小弯曲半径/mm				
	4SP	4SH	R12	R13	R15
6.3	150	—	—	—	—
10	180	—	130	—	150
12.5	230	—	180	—	200
16	250	—	200	—	—
19	300	280	240	240	265
25	340	340	300	300	330
31.5	460	460	420	420	445
38	560	560	500	500	530
51	660	700	630	630	—

6.3 耐脉冲性能

6.3.1 脉冲试验应按 GB/T 5568 进行。对于试验液体的温度，4SP 和 4SH 型应为 100℃，R12、R13 和 R15 型应为 120℃。

6.3.2 4SP 和 4SH 型软管，当在最大工作压力 133% 的脉冲压力下试验时，软管应能承受至少 400 000 次脉冲。R12 型、R13 和 R15 型软管，当在最大工作压力 133% 的脉冲压力下试验时，软管应能承受至少 500 000 次脉冲。

6.3.3 在达到规定的脉冲次数之前，软管应该无泄漏和异常现象。

6.3.4 本试验应看作是破坏性试验,试样应在试验后报废。

6.4 泄漏试验

当按 GB/T 5563 进行试验时,应无泄漏或其他失效迹象。本试验应看作是破坏性试验。试样应在试验后报废。

6.5 低温屈挠性能

当按照 GB/T 5564 方法 B 在 -40°C 温度下进行试验时,内衬层和外覆层应不出现龟裂。

6.6 层间粘合强度

当按照 GB/T 14905 中进行试验时,内衬层与增强层和外覆层与增强层之间的粘合强度,4SP 和 4SH 型应不低于 2.5kN/m , R12、R13 和 R15 应不低于 1.4kN/m 。

按 GB/T 14905 表 1 所述,内衬层与增强层所用试样应为 5 型,外覆层与增强层应为 2 型或 6 型。

6.7 耐磨性能

4SP 和 4SH 型软管,当按 GB/T 12721 以 $50\text{N} \pm 0.5\text{N}$ 垂直力进行试验时,2 000 周期后质量损失不应大于 1g 。

注: R12、R13 和 R15 型软管无耐磨性能要求。

6.8 耐流体性能

6.8.1 试样

耐流体试验应使用最小厚度为 2mm 、硫化程度与软管相同的模制的内衬层和外覆层胶片进行。

6.8.2 耐油性能

当按照 GB/T 1690 在 100°C 温度下浸在 3 号标准油中 168h 测定时,4SP 和 4SH 型软管内衬层的体积变化率 ΔV_{100} 应在 0% 到 +60% 之间(即不允许收缩)。

当按照 GB/T 1690 在 70°C 温度下浸在 3 号标准油中 168h 测定时,4SP 和 4SH 型软管外覆层的体积变化率 ΔV_{70} 应在 0% 到 +100% 之间(即不允许收缩)。

当按照 GB/T 1690 在 100°C 温度下浸在 3 号标准油中测定时, R12、R13 和 R15 型软管的体积变化率 ΔV_{100} ,内衬层应在 0% 到 +100% 之间,外覆层应在 0% ~ 125% 之间(即不允许收缩)。

6.9 耐臭氧性能

按照 HG/T 2869 方法 1 或方法 2(根据软管公称内径)进行试验时,在 2 倍放大镜下,软管外覆层不应出现龟裂。

7 标注

软管应按公称内径为 10 的 4SP 型钢丝缠绕增强的液压橡胶软管的实例进行命名。

示例：GB/T 10544/4SP/10

8 标志

8.1 软管

软管应至少标志下面内容，标志应至少每隔 760mm 重复一次：

- a) 制造厂的名称或标识；
- b) 本标准的编号；
- c) 型别；
- d) 公称内径；
- e) 制造季度和年号（后两位数）。

8.2 软管组合件

软管组合件应至少标志下面内容：

- a) 制造厂的名称或标识；
- b) 带有单位“MPa”的组合件最大工作压力；
- c) 装配月和年（后两位数）。

附 录 A

（资料性附录）

对所供应的软管和软管组合件长度的建设

A.1 软管

软管应以买方规定的长度供应，公差为 $\pm 2\%$ 。

除买方另有要求外，任何一根软管长度不应小于 1m，任一交货中不同长度的百分比应符合表 A.1 规定。

表 A.1 软管长度公差

软管长度/m	总长度的百分比
大于 1 但小于或等于 10	5（最大）
大于 10 但小于或等于 15	25（最大）
大于 15	75（最小）

A.2 软管组合件

软管组合件长度公差应符合表 A.2 的规定。

表 A.2 软管组合件长度公差

软管组合件长度/mm	下列公称内径软管组合件长度公差		
	25 以下（包括 25）	大于 25 但小于 50（包括 50）	大于 50
630 以下（包括 630）	$\begin{matrix} + 7 \\ - 3 \end{matrix} \text{mm}$	$\begin{matrix} + 12 \\ - 4 \end{matrix} \text{mm}$	$\begin{matrix} + 25 \\ - 6 \end{matrix} \text{mm}$
大于 630 但小于或等于 1 250	$\begin{matrix} + 12 \\ - 4 \end{matrix} \text{mm}$	$\begin{matrix} + 20 \\ - 6 \end{matrix} \text{mm}$	
大于 1 250 但小于或等于 2 500	$\begin{matrix} + 20 \\ - 6 \end{matrix} \text{mm}$	$\begin{matrix} + 25 \\ - 6 \end{matrix} \text{mm}$	
大于 2 500 但小于或等于 8 000	$\begin{matrix} + 1.5 \\ - 0.5 \end{matrix} \%$		
大于 8 000	$\begin{matrix} + 3 \\ - 1 \end{matrix} \%$		

第十九节 近海停泊排吸油橡胶软管

Rubber hose , oil suction and discharge , offshore mooring

GB/T 10541—2003

代替 GB/T 10541—1989

1 范围

本标准规定了近海停泊排吸油用橡胶软管的分类、规格和基本技术要求。

本标准适用于环境温度介于 - 29℃ ~ 52℃ 之间、在水下或水面输送 - 20℃ ~ 82℃ 的芳香烃含量不超过 25% 的原油或液体石油产品、从 - 0.085MPa ~ 1.5MPa 内压力下工作的橡胶软管。

本标准不适用于输送液化石油气和天然气的橡胶软管。

本标准适用于内径为 400mm 及以下、不大于 21m/s 流速下连续工作和内径为 400mm 以上、不大于 15m/s 流速下连续工作的橡胶软管。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5567—1994 橡胶、塑料软管及软管组合件 真空性能的测定

GB/T 9572—2001 橡胶、塑料软管和软管组合件 电阻的测定 (eqv ISO 8031 : 1993)

GB/T 9573—2003 橡胶、塑料软管和软管组合件 尺寸测量方法 (idt ISO 4671 : 1999)

GB/T 9576—2001 橡胶、塑料软管和软管组合件 选择、贮存、使用和维修指南 (eqv ISO 8331 : 1991)

GB/T 9577—2001 橡胶、塑料软管和软管组合件 标志、包装、运输规则

GB/T 14905—1994 橡胶和塑料软管各层间粘合强度测定 (eqv ISO 8033 : 1991)

3 软管的分类和结构

3.1 分类

- a) 有或无浮体套环的水下软管；
- b) 带有特殊增强端的水下软管；
- c) 全漂浮软管；
- d) 部分漂浮软管；
- e) 油槽用软管；
- f) 双管体软管。

注：以上橡胶软管通常用于近海停泊船舶装备配套装置。为鉴定橡胶软管设计和制造是否达到技术指标要求，除生产实际使用橡胶软管外，还生产一种鉴定用橡胶软管。

3.2 结构

橡胶软管应由内衬层、增强层、外覆层构成。根据要求可有适当的附加增强层、导电连接线、管接头芯杆、法兰及浮力材料层和缓冲层。

所有软管的外覆层都应覆盖整个管体，并终止在法兰外。外覆层应光滑，并且应耐老化、耐磨、耐天候、耐撕裂、耐油和耐海水浸透。

实际使用橡胶软管内径为：

150mm、200mm、250mm、300mm、400mm、500mm 和 600mm。

鉴定用橡胶软管内径由供需双方商订。

管接头芯杆、法兰应由用户提供。具体尺寸、钢材及加工等由供需双方商订。

4 一般要求

4.1 额定压力

除非另有规定，所有软管应具有 1.5MPa 的额定压力。额定压力定义为软管所能承受的最大的压差。

4.2 静液压性能

4.2.1 软管按附录 A 程序进行静液压试验所测定的永久伸长率不应超过 0.7%，暂时伸长率不应超过 2.5%。

4.2.2 如果软管附加浮体，浮体应按附录 B 进行静液压试验。

4.3 电性能

4.3.1 水下软管和漂浮软管在管接头之间是否具有导电性能应由买方规定，而油槽软管应始终具有绝缘性。

4.3.2 要求具有导电性能的软管，应将管体内置钢丝以约定的方式固定到管接头芯杆上，以确保在软管整个使用期限内具有可靠的导电性能。没有管体内置钢丝的软管，应在管接头芯杆之间至少有两根单独的钢丝导线，螺旋缠绕在管体上，并且在软管弯曲时不应受到破坏。

4.3.3 要求具有绝缘性的软管，制造厂应保证所有结构钢丝都与端部管接头芯杆完全绝缘。

4.3.4 橡胶软管的电性能试验应按 GB/T 9572 进行测定。

4.4 粘合性能

按 GB/T 14905 进行测定的软管的各层之间的粘合强度应不小于 6kN/m；各种外覆层（包括浮力材料外覆层）之间，橡胶与橡胶接触面的粘合强度应不低于 4kN/m，橡胶与聚氨酯之间的粘合强度应不低于 3kN/m。

4.5 真空性能

橡胶软管应在 -0.085MPa 的条件下按 GB/T 5567 进行 10min 的真空试验，目视检查软管的内部和外部应无缺陷。

4.6 长度

4.6.1 标准软管长度

软管长度应在两端法兰外面之间测量。除水下软管和油槽软管标准长度为 9.1m 外，所有软管均以 10.7m 标准长度提供。

4.6.2 长度公差

4.6.1 定义的成品和经试验的软管按 GB/T 9573 进行测定的实际长度与 4.6.1 规定的标准长度之差不应大于 1%。

4.7 屈挠性

4.7.1 弯曲试验

4.7.1.1 按附录 C 进行试验，水下软管和油槽软管应在所有条件下可以弯曲到四倍于软管直径的弯曲半径而无破坏、永久形变。

4.7.1.2 按附录 C 进行试验，带有整体浮体的软管，应在所有条件下可以弯曲到六倍于软管直径的弯曲半径而无破坏、永久形变。

4.7.2 特殊挺性要求的软管

5.2 端部增强软管

5.2.1 增强件

这种补加的增强件材料在端部应从法兰处逐渐减少到软管长度最少 $1/3$ 处停止。

5.2.2 标志

这种类型软管应用一环形白色条带在增强端处标识, 白色条带宽度 50mm, 另外将“增强端”字样用鲜明的颜色永久性地清楚地标识, 并且, 永久性地埋置在外覆层上。聚氨酯外覆层软管应用油漆进行这样的标识, 这一标识的字母高度不应低于 20mm。

5.3 漂浮软管

5.3.1 一般要求

应贴敷环绕管体整体构造的闭孔浮力材料, 这些浮力材料应沿其各个侧面并与软管管体和外覆层牢固的粘接在一起, 从而在使用中不会出现移动或散开的倾向。

5.3.2 浮力分布

5.3.2.1 对于全漂浮软管, 浮力材料应沿整个软管分布, 以使软管在连接成一条管线时能均匀地漂浮。

5.3.2.2 对于部分漂浮软管, 浮力材料应由买方确定。除非另有规定, 浮力材料应贴敷在软管一半长度以上, 并使浮力分布均匀。

5.3.3 法兰螺栓间隙

为便于插入螺栓和能够使用机械工具紧固螺母, 在软管端部减少破坏的机会, 浮力材料应朝法兰方向平滑地逐渐减少。

法兰背面与浮体材料之间的法兰螺栓间隙示于图 17-34 和表 17-22。

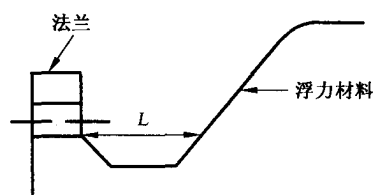


图 17-34 法兰螺栓间隙

表 17-22

软管内径/mm	长度 L /mm
150	140
200	150
250	160
300	160

续表

软管内径/mm	长度 L/mm
400	180
500	200
600	200

5.3.4 外覆层颜色

聚氨酯覆盖软管应为橘红色。橡胶外覆层软管应为黑色带橘红色螺旋条带。橘红色螺旋条带应为 100mm 宽，间距 450mm。螺旋条带应与黑色外覆层一起硫化，缠绕应在离法兰约 600mm 处以环形条带环绕软管形式起始和结束。

5.3.5 浮力要求

漂浮软管，包括浮力材料和外覆层，当完全浸入海水中并且充满海水时，储备浮力应不低于 20%。储备浮力 $F(\%)$ 用公式 (1) 计算：

$$F(\%) = \frac{D_H - (W_H + W_W)}{W_H + W_W} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中： D_H ——当完全浸入海水中时排出的海水（包括整体浮体排出的海水和管内的海水）的质量；
 W_H ——空管包括浮体材料在空气中的质量；
 W_W ——软管中容纳的海水质量。

漂浮软管的浮体结构，在软管浸入水中 10m 深 24h 后离开水面，停放 24h 后，储备浮力应不低于 20%。

5.4 油槽用橡胶软管

5.4.1 浮力材料

浮力材料应达到 5.3.1 的要求。

5.4.2 屈挠性

软管的设计中应引入最大屈挠性，以便易于连接到船舶的歧管上，最小弯曲半径应符合 4.7.1 的规定。

5.4.3 储备浮力

储备浮力应符合 5.3.4 规定，如果软管安装金属附件， W_H 应包括金属附件的质量。

5.4.4 标志

这类软管应在油槽连接端以双白色环形带标识，带宽度 50mm，间距 50mm，上有“油槽端”字样。

5.5 双管体软管

5.5.1 一般要求

双管体软管应由水下或漂浮软管（简称内管体）外加一层管体构成，以容纳因内管体缓慢泄漏或突然破裂而可能从内管体漏出的液体。所采用的内管体应符合本标准对应类型软管的要求。

5.5.2 泄漏检测

双管体软管应装配有泄漏检测系统，这样软管系统操作者能够确定介质是否从内管体中漏出。

5.5.3 标志

双管体软管应按照漂浮或水下软管的要求，包括外覆层的颜色，进行标志。另外，“双管体软管”的字样应用鲜明的颜色，至少 20mm 高的字体，沿轴向清楚地标在软管的两端。除聚氨酯外覆层可以用涂覆法标志外，这样的标志应永久性地埋置在外覆层中。

6 鉴定用橡胶软管

6.1 鉴定用橡胶软管的内径由供需双方商订。

6.2 采用与实际使用的橡胶软管相同的基本结构和工艺方法制造鉴定用橡胶软管。

6.3 该软管应能满足所有适用的试验要求。

7 标志

符合本标准的软管应在软管两端沿轴向用至少 10mm 高的字体以鲜明的不褪色的颜色用标签永久地清楚地标志下列内容：

- a) 制造厂名称或商标；
- b) 本标准编号；
- c) 内径；
- d) 额定压力；
- e) 生产年和月；
- f) 软管类型；
- g) 工厂测量的暂时伸长率。

8 包装、贮存、运输

除另有规定，应符合 GB/T 9576 和 GB/T 9577 的要求。

附 录 A (标准的附录) 静液压试验

每根软管都应根据其额定压力用充水进行试验。本试验需有一个压力记录仪。试验程序如下：

a) 将软管放在使其自由伸展的支座上, 尽可能伸直。

b) 将软管充满水, 排出所有气体, 以软管内径每 50mm 一秒的速率从零压到额定压力升降压力 15 次, 检验管接头芯杆是否泄漏。

c) 再施加 0.07MPa 压力, 测量软管组合件的总长度, 作为原始长度 l_0 。

d) 在 5min 内将压力从 0.07MPa 升高到额定压力的一半, 保持该压力 10min, 检验是否泄漏, 然后在 5min 内将压力降低到零。

e) 在 5min 内将压力升高到额定压力, 保持该压力 10min, 检验是否泄漏, 并测量软管组合件的总长度 l_1 , 然后在 5min 内将压力降低到零。

f) 按公式 (A1) 计算暂时伸长率:

$$\text{暂时伸长率} = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A1})$$

g) 在至少 15min 间隔之后, 再升压到 0.07MPa, 测量软管组合件的总长度 l_2 。

h) 按公式 (A2) 计算永久伸长率:

$$\text{永久伸长率} = \frac{l_2 - l_0}{l_0} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A2})$$

暂时和永久伸长率的可接受性标准应符合 4.2 的规定。在这些试验过程中应无泄漏、异常变形或超过 $1.5^\circ/\text{m}$ 扭曲的现象。在完成试验之后, 软管一端的法兰螺栓孔应与另一端的相一致, 公差为一个螺栓孔直径。

附 录 B

(标准的附录)

浮体静液压试验方法

浮体静液压试验程序如下:

a) 用精度为 100g 的衡器测量每个瓣体 (不包括金属件) 的大致质量。

b) 将一瓣浮体放入充满水的压力箱内, 在 5min 内将压力升高到 0.65MPa。

c) 保持 0.65MPa 试验压力 2h。

d) 在 5min 内将压力降至大气压, 从压力箱内取出浮体。

e) 立即干燥, 并用上面步骤 a) 中使用的同一衡器称量该瓣浮体。

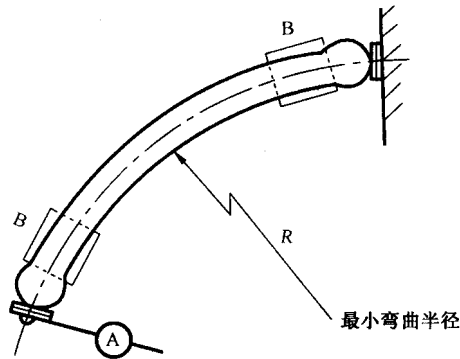
任何质量增加超过 500g, 或者泡沫填充物中有任何变形的现象或孔隙的浮体瓣应视为不合格。

任何在试验中质量增加大于 250g 但小于 500g 的浮体瓣, 应重新试验, 重新试验中任何质量进一步的增加应视为不合格。

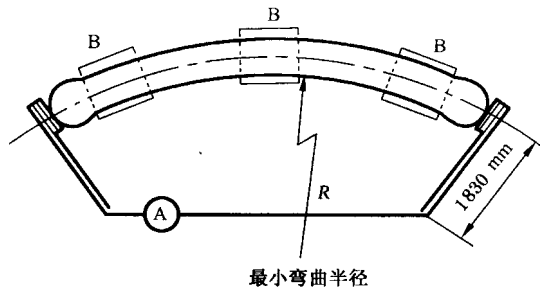
附录 C
(标准的附录)

最小弯曲半径试验方法

最小弯曲半径试验应用空管按图 C1 所示进行。试验应重复 5 次。完成最小弯曲半径试验以后恢复到直的位置，应无永久变形，如打折或椭圆形变。



与软管端纵轴成 90°拉拽



- 内侧弯曲半径 (最小);
- A——伸线器或链动滑轮;
- B——小脚轮。

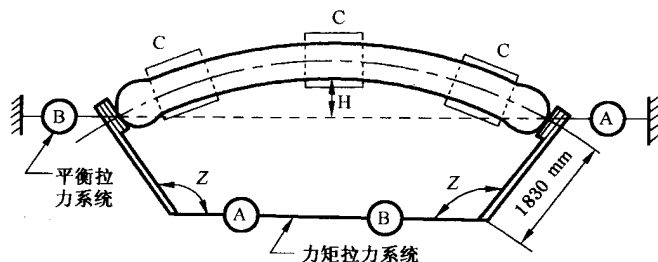
图 C1 最小弯曲半径试验可供选择的方法

附 录 D

(标准的附录)

挺性试验方法

挺性试验应按图 D1 所示进行。试验应用空管进行 5 次, 用公式 (D1) 计算平均挺性 (E_1 值)。不应超过规定值的 $\pm 15\%$ 。试验应在软管排空和无内压下进行。



——测力计或负荷传感器；

B——伸线器或链动滑轮；

C——小脚轮；

软管温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

图 D1 挺性试验方法

试验程序如下：

a) 放松平衡拉力系统，增加力矩拉力系统的力 P ，直到 $\angle Z$ 为 $118^{\circ} \pm 1^{\circ}$ ；

b) 增加平衡拉力系统的力 P ，直到 $P_1 = P$ ；

c) 如果 $\angle Z$ 不再是 $118^{\circ} \pm 1^{\circ}$ ，根据需要增加或降低 P 和 P_1 ，直到 $\angle Z$ 为 $118^{\circ} \pm 1^{\circ}$ ，而 P_1 在 P 的 $\pm 1.0\%$ 范围内。持续 2min，记录力矩拉力系统的力 P 和软管中心的挠度 H ；

d) 重复步骤 a) ~ c) 5 次，将每个变量的记录值加起来，除以 5，计算出 P 和 H 的平均值。

e) 用式 (D1) 计算出 E_1 平均值：

$$E_1 = \frac{PL^2 A \cdot \sin Z}{8H} \dots\dots\dots (\text{D1})$$

式中： E_1 ——软管的平均挺性值， $\text{N} \cdot \text{m}^2$ ；

P ——力矩拉力系统的平均拉力， N ；

L ——软管的总长度， m ；

A ——力矩杆长度 (1.83m)；

Z ——拉力系统与力矩杆之间的角度 (118°)；

H ——软管中心的平均挠度, m。

第二十章 钢丝缠绕增强外覆橡胶的液压橡胶软管和软管组合件

Rubber hoses and hose assemblies—Rubber covered ,
spiral wire reinforced , hydraulic type—Specification

GB 10544—89

本标准等效采用国际标准 ISO/DIS 3862—1986《橡胶软管和软管组合件——钢丝缠绕增强外覆橡胶的液压软管规范》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了内径 5 ~ 51mm、1 ~ 6 型钢丝缠绕增强液压橡胶软管的各项要求。

本标准适用于在工作温度 - 40 ~ 100℃ (1 ~ 5 型) - 40 ~ 121℃ (6 型) 条件下, 输送石油基、水基流体的橡胶软管。

本标准橡胶软管不适于输送蓖麻油基和酯油基流体。

本标准只对橡胶软管规定了性能要求, 不包括端部接头的要求。

2 引用标准

GB 1690 硫化橡胶耐液体试验方法

GB 5562 胶管胶层物理试验方法

GB 5563 胶管液压试验方法

GB 5564 胶管低温弯曲试验方法

GB 5568 高压胶管脉冲试验方法

GB 9571 橡胶、塑料软管和软管组合件 静态条件下耐臭氧性能评定

GB 9573 橡胶软管和软管组合件 尺寸测量方法

GB 9576 橡胶、塑料软管和软管组合件 选择、贮存、使用和维修指南

GB 9577 橡胶、塑料软管和软管组合件 标志、包装和运输规则

3 产品结构、型别、尺寸

3.1 结构

橡胶软管由耐油、耐水的内胶层、内胶织物保护层, 钢丝缠绕层, 钢丝各层间的中

胶层，耐油、耐天候老化的外胶层组成。

3.2 型别

- 1 型 四层轻型钢丝缠绕液压橡胶软管；
- 2 型 四层中型钢丝缠绕液压橡胶软管；
- 3 型 四层重型钢丝缠绕液压橡胶软管；
- 4 型 六层重型钢丝缠绕液压橡胶软管；
- 5 型 四层钢丝缠绕超高压橡胶软管；
- 6 型 四层重型钢丝缠绕中等压力耐高温橡胶软管。

3.3 尺寸

3.3.1 橡胶软管内径应符合表 17－23 要求。

表 17－23

公称内径	1 型		2 型和 5 型		3 型和 4 型		6 型	
	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大
5	—	—	—	—	4.6	5.4	—	—
6.3	—	—	6.2	7.0	6.2	6.9	—	—
8	7.7	8.5	—	—	7.7	8.5	—	—
10	9.3	10.1	9.3	10.1	9.3	10.1	9.3	10.1
12.5	12.3	13.5	12.3	13.5	12.5	13.7	12.3	13.5
16	15.5	16.7	15.5	16.7	15.7	16.9	—	—
19	18.6	19.8	18.6	19.8	19.0	20.2	18.6	19.8
25	25.0	26.4	25.0	26.4	25.4	27.0	25.0	26.4
31.5	31.4	33.0	—	—	31.8	33.4	31.4	33.0
38	37.7	39.3	—	—	38.1	39.7	37.7	39.3
51	50.4	52.0	—	—	50.8	52.5	50.4	52.0

3.3.2 橡胶软管和增强层外径应符合表 17－24 要求。

表 17－24

公称内径	1 型				2 型				3 型				4 型				5 型				6 型			
	增强层外径		橡胶软管外径		增强层外径		橡胶软管外径		增强层外径		橡胶软管外径		增强层外径		橡胶软管外径		增强层外径		橡胶软管外径		增强层外径		橡胶软管外径	
	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大	最小	最大
5	—	—	—	—	—	—	—	—	14.3	15.9	18.3	19.8	17.5	19.1	21.4	23.0	—	—	—	—	—	—	—	—
6.3	—	—	—	—	14.1	15.3	17.1	18.7	15.8	17.4	19.8	21.4	19.1	20.6	23.0	24.6	—	—	—	—	—	—	—	—

续表

公 称 内 径	1 型				2 型				3 型				4 型				5 型				6 型			
	增强层 外 径		橡胶软管 外 径		增强层 外 径		橡胶软管 外 径		增强层 外 径		橡胶软管 外 径		增强层 外 径		橡胶软管 外 径		增强层 外 径		橡胶软管 外 径		增强层 外 径		橡胶软管 外 径	
	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大	最 小	最 大
8	13.7		18.4		—	—	—	—	17.5		21.4		20.6		24.6		—	—	—	—	—	—	—	—
		14.8		20.0						19.0		23.0		22.2		26.2								
10	16.9		20.6		16.9		20.6		19.0		23.0		22.2		26.2		—	—	—	—	16.6		19.5	
		18.0		22.2		18.1		22.2		20.6		24.6		23.8		27.8					17.8		21.0	
12.5	19.4		23.8		19.4		23.8		23.0		27.0		26.2		30.2		21.8		24.6		19.9		23.0	
		21.0		25.4		21.0		25.4		24.6		28.6		27.8		31.8		23.4		26.2		21.5		24.6
16	22.7		27.0		23.0		27.4		26.2		30.2		29.4		33.3		—	—	31.4		—	—	—	—
		24.3		28.6		24.6		29.0		27.8		31.8		30.9		34.9				33.0				
19	26.6		30.6		27.4		31.4		30.9		35.7		34.1		38.9		27.6		—	—	26.9		29.9	
		28.2		32.2		29.0		33.0		32.5		37.3		35.7		40.5		29.2				28.4		31.5
25	34.5		38.5		34.5		38.5		38.9		43.3		41.7		47.2		34.4		37.6		34.1		36.8	
		36.1		40.9		36.1		40.9		40.5		45.6		44.0		49.6		36.0		39.8		35.7		39.2
31.5	43.3		49.2		—	—	—	—	44.8		49.2		48.0		53.2		40.7		43.9		42.7		45.4	
		45.6		52.4					47.2		52.4		50.4		56.4		43.1		47.1		45.1		48.6	
38	49.6		55.6		—	—	—	—	51.2		55.6		54.4		59.5		47.6		51.9		49.2		51.9	
		52.0		58.7					53.6		58.7		56.7		62.7		50.0		55.1		51.6		55.0	
51	63.9		69.9		—	—	—	—	64.7		69.1		68.6		73.8		62.0		66.5		62.5		65.1	
		66.2		73.0					67.1		72.2		71.0		77.0		64.4		69.7		64.8		68.3	

3.3.3 橡胶软管长度和公差，应按订货方规定的长度供应，长度公差为 ± 1% 或 ± 3mm，取其中的较大值。

若在订货时没有规定长度，应按以下长度的百分比交货。

13m 以上：不少于总长度的 65%，

7.5 ~ 13m：不多于总长度的 35%，

1 ~ 7.5m：不多于总长度的 10%，

长度不应小于 1m。

3.3.4 橡胶软管同心度应符合下列规定。

测量不同部位壁厚偏差不应大于表 17 - 25 数值。

表 17 - 25 mm

公 称 内 径	内径到外直径	内径到增强层
小于 6.3 (含 6.3)	0.8	0.5
8 ~ 19 (含 19)	1.0	0.7
25 以上	1.3	0.9

4 技术要求

4.1 液压要求

4.2 在设计工作压力下最小弯曲半径和长度变化

4.2.1 橡胶软管在设计工作压力下,使用最小弯曲半径(从弯曲软管内侧测量)不得小于表 17-25 规定。

注:橡胶软管任何部位弯曲到小于规定的弯曲半径时,都会降低使用性能。

4.3 脉冲试验要求

4.3.1 按要求组装四根未经老化试验的橡胶软管组合件,依照规定的方法进行试验。

4.3.2 在循环油温度为 $93 \pm 5^\circ\text{C}$,脉冲压力在设计工作压力的 133% 条件下试验,及型公称内径 8、10 和 12.5mm 橡胶软管至少应能承受 200 000 次脉冲,其他所有公称内径的橡胶软管至少应能承受 300 000 次脉冲,2 型和 3 型公称内径 125mm 以上(含 12.5mm),4 型公称内径 19mm(含 19mm)以上和 5 型橡胶软管至少应能承受 400 000 次脉冲。

6 型橡胶软管是在 $121 \pm 5^\circ\text{C}$,脉冲压力在设计工作压力的 133% 条件下试验,至少应能承受 500 000 次脉冲。

注:尺寸为 5、6、3、8、10mm 的 2 型和 3 型及尺寸 5、6、3、8、10、12.5、16mm 的 4 型橡胶软管由于不推荐在液压脉冲系统中使用,通常不进行脉冲试验。

4.4 泄漏试验

用组装接头时间不超过 30 天未经老化试验的两个橡胶软管组合件,使其承受相当于 70% 爆破压力的额定压力,保压 5 ~ 5.5min,降压至零,然后再升至 70% 爆破压力值,保压 5min。橡胶软管应无泄漏或其他损坏迹象。

这项试验可视为破坏性试验,试样报废。

在试样接头出现泄漏,接头拔脱或邻近接头处(在 25mm 范围内)的橡胶软管破损,可视为橡胶软管组合件失效并记录失效类型和部位。

注:如脉冲试验进行到尚未达到规定要求之前,由于不可避免的原因停机 24h 以上,当重新开始试验时,可能在接头连接处会出现流体的轻微渗透,这一现象如在 30min 内自动消失,则不视为试验失效。

4.5 低温弯曲要求

按规定方法在 $-40 \pm 3^\circ\text{C}$ 温度下进行试验,试样内、外胶层不得出现龟裂。

在恢复到室温后,进行耐压试验(见 4.1)不得出现泄漏和龟裂。

4.6 耐油性能

按规定方法将内、外胶层浸在 $100 \pm 2^\circ\text{C}$ 温度的 3 号油里,经 $70 \pm 2\text{h}$ 后,不得出现皱缩,体积膨胀不得超过 100%。

4.7 耐臭氧性能

按规定方法将外胶层在 $40 \pm 2^\circ\text{C}$ 温度下,暴露在臭氧分压为 $50 \pm 5\text{mPa}$ 中,经 $70 \pm$

2h 后,放大两倍观察,不得出现龟裂或劣化。

4.8 层间粘着性能

按规定试验时,内、外胶层分别同增强层之间的粘着强度不低于 2.5kN/m 。

4.9 外观质量要求

4.9.1 橡胶软管外观质量可由买方和制造厂协商确定。

4.9.2 橡胶软管不允许有气泡、裂口、海绵、脱层、裸露钢丝的异常现象。

5 试验方法

5.1 橡胶软管尺寸测定按 GB 9573 执行。

5.2 液压试验,按 GB 5563 执行。

5.3 橡胶软管在设计工作压力下长度变化试验,按 GB 5563 执行。

5.4 脉冲试验,按 GB 5568 执行。

5.5 泄漏试验,按本标准 4.6 及 GB 5568 执行。

5.6 低温弯曲试验,按 GB 5564 执行。

5.7 耐油试验,按 GB 1690—82 有关规定执行。

5.8 耐臭氧性能试验,按 GB 9571 执行。

5.9 层间粘着性能试验,按 GB 5562 规定方法进行。内波和增强层粘附强力试样按 GB 5562 中图 2 制备,剥离宽为 $5 \pm 9\text{mm}$,外胶与增强层粘附试样按 GB 5562 中图 1 或图 3 制备。

5.10 外观质量要求,按要求用目视法检查。

6 检验规则

6.1 橡胶软管应由制造厂质量检查部门成批检验,每根产品应有检查印记,出厂时必须有产品合格证。

6.2 同规格型号橡胶软管为一批,每批数量应不多于 5000m。

6.3 橡胶软管外观质量、规格尺寸和增强层外径应逐根检查,脉冲、低温弯曲、耐臭氧性能要求每年分别选一种有代表性的规格型号进行试验。其他项目每批检查不少于一次。如有不合格者,应在该批中取双倍试样进行不合格项目的复试,复试后如仍有一项指标不合格时,则该批产品作为不合格品。

7 标志、包装、贮存和运输

7.1 符合本标准规定的橡胶软管至少应标出下列内容:

- a. 本国家标准编号和日期;
- b. 橡胶软管型号;
- c. 橡胶软管公称内径尺寸;
- d. 生产厂厂名或商标;

e. 制造日期即季度和年份的后两位数字。

其他条款如需要可经用户和生产厂协商决定。

7.2 包装：橡胶软管两端必须封头并根据运输要求确定每件重量、盘卷或平直捆扎包装（要注意盘卷半径不得小于本标准规定的最小弯曲半径）。

7.3 橡胶软管在贮存和运输中，应避免阳光直接照射、雨雪浸淋，禁止与酸、碱、油类及有机溶剂等有害于橡胶质量的物质接触，贮存温度为 $-15 \sim 40^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不大于 80%。

7.4 在遵守本标准 7.3 的条件下，制造厂应保证胶管从出厂日期起，在不超过一年贮存期内，其性能仍符合本标准的规定。

7.5 其他内容按 GB 9577 和 GB 9576 执行。

第二十一节 液化石油气（LPG）橡胶软管

Liquid petroleum gas rubber hose

GB 10546—89

本标准等效采用国际标准 ISO 2928—1986《输送液化石油气用（LPG）橡胶软管》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了输送液化石油气（LPG）用的橡胶软管技术要求、试验方法、检验规则以及产品的标志、包装、贮存等。

本标准适用于 $-40 \sim 60^{\circ}\text{C}$ 范围内，供铁路油罐车、汽车油槽车，输送“液态”液化石油气使用的橡胶软管。

2 引用标准

GB 527 硫化橡胶物理试验方法的一般要求

GB 528 硫化橡胶拉伸性能的测定

GB 1189 胶管外观质量

GB 1690 硫化橡胶耐液体试验方法

GB 2941 橡胶试样停放和试验的标准温度、湿度及时间

GB 3512 橡胶热空气老化试验方法

GB 5562 胶管胶层物理试验方法

GB 5563 胶管液压试验方法

- GB 5564 胶管低温弯曲试验方法
- GB 9571 橡胶、塑料胶管 静态条件下耐臭氧试验方法
- GB 9572 橡胶、塑料胶管 电阻性能测定
- GB 9576 橡胶、塑料软管和软管组合件 选样、贮存、使用和维修指南
- GB 9577 橡胶、塑料软管和软管组合件 标志、包装和运输规则

3 结构和尺寸

3.1 结构

软管由内胶层、纤维（钢丝）增强层和外胶层组成。

3.2 软管尺寸及公差应符合表 17－28 的规定。

表 17－28

公 称 内 容	允 许 公 差
8.0 10.0 12.5 16.0 20.0	± 0.75
25.0 31.5	± 1.25
40 50 63	± 1.5
80 100 160 200	± 2.0

3.3 软管长度由使用方提出，经制造厂同意确定，长度公差为软管全长的 $\pm 1\%$ 。

4 技术要求

4.1 软管的物理机械性能应符合表 17－29 的规定。

表 17－29

性 能 项 目		指 标	
		内胶层	外胶层
拉伸强度，MPa	最小值	7.00	10.0
扯断伸长率，%	最小值	200	250

续表

性 能 项 目			指 标	
			内胶层	外胶层
热空气老化 100℃ × 72h	拉伸强度变化率	最小值	- 25	
	扯断伸长率变化率	最小值	- 50	
粘附强度，kN/m	各层间	最小值	1.5	

4.2 软管的液压要求应符合表 17 – 30 的规定。

表 17 – 30

MPa

工作压力	试验压力	最小爆破压力
2.0	6.3	12.6

- 4.3 软管在承受试验压力下保持 1min，应无渗漏、鼓泡现象。
- 4.4 软管在承受试验压力下保持 1min，其长度变化率不应大于 7%。
- 4.5 低温弯曲性能：软管在 - 40 ± 3℃ 温度下，经放置 24h，进行弯曲试验，不得出现龟裂。待试样恢复到常温时，在试验压力下再进行耐压试验，应无泄漏现象。
- 4.6 耐液体性能：

用成品内胶（或胶料）的试样，在 23 ± 2℃ 室温下，浸渍在正己烷液体中，放置 72₀h 后，其试样的拉伸强度和扯断伸长率，不应低于初始值的 65%。

- 4.7 耐臭氧性能：
- 用成品外胶（或胶料）试样放置在臭氧浓度 50 ± 5pphm、温度 40℃ 试验箱中，保持 72h 后，用 2 倍放大镜检查表面，应无龟裂现象。
- 4.8 导电性能：
- 软管导电性能由使用方提出，可经供需双方商定。

- 4.9 渗漏性能：
- 软管渗透性能由使用方提出，可经供需双方商定。

4.10 软管外观质量符合 GB 1189 规定。

5 试验方法

- 5.1 软管的规格尺寸用游标卡尺或适当量具检查，长度用米尺测量。
- 5.2 软管的外观质量用目视法检查。
- 5.3 软管的液压试验，按 GB 5563 的规定。
- 5.4 软管的拉伸强度、扯断伸长率、长度变化率试验，按 GB 528 的规定。
- 5.5 软管各层间的粘附强度试验，按 GB 5562 的规定。

- 5.6 软管的热空气老化试验,按 GB 3512 的规定。
- 5.7 软管的低温弯曲试验,按 GB 5564 的规定。
- 5.8 软管(或胶料)的耐液体试验,按 GB 1690 的规定。
- 5.9 软管的耐臭氧试验,按 GB 9571 的规定。
- 5.10 软管的导电试验,按 GB 9572 的规定。
- 5.11 软管的渗透性试验,按附录 A 的规定。

6 检验规则

- 6.1 软管应由制造厂技术检验部门成批检验,每批数量不多于 500 根,每批产品出厂应附产品合格证。
- 6.2 每批软管应逐根进行规格尺寸及外观质量的检查。
- 6.3 在同批软管中任选一种规格为代表,任取其中一根检查物理机械性能(如成品不宜作试验或测试设备所限制时,可用半成品或试样代替)。
- 6.4 软管拉伸强度、扯断伸长率、定压、爆破压力、长度变化率、耐液体、粘附强度试验,每季进行一次。
- 6.5 软管臭氧老化、低温弯曲试验,每年进行一次。
- 6.6 软管导电、渗透性能试验,按供需双方商定的规定进行检测。
- 6.7 如物理机械性能检查,有一项指标不合格时,应在同批产品中另取双倍试样,对不合格项目进行复试,复试后仍有一项指标不合格时,则该批产品(或胶料)为不合格品。

7 标志、包装、运输、贮存和使用

- 7.1 软管外胶层为橙黄色,或者在两端部表面嵌入用橙黄色胶条作明显标志,表示软管输送液体液化石油气用。
- 7.2 软管内径在 76mm 以下者可盘卷包装(盘卷内径不应小于软管内径的 15 倍),但 76mm 以上者应平直包装。
- 7.3 软管贮存时库房内的温度宜保持 $-15 \sim 40^{\circ}\text{C}$,相对湿度在 50% ~ 80% 之间。
- 7.4 软管贮存时应平放,堆放高度不宜超过 1.0m,贮存期间应每季倒翻一次。
- 7.5 其他内容按 GB 9576 和 GB 9577 的规定。

附 录 A 渗透性试验方法 (补充件)

本附录参照 ISO 8308—1978《橡胶、塑料软管和纯胶管——液体渗透软管和纯胶管管壁性能的测定》。

A1 范围

本附录规定了液化石油气 (LPG) 橡胶软管管壁耐液体渗透性能的测定方法。

A2 试验装置

试验装置如图 A1 所示：

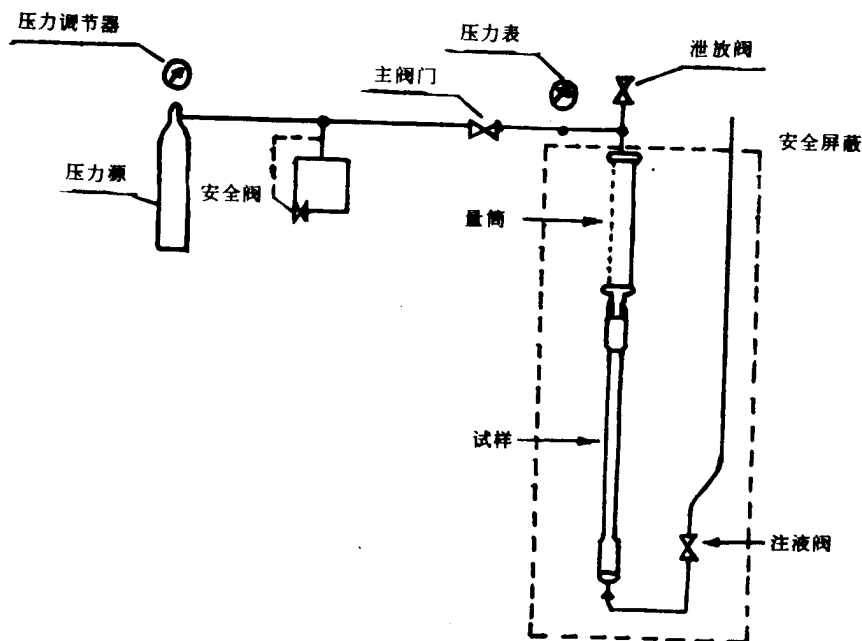


图 A1

A3 试验原理

在恒定的试验压力下（本试验规定 $50 \pm 5 \text{ kPa}$ ）保持 24h 后，撤去压力，测量加压前后软管顶端量筒中液体的体积变化，从而计算得出试样每平方厘米软管管壁每 24h 被渗透的液体损耗值。

A4 试验程序

- 测量软管试样的内径 (D)，以及两端接头之间的净长 (L)；
- 将试样装到试验装置上（见图 A1）；
- 向试样和量筒里充注试验液，直至量筒顶部的满刻度后关闭注液阀；
- 向量筒和试样加压至 $50 \pm 5 \text{ kPa}$ ，关闭主阀门，保持 5min 后，启开泄放阀卸压，排除溶解在液体中气体，然后，记录量筒中液面高度，为初始液体值 (V_0)；
- 再向量筒和试样加压至 $50 \pm 5 \text{ kPa}$ ，保持 24h 后关闭主阀门，缓慢启开泄放阀泄放压力，5min 后记录量筒中液面高度，为终止液体值 (V_{24h})。

A5 结果计算和表示

计算试样每平方厘米软管管壁每 24h 被渗透液体的损耗值, 以 $\text{g}/(\text{cm}^2 24\text{h})$ 表示:

$$P = \frac{(V_0 - V_{24h}) \cdot d}{\pi \cdot D \cdot L}$$

式中: P ——液体渗透量, $\text{g}/(\text{cm}^2 24\text{h})$;

V_0 ——初始量筒中液体值, cm^3 ;

V_{24h} ——终止量筒中液体值, cm^3 ;

d ——液体密度, g/cm^3 ;

D ——试样内径, cm ;

L ——试样净长, cm 。

第二十二节 橡胶软管 外胶层耐磨耗性能的测定

rubber hoses—Determination of abrasion
resistance of the outer cover

GB/T 12721—91

ISO 6945—1983

本标准等同采用国际标准 ISO 6945—1983 (橡胶软管——外胶层耐磨耗性能的测定)。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶软管外胶层耐磨耗性能的测定方法。

本标准适用于带有织物或钢丝增强层, 并具有规定光滑和平整程度的外胶层的液压软管及其他相似类型的软管。

本标准不适用于预测产品的耐磨耗寿命, 但适用于比较产品的质量水平。

本标准未规定每一试验应完成的循环次数, 而此循环次数在产品标准中规定。

2 引用标准

GB 2941 橡胶试样停放和试验的标准温度、湿度及时间

3 试验装置

3.1 转轮和曲柄装置

能使磨具沿试样作 100mm 长的正弦波往复运动，速率为 1.25Hz（每一循环行程等于 200mm），见图 17-35。

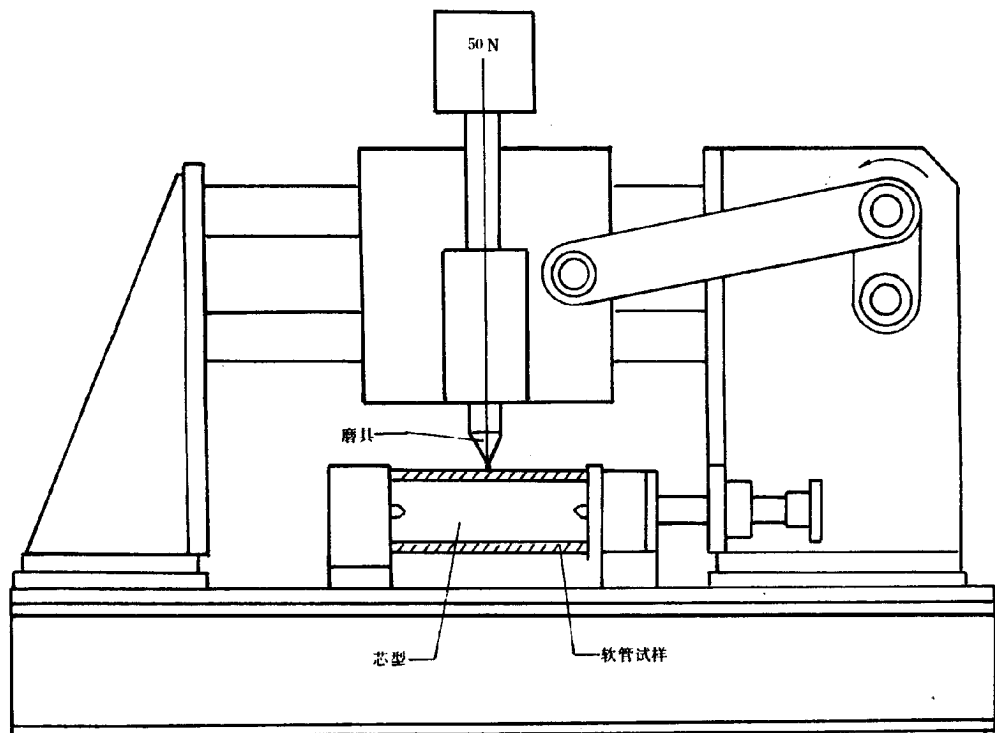


图 17-35 典型的试验装置

该移动装置应符合下列要求：

- a. 移动长度的中点应与组装好的试样和芯轴的中点相重合。
- b. 磨具和试样的轴线应在中点处互相垂直。
- c. 移动平面应与试样的纵向轴线相平行。

3.2 记录装置

用以记录所完成的循环次数，并可预先调整至完成所规定的循环次数。

3.3 磨具

用符合表 17-31 中规定的高速钢制作。磨头经处理后的最小硬度应为 890HV。

表 17 - 31 高速钢的化学成分、退火硬度、淬火温度和淬火硬度及回火条件

钢的基本成分	钢的化学成分 ,%						退火硬度	淬火温度 ℃	回火温度 ℃	最小硬度 HRC (C 标洛氏硬度)
	C	Co	Cr	Mo	V	W	HB (布氏硬度)			
C + V + Co	1.45 ~ 1.60 (± 0.04)	4.70 ~ 5.20 (± 0.10)	3.50 ~ 4.50 (± 0.10)	0.70 ~ 1.00 (± 0.05)	4.75 ~ 5.55 (± 0.10)	11.5 ~ 13.0 (± 0.15)	293	1 240 ± 10	560 ± 10	66

磨具的主要尺寸应符合图 17 - 36 的规定，并必须保持规定的外形及表面光洁度。

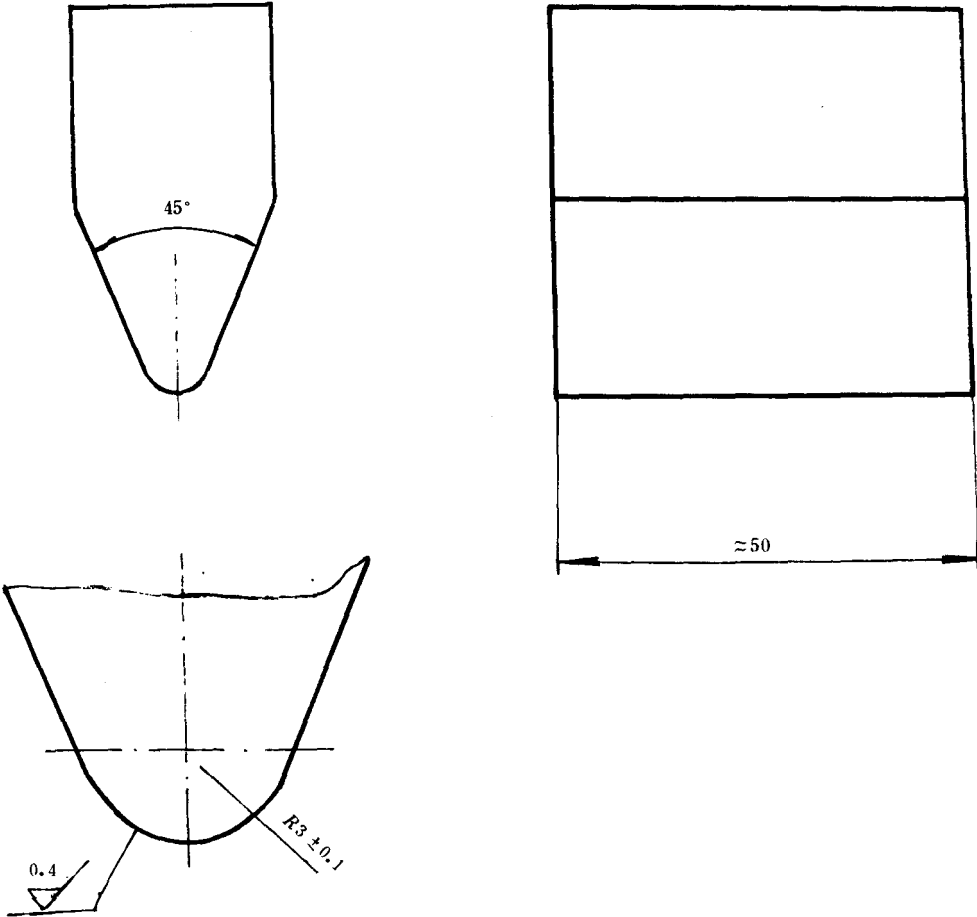


图 17 - 36 标准磨具的详细尺寸

3.4 在磨具与试样的接触处有对磨具施加 $50 \pm 0.5\text{N}$ 垂直力的负荷。

3.5 芯轴

芯轴长为 150mm，试样紧密地固定于其上。

注：①芯轴在试样里必须紧密装合以防试样在磨具往复作用下产生变形。

②为使测定精确，建议芯轴用轻质材料制成。并为空心截面，以便既能支承磨具负荷，而又使其重量保持在最低限度。如果使用实心芯轴，应在试样称重前取出。并注意防止软管内胶层上材料的损失。

4 试样

4.1 试样长度应为 $150 \pm 0.5\text{mm}$ 的软管。最少应测定三个试样。

4.2 试样表面不允许有大于 0.5mm 的凸凹不平之处，及表面杂质等。

4.3 试样停放

试样制成后 24h 以上才能进行试验。

做对比试验时，试验应尽可能在试样制成后，经同样的时间间隔进行。

试验之前，试样应按 GB 2941 中规定的标准试验室温度、相对湿度下，至少停放 3h。此 3h 可为试样制成后 24h 间隔时间的一部分。

5 程序

对有芯轴或无芯轴的试样进行称重，并记录其质量 (m_1)。在试验装置上安装组装好的试样和芯轴。并应确保试样无轴向移动和/或转动。

放置磨具使之与试样接触，施加负荷并启动机器开始试验。试验应一直进行到完成规定的循环次数为止。然后，从试验装置上取下试样组件，如初始称重那样，对有芯轴或无芯轴试样再进行称重（称重前要注意除去外胶层上松散的颗粒）。记录其质量 (m_2) 和所完成的循环次数。

注：所有称重应精确到 0.01g。

6 结果表示

质量损失 Δm 按下式计算：

$$\Delta m = m_1 - m_2$$

式中： m_1 ——试验前试样的质量，g；

m_2 ——试验后试样的质量，g。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 本国家标准的编号；
- 试验用软管的详细说明；
- 试验温度；
- 规定的循环次数；

- e. 每一试样完成的循环次数；
- f. 试验前每一试样的质量；
- g. 完成规定的循环次数或中途停止试验后，每一试样的质量；
- h. 每一试样的质量；
- i. 三个（或更多）试样的平均质量损失；
- j. 磨损性质的观测情况，特别是增强层外露现象的观测情况；
- k. 试验日期。

第二十三节 橡胶和塑料软管 氙弧灯曝晒 颜色和外观变化的测定

Rubber and plastics hoses—Exposure to a xenon arc lamp— Determination of changes in colour and appearance

GB/T 18424—2001

eqv ISO 11758:1995

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了将橡胶和塑料软管暴露于实验室光源下，以评价其在这种暴露条件下产生的颜色和外观变化的方法。

注：在多种光源中选择氙弧光，是由于在经过适当滤光和处理后，氙弧光产生更类似于日光的光谱。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 250—1995 评定变色用灰色样卡（idt ISO 105/A02:1993）

GB/T 8426—1998 纺织品 色牢度试验 耐光色牢度 日光（eqv ISO 105—B01:1994）

GB/T 12831—1991 硫化橡胶人工气候（氙灯）老化试验方法（neq ISO 4665—3：1987）

ISO 4665：1998 硫化和热塑性橡胶——耐候性

3 原理

将橡胶或塑料软管在无应力和规定的环境中暴露于来自氙弧灯的辐射以预先规定的周期；然后检查，以目视评价颜色和外观的任何变化。

注：根据生产厂商和用户之间的协议，也可以使用其他暴露条件和评价其他参数。

4 装置

4.1 试验室光源

4.1.1 石英罩氙弧灯，在从 270nm 以下的紫外光通过可见光谱到进入红外光的范围内发射辐射线。

为了模拟直接自然暴露，辐射能应经过滤光，以提供一种非常接近地球日光的光谱能量分布（方法 A）。

在模拟通过窗玻璃滤光的日光时，应使用能减少 320nm 以下波长的辐射强度的滤光器（方法 B）。

当试样的加热逆向影响光化学反应速率或在快速直接自然暴露期间引起热降解时，使用减少非光化红外能的滤光器可能是合乎需要的。

氙弧和滤光器的性能在使用时由于老化易发生变化，因此应以适当的间隔期予以更换。此外，氙弧和滤光器由于积累的灰中其性能也易发生变化，因此应在适当的间隔期予以清洁。氙弧和滤光器的更换和清洁应按承制方或供货方的说明书进行。

4.1.2 关于来自经过滤的氙弧光源的 UV 辐射线的波长分布推荐值以及其误差范围，在人工天候时（方法 A）列于表 17-32 在模拟暴露于窗玻璃后的日光时（方法 B）列于表 17-33。

表 17-32 人工天候（方法 A）用的相对光谱辐射强度

波长，λ nm	相对光谱辐射强度 %
290 < λ ≤ 800	100 ¹⁾
λ ≤ 290	0
290 < λ ≤ 320	0.6 ± 0.2
320 < λ ≤ 360	4.2 ± 0.5
360 < λ ≤ 400	6.2 ± 0.1
1) 在 290nm ~ 800nm 范围内的光谱辐射强度定义为 100%。	

表 17-33 窗玻璃后日光（方法 B）用的相对光谱辐射强度

波长， λ nm	相对光谱辐射强度 %
$300 < \lambda \leq 800$	100 ¹⁾
$\lambda \leq 300$	0
$300 < \lambda \leq 320$	< 0.1
$320 < \lambda \leq 360$	3.0 ± 0.5
$360 < \lambda \leq 400$	6.2 ± 0.1
1) 在 300nm ~ 800nm 范围内的光谱辐射强度定义为 100%。	

4.1.3 用于参比目的，选择波长范围在 280nm ~ 800nm 的辐射强度 $550\text{W}/\text{m}^2$ 。该辐射强度不一定是最佳辐射强度。根据相互协议，可以选择另一种辐射强度。应告知选择的辐射强度和波长范围。

4.1.4 试样表面任何点的辐射强度与平行于光源轴线的试样夹持平面上的任何其他点的辐射强度相比，变化不应超过 $\pm 10\%$ 。

注：根据试验箱（4.2），对光谱辐射强度的这一要求可以认为适用于时间平均值。

4.2 试验箱

试验箱应有一个用于夹持试样的支架，同时能使冷空气通过试样循环流通。如果氙弧灯引起大量臭氧的形成，应防止臭氧与试样接触，如将冷空气排出到建筑物外。

警告：臭氧是有毒的。操作人员应避免暴露于臭氧中 [见附录 A（标准的附录）]。

光源的位置，应使试样暴露于其中的能量在试样整个表面上的变化不超过 $\pm 10\%$ 。

为减小偏心的影响，在同一试验箱中使用一个以上的灯以改善光量时，应使夹持试样的支架围绕光源旋转，且如果有必要，可定期上下移动每个试样，以改善光线的分布均匀性。

也可使试样夹持器围绕其自身的轴转动，以便使试样的两侧均直接的暴露于光照下。这种方法有助于将试样保持在低温下。通过定期开关光源还可获得周期性黑暗。如果暴露周期包括这些特点中的任何一种，应在试验报告中明确说明其影响。

4.3 黑色标准温度计

当试样夹持在夹持器中暴露时，用黑色标准温度计测定低导热率的黑色试样的温度。

温度计应由厚度约 0.5mm，长度约 70mm，宽度约 40mm 的平滑的不锈钢板构成。不锈钢板面向光源的表面应涂以具有优良耐老化性的黑色薄涂层。该黑色仪表板应至少能吸收 2 500nm 的入射通量的 95%。板的温度应利用一个安装好的铂电阻传感器测量，此传感器应与未暴露光源一侧的板的中心具有良好的热接触。板的该侧应固定到由未充填聚偏氟乙烯（PVDF）制造，具有一个可环绕传感器形成空气隙的中心环槽的一块

5mm 厚的基础板上。传感器与环槽底之间的距离应大约 1mm。

基础板的长度和宽度应足以保证在温度计安装到试样夹持器时，试样夹持器的金属安装座应距离金属板边缘至少 4mm，以便在金属板和试样夹持器之间没有热接触。

注：上述黑色标准温度计和前面在大多数场合使用的黑板温度计之间的区别实质上在于安装的黑板的热绝缘。因此，指示的温度相当于由黑色、导热很差的材料制成的试样暴露表面的温度。浅色的或导热良好的试样的表面温度总是低于黑色标准温度。表面温度尤其取决于试样吸收和放射的能量和导热性，以及试样、空气和试样夹持器之间的热传递；因此，表面温度是不能精确预测的。

为了确定暴露试样的表面温度范围和更好地控制仪器的辐射或人造天候条件，建议除使用黑色标准温度计外还使用结构相似于上述的黑色温度计的一种白色标准温度计。不用黑色涂层，而用具有良好耐老化性能的白色涂层，其在 300nm ~ 1 000nm 波长之间的老化减轻率至少为 90%，在 1 000nm ~ 2 500nm 之间至少为 60%。

为便于调节温度，可以使用一个恒温箱，其传感器放在试验箱内。

根据材料的性质及其预定用途，推荐的试验温度为 $55^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ；但是，根据有关各方的协议，也可使用其他温度。

对于特定用途的软管，可以使用较高的温度。在这种情况下，热降解效应极有可能影响试验结果。

4.4 相对湿度测量装置

循环于试样的空气的相对湿度，如果有必要，可以保持在选定值，该值由置于试验箱中的且避免灯光辐射的湿干球温度计或任何其他适用仪表测定。

推荐的相对湿度是 $(65 \pm 5)\%$ ，但是根据有关各方的协议也可采用其他的湿度值。

注：如果试样的温度随其颜色和厚度而变化，则每个试样周围的空气的水分含量不应视为是测得的空气相对湿度。

4.5 喷水

建议不喷水试验。根据有关各方的协议，也可按附录 B（标准的附录）进行喷水试验。

4.6 试样夹持器

试样夹持器可以是开架式的，使试样的背面不受约束。试样夹持器应由不影响试验结果的惰性材料制造，如铝或不锈钢。试样夹持器也可以设计为支承试样背面的形式。在试样附近不应使用黄铜、钢和铜。

4.7 测定暴露水平的设备

根据选用的方法，应使用下列装置之一。

4.7.1 暴露测量仪，由一系列光电探测器组成。光电探测器与试样并排安装，并与一积分仪相连接，以测定在一定时期内接收的总能量或在一给定的波长下接收的能量。

光电探测器对立体角度内收到的射线即在此角度内试样收到的射线应是灵敏的。光电探测器光谱特性曲线尤其是引起试样特性改变的光谱区域的特性曲线应是已知的。测量仪的详细情况应由有关各方协商确定。

该仪表应对给定的光源以焦耳每平方米数校准。校准不应按发光强度或温度的变化进行。

注

- 1 探测器在试验箱中的长时间暴露可能明显地影响仪表的准确性。
- 2 各个国家正在进行关于暴露能级对塑料的影响给出最佳评价所需要的光谱特性曲线的研究。

对于某些材料，已知较短端紫外频带的影响是特别重要的；但是，目前尚不能推荐任何特定的光谱特性曲线。

4.7.2 可以使用 GB/T 8426 中规定的蓝色毛织物标样和 GB 250 中规定的灰色样卡 [见附录 C (标准的附录)]。

4.7.3 使用像塑料 (如聚乙烯) 之类的其他实物标样应经有关各方协议决定。

5 试样

5.1 试样应是切取长约 15cm 的一段软管，按 GB/T 12831 调节。

5.2 应从同一软管上至少切取 3 个试样；如有可能，应从软管的不同部位切取，如从两端和中间。

5.3 其他试样应保存在黑暗中作为对照试样，以便评价颜色的变化。

6 试验程序

6.1 安装试样

将软管安装在试样夹持器中，同时保证试样不受应力的作用。

将软管安装成自然弯曲状态时，其凸面暴露于光下。

6.2 标样和试样的暴露

用与暴露试样相同的方式暴露蓝色毛织物标样或其他实物标样 (见 4.7.2)，以确定暴露能级。

当用试样测定颜色或外观变化时，如果需要，每个试样的一部分可以在试验期间用一种惰性的反光金属屏保护起来。这可以在暴露表面的旁边提供一个未暴露表面，以便进行比较。这对监测暴露中的变化是有价值的；但是，写入试验报告中的结果应总是以试验装置中的试样的对照为基础。这是为了减少在暴露中局部变化的影响。

此外，装置中所有的未使用的试样夹持器都应装有试样，以便保证试验条件的一致性。

6.3 测量暴露能级

6.3.1 使用仪表

当装置被用来测量暴露能级时，能级应以装置和试样在给定波长下获得的能量数或获得的总能量来表示，单位为焦耳每平方米。

6.3.2 使用标样

使用蓝色毛织物标样的详细规定列于附录 C（标准的附录）。

6.3.3 使用其他实物标样

这取决于使用的标样，详细内容应由有关各方商定。

6.3.4 综述

除测定在给定波长下获得的能量外，用前述方法测得的暴露能级不能与不同的光源获得的结果进行比较。

众所周知，使用蓝色毛织物标样，尤其是标样 7 进行连续暴露时，有一些严格限制。所以，标样 7 的连续暴露只用在没有更好的方法可以利用时。

暴露后变化的评价应按 ISO 4665 进行。

6.4 试验条件

建议使用下述试验条件：

——湿度： $(65 \pm 5)\%$ ；

——黑板温度： $55^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ ；

——试验方法（方法 A 或方法 B）所要求的滤光器系统（见 4.1.2）；

——连续光照，不喷水；

——持续时间： $240\text{h} \pm 2\text{h}$ ，或按产品技术规范中规定的；光源能量输入 $1\,500\text{W}$ ，辐射强度 $150\text{W}/\text{m}^2$ 。

这些条件适合暴露的和未暴露的蓝色标样间的色差等于灰色样卡 4 的对比度（见 7.1）。

只能用试样的一个面（前面）评价光的作用。

6.5 取出和检查

试样前面暴露 250h 之后取出，用目视检查。

7 结果表示

7.1 颜色的改变

颜色的任何变化应通过参照 GB 250 中规定的灰色样卡评价，同时要评价伴随的色度或亮度的任何变化。

7.2 龟裂

应记录存在的任何龟裂及其程度和几何形状。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准的标准号；
- b) 被试验软管的详细说明；
- c) 暴露的详细内容（如，方法 A 或方法 B，喷水或不喷水，暴露能级）；
- d) 任何颜色改变或龟裂的详细情况；
- e) 除颜色和龟裂外其他任何外观变化（渗流，灰化，风化等）；
- f) 任何不符合本标准规定的试验程序的详细说明；
- g) 试验日期。

附 录 A

（标准的附录）

对操作人员的保护

A1 总则

辐射暴露试验所必须使用的设备的复杂性意味着必须由合格人员来使用和维护。这不仅是为了保证试验的顺利完成，而且还考虑到涉及的健康和安全的危险。

A2 紫外线辐射

应避免与高强度近紫外线辐射的伤害有关的危险。

在自然阳光的情况下，眼睛由两种方式保护；一是阳光的亮度使得不可能直视太阳，二是紫外辐射透过大气层大大地衰减。这样的保护并不适用于人造光源的情况。眼睛必须用护目镜或使用装有滤光器的观察孔保护，尤其是安装设备时。应提醒试验人员，即使是短时期的暴露于人造光源辐射，也可能对肉眼造成严重伤害，及造成皮肤暴露区域的严重红斑（辐射烧伤）。在试验箱内进行任何检修前，只要有可能，通向灯的电源应切断。如果不可能，应使用适当的防护服，同时包括对手和头部的保护。既使在安装有滤光器的灯的辐射环境中工作也应如此。

A3 臭氧和有害放射物

使用氙弧灯和其他弧光灯的另一个严重危险是在试验期间局部形成达到臭氧的有毒浓度的可能性。然而，点亮弧光灯时产生大量的臭氧后，灯光周围的热包围层倾向于将臭氧返返回氧。在不使用脉动空气冷却的情况下，应将空气抽掉并排出建筑物，而不应排进灯罩内。这可消除臭氧造成的主要危害。已知， $1 \times 10^{-6} \sim 10 \times 10^{-6}$ （每百万的份数）体积的臭氧可引起头痛、鼻炎、咽喉炎和眼睛流泪。

但是，臭氧的有毒浓度必须认为是低于 0.1×10^{-6} ，低于嗅觉易探测到的极限值（ $0.5 \times 10^{-6} \sim 1.0 \times 10^{-6}$ ）。相应的检查和测量装置在市场上可买到。

热和紫外线辐射对某些塑料（如，三聚氰胺层合件）的综合作用也能产生有毒的放射物。因此，应特别注意选择制造试验装置用的材料。

A4 灯爆破危险

在使用高压氙弧放电灯时，在各方面都应遵照承制厂的说明书进行操作和贮存。

A5 电的伤害

所有的电气设备都应符合现行的规章条例。

对于电击尤其是对氙弧灯使用的高压点火装置应采取标准的防护措施。为此，应提供一种当弧光灯处于或倾向于高压就立即进入实验室内部的装置。

附 录 B
(标准的附录)
喷 水 装 置

根据有关各方达成的协议，试样可在下述条件下用蒸馏水或软化水周期性地喷射。喷水装置应由惰性材料制造，以免水的污染。

应记录耐水性和 pH 值。

干燥和喷水周期的长短应从表 B1 中给出的值选择。

表 B1 干燥和喷水周期

干燥周期/min	喷水周期/min
17	3
25	5
102	18

应记录在干燥周期终了时的最高温度。

附 录 C
(标准的附录)
用蓝色毛织物试样测定暴露能级

C1 总则

为用于织物试验而研制的蓝色毛织物标样，由于其可应用性，历来与塑料和橡胶试验一起使用。因为一般塑料和橡胶暴露比通常用于织物对光的色牢度试验暴露周期长，所以采用了一种有关连续暴露标样 7 的技术。

由于各种蓝色染料的光谱敏感度之间的已知差异和各种人造光源的谱能分布之间的明显差别，因此对此用途蓝色毛织物标样的使用有相当大的疑虑。然而使用方便和基于其使用上的大量数据保证了其在塑料和橡胶的暴露试验中仍有使用的要求。

C2 程序

同时暴露一组蓝色毛织物标样（见 GB/T 8426），这组标样由标样 1 到标样 7 的每一个条状试片组成。

通过将暴露的和未暴露的蓝色毛织物标样之间的色差与 GB 250 规定的灰色样卡上的对比度 4 对照，根据表 C1 规定，用标样确定暴露阶段。这样，当标样 1 给出的对比度相当于灰色样卡上的对比度 4 时，就达到阶段 1/1，当标样 2 呈相似的色差时，达到 2/1，同样，当标样 7 显示的对比度为灰色样卡上 4 时，达到阶段 7/1。

表 C1 暴露阶段

阶段	说 明
1/1	蓝色毛织物标样 1 达到灰色样卡上的对比度 4
2/1	蓝色毛织物标样 2 达到灰色样卡上的对比度 4
3/1	蓝色毛织物标样 3 达到灰色样卡上的对比度 4
4/1	蓝色毛织物标样 4 达到灰色样卡上的对比度 4
5/1	蓝色毛织物标样 5 达到灰色样卡上的对比度 4
6/1	蓝色毛织物标样 6 达到灰色样卡上的对比度 4
7/1	第 1 个蓝色毛织物标样 7 达到灰色样卡上的对比度 4
7/2	第 2 个蓝色毛织物标样 7 达到灰色样卡上的对比度 4
7/n	第 n 个蓝色毛织物标样 7 达到灰色样卡上的对比度 4

注：在温带气候下于自然日光中，达到阶段 7/1 需要的时间大约是 1 年。

按确定达到每个暴露阶段的时间所需的频率检查标样。

达到阶段 7/1，则舍弃这些标样，安装上一个新的标样 7，并继续暴露，直到第 2 个标样 7 显示出与未暴露的标样 7 的色差等于灰色样卡上的 4。这个阶段称作 7/2。

舍弃第 2 个标样 7 再安装上一个新的标样 7。当这个标样依序给出对比度 4 时，便达到了阶段 7/3。

每当需要时便重复此程序，可得阶段 7/4 到 7/n（见 6.3.4 的规定）。

C3 供应者

光照下颜色稳定性试验用的蓝色毛织物标样供应者名册和用于评价颜色变化的灰色样卡可从 ISO/TC 38 “ 织物 ” 秘书处获得。

级	描 述
0	无潮气迹象
1	未出现流体
2	出现流体但未形成液滴
3	出现流体形成不滴落液滴
4	出现流体形成液滴且滴落
5	出现流体液滴的频率形成了明显的液流

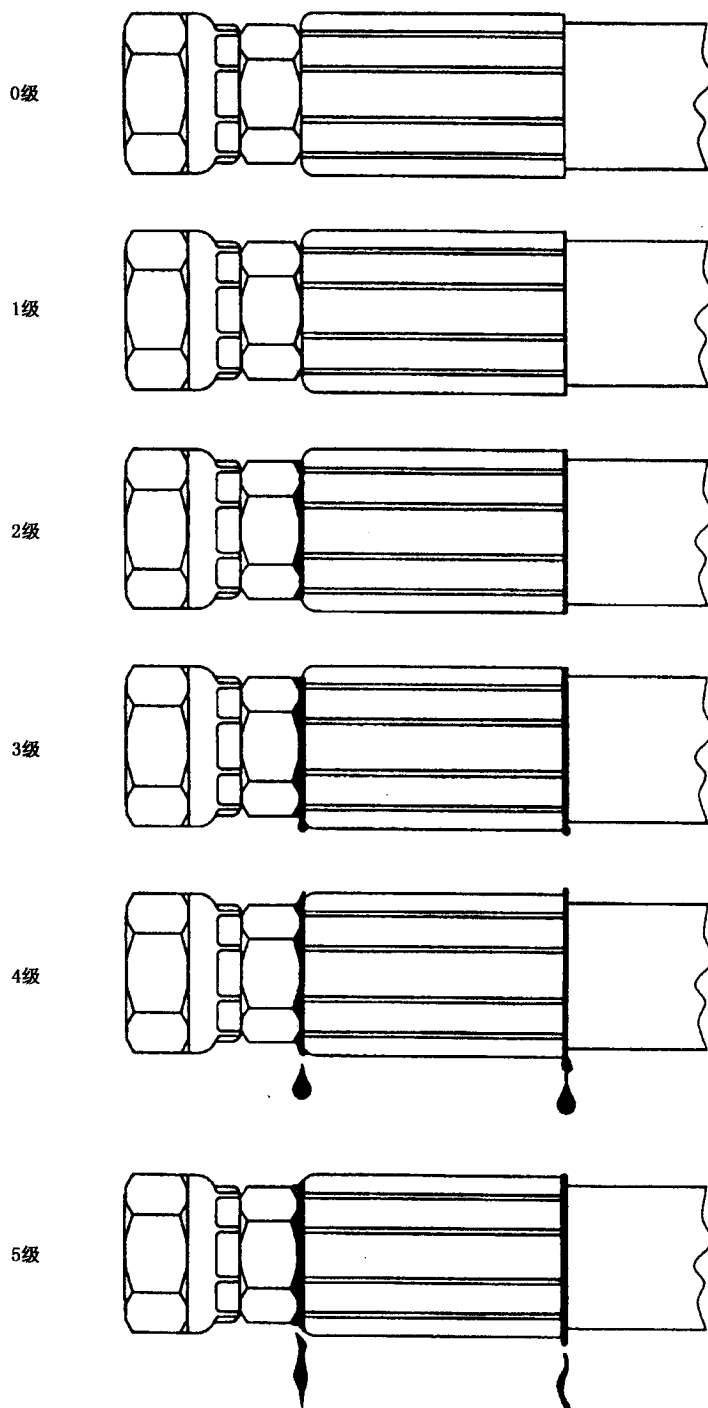


图 17-37 液压软管组合件液压系统外部泄漏分级图

第二十五节 耐稀酸碱橡胶软管

HG 2183—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了耐稀酸碱橡胶软管的技术要求和试验方法。

本标准适用于 - 20 ~ 45℃ 环境中输送浓度不高于 40% 的硫酸溶液及浓度不高于 15% 的氢氧化钠溶液以及 与上述浓度程度相当的酸碱溶液（硝酸除外）的橡胶软管（以下简称软管）。

2 引用标准

- GB 528 硫化橡胶拉伸性能的测定
- GB 1690 硫化橡胶耐液体试验方法
- GB 3512 橡胶热空气老化试验方法
- GB 5562 胶管胶层物理试验方法
- GB 5563 胶管液压试验方法
- GB 5567 胶管耐真空试验方法
- GB 9575 橡胶、塑料软管内径尺寸和长度公差
- GB 9576 橡胶、塑料软管和软管组合件选择、贮存、使用和维修指南
- GB 9577 橡胶、塑料软管和软管组合件标志、包装和运输规则
- HG 2185 橡胶软管外观质量

3 产品分类

3.1 软管按表 17 - 35 的要求分为 A、B、C 三种类型。

表 17 - 35

型 号	结 构	用 途	使用压力，MPa
A	有增强层	输送酸碱液体	0.3、0.5、0.7
B	有增强层和钢丝螺旋线	吸引酸碱液体	负压
C		排吸酸碱液体	负压 0.3、0.5、0.7

3.2 尺寸及公差：

A 型软管的尺寸及公差应符合表 17 - 36 的规定；B 型、C 型软管的尺寸及公差应符

合表 17-37 的规定。

表 17-36

mm

A 型		胶 层 厚 度		不小于
公称内径	公 差	内 胶 层	外 胶 层	
12.5 16 20 22	± 0.75	2.2	1.2	
25 31.5	± 1.25			
40 45 50 63	± 1.5	2.5	1.5	
80	± 2.0	2.8		

表 17-37

B 型及 C 型

mm

公 称 内 径	公 差
31.5	± 1.25
40 45 50 63	± 1.5
80	± 2.0

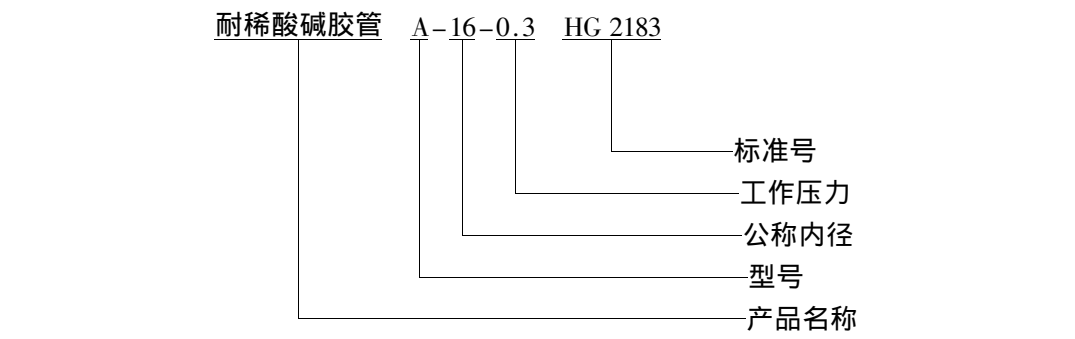
3.3 软管长度由使用方提出，制造厂同意确定。

3.4 10m 以上的软管长度公差为软管全长的 $\pm 1\%$ ，10m 和 10m 以下的软管长度公差为软管全长的 1.5% 。

3.5 产品标记：

标记内容：产品名称、型号、公称内径、工作压力、标准编号。

标记示例：



4 技术要求

4.1 软管的物理机械性能应符合表 17－38 的规定。

表 17－38

性 能 项 目			指 标	
			内胶层	外胶层
拉伸强度，MPa		≥	6.0	
扯断伸长率，%		≥	250	
硫酸（40%），室温×72h	拉伸强度变化率，%	≥	－15	—
	扯断伸长率变化率，%	≥	－20	—
盐酸（30%），室温×72h	拉伸强度变化率，%	≥	－15	—
	扯断伸长率变化率，%	≥	－20	—
氢氧化钠（15%），室温×72h	拉伸强度变化率，%	≥	－15	—
	扯断伸长率变化率，%	≥	－20	—
热空气老化，70℃×72h	拉伸强度变化率，%		－25～＋25	
	扯断伸长率变化率，%		－30～＋10	
粘附强度，kN/m	各胶层与增强层间	>	1.5	
	各增强层与增强层间	>	1.5	

注：外胶层厚度达不到厚度要求，可用制造软管胶料制成试样进行试验。

4.2 A 型、C 型软管的液压要求，应符合表 17－39 的规定。

表 17－39

MPa

工 作 压 力	试 验 压 力	最小爆破压力
0.3	0.6	1.2
0.5	1.0	2.0
0.7	1.4	2.8

4.3 B 型、C 型软管在 80kPa (- 600mmHg) 的压力下, 经耐真空试验后, 内胶层应无剥离、中间细等异常现象。

4.4 软管的外观质量应符合 HG 2185 的规定。

5 试验方法

5.1 软管内、外胶层的拉伸强度、扯断伸长率以及各层间的粘附强度的测定按 GB 528、GB 5562 规定执行。

5.2 软管内、外胶层耐酸碱后的拉伸强度变化率和扯断伸长变化率按 GB 528、GB 1690、GB 5562 规定执行。

5.3 软管内、外胶层的热空气老化试验按 GB 3512、GB 528、GB 5562 规定执行。

5.4 软管的液压试验按 GB 5563 规定执行。

5.5 软管的耐真空试验按 GB 5567 规定执行。

6 检验规则

6.1 软管应由制造厂检验部门成批检验, 每批数量不应多于 1 000 条, 每批产品出厂必须附有合格证。

6.2 每批软管应逐条进行规格尺寸及外观质量检查。

6.3 每批软管任选一种规格为代表, 任取一条检验各项物理机械性能, 耐真空试验、耐压试验, 每月不得少于一次。

6.4 如物理机械性能检验有一项指标或耐真空试验、耐压试验不合格时, 应在该批产品中另取双倍试样, 对不合格项目进行复试, 复试后如其中一个试样仍有一项指标不合格时, 则该批产品为不合格品。

7 标志、包装、贮存和使用

7.1 软管的标志、包装和运输按 GB 9577 规定执行。

7.2 软管的选择、贮存、使用和维修按 GB 9576 规定执行。

第二十六节 输水、通用橡胶软管

HG 2184—91

本标准参照采用国际标准 ISO 1403—1986《输水、通用橡胶软管》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了输水用橡胶软管的型号级别、规格尺寸、技术要求、试验方法和检验

规则。

本标准适用于输送 60℃ 以下的生活用水、工业用水的橡胶软管。

本标准不适用于输送饮用水的橡胶软管。

2 引用标准

GB 321 优先数和优先数系

GB 528 硫化橡胶拉伸性能测定

GB 3512 橡胶热空气老化试验方法

GB 5562 胶管胶层物理试验方法

GB 5563 胶管液压试验方法

GB 9571 橡胶、塑料软管静态条件下耐臭氧性能的评定

GB 9574 橡胶、塑料软管和软管组合件试验压力、爆破压力 and 设计工作压力的比率

GB 9575 橡胶、塑料软管内径尺寸和长度公差

GB 9576 橡胶、塑料软管和软管组合件贮存、选择、使用和维修指南

GB 9577 橡胶、塑料软管和软管组合件标志、包装和运输规则

HG 2185 橡胶软管外观质量

3 产品分类

3.1 型号级别

软管以工作压力高低分为 1、2、3 三个型号，以工作压力分为 a, b, c, d, e 五个级别。

1 型 低压型。

a 级 工作压力 $\leq 0.3\text{MPa}$ ；

b 级 工作压力 $\leq 0.5\text{MPa}$ ；

c 级 工作压力 $\leq 0.7\text{MPa}$ ，内径为 10、12.5、……、100mm 的软管。

2 型 中压型。

d 级 工作压力 $\leq 1.0\text{MPa}$ ，内径 50（含 50）mm 以下的软管。

3 型 高压型。

e 级 工作压力 $\leq 2.5\text{MPa}$ ，内径 25（含 25）mm 以下的软管。

3.2 结构

软管应由橡胶内胶层、天然或合成纤维增强层和橡胶外胶层组成。

3.3 规格尺寸

软管的内径尺寸及公差应符合表 17 - 40 的要求。

表 17－40

mm

内 径		胶 层 厚 度 ≥	
公称内径	公 差	内 胶 层	外 胶 层
10 12.5 16 20	± 0.75	1.8	1.0
		2.0	1.0
25 31.5	± 1.25	2.3	1.2
		2.5	1.5
40 50 63	± 1.50		
80 100	± 2.00		

注：在特殊要求其他尺寸时，由供需双方协商解决。对表 17－40 范围内未规定的产品尺寸，应从 GB 321 中 R 20 系列中选取，公差按下一相邻的较大尺寸公差规定；对大于或小于表 17－40 范围的产品尺寸，应从 GB 321 中 R 10 系列选取，公差应符合 GB 9575 规定。

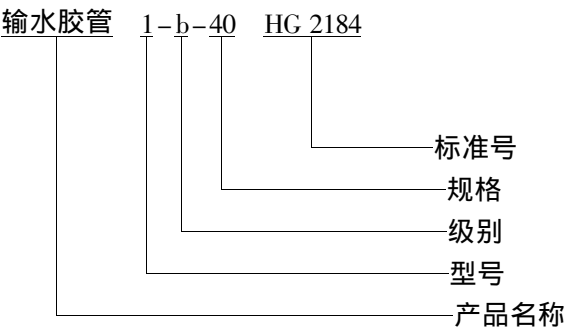
3.4 长度

软管切割长度应符合 GB 9575 的规定。

3.5 产品标记

标记内容：产品名称、型号、级别、规格、标准号。

标记示例：



4 技术要求

4.1 软管胶料的性能指标应符合表 17－41 的要求。

表 17－41

性 能 项 目		内 胶 层	外 胶 层
拉伸强度，MPa			
1、2 型	≥	5.0	5.0
3 型	≥	7.0	7.0
扯断伸长率，%			
1、2 型	≥	200	200
3 型	≥	200	200
热老化性能（70±1℃、72h）			
拉伸强度变化率，%	≥	－25	－25
扯断伸长率变化率，%		－30～10	－30～10

1.2 软管的液压性能应符合表 17－42 和表 17－43 的要求。

表 17－42

MPa

软管类型	工作压力	试验压力	爆破压力
1 型			
a 级	0.3	0.5	0.9
b 级	0.5	0.8	1.6
c 级	0.7	1.1	2.2
2 型			
d 级	1.0	1.6	3.2
3 型			
e 级	2.5	4.0	7.9

表 17－43

性 能 项 目 ¹⁾	指 标
在试验压力下	
长度变化率，% ≤	±7
外径变化率，% ≤	±7

注：1) 仅适用于编缠结构软管。

4.3 软管各层间粘附强度不小于 1.5kN/m。

4.4 1、2、3 型软管经 $40 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、 72_{-2}^{+0}h 耐臭氧性能试验后不得出现龟裂，但此项性能要求按供需双方协商确定。

4.5 软管的外观质量应符合 HG 2185 要求。

5 试验方法

5.1 软管内、外胶层的物理性能按 GB 528、GB 5562 进行测定。

5.2 软管内、外胶层的热老化性能按 GB 3512、GB 5562 进行测定。

5.3 软管的液压性能试验和在试验压力下长度和外径变化率的测定按 GB 5563 进行。

5.4 软管各层间粘附强度按 GB 5562 进行测定。

5.5 软管静态耐臭氧性能按 GB 9571 进行测定。

6 检验规则

6.1 软管应逐条检查外观和尺寸。

6.2 软管应由制造方的检验部门成批检验。同型号软管每批不应多于 5 000 条，每批产品出厂必须附有质量合格证。

6.3 同型号软管任选一种规格为代表，任取一条检查各项物理机械性能，并进行液压试验。

6.4 如物理机械性能有一项指标或耐压试验不合格时，应在该批产品中另取双倍试样对不合格项目进行复试，复试后如其中一个试样仍有一项指标不合格时，则该批产品为不合格品。

7 标志、包装、运输、贮存、选择、使用和维修

7.1 除了在软管标志上写明适用于非饮用水以及内径为 80mm 和 80mm 以下的软管可盘卷成盘，但盘卷内径不得小于软管内径的 15 倍；内径在 80mm 以上者应平直包装外，其他标志、包装和运输应符合 GB 9677 的要求。

7.2 软管的贮存、选择、使用和维修应符合 GB 9576 的要求。

7.3 软管在符合本标准和 GB 9577 和 GB 9576 规定的条件下，贮存期不超过 1 年。

第二十七节 洗涤（衣）机和洗碟容器用 橡胶软管及软管组合件

HG 2193—91

本标准等效采用国际标准 ISO/DIS 6804—1988《洗涤（衣）机和洗碟容器用橡胶软管及软管组合件》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了洗涤（衣）机和洗碟容器用柔性增强橡胶软管及软管组合件的技术要求。

本标准适用于输送压力不超过 1MPa，温度不超过 90℃生活用水的橡胶软管。

本标准不包括对软管接头的技术要求，只规定了机械强度的试验方法。

2 引用标准

GB/T 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB 3512 橡胶热空气老化试验方法

GB 5563 胶管液压试验方法

GB 9571 橡胶、塑料软管静态条件下耐臭氧性能评定

GB 9575 橡胶、塑料软管内径尺寸和长度公差

GB 9576 橡胶、塑料软管和软管组合件选择、贮存、使用和维修指南

GB 9577 橡胶、塑料软管和软管组合件标志、包装、运输规则

3 型号和结构

3.1 型号

1 型 仅适用于输送常温水。

2 型 适用于输送温度不超过 90℃的热水。

3.2 结构

内胶层 由耐水的橡胶材料制成；

增强层 由天然或合成织物材料制成；

外胶层 由耐臭氧的橡胶材料制成。

4 规格尺寸和公差

4.1 内径

软管的公称内径为 $10 \pm 0.75\text{mm}$ 和 $12.5 \pm 0.75\text{mm}$ 。

4.2 长度

软管的长度切割公差应符合 GB 9575 规定。

5 技术要求

5.1 耐扭曲性能

在 GB/T 2941 规定的标准温度下，将软管组合件的试样折成 180°，然后加压，使其试样加压后的总厚度相当于软管外径的两倍，如图 17-38 所示。在此压力下保持 5s 之后，再将试样伸直至平直状态放置 1min。试样在同一位置和同一方向上按上述过程重复 10 次折叠后，试样应符合 5.2 的要求。

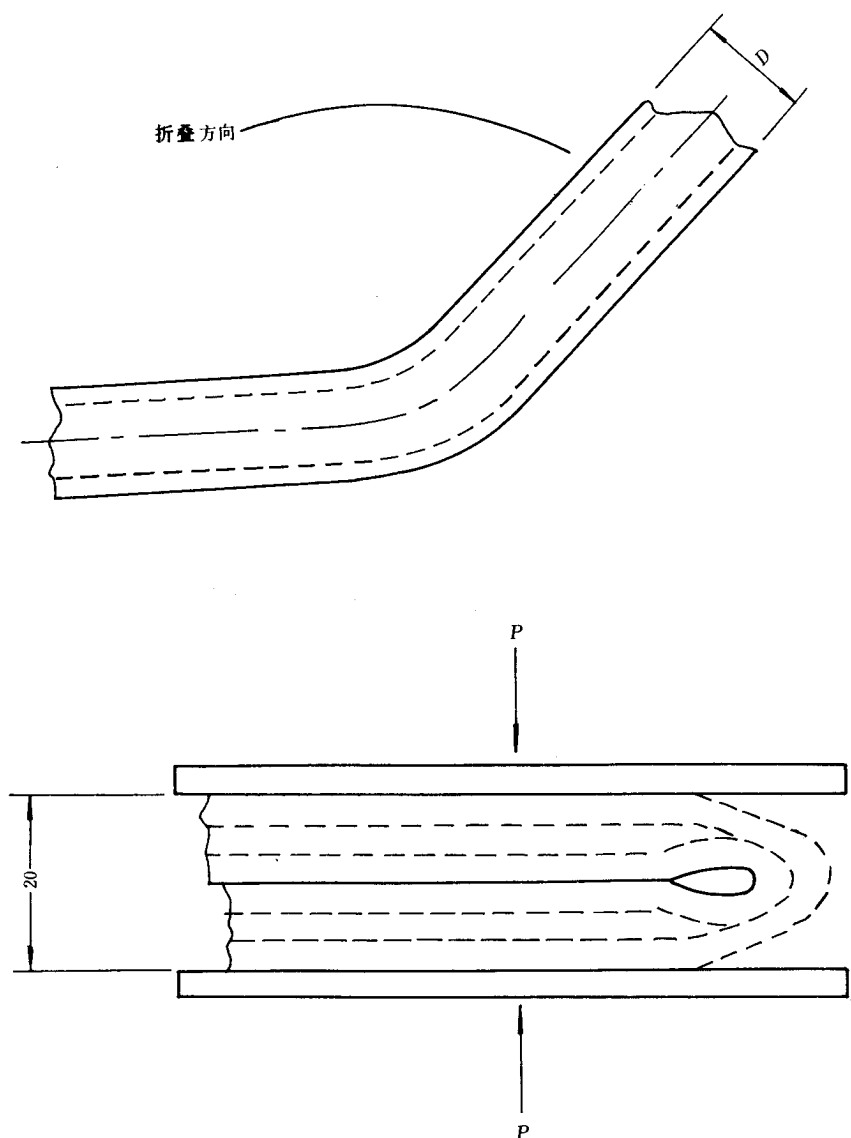


图 17-38 耐扭曲试验

5.2 老化后耐静压性能

将试样按规定的要求充注一定温度的热水：1 型为 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ，2 型为 $90 \pm 2^\circ\text{C}$ 。然后将试样放置于规定温度的老化箱内保持 168h。老化后的试样再注满一定温度的水：1 型为 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ，2 型为 $90 \pm 2^\circ\text{C}$ ，然后按照 GB 5563 规定的方法，在 3.15MPa 的压力下保持 1min，试样不得出现泄漏和破裂一类的缺陷。管接头也不得有松动现象。

5.3 耐臭氧性能

试样按 GB 9571 的规定，臭氧浓度为 50pphm，温度为 $30 \pm 2^\circ\text{C}$ 下进行 96h 的试验，

然后用 7 倍放大镜观察外胶层，不得出现龟裂。

5.4 耐脉冲性能

将软管组合件试样充注一定温度的水：1 型为 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ ，2 型为 $90 \pm 2^\circ\text{C}$ 。然后安装在如图 17-39 所示的设备上，进行 25 000 次正弦波脉冲试验。脉冲压力最大值为 2MPa，最小值为 1MPa。脉冲仓内的温度应保持在试样规定的水温度内，试样以环状安装，环的直径约为 300mm，脉冲频率为 $0.5^{+0.1}_0 \text{ Hz}$ ，如图 17-40 所示。

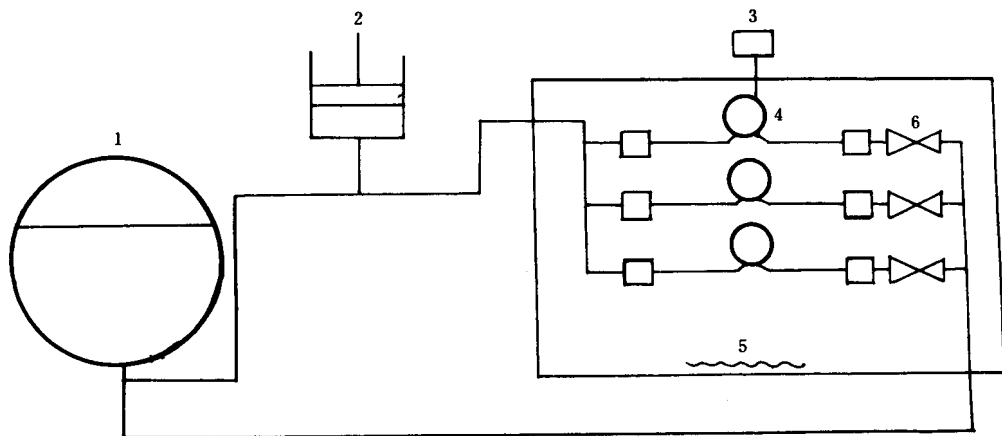


图 17-39 脉冲试验装置

1—压力计；2—脉冲发生器；3—恒温计；4—以环状安装的软管组合件；
5—加热元件；6—安装阀

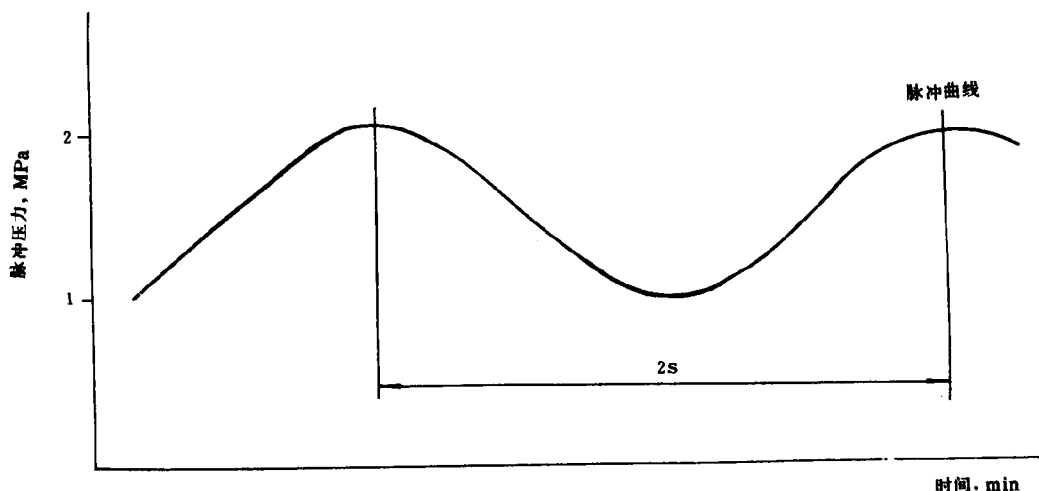


图 17-40 脉冲压力曲线图

试验后的试样不得破裂和出现泄漏、起泡等现象，也不得出现管接头松头现象。

5.5 粘合强度

软管各层间的最低粘合强度不得低于 1.5kN/m ，其试验按附录 A 进行。

5.6 热塑性塑料管接头螺帽的机械强度

将管接头螺帽置于温度为 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、相对湿度为 $45\% \sim 55\%$ 的条件下放置 72h 。然后把螺帽拧在如图 17-41 所示的硬钢芯轴上，施加最大扭矩为 15Nm ，螺帽不得破裂。拧下螺帽后，检查外观不得出现裂缝，并能保证以后的使用。

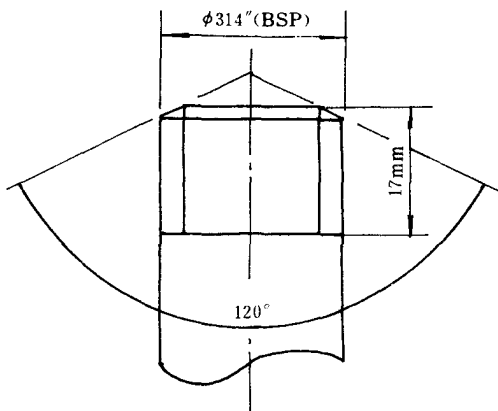


图 17-41 管接头螺帽试验芯轴

6 试验方法

6.1 规格尺寸和公差按 GB 9575 检查。

6.2 耐扭曲性能试验按 GB 2941 规定和本标准 5.1 条进行。

6.3 老化后耐静压性能试验按 GB 3512 和 GB 5563 进行。

6.4 耐臭氧性能试验按 GB 9571 条进行。

6.5 脉冲性能试验按 5.4 条进行。

6.6 粘合强度试验按附录 A 进行。

6.7 管接头螺帽的机械强度试验按 5.6 条进行。

7 检验规则

7.1 软管应由制造厂检验部门成批检验，每批软管应不多于 $10\,000\text{m}$ （不足 $10\,000\text{m}$ 时，以每季度为一批），每批产品出厂时必须附有质量合格证。

7.2 每批软管应逐根进行规格尺寸和外观检查。

7.3 塑料管接头螺帽的机械强度每批至少抽查 3 个。

7.4 每批软管至少抽取 3 个试样检查耐扭曲性能、老化后耐静压性能和脉冲性能试验。

7.5 耐臭氧性能和粘合强度试验每年至少抽检一次。

7.6 检验的项目如有不合格者，应在同批软管中取双倍试样，对不合格项目进行复试，

复试后仍不合格者，则该批产品为不合格品。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 软管应有不易脱落的下列标记：

- a. 制造厂名或商标；
- b. 产品名称、规格尺寸；
- c. 标准代号；
- d. 制造年、月。

8.2 软管的标志、包装、运输、贮存和使用按 GB 9576 和 GB 9577 中的有关规定。

附 录 A 粘合强度的测定 (补充件)

A1 从软管上切取 $160\text{mm} \times 0.5$ 软管周长的条状试样。

A2 试验应在软管制出 24h 后进行。试样按照 GB 2941 规定进行。

A3 步骤：

A3.1 剥开内胶或外胶至足够的长度，使被试验的界面应为每一个单独试样的一个分界面。

A3.2 从停放环境中取出试样，并测量试样的实际宽度，将试样已剥离开的端部固定在试验机的夹具上，并加以调节以使应力能均匀地分布，并且在试验过程中试样不应出现扭曲。将试样在夹具上夹紧，并使条状试样的剥离角度约为 180° ，对环形试样约为 90° ，要确保应力作用在剥离平面上。

A3.3 试样剥离的速度为 $50 \pm 5\text{mm/min}$ 。

A3.4 开动试验机并记录剥离至少 100mm 长度所需的力，以牛顿为单位。若试样长度不到 100mm，则应记录剥离最大长度所需的力。

A4 试验结果的表示：

用自动记录仪绘出显示层间剥离时拉力变化的曲线图。由曲线图确定力的中位数，将力的中位数除以试样的有效宽度，计算出粘合强度（ kN/m ）。

第二十八节 织物增强可折叠式通用输水塑料软管

HG/T 2300—92

水软管——规范》。

1 主题内容和适用范围

本标准规定了织物增强可折叠式输水塑料软管的型号、规格、技术要求和试验方法。

本标准适用于 55℃ 以下使用的上述软管。

本标准不适用于消防和农业灌溉软管。

2 引用标准

GB 321 优先数和优先数系

GB/T 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB 5562 胶管胶层物理试验方法

GB 5563 胶管液压试验方法

GB 5564 胶管低温弯曲试验方法

GB 5565 胶管弯曲试验方法

GB 9573 橡胶、塑料软管和软管组合件尺寸测量方法

GB 9575 橡胶、塑料软管内径尺寸和长度公差

GB 9576 橡胶、塑料软管和软管组合件选择、贮存、使用和维修指南

GB 9577 橡胶、塑料软管和软管组合件标志、包装和运输规则

3 产品分类、结构、材料和标记

3.1 型号

依照软管的工作压力高低，分成 1 型和 2 型，详见表 17-45 规定。

3.2 结构和材料

输水塑料软管应由下列部分组成：

- a. 柔韧的热塑性塑料内层；
- b. 适宜粘合的天然或合成织物增强层；
- c. 柔韧的热塑性塑料外层，其表面光滑或带凸条波纹状。

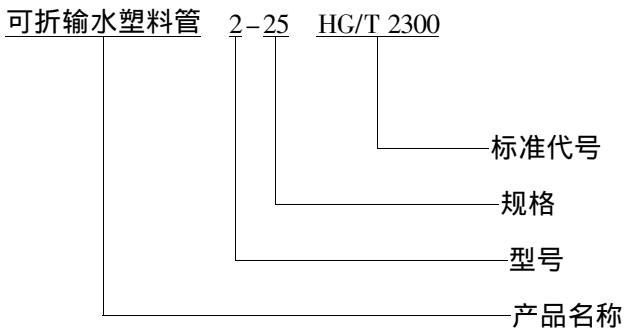
3.3 标记

3.3.1 标记内容

包括软管的名称、型号、规格和标准代号。

因软管的全称太长，简称为：可折输水塑料管。

3.3.2 示例



4 技术要求

4.1 外观

软管内、外塑料层应质地均匀，且无龟裂、气孔和外来杂质等外观缺陷或其他影响使用性能的缺陷。

4.2 尺寸和偏差

4.2.1 内径

塑料软管的内径和偏差应符合表 17 - 44 规定。

表 17 - 44 公称内径和偏差 mm

公 称 内 径	偏 差
20	± 0.75
25 31.5	± 1.25
40 50 63	± 1.50
80 100 125 160 200	± 2.00

注：①若所需尺寸大于表 17 - 44 中最大尺寸或小于表 17 - 44 中最小尺寸时，则应从 R10 优先数系中选取，其偏差应符合 GB 9575 规定。

②若需采用介于中间的尺寸，应从 R20 优先数系中选取，其偏差应按照其下一相邻较大尺寸的规定。

4.2.2 长度

切割长度偏差，应符合 GB 9575 的规定。

4.3 液压性能

塑料软管应能承受表 17－45 规定的试验压力和最小爆破压力。

表 17－45 试验压力和最小爆破压力

公称内径 mm	压 力，MPa								
	1 型			2 型					
	工作压力	试验压力	最小爆破压力	工作压力	试验压力	最小爆破压力			
20	—			1.55	2.48	4.89			
25									
31.5									
40									
50	0.55	0.88	1.73	1.15	1.84	3.62			
63	0.40	0.64	1.26						
80									
100			0.35	0.56	1.10	1.00	1.60	3.15	
125	0.70	1.12				2.20			
160									
200	—			0.45	0.72	1.41			

软管在工作压力下，其长度变化应不超过 7%；其直径变化应不超过 ±10%。

液压试验后，检查软管应无泄漏、龟裂和明显扭曲现象，无因原材料或制造不符合规定而造成的损坏现象。

4.4 粘附强度

软管各层间的粘附强度应不小于 1.5kN/m。内层或外层厚度小于 1.0mm 的软管可不测其粘附强度。

4.5 弯曲性能

对软管进行常温和 0±2℃温度下的弯曲试验，应无泄漏或龟裂现象。

4.6 加热质量损耗性能

软管内层和外层试样的加热质量损耗量均应不大于 4%。

5 试验方法

5.1 软管的尺寸和偏差，按 GB 9573 规定进行测量。

5.2 软管的液压试验，按 GB 5563 规定进行。

5.3 软管各层间的粘附强度，按 GB 5562 规定进行试验。

5.4 软管弯曲试验

5.4.1 常温弯曲试验

将软管置于 GB/T 2941 规定标准试验室温度下,停放 24h,按 GB 5565 规定进行试验。对软管施以工作压力的内压,并以 8 倍于公称内径的最小弯曲半径使其弯曲。

5.4.2 $0 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下弯曲试验

将软管置于 $0 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下,按照 GB 5565 规定停放后,施以工作压力的内压,并以 16 倍于公称内径的最小弯曲半径使软管弯曲。

6 检验规则

6.1 对软管应逐条进行外观质量和规格尺寸的检查。

6.2 软管应由制造厂技术检查部门成批检查验收。每批数量不得多于 10 万米,但每月应不少于一次。对软管进行液压、粘附强度、加热质量损耗和弯曲性能试验。

6.3 以上性能试验中,若有不合格,应在该批产品中抽取双倍试样对不合格项目进行复试,复试中若仍有一试样不合格,则该批产品为不合格产品。

7 标志、包装、运输和贮存

软管的标志、包装、运输和贮存应符合 GB 9576 和 GB 9577 中相关规定。

附 录 A

塑料——增塑剂损失率的测定(活性炭法)

(补充件)

本附录等效采用国际标准 ISO 176—1976《塑料——增塑剂损失量的测定——活性炭法》中 A 法。

本附录规定了在一定时间、一定温度下,用活性炭定量测定塑料中增塑剂损失率的方法。

A1 原理

利用活性炭的强吸附作用,将塑料试样埋于活性炭之中,使其吸附塑料试样中增塑剂,测定试样的重量变化,从而计算出塑料中增塑剂的损失率。

A2 仪器与材料

A2.1 分析天平:精确至 0.001g。

A2.2 百分表:精确至 0.01mm。

A2.3 恒温浴或烘箱:其温度范围为 $50 \sim 150^{\circ}\text{C}$,且能够保持试验温度波动在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 之内。

A2.4 容器

有盖圆柱形金属罐。其直径为 100mm,高度为 120mm,盖上开有直径为 3mm 的通

气孔。

A2.5 活性炭

其颗粒大小约为 4~6mm，使用前应过筛，并在 70℃ 下干燥至恒重，贮存于干燥密封的容器内备用。每次试验应使用新鲜的活性炭。

A3 试样

A3.1 从无应力和取向，且无气泡和空洞压好的塑料片上切取直径为 $50 \pm 1\text{mm}$ ，厚度为 $1 \pm 0.1\text{mm}$ 的圆形试样。

A3.2 试样个数应不少于 3 个。

A4 操作步骤

A4.1 将试样于室温下停放 2h 后进行试验。

A4.2 逐个称量试样，精确至 0.001g。用百分表测量其平均厚度，精确至 0.01mm。

A4.3 在金属容器底部铺撒约 120cm^3 活性炭，将一个试样置于活性炭上面，用 120cm^3 活性炭盖住。再将其余两试样以同样方法埋置于同一容器中。最后，盖好容器。

A4.4 将该金属容器置于控制温度为 $70 \pm 1^\circ\text{C}$ 的烘箱或恒温浴中。24h 后，取出容器。于室温下冷却，从容器中取出试样，仔细刷去粘附的少量活性炭，并于室温下停放 2h。

A4.5 称量每一试样，精确至 0.001g。

A5 计算

试样的增塑剂损失率以质量百分数表示：按式 (A1) 计算。

$$w = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \text{..... (A1)}$$

式中：w——试验后，试样增塑剂损失率，%；

m_0 ——试验前，试样于室温下的质量，g；

m_1 ——试验（试样埋入活性炭经 70℃，24h，又于室温停放 2h）后试样的质量，g。

以 3 个试样结果的算术平均值作为该塑料增塑剂损失率值。

A6 试验报告

试验报告包括以下内容：

- 注明按本标准附录 A 规定方法测定；
- 样品所需要的全面鉴定；
- 每一试样的厚度，精确至 0.01mm；
- 室温下，试样的增塑剂损失率，以质量百分数表示；
- 试验日期（年、月、日）；
- 试验者。

第二十九节 压缩空气用织物增强热塑性塑料软管

HG/T 2301—92

本标准等效采用国际标准 ISO 5774—1980《塑料软管——压缩空气用织物增强热塑性软管——规范》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了压缩空气用织物增强热塑性塑料软管的型号、规格、技术要求和试验方法。

本标准适用于工作温度为 $-10^{\circ}\text{C} \sim 55^{\circ}\text{C}$ 范围内压缩空气用塑料软管。

2 引用标准

GB 1690 硫化橡胶耐液体试验方法

GB 5562 胶管胶层物理试验方法

GB 5563 胶管液压试验方法

GB 5564 胶管低温弯曲试验方法

GB 9573 橡胶、塑料软管和软管组合件尺寸测量方法

GB 9575 橡胶、塑料软管内径尺寸和长度公差

GB 9576 橡胶、塑料软管和软管组合件选择、贮存、使用和维修指南

GB 9577 橡胶、塑料软管和软管组合件标志、包装和运输规则

3 产品分类、结构、材料和标记

3.1 型号

依照软管的最大工作压力分为：

A 型——最大工作压力为 1.0MPa 的工业用空气软管；

C 型——最大工作压力为 1.6MPa 的采矿和建筑用空气软管。

3.2 结构、材料

塑料软管所用材料的颜色、透明程度及物理性能应符合质量要求，并由下述部分组成：

a. 耐油雾的柔性热塑性塑料内层；

b. 天然或合成织物的增强层；

c. 柔性热塑性塑料外层、其表面可为光滑或波纹凸凹状，其颜色也可不同于内层。

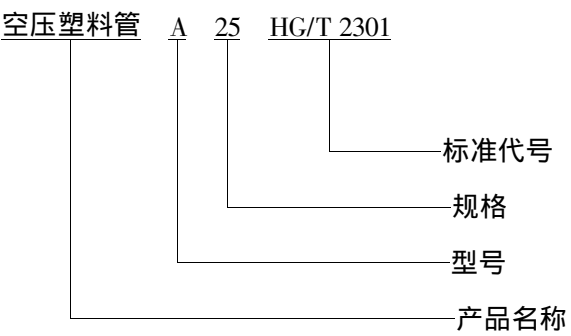
3.3 标记

3.3.1 标记内容

包括产品名称、型号、规格、标准代号。

因产品名称太长，简称为：空压塑料管

3.3.2 示例



4 技术要求

4.1 外观

软管内，外塑料层应质地均匀，且无龟裂、气孔和外来杂质等外观缺陷及其他影响使用性能的缺陷。

4.2 尺寸和偏差

4.2.1 内径。

按照 GB 9575 规定，软管内径和偏差应符合表 17 – 46 要求。

表 17 – 46 公称内径 mm

A 型		C 型	
公 称 内 径	偏 差	公 称 内 径	偏 差
5	± 0.5	—	—
6.3	± 0.75	—	± 0.75
8		—	
10		—	
12.5		12.5	
16	± 1.25	16	± 1.25
20		20	
25		25	
31.5		31.5	
40	± 1.50	40	± 1.50
50		50	

4.2.2 长度

软管长度偏差应符合表 17－47 规定。

表 17－47

切割长度偏差

mm

长 度	偏 差
300 以下	± 3
300 ~ 600	± 4.5
600 以上 ~ 900	± 6
900 以上 ~ 1 200	± 9
1 200 以上 ~ 1 800	± 12
1 800 以上	± 1%

4.3 液压性能要求

4.3.1 在 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 环境温度中，软管的液压性能，应符合表 17－48 规定要求。

表 17－48

液压性能要求

指 标 项目	型 号	A 型	C 型
工作压力，MPa	≥	1.0	1.6
试验压力，MPa	≥	2.0	4.0
试验压力下直径变化，%		± 10	
试验压力下长度变化，%		± 8	
爆破压力，MPa	≥	4.0	8.0

4.3.2 在试验压力下，软管应无泄漏、龟裂或其他损坏现象。

4.4 层间粘附强度

软管各层间粘附强度应不小于 1.5kN/m。内层或外层厚度小于 1.0mm 的软管可不测其粘附强度。

4.5 低温弯曲性能

软管在 -10°C 低温环境中，按规定经弯曲试验后，应无龟裂。再对该软管进行液压试验应无龟裂或泄漏现象。

4.6 加热质量损耗性能

软管内层和外层试样的加热质量损耗均应不大于 4%。

4.7 耐液体性能

软管内层试样在 55°C 的 1 号标准油中经 24h 后，体积变化应不大于 15%。

5 试验方法

5.1 软管的尺寸和偏差，按 GB 9573 规定进行测量。

5.2 液压试验，按 GB 5563 规定进行。

5.3 软管各层间粘附强度，按 GB 5562 规定进行试验。

5.4 低温弯曲试验方法

将软管平展伸直置于 -10_{+3}^0 ℃ 的低温环境中，经 24h 后，于 -10 ℃ 下将软管围绕直径为 2 倍于表 17-49 规定的最小弯曲半径的芯轴，平整均匀地进行弯曲。弯曲时间不小于 8s，不多于 12s。弯曲后，将软管温度升至室温，目视检查。

公称内径小于 25mm 的软管围绕芯轴弯曲 180°；公称内径为 25mm 或大于 25mm 的软管弯曲 90°。其他按 GB 5564 规定进行。

经低温弯曲试验后，再按 GB 5563 规定，对该软管进行液压试验。

表 17-49

最小弯曲半径

mm

公 称 内 径	弯 曲 半 径
5	90
6.3	100
8	115
10	125
12.5	180
16	205
20	240
25	300
31.5	420
40	500
50	630

5.5 加热质量损耗试验，按本标准附录 A 规定方法进行。

5.6 耐液体试验，按 GB 1690 规定进行。

6 检验规则

6.1 对软管应逐条进行外观质量和规格尺寸的检查。

6.2 软管应由制造厂技术检查部门成批检查验收。每批数量不得多于 10 万米，但每月应不少于一次。对软管进行液压、粘附强度、加热质量损耗和耐液体性能试验。

6.3 以上性能试验中若有不合格，应在该批产品中抽取双倍试样对不合格项目进行复

试，复试中若仍有一试样不合格，则该批产品为不合格产品。

6.4 软管的低温弯曲性能试验至少应每半年进行一次。

7 标志、包装、运输和贮存

标志、包装、运输和贮存应符合 GB 9576 和 GB 9577 中相关规定。

附 录 A

塑料——增塑剂损失率的测定（活性炭注）

（补充件）

本附录等效采用国际标准 ISO 176—1976《塑料——增塑剂损失量的测量——活性炭法》中 A 法。

本附录规定了在一定时间、一定温度下，用活性炭定量测定塑料中增塑剂损失率的方法。

A1 原理

利用活性炭的强吸附作用，将塑料试样埋于活性炭之中，使其吸附塑料试样中增塑剂，测定试样的重量变化，从而计算出塑料中增塑剂的损失率。

A2 仪器与材料

A2.1 分析天平；精确至 0.001g；

A2.2 百分表：精确至 0.01mm；

A2.3 恒温浴或烘箱，其温度范围为：50 ~ 150℃，且能够保持试验温度波动在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 之内。

A2.4 容器：有盖圆柱形金属罐。其直径为 100mm，高度为 120mm，盖上有直径为 3mm 的通气孔。

A2.5 活性炭：其颗粒大小约为 4 ~ 6mm，使用前应过筛，并在 70℃ 下干燥至恒重，贮存于干燥密封的容器内备用。每次试验应使用新鲜的活性炭。

A3 试样

A3.1 从无应力和取向，且无气泡和空洞压好的塑料片上切取直径为 $50 \pm 1\text{mm}$ ，厚度为 $1 \pm 0.1\text{mm}$ 的圆形试样。

A3.2 试样个数应不少于 3 个。

A4 操作步骤

A4.1 将试样于室温下停放 2h 后进行试验。

A4.2 逐个称量试样，精确至 0.001g。用百分表测量其平均厚度，精确至 0.01mm。

A4.3 在金属容器底部铺撒约 120cm^3 活性炭，将一个试样置于活性炭上面，用 120cm^3

活性炭盖住。再将其余两试样以同样方法埋置于同一容器中，最后，盖好容器。

A4.4 将该金属容器置于控制温度为 $70 \pm 1^\circ\text{C}$ 的烘箱或恒温浴中，24h 后，取出容器，于室温下冷却。从容器中取出试样，仔细刷去粘附的少量活性炭，并于室温下停放 2h。

A4.5 称量每一试样，精确至 0.001g 。

A5 计算

试样的增塑剂损失率（以质量百分数表示）按式 A1 计算。

$$\omega = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A1})$$

式中： ω ——试验后，试样增塑剂损失率，%；

m_0 ——试验前，试样于室温下的质量，g；

m_1 ——试验（试样埋入活性炭经 70°C ，24h，又于室温停放 2h）后试样的质量，
g。

以 3 个试样结果的算术平均值作为该塑料增塑剂损失率值。

A6 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a. 注明按本标准附录 A 规定方法测定；
- b. 样品所需要的全面鉴定；
- c. 每一试样的厚度，精确至 0.01mm ；
- d. 室温下，试样的增塑剂损失率；以质量百分数表示；
- e. 试验日期（年、月、日）；
- f. 试验者。

第十八章 橡胶或塑料涂覆织物的有关测定

第一节 橡胶或塑料涂覆织物——整卷特性的测定

一、橡胶或塑料涂覆织物——整卷特性的测定

第一部分：测定长度、宽度和净质量的方法

Rubber – or plastics – coated fabrics—
Determination of roll characteristics—
Part 1 : Method for determination of
length , width and net mass

HG/T 3050.1—2001

idt ISO2286 – 1 : 1998

代替 HG/T 3050—1987

警告：使用本部分标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本部分标准无意涉及因使用本部分标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本部分标准规定了测定一卷橡胶或塑料涂覆织物长度、宽度和净质量的方法。

2 定义

本部分标准采用下列定义：

有效宽度 usable width

指不包括布边，性能一致、表面均匀、无不可接受缺陷的涂覆织物的宽度。

3 设备

3.1 测量平台：由一个平滑的水平平台组成，其长度不少于 5m，宽度至少等于待测布卷的宽度。应以 1m 为一段，沿平台两侧纵向边缘作出标记。至少其中的一段，最好是位于平台一端的一段，以 1cm 为间隔标出刻度。

3.2 测量尺：最小分度为 1mm，其长度要大于待测布卷的宽度。

3.3 秤：精确到 100g。

4 程序

4.1 长度的测定

用本条下述规定的方法，或用任何其他适用的机械的、电动机械的或光电设备测量涂覆织物的长度。

注：上述各替代的测量方法可能不适用于那些可延伸的涂覆织物，例如针织类底布的涂覆织物。

修整布卷的裁断端，以便使其与布卷的纵轴成直角，修整要限制在达到垂直所需的最底程度。将布卷裁断端部对正测量平台上的零位标线，沿平台将材料展开，不要使其受任何张力。当达到平台另一端时，在布卷背面两边用适当方法作标记，使其对正某一长度的特定刻度。将测量完毕部分再卷起来，将其余未测量长度部分不受张力地展开。按上述方法由标记边缘起测量长度。重复此过程，直到导完此卷布为止。测量时要尽量保持展开布与布卷的纵轴成直角。测量最终长度，准确到 50mm 或 $\pm 0.2\%$ （取其值大者）。

在有争议时，该方法为仲裁试验。

4.2 有效宽度的测定

在 4.1 所述测量期间将涂覆织物不受张力展开时每隔 10m 间隔用测量尺测量一次，并记录一次涂覆织物的有效宽度，准确到 5mm。要保证所有宽度的测量与布卷的纵向轴成直角。

对长度少于 20m 的布卷，要测量三个点的宽度，即靠近两个端头的两点和布卷中部的一点。

4.3 净质量的测定

用秤称量并记录作为卷缠涂覆织物用的管子或轴的质量，以 g 表示。将涂覆织物卷缠到该管子或轴上。称量并记录该涂覆织物卷的总质量，以 g 表示。从该卷的总质量中减去管子或轴的质量，记录该值作为卷的净质量（准确到 100g）。

5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分的标准号。
- b) 所测涂覆织物的详细说明。

- c) 整卷的长度, 以 m 表示 (准确到 0.1m)。
- d) 记录的宽度的平均值 (准确到 5mm), 以及记录的最小有效宽度值。
- e) 整卷的净质量 (准确到 100g)。
- f) 4.1 中所用测量长度的设备的详细说明。
- g) 任何与规定的程序不相符的情况。
- h) 测定日期。

二、橡胶或塑料涂覆织物—整卷特性的测定

第二部分: 测定单位面积的总质量、单位面积的涂覆质量和单位面积的底布质量的方法

Rubber – or plastics – coated fabrics –
Determination of roll characteristics –
Part2 : Method for determination of total mass per
unit area , mass per unit area of coating and mass
per unit area of substrate

HG/T 3050.2—2001
idt ISO 2286—2 : 1998
代替 HG/T 3050—1987

警告: 使用本部分标准的人员应熟悉正现实验室操作规程。本部分标准无意涉及因使用本部分标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本部分标准规定了测定橡胶或塑料涂覆织物单位面积的总质量、单位面积的涂覆质量和单位面积的底布质量的方法。

附录 A 中规定了除去某些特殊材料涂覆层的方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本部分标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物 调节和试验的标准环境 [idt ISO 2231 : 1989 (1994)]

3 方法 A 单位面积总质量的测定

3.1 仪器

3.1.1 天平：精确到 2mg，当用于该方法时，要求读数保持在量程的 10% 至 90% 范围内。

3.1.2 环境调节装置：保持环境的相对湿度不大于 10%，温度为 $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

注：相对湿度为 65%，温度为 20℃ 的空气，在常压下加热到 $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$ 时，相对湿度大约为 5%，温度再高将导致某些涂覆层发生变化。

3.1.3 裁刀：能从涂覆织物样品上戴取 $(100 \pm 1) \text{ cm}^2$ 面积的试样。

注：已发现使用圆形裁刀非常方便，但只要符合上述规定的精度，也可使用方形或矩形试样。

3.2 试样的制备

用裁刀从样品上裁取 5 个试样，其位置要靠近横跨样品宽度的对角线，并均匀合理地间隔一定距离，以便能代表整个涂覆织物的宽度。

不得在整卷的端部 1m 之内裁取试样。

3.3 程序

将试样在相对湿度不大于 10%，温度为 $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的环境中干燥至质量恒定。

根据 HG/T 2867 规定调节试样，然后在调节环境下测定每个试样的质量（精确到 5mg，并测定每个试样的面积（准确到 1%）。

注：任何由已知长度和宽度的整卷涂覆织物的总净质量推算出的单位面积涂覆织物的质量可能是不准确的，因为通常不能将一整卷涂覆织物在标准环境下调节至平衡。这种不准确性是由于水分通过整卷涂覆织物的回潮过度或不足而造成的。

3.4 结果的表示和计算

用式 (1) 计算五个试样中每一个的单位面积的总质量，以克每平方米表示：

$$\frac{m \times 10^4}{A} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m ——试样的质量，g；

A ——试样的面积， cm^2 。

计算五次测定结果的平均值作为最终结果（准确到 $1\text{g}/\text{cm}^2$ ）。

取该平均值作为被测试材料单位面积的总质量。

3.5 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 本部分的标准编号。

b) 涂覆织物的详细说明。

- c) 由五个试样得到的单位面积总质量的平均值 (g/cm^2)
- d) 任何与规定试验程序不符的说明。
- e) 试验日期。

4 方法 B 底布单位面积质量的测定

警告：试验中所用的有些溶剂可能是有霉、易燃或有危险的，在拿取这种材料时必须十分小心。应避免吸入其蒸气。需要时应穿戴合适的防护服，包括手套和护目镜。建议将适用的洗眼液放在便于使用的地方。任何溶剂制造厂建议的防范措施均应遵守。

4.1 概述

为将涂覆层从底布上取下所规定的程序，取决于涂覆层和底布的性质。其实，对某些类型的涂覆层尚无合适的方法，在这种情况下，应在试验报告中说明。

4.2 原理

用测定单位面积总质量所用的同样试样将涂覆层用剥离剂剥下，然后将剥离的试样干燥、调节并称量。重复该程序直至质量达到恒定。

4.3 试剂

合适的溶剂体系（剥离剂）。

该溶剂体系对底布应无溶解作用或化学作用。如果底布上有粘合剂或表面处理剂则应特别小心，它们不是涂覆层的基本组成部分，但也可能被溶剂取下〔例如无纺布（粘合纤维）的粘合剂、防腐剂〕。如果已知或预测这样的附加剂会连同涂覆层一起被取下，则应在试验报告中说明。

注：一种合适的溶剂体系可以是一种有机溶剂、有机溶剂的混合物、水或水溶液（见附录 A）。

4.4 仪器

与 3.1 规定的试验装置相同。

4.5 程序

4.5.1 分别溶解每个试样的涂覆层。在很多情况下，底布用剥离剂浸湿后，可以将涂覆层用机械力整个取下。根据情况，可用索格利特萃取或在适当温度下将试样连续地浸入至少三批溶剂中，并偶尔搅动直到将涂覆层全部取下。在此步骤及其后的步骤中要保证任何松散的纱线仍保留在试样上。如果所用的剥离剂本身是一种含有不挥发性组分的溶液，则应用一种适当的纯净溶剂将试样清洗几遍。

4.5.2 在 $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$ 温度下，干燥试样至少 1h，然后在干燥器中冷却 15min 使其达到稳定，并测定每个试样的质量（准确到 5mg）。用足够的剥离剂萃取，而后剥离试样，清洗（如果需要），然后干燥，稳定，并如前述称量其质量，如果第二次称量与第一次称量的差别大于 1%，则要重复用溶剂处理，直到称量差小于 1% 为止。

4.5.3 按照 HG/T 2867 规定调节试样，并称量其质量（准确到 5mg），由此计算单位面积的底布质量。

4.6 结果的计算和表示

计算五个试样中的每个试样的单位面积底布的质量 (g/m^2)。

计算五次测定的平均值作为最终结果 (准确到 1g/m^2)。

取该平均值作为试验材料的单位面积总质量。

4.7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分的标准编号。
- b) 涂覆织物的详细说明。
- c) 由五个试样得到的单位面积底布质量的平均值 (g/m^2)。
- d) 任何不符合规定程序的说明。
- e) 测定日期。

5 方法 C 单位面积涂覆质量的测定

5.1 程序

由方法 A 得到的涂覆织物单位面积的总质量减去方法 B 得到的单位面积的底布质量即为单位面积的涂覆质量。

5.2 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分的标准编号。
- b) 涂覆织物的详细说明。
- c) 单位面积的涂覆质量平均值 (g/m^2)。
- d) 任何不符合规定程序的说明。
- e) 测定日期。

附 录 A

(标准的附录)

取下涂覆层的方法

A1 概述

A2 到 A5 所述的方法对大多数碰到的涂覆层来说是有效的。

A2 简单聚氯乙烯混合料

警告：如果所用的四氢呋喃被蒸发干燥，除非采取通过加入硫酸亚铁以保证无过氧化物存在的预防措施，否则可能有发生爆炸的危险。

如果涂覆层是连续的并且只是单面涂覆，可用四氢呋喃或丁酮浸润试样的底布。然后从底布上用机械方式将涂覆层剥开。再将每个试样分别浸入 100mL 四氢呋喃或丁酮

中, 伴随偶尔搅拌, 在室温下经过 20min。

从溶剂中取出剥下涂覆层的试样, 连同任何松散的纱线, 并用 100mL 丙酮清洗, 然后按照 4.5.2 和 4.5.3 进行。

A3 硝化纤维混合料

用丙酮浸湿每个试样, 并在可能情况下将涂覆层从底布上用机械方法取下。

分别将每个试样浸入装有 100mL 丙酮并带回流冷凝器的烧瓶中。回流 20min, 然后换成 100mL 新丙酮, 再回流 20min。从溶剂中取出剥离的试样 (连同任何松散的纱线), 然后按 4.5.2 和 4.5.3 进行。

A4 聚氨酯混合料

将试样分别放在下列组成的溶液中浸泡:

1, 2 - 丙二醇	100	质量份
氢氧化钾 (固体)	3	质量份
水	1	质量份
N - 甲基 - 2 - 吡咯烷酮	25	质量份

加热到 $(48 \pm 2)^\circ\text{C}$, 并保持该温度 30min, 或直至涂覆层被取下。

注: 只要不超过规定的最高温度, 即 50°C 温度下, 上述混合溶液对棉、尼龙或聚酯纤维不起作用, 但在溶液中的浸泡时间不得超过 30min。

将试样从溶液中取出, 在丙酮中清洗, 再用水冲洗, 然后按 4.5.2 和 4.5.3 进行。

如果底布是醋酸酯织物, 应用乙醇代替丙酮作为清洗剂。如果使用聚丙烯酸酯底涂, 它在混合溶液中只会溶胀而不会溶解。

A5 棉布涂覆天然橡胶

警告: 在进行下列操作时, 应注意所用硝基苯的潜在危险。特别要预防硝基苯沸腾溢出, 因为这有立刻引起火灾的危险。

分别将每个试样浸泡在装有硝基苯并带有空气冷凝器的烧瓶中, 回流 1h, 使其冷却。取出试样并连带任何松散的纱线。用一个无锋利的刮刀除去任何膨胀的聚合物。重复上述操作, 每次均用新的硝基苯进行回流, 直至除去所有涂覆聚合物。

在丙酮中清洗直至所有遗留的硝基苯被清除为止, 然后按 4.5.2 和 4.5.3 进行。

三、橡胶或塑料涂覆织物—整卷特性的测定

第三部分：测定厚度的方法

Rubber – or plastics – coated fabrics—

Determination of roll characteristics

Part 3 : Method for determination of thickness

HG/T 3050.3—2001

idt ISO 2286 – 3 : 1998

代替 HG/T 3050—1987

警告：使用本部分标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本部分标准无意涉及因使用本部分标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本部分标准规定了在规定压力下测定橡胶或塑料涂覆织物（不管所用的底布类型）厚度的方法。

本部分标准适用于单面涂覆、双面涂覆及夹胶双结构涂覆织物，以及涂覆层中夹有膨胀层的材料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本部分标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物 调节和试验的标准环境 [idt ISO 2231 : 1989 (1994)]

3 定义

本部分标准采用下列定义：

3.1 厚度 thickness

涂覆织物面与背之间的距离，是按涂覆织物放置其上的基准平板与向该涂覆织物施加压力的平行压脚之间的垂直距离测量的。

注：为方便起见，放置织物的基准平板最好是平台。

3.2 有效宽度 usable width

不包括布边的涂覆织物的宽度，在该宽度内涂覆织物的性能一致、表面均匀，无不可接受的缺陷。

4 仪器

4.1 厚度计

为定负荷型，能记录压脚支撑表面和基准平板之间的垂直距离，并带有可直读到 0.02mm 的刻度盘。厚度计的校准应保证使用至少一种规格的压脚能产生 4.2 规定的至少一种压力。

4.2 圆形压脚

圆形压脚应具有平滑的表面，直径不少于 9mm，应能施加下列一种或几种压力：

- a) (2 ± 0.2) kPa；
- b) (10 ± 1.0) kPa；
- c) (24 ± 2.4) kPa。

注：

1. 2kPa 是推荐的压力。

2. 由压脚施加的实际压力，可由下列方法之一进行预测。

- a) 通过测定
 - 1) 用一个校准的砝码测定压脚组件施加的力。
 - 2) 或者直接测量压脚的表面积。
- b) 通过一个拉力刻度仪。

4.3 标准平板平台

其上表面直径至少要比压脚表面直径大 50mm。

4.4 移动压脚的装置

沿垂直于基准平板上表面的方向移动，以便其支撑表面保持平行于基准平板的上表面。

注：当压脚和平台表面碰到一起并且压脚的停放在平台上时，其平行度可以通过一个千分塞尺插入压脚周边各点来进行检查。

5 调节

根据 HG/T 2867 规定调节试验的涂覆织物。

6 程序

每次测量之前，清洁压脚和平台表面，并调整厚度计使平台和压脚接触时表盘显示为零。涂覆织物的有效宽度上均匀等距按如下所述测量 10 个点的厚度。

将涂覆织物放在平台上，确保织物光滑平整，无皱折，无任何拉伸。如果织物有折痕，在测量之前不要试图把它们弄平。将压脚轻轻放下到织物上，使其在织物上停留

10s。(对于很易被压缩的材料,以在其上停留 30s,并在试验报告中予以说明。)记录厚度计读数(准确到 0.02mm)。

如果涂覆织物有凸起压花表面,不要避开凸起压花的部位。

成品卷端部 1m 之内不应进行厚度的测量。

7 结果表示

计算 10 次测量的算术平均值,以 mm 表示。取该值作为涂覆织物的厚度。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

a) 本部分标准的编号。

b) 涂覆织物的详细说明。

c) 涂覆织物的最小厚度、最大厚度和平均厚度值(以 mm 表示),测量时所用的压力、压脚的直径和压脚停留在涂覆织物上的时间。

d) 任何不符合规定程序的说明。

e) 测定日期。

第二节 抽出式难燃橡胶导风筒

Extractable ventilation rubber
ducting or the fire retardant

UDC 678.4—46:622.46

GB 9900—88

1 主题内容与适用范围

本标准规定了抽出式难燃橡胶导风筒的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以玻璃纤维、玻棉混纺织物与橡胶(或橡塑)经涂覆并与螺旋弹簧钢丝(含钢圈)加工制成的抽出式难燃橡胶导风筒(以下简称导风筒)。为湿式除尘风机、抽出式风机配套,供矿井掘进巷道抽出式通风及除尘使用。

2 引用标准

GB 532 硫化橡胶与织物粘着强度的测定

GB 5572 胶布扯断力和扯断伸长率所测定

3 产品分类

3.1 导风筒结构如图 18-1。

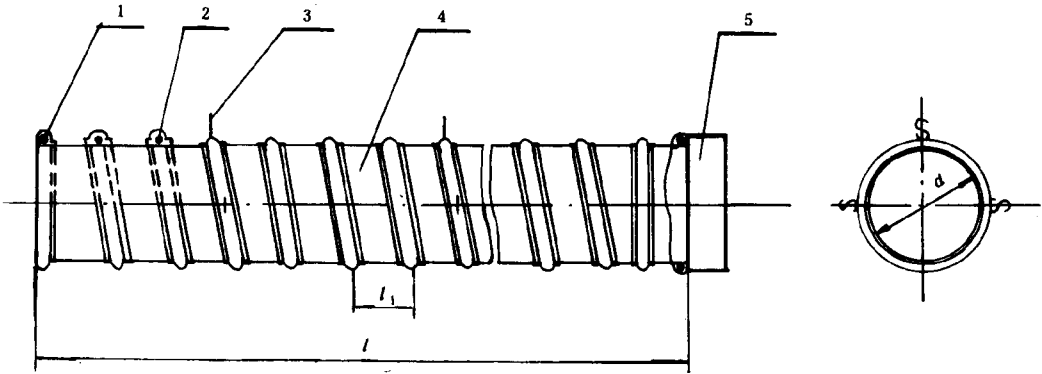


图 18-1 导风筒结构

1—端圈，2—流螺钢丝，3—吊环；4—涂覆织物；5—风挡布

3.2 导风筒规格尺寸应符合表 18-1 规定。

表 18-1

项 目	尺 寸	允 许 偏 差
风筒直径 d , mm	300 , 450 , 500 , 600 , 800	1 %
风筒长度 l , m	3.5 , 10	2 %
螺旋钢丝间距 l_1 , mm	100 , 150	± 10

注：①风筒直径指端圈内径。

②表 18-1 以外的规格尺寸或特殊形状的异形风筒、弯头、三通及过渡节等可根据用户要求由生产厂负责制造。

3.3 每节导风筒一端加风挡布，其长度最小为 150mm。

3.4 距导风筒轴向端圈 150~200mm 处，在圆周上 3 处间隔 90°按轴向间距最小 600mm 的等距安装吊环，吊环安装要牢固。

3.5 导风筒金属配件材料铝、钛和镁总含量不大于 15%，并且镁和钛总含量不大于 6%。

4 技术要求

4.1 导风筒涂覆织物性能

4.1.1 物理机械性能应符合表 18-2 规定。

表 18－2

序 号	项 目 名 称		指 标
1	经、纬向扯断强度，kN/m	最小	35
2	经、纬向扯断伸长率，%	最大	10
3	经、纬向撕裂力，N	最小	120
4	胶与织物粘着强度，kN/m	最小	1
5	涂覆织物厚度，mm	最大	0.70

4.1.2 安全性能应符合表 18－3 规定。

表 18－3

项 目 名 称					指 标
表 面 电 阻，Ω 最大					3×10^8
难 燃 燃 烧	酒 精 灯	有焰燃烧时间，s	最大	1 条/6 条总和	12/36
		无焰燃烧时间，s	最大	1 条/6 条总和	60/120
	酒精喷灯	有焰燃烧时间，s	最大	1 条/6 条总和	10/18
		光焰燃烧时间，s	最大	1 条/6 条总和	60/120

4.2 导风筒成品应符合以下规定。

4.2.1 导风筒工作压力（负压）不小于风机额定压力的 1.3 倍。

4.2.2 直径为 600mm、螺旋钢丝间距为 150mm 的导风筒耐负压强度试验达到 35 00Pa 时，接头处不得脱开，不得有任何部位的撕裂及钢丝固定条开胶等。

4.2.3 导风筒硫化后不得有开胶、离层、死折、穿孔、缺胶、织物断裂等缺陷。若有上述缺陷时，允许修补。导风筒长度不大于 5m 者可修补 3 处；长度不小于 10m 者可修补 6 处。每处补疤面积不超过 2 000mm²。

4.2.4 导风筒周向允许由多块组成，直径不大于 600mm 者，圆周接缝不多于 3 处；直径为 600～800mm 者，圆周接缝不多于 4 处。

4.2.5 导风筒长度不大于 5m 者，纵向接缝不多于 2 处；长度不小于 10m 者，纵向接缝不多于 3 处。

5 试验方法

5.1 导风筒外现质量用目测法检验。

5.2 导风筒直径用测量周长的方法，通过计算确定；导风筒长度及螺旋钢丝间距用米尺测量。

5.3 扯断强度和扯断伸长率按 GB 5572 规定进行试验。

- 5.4 厚度按附录 A 进行试验。
- 5.5 涂覆织物粘着强度按 GB 532 进行试验。
- 5.6 涂覆织物撕裂性能按附录 B 进行试验。
- 5.7 难燃燃烧性能按附录 C 进行试验。
- 5.8 表面电阻按附录 D 进行试验。

6 检验规则

6.1 导风筒由制造厂的产品质量检验部门按本标准规定进行质量检验。检验合格后，付给产品出厂合格证和使用说明书。

6.2 产品组批

导风筒应成批提交验收，不同规格产品可划为一批，每批数量不多于 100 条。

6.3 检验分类

本标准规定的导风筒检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验系指产品交货时必须进行的各项检验。型式检验指对产品质量进行全面考核。有以下情况之一时，一般需要进行型式检验：

- a. 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b. 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c. 正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期性进行一次检验；
- d. 产品长期停产后，恢复生产时；
- e. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f. 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

6.4 检验项目

6.4.1 出厂检验项目

6.4.1.1 全检项目

- a. 成品外观质量；
- b. 成品规格尺寸（直径、长度）。

6.4.1.2 抽检项目

- a. 物理机械性能；
- b. 表面电阻；
- c. 难燃燃烧性能。

6.4.2 型式检验

除必须进行出厂检验项目外，还应进行下列项目的检验：

- a. 导风筒的耐压性能；
- b. 导风筒的环间电阻（小于 $1 \times 10^7 \Omega$ ）；

- c. 导风筒的环间泄漏电阻 (小于 $1 \times 10^8 \Omega$);
- d. 导风筒的百米漏风率 (小于 5%);
- e. 导风筒的百米风阻 (不大于 $54 \text{N} \cdot \text{s}^2 / \text{m}^8$)

注: 该 5 项型式检验由供需双方商定。

6.5 抽样与组批规则

试样必须以随机抽样的方法抽取, 以保证样本与总体的一致性。

各检验项目的试样数量规定如下:

- a. 作出厂检验的第 6.4.1.1 条按第 6.2 条规定百分之百进行检验;
- b. 作出厂检验的第 6.4.1.2 条, 涂覆织物每旬为一批, 物理机械性能每批做 1 次; 表面电阻、难燃燃烧性能每月做 1 次;
- c. 作型式检验项目的试样每次抽取 1 条进行检验。

6.6 判定和重检规则

- a. 成品外观质全经检验、修补后符合本标准第 4.2.3、第 4.2.4、第 4.2.5 条规定者为合格品, 凡经重检仍不符合本标准规定者, 为不合格品;
- b. 成品规格尺寸符合表 1 规定者判为合格品, 否则判为不合格品;
- c. 对物理机械性能、表面电阻、难燃燃烧性能检验不合格者, 应在同一批中再取双倍试样进行重检, 仍有不合格项目者, 该批涂覆织物为不合格品。

d. 型式检验项目如有一项不合格时, 应任意再取一条产品复验, 若属于导电性能方面的, 则应对第 6.4.2 条中 b、c 两项进行复验; 若属于通风性能方面的, 则应对第 6.4.2 条中 a、d、e3 项进行复验, 复验仍有不合格项目时, 产品不能鉴定或生产。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 每条导风筒应附有标志, 内容包括:

- a. 产品名称;
- b. 产品规格 ($d \times l$);
- c. 生产日期和批号;
- d. 制造厂名称和商标;
- e. 检验合格印章及检验员代号。

7.2 包装

将产品压缩小于 700mm 高度并用绳子或布固定 3~4 处, 用塑料编织带等缠紧, 外面再用较耐磨的包装品裹紧, 并不得粘连。包装外部注明产品名称、规格、重量及制造厂名、出厂日期。

7.3 导风筒搬运中, 不得与尖硬物碰撞, 不得在地上拖拉, 以防刺穿磨坏。避免日晒雨淋。

7.4 导风筒贮存于 $-15 \sim 35^\circ\text{C}$ 、相对湿度不大于 80%、避免阳光直射的库房中。

7.5 导风筒贮存期间不宜堆积受压,禁止与油类、酸类、碱类或其他有损于质量的物质接触,并距热源 1m 以外。

7.6 在遵照本标准第 7.3、第 7.4、第 7.5 条规定的条件下,生产厂保证产品自制造日期起,贮存期一年,其性能符合本标准规定。

附 录 A

涂覆织物厚度试验方法

(补充件)

A1 试验仪器

精度为 0.01mm 的厚度计,厚度计的压重为 $100 \pm 10\text{g}$ 。测量面的直径为 $10 \pm 0.1\text{mm}$ 。

A2 试样

a. 试料必须在室温 ($23 \pm 5^\circ\text{C}$) 下停放 2h,才能进行试验。

b. 截取的试样必须有代表性,不应有织物断裂、穿孔、胶层损伤、皱折及其产品标准中规定不允许有的缺陷。

c. 试样必须在能代表整幅宽左、中、右性能的位置截取。

A3 试验程序

测量时必须距离涂覆织物边缘 50mm,去掉试样上的不清洁物,从左至右依次至少测 5 点,每点间的距离不少 50mm。

A4 试验结果

代表每个试验品性能的测望点不得少于 5 点,取其算术平均值,允许偏差为 $\pm 10\%$ 。

附 录 B

涂覆织物撕裂性能试验方法

(补充件)

B1 方法原理概要

本试验是在材料样品试片上平行剪外两刀口,在拉力试验机上,以一定的牵引速度拉伸,测量试样垂直刀口撕扯时的最高负荷。

B2 试验仪器

a. 量程为 0 ~ 5 000N 的拉力试验机。

b. 下夹钳的牵引速度为 $100 \pm 10\text{mm/min}$ 。

- ### B3 试验条件

定温 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $60\% \sim 70\%$ 。

B4 试样

- 试样应在室温下停放 2h 后才能进行试验。
- 试样应有代表性，不应有织物断裂、穿孔、涂覆层损伤、死折等缺陷存在。
- 试样必须在距离涂覆织物边缘 50mm 的位置上按经、纬向各裁 5 条。
- 在 300mm 宽的试片上剪两平行刀口，分成 100mm 宽的舌片。剪口方向即为撕扯方向。在距剪口 50mm 处画 ab、be、cd 直线。尺寸如图 2 所示。

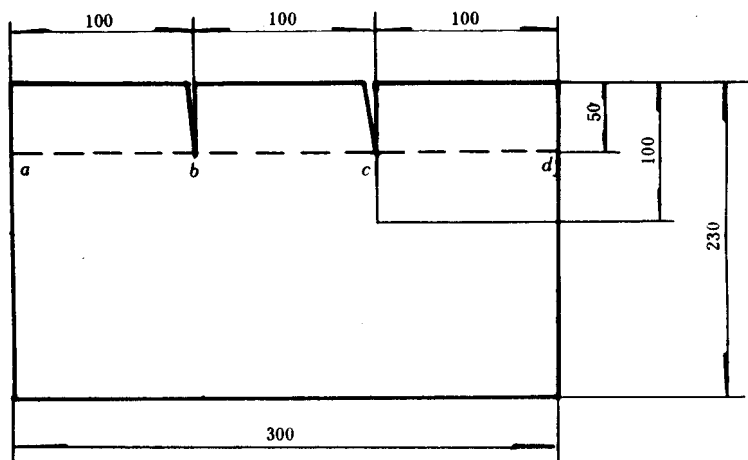


图 B1 撕裂试样尺寸

B5 试验程序

- 调节上、下夹钳间距为 50mm。
- 检查拉力试验机的指零状态与其灵敏性。
- 选择适宜量程，以使最高负荷值落在满单程值的 20% ~ 80% 范围内。
- 下夹钳夹持 bc 舌片，上两夹钳夹持 ab、cd 舌片，钳口线与试片画线相吻合。
- 启动拉力试验机，开始 50mm 内的撕裂力无效，记录试片距撕裂方向边缘 80 ~ 30mm 长度内的撕裂力平均值。

B6 试验结果

分别计算 5 条样品经、纬向算术中均值，单位以牛顿（N）表示。

附 录 C

涂覆织物燃烧试验方法

（补充件）

C1 方法原理概要

本方法是将试件置于酒精喷灯或酒精灯的火焰上，按规定时间移开火源（酒精喷灯或酒精灯），测定试件有焰或无焰至熄火为止的时间。

C2 试验仪器及材料

- a. 酒精喷灯（图 C1）；
- b. 250mL 酒精灯；
- c. 燃料为 95% 乙醇和 5% 甲醇的混合液；
- d. 精度为 0.2 或更小刻度的秒表或自动计时装置。

C3 试验装置

C3.1 酒精喷灯试验装置

燃料从酒精容器经透明塑料管进入酒精喷灯，装置应在通风橱内弱光下进行试验。试验装置如图 C2。

C3.2 酒精灯试验装置

燃料从酒精容量为 250mL 的酒精灯中经棉纱灯芯吸入灯头燃烧，灯内燃料量为规定容量的一半，火焰高度为 32mm，装置应在通风橱内弱光下进行试验。试验装置如图 C3。

C4 试样及制备

C4.1 试样

- a. 用于酒精喷灯和酒精灯燃烧试验的试件各 12 条，其中 6 条为浸水试件；6 条为不浸水试件；
- b. 酒精喷灯燃烧试件每条长 360mm，宽 50mm；
- c. 酒精灯燃烧试件每条长用 360mm，宽 76mm。

C4.2 试样制备

- a. 将不浸水试样吊挂在室温 $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 和相对湿度为 $65\% \pm 5\%$ 的环境中不少于 4h；
- b. 将浸水试性放在室温下至少 2kg 水中浸水 4h 以上；
- c. 浸水后的试件自由地吊挂在不超过 50°C 的环境温度下不少于 12h 凉干。

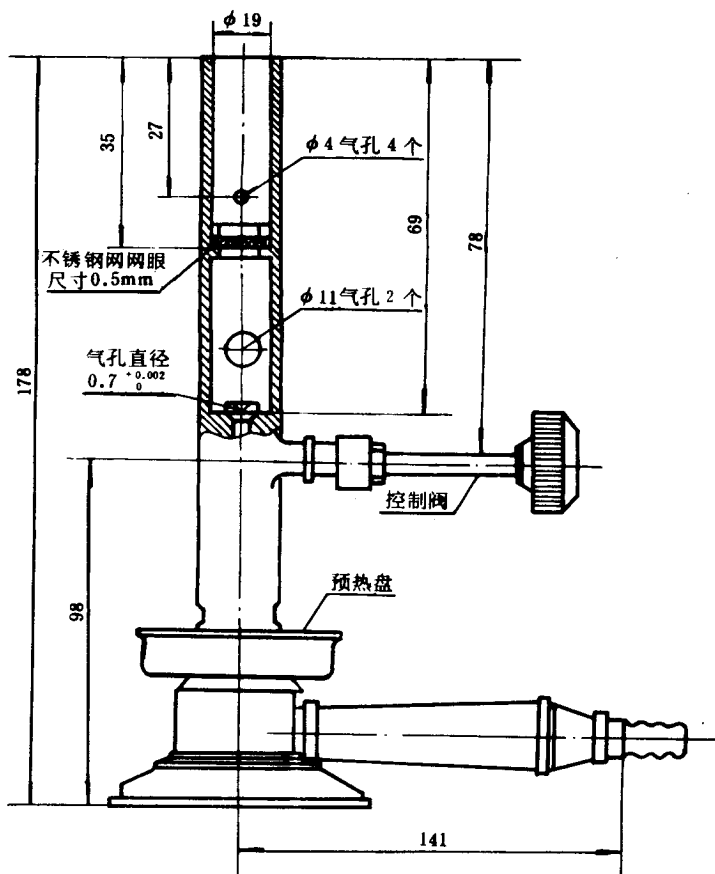


图 C1 酒精喷灯

C5 试验程序

C5.1 酒精喷灯试验程序

C5.1.1 在试件宽面上距点焰端 280mm 处划一条标记线。

C5.1.2 测试时酒精喷灯与试件位置应符合图 C2 要求，即试件应垂直吊挂，其底端距燃烧器喷火口中心为 50mm，喷灯倾斜 45°。酒精喷灯的结构特征和尺寸参数应符合图 C1 要求。

C5.1.3 火焰长度为 150 ~ 180mm，燃料消耗为 $2.55 \pm 0.15 \text{ mL/min}$ 。

C5.1.4 测试时燃料容器内的液面高度应保持在距离酒精喷灯口 $600 \pm 20 \text{ mm}$ 范围内，详见图 C2。

C5.1.5 测试时试件周围的空气流动不应影响测试效果。

C5.1.6 将试件放在火焰中燃烧，燃烧时间以燃着试件为准，但最短不少于 5s，最长不超过 90s。

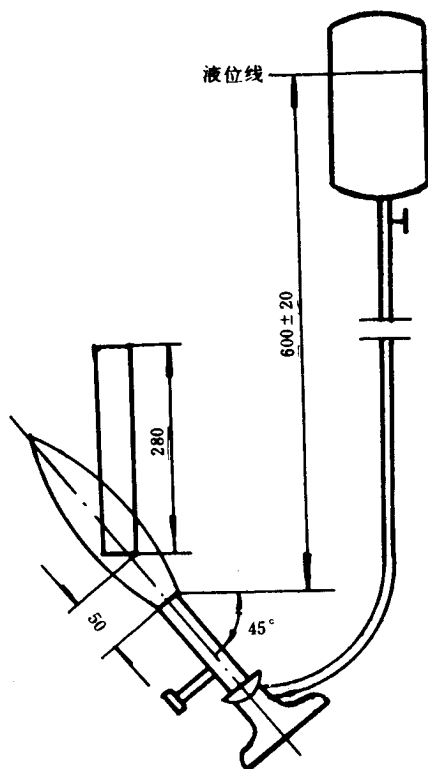


图 C2 酒精喷灯试验装置

C5.1.7 当 6 条试件中的任意一条在燃烧过程中, 产生收缩或软化, 使试件脱离喷灯火焰燃烧时, 应另取 6 条试件进行附加试验, 试件在此次试验中应适当移动喷灯保持试件始终接触火焰燃烧, 但不超过 10s, 然后移走不熄灭的喷灯, 从此时起用秒表或自动计时器测定试件上有焰和光焰燃烧时间, 直至试件上任何有焰和无焰燃烧熄火为止。

C5.2 酒精喷灯火焰温度测定

C5.2.1 垂直放置喷灯, 关闭控制阀, 打开容器开关, 检查无燃料渗漏现象, 然后点燃预热盘中的燃料加热燃烧器, 当预热盘中的燃料消耗为 50% 时, 打开喷灯控制阀, 并让火焰稳定燃烧约 5min 后再做试验。

C5.2.2 火焰稳定后, 测定火焰温度为 $960 \pm 60^{\circ}\text{C}$ 。火焰温度的测定是通过热电偶或用一根直径为 0.7mm、长度约为 100mm 的裸铜丝测定, 测定距喷火口 50mm 高度处的火焰温度, 若裸铜丝在 6s 内不熔化, 则火焰温度应重新调高。

C5.3 酒精灯试验程序

C5.3.1 测试时, 酒精灯与试件的位置应符合图 C3 要求。试件垂直吊挂, 下端用两只横夹子夹住, 使火焰燃烧时试件不移动。夹子夹持试件下端重叠 13mm, 当试件燃烧产生滴落物影响测试效果时, 酒精灯应倾斜 20° 放置, 此时灯头顶端中心线距试件垂直距

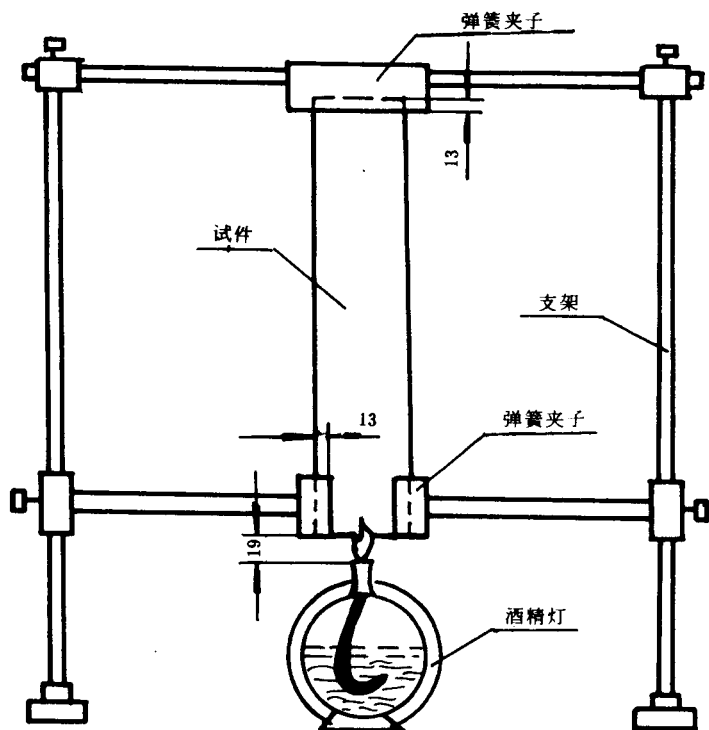


图 C3 酒精灯试验装置

离为 19mm。

C5.3.2 试件在火焰中燃烧以燃着为准，但燃烧最长为 150s，最短为 5s，同时适当移动酒精灯，然后移走不熄灭的油精灯，并从此时起用秒表或自动计时器测定试件上有焰和无焰燃烧时间，直至试件上任何有焰和无焰燃烧熄灭为主。

C5.3.3 测试时试件周围空气流动不应影响测试效果。

C6 试验结果

分别记录酒精喷灯和酒精灯各 12 条（浸水 6 条，不浸水 6 条）试件的有焰和无焰燃烧时间，取其算术平均值，准确到小数点后第二位。

附 录 D

涂覆织物导电性能试验方法

（补充件）

D1 方法原理概要

本试验方法是将试件经过适当处理，然后在其两个区域之间施加一个电位差（直流电压），测定沿试件表面的泄漏电流来确定其相应的电阻值。

D2 材料要求

以圆柱形黄铜圆棒及环各一个作电极，尺寸如图 D1 所示，其中内电极的基面为圆形，最小质量为 115g；外电极的基面为环形，最小质量为 900g，两电极的基面应磨平抛光，用一根外包绝缘的导线连接到每个电极上。

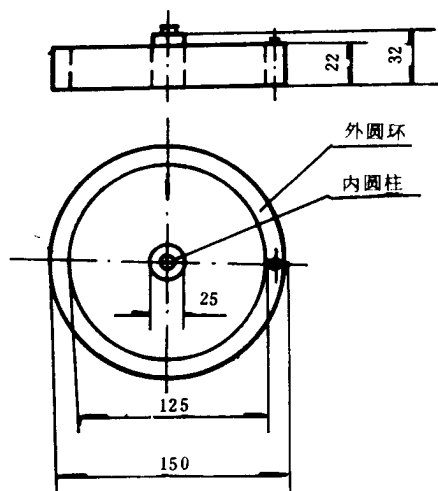


图 D1

D3 试验仪器

测量电阻仪器读数在 $10^3 \sim 10^{10} \Omega$ 之间，误差为 $\pm 5\%$ ，直流电源电压为 $50 \sim 500V$ ，在试件中的电能消耗不大于 1W。

D4 试验条件

D4.1 试验电压： $500 \pm 20V$ ， $100 \pm 10V$ ， $50 \pm 10V$ 。

D4.2 试验环境：温度为 $25 \pm 5^\circ C$ ，相对湿度为 $65\% \pm 15\%$ 。

D5 试样规格及制备

D5.1 试样规格要求

- 试样为不小于 $300mm \times 300mm$ 的正方形，数量不少于 3 件；
- 试样表面平滑无机械损伤及杂质等缺陷。

D5.2 试样制备

a. 用蘸有蒸馏水的干净绸布或消毒棉纱布清洗试件，再用洁净的干布片将试件擦干，放置干燥处 24h 以上；

b. 在干净试件的表面上，用导电胶（液）处理图 D2 所示的面积，大小相当于电极基面的尺寸，必须注意尺寸的精确性；

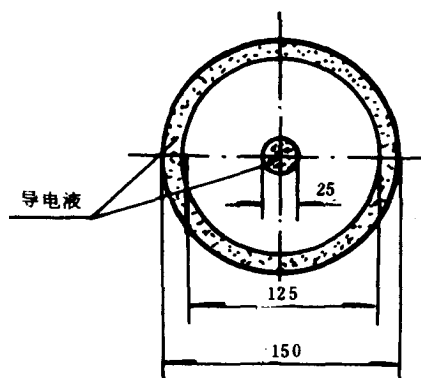


图 D2

c. 试验前将试件置于试验环境中至少 2h。

D6 试验程序

将试件放在一块稍大于试件的绝缘平板上，有导电胶（液）的一面向上，擦净电极基面，将其放在试件的涂胶（液）面上，外电极接地联接到测量仪器的低压端上，内电极接在高压端上，接入电压 1min 后，测范电阻，然后在试件的另一面上作 1 次相同的试验。

注：试验时不要因人的呼吸作用使试件表面受潮，否则试验结果将不准确。

D7 试验结果

每件试件上反两面各测 1 次，试验结果以欧姆表示，记录每次测得的数值，分别记录上下两表面每一面上测得的算水平均值。

第三节 防水橡胶涂覆织物

HG 2291—92

本标准参照采用国际标准 ISO 8096—3—1988《用作防水布的橡胶或塑料涂覆织物—规格—第 3 部分：天然橡胶和合成橡胶涂覆织物》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了防水橡胶涂覆织物（以下简称涂覆织物）的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于纤维织物与橡胶或橡塑并用经涂覆而制成防水的单面橡胶涂覆织物、双面橡胶涂覆织物或夹胶橡胶涂覆织物。该涂覆织物用于制作劳动防护用防水工作服或

防水用的服装、雨具等。

本标准不适用于作篷盖用或其他特殊技术要求的防水橡胶涂覆织物。

2 引用标准

- GB 5571 胶布抗透水性的测定
- GB 5572 胶布扯断强力和扯断伸长率的测定
- GB 5573 胶布耐撕裂性能的测定
- GB 7537 橡胶涂覆织物加速老化试验
- GB 7538 橡胶涂覆织物整卷特性的测定
- GB 7539 橡胶涂覆织物停放与试验的标准环境
- GB 10720 橡胶或塑料涂覆织物涂覆层粘附强度的测定

3 产品分类

涂覆织物按其结构分为以下 3 种类型。

- I 型：单面橡胶涂覆织物；
- II 型：双面橡胶涂覆织物；
- III 型：夹胶橡胶涂覆织物。

4 技术要求

4.1 涂覆织物的物理性能应符合表 18－4 的规定。

表 18－4

项 目			指 标		
			I 型	II 型	III 型
拉伸强度，kN/m					
经向	不小于		8.0		14.0
纬向	不小于		6.0		9.0
耐撕裂性能，N					
经向	不小于		8.0	5.0	18.0
纬向	不小于		10.0	10.0	20.0
涂覆层粘附强度，N/m			700		
抗透水性（30kPa×60min）			不透水		
耐寒性（-20℃×4h，弯曲 180°）			涂覆层无断裂或裂纹		
耐热性（125℃×4h）			涂覆层不发粘、不龟裂		
老化试验	涂覆层粘附强度变化率（70℃×72h），%	降低不多于	30		
	拉伸强度变化率（70℃×72h），%	降低不多于			
硫化程度			涂覆层无胶粘性迹象		

4.2 涂覆织物的整卷特性

4.2.1 长度

涂覆织物整卷长度与段数应符合表 18－5。

表 18－5

整卷长度，m 不少于	段数，段 不多于	最短段长，m	
		宽度不大于 1.0m	宽度 1.0m 以上
40	3	5	3
60	4		
80	6		
100	7		

注：其他整卷长度、段数或段长要求可由供需双方商定。

4.2.2 宽度

涂覆织物宽度由供需双方商定。

4.2.3 厚度或单位面积质量

涂覆织物的厚度或单位面积质量，根据不同的产品类型与不同用途的工作服、服装、雨具而定，可由供需双方商定。

涂覆织物的同幅厚度差应不大于 15%，整卷厚度差应不大于 20%。

4.3 外观质量

4.3.1 涂覆织物的外观应色调均匀、平整光洁，不应有影响外观和使用的任何明显缺陷存在。

4.3.2 涂覆织物在不影响使用和透水性能的原则下，表面存在的外观缺陷见表 18－6。

表 18－6

缺 陷 名 称	一等品	合格品
1 活折皱	不允许	允许轻微 ¹⁾
2 死折皱	不允许	不允许
3 缝接印痕	不允许	允许平整的
4 污渍	不允许	不允许
5 杂质砂粒	不允许	不允许
6 胶粒胶块	不允许	直径不大于 1mm
7 单边卷边	宽度不大于 5mm	宽度不大于 10mm
8 拼布不齐	齐边宽度偏差 不大于 5mm	齐边宽度偏差 不大于 10mm

续表

缺 陷 名 称	一 等 品	合 格 品
9 布边有效涂覆层缺陷	允许两边同时存在，但每边宽度不大于 5mm	允许两边同时存在，但每边宽度不大于 10mm
10 线头	不允许	长度不超过 50mm
11 机械损伤	不允许	不允许
12 粉斑	不允许	允许轻微
13 气道	不允许	允许平整的
14 布面透胶	允许轻微均匀	允许轻微不均匀
15 布纹印痕	不允许	允许轻微均匀

注：①表 18-6 中未列入的外观缺陷可由制造厂技术监督部门或供需双方协议按类似缺陷处理。

②纤维织物的疵点若影响涂覆织物的外观质量与使用时，按表 18-7 中类似外观缺陷处理，或由供需双方商定。

1) 用标准样板进行比较。

4.3.3 表 3 中所规定的缺陷数量，以其所在的涂覆织物的整幅长度表示。对幅宽不大于 1.0m 的涂覆织物，起始值为 0.25m，并以 0.25m 为 1 个计数单位，即当缺陷的长度不大于 0.25m 时，该缺陷计为 0.25m 整幅长度，当缺陷的长度大于 0.25m，不大于 0.50m 时，该缺陷计为 0.50m 整幅长度，以此类推；对幅宽大于 1.0m 的涂覆织物，起始值为 0.10m，并以 0.10m 为 1 个计数单位，即当缺陷的长度不大于 0.10m 时，该缺陷计为 0.10m 整幅长度，当缺陷的长度大于 0.10m，不大于 0.20m 时，该缺陷计为 0.20m 整幅长度，以此类推。

4.3.4 一等品相应外观缺陷的累积整幅长度不得超过整卷长度的 1/4；合格品相应外观缺陷的累积整幅长度不得超过整卷长度的 1/2。

4.3.5 对涂覆织物中出现的密集型或大面积的气泡、脱层、破损、死折皱、缺胶、过硫等无使用价值的外观缺陷，应作为废品处理，并应从整卷涂覆织物中裁去。

5 试验方法

5.1 物理性能试验方法

5.1.1 取样

试样应在离开整卷涂覆织物端部 1.0m 及边缘 10cm 以上取样。并能代表所制造的该批产品。

5.1.2 试样停放与试验的标准环境

涂覆织物所取试样必须按 GB 7539 中环境 A 及停放方法 A 进行。

5.1.3 拉伸强度试验按 GB 5572 进行。

5.1.4 耐撕裂性能试验按 GB 5573 中“单舌法”进行。

5.1.5 涂覆层粘附强度试验按 GB 10720 进行。

5.1.6 抗透水性试验按 GB 5571 中方法 A2 进行。

5.1.7 耐寒性试验按附录 A 进行。

5.1.8 耐热性试验按 GB 7537 中方法 A 进行。

5.1.9 老化试验按 GB 7537 中方法 A 进行, 老化后物理性能测定分别按 GB 5573 及 GB 10720 进行。

5.1.10 硫化程度按附录 B 进行。

5.1.11 整卷长度、宽度、厚度及单位面积质量的测定分别按 GB 7538 中有关规定进行。

5.2 涂覆织物的外观质量用目测方法检查, 用适当的量具测定缺陷长度并按 4.3.3 条的规定计数。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验

产品出厂前应进行外观质量、整卷长度、宽度、厚度及单位面积质量的检验。

6.1.1.1 外观质量

外观质量应按 5.2 条方法检测并应符合 4.3 条要求, 产品应对外观质量实行全检。

6.1.1.2 整卷长度

整卷长度与各卷的段数、段长应符合 4.2.1 条规定, 按 5.1.11 条方法检测, 产品应对整卷长度实行全检。

6.1.1.3 宽度、厚度及单位面积质量

宽度、厚度及单位面积质量应符合 4.2.2 条及 4.2.3 条规定, 按 5.1.11 条方法检测, 每卷涂覆织物分别对其宽度、厚度和单位面积质量取样检查一次。

6.1.2 型式检验

6.1.2.1 有下列情况之一时, 应进行型式检验:

- a. 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定;
- b. 正式生产后, 如结构、配方、材料、工艺有较大改变, 可能影响产品性能时;
- c. 正常生产时, 定期 (不超过 15 天) 或积累一定产量 (不超过 100 000m) 后, 应周期性进行一次检验;
- d. 产品停产半年后, 恢复生产时;
- e. 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

6.1.2.2 产品型式检验的项目为外观质量、整卷长度、宽度、厚度、单位面积质量及

物理性能，物理性能测定的检查批以 15 天产量或不足 100 000m 为一批。

6.2 判定规则

6.2.1 外观质量为全检项目，产品按 4.3 条进行判定和处理，不符合一等品要求的产品可按合格品要求重新检查及处理。

6.2.2 整卷长度为全检项目，产品按 4.2.1 条进行检查及判定，不符合长度、段数及段长要求的卷为不合格卷。

6.2.3 宽度、厚度及单位面积质量的检查为每卷取一次样检测，不符合 4.2.2 及 4.2.3 条要求时，该卷为不合格卷。

6.2.4 物理性能检查对外观为一等品的产品批不允许复查；对外观为合格品的产品批如发现表 1 中任一项不符合要求时，允许在同批产品中再取双倍试样重新检测，检测结果如仍不符合表 1 规定，则该批产品为不合格品。

6.2.5 供需双方若对涂覆织物质量有争议时，应由国家质量机构根据本标准规定及供需双方的质量协议或合同规定进行仲裁。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 每卷涂覆织物端部或其包装袋上应有检验结果的标志，其内容包括：

- a. 制造厂名及商标；
- b. 产品名称；
- c. 产品标准代号；
- d. 产品型号或产品标记；
- e. 制造日期（或编号）或生产批号；
- f. 检验结果或质量等级标志；
- g. 检验员代号。

7.2 整卷涂覆织物应采用适宜材料予以包装，若特殊情况可由供需双方商定。

7.2.1 整卷涂覆织物若需按质量等级进行分等包装，则由供需双方商定。

7.3 涂覆织物在运输和贮存中应避免阳光直射、雨雪浸淋，保持清洁，禁止与酸、碱、油类及有机溶剂等影响涂覆层质量的物质接触，并距离热源 1m 以外。

7.4 涂覆织物应贮存在温度 $-15 \sim +35^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 50% ~ 80% 的通风仓库内。根据不同涂覆织物应采用塔形或井形放在平整的垫木板上面，堆放高度不超过 1.50m，并每季倒翻一次。

7.5 在遵守 7.3 及 7.4 条的规定条件下，制造厂应保证防水橡胶涂覆织物自制造之日起，不超过 18 个月，其质量应符合本标准规定。

附录 A

橡胶涂覆织物低温弯曲试验

(补充件)

A1 试验内容与适用范围

橡胶涂覆织物在规定的低温条件下,承受弯曲 180° 时,出现的断裂或涂覆层龟裂情况的测定方法。适用于测定厚度在 0.1 至 2.20mm 的涂覆织物或制品的低温性能。

A2 试验原理

试样在规定的环境下置放后,在低温箱内暴露一定时间,然后做 180° 弯曲试验,以检查试样的破坏情况。

A3 试验仪器

A3.1 低温箱:低温箱应有一个足够大的工作空间,其大小应能容纳下用于试验的试样玻璃板与手套,并保证弯曲试验的操作能够很方便的在低温箱中进行。低温箱内的温度应控制在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 范围内。

A3.2 玻璃板:用于放置全部试样,其尺寸约 $125\text{mm} \times 175\text{mm} \times 5\text{mm}$,数量为 2 块。

A3.3 手套;3 副,1 副放在和试样相同的温度环境中,用于在低温箱内拿取试样。另 2 副用于室温,戴在冷手套的里面,以便保护操作者。

A4 试样

必须在距涂覆织物边缘 150mm 以内裁剪 3 个试样,试样的尺寸为 $25\text{mm} \times 100\text{mm}$ 。试样的长度应与涂覆织物的经向平行。

A5 涂覆织物从制造到试验的时间间隔

A5.1 对于所有试验,从涂覆织物生产之日起,到试验时的时间间隔不应少于 16h。

A5.2 试验前试样应在温度为 $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $(65 \pm 5)\%$ 或温度为 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ 的标准环境中停放,单面涂覆织物应不少于 16h,双面涂覆织物应不少于 24h。

A6 试验程序

A6.1 将 3 个在标准环境中停放的试样放在玻璃板之间,试样与试样之间应留有足够的间隙,以便在置放过程中让空气通过。把带有试样的玻璃板放在低温箱中适当位置,将手套也放在低温箱内,在试验温度下保持 4h。

A6.2 4h 以后,在低温箱中,从两玻璃板之间一次 1 个取出试样,然后将试样折叠 180° ,再用 5 倍放大镜检查试样的涂覆面有无断裂或裂纹。对双面涂覆织物应检查两面涂覆层。

A7 试验结果

如果 3 个试样的涂覆面均无断裂或裂纹即为合格。如果 3 个试样的涂覆面都出现断裂或裂纹时, 再加试 3 个试样。加试的试样中有 1 个试样出现断裂或裂纹即为不合格品。

附 录 B

硫化程度的测定

(补充件)

B1 试剂和涂覆层聚合物

下列试剂用于列出的涂覆层聚合物。

涂覆层聚合物类型	试 剂	规 格
天然橡胶	二甲苯	化学纯
丁苯橡胶	二甲苯	化学纯
顺丁橡胶	二甲苯	化学纯
聚异戊二烯橡胶	二甲苯	化学纯
乙丙橡胶	二甲苯	化学纯
氯丁橡胶	二甲苯	化学纯
丁基橡胶	二甲苯	化学纯
氯磺化聚乙烯	二甲苯	化学纯
聚氨酯橡胶	丁 酮	化学纯
丁腈橡胶	丁 酮	化学纯
PVC - 丁腈橡胶	丁 酮	化学纯

B2 试样的制备

从样品上切取 3 个试样, 如果待试材料是双面橡胶涂覆织物, 则切取 6 个试样。每个试样尺寸为 100mm × 100mm, 在样品宽度上均匀分布切取试样, 但不得在距边缘 200mm 以内取样。

B3 试验程序

当夹胶涂覆织物进行试验时, 应移去足够的表面纤维织物以便进行试验。将 B1 中规定的有关试剂 1.0mL 滴到试样中心, 用一块直径为 50mm 的表面皿盖上试剂的涂覆面。经过 120s 之后, 确保手指干燥、干净, 取走表面皿, 并用手摸涂覆聚合物表面检查胶粘性迹象。

B4 结果表示

记录涂覆层聚合物表面的胶粘性迹象。

第四节 橡胶或塑料涂覆织物——拉伸强度和扯断伸长率的测定

HG/T 2580—94

本标准等效采用国际标准 ISO 1421 : 1977 《橡胶或塑料涂覆织物——拉伸强度和扯断伸长率的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶或塑料涂覆织物拉伸强度和扯断伸长率的测定方法。

本标准适用于橡胶或塑料涂覆织物条状的干试样或湿试样拉伸强度和扯断伸长率的测定。

本标准不适用于网眼布和针织布为底布的涂覆织物。

2 引用标准

GB/T 7538 橡胶涂覆织物整卷特性的测定

GB/T 7539 橡胶涂覆织物停放与试验的标准环境

HG/T 2369 橡塑拉力试验机技术条件

3 仪器

本标准允许采用下列几种类型拉力试验机：

- a. 恒速加荷拉力试验机 (CRL)；
- b. 恒速牵引拉力试验机 (CRT)；
- c. 恒速伸长试样拉力试验机 (CRE)。

3.1 一般要求

使用的拉力试验机应具有指示或记录试样扯断时的最大负荷及相应伸长的装置。在使用条件下，在试验机所用量程内的任意点上，指示或记录的最大夹持间距的误差不超过 1mm。拉力机应符合 HG/T 2369 的规定，其测力精度应达到 B 级。两夹持器的中点应位于拉伸线上，夹持线应垂直于拉伸线。两夹持器的夹持面应在同一平面内，并略宽于所准备的试样。夹持器应牢固地夹住试样使之不滑动，但不应夹断或损坏试样。若平面夹持器加用衬垫材料也夹不住试样时，也可采用带有槽或齿的夹持器。

3.2 恒速加荷拉力试验机

试样承受预定的等加负荷的拉力，使其平均断裂时间符合规定的限度，试验开始 10s 后，加荷速率与整个试验期间平均加荷速率的差别不应大于 25%。试验机应在 $60 \pm$

10s 之内达到所要求的负荷。所要求的负荷应是规定的扯断负荷, 如果未规定最小扯断负荷时, 也可以从试探试验中得出平均扯断负荷。

3.3 恒速牵引拉力试验机

以等速牵引的夹持器对试样不断增加拉力, 并使平均断裂时间符合规定的限度。试验开始 5s 后, 拉伸夹持器在任意 2s 间隔内移动的平均速度相差不应大于 5%。拉伸夹持器的移动速度应为 $100 \pm 10\text{mm/min}$ 。

3.4 恒速伸长试样拉力试验机

试样在规定的等速下伸长, 并使其断裂时间在规定的限度内。这类试验机, 夹持器的分离速度与材料的伸长率无关。试验时, 拉伸夹持器的速度应在 $60 \pm 10\text{s}$ 内将试样拉断。

4 试样

4.1 样品从距经向边最小距离 0.1m, 距涂覆织物端部不少于 1m 处裁取, 其数量应满足经、纬向各裁 5 个以上试样的要求。所取样品不应有织物断裂、穿孔、胶层损伤、绉折等缺陷。

4.2 按 4.1 条规定取得的样品, 每批长 500 ~ 600mm。裁取经向试样时, 试样的长度方向平行于涂覆织物的经向; 裁取纬向试样时, 试样的长度方向平行于涂覆织物的纬向。

4.3 由样品切取的条状试样, 其宽度为 50mm, 长度为 350 ~ 400mm。只要有可能, 要将裁边多余的经纬线去掉, 以保证纱线与试样平行。如果在沿纱线方向产生弯曲或扭曲等畸变时, 应在试验报告中予以注明。

4.4 当试样拉伸强度较大, 即超过 40kN/m 或样品的量较少时, 可采用宽度为 25、20、10mm 的试样, 并在试验报告中注明。其试验结果与宽度为 50mm 的试验结果不能互相比较。

5 调节

5.1 试样从制造到试验之间的时间间隔不得少于 16h, 但不应超过 3 个月。在其他情况下, 应自订购方收货之日起 2 个月内完成试验。在进行比较鉴定时, 试验应在相同的时间间隔进行。

5.2 样品在进行调节时, 应放置在 GB/T 7539 所规定的标准环境下。

5.3 如果用湿试样进行测定, 则要将试样完全浸入浓度不超过 0.1% (体积比) 的乙醇蒸馏水溶液中, 在 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 下至少浸渍 1h。试样在浸渍前裁好, 试样取出后用水彻底清洗, 然后用吸水纸夹住吸干, 在 1min 内进行试验。

6 试验步骤

6.1 开动拉力试验机, 调整记录装置或负荷盘等装置的零点。

6.2 将拉力试验机上、下夹持器之间的距离调整为 $200 \pm 1\text{mm}$, 在夹持器中央夹上试

样，使其纵向中心线通过夹持面的中心线。按试样厚度确定预加负荷，使试样预伸长。

- a. 厚度为 0.25mm 及其以下的试样：2N (200gf)；
- b. 厚度为 0.25 ~ 0.50mm (含 0.50mm) 的试样：5N (500gf)；
- c. 厚度为 0.5mm 以上的试样：10N (1 000gf)。

6.3 试样厚度的测量可按 GB/T 7538 的有关规定进行。

6.4 夹紧试样，启动拉伸夹持器，按规定的速度拉伸试样，直至试样断裂。记录试样的拉伸强度和扯断伸长率的数值。

6.5 对每一试样重复上述步骤。当试样发生滑动时，其试验结果舍弃，并补充试样。当试样断在夹持器处时，也应补充试样。补充试样应尽量在相近部位裁取。重复上述试验步骤，直至达到 5 个试验结果。若补充 10 个试样仍未达到 5 个试验结果可停止试验，取所有试样试验结果的平均值，并在试验报告中注明。

7 试验结果

7.1 经向和纬向拉伸强度以 kN/m 的表示。取每一方向 5 个试样的算术平均值，计算精确到 1N。

7.2 每个试样的扯断伸长率按式 (1) 计算：

$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中： ϵ ——扯断伸长率，%；

L ——试样扯断时的长度，mm；

L_0 ——试样初始夹持间距，mm。

计算每个方向 5 个试样扯断伸长率的算术平均值，以 % 表示。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a. 试样的名称或代号；
- b. 试验依据的标准名称或编号；
- c. 所用试验机的类型，即 CRL、CRT 或 CRE 型；
- d. 试验室温度、湿度；
- e. 试验结果（若采用湿试样试验应予以注明）；
- f. 试验日期；
- g. 试验者；
- h. 审核者。

第五节 橡胶或塑料涂覆织物静态耐臭氧龟裂性能的测定

HG/T 2716—1995

本标准等效采用国际标准 ISO 3011—1981《橡胶或塑料涂覆织物—静态耐臭氧龟裂性能的测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶或塑料涂覆织物静态耐臭氧龟裂性能的测定方法。

本标准适用于橡胶或塑料涂覆织物在静态应变状态下暴露于含有规定浓度、温度、湿度的臭氧空气中，并在无直射阳光存在的环境下进行老化试验。

2 引用标准

GB/T 7762 硫化橡胶耐臭氧老化试验 静态拉伸试验法

3 仪器

3.1 试验箱

试验箱及其附属装置应符合国家标准 GB/T 7762 之规定。

3.2 试样夹持器

试样夹持器由一根轴和一套夹具构成（见图 18-2）。轴的直径约是试样厚度的 2 倍、5 倍、10 倍或 20 倍。可由有关各方商定，但不得小于 0.8mm，轴和夹具应由不吸收臭氧的表面光洁度好的材料制成，如不锈钢、铝合金或涂覆不吸收臭氧的涂料的木材。

4 试样

4.1 试样尺寸

试样尺寸应满足耐臭氧试验后测定其他项目及不同试样的对比试验要求。采用的试样尺寸可为长 100mm、宽 25mm。

4.2 取样

试样的截取应至少距涂覆织物边 0.1m，距涂覆织物端头 1m。取样应具有整批涂覆织物的代表性，不得在有明显表面缺陷处截取。

4.3 试样数量

在涂覆织物的每一涂覆面的经向与纬向上各截取三个试样。

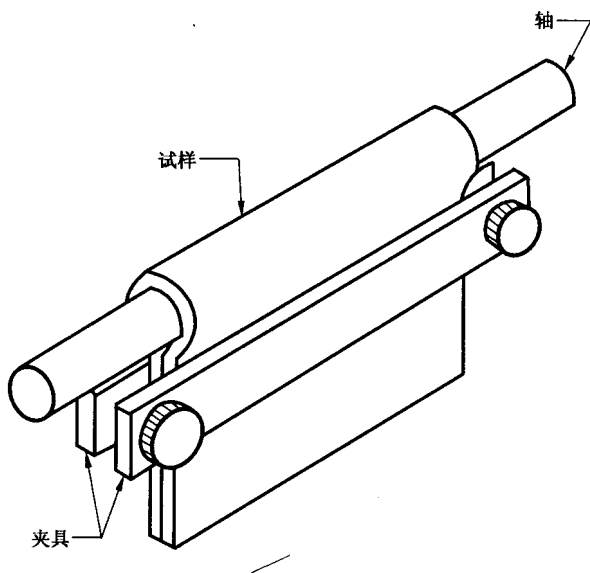


图 18-2 试样夹持器

5 试样从制造到试验的时间间隔

除另有技术规定，应按下列间隔时间要求：

对于所有试验，从制造到试验之间的最短间隔时间应为 16h；

对于非制品试验，从制造到试验的最长间隔时间为四周；而对比试验，应在相同的间隔时间内进行；

对制品试验，只要可能，从制造到试验之间的时间应不超过三个月；在其他情况下，试验应在用户收货之日起两个月内完成。

6 试验条件

6.1 臭氧浓度

臭氧浓度应按 GB/T 7762 中 5.1 的规定进行。

臭氧浓度的测定方法，应按 GB/T 7762 附录 A 的规定进行。

6.2 温度

试验温度应按 GB/T 7762 中 5.2 的规定。

6.3 试样在应力状态下的安装及环境调节

把试样包在轴上，使试验面朝外，试样两端用夹具夹持。其松紧程度为恰好使轴在试样里面自由转动。

厚度相同的数个试样可以包在同一根轴上。

装配在轴上的试样应置放在实际上存在臭氧的无通风的环境中，在标准试验室温度

下达 24h^① ~ 48h。

6.4 流速（或流量）

流速应按 GB/T 7762 中 5.4 进行。

6.5 相对湿度

含有臭氧空气的相对湿度，除特殊要求，一般不应超过 65%。

7 试验程序

7.1 按要求调节试验箱的温度，待升到预定温度后，将经环境调节后的试样放入试验箱中，各试样之间及试样与箱壁之间应保持不小于 10mm 的距离。

7.2 将调节好流速（或流量）的含规定臭氧浓度的空气通入试验箱内，并开始记录试验时间。

7.3 应采用 5 倍至 10 倍的放大镜定期检查，检查时应采用适当的光源照明试样，放大镜可以装在试验箱内适当的位置上，也可以从试验箱内取出试样做短时间的检查，进行检查时，不要触摸试样。

8 试验结果

试验结果取两个试样第一次出现龟裂的时间，或者报告不出现龟裂的试验时间。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准编号或标准名称；
- b) 试样名称；
- c) 试样厚度及轴直径；
- d) 臭氧浓度及测定方法；
- e) 试验温度；
- f) 试验结果；
- g) 试验日期；
- h) 试验者及审核者。

① ISO 3011 只规定在标准试验室温度下达 48h。

第六节 城镇燃气调压器用橡胶膜片

HG 2807—1996

1 范围

本标准规定了城镇燃气（不包括家用液化石油气）调压器用橡胶膜片（以下简称膜片）的分类、规格尺寸、产品标记、技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于由织物或针织物增强的城镇燃气调压器橡胶材料制成的膜片。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效，所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—1992 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定

GB/T 531—1992 硫化橡胶邵尔 A 硬度试验方法（neq ISO 7619：1986）

GB/T 1682—1994 硫化橡胶低温脆性的测定 单试样法

GB/T 1690—1992 硫化橡胶耐液体试验方法（neq ISO 1817：1985）

GB/T 3512—1983（1989） 橡胶热空气老化试验方法（neq ISO 188：1976）

GB/T 5721—1993 橡胶密封制品标志、包装、运输、贮存的一般规定

GB/T 7539—1987 橡胶涂覆织物停放与试验的标准环境（neq ISO 2231：1973）

GB/T 7759—1987 硫化橡胶在常温和高温下恒定形变压缩永久变形的测定（neq ISO 815：1972）

GB/T 7762—1987 硫化橡胶耐臭氧老化试验 静态拉伸试验法（neq ISO 1431/1：1980）

GB/T 13934—1992 硫化橡胶屈挠龟裂的测定（neq ISO 132：1983）

3 产品分类

3.1 膜片按形状分为碟形、平形和卷曲形三种（见图 18-3）。

3.2 膜片按使用要求分为普通型和低温型。普通型的工作温度在 $-20^{\circ}\text{C} \sim +50^{\circ}\text{C}$ ，低温型的工作温度在 $-35^{\circ}\text{C} \sim +50^{\circ}\text{C}$ 。

3.3 膜片的规格尺寸由供需双方商定。

3.4 膜片标记采用汉语拼音字母词头表示，即：“产品名称、型别、标准号”。

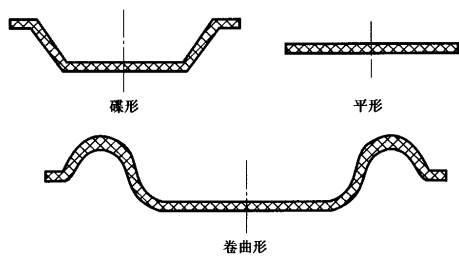
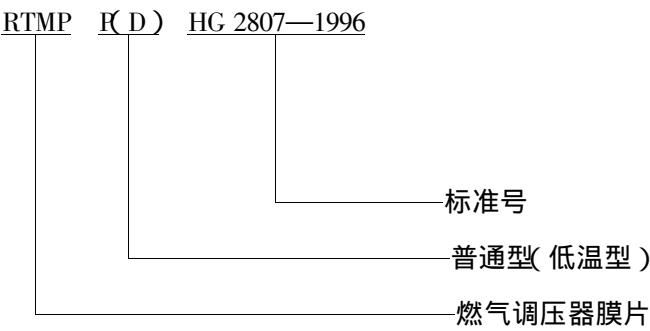


图 18-3 膜片结构示意图

示例：



4 技术要求

4.1 橡胶材料的性能应符合表 18-7 的规定。

表 18-7 橡胶材料性能

项 目		指 标	
		普通型	低温型
拉伸强度/MPa	不小于	7.0	
扯断伸长率/%	不小于	300	
硬度（邵尔 A 或国际硬度）/（度或 IRHD）		55±5	
屈烧龟裂/万次	不少于	2.0	
脆性温度/℃	不高于	- 25	- 45
耐臭氧（30±2℃×24h），（50±5）pphm		无龟裂	
热空气老化（70℃×24h），拉伸强度变化率/%	不小于	- 15	
压缩永久变形/%			
（- 20±1）℃×72h	不大于	40	
（+ 23±2）℃×72h	不大于	20	

续表

项 目	指 标	
	普通型	低温型
(+ 60 ± 1)℃ × 24h 不大于	25	

4.2 膜片的性能应符合表 18-8 的规定。

表 18-8 膜片性能

项 目		指 标	
		普通型	低温型
耐液体 (23℃ × 168h) , %			
质量变化率	不大于	20	
体积变化率	不大于	30	
耐液体再干后 (100℃ × 3h) , %			
质量变化率	不大于	10	
体积变化率	不大于	15	
耐压 / MPa		0.1 ~ 0.2	
耐低温 ,℃	不高于	- 20	- 35
耐久性 , 万次	不少于	3	

4.3 膜片的外观质量应符合表 18-9。

表 18-9 膜片的外观质量

缺 陷 名 称	要 求
气 泡	工作面不允许有
露 布	
透 光	不允许有
橡胶与织物脱层	
模 痕	允许有轻微机械加工划痕及模痕
明 疤	厚度超过 1.0mm 以上的膜片，在非工作面允许有深度不超过厚度的 10%，面积不大于 20mm ² 3 处，但不允许在正反两面同一部位出现
表面打褶	不允许有

5 试验方法

5.1 橡胶材料性能试验方法

5.1.1 拉伸强度、扯断伸长率，按 GB/T 528 的规定进行。

- 5.1.2 硬度的测定,按 GB/T 531 的规定进行。
- 5.1.3 脆性温度试验,按 GB/T 1682 的规定进行。
- 5.1.4 热空气老化试验,按 GB/T 3512 的规定进行。
- 5.1.5 压缩永久变形试验,按 GB/T 7759 的规定进行。
- 5.1.6 耐臭氧试验,按 GB/T 7762 的规定进行。
- 5.1.7 屈挠龟裂试验,按 GB/T 13934 的规定进行。

5.2 膜片性能试验

5.2.1 膜片耐液体试验

浸渍试样的液体为:异辛烷/甲苯,70/30(体积比),每组试样不少于3个,规格为:25mm×25mm,将试样在70℃下预处理(16 ± 1)h,然后在(23 ± 2)℃和168h下进行溶胀,溶胀后用吸水纸擦干(30s),然后进行称量,计算质量变化率和体积变化率。

溶胀再干后的性能试验。将上述溶胀后的试样在(23 ± 2)℃温度下停放24h,立即在(100 ± 2)℃温度下干燥3h,然后进行称量,计算质量变化率和体积变化率。

5.2.2 膜片的耐压试验

调压器及指挥器的橡胶膜片,应能承受0.1或0.2MPa的气压。

将调压器的调节弹簧卸下,从调压器的出口侧充气加压至0.1或0.2MPa(根据不同的膜片)持续3min,膜片不得出现泄漏和其他异常。

5.2.3 膜片的耐低温试验

膜片在GB/T 7539规定的标准环境中调节后,再放入-35℃低温箱中持续1h,膜片不应出现硬化现象。

5.2.4 膜片的耐久性试验

将调压器及指挥器下膜腔压力控制在0.01MPa,模拟运行状态连续拉、压阀杆3万次后膜片应能满足技术要求。

5.2.5 膜片的外观质量

用目视方法。

6 检验规则

6.1 橡胶材料

生产用橡胶材料按表1规定进行性能检验。拉伸强度、扯断伸长率、硬度每一个配料量进行一次检验。其他性能的检验周期为:脆性温度、热空气老化、压缩永久变形中的常温、高温每季度检验一次;耐臭氧、曲挠龟裂、压缩永久变形中的低温每年检验一次。当检验结果有一项不合格时,应取双倍试样复试,复试合格后方可投入生产。

6.2 膜片

6.2.1 每个膜片外观质量按照表3规定逐项检验,有一项不合格即为不合格品。

6.2.2 膜片的性能按照表2规定每项试验抽取3片,耐液体试验、耐压试验、耐低温

试验、耐久性试验每年检验一次。当试验结果有一项不合格时，应取双倍试样复试，若复试仍不合格，则该批次产品为不合格品。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志、运输和贮存

按 GB/T 5721 规定进行。

7.2 包装

膜片的内包装采用聚乙烯塑料袋包装，集中装入纸箱内，每箱数量可根据膜片的规格而定。

第七节 普通胶印橡皮布

HG/T 2808—1996

1 范围

本标准规定了普通胶印橡皮布（以下简称橡皮布）的产品结构、规格、技术要求、试验方法、检验规则、产品包装及贮运等要求。

本标准适用于印刷速度为 10 000 r/h 以下的单张纸胶印机使用的普通胶印橡皮布。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 532—1989 硫化橡胶和织物粘着强度的测定（neq ISO 36：1985）

HG/T 2580—1994 橡胶或塑料涂覆织物拉伸强度和扯断伸长率的测定（eqv ISO 1421：1977）

3 定义

本标准采用下列定义。

平整度 smoothness

橡皮布单块规格内厚度的最大差值。

4 结构

图 18-4 中所示橡皮布的结构。由一层表面胶和多层织物涂胶贴合硫化而成。

5 规格

橡皮布的规格按成品的宽度（纬向长度）和长度（经向长度）来区分（见表 18-

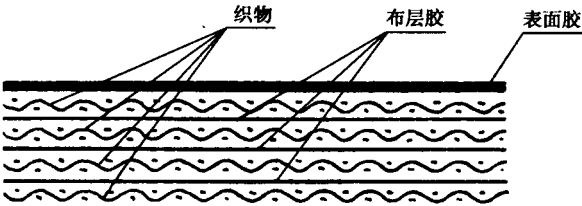


图 18-4 橡皮布的结构

10)。

表 18-10 橡皮布的规格

项 目	规 格	
	全 张	对 开
纬向长度	1 220	915
经向长度		
厚 度	1.85	

注：超出表中规格的由供需双方协商确定。

6 技术要求

6.1 外观质量

表 18-11 中给出橡皮布的外观质量要求。

表 18-11 橡皮布的外观质量要求

序号	缺陷名称	等 级	
		一 等 品	合 格 品
1	表面胶杂质	无	缺陷最大尺寸不大于 0.8mm $S < 0.7\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 1 个 $0.7\text{m}^2 < S < 1\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 2 个 $1\text{m}^2 < S < 1.5\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 3 个 $S > 1.5\text{m}^2$ (包括成卷) 缺陷数量不多于 3 个/ m^2
2	表面胶凹陷	无	缺陷最大尺寸不大于 3mm, 深度小于 0.04mm $S < 1\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 1 个 $1\text{m}^2 < S < 1.5\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 2 个 $S > 1.5\text{m}^2$ (包括成卷) 缺陷数量不多于 2 个/ m^2
3	表面胶磨痕	无	允许有轻微的磨削印痕, 但不得超出平整度规定
4	表面色调不匀	不允许	允许有轻微
5	表面胶海绵微孔及气泡	无	

续表

序号	缺陷名称	等 级	
		一等品	合 格 品
6	底布凹陷	无	缺陷最大尺寸不大于 2.0mm，深度小于 0.3mm $S < 0.7\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 1 个 $0.7\text{m}^2 < S < 1\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 2 个 $1\text{m}^2 < S < 1.5\text{m}^2$ 缺陷数量不多于 3 个 $S > 1.5\text{m}^2$ （包括成卷）缺陷数量不多于 3 个/ m^2
7	底布起折子，撕裂脱层	无	
8	底布污染	允许有轻微	
注：1. S 为橡皮布的面积。 2. 每张合格品只允许同时存在二项缺陷。1.6 缺陷数量总和 $S < 1\text{m}^2$ 不多于 2 个， $1\text{m}^2 < S < 1.5\text{m}^2$ 不多于 3 个， $S > 1.5\text{m}^2$ （包括成卷）不多于 3 个/ m^2 。			

6.2 尺寸偏差

表 18－12 中给出单块橡皮布的经纬向长度（统称为边长）和厚度的极限偏差，以及平整度的要求。

表 18－12

尺寸偏差

mm

项 目	规 格	极 限 偏 差
边 长	不大于 1 000	± 3
	大于 1 000	± 4
厚 度	1.85	± 0.05
平 整 度	不大于 0.04	

橡皮布的相交两边应成直角，两对角线长度之差不大于较长对角线的 0.5%。

6.3 物理性能

表 18－13 中给出橡皮布的物理性能要求。

表 18－13

橡皮布的物理性能

项 目		指 标
经向拉伸强度/（N/mm）	不小于	70
经向扯断伸长率/%	不大于	10
经向定负荷伸长率/%	不大于	2.5
布层间粘合强度（N/mm）	不小于	1.0

续表

项 目	指 标
表面胶浸润溶剂质量变化率 120# 汽油:苯 = 75:25 (体积比),% (23 ± 2)℃ × 24h	不大于 10

7 试验方法

- 7.1 橡皮布的外观质量检查，用目测法，缺陷尺寸用精度为 0.02mm 的千分卡和精度为 0.01mm 的厚度计测量。
- 7.2 橡皮布的经纬向长度和对角线长度，用最小刻度为 1mm 的卷尺测量。将橡皮布放平，在不受拉力的情况下，测相邻两个角之间的距离，即为经向或纬向长度，测非相邻两个角之间的距离，即为对角线长度。
- 7.3 橡皮布的厚度、平整度，用精度为 0.01mm 厚度计测量，沿橡皮布四周在距各边 100 ~ 150mm 处各测 1 ~ 2 个点，共测 6 个点，厚度取其均值；平整度为 6 个测量值的最大差值。
- 7.4 橡皮布经向拉伸强度、扯断伸长率试验，按 HG/T T2580 进行，试样宽度取 25mm。
- 7.5 橡皮布定负荷伸长率试验，按附录 A 进行。
- 7.6 布层间粘合强度试验，按 GB/T 532 进行。
- 7.7 表面胶浸润溶剂质量变化率试验，按附录 B 进行。

8 检验规则

- 8.1 橡皮布的外观质量，经向长度、纬向长度、厚度及平整度，应逐块（卷）检验。
- 8.2 以不多于 1 000m 橡皮布为一批，每批应抽样做物理性能试验，但每月不得少于一次。
- 8.3 在物理性能检验中，如某项性能不符合标准，应在同批产品中另取两倍试样对该项性能进行复试，如复试试样中有一个试样仍不符合标准，则该批产品为不合格品。

9 标志、包装、运输和贮存

- 9.1 每块（卷）橡皮布的底布面应有一根蓝色的经向标志线，并有不褪色的下列标志：
- a) 制造厂名；
 - b) 产品名称和规格；
 - c) 本标准编号；
 - d) 生产日期；
 - e) 质量等级。
- 9.2 橡皮布卷取后用牛皮纸和塑料袋包好，外面再用纸箱包装，打捆。每卷应附有一张产品合格证，产品合格证应注明：

- a) 产品名称；
- b) 产品规格；
- c) 产品批号；
- d) 产品数量；
- e) 质量等级；
- f) 检验员代号；
- g) 生产日期；
- h) 产品标准号；
- i) 商标。

9.3 在运输和贮运时，禁止与酸、碱、油类及有机溶剂等影响产品质量的物质接触，并避免阳光照射和雨雪浸淋，距热源应在 2m 以上，在运输过程中应轻拿轻放，不得损伤包装箱，以防机械损伤产品。

9.4 产品贮存时，库内应保持清洁，库内温度应在 $-10^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度应在 80% 以下。

附 录 A

(标准的附录)

橡皮布定负荷伸长率试验方法

A1 试验仪器

试验仪器为满足下列要求的拉力试验机。

使用的拉力试验机应具有指示或记录试样所受负荷及相应伸长的装置。指示或记录的最大夹持间距的误差不超过 1mm。拉伸夹持器的移动速度为 $(100 \pm 10) \text{ mm/min}$ 。

A2 试样

试样取外观质量合格产品，距成卷产品首端或末端不少于 1m，距产品两边不少于 100mm 处裁取，试样的轴线应与产品的经线方向平行。试样宽度为 $(50 \pm 1) \text{ mm}$ ，长度为 350mm ~ 400mm。在试样上划两条标线，标距为 250mm。

A3 调节和试验条件

取样应在产品制造出来至少 24h 后取，并在试验温度下调节至少 16h 后裁取。

试验的温度条件为 $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

A4 试验程序

将试样两端分别夹于试验机两个夹持器上，试样轴线应与力的方向一致。下夹持器以 100 mm/min 的速度向下拉伸，直至给试样施加的负荷达到 $(1\,000 \pm 20) \text{ N}$ ，并在该

负荷下保持 10 min，记录试样两标线间的距离。

A5 结果表示

定负荷伸长率由式 (A1) 计算：

$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0} \dots\dots\dots (A1)$$

式中：ε——定负荷伸长率，%；

L_0 ——试样初始标距，mm；

L ——试样拉伸后标距，mm。

以三个经向试样各自定负荷伸长率的平均值作为试验结果。

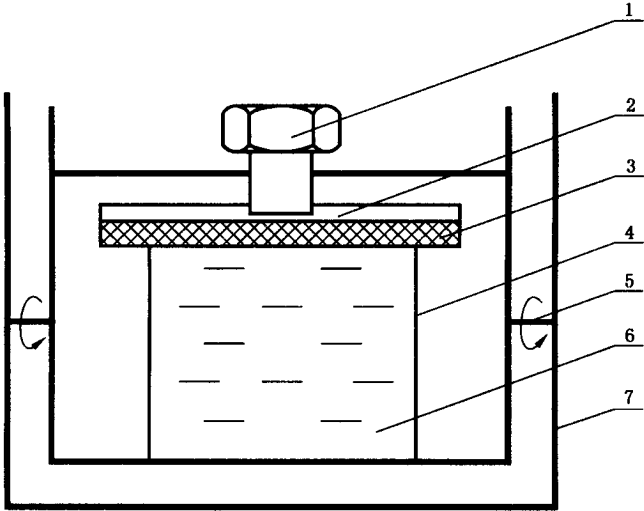
附 录 B

(标准的附录)

橡皮布表面胶浸润溶剂质量变化率试验方法

B1 装置

试验装置如图 B1 所示。铁杯 4 及其固定架通过轴 5 可转动，铁杯内径 φ35.5mm，内高度为 27.5mm，铁盖直径为 φ47mm。



1—螺帽；2—铁盖；3—试样；4—铁杯；5—转动轴；6—溶剂；7—试验架



图 B1 表面胶浸润溶剂质量变化率试验装置

B2 试样

在外观没有缺陷的产品上裁取圆形试样，试样尺寸 φ (47 ± 1) mm。

B3 调节及试验条件

同附录 A。

B4 试验程序

试样用分析天平称量, (精确至 0.1mg), 称量后将试样橡胶面紧贴装满溶剂的杯口, 加上铁盖, 拧紧螺帽。将铁杯倒置, 经过规定的浸泡时间。将试样取出, 用吸水纸将橡皮布表面溶剂吸干, 立即称量。

B5 结果表示

橡皮布表面胶浸润溶剂质量变化率由式 (B1) 计算:

$$\Delta W = \frac{W - W_0}{W_0} \times 100 \dots\dots\dots (B1)$$

式中: ΔW ——质量变化率, %;

W_0 ——浸润前试样的质量, g;

W ——浸润后试样的质量, g;

以三个试样各自的质量变化率的平均值作为试验结果。

第八节 橡胶或塑料涂覆织物调节 和试验的标准环境

Rubber – or plastics – coated fabrics – standard
atmospheres for conditioning and testing

HG/T 2867—1997

idt ISO 2231:1989 (1994)

1 范围

本标准规定了橡胶或塑料涂覆织物的调节要求和调节方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

ISO 554:1976 调节和/或试验的标准环境——规范 (见附录 A)

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 参比环境 reference atmosphere

为一理论环境。如果已知其相关的换算系数,则在不同环境条件下测得的特征值可与此理论环境相联系。

注:标准参比环境在 ISO 554 中做了规定。

3.2 调节和试验的标准环境 Standard atmosphere for conditioning and for testing

进行试验的实际环境。

3.3 调节方法 method of conditioning

涂覆织物进行试验时的环境特征以及暴露于该环境中的时间。

3.4 标准条件 standard condition

涂覆织物在调节和试验的标准环境中达到平衡状态时的条件。

3.5 水分平衡 moisture equilibrium

涂覆织物暴露于流动的空气中之后,达到质量上无明显变化时的平衡。

4 预调节

当织物底布为强吸湿性材料,或试验方法要求精确度高时,应将试样放在相对湿度不大于 10%,温度为 60℃~70℃的环境中进行预调节,使试样达到平衡(见 3.5)。

注:相对湿度为 65%,温度为 20℃的空气,在恒定压力下加热到 60℃~70℃时,相对湿度大约为 5%,温度再高将导致某些涂覆层发生变化。

5 试验环境的特征

根据每项试验或材料所规定的标准或规范,选用下列诸环境中的一种。对于这些环境的选择与我国的采用惯例和不同的应用有关,并应在试验报告中说明。

5.1 环境 A

——温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;

——相对湿度为 $65\% \pm 5\%$ 。

5.2 环境 B

——温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;

——相对湿度为 $50\% \pm 5\%$ 。

5.3 环境 C (热带地区)

——温度为 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;

——相对湿度为 $65\% \pm 5\%$ 。

5.4 环境 D (仅控制温度)

——温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 环境 E（仅控制热带温度）

——温度为 27℃ ± 2℃。

6 调节方法

根据每项试验或材料所规定的标准或规范，选用下列调节方法中的一种。

6.1 调节方法 1

试样应自由暴露于标准环境 A、B 或 C 中，直至达到平衡状态为止。自由暴露于流动空气中的试样逐次质量（每次间隔时间为 2h）相差小于 0.1%，即认为是达到了本标准环境下的平衡状态。

对于单面涂覆织物，建议最少暴露 16h。

对于双面涂覆织物，建议最少暴露 24h。

6.2 调节方法 2

试样应自由暴露于标准环境 D 或 E 中，暴露时间为 3h。

附 录 A
(标准的附录)

调节和/或试验的标准环境——规范

A0 引言

规定一种单一的调节和/或试验用的标准环境是最理想的。但是，由于气候的各种各样，以及由于难以将不同的试验和/或调节环境条件下得到的试验结果换算成该单一——标准环境的数值，所以，规定单一标准环境是不可能的。

但是，在执行本国际标准时，最好使每一个试验项目从本文件规定的环境中选择一种环境。

A1 适用范围

本国际标准规定了三种调节和/或试验的标准环境，它们与通常的环境条件相差并不悬殊。

A2 规范

A2.1 调节和/或试验的标准环境

表 A1

表示方法	温度/℃	相对湿度/%	压力/kPa	备 注
23/50	23	50	86 和 106 之间	推荐环境
27/65	27	65		适用热带国家
20/65	20	65		用于某些特定场合

A2.2 公差

表 A2

公 差	温度/℃	相对湿度/%
标准公差（宽公差）	± 2	± 5°
小公差（窄公差）	± 1	± 2°

※ 这样以来，相对湿度的公差范围即：

——标准公差：45% ~ 55%和 60% ~ 70% ；

——小公差：48% ~ 52%和 63% ~ 67%。

第九节 变压器用橡胶隔膜

Rubber diaphragm for transformer

HG/T 2868—1997

1 范围

本标准规定了变压器用橡胶隔膜（简称隔膜——下同）的技术要求、抽样和试验方法及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于工作温度为 - 40℃ ~ 90℃，用橡胶涂覆织物制成的各类变压器用隔膜。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文，本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—1992 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定

GB/T 531—1992 硫化橡胶邵尔 A 硬度试验方法（ neq ISO 7619：1986）

GB/T 1682—1994 硫化橡胶低温脆性的测定 单试样法

GB/T 1690—1992 硫化橡胶耐液体试验方法（ neq ISO 1817：1985）

GB/T 3512—1989 橡胶热空气老化试验方法（ neq ISO 188：1976）

GB/T 7538—1987 橡胶涂覆织物整卷特性的测定（ eqv ISO 2286：1972）

GB/T 10720—1989 橡胶或塑料涂覆织物涂覆层粘附强度的测定（ eqv ISO 2411：1987）

1973)

HG/T 2580—1994 橡胶或塑料涂覆织物拉伸强度和扯断伸长率的测定 (eqv ISO 1421 : 1977)

3 结构和分类

3.1 结构

隔膜的结构应符合使用方提供的图样要求。

3.2 分类

隔膜分为以下三种类型：

- A 型：变压器用油枕隔膜；
- B 型：互感器用隔膜；
- C 型：油位器用隔膜。

4 要求

4.1 材料

4.1.1 制造隔膜用胶料的性能在表 18－14 中给出。

表 18－14 胶料的性能

项 目 名 称		性 能 要 求
拉伸强度/MPa	不小于	10
扯断伸长率/%	不小于	300
邵尔 A 硬度/度		65 ± 5
变压器油，70℃ × 48h，体积变化率/%		－ 8 ~ 0
脆性温度/℃	不高于	－ 40
变压器油，100℃ × 24h		
拉伸强度变化率/%	不大于	20
扯断伸长变化率/%	不小于	－ 25
热空气老化，100℃ × 72h		
拉伸强度变化率/%	不大于	25
扯断伸长变化率/%	不小于	－ 30

4.1.2 制造隔膜用主体涂覆织物的性能在表 18－15 中给出。

表 18－15 涂覆织物的性能

项 目 名 称		性 能 要 求
厚度/mm	不大于	0.80
拉伸强度/ (kN/m)	不小于	15
粘附强度/ (kN/m)	不小于	1.0

4.1.3 制造隔膜用橡胶模压件应符合图样的有关规定。

4.2 尺寸

隔膜尺寸应符合使用方提供的图样要求。

4.3 外观

4.3.1 隔膜的外表面应保持清洁,不允许有针眼、织物断裂、露布、气泡、开胶、离层、毛边、死褶等缺陷。

4.3.2 隔膜搭接宽度不小于 15mm。

4.3.3 不符合上述规定的缺陷允许修补。其中:A型隔膜每平方米的外表面允许修补二处;B型隔膜允许修补一处。每处修补补疤面积不大于 50cm²。C型隔膜不允许修补。

4.4 气密性

隔膜在正常情况下,充入 2.0kPa 压力的空气,停放 30min,不应有漏气现象。

5 抽样和试验方法

5.1 抽样

5.1.1 制造隔膜用的胶料五辊为一批,逐批按 4.1.1 的规定进行试验,其中 100℃变压器油试验和热空气老化试验每月抽检一次,试验中有任何一项不合格时,应取双信试样重复该项试验。若仍不合格,允许该批胶料改为逐辊全项试验,不合格者剔除。

5.1.2 隔膜用橡胶涂覆织物以连续生产 500m 为一批。逐批按 4.1.2 的规定进行试验。当试验结果有任何一项不合格时,应从该卷取双信试样重复该项试验。若仍不合格时,则逐卷取料试验,不合格者剔除。

5.2 试验方法

5.2.1 制造隔膜用胶料性能试验

5.2.1.1 拉伸强度、扯断伸长率,按 GB/T 528 进行。

5.2.1.2 硬度,按 GB/T 531 进行。

5.2.1.3 耐变压器油试验,按 GB/T 1690 进行。

5.2.1.4 脆性温度试验,按 GB/T 1682 进行。

5.2.1.5 100℃变压器油老化试验,按 GB/T 3512 进行。

5.2.1.6 热空气老化试验,按 GB/T 3512 进行。

5.2.2 制造隔膜用橡胶涂覆织物性能试验

5.2.2.1 厚度,按 GB/T 7538 进行。

5.2.2.2 拉伸强度,按 HG/T 2580 进行。

5.2.2.3 粘附强度,按 GB/T 10720 进行。

5.2.3 隔膜性能试验

5.2.3.1 外观用自视法检查,尺寸用钢尺测量。

5.2.3.2 气密性采用下述方法：

在室温和无约束的状态下向隔膜内缓缓充入压缩空气，停放 30min 稳压至 2.0kPa，在其外表面涂上肥皂水观察有无气泡产生。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

每个隔膜的外表面应在按图样规定的部位上有明显、耐久的标志，标志的内容包括：

- a) 制造厂代号或名称；
- b) 产品名称及标准编号；
- c) 产品型号、规格；
- d) 制造日期。

6.2 包装、运输

隔膜折叠后包装在塑料袋或纸箱中。包装应牢固、可靠，保证产品在搬动和运输中的安全。包装上应注明产品名称、规格、数量、包装日期、制造厂名、厂址等内容。

包装内应附有产品合格证，合格证应盖有质监部门的印章。

6.3 贮存

隔膜应存放在温度为 $-5^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不大于 80% 的库房内，应避免阳光直射，避免与酸、碱、油类及有机溶剂等影响产品质量的物质接触，距热源 1m 以外，并防止机械损伤。

第十节 橡胶水坝

Rubber Dam

HG/T 2886—1997

1 范围

本标准规定了橡胶水坝的技术要求、抽样、试验方法、包装及标志等。

本标准适用于橡胶涂覆织物制成的，安装在特定河床、水库溢洪道上，作活动坝和溢流堰用的橡胶水坝。工作温度为 $0^{\circ}\text{C} \sim +70^{\circ}\text{C}$ 并可通过注、排水或空气调节高度。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版

时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 528—1992 硫化橡胶和热塑性橡胶拉伸性能的测定
- GB/T 531—1992 硫化橡胶邵尔 A 硬度试验方法（eqv ISO 7619：1986）
- GB/T 532—1989 硫化橡胶与织物粘合强度的测定（neq ISO 36：1985）
- GB/T 1682—1994 硫化橡胶低温脆性的测定 单试样法
- GB/T 1689—1982（1989） 硫化橡胶耐磨性能的测定（用阿克隆磨耗机）
- GB/T 1690—1992 硫化橡胶耐液体试验方法（eqv ISO 1817：1985）
- GB/T 3512—1983（1989） 橡胶热空气老化试验方法（neq ISO 188：1976）
- GB/T 7762—1987 硫化橡胶耐臭氧老化试验 静态拉伸试验方法（neq ISO 1431/1：1980）
- HG/T 2580—1994 橡胶塑料涂覆织物拉伸强度和扯断伸长率的测定（eqv ISO 1421：1977）

3 要求

- 3.1 橡胶水坝规格根据订货单位水工设计要求在合同中注明，每座橡胶水坝长度误差 0 ~ 3‰。
- 3.2 橡胶水坝包括坝袋、底垫片，其胶料物理性能规定于表 18 - 16。

表 18 - 16 胶料物理性能

项 目			胶 料		
			坝袋外覆盖胶	坝袋中、内胶	底垫片胶
拉伸强度/MPa					

3.3 橡胶水坝涂覆织物物理性能规定于表 18－17。

表 18－17 涂覆织物物理性能

项 目		指 标
拉伸强度	经向	设计计算拉力 8 倍以上
	纬向	为经向的 2/3 以上
拉伸强度的耐热空气老化，100℃ × 96h		经向为老化前的 80% 以上，为设计计算拉力的 8 倍以上
拉伸强度的耐水老化，70℃ × 96h		
橡胶和织物的粘合强度/（ kN/ m） 不小于	外覆盖胶与织物层间	6.0
	织物与织物层间	
橡胶和织物的粘合强度 耐水老化，70℃ × 96h/（ kN/ m） 不小于	外覆盖胶与织物层间	4.0
	织物与织物层间	

3.4 橡胶水坝坝袋涂覆织物搭接拉伸强度不低于涂覆织物本身拉伸强度。

3.5 橡胶水坝坝袋外观质量规定于表 18－18。

表 18－18 坝袋外观质量

名 称	部 位	规 定
凹陷	内外覆盖胶	每平方米范围内允许不超过胶层厚度 1/2，面积不大于 30mm ² 一处，10m ² 范围内不允许多于五处，超过允许修理一次
缺胶	搭接缝密封胶条	不允许，但出现后允许修理一次
	坝袋涂覆织物	不允许，露织物允许修理一次
织物断裂	坝袋涂覆织物	不允许
气泡	内外覆盖胶	每平方米范围内允许有面积不大于 100mm ² 一处，但 10m ² 范围内不允许多于五处。超过允许修理一次
	涂覆织物层间	不允许
	搭接缝密封胶条	每米范围内允许宽度不大于 3mm，长度不大于 100mm 一处或宽度不大于 5mm，长度不大于 40mm 三处。超过允许修理一次
海绵现象	内外覆盖胶	不允许
	搭接缝密封胶条	距搭接边缘 10mm 以外允许有。10mm 以内允许修理一次
死褶	坝袋涂覆织物	不允许
	枕式橡胶坝堵头与坝体连接处	不允许，但出现后允许修理一次

3.6 橡胶水坝底垫片不允许有气泡和断裂现象。但允许修理。

4 抽样

4.1 抽样方案

4.1.1 胶料每辊为一批, 每批做拉伸强度、扯断伸长率、扯断永久变形、硬度试验。耐热空气老化、耐水老化、脆性温度、耐臭氧老化、耐磨性试验每三个月抽检一次。

4.1.2 涂覆织物每 1 000m 为一批, 每批做拉伸强度、粘合强度试验、拉伸强度的热空气老化和耐水老化, 橡胶和织物的粘合强度耐水老化试验, 每三个月抽检一次。

4.1.3 每座橡胶水坝均按 3.5 进行外观质量检查。

4.1.4 每座橡胶水坝均按水工设计要求进行规格检验。

4.2 判定规则

4.2.1 胶料任何一项试验结果不合格时, 应取双倍试样重复该项试验, 双倍试验结果仍不合格, 允许修炼一次, 修炼后按 3.2 做全项试验, 全项试验结果合格为合格品, 如有任何一项不合格则该批产品为不合格品。

4.2.2 涂覆织物任何一项试验结果不合格, 应取双倍试样重复该项试验, 双倍试验结果合格为合格品, 不合格则该批产品为不合格品。

5 试验方法

5.1 胶料的拉伸强度、扯断伸长率、扯断永久变形

按 GB/T 528 进行试验。

5.2 胶料硬度

按 GB/T 531 进行试验。

5.3 胶料热空气老化

按 GB/T 3512 进行试验。

5.4 胶料耐水老化

按 GB/T 1690 进行试验。

5.5 胶料脆性温度

按 GB/T 1682 进行试验。

5.6 胶料耐臭氧老化

按 GB/T 7762 进行试验。

5.7 胶料耐磨性

按 GB/T 1689 进行试验。

5.8 涂覆织物拉伸强度和扯断伸长率

按 HG/T 2580 进行试验。

5.9 涂覆织物热空气老化试验方法

取单、双层硫化涂覆织物，按经、纬方向裁 2.5cm 或 5.0cm 宽试样，放入 100℃ 热空气老化箱内，96h 后取出按 HG/T 2580 进行试验。

5.10 涂覆织物热水老化试验方法

取单、双层硫化涂覆织物按经、纬方向裁 2.5cm 或 5.0cm 宽试样，按试验拉伸方向卷曲放入铁容器内，注满 70℃ 的热水，密封后放入 70℃ 热空气老化箱内，96h 后取出按 HG/T 2580，GB/T 532 进行试验。

5.11 硫化橡胶与织物粘合强度

按 GB/T 532 进行试验。

涂覆织物粘合强度试样的制备：单层涂覆织物取未硫化涂覆织物，外胶面与内胶面贴合，采用与成品相应的硫化条件进行硫化。双层涂覆织物取硫化涂覆织物进行试验。

6 标志、运输和贮存

6.1 每座橡胶水坝要附有合格证，标明产品名称、编号、生产日期、生产单位及标准编号。

6.2 橡胶水坝在运输过程中禁止拖拉，严防机械损伤，避免接触油类酸碱类及有机溶剂等。

6.3 橡胶水坝长期折叠贮存应保持在 0℃ ~ 35℃ 之间，并定期展开重叠，在贮存期内不能把橡胶水坝内胶面和底垫片暴露在日光下暴晒，距热源不少于两米。

第十一节 胶布透气性的测定

Rubber coated fabrics—Determination
of resistance to penetration by air

UDC 677.55.063:678.06:532.7

GB 5570—85

本标准参照采用国际标准 ISO 1399—1982《硫化橡胶——透气性的测定——恒容法》。

1 适用范围

本标准适用于测定空气对厚度为 0.1 ~ 3.0mm 胶布的透过性能。对于透气性良好的硅橡胶胶布等本标准是不适用的。

2 定义

2.1 透气率——在稳定状态下，给定厚度的试样两侧在单位压差下、单位时间内、单位面积上所透过的空气体积（标准状态下）称为透气率。

2.2 透气系数——在稳定状态下，试样两侧在单位压差下、单位时间内、单位面积上所透过的空气体积与试样厚度的乘积（标准状态下）称为透气系数。

3 试验仪器

3.1 透气仪由透气室（分为高压侧和低压侧）、测量装置和恒温浴组成。其构造如图 18-5 所示：

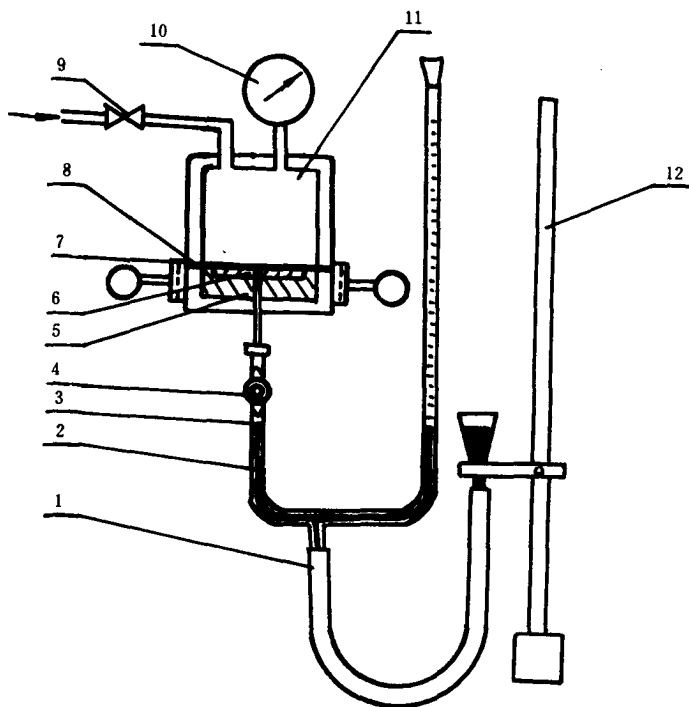


图 18-5 透气仪构造示意图

1—软管；2—U 型毛细管；3—基准刻度线；4—旁通阀；5—透气室低压侧；6—金属支撑板；7—试样；8—密封圈；9—进气阀；10—气压表；11—透气室高压侧；12—活动支架

3.2 气压表的指示范围为 $0 \sim 980 \text{ kPa}$ 。

3.3 透气室高压侧的内部容积至少为 25 cm^3 。

3.4 透气室低压侧用微孔金属板或细的金属丝网圆盘之类坚硬的、易于透气的支撑物充满空间。试样与 U 型毛细管基准刻度线之间空腔的总容积一般是 $1 \sim 2 \text{ cm}^3$ 。

3.5 恒温浴的温度控制范围为 $-60 \sim +300^\circ\text{C}$ 。试验过程中，恒温浴的温度波动不得超过 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

4 试样

4.1 试样直径为 50 ~ 65mm，厚度为 0.1 ~ 3.0mm。有效试验面积为 800 ~ 1600mm²。

4.2 试样表面不应有损伤、皱折、缺胶等现象及产品标准中规定的不允许有的缺陷。

4.3 试样的制备应符合下述规定：

4.3.1 在离样品边缘不少于 50mm 处，并与样品边缘呈 45°角斜线的不同位置上裁取 3 个试样。

4.3.2 用厚度计测量试样有效试验面积内的中心及周围 6 个不同位置上的厚度值，精确到 0.01mm。取 6 个测量值的平均值作为试样的厚度值。总的厚度变化不应超过平均厚度的 10%。

4.3.3 试样应预先经氯化钙干燥剂干燥不少于 24h。

5 制造到试验之间的时间间隔

5.1 胶布从制造到试验之间的时间间隔最短是 16h，最长不超过 4 周。在进行仲裁鉴定时，试验应在相同的时间间隔后进行。

5.2 对胶布制品试验，从制造到试验之间的时间间隔不得超过 3 个月。对出厂的产品，试验应在需方从收货日期算起的两个月内进行。

6 试验环境

温带地区：温度为 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 45% ~ 55%。

亚热带地区：温度为 $27 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 60% ~ 70%。

注：在进行仲裁鉴定时，试验温度必须是 $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 45% ~ 55%。

7 试验步骤

7.1 在 U 型毛细管内，充入癸二酸二辛酯这类既不溶解气体自身又不挥发的液体，并调节液面位于 U 型毛细管基准刻度线以上。旋转旁通阀，使透气室的高压侧通大气。

7.2 取两片丁基胶密封圈，在其上、下面均匀地涂覆一层真空脂，把试样夹在中间，置于透气室低压侧的金属支撑板上，关闭透气室。

注：①置放试样时，不应打折或凸起。

②单面胶布的置放方向，应根据产品结构和实际使用情况确定胶面朝高压侧或低压侧。

7.3 打开进气阀，空气由气体贮存器通过干燥塔，缓慢地流入透气室的高压侧。在给定压差和温度下，停放适当的时间，旋转旁通阀，使透气室的低压侧与 U 型毛细管相通。当空气透过试样，液面下降横切于毛细管的基准刻度线时，开始记录时间为起始时间。

7.4 试验达到稳定状态时，记录时间 t 和液面移动的相应高度 h 值。

7.5 垂直地移动软管，调节 U 型毛细管中的液面再位于基准刻度线以上，液面下降又横切于基准刻度线时，按 7.4 的规定进行记录。

7.6 按 7.5 的规定重复这一过程,直到在 5~6 个以上的时间间隔内,液面移动的高度 h 值能够保持恒定或变化很小为止。

8 试验结果的表示与计算

8.1 把时间 t 和液面移动的相应高度 h 值绘在坐标纸上(如图 18-6 所示)。计算稳定状态下(直线部分)液面移动的速率。

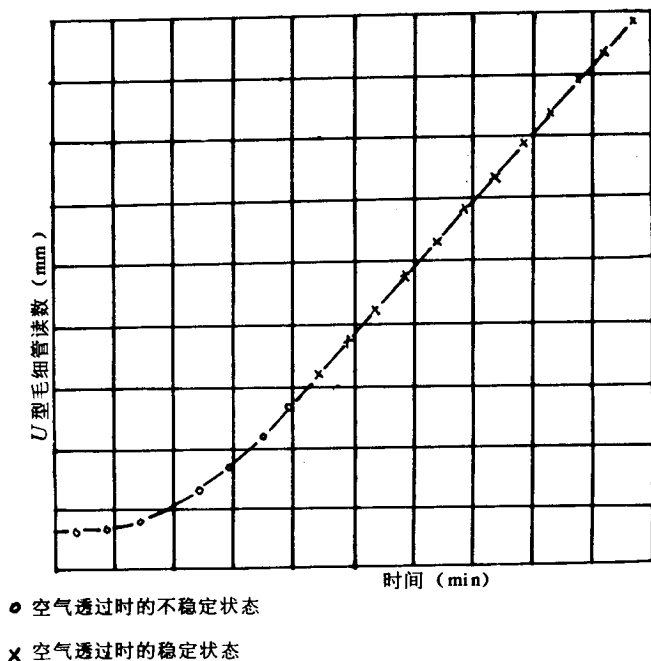


图 18-6 时间/U 型毛细管读数曲线图

8.2 透气率按式(1)计算:

$$G = \frac{dh}{dt} \frac{V \cdot \rho \times 10^3 \times 9.81 T_0}{A \cdot \Delta P \cdot T \times 10^5} \dots\dots\dots (1)$$

式中: G ——透气率, $\text{m}/\text{Pa} \cdot \text{s}$;

$\frac{dh}{dt}$ ——U 型毛细管中液面移动的速率, m/s ;

V ——试样到 U 型毛细管基准刻度线之间空腔的总容积, m^3 ;

ρ ——U 型毛细管中液体的密度, mg/m^3 ;

9.81——常数, N/kg ;

T_0 ——标准状态下的温度, K ;

A ——试样的有效试验面积, m^2 ;

ΔP ——试验压差, Pa ;

T ——试验温度, K ;

10^5 ——标准大气压的近似值, Pa。

8.3 透气系数按式(2)计算:

$$P_r = G \cdot b \dots\dots\dots (2)$$

式中: P_r ——透气系数, $\text{m}^2/\text{Pa} \cdot \text{s}$;

b ——试样厚度, m 。

G ——透气率, $\text{m}/\text{Pa} \cdot \text{s}$ 。

9 试验结果

试样数量不应少于3个, 试验结果取3位有效数字, 分别记入试验报告中。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 试样代号和名称;
- b. 试验依据的标准名称或标准号;
- c. 试验条件(温度、湿度、压差和预处理条件);
- d. 试样厚度;
- e. 试验结果;
- f. 试验日期;
- g. 试验者。

第十二节 橡胶或塑料涂覆织物——低温弯曲试验

Rubber or plastics – coated fabrics—

Low – temperature bend test

GB/T 18426—2001

idt ISO 4675 : 1990

警告; 使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了将橡胶或塑料涂覆织物暴露在低温一定时间后, 在规定温度下承受弯

曲,以测定其抗低温性能的试验方法。

本标准适用于厚度为 0.1mm~2.2mm 的涂覆织物。对于大于上述厚度的材料,则需改进标准设备(见 8.2)。

鉴于各种橡胶或塑料涂覆织物被用于需要低温弯曲的不同制品,本试验不能用作判定其使用性能的唯一标准。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物 调节与试验的标准环境 [idt ISO 2231 : 1989 (1994)]

ISO 2286—3 : 1998 橡胶或塑料涂覆织物 整卷特性测定 第 3 部分 : 厚度测定方法

3 原理

试样在规定环境下调节后,在规定的低温箱内暴露一定时间,然后在一个合适的装置上进行弯曲试验,并检查试样。

4 仪器

4.1 低温箱

试样在其中经受低温冷冻。其大小要足够容纳用于试验的弯曲装置,并保证弯曲试验的操作能在低温箱内进行。

低温箱还应有一个足够的工作空间,以保证试样的调节能满足第 7 条所提出的要求。应按规定的环境要求保持低温箱有一个冷空气或其他合适气体的均匀环境(允许公差在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 范围内)。

4.2 弯曲试样架

见图 18-7 和图 18-8。质量、质量公差和尺寸按图 18-8 规定。

4.3 玻璃板

要有足够数量。其尺寸约为 125mm×175mm,用于全部试样的状态调节。玻璃板厚度以方便拿取为宜。

4.4 手套

用于在低温箱内拿取试样。手套应在与试样相同的温度下进行调节。在室温下各有第二副手套,在冷手套里面,用以保护操作者。

5 试样

在样品有效宽度内,以相等间隔裁取三个试样,每个试样的尺寸为 25mm×100mm。

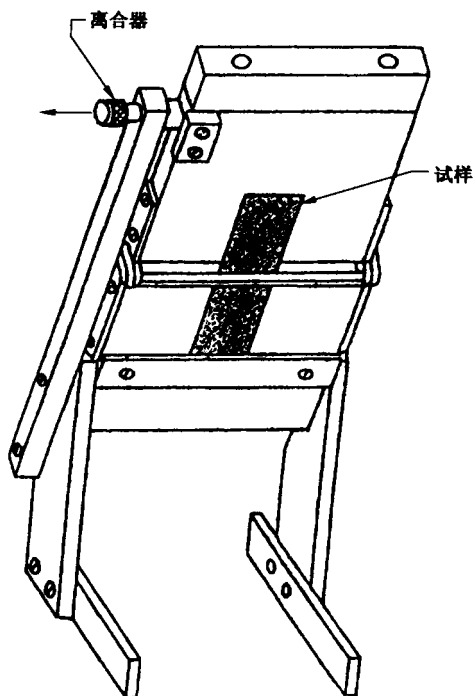


图 18-7 涂覆织物弯曲架

除非另有规定，试样的长度与涂覆织物经向平行。

6 从制造到试验的时间间隔

6.1 对所有试验，从制造到试验的时间间隔最少应为 16h。

6.2 对非制品试验，从制造到试验的最长时间应为四星期。而对要求对比的鉴定试验，应尽可能在相同的时间间隔进行。

6.3 对制品试验，只要有可能，从制造到试验的时间间隔不应超过三个月。在其他情况下，试验应在用户收到产品之日起二个月内完成。

7 试样的调节环境

试验之前，试样应在 HG/T 2867 规定的标准环境之中进行调节。

8 程序

8.1 根据 ISO 2286—3 的规定测量每个试样的厚度。把三个被调节的试样放在玻璃板（4.3）之间，每个试样之间留有足够的间隙，以便在调节过程中让空气通过。调节之后，将试样和玻璃板的组合件、弯曲架（4.2）和冷手套（4.4）放到低温箱（4.1）中，除非另有规定，在规定的试验温度下保持 4h。

8.2 暴露周期结束后，在低温箱中从玻璃板间一次一个取出试样（见下面的警告），并放到弯曲架上。此时该架用一个销钉装置使可弯曲的金属板保持在打开位置，除非另有

	mm
A	13
B	25
C	100
D	5
E	48
F	100×110×13
G	100×25×13
H	100×100×13
J	3
K	φ3
L	3×3
M	6

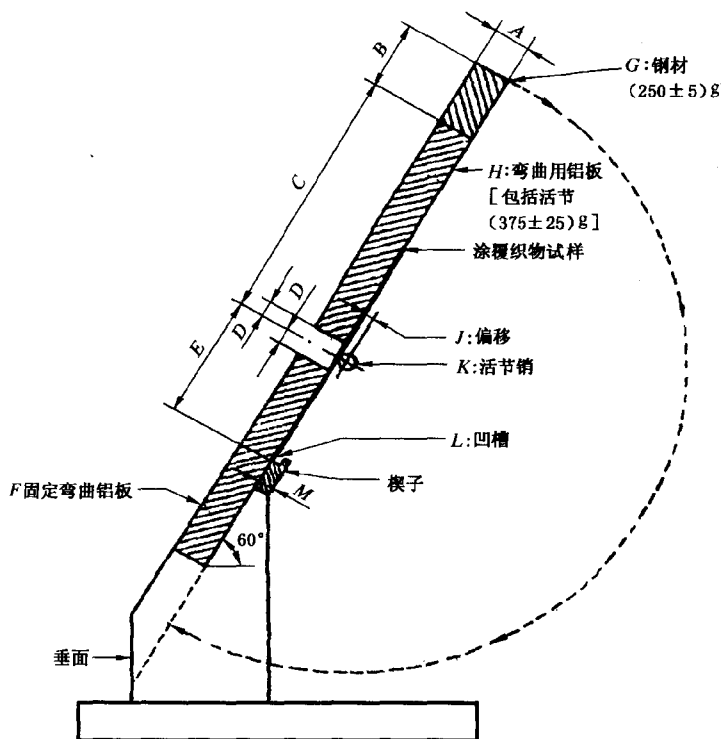


图 18-8 弯曲架尺寸示意图

规定，对单面涂覆织物，要使涂覆面背向卷轴；对双面涂覆织物，除另有规定外，可评价任何一面，也可评价双面。

警告：作弯曲试验之前，拿取试样时必须戴上手套。

如果要测定厚度大于 2.2mm 的材料，则必须增加顶部钢材 (G) 的质量 (见图 18-8)，并增大背极与卷轴之间的间隙，以便能插入试样。在这种情况下，应在试验报告中说明。

8.3 试样放到弯曲架上之后，立即松开销钉，让弯曲板自由落下。

8.4 所有试样作完试验之后。从低温箱中取出，放大六倍检查其涂覆面断裂或裂纹情况，检查时，用试验弯曲方向相同的方向折叠试样 180°。

9 损伤的判定

9.1 裂纹深度

如果有裂纹，可按下列五个等级对裂纹进行分级：

A—表面有裂纹但尚未露出泡沫层、中间层或底层；

B—裂纹进入中间层，但未穿透中间层；

C—裂纹穿透到底层；

D—裂纹完全穿透涂覆织物材料；

O—无裂纹。

9.2 裂纹的数量

记录最严重裂纹的数目最多到 10，如果数目超过 10，可记录为“10 个以上”。

9.3 裂纹长度

记录最严重裂纹的长度，以 mm 表示。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准编号；
- b) 所用的调节环境（见第 7 章）；
- c) 涂覆织物的厚度和测厚时用的压力；
- d) 试样试验时的温度；
- e) 暴露时间；
- f) 试验的表面（单面或双面）；
- g) 根据 9.1 规定的五个等级的裂纹深度，每个试样的裂纹数目和最大裂纹的长度；
- h) 任何与标准试验不相符合的说明；
- i) 试验用涂覆织物的详细说明，如果可能，包括制造日期；
- j) 试验日期。

第十三节 橡胶涂覆织物绝缘带

HG 2179—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了电气用橡胶涂覆织物绝缘带（简称绝缘带）的规格尺寸，技术要求，试验方法，检验规则及标志、包装、运输和贮存要求。

本标准适用于由纤维织物经涂覆绝缘胶料而制成的绝缘带。可以在 $-10 \sim +40^{\circ}\text{C}$ 的温度环境中供 380V 及其以下的通用电线和电缆的包扎防护绝缘用。

2 引用标准

GB 5569 绝缘胶布带物理性能的测定

GB 7537 橡胶涂覆织物加速老化试验

GB 7539 橡胶涂覆织物停放与试验的标准环境

3 产品规格尺寸

3.1 绝缘带的规格尺寸应符合表 18－19 的规定。

表 18－19

长 度，m	宽 度，mm	厚 度，mm
10±0.15	10±1.0	0.30±0.05
	15±1.0	
	20±1.0	
20±0.15	10±1.0	0.30±0.05
	15±1.0	
	20±1.0	

注：绝缘带的其他规格（含长度，宽度，厚度）允许供需双方商定。

4 技术要求

4.1 绝缘带的耐电压性能：在 1 000V 的交流电压（频率为 50Hz）下保持 1min，不应被击穿。

4.2 绝缘带的粘着性能：在符合表 18－20 规定的下坠负荷作用下，试样在 1min 内的相对脱落长度不大于粘合总长度的 50%。

表 18－20

宽 度，mm	下 坠 负 荷，g
10	700
15	1 050
20	1 400

4.3 自制造日期起至 8 个月，绝缘带经 70℃×24h 老化后的粘着性能在符合表 3 规定的下坠负荷作用下，试样在 1min 内的相对脱落长度不大于粘合总长度的 50%；自制造日期起，超过 8 个月至 15 个月内，经 70℃×24h 老化后的粘着性能在符合表 18－21 规定的 50%下坠负荷作用下，试样在 1min 内的相对脱落长度不大于粘合总长度的 50%。

表 18－21

宽 度，mm	下 坠 负 荷，g
10	500
15	750
20	1 000

- 4.4 绝缘带不对金属（铜、铝）导线有任何腐蚀作用。
- 4.5 绝缘带外观质量见表 18－22。

表 18－22

序 号	缺 陷 名 称	缺 陷 范 围
1	露 布	不允许
2	脱 胶	
3	盘面离缝	离缝宽度不大于 1mm，两面长度总和不大于 15cm
4	双刀痕	不允许
5	盘面不平	同一平面内高低相差不大于 1mm
6	凹（凸）心	凹（凸）心处高低相差不大于 2mm
7	透光点	在 0.02m ² 的面积内不超过 5 个
8	疵点	因织物纱结造成的影响电性能的疵点不允许有

5 试验方法

- 5.1 取样方法：试样必须从距盘带顶端不少于 1m 处裁取试样，在 GB 7539 规定的标准环境 A 下置放 24h 后即可进行试验。
- 5.2 外观质量用自视检查。
- 5.3 缺陷性尺寸用量器具检查，长度、宽度用米尺和游标卡尺进行测量。
- 5.4 厚度，按 GB 5569 中第 3 条的规定进行。
- 5.5 耐电压性能，按 GB 5569 中第 7 条的有关规定进行。
- 5.6 粘着性能，按 GB 5569 中第 4 条的有关规定进行。
- 5.7 对金属腐蚀性能，按 GB 5569 中第 5 条的有关规定进行。
- 5.8 透光点的检查，按 GB 5569 中第 6 条的有关规定进行。
- 5.9 脱胶的检查，从原盘绝缘带上，以 1s 内一次连续拉出 0.5m 长度进行观察。
- 5.10 老化试验，按 GB 7537 及 GB 5569 进行。

6 检验规则

- 6.1 绝缘带按批进行验收，并有生产检验部门的检验合格证。
- 6.2 绝缘带每批的数量最大为 20 000 盘，不同规格的产品可以划为一批。
- 6.3 绝缘带的外观质量应按表 18－24 中序号 3、4、5、6 百分之百进行检查。
- 6.4 每批绝缘带至少抽取 3 盘试样，每盘进行规格尺寸、耐电压性能、粘着性能及表 4 中序号 1、2、7、8 项检查。
- 6.5 绝缘带老化后的粘着性能及对金属的腐蚀性能试验应定期进行检查，但每月不少

于一次，每次试样不得少于 3 盘，每盘做一次试验。

6.6 当绝缘带按 6.4 和 6.5 规定的检验项目进行检验时，其结果有一项不合格，应从该批产品中取双倍试样重复该项试验，复试后仍有一项或一个试样不合格时，则该批产品为不合格品。

6.7 用户有权按照本标准的各项规定检验产品质量。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 每盘绝缘带在装箱前应用蜡纸或塑料薄膜进行包装，并印有产品名称，标准号，商标，产品规格，制造厂名称，制造日期。

7.2 绝缘带要按同种规格装箱，每箱内应附有产品合格证，包装箱上应注明：产品名称，标准代号，商标，产品规格，数量，批号，体积重量，制造厂名称，生产日期及防晒，防潮标志。

7.3 每盘绝缘带的纸芯上应印有制造厂名称，制造日期、商标。

7.4 绝缘带应在 $-10 \sim +30^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不大于 80% 的条件下贮存，并距热源不少于 1.5m。

7.5 绝缘带应在距地面及墙壁不少于 0.2m 的地方堆放，堆放的高度以不压坏底层产品为原则，并能保证散热。

7.6 绝缘带在运输贮存中应避免阳光直射，防止受潮，并不得与对纤维织物及橡胶有害的物质接触。

7.7 在遵守本标准 7.4，7.5，7.6 规定的条件下产品贮存期为 8 个月。

第十四节 橡胶或塑料涂覆织物——耐撕裂性能的测定

HG/T 2581—94

本标准参照采用国际标准 ISO 4674：1977（橡胶或塑料涂覆织物——耐撕裂性的测定）。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶或塑料涂覆织物耐撕裂性能的测定方法。

本标准包括梯形法撕裂强力（以下简称梯形法）、双舌单撕法撕裂强力（以下简称单撕法）及三舌双撕法撕裂强力（以下简称双撕法）三种方法。

同一橡胶或塑料涂覆织物得到的梯形法、单撕法及双撕法撕裂强力的试验结果不能

相互比较；双撕法撕裂强力试验，两种不同舌宽的试验结果也不能相互比较。

本标准适用于被撕断底布垂直于撕裂方向的涂覆织物，不适用于撕裂形式复杂的以网格布或针织物为底布的涂覆织物。

2 引用标准

GB/T 7539 橡胶涂覆织物的停放和试验的标准环境

3 定义

3.1 梯形法撕裂强力：将橡胶或塑料涂覆织物试样呈梯形夹于夹持器内，其梯形短边剪一裂缝，拉伸时，其底布纱线相继受力而断裂，直至拉力试验机显示最大的力。

3.2 单撕法撕裂强力：在试样长度方向的一端剪一裂缝，使其成为双舌，使试样沿双舌间裂缝方向受力撕裂，记录中间 50% 区域内五个高峰的中位数。

3.3 双撕法撕裂强力：在试样长度方向的一端剪两条裂缝，使其成为三舌，将试样两端舌片夹一夹持器内，中间舌片夹另一夹持器内，使试样沿两裂缝方向撕裂，记录中间 50% 区域内 5 个高峰的中位数。

3.4 撕裂长度：试样在撕裂前，未剪开部分规定的直线长度。

3.5 负荷峰：对单撕法或双撕法撕裂试验中，断裂一根或多根底布纱线所需的负荷，并在记录图纸上所形成的一个峰。

3.6 五峰中位数：在单撕法撕裂强力或双撕法撕裂强力试验中，在记录仪中间 50% 区域内 5 个高峰值的中位数。

3.7 经向撕裂强力试验：在橡胶或塑料涂覆织物撕裂过程中，底布经纱逐根被撕断的试验。

3.8 纬向撕裂强力试验：在橡胶或塑料涂覆织物撕裂过程中，底布纬纱逐根被撕断的试验。

4 仪器

4.1 本试验使用恒速牵引拉力试验机。

4.2 拉力试验机具有测量力的读数装置或记录装置。

4.3 试验机夹持器的有效宽度应大于 75mm，在钳口上有中心标记线，夹持器应带有线槽或波纹面。试验时，夹持面上可衬垫适当的材料。

4.4 下夹持器移动速度：梯形法为 $200 \pm 10\text{mm/min}$ 。单撕法及双撕法均为 $100 \pm 10\text{mm/min}$ 。

5 试样

从距离橡胶或塑料涂覆织物边不少于 0.1m，距整卷端部不少于 1m 处，剪取 500mm 长样品一份。在确定进行某种撕裂强力试验之后，按图 18-9 排列方式，按 3.7 和 3.8 的要求剪裁或切取经、纬向试样各 5 条。

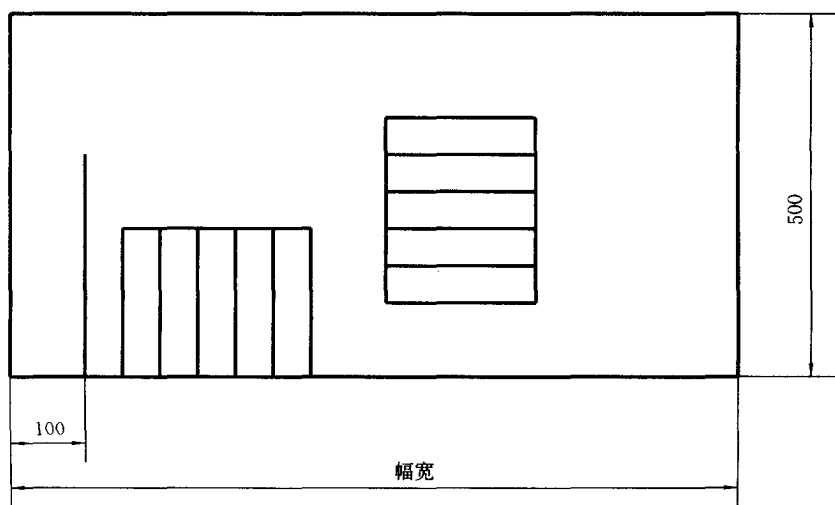


图 18-9

6 从制造到试验之间的时间间隔

对所有试验，从制造到试验之间的时间间隔不少于 16h。

对非成品试验，制造到试验之间的时间间隔最长不超过 4 星期。对比试验应在相同的时间间隔进行。

对制品试验，从制造到试验之间的时间间隔最长不超过 3 个月，在其他情况下，从用户收到之日起，两个月内进行试验。

7 试样的停放与标准环境

试样的停放与标准环境应符合 GB/T 7539 中的有关规定。

如果需要测定湿材料的性能，则将试样浸入含 1%（体积比）乙醇的蒸馏水中，在规定温度下放置 24h，用吸水纸夹住，吸干，立即试验。

8 梯形法撕裂强力试验

8.1 试样规格：按“5”取得的样品，以图 18-9 排列方式的要求裁剪的试样尺寸，长不小于 200mm，宽为 50mm。

8.2 用样板按图 18-10 画出夹持线，并在梯形短边的正中处，剪开一条垂直于短边的 10mm 长的切口。试样尺寸如图 18-10 所示。

8.3 试验步骤

8.3.1 调整上、下夹持器钳口间距离为 100mm。

8.3.2 检查上、下夹持器的平行程度、指针或记录装置的零点及摆动灵敏性。

8.3.3 将试样的一端置于上夹持器中间对称位置，使钳口线与夹持线相吻合，拧紧上夹持器。试样的另一端，按同样方法夹于下夹持器夹钳内，拧紧下夹持器，开动拉力试

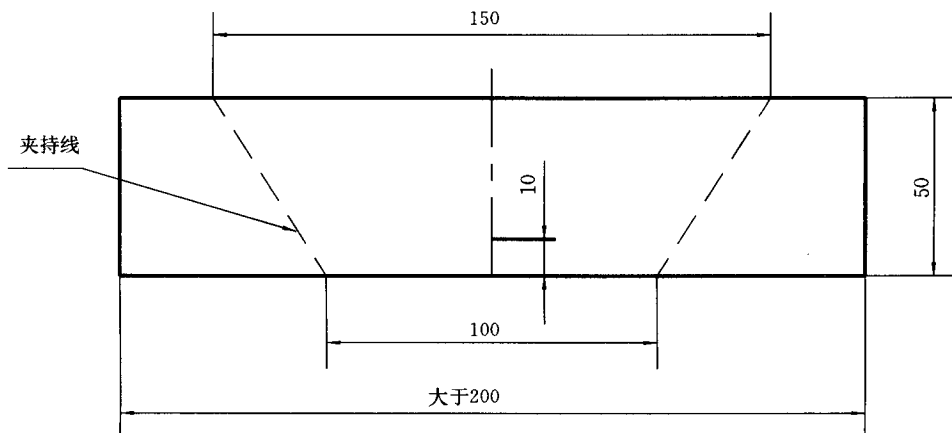


图 18-10

验机，直至试样沿中间切口线全部撕裂，记录最高撕裂强力值。

8.3.4 如果试样从夹持器中滑出或试样切口处延长线以外呈现不规则断裂时，此试验结果应剔除，并在样品上再截取试样，重新试验。

8.4 试验结果

分别计算 5 个经向试样和 5 个纬向试样的平均撕裂强力，精确到 1N。

9 单撕法撕裂强力试验

9.1 试样规格：采用 225mm 长， $75 \pm 0.5\text{mm}$ 宽的试样，也可采用 225mm 长， $50 \pm 0.5\text{mm}$ 宽的试样，具体尺寸如图 18-11 所示。

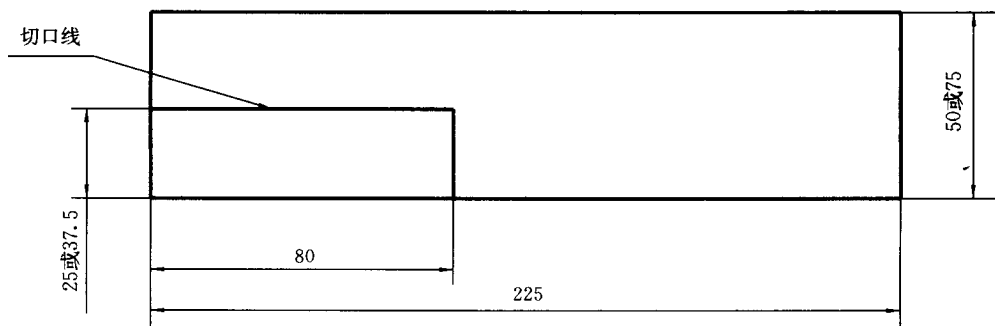


图 18-11

9.2 试验步骤

9.2.1 调整拉力试验机零点，并使上、下夹持器钳口间距离为 $75 \pm 5\text{mm}$ 。

9.2.2 将试样的两个舌片分别夹于上、下夹持器中，试样的切口线通过上、下夹持器的中心线，并使一舌片正面，另一舌片的反面面向操作者。

9.2.3 开动拉力试验机，在给定速度下，拉伸试样，记录至少撕开 75mm 的负荷峰。

9.3 试验结果

先求出每个试样的五峰中位数，然后，取 5 个经向（或纬向）试验结果的中位数，做为经向（或纬向）撕裂强力的结果，精确至 1N。

10 双撕法撕裂强力试验

10.1 试样规格

试样长为 225mm，宽为 75mm，具体尺寸如图 18-12。

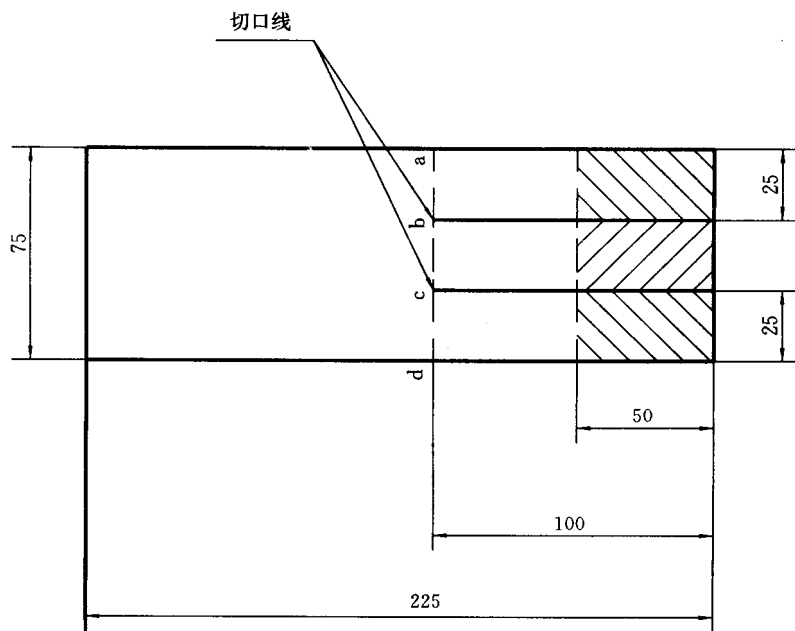


图 18-12

10.2 试验步骤

10.2.1 调整拉力机的负荷范围、记录装置、下夹持器的移动速度。

10.2.2 将试样中部舌形置于上夹持器内，使试样的 bc 线（见图 18-12）正好可见。把其余二舌形置于下夹持器内，使 ah 和 cd 线正好可见，在两舌形间保持 25mm 的距离。

10.2.3 夹持试样时应注意，使试样底布的纱线方向分别与力的作用方向平行和垂直。

10.2.4 按给定速度进行撕裂试验，直至试样全部断裂。

10.3 试验结果

先求出每个试样的五峰中位数，然后，取 5 个经向（或纬向）试验结果的中位数，做为经向（或纬向）撕裂强力的结果，精确至 1N。

11 试验报告

依据试验采用方法之不同分别报告以下内容：

- a. 试验试样的种类、编号；
- b. 梯形法撕裂强力的平均值，经向或纬向；
- c. 单撕法撕裂强力五峰中位数，经向或纬向；
- d. 单撕法撕裂强力试样规格；
- e. 双撕法撕裂强力五峰中位数，经向或纬向；
- f. 试验室温度和相对湿度；
- g. 本标准代号；
- h. 试验日期；
- i. 试验者；
- j. 审核者。

第十五节 橡胶或塑料涂覆织物—— 耐透水性测定

HG/T 2582—94

本标准等效采用国际标准 ISO 1420—1987《橡胶或塑料涂覆织物——耐透水性测定》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶或塑料涂覆织物承受低或高静水压时耐透水性能的测定方法。

本标准适用于测定橡胶或塑料涂覆织物及其制品的耐透水性。

本标准包括四种方法：

方法 A1 和 A2：低静水压——大试样方法。

方法 B1 和 B2：高静水压——小试样方法。

2 引用标准

GB/T 7539 橡胶涂覆织物停放与试验的标准环境

3 从制造到试验之间的时间间隔

3.1 对所有试验，从制造到试验之间的时间间隔最短应不少于 16h。

3.2 对非成品试验，从制造到试验之间的时间间隔最长应不超过 4 星期，对比试验应在相同的时间间隔进行。

3.3 对成品试验，从制造到试验的时间间隔应不超过 3 个月，在其他情况下，试验应在用户收货之日起 2 个月内完成。

4 方法 A：低静水压——大试样方法

4.1 试验仪器

试验仪器（见图 18-13）应包括一个圆形槽，通过一个同轴环状夹具将试样固定在该槽上，在试验室温度下，以 $98 \pm 20 \text{ Pa/s}$ ($10 \pm 2 \text{ mmH}_2\text{O/s}$) 的水压速度，从试样上部或下部引水接触试样。接触面为 100 cm^2 的圆形面积。有一内径不小于 6mm 的橡胶管连接恒定水平装置和槽。在涂覆织物试样和同轴并状夹具之间可用橡胶密封圈密封。

4.2 试样及其环境调节

4.2.1 试样是直径为 130~200mm 的圆形或相当该面积的方型，裁取试样应至少离开涂覆织物边 0.1m，离开涂覆织物端头 1m。

4.2.2 除另有规定外，每种样品应测定 5 个试样

4.2.3 所有试样按 GB/T 7539 的规定进行环境调节。

4.3 操作程序

4.3.1 方法 A1——动态压力方法

擦干夹具表面上的水，再用湿布擦去涂覆织物待试面上的隔离剂，将试样放在下压板上，确保涂覆织物与水之间没有气泡存在，然后盖上上压板，将试样夹紧，这样就形成一个不透水室。

对于单面涂覆织物，除另有规定外，涂覆面接触水；对于双面涂覆织物，除另有规定外，则涂覆层厚的一面接触水。

将水平仪调至零，然后放水，并使水流保持不中断的速度，以 10mm/s 的速度提高恒定水平装置，直到第一个水珠出现在试样表面或者达到相应产品标准中规定的压力为止，记录试样上面水柱的高度。不考虑因夹具使试样受损边缘处形成的小水滴。

4.3.2 方法 A2——静态恒压法

将试样放在夹板上，使压力升高到与预定水的高度相应的数值上，并记录在试样背面出现第一滴水珠时的时间，或保持该水柱高度 15min，观察有无水珠出现。

4.4 试验结果

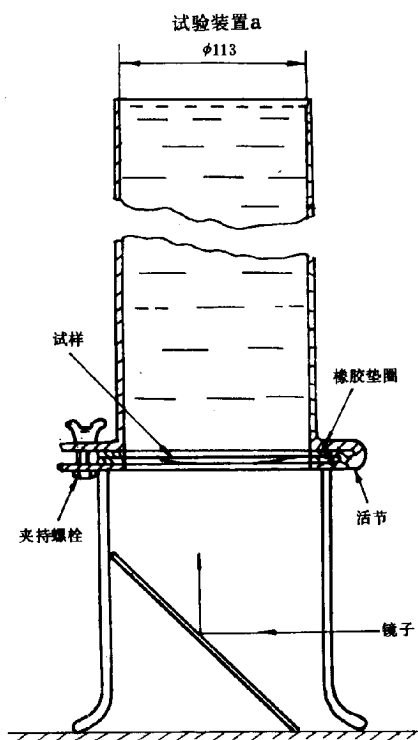
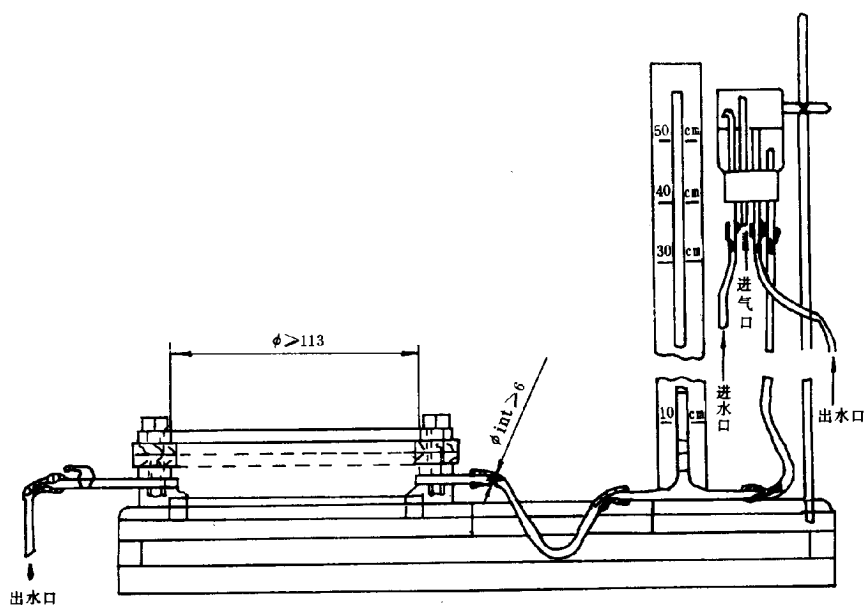
对方法 A1，试验结果取第一个水滴在试样上面出现时的水柱高度（mm）及所有试样试验数据的平均值。

对方法 A2，报告水柱的预定高度（mm）和第一个水滴在试样表面出现时所需时间（min）及所有试样试验结果的平均值。

5 方法 B：高消水压法——小试样方法

5.1 试验仪器

5.1.1 试验仪器（见图 18-14）配有一个能供给最低压力为 690kPa，精确度为 $\pm 7.0 \text{ kPa}$ 的静水压试验机。



试验装置b

图 18-13 低静水压法——大试样方法用两种试验装置安装示意图

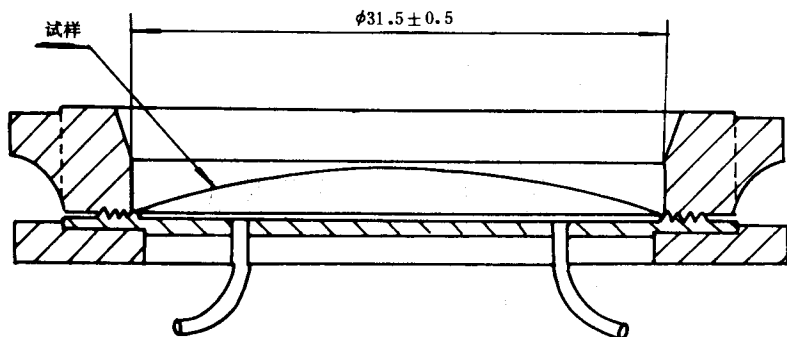


图 18-14 高静水压法——小试样方法用试验装置

5.1.2 试验仪器配有 2 个同心环状夹具，其内径为 31.1mm，试样被夹在其间，夹具表面应有深度不小于 0.15mm 的同心槽沟，以避免试样在试验时滑动，与试样接触的环状夹具的内缘应具有半径为 $0.3^\circ \sim 0.5^\circ$ 的倒角，以免割破试样。

5.1.3 下夹具应配备橡胶 O 型圈，以免在对试样施加压力时发生泄漏。

5.1.4 应根据产品标准或用户的要求选择相应量程的压力表，压力表的使用范围为全量程的 25% ~ 75%。

5.2 试样及其环境调节

5.2.1 裁取试样应至少离开涂覆织物边 0.1m，离开涂覆织物端头 1m。任意裁取 5 个试样。试样的直径至少比试样夹具的外径大 12mm。

5.2.2 所有试样应按 GB/T 7539 的规定进行环境调节。

5.3 试验程序

按下列两种方法进行试验：

5.3.1 方法 B1——动态压力法

试样被夹持到试验机上之前，将水注满到和 O 型圈顶部一样高，并将试样接触水的一面用湿布擦去隔离剂，以便水和试样之间没有气泡存在。

除另有规定外，对单面涂覆织物试样，应使涂覆面接触水；对双面涂覆织物或双结构织物试样，应使涂覆较厚的一面接触水。

除另有规定外，水温应与试验室环境温度相同。

以均匀的注水速度增加压力，记录最初透过试样出现水珠时的压力表上的读数。

5.3.2 方法 B2——静态恒压方法

按规定的压力对试样进行施压和卸压反复进行 5 次，每次在规定的压力（使压力稳定在 $\pm 7.0\text{kPa}$ 范围内）下保持 5min。在规定的时间内出现任何能觉察到的透水现象，说明该试样不合格。

5.4 试验结果

- 5.4.1 对方法 B1：试验结果取第一个水珠在试样表面出现时的压力平均值 kPa)；
- 5.4.2 对方法 B2：施加规定的压力值和承受住该压力的试样个数。

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 试验方法；
- b. 试样名称；
- c. 试验室温、湿度；
- d. 试样个数；
- e. 如果产品需要老化或其他试验，则应报告老化或其他试验的条件；
- f. 试验结果；
- g. 试验日期；
- h. 试验者。

第十六节 橡胶涂覆织物绝缘带
物理性能的测定

HG/T 2583—94

1 主题内容与适用范围

本标准规定了电工用橡胶涂覆织物绝缘带（简称绝缘带）的物理性能测定方法。本方法包括 10、15、20mm 宽的低压绝缘带的厚度、宽度、粘着性、对金属的腐蚀性、透光点个数、工频击穿强度及耐电压的测定。

本标准适用于由纤维织物经涂覆绝缘胶料而制成的，可以在 - 10 ~ + 40℃ 的温度环境中，电压不大于 380V 情况下使用的通用电线和电缆包扎防护绝缘用的绝缘带的物理性能的测定。

2 引用标准

- GB/T 7537 橡胶涂覆织物加速老化试验
- GB/T 7538 橡胶涂覆织物整卷特性的测定
- GB/T 7539 橡胶涂覆织物停放与试验的标准环境
- HG 2179 橡胶涂覆织物绝缘带

3 试验的一般要求

- 3.1 每盘绝缘带样品应自由地停放在 GB/T 7539 规定的标准环境 A 中，停放时间应不

少于 16h, 试验也应在同样标准环境中进行。

如果不能在标准环境中停放和试验, 报告中必须注明。

3.2 取试样时, 先从每盘样品端部去掉至少 1m 再取试样。

3.3 样品的尺寸、规格、外观质量及抽样规则应符合 HG 2179 的规定。

3.4 试样表面应保持清洁, 不可触及其他物质。

4 宽度的测量

4.1 试样

试样为整盘绝缘带。

4.2 试验器具

钢尺: 精度为 0.5mm 的钢尺。

4.3 试验步骤

将试样放在光滑的平台上, 用钢尺测量垂直绝缘带边缘的宽度, 记下其读数, 在间隔不小于 0.9m 的长度方向上随机测定五个不同位置的宽度。

4.4 试验结果

试验结果以每盘样品的平均宽度表示。其数值为五次测量结果的算术平均值。

5 厚度的测量

5.1 试样

试样为整盘绝缘带。

5.2 试验装置

厚度计: 采用 GB/T 7538 中 6.1 规定的厚度计。

5.3 试验步骤

将试样放在厚度计的平台上, 轻轻地放下压足, 记下厚度计的读数, 在间隔不小于 0.9m 的长度方向上随机测定五个不同位置的厚度。

5.4 试验结果

试验结果以每盘样品的平均厚度表示。其数值为五次测量结果的算术平均值。

6 对金属腐蚀性能的测定

6.1 试样

每盘样品截取试样 2 条, 每条长度为 $110 \pm 5\text{mm}$ 。

6.2 试验装置

6.2.1 铜杆: 铜杆为电解铜。铜杆的直径为 7 ~ 10mm; 长度为 75 ~ 80mm。数量为 3 根 (其中 1 根为空白试验杆)。

6.2.2 密封试管或磨口瓶。

6.2.3 恒温箱。

6.3 试验步骤

6.3.1 用粒度为 180 号的砂布将铜杆抛光,再用脱脂纱布擦干净,使其表面清洁、明亮,然后用无水乙醇清洗并晾干。

6.3.2 距离铜杆顶端 10~12mm 处开始缠绕绝缘带,缠绕时应使粘胶面朝向铜杆呈螺旋状缠绕,并使后一螺旋重叠在前一螺旋的一半处。

6.3.3 把缠有试样的铜杆及空白杆分别放入干净密封的试管(或用磨口瓶)中,放在温度为 $100 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱中保持 16h。

6.3.4 将密封试管(或磨口瓶)取出并置于 GB/T 7539 规定的标准环境 A 中停放 2~3h。然后取出铜杆,解下绝缘带,用 120 号汽油洗涤铜杆、并用自视观察在绝缘带所接触的铜杆表面上是否存在腐蚀现象。

6.4 试验结果

试验结果以铜杆表面是否存在腐蚀现象来表示。如果表面呈现蓝、黑颜色或斑点等即为腐蚀现象,否则,无腐蚀现象。

7 透光点的个数的测定

7.1 试样

从每盘绝缘带上截取 1 200mm 长作为试样。

7.2 试验装置

试验装置为一检验箱,检验箱的外型及尺寸如图 18-15 所示。

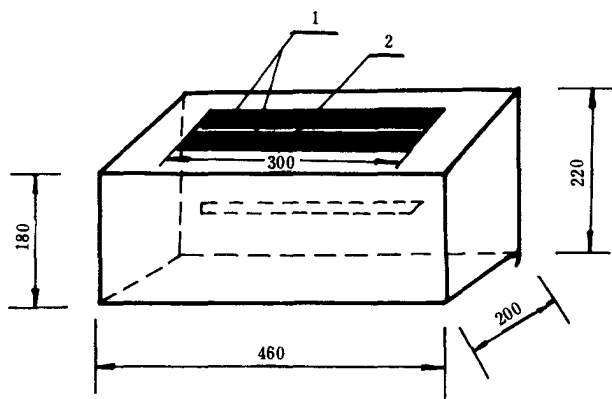


图 18-15 透光点检验箱示意图

1—涂刷黑油漆的位置为玻璃板面;2—空白部分,其宽度可按被测试样的宽度调整

注:图示尺寸均为箱的内壁尺寸,单位 mm。

检验箱内壁涂刷白色油漆,箱面观察口上镶嵌一块玻璃板。观察口尺寸为 $300\text{mm} \times 50\text{mm}$,板面除被测试样占有的位置外,其余部分均刷黑色漆。检验箱内用一只 8W 日光灯作为光源,光源与试样观察口的距离约 80mm。

7.3 试验步骤

7.3.1 将试样对准观察口，用目测法连续观察试样，记录长度 1 200mm 内的透光点个数。

7.3.2 将试样放在光滑的平台上，用钢尺（钢尺应符合 4.2 的要求）测量垂直胶带边缘的宽度，在 1 200mm 长度上测量 5 点，记下其读数，计算出算术平均值。

7.4 试验结果

以单位面积内透光点的个数来表示。

8 粘着性的测定

8.1 试样

每盘绝缘带截取试样 5 条，每条长度不得少于 650mm。

8.2 试验仪器

采用自动式粘力试验机。

该粘力机由运转、测量、定时三部分组成。试样上卷时间为 $60 \pm 3s$ ；试样上卷后的恒定时间为 $180 \pm 5s$ ；试样在下落砝码的作用下，下落时间为 $60 \pm 3s$ 。试样上卷、下落的长度均由伸长尺指示。

8.3 试验步骤

8.3.1 将仪器接通电源，预热 10min，按动离合开关，并使伸长尺指针为零。

8.3.2 将试样的一端粘于粘力机的转轴上，并卷曲一周，试样的另一端夹入夹具并挂上上卷砝码（各种砝码的质量应符合表 18-23 的规定）。

表 18-23 粘着试验砝码质量

砝码质量，g 试样宽度，mm 转动方式	上 卷	下 落	老化后下落
10	1 800	700	500
15	2 700	1 050	750
20	3 600	1 400	1 000

注：砝码质量小于或等于 1 000g 时，允许误差为 $\pm 0.5g$ ；大于 1 000g 时，允许误差为 $\pm 1.0g$ 。

8.3.3 粘在转轴上的试样必须平整并绷紧，然后启动粘力机的上卷开关，上卷 $60 \pm 3s$ 后，粘力机自动停止，读取试样卷曲长度的数值。

8.3.4 试样在上卷砝码作用下保持 $180 \pm 5s$ 后，粘力机发出长笛信号，立即取下砝码，换为下落砝码（砝码质量见表 18-15）。

8.3.5 砝码更换完毕，立即启动仪器的下落开关，试样在下落砝码的作用下开始下落。

8.3.6 试样下落 $60 \pm 3s$ ，粘力机自动停止运转，此时读取试样下落长度的数值。

8.4 老化后粘着性的测试

按 8.1 条截取试样,然后将试样的粘胶面朝外,以螺旋状缠于干净的玻璃棒(试样不应重叠)悬挂在温度为 $70 \pm 1^\circ\text{C}$ 的恒温箱中(恒温箱应符合 GB/T 7537 中 3.2 要求),保持 24h,再取出试样置于 GB/T 7539 规定的标准环境 A 中停放 1~4h,便可按 8.3.1~8.3.6 的试验步骤进行试验。

8.5 试验结果

粘着性试验结果以绝缘带的相对下落长度来表示,按式(1)计算:

$$L = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: L ——相对下落长度, %;

L_1 ——试样上卷时刻度盘的读数;

L_2 ——试样下落时刻度盘的读数。

最终结果取五个试验结果的中位数。

9 耐电压和工频击穿强度的测定

9.1 试样

每盘样品截取试样 5 条,每条长度约 300mm。

9.2 试验装置。

9.2.1 电极。

9.2.1.1 电极形状及尺寸如图 18-16 所示,电极装置如图 18-17 所示。

9.2.1.2 电极材料为电解铜,电极应清洁、光滑、无凹陷。

9.2.1.3 上下电极应同心,上下电极直径为 6mm,两个水平端面的锐边应做成半径为 1mm 的圆角。

9.2.1.4 上电极质量为 50g。

9.2.1.5 电极装置应具有使上下电极同心的结构。

9.2.1.6 绝缘材料的体积电阻率应大于 $10^{10} \Omega \cdot \text{m}$,绝缘材料块应能保证在试验时不被击穿。

9.2.2 高压击穿装置

9.2.2.1 试验变压器

试验变压器的容量应保证次级额定电流不小于 0.1A。

工频电源为频率 50Hz 的正弦波,其波形失真率不大于 5%。

过电流继电器的动作电流应使变压器的次级电流小于其额定值。

9.2.2.2 调压器

调压器应能均匀地调节电压,并使击穿发生在 10~20s 之间。

9.2.2.3 电压表精度不低于 1.5 级。

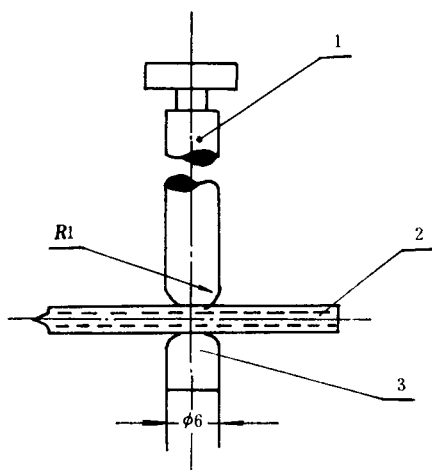


图 18-16 电极形状及尺寸

1—上电极（其高度根据上电极质量 50g 的规定调整）；2—试样；3—下电极

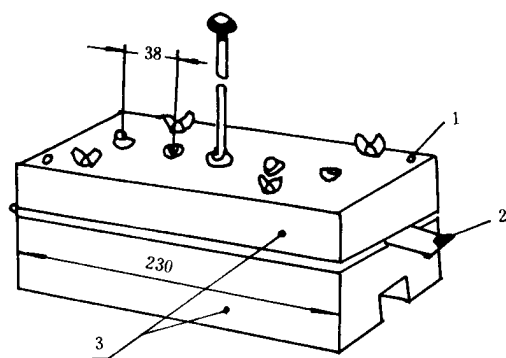


图 18-17 电极装置示意图

1—定位孔；2—试样；3—电极支架（上、下两块绝缘板，以定位螺丝固定）

9.2.2.4 应具有在击穿试样时自动切断电路的断路器。

9.3 试验注意事项

9.3.1 试验前应检查仪器的接地是否良好。

9.3.2 试验时上、下电极应对准中心。

9.4 试验步骤

9.4.1 耐电压试验

9.4.1.1 按照图 18-17 所示安装好试样。

9.4.1.2 试验电压从零开始，以 100V/s 的速度连续升压至 1kV 并保持 1min，1min 后迅速将调压器手柄归零。

9.4.2 击穿强度试验

9.4.2.1 按照图 18—17 所示安装好试样。

9.4.2.2 试验电压从零开始,以 100V/s 的速度连续升压,直至试样发生击穿(试样平均在 10~20s 之间被击穿),读取击穿电压值,记下其击穿电压值。试验完毕后,迅速将调压器手柄归零。每条试样测试 5 点,分别记下读数。

9.4.2.3 将试样放在厚度计(厚度计应符合 5.2 的要求)的平台上,轻轻地放下压足,记下厚度计的读数。每条试样测量 5 点,分别记下其数值。

9.4.2.4 按照 9.4.2.1~9.4.2.3 的方法测试其他试样,分别记下其数值。

9.5 试验结果

9.5.1 耐电压试验结果

试验结果以试样是否被击穿来表示。

9.5.2 击穿强度试验结果

每条试样取 5 点击穿电压的最低值做为击穿电压值。

每条试样取 5 点厚度值的算术平均值作为厚度值。

击穿强度按式(2)计算:

$$E = \frac{U}{d} \dots\dots\dots (2)$$

式中: E ——击穿强度, kV/mm;

U ——击穿电压, kV;

d ——厚度, mm。

取 5 条试样击穿强度的中位数作为最终结果。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a. 产品名称、规格;
- b. 试验室温度、湿度;
- c. 试验依据的标准编号;
- d. 试验项目;
- e. 试验结果;
- f. 试验日期;
- g. 试验者;
- h. 审核者。

第十七节 橡胶或塑料涂覆织物—— 耐剪切屈挠磨擦性的测定

Rubber—or plastics—coated fabrics—
Determination of resistance to combined
shear flexing and rubbing

HG/T 3048—2002

idt ISO 5981:1997

代替 HG/T 3048—1987

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了评价橡胶或塑料涂覆织物耐剪切屈挠磨擦性能的两种方法，即方法 A 和方法 B。

方法 A 采用压脚对试样施加力。

方法 B 无压脚施加力。它是通过试样表面之间简单的接触而产生磨擦。

方法 B 更适用于因压脚的磨擦作用而使试样损坏这种情况，如带有黏性表面的材料，粗糙表面上涂覆薄层聚氨酯的材料。

本试验可以在交付的产品或在经过如浸湿或加速老化预处理的产品上进行。

注：用方法 A 和方法 B 测得的结果不能进行对比，因为它们之间无相互对应关系。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物 调节和试验的标准环境（idt ISO 2231:1989）

HG/T 3050.1—2001 橡胶或塑料涂覆织物 整卷特性的测定 第一部分：测定长

度、宽度和净质量的方法 (idt ISO 2286 - 1:1998)

3 原理

由一磨擦机使试样产生连续变化的弯折,从而使试样弯折部位承受一系列柔和的磨擦。目视观察试样的磨损情况。

4 仪器

4.1 概述

试验仪器由具有两个平行夹具和一压脚的磨擦机组成 (见图 18-18 和图 18-19)。夹具能进行由其长度和宽度限定的反向往复运动,压脚 (可选) 能压在试样的弯曲部分。

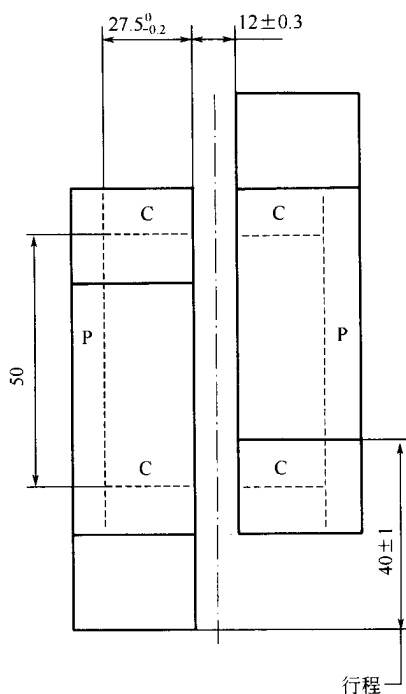


图 18-18 仪器俯视图

P—下夹具的凸肩; C—试样的定位线

该仪器应装有一个计数器和一个能用手控使两个夹具对齐的装置。

大多数计数器由于驱动方法的缘故,对于夹具的一次往返运动即两次磨擦,只显示 1 次。在这种情况下,计数器的显示数应乘以 2 方为磨擦的次数 (例如,计数器显示为 1 000,相应的磨擦次数为 2 000)。

磨擦机的部件应符合 4.2、4.3 和 4.4 的要求。

4.2 尺寸和特性

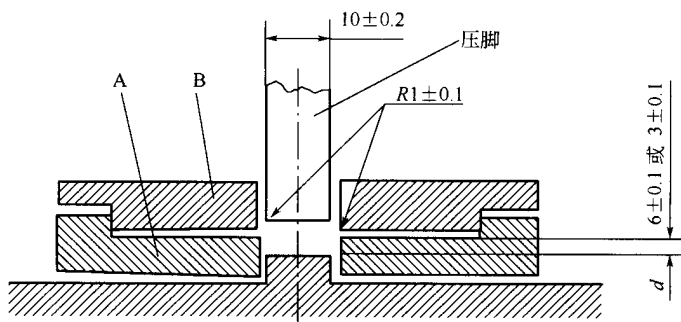


图 18-19 仪器断面图

A—下夹具；B—上夹具

试验机应具有下列尺寸和特性：

- a) 夹具间距离为 $12\text{mm} \pm 0.3\text{mm}$ ；
- b) 底座与下夹具的顶面之间的距离 d 应为 $6\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ，或经商定也可可为 $3\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ （适于薄层涂覆织物）；
- c) 运动幅度为 $40\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ；
- d) 运动频率为 $2.4 \sim 3.0\text{Hz}$ 每通过夹具轴线一次，计为一次磨擦）；
- e) 压脚宽度为 $10\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$ ；
- f) 压脚长度为 $100\text{mm} \pm 1\text{mm}$ ；
- g) 通过压脚施加的负荷为 $5\text{N} \pm 0.1\text{N}$ ，或通过补加负荷达到 $10\text{N} \pm 0.2\text{N}$ 。

所有可能与试样相接触的零部件（夹具的夹持面除外）都应抛光，其表面粗糙度 R_a 为 $0.4\mu\text{m}$ 。

4.3 夹具

夹具应由如下两部分组成（见图 18-18 和图 18-19）：

a) 下夹具（A）带有一个用于试样定位的凸肩（P），其位距夹具边缘 $27.5_{-0.2}^0\text{mm}$ ，使试样形成一段 45mm 或 55mm 长的环形弯曲，并有两个基准标记（C），当夹具扣合时，该标记可使夹具的共同对称轴线与试样的中心对准。

b) 上夹具（B）用作压紧试样。

为了避免切割试样，夹具的边缘应有半径为 $1\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ 的倒角。

4.4 压脚（可选）

压脚（见图 18-20）应对准夹具的中心，使压脚与夹具永不接触。其边缘应有半径为 $1\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ 的倒角。

压脚及其导向系统的重心（G）应位于同试样夹持平面垂直的平面上，当夹具扣合时，重心通过两夹具的共同对称轴。该平面还应单独包含压脚的重心。

压脚的导向系统应允许压脚垂直和围绕重心运动，此重心应一直处于上述规定的平

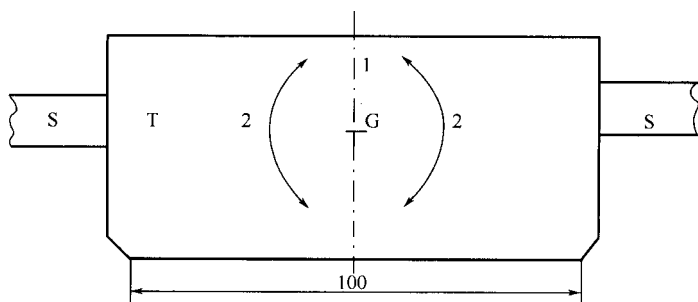


图 18-20 压脚

1—纵向位移；2—围绕重心 G 的位移；S—压脚导向系统；T—压脚

面内。

通过压脚施加在试样上的负荷应为 $5\text{N} \pm 0.1\text{N}$ ，或经有关各方面商定通过增加补充负荷达到 $10\text{N} \pm 0.2\text{N}$ 。

5 试样

5.1 数量

对于单面涂覆织物每组试验应取六个试样，其中三个为径向，另三个为纬向。对于双面涂覆织物，应取双倍试样进行试验。

5.2 形状和尺寸

5.2.1 试样应裁切成标准试验尺寸（见图 18-21），试样的形状应为长方形，其尺寸如下：

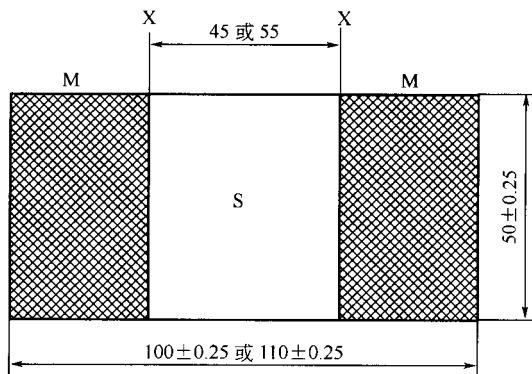


图 18-21 试样

M—夹具的位置；S—试验的有效面积；X—标线

长为 $100\text{mm} - 0.5\text{mm}$ ；

宽为 $50\text{mm} - 0.5\text{mm}$ 。

按经向裁取的试样，其长度为经向；按纬向裁取的试样，其长度应为纬向。

5.2.2 对于几乎没有弹性的涂覆织物,撕裂可能发生在夹具内。经有关各方商定,可以采用长度为 $110\text{mm} \pm 0.25\text{mm}$ 的试样进行试验。

5.3 取样

试样应在 HG/T 3050.1 规定的整卷的有效宽度上无明显缺陷的地方裁取。

6 制造和试验之间的时间间隔

6.1 对于所有试验,从制造到试验之间的最短时间间隔应为 16h。

6.2 对于材料对比的试验,特别建议采用尽量相同的时间间隔。

7 调节和试验的环境

进行调节和试验的环境应为 HG/T 2867 中规定的环境 A、B 和 C 中的一种。

试样应根据 HG/T 2867 的规定进行调节。

如果进行浸水试验,应在与试验温度相同温度的水中进行浸泡。经过加速老化处理的试样,应在选定的环境中进行试验前再调节。

8 程序

8.1 方法 A (带压脚)

8.1.1 在试样上标出两条基准线,该线应平行于试样的短边,距试样边缘的距离为 $27.5_{-0.2}^0\text{mm}$ (见图 18-21 中的 X)。

8.1.2 扣合夹具,使试样处于两夹具之间,被试验的涂覆面应朝上。试样的基准线应与夹具对齐。

8.1.3 按相反方向搬动夹具,使压脚压到试样上。检查计数器是否设置为零,然后开动试验机。

8.1.4 随时中断试验,目视检查试样的破损情况。为此,可将压脚移开,手动一至二个循环,同时观察试样的表面。不要将试样从夹具中取出。

8.1.5 继续试验,直至完成预定的磨擦次数或试样出现明显的破损为止。

8.2 方法 B (无压脚)

按 8.1.1 和 8.1.2 规定制备试样并在试验机上安装试样,开动试验机但不施加压脚。

继续试验,直至完成预定的磨擦次数或试样出现明显的破损为止。

9 试样的检查和结果的表示

从夹具上取下试样并目视检查。可用裸眼或者 4 至 6 倍的放大镜检查。

记录并报告下列观察到的变化类型及每种情况下变化程度:

a) 孔洞、裂纹。

b) 表面磨损及其深度。

c) 底布和涂覆层的分离或不同层的分离、永久性折痕等。可直接判定试样损坏程

度，也可将试样与参比物相对比。

重复剩余试样的试验。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准编号及所用的方法（方法 A 或方法 B）。
- b) 受试样品的详细说明及制造日期（如果知道）。
- c) 试样的数量、裁切方向及其长度。
- d) 双面涂覆织物的受试面。
- e) 根据 HG/T 2867 所采用的调节和试验的标准环境和调节方法。
- f) 试样的预处理，例如浸油、加速老化等。
- g) 检查时的放大倍数或是否用裸眼进行。
- h) 磨擦次数。
- i) 观察到的变化类型及每种情况下的程度。
- j) 与本规定程序的不同之处及是否经过有关各方商定。

第十八节 橡胶或塑料涂覆织物— 耐磨性的测定—马丁代尔法

Rubber – or plastics – coated fabrics—Determination of
abrasion resistance—Martindale method

GB/T 19089—2003

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了两个独立的测定材料耐湿、干磨耗性能的方法。

本标准适用于涂覆织物的涂覆表面。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版

时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物 调节与试验的标准环境 (idt ISO 2231 : 1989)

HG/T 3050.1—2001 橡胶或塑料涂覆织物 整卷特性的测定 第一部分:测定长度、宽度和净质量的方法 (idt ISO 2286—1:1998)

HG/T 3050.2—2001 橡胶或塑料涂覆织物 整卷特性的测定 第二部分:测定单位面积的总质量、单位面积的涂覆质量和单位面积的底布质量的方法 (idt ISO 2286—2:1998)

HG/T 3050.3—2001 橡胶或塑料涂覆织物 整卷特性的测定 第三部分:测定厚度的方法 (idt ISO 2286.3:1998)

3 原理

本标准规定了两种不同的评价方法。在方法 1 中,在恒定压力下将试样夹持于磨头上对着所选定的磨料磨擦。该方法的一个派生法是用湿磨料的方法。方法 2 则是使磨料和试样的位置相反。在两种情况下,磨料与试样之间的相对运动都形成一个复杂的在各方面都产生磨擦的循环图案 (Lissajous 图)(图 18-22)。试验在达到预定循环数和评估了试样的破坏程度后,或者在试样达到预定的磨损程度并记录了循环数后停止。

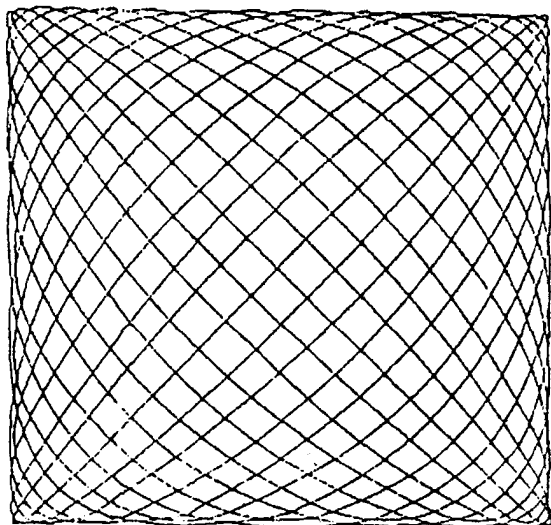


图 18-22 Lissajous 图

4 仪器

4.1 磨耗试验机 带有一个或多个试验头,每个试验头带有下列部件:

- 4.1.1 磨头 带有环形试样夹并露出一个平坦的面积为 $(645 \pm 5) \text{ mm}^2$ 的圆形凸起部分的圆形试样载体。
- 4.1.2 磨台 其大小应足以形成一个边长为 88mm 的正方形中心试验区。典型的磨台是圆形的，最小直径为 125mm。
- 4.1.3 磨头夹持器 夹持住磨头 (4.1.1)，使圆形凸起部位与磨台 (4.1.2) 接触并在磨台平面内自由旋转的装置。
- 4.1.4 在磨头 (4.1.1) 与磨台 (4.1.2) 之间产生相对运动而形成一个 Lissajous 图 (图 18-22) 的装置。每个 Lissajous 图面积为 $(60 \pm 1) \text{ mm} \times (60 \pm 1) \text{ mm}$ ，需要 16 次椭圆运动 (转)，试验机的运行速度应为 $(48 \pm 4) \text{ 转/min}$ 。
- 4.1.5 在磨头 (4.1.1) 与磨台 (见 4.1.2) 之间保持 $(12 \pm 0.2) \text{ kPa}$ 的恒定压力的装置。磨头和相关配件的质量为 $(795 \pm 5) \text{ g}$ 。
- 4.1.6 对于每个 Lissajous 图，磨头 (4.1.1) 与磨台 (4.1.2) 之间应保持 $\pm 0.05 \text{ mm}$ 的平行度。在磨头上应安装验证磨台平行度的测微仪。
- 4.1.7 磨头 (4.1.1) 与磨台相接触的圆周平行度应好于 0.05 mm 。这可以通过在磨头平坦面的边缘插入厚度小于 0.05 mm 的滑规来验证。
- 4.1.8 根据转数 (每个循环 16 转) 计数摩擦循环数的装置。
- 4.2 标准磨料 除非协议各方另有规定，应为标准织物或碳化硅布。用不同磨料进行试验所得结果不具有可比性。当根据各方协议在非标准磨料上进行试验时，对于该磨料的详细描述应包括在报告中。
- 4.2.1 羊毛磨料织物的性能在表 18-24 中给出。

表 18-24

羊毛磨料的性能

项 目	经 纱	纬 纱
纱线线密度	$R63, \text{ tex}/2$	$R74, \text{ tex}/2$
每单位长度纱线根数	$(1.7 \pm 0.1) / \text{mm}$	$(1.3 \pm 0.1) / \text{mm}$
单纱捻度	$(540 \pm 20) \text{ tpm 'Z'}$	$(500 \pm 20) \text{ tpm 'Z'}$
双股纱捻度	$(450 \pm 20) \text{ tpm 'S'}$	$(350 \pm 20) \text{ tpm 'S'}$
纤维直径	$(27.5 \pm 2) \mu\text{m}$	$(29 \pm 2) \mu\text{m}$
单位面积最低质量	$(19 \pm 5) \text{ g/m}^2$	

磨料织物的两个面不必具有相同的磨蚀特性。供货时应注意哪一面是供应商推荐使用的。通常是磨料织物稍微平整的那一面。磨料织物的库存应确保在试验中使用这一面。

4.2.2 碳化硅布的性能在表 18-25 中给出。

表 18-25 碳化硅布的性能

磨蚀剂	品质优良的熔合碳化硅，无外来杂质
衬背	最低拉断强度，经向为 961N/（50mm 宽），纬向 392N/（50mm 宽）
级	P180

4.3 压重 加压块应具有适当的尺寸，能放在磨台的整个表面上以使其夹持的磨料保持平整，并能施加（ 2 ± 0.2 ）kPa 的压力。

4.4 裁切装置 冲压裁刀，其规格应保证制备的试样能牢固地夹持于磨头（4.1）中。该装置准确的尺寸取决于磨头的夹持系统。

4.5 四片羊毛毡 单位面积的质量为 $575\text{g}/\text{m}^2 \sim 800\text{g}/\text{m}^2$ ，厚度为 2.0mm ~ 3.5mm。毛毡的两个面都可以使用。该毛毡可以反复使用直到两面都退色或厚度降低到 2mm 以下，但湿法试验中所用的毛毡不应反复使用。

4.6 聚氨酯泡沫衬垫 厚（ 3 ± 1 ）mm，密度（ 30 ± 2 ） kg/m^3 ，压痕硬度按附录 A（标准的附录）测定为（ 5.8 ± 0.8 ）kPa，用于测定单位面积质量低于 $500\text{g}/\text{m}^2$ 的材料。

4.7 喷水管 用纯胶管，一端连接在冷水龙头上，保持适当水压，另一端受控制。

5 试样

5.1 方法 1 磨头上的试样

5.1.1 用冲压裁刀（4.4）裁制能牢固地固定于磨头（4.1.1）上的适当尺寸的试样，至少 4 片。对于双面涂覆的织物，如果两面都需要进行试验，应再选一组至少 4 片试样。

5.1.2 试样应在整卷的可用宽度内按 HG/T 3050.1 规定裁取。

5.1.3 在有不规则凸饰图形或不规则的印制图形（补丁）的情况下，选取的试样应使图形的每一部分都被试验到。

5.1.4 如果相关产品规范要求试验的终点以质量损失表示，则应测定所制备的每一个试样的质量。

5.2 方法 2 磨台上的试样

按 HG/T 3050.1 规定，试样应在整卷的可用宽度内不相邻的部位裁取，至少 4 片，每片 125mm × 125mm。

6 试样的调节及磨料的淋湿

6.1 对于干法试验，试验前将试样置于 HG/T 2867 规定的调节环境中至少 16h，并在该环境中进行试验。

6.2 对于湿法试验，让喷水管（4.7）在磨料（4.2）和毛毡（4.5）（方法 1）或装在磨台上的试样表面上来回喷洒，直到颜色均匀地变暗，完全饱和。

7 程序

7.1 方法 1

- 7.1.1 将试样需要测试的表面向外放置于磨头（4.1.1）中，该面是不带有基布的面。
- 7.1.2 如果试验的材料单位面积的质量低于 500g/m²，应在每个磨头（4.1）中放入一片相同大小的聚氨酯泡沫衬垫（4.6）。
- 7.1.3 将试样放入磨头中，不应有任何方式的松懈、皱折或扭曲。
- 7.1.4 根据所用干、湿试验条件，将一片相对应的毛毡放在磨台上。
- 7.1.5 把相对应的磨料放在每片毛毡的上方，试验面向外。
- 7.1.6 把加压块（4.3）放在磨料的顶部，将其夹住并使之不出皱折。
- 7.1.7 对于其他试验头重复 7.1.1 至 7.1.6 的程序。
- 7.1.8 将装有试样的磨头装配到磨耗机上，使试样正面放在磨料上。
- 7.1.9 向磨头施加一个垂直的力，以提供在试样和磨料之间所需的压力（通常为 12kPa ± 0.2kPa）。
- 7.1.10 启动磨耗试验机（4.1）。
- 7.1.11 达到表 18 - 27 所示次数时，从磨头夹持器上除下磨头（4.1.1）。在明亮的光线条件下检查试样是否有损坏迹象。如果可能，用一片未试验的相同材料比较每一个试样。根据第 8 章评估所观察到的变化。

如果损坏被评为“完全”，停止试验。如果达到了预定的转数，记录评估的损坏，停止试验。如果损坏达到了预定的限度，记录完成的转数，停止试验。另外，记录转数和所观察到的损坏的评估。

- 7.1.12 将每个磨头返回同一个磨头夹持器及磨合，重新启动机器。
- 7.1.13 在每个检查点让机器停下来，重复 7.1.11 中的操作。
- 7.1.14 如果适用，在表 18 - 26 所示各点重新淋湿每个湿法试验头的磨料、毛毡和试样。当磨料和毛毡仍夹持于磨合（4.1.2）上方时，逐渐倾注最多 30g 水到其表面上，同时用手在水中轻轻摩擦。在其停止吸水或看到过量的水积在表面上时，停止倒水。将加压块（4.3）放到每个磨料顶部（1 ± 2）s，然后取下。

表 18 - 26 建议的检查和磨料重淋湿阶段

转 数	检查试样	重新淋湿磨料或试样
1 600	是	否
3 200	是	否
6 400	是	是
12 800	是	是
25 600	是	是
38 400	否	是
51 200	是	否

7.2 方法 2

7.2.1 将双面胶粘带粘于试样的反面。将试样固定在磨合（4.1.2）上，同时确保试样平整。对其余试样进行相同的操作。

7.2.2 将一片足够大小的磨料（4.2.2）放入磨头中，并同定牢。

7.2.3 用一片相同大小的聚氨酯泡沫衬垫磨料。

7.2.4 确保磨料和泡沫无任何形式的松懈、皱折或扭曲。将磨头牢固地夹持在其位置上。

7.2.5 按 7.1.10 至 7.1.13 描述的同一程序在磨台上评估试样的损坏。

如果试验要求评估预定循环数后的质量损失，应在调节后试验前记录试样的质量，完成要求的循环数后，再以与试验前相同的步骤调节试样，然后再称量。

8 损坏的评估

按表 18-27 评估试样的损坏程度。

表 18-27 试样的损坏程度分级

级 别	损坏程度	现 象
0	无	无变化。
1	很轻	亮度有变。无印花磨损。如有，无损顶部涂层。
2	轻	亮度改变。印花部分或全部磨损。顶部涂层无损或仅浅表受损。
3	中	顶部涂层受损。
4	严重	顶部涂层受损。中间层或泡沫层受损。
5	完全	露出基布。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 本标准的编号，所用的操作方法，即方法 1 或方法 2，湿或干；
- 受试材料的描述；
- 对于双面涂覆织物，应注明试验面；
- 所用磨料的描述；
- 详述制品规范所要求的涂覆织物的所有性能变化；
- 详述与标准试验的偏差；
- 所施加的压力；
- 根据第 8 条评估观察到的损坏，每一个试样相应的转数；
- 是否由于提早完全磨损或因达到了规定的转数或规定的磨损而停止了试验。

附录 A

(标准的附录)

泡沫压痕硬度 (kPa) 测试方法

A1 仪器

A1.1 质量为 (5 ± 0.01) g 的砝码一套 10 个。

A1.2 装砝码用的已知质量 (约 60g) 的小托盘。

A1.3 符合 HG/T 3050.3 要求的厚度计。

A2 程序

切两片约 $5\text{cm} \times 5\text{cm}$ 的方形泡沫。将一片放在另一片上并立即放在厚度计平台上。将托盘放在厚度计压杆顶部并立即记录泡沫厚度。将第一个 50g 砝码放入托盘, 等待 (30 ± 1) s 并记录厚度。重复此步骤直到包括砝码、托盘和压杆在内的总质量达到或超过 500g。

A3 结果的计算和表示

在以质量为横轴厚度为纵轴的图上标出读数, 画出曲线。

用第一个记录的双层泡沫的厚度 (当只有厚度计的质量时, 含有轴和压脚) 作为原始厚度。在等于原始厚度 60% 的点上平行于横轴画一条线。在与此线相交的点上读出横轴上的质量。用下列公式计算压力:

$$p = \frac{m \times 9.81}{a}$$

式中: p ——压力, 单位 kPa;

m ——质量, 单位 g;

a ——压脚的面积, 单位 mm^2 。

第十九节 橡胶涂覆织物—橡胶与织物粘合强度的测定—直接拉力法

Rubben – coated fabrics—Determination of rubber – to – fabric
adhesion—Direct tension method

GB/T 18946—2003

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程，本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了在直接拉力下测定橡胶与织物粘合强度的方法。

本标准适用于厚度均匀、平展或具有足够的柔性、在低的压力下可保持平展的待测材料。

本标准特别适用于橡胶层很薄、难以用试条法或剥离法进行试验的材料。

应当注意，用本方法所得到的实验结果和用 GB/T 532《硫化橡胶、热塑性橡胶与织物粘合强度的测定》中所规定的剥离试验法所得到的实验结果不一定有关。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物 调节与试验的标准环境（idt ISO 2231：1989）

3 原理

用一种合适的粘合剂将金属柱与相对的试片面相粘，测量使橡胶与织物分开所需的拉力。这种拉力是沿着金属柱的轴线施加的。

4 仪器和材料

4.1 拉力试验机：带有两个自动校直的夹持器。夹持器的牵引速度为 (50 ± 5) mm/min。试验机测力元件的灵敏度应保证能在准确度为拉开时间 $\pm 2\%$ 的时间为 $1s \sim 2s$ 内准

确记录最大力。

4.2 两个金属柱：材质最好为铝，直径为 (25 ± 0.5) mm，长度约为 50mm。在金属柱的一端应有和拉力试验机的突持器相连接的装置。每个金属柱的另一端应精确地加工成平面并且垂直于主轴线。该端的平度比起整个平面来更有重要意义。而整个金属柱的粗糙度按第 7 章规定处理后，应有一个算术平均数偏差 R_a 为 $0.8\mu\text{m}$ 。

4.3 水磨或干磨破纸：粒度为 600。

4.4 镊子：用于夹取试样。

4.5 校直用卡具：在试验组件的制备过程中，这种卡具能校直金属柱。一套可由任何相当的刚性材料制做的卡具（如图 18-23 所示）。

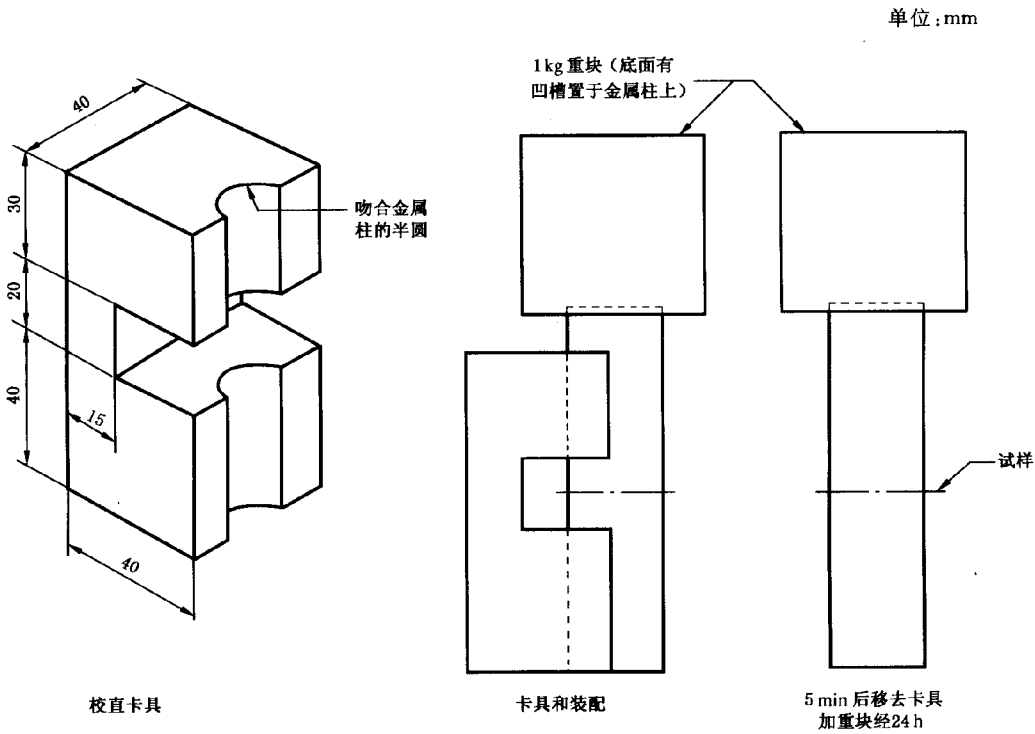


图 18-23 试验组件的制备

4.6 质量为 1kg，形状和大小合适，对金属柱施加轴负荷的重块。

4.7 氰基丙烯酸乙酯粘合剂，在 25℃ 下测定，粘度应为 $(70 \sim 100)$ mPa/s。用直接拉力法测定，粘合金属的最小粘合强度为 14MPa。用于试验的粘合剂应只能润湿试样的表面，对试样不应有任何渗透作用。

注：根据待测材料中橡胶与织物粘合力的情况，也可以选用比规定的粘合强度稍低的粘合剂。但是，该粘合剂的粘度应在规定的范围内。

5 试样

试样应为一块正方形试验材料，边长约为 32mm。

6 试样的调节

试样应按 HG/T 2867 中所规定的标准试验室环境之一进行调节，调节时间不应少于 24h。对任何一种或一组要进行对比试验，应采用相同的调节条件。

7 程序

警告：应采取适当的预防措施，防止吸入对身体有害的三氯乙烯蒸气。

用三氯乙烯清洗掉金属柱的油脂，然后，不要用手触摸该试验面。将砂纸置于一个水平面上，如玻璃或平台上，轻轻地在砂纸上研磨每个金属柱的试验面，然后，用不起毛的干净软布浸三氯乙烯，擦净金属柱的磨擦面。最后，小心地将金属柱放在过滤纸上晾干。

在 1%（体积分数）氢氧化氨（密度为 $0.880\text{g}/\text{cm}^3$ ）的丙酮溶液中浸渍一块不起毛的干净软布，擦洗试样。然后，在室温下，无尘环境中干燥试样。在这期间及以后的操作过程中，只能用镊子夹取试样。

将一至二滴粘合剂涂到一个金属柱经过处理的表面上，然后，小心地把另一个金属柱对到第一个金属柱上，使粘合剂均匀地分布处置面上。为了避免粘合，立即分开金属柱，然后将其中一个金属柱放在校直卡具上，处理面朝上。将两滴粘合剂涂在该面上，贴试样，轻轻地磨擦金属柱上的试样，以使粘合剂分布均匀。再将两滴粘合剂涂在该试样的上面，放上第二个金属柱，轻轻地磨擦该金属柱，使粘合剂涂匀。在卡具中校直带试样的两个对称金属柱。由最初使用粘合剂到最后校直之间的时间间隔不应超过 90s。将重块放在上面的金属柱上。5min 后，小心地将该组件从校直卡具中拿出。

在标准试验室环境中，将该组件调节 16h ~ 24h，然后进行拉力试验。

小心地将该组件安装在拉力试验机上，并保证完全校直。开动试验机，使夹持器的分离速度为 $(50 \pm 5)\text{mm}/\text{min}$ ，直到该组件破坏为止。记录达到的最大力，检查牵引的试样并记下破坏的形式。

如果试样在粘合剂层层内分离，或在粘合剂与橡胶或金属的界面上分离，视为无效破坏，并要进行重复试验。用补充试样进行测定，直至得到五个有效的试验结果为止。

注：使用粘合剂的量应少，不要过多，不要在每个金属柱外缘的试样上形成粘合剂凸棱。如果金属柱的材质不是铝的，而是其他金属，可以采用不同的制备方法。

8 结果表示

试验结果为“破坏时的力”（在规定的条件下），取五个试样试验结果的中值，以 kN 表示。

破坏形式用五个试样总的粘合面积近似百分率表示，应用下列符号：

C——橡胶内层聚破坏；

RF——橡胶和织物间的粘合破坏。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 本标准编号；

b) 详细叙述试样及其来源；

c) 所用的标准试验室温度和湿度；

d) 试验结果：根据第 8 章表示的粘合强度值和破坏形式的说明；

e) 试验日期。

第二十章 塑料涂覆织物—聚氯乙烯涂覆层 ——融合程度快速检验法

Plastics coated fabrics—Polyvinyl chloride
coatings—Rapid method for checking fusion

GB/T 12588—2003

代替 GB/T 12588—1990

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家的有关规定是使用者的责任。

1 适用范围

本标准规定了快速检验塑料涂覆织物聚氯乙烯（PVC）涂覆层融合程度的方法。

本标准不适用于水分散体系得到的 PVC 涂覆层。

2 试剂和器具

2.1 丙酮（分析纯）；

2.2 玻璃容器（具有玻璃盖板），用于盛放试样组合件；

2.3 玻璃棒直径为 5mm；

2.4 金属夹具。

3 试样

根据涂覆织物的厚度，切取三个尺寸为 20mm × 40mm 或 20mm × 70mm 的试样。如果可能，试样之一应取自样品的中心部位，其余从距样品边缘至少 200mm 处切取。如果试验材料是双面涂覆的，切取六个试样以保证每一涂覆面检验三个试样。

4 程序

检验试样的 PVC 涂覆层是否有龟裂或孔眼并记录。折叠每个试样使所要检验的涂覆面朝外将其包在玻璃棒（2.3）上，然后用金属夹具夹紧，将此试样浸入试验室温度下玻璃容器（2.2）内的丙酮（2.1）中。

15min 后，将试样从丙酮中取出，目视检查是否有新的龟裂或孔眼。不计涂覆层脱落或任何表面影响。

5 结果表示

如果有新的龟裂或孔眼出现在弯曲部位，则为融合不完全。

6 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本标准编号；
- b) 检验产品的全称；
- c) 检验温度；
- d) 检验结果（融合完全或不完全）；
- e) 依协商或其它约定与规定的检验程序的不同之处；
- f) 检验日期；
- g) 试样长度。

第二十一节 橡胶或塑料涂覆织物——抗压裂性的测定

Rubber – or plastics – coated fabrics—
Determination of crush resistance

GB/T 12587—2003

代替 GB/T 12587—1990

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标

准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了橡胶或塑料涂覆织物抗压裂性的测定方法。

本标准适用于从涂覆织物上裁取的材料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物调节与试验的标准环境 (idt ISO 2231:1989)

HG/T 3050.1—2001 橡胶或塑料涂覆织物 整卷特性的测定 第一部分：测定长度、宽度和净质量的方法 (idt ISO 2286-1:1998)

3 原理

试样在已知面积上承受可控负荷直到该织物破裂为止。

4 仪器

4.1 底板，尺寸如图 18-24 所示。

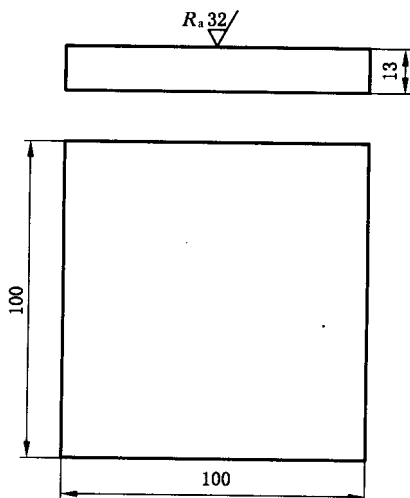


图 18-24 底板

4.2 负荷圆头组合件，尺寸如图 18-25 所示。

4.3 压缩试验机速度约为 0.08mm/s 。

注：也可以使用符合此项要求的其他类型试验机。例如，一台在台板上装有支架，并且利用手控

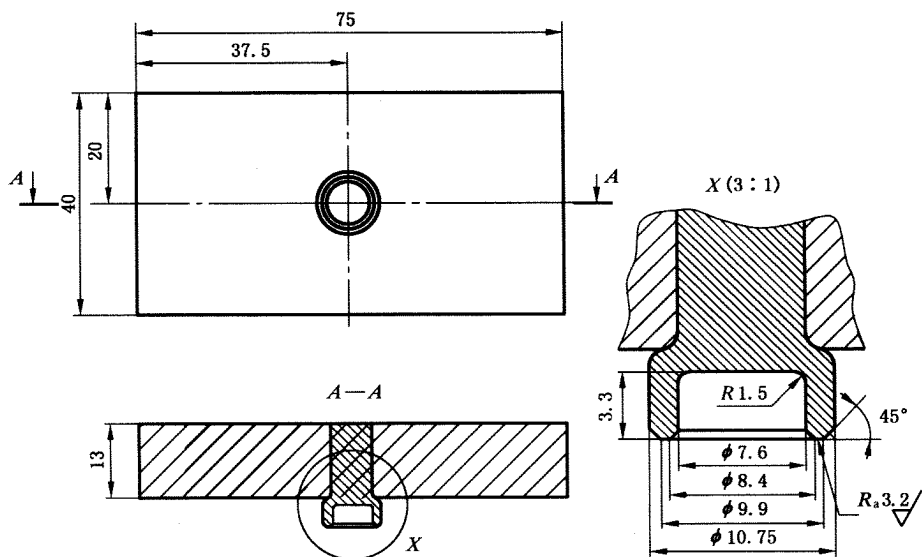


图 18-25 圆口负荷组件

螺杆加压的台秤，只要在精度和速度上能符合规定要求，就可以使用。

试验机负荷容量至少为 5 400N。

4.4 压力记录装置：应具备记录仪，装有一个能指示最大压力指针的标度盘，并能记录织物压裂时所需压力。除对压力测定另有规定外，仪器应调整到借助于最大压力指针能够容易看出，或者借助于记录仪能够容易地读出试样压裂时所需的最大压力。

在负荷范围内，当力等于或小于 200N 时，任一读值下，仪器的误差不得大于 2%；当力大于 200N 时，仪器的误差不得大于 1%。

5 试样

按 HG/T 3050.1 规定的有效宽度内切取试样。

试样至少长为 200mm，宽为 50mm。每种试样至少应有三个试验结果。

6 制造和试验之间的时间间隔

6.1 对所有试验，试样自制造到试验之间的最短时间应为 16h。

6.2 当试验用于可比性评价时，试验应在相同时间间隔内完成。

6.3 对制品试验，试样自制造到试验之间的时间间隔不应超过三个月。在其他情况下，应自需方收货日期起两个月内完成试验。

7 调节和试验的环境

试样应在 HG/T 2867 规定的环境 A、环境 B、环境 C 之中的一种环境中进行调节和试验。

8 程序

8.1 将底板(4.1)置于试验机(4.3)的平台上,然后将试样放在底板上。

如果待测试样品涂覆层两面厚度不同,就应将涂覆层厚的一面朝上放置。

8.2 将试验机的圆口负荷准确地放在试样上,使圆口负荷的口部接触试样,并且垂直于试样平面,如图 18-25 所示。圆口负荷的圆周距试样任何边缘至少应为 12mm。再以 0.08mm/s 的速度向圆口施加压力,直至达到剪切屈服点或标度盘指针的最大位移值,取其中的较小值。

记录试样压裂时的压力(N),更换试样位置,在距已试面积边缘至少为 12mm,距试样边缘至少为 12mm 处,再重复试验二次。

8.3 拉伸试样能够容易地观察出试样的压裂情况。织物破裂处与未破裂处相比抗拉力要小得多。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本标准编号;
- b) 试样名称;
- c) 调节和试验的环境;
- d) 试验的试样数量;
- e) 试样涂覆层或织物压裂时的压力(取先发生压裂者);
- f) 试验日期。

第二十二节 橡胶或塑料涂覆织帛—— 耐屈挠破坏性的测定

Rubber – or plastics – coated fabrics—Determination
of resistance to damage by flexing

GB/T 12587—2003

代替 GB/T 12586—1990

警告:使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者

的责任。

1 范围

本标准规定了三种评价涂覆织物耐反复屈挠破坏性能的方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 13934—1992 硫化橡胶屈挠龟裂的测定 (neq ISO 132:1983)

HG/T 2582—1094 橡胶或塑料涂覆织物 耐透水性能的测定 (eqv ISO 1420:1987)

HG/T 2867—1997 橡胶或塑料涂覆织物 调节与试验的标准环境 (idt ISO 2231:1989)

HG/T 3050.1—2001 橡胶或塑料涂覆织物 整卷特性的测定 第一部分:测定长度、宽度和净质量的方法 (idt ISO 2286-1:1998)

3 方法 A (De Mattia 方法)

3.1 原理

将长方形的涂覆织物条折叠两次,使其长的边缘相会合,形成一个 $125\text{mm} \times 12.5\text{mm}$ 的长条。将这种折叠的长条安装在一对平面夹具之间,其中一个夹具能作往复运动,从而使折叠的试样每秒向外弯曲 5 次。试样的这一高速折叠一直持续到预定的周期数或试样明显破坏。

3.2 设备

3.2.1 屈挠试验机 按 GB/T 13934 的规定,将带有成对的平面夹具,每对夹具中的一个能在垂直方向上做往复运动,其行程为 $57^{+0.5}_0\text{mm}$,频率为 $5.0\text{Hz} \pm 0.2\text{Hz}$ 。

每一对夹具所处的位置是:展开时间距为 $70\text{mm} \pm 1\text{mm}$,靠拢时间距为 $13\text{mm} \pm 0.5\text{mm}$ 。

3.3 试样制备

按 HG/T 3050.1 规定,从有效的涂覆织物卷中,选取 6 个试样,每个宽 $37.5\text{mm} \pm 1\text{mm}$,长 125mm 。其中,3 个试样平行于经向,3 个试样平行于纬向。试样应从横跨全宽和全长均匀间隔的部位上选取。

注 1:就机织物基材而言,两个试样在所要的试验方向上应尽可能不含有同根织物线。

注 2:适当增加夹具宽度来增大试样尺寸,可进行随后的静压实验。

3.4 调节和试验环境

在 HG/T 2867 规定的环境 A、B 或 C 中对试样进行调节和试验。

3.5 程序

沿着距离试样每条较长边缘 12.5mm 处的线折叠两次，如图 18-26 所示，试样的宽度成 12.5mm，并使要试验的涂层朝外。将折叠的试样夹放在成对夹具之间，同时使其处于展开位置，从而使试样稍微绷紧，并使试样中间部位的涂层经受向外的折叠。用手同时移动夹具，引导每个试样在大约中间点位置处形成一折线（见图 18-26）。使试验设备处于运转状态，在达到规定的周期数之后停机；当要确定涂覆织物的破坏或断裂点时，则以预定的时间间隔使设备停机，以便对试样进行检查。

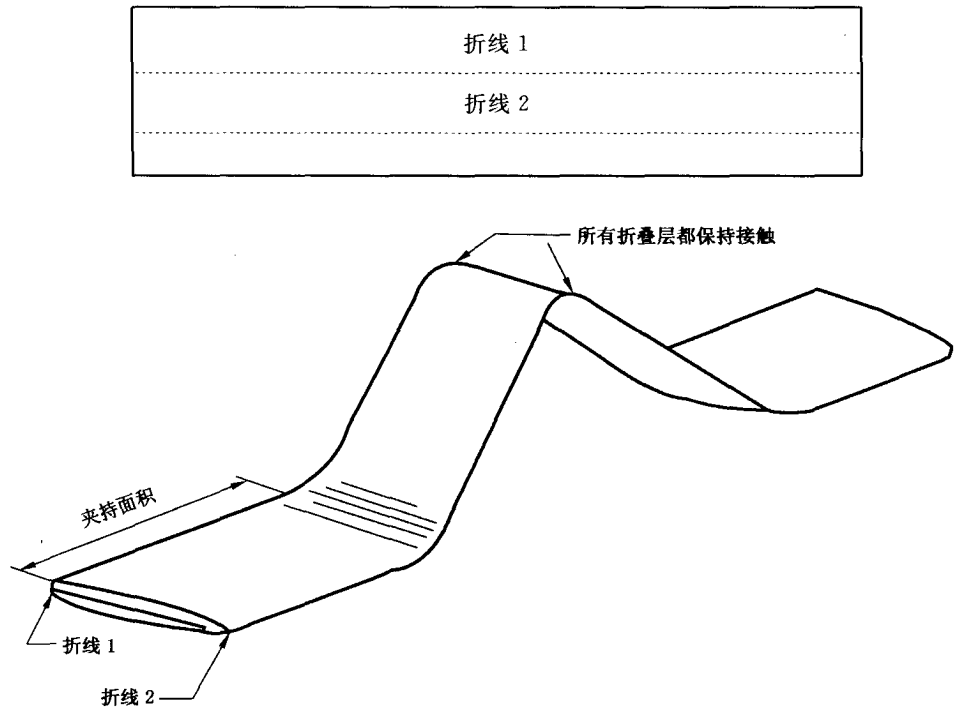


图 18-26 试样折叠和构形示意图

3.6 试样的检查

按照第 6 条在试样仍然夹持在屈挠试验机的夹具中时，对试样进行初次检查。若需要，把试样从夹具中取下，按第 6 条进行更详细的检验。从夹具中取下的试样不应再次安装。

在规定的周期数时或第一次检验出试样呈现所研究的类型劣化或龟裂的迹象时，终止屈挠。记录相对应的每种检验的屈挠次数，并按第 6 条评价屈挠损坏情况。

3.7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- (a) 本标准的编号，即 GB/T 12586 方法 A；
- (b) 涂覆织物标识的所有细节；

- (c) 试验运行和进行检查的规定屈挠次数和最后检查时的屈挠次数；
- (d) 按第 6 条所述的每次检验的损坏程度；
- (e) 任何偏离标准试验程序的详细情况。

4 方法 B (S childknecht 法)

4.1 原理

将一长方形的涂覆织物条环绕在两个相对的圆柱体放置，从而使试样呈圆筒状。其中一个圆柱体沿其轴线往复运动，使涂覆织物筒交替压缩和松弛，从而在试样上引起折叠。涂覆织物筒的这一折叠一直持续到预定的周期数或试样出现明显破坏。

4.2 设备

4.2.1 试验机 由一对或几对适当安装的金属圆柱体组成，使每一对圆柱体的轴线沿着一半径不小于 450mm 的弧放置。圆柱体的外径为 $25.4\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$ ，其中一个圆柱体能沿其轴以 $8.3\text{Hz} \pm 0.4\text{Hz}$ 的频率作往复运动，其行程为 $11.7\text{mm} \pm 0.35\text{mm}$ 。

4.2.2 软管卡箍或器具夹具，宽 $10\text{mm} \pm 1\text{mm}$ ，用以将试样固定到圆柱体上。

4.3 试样的制备

4.3.1 概述

按 HG/T 3050.1 规定，从有效宽度涂覆织物卷上，选取 6 个试样，每个宽 50mm，长 105mm。其中，3 个试样平行于经向，3 个试样平行于纬向。试样应从横跨样品全宽和全长均匀间隔的部位上选取。

注：就机织物基材而言，两个试样在所要的试验方向上应尽可能不含有同根织物线。

4.3.2 静压试验用的试样

当随后要根据 HG/T 2582 方法 B 进行静压试验时，屈挠所用的试样尺寸应为 $105\text{mm} \times 65\text{mm}$ ，而静压试验用的试样应从经屈挠试验的试样中间部位上裁取。

4.4 调节和试验环境

在 HG/T 2867 规定的环境 A、B 或 C 中对试样进行调节和试验。

4.5 程序

环绕两个处于充分展开位置的相对圆柱体安装每个试样，试样长度环绕圆柱体一整圈，被评价的涂层朝外。用卡箍（4.2.2）把试样固定到圆柱体其位置上，保证固定卡箍（4.2.2）的内侧面之间的距离为 $36\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 。当使用 65mm 加宽的试样（见 4.3.2）时，试样未夹持部分的自由长度为 $44\text{mm} \pm 1\text{mm}$ （见图 18-27）。

使设备处于运转状态，在规定的周期次数之后使其停机；当要确定涂覆织物的破坏或断裂点时，则以预定的时间间隔停机，以便对试样讲行检查。

4.6 试样的检查

当试样仍夹持在圆柱体周围的夹具上时对试样进行初次检查，若需要，把试样从夹具中取下，按第 6 章进行更详细的检验。从夹具中取下的试样不应再次安装。

单位为毫米

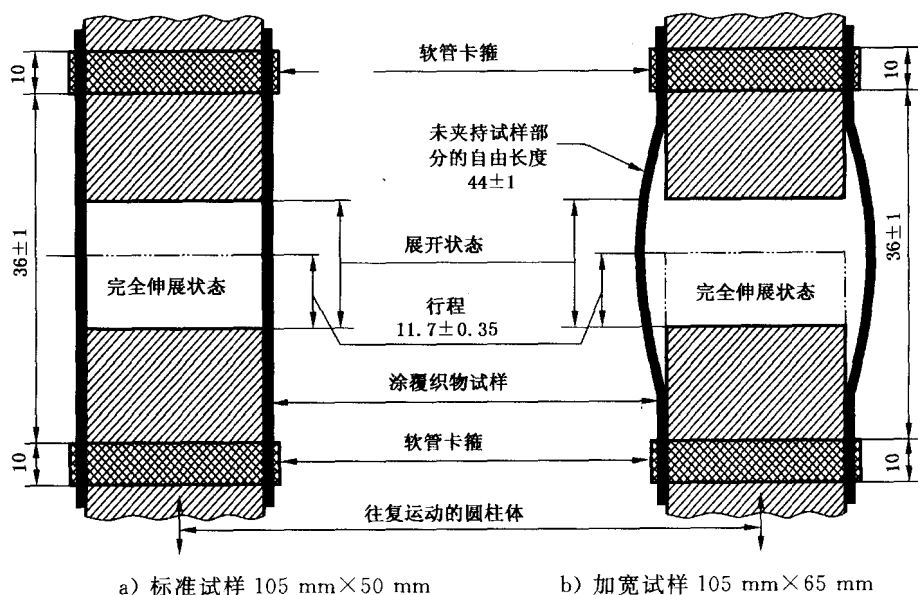


图 18-27 试样安装

在规定的周期数时或第一次检验出试样呈现所研究的类型劣化或龟裂迹象时，终止屈挠。记录相对应的每种检验的屈挠次数，并按第 6 章评价损坏情况。

注：当试样仍由夹具夹持时也可以从设备上取下试样进行检查。若需要，也可使试样重新插到设备上，继续进行屈挠试验，而不影响试样因屈挠引起的折痕构造。

4.7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- (a) 本标准的编号，即 GB/T 12586 方法 B；
- (b) 涂覆织物标识的所有细节；
- (c) 试验运行和进行检查的规定屈挠次数和最后检查时的屈挠次数；
- (d) 按第 6 章所述的每次检验的损坏程度；
- (e) 任何偏离标准试验程序的详细情况。

5 方法 C (折皱屈挠法)

5.1 原理

将一长方形的涂覆织物试样条缝合成圆筒形。将涂覆织物圆筒放在两个圆盘之间，并固定在其位置上，其中一个在其轴上振荡约 90°。这会使涂覆织物圆筒试样引起扭曲。同时，另一个圆盘沿其轴作往复运动，使圆筒形试样沿其长度压缩。圆筒形试样的这种扭曲加压缩一直持续到预定的周期数或试样出现明显破坏。

5.2 设备

设备基本上由两个相对的带法兰的或带有肩部的圆盘组成，两个圆盘法兰内侧面之间的最大分离距离为 $180\text{mm} \pm 3\text{mm}$ 。每个圆盘的非法兰部分的直径为 63.5mm ，宽 15.0mm 。每对圆盘沿同一轴放置，其边缘的最大分离距离是 152.4mm （见图 18-28）。其中一个圆盘应能沿其轴朝另一个圆盘运动 70.0mm ，从而使圆筒形试样以 $253\text{Hz} \pm 0.07\text{Hz}$ 频率，即每分钟 (15 ± 4) 次行程压缩。另一个圆盘应能旋转 $90^\circ \pm 2^\circ$ ，从而使圆筒形试样以 $3.33\text{Hz} \pm 0.17\text{Hz}$ 频率，即每分钟 (200 ± 10) 次的速率扭曲。计数器记录试验期间行程的总次数和机器运行的频率。

单位为毫米

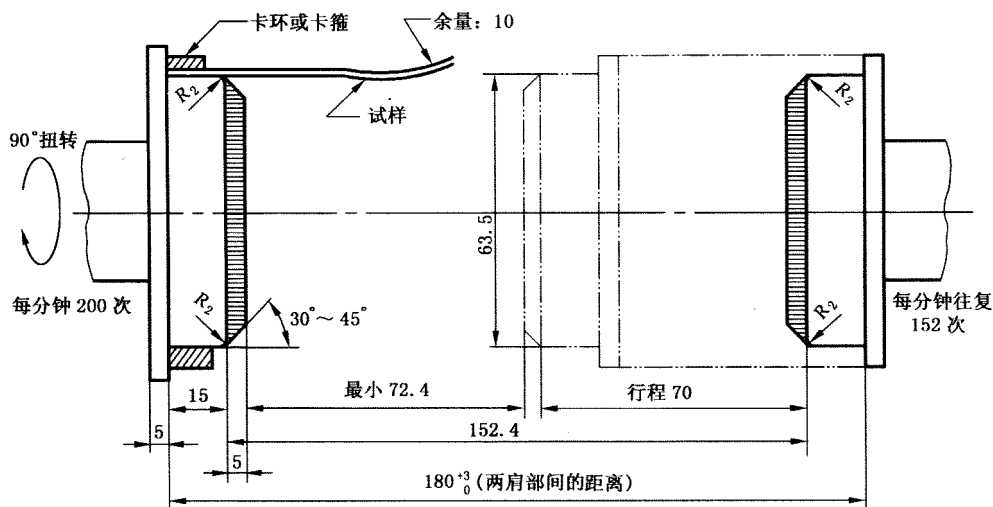


图 18-28 折皱屈挠设备示意图

5.3 试样的制备

5.3.1 概述

按 HG/T 3050.1 规定，从有效宽度的涂覆织物卷选取两个试样，每个长 220mm ，宽 190mm 。其中，一个试样平行于经向选取，另一个试样平行于纬向选取。每个试样应缝合成长 190mm ，内径 64mm 的圆筒形，被评价的涂层面朝外，如图 18-29 所示。

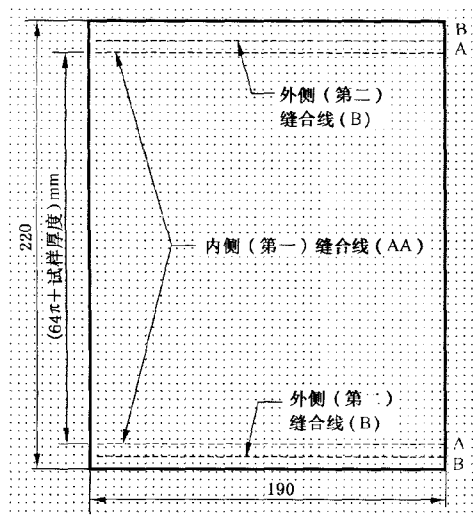
5.3.2 静压试验用的试样

按 HG/T 2582 进行静压试验时，静压试验用的试样按图 18-30 从折皱屈挠试样上截取。

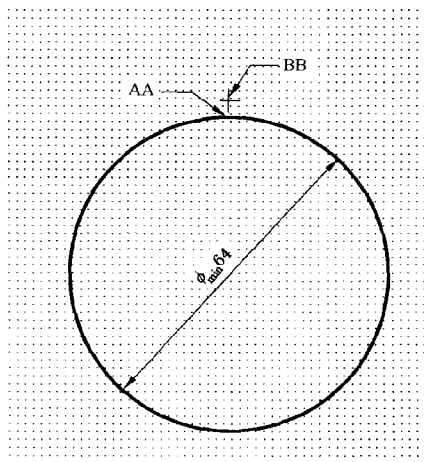
5.4 调节和试验环境

在 HG/T 2867 规定的环境 A、B 或 C 中对试样进行调节和试验。

单位为毫米



a) 试样缝合标记



b) 装机前的试样

图 18-29 折皱屈挠法用试样构形

5.5 程序

试验前应检查设备是否以要求的速度运行。

将圆筒形试样安装在两个圆盘之间，使试样的每个末端紧靠着圆盘上的肩部内侧面。

注：这将保证试样在安装时有大约 10mm 的松弛。

安装试样时保证振荡圆盘设置在振荡周期的中点即零扭矩处。试样的缝合线（见 5.3）应与振荡圆盘的中点在同一直线上（即卧式机器的最上部）。

注 1：缝合线与卧式取向机上的振荡圆盘的中点对齐，是为减少试样安装时下垂，而影响试验效果。

注 2：在试验期间可能要求调整机器的速度，以补偿试验进行中试样阻尼效应的降低。较重或较厚的涂覆织物在试验开始时往往产生较大的阻尼效应。所以在试验期间，由于试样折叠和发热而使阻尼效应降低时，可能要求进行大幅度的调节。

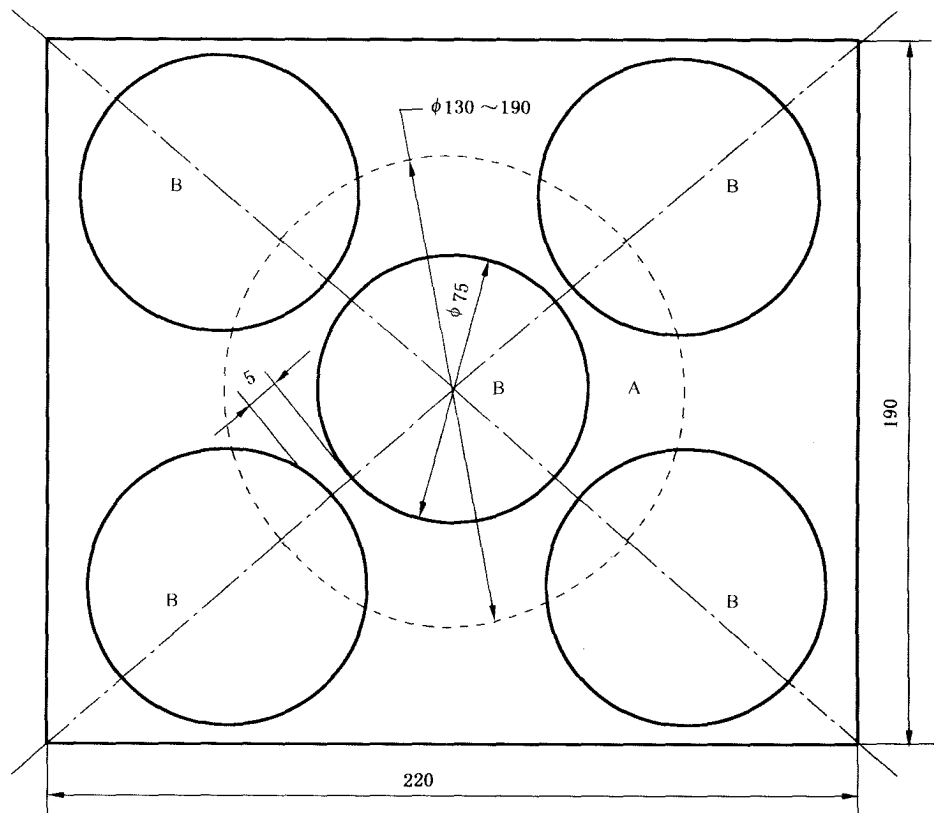
使设备处于运行状态，在达到规定的周期数后停机。当要确定涂覆织物破坏或断裂点时，则以预定的时间间隔停止设备运行，以便对试样进行检查。

5.6 试样的检查

当试样夹持在设备上时对试样进行初次检查。将圆盘移向靠拢状态，检查试样是否出现龟裂或劣化迹象。

当达到规定的周期数时或第一次检验时，试样呈现出所研究的类型劣化或龟裂迹

单位为毫米



A—HG/T 2582 方法

A ; B—HG/T 2582 方法 B

图 18-30 从折皱屈挠试样上选取静压试验用的试样

象，则终止屈挠试验。在适当的情况下每次检查都应记录试样已受的总屈挠次数，并按第 6 章评价屈挠损坏程度。

5.7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- (a) 本标准的编号，即 GB/T 12586 方法 C；
- (b) 涂覆织物标识的细节；
- (c) 试验运行和进行检查的规定屈挠次数和最后检查时的屈挠次数；
- (d) 按第 6 章所述的每次检验的损坏程度；
- (e) 任何偏离标准试验程序的详细情况。

6 屈挠破坏的分析

6.1 评价和说明

6.1.1 耐屈挠龟裂性能的评价

将所有可见因素，如皱折、龟裂、剥落和褪色等都考虑进去，来评价整个外观情况。将经过屈挠试验的试样和未经过屈挠试验的试样进行对比，并且不经放大，按照下列 4 种等级确定外观劣化分级：

0——无；

1——轻微；

2——中等；

3——严重。

注：中间的级别是可接受的。

6.1.2 损坏的说明

如果存在的话，应说明损坏类型。

6.2 龟裂

6.2.1 概述

用 10 倍放大镜，最好用 10 倍立体显微镜仔细检查试样，如果有龟裂，应按 6.2.2，6.2.3 和 6.2.4 节规定，报告裂纹的深度、数量和长度。

6.2.2 龟裂的深度

龟裂深度的分级规定如下：

Ni1—无龟裂；

A—表面或表面修饰层龟裂，尚未露出泡沫层或中间层；

B—龟裂，但尚未透过中间层，或者在单层涂层的情况下，尚未露出基底织物；

C—龟裂穿透到基底织物；

D—龟裂完全穿透材料。

6.2.3 龟裂的数量

记录最低级别的裂纹，代表最差龟裂程度，如果超过 10 个，则简单地报告“超过 10 个”。

6.2.4 龟裂的长度

记录最低级别的最长裂纹，代表最差龟裂程度，以 mm 表示。

6.3 脱层

为了评定是否发生明显程度的脱层，应专门进行关于涂层粘合强度明显变化的试验，或进行关于耐磨、吸油或耐静压性能变化的试验。另外，也可在怀疑发生脱层的部位将整个试样厚度切透以显现脱层。

注 1：脱层可能不明显，但却能使涂覆织物更易于磨损、磨破和吸油，也可能降低其耐静压性能。

注 2：这些是任选的附加试验，与屈挠试验无关，不能用来作为评价涂覆织物耐屈挠性能的方法。

附 录 A

(提示的附录)

对潮湿试样进行屈挠试验的建议

A1 浸湿

将试验的试样在 HG/T 2867 规定的一种标准温度下,在 2% (质量分数) 油酸钠溶液中以浴比为 20:1 (质量分数) 浸泡 30min。

A2 安装

不要抖动试样,否则带走过量的水分,把浸湿试样安装在屈挠试验机中,被评价的涂覆层朝外,按要求进行试验。

注:当方法 B 和方法 C 的试样以其轴线垂直取向安装在设备中时,对湿试样进行屈挠试验是不可取的。

第十九章 汽车橡胶配件制品技术及相关标准

第一节 汽车橡胶配件制品技术

汽车橡胶配件是汽车工业的主要组成部件，每辆汽车要用数以百计的橡胶配件，以国产桑塔纳轿车为例，每辆车上所需的橡胶配件品种规格有 152 种，总件数 312 件；其中还不包括配套轮胎和备用胎。因此，汽车工业发展对橡胶配件的影响比其它经济领域的影响更大。而橡胶配件质量的优劣和生产技术水平的高低，又会对汽车工业的发展产生一定程度的积极或消极影响。

汽车工业所用的橡胶制品品种繁多，有轮胎、胶带、胶管、密封制品、减震橡胶制品、胶布制品、多孔橡胶制品、胶板和橡胶胶粘剂等，是众多橡胶行业是一体化体现。本节所介绍的汽车橡胶配件不包括轮胎，而且在涉及到某种配件的传统制造工艺方法时，可参考本书相关的章节，这里只介绍这些橡胶配件在材料选择、制造工艺及产品质量控制的改进技术或关键内容、以及发展趋势。

一、汽车传动带

汽车用橡胶传动带包括汽车发动机辅助装置用汽车 V 带，多楔带，顶置式凸轮轴发动机用同步带（称时规带，正时皮带等）和最新发展起来的无级变速机构用的变速 V 带三大种类。目前汽车发动机正在向小型化、高效能化发展，发动机周围的环境温度越来越高，使用条件也越来越苛刻，因而要求单根胶带能带动更多个部件，对胶带的传动能力、传动效率、使用寿命、环境适用性、噪音控制及维修保养周期都提出新要求。

（一）汽车传动带的种类

汽车用橡胶传动带按其在汽车中的作用可分为汽车 V 带、多楔带、变速 V 带和同步带。如按其传动机理则可分为 V 带和同步带两大类。

1. 汽车 V 带。汽 V 带按 JASO E107 标准可分为包布 V 带、普通切边 V 带和叠合切边 V 带三种，如图 19-1 所示。

包布 V 带在 60 年代后期已逐渐被切边 V 带代替。到目前为止，国外先进国家所用

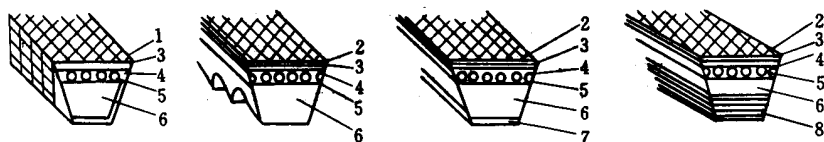


图 19-1 包布 V 带和切边 V 带结构示意图

1—包布；2—顶布；3—伸长层胶；4—粘胶；5—抗拉体线绳；

6—压缩层胶；7—底布；8—层合布

的 OEM 汽车 V 带已 100% 使用切边 V 带，包布 V 带只作为维修配件使用。我国汽车工业也已逐渐更换为切边 V 带。切边 V 带的使用寿命比包布 V 带高 1~3 倍以上，可根据不同使用要求和使用条件达 $10 \sim 20 \times 10^4 \text{ km}$ ，而且具有传动功率高、节能、传动配合紧凑等优点。因此切边 V 带的使用寿命已不再是主要问题。

为了进一步提高切边 V 带的使用寿命和使用性能，降低原材料消耗，使单根胶带在一定的断面尺寸下，能够传递更高的功率，传动时减少噪声，使用更小带轮时胶带的屈挠更加良好和传递过程减少初张力损失以减少维护量等问题。近年来，国外已对传统的齿形切边 V 带、普通切边 V 带和叠合切边 V 带的结构进行了很大的改进，由此而生产了顶齿结构切边 V 带、中心抗拉体结构切边 V 带、联组结构切边 V 带和横向结构切边 V 带，分别如图 19-2，图 19-3，图 19-4 和图 19-5 所示。

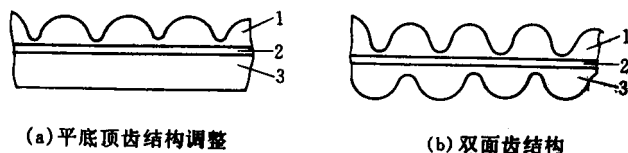


图 19-2 顶齿结构切边 V 带

1—顶齿；2—抗拉体；3—压缩层

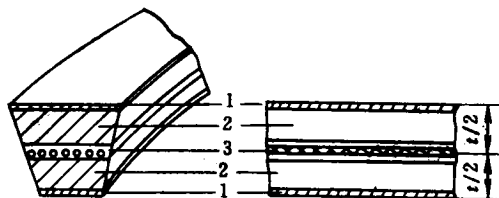


图 19-3 中心抗拉体结构切边 V 带

1, 1'—顶布（底布）；2, 2'—压缩层（伸长层）；3—抗拉体（ t 为带体高度）

顶齿结构切边 V 带的主要优点是屈挠性能好，分为平底顶齿和双面齿两种结构形式。

切边 V 带为了适应小带轮传动和传时具有良好的弯曲屈挠性能，一般将带体下底

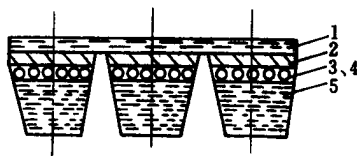


图 19-4 联组结构切边 V 带

1—连接层；2—伸长层；3—抗拉层；
4—包布层；5—压缩层

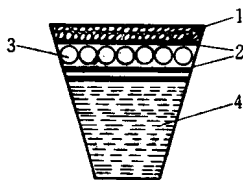


图 19-5 横向帘布结构切边 V 带

1—顶布；2—横向帘布；
3—抗拉体；4—压缩层

面做成齿形结构，齿的面积约为带体两侧面有效传动面积的 20% ~ 40%。这样带轮的直径可相应降低 25% 左右；而带体屈挠性能明显提高。但下底带齿又同时带来一些缺点：①带体两侧与带轮的有效接触面积减少，影响带的传动能力；②带体横向性明显下降，传动受力时带体易形成“蝶形凹陷”而两边线绳处于高压状态，易造成线绳早期脱离；③齿形切边 V 带的制造方法一般是将胶片（布）和线绳贴合（缠绕）在预先开有齿模的成型/硫化模具上，其在硫化时线绳要收缩 1.0% ~ 1.5%，易造成线绳排列不整齐，并会影响带传动时线绳的热收缩性能。以上这些缺点很大程度上影响了齿形切边 V 带的优点发挥。为克服上述缺点，而又保留齿形切边 V 带优点，设计出了一种平底顶齿结构切边 V 带，如图 19-2 (a)。这种结构的切边 V 带在传动时不带齿的压缩层与带轮接触，起传递动力作用，而顶面带齿的伸长层又易于弯曲，达到与齿形切边 V 带同样的效果。双面齿切边 V 带的结构如图 19-2 (b) 所示。这种结构的切边 V 带主要是为了克服变速 V 带因带体薄而变形大的缺点而设计的。变速 V 带的顶宽 (W) 与带体高 (H) 比例越大，获得变速的范围也越大，但 W/H 越大时，带体传动变形也越大。为了获得大的变形范围，且带体在传动时又不易变形，将带体上下两面均做成齿形结构，这样不但不会减少带体与带轮的有效接触面积，横向刚性也不会降低，而且大大提高了 V 带的弯曲性能，散热效果也相应改善。解决了大变速比传动时变速 V 带因带体薄而变形大的缺点，提高了变速 V 带的使用寿命。如将顶面带齿切边 V 带的顶齿的节距设计成不规则的节距，则还可起到降低传动噪声的作用。

中心抗拉体结构切边 V 带的主要优点是能减少切边 V 带生产过程中材料消耗，降

低生产成本。切边 V 带由于本身生产工艺特点,生产过程中一般要切削掉 15% (变速 V 带) ~ 40% (窄 V 带) 的材料,由于这些被切削掉的材料已经硫化,无法回收利用,因此成本相应提高。基于以上原因,国外出现了一种抗拉体线绳放在带体中间位置的切边 V 带即中心抗拉体结构切边带,其结构如图 19-3 所示。切割后,将一半的切边 V 带反转后即可使用 (反成 V 带),另一半则可直接使用 (正成 V 带)。这种切边 V 带生产技术虽然做到无废料生产,但由于其上下顶布 (底布) 及上下胶层完全对称相同,故反成 V 带使用性能远不如正成 V 带。原因是,反成 V 带反转后,原来的下底面要伸长 $2\pi t$,原来的上顶面要缩短 $2\pi t$,由于上下胶层的材料完全相同,故不易做成一面伸长,一面缩短,当反成 V 带安装在较小的带轮上运转时,顶布与胶层在较大的拉力作用下容易断裂。实践表明,反成 V 带使用断裂概率大于正成 V 带,并出现于顶布和顶胶。为此,有关专利对这种结构的 V 带进行了多种改进:①抗拉线绳位于带体中心线位置下部的 2% ~ 20% 处,这样可减少反成 V 带顶部的拉伸;②上下顶布 (底布) 采用不同角度的广角帆布,即上顶布经纬角度为 $80 \sim 100^\circ$,底布 (反成 V 带为顶布) 经纬角度为 $110 \sim 150^\circ$,即上下胶布经纬度相差 $20 \sim 50^\circ$ 的广角帆布,这样,由于顶布的伸缩性不同,使反成 V 带顶布的拉伸应力减少;③上下层压缩层胶的短纤维填充量不同,上层用 5 ~ 25 份短纤维,而下层用 10 ~ 30 份短纤维,上下层间相差 5 份纤维含量,这样反成 V 带的使用性能可以达到正成 V 带水平。

中心抗拉体切边 V 带可以做到无废料地生产,降低了切边 V 带的制造成本。另外,由于抗拉体位置的降低,带体易弯曲,尤其适用于带有反向张紧轮的传动场合。但由于抗拉体的位置降低,V 带的传动能力受到一定的影响。

联组结构的切边 V 带兼具切边 V 带和联组 V 带的优点。所谓联组 V 带是由两根以上的单根 V 带顶部用一层挂胶横向帘布连接而成,使多根 V 带形成一整体,其结构如图 19-4 所示。联组 V 带不仅具备单根 V 带传动的所有优点,而且由于连接层相互牵制,使得多根 V 带传动中减少或克服单根 V 带传动时的横向振动,增加了横向稳定性,提高了传动效率;整个传动过程中,各根 V 带负荷分布均匀,磨损一致,其使用寿命也提高。但联组 V 带的缺点是制造精度高,如各根 V 带的几何尺寸 (如长度、断面尺寸)、带体材质性能 (拉伸模量、耐磨性、侧面抗压变形性能等) 都要求一致或基本一致,否则产生适得其反的作用。联组结构包布 V 带与联组结构切边 V 带相比,由于成型、硫化工艺的制约,不可能完全达到上述要求,而联组结构切边 V 带由于成型、硫化均为一体,因此可保证联组 V 带的材质及断面尺寸均匀一致。

联组切边 V 带制造方法与切边 V 带的制造方法基本相同,一般用反成型法,即先上顶布横向帘布、粘合层胶、抗拉体线绳、压缩层等硫化后,再研磨成 V 形状,最后依据联组根数切割即成。

横向帘布结构切边 V 带在国外较普遍,如美国 Gates、日本阪东、法国 Kelber 等公

司的切边 V 带基本上采用这种结构,如图 19-5 所示。切边 V 带在抗拉线绳的上下各加一层横向帘布可明显减少切边 V 带传动的变形,尤其是内齿式边 V 带,如上所述,由于底部带齿横向刚性减少;传动时易变形,而采用此种结构,能有效地减少变形。帘布的模量比短纤维的模量大得多,因此横向刚性明显提高,帘线的耐磨性也比胶料高,因而带体的耐磨性能也得到提高。但要注意帘线上、下胶层的粘合,因为帘线的模量远高于胶料的模量,当传动变形时,帘线表面产生很大的剪切应力,如粘合不佳,易造成脱层。

汽车多楔带是 20 世纪 70 年代开发制造的,为适应发动机小型化和所需带动的部件越来越多,如增加了空调机、动力转向装置和空气喷射反应器等,以及所带动的部件功率越来越大的需要,开发研制了多楔带,并将其应用于汽车发动机辅助装置上。多楔带结构如图 19-6 所示。集中了平带和 V 带的优点,具有传动功率高、屈挠性好、背而能传动、可使用更小的带轮和较高的传动比,并可使用自动张力调整器等特点。在汽车上使用可以节省空间,还可以保证辅助装置固定安装,只用一个自动张紧装置,不必每组带都预留张紧位置。这个自动张紧装置可配备一个传感器,随时都可知道胶带的张力变化情况,以便及时调整胶带的张力。因此多楔带传动方便、安全、可靠。目前已被重视和采用,如美国康明斯系列发动机基本都采用这种传动方式。

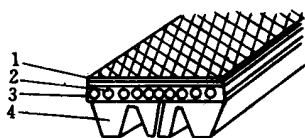


图 19-6 多楔带结构示意图

- 1—顶布；2—抗拉体线绳；
3—粘合胶；4—楔带

汽车用变速 V 带的研制是近几年才开始的。无级变速机构是汽车理想的变速机构,它与传统的齿轮和油压自动变速器(力矩控制)截然不同,是由带轮与胶带构成的无级变速机构。这种无级变速机构原来是用金属带,由于金属带需要在润滑油中使用,而改用 V 带后则可不必,且 V 带比金属带制造费用低,保养使用均较方便。因此,汽车无级变速机构对 V 带的需求有增长之势。但汽车变速 V 带要传很高的扭矩,一般工业用 V 带难以胜任。如意算盘是 1000ml 发动机达最大转矩时,V 带必须能经受 2.0MPa 的侧压力,而一般 V 带只能承受 0.4~0.5MPa。有关专利提出用氢化丁腈橡胶加芳纶短纤维并提高粘合胶的模量来解决。另有专利提出,为增加 V 带的侧压力,采用橡胶传动带与金属 V 型块合成的结构。汽车用变速 V 带目前尚处于研究开发阶段,如实现工业化后,将有广阔市场。日本阪东公司开发的这种变速 V 带,据报道已通过 16×10^4 km 的耐久性试验。

2. 汽车同步带。汽车同步带最早是美国通用汽车公司用于新发明的顶置式凸轮轴发动机上,以代替原来使用的滚子链条传动。由于使用很成功,日本在 20 世纪 70 年代初期由本田技研院首先采用,随后富士重工业亦仿效。目前,日本 80% 的轿车已采用同步带传动技术。我国引进的轻轿车生产线降广州标致汽车外,其余均采用同步带传动。同步带传动与链条传动相比具有同步性能好、无需润滑、可实现多轴传动、重量轻、成本低、维修养护等优点。国际标准化组织 (ISO) 已制定了梯形齿同步带的国际标准,有 ZA、ZB 两种型号,前者用于较轻型车,后者则用于较重型车,两者型号节距均为 9.525mm,区别在于齿的宽度和带的高度不同。

近几年来,同步带发展方向是由上述的梯形齿同步带向高转矩、低噪音、长寿命的圆弧齿同步带方向发展。包括单圆弧齿同步带即 HTD 同步带如图 19-7 (a),双圆弧齿同步带即 STPD 同步带如图 19-7 (b) 和抛物线齿同步带即 RPP 同步带如图 19-7 (c)。这些圆弧齿同步带由于啮合合理,包络齿数多,带齿和轮齿干涉量少,应力分布均匀及带齿抗剪切应力高,明显提高了胶带的使用寿命。可在低速下做高扭矩传动,极限带速获得提高,并可减少传动噪音。另外,随着双顶置式发动机的出现对双面齿同步带的需求量亦将逐渐增加。为简化发动机结构设计出现一种背面为多楔带的同步带。

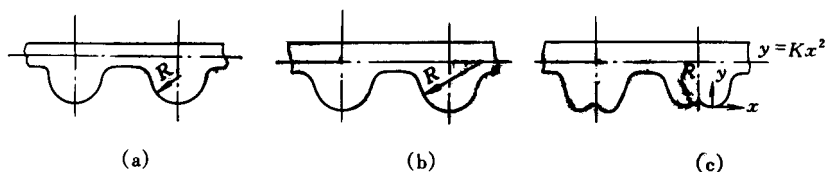


图 19-7 三种圆弧齿同步带

(二) 汽车传动带的力学破坏及改进

汽车传动带在使用过程中会产生各种形式的力学破坏,它是在工作过程中由于压力、热氧及臭氧等的综合作用而产生。近几年,人们利用有限元分析和数学模型研究了传动带的使用寿命与胶带的使用行为、胶带的性能以及带体材料性能的相关性。试图建立起传动胶带的力学破坏与带体材料力学性能的关系。

1. 汽车同步带的力学破坏与改进 汽车同步带的力学破坏与带体的橡胶材料性能密切相关,延长同步带的使用寿命,必须提高材料的使用性能,在进行正确的配方和结构设计时,又必须理解同步带的力学破坏行为。同步带常见的力学破坏方式有:齿跟裂开、线绳脱离、织物分离、带齿磨损和顶胶龟裂,如图 19-8 所示。

汽车同步带齿跟裂开是由于带齿的包布在齿跟区域断裂引起的,是汽车同步带最重要的一种破坏方式。线绳剥离是由于线绳与橡胶粘合强度过低,而从带体侧面分离出来,当线绳过长变松,这种情况尤甚。还有分析认为线绳剥离是由于整股线绳中的局部细线的断裂或织物与橡胶分离,甚至是齿跟裂开等因素引起的。织物与橡胶分离是由于

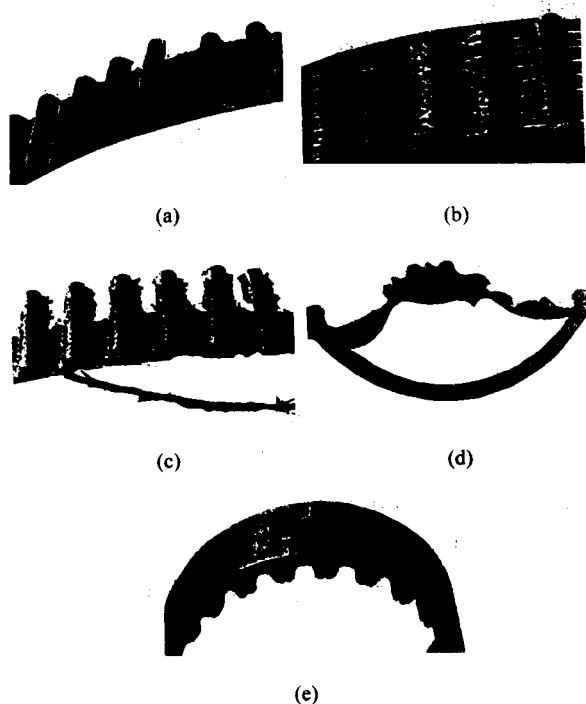


图 19-8 汽车同步带的力学破坏方式

(a) 齿跟裂开 ; (b) 线绳剥离 ; (c) 织物分离 ; (d) 带齿磨损 ; (e) 顶胶龟裂

织物与橡胶之间的粘合层破坏引起的，这种现象常常发生在带齿跟部的粘和层与橡胶层之间，并与该区域的粘合/橡胶层的剪切变形有关。研究发现，构成线绳的细线之间粘合性下降也是造成织物分离的起因。面胶龟裂发生于胶带的顶部，产生龟裂的原因是由于橡胶材料耐疲劳龟裂的能力降低。带齿磨损则由于带齿包布的耐磨性较差而导致。

可以看出，带齿的刚性是影响齿跟裂开的重要参数，而带齿的刚性与橡胶材料和包布纤维有关。因此为避免带齿裂开两种改善措施：①可以提高橡胶材料的动态弹性模量；②改善包布纺织物的动态弹性模量。很明显，通过提高橡胶材料的动态疲劳龟裂，而提高带体内部的粘合性能可避免线绳剥离现象发生，当然，对于整体同步带而言，只从单方面提高性能是不够的，而要考虑全局。

2. 汽车多楔带的力学破坏与改进 与汽车同步带相比，要充分理解汽车多楔带的力学破坏则更为困难，因为同步带的使用寿命只与传动动力有关。除此之外，V带则还要考虑传动效率问题，汽车多楔V带的力学破坏方式主要有两种：即V带条纹断裂和带体磨损。造成V带条纹断裂（如图19-9）的原因是V带在使用过程中条纹所受的径向力作用和老化所致。因此通过提高V带条纹橡胶材料的耐疲劳性和降低条纹的剪切形变，和提高条纹橡胶材料的动态剪切模量，可改善多楔V带条纹断裂。



图 19-9 汽车多楔 V 带的条纹断裂

V 带的动力传动是靠带体与带轮之间的摩擦作用，也正因此才造成带体的磨损，进而降低 V 带的带动能力。显而易见，带体磨损程度与橡胶材料和胶带/带轮间的相互作用有关。研究表明，降低 V 带条纹底部所受的径向应力是提高耐磨性的重要途径，具体方法是在进行 V 带条纹齿的橡胶部分配方设计的，力求使齿的顶部比跟部具有更大的刚性，从而吸收更多的作用于条纹的应力而使条纹齿的底部所受的径向应力降低。

（三）汽车传动带所用原材料

汽车用传动带所用的原材料主要有抗拉层骨架材料、压缩层胶、伸长层胶、带齿胶及粘合层和涂布用胶料，以及传动带外侧的保护用布和切边 V 带的层合布等。

1. 骨架材料。V 带的骨架材料，国外在 20 世纪 60 年代后期已基本实现聚酯化，在此之前大都使用人造丝纤维，聚酯线绳的强度比人造丝线绳提高 1.5 倍以上。初始模量高 1 倍以上，耐屈挠疲劳性能更好，且具有热收缩性能，可补偿 V 带使用时的伸长。聚酯纤维的缺点是易因胺解和水解致使强度下降，使用生热性亦比其他纤维要高，但在目前，仍是使用于 V 带的最为理想的纤维之一。

切边 V 带普遍采用聚酯线绳。为使线绳切割后能保持其整体性，需使浸渍渗透到线绳内部。目前仍在使用毒性较大的异氰酸酯苯溶液/RFL 双浸体系。最近荷兰恩卡公司报道了一种非溶液剂型浸渍液，用其处理过的聚酯线绳适合于切边 V 带使用。

芳纶是美国杜邦公司发明的一种特高度的纤维，适合于制造高负荷，低伸长的变速 V 带和多楔带，在切边 V 带中亦有使用。

汽车用同步带一般使用 ECG150—3/13 玻璃纤维绳，玻璃纤维具有伸长小、模量高、耐热性好等特点，但耐水性、耐屈挠性、抗冲击性欠佳。最近有碳纤维用于汽车同步带的报道，其显著特点是耐水性能优越，其他性能亦优于玻璃纤维。

2. 橡胶。汽车用传动带的环境条件比较恶劣，和温度高，发动机室的温度高达 120℃ 甚至更高，在寒冷地区需要耐 -40℃ 甚至更低温度；在雨天又有水、泥、砂、石等杂物的侵蚀破坏；还有使用过程中的油、臭氧等对传动带的使用性能和使用寿命极其有害的因素影响，加上每根胶带常常要带动多个部件，要传递很高的功率，因此要求橡胶能够耐高、低温，具有很好的动态性能，还要求具有一定的耐油、水、尘、砂、泥等杂物侵蚀破坏的性能，并有一定的加工性。一般使用通用型氯丁橡胶，以求得这些性能的综合平衡。

切边 V 带和多楔带, 由于两边没有包布, 降低了带的横向刚度, 必须在压缩层胶和楔胶中掺入 10% ~ 30% 的短纤维, 并使之定向排列。纤维方向必须与胶带的运行方向相垂直, 以提高横向刚性 (支撑性) 和纵向柔性 (屈挠性), 侧边还可提高与带轮的摩擦系数从而提高传动能力, 增加胶带的耐磨性, 提高胶带的使用寿命。

切边 V 带的破坏形式之一是抗拉层下粘合胶与线绳和压缩层胶与下粘合界面之间产生裂纹, 裂纹逐渐扩大后使用抗拉层线绳被抽出而产生破坏。主要的原因是, 粘合胶的模量与压缩层和线绳的模量相差太大, 胶带运行过程中界面间产生很大的剪切应力集中所致, 解决办法除了提高线绳与粘合强度和耐老化性外, 还可提高粘合胶模量或下粘合胶直接用压缩层胶来代替。

V 带目前使用的橡胶以通用型氯丁橡胶为主, 寒冷 (- 40℃) 地区可用天然橡胶与丁苯橡胶并用或用耐寒型氯丁橡胶, 极端寒冷地区, 使用天然橡胶与顺丁橡胶并用。由于通用型氯丁橡胶不如非通用型氯丁橡胶耐热, 一些新开发的具有良好动态性能、与纤维有良好粘合及加工性能良好的非通用型氯丁橡胶亦用于传动带。如 Bayprene 216、Butaclor MC322。为了提高通用型氯丁橡胶的耐热性, 有关资料还提出了将通用型与非通用型氯丁橡胶并用来提高耐热性的方法。

近年来, 轿车的高档化, 使得发动机工作室的温度越来越高, 氯丁橡胶的使用性能已达极限。人们尝试了各种耐热性优异的橡胶用于汽车传动带, 如三元丙橡胶、丁基橡胶、氯醇橡胶等, 都因耐油性、耐寒性欠佳, 或是加工性不好, 而未能推广应用。只有对氯磺化聚乙烯、氢化丁腈橡胶研究比较多, 尤其是高饱和丁腈橡胶, 由于耐热性可达 150℃, 耐低温、动态性能, 耐油性都比氯丁橡胶好, 还具有良好的加工性, 是汽车传动带, 尤其是同步带理想的橡胶。目前只是由于成本因素, 还没有得到真正的推广。另外, 美国杜邦公司报道了烷基氯磺化聚乙烯 (ACSM) 用于汽车同步带的研究, 可在 - 40℃ ~ 150℃ 范围内正常工作。

3. 各种胶布 V 带使用的胶布, 包括包布 V 带的包布、切边 V 带和多楔带的顶布、底布、层合用布等, 要求具有高的耐磨性、耐热性、耐屈挠疲劳性, 与橡胶具有良好的粘合性, 并有适当的摩擦系数。包布一般用平纹结构的棉帆布能满足要求。要求较高的可使用涤棉混纺布, 但要注意粘合。尼龙帆布一般不适用于 V 带, 因其不能耐短暂的高温。维纶帆布因湿强度不理想一般不用于 V 带。日、美等国生产的 V 带普遍采用一种广角帆布, 其经纬线夹角为 110 ~ 130°, 具有很高的耐屈挠性能, 有利于 V 使用时的弯曲。

同步带的齿部和线绳需用布加以保护, 以提高带齿的抗剪切力和耐磨性, 并使线绳不受轮齿顶部的损害。要求胶布具有很高的强度, 一定的耐磨性和低的摩擦系数。为了加工方便, 一般使用具有较高的伸缩性 (纬向) 尼龙帆布。美国专利提出一种双层尼龙布保护方法, 即外层布起抗磨损, 内层布则起剪切作用, 中间有一层胶起缓冲作用。适

合于汽车同步带使用，使用寿命可提高 25% 左右。

4. 发展趋势 汽车用传动带的基本品种和形状，今后不会有大的变动，但在产品质量和使用性能上将随汽车工业的发展而提高。新材料如氢化丁腈橡胶、芳纶等的应用将增加，计算机辅助设计 CAD 技术和有限元分析方法将应用于传动带的结构设计和形状尺寸分析、各部件性能最佳化选择和传动理论研究等工作中。汽车 V 带主要为切边 V 带并有部分为多楔带所取代，同步带将进一步向圆弧齿同步带方向发展，预计无级变速机构对变速 V 带使用量将有较大的增加。最终目标是向与“汽车发动机同寿命”的方向发展。

二、汽车用橡胶密封制品

汽车工业用橡胶密封制品品种繁多，有橡胶密封条、橡胶 O 形圈和油封、橡胶皮碗和皮圈、橡胶隔膜等，其中橡胶 O 形圈和油封、橡胶皮碗和皮圈、橡胶隔膜等在第八章等章节中已有部分介绍，橡胶密条在第七章中也有介绍，本节也只涉及某些密封制品在适应新款汽车上的材料、性能和结构要求。

（一）汽车密封条

1. 汽车密封条结构 汽车密封条具有介质密封、环境隔离和内外装饰的功能，是直接影响现代汽车舒适性的重要零部件之一。最近上海大众桑塔纳系列轿车车门、窗与行李箱等所配密封条共 36 个零件已经 100% 实现国产化。捷达、富康等其它引进技术生产的轿车密封条国产化也正在加紧推进。与此同时，上海通用的别克（纪纪/皇朝）97 款轿车、上海大众以帕萨特 B5 为雏形的第三代桑车和广州本田的雅阁 98 款轿车配套的密封条体现不少新的特点（见表 19-1）和更高的技术含量，以与三类中高档轿车所代表的国际 20 世纪 90 年代中后期先进水平相适应。

表 19-1 国产化新型轿车主要密封条及其重要技术特征

零件名称	特征分类	别克（97 款）	帕萨特（B5）	雅阁（98 款）
门框密封条	件数	4	4	4
	断面数	1	3	1
	接头（角）种数	—	1	1
	重要特征	三类胶料共挤出，或海绵胶与 PVC 分别挤出后贴合；含拉伸钢带；表面涂硅油	二类胶料共挤出，部分段贴合有包覆织物的 PVC 条；含拉伸钢带；表面涂聚氨酯涂料	三类胶料共挤出；含单桥钢带；转角处加接海绵唇边

续表

零件名称	特征分类	别克 (97 款)	帕萨特 (B5)	雅阁 (98 款)
车门密封条 (头道)	件数	4	—	4
	断面数	1	—	2
	接头 (角) 种数	2	—	4
	重要特征	全海绵泡管型 ; 表面涂硅油		全海绵泡管型 ; 表面涂硅油
车门副密封条	件数	—	—	4
	断面数	—	—	2
	接头 (角) 种数	—	—	2
	重要特征	—	—	全海绵泡管型 ; 表面涂硅油
车窗导槽	件数	4	8	4
	断面数	4	8	3
	接头 (角) 种数	4	6	4
	重要特征	二类胶料共挤出 ; 植绒	分内外侧两类 ; 植绒 ; 部分段含 铝合金带 , 并两 面植绒	各段分别涂硅 油或聚氨酯涂料
车窗侧条	件数	4	4	—
	断面数	1	1	—
	重要特征	内侧条 : 含钢 丝编织带 , 并植 绒	外侧条 , 含骨 架 : 与铝合金条 组合	—
行李箱盖密封条	件数	1	1	1
	断面数	1	1	1
	接头 (角) 种数	1	1	—
	重要特征	二类胶料共挤出 ; 含拉伸钢带 ; 热模接头	二类胶料共挤出 ; 含拉伸钢带 ; 热模接头	二类胶料共挤出 ; 含双桥钢带 ; 热模接头
发动机盖密封条	件数	1	4	3
	断面数	1	3	1
	接头数	—	2	—
	重要特征	二类胶料共挤出 ; 含钢丝编织带 ;	二类胶料共挤出 ; 含拉伸骨架 ; 部分段成型不对称	全海绵泡管型

续表

零件名称	特征分类	别克（97 款）	帕萨特（B5）	雅阁（98 款）
总计	件数	18	21	20
	断面数	9	16	10
	接头（头）种数	7	10	11

（1）门框密封条 这类密封条的共性是由含金属骨架的硬质夹持部与可压缩泡管部组成，属于镶嵌型安装的密封条。

关于夹持部的材质，将原先的 PVC 改为 EPDM 密实胶，提高了装配的固定可靠性，并且由于是全橡胶结构，可实现共挤出，省却了胶条与 PVC 条贴合的工序。目前，帕萨特与雅阁的门框条也采用这类全橡胶结构，但是夹持齿形和夹持部总体构型更加注重在车身突缘上的可靠固定（见图 19-10）。至于别克车，目前有两种形式：一是全橡胶；另一是类似前述的 PVC 夹持部加 EPDM 复合式。

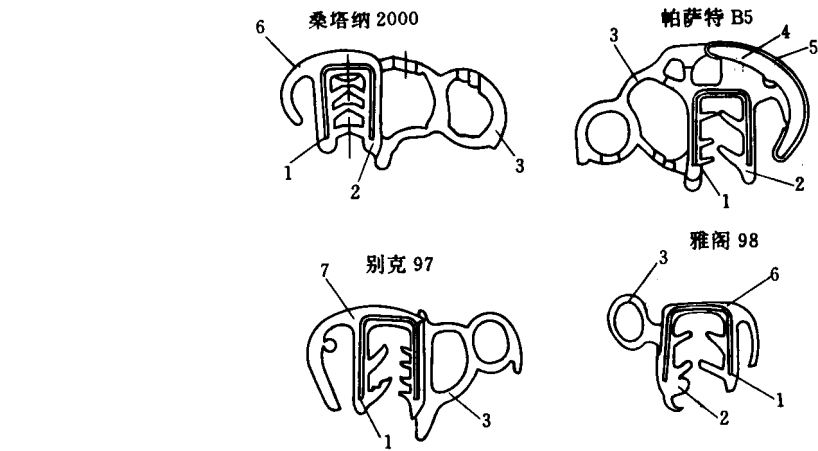


图 19-10 门框密封条断面

1—骨架；2—密实胶；3—海绵胶；4—PVC 唇边；5—织物；6—浅色胶表面覆盖；7—PVC

骨架类型（见图 19-11）对于密封条在车体上的装配固定，尤其是门框转角处的定型到位影响极为重要，车门框由钢丝编织带换为拉伸钢，使装配质量显著改进提高。

另外，海绵泡管部分断面的合理结构一直是设计人员努力追求的目标之一。改进优化泡形设计，并结合钢片骨架的应用，引导泡管的合理变形，防止了表面起皱和局部扭转现象，并使关门力比原来 CKD 件降低约一半。

（2）车门密封条 这类密封条取密实胶底面与上翘的海绵胶唇边复合的形式（见图 19-12），底面用双面胶带粘贴于车门顶。关门时唇边受压变形，以满足车门上缘与车框间的第一道密封，故俗称“头道”。从近几届国际汽车展看来，这种头道形式仅为极

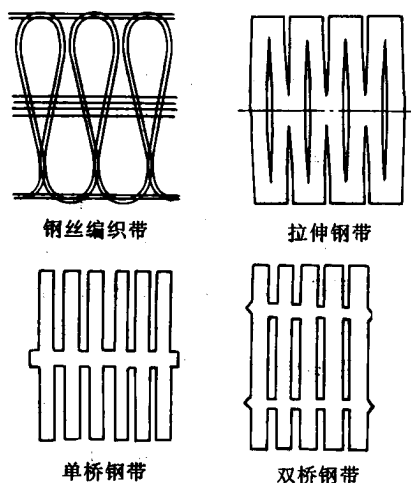


图 19-11 金属骨架主要类别

少中档轿车采用，如 SKODA 等。绝大部分中高档轿车的车门密封已经倾向于全海绵胶、非圆形中空断面的形式，并以塑料卡夹固定于车门上缘。这种泡管结构受到关门压缩时变形宽容度较大，而且接近圆形的泡管，易使挤压应力分散传递，有利于延缓老化及表面起皱。



图 19-12 车门密封条（头道）断面

然而，这种全海绵泡管结构在挤出口模的设计、研制，以及调试方面技术难度相当高。同时，海绵胶型条的模压接角是另一难度更大的工艺课题。近来 STF 公司为英国产雅阁轿车配套的全海绵头道，采用一种低密软质密实胶代替海绵胶作为接角胶料，较好解决了工艺难题，而且达到相当平整的外观质量。

(3) 车窗导槽 这类密封条都以嵌入式安装于车窗框凸缘。为充当窗玻璃升降运动的“导轨”，接触玻璃部分都有减阻机构。

(4) 辅助结构、现代中高档轿车对于密封条外观质量与装饰作用的要求越来越高。为了防止海绵泡管在曲率变化大的安装部位可能发生折皱，采取了两种辅助结构：一是将行李箱条局部置入一段海绵芯，加强这一段泡管的抗皱性能；二是将门框条对应门框锐角弯转处的海绵泡管冲切去除，又模压接上一块海绵唇边，消除了转角处最易发生的打褶现象。有些汽车门框条在门顶段内侧加贴一段覆有浅色织物的 PVC 唇边，与车内

顶饰融为一体。密封条唇边贴合织物，引伸出内饰功能，这已成为国际上高档轿车的时尚之一，如奔驰 E300 轿车已将门框条密实胶与海绵胶的可视部分全部覆上织物，显著提高装饰质量。

2. 汽车密封条生产新工艺 新工艺之一是橡胶挤出硫化生产线为多工序的边续过程，除了必不可少的挤出机、机头、硫化（可采用热空气、微波、盐浴与沸腾床等）与牵引以及切割装置之外，还因产品而异配备若干辅助工装与设备，如双面植线设备、表面处理设备和在线喷涂设备等。

新工艺之二是橡塑贴合，门框条有一覆有织物的 PVC 夹持部，这都需要胶条与塑料条的贴合工序。国外厂商一般在胶条和塑料条分别挤出后，经自动化或半自动化单元实施定长切割、表面实施加热、涂布胶粘剂，以及贴合的过程。对于批量不大的产品，宜采取半自动化单元，甚至人工操作专用工装进行。

新工艺之三是滚压式装备，门框条与行李箱条属于含骨架、镶嵌安装的密封条，传统上靠锤击装配。由于车框凸缘厚度与曲率各处不尽相同，总体装配质量难以保持一致。首先，挤出型条密实胶部分的两夹持边并不制成平行，而是略呈张开状；然后，待靠上车框凸缘后，用手持式气动工具装配。工具端头有两个小滚轮，在压缩空气驱动下旋转，并缩短轮间距。由此两滚轮可将门框条上张开的两夹持边向车框凸缘压紧而达到夹持目的。如此沿框推滚一周，完成整条门框条的装配。这一专利已成功应用于国外一些中高档轿车。

3. 汽车密封条用新型材料 新型材料之一是热塑性弹性体，即是以塑料树脂为基体，以化学或物理方式掺入橡胶组分，从而形成的兼具橡胶与塑料特性，并可回收利用的新型材料，如 EPDM/PP 共混型热塑性弹性体（SantopreneTM），目前国外生产轿车密封条，已涉及这一新材料的应用。

新材料应用之二是表面涂层材料为数众多的密封条表面涂层主要是聚氨酯（PU，包括水分散型 PU）有机硅，还有 Xylan 和 Teflon（聚四氟烯）等几大类。其中 Teflon 主要用于客车玻璃的滑动减阻，以代替植绒。

有用于门框条、行李箱条与头道的涂料主要为了降低关门时的摩擦效应。不同整车厂商因车型、工艺和传统上的差异，对涂层要求不同。一般德国轿车多用聚氨酯，美国与日本轿车一般用硅油。此外，雅阁导槽不用植绒，而用涂层，如前所述，不同段分别采用了两种涂层。

（二）汽车密封圈

汽车工业会用到各种橡胶密封圈。表 19-2 是按 DIN3750 分类的橡胶密封圈。静态应用密封圈是最简单的一种，密封圈夹在两个连接件的表面，减少接头空隙。动态应用密封（如唇封）使用时将密封面与接触面排列起来即可。密封垫圈是圆形密封圈，通过将密封圈的唇边紧压在密封部位的表面，从而获得密封效果，内弹簧的压紧可使效果更

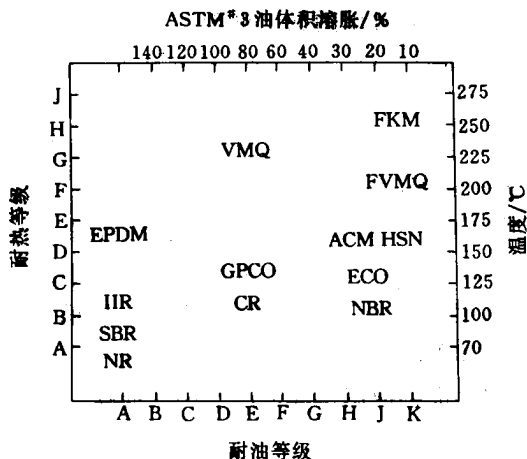


图 19-13 ASTM D2000/SAE J200 标准规定的橡胶耐油及耐热性能

HNBR 和特种弹性体氟硅橡胶目前在汽车密封件行业尚未广泛应用，无织物骨架密封件的生产主要有三种过程：即模压成型、传递模压成型、注射模压成型。

如果密封圈有织物骨架材料，就可以选择压延或覆胶法进行表面织物涂覆。若用此法，合成纤维需要用粘合体系预处理。

在设计汽车用密封圈配方时，即要满足汽车工业规定的标准要求，又要使胶料易于加工，提高密封圈生产质量，这就要通过使用加工助剂来解决。加工助剂主要用来降低胶料的粘度，使生产变得容易可行，不改变硫化胶硬度，还可获得好的外观。

最常用的加工助剂是锌皂类，主要成分不饱和脂肪酸类，该品早在 1935 年就以作为加工助剂使用申请专利（商品名：Atiplast 莱茵塑分）。由于或多或少地含有饱和脂肪酸及链长的不同，它们与许多橡胶的相容性较好。以饱和脂肪酸为基的金属皂类（主要是锌盐和钙盐）又有其特殊用途。除金属皂类外，还有脂肪酸醇的混合物。它们都属脂肪酸衍生物，几乎与各种橡胶高度相容。其优点是能用于各种交联体系且有优异的耐热性能。

脂肪酰氨作为加工助剂是另一类脂肪族衍生物，它们能改善填料的分散状况，降低粘度，提高胶料的流动性能。低分子量聚乙烯，各种树脂和油膏也是很好的加工助剂。对于特种橡胶的加工助剂也有不少论述，都谈到了在降低胶料粘度方面的积极作用。不同的橡胶需要不同的加工助剂与之匹配。

FKM 用加工助剂：目前 FPM77.5% 的需求量是用于密封件，它有极好的耐热和耐油膨胀性能。由于与 FPM 的相容性较差，可供选择的加工助剂很有限。Aflux54（季戊四醇类脂肪酸盐）和巴西棕榈蜡（carnauba）几乎是仅有可用的加工助剂。

ACM 用加工助剂：ACM 橡胶特点是有优异的耐热和耐油性能，仅次于硅橡胶和氟橡胶。其主要缺陷是物理性能和机械性能一般，交联速度慢。ACM 胶料流动性能很好，

通常无需流动助剂，但加工助剂的使用能防止 ACM 胶料常见的模具污染现象。同样，季戊四醇类脂肪酸也是 ACM 橡胶首选加工助剂，同时配合使用硬酯酸，效果更佳。

ECO/CO 用加工助剂：ECO 优异的耐热性和耐油性及阻燃性在橡胶密封圈中也常使用。但 ECO 胶料会粘连混炼设备，尤其是辊筒，因而加工困难。加工助剂应能降低胶料粘辊现象，同时，不降低 ECO 的物理机械性能。推荐使用季戊四醇类脂肪酸盐、低分子聚乙烯蜡等加工助剂。

常用的几种橡胶密封圈配方如表 19-4~表 19-7 所示。

表 19-4 丁腈橡胶密封圈配方/质量份

丁腈橡胶 N3307	100	氧化锌	5
N550 炭黑	65	硫黄	0.5
N990 炭黑	20	促进剂 TMTD	1.2
二辛酯 DOP	10	过氧化二异丙苯	1.2
硬酯酸	0.5	加工助剂	3

注：硫化条件：165℃×5min。

表 19-5 氟橡胶密封圈配方

Viton E60C	100	MgO	3
N990 炭黑	30	加工助剂	2
Ca(OH) ₂	6	合计	141.0

注：硫化条件：170℃×10min。

表 19-6 丙烯酸酯橡胶密封圈配方

Hycar4051	100	脲类交联剂	3
硬酯酸	1.0	加工助剂	2
N990 炭黑	20	硬酯酸锌	2
N550 炭黑	45	合计	173.0

注：硫化条件：170℃×20min。

表 19-7 氯醇橡胶密封圈配方

均聚氯醚橡胶	100	防老剂 MB	2
硬酯酸镁	2	氧化镁	5
快压出炭黑 N550	40	己二胺氨基甲酸盐	1
防老剂 NBC	0.5		
防老剂 D	1	合计	151.5

注：硫化条件：165℃×18min。

三、汽车雨刷橡胶条

汽车雨刷是用于汽车风挡玻璃的前、后窗以及反光镜上的安全部件。其工作目的是清除玻璃表面的冰、雪、雨水以及泥土灰尘等，以获得清晰的视野，提高汽车行驶的安全性能。因此，对其性能要求也较高。特别是今后汽车的免维修化发展趋势和汽车产量的不断增加，使得作为汽车安全部件的雨刷橡胶条越来越受重视。

根据雨刷橡胶条生产所用的原材料，可以将其发展分为三个时期：第一时期截止到 1956 年，该时期主要以二烯烃类橡胶加 NR、SBR、BR、CR 为主要原材料，再配以适宜的配合体系，用模压或连续硫化工艺制造。但是由于二烯烃类橡胶的不饱和主链难以抵抗外界环境如紫外线、热、应力、氧和臭氧等的侵蚀老化，使得此类雨刷橡胶条易老化，从而影响了刷拭效果，降低了安全性能，缩短了使用寿命。第二个时期为 1965 年至 20 世纪 90 年代初，为了克服二烯烃类橡胶耐老化性能不佳的缺点，美国、加拿大等国家开始采用耐老化性能优异的 EPDM 作为雨刷橡胶条的主要原材料，使其耐热、氧、紫外线和臭氧老化性能得到了保证。但由于这种雨刷橡胶条的表面的不易处理性和不滑爽性，使其刷拭效果较差。近年来，开发者从行使安全性和刷拭效果考虑，认为二烯烃类橡胶仍不失为综合性能优良的雨刷橡胶条材料。目前，国际著名雨刷公司，如日本 Fukoku 公司、英国 BTR 公司、美国 ANCO 和 ROBERK 公司、加拿大 TRIDON 公司、德国 SWF 和 BOSCH 公司等以及国内某些雨刷橡胶条厂商均已采用 NR 为主要原材料来制造雨刷片。这可称为第三个时期。

（一）雨刷片的性能要求

1. 雨刷片的基本性能要求 欧洲雨刷行业对雨刷片的基本性能要求见表 19-8。

表 19-8 雨刷片基本性能标准

性 能	老化前（21℃）	70℃×70h 后性能变化率/%
邵尔 A 型硬度	（62±5）度	≤25
拉伸强度	≥18.3MPa	≤25
200%定伸应力	≥8.5MPa	≤35
扯断伸长率	≥350%	≤25

注：静态臭氧老化后于 10 倍显微镜下观察物裂纹（0 级）。试验前放置条件为拉伸 20%，21℃×48h；试验条件为臭氧浓度 50×10^{-8} ，拉伸 20%，38℃×72h。

2. 雨刷片的刷拭品级 美国通用汽车公司、克莱斯勒汽车公司及福特汽车公司联合制定了刷拭品级标准（标准中共分为 1~10 级，以 10 级为最好），要求配套雨刷橡胶条刷拭品级在 8 级以上。

3. 雨刷片的耐久性 上述 3 家公司联合规定, 模拟汽车前窗的工作情况, 边刷拭边喷水, 共刷使 50 万次 (约 8 天) 后刷拭品级不得低于 6 级。

4. 雨刷片的耐化学介质性能 由于工业废气、汽车尾气和汽车清洁剂等化学介质对雨刷片具有腐蚀作用, 因此美国通用汽车工程标准 FBTM53—29 对雨刷橡胶条的耐化学性能作如下规定:

(1) 耐二氧化硫斑点试验应保证雨刷片表面无任何颜色变化;

(2) 耐硫化氢腐蚀试验应保证雨刷片表面无任何颜色变化;

(3) 耐醇类溶济试验应保证浸泡 16 小时无任何形状变化, 重量变化率不得超过 2%。

(二) 雨刷片配方设计

1. 生胶 目前国内外生产雨刷片大都采用天然橡胶 NR。由于采用模压成型且模具结构特殊, 为了保证模压成品的合格率, 国外大部分生产厂均使用 SMR CV 型 NR, 该胶无需塑炼即可直接使用。国内厂家多用国家标准 1[#] 天然橡胶, 但必须经塑料使门尼粘度 $ML_{1+4}^{100^{\circ}\text{C}}$ 达到 60 左右。无论使用那种橡胶, 混炼后均需滤胶以除去杂质, 保证刷拭效果, 且保证混炼胶门尼粘度 $ML_{1+4}^{100^{\circ}\text{C}}$ 达到 50 左右。

为了改善雨刷橡胶条的回弹性, 常有配方中加入适量的 BR (顺式 1, 4 - 结构含量在 96% 以上), 但配合量不宜过大, 以免刷拭时发生“吱吱”的噪声和使用后期出现硬度增大的现象。

2. 硫化体系 硫化体系是雨刷橡胶条生产中最重要配合体系。为了平衡刷拭性和耐久性, 生产中多使用硫黄硫化体系, 并配以噻唑类、次磺酰胺类或秋兰姆类促进剂和二硫化二吗啡啉 (DTDM) 并用, 以控制模压硫化工艺, 制出性能优良的成品。

雨刷片模压硫化时间一般较短 (300s), 而且又必须保证有足够的排气时间, 为提高模压成型性和避免焦烧, 应适量添加防焦剂。最常用的防焦剂是 CTP (即 PVI), 一般用量为 0.053 ~ 0.80 份。

3. 填充体系 为了保证雨刷片模压成型性和适宜的物理机械性能, 配方中需要加入炭黑。因为雨刷片对机械性能的要求并不高, 而对模压流动性和刷拭性能要求较高, 所以采用粒径较大的炭黑, 如半补强炉黑、快压出炉黑、喷雾炭黑甚至粒径更大的热裂解法炭黑 (如 MT N990)。经常采用的并用形式有 N762/N550/N990, N762/N660/N550, N762/N990 等, 尽管 N990 价格较高, 但由于对刷拭性能要求严格, 所以国外著名品牌 (如日本 NWB 和 MENNER, 美国 ANCO, 德国 SWF) 均并用 N990。

4. 防护体系 汽车雨刷橡胶条工作于雨天、雪天、雾天, 停止工作时紧贴于视窗玻璃上。在炎热的夏季, 由于温室效应可使玻璃表面温度达 70℃ 以上, 加之用 NR 制造, 因此必须采用多功能防老剂并用体系以保证雨刷片的耐热氧、耐臭氧、耐紫外线等

性能。一般情况下可采用防老剂 RD，4010NA，4020，4030 以及微晶石蜡并用体系。其中微晶蜡的加入非常重要，其用量一般为 0.85～2.50 份。

5. 加工助剂 雨刷橡胶条配方中所用的加工助剂具有两种功效：一是可改善橡胶与填充剂间的相容性，提高混炼加工的分散性和流动性；二是可防止加工中的粘辊、粘模现象。一般用量 1～2 份，过多则容易喷出。具有第一功效的加工助剂大部分是脂肪酸金属盐油膏、脂肪酸酯等，如莱茵化学公司生产的 Aflex54、台湾首立公司的 D-FL 和 M-40 以及国内生产的 T-78。具有第二功效的加工助剂有硬酯酸锌、微晶蜡、低分子聚乙烯蜡等。由于雨刷片严格限制喷出，因而要避免使用易喷出的硬酯酸和普通石蜡，一般多采用低分子聚乙烯蜡，常用量为 2 份。

（三）雨刷片配方举例

雨刷橡胶条典型生产配方如表 19-9 所示。

表 19-9 雨刷橡胶条典型生产配方

配 方	美国 某厂	加拿大 某厂	中国 某厂	配 方	美国 某厂	加拿大 某厂	中国 某厂
橡胶				活化剂			
SMR-GV60	100	100		硬酯酸		1.00	
国标 5 号 NR			100	硬酯酸锌	1.00		2.00
填充剂				氧化锌	8.00	5.00	5.00
SRF N762	40	40	40	除味剂			
MT N990	20	30	20	Stanmask	0.20		
FEF N550	10		10	21385（麝香类）			
加工助剂				硫化体系			
Petrolatum	2.0	2.0		硫黄	1.00	1.00	1.20
VANFRE AP2	2.0	2.0		Sulfassan R	1.20	1.20	1.20
低分子聚乙烯蜡			2.0	（DTDM）			
T-78			2.0	促进剂 MBTS	0.60	0.60	0.60
防老剂				促进剂 TMTM	0.20	0.20	
Flectol H	1.00	1.00	1.00	促进剂 TMTD			0.30
Sunproof Super	0.75	1.00	1.82	促进剂 NS	0.65	0.65	
Uop688	2.00	2.00	2.00	促进剂 CBS			0.65
（4010NA）				防焦剂			
Uop788（4030）	1.00			邻苯二甲酸酐	0.10		
4020			1.00	PVI（CTP）		0.30	0.20

第二节 硫化橡胶与织物帘线粘合强度的测定——H 抽出法

Rubber, vulcanized—Determination of static
adhesion to textile cord ch – pull test

GB/T 2942—91
代替 GB 2942—82

本标准等效采用国际标准 ISO 4647—1982《硫化橡胶与织物帘线静态粘合强度的测定——H 抽出法》。

1 主题内容

本标准规定了轮胎用织物帘线与硫化橡胶静态粘合强度的测定方法。

本标准适用于天然纤维、人造纤维或合成纤维制成的帘线。本标准也适用于其他硫化橡胶制品中使用的类似帘线，但线密度不得超过 800mg/m。

2 引用标准

GB 527 硫化橡胶物理试验方法的一般要求

GB/T 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间

GB 6038 橡胶试验胶料的配合、混炼、硫化设备和操作

3 试验原理

将帘线两端按规定长度埋在胶料中，测定单根帘线沿纵轴方向从胶料中抽出时所需的力。

所测量的力是作用于帘线与硫化橡胶界面上的剪切力。两端的胶料与中间连接的帘线构成试样形似字母“H”。试验方法由此命名。

4 材料

4.1 试样：由帘线和胶料组成

4.2 隔离衬垫：其作用是便于脱模，可以用大约为 340g/m² 的棉平纹布或与之相当的材料。此物可以是原坯的棉平纹布，也可以是单面擦胶的。此外，制作试样的胶料可以通过压延的方法贴在棉织物的擦胶面上。

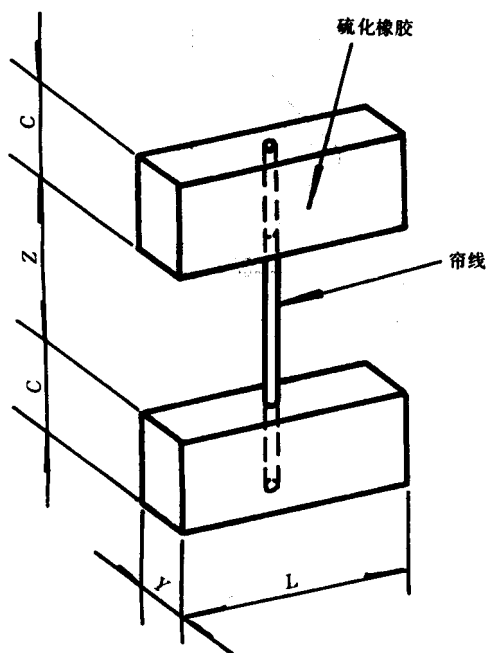
4.3 保护膜：为了使胶料不受污染，胶料在压片后即覆盖一层聚乙烯保护薄膜，使其

与帘线接触的表面保持干净。

5 试验装置

5.1 模具

试样的尺寸受模具的规格和公差所控制。试样是由厚度为 $Y/2$ 的胶条，放到间距为 Z 宽度为 C 的两个模腔中制备。如图 19-14。



mm			
C	L	Y	Z
6.4	25	3.2	10
5	25	3.2	10
10	25	10	10

图 19-14

把拉直的帘线以垂直于胶条的方向放在胶条上，每两根帘线的间距是 L 。然后再把两条胶条放在帘线上面，于是合模，放入平板硫化机，硫化试样。通常使用可以同时产生多个相同试样的模具。

5.2 帘线张力装置

对于提供 $0.49 \pm 0.01\text{N}$ 帘线张力的装置，可在制备试样时，在每根帘线的一端悬挂 $50 \pm 1\text{g}$ 重锤而达到。并且在把模具放到平板硫化机中进行硫化前再把重锤去掉。重锤可以是钩型或用夹具夹在帘线上。无论哪种方式，重锤的总质量应该是 $50 \pm 1\text{g}$ 。

5.3 试验机

试验机应能满足下列条件：

- 必须校正合格，负荷分度值应小于 1N 。
- 应优先选用非惯性拉力试验机，当用惯性拉力试验机进行试验时应符合 GB 527 标准中 3.3 的规定。

c. 夹持器在试验时应以 $100 \pm 10\text{mm/min}$ 的恒定速度移动。

5.4 试样夹持器

夹持器的形状和尺寸如图 19-15。试验时需要上下二个夹持器。

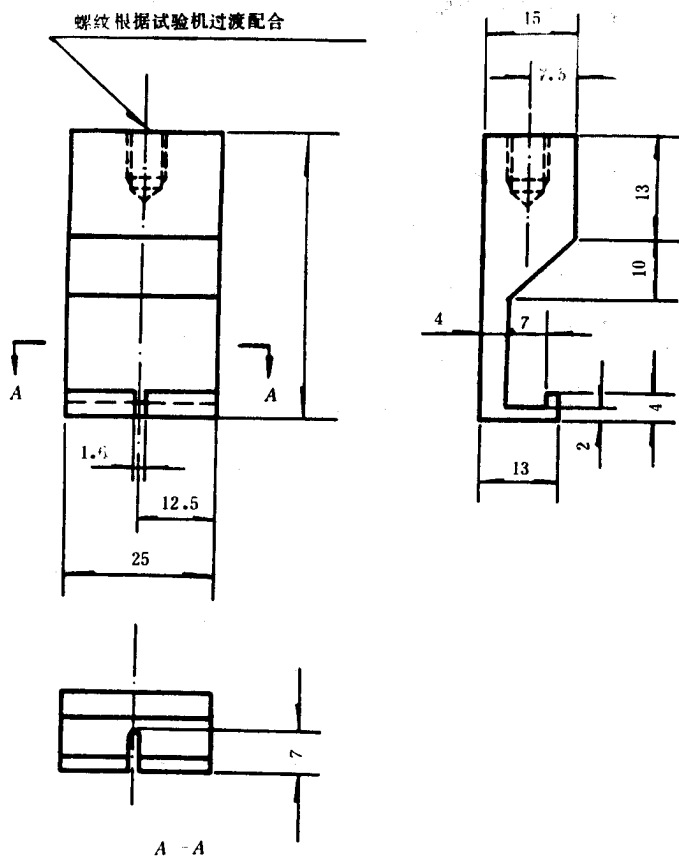


图 19-15

6 试样

6.1 尺寸

标准试样是由一定长度的帘线埋在宽度为 6.4mm、厚度为 3.2mm 的胶条中而成。也可以选用帘线埋入宽度为 10mm、厚度为 10mm 或宽度为 5mm、厚度为 3.2mm 的胶料中。但是，不同的埋入长度的试样所得到的试验结果没有可比性。

6.2 制备

6.2.1 在制备试样前混炼胶要用保护薄膜盖好，以保持胶料表面清洁。帘线不能沾有手汗、油污、灰尘、水等污染物。

6.2.2 用剪刀或冲模把胶料切成宽为 6.4mm、长度适宜的条状，并仍让保护膜留在胶

料上。

6.2.3 按照胶条的尺寸、把隔离衬垫切成条状（如果胶料已压延在织物上，则取消这一步）并将其放在模腔底部，以利脱模。

6.2.4 把橡胶条放在模具中，保护膜朝上（如果橡胶是压延在织物上的，则有织物的一面应朝模具底部）。

6.2.5 从橡胶条上去掉保护膜，并立即把帘线放在垂直于胶条的帘线槽中（应注意放在胶料中的那部分帘线不能直接与裸露的手接触）。并挂重锤使帘线受张力。去掉另一部分胶条上的保护膜，去掉保护膜的一面向下，把他们放在模腔中的帘线上面。覆盖上隔离衬垫，合上模型。

6.2.6 把模具放到已预热到硫化温度的平板硫化机中，从帘线上去掉张力装置。调节压力使模具表面的压力达到最小压力 3.5MPa 进行硫化。硫化到规定时间后，立即从模具中取出样品，并在室温下冷却。

6.2.7 硫化后样品不应有缺胶、气泡、帘线压扁和损伤等缺陷。用剪刀或冲模切割样品，制成“H”试样。同时要特别小心地把所有余胶修去，不得损伤帘线。

7 硫化与试验之间时间间隔

硫化与试验之间的最短时间间隔是 16h，最多不超过四星期。为了达到有可比性的试验结果，应尽可能在相同的时间间隔后进行试验。如果因技术上的要求，可另行规定时间间隔。

8 试样调节

试样的调节应符合 GB/T 2941 的规定。

9 试验温度和湿度

9.1 试验温度和湿度应符合 GB/T 2941 中“试验室标准温度和湿度”的规定。

为了获得有可比性的结果，任何一项试验或一组试验都要自始至终使用同一温度和湿度。

9.2 如果进行高温试验，试样夹具应封闭在试验机上的烘箱中。对任何试样、其在试验温度的烘箱中的总加热时间不得少于 15min，也不得多于 60min。或者试样在靠近试验机的烘箱中加热，然后逐个取出，并于 15s 内进行试验。试样的加热温度和预热方法应按要求而定。

10 试验步骤

10.1 把两只试样夹持器装到拉力机上，使两只夹持器端点之间相隔 1mm。仔细地定位，以保证夹持器的纵轴线成一直线。

10.2 调整拉力试验机夹持器的移动速度为 $100 \pm 10\text{mm/min}$ 。

10.3 调整拉力试验机力值读数，使指示为零。把试样装入夹持器中，并使帘线垂直通

过两夹持器的缝隙，进行试验。

10.4 记录帘线从橡胶中抽出所需的最大力，精确到 1N。

11 试验结果

11.1 以牛顿为单位记录帘线与硫化橡胶的静态粘合力。

11.2 代表同一个样品性能的试样数量不应少于 8 个。取算术平均值，精确到一位小数。当试验中发生帘线尚未抽出而先断裂时，该试样作废。

注明帘线上是否有附胶。

12 试验报告

试验报告应包括下列各项：

- a. 帘线的名称、批号、规格和产地。
- b. 对胶料的详细说明及硫化时间和温度。
- c. 试验温度。
- d. 试样尺寸。
- e. 试样调节时的温度和相对湿度。
- f. 非本标准试样的说明。
- g. 试验的试样数量。
- h. 所有单个试样的试验结果及其算术平均值。
- i. 破坏类型。
- j. 试验日期。
- k. 试验者。

附 录 A

硅橡胶覆面隔条的制备

(参考件)

A1 硅橡胶覆面隔条的使用

A1.1 制备试样的模具有两种方法，如图 A1 所示。方法 B 是通常使用的试样模具。在方法 A 中，试样两端橡胶之间的帘线是夹在特制的、以硅橡胶覆面的棒条之间。这个方法是在试样硫化时把两端橡胶之间的帘线夹在能变形的表面中间，而不是夹在帘线沟槽中。因此不会让多余的胶料流入空隙中。这对改善和消除余胶有一定的效果。

A2 硅橡胶胶料的制备

A2.1 所用的胶料应是硬度大约为 60IRHD 的自粘型硅橡胶。

A2.2 按照既有模具盖板的尺寸，用二块平的模板在两片聚酯薄膜之间压制 50 ~ 60g 胶

片,使其厚度尽可能均匀地达到 1.5mm。

最好在液压机中以很低的压力压制(应低于 175kPa)。以用手泵压力机较适宜,必要时加压平板可加热 50~70℃。

A2.3 加压 2~3min 后,检验硅橡胶是否已达到需要的厚度。若达不到 1.5mm 的厚度,则 2.0mm 也是允许的。

A2.4 取下硅橡胶片,仍用聚酯薄膜加以保护,放在冷的平面上。

A3 隔条的制备

A3.1 用刮刀、金属丝刷或类似的方法,把隔条上的旧的硅橡胶尽量刮掉。

A3.2 隔条在三氯乙烯或过氯乙烯的蒸气浴中脱脂 30~60min。

A3.3 用细纱布打磨隔条的粘接面,也可用轻度喷砂或蒸汽冲刷的方法,但要小心,防止非粘接面不必要地粗糙化。

A3.4 最后,用浸过石油溶剂的布揩干净隔条,待溶剂蒸发后,立即覆上硅橡胶条。

A4 胶接程序

A4.1 把带有聚酯保护膜的硅橡胶,根据隔条的粘接面切成条状,如果硅橡胶不可避免地较厚,则条宽可以减少 1~2mm(通常条宽约 10mm),以防过多地溢料。

A4.2 剥去硅橡胶一面的聚酯保护膜,并把剥去的一面放在刚净化过的粘接面上,并用手轻压,以使贴合。要避免手同硅橡胶和隔条的粘接表面直接接触,以防因沾污而影响粘接。

A4.3 一次制备 2 条。应成对使用,故最好打上容易识别的标记。

A4.4 把胶面朝上的隔条并排地放在适当的模具中,如认为适当,这时可去掉上面的聚酯薄膜。为便于脱模可另嵌一张足以覆盖模腔的聚酯薄膜,或者用模具隔离剂聚四氟乙烯气溶胶喷涂在模盖上。

A4.5 利用匹配孔和隔条槽定位合模后,把模具放入平板压力机中,当平板进行加温时,施加低的压力,使硅橡胶铺展开来。当温度达 160℃正硫化温度时,施加最大安全压力,硫化 15min。

A4.6 隔条最好在压力机中、受压的模具中冷却。如果不可能做到这一点,允许在压力机外让整套模具冷却。因为在这样热的时候,硅橡胶仍然是较脆弱的,易遭损伤。

A4.7 冷却后,小心地从模具中取出覆胶隔条,为此可把一个通过螺纹旋入模具的限位器拆去,以便把一个细的撬杆插在隔条下面,把隔条取出。

A4.8 多余的硅橡胶溢边等可以修掉,或者经烘箱硫化后再修边。

A4.9 当所有重新覆胶的隔条已完成平板硫化后,在 200℃下调节 18~24h。如先前未进行修边,则现在去掉废边。

A5 使用次数

A5.1 在正常使用条件下,隔条预计至少可以用于模制试样 500 次,再重新覆胶。

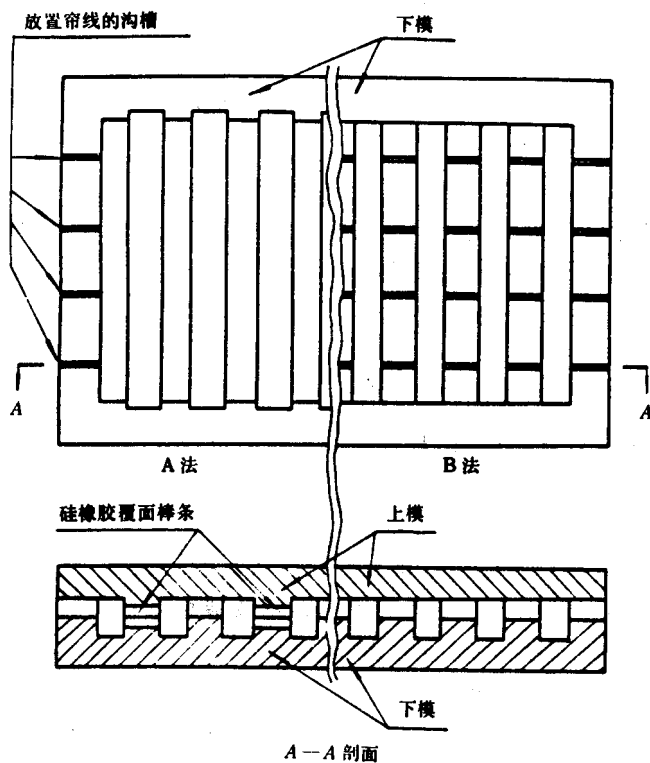


图 A1

第三节 硫化橡胶与钢丝帘线粘合强度的测定

Rubber, vulcanized—Determination
of adhesion to wire cord

GB/T 16586—1996 idt ISO 5603 : 1986

代替 HG 4—1469—82

1 范围

本标准规定了钢丝帘线埋在硫化橡胶中粘合强度测定的两种方法。这些方法适用于在实验室规定条件下制备试样，以确定材料的开发、检验和生产钢丝帘线的工艺。这些

方法也适用于单根钢丝,比如胎圈钢丝。方法 A 的测定能减少粘合强度对橡胶的定伸和强度的依赖。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中的引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间 (eqv ISO 471 : 1983 ISO 1826 : 1981)

GB/T 6038—93 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程度 (neq ISO 2393 : 1989)

HG/T 2369—92 橡胶塑料拉力试验机技术条件

3 原理

粘合强度是通过从制备好的试样中测定单根钢丝帘线从埋入的橡胶中沿轴向抽出的力来确定。使用的夹具应有能确保应力均匀的圆形或方形的测试孔。在方法 A 中试样的橡胶两侧外表面需适当补强,在方法 B 中无需这种补强。

4 材料

4.1 钢丝帘线应符合粘合体系的技术要求。如果没有明确规定,则使用结构为 $1\text{mm} \times 3\text{mm} \times 0.15\text{mm} + 6\text{mm} \times 0.27\text{mm}$ 或 $7\text{mm} \times 4\text{mm} \times 0.22\text{mm}$ 的镀黄铜钢丝帘线。为了帘线的质量控制,应在随意的不加清洁和烘干的条件下进行试验。钢丝帘线样品应在干燥空气中存放,最方便的方法是将样品存放在装有干燥材料(如硅胶)的密封容器中,存取时应立刻关闭容器,不能被干燥材料污染样品。

4.2 用于粘合的胶料应符合粘合强度体系的技术要求。胶料应由开炼机回炼后压成一定厚度的新鲜胶片。也可以在胶片上用庚烷溶剂或一种石油溶剂(其馏程为 $65 \sim 125^\circ\text{C}$ 、 100cm^3 最多产生 3mg 的蒸发残留物的有机溶剂)涂抹并让它挥发。并用类似深色的聚乙烯薄膜作衬垫和覆盖物,以减少胶片表在的接触污染。胶片使用前应在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的条件下停放。

4.3 补强材料是提高试样橡胶部分的强度,只适用于方法 A。补强材料是厚度不小于 0.5mm ,表面经增粘剂处理的金属片,或用二片含有较大抗弯刚度厚度为 $(2.5 \pm 0.1)\text{mm}$ 的复胶钢丝帘线。钢丝帘线的结构可选用 $1\text{mm} \times 3\text{mm} \times 0.3\text{mm} + 6\text{mm} \times 0.38\text{mm}$ 。

5 试验装置

5.1 模具是用来制备试样,能使钢丝帘线按试样要求等距离埋入规定长度的胶料中。有二种不同的模具,分为 A 和 B 试验方法。

5.1.1 方法 A

模具由上下模组成，闭合后能形成一规定尺寸的腔室，并在硫化过程中能使胶料获得一定的压力。

图 19-16 所表示的是采用钢丝帘布作补强层所设计的一种模型。这种模型可制备长 310mm 的有 21 根帘线的试样，也可制备 9 根帘线以上的试样。模具中尺寸 X 取决于钢丝帘线所埋入橡胶的长度（由所用的钢丝帘线直径决定，见 6.2）。模具配有成对的模腔定位件，以确保模具中尺寸 X 所埋入胶料的长度（由所用的钢丝帘线直径决定，见 6.2）。在模压过程中胶料的尺寸 Y 应大到足以保证橡胶能包裹钢丝帘线。

图 19-17 所表示的是采用金属片作补强层所设计的一种模具，并附有钢丝帘线的张力装置。

图 19-18 详细说明了模具中的尺寸和可更换的模腔定位件尺寸。这些模腔定位件是如图 19-16 和图 19-17 所表示的模具中因不同规格的钢丝帘线要求所配置的。在制备试样时可以在钢丝帘线作一明显标线，便于在测试时钢丝帘线的定中心。

5.1.2 方法 B

图 19-19 和图 19-20 适合于方法 B 的模具。该模具可制备出四块长 200mm，每块含有 15 根钢丝帘线的试样块。当测试的帘线直径等于或小于 1.7mm 时，应使用该模具来制备试样。当测试的帘线直径大于 1.7mm 时，则应改变模具的尺寸。如果在埋入段的部分为 12.5mm，而在测试时有 1/3 以上钢丝帘线未从橡胶中抽出已断裂，最好通过使用模腔定位件来减少埋入部分。可以设计制备其他数目试样的模具。也可以制备不同埋入钢丝帘线长度的试样的模具。

5.2 平板硫化机应符合 GB/T 6038 所规定的要求。

5.3 拉伸试验机应符合 HG/T 2369 所规定的要求。能记录试验结果其精度为 $\pm 2\%$ ，并能使夹具在 50 ~ 150mm/min 范围内维持恒定位移速度。最好选用摩擦小，无惯性影响的电子拉力试验机。

5.4 夹具分上下夹具，上夹具有一合适的槽口，使试样测试时帘线进入测试孔，孔的尺寸将取决于试样的类型（见 6.2），试样在上夹具内可侧向位移以使测试时所加的负荷精确地对准中心，（即帘线的位置）。如果需要，上夹具可以有明显的标线以便于测试试样的钢丝帘线在测试孔中定中心。

图 19-21 表示了这种夹具。

下夹具用来夹住试样中待抽出的钢丝帘线。这些下夹具可以是机械、气动、或液压式的。测试中施加到帘线上的力垂直于试样的表面。

6 试样

A 法和 B 法的试样并不相同，其给出结果也不相同。

6.1 试样应为图 19-22 所表示的一般外形之一。

6.2 尺寸

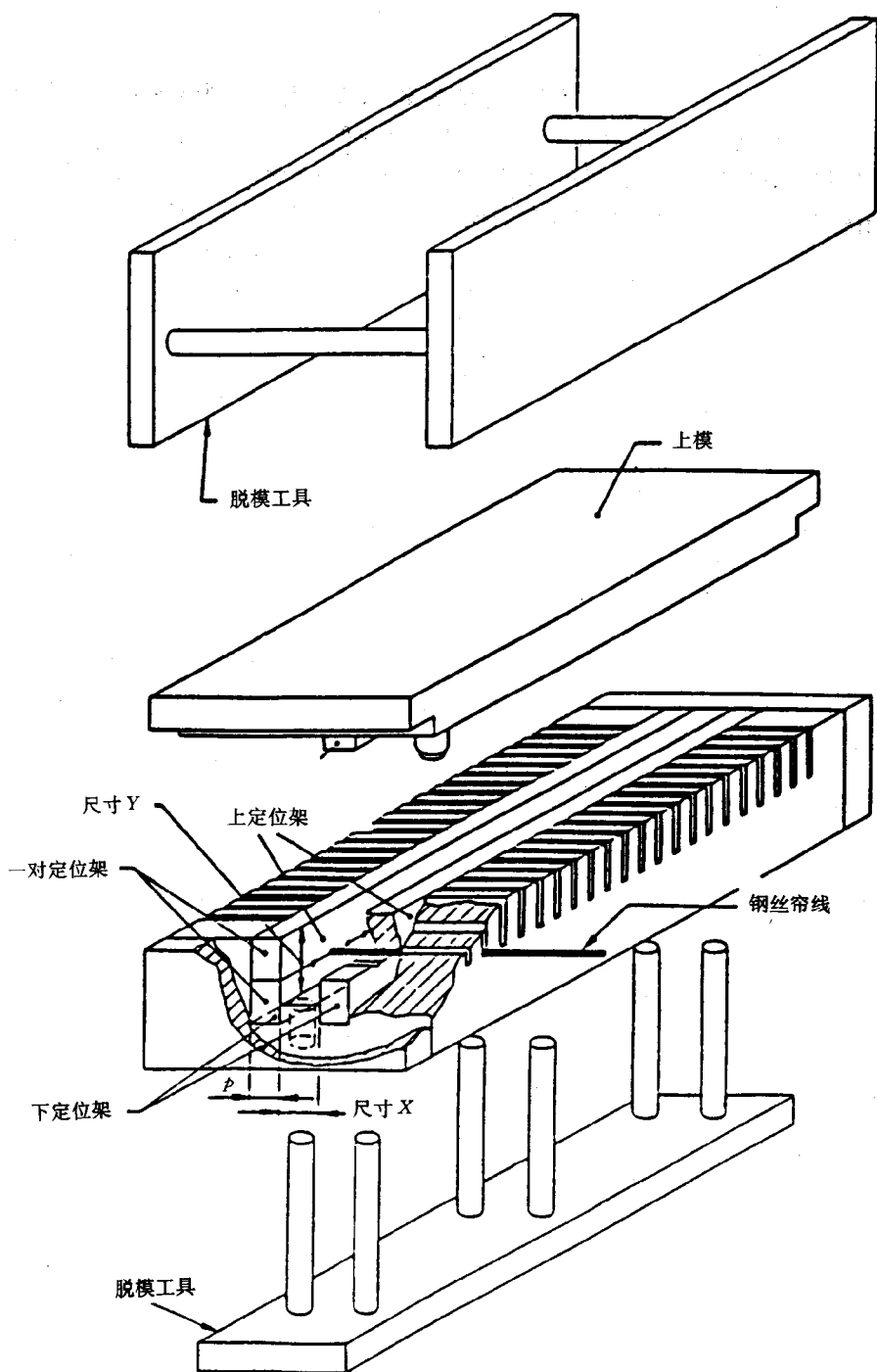


图 19-16 方法 A 设计的上模和脱模工具的第一种形式

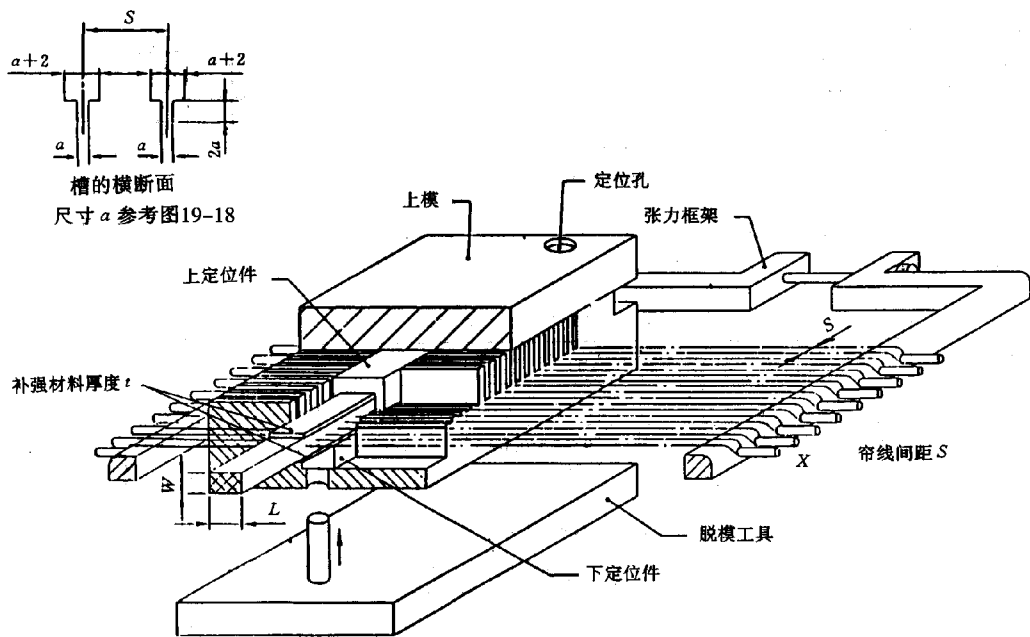


图 19-17 方法 A 设计的上模和脱模工具的第二种形式

方法 A 规定了两种类型的试样，取决于钢丝绳帘线的直径，其尺寸按照表 19-10。

表 19-10 方法 A 试样尺寸 mm

类型	帘线直径 d	埋入长度 L		补强层之间的 橡胶最小宽度 W	帘线最小间距 S	试验孔直径 或对角线 H
		使用钢片补强	使用钢丝 帘线补强			
A	0.5~1.0	10.0	10.0	6.0	L 的 62.5%	L 的 85%
B	1.0~1.7	10.0	10.0	6.0	L 的 62.5%	L 的 85%

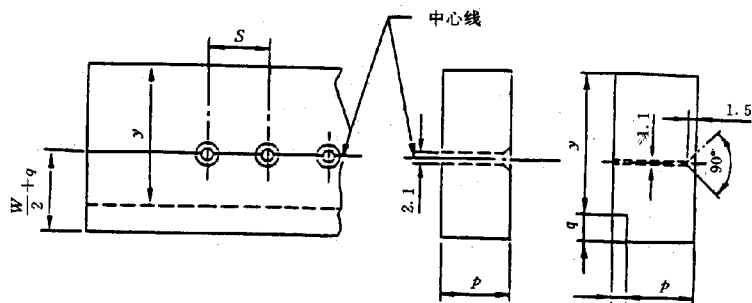
方法 B 试样的尺寸按照表 19-11。二种方法中，对于直径为 0.5mm 以下或 1.7mm 以上的帘线或对于高粘合剂胶料而帘线发生断裂的更细的帘线，可以使用相同类型的试样，但埋入长度要适当。最小帘线间距 S 和测试孔直径或对角线 H 应精确到 0.5mm。

表 19-11 方法 B 试样尺寸 mm

帘线直径 d	埋入长度 L	试片宽度 W	帘线最小间距 S	试验孔直径 H
0.5~1.7	12.5	12.5	12.5	12.5

6.3 制备试样

6.3.1 在制备试样前，应准备好所有材料，利于在制备时将材料很快地填入模型，应该使用 5% 的过量胶料，以便在硫化过程中有足够的压力使胶料充满模腔制成试样。



a 图 19-16 模具中的定位件

帘线直径	选择尺寸			
d	a	b	c	e
0.5~0.7	0.7 ± 0.02	9.85 ± 0.2	9.15 ± 0.02	3.15 ± 0.02
0.7~1.0	1.0 ± 0.02	10.0 ± 0.2	9.0 ± 0.02	3.0 ± 0.02
1.0~1.4	1.4 ± 0.02	10.2 ± 0.2	8.8 ± 0.02	2.8 ± 0.02
1.4~1.7	1.8 ± 0.02	10.4 ± 0.2	8.6 ± 0.02	2.6 ± 0.02

$$a = b - c$$

槽的宽度

$$b$$

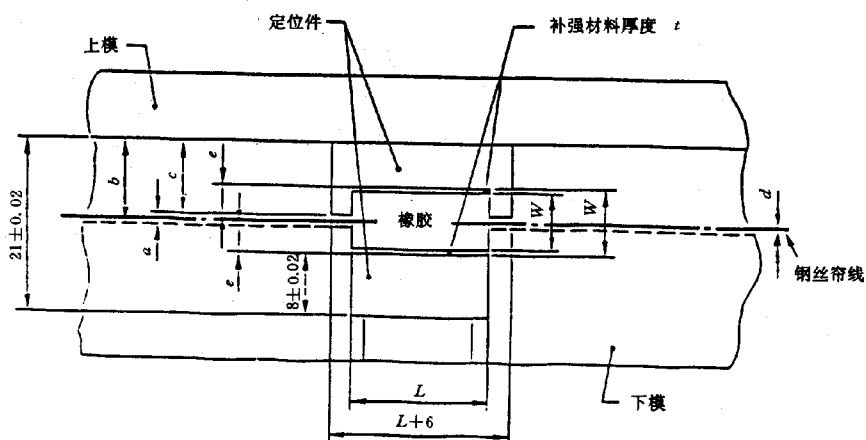
槽的深度

$$2e + a$$

$$= W + 2t = W'$$

$$e$$

$$= 21 - (b + 8) = 13 - b$$



b 更换图 19-17 模具中的定位件

图 19-18 方法 A 所用的两种类型及模具定位件的细节

6.3.2 方法 A 可制备多根帘线的试样。

首先把二块补强材料按正确的尺寸裁切以便装填在模腔内。

然后把二块橡胶按正确的尺寸裁切装填在钢丝帘线上线下的模腔中，上部和下部胶条的确切尺寸取决于所用的模具。每块橡胶可以由一块厚胶条构成，或由几块薄胶条构成正确的厚度。使用时，取下用以保持胶条新鲜的薄膜覆盖物。如果必要，可用有机溶剂清洁表面，并使表面的有机溶剂挥发掉。

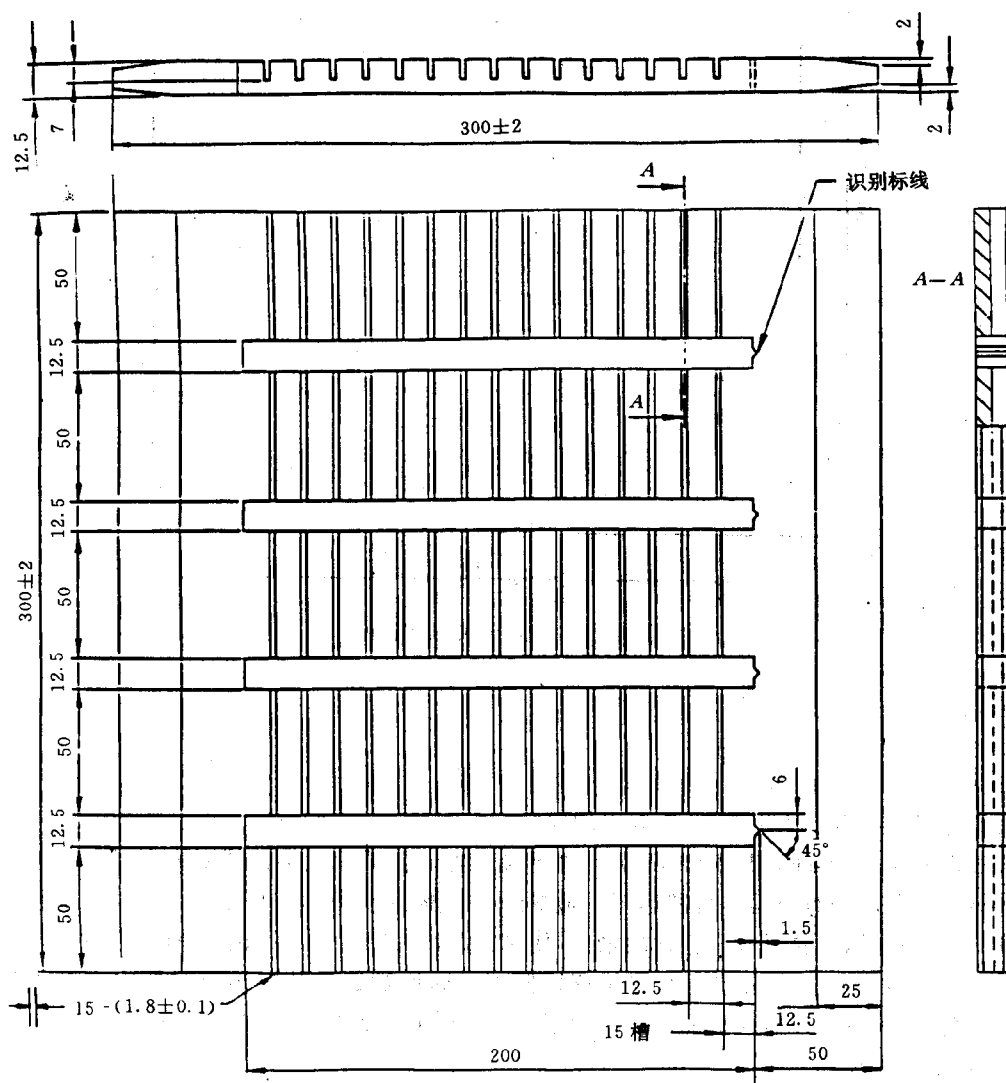


图 19-19 方法 B 的模具

注

1 材料：低碳钢

2 数量：二件

 3 除加注外，所有尺寸误差 ± 0.2

最后使足够的钢丝绳线嵌在槽位中。这些帘线段至少要 300mm 长，只能捏取两端操作，不准触摸在埋入部位的橡胶。为防止钢丝绳线两端钢丝的松散，在从线轴剪下帘线之前可以用焊锡或胶接材料保护，如果使用张力装置就无需粘住帘线两端。

模具须在试验温度下至少预热 20min。

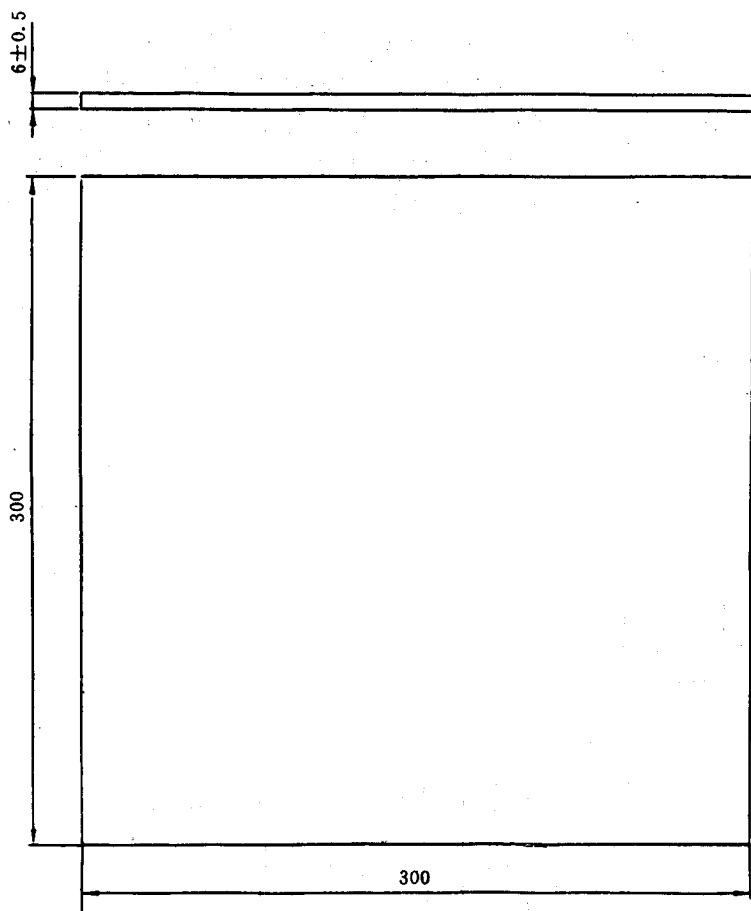


图 19-20 方法 B 的模具部分

注

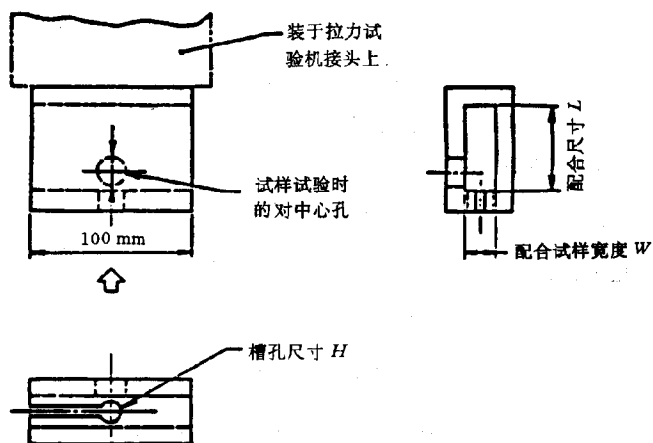
1 材料：低碳钢

2 数量：二件

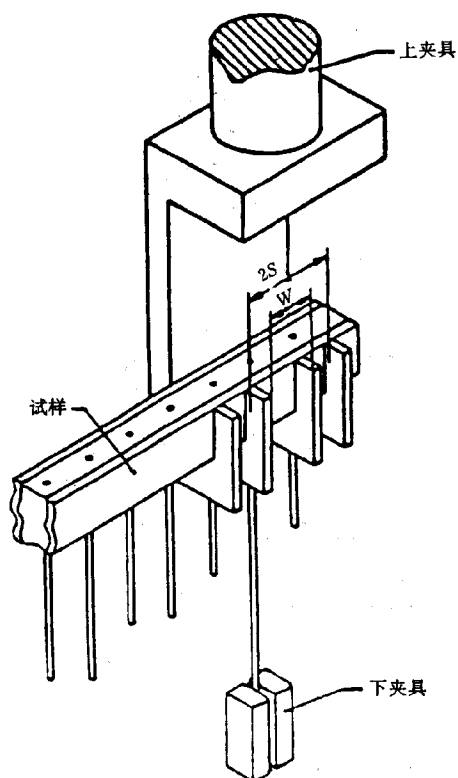
3 除加注外，所有尺寸误差 ± 0.2

6.3.3 方法 B 试样的制备程序按照方法 A，但不用模具间隔条和补强条。硫化之前在冷却的类似模具制作框架上制成预制试样，再从制作框架上小心地取出来放入模具中硫化，预制的试样应在 12h 内硫化。

6.3.4 两种方法并用。把做好的带有试样的模具放在已设定好硫化温度的平板硫化机中。让模具预热，使胶料温度达到 100°C 左右，这时的橡胶易于流动。施加至少 100kN 的力，并在硫化期间保持这个压力。模具的冷却可以给平板硫化机的上下平板中注入冷却水一段合适的时间。然后释放模具压力并从硫化机中取出模具。也可以从硫化机中取出模具后让其冷却下来，再取出试样，在脱模时，应避免损坏试样。

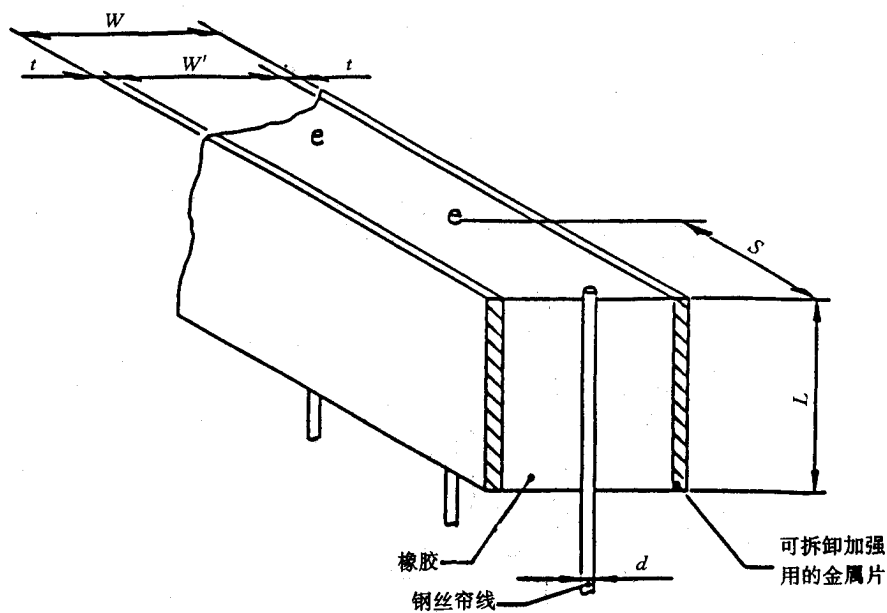


圆形孔的夹具图

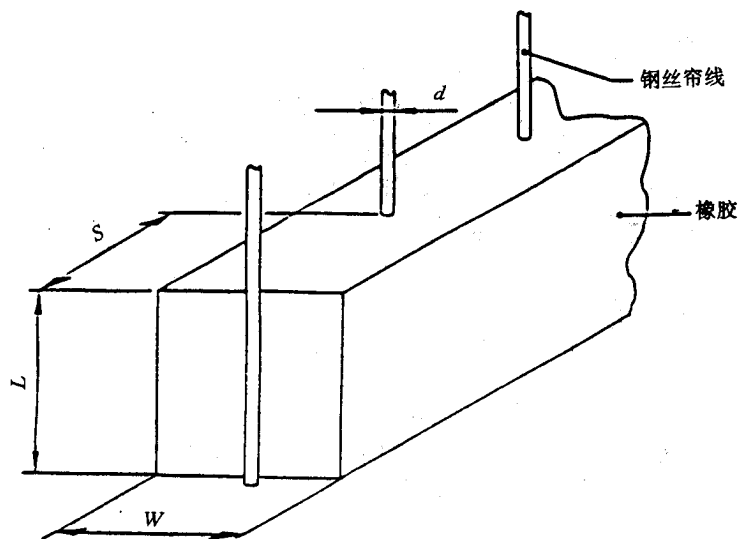


上下夹具的操作图

图 19-21 典型的夹具



方法 A



方法 B

图 19-22 试样

用方法 A 的试样，在检查中应确保胶料沿着模具中成对的模腔定位件中的每个帘

线孔充分流动。在取出试样后，修剪掉靠近橡胶块外表一端的钢丝帘线的短段，以及橡胶块外部边缘上的飞边和溢胶。

对于方法 A 的试样，靠近钢丝帘线的溢胶因不影响测试结果不需修剪。对于方法 B，可用合适的剪刀修剪掉溢胶，但不能损伤帘线或试样。

在测试之前，如果无特别规定，试样的停放应按 GB 2941 执行。

7 试验步骤

除非有特殊要求，一般 GB 2941 所规定的标准试验温度进行。

使用图 6 中所示的有关夹具，把试样放在上夹具中，小心调整试样以便使每一根钢丝帘线定位在孔中央，这样可以保证测试张力均匀分布在帘线的周围，（见图 6 和图 8），通过对 5.1.1 和 5.4 已提的方法可以容易地定中心，并夹住从上夹具中伸出的待测的钢丝帘线。

以 50 ~ 150mm/min 之间的恒定速率，使钢丝帘线从橡胶中抽出，记录下最大的力。

试样中其余钢丝帘线的测试按上述步骤重复。代表一种钢丝帘线的试验不应小于 10 根。不同的速度没有可比性，根据产品的需要可以选择适宜的速度。

8 试验结果

对于每根钢丝帘线测试后用最大抽出力除以帘线埋入试样的长度，计算出粘合强度，用 N/mm 或 kN/m（精确到整数）来表示结果。

计算代表一种钢丝帘线个数的平均值和标准偏差。

检查每一个已测试后的试样，如果需要，用下列方法来表示附胶量。

R——表示粘合破坏发生在橡胶内。

M——表示粘合破坏在橡胶和钢丝帘线界面，可见裸露的钢丝帘线表面。

符号 R 和 M 用百分比来完整地表达，最终结果以 25% 为一个等级表达为“附胶百分比”。25R/75M 意思是 75% 的钢丝表面是裸露的。

9 试验报告

试验报告包括下列各项：

a) 试样说明和鉴别，包括：

- 1) 钢丝帘线的说明和鉴别；
- 2) 胶料的说明和鉴别。

b) 所用方法（A 或 B）。

c) 测试条件的详述，包括：

- 1) 硫化时间，温度和日期；
- 2) 停放和测试所用的温度和湿度。

d) 用来表达的结果和方法，包括：

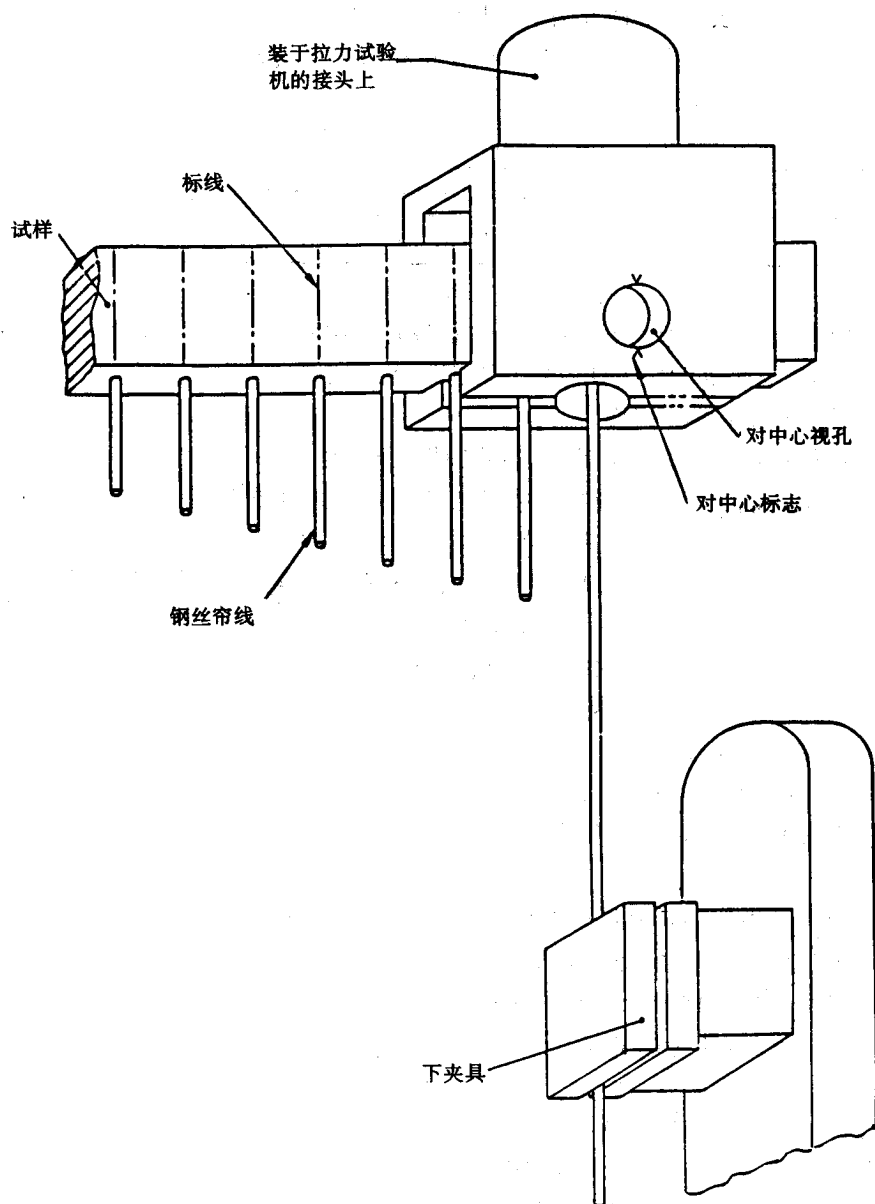


图 19-23 操作示意图

- 1) 受测帘线的根数；
 - 2) 各个测试结果；
 - 3) 平均值和标准偏差；
 - 4) 是否使用溶剂抹擦橡胶表面。
- e) 测试的日期。

f) 试验者。

第四节 增强型载重汽车轮胎

GB/T 19047—2003

1 范围

本标准规定了增强型载重汽车轮胎的要求、试验方法、标志和包装。

本标准适用于轻型载重汽车和载重汽车用的增强型载重汽车轮胎（包括外胎和垫带）。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 521 轮胎外缘尺寸测定方法

GB/T 4501 载重汽车轮胎耐久性试验方法 转鼓法（eqv ISO 10454：1993）

GB/T 6327 载重汽车轮胎强度试验方法

GB/T 7035 轻型载重汽车轮胎高速性能试验方法 转鼓法

HG/T 2177 轮胎外观质量

HG/T 2443 轮胎静负荷性能测定方法

3 要求

3.1 增强型轻型载重汽车普通断面斜交轮胎、增强型中型载重汽车普通断面斜交轮胎、增强型中型载重汽车普通断面子午线轮胎的规格、层级、负荷指数、标准轮辋、新胎充气后断面宽度和外直径、负荷能力、充气压力、最小双胞胎间距、垫带宽度和厚度、允许使用轮辋应分别符合表 19 - 12、表 19 - 13、表 19 - 14 的规定。

表 19 - 12 增强型轻型载重汽车普通断面斜交轮胎

轮胎规格	层级	负荷指数		标准 轮辋	新胎设计尺寸/mm			轮胎最大使用尺寸/mm			负荷下 静半径/mm		负荷能力/kg		充气 压力/ kPa	最小双 胎间距 /mm	垫带宽度和厚度/mm				允许使用 轮辋	气门嘴 型号
		单胎	双胎		断面 宽度	外直径		总宽度	外直径		单胎	双胎	最小展 平宽度	中部厚 度≥			边缘厚 度≤					
						公路型	牵引型		公路型	牵引型												
6.50 - 16TL	12	110	105	5.50F	185	750	761	200	780	791	357	1060	925	630	215	157	4.0	1.0	5.00E	Z1 - 02 - 2		
7.00 - 16TL	14	118	114	5.50F	200	775	786	216	806	816	369	1320	1180	730	232	157	4.0	1.0	6.00G	Z1 - 01 - 3		
7.50 - 16LT	14	122	118	6.00G	215	805	816	232	837	848	383	1500	1320	730	249	170	4.0	1.0	5.50F	Z1 - 01 - 3		

续表

轮胎规格	层级	负荷指数		标准 轮辋	新胎设计尺寸/mm			轮胎最大使用尺寸/mm			负荷下 静半径/ mm	负荷能力/kg		充气 压力/ kPa	最小双 胎间距 /mm	垫带宽度和厚度/mm			允许使用 轮辋	气门嘴 型号
		单胎	双胎		断面 宽度	外直径	总宽度	外直径	单胎	双胎		最小展 平宽度	中部厚 度≥			边缘厚 度≤				
																	公路型	牵引型		
8.25-16LT	16	128	124	6.50H	235	855	867	253	889	901	407	1 800	1 600	730	273	178	4.0	1.5	6.00G	Z1-01-4
在标准轮辋下新胎充气后断面宽度公差为±3.5%，外直径公差为±1.2%。 注1：负荷下静半径和轮胎最大使用尺寸为使用参考数据。 注2：若要求采用其他型号的气门嘴，可由使用方与制造方协商解决。																				

表 19-13 增强型中型载重汽车普通断面斜交轮胎

轮胎规格	层级	负荷指数		新胎设计尺寸/mm				最大使用尺寸/mm			负荷下 静半径/ mm	负荷能力/kg		充气压力/kPa		最小双 胎间距 /mm	垫带宽度和厚度/mm				允许使用 轮辋	气门嘴 型号
		单胎	双胎	标准 轮辋	断面 宽度	外直径		总宽度	外直径			单胎	双胎	单胎	双胎		最小展 平宽度	中部厚 度≥	边缘厚 度≤			
						公路型	牵引型		公路型	牵引型												
7.00-20	14	127	123	5.5	200	904	920	216	940	956	430	1 750	1 550	840	770	230	152	4.0	1.5	6.0 6.00S	Z1-01-5	
8.25-20	16	139	135	6.5	236	974	992	254	1 013	1 032	464	2 430	2 180	910	840	270	178	4.0	1.5	6.50T, 7.0, 7.00T	Z1-01-5	
9.00-20	16	145	140	7.0	259	1 018	1 038	280	1 059	1 080	485	2 900	2 500	880	810	298	178	4.5	1.5	7.00T, 7.5, 7.50V, 6.5	Z1-01-6	
10.00-20	18	150	145	7.5	278	1 055	1 073	300	1 097	1 119	502	3 350	2 900	910	840	320	190	5.5	1.5	7.50V, 8.0	Z1-01-7	
11.00-20	18	153	148	8.0	293	1 085	1 105	316	1 128	1 150	517	3 650	3 150	910	840	337	205	5.5	1.5	8.00V, 8.5	Z1-01-8	
在标准轮辋下新胎充气后断面宽度公差为±3.5%，外直径公差为±1.0%。 注1：负荷下静半径和轮胎最大使用尺寸为使用参考数据。 注2：若要求采用其他型号的气门嘴，可由使用方与制造方协商解决。																						

表 19-14 增强型中型载重汽车普通断面子午线轮胎

轮胎规格	层级	负荷指数			标准 轮辋	新胎设计尺寸/mm			最大使用尺寸/mm			负荷下 静半径/ mm	负荷能力/kg		充气 压力/ kPa	最小双 胎间距 /mm	垫带宽度和厚度/mm			允许使用 轮辋	气门嘴 型号
		单胎	双胎			断面 宽度	外直径		总宽度	外直径			单胎	双胎			最小展 平宽度	中部厚 度≥	边缘厚 度≤		
							公路型	牵引型		公路型	牵引型										
7.00R20	14	126	124	5.5	200	904	915	216	920	931	422	1 700	1 600	830	236	—	—	—	6.0 6.00S	Z1-01-5	
8.25R20	16	139	137	6.5	236	974	986	255	993	1005	452	2 430	2 300	930	278	175	4.0	1.5	6.50T 7.0 7.00T	Z1-01-5	
9.00R20	16	144	142	7.0	259	1 019	1 030	280	1 039	1 051	471	2 800	2 650	900	306	185	4.5	1.5	7.00T 7.5	Z1-01-6	
10.00R20	18	149	146	7.5	278	1 054	1 065	300	1 075	1 088	486	3 250	3 000	930	328	195	5.5	1.5	7.50V 8.0	Z1-01-7	
11.00R20	18	152	149	8.0	293	1 085	1 096	317	1 108	1 120	499	3 550	3 250	930	346	200	5.5	1.5	8.00V 8.5	Z1-01-8	
11.00R22	18	154	151	8.0	293	1 135	1 147	317	1 158	1 171	525	3 750	3 450	930	346	200	5.5	1.5	8.00V 8.5	Z1-01-8	
在标准轮辋下新胎充气后断面宽度公差为±3.5%，外直径公差为±1.0%。 注1：负荷下静半径和轮胎最大使用尺寸为使用参考数据。 注2：若要求采用其他型号的气门嘴，可由使用方与制造方协商解决。																					

3.2 轮胎行驶速度与负荷对应关系应符合表 19-15 的规定。

表 19 – 15 轮胎行驶速度与负荷对应关系表

速度/（km/h）	负荷变化率/%		
	增强型轻型载重汽车普通断面 斜交轮胎	增强型中型载重汽车普通断面轮胎	
		斜交轮胎	子午线轮胎
40	+ 15.0	+ 12.5	15.0
50	+ 12.5	+ 10.0	+ 12.5
60	+ 10.0	+ 7.5	+ 10.0
70	+ 7.5	+ 5.0	+ 7.5
80	+ 5.0	+ 2.5	+ 5.0
90	+ 2.5	+ 0	+ 2.5
100	0	—	0
110	0	—	—
在一级路面上，增强型轻型载重汽车普通断面斜交轮胎的最高行驶速度为 110km/h；增强型中 型载重汽车普通断面斜交轮胎的最高行驶速度为 90km/h，增强型中型载重汽车普通断面子午线轮 胎的最高行驶速度为 100km/h，最大负荷为 100%。当轮胎以其最高行驶速度持续行驶时，持续行 驶时间最长不宜超过 1h。 轮胎行驶速度低于 40km/h 时，不再增加负荷。			

3.3 轮胎速度符号与最高行驶速度对应关系应符合表 19 – 16 的规定。

表 19 – 16 轮胎速度符号与最高行驶速度对应关系表

速度符号	最高行驶速度/（km/h）
B	50
C	60
D	65
E	70
F	80
G	90
J	100
K	110
L	120
M	130
N	140
P	150
Q	160

3.4 轮胎负荷指数与负荷能力的对应关系应符合附录 A 的规定。

3.5 轮胎安全性能

3.5.1 轮胎强度

轮胎的强度试验破坏能应不低于表 19 – 17 的规定。

表 19 – 17 增强型载重汽车轮胎最小破坏能 单位为焦耳

轮胎种类	层级（PR）			
	12	14	16	18
增强型轻型载重汽车普通断面斜交轮胎	644	712	768	—
增强型中型载重汽车普通断面轮胎	—	2282	2599	2825

3.5.2 轮胎耐久性能

轮胎经耐久性试验后，轮胎气压不应低于规定的初始气压；外观检查不应有（胎面、胎侧、帘布层、气密层、带束层、胎圈）脱层、帘布层裂缝、帘线剥离、帘线断裂、崩花、接头裂开、龟裂以及胎体异常变形等缺陷。

3.5.3 轮胎高速性能

增强型轻型载重汽车普通断面斜交轮胎经高速性能试验后，轮胎气压不应低于规定的初始气压；外观检查不应用（胎面、胎侧、帘布层、气密层、带束层、胎圈）脱层、帘布层裂缝、帘线剥离、帘线断裂、崩花、接头裂开、龟裂等缺陷。

3.5.4 胎面磨损标志

每条轮胎外胎沿周向等距离地设置不少于 4 个（能正常观察到的）花纹沟剩余深度的标志，增强型轻型载重汽车普通断面斜交轮胎外胎为 1.6mm，增强型中型载重汽车普通断面轮胎外胎为 2.0mm。

轮胎外胎两侧肩部处应模刻出指明胎面磨损标志位置的标记。

3.6 外观质量

轮胎外胎不应有严重影响使用寿命的外观缺陷，如各部件间脱层、海绵状、钢丝圈严重上抽和断裂、多根帘线断裂、胎里帘线起褶楞和胎冠出胶边带帘线等。垫带外形不应有残缺和带身裂开。

外胎和垫带的其他外观质量要求宜符合 HG/T 2177 的规定。

3.7 凡出厂的轮胎（包括外胎和垫带）应符合本标准的要求。

4 试验方法

4.1 轮胎新胎充气后的断面宽度和外直径按 GB/T 521 进行测定，负荷下静半径按 HG/T 2443 进行测定。

4.2 垫带的宽度和厚度按 GB/T 521 进行测定。

- 4.3 轮胎强度按照 GB/T 6327 进行试验。
- 4.4 轮胎耐久性能按照 GB/T 4501 进行试验。
- 4.5 增强型轻型载重汽车普通断面斜交轮胎的高速性能按照 GB/T 7035 进行试验，其试验条件应符合表 19-18 的规定。

表 19-18 增强型轻型载重汽车普通断面
斜交轮胎的高速性能试验条件

项 目	试验条件
轮辋名义直径代号	16
轮胎层级	12，14，16
充气压力/kPa	单、双胎负荷对应的气压
试验负荷 kg	单胎负荷 × 0.88
试验阶段	试验速度 × 试验时间 [（km/h）× min]
1	80 × 120
2	80 × 30
3	90 × 30
4	100 × 30
充气压力偏差为 ± 10kPa；试验负荷偏差为 ± 2% 给定值；试验速度偏差为 ± 1%。	

5 标志和包装

5.1 标志

5.1.1 每条外胎胎侧上必须有 a) ~ g) 项的标志；每条垫带上必须有 a) ~ b) 和 g) 项的标志。

- a) 规格；
- b) 商标、厂名（或地名）；
- c) 层级；
- d) 生产编号、轮胎骨架材料代号、结构、速度符号及无内胎轮胎的代号；
- e) 轮胎行驶方向标志（外胎胎面花纹有行驶方向的）；
- f) 标准轮辋；
- g) 检查标记。

5.1.2 外胎上 a) ~ f) 项的标志均需使用模刻印痕，其他标志可用水洗不掉的印痕。

5.2 包装

配套的轮胎应将内胎和垫带装在外胎内，并在内胎中充以适量的空气，使其与外胎内缘相接触，再绳捆两处以上。

附 录 A

(规范性附录)

负荷指数 (*LI*) 与轮胎负荷能力 (*TLCC*) 对应表

A.1 负荷指数与轮胎负荷能力对应关系应符合表 A.1 的规定。

表 A.1

<i>LI</i>	<i>TLCC</i> /kg	<i>LI</i>	<i>TLCC</i> /kg	<i>LI</i>	<i>TLCC</i> /kg	<i>LI</i>	<i>TLCC</i> /kg	<i>LI</i>	<i>TLCC</i> /kg	<i>LI</i>	<i>TLCC</i> /kg	<i>LI</i>	<i>TLCC</i> /kg
0	45	40	140	80	450	120	1 400	160	4 500	200	14 000	240	45 000
1	46.2	41	145	81	462	121	1 450	161	4 625	201	14 500	241	46 250
2	47.5	42	150	82	475	122	1 500	162	4 750	202	15 000	242	47 500
3	48.7	43	155	83	487	123	1 550	163	4 875	203	15 500	243	48 750
4	50	44	160	84	500	124	1 600	164	5 000	204	16 000	244	50 000
5	51.5	45	165	85	515	125	1 650	165	5 150	205	16 500	245	51 500
6	53	46	170	86	530	126	1 700	166	5 300	206	17 000	246	53 000
7	54.5	47	175	87	545	127	1 750	167	5 450	207	17 500	247	54 500
8	56	48	180	88	560	128	1 800	168	5 600	208	18 000	248	56 000
9	58	49	185	89	580	129	1 850	169	5 800	209	18 500	249	58 000
10	60	50	190	90	600	130	1 900	170	6 000	210	19 000	250	60 000
11	61.5	51	195	91	615	131	1 950	171	6 150	211	19 500	251	61 500
12	63	52	200	92	630	132	2 000	172	6 300	212	20 000	252	63 000
13	65	53	206	93	650	133	2 060	173	6 500	213	20 600	253	65 000
14	67	54	212	94	670	134	2 120	174	6 700	214	21 200	254	67 000
15	69	55	218	95	690	135	2 180	175	6 900	215	21 800	255	69 000
16	71	56	224	96	710	136	2 240	176	7 100	216	22 400	256	71 000
17	73	57	230	97	730	137	2 300	177	7 300	217	23 000	257	73 000
18	75	58	236	98	750	138	2 360	178	7 500	218	23 600	258	75 000
19	77.5	59	243	99	775	139	2 430	179	7 750	219	24 300	259	77 500
20	80	60	250	100	800	140	2 500	180	8 000	220	25 000	260	80 000
21	82.5	61	257	101	825	141	2 575	181	8 250	221	25 750	261	82 500
22	85	62	265	102	850	142	2 650	182	8 500	222	26 500	262	85 000
23	87.5	63	272	103	875	143	2 725	183	8 750	223	27 250	263	87 500
24	90	64	280	104	900	144	2 800	184	9 000	224	28 000	264	90 000
25	92.5	65	290	105	925	145	2 900	185	9 250	225	29 000	265	92 500
26	95	66	300	106	950	146	3 000	186	9 500	226	30 000	266	95 000
27	97.5	67	307	107	975	147	3 075	187	9 750	227	30 750	267	97 500
28	100	68	315	108	1 000	148	3 150	188	10 000	228	31 500	268	100 000
29	103	69	325	109	1 030	149	3 250	189	10 300	229	32 500	269	103 000
30	106	70	335	110	1 060	150	3 350	190	10 500	230	33 500	270	106 000
31	109	71	345	111	1 090	151	3 450	191	10 900	231	34 500	271	109 000
32	112	72	355	112	1 120	152	3 550	192	11 200	232	35 500	272	112 000
33	115	73	365	113	1 150	153	3 650	193	11 500	233	36 500	273	115 000
34	118	74	375	114	1 180	154	3 750	194	11 800	234	37 500	274	118 000
35	121	75	387	115	1 215	155	3 875	195	12 150	235	38 750	275	121 000
36	125	76	400	116	1 250	156	4 000	196	12 500	236	40 000	276	125 000
37	128	77	412	117	1 285	157	4 125	197	12 850	237	41 250	277	128 500
38	132	78	425	118	1 320	158	4 250	198	13 200	238	42 500	278	132 000
39	136	79	437	119	1 360	159	4 375	199	13 600	239	43 750	279	136 000

第五节 轿车和轻型商用车辆冷却系统 用纯胶管和橡胶软管

GB/T 18948—2003

1 范围

本标准规定了自重为 3.5t 以下（含 3.5t）的轿车和轻型商用车辆内燃机使用的含有 1,2-乙二醇基的冷却剂（防冻液）的加压和无压冷却系统中用的纯胶管（非增强橡胶软管）和橡胶软管的要求。

本标准适用于预成型或直接挤出的纯胶管和橡胶软管。

本标准不适用于以短纤维增强胶料制成的橡胶软管。

2 规范性引用文件

下列文件的条款通过本标准的引用面成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准。然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 528—1998 硫化橡胶或热塑性橡胶拉伸应力应变性能测定（eqv ISO 37：1994）

GB/T 1960—1992 硫化橡胶耐液体试验方法（neq ISO 1817：1985）

GB/T 3512—2001 硫化橡胶或热塑性橡胶 热空气加速老化和耐热试验（eqv ISO 188：1998）

GB/T 5563—1994 橡胶、塑料软管及软管组合件 液压试验方法（neq ISO 1402：1991）

GB/T 5565—1994 橡胶或塑料及纯胶管 弯曲试验（neq ISO 1746：1983）

GB/T 5567—1994 橡胶、塑料软管及软管组合件 真空性能测定（neq ISO 7233：1990）

GB/T 6031—1998 硫化橡胶和热塑性橡胶硬度的测定（10～100 IRGD）（idt ISO 48：1994）

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测定（eqv ISO 815：1991）

GB/T 9573—2003 橡胶、塑料软管及软管组合件 尺寸测量方法（idt ISO 4671：

1984)

GB/T 9575—2003 橡胶、塑料软管内径尺寸和长度公差 (idt ISO 1307:1983)

GB/T 14905—1994 橡胶和塑料软管各层间粘合强度测定 (eqv ISO 8033:1991)

HG/T 2869—1997 橡胶和塑料软管静态条件下耐臭氧性能评价 (idt ISO 7326:1984)

3 型别、尺寸和公差

3.1 型别

纯胶管和橡胶软管分为下列三种不同型别：

I 型：工作温度在 100℃ 以下的纯胶管和橡胶软管。

II 型：工作温度在 125℃ 以下的纯胶管和橡胶软管。

III 型：工作温度在 150℃ 以下的纯胶管和橡胶软管。

此外，根据工作环境，每种型别的纯胶管和橡胶软管可进一步划分为两个级别：

A 级：外表面不可能被燃油和润滑油污染的位置使用的纯胶管和橡胶软管。

B 级：外表面可能被燃油和润滑油污染的位置使用的纯胶管和橡胶软管

3.2 尺寸和公差

按 GB/T 9573—1994 规定的方法测量时，纯胶管和橡胶软管的内径尺寸和公差应符合 GB/T 9575 的规定。

4 内壁清洁度

所有的纯胶管和橡胶软管内壁应当清洁，目视检查时不得有任何杂质。

5 物理试验和规范

压缩变形试验应使用标准的试样（片）进行试验，其他试验应使用从产品上裁取的试样进行试验或由生产厂和用户协商确定。

5.1 硬度

按 GB/T 6031—1998 规定的程序测定时，硬度应符合表 19 - 19 的规定。

表 19 - 19 对材料的要求

章条号	特 性	单位	要 求		
			纯胶管	软管内衬层	软管外覆层
5.1	硬度 硬度公差	IRHD IRHD	70 ± 5	70 +5 - 10	70 +5 - 10
5.2	拉伸强度，最小 拉断伸长率，最小	MPa %	10 250	8 250	8 250
5.3	热空气老化 硬度变化，最大	IRHD			

续表

章条号	特 性	单位	要 求		
			纯胶管	软管内衬层	软管外覆层
5.3	I 型和 II 型	%	+ 10	+ 10	+ 10
	III 型		+ 15	+ 15	+ 15
	拉伸强度变化, 最大				
	I 型	%	+ 10	+ 10	+ 10
	II 型		+ 20	+ 20	+ 20
	III 型		+ 25	+ 25	+ 25
5.4	拉断伸长率变化, 最大				
	I 型	%	- 25	- 25	- 25
	II 型		- 40	- 40	- 40
	III 型		- 65	- 65	- 65
	压缩变形, 最大	%			
	I 型: 100℃ × 24h		30	30	30
5.5	II 型: 100℃ × 24h		—	50	50
	III 型 100℃ × 24h		—	50	50
	耐冷却液性能	IRHD			
	硬度变化, 最大	%	± 5	± 5	—
	拉伸强度变化, 最大		± 10	± 10	—
	拉 继 伸 长 率 变 化 ,		- 25	- 25	—
5.6	最大				
	体积变化, 最大	%	+10 -2	-10 -2	—
	耐 3 号油性能	%			
	体积变化, 最大				
	B 级		75	—	75
	5.7	耐臭氧性能	2 倍放大镜下 不应出现龟裂		2 倍放大镜下 不应出现龟裂

5.2 拉伸强度和拉断伸长率

按 GB/T 528 规定的程序, 使用 2 型试片测定时, 拉伸强度和拉断伸长率应符合表 19-19 的规定。

5.3 热空气老化后性能的变化

按照 GB/T 3512—2001 的规定, 在通风干燥箱中使用 5.1 和 5.2 规定的试样, 按下
列试验条件进行:

- I 型: 100℃ × 7d ;
- II 型: 125℃ × 7d ;
- III 型: 150℃ × 7d ;

硬度、拉伸强度和拉断伸长率的变化应符合表 19-19 的规定。

5.4 压缩永久变形

使用 GB/T 7795—1996 中 3.1 规定的 A 型试样，按 GB/T 7759—1996 规定的方法进行试验。

5.5 耐冷却液性能

本要求仅适用于纯胶管和橡胶软管的内衬层。

将 5.1 和 5.2 规定的试样，按 GB/T 1690—1992 规定，放入温度为 $(100 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的等体积 1.2-乙二醇和蒸馏水的混合液中浸渍 7d 后进行测定，硬度、拉伸强度、拉断伸和率以及体积变化均应符合表 19-19 的规定。

5.6 耐 3 号油性能

本要求仅适用于 B 级纯胶管和橡胶软管的外覆层。

试样按 GB/T 1690—1992 规定，在 $(100 \pm 1)^\circ\text{C}$ 下，放入 3 号油中浸渍 $72 - \frac{0}{2}\text{h}$ 后，测得的体积变化不应超过表 19-19 的规定。

5.7 耐臭氧性能试验

本要求仅适用于纯胶管和橡胶软管外覆层。

按 HG/T 2869 中规定的相应方法，在下列条件下进行试验：

臭氧分压： $(50 \pm 5)\text{MPa}$ ；持续时间： $70 + \frac{0}{2}\text{h}$ ；伸长率：20%；温度： $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

试验后用 2 倍的放大镜检查试样，应符合表 19-19 的规定。

5.8 对成品的要求

按 GB/T 5563—1994 规定，在试验室温度下，纯胶管和橡胶软管最小爆破压力应符合表 19-20 的规定。

表 19-20 对产品的要求

章条号	特 性	单 位	要 求	
			纯胶管	软 管
5.8	爆破压力，最小	MPa		
	纯胶管		0.2	—
	软管			
	直径小于 20mm (包括 20mm)		—	1.2
	直径 20mm ~ 40mm (包括 40mm)		—	0.9
	直径大于 40mm		—	0.5
5.9	粘合强度，最小	kN/m		
	软管初始状态		—	1.5
	软管型别工作温度下经 $(72 - \frac{0}{2})\text{h}$ 老化后		—	1.5
5.10	耐真空性能，最大塌瘪	%	30	30
5.11	低温压缩变形 (-30°C) ，最大	%	90	90
5.12	耐弯曲性，变形系数 T/D		≤ 0.7	≤ 0.7
5.13	机械疲劳试验，循环次数			

续表

章条号	特 性	单 位	要 求	
			纯胶管	软 管
	I 型：最低次数		5 000	5 000
	II 型：最低次数		5 000	5 000
	III 型：最低次数		5 000	5 000
5.14	低温弯曲性（- 40℃）		不得有裂痕、龟裂、折断	

5.9 粘合强度

本要求仅适用于橡胶软管。

按照 GB/T 14905 规定的相应方法，测得软管初始的和在软管型别规定的工作温度下经 70₋₂h 热空气老化的层间的粘合强度应符合表 19-20 的规定。

5.10 耐真空性能

本要求仅适用于内径尺寸 25mm 及以上的纯胶管和橡胶软管。

在规定烘箱试验温度下，按 GB/T 5567 进行试验。试样于真空度为 30kPa，温度为（100±2）℃，持续时间 10min 试验后，踉蹉应符合表 19-20 的规定。

5.11 低温压缩变形

应从纯胶管和橡胶软管的管壁上切下一块圆形试样进行试验，试样的直径与厚度的比值应当为 2 或 2.3。

按 GB/T 7759 的规定，在 -30℃ 温度下试验，经过 30min 的回缩后，试样的压缩变形值不应超出表 19-20 所列的数值。

5.12 耐弯曲性能

本要求仅适用于内径尺寸 19.5mm 及以下的平直纯胶管和橡胶软管。

按 GB/T 565—1994 中规定的相应的方法，依据内径尺寸，将试样围在下列规定的直径的芯轴上进行试验时，变形系数 T/D 应符合表 19-20 规定的值。胶管内径对应的芯轴直径如下：

- 对于直径为 7.8mm~10.5mm（含 10.5mm）的纯胶管和橡胶软管为 140mm；
- 对于直径为 10.5mm~16.5mm（含 16.5mm）的纯胶管和橡胶软管为 220mm；
- 对于直径为 16.5mm~19.5mm（含 19.5mm）的纯胶管和橡胶软管为 300mm。

5.13 机械疲劳强度

按附录 A 规定的方法进行试验时，纯胶管和橡胶软管在表 19-20 规定的最低循环次数内不应出现破裂。

5.14 低温屈挠性

按附录 B 规定的方法进行试验时，纯胶管和橡胶软管的试样不应出现裂痕、龟裂或折断现象。

6 标志

除另有规定外，纯胶管和橡胶软管的标志应包括下列内容：

- a) 生产厂名和商标；
- b) 本标准的编号；
- c) 型别、级别代号和公称内径；
- d) 生产年、月、日。

附 录 A (规范性附录) 机械疲劳试验

A.1 工作原理

冷却液循环温度为 $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，在 A.2 所述的循环速率下，借助循环泵，使压力在 $0\text{MPa} \sim 0.2\text{MPa}$ 之间交替。

A.2 试验台

试验台应装有安全防护装置，确保在发生泄漏、爆破或其他故障时，可以立即中断试验。

- a) 冷却剂（防冻液）在纯胶管或橡胶软管里连续流动；
- b) 温度保持恒定在 $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的范围内；
- c) 按如下顺序施加循环压力：
 - 从 0MPa 升到 0.2MPa 压力的时间为 2s ；
 - 从 0.2MPa 压力下持续的时间为 5s ；
 - 从 0.2MPa 降到 0 的时间为 3s ；
 - 一次循环时间为 10s 。
- d) 记录循环次数。

A.3 试验程序

A.3.1 把纯胶管和橡胶软管安装到试验台上，软管卡箍和扭距的调节应保证处于良好的密封状态；

A.3.2 把冷却剂的温度升至 $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ；

A.3.3 打开压力循环泵；

A.3.4 排出循环系统里的空气；

A.3.5 将压力循环周期调到规定的次数；

A.3.6 如果在试验过程中，软管出现故障，应记下已完成的循环次数；

- A.3.7 应检查已完成规定循环次数的软管有无异常。
- A.3.8 在试验过程中，因为软管卡箍因素软管出现泄漏时，测得的试验结果不计在内；
- A.3.9 最少试验三个试样。

A.4 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 进行这项试验的纯胶管和橡胶软管的标准号；
- b) 试验的纯胶管和橡胶软管的标志；
- c) 未损坏的纯胶管和橡胶软管的试验循环次数；
- d) 影响试验结果出现的有关故障。

附 录 B

(规范性附录)

低温弯曲试验 (- 40℃)

- B.1 内径尺寸为 25.4mm 及以上的纯胶管和橡胶软管，进行弯曲试验。
- B.1.1 试样为足够长度的一段成品软管。
- B.1.2 将软管试样置于 - 40℃ 的低温箱里，时间为 5h。然后在低温箱里，将软管从其中心线处，弯曲 180℃，使其弯曲直径 10 倍于软管的 最大外径。弯曲过程在 4s 内完成。
- B.2 内径尺寸 25.4mm 以上的纯胶管和橡胶软管进行压缩试验。
- B.2.1 试样应当是一段 25.4mm 的成品软管；
- B.2.2 将试样放置在 - 40℃ 的低温箱里，时间为 5h。然后将试样放在两块板之间，在 4s 内将其压缩到其初始内径的 50%。在整个试验过程中，试验安装夹具都应在低温箱里。

附 录 C

(资料性附录)

本标准与 ISO 4018：1987 编辑性差异及其原因

表 C.1 给出了本标准与 ISO 4018：1987 编辑性差异及其原因的一栏表。

表 C.1 本标准与 ISO 4018：1987 编辑性差异及其原因

本标准的章条编号	编辑性差异	原 因
1	删除了 ISO 4018：1987 第一章中的软管的型号有级别的规定	按 GB/T 1.1—2000 编写要求下，范围的文字应简洁，以便能作内容提要用

续表

本标准的章条编号	编辑性差异	原 因
3	把 ISO 4018：1987 第一章中的型号和级别的规定与 ISO 4018：1987 第四章的尺寸和公差合并在一起	适合我国产品标准编号方法
4	把 ISO 4018：1987 第三章标题纯胶管和软管内壁改为内壁清洁度	ISO 4018：1987 的第三章内容为对软管和纯胶管的内壁要求。内壁清洁度易理解
5.12	增加了胶管内径对应的芯轴，直径如下： ——对于直径为 7.8mm ~ 10.5mm（含 10.5mm）的纯胶管和橡胶软管为 140mm； ——对于直径为 10.5mm ~ 16.5mm（含 16.5mm）的纯胶管和橡胶软管为 220mm； ——对于直径为 16.5mm ~ 19.5mm（含 19.5mm）的纯胶管和橡胶软管为 300mm。 删除了试样的最大变形系数（ T/D ）不得超过 0.7mm	ISO 4018：1987 把本标准列入表中，使表变得繁琐，把考核得指标列入表中，使表简洁。
—	删除了 ISO 4018：1987 中 5.11.2 定型温度下的压缩变形。	ISO 4018：1987 中该条款在表中为特定值，如果照搬，则显得本标准不标准
—	删除了 ISO 4018：1987 表中 5.2 条目的弯曲试验直径 7.8mm ~ 10.5mm（含 10.5mm） 芯轴直径 140mm，直径 10.5mm ~ 16.5mm（含 16.5mm）芯轴直径 220mm；直径 16.5mm ~ 19.5mm（含 19.5mm）芯轴直径 300mm，增加了耐弯曲性，变形系数（ T/D ） ≤ 0.7	简化表格
—	把 ISO 4018：1987 中的表格改为表 19 - 19 和表 19 - 20	符合 GB/T 1.1—2000 编写规定
—	在本标准表 19 - 20 中增加了 5.14 条的低温弯曲性（-40℃）考核指标	使表格更加完善

第六节 子午线轮胎用钢帘线

GB/T 11181—2003

1 范围

本标准规定了子午线轮胎用镀黄铜钢丝帘线的定义、分类、代号、标记方法、尺寸、重量、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存和质量证明书。

本标准适用于子午线结构的轮胎的胎体和带束层用镀黄铜钢丝帘线。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 2104 钢丝绳包装、标志及质量证明书的一般规定

GB/T 10561 钢中非金属夹杂物显微评定方法

YB/T 135 镀铜钢丝镀层重量及其组分试验方法

YB/T 170.2 制丝用非合金钢盘条 第2部分 一般用途盘条

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 单丝 steel filament

在股或钢帘线中作为单独元件的钢丝。

3.2 外缠丝 wrap

以螺旋形式缠绕在钢帘线上的一根单丝。

3.3 股 strand

由一组单丝捻合在一起，捻成一层或多层螺旋状而形成的结构。

3.4 芯 core

作为伸展的轴线使其他单元可缠绕其上的一根或几根单丝或股。

3.5 钢帘线 steel cord

由两根或两根以上单丝、或者由股与单丝、或者由股与股捻成的各种结构的产品。

3.6 开放型钢帘线 open cord

单丝间有周期性的间隙，使橡胶得以渗入其中的一种钢帘线。

3.7 密集型钢帘线 compact cord

由一组单丝按相同捻向和相同捻距捻制而成且具有最小横断面积的一种钢帘线。

3.8 高伸长钢帘线 high elongation cord

捻距相对较小,股间相对较松,伸长率相对较高的一种钢帘线。

3.9 捻向 direction of lay

钢帘线中的单丝、股的螺旋绕向。当股或钢帘线呈垂直状态时,螺旋绕向与字母 S (或 Z) 中心部分倾斜方向相同则称为“S”捻或左手捻(“Z”捻或右手捻)。

3.10 捻距 length of lay

钢帘线中的股(单丝)或股中的单丝绕其中心旋转 360°的轴向距离。

3.11 钢帘线粗度 cord thickness

钢帘线横截面外接圆的直径。

3.12 线密度 linear density

单丝、股或钢帘线单位长度的重量。

3.13 破断力 breaking force

在规定条件下给试样施加负荷直至破断,试样所能承受的最大拉力。

3.14 破断伸长率 elongation at rupture

拉伸试验中,试样断裂时长度增量占初始长度的百分数。

3.15 在规定力之间的伸长率 elongation between defined forces

试样在两个规定力作用下所引起的长度增量占初始长度的百分数。

3.16 残余扭转 residual torsion

规定长度的钢帘线,当其一端保持固定,另一端任其自由旋转时,所旋转的转数。

3.17 平直度 straightness

规定长度的钢帘线,在特定的距离内不偏离其中心轴的特性。

3.18 松散度 flare

切断钢帘线时,其末端的散开程度。

3.19 弹性 elasticity

在去除外加的变形力后,钢帘线依靠自身的力量趋于立即恢复原始尺寸和形状的性能。

3.20 刚度 stiffness

弯曲阻力,在给定条件下产生弯曲变形所需要的弯矩来表示。

3.21 背丝(背股) ridging

一根单丝(或股)与另一根单丝(或股)不适当地重叠在一起的现象。

3.22 冒芯 outshoot

当剪断钢帘线时,芯股冒出 1mm 以上的现象。

3.23 跳芯 reveal

钢帘线中芯股局部拱出外层丝（股）的现象。

3.24 起泡 bubble

沿钢帘线轴向间断出现外层丝（或股）隆起灯笼状的现象。

3.25 弹簧圈 spring loop

钢帘线在无张力状态下，呈弹簧状的现象。

3.26 波浪 wave

钢帘线在无张力状态下，沿钢帘线轴向出现波纹状曲折的现象。

4 分类、代号、标记方法

4.1 分类、代号

4.1.1 钢帘线按其强度等级划分，类别和代号为：

普通强度钢帘线 NT（可不标注）

高强度钢帘线 HT

4.1.2 钢帘线按其结构特性划分，类别和代号为：

普通结构钢帘线

开放型钢帘线 OC

密集型钢帘线 CC

高伸长型钢帘线 HE

4.2 标记方法

4.2.2 钢帘线结构的标记方法：

$$(N \times F) \times D + (N \times F) \times D + (N \times F) \times D + F \times D$$

最内层 + 中间层 + 最外层 + 外缠层

其中：N——股数；

F——单丝根数；

D——单丝公称直径，以 mm 表示。

4.2.2 钢帘线标记的一般规则：

4.2.2.1 从最内层部分逐层向外数。

4.2.2.2 各层之间用加号（+）表示；各层之间捻距、捻向相同但单丝直径不同用斜杠（/）表示。

4.2.2.3 括号是用来划分每一层的，各层由一个以上的部件组成，各层的中心不等于帘线的中心。

4.2.2.4 当 N 或 F = 1 时，可省掉格式中的 N 或 F，则得到简写的命名。如 1 × 5 × 0.25 可简写成 5 × 0.25。

4.2.2.5 如果两层以上的单丝直径相同，只要在最后一层注上单丝直径，其余单丝直径可以省略不写，在螺旋外缠层之前最后一部分的单丝直径必须标出，螺旋外缠层的单

丝直径必须标明。

如： $(1 \times 3) \times 0.175 + 9 \times 0.175 + 15 \times 0.175 + 1 \times 0.15$

可简写成 $3 + 9 + 15 \times 0.175 + 0.15$

4.2.2.6 捻距和捻向可随同钢帘线结构一起标明，也是由里层逐层往外数。

如： $3 + 9 + 15 \times 0.175 + 0.15$

5/10/15/3.5

S/S/Z/S

4.2.2.7 开放型、密集型、高强度、高伸长钢帘线在结构表示式后分别标注 OC、CC、HT、HE。

如： 4×0.25 开放型钢帘线标注为 $4 \times 0.25\text{OC}$ ；

$0.25 + 18 \times 0.22$ 密集型钢帘线标注为 $0.25 + 18 \times 0.22\text{CC}$ ；

2×0.30 高强度钢帘线标注为 $2 \times 0.30\text{HT}$

$3 \times 7 \times 0.20$ 高伸长钢帘线标注为 $3 \times 7 \times 0.20\text{HE}$ 。

5 尺寸、重量及允许偏差

5.1 粗度

钢帘线粗度应符合表 19－23～表 19－25 的规定。

表 19－23

钢帘线结构	捻距 (± 5%) / mm	捻向	粗度 (± 5%) / mm	破断力/N 最小	线密度 (± 5%) / (g/m)	定 长 (BS40/ BS60) /m
2 + 1 × 0.28	∞ /16	－ S	0.7000	470	1.470	13 000
2 + 1 × 0.30	∞ /16	－ S	0.750	520	1.680	10 000
4 × 0.25OC	14	S	0.640	520	1.560	13 000
2 + 2 × 0.25	∞ /14	－ S	0.065	520	1.550	12 500
2 + 2 × 0.28	∞ /16	－ S	0.730	625	1.940	10 000
2 + 2 × 0.30	∞ /16	－ S	0.780	700	2.230	8 000
2 + 2 × 0.38	∞ /16	－ S	1.000	1 055	3.600	5 000
5 × 0.25	10	S	0.670	660	1.950	10 000
3 × 0.15 + 6 × 0.27	9/10	SZ	0.850	1 000	3.170	6 400
3 × 0.20 + 6 × 0.35	10/18	SZ	1.130	1 590	5.340	3 500
2 + 7 × 0.22	6.3/12.5	SS	0.830	920	2.740	7 200
2 + 7 × 0.22 + 0.15	6.3/12.5/5	SSZ	1.080	920	2.900	5 200

续表

钢帘线结构	捻距 (± 5%) / mm	捻向	粗度 (± 5%) / mm	破断力/N 最小	线密度 (± 5%) / (g/m)	定 长 (BS40/ BS60) /m
2 + 7 × 0.28	8/16	SS	1.060	1 370	4.450	4 300
2 + 7 × 0.28 + 0.15	8/16/3.5	SSZ	1.330	1 370	4.640	3 300
12 × 0.22 + 0.15CC	12.5/3.5	SZ	1.180	1 200	3.840	4 000
12 × 0.22CC	12.5	S	0.910	1 200	3.640	5 800
3 × 0.20/9 × 0.175CC	10	S	0.750	840	2.490	8 000
3 × 0.20/9 × 0.175 + 0.15CC	10/5	SZ	1.020	840	2.650	6 000
3 × 0.22/9 × 0.20CC	12.5	S	0.880	1 060	3.170	7 000
3 × 0.22/9 × 0.20 + 0.15CC	12.5/5	SZ	1.110	1 060	3.330	5 000
3 + 9 × 0.175 + 0.15	5/10/3.5	SSZ	1.000	780	2.490	6 000
3 + 9 × 0.22	6.3/12.5	SS	0.920	1 200	3.650	5 000
3 + 9 × 0.22 + 0.15	6.3/12.5/3.5	SSZ	1.170	1 200	3.850	4 000
0.20 + 18 × 0.175CC	10	Z	0.900	1 250	3.730	6 000
0.20 + 18 × 0.175CC	12.5	Z	0.900	1 250	3.710	6 000
0.22 + 18 × 0.20CC	12.5	Z	1.020	1 620	4.840	4 700
0.25 + 18 × 0.22CC	16	Z	1.130	1 960	5.850	4 000
3 + 9 + 15 × 0.175	5/10/16	SSZ	1.070	1 720	5.200	4 000
3 + 9 + 15 × 0.175 + 0.15	5/10/16/3.5	SSZS	1.340	1 720	5.420	3 100
3 + 9 + 15 × 0.22	6.3/12.5/ 18/3.5	SSZ	1.350	2 700	8.240	2 700
3 + 9 + 15 × 0.22 + 0.15	6.3/12.5/ 18/3.5	SSZS	1.620	2 700	8.500	2 000

表 19 - 24

钢帘线结构	捻距 (± 5%) / mm	捻向	粗度 (± 5%) / mm	破断力/N 最小	线密度 (± 5%) / (g/m)	定 长 (BS40/ BS60) /m
2 × 0.30HT	14	S	0.600	405	1.120	16 300
2 + 1 × 0.28HT	∞ /16	- S	0.700	535	1.470	13 000
2 + 1 × 0.30HT	∞ /16	- S	0.750	605	1.680	10 000
2 + 2 × 0.25HT	∞ /16	- S	0.650	590	1.550	12 500

续表

钢帘线结构	捻距 (± 5%) / mm	捻向	粗度 (± 5%) / mm	破断力/N 最小	线密度 (± 5%) / (g/m)	定 长 (BS40/ BS60) /m
2 + 2 × 0.28HT	∞ /16	－ S	0.730	710	1.940	10 000
2 + 2 × 0.30HT	∞ /16	－ S	0.780	800	2.230	8 100
2 + 2 × 0.32HT	∞ /16	－ S	0.830	900	2.570	7 000
2 + 2 × 0.35HT	∞ /16	－ S	0.940	1 050	3.030	6 000
3 + 2 × 0.30HT	∞ /16	－ S	0.900	1 000	2.790	6 000
3 + 2 × 0.35HT	∞ /18	－ S	1.070	1 310	3.820	4 800
3 × 0.20 + 6 × 0.35HT	∞ /18	SZ	1.130	1 820	5.340	3 500
2 + 7 × 0.20HT	5.6/11.2	SS	0.760	870	2.260	8 200
2 + 7 × 0.20 + 0.15HT	5.6/11.2/3.5	SSZ	1.030	870	2.440	5 900
2 + 7 × 0.22HT	6.3/12.5	SS	0.830	1 060	2.740	7 200
2 + 7 × 0.22 + 0.15HT	6.3/12.5/5	SSZ	1.080	1 060	2.900	5 200
2 + 7 × 0.28HT	8/16	SS	1.060	1 560	4.450	4 300
2 + 7 × 0.28 + 0.15HT	8/16/3.5	SSZ	1.330	1 560	4.640	3 200
2 + 7 × 0.35HT	9/18	SS	1.330	2 300	6.940	2 800
12 × 0.22HT	12.5	S	0.910	1 410	3.640	5 800
12 × 0.22 + 0.15CC HT	12.5/5	SZ	1.180	1 410	3.810	4 000
3 × 0.20/9 × 0.175CC HT	10	S	0.750	960	2.490	8 000
3 × 0.20/9 × 0.175 + 0.15CC HT	10/5	SZ	1.020	960	2.650	6 000
3 × 0.22/9 × 0.20CC HT	12.5	S	0.880	1 220	3.170	7 000
3 × 0.22/9 × 0.20 + 0.15CC HT	12.5/5	SZ	1.110	1 220	3.330	5 000
3 × 0.27/9 × 0.25 + 0.15CC HT	14/5	SZ	1.290	1 800	5.080	3 600
3 × 0.32/9 × 0.30 + 0.15CC HT	18/5	SZ	1.490	2 410	7.190	2 600
3 × 0.35/9 × 0.32 + 0.15CC HT	18/5	SZ	1.660	2 730	8.300	2 000
3 + 9 × 0.175 + 0.15HT	5/10/3.5	SSZ	1.000	890	2.940	6 000
3 + 9 × 0.22 + 0.15HT	6.3/12.5/3.5	SSZ	1.170	1 410	3.850	4 000

续表

钢帘线结构	捻距 (± 5%) / mm	捻向	粗度 (± 5%) / mm	破断力/N 最小	线密度 (± 5%) / (g/m)	定 长 (BS40/ BS60) /m
3 + 9 × 0.25HT	7/14.5	SS	1.020	1 750	4.710	4 600
3 + 9 × 0.25 + 0.15HT	7/14.5/5	SSZ	1.310	1 750	4.890	3 500
3 + 8 × 0.33HT	10/18	SS	1.38	2 530	7.55	2 600
0.20 + 18 × 0.175CC HT	10	Z	0.900	1 440	3.730	6 000
0.22 + 18 × 0.20CC HT	12.5	Z	1.020	1 860	4.840	4 700

表 19 – 25

钢帘线结构	捻距 (± 5%) / mm	捻向	粗度 (± 5%) / mm	破断力/N 最小	破断伸长 率/%	线密度 (± 5%) / (g/m)	定 长 (BS40/ BS60) /m
3 × 4 × 0.22HE	3.15/6.3	SS	1.180	940	5.5 + / – 1.5	3.950	4 100
4 × 4 × 0.22HE	3.5/5	SS	1.320	1 260	5.5 + / – 1.5	5.400	3 100
3 × 6 × 0.22HE	3.5/6.3	SS	1.500	1 410	6.5 + / – 1.5	6.050	2 450
3 × 7 × 0.20HE	3.9/6.3	SS	1.390	1 360	6.5 + / – 1.5	5.580	2 800
3 × 7 × 0.22HE	4.5/8	SS	1.520	1 650	6.5 + / – 1.5	6.950	2 400
3 × 2 × 0.35	3.9/10	SS	1.420	1 030	5 + / – 1.5	4.890	2 700
4 × 2 × 0.35	3.9/10	SS	1.590	1 370	5 + / – 1.5	6.500	2 100

5.2 长度及其允许偏差

钢帘线应按表 19 – 23 ~ 19 – 25 规定的长度供货，长度允许偏差应符合表 19 – 21 的规定。

表 19 – 21

单位为米

长 度 范 围	允 许 偏 差
≤2 000	± 1%
> 2 000 ~ 4 000	± 0.75%
> 4 000	± 0.5%

5.3 重量

钢帘线的近似重量用线密度 (g/m) 表示，其允许偏差应符合表 19 – 23 ~ 表 19 – 25

的规定。

6 技术要求

6.1 材料

6.1.1 钢帘线采用 YB/T 170.2 中规定的或其他相应牌号的盘条制造。盘条的化学成分应符合表 19－22 的规定。

表 19－22

钢帘线强度级别	化学成分（质量分数）/%				
	C	Si	Mn	P	S
NT	0.70～0.75	0.15～0.3	0.40～0.60	≤0.020	≤0.020
HT	0.80～0.85	0.15～0.30	0.40～0.60	≤0.020	≤0.020

6.1.2 盘条的非金属夹杂物按 GB/T 10561 评级，A 类，C 类≤1 级，B 类，D 类≤0.5 级。

6.2 外观

6.2.1 钢帘线的单丝外表应为色泽均匀的黄铜镀层，且无伤痕、油污、锈蚀和其他杂质。

6.2.2 允许对钢帘线整绳焊接。但每一线轴上钢帘线的焊点数不能超过 3 个；焊点间距不小于 200m，焊点处破断力应不小于钢帘线最小破断力的 40%，焊点处的粗度应不大于钢帘线公称粗度的 120%，焊点长度小于 2mm。

6.3 力学性能

6.3.1 钢帘线的破断力应符合表 19－23～表 19－25 的规定。

6.3.2 钢帘线的破断伸长率应符合表 19－25 的规定。

6.3.3 钢帘线在规定力之间的伸长率可根据需方要求，经供需双方协商确定，并在订货合同中注明。

6.4 工艺性能

6.4.1 钢帘线捻制均匀，不得出现背丝、冒芯、跳芯、起泡、弹簧圈、波浪等缺陷。

6.4.2 平直度：6m 长钢帘线残余置于距离为 75mm 的两根平行线的平面上，钢帘线应不与任一平行线相碰。

6.4.3 残余扭转：

6.4.3.1 高伸长钢帘线扭转为：±0～5 转/6m；每批钢帘线残余扭转代数和平均值的绝对值不大于 1 转/6m。

6.4.3.2 其他结构钢帘线残余扭转为：±0～3 转/6m；每批钢帘线残余扭转代数和平均值的绝对值不大于 0.5 转/6m。

- 6.4.4 松散度：钢帘线垂直切断后端部松散长度应小于一倍捻距。
- 6.4.5 弹性：根据需方要求，经供需双方协商确定，并在订货合同中注明。
- 6.4.6 刚度：根据需方要求，经供需双方协商确定，并在订货合同中注明。
- 6.5 黄铜镀层
- 6.5.1 单丝表面应镀有连续、均匀的黄铜层，不应有漏镀或明显的色差存在。
- 6.5.2 钢帘线可按下列镀层交货：普通镀层、低铜镀层。镀层的质量、组分应符合表 19－26 的规定。

表 19－26

镀层类型	单丝直径 d / mm	组分 Cu 的质量分数/%	镀层厚度 T / μm	每千克钢丝的镀层重量 W / (g/kg)
普通镀层	< 0.20	67.5 ± 2.5	0.20 ± 0.06	$W = \frac{T}{0.235d}$
	0.20 ~ 0.30	67.5 ± 2.5	0.24 ± 0.06	
	> 0.30	67.5 ± 2.5	0.30 ± 0.06	
低铜镀层	< 0.20	63.5 ± 2.5	0.20 ± 0.06	
	0.20 ~ 0.30	63.5 ± 2.5	0.24 ± 0.06	
	> 0.30	63.5 ± 2.5	0.30 ± 0.06	

- 6.5.3 用户要求的镀层应在合同中注明。
- 6.6 钢帘线与橡胶粘合力
- 根据需方要求并提供胶料，经供、需双方协议（并在合同中注明），可进行粘合力试验。
- 7 试验方法
- 7.1 钢帘线的外观质量采用目测检验。
- 7.2 钢帘线黄铜镀层重量及化学成分试验方法按 YB/T 135 执行，其他按附录 A 的规定执行。
- 7.3 取样方法
- 7.3.1 交货的包装箱不多于 5 个时，所有的包装箱都要取样。
- 7.3.2 交货的包装箱为 6 个或 6 个以上，任选 5 个包装箱取样。
- 7.4 每个包装箱中取样的线轴数及每个线轴上取样的数目见表 19－27 规定

表 19－27

序号	试验项目	每个包装箱中 取样的线轴数	每个线轴上的取样数目	试验方法
1	粗度	2	1	A.1

续表

序号	试验项目	每个包装箱中取样的线轴数	每个线轴上的取样数目	试验方法
2	捻向捻距	2	1	A.2
3	破断力、破断伸长率	2	1	A.3
4	在规定力之间的伸长率	供需双方商定	1	A.4
5	线密度	2	1	A.5
6	松散度	2	1	A.6
7	残余扭转	10	1	A.7
8	平直度	10	1	A.8
9	弹性	供需双方商定	1	A.9
10	刚度	供需双方商定	1	A.10
11	镀层重量及组分	2	1	YB/T 135

8 检验规则

8.1 检验

钢帘线的检验由供方技术监督部门进行。

8.2 组批规则

钢帘线应按批验收，每批应由同一结构、规格、公称强度、镀层的钢帘线组成。

8.3 复验与判定规则

试验结果如有一个试样一个项目不合格时，则应重新取两倍数量的试样对该不合格项目进行复验，重新测试。复验的两个试样合格，则可认为该批产品为合格，若其中一个试样仍不合格，则该批产品为不合格，但允许钢帘线生产厂逐盘检验，重新组批交货。

9 包装、标志、贮存和质量证明书

9.1 包装

钢帘线应均匀、平整地缠绕在线轴上（线轴的规格由供需双方商定），放在有塑料袋的包装箱内。塑料袋内放防潮剂（防潮剂不能直接与钢帘线接触），并将塑料袋封口。包装箱应有良好的防渗、防水性能。

注：用户对包装有特殊要求时，应在合同中注明。

9.2 标志

在每个线轴上标明生产日期（年、月、日）、钢帘线结构表示式、残余扭转、长度和工号，在包装箱上应标明制造厂、生产日期（年、月、日）、钢帘线结构表示式、长度、净重和毛重，并有明显的防潮、防撞击标志。

9.3 质量保证期

从生产日算起, 在没有打开包装箱的情况下, 钢帘线的质量保证期为半年。

9.4 质量证明书

交货钢帘线的质量证明书应符合 GB/T 2104 的规定。

附 录 A (规范性附录) 试 验 方 法

A.1 粗度的测定

A.1.1 普通钢帘线粗度的测定

使用精度为 0.001mm 带有微调的千分尺。千分尺的测量头应是平整、相互平行的, 测量面的直径应大于钢帘线的一个捻距。

熔取一段试样, 长度为 $150\text{mm} \pm 10\text{mm}$ 。试样必须平直, 用于测量部分不能弯曲或扭折、解捻。

先检验千分尺测量面合拢时示值是否为 0.000mm , 然后将试样置于千分尺的测量面中间。在反复测量中, 沿轴向旋转试样, 以探测直径的最大值和最小值。

以直径的最大值和最小值的算术平均值来确定钢帘线的粗度, 结果精确到 0.001mm 。

A.1.2 开放型钢帘线粗度的测定

A.1.2.1 原理

将钢帘线试样陆续放在光学显微镜下, 钢帘线的轮廓投影在屏幕上, 通过测量轮廓的最大和最小宽度确定帘线的粗度, 钢帘线粗度是观测值的平均值。

A.1.2.2 器具

轮廓投影仪: 放大能力为 10 倍, 测微器载物台分辨能力为 $0.001\mu\text{m}$ 。

试样保持器: 一个装有两块磁铁的框架, 磁铁是为了使试样定位。

熔焊装置。

A.1.2.3 试验程序

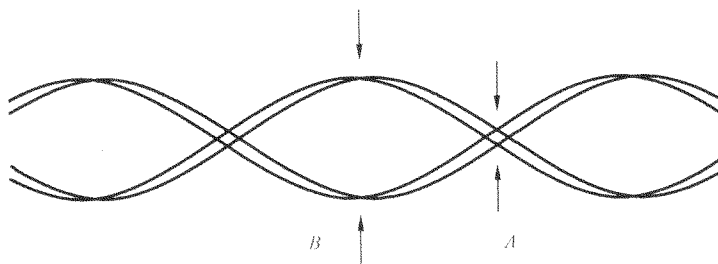
将试样保持器放在测微器载物台上, 使通过两块磁铁中心的假想线与轮廓投影仪屏幕的水平线 (X 轴) 平行, 并使试样保持器固定。

从尽可能平直的样品上熔断一段长为 $150\text{mm} \pm 10\text{mm}$ 的试样 (弃掉线轴端头 1m 帘线)。

仔细地将试样放在试样保持器上。试样不要有任何变形, 并通过两块磁铁的中心。从此时起不要触动试样。

移动测微器载物台，以使试样中间部分的轮廓投影到屏幕上。

测量投影轮廓的最大和最小宽度如下（图 A.1）



B ——最大宽度；

A ——最小宽度。

图 A.1

- (1) 考察投影的最大宽度（最开放部分）。
- (2) 将屏幕水平线与轮廓波浪的最大凸点相接触。
- (3) 将测微器重新调至零。
- (4) 移动水平线并且在对面找出波浪的最大凸点。
- (5) 读取并记录测微器的位移，精确到 0.001mm。观察投影轮廓的最小宽度（最紧密部分），并重复（2）～（5）的操作。
- (6) 从同一样品中进一步取 2 个试样，重复以上试验程序。

A.1.2.4 计算

所有的观测值（6 个）的算术平均值（精确到 0.001mm），给出一个样品的钢帘线粗度。

A.2 捻向和捻距的测定

对钢帘线、股或外缠丝的捻向均采用直接观察法，记录下“S”捻或“Z”捻。

捻距的测定可用痕迹法和解捻法。

A.2.1 痕迹法

将白纸放在钢帘线上，对钢帘线施加约 10N 的张力，用铅笔在纸上涂出捻迹（起伏的压痕），以 mm 为单位测定 10 倍捻距的长度，将该数值除以 10 作为捻距，精确到 0.1mm 加以记录。为了使捻迹更为清晰，也可在钢帘线上放一张复写纸，再加一张白纸，用一光滑硬杆在纸上涂出捻迹。

A.2.2 解捻法

解捻法是将钢帘线或股的试样，进行解捻，直到被测定的股或丝全部解开。解捻机左端有一个可平移的夹持器，右端有一个可回转的夹持器。从线轴上直接取下相应长度的试样，置于两夹持器中，先将右端夹紧使之不能有任何滑动，使钢帘线平直并施加张

力（一般不超过 20N，可借助砵来调节），将两个夹口之间的距离调节到规定长度，一般为 $500\text{mm} \pm 1\text{mm}$ ，然后将左端夹紧。钢帘线上有外缠丝时，应将外缠丝剪断并去掉。将计数器调至零位，通过转动可旋转的右夹持器进行解捻，直至试样外层的股（或丝）完全解捻为止。解捻时用针或刮刀把这些股或单丝分开（从右夹头处开始移向左夹头），避免它们相互缠绕并确认捻已解开，记录转数（ n_1 ）。

将右夹持器逆向旋转，转数与 n_1 相同，转向相反，使留下待测的里层股（或芯股）恢复到初始捻距，此时尽管长度有变化也忽略不计。然后重复钢帘线解捻时操作，直至里层股完全解捻，记录转数（ n_2 ）。则：

$$\text{外层股捻距} = 500/n_1 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

$$\text{里层股捻距} = 500/n_2 \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

按 0.1mm 修约后的数值作为捻距记录。

此法不能用来测定外缠丝的捻距，外缠丝的捻距只能用痕迹法测定。

A.3 破断力和破断伸长率的测定

A.3.1 原理

在一定预张力下，将钢帘线样品夹持在拉力试验机上，以恒定的速度进行拉伸直至断裂。

从拉伸曲线或系统数据中可以读出断裂时破断力和破断伸长率，破断伸长率以百分数表示，它是破断时的伸长除以试样长度乘以 100。

A.3.2 器具（见图 A.2）

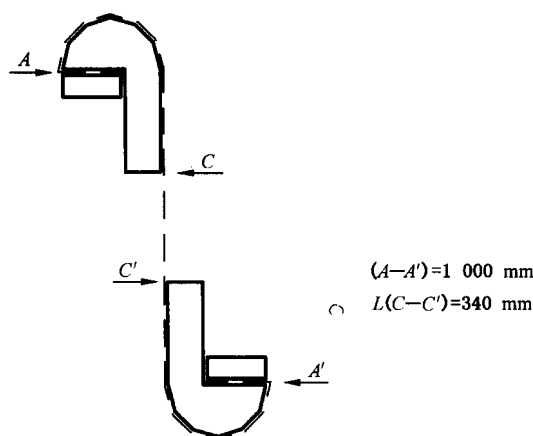


图 A.2

拉力试验机

拉伸所用的拉力试验机应该是具有恒定拉伸速度的测力计，装备有：

a) 一套电子测力装置；

b) 一个记录应力 - 应变曲线的自动记录仪或一套数据收集系统。

操作所用设备应使可移动夹具有恒定的速度,同时包括可以在不同恒定速度下进行操作的装置。

气动夹具:夹具采用渐开线形式,试验时,在夹头内的钢帘线试样不应产生滑动。

A.3.3 试样的准备

截取一段长度不少于 1 100mm 的钢帘线试样,并将两端熔断焊住。

如果有外缠丝,将外缠丝退掉。

A.3.4 试验程序

原始标距:1 000mm

预张力:将试样在上下夹具中夹紧之后,将拉力机调零,再施加 5N 的预张力。

拉伸速度:100mm/min

起动力试验机,直至试样断裂,记下最大力。

当试样在钳口内或距离夹紧点 C 或 C' 10mm 之内断裂,结果无效,并重新进行试验。

A.3.5 计算

破断力在 1 000N 以内的,精确到 1N。破断力大于 1 000N 的,精确到 5N。

破断伸长率应精确到 0.01%。

A.4 在规定力之间伸长率 (EDF) 的测定

A.4.1 原理

将试样安置在拉伸试验机的夹具之间(通常用规定的预张力),然后进行拉伸直至作用于试样上的力达到给定值,所测力的变化是拉伸试验机夹具间距增量的函数,从而确定应力 - 应变拉伸曲线,两规定力之间的伸长量可以从曲线上直接读出,或由电子装置确定,或使用在线计算机测定,在规定力 (EDF) 之间的伸长率可用百分数表示,即两点间的伸长除以试样标距乘以 100。

A.4.2 器具

拉力试验机:建议使用具有恒定拉伸速率,低拉伸速度 (5mm/min) 且装备有力 - 伸长曲线自动记录仪,有数字显示或自动数据记录仪的拉力试验机。

夹具:任何能防止滑动并不能引起试样断裂的平口夹具。

A.4.3 试样的装备

熔取长度不少于 1 500mm 的样品,取样时不要使钢帘线受到任何张力、旋转或剧弯。

如果所试钢帘线包括外缠丝,则不要去掉外缠丝。

A.4.4 试验程序

原始标距:500mm

夹持钢帘线时手施加张力：小于 1N

规定力 F_1 、 F_2 ：供需双方商定

拉伸速度：5mm/min

试验时，样品产生滑动，试验无效，用新的试样重新试验。

A.4.5 计算

每组样品 5 个试样，计算 EDF 平均值，用百分数表示，精确到 0.01%，

A.5 线密度的测定

A.5.1 量具

使用最小值为 1mm 的刻度尺和最小值为 1mg 的天平。

A.5.2 测定方法

直接从线轴上拉出足够长度的钢帘线，在 10N 张力下截取长度为 1 000mm 的一段，精确到 1mm。对这段样品进行称重，精确到 0.001g。

A.5.3 记录

质量以 g 为单位，长度以 m 为单位，将质量除以长度表示线密度 (g/m)，数值修约至小数点以后 3 位进行记录。

A.6 松散度的测定

A.6.1 剪切口

能获取整齐的直角切口的剪切口。

A.6.2 测定方法

直接从线轴上取样。握紧靠近剪切区的钢帘线，垂直于钢帘线轴线剪断（不少于 100mm），注意不要打乱切口末端，测量最大散开长度，当松散长度大于股或钢帘线的捻距时，应从同一线轴上另取两个试样进行复试，如果三个试样松散长度均大于股或钢帘线的捻距，则认为该钢帘线松散，否则为不松散。

松散度精确到 1mm。

A.7 残余扭转的测定

A.7.1 用具

使用一个光滑、平整的矩形板，至少 6m 长，0.4m 宽，在板的全长上画两条平行线，平行线的距离按供需双方协商确定（多以 75mm 为标准）。板的一端有一个安放线轴的装置，能使线轴在水平轴上自由旋转。

A.7.2 测定方法

残余扭转：从悬挂的线轴上沿切线方向拉出钢帘线至少 3，紧握住以防回转，剪下并弃之。把线轴上的钢帘线在末端大约 50mm 处弯成一个直角，紧握住弯头不使钢帘线回转，轻轻拉出 6m 长。然后将钢帘线的自由端放开，在没有张力，摩擦力的情况下允

许它回转，测定其转数。

A.7.3 记录

残余扭转：记录钢帘线末端的旋转数，要精确到 $\pm 1/2$ 转。钢帘线末端旋转的方向与钢帘线的捻向（不考虑外缠丝捻向）相同用“+”表示，反之用“-”表示。

A.8 平直度的测定

A.8.1 平行线法测平直度

用测定残余扭转的同一样品（6m 长），不必从线轴上剪断，将试样放在矩形板的两条平行直线的中央，钢帘线不与任一直线相碰，便认为是平直的。钢帘线的自由端与一条直线相交在 500mm 以内时，可以忽略不计。

A.8.2 弧高法测平直度

从线轴上放出端部钢帘线 2m，剪掉并弃之，然后仔细的剪取长度为 $400\text{mm} \pm 10\text{mm}$ 的样品，避免产生任何改变产品平直特征的情况。

将 400mm 的样品，置于一个呈 15° 倾角的斜面上（斜面上使用滑石粉），用手轻轻敲击使样品下滑，读出刻度上弧的高度值。

弧高以 mm 表示。

A.9 弹性的测定

从线轴上无张力地小心放出钢帘线样品，熔断并截取至少 1m 长的钢帘线。打圈时，直径至少 200mm。在画有 $\phi 200\text{mm}$ 的圆和刻度尺的仪器上，将试样圈成 $\phi 200\text{mm}$ 的圆与仪器上的圆重合，在其顶端用手指以约 20mm/s 速度均匀下压，压至底部保持压缩状态 10s，然后以约 20mm/s 的速度将其均匀松开，在仪器上读出恢复后圆圈直径的变化。

弹性以 % 表示，精确到一位数字。

钢帘线的弹性也可以使用刚度仪测定。

A.10 Taber 刚度的测定

A.10.1 器具

Taber V5 刚度仪

A.10.2 试样的准备

从要测试的线轴上截取 2m 的钢帘线，从 2m 帘线中截取 90mm 试样 5 根，并用熔焊机熔焊端头。对于带外绕丝的钢帘线，如果外绕丝没有焊住，则必须重新制备试样。

A.10.3 试验程序

调整刚度仪，使摆的中心线、传动盘与刻度盘的零线三者对准重合。

将试样装在摆上，根据试样的刚度范围选择砝码，加在砝码座上。调节夹头及夹辊螺丝使摆处于平衡位置。

轻压运行开关使摆先向左偏转。当摆的中心线与传动盘上右面 15°标志线重合时松开运行开关，记录下该重合线对应于刻度盘上的读数，设它为 m_L 。然后使传动盘反转，当摆的中心线刚与传动盘的零线重合时，记下对应于刻度盘上的读数，设它为 m_{L_0} 。继续转动传动盘，至摆的中心线与传动盘右面 15°标志线重合时，记下对应于传动盘上的读数，设它为 m_R 。最后，再反转传动盘，至摆的中心线再次与传罢盘零线重合，记下对应于度盘上的读数，设它为 m_{R_0} 。

通过对同段钢帘线上 5 个试样的依次测量，计算出刚度与弹性的平均值。

A.10.4 计算

Taber 刚度 = $\frac{\sum_{i=1}^5 m_{L_i} + \sum_{i=1}^5 m_{R_i}}{5 + 5}$ (A.3)

Taber 刚度以 T.S.U 为单位 (1T.S.U = 97.974mN/mm), 精确到 0.1T.S.U。

左面弹性 = $\frac{m_L - m_{L_0}}{m_L} \times 100\%$ (A.4)

右面弹性 = $\frac{m_R - m_{R_0}}{m_R} \times 100\%$ (A.5)

左、右平均弹性 = $\frac{\text{左面弹性} + \text{右面弹性}}{2}$ (A.6)

弹性以 % 表示，精确到一位数字。

附 录 B

(规范性附录)

缠绕钢帘线用线轴

缠绕钢帘线用线轴示意图见图 B.1：

缠绕钢帘线用线轴尺寸见表 B.1：

表 B.1 单位为毫米

代 号	线 轴 类 型			
	B40	B60	B80/17	B80/33
A	152	152	315	315
B	166	166	329	329
C	118	118	118	118
D	255	255	255	255
E	110	110	110	110

续表

代 号	线 轴 类 型			
	B40	B60	B80/17	B80/33
F	11	3	11	3
G	17	33	17	33
H	86	86	86	86
I	62	62	62	62
J	13	13	13	13
K	10	10	10	10

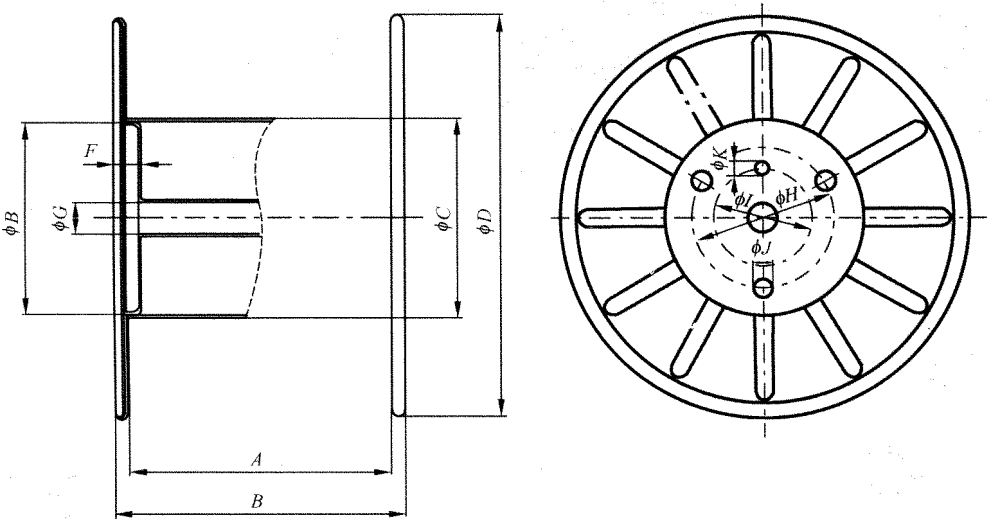


图 B.1

附 录 C
(规范性附录)
建议采用结构图

说明：如用图形表示钢帘线结构可参照本附录中的图形。

- C.1 由 2~5 根单丝组成的钢帘线，每根单丝为实心圆（见图 C.1）
- C.2 由 5 根以上单丝制成的钢帘线：
 - C .2.1 如果用于钢帘线中的股，每种类型的芯为一个实心图形（见图 C.2）
 - C.2.2 如果作为钢帘线，当一层中单丝多于 6 根时，用一个圆来表示，在圆周上标明单丝数量。如果是具有相同捻距和捻向的钢帘线，用一个实心圆表示，在圆的中心，标

1×2	1×3	1×4	1×5
			

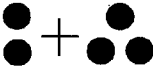
2+1	2+2	2+3	2×2	1+4
				

图 C.1

一根单丝	1×2	1×3	1×4	1×7
				

图 C.2

明单丝数（见图 C.3 ~ 图 C.4）

具有 F 根单丝的层	
F 根单丝组成的有相同捻向和捻距的钢帘线	
螺旋外绕	
两层、三层钢帘线（具有相同的捻距和捻向单丝直径不同）	

图 C.3

C.3 图形中根据单丝的直径不同一般采用下列颜色，但可以不受限制：

- 绿 0 ~ 0.016 mm
- 黑 0.165 mm ~ 0.185 mm
- 粉红 0.195 mm ~ 0.210 mm

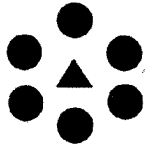
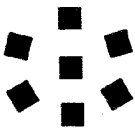
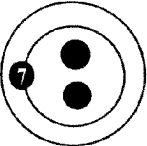
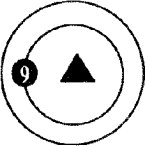
 3×0.20+6×0.35	 7×4×0.175	 7×3×0.175+0.15	 1×27×0.175+0.15
 2+7×0.22+0.15	 3+9×0.22+0.15	 3×0.26/9×0.24+0.15	 3+9+15×0.22+0.15

图 C.4

- 蓝 0.215 mm ~ 0.235 mm
- 黄 0.240 mm ~ 0.260 mm
- 褐 0.265 mm ~ 0.285 mm
- 红 0.290 mm ~ 0.310 mm
- 灰 0.315 mm ~ 0.335 mm
- 桔红 0.340 mm ~ 0.360 mm
- 紫 0.365 mm ~ 0.400 mm

如果钢帘线具有相同捻距和相同捻向，而单丝直径不同，则用数目最多的单丝颜色表示。

附 录 D
(资料性附录)

镀层重量、镀层厚度与单丝直径间的关系

黄铜镀层的重量通常用每千克钢帘线所镀黄铜层的重量表示 (g/kg) 或用厚度 (μm) 表示。可按式 (D.1) 进行换算。

$$T = W \cdot d \times 0.235 \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：T——黄铜镀层厚度，单位为微米 (μm) ；

W——每千克单丝黄铜镀层重量 ；

d——单丝直径，单位为毫米 (mm) 。

镀层重量、镀层厚度与单丝直径间的关系遵循图 D.1 规律。

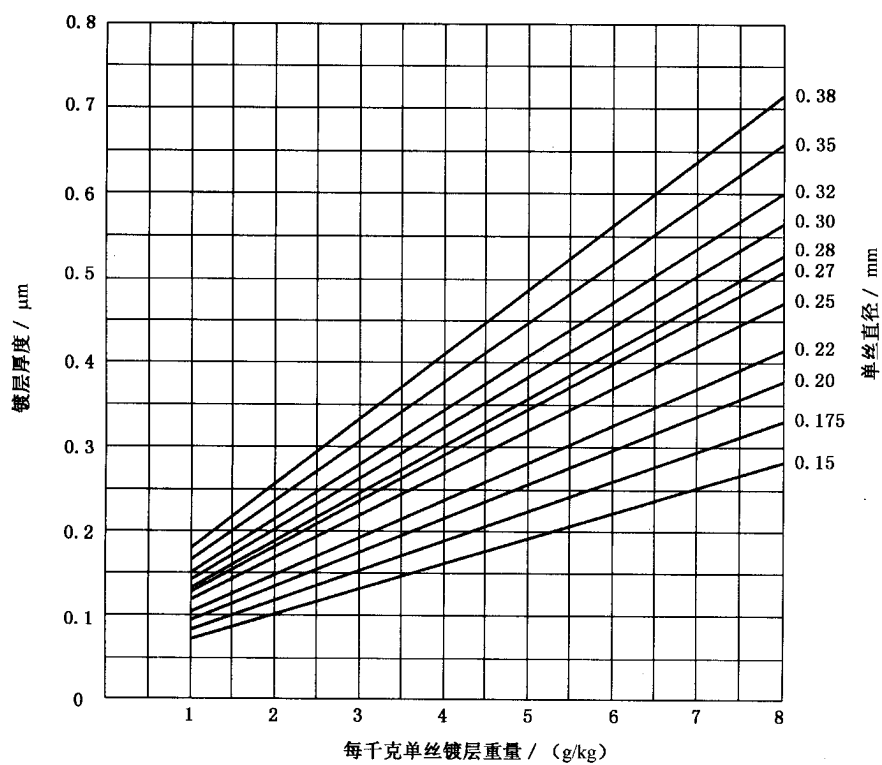


图 D.1

第二十章 建筑橡胶制品技术及相关标准

第一节 建筑橡胶制品技术

一、防水片材

防水是建筑物的主要使用功能之一。建筑防水工程效果的好坏，对于创造人们工作和生活所必须的良好舒适环境起着重要作用。近百年来，防水片材通常是采用传统的沥青卷材叠层施工，并在其表面覆以砂砾或矿渣，用以保护面层免受天候老化。实践证明，利用纯沥青所制造的防水材料，对温度的适应性很差，拉伸强度及延伸率较低，在高温下易起鼓流涡、老化龟裂，而在低温下则会发脆裂缝，从而失去防水能力，造成建筑物的渗漏。

随着新式建筑物结构设计的进展以及建筑物的美化，防水材料已由传统的沥青、油毡向高分子弹性材料或高分子改性沥青方面发展，并广泛应用于建筑业。高分子弹性片材及高聚物改性沥青材料重量轻，较柔软，在外力作用下延伸能力较大，耐候性优良，耐臭氧老化，防水能力强，适应温度范围宽，外露防水层可以彩色化，可实现冷施工作业，改善操作环境，消除环境污染，并能缩短工期。

近几年来，我国的高分子防水片材也有较大进展，其品种和数量都在不断增加，并逐步形成了造价和使用年限相对应的高、中、低不同档次的防水片材，以满足多种不同防水工程的需要。其主要性能见表 20-1。

表 20-1 国内部分高分子防水片材的性能

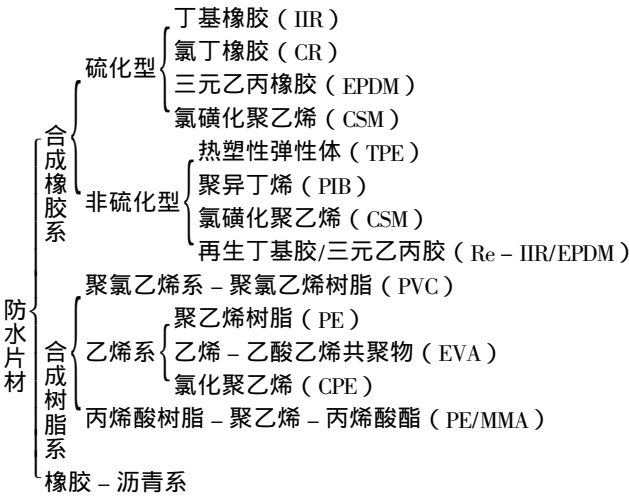
产品名称	300%定伸应力 /MPa >	拉伸强度 /MPa >	扯断伸长率/% >	直角撕裂强度/ (N/m) >	低温脆性 温度/℃ (以下)	动水压 (1kgf/ 30min)	抗臭氧性能(裂纹) 等级
三元乙丙橡胶	3.0	7.5	300	2.45×10^4			无裂纹
三元乙丙橡胶/丁基橡胶	3.0	7.5	450	2.45×10^4			无裂纹

续表

产品名称	300%定伸应力 /MPa >	拉伸强度 /MPa >	扯断伸长率/% >	直角撕裂强度/ (N/m) >	低温脆性温度/℃ (以下)	动水压 (1kgf/30min)	抗臭氧性能(裂纹)等级
氯磺化聚乙烯							无裂纹
再生胶		3.5	250	1.47×10^4	- 30	合格	
氯化聚乙烯			100 ~ 300	$3.92 \times 10^4 \sim 5.88 \times 10^4$			
氯化聚乙烯/橡胶		7.5	450	2.45×10^4	- 40	合格(3kgf/10min)	无裂纹
硫化型橡胶油毡		5.0	150	1.47×10^4	- 40	合格	无龟裂

(一) 高分子建筑防水片材的分类

防水片材的具体分类目前尚无统一规定，参照国外的标准大致可分为合成橡胶系列、合成树脂系列及橡胶改性沥青系列等。具体种类如下：



(二) 防水片材的典型配方示例

(1) 硫化罐硫化乙丙橡胶防水片材配方/质量份

三元乙丙橡胶	100	硬脂酸	1
高耐磨炉黑	70	促进剂 BZ	0.8
活性碳酸钙	50	促进剂 TT	0.4
轻质碳酸钙	50	促进剂 CZ	2
高芳烃油软化剂	45	硫黄粉	1
磷酸三苯酯	10	合计	335.2
氧化锌	5		

(2) 连续硫化乙丙橡胶防水片材配方/质量份

三元乙丙橡胶	100	二甲基双（4－苯胺	3
高耐磨炉黑	60	基氧基）硅烷	
陶土	70	促进剂 TT	0.75
操作油	40	促进剂 TETD	0.75
氧化锌	5	促进剂 DM	2
硬脂酸	1	硫黄	0.75
磷酸三苯酯	5	合计	288.25

(3) 丁基橡胶防水片材配方/质量份

① 第一种

丁基橡胶	100	硬脂酸	1
高耐磨炉黑	40	防老剂 NBC	1
半补强炉黑	30	促进剂 TT	1
碳酸钙	5	促进剂 EZ	1
软化剂	6	促进剂 M	1
石蜡	3	硫黄	1.5
氧化锌	5	合计	195.5

② 第二种

丁基橡胶	100	氧化锌	5
高耐磨炉黑	48	促进剂 MBT	0.5
半补强炉黑	24	促进剂 TE	1
软质陶土	10	促进剂 TT	0.5
石蜡	8	硫黄	1.5
硬脂酸	1	合计	199.5

上列第二种硫化胶的拉伸强度为 13.2MPa，300% 定伸应力为 7.5MPa，粘着强度 0.792kN/m，撕裂强度为 34kN/m，邵尔 A 硬度 61，扯断伸长率 580%。

(4) 丁基橡胶/乙丙橡胶防水片材配方/质量份

① 第一种

丁基橡胶	70	硬脂酸	2
三元乙丙橡胶	30	氧化锌	5
高耐磨炉黑	35	硫黄	1.5
半补强炉黑	35	促进剂 TE	0.5
碳酸钙	20	促进剂 M	0.5
软化剂	20	促进剂 PZ	1.5
石蜡	3	合计	224

② 第二种

丁基橡胶	80	氧化锌	5
三元乙丙橡胶	20	促进剂 M	0.5
高耐磨炉黑	35	促进剂 TE	0.5
半补强炉黑	35	促进剂 ZDMC	1.5
碳酸钙	20	石蜡油	20
石蜡	3	硫黄	1.5
硬脂酸	2	合计	224

上列第二种硫化胶的 100%定伸应力为 2.2MPa，300%定伸应力为 8.6MPa，拉伸强度为 14MPa，粘附强度为 1.272kN/m，撕裂强度为 29kN/m，扯断伸长率为 490%，邵尔 A 硬度为 60。

混炼条件：密炼机转速 70r/min，母炼胶容量 115%。

加料顺序：丁基橡胶与三元乙丙橡胶先与 1/2 炭黑、碳酸钙、防老剂 NBC 混炼 1.5min，再与石蜡、其余 1/2 炭黑、硬脂酸混炼 3min。共混炼 6～8min，排料温度 160℃。在开炼机上加硫黄和促进剂。

(5) 乙丙橡胶/丁基橡胶防水片材配方/质量份

三元乙丙橡胶	35	环烷油（高粘度）	25
三元乙丙橡胶	35	聚丁烯（分子量 1260）	5
丁基橡胶	30	脂肪烃增粘树脂	5
氧化锌	5	促进剂 BZ	1.5
硬脂酸	2	促进剂 TT	0.5
高耐磨炉黑	60	促进剂 CZ	1.5
白炭黑	20	硫黄	1.5
活性碳酸钙	20	合计	249.5

(6) 氯丁橡胶防水片材配方/质量份

① 第一种

氯丁橡胶（G 型）	100	硬脂酸	0.75
防老剂 CD（防老剂 D 与防老剂 H 的混合物）	2	操作油	15
可混槽黑	20	抗臭氧剂	3
中粒子热裂炭黑（N990）	70	铅丹	20
		合计	230.75

② 第二种

氯丁橡胶 (W 型)	100	硬质陶土	50
防老剂 CD (防老剂 D 与防老剂 H 的混合物)	2	抗臭氧剂	8
氧化镁	4	操作油	12
半补强炉黑	20	氧化锌	5
快压出炉黑	20	促进剂 NA-22	0.75
		合计	221.75

(7) 非硫化型丁基橡胶/聚乙酸乙烯酯防水片材配方/质量份

丁基橡胶	80	硬脂酸	2
聚乙酸乙烯酯	20	着色剂	1
碳酸钙	200	合计	303

(三) 防水片材的制造工艺

硫化型橡胶防水片材的制造工艺过程为：

生胶和配合剂→混炼→压延成型→硫化→检查→卷取。

非硫化型橡胶防水片材的制造过程与上述工艺基本相同，只是成型部分除压延机出片外，还可用挤出机出片，而且胶片在成型后不必经硫化工序，直接卷取即可。

二、胶 乳 水 泥

胶乳水泥与一般水泥相比的优点有：透水性小，强韧而富于弹性，防震，耐反复冲击，与混凝土、钢材、木材、砖等的粘合力优良，并具有一定的防化学腐蚀、耐磨、隔音、保温等性能。其缺点是强度较低。胶乳水泥的配制方法比较简单，适宜在潮湿基面上施工。

胶乳水泥的基本配方如下：

配方 1（地板用）

天然胶乳（干量）	100	水	100
稳定剂（15%的水溶液）	60	石棉	20
500 号水泥	640		

配方 2（防水用）

天然胶乳（干量）	100	促进剂 ZDC	1.0
高铝水泥	150~200	氧化锌	1.5
水	4~8	防老剂	1.5
乳化沥青（固体含量 50%）	100	水玻璃	4~8
硫黄	1.5	硅氟化钠	1.0

配方 3（隔音用）

天然胶乳（干量）	100	水	100
稳定剂（15%的水溶液）	60	软木粉	100
500 号水泥	200		

天然胶乳和高铝水泥均呈碱性，如将高铝水泥改用 500 号水泥，则要另外加入酪素溶液，以保持天然胶乳的稳定性。乳化沥青是用来改善胶乳水泥防水性能的，水玻璃是用以湿润水泥的，以减少水泥在加入天然胶乳时的胶凝现象。硅氟化钠则用来调节胶乳水泥的硬化时间，以防止分层。

加有乳化沥青的胶乳水泥制备方法，是先将乳化沥青与胶乳混合均匀，并加入分散体，再把水玻璃加入水中制成稀溶液，然后加入水泥中，使其均匀湿润，以避免因水泥加入胶乳时，由于吸水过快而凝固。然后将湿润了的水泥加入胶乳沥青的混合液中，随加入随搅拌直至均匀。

胶乳水泥的应用很广泛，如用于地下工程的防水、架桥防水、水利工程防水，也用于船舶甲板、飞机场跑道和港口码头的修补等。

三、胶 乳 沥 青

胶乳沥青能增加沥青的弹性，提高软化点、延伸度和针入度，从而提高了沥青的耐高低温性，即用胶乳沥青铺设的公路路面在炎热的夏季不会蠕变起涌包，在严寒的冬季路面也不会发生裂缝。用胶乳沥青涂刷屋顶同样起到这样的效果。从而减少了道路和屋顶的维修，延长了使用寿命。胶乳沥青还可用于填缝及作舰船甲板和汽车底盘的涂护层。

胶乳与沥青掺合时，需要考虑其亲和力和分散程度，胶乳中不可加配合剂。所用的胶乳可以是丁苯胶乳，天然胶乳和氯丁胶乳等。胶乳总固物含量应为 67% 左右。胶乳和沥青的混合比例是胶乳 5% ~ 6%，沥青为 95% ~ 94%。在沥青的炒拌过程中加入胶乳。沙子与胶乳沥青的搅拌温度 150 ~ 155℃，铺于路面的温度是 122℃。

四、橡 胶 涂 料

（1）天然胶乳涂料

配方

60%天然胶乳（干量）	100	颜料	40 ~ 70
酪素	5 ~ 8	亚麻仁油	3 ~ 5
水	22 ~ 100		

(2) 聚氯乙烯加胶乳

配方

50% 聚氯乙烯胶乳 (干量)	100	碳酸铅	2
氨水	2	着色剂	40
癸二酸二丁酯	60	甲基纤维素	8

(3) 含有 60% 苯乙烯的丁苯胶乳

配方

50% 丁苯胶乳 (干量)	100	10% 五氯酚钠溶液 (干量)	2.0
锌钡白	300	油酸羟基乙胺	3.0
钛白粉	50	松油	1.5
瓷土	150	磷酸三丁酯	5.0
4% 甲基纤维素溶液 (干量)	7.0	湿润剂	5.0

胶乳涂料比油漆有优越之处，即不用溶剂，毒性小，不易引起火灾，易于应用在潮湿的涂覆面上，均化性能良好，易于整修，干燥迅速，抗水洗性强，外观好、耐久，可与其它颜料混和。可涂于石料、混凝土、木板、金属表面，也可在室内涂于泥灰墙（如含 60% 苯乙烯的丁苯胶乳配方）或白粉。施工方法既可涂刷，也可喷涂和辊压。

(4) 聚氨酯沥青漆

① 沥青底浆研磨配方

沥青溶液 (60%)	31.5	锌黄	33.2
634 环氧二甲苯溶液 (80%)	4.5	云母粉	9.4
铁红	4.7	混合溶剂	16.7

首先把 80% 的 634 环氧树脂二甲苯溶液、铁红、锌黄和云母粉在研磨机上研磨到粒径为 80 μ m 以下，再用混合溶剂调成不挥发分为 75% 的颜料浆。然后将煤焦油沥青（软化点 45 ~ 55℃）400kg 投入釜内，在搅拌下加热至 130 ~ 150℃，使煤焦油沥青完全融化。把釜内温度降至 110 ~ 120℃，加入脱水的混合溶剂 266kg（环己酮：甲苯：二甲苯 = 40:35:25）搅拌均匀，最后把温度降至 50℃ 出釜，澄清或用离心机离心得沥青溶液。

② 配漆

名 称	面漆	底漆
聚氨酯的预聚物溶液 (聚醚型)	50	38
沥青溶液	50	—
沥青颜料浆	—	62

可用来喷涂或刷涂金属或混凝土。

(5) 弹性聚氨酯涂料

配方

聚酯－氨酯－二元醇（35%的乙酸乙酯溶液）	100g
TiO ₂ （金红石型）	17.5g
乙酸溶纤剂	17.5g
XDI 加成物（75%）	10.0g
丁醇醚化三聚氰胺树脂（50%溶液）	5.0g

漆料在 120℃烘干 10min 左右，漆膜性能优良。这种挥发型聚氨酯弹性涂料在纺织品上使用很广，它不需固化，漆料配合后不会变稠，没有使用期限问题，涂布产品质量好。可供制做优级防雨布、帐篷、袋、包、汽车座垫、充气船等。

（6）氯化橡胶漆

配方

氯化橡胶（20cP）	19.5	金红石型钛白粉	16.5
氯化石蜡（含氯量约 54%）	13	混合溶剂 ^①	51

①混合溶剂由 75 份重芳烃和 25 份 200 号汽油组成。

这种漆可按要求配成各颜色，多用于水泥建筑的面漆。

（7）丁苯橡胶漆

丁苯橡胶树脂的制备配方

丁二烯	26.3	改性剂	0.5
苯乙烯	8.7	催化剂	0.3
3%皂液	65	抗氧化剂	2

在 45～60℃下进行聚合反应，聚合液经盐水凝聚、过渡、水洗、烘干和粉碎，最后得丁苯橡胶树脂。用该树脂可配制成耐水、耐化学药品和耐磨的快干丁苯橡胶漆，主要有以下几种。

①封墙漆

丁苯橡胶树脂	75	固化氯化联苯	25
--------	----	--------	----

②水泥用磁漆

丁苯橡胶树脂	87	桐油	4.3
氯化石蜡	8.7		

③铝粉漆

丁苯橡胶树脂	50	固体氯化联苯	50
--------	----	--------	----

④金属底漆

1.7 倍油的纯酚醛桐油		丁苯橡胶树脂	30
漆料（二甲苯溶液	30		

⑤抗碱漆

丁苯橡胶树脂	74	氯化联苯	35
钛白粉	175	氯化石蜡（含 70% 氯）	35
氧化锌	50	重芳烃	225
硅藻土	75	200 号汽油	225
硅酸镁	200		

该漆多用于水泥、泥浆和石棉制品表面。

⑥绿色水泥地面磁漆

丁苯橡胶树脂	250	桐油	12.5
氧化铬绿	250	200 号汽油	225
氯化石蜡（含 40% 氯）	2.5	重芳烃	225

（8）丁苯胶乳漆

配方

40% 丁苯胶乳	625	聚丙烯酸盐类	3
非离子型分散剂（20%）	1.5	膨润土	1
氧化铁红	70	锰催干剂（水分散型）	6
瓷土	70	甲基纤维素（5%）	15
硫酸钡	145	水	105
非离子型润湿剂（50%）	6		

丁苯胶乳漆烘干后，漆膜具有突出的耐碱性，常作为容器罐的衬里。若用环氧树脂改性后的丁苯胶乳漆，可用来制做很好的地板漆。

（9）氯磺化聚乙烯橡胶漆

配方

漆料		固化剂	
金红石型钛白粉	40	结晶氧化铝	40
炭黑	1	巯基咪唑	1
氯磺化聚乙烯	100	二对甲苯胍	2
硫酸钡	100	氯化松香	5
二甲苯	200	二甲苯	35
200 号汽油	100	200 号汽油	15
重芳烃	50		
丁醇	20		

此漆分两罐装，用时两者调合均匀后即可使用。

（10）氯丁橡胶漆

配方

54－1 型氯丁橡胶	100	防老剂 D	2
热固性酚醛树脂	45	氧化镁	4
热塑性酚醛树脂	55	氧化锌	5
铝粉	100	二甲苯	580

(11) 聚硫橡胶漆

配方

A 组分		B 组分	
钛白粉	2	JLY－121 聚硫橡胶	50
白炭黑	4.5	钛酸二甲酯 DMP－10	5
618 环氧树脂	89.3	钛酸二甲酯 DMP－30	5
ERL－0810 环氧树脂	10.7	甘油	3.2
硅油	0.8	炭黑	0.6

两组分混在一起后，搅拌均匀即可使用。

(12) 液态丁基橡胶防腐漆

配方

A 组分		B 组分	
液态丁基橡胶	80	液态丁基橡胶	20
槽法硬质炭黑	50	二氧化铝	3
对酞二肟	4	氢化蓖麻油	0.1
氢化蓖麻油	0.4	冰醋酸	0.5
二甲基甲酰胺	0.5	混合溶剂 ^①	28
混合溶剂 ^①	313		

①混合溶剂中，甲苯:二甲苯 = 1:1。

A 组分与 B 组分之比为 8:1，两组分混合均匀后即可使用。漆膜耐化学药品侵蚀。

五、建筑隔震橡胶支座

建筑隔震橡胶支座是用于建造多层和高层楼房及其它建筑物基础隔震采用的橡胶制品。据称，地震灾害采用基础隔震技术后，一般可降低地震反应的 80% ~ 90%，因而，各国对基础隔震技术研究都非常重视，发展迅速。我国从 1990 年以后开始采用高阻尼叠层橡胶垫作隔震元件，并且已经在一些建筑物中应用，但目前尚无相关规范。

建筑隔震橡胶支座是建筑隔震系统（装置）中的隔震元件。最初是采用铅芯叠层橡胶层结构，至今，仍然选用橡胶与金属板间通过粘合技术做成叠层结构，其形状有圆柱型、方型等多种，规格尺寸各异，但都要依据建筑荷载和非线性振动理论为基础进行设

计和计算。

建筑隔震橡胶支座制造一般以通用橡胶为主,国外也有用硅橡胶制造的支座,在配方设计上需考虑下述因素:①吸能性和弹性要好;②与金属粘接性好;③耐锈蚀、耐老化;④低成本。

生产工艺方法主要有两种:一是粘接法,目前被广泛应用;二是非粘接法(堆叠型橡胶支座),它使生产工艺更简单,并可降低生产成本,是新的工艺方法。

第二节 高聚物多孔弹性材料—— 海绵与多孔橡胶制品

第 1 部分:片材

Flexible cellular polymeric materials—Sponge and
expanded cellular rubber products—Part 1:Sheeting

GB/T 18944. 1—2003

idt ISO 6916 – 1 : 1995

警告:使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

1.1 本标准对多孔弹性橡胶制品即海绵与多孔橡胶进行了分类,在制造中使用的原材料可以是天然橡胶、再生胶或合成橡胶,它们可以单独使用或混合使用。本标准本部分只适用于片材。

1.2 本标准不适用于海绵橡胶、鞋底胶或其他类似的微孔多孔制品、多孔硬质橡胶、原生弹性半硬质聚氨脂海绵胶或再生弹性半硬质聚氨脂泡沫胶、聚氯乙烯或再生聚氯乙烯或混有其他聚合物的聚氯乙烯。

1.3 规定如下两种型别:

第 1 类:开孔橡胶(通常称为海绵橡胶);

第 2 类:闭孔橡胶(通常称为发泡橡胶);

这两类可以根据他们对石油基油的相对耐油性和/或耐温性进行分类,根据压缩变形要求的特定范围进行分级。制品可以在型、类、级的标注后加上附加字母的方式进一

步说明附加要求。在字母之后加注数字表示试验方法。

1.4 应引起注意的是在裁切标准试片时绝大部分挤出型材或模压型材的尺寸太小, 这些制品难以用本标准本部分所规定的方法进行分类和试验, 因此不能用这些步骤对其进行试验。本标准本部分的规定与特殊制品详细规定或特定制品试验方法规定出现冲突时, 采用后者规定, 并加以特别说明。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1690—1992 硫化橡胶耐液体试验方法 (neq ISO 1817 : 1985)

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间 (eqv ISO 471 : 1983)

GB/T 3512—2001 硫化橡胶或热塑性橡胶 热空气加速老化和耐热试验 (eqv ISO 188 : 1998)

GB/T 6342—1996 泡沫塑料与橡胶 线性尺寸的测定 (idt ISO 1923 : 1981)

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测定 (eqv ISO 815 : 1991)

GB/T 7762—1987 硫化橡胶耐臭氧老化试验 静态拉伸试验法 (neq ISO 1431 - 1 : 1980)

GB/T 17200—1997 橡胶塑料拉力、压力、弯曲试验机 技术要求 (idt ISO 5893 : 1993)

ISO 3865 : 1983 硫化橡胶 接触有机材料的着色试验方法

注: 在以上所引用的标准中, 只采用其仪器, 不采用其方法。

3 分类 (型别、类别、级别和后缀字母)

3.1 型别

本标准包括以下两类多孔橡胶:

第 1 型: 开孔橡胶;

第 2 型: 闭孔橡胶。

3.2 类别

每一型别分为四个类别, 用字母 A、B、C 和 D (例如: 1B) 标注。

A 类: 由天然橡胶、再生胶或合成橡胶单独制成或混合制成的多孔橡胶, 对石油基油的耐油性没有特殊要求;

B 类: 合成橡胶制成的多孔橡胶, 对低膨胀耐油性有特殊要求;

C 类：合成橡胶制成的多孔橡胶，对中等膨胀耐油性有特殊要求；

D 类：合成橡胶制成的多孔橡胶，对耐低温性与耐高温性（- 75℃至 250℃）有特殊要求，但对石油基油的耐油性没有特殊要求。

3.3 级别

根据压缩变形所表示的耐压性的特定范围，每一类别分为 7 个不同级别，等级由（0 至 6）数字标示。对于较软级用较小的数字表示，而较硬级则用较大的数字表示。

- 0 级：只适用于第 1 型多孔橡胶，其压缩变形范围为 2.5kPa 至 15kPa；
- 1 级：第 1 型和第 2 型多孔橡胶，其压缩变形范围为 15.1kPa 至 35kPa；
- 2 级：第 1 型和第 2 型多孔橡胶，其压缩变形范围为 35.1kPa 至 65kPa；
- 3 级：第 1 型和第 2 型多孔橡胶，其压缩变形范围为 65.1kPa 至 95kPa；
- 4 级：第 1 型和第 2 型多孔橡胶，其压缩变形范围为 95.1kPa 至 125kPa；
- 5 级：第 1 型和第 2 型多孔橡胶，其压缩变形范围为 125.1kPa 至 200kPa；
- 6 级：第 1 型和第 2 型多孔橡胶，其压缩变形范围为 200.1kPa 至 300kPa。

3.4 后缀字母

可以在级别数字后面单独或混合加上后缀字母来说明表 20 - 2 和表 20 - 3 所规定的作为基本要求以外的附加要求，表 20 - 4 说明了后缀字母的意义。

表 20 - 2 多孔橡胶第 1 型开孔（海绵）橡胶的物理性能要求

等 级 号	基本要求						
	在 23℃ ± 2℃ 25% 变 形时的压 缩变形/kPa （极限）	调节后压缩变形/% （来自原始值的变化）			50% 恒定变形下 的永久变形/%		在 70℃ ± ℃ 时耐油性， 在 GB/T 1690 中 3 号 石油基油的 体 积 变 化 /% （最大值）
		70℃ ± 1℃	150℃ ± 2℃	- 55℃ ± 2℃	70℃ ± 1℃	100℃ ± ℃	
		168h （极限）	22h （极限）	5h （最大值）	22h （最大值）	22h （最大值）	
A 类 不耐油							
1A0	2.5 ~ 15	± 20	—	—	25	—	—
1A1	15.1 ~ 35	± 20	—	—	25	—	—
1A2	35.1 ~ 65	± 20	—	—	25	—	—
1A3	65.1 ~ 95	± 20	—	—	25	—	—
1A4	95.1 ~ 125	± 20	—	—	25	—	—
1A5	125.1 ~ 200	± 20	—	—	25	—	—
1A6	200.1 ~ 300	± 20	—	—	25	—	—

续表

等 级 号	基本要求						
	在 23℃ ± 2℃ 25% 变形时的压缩变形/kPa (极限)	调节后压缩变形/% (来自原始值的变化)			50% 恒定变形下的永久变形/%		在 70℃ ± 1℃ 时耐油性, 在 GB/T 1690 中 3 号石油基油的体积变化/% (最大值)
		70℃ ± 1℃ 168h (极限)	150℃ ± 2℃ 22h (极限)	- 55℃ ± 2℃ 5h (最大值)	70℃ ± 1℃ 22h (最大值)	100℃ ± 1℃ 22h (最大值)	
B 类 耐油性, 低膨胀							
1B0	2.5 ~ 15	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1B1	15.1 ~ 35	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1B2	35.1 ~ 65	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1B3	65.1 ~ 95	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1B4	95.1 ~ 125	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1B5	125.1 ~ 200	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1B6	200.1 ~ 300	± 20	—	—	25	—	5 或 10
C 类 耐油性, 中等膨胀							
1C0	2.5 ~ 15	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1C1	15.1 ~ 35	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1C2	35.1 ~ 65	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1C3	65.1 ~ 95	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1C4	95.1 ~ 125	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1C5	125.1 ~ 200	± 20	—	—	25	—	5 或 10
1C6	200.1 ~ 300	± 20	—	—	25	—	5 或 10
D 类 耐高温							
1D0	2.5 ~ 15	—	± 10	5	—	80	5 或 10
1D1	15.1 ~ 35	—	± 10	5	—	80	5 或 10
1D2	35.1 ~ 65	—	± 10	5	—	80	5 或 10
1D3	65.1 ~ 95	—	± 10	5	—	80	5 或 10
1D4	95.1 ~ 125	—	± 10	5	—	80	5 或 10
1D5	125.1 ~ 200	—	± 10	5	—	80	5 或 10
注: 如果老化后, 此等级仍落在压缩变形要求的范围 2.5kPa 至 15kPa 内, 则即使来自原始值的变化大于 ± 20% 也可以考虑接受。							

表 20-3 多孔橡胶第 2 型闭孔（海绵）橡胶的物理性能要求

等 级 号	基本要求							
	在 23℃ ± 2℃ 25% 变 形 时 的 压 缩 变 形/kPa (极 限)	调节后压缩变形/ % (来自原始值的变化)			50% 恒定变形下 的永久变形/ %		在 23℃ ± 2℃ 吸 水 3min 吸 水 率 / % (最 大 值)	在 23℃ ± 2℃ 时耐液 体 性, 在 GB/T 1690 中液体 B 中 的质量变化 率/ % (极 限)
		70℃ ± 1℃ 22h (极 限)	150℃ ± 2℃ 22h (极 限)	- 55℃ ± 2℃ 5h (最 大 值)	23℃ ± 2℃ 5h (最 大 值)	100℃ ± 1℃ 22h (最 大 值)		
A 类 不耐油								
2A1	15.1 ~ 35	± 30	—	—	25	—	5 或 10	—
2A2	35.1 ~ 65	± 30	—	—	25	—	5 或 10	—
2A3	65.1 ~ 95	± 30	—	—	25	—	5 或 10	—
2A4	95.1 ~ 125	± 30	—	—	25	—	5 或 10	—
2A5	125.1 ~ 200	± 30	—	—	25	—	5 或 10	—
2A6	200.1 ~ 300	± 30	—	—	25	—	5 或 10	—
B 类 耐油性, 低膨胀								
2B1	15.1 ~ 35	± 30	—	—	25	—	5 或 10	50
2B2	35.1 ~ 65	± 30	—	—	25	—	5 或 10	50
2B3	65.1 ~ 95	± 30	—	—	25	—	5 或 10	50
2B4	95.1 ~ 125	± 30	—	—	25	—	5 或 10	50
2B5	125.1 ~ 200	± 30	—	—	25	—	5 或 10	50
2B6	200.1 ~ 300	± 30	—	—	25	—	5 或 10	50
C 类 耐油性, 中等膨胀								
2C1	15.1 ~ 35	± 30	—	—	25	—	5 或 10	150
2C2	35.1 ~ 65	± 30	—	—	25	—	5 或 10	150
2C3	65.1 ~ 95	± 30	—	—	25	—	5 或 10	150
2C4	95.1 ~ 125	± 30	—	—	25	—	5 或 10	150
2C5	125.1 ~ 200	± 30	—	—	25	—	5 或 10	150
2C6	200.1 ~ 300	± 30	—	—	25	—	5 或 10	150
D 类 耐高温								
2D1	15.1 ~ 35	—	± 5	5	—	80	5 或 10	—
2D2	35.1 ~ 65	—	± 5	5	—	80	5 或 10	—
2D3	65.1 ~ 95	—	± 5	5	—	80	5 或 10	—
2D4	95.1 ~ 125	—	± 5	5	—	80	5 或 10	—
2D5	125.1 ~ 200	—	± 5	5	—	80	5 或 10	—

续表

等 级 号	基本要求						在 23℃ ± 2℃ 吸水 3min 吸水率 /% (最大值)	在 23℃ ± 2℃ 时耐液体性, 在 GB/T 1690 中液体 B 中的质量变化率/% (极限)
	在 23℃ ± 2℃ 25% 变形时的压缩变形/kPa (极限)	调节后压缩变形/% (来自原始值的变化)			50% 恒定变形下的永久变形/%			
		70℃ ± 1℃ 22h (极限)	150℃ ± 2℃ 22h (极限)	-55℃ ± 2℃ 5h (最大值)	23℃ ± 2℃ 5h (最大值)	100℃ ± 1℃ 22h (最大值)		
注：								
1 对于密度不超过 160kg/m ³ 的多孔材料，允许的吸水率（质量分数）最大值为 10%；对于密度超过 160kg/m ³ 的多孔材料，允许的吸水率（质量分数）最大值为 5%。								
2 液体 B 中质量变化的这个试验（附录 F）在以下理由中被用来代替 3 号油容积变化的常用耐油试验。弹性闭孔材料的油浸渍或溶剂浸渍常常会被渗滤通过软化孔壁引起试片收缩从而引起气体的损耗。这种收缩会消除正常发生的膨胀，因此根据容积变化的试验数据无效。使用液体 B，因为它同 3 号油产生的情况相比，液体 B 在 A 类、B 类和 C 类之间能产生更大、更一致的区别。								
标准耐油性试验方法给出了闭孔材料的不一致结果。此试验对耐油性给予了总的说明，但可靠的资料应通过实际试验或模拟使用条件获得。								
C 类最大值为 150% 和 B 类最大值为 50% 的数字适用于密度大于 160kg/m ³ 多孔材料；对于密度不超过 160kg/m ³ 的多孔材料来说，质量变化允许的最大值 C 类为 250%，B 类为 100%。								

表 20-4 带后缀字母的开孔橡胶的物理性能要求

等 级 号	后缀字母								
	A1	B1	C1	C2	C3	C4	F1	F2	F3
	在 175℃ ± 2℃ 调节 22h 后的压缩变形, 来自原始压缩变形的变化/% (极限)	在 70℃ ± 1℃ 22h 恒定变形 50% 下的无龟裂压缩永久变形/% (最大)	在 25 × 10 ⁻⁸ 时的臭氧试验, 外观检验	在 50 × 10 ⁻⁸ 时的臭氧试验, 外观检验	在 100 × 10 ⁻⁸ 时的臭氧试验, 外观检验	在 200 × 10 ⁻⁸ 时的臭氧试验, 外观检验	在 - 40℃ ± 2℃ 时的低温试验, 来自原始压缩永久变形的变化 /% (最大)	在 - 55℃ ± 2℃ 时的低温试验, 来自原始压缩永久变形的变化 /% (最大)	在 - 75℃ ± 2℃ 时的低温试验, 来自原始压缩永久变形的变化 /% (最大)
A 类 非耐油									
1A0	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	25	25	—
1A1	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	25	25	—
1A2	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	25	25	—
1A3	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	25	25	—
1A4	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	25	25	—
1A5	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	25	25	—
1A6	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	25	25	—

续表

等 级 号	后缀字母								
	A1	B1	C1	C2	C3	C4	F1	F2	F3
	在 175℃ ± 2℃ 调 节 22h 后 的压缩变 形,来自 原始压缩 变形的变 化/% (极限)	在 70℃ ± 1℃ 22h 恒 定 变 形 50% 下 的 无龟裂压 缩永久变 形/% (最大)	在 25 × 10 ⁻⁸ 时 的 臭 氧 试 验, 外观检 验	在 50 × 10 ⁻⁸ 时 的 臭 氧 试 验, 外观检 验	在 100 × 10 ⁻⁸ 时 的 臭 氧 试 验, 外 观 检 验	在 200 × 10 ⁻⁸ 时 的 臭 氧 试 验, 外 观 检 验	在 - 40℃ ± 2℃ 时 的低温试 验,来自 原始压缩 永久变形的 变化 /% (最大)	在 - 55℃ ± 2℃ 时 的低温试 验,来自 原始压缩 永久变形的 变化 /% (最大)	在 - 75℃ ± 2℃ 时 的低温试 验,来自 原始压缩 永久变形的 变化 /% (最大)
B 类 耐油, 低膨胀									
1B0	—	15	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1B1	—	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1B2	—	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1B3	—	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1B4	—	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1B5	—	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1B6	—	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
C 类 耐油, 中等膨胀									
1C0	—	25	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1C1	—	25	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1C2	—	25	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1C3	—	25	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1C4	—	25	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1C5	—	25	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
1C6	—	25	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	50	—	—
D 类 耐高温									
1D0	± 25	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	—	—	25
1D1	± 25	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	—	—	25
1D2	± 25	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	—	—	25
1D3	± 25	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	—	—	25
1D4	± 25	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	—	—	25
1D5	± 25	—	无龟裂	无龟裂	无龟裂	无龟裂	—	—	25

3.5 后缀数字

每一个后缀字母后面最好跟随一个后缀数字, 后缀数字表示试验方法, 试验时间是试验方法的一部分, 从表 20-5 中选取。

表 20－5

试验方法

要求或后缀字母	基本要求	后缀字母			
		1	2	3	4
压缩变形	附录 A				
后缀 A，耐热	附录 B 变形时的变化 a) 1 型，A、B、C 类 (70℃ ± 1℃) × 22h b) 2 型，A、B、C 类 (70℃ ± 1℃) × 22h c) D 类，(100℃ ± 1℃) × 22h	附录 B (175℃ ± 2℃) × 22h			
后缀 B，压缩永久变形	附录 D a) 1 型，A、B、C 类 (70℃ ± 1℃) × 22h b) 2 型，A、B、C 类 (23℃ ± 2℃) × 22h c) D 类，(100℃ ± 1℃) × 22h	附录 D (70℃ ± 1℃) × 22h			
后缀 C，耐臭氧		GB/T 7762 20%应变 40℃、 25 × 10 ⁻⁸	GB/T 7762 20%应变 40℃、 50 × 10 ⁻⁸	GB/T 7762 20%应变 40℃、 100 × 10 ⁻⁸	GB/T 7762 20%应变 40℃、 200 × 10 ⁻⁸
后缀 E，耐流体	附录 C a) 1 型，(70℃ ± 1℃) × 22h，3 号油 附录 F b) 2 型，(23℃ ± 2℃) × 168h，流体 B				

续表

要求或后缀字母	基本要求	后缀字母			
		1	2	3	4
后缀 F, 耐低温	附录 G (- 55℃ ± 2℃) × 5h 后 压缩永久变形的变化	附录 G - 40℃ ± 2℃	附录 G - 55℃ ± 2℃	附录 G - 75℃ ± 2℃	
后缀 L, 吸水性 (只适用 2 型)	附录 E (23℃ ± 2℃) × 3min				
后缀 M, 阻燃性	用户同意				
后缀 P, 耐污染 氙弧灯	对照第 4 级中的 3 褪色	ISO 3865 : 1983 方法 A ₂ 无接触性污点	ISO 3865 : 1983 方法 A ₂ 和 B 无接触性污点 无浸出		

注：代号示例：

- 1) 1A2C1F1：这是一种开孔、非耐油性材料，耐压性为 35.1kPa 至 65kPa，在基本条例下的压缩永久变形、 25×10^{-8} 的耐臭氧、低至 - 40℃ 的耐低温。
- 2) 1C3B1CF2：这是一种开孔材料，在中等膨胀状态时具有耐油性，耐压性为 65.1kPa 至 95kPa，压缩永久变形最大为 25%，耐臭氧至 25×10^{-8} 、耐低温至 - 335℃。

4 材料与工艺

- 4.1 符合本标准本部分的多孔橡胶应由天然橡胶、合成橡胶或再生胶制成，同时加有能使产品符合规定要求的配合剂。
- 4.2 在使用材料时可以进行选择，这并不意味着不同的橡胶材料在所有物理性能方面是相同的。任何不同于本标准本部分规定的有特殊要求的特殊性应在特定产品标准中应予以详细说明。所有材料和工艺应符合良好的商业惯例，而生产出的多孔橡胶应没有影响使用性能的缺陷。这些产品也应符合国家的健康和安全法规。

5 物理性能

多孔橡胶不同的型别、类别和级别应符合表 20 - 2 和表 20 - 3 所给的物理性能要求，同时应符合表 20 - 4 所述的后缀字母及第 3 条中的代码所指的任何数字所表示的任何附加要求。

6 试验方法

- 6.1 除另有规定外，所有试验应按照本标准本部分附录中所规定的方法进行。
- 6.2 片材在制造后 72h 内不应进行试验。试验前，片材在温度为 23℃ ± 2℃，相对湿度

为 $50\% \pm 5\%$ 或温度为 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 相对湿度为 $65\% \pm 5\%$ 条件下至少贮存 16h , 这段时间可以是 72h 时间内的后阶段。

6.3 本标准本部分所使用标准温度, 是指使用标准温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 或 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (见 GB/T 2491)。

7 尺寸公差

多孔橡胶片的尺寸允许的公差如表 20 – 6 所规定的。

表 20 – 6 一般用途的多孔橡胶片材尺寸的允许公差

型号	厚度		长度与宽度	
	尺寸/mm	公差/mm	尺寸/mm	公差
海绵橡胶片	≤ 3.2	± 0.4	≤ 152 $> 152 \text{ 但 } \leq 457$ > 457	± 1.6 ± 3.2 0.5%
	3.3 ~ 15	± 0.8		
	15.1 ~ 30	± 1.5		
	30.1 ~ 50	± 2.0		
	> 50	± 2.5		
膨胀橡胶胶片	≤ 3.2	± 0.4	≤ 152 $> 152 \text{ 但 } \leq 305$ > 305	± 6.4 ± 9.6 3%
	3.3 ~ 15	± 0.8		
	15.1 ~ 30	± 1.5		
	30.1 ~ 50	± 2.0		
	> 50	± 2.5		

8 检验与拒收

8.1 所有试验, 除另有规定外, 都应在装运前在制造地点进行。制造厂家应提供所有适当的设备给检验者进行试验与检验。

8.2 买方可以在自己的试验室或其他地方进行试验与检验以决定接受或拒收, 这种试验和检验应在收货后 15d 内进行。

8.3 第 11 章中所规定的所有试样应进行外观检验以判定是否符合材料、工艺及颜色要求。

8.4 对一项或多项要求不合格时可以重新试验, 因此, 出现不合格时应另外进行两次试验, 如果这两次试验其中之一不合格, 则会引起最终拒收。

8.5 拒收的材料应由制造厂家指导进行处理。

9 包装与标志

片材应适当地包装好, 每一包或每一个包装箱应清楚地标有材料名、制造商名或商

标及任何买方要求的标示。

10 采购抽样

10.1 可能的话，应使用产品进行规定的试验。

10.2 当不需要整个样品或样品不适合试验时，切割方法和裁切试样的准确位置应有规定。

11 试样和样品

11.1 试样

压缩变形试验用的标准试样是由直径 $30^{0.04}_{-0}$ mm 或 $19^{0.04}_{-0}$ mm 的裁刀切割成的盘形片，试样也可以用肥皂液作为润滑剂的旋转裁刀裁取。如果使用润滑剂，则试样在进行试验前应完全干燥。在某些情况下，有必要冷冻多孔橡胶来获得一个好的圆柱体，当从标准试验胶板上切割时，试样应如图 20 - 1 所示从中心区切割，测量厚度应按第 12 条的规定。如试验方法中已规定试样的最小厚度为 6.0mm，可以在压缩永久变形和压缩变形的试验方法中使用叠合样品。

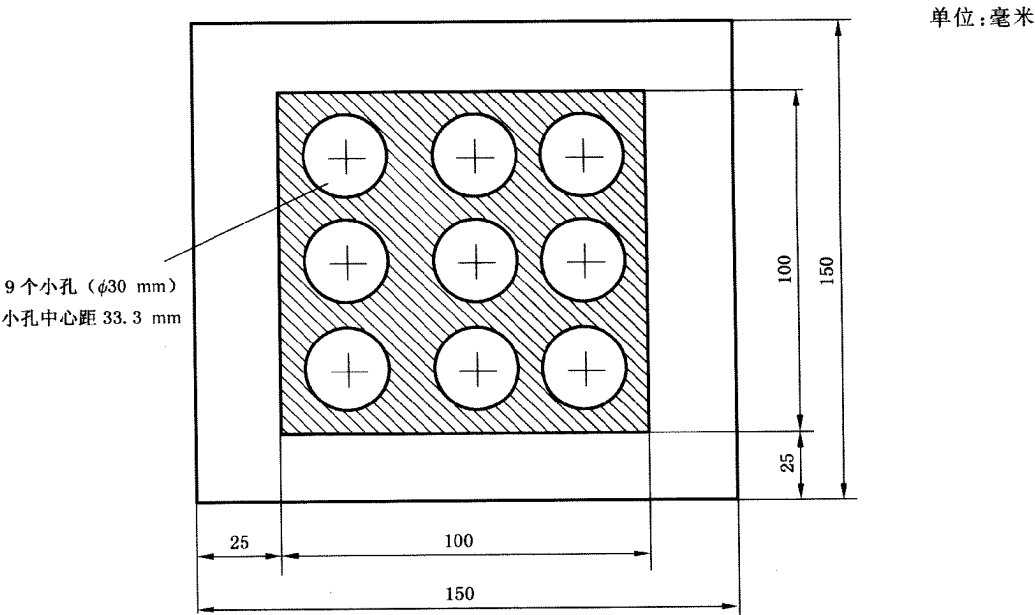


图 20 - 1 裁切标准试样的位置图

注：当使用的材料宽度太小而不能进行标准试样切割时，则可以用直径更小的盘形片，在小盘形片上获得的试验结果与在标准试样上获得的试验结果不同。

11.2 样品

11.2.1 所有型别的多孔橡胶的标准试板应是边长 $150\text{mm} \pm 5\text{mm}$ 且厚度为 $12.5\text{mm} \pm 5\text{mm}$ 的方形片，由同一配方的混炼胶制成，且如它们所代表的产品一样具有同样的表观密度

及硫化状态。在所有情形下，在试板顶面和底面应不受损，标准样品应从规定厚度的整片材上裁取，或按 11.2.2 或 11.2.3 所述制备。

11.2.2 当需要特殊制备的海绵胶标准样品时，应使用图 20-2 所示的框架与顶板和底板一起制作，每一片顶板和底板的厚度接近 12.5mm。框架与板应由铝或钢制造，应轻轻地把混炼胶切割成比框架槽更小的方形。当材料在硫化期间发泡以填充模腔时，厚度应能满足所需的表观密度。应在方形胶料上撒上滑石粉且刷去过量的以避免有蚀斑，然后把胶片放在框架里，把织物放在框架与板之间的顶端和底部，这样在硫化期间就能让产生的气体排出。这个织物应是工业用织物，具有单位面积质量约为 $135\text{g}/\text{mm}^2$ ，并有约 2.75 根经线/mm 和 2.36 根纬线/mm。对于具有适当流动特性的材料，使用槽纹板可以选用织物，试样在选择的时间和湿度条件下应放在平板硫化机里进行硫化以获得标准试板的一种硫化状态，几乎与成品中所代表的一样。

单位：毫米

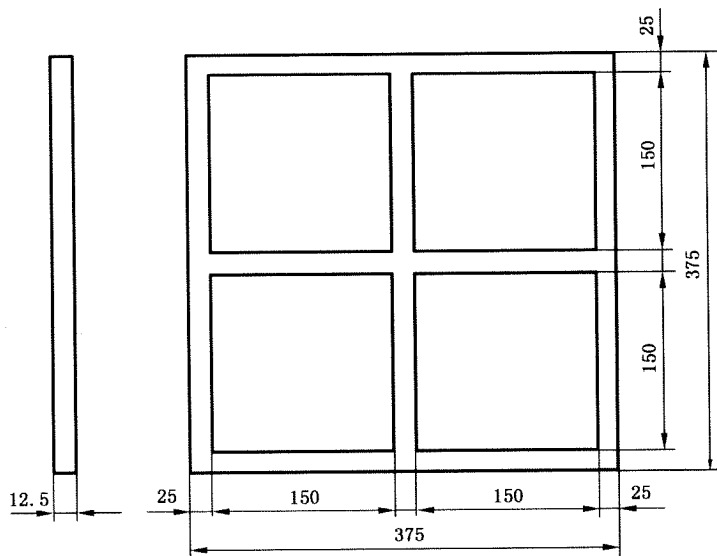


图 20-2 制备多孔橡胶标准试板的四个模腔

11.2.3 当制备发泡橡胶的标准试板时，硫化的最后阶段应使用 11.2.2 所述的框架和使用样品代表的产品使用过的同样工艺。试样应制备成有差不多同样密度且在选择的时间和温度条件下进行硫化以获得标准样品的一种硫化状态，几乎与成品中所代表的一样。

12 试样尺寸的测量

试样的尺寸应按 GB/T 6342 测量。

附 录 A

(标准的附录)

压缩变形试验

A1 仪器

可以使用符合下列要求的压缩试验机,该试验机应能以 0.02mm/s 至 0.85mm/s 的速度轻轻地压缩试片不产生冲击,机器可以是电动或手动的且应配备一个测量负荷增加而引起的变形表。按试样的压缩速率而不是按机器压缩平台移动的速率作为规定的速率,当使用刻度尺时应予以充分考虑,因为由于在不同负荷下大秤平台的移动压缩变形特性的海绵对压缩 25% 时要求有不同的次数。试验机器的精确度应符合 GB/T 17200—1997 中的 A 级。

变形应在分度为 0.02mm 的千分表上读取,如果机器自动压缩试样 25%,则不需要千分表。

试验机的顶板和底的直径应至少为 38mm。

A2 试样

应使用 11.1 所规定的标准试样,试样既可以从如图 20-1 所示的标准试板,也可从有关双方某种程度上同成品上裁取,裁切试样时,试样相对的边应是平行的。

每一片标准试样的厚度应是 $6_0^{+0.5}$ mm,只可以选择三个薄样品叠合在一起,以获得尽可能小地超过未割时的厚度。

注:在海绵橡胶中,用同一种胶料,6mm 以下与 6mm 以上的薄片膨胀会不相同,那些更薄的薄片在压缩变形和密度方面通常要高些,然而,在薄片从较厚的试样中分开的闭孔橡胶或海绵橡胶中,薄板与较薄的薄板之间几乎没什么差别。

A3 试验步骤

按照第 11 章,测量试片的直径和厚度并记录其值,在试验机平行的两块金属板之间压缩标准试片直至降到 25% 为止,然后立即记下负荷。

A4 结果表示

按式 (A1) 计算压缩 25% 时的抗压缩应力 (B),单位为 kPa:

$$B = \frac{4F \times 10^6}{\pi d^2} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: F——压缩 25% 时的压力,单位为 kN;

d——试片直径,单位为 mm。

A5 试验报告

压缩 25% 时的抗压缩应力,作为压缩变形试验的结果,单位为 kPa,同时注明试样

厚度。

附 录 B

(标准的附录)

耐热性能试验

B1 试片

用于任何老化试验的试样应是在测量老化曝露作用时使用的特殊测定的多孔橡胶法所要求的试样。

B2 试验步骤

除了试样大小适合压缩变形试验外，GB/T 3512 所述的热空气箱老化试验应用于多孔橡胶。老化表示为压缩变形值中的百分比变化，压缩变形试验应根据试片的原始厚度（老化前）进行，加速老化试验与自然老化之间没有联系。

附 录 C

(标准的附录)

耐油试验

C1 试样

应使用厚度接近 12.5mm 的标准试样于本试验，试样在规定的石油基中（见 GB/T 1690）在 70℃时浸渍 22h，按照第 12 条测量其直径和厚度，并计算容积的百分比变化，每一次试验取三个试样，结果取三个值的中值。

C2 试验步骤

使用 3 号石油基油，按照 GB/T 1690 步骤进行。

附 录 D

(标准的附录)

恒定变形下的压缩永久变形

D1 试样

标准试样可以用于本试验，试样可以取自有关双方在某种程度上同意的成品，也可取自标准试样或平整片材。切割试片时，相对的边应是平行的，试片的厚度可以不同，开孔（海绵）橡胶的最小厚度应是 6mm，可以把开孔橡胶的薄样品叠合起来获得这个厚度，闭孔（海绵）橡胶的最小厚度应是 12.5mm，可以把闭孔橡胶的薄样品叠合在一起

获得这个厚度。

D2 试验步骤

仪器与试验步骤应基本上与 GB/T 7759 所述的相同，测量试片厚度。

对于开孔（海绵）橡胶，应把试片压缩到原始厚度的 50% 在试验结束时释放载荷，在室温下停放 30min，并测量其厚度。对于开孔橡胶应在 $70^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的温度下进行试验。

对于闭孔（海绵）橡胶。应把试片压缩到原始厚度的 50% 在试验结束时释放载荷，在室温下停放 24h，并测量其厚度。对于闭孔橡胶应在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下进行试验。

在两种情况下（开孔与闭孔橡胶）按第 12 章的方法测量厚度，试验时间应按规定进行，不需要镀铬的金属板，可以使用铝板或那些又干净又光滑且让试片变形时必要的负荷下而不产生变形的硬板。

D3 结果的表示

按式（D1）计算压缩永久变形（D）（%）：

$$D = \frac{d_0 - d_r}{d_0 - d_s} \times 100 \dots\dots\dots (D1)$$

式中： d_0 ——试片的原始厚度，单位为 mm；

d_r ——试片在规定的恢复期以后的厚度，单位为 mm；

d_s ——使用的隔杆厚，单位为 mm。

附 录 E (标准的附录) 吸水性试验

E1 试样

用于本试验的试样为厚度接近 12.5mm、面积接近 $2\,500\text{mm}^2$ 圆形试样。

E2 试验步骤

称量试样，精确至 0.01g。在水平面以下 50mm、室温（ 23 ± 2 ） $^{\circ}\text{C}$ 、在蒸馏水中浸渍试样，然后降低水上面的压力 3min，压力为 17kPa。释放真空，让试样在大气压下浸没 3min。把试样移出，吸干水分，重新称量和计算质量变化的百分数。

注：吸水性试验适用于海绵橡胶（闭孔型）；若海绵橡胶（开孔型）没有完整的皮层，则不适于该吸水性试验。

附录 F

(标准的附录)

耐液体性试验

F1 设备

要求的设备是一个分析天平, 标有皮重的称盘、滤网、标准液体 B (见 GB/T 1690) 过滤纸及带盖的 250cm^2 的容器。

F2 试样

试样应为 $(25 \pm 0.5)\text{mm} \times (50 \pm 0.5)\text{mm} \times (6 \pm 0.5)\text{mm}$, 且切割整齐、方形边缘的试样。

F3 试验步骤

称量试片, 精确到 0.01g 。把 2mm 孔的非腐蚀性滤网放在容器的底部, 把与同样数目的滤网交替的同一材料下的试片最多 3 片放入每一个容器内, 用标准液体 B (见 GB/T 1690) 填满容器并用容器盖密封好, 在 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 温度下放置 7d, 一次从试验液体中取出一片试片。把试片放在一张过滤纸上面并立即把另一张过滤纸放在试片上而不使试片受到挤压。在未挤压时轻轻地吸干, 然后移走上方的过滤纸, 并把下面的过滤纸上的试片滑入一个有皮重的称盘里, 测定试片的质量, 精确到 0.01g 。

F4 结果的表示

计算每一片试片的质量百分比变化再取中值。

附录 G

(标准的附录)

耐低温试验

G1 仪器

仪器应包括直径至少为 38mm 的两个平行板, 其中一个可移动的而另一个则是固定的, 一个施加负荷的工具和一个能精确测量两个平行板之间距离的工具。

G2 试片

标准试片可以用于此试验, 测得的厚度在试验报告中予以说明, 最小的厚度应是 6.0mm , 叠合的试片不符合要求, 试片在试验前的干燥机里干燥 16h。

G3 试验步骤

在标准温度 (见 GB/T 2941) 下首选测量每一片试片的压缩变形, 然后记录获得

25% 变形时的应力，单位为 kPa。把试片放在规定了温度的一个冷箱内 5h，在停放期最后，当试片仍在冷箱内时，尽快施加前面已测定到的负荷并在 30s 内记下变形。

G4 结果表示

按式 (G1) 计算形变的变化百分数 C ：

$$C = \frac{D - E}{D} \times 100 \dots\dots\dots (G1)$$

式中： D ——在标准温度时的变形；

E ——在试验温度时的变形。

第三节 多孔橡胶与塑料—动态缓冲性能测定

Cellular rubbers and plastics—Determination of dynamic cushioning performance

GB/T 18943—2003

idt ISO 4651 : 1988

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了测定多孔橡胶材料和刚性及软性多孔塑料的动态缓冲性能的试验方法。通过测量物体落在试片上时的最大减速度。此试验主要是供质量保证使用的。而且这种试验也被用来获得设计数据，因此附录 A 中的注释可以对设计数据予以帮助。

本标准只适用于包装用材料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6342—1996 泡沫塑料与橡胶 线性尺寸的测定 (idt ISO 1923 : 1981)

GB/T 6343—1995 泡沫塑料和橡胶 表观 (体积) 密度的测定 (neq ISO 845 :

1988)

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境 (idt ISO 291:1997)

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间 (eqv ISO 471:1983、ISO 1826:1981)

HG/T 2867—1999 橡胶或塑料涂覆织物 调节与试验的标准环境 (idt ISO 2231:1989)

ISO 3205:1976 试验温度的选择

3 定义

本标准采用了下列定义：

3.1 静应力 σ_{ST} ：落锤总质量与附加质量乘以重力加速度 g_n ，再除以试片的原始面积。

3.2 峰值减速度 a ：冲击试片时落锤的最大减速度，在国际单位制 (SI) 中，用 m/s^2 表示。

3.3 位移曲线：曲线说明了在冲击期间由于时间因素试片所受冲击的表面的位移情况 (见附录 A)。

3.4 动态应力：落锤上面的物质所施加的减速力除以试片的原始面积。

3.5 减速度：落锤质量乘以落锤的瞬间减速度。

3.6 应变：用原始厚度的一个百分比来表示的位移。

3.7 动态压缩图：曲线说明了冲击期间缓冲材料的动态应力 (每个单位面积上的减速力) 与应变 (位移/厚度) 两者之间的关系。在一定的应变 (动态压缩) 条件下，此曲线的斜度可用作一定的冲击速度和试片厚度的特性常数 (见附录 A)。

3.8 缓冲图：此曲线图说明了静应力 σ_{ST} 对具有一定厚度 L_0 的相关材料的试片作用时的峰值减速度 a 和冲击表面位移的最大值 ΔL_{max} (见附录 A)。

3.9 峰值减速度改正值 a_c ：试片原始厚度偏离标准厚度 50mm 的极小偏差经过改正后的最大减速度。峰值减速度改正值是通过测得的最大峰值减速度乘以原始厚度，再除以标准厚度获得的。

3.10 相等落高 h ：试验期间，在标准重力加速度、真空、自由落下的条件下，能使落锤获得同一冲击速度的落高。相等落高以米为单位，用下式计算：

$$h = \frac{v^2}{2g_n}$$

式中： v ——落锤冲击速度，单位为米每秒 (m/s)；

g_n ——自由落下的标准加速度，即 $9.806\ 65m/s^2$ 。

4 仪器

4.1 总则

仪器应包括一个表面比试片大的平底落锤、一个至少相当于落锤质量 100 倍的一个垫板且表面与落锤底面平行，动态试验设备的两种基本型号见图 20-3 和图 20-4，它们是垂直下落导向的检测仪，落锤搁置在垫板上的试片上面的立式导向架与摆检测仪之间。垂直下落导向检测仪用于高减速试验和（或）高动态应力。摆试验适用于相对低减速或低净应力。

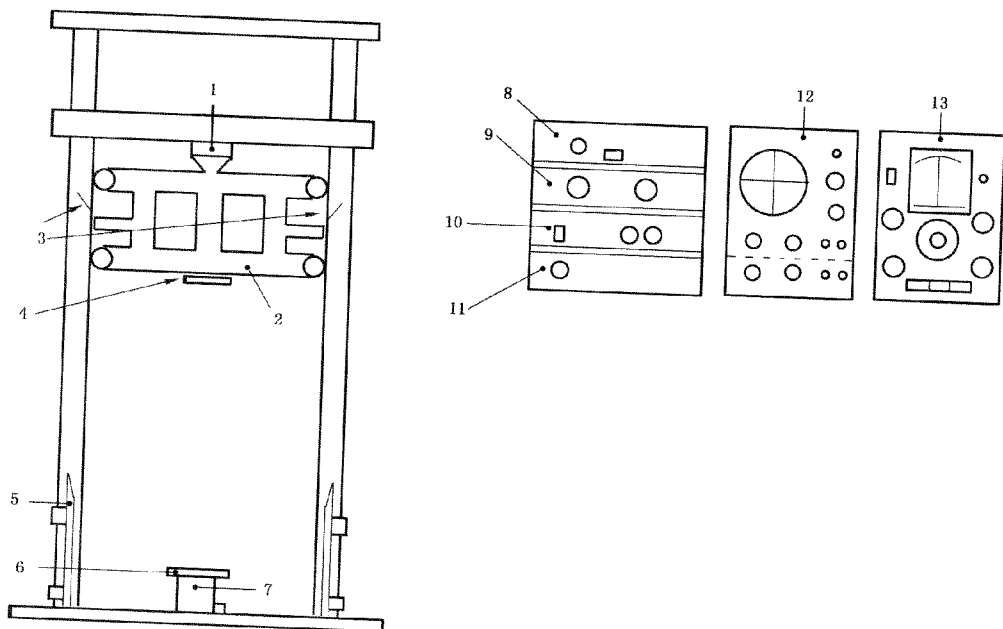


图 20-3 测定动态缓冲性能用落锤装置一般布置图

- 1—电磁铁；2—底座；3—位移电位计的滑动接触；4—落锤；5—位移电位计；6—试片垫板，950g；7—压力室，0~50kN；8—压力室超负荷示警器；9—摄影照明自动供给；10—电磁铁供给和位移电位计供给；11—所有设备的交流稳压器；12—双光束示波器，0~300kHz，带自动摄影机；13—上载波频室放大器，50Hz

落锤应配备一个记录冲击时减速峰值的记录仪，精确度为 $\pm 5\%$ ，最好配备一个能记录冲击时减速时间脉冲的记录仪。记录仪也可用来直接测量冲击前落锤的速度，精确度为 $\pm 5\%$ 。能记录从 25mm 处落下的时间的数字记时器，这样的适用装置可用来测量冲击前落锤的速度，精确度为 $\pm 1\%$ 。冲击前应完成落锤在最初冲击时 5mm 位置内的轨道上某一点的测量。

用一种能避免变频器变形的把符合 4.2.1 要求的变频器固定在落锤的中央。从冲击变频器处传送信号的线应固定好，避免在变频器偶合处有过多的挠曲。

落锤的质量在静应力所要求的范围内应可进行调整，可以从几个落锤中选择使用一

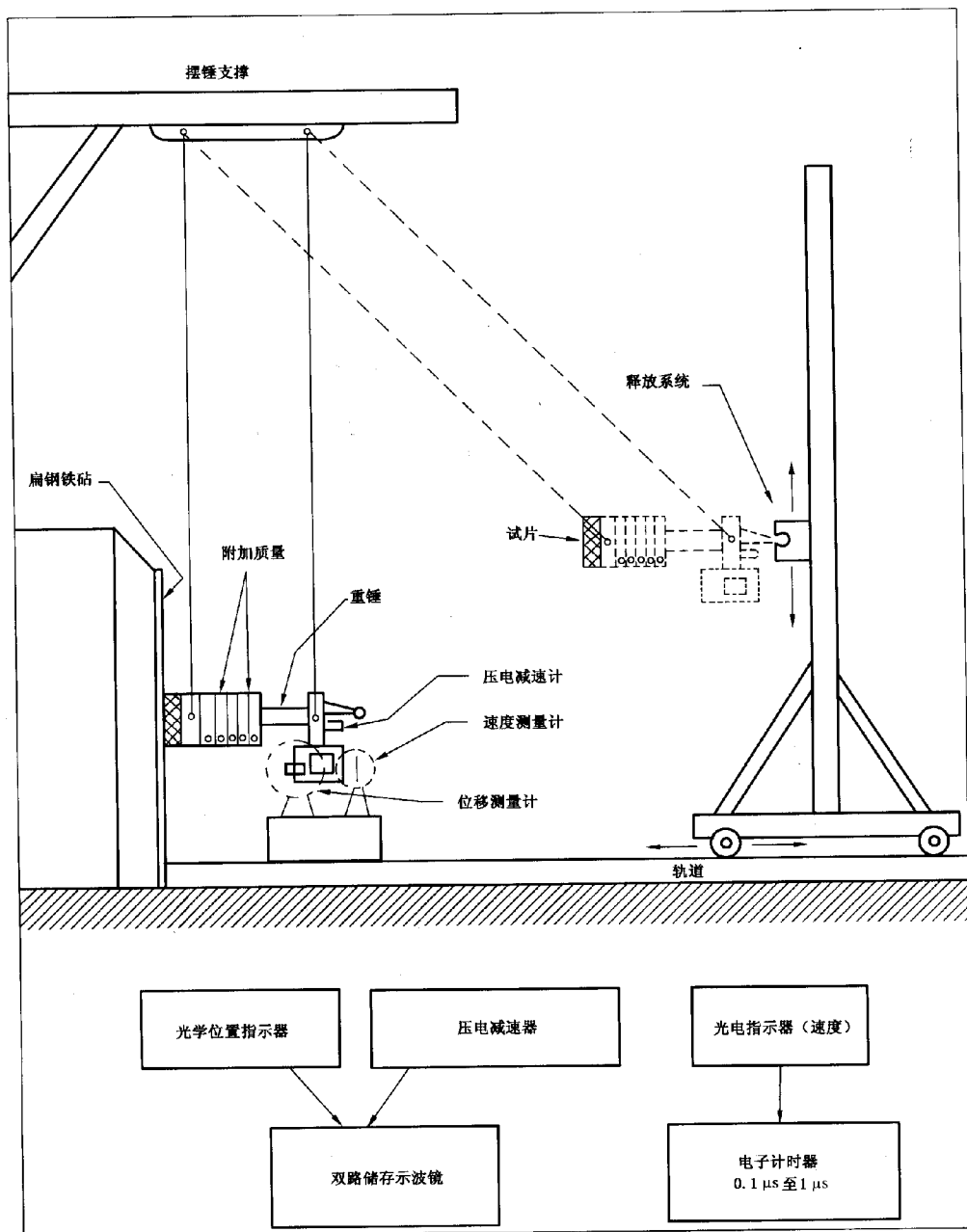


图 20-4 测定动态缓冲性能用摆锤仪一般布置图

个。当用增加质量的方法调整落锤时，建议把所加质量加到落锤的表面上。

落锤和垫板两者都应当够坚硬这一点很重要，这样的话，不要的摆动在减速时间曲线上就不会被记录下来。落锤摆动的固有频率应与实际的一样高，最好高于 1 000Hz。

试验前，应检查冲击时落锤的速度。此速度至少应是相当的自由落体速度的 95%。

相当的自由落体速度用下式 (1) 计算：

$$v_g = \sqrt{2g_n h} \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中： v_g ——最终自由落体速度，单位为 m/s^2 ；

g_n ——标准自由落体速度，即：9.806 65 m/s^2 ；

h ——所测得的试片上方落锤的高度，单位为 m 。

注：当试片放在垫板上时，落锤装置一定要保证操作员的安全，建议使用安全开关的方式。

4.2 记录设备

记录减速时间脉冲的设备应包括一个变频器、一个放大器和一个记录仪。变频器通常是压电材料型的或是应变仪可选择特定的记录设备（包括变频器和记录仪两者）都应该有一个频率响应，适合测量峰值减速度，精确度为 $\pm 5\%$ ，所获得的减速时间脉冲通常是一种对泡沫状海绵的瞬间脉冲在低缓冲位移处接近于正半弦波，如图 20-5 所不产生高缓冲位移的冲击成为三角形或甚至成为锥形体。对于在压缩时起皱的硬性海绵，加速时间脉冲可能接近于急剧升高的起始部分，在减速前常出现一个恒定水平面（或接近恒定）。需要测量这些瞬间脉冲的频率响应范围要比预料的广，重要的是切记对以下记录设备主要要素方面的要求。

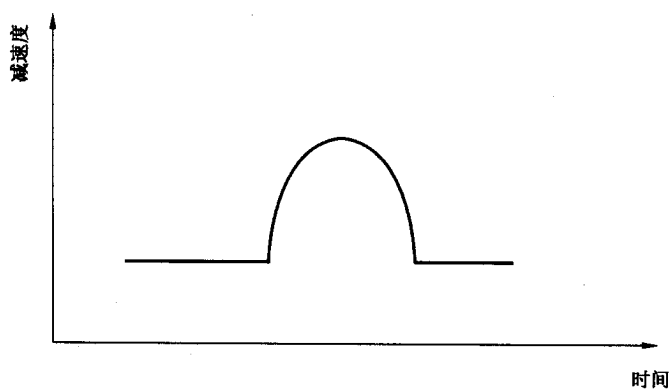
4.2.1 变频器

一般来说，变频器可以是压电材料型的，也可是应变仪型的。压电材料惯性型减速机几乎没有固有的缓冲作用，如若响应频率太低，则可能通过减速脉冲引起响应，因此会产生超调量错误。总的说来，这些都可通过确保变频器的振动固有周期小于减速脉冲的持续时间 T 的 $1/20$ 而避免，然而，对于半正弦波脉冲或最初快速上升的脉冲来说，振动的固有周期小于脉冲周期的 $1/10$ 或小于脉冲上升时间的 $1/6$ 就足够了。

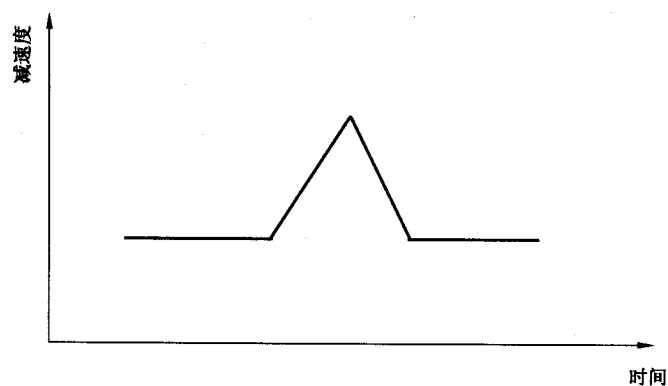
应变仪或变频器的惯性型减速机有较高的固有缓冲作用（在临界 0.4 与 0.7 之间）。在测量峰值减速度时为了获得一个比 5% 还好的精确度，对半正弦波或三角形脉冲来说，一个小于脉冲 $1/3$ 周期的振动固有周期。对最初快速上升的脉冲来说，此固有周期应小于上升时间的 $1/6$ 。建设使用环状刀型压电材料变频器，它的电抗性部件与顶部连接的托架隔离开来。压电材料惯性型减速机对持续信号不予响应，而低频率响应依赖于放大器系统的良好部件。如果是阴极随动件，那么与变频器输入线路相联的阴极随动件的输入线路的时间常量控制低频响应。为了记录半正弦波脉冲的峰值减速度，精确到 5% 内，时间常量应至少是脉冲时期 T 的 7 倍。对于方形脉冲来说，响应值应是 $20T$ 。

如果接下来的是带电放大器，那么对连续半正弦波的响应在半正弦波脉冲出现 5% 差错时的频率为 $\frac{1}{22} T$ 时不会减小到 5% 以上。方型脉冲的响应频率为 $\frac{1}{50} T$ 。

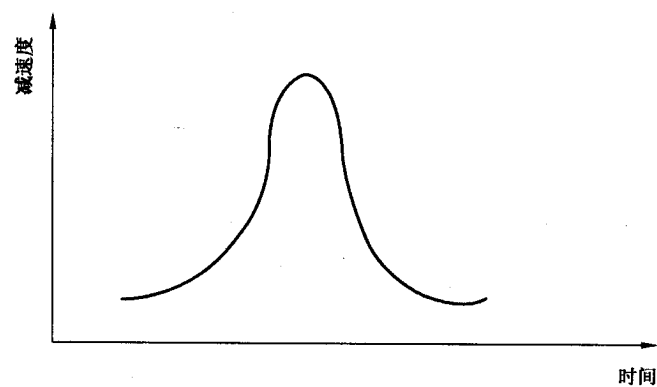
在连续响应半正弦波时减少 5% 的频率的这些数字也可用于使用交流电耦合的那些放大系统。



a) 半正弦波



b) 三角形波



c) 火花状波

图 20-5 减速度时间脉冲

4.2.2 记录仪

阴极射线示波器的高频响应通常是适当的。对于电流计示波器来说，高频响应可能受到限制，因为这些设备通常受阻到临界 0.4 至 0.7 之间，半正弦波脉冲或三角形脉冲的电流计示波器应有一个小于脉冲时期 $1/3$ 的振动固有时期。使用交流放大器的示波器

和其他记录仪有不充分的低频响应，应继续考虑以上所提到的带电放大器。由于记录笔的惯性，直接笔记录仪可能会有不适当的响应。为了减少来自试验设备内的机械共振的假输出信号，直接笔记录仪有必要限制高频响应，频率应尽可能地保持高，以适应假信号足够的衰减。在频率等于预期频率的 2 倍时，最小要求是减少 5%。

脉冲持续时间和上升时间取决于所试验的材料种类和试验条件。用 50mm 厚的试片，泡沫海绵的脉冲持续时间在 10ms 至 25ms 范围内，用硬性材料，脉冲时间也许会短，大约是 2ms 至 5ms 的上升时间。用峰值读数仅能获得对冲击时减速度的更准确测量。

5 试片

5.1 形状与尺寸

试片应是一个具有以下尺寸的直角平行六面体：

长：150mm $\pm$ 5mm

宽：150mm $\pm$ 5mm

厚：50mm $\pm$ 5mm

应用适当的方法切割试片，此方法不会改变其动态性能，例如用带锯或锐刀。切割试片时不应使用热的金属线制品。

在 10 个一组的试片中，两个试片的平均厚度差不应大于 2mm，这些尺寸应按照 GB/T 6342 来测量，试片厚可以通过重叠试片获得，但重叠的试片不应超过两片，重叠厚度不小于 20mm 且与各向异性的已知方向是同一方向。

5.2 均匀性

每一试片的密度与 10 个一组的试片平均密度的差别不超过 $\pm 10\%$ 。

5.3 试验期间的取向性

从成品中切割的试片应进行试验以便动态应力的方向与从成品中切割的材料的动态应力方向一致，如果不能保持一致，则在报告中应对成品中主要动态应力的方向与试验方向的关系加以说明。

5.4 数目

至少用 10 片试片进行试验。

6 预调节和试验条件

样品应在制造后 22h 以后进行试验。试验前，根据 GB/T 2918、GB/T 2491 或 HG/T 2867 试片至少应调节 16h。在出现争议情况时，同一批试片的试验条件应一致，最好选择温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $50\% \pm 5\%$ 。

样品应在制造 72h 后进行调节。除非供需双方同意，试验应在同一条件下进行。

7 试验步骤

7.1 总则

按 5.1 记录试片的原始厚度，按 GB/T 6343 测量每一片试片的密度，确保落锤在安全位置。

把试片放在仪器的垫板上，准备落锤冲击试片。按 7.2 和 7.3 所规定的以固定的预定速度和静应力每隔 $60s \pm 15s$ 冲击试片共 3 次。在第一次和第三次冲击时测量落锤的峰值减速度，每一片试片应用于静应力和冲击速度的惟一一次特殊结合中。试片受到 3 次冲击后，5min 后再测量其厚度。

7.2 冲击速度

使用相当于引力作用下从 250mm 和 750mm 自由落下的两种速度，也可使用从 1 250mm 处落下的高度。每一次冲击应满足 4.1 自由落体要求的 95%，不能满足此要求的任何冲击都应予以废弃。

7.3 静应力

对于每一次冲击速度，在供需双方同意的前提下应选择 5 个不同的静应力，这样的话，一个静应力就大约说明了冲击时最小的峰值减速度而其余 4 个静应力则在这个值上下，相当于约增加 10% 或 20% 的峰值减速度。对于特殊材料，所选择的静应力值数字可以减少到 2，相当于 +10% 的值，如果前面的试验已经表明，此次对比试验，观察到缓冲性能中的明显变化，则供需双方应同意以上这一点。

8 结果表示

8.1 永久变形

试片受到冲击以后的变形 (δ) 用一个分数表示，用式 (2) 计算：

$$\delta = \left(\frac{L_0 - L_v}{L_0} \right) \times 100 \quad \cdots \cdots (2)$$

式中： L_0 ——试片的原始厚度，单位为毫米 (mm)；

L_v ——试片受冲击后的厚度，单位为毫米 (mm)。

8.2 峰值减速度

峰值减速度改正值 a_c ，用自由落体标准加速度单位表示，按式 (3) 计算：

$$a_c = \frac{L_0}{L_s} \times \left(\frac{V_n}{V_a} \right) a_m \quad \cdots \cdots (3)$$

式中： L_0 ——试片的原始厚度，单位为毫米 (mm)；

L_s ——试片的标准参比厚度 (50mm)，单位为毫米 (mm)；

V_n ——公称速度，单位米每秒 (m/s)；

V_a ——实际速度，单位米每秒 (m/s)；

a_m ——测得峰值减速度，用自由落体标准加速度作单位。

9 试验报告

试验报告应包括以下条款：

- a) 参照本国家标准；
- b) 材料说明；
- c) 试验方法应考虑到原材料的已知各向异性；
- d) 试验条件，且对所使用的落锤试验机有一个简要的说明；
- e) 所使用的静应力、试片厚和相应的改正减速值；
- f) 冲击后的永久变形；
- g) 试片是否重叠；
- h) 下落数目及下落高度。

附 录 A

(标准的附录)

使用动态缓冲性能获得设计数据

对于怎样使用本标准规定的试验方法，本附录提供了指导。

A1 数据的表示

用此试验方法为设计获得的数据可以用以下方式表示：

A1.1 减速静应力图 (表)：在此图中，峰值减速度 a (m/s^2) 是对照静应力 σ_{ST} (kPa) 的描绘：

——符合 7.1 或 A2.5 的连续落在依照 A2.1 所给厚度的试片上的一个给定数和符合 7.2 或 A2.2 的冲击速度或相等落高。

——符合 A2.1 的所选不同厚度的试片数和符合 7.2 或 A2.2 的冲击速度或相等落高。

——符合 A2.1 所给厚度的试片和符合 7.2 或 A2.2 的一系列所选冲击速度或相等落高。

A1.2 缓冲图：它类似于减速静应力图 (见 A1.1)，而且对于测量的每一批，在静应力作用时的最大位移 ΔL_{max} (mm) 也描绘在同一图上，图 A1 就是一例缓冲图。

A1.3 动态压缩图： $\Delta L_{\text{max}}/\Delta L$ 。表示或用一个百分比表示的试片的相对压缩作用时，动态应力 σ_{DYN} (kPa) 在此图中也被描绘。图表标题应分别对试片的原始厚度 L_0 (mm) 的所选择的冲击速度或相等的落高加以说明。

A2 获得设计数据的试验要求

A2.1 试片尺寸的重要性

试片的尺寸 (和形状) 会影响到峰值减速度值，特别是对于有部分开孔海绵或主要是开孔海绵的试片来说。校正步骤不适应于厚度超出公差范围的样品。

选择用此方法的试片尺寸能减少尺寸的差别考虑到能接受的值为止。

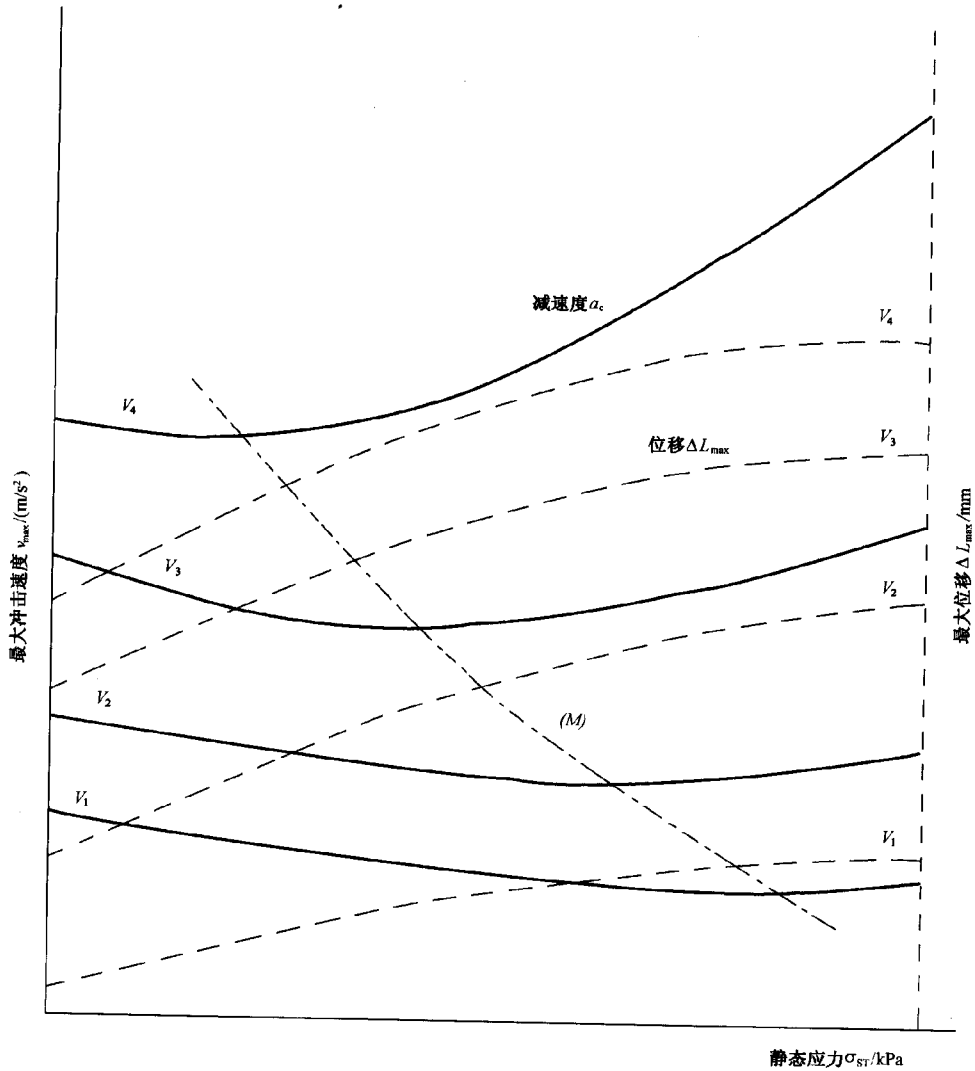


图 A1 缓冲图示例

注： V_1 、 V_2 、 V_3 和 V_4 是选定的冲击速度。

曲线 (M) 给出作为 σ_{ST} 函数的 a_{max} 最小值的偏差。

如果资料对设计有用，则所选择的厚度应表示成品。

假若在其他情形下要获得特殊多孔材料的全面的设计数据，除了或代替规定厚度 $50\text{mm} \pm 5\text{mm}$ 之外，应选择下列一种或多种厚度：10mm、 25mm、 50mm、 75mm、 100mm 和 125mm。

注：自由缓冲的动态缓冲性能不可以与限制缓冲的动态缓冲性能作比较。在包装应用中，峰值减速度可能会受到缓冲凹入、缓冲面和外部容器磨擦的影响。

A2.2 冲击速度或相等落高

为所规定试验方法选择的速度指适应于大多数使用情况并表明了低初始应变速度和高初始应变速度下多孔材料的性能差别。

依赖于最后使用来获得设计数据时,为了获得设计数据,应视最终应用情况而定。其他速度或相等落高是有必要的。对于本方法所说明的两种范围以外的速度来说,同一试验机性能应是相同的。

A2.3 静压力 σ_{ST}

设计的静应力的最可能范围是 0.5kPa 至 15kPa,这样就包含了代表缓冲材料的绝大多数多孔材料。建议对于此范围至少使用 6 个静应力。

A2.4 位移测量

对于符合 A1.2 和 A1.3 的设计数据的显示,要求有记录由于时间因素而发生的落锤位移或落锤减速度的装置。

A2.5 落下数目

据实际使用情况第一次和第三次落下的性能适合于绝大多数,在进行重复运送的分配系统中,需要对具有 5 次冲击的峰值减速度变化应给予充足的保护。这样的话,建议对第一次和第五次落下性能进行测量和报道或根据 A1.1 在减速静应力图表中展示说明第一次落下性能和相继四次落下性能的平均数的复杂数据。

A2.6 温度

设计时,要求有高于温度范围 -40°C 至 $+50^{\circ}\text{C}$ 的性能,适合的试验温度应从 ISO 3205 中所给的温度中选择,与试片有联系的试验仪器的零件应在这些温度时能不受损伤。

A2.7 湿度

对于需要在热带条件下进行的特殊多孔材料的性能的数据或在这些条件下暴露的成品,建议试验的温度为 $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $90\% \pm 5\%$ 。

注:在某些情况下,有必要增加调节时间以确保试片湿度的均匀分布。

第二十一章 纺织橡胶出品技术及相关标准

第一节 纺织橡胶制品技术

在纺织工业中，纺纱和织布需要大量的专用橡胶部件，例如，纺织橡胶皮圈、纺织皮辊胶管、只机皮结、缓冲皮圈、搓皮板、分割皮条、龙带、增速轮、自捻纺搓捻辊等。这些橡胶配件已成现代纺织工业不可缺少的重要组成部分。

一、纺纱橡胶皮圈

（一）皮圈的作用

纺纱橡胶皮圈常简称皮圈，它用于棉纺、毛纺、麻纺及绢纺等机台的牵伸，使成纱毛羽少，条干均匀光滑。

皮圈一般成对使用，分上皮圈和下皮圈。

（二）皮圈的分类

①按使用分类用粗纱皮圈、细纱皮圈和自捻纱皮圈。

②按所纺纤维品种不同分有棉纺皮圈、化纤纺皮圈、毛纺皮圈、麻纺皮圈和织纺皮圈。

（三）皮圈的结构和规格

（1）皮圈的结构 皮圈由内层、外层橡胶层和中间增强层三部分组成，如图 21-1 所示。

外层系橡胶层，纺纱时直接与纤维接触，要求滑爽、柔软、光洁，能很好地握持纤维。

内层系橡胶层，纺纱地与金属部件罗拉、销子接触，要求耐磨、光滑、不粘销，能正常运转。

增强层是在内、外橡胶层中间，它是由棉纤或化纤缠绕而成的螺旋层，其作用是使皮圈保持固定的内径，为此要求缠绕线强力高，伸长小，粗细均匀。

（2）皮圈的规格尺寸 皮圈的规格尺寸见表 21-1，其尺寸允许公差见表 21-2。

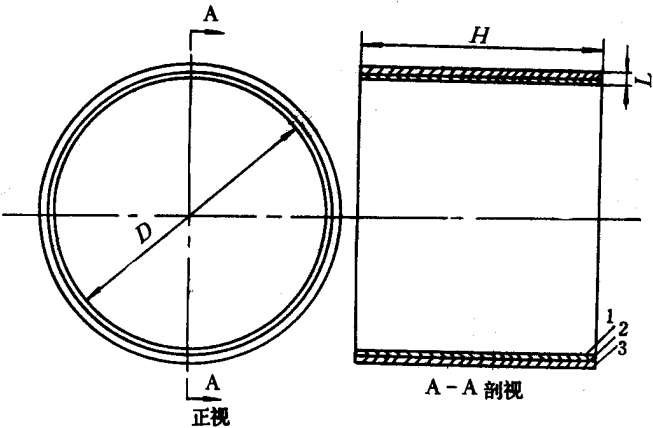


图 21-1 橡胶皮圈的结构
1—内层；2—增强层；3—外层
 D —内径； H —宽度； L —厚度

表 21-1 皮圈的规格尺寸/mm

名 称	类 别	规格尺寸	备 注
内径 d	上圈以 0.25 分档 下圈以 1 分档	29 ~ 38 51, 80 ~ 84, 90.5, 105	1. 标记方法：内径×壁厚×宽度（ $d \times b \times L$ ） 2. 毛坯厚度：毛坯厚度等于成品厚度加上 0.25 ~ 0.40mm
壁厚 b	上圈以 0.05 分档 下圈以 0.05 分档	0.08 ~ 1.00 0.90 ~ 1.25	
宽度 L	以 0.5 分档 以 1 分档	24 ~ 24.5 25 ~ 44	

表 21-2 皮圈规格尺寸的允许公差/mm

名 称			尺寸允许公差
成品	壁厚		± 0.02
	宽度		+ 0 - 0.5
	周长	内径 38mm 以下	0.5
		内径 38mm 以上	0.75

（四）皮圈的配方

（1）皮圈配方的设计原则 目前，橡胶皮圈配方设计是以改善绕花性能、提高纺纱质量、解决皮圈表面龟裂、延长使用寿命为重点。因此设计皮圈配方应掌握下述两点原则。

①胶料应有一定的表面摩擦系数、弹性、硬度及抗静电性能，以满足纺纱质量要

求。

②胶料应耐老化、耐屈挠、耐磨、耐油和有适当的强度，以使制品获得较长的使用寿命。

(2) 皮圈配方原材料的选择

①胶种的选择 目前纺织牵伸皮圈基本上都是选用丁腈橡胶，因为丁腈橡胶是橡胶中极性较大的品种，表面电阻和体积电阻低，导电性能好，不易产生静电积聚，能防止纺纱过程中产生绕花现象。为了防止工艺操作困难，提高弹性和耐寒性，一般都是选用中等丙烯腈含量的丁腈橡胶。单用丁腈橡胶，制品不耐臭氧老化，易发生屈挠龟裂现象，使用寿命短，因此通常多采用丁腈橡胶与其它聚合物并用。例如与聚氯乙烯、氯醋树脂或氯磺化聚乙烯并用。

丁腈橡胶与聚氯乙烯或氯醋树脂并用时，树脂用量一般在 40 份以内，用量高时应当减少填充剂的量，否则，制品耐寒性差，工艺操作困难。

胶料的含胶率应控制在 50% 左右，含胶率过低皮圈柔软性差，不耐屈挠，在纺纱工艺过程中不能充分握持纤维，影响纺纱质量。

②硫化体系的选择 可选用通常的硫黄硫化体系。为了提高耐老化性能也可选用低硫黄、高促进剂用量的硫化体系。在橡胶与树脂并用的配方中，可增加硫黄和促进剂的用量，以减少压缩变形，提高低温下的弹性，但应注意用量过高胶料会产生喷霜现象。

③填充补强体系的选择 为了防止污染，一般不选用炭黑，而是选择白色填充补强剂，例如白炭黑、钛白粉、碳酸钙、陶土等。其中白炭黑补强效果最好，用量为 30 ~ 50 份，但应注意由于白炭黑品种、产地不同，其性能差别很大。白炭黑有迟延硫化作用，所以配方中须加强硫化促进体系或者使用一定量的活性剂二甘醇等。

碳酸钙、钛白粉、立德粉等填充剂可使制品细洁、柔软并降低成本。

④其它配合剂的选择 增塑剂应根据制品性能与工艺要求适当选择，通常多用酯类增塑剂，用量在 8 ~ 15 份左右。

防老剂可选用耐老化优异的胺类防老剂 A、D、4010 等，但该类防老剂有污染性，制品易变色，因此，通常多选用非污染性的酚类防老剂 264、SP 等。

在丁腈橡胶与氯醋树脂或聚氯乙烯并用的配方中，由于氯醋树脂和聚氯乙烯在加工过程中易产生热分解，所以需采用热稳定剂。通常热稳定剂多选用硬脂酸钡、硬脂酸镉、月桂酸二丁基锡等，但不宜选用铅类稳定剂，因为该类稳定剂会产生严重的硫化污染，使制品变色，降低性能。稳定剂一般以多种并用为好，用量在 1 ~ 1.5 份左右。

为了提高制品的性能，改善混炼工艺，可以使用偶联剂，例如偶联剂 Si-69、HK-550 等，其用量为 1 ~ 3 份。

此外，为了改善抗静电性能，提高皮圈耐绕花性，可适当地选用一些抗静电剂，例如抗静电剂 SN、PES 等。

(3) 皮圈的实用参考配方 橡胶牵伸皮圈实用参考配方如表 21-3 所示。

表 21-3 皮圈的实用参考配方

原材料名称	配方编号		1		2		3	
	外层	内层	外层	内层	外层	内层	外层	内层
丁腈橡胶-26	100	100	100	100	100	100		
氯醋树脂	40	40	30	35	25	35		
不溶性硫黄	0.6	0.6	2.75	2.75	2.5	3		
氯化锌	5	5	5	5	5	8		
促进剂 DM	1.5	1.5	1.75	1.75	2.0	2.5		
促进剂 D		0.5	0.5					
促进剂 TT	1.8	1.8						
硬脂酸	1.0	1.0	1.5	1.5	1.5	1.5		
防老剂 D	1.0	1.0	1.8	1.8	2	2		
防老剂 264	1.5	1.5						
钛白粉	5	5	5	5	5	5		
白炭黑	40	42	50	50	50	50		
邻苯二甲酸二丁酯		3	4	10	5			
邻苯二甲酸二辛酯	6.5	8						
月桂酸二丁基锡		1	1					
硬脂酸锡	1.5	1.5		1	1			
硬脂酸钡	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5		
磷酸三甲酚酯		9	3					
偶联剂 Si-69	2	3		3				
乙炔炭黑			0.15	0.025				
酞菁蓝			0.25	0.1	0.3	0.2		
酞菁绿	0.2							
永固黄		1.5						
二甘醇					1.5	1		
聚乙二醇	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5		

(五) 皮圈的制造工艺

(1) 皮圈的生产工艺流程 皮圈的生产工艺流程如图 21-2 所示。

(2) 生产工艺要点

①原材料的准备 皮圈系薄壁管状制品，其表面光洁度要求又非常高，所以各种配合剂应进行干燥过筛，其中白炭黑、钛白粉选用 120 目筛网，氧化锌、硫黄选用 100 目筛网。

②炼胶工艺 丁腈橡胶塑炼在开炼机上进行，塑炼时辊温应尽量低，最好控制在 40℃ 以下。此外，辊距应小，一次塑炼容量也应低于天然橡胶。塑炼需分 2~3 段进行，每段中间的停放时间应在 12h 以上。

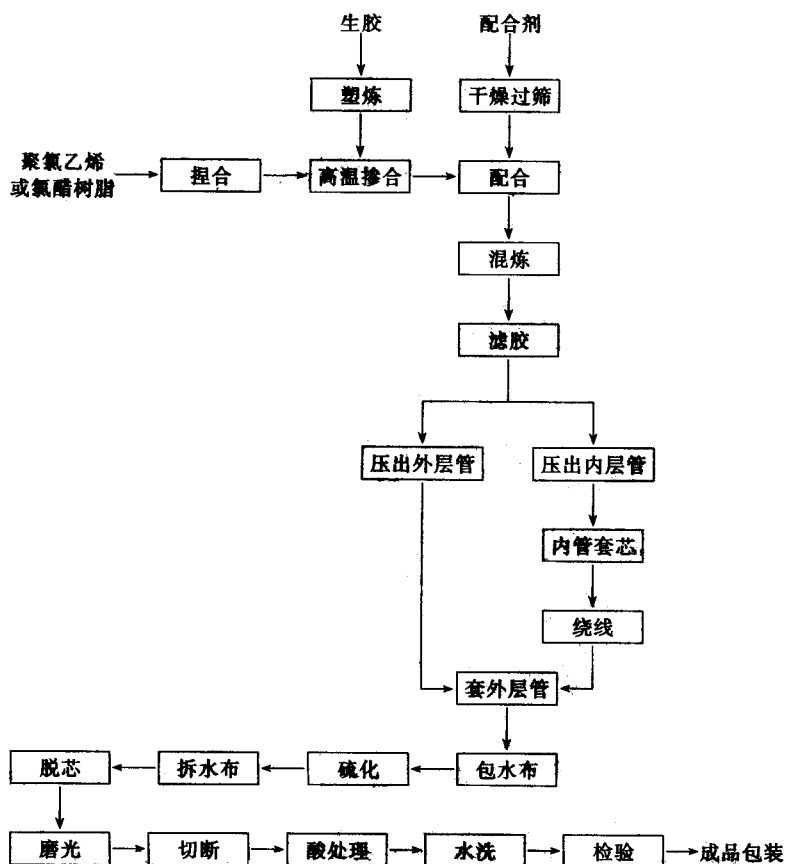


图 21-2 皮圈生产工艺流程图

聚氯乙烯或氯醋树脂在与丁腈橡胶掺合以前应预先进行捏合，以便使其达到一定的膨润程度，更有利于以后与橡胶的掺合和混炼。捏合在捏合机中进行，通常可选用 Z 型捏合机将聚氯乙烯（或氯醋树脂）、增塑剂、热稳定剂，在 $80 \sim 90^{\circ}\text{C}$ 的温度下捏合 30min。

丁腈橡胶与捏合好的聚氯乙烯或氯醋树脂的掺合应在高温炼胶机上进行，否则会掺合不均，制品性能低劣。在开放式高温炼胶机上掺合时，其辊温为 150°C 左右，辊距 $2 \sim 3\text{mm}$ ，掺合均匀后再在 0.5mm 的辊距下薄通 5 次至胶片均匀透明为止。检查掺合是否合格，简易方法是取一片掺合料用手拉薄，用眼观察，如果薄片透明又没有白点说明掺合已合乎要求。

掺合好的胶料通过配合就可以混炼。混炼可按通常的工艺进行，但是由于丁腈橡胶不易包辊，吃粉料慢，混炼生热大，所以一般混炼多选用中小型、低转速的开放式炼胶机，并采用小容量、小辊距、吃粉不开刀、前辊温度较后辊低等措施。如果吃粉时开

刀, 粉料易压成碎片, 会造成分散不均, 如果辊温超过 65°C , 易产生脱辊现象。

③压出工艺 包括滤胶、压出内层管和外层管两道工序。

滤胶可采用一般的压出机中专用的滤胶机。滤网用叠加在一起的三层滤网, 其目数分别为 10、36、60, 此外, 也可采用五层滤网。过滤时应控制好机头温度, 通常以出料光滑、无焦烧现象为原则。

胶管压出很重要的一项是控制好压出胶管半成品的尺寸, 然而由于压出时胶管会产生膨用, 因此确定膨用率对口型设计和正确掌握半成品规格是非常重要的。影响膨胀率的因素很多, 其中有胶料配方、可塑性、压出温度及压出速度等, 因此, 膨胀率通常是由实际生产来确定的。确定出膨胀率后就可以设计出机头口型尺寸, 现举出压出半成品规格与口型尺寸关系参考例, 见表 21-4。

表 21-4 压出半成品规格与口型尺寸的关系/mm

半成品规格 (直径)	外模口型 (直径)	半成品规格 (直径)	外模口型 (直径)
27 ~ 28.5	22	33 ~ 33.25	27
29 ~ 30	23	33.5 ~ 34.5	28
30.5 ~ 31.5	25	35 ~ 35.5	29
31.675 ~ 32.5	26	36 ~ 36.5	30

注: 1. 内芯固定, 小头端直径 22mm, 大头端直径 31mm。

2. 配方见表 21-2 配方 2。

为了保证胶管的压出质量, 应控制好压出机各部分的温度, 一般机身为 $30 \sim 50^{\circ}\text{C}$, 机头为 $65 \sim 90^{\circ}\text{C}$, 口型为 $90 \sim 100^{\circ}\text{C}$ 。

④成型工艺 由于皮圈的制造是先制成长形管, 硫化后再切割成一定规格的皮肤圈, 所以成型是按胶管的制造工艺来进行的。首先在一定规格的芯棒上套上内层管, 再在内层管上螺旋地缠绕上增强线, 最后套上外层管, 成型好的半成品如图 21-3 所示。

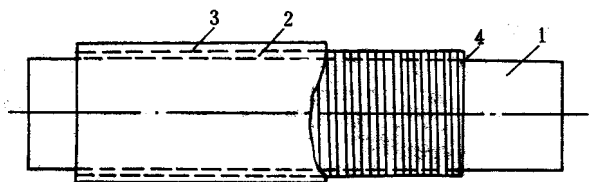


图 21-3 成型后胶管的结构

1—芯棒; 2—内层管; 3—外层管; 4—增强线

套管用的芯棒表面光洁度要求达到 $\nabla 8$, 其外径公差为 $\pm 0.01\text{mm}$ 。

缠绕增强线是利用专门的缠绕机, 其缠绕示意图见图 21-4。

增强线应经过盛有苯 (或邻苯二甲酸二丁酯) 的溶剂槽, 浸透苯液再缠绕在内层管

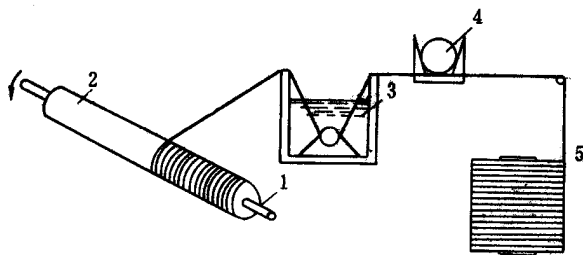


图 21-4 缠绕增强线示意图

1—芯棒；2—内层管；3—溶剂槽；4—张力弹子；5—增强线

上，以保证增强线与橡胶紧密粘结在一起。增强线的密度应分布均匀，线距一般为 0.8mm 左右。为了防止增强线松弛，缠绕时应预先给增强线施加适当的张力，这种预张力应予合理调节，以防止增强线嵌入内层胶产生横向皱纹。

套内层管和外层管通常都是由手、利用压缩空气适当扩张胶管坯来完成。套外层管时应注意不得使增强线位移，同时也要避免在压缩空气中的水分、油污污染造成内外层之间脱层。套内层管和_outer管的另一种办法是利用丁字机头，将胶管直接由压机压出在芯棒上，这样既可提高生产效率，又能保证成型质量。

⑤ 硫化工艺 硫化是按通常的工艺方法，首先将成型好的胶管由包布机或手工缠上水包布，然后整齐地排列在专用支架上送入硫化罐，进行直接蒸汽硫化。硫化时为了保证硫化罐内温度，应及时排放冷凝水。

⑥ 成品的精加工 硫化好的胶管首先拆去水布，由压缩空气脱芯，然后再经过磨砺、切割、酸处理等若干工序进行精加工。

磨砺 磨砺使用的是专门的磨床，通常用 MG39、M120 等型号。磨砺时各种规格的胶管都应套在相应的标准芯模上，其芯模的精度要求很高，既芯模两端中心孔对外圆同心度偏差应等于或小于 0.005mm（见图 21-5）。

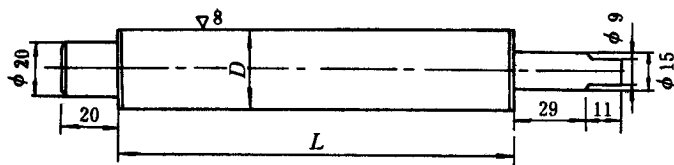


图 21-5 皮圈标准模芯

D —直径； L —长度

磨砺工艺条件的选择与外管胶的弹性、硬度、耐磨性及摩擦升热有密切的关系。一般采用的工艺参数如下：

砂轮转速	1800 ~ 1900r/min
工作物转速	300 ~ 400r/min

砂轮粒度 60~80 粒（氧化铝或碳化硅）

磨砺时磨砺胶管与砂轮的转动应同时向内逆向转动，这样可有利于磨屑的排除，降低磨砺阻力，减少摩擦生热，提高磨光效率。

切割 磨光后的胶管套在专用的切割芯模上，利用专用的刀架，按棉纺部门要求的规格将胶管切断成一定宽度的单只皮圈，其胶管切割如图 21-6。

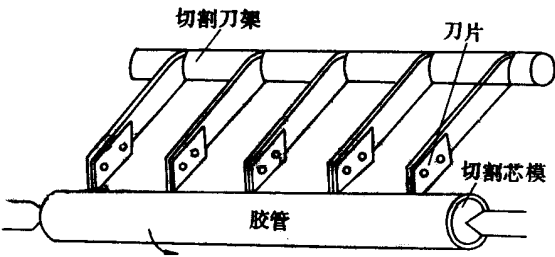


图 21-6 胶管的切割

酸处理 切割好的皮圈需经酸处理。其目的是使橡胶表面起氧化交联作用，降低橡胶的粘附性，使其清爽，减少摩擦系数，以适应纺纱工艺的需要。

酸处理液的配方是：盐酸 1.2kg；漂白粉 1kg，水 60kg。配制时首先将漂白粉用少量的水调匀，再添加其余的水，最后加入盐酸搅拌均匀，用盖盖紧备用。

酸处理的操作首先是将皮圈用肥皂水清洗干净，再用清水过清后浸入酸液中处理 2~4min，此后取出，用清水过清，最后放入 95℃左右的烘干箱内烘干。酸处理时间应适当控制，以使皮圈具有一定的摩擦系数，手推皮圈时感到清爽为准。但处理时间不易过长，否则会造成皮圈表面龟裂，影响使用寿命。此外，关于皮圈的处理还可用苯酚、有机硅氧烷、次氯酸叔丁酯以及利用紫外线进行处理等。

（六）皮圈质量问题及解决办法

橡胶皮圈常见质量问题及解决办法如表 21-5 所示。

表 21-5 橡胶皮圈质量问题及解决办法

质量问题	产生原因	解决办法
脱层	1. 内、外胶层之间有油、水、隔离剂 2. 绕线溶剂未干 3. 空气未排除 4. 内、外层胶粘着，流动性差	1. 排除压缩空气中的油、水，成型时应避免手汗及隔离剂沾到内、外层胶之间 2. 待溶剂晾干后再套外管 3. 改进包布操作 4. 改进配方
包扎印痕打磨不掉	1. 包布操作不当 2. 压出胶管过薄	1. 改进包布操作 2. 调整胶管压出厚度

续表

质量问题	产生原因	解决办法
	3. 水布中夹有线丝垃圾	3. 保持水布清洁
表面凹瘪及露线	1. 成型芯棒或标准芯模损坏 2. 磨砺时夹入垃圾 3. 内层胶太厚 4. 磨砺过薄	1. 更换芯棒或芯模 2. 保持胶管内壁清洁 3. 降低内层胶厚度 4. 检查厚度，加以纠正
杂质、砂眼	1. 杂质混入胶料 2. 配合剂中有粗粒 3. 配合剂结块，不能均匀分散	1. 防止杂质混入 2. 配合剂过筛 3. 改进混炼操作，防止白炭黑分散不均
内层、凸凹不平	1. 成型棒损坏 2. 杂质夹入内层管	1. 更换芯棒 2. 防止杂质混入
皮圈周长过大	1. 增强线质量不好 2. 绕线张力太小	1. 提高增强线质量 2. 适当调整张力

二、纺织皮辊

（一）皮辊的作用

皮辊在纺纱工艺中主要起牵伸作用，它与金属下罗拉组成牵伸罗拉，随下罗拉转动，使须条进行牵伸。皮辊富有弹性，能很好的控制纤维，稳定牵伸，有利于提高成纱质量。

（二）皮辊的分类

- ①按工序用途分 并条皮辊、精梳皮辊、粗纱皮辊和细纱皮辊。
- ②按所纺纤维分 棉纺皮辊、化纤皮辊、毛纺皮辊、麻纺皮辊和织纺皮辊。
- ③按皮辊结构形式分 固定式皮辊、活套式皮辊及轴承式皮辊。

（三）皮辊用胶管的规格尺寸

皮辊是由铁芯、铁壳和外包物（皮辊胶管）组成。我国国内橡胶厂家一般只制造纺织皮辊胶管，尔后由纺织厂家再将胶管加工成皮辊，因此仅列出各种皮辊胶管的结构和基本尺寸，分别如图 21-7 和表 21-6~表 21-9 所示。

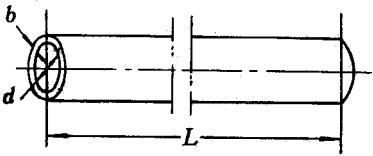


图 21-7 纺织皮辊胶管原结构

L —长度； d —内径； b —壁厚

表 21-6 棉纺皮辊胶管的基本尺寸/mm

名称	长度 L (允许公差 $^{+5}_{-0}$)	内径×壁厚 ($d \times b$) (内径允许公差 $^{+0.10}_{-0.20}$, 壁厚允许公差 $^{+0.20}_{-0}$)				
并条皮辊胶管	420	18×6.0	19×6.0	20×6.0	21×6.0	22×6.0
		18×6.5	19×6.5	20×6.5	21×7.0	22×7.0
		18×7.0	19×7.0	20×7.0	21×8.0	22×8.0
	440	18×7.5	19×7.5	20×7.5	21×9.0	22×9.0
		18×10	19×10	20×10	21×10	22×10
	840	18×11	19×11	20×11	21×11	22×11
		18×12	19×12	20×12	21×12	22×12
	880	18×13	19×13	20×13	21×13	22×13
粗纱皮辊胶管	500	18×14	19×14	20×14	21×14	22×14
		15×6.0	16×6.0	17×6.0	18×5.5	19×5.5
		15×6.5	16×6.5	17×6.5	18×6.0	19×6.0
		15×7.0	16×7.0	17×7.0	18×6.5	19×6.5
		15×7.5	16×7.5	17×7.5	18×7.0	19×7.0
	1000	15×8.0	16×8.0	17×8.0	18×7.5	19×7.5
		15×9.0	16×9.0	17×9.0	18×8.0	19×8.0
		15×10	16×10	17×10	18×9.0	19×9.0
细纱皮辊胶管	500	15×11	16×11	17×11	18×10	19×10
		13×6.0	14×6.0	15×5.5	16×5.5	17×5.0
		13×6.5	14×6.5	15×6.0	16×6.0	17×5.5
	1000	13×7.0	14×7.0	15×6.5	16×6.5	17×6.0
		13×7.5	14×7.5	15×7.0	16×7.0	17×6.5
精梳皮辊胶管	根据用户要求	13×8.0	14×8.0	15×7.5	16×7.5	17×7.0
		15×4.5	16×4.0	24×4.0		
		15×5.0	16×4.5	24×5.0		
		15×5.5	16×5.0			
		15×6.0	16×5.5			

表 21-7 毛纺皮辊胶管的基本尺寸/mm

长度 L (允许公差 $^{+5}_{-0}$)	内径 $\times$ 壁厚 ($d\times b$) (内径允许公差 ± 0.2 , 壁厚允许公差 ± 0.2)					
1000	22 $\times$ 5.5	31 $\times$ 8.0	33 $\times$ 7.5	45 $\times$ 7.0	54 $\times$ 12	70 $\times$ 10.5
	22 $\times$ 6.0	31 $\times$ 9.0	33 $\times$ 8.0	45 $\times$ 8.0	54 $\times$ 15	72 $\times$ 8
	22 $\times$ 6.5	32 $\times$ 9.0	34 $\times$ 6.0	45 $\times$ 10	58 $\times$ 8	88 $\times$ 9
	24 $\times$ 7.0	32 $\times$ 10	34 $\times$ 7.0	50 $\times$ 6.0	61 $\times$ 15	
		32 $\times$ 12	36 $\times$ 6.0	50 $\times$ 12.5		

表 21-8 模压毛纺皮辊胶管的基本尺寸/mm

内径	外径	长度	内径	外径	长度	内径	外径	长度	内径	外径	长度
20	68	120	43	68	100	51	67	53	69	86	39
22	86	40	44	75	54	51	67	85	80	170	20
30	58	80	45	62	32	53	63	51	110	128	28
32	58	80	46	64	35	54	65	39	110	170	20
33	48	31	47	135	45	55	83	220	140	166	15
35	42	55	48	59	46	56	80	220	165	200	15
37	49	43	49	65	36	58	80	200	170	200	20
40	55	35	50	70	40	59	48	46	202	226	60
41	69	50	50	84	40	60	123	46			

表 21-9 麻纺、绢纺皮辊胶管的基本尺寸/mm

麻 纺 胶 管		绢 纺 胶 管	
型 号	规 格	型 号	规 格
C261-1200-1	$\phi 235\times 215\times 140$	细纱胶辊	$\phi 63\times 32\times 25$
C262-1600-1	$\phi 220\times 200\times 60$	延展胶辊	$\phi 80\times 200$
C263-1600-1	$\phi 220\times 200\times 40$	延绞胶辊	$\phi 58\times 82$
C271-1600-1	$\phi 225\times 200\times 90$	粗纱胶辊	$\phi 75\times 42$

(四) 皮辊胶管的配方设计

(1) 皮辊胶管配方的设计原则

- ①应具有高弹性，以便能有效地握持纤维，进行良好的牵伸。
- ②硬度应适当，以获得优异的纺纱质量。
- ③应有一定的摩擦系数，以便有效地控制纤维。胶辊的静摩擦系数一般在 0.36 ~ 0.5 之间为宜。
- ④应有良好的导电性，以防止静电积聚而绕纤维。
- ⑤应具有吸湿和放湿性能，以求能适应一定范围内的湿度变化，达到纺纱要求，不

绕纤维。

⑥应具有良好的磨砺性能，即皮辊制成后，表面光洁，无毛刺，无粘涩现象，不绕纤维。

⑦应具有耐磨、耐老化、耐油等性能，以便提高皮辊的使用寿命。

(2) 皮辊胶管配方原材料的选择

①橡胶的选择 通常是选用丁腈橡胶，因为该种橡胶极性大，表面电阻和体积电阻低，在纺织牵伸过程中不易产生静电积累。此外，丁腈橡胶耐油、耐磨，表面易进行处理，表面状态好、滑爽，所以是制造纺织皮辊胶管较好的胶种。

为了提高丁腈橡胶的耐老化、耐龟裂性能，丁腈橡胶可与氯磺化聚乙烯、聚氯乙烯、氯醋树脂等并用。另外，为了改善皮辊的纺纱质量和延长使用寿命，还可与丁吡橡胶、氯醇橡胶、顺丁橡胶、硅橡胶并用。

②明胶的使用 明胶是用动物的皮或骨经熬煮而得的蛋白质，为无色或淡黄色透明或半透明的薄片或粉粒。并用该种材料具有优异的抗压缩变形、抗静电性能，使制品表面光洁并具有吸湿和放湿性能，因此，在制造纺织皮辊中明胶也是一种重要的原材料。

明胶用量一般不宜少于 25 份，最宜用量为 40~50 份，用量过少时对改善绕花性能不起作用，用量过大胶料较硬，对制品物性产生不良影响。

③硫化体系的选择 在配有大量明胶的配方中通常使用较多量的硫黄 以获得必要的硬度和其它物性，用量大约在 8 份左右。

当制造硬度较高的皮辊时，由于胶料很硬，在加工过程中易生热而产生焦烧，所以还应适当选用防焦剂。例如：水杨酸、安息香酸或防焦剂 CTP 等。

④其它配合剂的选择 填充补强剂、防老剂、增塑剂、抗静电剂以及稳定剂等等的选择可参看橡胶皮圈部分。

(3) 皮辊胶管实用参考配方

表 21-10 为皮辊胶管实用参考配方。

表 21-10 皮辊胶管实用参考配方/质量份

配方编号	1	2	3	4	5
原材料名称					
丁腈橡胶-26	100	100	100	100	100
明胶	35	50	35		
硫黄	7.5	9	8	10	3
氧化锌	10	10	8	10	5
氧化镁	10	10	10	10	
硬脂酸	0.25		1	1	
促进剂 CZ			2		
促进剂 DM					2

续表

配方编号	1	2	3	4	5
原材料名称					
促进剂 M					1
防老剂 D	1.5			1.5	1.5
白炭黑	15		20	45	30
碳酸钙			1	8	20
酚醛树脂				5	
钛白粉	20	20	15	20	10
邻苯二甲酸二辛酯	5				
抗静电剂 SN	1.5		1.5	2	
邻苯二甲酸二丁酯	10	5	10	5	10
水杨酸	1		1		
氧化铁红			0.4		
酞菁蓝	0.5	0.5			0.1
柠檬铬黄				0.5	

(五) 皮辊胶管的制造工艺

(1) 皮辊胶管的生产工艺流程 皮辊胶管的生产工艺流程如图 21-8 所示。

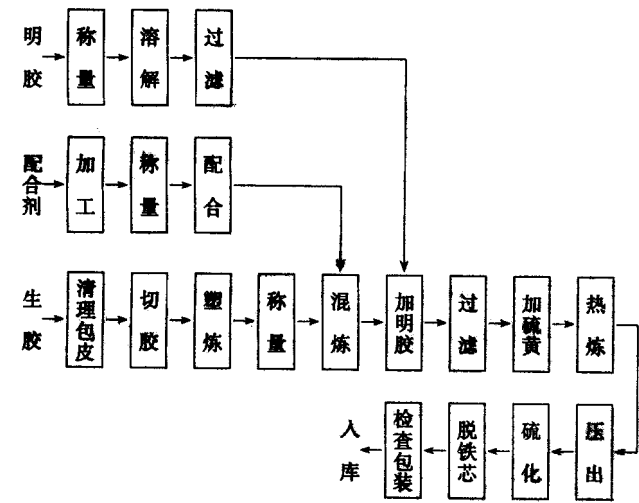


图 21-8 纺织皮辊胶管生产工艺流程

(2) 生产工艺要点

①原材料的准备 因为明胶不能直接加入混炼胶中进行混炼，所以必须事先配成水溶液，其配制方法是加水加入明胶中蒸煮溶解均匀，然后用 80 目筛过滤，水的用量通常为明胶的 1.2~1.5 倍。另外，为了使明胶分散均匀，便于混炼操作，明胶的预处理可采取另一种方法，即先将明胶制成 20%~40% 的水溶液，然后进行纺丝并通过 20℃

的硫酸铝饱和水溶液凝固，再经水洗、干燥、粉碎、制成粒径为 0.3 ~ 0.5mm 的粉末，加 20% 的水膨胀后使用。

其它配合剂的准备工作可参看皮圈部分。

②混炼工艺 应按丁腈橡胶塑炼→混炼→加明胶→过滤→加硫黄的顺序进行。该工艺中的难点是如何使明胶在混炼胶中分散均匀，也就是说，明胶的水溶液既要均匀地分散在混炼胶中，而水分又要蒸发掉。如果明胶水溶液在混炼胶中还未达到分散均匀水分就蒸发掉，则会产生结团现象，使混炼不均。具体加明胶的方法是在加明胶之前首先将辊筒通入热蒸汽，使辊温升到 80 ~ 90℃，调辊距到 4 ~ 6mm，加入已混炼好的混炼胶压几次，再把辊距调到 3mm，这时在堆积胶与包辊胶中间逐渐地将少量明胶溶液慢慢地均匀加入，并根据具体情况适当放大辊距，当明胶溶液均匀加完后，应等到水分逐渐蒸发掉才停止混炼。此外，各车料之间应清理料盘，凡挤出挡板外的干胶及料盘角落的干胶，均不得扫入料内，应另行处理。

加完明胶后的混炼胶停放一段时间，经挤出机过滤后再加入硫黄。

③成型工艺 皮辊胶管是由挤出机通过压出法成型。压出机的口型尺寸是按半成品压出规格，根据不同配方的膨胀率，由实际试验确定。

压出的管坯停放 12h 后，内壁涂上滑石粉，仔细的套在铁芯上，然后用手在管壁上舒展一下，使管坯在铁芯上松紧一致，最后用 21^s/2 × 2 或 21^s/3 × 3 规格的细布作为水布，浸上水，包布紧实。包布可采用三辊筒包布机，也可用手工包布。

④硫化工艺 成型好的皮辊胶管放在台架车上，送入硫化罐由直接蒸汽硫化。硫化工艺一般采用低温长时间硫化。

(六) 皮辊胶管的质量问题及解决办法

皮辊胶管的质量问题及解决办法如表 21 - 11 所示。

表 21 - 11 皮辊胶管的质量问题及解决办法

质量问题	产生原因	解 决 办 法
杂质、砂眼	1. 杂质混入胶料 2. 配合剂中有粗粒 3. 明胶等配合剂分散不均，有结块现象	1. 注意环境卫生，清除杂质 2. 配合剂过滤 3. 改善混炼工艺
胶管内径不圆	1. 铁芯不圆 2. 坯管内径太大	1. 更换铁芯 2. 调整口型尺寸
胶管两端塌头	1. 硫化时管坯在支架上放置不当 2. 胶管套芯不正，致使铁芯两端留出的长短不一	1. 进罐硫化时，检查管壁是否压着支架 2. 铁芯两端应按规定留出一定长度

三、纺织皮结

（一）结构和性能要求

纺织皮结也叫做纺织胶布皮结，它是一种用于纺织布机投梭的胶布层压制品。纺织皮结由皮结身体和立仁两部分组成，其结构如图 21-9 所示。

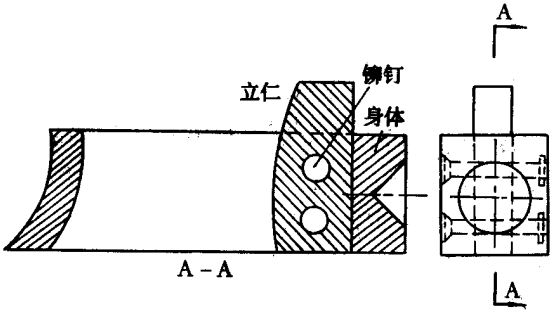


图 21-9 纺织皮结结构

皮结是织机投梭机构的重要部件，织造过程中它直接承受梭子及打梭棒的高冲击力作用，因此要求皮结耐冲击、耐断裂、耐磨、耐热、清爽、缓冲性能好、具有适度的弹性和硬度。

（二）骨架材料

皮结的骨架材料一般是选用 28×36 ($21\frac{5}{8} \times 8$) 帆布。为了降低皮结的摩擦系数，减小生热，使其表面光洁、清爽，皮结的表面一般还需贴一层涂胶浆的细布或府绸。

（三）胶浆配方

为了满足皮结耐冲击、耐磨、耐热和富有高强韧性，目前多采用丁腈橡胶/酚醛树脂胶浆。皮结身体胶浆的一般树脂用量为 50 份左右，而立仁部分在 70 份以上。因为硫黄不能固化酚醛树脂，所以还必须配入酚醛树脂固化剂，即促进剂 H，其用量为树脂用量的 10% ~ 15%。此外，在胶浆配方中还可加适量的润滑剂，例如，加入低分子量聚乙烯，该润滑剂在皮结使用过程中能充分润滑，从而减少摩擦，降低磨耗，提高使用寿命。

纺织皮结用胶浆配方实例如表 21-12 所示。

表 21-12 丁腈橡胶皮结用胶浆配方举例/质量份

原材料名称	配 方 1		配 方 2	
	身 体	立 仁	身 体	立仁
丁腈橡胶	100	100	100	100

续表

原材料名称	配 方 1		配 方 2	
	身 体	立 仁	身 体	立仁
2123 酚醛树脂	50	100	50	70
硫黄	2.8	2.8	2.5	2.5
氧化锌	10	10	10	10
促进剂 DM	1.1	1.1	1	1
促进剂 M		1	1	
促进剂 H	4	8	5	7.5
防老剂 D	1.2	1.2		
硬脂酸	1.8	1.2	2.5	2.5
白炭黑	50	100		
邻苯二甲酸二丁酯	4	5	8	10
低分子量聚乙烯	3	3		

(四) 纺织皮结的制造工艺

(1) 生产工艺流程 纺织皮结的生产工艺流程如图 21 - 10 所示。

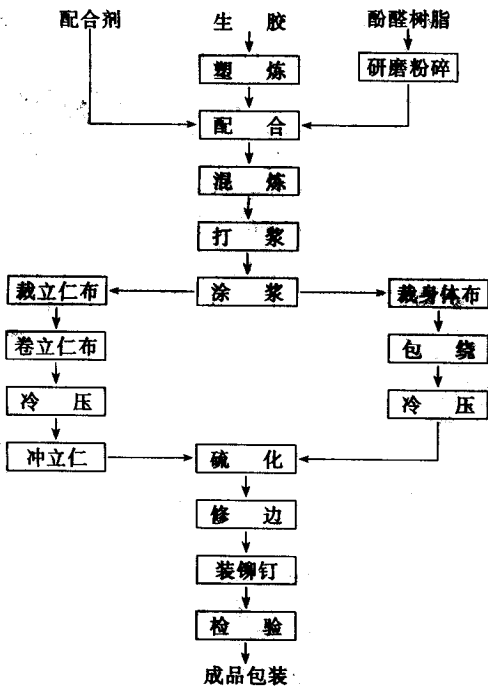


图 21 - 10 纺织皮结生产工艺流程

(2) 生产工艺要点

①混炼 混炼时的加药顺序：丁腈橡胶包辊→小药→增塑剂→填充补强剂→酚醛树

脂→硫黄。加入酚醛树脂时应关闭冷却水，提高混炼温度使树脂熔化，以便在橡胶中均匀分散。混炼时间不易太长，以防止胶料焦烧使溶解度下降。

②胶浆制备 制胶浆所需溶剂为混合溶剂，其配比为苯：丙酮：乙醇 = 85:10:5。胶浆浓度通常为 25% ~ 35%，其配比为干胶：混合溶剂 = 1: (1.7 ~ 2.7)。

制浆时将混炼胶片与一定比例的溶剂混合，在搅拌机内先浸泡溶胀，然后搅拌均匀即可。为了提高打浆效率和减少溶剂损失，可先加 $1/2 \sim 2/3$ 的溶剂，切碎的胶片分批投入，缓慢搅拌。待胶片溶胀均匀后，再加入其余溶剂，快速搅匀。

③涂浆 涂浆通常由卧式涂浆机来完成，该涂浆机由上浆、干燥、卷布三部分组成。在无条件的情况下，帆布的涂浆可用毛刷手工涂浆。胶布的附胶量应控制在胶布总重量的 35% 左右。为了便于控制附胶量，一般采用多次上浆，这样既可提高布层的粘结力，又能使胶浆渗透到帆布中去，且涂浆均匀，产品质量高。

④成型 皮结的成型由裁布、包绕、冷压等工序组成。

裁布 胶布首先按规格要求沿布的径向裁成一定宽度的长条。以棉纺为例，阔幅布机用皮结身体，以 $21^S/8 \times 8$ 胶布裁成 32.5mm，或以 $21^S/2 \times 2$ 胶布裁成 32mm；普通布机用皮结身体，以 $21^S/8 \times 8$ 胶布裁成 34mm，或者以 $21^S/2 \times 2$ 胶布裁成 33.5mm。立仁胶布按横向裁成 400mm。裁好的胶布应严格保持清洁，防止落地弄脏或受潮。

包绕 皮结身体的成型是用包绕机或手工将胶布长条按规定层数包绕在芯板上，最后取下芯板，在表面贴上一层细胶布，其包绕原理如图 21-11 所示。绕好的半成品应紧密、整齐，如图 21-12 所示。

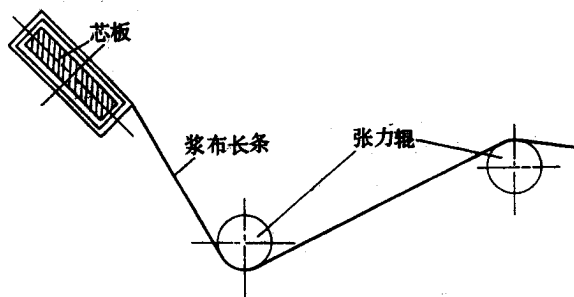


图 21-11 包绕装置工作原理

因皮结的头部较厚，还需填以补布，补布的包绕方式有三种。如图 21-13 (a)、(b)、(c) 所示。

立仁的包绕是将胶布包卷成环形即可，见图 21-14。

冷压 是皮结成型最后一道工序，皮结身体的冷压成型是在三面加压的压机上进行，其操作原理及模具的组合见图 21-15。

立仁的冷压可利用平板压力机将其压成矩形，如图 21-16 所示。此外也可利用辊

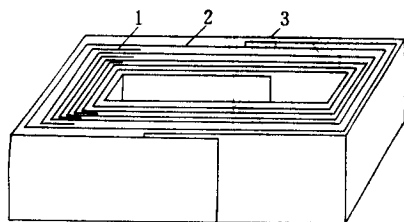


图 21-12 皮结身体结构

1—补布；2—粗帆布；3—表面细布

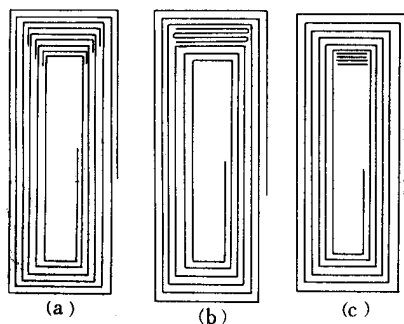


图 21-13 皮结头部包绕方式

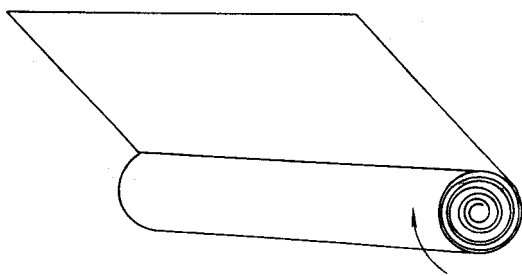


图 21-14 皮结立仁的包绕

压成矩形如图 21-17 所示。最后在冲切机上将其切成单只的小块，供硫化使用。

⑤硫化 可在平板硫化机上单向加压硫化，也可由三个方向加压（工作原理与皮结身体的冷压相同）硫化。模具是根据加压硫化方式的不同而进行设计的，其中以三方向加压的模具结构比较简单。

皮结身体硫化出模后，应立即将定型板插入槽内，防止冷却后收缩变形。

⑥装铆钉 将立仁按装配要求固定在皮结身体的槽中，然后用专用钻床打眼，插进铆钉，装上垫圈，用头铆紧，注意铆钉不得变曲，头部不得露出平面。

（五）纺织皮结的主要质量问题及解决办法

纺织皮结的主要质量问题及解决办法如表 21-13 所示。

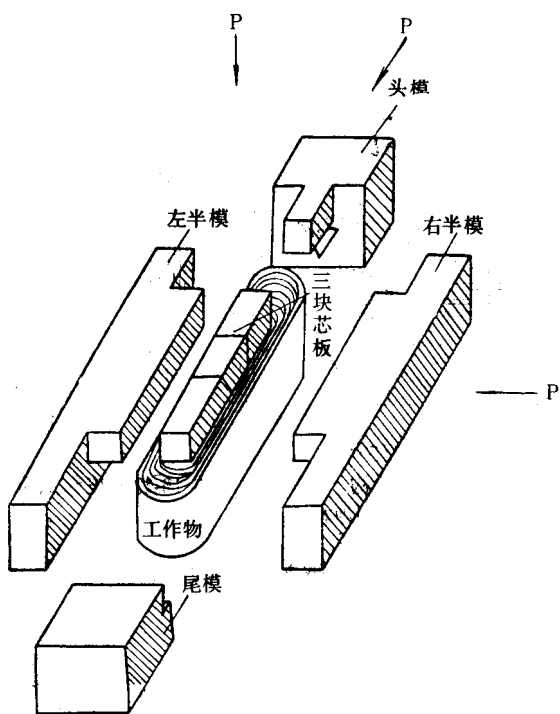


图 21-15 皮结身体冷压原理及模具组合 (P 表示加压方向)

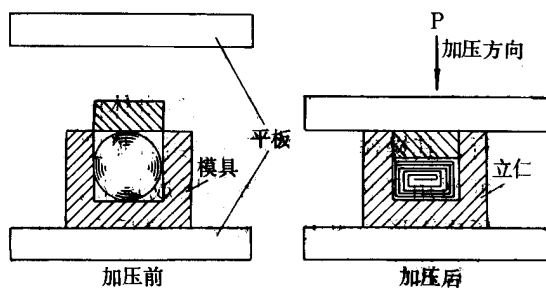


图 21-16 皮结立仁冷压工作原理

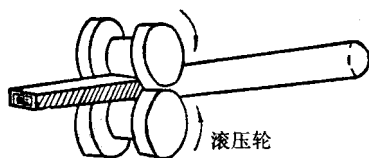


图 21-17 皮结立仁辊压工作原理

表 21 - 13

纺织皮结的主要质量问题及解决办法

质量问题	产生原因	解决办法
制品色泽太浅，硬度不足	欠硫	调整硫化温度和时间
缺料	胶布不足	定量加料
成品焦化	过硫	调整硫化温度和时间
尺寸不合要求	1. 加料量过多或过少 2. 模具精度不够 3. 硫化压力不足	1. 定量加料 2. 提高模具精度 3. 增加压力
脱层	1. 胶布自流 2. 胶布在干燥过程中焦烧 3. 胶布沾染油污	1. 严格控制存放时间，妥善保管 2. 改进涂浆操作 3. 保持胶布清洁
铆钉变曲	装配操作不当	改进装配操作

第二节

硫化橡胶或热塑性橡胶与织物粘合强度的测定

Rubber , vulcanized or thermoplastic—

Determination of adhesion to textile fabric

GB/T 532—1997idt ISO 36：1993

代替 GB/T 532—89

1

范围

本标准规定了用剥离法测定橡胶或热塑性橡胶与织物层间或织物与织物层间粘合界面分离所需力的试验方法。

本标准适用于粘合层近似平面或内径为 50mm 及 50mm 以上的圆筒状试样。本标准不适用于层间表面含有急剧弯曲角度或其他在切取试样时有严重不规则处的试样。

2

引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 2941—91 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间（*equiv* ISO 471：1983 和 ISO 1826：1981）

GB/T 9865.1—1996 硫化橡胶或热塑性橡胶样品和试样的制备 第一部分：物理试

验 (idt ISO 4661 - 1 : 1993)

GB/T 12833—91 橡胶和塑料撕裂强度及粘合强度多峰曲线的分析方法 (equiv ISO 6133 : 1981)

HG/T 2369—92 橡胶塑料拉力试验机技术条件 (equiv ISO 5893 : 1985)

3 定义

本标准采用下列定义

粘合强度 adhesion strength

使两个被粘合界面分离时分离单位长度所需要的力。

注：分离可能会发生在非粘合界面处。如发生在某一被粘合材料内部时属被粘合材料破坏，不能表示其粘合强度，在这种情况下，粘合强度要大于其中最弱材料的强度。

4 方法原理

在规定条件下，测定硫化橡胶或热塑性橡胶与织物层间，或用橡胶粘合的织物与织物层间粘合界面分离时所需的力。试样为标准尺寸的平条状试样。

5 仪器

5.1 试验机

试验机必须采用电动并装有合适的测力计，在试验过程中，移动夹持器必须保持基本恒速移动并配备有自动记录仪。最好采用无惯性的测力计（如电子型或光学型的）。

试验机应符合 HG/T 2369 的规定，并且夹持器移动速度为 $50\text{mm/min} \pm 5\text{mm/min}$ 。

试验机应配备有夹持试样的夹持器，并在试验中不发生滑动。

5.2 图表式记录仪

记录仪有足够的量程，以便于分析剥离曲线图形。

6 试样

6.1 试样宽度为 $25\text{mm} \pm 0.5\text{mm}$ 并有足够长度能够使测量过程中的分离长度至少 100mm 。两粘合层的最小厚度至少使强度低的层在不破坏的情况下能传递剥离所需的力。

为确保在试验中两层分离线尽可能靠近夹在夹持器中的平条状试样平面（见图 21 - 18），必要时厚度应当适当减小（见 GB 9865）。为保证试验结果具有可比性，试样应用相同的尺寸。

6.2 如有可能，标准试样应从成品上裁取，如果该产品标准有制样方法的话，要按该产品标准制样。

7 试样数量

除非另有规定，至少试验两个试样。

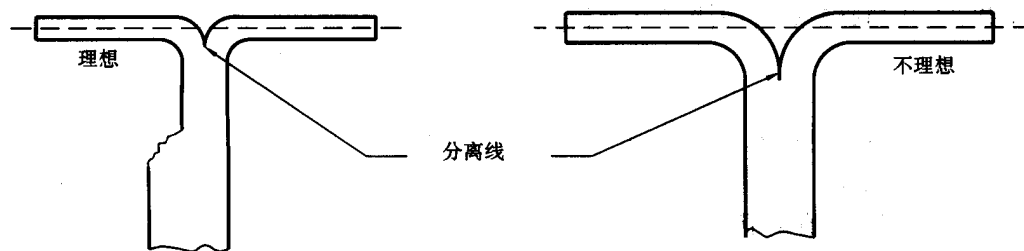


图 21-18 二层分离线的位置

8 硫化与试验之间的时间间隔

除非技术上的原因另有规定之外，必须遵照下列时间间隔规定。

a) 对所有试验，硫化与试验之间的时间间隔最短是 16h。

b) 对非产品试验，硫化与试验之间的时间间隔最长的四个星期。为使试验结果具有可比性，对比试验应尽可能在相同的时间间隔内进行。

c) 对产品试验，在可能的情况下，试验与硫化之间的时间间隔不得超过三个月。在其他情况下，试验应在需方从收货日期算起两个月内进行。

9 试样的环境调节和试验温度

在试验前裁切好的试样应在试验室标准温度和标准相对湿度下至少调节 24h (见 GB2941)。

试验的温度和相对湿度应与调节条件相同。为保证试验结果具有可比性，在任何一个试验或一组试验中都必须采取相同的温度和相对湿度。

10 试验步骤

取 6.1 中规定的试样，用手工剥开长约 50mm 一层织物或一胶层，起始分离可用解剖刀或类似的工具。将剥离开试样两端固定在试验机的夹持器上 (5.1)，调整试样使拉力分布均匀且试验过程中试样不发生扭曲。将试样主体夹于固定夹持器上，并将被剥离层置于移动夹持器中，使剥离角约为 180° 。这里重要的是必须保证夹持器中平条状试样的轴线处于同一平面。

启动试验机并进行连续剥离，同时记录至少剥离 100mm 长度所需的力。夹持器的移动速度应为 $50\text{mm}/\text{min} \pm 5\text{mm}/\text{min}$ 。

检查试样的剥离或破坏情况。

11 试验结果

11.1 用图形中峰值力的中位数除以试样宽度来计算试样的粘合强度。中位数是将记录的试验曲线按 GB/T 12833 选用 A、B 或 C 法确定的。取两试样中位数的平均值作为试验结果，以 N/mm 表示。

11.2 用下列术语描述试样剥离或破坏类型：

- a) R 表示破坏发生在胶层。
- b) RA 表示剥离发生在胶层与胶粘剂之间。
- c) AT 表示剥离发生在胶粘剂与织物之间。
- d) RB 表示破坏发生在两层织物间的橡胶粘合层内。
- e) T 表示破坏发生在织物内部。
- f) RT 表示当未用胶粘剂时，剥离发生在橡胶与织物之间。

12 试验报告

试验报告必须包括以下内容：

- a) 执行本国家标准；
- b) 标志样品所需的所有细节；
- c) 采用试样的类型以及试样尺寸；
- d) 剥离速度；
- e) 试验的温度和相对湿度；
- f) 粘合组合间界面特性以及计算的粘合强度；
- g) 计算方法，如 A、B 或 C 法；
- h) 剥离或破坏类型的按 11.2 表述；
- i) 试验日期。

第二十二章 橡胶密封制品技术及相关标准

第一节 橡胶密封制品技术

橡胶密封制品是整个密封制品和密封配件的一个重要组成部分，由于它具有独特的适应性能，结构简单，便于加工和生产，成本低，具有密封效果好等特点，被广泛用于工业、农业、国防、科技、航空航天技术各个领域和部门。近年来，随着宇航技术、电子技术、自动化技术、液压传动技术等方面的迅猛发展，大大促进了橡胶密封制品的生产和技术的发展，并提出了越来越高的要求，如耐高压、耐高温、耐超真空、耐极低温度、耐强腐蚀、抗辐射，特别是要求有更广范围的使用温度和对介质的抗耐性以及可靠性、更长的使用寿命等。

橡胶密封制品种类多且繁杂，据不完全统计，约有几万种橡胶密封制品，多属于模型制品，而模型制品的生产主要包括下述三个环节：

①配方设计 配方设计的好坏，主要影响产品的使用性能和使用寿命，而且还涉及到原材料的消耗，影响成本；

②工艺设计 工艺设计是否合理影响到产品质量的好坏和产量的高低，影响生产效率；

③模具设计 模具设计的好坏直接影响到生产出的制品能否满足使用要求，即规格尺寸和形状是否符合要求。

这三者是互相关联的，缺一不可。

一、模具设计

（一）模具设计的要求

- ①首先要满足模压制品的设计和使用要求，要保证制品的形状，轮廓和尺寸。
- ②在保证机械强度前提下，尽量减轻模具重量。
- ③模型的结构要简单，定位要可靠，安装拆卸方便，便于操作。
- ④便于加工，符合生产工艺，要留有修边的余地。
- ⑤要有一定的精度、光洁度以及合理的分型面，容易修边。

⑥要有流胶槽，利于排气，利于清洗。

⑦要便于装料、取出产品和启模。

(二) 模具的种类和特点

根据密封制品压出原理的不同，可分为三类，即压模、压铸模和注压模。

(1) 压模 将胶料装入模腔，经过平板硫化机压制而得到模型制品的模具，视其结构形式的不同又可分为下述三种（见图 22-1）。

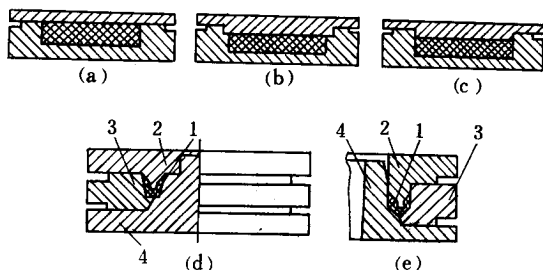


图 22-1 压模结构示意图

(a) 开放式；(b), (d) 半封闭式；(c), (e) 封闭式

1—产品；2—上模；3—中模；4—下模

①开放式模具 它是利用上、下模板最终吻合的压力压制产品。上模无导向、定位部分，无加料室，胶料容易流失。胶料承受的单位压力小，仅适合于制作断面形状简单的制品。优点是结构简单，容易加工，造价低，容易排气，但胶料流失大，这种模具是最常见的，所占比例也大。

②封闭式模具 这种模具具有加料室，上模有导向部分，压制过程中胶料不易流失，可以充分充满模腔，胶料所受单位压力大，制品致密，适于制造复杂断面及夹层制品，但模具结构复杂，加工难度大，造价高，成本高。

③半封闭式模具 此种模具介于开放式与封闭式之间，胶料流动受到一定限制，仅能流出一部分，压力比开放式大，制品比开放式致密。

其选择原则是：制品断面形状简单的，要求不高的宜选用开放式的模具；断面形状较复杂，又无夹层制品的宜选用半封闭式模具；断面形状复杂，又有夹层或骨架的制品宜选用封闭式模具。

(2) 压铸模 压铸模具（见图 22-2）是胶料不直接填入模腔，而是先加入到加料室，利用柱塞传递的压力，使胶料通过浇柱口压入模腔。这样可以使胶料得到预热，有一定流动性，容易充满模腔，使硫化的制品质地致密而均匀。适于制造断面形状复杂的、模腔不便填胶的（或带嵌件）夹层或要求较高的产品。

(3) 注压模 它是与注压机配合使用的模具（如图 22-3）。结构复杂，对材料要求高，加工精度高，制造困难，造价高。

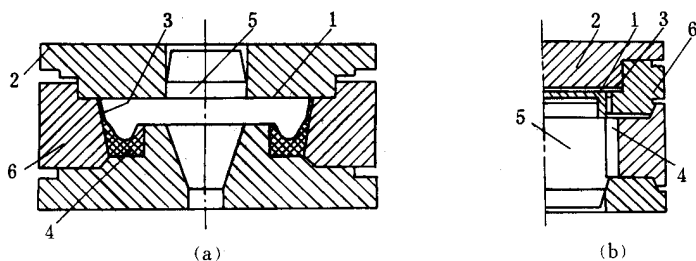


图 22-2 压铸模结构图

(a) 复杂断面密封圈压铸模；(b) 圆管状制品压铸模

1—压缩室；2—柱塞；3—铸胶道；4—产品；5—模芯；6—中模

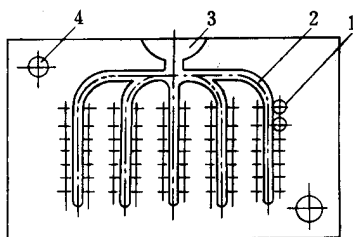


图 22-3 注压模平面示意图

1—产品模腔；2—支流胶道；3—注射口；4—导向定位装置

(三) 制造模具的材质及热处理

制造模具所用的材质有合金钢、碳钢、硬铝等。一般常用的有 45[#] 钢，其特点是来源丰富，切削性能好，调质后加工性能好，可满足使用要求。

45[#] 钢可采用一般的淬火方法处理，但容易使模腔变形，对于要求高者可经过调质处理，粗加工后在 820℃ 淬火后，洛氏硬度 (HRC) 为 50~52°；然后在 600~620℃ 条件下回火到洛氏硬度 (HRC)：35~40° (约 4h)，再进行加工处理。

模具表面处理是为了提高模腔表面的光洁度及耐用程度，一般要在模腔表面镀一层 0.006~0.01mm 厚的铬。镀铬前模腔的光洁度在 ∇_7 以上，镀铬后要抛光才能使用。

(四) 模具的组成

尽管模具的种类不同但对每一种模具来说，都由两部分组成。

(1) 成型零件 能构成产品的模腔，决定制品的形状、尺寸，同时与产品某些部分直接接触的零件称成型零件。如压模的中模、下模、芯子等。

成型零件要求加工精度高，一般要开设流胶槽、排气孔、启模口等。

(2) 结构零件 把成型零件装配在一起所用的定位、导向、连接螺丝、手柄等称为结构零件。

(五) 模具尺寸的确定

(1) 胶料收缩率 K 的确定

$$K = \frac{D_1 - D}{D} \times 100\%$$

式中 D_1 ——型腔在室温下的尺寸；

D ——制品在室温下的尺寸；

K ——橡胶收缩率。影响胶料收缩率的因素有如下几个。

①胶料的硬度 胶料硬度大则收缩小，胶料硬度小则收缩大，但硬度在 $85 \sim 95^\circ\text{C}$ 时则收缩稍有增大倾向。

②含胶率 生胶含胶率愈高则收缩愈大，含胶率愈低则收缩愈小。

③生胶的种类 生胶的种类不同，其收缩也有差异，各种生胶收缩大小如下顺序：天然橡胶 < 氯丁橡胶 < 丁腈橡胶 < 丁苯橡胶 < 丁基橡胶 < 三元乙丙橡胶 < 顺丁橡胶 < 聚氨酯橡胶 < 丙烯酸酯橡胶 < 氟硅橡胶 < 氟橡胶 < 硅橡胶。

④金属骨架、织物夹层 有金属骨架和织物夹层的部分收缩率小，而无骨架或夹层的部分则收缩率大，一般说来胶料向金属骨架或织物夹层方面收缩。

⑤硫化程度 交联程度大，收缩率小，交联程度小，收缩率大，从工艺上讲，欠硫化或过硫化收缩率都大，只有正硫化时收缩率最小。

⑥模具的结构和加工方法 压模的收缩率最大，压铸模次之，注压模收缩率最小。而压模中开放式模具的收缩率最大，半封闭式次之，封闭式模具的收缩率最小。

⑦硫化温度 高温时硫化胶容易产生返原现象，胶料硫化后收缩率大，反之则收缩率小，其中以天然橡胶最为明显，而合成橡胶则影响较小。

⑧线膨胀系数 模型与橡胶之间的线膨胀系数之差愈大则收缩率愈大，反之则收缩率愈小。

(2) 模腔尺寸 (D_1) 的计算

$$D_1 = D(1 + K) \pm \frac{A}{2}$$

式中 A ——制品公差；

D ——制品尺寸；

K ——收缩率。

制品产生偏差的主要原因是：胶料引起的收缩；模具制造的公差；模具在使用中的磨损等。

在进行模腔尺寸计算时，若制品公差为单向分布时，原来的公差为“+”则取 $+\frac{A}{2}$ ，若原来的公差为“-”则取 $-\frac{A}{2}$ ，如公差为双向分布“ $\pm$ ”则取“0”值。

(六) 模具最小承压面积的确定

为了保护平板硫化机，防止用大平板硫化面积很小的模具制品，最小承压面积按下式计算：

$$F_{\min} = P/R_b$$

式中 P ——压机的最大施加力，N；

R_b ——模具材料的许用应力，MPa。

(七) 模具最小处的形状面积

圆模 $> 110\text{mm}^2$ ；

矩形模 $> 110 \times 100\text{mm}^2$ 。

(八) 模具总高度和模板厚度

规定模具总高度主要是便于在同一平板上同时放几副模具以提高生产效率，节约能源，但要注意使模具的外形尺寸与高度之比要大于 2:1，以利于传热。

模具总高度的等级：

$$\begin{array}{cccccc} 20^{-0.10} & 25^{-0.10} & 30^{-0.10} & 35^{-0.10} & 40^{-0.10} & \\ 50^{-0.20} & 60^{-0.20} & 70^{-0.20} & 80^{-0.20} & 90^{-0.20} & 100^{-0.20} \end{array}$$

模板的厚度应根据模具外形尺寸大小来确定。

①当模具外形尺寸小于 $150 \times 150\text{mm}^2$ （或 $\phi < 150\text{mm}$ ）时，简单型的模板厚为 6mm，复杂型腔为 8mm。

②当模具外形尺寸 $150 \times 150 \sim 300 \times 300\text{mm}^2$ （或 $\phi 150 \sim 300\text{mm}$ ）时，简单模腔模板厚为 $\geq 10\text{mm}$ ，复杂模腔为 $\geq 12\text{mm}$ 。

③当模具外形尺寸在 $300 \times 300 \sim 600 \times 600\text{mm}^2$ （或 $\phi 300 \sim 600\text{mm}$ ）时，简单模腔模板厚为 $\geq 12\text{mm}$ ，复杂模腔为 $\geq 15\text{mm}$ 。

(九) 模具的定位

一般模具都由两个以上零件组成，它们彼此配合构成模腔，这就是模具的定位，模具的定位有以下三种方式。

①圆柱定位 圆柱有 5~8mm 的配合高度，倾斜面角度为 5~10°，配合面高度不要太大，否则启模困难，大小则定位不可靠。

②锥面定位 定位倾斜度 5~15°，配合高度为 6~10mm。锥面配合接触面积不低于 70%~90%。

③导销、导套定位 导销、导套定位使连接件不产生轴向、径向、角向位移，还能起导向作用，这是十分有效的定位方式。

可根据模具类型及制品形状采取不同定位方式。

（十）模具的分型面

为了取出制品和进行模具加工，模具总是由两个或两个以上的零件组成，这些零件互相配合的面称为分型面，它决定制品质量和精度，是模具设计好坏的标志之一。

分型面的设计应注意：避开制品的工作面；应有利于排气；保证制品精度；加工方便；避免锐角；使制品容易修边；尽量为锥面或平面，因复杂的曲面加工困难；应开设流胶槽和启模口等。

（十一）模具的清洗工艺

模具经过使用一段时间后，由于硫化胶与隔离剂中产生的残留沉积物沉积在模腔表面或边角处，或由于长期受潮、酸、碱等化学物质对模腔的侵蚀而出现斑点、锈迹，从而影响产品的精度和光洁度，要及时进行清理，其方法介绍如下。

①擦磨 将粒径很小的（ $1 \sim 6\mu\text{m}$ ）金刚砂粘在尼龙刷上，尼龙刷装在高速旋转的软轴上，用来擦磨模腔表面，然后再以 $1/10\mu\text{m}$ 的细磨料抛光。

②玻璃珠喷擦 采用专门的玻璃珠喷擦设备，用气流将玻璃珠喷出，模具置于密封室内，玻璃珠可回收使用。它适于简单模腔及面积较大模具的清洗。

③用热苛性钠溶液清洗 将模具置于 20% 热苛性钠溶液中，3 小时后取出用清水冲净、揩干。还可将模具接上直流电，效果更佳。

④采用混炼胶装入模具中硫化，将杂物及沉积物吸出。

⑤模具专用清洗剂清洗，将清洗剂喷涂于模具表面，保温反应一段时间，便可将杂物和沉积污垢反应掉。

该法用于难清洗的模具，如页纹暖水袋模具等，既可清除杂物及污秽物，又不损坏模具。其胶料配方如下：

丁苯橡胶 - 1500 100；氧化锌 3.0；硬脂酸 2.0；促进剂 M2.0；促进剂 TT1.0；白炭黑 40.0；立德粉 40.0；硫黄 2.0；六水派吡嗪 40.0。合计 230.0。

硫化条件： $150^{\circ}\text{C} \times 20\text{min}$ ；压力： $10.0 \sim 12.0\text{MPa}$ 。

另外，还流行一种物理清洗方法，将粒状或粉状干冰用喷松喷洒在模具表面，由于迅速冷却造成模具金属表面与污垢的冷缩系数不同，而使污垢层离开模具表面。

二、耐油橡胶密封制品配方设计

橡胶密封制品，如 O 型圈、油封，就是用于防止流体介质从机械、机床、仪表的静止或运动部件中泄漏，并防止外界的灰尘、泥沙进入密封机构内部的部件。一般来说，O 型圈、油封所接触的油类可分为两类：一类为非极性油，如矿物油、机油、变压器油、机械油等；另一类为极性油，如磷酸酯、刹车油等。而耐油性的好坏，主要取决

于密封制品本身。

（一）生胶选择

O 型圈、油封耐油性的优劣，主要取决于所选择的生胶。原则上是根据制品所接触的
油类来选择生胶，如制品所接触的油类为极性的，则生胶要选择非极性的；如所接触
的油类为非极性的，则生胶要选择极性的。两者的极性相差越大，则抗耐性越好，这是
一条很重要的原则。

属于非极性的生胶主要有：天然橡胶、异戊橡胶、顺丁橡胶、丁苯橡胶、三元乙丙
橡胶、丁基橡胶等。

属于极性的生胶主要有：氯磺化聚乙烯、氯丁橡胶、聚硫橡胶、聚醚橡胶、丁腈橡
胶、聚氨酯橡胶、丙烯酸酯橡胶、氟橡胶等。

如对刹车油，其溶解度参数约 12.6，则可选择天然橡胶、三元乙丙橡胶、丁基橡
胶；如对机油，其溶解度参数为 7.2，则可选择丁腈橡胶、聚氨酯橡胶、丙烯酸酯橡
胶、氟橡胶等。

生胶既可单独使用，也可采取并用，也可采取橡塑并用。

此外，O 型圈、油封在不同使用条件下，多有耐温的要求。即一方面要耐油；另一
方面还要耐温。有的还有一些特殊要求。各种硫化胶的耐温范围如表 22－2 所示。各种
橡胶的耐油性及其在密封制品中的应用情况如表 22－3 所示。

表 22－2 各种硫化胶的耐温范围

生胶品种	适用范围 /℃	生胶品种	适用范围 /℃
天然橡胶	－50～＋80	丁腈橡胶－18	－40～＋100
顺丁橡胶	－70～＋100	丁腈橡胶－26	－30～＋120
丁苯橡胶	－40～＋130	丁腈橡胶－40	－20～＋150
氯丁橡胶	－40～＋130	丙烯酸酯橡胶	－30～＋180
丁基橡胶	－30～＋150	氟橡胶	－20～＋200
三元乙丙橡胶	－50～＋170	氯磺化聚乙烯	－20～＋150
聚氨酯橡胶	－30～＋80	硅橡胶	－65～＋350
氯醇橡胶	－40～＋130		

表 22－3 各种橡胶的耐油性及其在密封制品中的应用

名 称	代 号	特 点	用 途
丁苯橡胶	SBR	适用于动、植物油、刹车油、不宜 用于矿物油	耐动、植物油垫圈及气缸用 O 型圈

续表

名 称	代 号	特 点	用 途
乙丙橡胶	EPM EPDM	耐热、耐寒、耐气候老化性好，对磷酸酯系的不燃性液压油、水、高压蒸气、化学药品等抗耐性好，不适用于一般矿物油、润滑油和液压油	耐热、耐蒸汽垫圈、气封及电绝缘密封等
氯丁橡胶	CR	耐气候老化性，在空气中耐老化性以及耐臭氧性都好，耐油性一般，但在苯胺点低的矿物油和汽油中易溶胀，耐冷冻剂氟利昂	阀门用夹布隔膜夹布 V 形密封圈，耐氟利昂皮碗等
丁腈橡胶	NBR - 18 NBR - 26	耐油耐低温 耐油制品中最常用的材料，有良好的耐油、耐热、耐磨性，但不适于磷酸酯系的液压油及添加剂的齿轮油	耐低温的刹车皮碗 大量用于各种密封制品
丁腈橡胶	NBR - 40	耐燃料油、汽油和低苯胺点的矿物油，但耐寒性较差	要求耐热、耐油性好耐寒一般的制品
聚氨酯橡胶			
聚酯型	AU	耐油耐磨性好，机械强度高、耐低	往复运动液压机械的各形
聚醚型	EU	油、耐水性差也不耐酸碱	皮碗密封圈
氯醇橡胶			
均聚型	CHR	耐油、耐寒、耐天候老化性佳，耐	适用于各种密封制品、膜
共聚型	CHC	热比丁腈橡胶好，适于耐低苯胺点的油，但加工困难，对模具有磨蚀作用	片等
氯磺化聚乙 烯	CSM	耐候，耐臭氧，耐化学药品，耐热性亦较好，耐油性优于氯丁橡胶，机械强度高，可与丁腈橡胶并用	汽车筒式减震器、油封等
氟橡胶	FPM	耐油、耐热、耐化学药品，几乎适用于所有的润滑油、燃料油，在高温含极性添加剂的油中不硬化，不适用于在酮、酯类溶剂中的使用，压缩永久变形大，摩擦系数低	耐油、耐热、耐化学药品、高真空的制品

续表

名 称	代 号	特 点	用 途
硅橡胶	MPVQ MVQ	耐热、耐寒，压缩永久变形小，但机械强度差，在汽油、苯中溶胀大，在高压水蒸汽中易分解	耐高温 O 型圈、油封，也适于高真空 O 型圈

（二）硫化体系

同一种生胶，如选择的硫化体系不同会造成硫化胶的性能相差很大，所以选择硫化体系是十分重要的，它关系到橡胶密封制品的性能和使用寿命。

对极性油类，一般选择非极性生胶，如天然橡胶、异戊橡胶、顺丁橡胶，丁苯橡胶、丁基橡胶等。一般选择硫黄硫化体系，促进剂选择噻唑类，次磺酰胺类、秋兰姆类等。活性剂为氧化锌和硬脂酸，这是传统的硫化体系。现介绍一下丁腈橡胶的硫化体系。

（1）硫黄硫化体系 该硫化体系包括硫黄 2.0~2.5 份，促进剂（M 或 DM）1.75~2.0 份，活性剂氧化锌 5.0 份，硬脂酸 1.0 份。随丙烯腈含量的增加，硫黄用量减少，促进剂用量增加。该体系特点是制品拉伸强度高，伸长率大，弹性好，低温性很好，耐屈挠疲劳性好；但永久变形大，耐热耐老化特性差，耐油一般，适于 100℃ 以下的耐油场合。要求耐油耐寒的密封制品，最好选用该体系。生胶选择 90 份丁腈橡胶-18/10 份天然橡胶（或顺丁橡胶）。

（2）低硫高促硫化体系 该体系包括硫黄 0.2~0.5 份，促进剂（CZ、TT 并用）2~4 份，氧化锌 5.0 份，硬脂酸 1.0 份。这一体系的特点是制品拉伸强度比硫黄硫化体系稍低，压缩永久变形较小，低温性也较好，耐热耐油性较好。适于 120℃ 以下的耐油场合，在该条件下最好选择丁腈橡胶-26（或丁腈橡胶-26 与丁腈橡胶-40 并用）。

（3）有机过氧化物交联体系 常用的有机过氧化物有过氧化二异丙苯（DCP），其用量要根据丙烯腈含量来确定，一般，丙烯腈含量增加时 DCP 用量可适当减少，一般用量范围：丁腈橡胶-18 2.0 份；丁腈橡胶-26 1.75 份；丁腈橡胶-40 1.5 份。随 DCP 用量增加，其交联密度增大，压缩永久变形减少。该体系特点是制品拉伸强度低，伸长率小，抗撕裂性差，硫化胶热撕裂更差，但压缩永久变形小。耐热耐老化性很好，低温性也较好，弹性较差。由于 DCP 的分解温度较高，所以交联温度一般要在 150℃ 以上，适合于耐油耐温 130~140℃ 条件下的密封。

该体系即可交联饱和度较高的生胶，又可交联不饱和的生胶，不过它的交联机理与传统的硫黄硫化体系机理不同，这在实际应用中要加以注意。

①硫黄和促进剂对 DCP 的影响 促进剂，特别是酸性促进剂，对 DCP 能引起酸性分解和氧化还原，从而降低 DCP 的交联效率，影响其硫化胶性能。促进剂对 DCP 的影

响大小顺序如下：

促进剂 M > 促进剂 H > 促进剂 P_x > 促进剂 ZDC (EZ) > 促进剂 D > 促进剂 CZ > 促进剂 TT > 促进剂 NA - 22。

②填料对 DCP 的影响 因酸性物质都能引起 DCP 的分解和氧化还原，故在 DCP 交联体系中，最好不使用酸性填料，如槽法炭黑、陶土、白炭黑、硅藻土等。但在耐油制品中往往加入白炭黑（主要为了提高耐油性和耐热性），这时，可加入适量的活性剂，如三乙醇胺（0.5 ~ 1.0 份）、二甘醇（2.0 份）等，则可减轻对 DCP 的影响。

③防老剂对 DCP 的影响 防老剂是还原剂，DCP 是氧化剂，两者可以发生氧化 - 还原反应，有互相抵消作用。防老剂中的苯酚类和胺类尤为突出，这两类防老剂对 DCP 交联有抵消、干扰和破坏作用，能阻滞交联。各类防老剂由于结构不同，组成不同，对 DCP 交联的干扰程度也不相同，下面是防老剂对 DCP 的干扰顺序：

防老剂 H > 防老剂 4010 > 防老剂 D > 防老剂 A > 防老剂 MB > 防老剂 RD。

④软化剂对 DCP 的影响 在 DCP 交联体系中，一般不宜选用酸性软化剂，如松焦油、松香、硬脂酸等，还有环烷系也不宜选用，因为这些软化剂对 DCP 交联有妨碍作用，最好选用不饱和基团少的石蜡系油类为好。另外，合成酯类增塑剂也较好。

⑤活性剂对 DCP 的影响 在 DCP 硫化体系中，氧化锌是要加的，但硬脂酸不一定要加，考虑到使氧化锌分散均匀和降低 DCP 分解温度之作用，可加入 0.5 ~ 1.0 份硬脂酸。

⑥硫化条件对 DCP 的影响 由于 DCP 是过氧化物，因此其稳定性差，受热会发生分解，在硫化时不能用直接热空气、直接蒸汽、过热水进行硫化，这将会引起氧化还原、降低交联效率，最后使硫化胶发粘，以致失去使用价值，这在实际工艺操作中是要严格遵守的。

（4）镉镁硫化体系 该体系包括氧化镉（99.7% 以上）2 ~ 5 份，氧化镁（99.4% 以上）5 份，硫黄 0.2 ~ 1 份，主促进剂为二乙基二硫化氨基甲酸镉（CED）1.5 ~ 5 份，副促进剂为 DM 0.5 ~ 2.5 份。

氧化镉是活性剂，具有类似于氧化锌的作用，用量低时，硫化胶压缩永久变形低；用量高时硫化胶耐热稳定性好。氧化镁为稳定剂，可调节胶料的 pH 值，用量为 5 份时能获得最适宜的耐热性和强伸性能。

硫黄为交联剂，用量 0.2 ~ 1.5 份时，可获得较好的抗焦烧性能；用量 0.2 ~ 1.0 份时，可获得高定伸应力、低压缩变形和低溶胀性。

促进剂 CED 有较高的活性。其用量为 2.5 份时，能获得最佳的综合性能。

促进剂 DM 作为副促进剂，它能提高硫化胶的耐热性并改善焦烧性能。

该体系本质上也属于低硫高促硫化体系。其耐热耐老化性是各硫化体系中最佳的，硫化胶最高使用温度可达 150℃。适用于丁苯橡胶、丁腈橡胶的硫化，具有良好的耐热

耐老化性和耐天候老化性，硫化速度快，但易焦烧。

（三）补强填充体系

补强体系主要用于使生胶得到补强，使之有较高的强撕性能，有良好的耐磨性和拉伸强度，另外，补强填充剂可占据交联结构中的空隙，使之增大浓度，以增加在油中的抗耐性。若硫化胶的性能再好，由于填料少，则交联后空隙大，则耐油性会下降，所以补强填充剂除上述补强性外，还有增填空隙、减少在油中溶胀的作用。

一般对非极性油类来说，最好选用碱性填料，因为酸性填料在油中溶胀大，抗耐性差。还有，酸性填料在油中易被抽出，也会降低耐油性能，这是一条非常重要的原则。此外，还容易引起一些助剂（如 DCP）分解，因此在耐非极性油的配方中不宜选用酸性填料，如槽法炭黑、陶土、硅藻土等，可选择油炉法炭黑、喷雾法炭黑等。还可选用部分碳酸钙、硫酸钡、半补强粉等等。

对于极性油类，也不宜选用酸性填料，但有时鉴于耐热耐油的要求，也选用白炭黑。不过，这要有相应的措施，即在加入白炭黑的同时，加入一定量的活性剂，如二甘醇或三乙醇胺等。白炭黑与活性剂要交替加入，否则效果欠佳。

（四）软化增塑体系

软化增塑剂的选择原则是：①对生胶要有软化增塑作用，与生胶有良好的相容性，使生胶便于混炼等加工；②在所接触的油中防止被大抽出，软化剂一旦被抽出，则硫化胶变硬变脆，从而失去弹性和使用价值；③软化剂应能提高硫化胶的某些性能，如低温性、柔软性、屈挠性等。

一般在耐非极性油类中，多采用丁腈橡胶，其软化剂最好选用合成酯类。这是因为这类软化剂具有下列一系列优点：①挥发点高，在硫化胶中保持时间长，在油中不挥发，使制品使用寿命长；②分子量较大，与橡胶大分子有良好的相容性；③其极性与非极性油类的极性相差很大，在油中不溶胀，不抽出，抗耐性好；④与丁腈橡胶的溶解度参数非常相近，有很好的相容性，能使丁腈橡胶塑化；⑤其分子链较长，柔软性好，弹性好，可提高制品的耐低温性。

一般在耐极性油类中，多采用天然橡胶、丁基橡胶、顺丁橡胶、丁苯橡胶等，其软化剂多选用凡士林、石蜡系的饱和油类，如三线油、古马隆等。

（五）防护体系

耐油橡胶制品的防护也是十分重要的，因为一些防老剂容易被所接触的油抽出，特别是在交替接触油和空气的条件下，使被抽出的防老剂被空气氧化，这样反复循环，会加速橡胶制品的老化，缩短其使用寿命。为了延缓老化现象，一方面要在配方中加以改善和解决，也可把防老剂加到所接触的油介质中去，使之达到饱和状态，这样可有效地使制品中的防老剂不被抽出。

近年来，已研制出能与橡胶大分子起反应、不易被抽出、不喷出的长效性的防老剂，即高分子防老剂和反应性防老剂，它们均能参与橡胶大分子的交联，与硫化胶共存，有不被抽出和不喷出的优点。

(六) 耐油橡胶制品参考配方

(1) O 型圈 O 型圈的配方如表 22-4 所示。

表 22-4 O 型圈参考配方/质量份

丁腈橡胶-26	100.0	硬脂酸	1.0
氧化锌	5.0	古马隆	10.0
硫黄	2.0	邻苯二甲酸二丁酯	15.0
促进剂 DM	2.0	高耐磨炉黑	25.0
促进剂 TT	0.2	半补强炉黑	20.0
防老剂 A	0.75	碳酸钙	72.0
防老剂 D	0.75	合 计	253.7

注：硫化条件：150℃×20min。

(2) 油封及密封制品 油封及密封制品的配方如表 22-5 所示。

表 22-5 各种油封及密封制品参考配方/质量份

原材料名称 \ 配方	静态密封制品	耐热、耐油制品	耐真空制品	耐磨、耐油制品
丁腈橡胶-26	100.0	100.0	100.0	70.0
氧化锌	5.0	20.0	10.0	5.0
硫黄	1.0			2.0
促进剂 CZ	1.5		0.5	
促进剂 TT	1.5		3.5	
硬脂酸	1.0	0.5		1.0
邻苯二甲酸二丁酯	15.0			15.0
癸二酸二辛酯		5.0	6.0	
古马隆	10			
高耐磨炉黑	25	40.0	40.0	25.0
半补强炉黑	50	40.0	40.0	25.0
陶土喷雾炭黑				

续表

原材料名称 \ 配方	静态密封制品	耐热、耐油制品	耐真空制品	耐磨、耐油制品
防老剂 A	1.0		1.0	
防老剂 D	1.0		1.0	
碳酸钙	50.0			
三元尼龙				30.0
过氧化二异丙苯 (浓度 96% 以上)		2.0		2.5
石蜡			1.0	0.50
合 计	262.0	207.5	203.0	178.0

注：硫化条件：150℃ × 30min。

三、橡胶密封制品制造工艺

(一) 塑炼

丁腈橡胶的塑炼与一般通用胶不同，它需采用低温小辊距、低容量薄通法，这样才能有效地获得一定的可塑度，也可将增塑剂在塑炼时加入，这样可缩短塑炼时间，同时也可较迅速地获得一定的可塑度。另外，为了获得稳定的可塑度，宜采用分段塑炼（见表 22-6）。可根据实际要求，选择一定段数进行塑炼，以保证加工操作和产品性能之要求。对于门尼粘度低于 60 的丁腈橡胶则不需要塑炼。

表 22-6 丁腈橡胶分段塑炼可塑度

胶种 \ 可塑度	原始可塑度	一段	二段	三段	四段	五段	六段
丁腈橡胶 - 18	0.166	0.180	0.227	0.239	0.277	0.279	0.282
丁腈橡胶 - 20	0.164	0.191	0.233	0.288	0.300	0.330	0.356
丁腈橡胶 - 40	0.160	0.201	0.239	0.300	0.330	0.356	0.386

(二) 混炼

丁腈橡胶的混炼较困难，各种粉末配合剂，特别是粒度细的硫黄、氧化锌等，不易分散，辊辍不好，生热也较大，因此，一般采用低温混炼，同时注意加料顺序和混炼容量。

一般在混炼开始将粒度细、难分散的硫黄和氧化锌首先加入，以保证在较长的时间中分散均匀。有时也采用将丁腈橡胶、硫黄和硬脂酸作成母炼胶的方式加入。

当填料量少时，先加填料后加软化剂；当填料多时，则填料和软化剂可交替加入。不可不分先后地将配合剂一起加入，一般最后加入促进剂，然后薄通 3~5 次，使配合

剂分散均匀。

混炼辊温一般为 $40 \sim 50^{\circ}\text{C}$ ，不得超过 60°C ，否则会出现粘辊现象。当出现粘辊时，可加入少量硬脂酸或停车加入碳酸钙。对可塑度要求较大的制品，可适当延长混炼时间。

（三）半成品的预成型

橡胶密封制品硫化前，半成品须符合压制产品相应的尺寸与重量要求，若不相符，则即可能造成缺胶、海绵状、气泡等质量毛病，又会造成浪费。一般半成品的重量比成品稍大些，以充满模腔后还能形成一定的胶边为准。

半成品预成型一般用手工裁成片状、条状或块状，按重量称量，并预成型接近于成品的形状，或制成坯件，在模腔中形成制品形状和尺寸，但手工操作效率低，返回余胶较多，适于小批量生产。

（四）硫化

模制品的硫化工艺有三种方法：模压、移模和注压。

（1）模压工艺、将半成品填入模腔，在平板硫化机上加压计温硫化。这是最常采用的主要方法。

其热源主要有如下两个。

①电热 采用电热平板获得高温，但控制温度较复杂。电热功率愈大，则温度误差也愈大；电热功率越小，则温度误差越小，但预热时间长。它们间的关系如表 22-7 所示。

表 22-7 电热功率与温度误差的关系

电热功率/kW	9	2
误差/ $^{\circ}\text{C}$	± 10	± 4
加热极限/ $^{\circ}\text{C}$	650	300

②热载体循环 通常采用高沸点并对管壁无腐蚀作用的液体，如二乙醇、联苯基氯化物、硅油等作为热载体，使用时将载体加热，促持高速循环，温差可控制在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 左右，有时也采用饱和蒸汽等。

（2）移模工艺 移模与模压不同之处在于先闭模后注胶，即与一般注压工艺不同的是注满胶后将模型移至硫化机硫化，硫化后又将模型从硫化机中移出来，移模比模压填料容易，成品均匀、密实，便于自动化流水作业。

（3）注压工艺 注压硫化是将模型固定在硫化机上，硫化后不需移出模型，成品质量最密实、均匀，生产效率高，可以实现自动化。

(五) 修边

可采用机械修边和冷冻修边。

机械修边主要有冲切、砂轮磨边和圆刀修边。也有用手工修边的，不过劳动强度大、效率低、合格率低，可根据产品批量多少来选择。

所谓冷冻修边，一般采用干冰（固体二氧化碳）使成品的胶边冷冻变脆（约冷冻20~30s），然后用钢球或瓷球喷射除去胶边。其工艺条件如下：

冷冻温度	- 73℃	转速	2500r/min
冷冻时间	1.5min	全加工周期	4 ~ 5min
喷球时间	2.5min		

四、密封制品的检验

橡胶密封制品的质量检验主要有如下几个方面。

- ①成品断面尺寸的测定：主要有断面尺寸、外形尺寸（内径、外径）。
- ②油封径向力的测定。
- ③摩擦扭矩的测定。
- ④油封接触宽度的测定。
- ⑤油封唇口温度的测量。
- ⑥油封寿命试验。

第二节 橡胶密封件——给、排水管及污水
管道用接口密封圈—材料规范

Rubber seals—Joint rings for water supply , drainage and
sewerage pipelines—Specifiation for materials

HG/T 3091—2000
idt ISO 4633:1996
代替 HG/T 3091—1988（1997）

1 范围

本标准规定了下列管道用的硫化橡胶密封圈材料的要求：

a) 冷饮用水供应管 (50℃ 以下)。

b) 排水管、污水管及雨水管 (对连续流动水, 工作温度在 45℃ 以下; 对间歇流动水, 工作温度可达 95℃)。

本标准规定的各种密封圈的识别代码是根据密封圈的类型、用途及要求确定的 (见表 3)。

本标准对成品密封圈也规定了一般要求, 对于特殊用途所需的额外要求应在相应的产品标准中规定。应提请注意的是, 管道接口的工作性能与密封圈材料的性能、密封圈的几何形状及管接口的结构有关。如适用, 本标准应同规定管接口工作性能的产品标准一起使用。

本标准适用于包括铸铁管、钢管、陶瓷管、石棉水泥管、水泥管、钢筋水泥管、塑料管及玻璃纤维增强塑料管等所有管道接口密封圈。

本标准适用于复合的或非复合的橡胶密封圈的弹性体部分。对于材料的硬度范围在 76~95IRHD 之间的复合密封圈, 只有橡胶直接参与密封或要求密封圈长期稳定时才使用扯断伸长率、压缩永久变形及应力松弛等要求。

由闭孔材料作为密封圈一部分而制成的接口密封圈也属于本标准的范围。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—1998 硫化橡胶或热塑性橡胶拉伸应力应变性能的测定 (eqv ISO 37: 1994)

GB/T 1685—1989 硫化橡胶在常温和高温下压缩应力松弛的测定

GB/T 1690—1992 硫化橡胶耐液体试验方法 (neq ISO 1817: 1985)

GB/T 3512—1989 橡胶热空气老化试验方法

GB/T 3672—1992 模压、压出和压延实心橡胶制品的尺寸公差 (eqv ISO 3302: 1988)

GB/T 5576—1997 橡胶和乳胶 命名法 (idt ISO 1629: 1995)

GB/T 6031—1998 硫化橡胶或热塑性橡胶硬度的测定 (10~100IRHD) (idt ISO 48: 1994)

GB/T 7759—1996 硫化橡胶或热塑性橡胶常温、高温和低温下压缩永久变形测定 (eqv ISO 815: 1991)

GB/T 7762—1987 硫化橡胶耐臭氧老化试验 静态拉伸试验法

GB/T 9865—1996 硫化橡胶或热塑性橡胶 样品和试样 第一部分: 物理试验 (idt ISO 4661-1: 1993)

- GB/T 12832—1991 橡胶结晶效应的测定 硬度测量法（eqv ISO 3387:1978）
- GB/T 17604—1998 橡胶 管道用接口密封圈制造质量的建议 疵点的分类与类别（idt ISO 9691:1992）
- ISO 2285:1997 硫化橡胶或热塑性橡胶——在常温和高温下拉伸变形的测定

3 分类

6 类管道接口密封圈规定于表 22－9。3 种型别规定于表 22－10。
材料的公称硬度应在表 22－8 规定的范围内。

表 22－8 硬度分类

硬度等级	40	50	60	70	80	90
硬度范围，IRHD	36～45	46～55	56～65	66～75	76～85	86～95

4 要求

4.1 材料的要求

4.1.1 总则

材料应不含有任何对输送中的流体、密封圈、管道或配件的寿命有害的物质。复合密封圈的弹性体部分若不直接与管道中的流体接触则不需要满足 4.1.2 的要求。

4.1.2 对水质的影响

在输送冷水时，材料在使用条件下不应损害水质。材料应符合有关国家标准的规定。

4.1.3 微生物破坏

如果实际应用中有此要求的话，材料应能耐微生物破坏。试验方法和要求应符合有关国家标准的规定。

4.2 成品密封圈的要求

4.2.1 尺寸公差

公差应与 GB/T 3672 规定的公差等级一致。

4.2.2 疵点和缺陷

密封圈应没有缺陷或可影响其功能的不规整性。疵点应按 GB/T 17604 进行如下分类：

- 在密封工作面上的表面疵点，如 GB/T 17604 中 4.1.1 所述，应认为是缺陷。
- 在非密封工作面上的表面疵点，如 GB/T 17604 中 4.1.2.1b) 所述，不应认为是缺陷。

——在非密封工作面上严重的表面疵点，如 GB/T 17604 中 4.1.2.1a) 所述，可以认为是缺陷。这应由有关双方协商而定；合格质量标准与密封圈的型式和结构有关。

GB/T 17604 中 4.2 所述的内部疵点可以认为是缺陷。GB/T 17604 所述的压缩力可按

照 GB/T 7757 (见附录 E) 测定。压缩力的允许极限值, 应根据密封圈的型式和结构由有关双方协商而定。

4.2.3 硬度

当按 GB/T 6031 规定的微型试验法测定时, 硬度应符合表 22-9 规定的要求。

表 22-9 冷水供应管、排水管、污水管及雨水管用材料的物理性能要求

WA, WC, WG 型 (见表 22-10)				各硬度等级的要求					
性 能	单位	试验方法	章条号	40	50	60	70	80	90
公称硬度允许的误差	IRHD	GB/T 6031	4.2.3	± 5	± 5	± 5	± 5	± 5	± 5
拉伸强度, 最小	MPa	GB/T 528	4.2.4	9	9	9	9	9	9
扯断伸长率, 最小	%	GB/T 528	4.2.4	400	375	300	200	125	100
压缩永久变形, 最大		GB/T 7759							
72h × 23℃	%		4.2.5.2	12	12	12	15	15	15
24h × 70℃	%		4.2.5.2	20	20	20	20	20	20
72h × (- 10)℃	%		4.2.5.3	40	40	50	50	60	60
热空气老化 7d × 70℃		GB/T 3512	4.2.6						
硬度变化, 最大/最小	IRHD			+ 8/ - 5	+ 8/ - 5	+ 8/ - 5	+ 8/ - 5	+ 8/ - 5	
拉伸强度变化, 最大	%	GB/T 528		- 20	- 20	- 20	- 20	- 20	
扯断伸长率变化, 最大/最小	%	GB/T 528		+ 10/ - 30	+ 10/ - 30	+ 10/ - 30	+ 10/ - 30	+ 10/ - 40	+ 10/ - 40
应力松弛, 最大		GB/T 1685	4.2.7						
7d × 23℃	%			13	14	15	16	17	18
100d × 23℃	%			19	20	22	23	25	26
每一对数十进时间的应力松弛, 最大	%			5.1	5.5	5.9	6.3	6.7	7.1
在水中的体积变化, 最大/最小		GB/T 1690	4.2.8						
7d × 70℃	%			+ 8/ - 1	+ 8/ - 1	+ 8/ - 1	+ 8/ - 1	+ 8/ - 1	+ 8/ - 1
耐臭氧		GB/T 7762	4.2.9	在未经放大的条件下观察时看不到裂纹					
可选要求									
压缩永久变形, 最大		GB/T 7759							
72h × (- 25)℃	%		4.3.1	60	60	60	70	70	70
硬度变化, 最大		GB/T 7759							
168h × (- 25)℃	IRHD		4.3.1	+ 18	+ 18	+ 18	-	-	-
在油中的体积变化		GB/T 12832	4.3.2						
72h × 70℃									
1 [#] 油, 最大/最小	%			± 10	± 10	± 10	± 10	± 10	± 10
3 [#] 油, 最大/最小	%			± 50	± 50	± 50	± 50	± 50	± 50

如果密封圈的尺寸合适的话,也可以用 GB/T 6031 规定的常规试验法,但必须有微型试验法作参照。

对于相同的密封圈或沿挤出型材最大长度切割而成的密封圈,最小硬度和最大硬度之间的差值不应超过 5 IRHD,每一硬度值均应在规定的误差范围之内。

4.2.4 拉伸强度和扯断伸长率

拉伸强度和扯断伸长应按 GB/T 528 规定的方法,用 1、2、3 或 4 型哑铃形试样进行测定。优先采用 2 型试样。若不用 2 型试样,则应在试验报告中注明所用的其他哑铃形试样。拉伸强度和扯断伸长率应符合表 22-9 所示的要求。

4.2.5 在空气中的压缩永久变形

4.2.5.1 总则

如果试样取自密封圈,则应尽可能在密封圈使用中的压缩方向上进行测定。

4.2.5.2 在 23℃ 和 70℃ 下的压缩永久变形

当按 GB/T 7759 规定的方法,在 23℃ 和 70℃ 下,采用 B 型试样测定时,压缩永久变形应符合表 22-9 所示的要求。

如果制品的截面太小,以至于不能从制品上切取压缩试样时,则可按 ISO 2285 规定的方法,在 50% 应变下,采用与压缩永久变形相同的试验条件(除应变外)和要求测定密封圈的拉伸永久变形,而不需要模制压缩试样。

4.2.5.3 在 -10℃ 下的低温压缩永久变形

在按 GB/T 7759 规定的方法,在 -10℃ 下,在使用 B 型试样和 (30 ± 3) min 复原时间的条件下测定时,低温压缩永久变形应符合表 22-9 所示的要求。

4.2.6 在空气中的加速老化

为测量硬度(见 4.2.3)和测量拉伸强度与扯断伸长率(见 4.2.4)所制备的试样,应按 GB/T 3512 规定的常规烘箱法在 70℃ 的热空气中老化 7d。

硬度、拉伸强度和扯断伸长率的变化应符合表 22-9 规定的要求。

4.2.7 压缩应力松弛

压缩应力松弛应按 GB/T 1685,方法 A,用经机械和热处理过的圆柱形试样进行测定。对于 7d 期的试验,应记录 3h、1d、3d 和 7d 的测量值;而对于 100d 期的试验,应记录 3h、1d、3d、7d、30d 及 100d 的测量值。用对数时间座标,以回归分析方法绘出最佳的拟合直线,表 22-9 中所给出的 7d 和 100d 的压缩应力松弛要求都是从该直线推导出来的。

在下列温度和时间下测定的压缩应力松弛应符合表 22-9 规定的要求:

冷水供应管接口密封圈 $23^{\circ}\text{C} \times 7\text{d}$

排水管,污水管及雨水管系统 $23^{\circ}\text{C} \times 100\text{d}$

100d 的试验应视为定型试验。每一对数十进位时间对应的应力松弛要求也应认为

是定型试验的要求。

如果试样取自密封圈，则应尽可能在密封圈使用中的压缩方向上进行测定。

如果制品的截面太小，以至于不能从制品上切取压缩试样时，则可按附录 A 规定的方法，在与测定压缩应力松弛相同的要求下测定密封圈的拉伸应力松弛，而不需要模制压缩试样。

4.2.8 在水中的体积变化

当按 GB/T 1690 规定的方法测定时，在 70℃ 的蒸馏水或除去离子的水中浸泡 7d 后，其体积变化应符合表 22-9 规定的要求。

4.2.9 耐臭氧

当按 GB/T 7762 规定的方法在下列条件下试验时，与管道或管配件接触的硫化橡胶密封圈的耐臭氧性应符合表 22-9 规定的要求：

臭氧浓度：(50 ± 5) pphm

温度：(40 ± 2)℃

预拉伸时间：(72₋₂⁰) h

暴露时间：(48₋₂⁰) h

预拉伸率：

36 ~ 75 IRHD (20 ± 2)%

76 ~ 85 IRHD (15 ± 2)%

86 ~ 95 IRHD (10 ± 1)%

相对湿度：(55 ± 10)%

有防护的或分开包裹的橡胶密封元件在安装使用前应满足相同的要求，只是试验所用的臭氧浓度为 (25 ± 5) pphm。

4.2.10 预硫化橡胶型材首尾端的搭接

4.2.10.1 接头

这些接头应进行硫化。

4.2.10.2 接头强度

当按附录 B 规定的方法试验时，在接头的横截面处，在未经放大的条件下观察时应看不到有分离现象。

4.3 可选要求

4.3.1 - 25℃ 下的低温性能

当按 GB/T 7759 规定的方法测定时，在 - 25℃ 下的压缩永久变形应符合表 22-9 规定的要求。

4.3.2 在油中的体积变化

耐油性应按 GB/T 1690 规定的方法测定。试样的体积变化应在 70℃ 的 1[#] 和 3[#] 标准油中

浸泡 72h 后测定。在油中的体积变化应符合表 22－9 规定的要求。

5 试验

5.1 试样的制备

除非另有规定，试样应按 GB/T 9865 规定的方法从成品上切取，如果按有关试验方法所给的说明不能够制备适宜的试样，则应从制造密封圈所用的相同批号的混炼胶并在与生产密封圈所用的相同条件下模压的尺寸适宜的胶板或胶片上切取试样。

对于允许使用不同规格试样的试验，每批产品和任何对比试验应使用相同规格的试样。

5.2 试验温度

除非另有规定，应在（23±2）℃下进行试验。

6 质量保证

质量保证试验不构成本标准正文的一部分，但可以从附录 C 获得指导，该附录推荐了相应的试验周期，产品控制试验及抽样技术。

质量保证规定应与 GB/T 19002—1994（见附录 C）一致。

7 贮存

见附录 D。

8 识别代码

应根据表 22－10 所列的预定用途识别管道用弹性体密封圈。完整的识别代码应由下列内容组成：

- a) 类别 如“O”形圈
- b) 本标准号 即 HG/T 3091
- c) 公称尺寸 如 DN 150
- d) 应用类型 如 WA（见表 22－10）

表 22－10 按类型、用途和要求确定的弹性体密封圈的识别代码

	用 途	要 求	章、条
WA	冷饮用水供应管（50℃以下）	表 2 对水质的影响	4.1.2
WC	非饮用冷水供应管、排水管、污水管及雨水管（45℃以下连续流动和 95℃以下间歇流动）	表 2	
WG	非饮用冷水供应管、排水管、污水管及雨水管（45℃以下连续流动和 95℃以下间歇流动并耐油）	表 2 耐油	4.3.2

- e) 橡胶种类 如 SBR（见 GB/T 5576）

f) 接口密封圈名称 如生产者的商品名称

示例“O”形圈/HG/T 3091/DN 150/WA/SBR/商品名称

9 标志与标签

每一密封圈或每一不宜在密封圈上打标记的袋装密封圈的包装袋，均应以不损害密封能力的方式清楚且牢固地打上下列标志：

- a) 公称尺寸；
- b) 制造厂的识别标志；
- c) 本标准号和紧接的应用类型和硬度级别，如 HG/T 3091/WA/50；
- d) 第三方认证的标志；
- e) 生产日期：季、年，如 4Q 1998；
- f) 若密封圈实际上是耐低温的，应标上 (L)，如 WAL；
- g) 若密封圈实际上是耐油的，应标上 (O)，如 WCO；
- h) 橡胶种类的缩写，如 SBR (见 GB/T 5576)。

附 录 A

(标准的附录)

拉伸应力松弛的测定

A1 原理

测量一固定拉伸长度试样在整个试验期间的应力。

A2 仪器

A2.1 应力仪 (见图 A1): 含有两个夹持试样的夹板，使试样保持一固定的拉伸长度，并且不滑脱。夹具应以能测定试样应力的方式安装，如将其与拉伸试验机联用。

A2.2 测力系统：能精确且稳定到拉力读数的 2% 范围之内。

A3 试样

从成品密封圈上切取两面平行的条状试样，试样的尺寸如下：

厚度：1 ~ 2mm。

宽度：4 ~ 10mm。

长度：(80 ± 1) mm 加在夹具中长度的 2 倍。

每一试验用 3 个试样。

A4 试验条件

应在 4.2.7 给定的温度下进行试验。

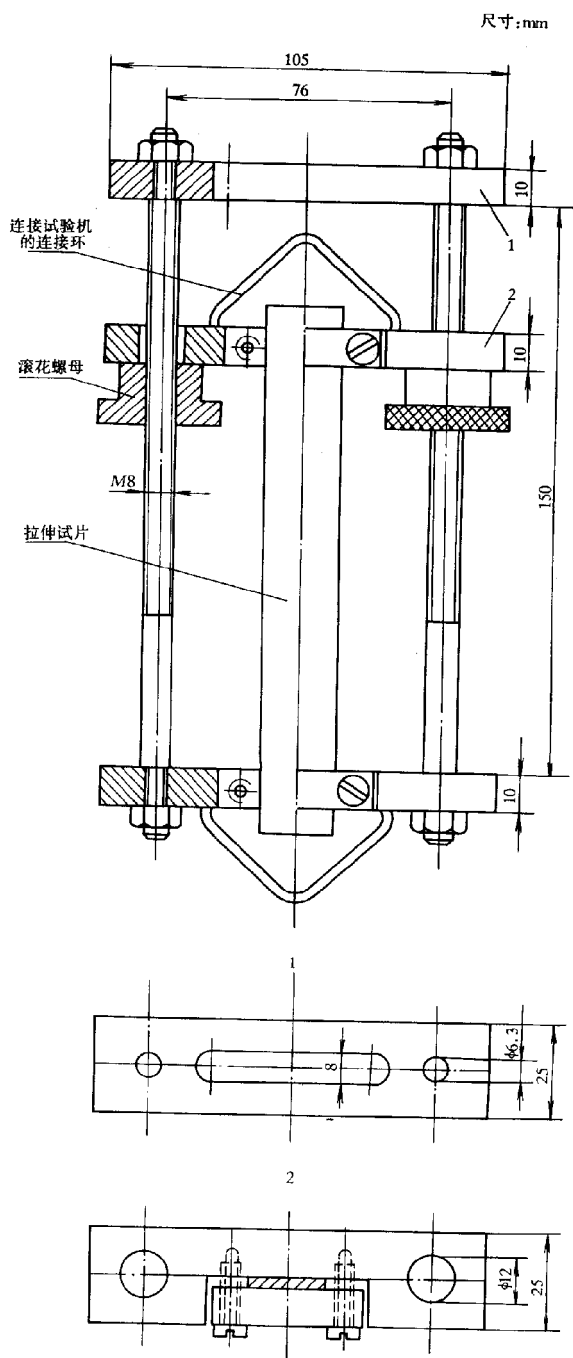


图 A1 拉伸应力松弛测定仪示意图
(图中尺寸仅供参考)

A5 程序

在无应变的情况下将试样安装到夹具上。在 1min 之内将试样拉伸到介于 45% ~ 55% 之间的某一伸长率。在整个试验期间保持这一伸长率。

在试样拉伸 (30 ± 0.5) min 后测量其初始力。

测出 4.2.7 规定的其他时间的拉伸力。

若使用图 A1 所示的应力仪,可将其接到一台拉伸试验机上,通过松开滚花螺钉或采用附加的应变使上夹具处于离开支撑螺钉的状态,并记录所测的力,无论采用何种方式,读数的偏差都不应超过 0.2mm。测完拉伸力后,回复到初始应变,从拉伸试验机上移出应力仪,放到一边。

附 录 B

(标准的附录)

接头强度的测定

B1 原理

将由预硫化橡胶条首尾搭接制成的密封圈进行拉伸检查。

B2 试样

试验既可以在密封圈本身上进行,也可以在有接点的 200mm 长的试样上进行。接点位于试样中心处,距两边各长 100mm。

B3 程序

在距密封圈或试样接点 50mm 的等距离处做两个测量标志,并以 (8.3 ± 0.8) mm/s 的速率将密封圈或试样拉伸,直到两标志间的伸长率达到表 B1 规定的数值。保持该伸长率 1min,并在拉伸状态下检查密封圈或试样。

表 B1 测量接头强度时两测量标志要求的伸长率

硬 度 级 别	伸长率 ,%
70 以下	100
80	75
90	50

附 录 C

(提示的附录)

质量保证

C1 型式试验

有关牌号的密封圈应至少每年或在生产工艺改变时进行一次全项试验。当橡胶配方改变时也应进行全项试验。所有的这些试验,均应采用从成品上切取试样,只有当密封圈的形状不允许从其上切取试样时才使用与成品密封圈相同的配方、硫化条件及制备方法的实验室试样进行试验。对于允许使用不同规格试样的试验,同批产品或任何对比试验应使用相同规格的试样。

C2 产品的控制试验

应使用按 5.1 规定制备的试样进行下列试验,试验结果应符合表 2 规定的要求。

- a) 拉伸强度;
- b) 扯断伸长率;
- c) 压缩永久变形;
- d) 硬度。

C3 产品控制试验的抽样

产品控制试验应在各批成品上进行,并采用下列抽样程序:

a) 对于计数检验,应按 GB 2828—1987 (见附录 E),采用 S-3 检验水平和 2.5% AQL 的抽样方案。

b) 对于计量检验,应按 GB 6378—1986 (见附录 E),采用 S-3 检验水平和 2.5% AQL 的抽样方案。

上述例子并不排除生产者使用 GB 2828 和 GB 6378 中更严格的检验水平的 AQL 值的综合要求。

附 录 D

(提示的附录)

密封圈贮存指南

从生产到使用之间的任何阶段,密封圈应按 GB/T 13938 (见附录 E) 中的建议进行贮存。

应注意下列几点:

- a) 贮存温度应低于 25℃,最好在 15℃以下。

- b) 密封圈应避光贮存,尤其要避免强阳光和高紫外线含量的人造光的照射。
- c) 在存放密封圈的房间内,不应有可产生臭氧的设备,如汞蒸汽灯或可产生电火花或静电的高压电器。
- d) 密封圈应以没有拉伸、压缩或其他形变的松弛方式存放,如不应将密封圈悬挂。
- e) 贮存密封圈的环境应保持清洁。

附 录 E

(提示的附录)

文 献

- 1 GB/T 13938—1992 硫化橡胶自然贮存老化试验方法
- 2 GB 2828—1987 逐批检查计数抽样程序及抽样表(适合于连续批)
- 3 GB 6378—1986 不合格品率的计量抽样检查程序及图表
- 4 GB/T 7757—1993 硫化橡胶或热塑性橡胶压缩应力应变性能的测定
- 5 GB/T 19002—1994 质量体系 生产安装和服务的质量保证模式

第三节 静密封橡胶零件贮存期快速测定方法

Method of accelerated determination for Shelf - life of rubber static sealing parts

HG/T 3087—2001
代替 HG/T 3087—1986 (1997)

1 范围

本标准适用于测定静密封橡胶零件在未变形和变形(径向压缩 12% ~ 25%, 轴向压缩 15% ~ 40%)状态下,在空气和各种油介质中,在仓库贮存条件下保持工作能力的贮存期限。

本方法不适用于易水解的橡胶,例如硅橡胶、聚氨酯、丙烯酸酯和氯醇橡胶等制造的零件在其贮存时与空气接触的情况。

按照本方法测定的橡胶零件贮存期,可作为制定产品贮存期的依据之一。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版

时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—1998 硫化橡胶或热塑性橡胶拉伸应力应变性能的测定 (eqv ISO 37:1994)

GB/T 1685—1989 硫化橡胶在常温和高温下压缩应力松弛的测定 (neq ISO 3384:1979)

GB/T 3512—1989 橡胶热空气老化试验方法 (neq ISO 188:1985)

GB/T 7759—1996 硫化橡胶或热塑性橡胶在常温、高温和低温下压缩永久变形的测定 (eqv ISO 815:1991)

3 方法原理

橡胶密封零件在仓库贮存条件下,引起性能变化的主要因素是热、氧、机械应力和油介质。在一定温度范围内,烘箱加速老化与仓库贮存条件下的变质机理是相同的。利用高温烘箱加速老化试验数据,可外推计算仓库温度下的贮存期。

老化特性指标对于未变形的橡胶零件可用拉断伸长率,对于变形的橡胶零件可用积累压缩永久变形或压缩应力松弛。

4 试样

4.1 测定拉断伸长率的试样应符合 GB/T 528 中对试样的要求。

4.2 测定压缩永久变形和压缩应力松弛的试样应符合 GB/T 7759 和 GB/T 1685 中对试样的要求。

5 试验仪器

5.1 烘箱

烘箱应符合 GB/T 3512 中有关规定。

5.2 拉力试验机

拉力试验机应符合 GB/T 528 中有关规定。

5.3 压缩应力松弛仪

压缩应力松弛仪应符合 GB/T 1685 中有关规定。

6 试验

6.1 试验条件

6.1.1 试验温度

6.1.1.1 老化试验温度为五个,至少应不少于四个,相邻温度间隔不小于 10K。

6.1.1.2 试验温度的上限因生胶、硫化体系不同而异。一般可参照下列数据:天然和氯丁橡胶为 363K;丁腈、丁苯、丁基和顺丁橡胶为 383~363K;乙丙橡胶为 403~383K。

6.1.1.3 为了恰当地选择试验温度的上限,可做必要的探索性试验。

6.1.2 试验时间

6.1.2.1 试验的终止时间因温度不同而异,对于五个温度中的三个较高温度的试验,性能变化需要达到临界值之后方可结束;对于最低温度的试验结束时,压缩永久变形不得低于50%,应力松弛和伸长率不得高于初始值的50%。

6.1.2.2 每个试验温度下的测试数据不得少于10个。每个测试点的时间间隔可根据性能变化的情况而定,一般是前期间隔短,后期间隔长。

6.1.2.3 每个试验温度的第一个测试点,其性能变化对于压缩永久变形不得高于20%,对于应力松弛不得低于初始值的80%,对于伸长度不得低于初始值的90%。

6.1.3 在油介质中试验

对于密封零件在油介质中贮存时,试样应在油介质中进行老化试验。试验时将老化夹具放在盛有试验油的密闭容器内,此容器的体积为150mm×100mm×80mm。试验油的用量应使夹具完全浸没在油中,把此容器放在烘箱中进行老化,达到规定的时间间隔后把夹具从容器中取出。把试样表面的油用滤纸吸干,进行有关测试。测试完毕后,再放入容器内进行老化。

6.2 试验步骤

6.2.1 按照GB/T 3512,在烘箱中进行加速老化试验。

6.2.2 压缩应力松弛测定按GB/T 1685进行。唯老化前的初始应力是上好夹具后,在标准试验室环境下停放3d后测定其应力。对于在油介质中试验时是把夹具放在盛有油的密闭容器内,在标准试验室环境下停放3d后测定其应力。老化后之应力是在夹具从老化箱中取出,在标准试验室环境下停放3h后测定其应力。每次测定后,将夹具放入老化箱,进行下个周期的老化。

6.2.3 压缩永久变形测定按GB/T 7759进行。唯试样的初始高度是上好夹具,在标准试验室环境下停放1d,然后去掉负荷,再停放1d后测定其高度为初始高度。对于在油介质中试验时是把夹具放在盛有油的密闭容器内,在标准试验室环境下停放1d,然后从容器内取出夹具并去掉负荷,再停放1d后测定其高度为初始高度。老化后试样的高度为夹具从烘箱中取出后卸掉负荷,在标准试验室环境下停放1d后测定其高度。每次测定后,把试样重新放入夹具并送回老化箱中进行下一个周期的老化。

6.2.4 拉断伸长率测定按GB/T 528进行。老化前的拉断伸长率取10次测量的平均值,老化后的拉断伸长率取五次测量的平均值。

7 结果处理

7.1 老化特性指标 y 与老化时间 τ 之间关系可用下列经验公式描述:

$$y = B e^{-K\tau^a} \dots\dots\dots (1)$$

式中: y ——对于应力松弛为任一老化时间 τ 时的应力 f 与老化前的初始应力 f_0 的比值,

对于拉断伸长率为任何一老化时间 τ 时的伸长率 L 与老化前的伸长率 L_0 的比值, 对于压缩永久变形为 1 减任一老化时间 τ 时压缩永久变形率 ϵ ;

B ——试验常数;

K ——速度常数, d^{-1}

τ ——老化时间, d ;

α ——经验常数。

7.2 速度常数 K 与老化温度 T 之间关系服从阿伦尼乌斯公式:

$$K = A e^{-E/RT} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: E ——表面活化能, $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$;

R ——气体常数, $\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$;

T ——老化温度, K ;

A ——频率因子, d^{-1} 。

7.3 公式参数的估计

7.3.1 利用逐次逼近法估计参数

式(1)经对数变换后, 在自变量中含有待估定参数 α , 可采用逐次逼近的方法求解。逼近的准则是令 α 估计精确到小数点后两位时, 使

$$I = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \hat{y}_{ij})^2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

最小。

式中: y_{ij} ——第 i 个老化温度下, 第 j 个测试点特性指标的试验值;

$\hat{y}_{ij}$ ——第 i 个老化温度下, 第 j 个测试点特性指标的预测值。

7.3.2 逼近准则 I 的计算

在 α 为某一尝试值时, 式(1)经对数变换后可得如下直线形式:

$$Y = a + bX \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$$Y = \lg y; a = \lg B; b = -\frac{K}{2.303R}; X = \tau^\alpha$$

按最小二乘法估计 a 和 b 。

$$b_i = \frac{\sum XY - \frac{\sum X \cdot \sum Y}{n}}{\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{n}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$a_i = \frac{\sum Y}{n} - b \cdot \frac{\sum X}{n} \quad \dots\dots\dots (6)$$

由此可求得 p 个试验温度下的速度常数 $K_i = -2.303 b_i$ 和 $B_i = 10_{a_i}$, 则式(1)中参数 B 的估计值

$$\hat{B} = \frac{\sum B_i}{p}$$

式(2)经对数变换后可得如下形式:

$$W = C + DZ \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$$W = \lg K; C = \lg A; D = -\frac{E}{2.303}; Z = T^{-1}$$

按最小二乘法估计 C 和 D 。

$$D = \frac{\sum WZ - \frac{\sum W \cdot \sum Z}{p}}{\sum Z^2 - \frac{(\sum Z)^2}{p}} \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$C = \frac{\sum W}{p} - D \cdot \frac{\sum Z}{p} \quad \dots\dots\dots (9)$$

由此可查得 p 个试验温度下的速度常数 K 的估计值 $\hat{K}_i = 10^{(C + DZ_i)}$ 。

于是

$$I = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \hat{y}_{ij})^2 = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \hat{B} e^{\hat{K}_i T_{ij}^\alpha})^2$$

7.3.3 对 α 的尝试法

尝试的原则是不断缩小尝试区间和尝试的间隔。由经验得知 α 值在 $0 \sim 1$ 之间,第一次令 α 为 0.5 和 0.51 ,比较两种情况下的 I 值,如果 $\alpha = 0.5$ 时 I 值小,则以后的尝试区间为 $0 \sim 0.5$,否则为 $0.51 \sim 1$,这时尝试间隔取 0.1 。以后随着尝试区间不断缩小,不断的改变尝试间隔为 0.05 和 0.01 。在 α 尝试精确到小数点后两位时 I 值最小的一组解即为参数估计的最终解。

7.4 统计分析

7.4.1 $W = C + DZ$ 方程的线性相关检验

使用 r 检验,相关系数 r 的计算按下式:

$$r = \frac{\sum WZ - \frac{\sum W \cdot \sum Z}{p}}{\sqrt{\left[\sum W^2 - \frac{(\sum W)^2}{p} \right] \left[\sum Z^2 - \frac{(\sum Z)^2}{p} \right]}} \quad \dots\dots\dots (10)$$

查相关系数表中显著性水准为 0.01 ,自由度 $df = p - 2$ 的表值,如果计算值大于表值,则 W 与 Z 相关显著,方程成立。否则方程不能成立,查找原因,重新试验或补做试验。

7.4.2 W 的预测区间估计

W 的标准偏差按下式计算:

$$S_w = S \sqrt{1 + \frac{1}{p} + \frac{(\bar{Z}_0 - \bar{Z})^2}{\left[\sum Z^2 - \frac{(\sum Z)^2}{p} \right]}} \quad (11)$$

式中：

$$S = \sqrt{\frac{(1 - r^2) \left[\sum W^2 - \frac{(\sum W)^2}{p} \right]}{p - 2}} \quad (12)$$

则 W 的置信界限的上限为：

$$W = C + DZ + tS_w \quad (13)$$

式中 t 可以从自由度 $df = p - 2$ 和显著性水准为 0.05 时的单侧界限 t 的数值表中查出。

7.5 贮存期的计算

7.5.1 预测方程的确定

按照式 (13) 可查得贮存温度下的速度常数的上限为：

$$\hat{K}_{\text{限}} = 10^{(C + D \cdot \frac{1}{T_0} + tS_w)} \quad (14)$$

则在贮存温度下的性能变化的预测方程式为：

$$y = \hat{B}e^{-\hat{K}_{\text{限}}\tau^\alpha} \quad (15)$$

7.5.2 临界值的确定

7.5.2.1 按照橡胶零件技术条件中规定的模拟试验确定。在加速老化一个中等水平温度下，零件和试样一起老化，然后通过模拟试验，找到零件密封性丧失的临界时间，根据此时试样的性能变化，适当的确定计算贮存期的性能临界值 y_0 。

7.5.2.2 可按零件技术条件中规定的有关性能的极限允许值作为临界值。

7.5.3 贮存期的计算

按下式计算贮存期：

$$\tau = \exp \left[\frac{1}{\alpha} \left(\ln \ln \frac{\hat{B}}{y_0} - \ln \hat{K}_{\text{限}} \right) \right] \quad (16)$$

8 试验报告

试验报告应包括如下内容：

- 零件名称和胶料牌号。
- 加速老化试验温度。
- 老化时间。
- 老化特性指标的试验数据。
- $\lg y$ 对 τ^α ， $\lg K$ 对 $1/T$ 关系图。
- 公式的参数估计。

g. $\lg K = C + D \cdot \frac{1}{T}$ 方程的统计分析。

h. 临界值的确定。

i. 贮存期。

附 录 A
(标准的附录)
相关系数检验表

相关系数检验表见表 A1。

表 A1 相关系数检验表

自由度 df	0.01 显著性水准
1	1.000
2	0.990
3	0.959
4	0.917
5	0.874

附 录 B
(标准的附录)
单侧界限 t 的数值表

单侧界限 t 的数值表见表 B1。

表 B1 单侧界限 t 的数值表

自由度 df	0.05 显著性水准
1	6.314
2	2.920
3	2.353
4	2.132
5	2.015

附 录 C

(提示的附录)

一个贮存期计算例子

用丁腈 - 26 制备的固定连接用的密封垫片，根据试样压缩永久变形变化，计算它在标准仓库温度下 (298K)，临界值 $y_0 = 0.3$ 时的贮存期。

C1 测定试样在 373K，363K，353K，343K 和 333K 温度下不同老化时间的压缩永久变形变化，其试验结果如表 C1 所示。

表 C1

试验数据

老化时间 (τ) d	$y = 1 - \epsilon$				
	373K	363K	353K	343K	333K
0.5	0.847	0.884	0.915		
1	0.792	0.848	0.873	0.914	
2	0.705	0.791	0.848	0.888	0.912
3	0.650	0.752	0.824	0.874	0.913
4	0.606	0.710	0.802	0.856	0.902
5	0.560	0.667	0.770	0.839	0.889
7	0.496	0.610	0.725	0.815	0.873
9	0.439	0.558	0.686	0.787	0.859
12	0.384	0.499	0.639	0.756	0.841
16	0.327	0.437	0.584	0.718	0.817
20	0.289	0.392	0.539	0.681	0.797
25	0.242	0.338	0.485	0.633	0.765
32		0.288	0.428	0.584	0.729
39		0.254	0.387	0.546	0.718
64.3			0.255	0.411	0.605
99.3					0.489

C2 确定式 (1) 中的 α

在计算机上利用对 α 尝试法计算准则 I ，经过六次尝试得到 α 的最好选择值为 0.59，六次尝试得到的 I 值如表 C2 所示。

表 C2 α 不同尝试值时的 I 值

α	0.50	0.51	0.60	0.70	0.59	0.58
I	0.03571	0.03132	0.01780	0.03667	0.01750	0.01775

C3 计算各个温度下的速度常数 K 和 B ，并作 $\lg y$ 对 $\tau^{0.59}$ 关系图（图 C1）

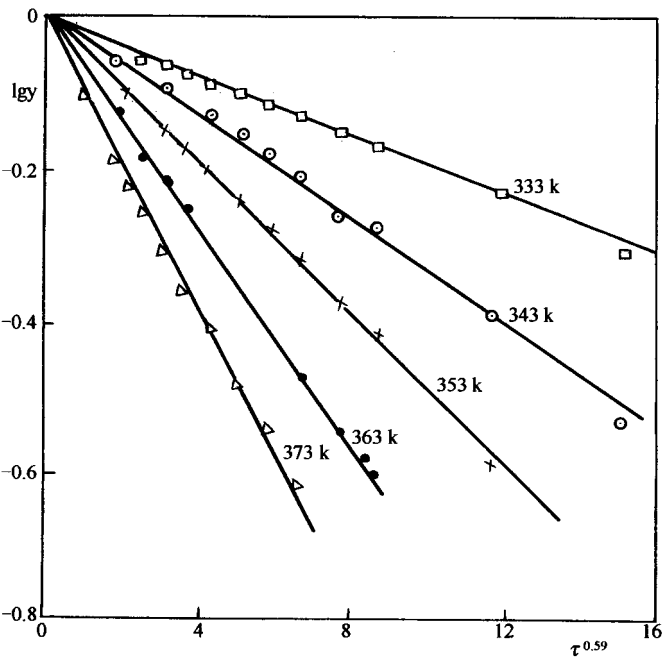


图 C1 性能变化的 $\lg y$ 对 $\tau^{0.59}$ 关系

在 $\alpha = 0.59$ 时，按式（5）和（6）计算 a 和 b ，由此得到各个温度下 K 和 B ，结果如表 C3 所示。

表 C3 各个温度下的速度常数 K 和 B

常 数	373K	363K	353K	343K	333K
K	0.2093	0.1604	0.1139	0.0730	0.0447
B	0.966	1.004	1.024	1.016	1.012

由表 C3 可计算 B 的估计值：

$$\hat{B} = \frac{1}{5} (0.966 + 1.004 + 1.024 + 1.016 + 1.012) = 1.005$$

C4 建立 $\lg K = C + D \cdot 1/T$ 关系，并作统计分析

根据表 C3 中的 K ，作 $\lg K$ 对 $1/T$ 关系图，如图 C2 所示。

按式（8）~（12）计算分别得到 C 、 D 、 r 、 S 和 S_w 如表 C4 所示。

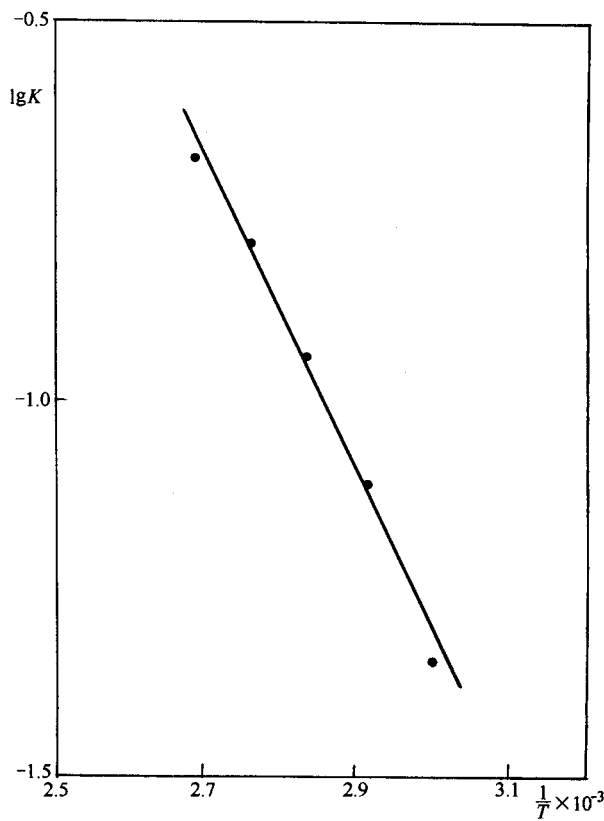


图 C2 $\lg K$ 对 $\frac{1}{T}$ 关系

表 C4 参数的估计值

C	D	r	S	S _w
4.970	-2097.29	-0.996	0.027	0.0625

由附录 A 查得自由度 $df = 3$ ，显著性水准为 0.01 时的相关系数的表值为 0.959， r 的计算值大于表值，所以建立的 $\lg K = 4.970 - 2097.29 \cdot 1/T$ 方程是相关显著的。

由附录 B 查得自由度 $df = 3$ ，单侧界限显著性水准为 0.05 的 t 值是 2.353，所以 $\lg K$ 的预测区间的上限为

$$\begin{aligned} \lg K &= 4.970 - 2097.29 \frac{1}{T} + 2.353 \times 0.0625 \\ &= 5.117 - 2097.29 \frac{1}{T} \end{aligned}$$

则在 $y_0 = 0.3$ 时的贮存期 τ_{298} 为：

$$\tau_{298} = \exp \left[\frac{1}{0.59} \left(1 \ln \frac{1.005}{0.3} - \ln 0.0120 \right) \right] = 6.8 \text{ (年)}$$

第四节 燃油用 O 形橡胶密封圈材料

Rubber mixture of O – ring seals for fuel

HG/T 3089—2001

代替 HG/T 3089—1987 (1997)

1 范围

本标准规定了石油基燃油系统用 O 形橡胶密封圈材料的要求、抽样、试验方法及标志、标签、包装、贮存。

本标准适用于在石油基燃油系统、 $-40 \sim 100^{\circ}\text{C}$ 下使用的 O 形橡胶密封圈材料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的本文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—1998 硫化橡胶或热塑性橡胶拉伸应力应变性能的测定 (eqv ISO 37: 1994)

GB/T 531—1999 橡胶袖珍硬度计压入硬度试验方法 (idt ISO 7619:1986)

GB/T 1682—1994 硫化橡胶低温脆性的测定 单试样法

GB/T 1690—1992 硫化橡胶耐液体试验方法 (neq ISO 1817:1985)

GB/T 3512—1989 橡胶热空气老化试验方法 (neq ISO 188:1985)

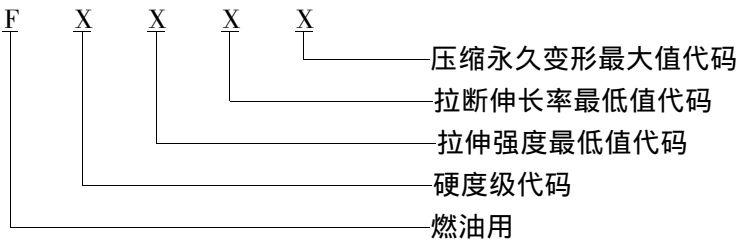
GB/T 7535—1996 硫化橡胶分类 分类系统说明 (eqv ISO 4632 - 1:1982)

GB/T 7759—1996 硫化橡胶、热塑橡胶常温、高温和低温下压缩永久变形测定 (eqv ISO 815:1991)

3 要求

3.1 燃油用 O 形橡胶密封圈材料代号由“用途和基本物理性能代码”组成。基本物理性能代码应符合 GB/T 7535 的规定。

示例：



3.2 制造燃油用 O 形橡胶密封圈所用的原材料及制造工艺应当遵照有关技术规范的要求。

3.3 橡胶材料的物理性能应符合表 22 - 11 要求。

表 22 - 11 橡胶材料的物理性能

序 号	项 目	指 标			
		F6364	F7445	F8435	F9424
1	硬度，邵尔 A 度	60 ± 5	70 ± 5	80 ± 5	88 ⁺⁵ ₋₄
2	拉伸强度，MPa 不小于	9	10	11	11
3	拉断伸长率，% 不小于	300	220	150	100
4	压缩永久变形，%（B 型试样 100℃，24h） 不大于	35	30	30	35
5	热空气老化（100℃，24h）				
	硬度变化，邵尔 A 度	0 ~ 10	0 ~ 8	0 ~ 8	0 ~ 8
	拉伸强度变化率，% 不小于	- 10	- 10	- 10	- 10
	拉断伸长率变化率，% 不小于	- 30	- 30	- 30	- 30
6	耐液体				
	燃油 B（常温，72h）				
	硬度变化，邵尔 A 度	- 25 ~ 0	- 20 ~ 0	- 20 ~ 0	- 15 ~ 0
	体积变化率，% 不小于	35	35	30	30
	燃油 B（常温，72h 浸泡后再经 100℃，24h 干燥）				
7	体积变化率，% 不小于	- 12	- 10	- 8	- 5
	脆性温度，℃ 不高于	- 40	- 40	- 35	- 30

4 抽样

- 4.1 同班同机台生产的相同橡胶材料以不多于 300kg 为一批。
- 4.2 应从每批橡胶材料中任意抽取一辊，按规定的工艺条件制备试样。每批橡胶材料的物理性能按表 22 - 11 中 1 ~ 4 项和第 6 项的要求进行检验。
- 4.3 当有下列情况之一时，应对本标准规定的技术要求进行全项检验。
- 产品转厂生产或新产品定型鉴定时。

- 正式生产后，如材料、工艺有较大改变可能影响产品性能时。
- 正常生产每一季度末时。
- 产品停产三个月以上、恢复生产时。
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。
- 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

4.4 当检验结果出现不合格时，应取双倍试样对不合格项目进行复验。复验仍不合格，允许对胶料修炼一次。修炼后应进行全项性能检验，若其中仍有一项不合格，则该批橡胶材料为不合格品。

5 试验方法

- 5.1 硬度按 GB/T 531 规定进行试验。
- 5.2 拉伸强度、拉断伸长率按 GB/T 528 规定进行试验。
- 5.3 压缩永久变形按 GB/T 7759 规定进行试验。
- 5.4 热空气老化按 GB/T 3512 规定进行试验。
- 5.5 耐液体按 GB/T 1690 规定进行试验。
- 5.6 脆性温度按 GB/T 1682 规定进行试验。

6 标志、标签、包装、贮存

- 6.1 橡胶材料的外包装上应有明显标志，包括材料名称、材料代号、生产日期、批号、生产厂名等内容。此外应有防晒、防潮及严禁与腐蚀物质接触的标志。
- 6.2 每个内包装中应附有标签，标签上应标明标准编号、材料代号、生产日期、硫化条件、数量、合格印记、生产厂名等。
- 6.3 应采用对橡胶材料无损害、无污染的材料进行包装。然后装入包装箱内，每箱不超过 50kg。
- 6.4 橡胶材料应贮存在温度为 $0 \sim 28^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不大于 80% 的环境中，距离热源不应小于 1m。
- 6.5 橡胶材料在贮存期间不允许与酸、碱、油、有机溶剂接触，避免日光、电弧光、紫外线及其他射线照射。
- 6.6 在遵照上述贮存条件下，橡胶材料的贮存期为三个月，超过贮存期的胶料，应按表 22-11 规定进行全项性能检验，合格后方可使用。

第二十三章 高聚物多孔弹性材料的相关测定方法和技术

第一节 高聚物多孔弹性材料——恒定压力降时流量的估算方法

Polymeric materials , cellular flexible—Method of assessment of air flow value at constant pressure—drop

GB/T 18945—2003

idt ISO 7231 : 1984

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了高聚物多孔弹性材料的流量估算方法。流量是用来说明多孔结构生产配方比例的结果。

2 定义

流量：要求对弹性海绵试片维持恒压差的体积流率。在本标准中，流量的单位为 m^3/s 。

3 原理

气流通过标准弹性海绵样品而产生规定的恒定气压差。维持这种气压差的气流速率就是流量。

4 仪器

图 23 - 1 和图 23 - 2 为合适的仪器图。

4.1 流量计

气流测量时要求低压降流量计精确到 $\pm 2\%$ ，结合气门控制和鼓风机速度来调节实际气流。二通气门嘴应如图（1）这样固定，以便通过流量计的压力降在任何给定的流量时是恒定的。

注：建议使用至少为 250mm 刻度的空气流量计。量程为 $0 \sim 10\text{dm}^3/\text{m}$ 范围内的流量计适用于多种高聚物多孔材料。

4.2 压力计

要求压力计量程为 $0 \sim 250\text{Pa}$ 且精度为 2% ，为防止由于偶然的过量压力变化使压力计液体吸入闸室应具有分离器，调平压力计后，储液器内的柱塞被用来进行初调。

注：建设使用带有 2Pa 刻度的倾斜式压力计。在压力计上安装一水准仪以确保与水平面适当的倾斜度。

4.3 鼓风机

空气的供给是这样的：使用压缩空气、排风机或真空泵等获得经过试片的常压下的正压差或负压差。

注：可设计一种特殊的仪器，只使用正压差或负压差。

4.4 试片垫

应提供把试片垫和压力计及排气用装置结合的标称尺寸为 $\phi 140\text{mm}$ （直径） $\times 150\text{mm}$ （高度）（见图 23-1）或 $\phi 75\text{mm}$ （直径） $\times 1000\text{mm}$ （长度）（见图 23-2）的闸室，试片槽应为 $(50 \pm 0.05)\text{mm} \times (50 \pm 0.05)\text{mm} \times (25 \pm 0.05)\text{mm}$ 。试片应用合适的方法支撑，例如用支撑板、金属线或多孔支座。支撑物应具有均匀分布在支撑物表面上至少占其总面积 70% 的开孔面积（见图 23-1 和见图 23-2 的定位支撑物），压力计和排气装置如图 23-1 和图 23-2 所示。

4.5 常压下的试验室的操作

4.5.1 泄漏试验

仪器（见图 23-1）应按以下的方式进行泄漏检查。

4.5.1.1 用密封带密封试片垫槽。

4.5.1.2 把所有流量计阀门关闭，把供气开关开到最大调节处的约三分之一时，观察流量计的移动，30s 后流量计读数不应超过 1Pa 。

4.5.1.3 轻轻地打开低量程流量计上的阀门，观察流量计从静止处浮动少于 3mm 时，流量应基本为零。

5 试片

试片应是直解平行六面体，尺寸为 $(51.0 \pm 0.3)\text{mm} \times (51.0 \pm 0.3)\text{mm} \times (25.0 \pm 0.3)\text{mm}$ 。试片应在原始孔结构未变形时进行切割，用 3 个试片进行试验。

注：有无外皮的试片都可用此方法进行试验，但结果不具可比性。

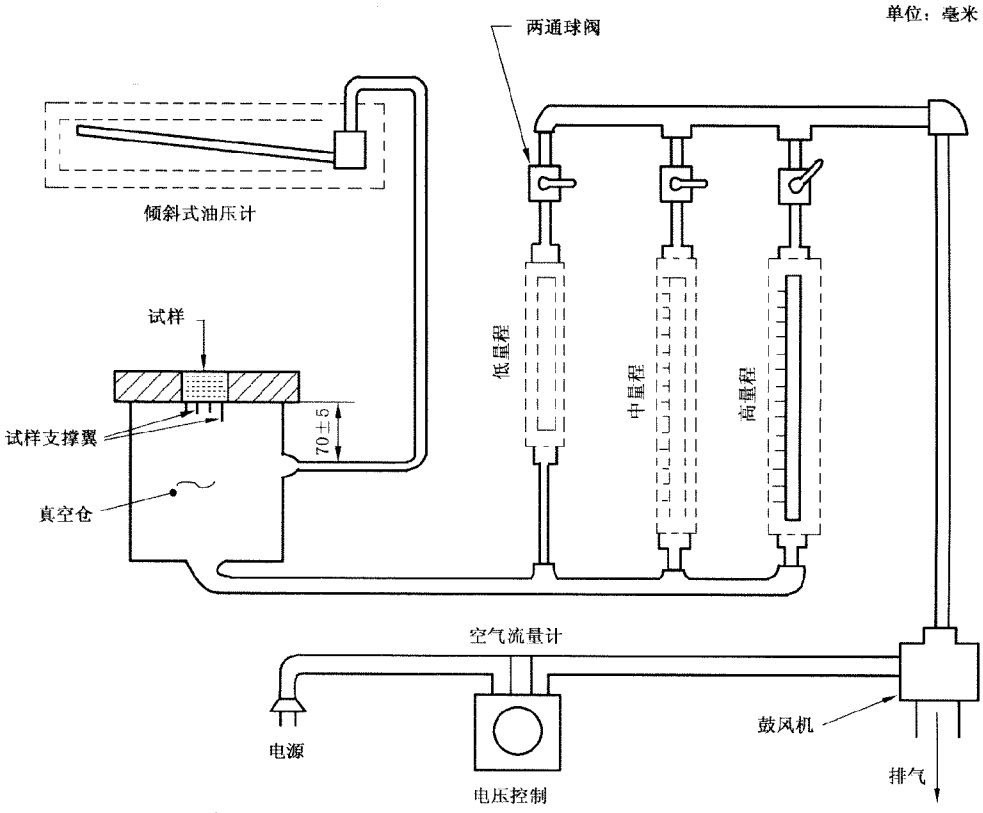


图 23-1 空气流量示意图 (使用低于大气压下的空气压力)

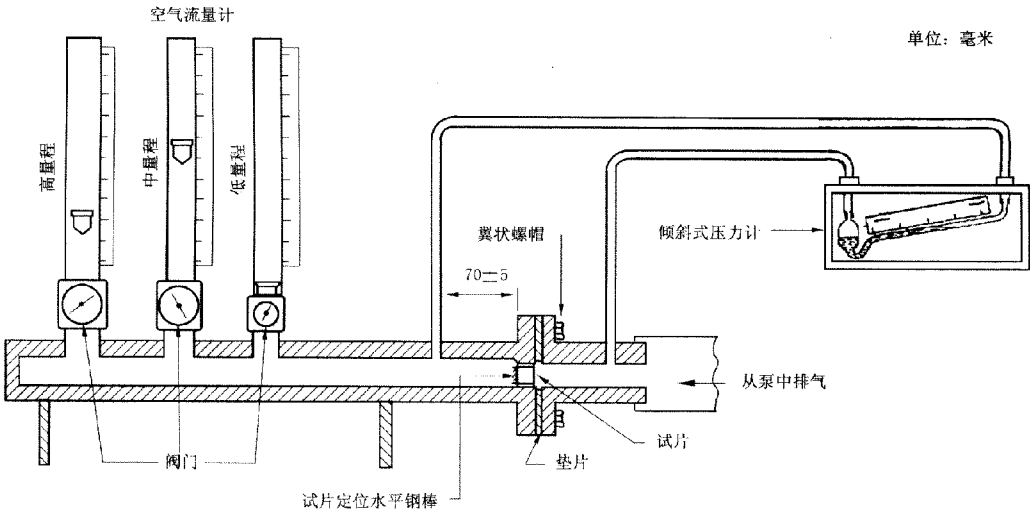


图 23-2 气流仪示意图 (使用高于大气压的空气压力)

6 试验条件

试验应在温度为 $(23 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $(50 \pm 5)\%$ 或温度为 $(27 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $(65 \pm 5)\%$ 的标准条件下进行。

注：由于流量计刻度易受温度影响，所以在这两组条件中，结果不可进行比较。

7 试验步骤

7.1 把侧面有表皮的试片放入试验槽内，使有表皮的侧面暴露在低压下，确定试片不受不适当应变的影响且沿试片和仪器边缘可获得良好的气密性。

7.2 关闭流量计阀门，接通风机或真空泵。

7.3 慢慢地打开高量程流量计并调节气流以获得气压计上 (125 ± 1) Pa 的压差。

7.4 如果读数少于最大读数的 10%，则关闭此流量计阀门并打开中量程流量计阀门。重复此步骤直到已选定正确的流量计并获得读数为止。

注：为更精确起见，可以选择使用两种相邻流量计，在适当的刻度上使高流量计稳固而在低量程流量计上进行调节，这样的话，气流值是在保持压差 10s 后从两个流量计读数的总和中获得的。

7.5 记录如 7.4 所述获得的读数作为样品的流量，单位为 m^3/s 。

8 试验报告

试验报告包括以下内容：

- a) 参照本标准；
- b) 材料的说明及其特性；
- c) 如果不是条款 5 中所规定的尺寸，则应说明试片的厚度；
- d) 考虑到各向异性的方向应说明试片的取向及有无外皮；
- e) 使用条件，如温度、相对湿度、仪器类型及压力方向；
- f) 单个试验结果和平均流量，平均流量以 dm^3/s 表示，精确到 $0.1\text{dm}^3/\text{s}$ 。

第二节 高聚物多孔弹性材料——压缩 应力应变特性的测定

第 1 部分：低密度材料

Polymeric materials, cellular flexible—Determination of
stress – strain characteristic in compression—Part 1 :
Low – density materials

GB/T 18942.1—2003
idt ISO 3386 – 1 : 1986

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准的本部分规定了 250kg/m^3 以下的低密度多孔弹性材料的压缩应力应变特性的测定方法，同时也说明了计算此类材料压缩应力值的方法。

虽然这类材料未必有长期承受负荷的能力，但是压缩应力应变特性可作为材料耐负载性能的衡量标准。

压缩应力应变特性不同于凹入硬度特性（按 GB/T 12825 测定的），后者受到试验的多孔弹性材料的厚度和拉伸性能、压缩板形状、试片形状和大小的影响。

本标准第 2 部分规定了高密度材料压缩应力应变的测定方法，且在以下方面不同于第 1 部分：

- 主要与密度高于 250kg/m^3 的材料有关。
- 压缩应力值已被取消。
- 不允许使用圆筒形试片。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6342 多孔塑料和橡胶线性尺寸的测定

GB/T 12825 高聚物多孔弹性材料 凹入度法硬度测定

3 定义

本标准使用下列定义：

3.1 压缩应力应变特性 (C): 在规定试验第四次加载试验期间, 以恒变形速率压缩到规定变形所需的应力来表示为压缩变形的函数。应力的单位用 kPa 表示。

3.2 压缩应力值 (CV_{40}): 压缩到 40% 的压缩应力应变特性。

4 仪器

4.1 试验机

试验机应具有在支承面 (见 4.2) 和压缩板 (见 4.3) 之间压缩试片的能力, 试验机在垂直方向运动的相对速率始终保持 (100 ± 20) mm/min。

试验机应具有测量在产生规定压缩变形精确到 $\pm 2\%$ 的力的能力, 并具有在加载下测量试片厚度精确到 ± 0.2 mm 的能力。试验机应装有自动记录应力应变值的装置。

4.2 支承表面

除另有规定外, 试片应放在光滑、平整、水平和刚性的支承面上, 支撑面应比试片大, 面上应开有直径为 6 mm, 间距约为 20 mm 的排气孔以使空气从试片下逸出。

4.3 压缩板

压缩板可以是任意合适的规格和形状, 但应从各个方向叠盖试片。板底面应平滑但不被抛光且应同支承表面保持平行。

5 试片

5.1 形状和尺寸

试片应是一个平行六面体或圆柱体, 所选试片厚为 $50 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ 且绝不能小于 10 mm, 小于 10 mm 厚的试片应重叠在一起以达到所规定的范围, 但每一层的厚度至少要大于 10 个微孔直径。

试片的面积不能小于 $2\,500 \text{ mm}^2$ 且试片与压缩板不能正好重叠。

注: 面积接近下限的试样, 压缩力可能低, 因此需要专门的试验设备, 以满足 4.1 中所规定的精度。

5.2 样品的取向

如果产品显示出多孔结构的取向, 则压缩的方向应与各有关方面一起协商进行。通常产品试验的方向是成品在使用条件下的受力方向。

5.3 试片数量

应用 3 个试片进行试验。

5.4 调节

除非材料另有说明,样品在生产后 72h 内不得用于试验。试验前,试片应在下列条件之一调节 16h 以上:

- a) 温带气候下使用:温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 $50\% \pm 5\%$;
- b) 热带气候下使用:温度 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 $65\% \pm 5\%$ 。

调节时间应在制造 72h 之后,试验应在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下进行。

6 试验步骤

按 GB/T 6342 所规定的相应步骤测量试片尺寸并计算负载承受面的面积。

插入试片使得作用力沿着试验机中线发生作用,通过压缩板以 $(100 \pm 20) \text{ mm/min}$ 的速度压缩试片,直至把最初的试片厚度压到 $70_0^{+5}\%$ 或直至达到材料特性所规定的压缩应变为止。然后以同样的速度减压直至压缩板与底板之间的间距等于试片的初始厚度。立即重复此步骤 3 次,在第 4 次压缩达到规定的应变时,读取压力负荷值,单位为 N。

注:如果要求试片在多次压缩应变时进行测试,只要测试结果按应变增加的大小顺序,就不必考虑各次读数之间的恢复时间或不必要重复各次应变读数之间的预加负载步骤。

7 结果表示

7.1 压缩应力应变特性

任一压缩百分率下的压缩应力应变特性,按式(1)计算:

$$C_x = 1\,000 \times \frac{F_x}{A} \dots\dots\dots (1)$$

式中: C_x ——压缩率为 $x\%$ 时的压缩应力/应变特性,单位为 kPa;

F_x ——在第四次负荷循环中,压缩率为 $x\%$ 记录下的力,单位为 N;

A ——试片的表面积,单位为 mm^2 。

8 重复试验

对同一试片进行重复试验时,至少应保持 16h 的恢复时间。

9 试验报告

试验报告包括下列内容:

- a) 引用此国家标准的名称;
- b) 材料说明;
- c) 试片调节时的湿度和温度;
- d) 所用试片的尺寸和重叠层数(如果采用);
- e) 各单个试片的压缩应力应变特性及其中值,和/或各个试片的压缩应力值及其中值;
- f) 其他有关情况。

注：以下是怎样简要表达压缩应力应变特性的例子：

GB/T 18942.1 C_{25}

23℃，相对湿度为 50%

单个试片的结果 kPa

中值 kPa

第三节 高聚物多孔弹性材料——压缩 应力应变特性的测定

第 2 部分：高密度材料

Flexible cellular polymeric materials—Determination of
stress – strain characteristics in compression—Part 2 :
High – density materials

GB/T 18942.2—2003

idt ISO 3386 – 2 : 1997

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准的本部分规定了密度大于 250kg/m^3 的高聚物多孔弹性材料的应力应变特性的测定方法。

虽然此类材料未必承受长时间的负荷，但压缩应力应变特性可作为该材料的负荷特性的测量方法。

压缩应力应变特性不同于凹入硬度特性（根据 GB/T 12825 测定的），凹入硬度特性要受到试验的多孔弹性材料的厚度和拉伸性能的影响，同时也受压缩板形状，试片形状和大小的影响。

本标准第 1 部分规定了低密度弹性材料的试验方法，在以下方面不同于第 2 部分：
——第 1 部分与密度小于或等于 250kg/m^3 的材料有关，而第 2 部分则主要与密度高于 250kg/m^3 的材料有关。
——压缩应变值在第 2 部分中作了删除。

——第2部分不允许使用圆柱体试片。

本部分是测试高密度多孔弹性材料（例如多孔橡胶）的通用方法，测试在应力应变曲线急剧上升部分的多个点中的其中一点上进行。试片的形状系数十分重要，而且只有具有相同形状系数的试片的试验结果才具有可比性。

注：为了便于比较，此方法可以用于密度为 150kg/m^3 及以下的材料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6342 多孔塑料和橡胶线性尺寸的测定

GB/T 12825 高聚物多孔弹性材料 凹入度法硬度测定

3 定义

本标准采用下列定义

3.1 压缩应力应变特性（ C ）：在规定试验第四次加载试验期间，以恒变形速率压缩到规定变形所需的应力来表示为压缩变形的函数。应力的单位用 kPa 表示。

注：应力常引用在标有 $(25 \pm 1)\%$ ， $(40 \pm 1)\%$ ， $(50 \pm 1)\%$ 和 $(65 \pm 1)\%$ 的压缩变形中，分别记为 C_{25} 、 C_{40} 、 C_{50} 及 C_{65} 。

3.2 形状系数：试片的受力四面积与其他四个垂直侧面积总和之比。

4 仪器

仪器为一台试验机，能以 $(5 \pm 1)\text{mm/min}$ 恒速压缩试片，最好能自动记录应力应变值。

压缩板与底板应保持平行。在施加负荷时，试验机应能测量试片的厚度至 $\pm 0.1\text{mm}$ 精确度。在试验期间，在规定时间内，用适合于材料的试验方法，试验机应能保持规定的压缩程度。

试验机应能测量产生规定压缩变形所需的力至 $\pm 2\%$ 的精确度。

应将试片放在一个光滑、平整、刚性且大于试片的支撑面上。

压缩板的大小和形状可任意，但应能从各个方向覆盖试片。压缩板表面应光滑但不能抛光。

5 试片

5.1 尺寸

试片应是一个直解平行六面体，承受负载的表面边长最少为 40mm ，形状系数为 1，因此试片宽度与厚度之比应为 4:1。

5.2 准备

试片的正反面都应带有表皮,试片应整齐地切取且边缘应垂直于表面并露出微孔结构。对于薄试片,可切成同样形状和大小重叠在一起,以达到要求的厚度,但每层厚度应至少不小于 10 个微孔直径。

5.3 样品的取向

如果制品显示出多孔结构的方向性,压缩的方向应按有关方面协商进行。通常,测试的方向是其使用时的受压方向。

5.4 试片数量

用 3 个试片进行测试。

5.5 调节

样品在制造后 72h 内不得用于试验。试验前试片应选择下述条件之一调节 16h 以上:

a) 温带气候下使用:温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,相对湿度为 $(50\% \pm 5\%)$;

b) 热带气候下使用:温度为 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,相对湿度为 $(65\% \pm 5\%)$ 。

试样应在制造 72h 后进行调节,试验应在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下进行。

6 试验步骤

按 GB/T 6342 描述的相应步骤测量试片尺寸并计算负载承受面的面积。

插入试片并使得作用力沿试验机中线发生作用,通过压缩板以 $(5 \pm 1) \text{ mm/min}$ 的速度压缩试片,直至压缩应变达到材料说明中所规定的要求。然后以同样的速度减压直至底板和压板之间的间距等于试片的初始厚度。

立即重复这一步骤 3 次,在第四次压缩达到规定的应变时,读取负荷值,单位为牛顿(N)。

注:如果要求对试片在多次压缩应变时进行测试,只要测试结果按应变增加的大小顺序,就不必考虑各次读数之间的恢复时间或不必要重复以前的加载步骤。

7 结果表示

在规定的应变下,压缩应力应变特性按式(1)计算:

$$C_x = 1\,000 \times \frac{F}{A} \dots\dots\dots (1)$$

式中: C_x ——在应变 x 下的压缩应力应变特性,单位为千帕(kPa);

F ——规定应变下的作用力,单位为牛顿(N);

A ——试片的面积,单位为 mm^2 。

8 重复试验

对同一试验进行重复试验时,至少应保持 16h 的恢复周期。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 引用本标准本部分的名称；
- b) 材料说明；
- c) 试片停放的温度和湿度；
- d) 所用试片的尺寸及重叠层数（如果采用的话）；
- e) 各个试片的压缩应力—应变特性及其中值和/或各个试片的压缩应力值及其中值；
- f) 其他有关情况。

注：以下是怎样简要表示压缩应力应变特性的一例：

GB/T 18942.2 C_{25}

23℃，相对湿度 50%

单个试片结果 kPa

中值 kPa

第四节 高聚物多孔弹性材料—— 定负荷冲击疲劳的测定

Flexible cellular polymeric materials—Determination
of fatigue by constant – load pounding

GB/T 18941—2003

idt ISO 3385 : 1989

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了室内装饰中使用的多孔弹性材料的厚度减少值和硬度降低值的测定方法。本试验方法提供了评价用于承载装饰的胶乳型和聚氨酯型多孔弹性材料的使用性能的手段。所测量的厚度减少值和硬度降低值与在使用中可能产生的损失有关，但不一定是相同的。

本标准适用于从成品材料上截取的标准尺寸的试样，也适用于成型件。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 12825 高聚物多孔弹性材料（凹入度）硬度的测定

3 原理

通过一个面积比试样小一些的压头反复地凹入试样，在保持规定范围内的每一个冲击周期中达到最大负荷。

4 仪器

具有下列部件的往复式冲击试验机。

4.1 平台，能完全支撑试样，并具有直径约 6mm、间距约为 20mm 的适于通气的孔，以便使空气从试样下逸出。

4.2 压头，具有 $250\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 的直径，在其下边缘具有半径 $25\text{mm} \pm 1\text{mm}$ 的圆角，安装在一个负荷周期中能施加最大力为 $750\text{N} \pm 20\text{N}$ 的设备上，压头应牢固地安装在其导杆上，其表面应是光滑的但不应抛光。通光曲辊或其他合适的机械装置，试验机应能使承载试样的台板（4.1）或压头支架往复运动，一个向另一个从垂直方向以每分钟为 (70 ± 5) 次的速率进行冲击，冲击幅度应是可调节的。

4.3 压头支架，支架和平台靠近在一起时，除了冲击点之外能通过它传送这种凹入力，此时，全部的凹入力由试样承受，压头应可以自由地被支架杆托起以防止试片超负荷。通过压头对试样施加整个力的期间，在任一冲击点应采取措施利用它对冲击时间加以控制，这个时间不大于每一个冲击周期的持续时间的 25%。

4.4 测力装置，利用它能测量通过压头对试样施加的负荷，一个适当的方法是把平台固定在负荷传感器上。

注：在手动校正的场合，通过承载试样的平台之上的垂直导杆的轴，压头固定在其下端与平台相对的压头的垂直位置的调节可以控制由试样承受全部凹入力的任一冲击点时间的长短。建议可靠的自动校正的建议方法如图 23-3 所示，从而试样承受压头期间的时间长短可直接通过阀门开启时间来控制。

5 试样

5.1 形状和尺寸

试样应是具有边长 $380\text{mm} \pm 20\text{mm}$ 和厚度为 $50\text{mm} \pm 2\text{mm}$ 的直角六面体，也可根据有利害关系的双方协商意见，用不符合尺寸的构件进行试验。

5.2 具有取向性的试样

如果产品的多孔结构具有取向性，供需双方应就进行试验的方向的取向性达成一

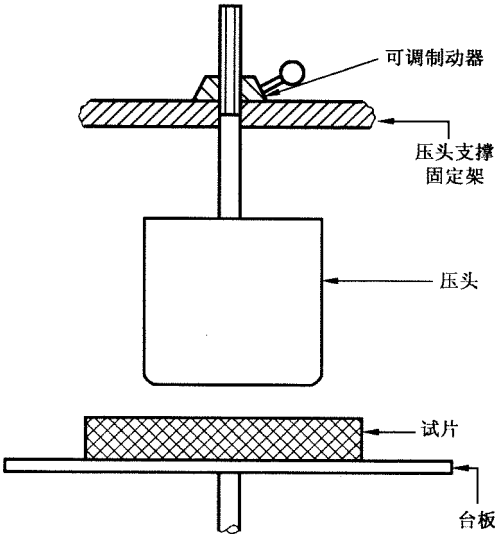


图 23-3 手动操作式试验机的图解构造

致。一般地，成品进行试验的方向应是在使用条件下的受力方向。

5.3 试样数量

应使用三个试样进行试验。

5.4 试样调节

除能够证实在制造后 16h 或 48h，测得的压缩应力应变性能与在制造 72h 后测得的性能值之间的差别不大于 $\pm 10\%$ 外，试样应在制造后至少 72h 内不能用于试验。如果在选择的时间已达到了规定的指标以上，则允许在制造后 16h 或 48h 进行试验。

试验时，试样应在下列条件之一下调节至少 16h，该时间应在制造之时算起。

温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $50\% \pm 5\%$ ；或者温度 $27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $65\% \pm 5\%$ 。

6 试验步骤

按照 GB/T 12825 的规定测量任一试样的厚度 d_1 及其硬度指数。

把试样放在压头下的中心部位，调节冲击位置至与试样的厚度相当，并调节压头与平台的相对位置直到可施加 $75\text{N} \pm 20\text{N}$ 的规定负荷，压头的质量必需进行校准。

注：图 23-3 所示的手动校准装置中，当压头的受冲击时刚好托起，则实现了正确调节。图 23-4 所示的装置中，这些调节是自动的，虽然压头在其冲击时的轻微移动可能不能清楚地觉察到，但是合乎要求试验条件是在每次冲击时能够控制阀门。

试验期间试样变软时，如果不能自动地调节，必须经常适当地对压头的位置进行手动调节，以保持 $75\text{N} \pm 20\text{N}$ 以上的试验负荷。

开动试验机持续 80 000 个负荷周期，然后从试验机上取出试样，使它在无应力的状态下调节 $10.0\text{min} \pm 0.5\text{min}$ 。

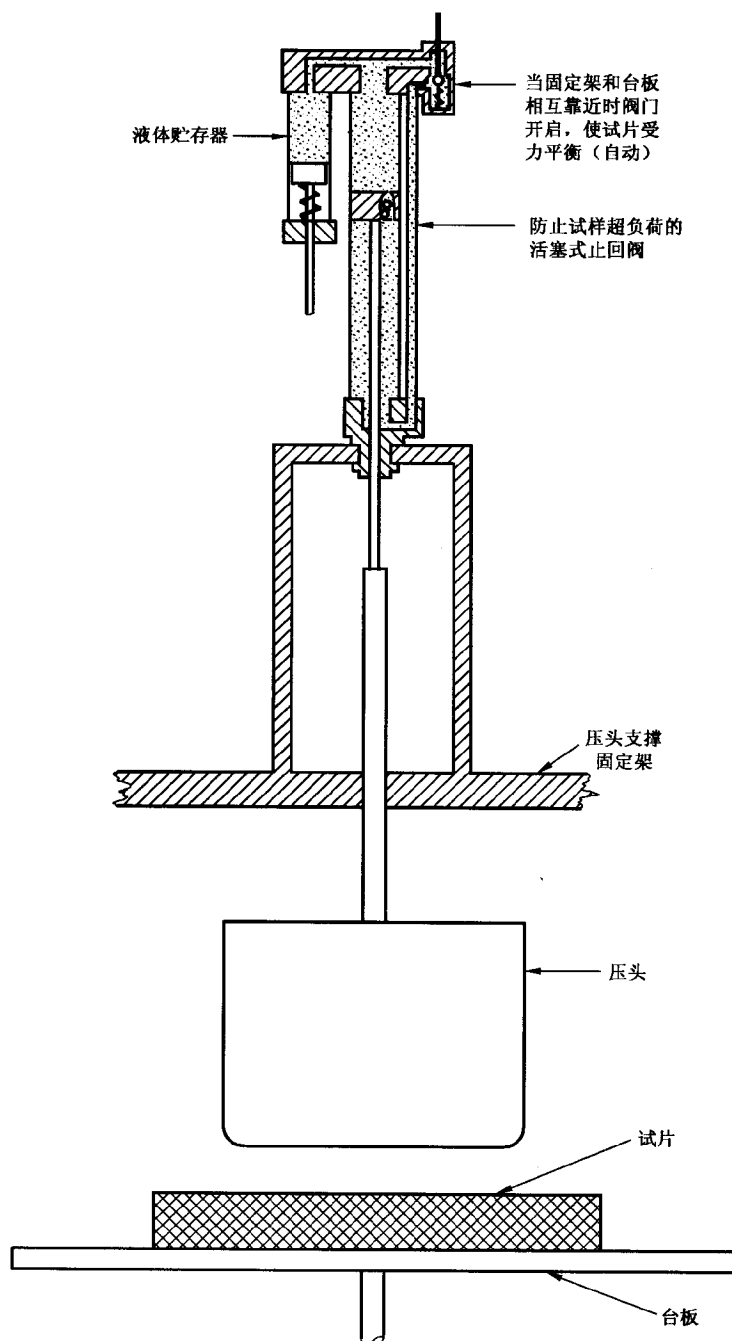


图 23-4 自动调节式试验机的图解构造

按照 GB/T 12825 的规定重新测量试样的厚度 d_2 ，然后按照 GB/T 12825 中 7.2 (方法 A) 的规定在 $40\% \pm 1\%$ 凹入度下进行硬度指数的测定，并应包括该国家标准的 7.1

条中规定的预凹入过程，除此之外， $40\% \pm 1\%$ 的凹入度应用初始厚度测量值 d_1 来计算。

对两个余下的试样，从在本节开始的初始厚度到硬度指数的测量起，重复上述的整个步骤。

7 结果表示

7.1 厚度减少值

厚度减少值的百分率 Δd 由式 (1) 给出：

$$\Delta d = 100 \times \frac{d_1 - d_2}{d_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中： d_1 ——初始厚度，单位为 mm；

d_2 ——最终厚度，单位为 mm。

其结果用三个试样测得的数值的中位值来表示。

7.2 硬度减少值

硬度减少值 ΔH 由式 (2) 求出：

$$\Delta H = H_1 - H_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中： H_1 ——初始硬度；

H_2 ——最终硬度。

其结果用三个试样测得的数值的中位值来表示。

注：最好选择按绝对值来表示硬度值减少的这一方法而不用硬度值减少的百分率来表示，因为试验数据的分析表明了用本方法表示的结果其可变性将会减少。通常使用的减少值百分率与绝对减少值有关，通过下式计算：

$$\text{硬度减少值百分率} = 100 \times \frac{H_1 - H_2}{H_1}$$

8 试验报告

试验报告应包括下列资料：

- a) 引用的国家标准；
- b) 试验材料的种类；
- c) 所用的调节方式；
- d) 如果与标准试样不同，试验构件的形状和尺寸；
- e) 如果有的话，多孔结构的主要方向；
- f) 冲击后厚度减少百分率的中位数；
- g) 冲击后硬度减少值的中位数。

注：按照本标准测定的动态性能应如何简洁地表示的例子如下：

GB/T 12825/厚度减少百分率的中位数/硬度减少的中位数。

第五节 高聚物多孔弹性材料 凹入度法硬度测定

Polymeric materials , cellular flexible
—Determination of hardness by indentation technique

GB/T 12825—2003
idt ISO 2439 : 1997
代替 GB/T 12825—1991

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了三种测定多孔弹性材料的凹入硬度的方法；

方法 A（凹入硬度指数）：给出一种单一的试验室试验的凹入度测定方法。

方法 B（凹入硬度特性）：提供硬度凹入曲线形状的资料。

方法 C（凹入硬度检验）：一种适合于质量控制试验的快速方法。

本标准适用于开孔型的胶乳、聚氨酯海绵和聚氯乙烯海绵。

注：高聚物多孔弹性材料的凹入硬度是测量其负荷特性，规定的方法可用于成品试验和整批材料的特性测定。

由这些方法获得的结果仅与特定的试验条件有关，通常不能直接用于设计目的。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度和时间
(eqv ISO 471 : 1983、eqv ISO 1826 : 1981)

3 定义

本标准采用下列定义：

3.1 凹入硬度：用标准仪器按某种规定的试验步骤，在规定的条件下、标准试样产生规定凹入度所需要的总力，以牛顿（N）计。

4 原理

测定在规定条件下产生规定凹入度所需要的力。

5 仪器

5.1 试验机

试验机能在支撑面和压头之间的试样上压凹痕，压头应能在垂直方向进行 $100\text{mm}/\text{min} \pm 20\text{mm}/\text{min}$ 的匀速相对运动。

试验机应能测得产生规定凹入度所需要的力并具有 $\pm 1\%$ 或 $\pm 1\text{N}$ 的精度，且不管哪一种精度更高，还应能测得负荷下试样的厚度并具有 $\pm 0.25\text{mm}$ 的精度。

方法 C 所用的试验机应配有计数指针测力器或自动记录负荷凹入度曲线的装置。试验机还应能在规定的时间内，以 $\pm 0.25\text{mm}$ 的精度保持规定的压入度。

5.2 支撑表面

除另有规定外，试样应放置在平滑、水平和刚性的支撑面上，支撑面应大于试样并适宜透气，有直径约为 6mm 、间距约为 20mm 的小孔以便空气从试样下面逸出。

5.3 压头

尽管压头可以用其他方法固定，但应选择不能垂直运动的球形节固定，它应是圆平状的、直径为 $(200_0^{+3})\text{mm}$ ，其下底边缘半径为 $(1.0_0^{+0.5})\text{mm}$ ，底面应平滑但不抛光。

6 抛样

6.1 形状和尺寸

试样应裁成边长为 $(380_0^{+20})\text{mm}$ 、厚度 $50\text{mm} \pm 2\text{mm}$ 的标准尺寸的方块，对于小于此标准厚度的试样应叠合在一起使其尽可能接近标准厚度。成品的试验可由卖方和供方协商进行。

注：重叠的试样和成品所获得的结果可能不同于标准试样测得的结果。

6.2 样品的取向

如果样品的多孔结构具有取向性，则硬度凹入的方向取得有关双方的同意，通常进行试验的方向应是成品在使用条件下的受压方向。

6.3 调节

除非能证明在制造后 16h 或 48h 后所获得的平均结果与制造后 72h 所获得的平均结果之差不会超过 $\pm 10\%$ ，否则样品在生产后 72h 内不得用于试验，如果在规定时间内能满足以上要求，则允许在制造后 16h 或 48h 进行试验。

试验前试样应在 GB/T 2941 所给定的下列环境条件之一下至少调节 16h 使之不弯曲，不变形。

$23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 相对湿度为 $(50 \pm 5)\%$;

$27^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 相对湿度为 $(65 \pm 5)\%$ 。

此时期作为试样制造后的后阶段时期。

7 步骤

7.1 预凹入度

停放后, 试样宜在 6.3 条中所规定的环境条件下立即进行试验。把试验放在支撑表面上使得试样的中心或其他许可的试验区位于压头的中心下而, 对于一面有芯栓的试样, 应将芯栓面紧贴在支撑而放置。施加 (5_{-2}^0) N 的力到选定试验的面积上并测其厚度, 以 $100\text{mm}/\text{min} \pm 20\text{mm}/\text{min}$ 的速率压入试样直至压到试样厚度的 $70\% \pm 2.5\%$ 为止, 达到 70% 的凹入度后, 以同样的速率卸去负荷, 重复加载, 卸去负荷两次以上, 然后按 7.2、7.3 或 7.4 条的适合条件进行试验。

7.2 方法 A——凹入硬度指数的测定

按 7.1 规定的试验方法记下相应的力 (以牛顿计) 然后撤除负荷。

只有用不重叠的标准试样, 按方法 A 测得的试验结果才能作为凹入硬度的指数。

7.3 方法 B——凹入硬度特性的测定

第三次卸去负荷后 (见 7.1), 应立即按下列步骤进行;

凹入试样至其厚度的 $25\% \pm 1\%$, 保持该凹入度 $30\text{s} \pm 1\text{s}$, 测得此时的力;

增加凹入度到 $40\% \pm 1\%$, 保持该凹入度 $30\text{s} \pm 1\text{s}$, 测量此时的力;

增加凹入度到其厚度的 $65\% \pm 1\%$, 保持该凹入度 $30\text{s} \pm 1\text{s}$, 测量此时的力。

用标准试片按方法 B 测定的试验结果称为试片的标准凹入硬度特性, 如果是用立品试验, 其结果则称为产品凹入硬度特性。

注: 表示由方法 B 获得的结果的方便方法是凹入度系数即获得 25% 和 65% 凹入度所需的力与获得 40% 凹入度所需力之比。

7.4 方法 C——凹入硬度检验的测定

第三次卸去负荷后 (见 7.1), 立即开始自动记录, 或使测力器记数指针回位, 然后压入试样到厚度的 $40\% \pm 1\%$ 。以牛顿计, 记下记数指针指示的力或自动记录仪的瞬时最大值。撤除负荷。

按方法 C 测得的试验结果称为凹入硬度检验。

注: 该方法是凹入硬度的快速质量控制试验, 用该方法测得的结果变化较大, 也应注意到, 用该方法测得的结果与用方法 A 测得的结果有关, 但通常偏高。

8 重复试验

在同块试样上做重复试验, 至少要有 16h 的恢复期。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 参照本标准；
- b) 使用的试验方法和所得结果类型（如：产品凹入硬度特性）；
- c) 停放及试验的温度和相对湿度；
- d) 试验的材料是成批材料还是成品；
- e) 试样的尺寸，尤其是第 6 条测定的厚度；
- f) 如需要，试样的重叠层数；
- g) 是否有表皮，如果有，有多少；
- h) 凹入硬度：其值在 100N 之内应精确到 1N；超过 100N 精确到 5N；
- i) 与本标准的不同之处。

第六节 高聚物多孔弹性材料—— 空气透气率的测定

Polymeric materials, cellular flexible—Determination
of air flow permeability

GB/T 10655—2003
eqv ISO 4638 : 1984
代替 GB/T 10655—1989

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了高聚物多孔弹性材料空气透气率的测定方法。

本标准适用于高聚物多孔弹性材料，并为材料结构的研究和质量的保证提供手段。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HG/T 3054—1988 胶乳海绵线性尺寸测定（idt ISO 845 : 1977）

HG/T 3055—1988 胶乳海绵表观密度测定 (idt ISO 1231:1981)

3 原理

空气在控制条件下通过试样, 测量试样两自由端面的压差。

4 术语和符号

4.1 空气透气率 K

由 Darcy 定律给定。Darcy 定律描述的是层流状态下, 透过均匀透孔介质的空气流量。见公式 (1):

$$u = \frac{q_v}{A} = \frac{K \cdot \Delta p}{\eta \delta} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: u ——空气线流速, $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$;

q_v ——透过试样的体积流速, $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$;

A ——试样截面积 m^2 ;

K ——空气透气率, m^2 ;

Δp ——通过试样的压降, Pa;

η ——空气的动力粘度, $\text{Pa} \cdot \text{s}$;

δ ——试样的厚度, m。

注: 对非均匀材料, 必须规定气流方向。

透过介质内层流状态必须满足式 (2):

$$R_e^* = \frac{u \cdot \sqrt{K}}{v} < n \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: R_e^* ——修正 Reynolds (雷诺) 数;

v ——空气的运动粘度, $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$;

n ——随材料结构变化的极限值, 没有准确数据时, 对于同一种材料, 可用放慢流速 (以 $\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}$ 计) 来证明 K 当 u 变化时不变或基本不变。

4.2 空气流动比阻抗 R_s

是以材料的空气透气率换算出来的参数, 可由式 (3) 计算:

$$R_s = \frac{\eta}{K} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中 R_s 单位为 $\text{Pa} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-2}$ 。

4.3 空气的流动阻抗 R

与材料的厚度 δ 有关, 而不管材料是否均匀。如果材料是均匀的, R 与 R_s 成正比, 关系式为:

$$R = \delta R_s \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中 R 单位为 $\text{Pa} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-1}$ 。

无论什么情况， R 可直接由 Darcy 定律推算出来，这时 Darcy 定律写成：

$$u = \frac{q_v}{A} = \frac{\Delta p}{R} \dots\dots\dots (5)$$

5 试验仪器

$R \times Q-1$ 海绵空气透气率测定仪。仪器技术要求如下：

测试容器容积：100mm × 100mm × 200mm；

测试系统为负压系统，真空泵极限真空： 6×10^{-2} Pa，抽速 $1\text{L} \cdot \text{s}^{-1}$ 。

微压计：量程（0 ~ 400）Pa，输出（0 ~ 40）mV，精度 1.5 级，分辨率 0.2Pa。

流量计：量程（0.16 ~ 1.6） $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ；精度 2.5%。

厚度输入：（0 ~ 99.9）mm。

仪器打印位：10 位，打印 K 值为实际 K 值的 10^{10} 倍。

仪器精度 1.5 级。

外形尺寸：1 000mm × 960mm × 500mm。

6 试样

6.1 试样应无表皮，最大去皮厚度为 10mm。

6.2 试样表面平整，气流透过面应平行。不应有缺损及明显杂质等。

6.3 试样形状为方柱形，边长为（ 102 ± 1 ）mm，厚度为（50 ~ 100）mm。如果单块试样厚度不够，可用同材料试样不超过五块叠加测试。

6.4 试样裁取位置应离边缘 20mm 以上。

6.5 试样数量：

6.5.1 质量保证试验：必须在一块样品不同部位取不少于三块试样，或按有关技术要求取样。

6.5.2 结构特性试验：至少用三块样品，每块样品裁取四个试样。

6.6 停放条件：

高聚物多空弹性材料在生产后 72h 不得用于试验，试验制备后应在下列条件下停放不少于 16h：

试验温度（ 23 ± 2 ） $^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度（ 50 ± 5 ）%；

或试验温度（ 27 ± 2 ） $^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度（ 65 ± 5 ）%。

7 试验步骤

7.1 按 HG/T 3054 的要求测量试样尺寸。

7.2 按 HG/T 3055 的要求测量试样的表观密度。

7.3 测试空气透气率：

7.3.1 试样放入测试容器，保证边缘完好密封。

7.3.2 对质量保证试验，在规定流量范围内任意取一流量；对于结构特性试验，在规定流量范围内分别取五个不同的流量。

7.3.3 待流量稳定后按下启动按钮，仪器即可打印出厚度、流量、差压、透气等。

7.4 试验条件应与试样停放条件一致。

8 试验结果与计算

8.1 空气透气率用 Darcy 定律给出的公式计算：

$$K = \eta \times \frac{u}{\Delta p} \times \delta \dots\dots\dots (6)$$

8.2 空气线流速：

$$u = \frac{q}{A} \dots\dots\dots (7)$$

8.3 空气流动比阻抗：

$$R_s = \frac{\Delta p}{u\delta} \dots\dots\dots (8)$$

8.4 填写试验表（见表 23-1）：

表 23-1

空气线流速 u	空气透气率, K	
	$K_1 K_2 K_3 \dots\dots\dots K_n$	K
u_1		
u_2		
u_3		
u_4		
u_5		

- 注：1 如果要用比阻抗表示结果，可将表中 K 以 R_s 取代。
- 2 n 的数值等于试样的数量。
- 3 对于给定材料的质量保证试验，只选一个流速。

8.5 质量保证试验，必须给出一组试样的算术平均值 $\bar{K}$ 和表观密度的算术平均 $\bar{Q}_a$ 及实验中使用的流速。

列：

$$\bar{K} = 2.5 \times 10^{-10} \text{m}^2 ;$$
$$0.005\text{m} \cdot \text{s}^{-1} < u < 0.020\text{m} \cdot \text{s}^{-1} ;$$
$$\bar{Q}_a = 4.0\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} .$$

注：试验结果 $\bar{K}$ 可用 R_s 取代。

8.6 非均匀试样，空气流动阻抗 R 用式（9）计算：

$$R = \frac{\Delta p}{u} = \frac{A \cdot \Delta p}{q_v} \dots\dots\dots (9)$$

用 R 取代 R_s (或 K) , 按 8.5 条、8.6 条表示结果。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 试验名称、类型及编号；
- b) 试验数量；
- c) 试样描述：裁样位置、去皮厚度、试样尺寸；
- d) 试样停放和试验条件；
- e) 试验结果；
- f) 试验者；
- g) 试验日期。

第七节 高聚物多孔弹性材料——
加速老化试验

Polymeric materials , cellular flexible
—Accelerated ageing tests

GB/T 14274—2003
idt ISO 2440 : 1997
代替 GB/T 14274—1993

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全与健康制度并确保符合国家法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了高聚物多孔弹性材料用于模拟诸如氧化或因潮湿引起的水解等自然老化效果的试验程序，测量经过规定处理前后的试样的有关物理性能。

本标准适用于开孔型胶乳、开孔型及闭孔型聚氨酯泡沫体和团孔型聚烯烃泡沫体的试验条件，其他材料的试验条件需要时另作补充。

注：材料的任何一次物理性能的老化步骤的效果都可测量得到，但通常测量的是伸长率和拉伸性

能或压缩性能或压入硬度性能。这些试验与使用情况或光照老化无必然联系。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2941—1991 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度和时间（eqv ISO 471：1983、eqv ISO 1826：1981）

3 仪器

3.1 热老化

烘箱：有强制循环，并能保持所需的温度在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 内。

注：最好用能连续记录温度的装置。

3.2 湿气老化

3.2.1 老化仪：应使试样的总体积不超过其自由空间的 10% 且试样无拉伸变形、试样的各边自由暴露在老化空气中且无光照。

3.2.2 蒸汽硫化罐或类似的容器：能保持所需的温度在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 内且能承受 300kPa 的绝对压力。

3.2.3 玻璃容器：带有一合适的密封罩和用于容器加热的水浴和烘箱，具有保持所需温度在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 内的能力。

3.3 物理性能的测量

使用适合于物理性能测量的仪器。

4 试样

4.1 数量、规格和形状

试样的数量、规格和形状适合于所需测量的性能，老化前应制备用于特定试验所需规格的试样。

4.2 调节

除非能证明试验材料在制造后 16h 或 48h 平均结果与 72h 后所获得的平均结果差异不会超过 $\pm 10\%$ ，否则在制造后 72h 内，材料不得用于试验。如果在规定的时间内达到了以上要求，则试验条件在制造后 16h 或 48h 时允许进行试验。

按照 GB/T 2491 所规定的，在试验前试样应在以下环境条件之一至少调节 16h 且使之不弯曲，不变形：

$23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度（ 50 ± 5 ）%

$27 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度（ 65 ± 5 ）%

此时期可作为制造后时期的后期。

注：对比试验最好在多孔材料制造 7d 或 7d 后进行。

5 步骤

5.1 通则

调节后，应进行规定的物理性能试验，试样应迅速置于老化条件下。如果进行的是破坏性试验，如拉伸性能试验则对比试验材料和老化材料的试验最好在老化后同时进行。老化条件从以下两者中选择一种并与试验的材料相适应，不同化学成分的材料最好不同一封闭系统中进行老化。

5.2 热空气老化

5.2.1 温度

聚烯烃：70℃

胶乳：70℃或 100℃

聚氨酯：125℃或 140℃

注：使用 140℃的非标准温度是由于下列技术原因：

为能够在最短的时间内获得结果，老化试验的温度应尽可能高，但超过这个临界温度，被试验的聚氨酯泡沫体发生的变化不再是使用状态下的变化，这就使得老化试验不再能判别使用时不同性能的泡沫材料。

5.2.2 老化时间

老化时间为 16h、22h、72h、96h、168h、240h 或为 168h 的倍数，允许其误差为 ±5%，但不超过 4h。

5.3 湿气老化

5.3.1 使用 100%的相对湿度或饱和蒸汽。

老化温度和时间见表 23 - 2。

表 23 - 2

材 料	条 件
聚氨酯（所有类型）	85℃时老化 20h 或 105℃时老化 3h
聚氨酯（聚醚型）	120℃时老化 5h

温度公差：±2℃。

老化时间公差：±5%，但不超过 ±2h。老化时间是从容器内的空气被水蒸汽（或蒸汽）取代时的时间算起的。

注：在该耐水解试验中，使用 105℃和 120℃的非标准温度是由于下列技术原因：使用 105℃是因为该温度为密封容器所要求，这使得条件控制比选择 100℃更好；而使用 120℃是因为在该温度下已经积累了大量试验数据，而选择使用 125℃则几乎滑有任何数据，除非收集了这些方便的数据资料，否则不应考虑选择 125℃的温度。

5.4 重新停放

老化试验后，进行湿气老化的试样每 25mm 厚度应在 70℃ ± 2℃ 时至少干燥 3h，湿气老化试样然后在 4.2 中所规定的环境下每 25mm 厚度重新停放 3h，热空气老化试样只有在重新停放的步骤下进行试验。重新停放以后，测量老化试样的性能。

6 结果表示

6.1 计算

所测得的物理性能的百分率变化 ϕ (%) 按下式 (1) 计算：

$$\phi \text{ (\%) } = \frac{\bar{X}_a - \bar{X}_o}{\bar{X}_o} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： $\bar{X}_o$ ——老化前试样性能的平均值。

$\bar{X}_a$ ——老化后试样性能的平均值。

6.2 格式

百分率变化值用符号 ϕ 表示，并用按括号内时间、温度和方法的顺序表示试验条件。

例：

值 % (16h , 70℃ 热空气老化)

7 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 参照本国家标准；
- b) 材料的说明；
- c) 试验步骤和条件；
- d) 试样的物理性能的最终平均值；
- e) 按条款 6 的要求表示的试样物理性能的百分率变化；
- f) 试验日期；
- g) 与本标准不同之处。