



中华人民共和国国家标准

GB/T 15339—2008
代替 GB/T 15339—1994

橡胶配合剂 炭黑 在丁腈橡胶中的鉴定方法

Rubber compounding ingredients—Carbon black—
Method of evaluation in NBR (Acrylonitrile-Butadiene Rubber)

2008-06-18 发布

2009-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准修改采用 ASTM D 3187—2006《橡胶的试验方法 NBR(丙烯腈丁二烯橡胶)的评定》(英文版)。

本标准根据 ASTM D 3187—2006 重新起草。在附录 A 中列出了本标准与 ASTM D 3187—2006 的章条编号对照表。

根据我国国情,为方便使用,在采用 ASTM D 3187—2006 时做了一些修改。本标准与 ASTM D 3187—2006 主要差异如下:

- 修改了标准名称;
- 引用了与 ASTM 标准 D 412、D 1646、D 2084、D 3182、D 3896、D 4483、D 5289、D 6204 无对应关系的我国标准(本标准第 2 章);
- 增加了我国标准“GB/T 529、GB/T 531、GB/T 1681、GB/T 2449、GB/T 3185、GB 3778、GB/T 9103”(本标准第 2 章);
- 删除“意义和用途”(D 3187 中第 3 章);
- 在表 1 的技术规格中取消 IRM 代码(ASTM D 3187—2006 中 4.1),改为国家标准号(本标准第 3 章),方便标准的使用;
- 增加了丁腈橡胶的牌号“NBR2707”,同上版国家标准一致(本标准第 3 章),细化标准内容;
- 未采用包覆 2% MgCO_3 的硫磺(本标准第 3 章, D 3187 表 1 中的注 B),符合我国国情;
- 开炼机法的批次因子为“3.00”(本标准第 3 章, D 3187 表 1 中的注 D),与上版标准一致;
- 增加“辊距 0.8 mm,将丁腈胶不包辊破料 1 次。”(本标准 6.2.2),细化标准内容;
- 增加对割刀的要求,便于标准使用者操作(本标准 6.2.2 第 4 步骤)细化标准内容;
- 增加“混炼过程总计时间为(25±0.5)min.”,给出操作时间波动范围(本标准 6.2.2)控制标准操作时间;
- 增加 A 法中胶料复核质量范围(436.4~440.8)g,方便标准使用(本标准 6.2.2.1, D 3187 中 6.2.2.1);
- 将“并置于平整、干燥、洁净的金属平板上冷却”改为“按 GB/T 6038 规定停放”(本标准 6.2.2.2);
- 增加撕裂强度的测定按 GB/T 529 进行,用直角形试样(本标准 7.4.2),与上版标准一致;
- 增加硬度的测定按 GB/T 531 进行(本标准 7.4.3),与上版标准一致;
- 增加回弹性的测定按 GB/T 1681 进行(本标准 7.4.5),与上版标准一致;
- 增加耐磨性能的测定按 GB/T 1689 进行(本标准 7.4.6),与上版标准一致;
- 增加“试验结果的表示”(本标准第 8 章),提高标准的操作性;
- 删除精密度和偏差、精密度数据表(ASTM D 3187 中第 8 章),精密度另有国家标准;
- 增加试验报告(本标准第 9 章),符合我国标准内容格式;
- 删除“关键词”,符合我国标准内容格式。

本标准代替 GB/T 15339—1994《炭黑在丁腈橡胶中配方及鉴定方法》。

本标准与 GB/T 15339—1994 版本相比主要变化如下:

- a) 修改了标准名称;
- b) 增加了“前言”和“警告”语;
- c) 删除了正文标题中“中华人民共和国国家标准”和“英文名称及标准号”;

- d) 增加了引用标准导语;
- e) 增加了国家标准 GB/T 2941、GB/T 2449、GB/T 3185、GB 3778、GB/T 9103、GB/T 9869、GB/T 16584(本版第 2 章);
- f) 删除 GB/T 1233,用 GB/T 9869 代替;
- g) 促进剂 CBS 改为 TBBS;
- h) 增加三种混炼方法的配料批次因子(本版第 3 章);
- i) 开炼机的称量精度列在配方表下注 B 中(本版第 3 章,1994 版 6.1.2);
- j) 密炼机的称量精度列在配方表下注 C 中(本版第 3 章);
- k) 增加按 GB 3778 规定采样(本版第 5 章);
- l) 炭黑干燥温度改为 $(125\pm 2)^{\circ}\text{C}$ (本版 5.2);
- m) 删除“混炼要求”,相关内容并入“开炼机法——方法 A”中(本版 6.2,1994 版 6.2);
- n) 开炼机混炼程序列表表示(本版 6.2.2);
- o) 增加“将开炼机辊距调至 0.8 mm,将丁腈胶不包辊破料 1 次”(本版的 6.2.2 中顺序 1);
- p) 增加“注:混炼胶料上有明显粉剂时不准割刀,落到料盘中的物料应保证全部被混入到胶料中”(本版 6.2.2 表 2 注,上版中 6.2.3);
- q) 将混炼过程总计时间修改为 $(25\pm 0.5)\text{min}$ (本版 6.2.2 表 2 后);
- r) 增加开炼机复核胶料质量范围 $(436.4\sim 440.8)\text{g}$ (本版 6.2.2.1);
- s) 增加微型密炼机法——方法 B(本版 6.3);
- t) 增加密炼机法——方法 C(本版 6.4);
- u) 删除初期硫化特性的测定按 GB/T 1233 进行(上版 6.4.2);
- v) 增加胶料的硫化特性按 GB/T 9869 或 GB/T 16584 测试(本版 7.3.2);
- w) 开炼机混炼胶料硫化条件改为:温度 $(150\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 、时间 20 min、40 min、60 min(本版 7.2,1994 版 7.2);
- x) 增加密炼机混炼胶料的硫化条件为: $(150\pm 1)^{\circ}\text{C}\times 40\text{ min}$ (本版 7.2);
- y) 删除“裁刀型号”(1994 版 9.1 中 d));
- z) 增加“胶料混炼的方法(A 法、B 法、C 法)”(本版 9d));
- aa) 增加附录 A。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会炭黑分技术委员会(SAC/TC 35/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院。

本标准主要起草人:邓毅、夏春山、聂素青。

本标准所代替的标准的历次版本发布情况:

——GB/T 15339—1994。

橡胶配合剂 炭黑 在丁腈橡胶中的鉴定方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了鉴定炭黑在丁腈橡胶中的鉴定方法。

本标准适用于各种类型的橡胶用炭黑。

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 528 硫化橡胶和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 529 硫化橡胶或热塑性橡胶撕裂强度的测定(裤形、直角形和新月形试样)(GB/T 529—1999,eqv ISO 34-1:1994)

GB/T 531 橡胶袖珍硬度计压入硬度试验方法(GB/T 531—1999,ISO 7619:1986,IDT)

GB/T 1232.1 未硫化橡胶 用圆盘剪切粘度计进行测定 第1部分:门尼粘度的测定(GB/T 1232.1—2000,eqv ISO 289-1:1994)

GB/T 1681 硫化橡胶回弹性的测定(GB/T 1681—1991,eqv ISO 4662:1986)

GB/T 1689 硫化橡胶耐磨性能的测定(用阿克隆磨耗机)

GB/T 2449 工业硫磺

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(GB/T 2941—2006,ISO 23529:2004,IDT)

GB/T 3185 氧化锌(间接法)

GB 3778 橡胶用炭黑

GB/T 6038 橡胶试验胶料配料、混炼和硫化设备及操作程序(GB/T 6038—2006,ISO 2393—1994,MOD)

GB/T 9103 工业硬脂酸

GB/T 9869 橡胶胶料硫化特性的测定(圆盘振荡硫化仪法)(GB/T 9869—1997,idt ISO 3417:1991)

GB/T 16584 橡胶 用无转子硫化仪测定硫化特性(GB/T 16584—1996,eqv ISO 6502:1991)

HG/T 2744 硫化促进剂 NS

3 标准鉴定配方

标准鉴定配方见表1。

表 1 标准鉴定配方

材 料	技术规格	质量份数
丁腈橡胶(NBR)2707		100.00
氧化锌	GB/T 3185 一级	3.00
硫磺	GB/T 2449 一级	1.50
硬脂酸	GB 9103 一级	1.00
促进剂 TBBS ^a	HG/T 2744 一级	0.70
炭黑		40.00
总计		146.20
开炼机批量因子 ^b		3.0
密炼机(Cam Head)批量因子 ^c		0.50
密炼机(Banbury Head)批量因子 ^c		0.43
^a TBBS 即为 N-叔丁基-2-苯骈噻唑次磺酰胺。 ^b 用开炼机和实验室大密炼机称量时橡胶和炭黑的称量准确至 1.0 g,硫磺和促进剂的称量准确至 0.02 g,其他配合剂的称量准确至 0.1 g。 ^c 使用微型密炼机时,橡胶和材料混和后称量准确至 0.1 g。如采用单独配料,则需称量准确至 0.001 g。采用微型密炼机时,推荐对除炭黑之外需进行混合的配料先进行预处理,以提高对这些材料的称量精度。混和时将需混和的材料按比例称量后倒入干粉混和器中,如双锥形搅拌器或 V 形搅拌器,也可用研钵或槌钵来混和。		

4 设备

混炼、硫化设备与 GB/T 6038 一致。

5 采样和炭黑试样的制备

5.1 按 GB 3778 规定进行采样。

5.2 炭黑在混炼前应置于 (125±2)℃烘箱中干燥 1 h。加热干燥时盛装炭黑试样的敞口器皿尺寸应保证炭黑层厚度不大于 10 mm。烘干后的炭黑试样应置于一个密闭防潮的容器中,冷却至室温。

6 混炼程序

6.1 炭黑胶料的混炼程序可采用下列 3 种方法:

- a) 开炼机法——方法 A;
- b) 微型密炼机法——方法 B;
- c) 密炼机法——方法 C。

混炼前按表 1 要求配料。

6.2 开炼机法——方法 A

6.2.1 一般混炼程序见 GB/T 6038。

6.2.2 混炼程序见表 2。

表 2 开炼机混炼程序

顺序	操作步骤	操作时间/min	累计时间/min
1	调辊温至(50±5)℃,辊距 0.8 mm,将丁腈胶不包辊破料 1 次		
2	调辊距为 1.4 mm,加丁腈橡胶使之包于前辊上	2	2
3	在包辊胶上缓慢、均匀地添加硬脂酸和氧化锌,然后再添加硫磺和促进剂,不割刀	3	5

表 2 (续)

顺序	操作步骤	操作时间/min	累计时间/min
4	从两端交替割刀 3 次,割刀宽度为辊筒的 3/4,从两端交替割刀 1 次为 1 刀,每刀间隔时间约 20 s	2	7
5	以均匀的速度添加一半炭黑	5	12
6	当这部分炭黑完全混入后,调辊距为 1.65 mm,割 3 刀	2	14
7	均匀地添加剩余的炭黑	5	19
8	当所有的炭黑混入后,割 3 刀	2	21
9	调辊距到 0.8 mm,将胶料打卷并竖立通过辊隙薄通 6 次	3	24
10	调辊距使胶料片厚度为 6 mm,胶料折叠滚压 4 次	1	25
注:混炼胶料上有明显粉剂时不准割刀,落到料盘中的物料应保证全部被混入到胶料中。			

混炼过程总计时间为 (25 ± 0.5) min。

6.2.2.1 按表 2 混炼之后,复核胶料的质量并记录。若混炼后的胶料质量与理论值之差超过 0.5%,即超出 $(436.4 \sim 440.8)$ g 范围,则此辊胶料作废。

6.2.2.2 调节辊距,使胶料下片厚度约为 2.2 mm,按 GB/T 6038 规定停放。

6.3 微型密炼机法——方法 B

6.3.1 微型密炼机的混炼程序见使用设备的说明书。

6.3.1.1 微型密炼机混炼的起始温度控制在 $(60 \pm 3)^\circ\text{C}$,转速控制在 $(60 \sim 63)$ r/min。

6.3.2 密炼前将橡胶在 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的开炼机上薄通 1 次,下片厚度约为 5 mm,胶料切成约 25 mm 宽胶条。

6.3.3 混炼程序见表 3。

表 3 微型密炼机混炼程序

顺序	操作步骤	操作时间/min	累计时间/min
1	用橡胶条填充密炼室,放下上顶栓,开始计时	0	0
2	塑炼橡胶	1.0	1.0
3	提起上顶栓,仔细加入全部已预混好的氧化锌、硫磺、硬脂酸和 TBBS。再加入炭黑,清理干净加料口,放下上顶栓	1.0	2.0
4	开始密炼。如有需要立即提起上顶栓,将物料扫进混炼室	7.0	9.0

6.3.3.1 按表 3 混炼之后关闭电机,提起上顶栓,打开混炼室,卸料。如有需要,立即记录胶料的最高温度。

6.3.3.2 将胶料用温度 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$,辊距为 0.5 mm 的开炼机薄通一次,再用 3 mm 辊距过两次。为获得良好分散,则需对胶料用辊距为 0.8 mm,温度为 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ 开炼机薄通六次。

6.3.3.3 复核胶料质量并记录。若混炼后胶料质量与理论值之差超过 0.5%,放弃此胶料。

6.3.3.4 如需进行强伸性能测试,胶料按约 2.2 mm 下片,按 GB/T 6038 规定停放。

6.4 密炼机法——方法 C

6.4.1 一般混炼程序见 GB/T 6038。

6.4.2 密炼程序初混见表 4。

表 4 密炼机法—初混

顺序	操作步骤	操作时间/min	累计时间/min
1	按顺序 5 的要求设定密炼机的卸料温度,关闭卸料门,将转子的转速调整为 77 r/min,提起上顶栓	0	0
2	加入一半橡胶和全部氧化锌、炭黑和硬脂酸。再加入另一半橡胶,放下上顶栓密炼	0.5 3.0	0.5 3.5
3	密炼胶料	0.5	4.0
4	提起上顶栓,清扫密炼机进料口和上顶栓。再压下上顶栓	2.0	6.0
5	密炼温度达到 170 ℃时,或密炼时间达到 6 min 时,都应立即卸料	0	0

6.4.2.1 按表 4 混炼之后复核胶料质量并记录。若混炼后胶料质量与理论值之差超过 0.5%,放弃此胶料。

6.4.2.2 立即将密炼后胶料通过温度 $(40\pm 5)^{\circ}\text{C}$,辊距为 6.0 mm 的标准实验室开炼机 3 次。

6.4.2.3 将胶料停放 1 h~24 h。

6.4.3 密炼过程的后期密炼见表 5。

表 5 密炼机法—后期密炼

顺序	操作步骤	操作时间/min	累计时间/min
1	将密炼机的温度调整到 $(40\pm 5)^{\circ}\text{C}$,关闭通入转子的蒸汽,全量开启转子的冷却水,以 77 r/min 速度启动转子,提起上顶栓	0	0
2	加入 1/2 胶料和已混和的全部硫磺、促进剂,再加入余下的胶料,放下上顶栓	0.5	0.5
3	当密炼胶料温度达到 $(110\pm 5)^{\circ}\text{C}$,或总时间为 3 min 时,立即卸料	2.5	3.0
4	立即将密炼后胶料通过温度 $(40\pm 5)^{\circ}\text{C}$,辊距为 0.8 mm 的标准实验室开炼机薄通 6 次	2.0	5.0
5	调整辊距到 6.0 mm 以上,沿同一方向不包辊通过辊筒 4 次	1.0	6.0

6.4.3.1 按表 5 混炼之后,复核胶料质量并记录。若混炼后胶料质量与理论值之差超过 0.5%,放弃此胶料。

6.4.3.2 如需进行强伸性能测试,胶料按约 2.2 mm 下片,按 GB/T 6038 规定停放。

7 硫化及硫化胶特性试验

7.1 硫化胶试片的制备及硫化按 GB/T 6038 进行。

7.2 开炼机混炼胶料的硫化温度为 $(150\pm 1)^{\circ}\text{C}$,硫化时间分别为 20 min、40 min、60 min,不同硫化时间给出的值有差异。密炼机、微型密炼机混炼胶料的硫化条件为 $(150\pm 1)^{\circ}\text{C}\times 40\text{ min}$ 。

注:也可采用:开炼机混炼料硫化条件为温度 145 ℃,时间为 25 min、50 min、75 min。密炼混炼胶料的硫化条件为 $145^{\circ}\text{C}\times 50\text{ min}$ 。但不同的硫化时间给出的值有差异。

7.3 未硫化胶料的试验

7.3.1 胶料的粘度的测定按 GB/T 1232.1 进行。

7.3.2 胶料的硫化特性按 GB/T 9869 或 GB/T 16584 进行测试。

7.3.2.1 推荐采用 GB/T 9869 时的试验条件为振荡频率: $(1.7\pm 0.1)\text{ Hz}$,振荡振幅: $(1.00\pm 0.02)^{\circ}$,微型模腔系统的模腔温度: $(160\pm 0.3)^{\circ}\text{C}$,试验时间:30 min,无需预热。推荐采用 GB/T 16584 时的试验条件为振荡频率:1.67 Hz,振荡振幅:0.5°,模腔温度:160 ℃,试验时间:30 min,无需预热。不同试验条件的结果有偏差。

7.3.2.2 推荐需要测试的试验参数为 $M_L, M_H, t_{s1}, t'_{50}$ 和 t'_{90} 。

7.4 硫化胶特性试验

7.4.1 硫化试片在温度 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下调节 $(16 \sim 96)\text{h}$ 。

注：工厂进行质量中间控制时，可停放 $(1 \sim 6)\text{h}$ ，但只能得近似值。

7.4.2 撕裂强度的测定按 GB/T 529 进行，用直角形试样。

7.4.3 硬度的测定按 GB/T 531 进行。

7.4.4 拉伸性能的测定按 GB/T 528 进行。

7.4.5 回弹性的测定按 GB/T 1681 进行。

7.4.6 耐磨性能的测定按 GB/T 1689 进行。

8 试验结果的表示

8.1 方法 A 中，取物理机械性能数值较好的一个硫化时间为正硫化时间。

8.2 拉伸强度、300%定伸应力和拉断伸长率应取同一硫化时间的值。

8.3 磨耗结果取正硫化时间的值。

9 试验报告

试验报告包括下列内容：

- a) 本试验依据的标准名称或编号；
- b) 试样名称、编号及产地；
- c) 必要的试验条件；
- d) 胶料混炼的方法(A法、B法、C法)；
- e) 试验结果；
- f) 试验者；
- g) 试验有关说明；
- h) 试验中出现的异常现象；
- i) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ASTM D 3187—2006 的章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ASTM D 3187—2006 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ASTM D 3187—2006 章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ASTM 标准章条编号
—	3
3	4
4	—
5.1	—
6.2.2 顺序 1	6.2.1.1
6.2.2.2	6.2.2.3
6.3.3.4	6.3.3.5
6.4.3.2	6.4.3.3
7.2	7.1.1
7.3.1	6.2.2.2、6.3.3.4、6.4.3.2
7.3.2	7.2
7.4.1	7.1.2
7.4.2	—
7.4.3	—
7.4.4	7.1.3
7.4.5	—
7.4.6	—
8	—
—	8
9	—
—	9

注：表中的章条以外的本标准其他章条编号与 ASTM D 3187—2006 其他章条编号均相同且内容对应。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶配合剂 炭黑
在丁腈橡胶中的鉴定方法
GB/T 15339—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-33156

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 15339-2008