

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 5271—2019

### 橡胶和橡胶制品 氟橡胶 热重分析法 测定硫化和未硫化胶的成分

Rubber and rubber products — Fluorocarbon rubbers — Determination of the composition of vulcanizates and uncured compounds by thermogravimetry

2019-12-27 发布

2020-07-01 实施

以正式出版文本为准

行业标准信息服务平台

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国宁波海关。

本标准主要起草人：徐善浩、袁丽凤、张樱、林振兴、王豪、罗川、奚中威、陈铁杉。

以正式出版文本为准  
行业标准信息服务平台

以正式出版文本为准

行业标准信息服务平台

# 橡胶和橡胶制品 氟橡胶 热重分析法

## 测定硫化和未硫化胶的成分

### 1 范围

本标准规定了使用热重分析法测定氟橡胶中总橡胶烃含量的方法。  
本标准适用于氟橡胶中总橡胶烃含量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

ISO 1407 橡胶 溶剂抽出物的测定

### 3 方法提要

将一份已称量的试样，按照预设的温度程序进行测定，在氮气气氛下，样品首先进行高温分解，然后在氧气气氛下氧化。通过质量变化可以计算出氟橡胶中总橡胶烃含量。

### 4 试剂和材料

4.1 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

4.2 氧气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

### 5 仪器和设备

5.1 热重分析仪：带铂金坩埚，其中天平感量 0.001 mg。

5.2 分析天平：感量 0.1 mg。

### 6 分析步骤

6.1 打开热重分析仪（5.1），将加热炉的初始温度设置为 35 ℃。

6.2 将样品剪至约为 1 mm × 1 mm。

6.3 称取 5 mg ~ 8 mg 的样品，于铂金坩埚中，并放置于热重分析仪（5.1）的样品支架上，读取样品质量（精确至 0.001 mg）。

注：有些型号的仪器，可以在放入样品后将记录仪设为 100%。此时，不必准确预称量。

6.4 关上加热炉，用氮气（4.1）以恒定的速率净化系统，确保炉体内的空气被吹扫干净。

注：氮气（4.1）的流速和净化时间与仪器的型号有关，可以参照仪器使用说明书进行设置。

6.5 在氮气（4.1）气氛下，以 20 °C /min 的速度将炉温升到 800 °C，恒温 5 min。

6.6 在氮气（4.1）气氛下，将炉温从 800 °C 降至 400 °C；然后将气氛由氮气（4.1）切换为氧气（4.2），并恒温 2 min。

注：氧气（4.2）的流速应与 6.4 中氮气（4.2）的流速一致，以保证切换气氛后，气体总流速不变。

6.7 在氧气（4.2）气氛下，以 20 °C /min 的速度将炉温升到 800 °C，恒温 10 min。

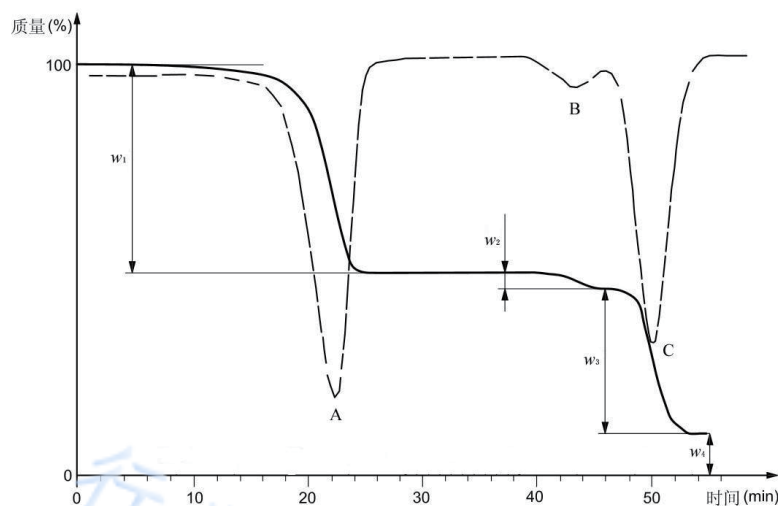
6.8 待加热炉冷却至室温后，打开炉体，小心取出铂金坩埚并把它清理干净后，结束测试。

## 7 分析结果

### 7.1 记录

记录两种情形下的曲线图（见图 1），以进行必要的计算，这些图用于获得各种化合物组分的含量。

注：热重分析仪因制造商不同，其提供的微分曲线不尽相同，也可以采用质量损失百分比与温度的曲线图以及质量损失百分比对温度的微分图来获得各种组分的含量。



说明：

实线——质量损失百分比与时间的曲线图；

虚线——质量损失百分比对时间的微分图。

图 1 热失重示意图

### 7.2 总有机物含量

微分曲线上的第一个峰（A 点）对应于在氮气（4.1）中的最大热解速率，此部分的质量损失（ $w_1$ ）为样品在氮气（4.1）氛围下于 800 °C 前的热分解，即总有机物含量。

### 7.3 碳质残余物含量

氟橡胶不会在氮气（4.1）中完全热解，会留有少量碳质残余物。为了烧掉碳质残余物，将加热炉冷却到 400 °C 并将气氛由氮气（4.1）切换到氧气（4.2），然后加热炉升到 800 °C 并保持到达到质量不再变化。微分曲线上的第二个峰（B 点）对应于在氧气（4.2）中的碳质残余物的燃烧，此部分的质量损失（ $w_2$ ）即碳质残余物含量。

#### 7.4 炭黑的含量

所有碳质残余物挥发后，在氧气（4.2）中加热到 800 ℃时的质量损失百分比就是试样中的炭黑含量。微分曲线上的第三个峰（C 点）对应于氧气（4.2）中的炭黑的燃烧，此部分的质量损失（ $w_3$ ）即炭黑的含量。

#### 7.5 灰分

当温度保持在 800 ℃并保持到达到质量不再变化时，此时的残余质量（ $w_4$ ）即为灰分。灰分包括无机填料和较低温度时热解的各种无机和有机成分的灰分。

#### 7.6 总橡胶烃含量

假设所有非橡胶有机物成分都能够提取，按照 ISO 1407 测得橡胶中的溶剂抽出物的质量分数为  $w_5$ ，那么总橡胶烃含量按式（1）计算。

$$W = w_1 + w_2 - w_5 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $w_1$ ——总有机物，%；
- $w_2$ ——碳质残余物，%；
- $w_5$ ——溶剂抽出物，%。

#### 7.7 结果的表示

总有机物含量、炭黑含量、灰分和总橡胶烃含量最终结果均以质量百分比的形式报告，结果根据 GB/T 8170 修约至小数点后一位。

#### 8 精密度

本标准的精密度数据由 6 个实验室对总橡胶烃含量 3 水平的样品进行协同试验确定。原始数据按照 GB/T 6379.2 进行统计，计算重复性限和再现性限。精密度见表 1。

表 1 方法精密度

总橡胶烃含量 (%)	重复性限, r	再现性限, R
59.5~99.6	$r=0.0705m$	$R=0.1508m$
注: $m$ 是两个测定值的平均值。		

以正式出版文本为准

中华人民共和国出入境检验检疫  
行业标准  
橡胶和橡胶制品 氟橡胶 热重分析法  
测定硫化和未硫化胶的成分  
SN/T 5271—2019

\*

中国海关出版社有限公司出版发行  
北京市朝阳区东四环南路甲1号(100023)  
编辑部: (010) 65194242-7509  
网址 [www.customskb.com/book](http://www.customskb.com/book)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 14 千字  
2020年7月第一版 2020年7月第一次印刷  
印数 1—500

\*

书号: 155175·116 定价 14.00 元



SNT 5271—2019