

ICS 83.060  
CCS G 35

T

# 中国合成橡胶工业协会团体标准

T/CSRIA 5001—2024

## 生物基衣康酸酯-丁二烯橡胶

Bio-based itaconate butadiene rubber

2024 - 12 - 26 发布

2025 - 01 - 01 实施

中国合成橡胶工业协会 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国合成橡胶工业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东京博中聚新材料有限公司、北京化工大学、中策橡胶集团股份有限公司、无锡百年通工业输送有限公司、山东玲珑轮胎股份有限公司、广东琳达高分子材料科技有限公司。

本文件主要起草人：王润国、刘晓、侯红霞、杜庆之、王浩、王欣、李成、黄大业、孟阳、李彦果、叶长春。



# 生物基衣康酸酯-丁二烯橡胶

## 1 范围

本文件规定了生物基衣康酸酯-丁二烯橡胶（以下简称Bio-ItBR）的命名与牌号、技术要求、检验规则、标志和随行文件、包装、运输与贮存等，并描述了相关试验方法。

本文件适用于以生物基衣康酸酯和丁二烯为主要原料，经乳液聚合制得的生物基衣康酸酯-丁二烯橡胶。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 528 硫化橡胶或热塑性橡胶 拉伸应力应变性能的测定
- GB/T 1232.1 未硫化橡胶 用圆盘剪切黏度计进行测定 第1部分：门尼黏度的测定
- GB/T 2449.1—2021 工业硫磺 第1部分：固体产品
- GB/T 3185—2016 氧化锌（间接法）
- GB/T 3516—2024 橡胶 溶剂抽出物的测定
- GB/T 4498.1—2013 橡胶 灰分的测定 第1部分：马弗炉法
- GB/T 5576 橡胶与胶乳 命名法
- GB/T 5577 合成橡胶牌号规范
- GB/T 8656—2018 乳液和溶液聚合型苯乙烯-丁二烯橡胶（SBR）评价方法
- GB/T 9103—2013 工业硬脂酸
- GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法
- GB/T 19187 合成生胶抽样检查程序
- GB/T 19188 天然生胶和合成生胶贮存指南
- GB/T 21184 橡胶配合剂 次磺酰胺促进剂 试验方法
- GB/T 24131.2 生橡胶 挥发分含量的测定 第2部分：带红外线干燥单元的自动分析仪加热失重法
- GB/T 24797.1 橡胶包装用薄膜 第1部分：丁二烯橡胶（BR）和苯乙烯-丁二烯橡胶（SBR）
- GB/T 39514 生物基材料术语、定义和标识
- ISO 6502-3 橡胶 用硫化仪测定硫化特性 第3部分：无转子硫化仪（Rubber — Measurement of vulcanization characteristics using curemeters — Part 3: Rotorless curemeter）
- ISO 19984-2 橡胶和橡胶制品 生物基含量的测定 第2部分：生物基碳含量（Rubber and rubber products — Determination of biobased content — Part 2: Biobased carbon content）

## 3 术语和定义

GB/T 39514 界定的下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 生物基衣康酸酯-丁二烯橡胶 bio-based itaconate butadiene rubber

由生物基衣康酸酯与丁二烯经乳液聚合得到的无规共聚物。

## 4 命名与牌号

### 4.1 命名

按照GB/T 5576的规定，生物基衣康酸酯-丁二烯橡胶代号为“Bio-ItBR”。

### 4.2 牌号

生物基衣康酸酯-丁二烯橡胶牌号应符合GB/T 5577的规定，由橡胶代号、特征信息和其他附加信息3个字符组组成。

字符组1：橡胶代号，Bio-ItBR。

字符组2：特征信息（见表1）。

字符组3：其他附加信息。该字符组为可选项，根据需要添加相关的附加信息，如生物质来源、用途等。

表1 Bio-ItBR 字符组 2 规则

数字位数	特征信息	代号	代号含义
第一位数	衣康酸酯质量含量	3	25~34
		4	35~44
		5	45~54
		6	55~64
		7	65~74
		8	75~84
第二位数	生胶门尼黏度	3	25~34
		4	35~44
		5	45~54
		6	55~64
		7	65~74
		8	75~84
第三位数	衣康酸酯酯基类型	0	丁酯
		1	乙酯
第四位数	改性类型	0	非改性
		1	环氧化改性

示例：

某种Bio-ItBR，衣康酸酯质量含量为：55~64，生胶门尼黏度为：55~64，衣康酸酯酯基类型为：丁酯，改性类型为：非改性。其牌号为Bio-ItBR 6600，牌号示例如图1。

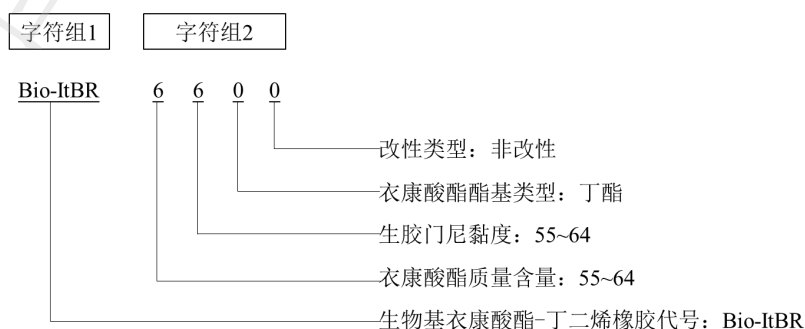


图1 牌号示例

## 5 技术要求

### 5.1 外观

初级形态为白色至浅黄色的块状或粒状固体，无异物。

### 5.2 技术指标

Bio-ItBR的技术指标要求应符合表2的规定。

表2 Bio-ItBR 技术指标

项目	Bio-ItBR 6600	Bio-ItBR 6610	Bio-ItBR 7410
生物基碳含量(质量分数)/%	24±3	50±3	60±3
衣康酸酯含量(质量分数)/%	60±3	60±3	70±3
挥发分(质量分数)/% ≤	0.5		0.8
灰分(质量分数)/% ≤	0.5		
生胶门尼黏度ML(1+4)100℃	55~64	55~64	35~44
300%定伸应力/MPa	11.0~16.0	12.0~16.0	12.0~17.0
拉伸强度/MPa ≥	13.0	17.0	16.0
拉断伸长率/% ≥	290	350	340
硫化特性	报告值		

## 6 试验方法

### 6.1 生物基碳含量

按ISO 19984-2规定的方法进行测定。

### 6.2 衣康酸酯含量

按附录A的规定进行测定。

### 6.3 挥发分

按GB/T 24131.2规定的方法进行测定。

### 6.4 灰分

按GB/T 4498.1—2013中7.1方法A的规定进行测定。

### 6.5 生胶门尼黏度

按GB/T 1232.1规定的方法进行测定。

### 6.6 300%定伸应力、拉伸强度、拉断伸长率

#### 6.6.1 制样

按表3的配方，按GB/T 8656—2018中5.3.3方法B的规定进行混炼。

表3 标准试验配方

材料	质量份数
Bio-ItBR	100.00
氧化锌 <sup>a</sup>	3.00
硫磺 <sup>b</sup>	1.50
硬脂酸 <sup>c</sup>	1.00
炭黑 <sup>d</sup>	50.00
TBBS <sup>e</sup>	0.90
合计	156.40

<sup>a</sup> GB/T 3185—2016 中 I 型。  
<sup>b</sup> GB/T 2449.1—2021 中 A 级，其中水分含量应小于 0.5%。  
<sup>c</sup> GB/T 9103—2013 中 1840 型，一等品。  
<sup>d</sup> 炭黑采用 ASTM 8#。炭黑应在 125 °C ± 3 °C 下干燥 1 h，并于密闭容器中贮存。  
<sup>e</sup> TBBS (N-叔丁基-2-苯并噻唑次磺酰胺)，粉末形态。按 GB/T 21184 的规定，其最初甲醇不溶物含量应小于 0.3%。该材料应在室温下贮存于密闭容器中，每 6 个月检查一次不溶物含量，若超过 0.75%，则废弃或重结晶。

### 6.6.2 测定

在 150 °C 下硫化 30 min 制备硫化胶片，按 GB/T 528 的规定进行测定，采用 I 型裁刀。

### 6.7 硫化特性

按 6.6.1 制样，按 ISO 6502-3 的规定进行测定，测试条件：160 °C，40 min。

## 7 检验规则

### 7.1 检验分类

产品的检验分为型式检验和出厂检验两类。

### 7.2 检验项目

#### 7.2.1 型式检验

第 5 章所列技术要求均为型式检验项目。生物基碳含量每半年检验 1 次，衣康酸酯含量、300% 定伸应力、拉伸强度、拉断伸长率、硫化特性每月检验 1 次。型式检验每个牌号每年至少进行 1 次，当存在以下情况时，需进行型式检验：

- 国家质量监督检验机构提出进行型式检验要求时；
- 装置停车半年以上，恢复生产时；
- 产品开始批量生产时；
- 材料或者工艺有重大改变时。

#### 7.2.2 出厂检验

产品出厂检验项目为外观、挥发分、灰分和生胶门尼黏度。

### 7.3 组批规则和抽样方案

#### 7.3.1 组批规则

产品应以同一生产线上、相同原料、相同工艺生产的同一牌号的产品组批；生产单位可以一个班次生产的产品为一批，也可按其他适宜方式确定批次。

#### 7.3.2 抽样方案

产品应按照GB/T 19187的规定确定抽样方案。产品应在生产线或者仓库抽样，样品量应不低于300 g。产品应按照GB/T 15340的规定制取实验室样品。

#### 7.4 判定规则

产品应以批为单位进行检验和验收，按照第5章的要求对产品做出质量判定。若检验结果某项指标不符合产品标准要求时，应取保留的样品对不符合项进行复验。如复验结果不满足要求，应从双倍包装单元重新取样进行检验，以此次检验结果作为该批产品的质量判定依据。

### 8 标志和随行文件

#### 8.1 标志

产品外包装上应有明显的标志。标志内容可包括：产品名称、牌号、批号（生产日期）、净含量、标准编号、储存有效期、生产厂名称、厂址等。

#### 8.2 随行文件

产品出厂时，每批产品应附有产品质量检验单。产品质量检验单上应注明产品名称、牌号、批号、执行标准等，并加盖质量检验专用章。

### 9 包装、运输与贮存

#### 9.1 包装

产品采用聚乙烯（PE）、PE+乙烯-醋酸乙烯共聚物（EVA）、合适规格EVA中的一种材料的薄膜热合封装，薄膜应符合GB/T 24797.1的规定。每袋净含量为20 kg或其他包装单元，也可根据用户要求包装。包装容器应清洁、干燥、不得有破损的现象。

#### 9.2 运输

产品在运输时要保持常温、干燥、通风、清洁，应避免日光直接照射和雨水浸泡，同时避免包装破损和杂物混入。

#### 9.3 贮存

贮存条件应符合GB/T 19188的规定。在贮存条件下，产品贮存期限自生产日期起为2年。

附录 A  
(规范性)  
衣康酸酯含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。

### A.1 概要

将经抽提的Bio-ItBR样品溶解在氘代氯仿中，在给定的参数条件下，测定试样的核磁共振氢谱，得到衣康酸酯的峰面积和丁二烯的1,4结构、1,2结构的峰面积。通过不同化学环境下质子的化学位移以及积分面积值来确定Bio-ItBR中不同单体结构含量。

### A.2 试剂

A.2.1 氘代氯仿 ( $\text{CDCl}_3$ )：纯度大于99.8%，含小于等于0.03%的四甲基硅烷 (TMS) 作为内标。

A.2.2 甲醇：分析纯。

### A.3 仪器

A.3.1 核磁共振波谱仪：具有150 MHz或更高频率的傅立叶变换核磁共振波谱仪 (FT- $^1\text{H}$ NMR)。

A.3.2 抽提器：符合GB/T 3516—2024的规定。

A.3.3 真空烘箱：温度可控制在50  $^{\circ}\text{C}$ ~60  $^{\circ}\text{C}$ ；真空度小于133 Pa。

A.3.4 分析天平：精确至0.1 mg。

### A.4 取样和制样

按照GB/T 15340的规定取样。按照GB/T 3516—2024中第8章方法A的规定，用甲醇 (A.2.2) 抽提样品，在真空烘箱 (A.3.3) 中干燥抽提后的样品至恒重。

### A.5 分析步骤

A.5.1 取10 mg~30 mg按A.4制备的样品放进5 mm核磁样品管内，加入0.5 mL或者0.6 mL氘代氯仿 (A.2.1)，室温下溶解至少4 h。

注：根据所使用核磁共振波谱仪的分辨率选择试样的浓度。

A.5.2 设定核磁共振氢谱试验条件：

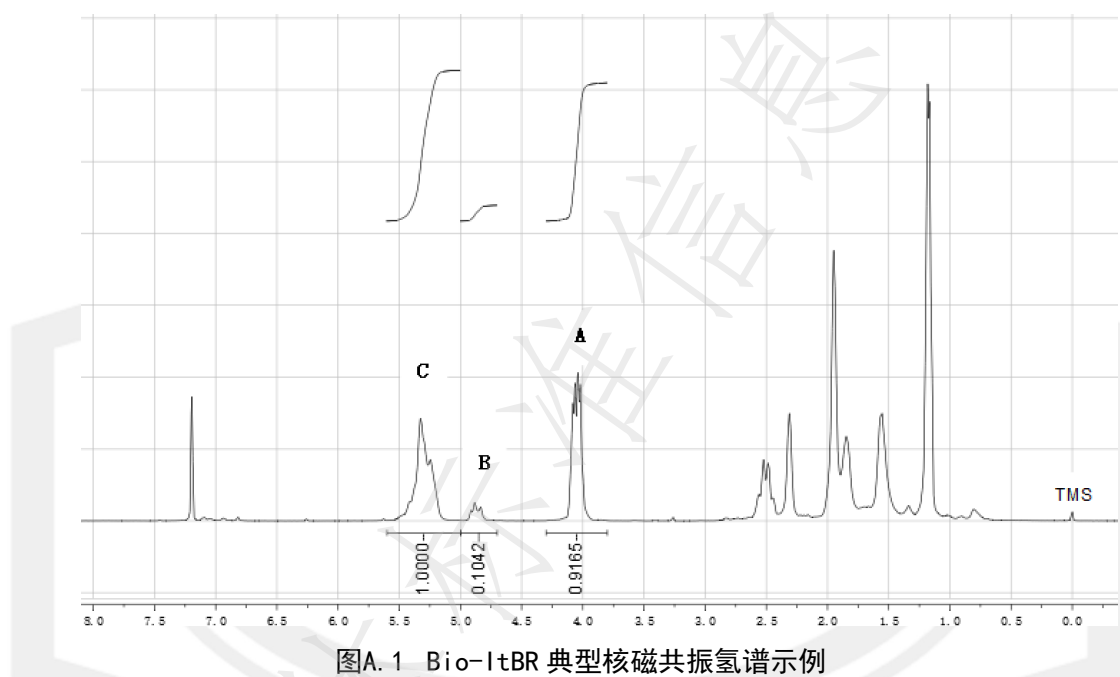
- a) 脉冲程序：单脉冲；
- b) 试验温度：室温~50  $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 数据点：32 k；
- d) 中心频率：5 $\times 10^6$ ；
- e) 扫描宽度：0~15 ppm；
- f) 脉冲角度：30 $^{\circ}$ ；
- g) 脉冲间隔时间：3 s；
- h) 扫描次数：64次。

A.5.3 将配置好的样品放入仪器内进行测试。

A. 5.4 记录图谱，按表A.1将8 ppm~0 ppm范围内谱峰准确积分。表A.1所列 $S_A$ 、 $S_B$ 、 $S_C$ 是对Bio-ItBR样品溶液在核磁共振氢谱中信号积分面积的限定。图A.1所示为 $S_A$ 、 $S_B$ 、 $S_C$ 在核磁共振氢谱中积分面积的示例。

表A.1 信号积分面积的限定

信号积分范围	面积
从约4.30 ppm处到约3.80 ppm处的最小强度点	$S_A$
从约5.00 ppm处到约4.70 ppm处的最小强度点	$S_B$
从约5.60 ppm处到约5.00 ppm处的最小强度点	$S_C$



图A.1 Bio-ItBR 典型核磁共振氢谱示例

## A. 6 结果计算

A. 6.1 Bio-ItBR中衣康酸酯和丁二烯微观结构的相对摩尔数按照公式(A.1)~(A.3)计算。

$$n_{It} = \frac{S_A}{4} \dots\dots\dots (A.1)$$

$$n_{Bd_{1,2}} = \frac{S_B}{2} \dots\dots\dots (A.2)$$

$$n_{Bd_{1,4}} = \frac{S_C}{2} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$n_{It}$  —— Bio-ItBR中衣康酸酯的相对摩尔数；

$n_{Bd_{1,2}}$  —— Bio-ItBR中丁二烯1,2结构的相对摩尔数；

$n_{Bd_{1,4}}$  —— Bio-ItBR中丁二烯1,4结构的相对摩尔数。

A. 6.2 Bio-ItBR中衣康酸酯和丁二烯各微观结构含量以试样的质量分数计，数值以百分数表示，按照公式(A.4)~(A.6)计算。

$$\omega_{It} = \frac{M_{It} \times n_{It}}{M_{It} \times n_{It} + M_{Bd} \times (n_{Bd_{1,2}} + n_{Bd_{1,4}})} \dots\dots\dots (A.4)$$

$$\omega_{\text{Bd}_{1,2}} = \frac{M_{\text{Bd}} \times n_{\text{Bd}_{1,2}}}{M_{\text{It}} \times n_{\text{It}} + M_{\text{Bd}} \times (n_{\text{Bd}_{1,2}} + n_{\text{Bd}_{1,4}})} \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

$$\omega_{\text{Bd}_{1,4}} = \frac{M_{\text{Bd}} \times n_{\text{Bd}_{1,4}}}{M_{\text{It}} \times n_{\text{It}} + M_{\text{Bd}} \times (n_{\text{Bd}_{1,2}} + n_{\text{Bd}_{1,4}})} \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

式中：

$\omega_{\text{It}}$ ——Bio-ItBR中衣康酸酯的含量；

$M_{\text{It}}$ ——衣康酸酯的分子量；

$M_{\text{Bd}}$ ——丁二烯的分子量，取54.09；

$\omega_{\text{Bd}_{1,2}}$ ——Bio-ItBR中丁二烯1,2结构的含量；

$\omega_{\text{Bd}_{1,4}}$ ——Bio-ItBR中丁二烯1,4结构的含量。

结果表示到小数点后1位。

