

CRIA

中国橡胶工业协会标准

T/CRIA 25001—2017

预分散橡胶助剂通用规范

General specifications for the predispersed rubber chemicals

2017-11-10 发布

2018-01-01 实施



中国橡胶工业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国橡胶工业协会提出。

本标准由中国橡胶工业协会技术经济委员会归口。

本标准起草单位：山东阳谷华泰化工股份有限公司、山东尚舜化工有限公司、蔚林新材料科技股份有限公司、江苏连连化学股份有限公司、宁波艾克姆新材料有限公司、珠海经济特区科茂橡塑材料有限公司、广东杜巴新材料科技有限公司、科迈化工股份有限公司、嘉兴北化高分子助剂有限公司。

本标准主要起草人：杜孟成、王新生、苗静、连加松、连千荣、王飞、童钧、师利龙。

预分散橡胶助剂通用规范

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，使用者有责任采用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

本标准规定了预分散橡胶助剂的术语和定义、技术要求、试验方法。

本标准适用于橡胶助剂含量大于40%、载体是聚合物的预分散橡胶助剂。

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 531.1 硫化橡胶或热塑性橡胶压入硬度试验方法 第1部分：邵氏硬度计法（邵尔硬度）

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 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11409—2008 橡胶防老剂、硫化促进剂试验方法

GB/T 28724 固体有机化学品熔点的测定 差示扫描量热法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

预分散橡胶助剂 **predispersed rubber chemicals**

定量的橡胶助剂均匀分散到定量的聚合物载体中，成型为一定形状的混合物。

3.2

主含量 **active content**

预分散橡胶助剂中橡胶助剂的含量，常用预分散橡胶助剂中硫元素或金属氧化物的含量折算。

3.3

分散性 **dispersibility**

橡胶助剂在聚合物载体中的分散程度。

4 技术要求

4.1 预分散橡胶助剂表面不粘连。

4.2 20 目筛余物大于或等于 99.5%。

4.3 其他的技术要求由供需双方协商确定。

5 试验方法

5.1 通用规则

5.1.1 本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.1.2 仪器应清洁,使用之前应干燥、校正。

5.1.3 试样不应有气泡、气孔,表面应光滑。

5.1.4 加热试样时,应避免挥发性组分的损失而引起误差。

5.1.5 试样的环境调节及试验的标准温度按 GB/T 2941 执行。

5.1.6 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。

5.2 试样制备

5.2.1 取约 200 g 试样(精确至 1 g),在辊距 $1.0\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 的开炼机上过辊 4 次后,调辊距至 $4.3\text{ mm} \pm 0.3\text{ mm}$ 过辊出片,确保胶片表面光滑,无气孔。

5.2.2 在 10 MPa 的压力下,室温模压 5 min,样品要确保其表面平整,无气孔,厚度均匀一致,无机械损伤。

5.2.3 试样应在 $23\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下恒温调节,测试应在调节 1 h 之后、24 h 之内进行。

5.3 外观

在自然光下用目测法检验。

5.4 硫元素含量

5.4.1 测定原理

含硫元素的预分散橡胶助剂试样在高温燃烧管中被氧气氧化,试样中的硫元素被氧化为二氧化硫,产生的二氧化硫气体经净化后由硫检测池测定。测定值经过换算得出预分散橡胶助剂中的硫元素含量。

5.4.2 称样量

为确保检测结果的准确性,称样量应随试样中硫元素含量的变化而变化,具体参见表 1。

表 1 称样量与试样中硫元素含量对照表

试样中硫元素含量 $X/\%$	称样量/mg
$50 < X \leq 100$	20
$20 < X \leq 50$	50
$4 < X \leq 20$	100
$0 < X \leq 4$	100

5.4.3 检测步骤

按照所使用硫元素分析仪的操作规程进行检测。

5.4.4 结果表示

硫元素分析仪直接计算并显示样品的硫元素含量,以质量分数表示。

5.4.5 允许差

取3次测定值的算术平均数作为测定结果,3次测定值的极差不大于1.5%。

5.5 金属氧化物(ZnO、MgO、CaO、PbO)含量

5.5.1 测定原理

将试样的灰化残渣溶于盐酸中,中和之后,用EDTA标准溶液滴定金属氧化物含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸溶液[7647-01-0]:1+1。

5.5.2.2 氨水溶液[1336-21-6]:1+1。

5.5.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液(pH值为10)。

5.5.2.4 铬黑T指示液:5 g/L。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 量筒:容量100 mL。

5.5.3.2 容量瓶:容量250 mL。

5.5.3.3 移液管:容量10 mL。

5.5.3.4 棕色酸式滴定管:容量50 mL,分度值0.1 mL。

5.5.4 分析步骤

在5.9做完灰分的瓷坩埚中加1+1盐酸溶液90 mL,溶解灰化残渣,溶解(可加热)后,全部转移到250 mL容量瓶中,加水稀释定容,摇匀后用移液管移取10 mL溶液于250 mL锥形瓶中,用1+1氨水溶液中和至pH值为7~8(有金属氢氧化物沉淀生成),再加10 mL氨-氯化铵缓冲溶液(pH值为10)及5滴铬黑T指示液,用EDTA标准滴定溶液进行滴定至溶液由紫色变为纯蓝色即为终点。

5.5.5 结果计算

金属氧化物的质量分数 X 计,数值以%表示,用式(1)计算:

$$X = \frac{c_1 V_1 M \times 10^{-3}}{m_1 \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——EDTA标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——EDTA标准滴定溶液耗用量的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——做灰分时所称试样质量的数值,单位为克(g);

M——金属氧化物摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{ZnO})=81.408$, $M(\text{MgO})=40.30$, $M(\text{GaO})=56.08$, $M(\text{PbO})=223.20$]。

5.5.6 结果表示

取2次平行测定值的算术平均数作为测定结果,2次测定值的差值不大于0.2%。

5.6 分散性

5.6.1 试验设备

5.6.1.1 平板硫化机。

5.6.1.2 两片表面光滑钢板。

5.6.1.3 透明薄膜,厚度 $0.02\text{ mm}\pm 0.005\text{ mm}$ 。

5.6.2 试验步骤

取 $0.3\text{ g}\sim 1.0\text{ g}$ 预分散橡胶助剂,放于两片薄膜之间。将薄膜置于两片钢板中间,然后把钢板放在平板硫化机上,在 10 MPa 压力下保持 3 s ,连同薄膜一起取出观察,并按等级分别统计颗粒或胶团的数量。等级的划分按颗粒或胶团的直径进行,分为 0 mm 、大于 0 mm 且小于或等于 1 mm 、大于 1 mm 且小于或等于 2 mm 、大于 2 mm 四个等级,或按客户要求分级。

5.6.3 结果表示

取3次平行测定值的算术平均数作为测定结果。

5.7 门尼粘度

按5.2.1和5.2.3进行试样制备,按GB/T 1232.1的规定方法进行测定。读取 $50\text{ ML}(1+4)$ $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 数值。

5.8 硬度

按5.2进行试样制备,其中模具规格: $94\text{ mm}\times 65\text{ mm}\times 6\text{ mm}$ 。按GB/T 531.1的规定进行测定。

5.9 灰分

按GB/T 11409—2008中3.7的规定进行测定,称样量约 3 g (精确至 0.1 mg),高温炉温度控制在 $950\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$,灼烧时间为 2 h 。

5.10 密度

5.10.1 样品处理

密度分为颗粒密度和压实密度。颗粒密度测定前无需处理试样,压实密度测定前按5.2进行,其中模具规格: $31\text{ mm}\times 31\text{ mm}\times 3.2\text{ mm}$ 。

5.10.2 测定方法

按GB/T 4472—2011中4.2.3的规定进行测试。

5.11 加热减量

按GB/T 11409—2008中3.4的规定进行测定。

5.12 熔点

按 GB/T 28724 规定进行。

5.13 筛余物

按 GB/T 11409—2008 中 3.5.2 的规定进行测定。

中国橡胶工业协会标准
预分散橡胶助剂通用规范
T/CRIA 25001—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

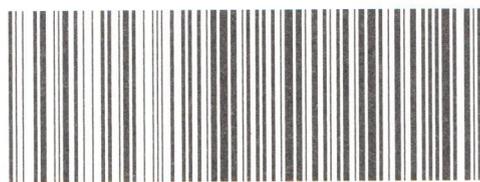
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2017年11月第一版 2017年11月第一次印刷

*

书号: 155066·2-32530 定价 16.00 元

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)68510107



T/CRIA 25001—2017