

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2404—2020

代替 HG/T 2404—2008

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅在丁苯橡胶中的鉴定

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated
Evaluation procedures in styrene-butadiene rubber

(mod ISO 5794-2:2014, Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated—Part2: Evaluation procedures in styrene-butadiene rubber)

2020-12-09 发布

2021-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2404—2008《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅在丁苯胶中的鉴定》。

本标准与 HG/T 2404—2008 相比主要变化如下：

- 增加了“该产品主要应用于轮胎及橡胶制品”（见第 1 章）；
- 增加了“其判定一般为绝对值，也可用试样测试值与同时测试的标样测试值的差值或比值判定”（见 6.3.6）。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 5794-2:2014《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 第二部分：在丁苯胶中的鉴定》。

本标准与 ISO 5794-2:2014 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准章条编号与 ISO 5794-2:2104 章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 5794-2:2014 的技术性差异及其原因如下：

- 标准名称修改为“橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅在丁苯橡胶中的鉴定”；
- 增加了“本标准适用于橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅（含高分散沉淀水合二氧化硅）”，扩大了适用范围，以适合我国国情（见第 1 章）；
- 增加了“样品”，规定更全面和明确（见第 3 章）；
- 采用了与 ISO 标准 ISO 34-1、ISO 3417、ISO 6502、ISO 23529 有对应关系的我国标准，以适应我国国情（见第 2 章）；
- 增加了“技术规格”及“注”，规定更全面和明确（见第 4 章的表 1）；
- 增加了“将辊距调整为 0.5 mm~0.8 mm，不包辊破料一次”，细化标准的操作内容（见 5.2.1）；
- 修改了硫磺加入顺序，提前加入硫磺有利于硫磺的分散（见 5.2，ISO 5794-2:2014 的 5.2.5）；
- 将氧化锌和硬脂酸分开加入，以利于分散（见 5.2.3、5.2.4，ISO 5794-2:2014 的 5.2.1）；
- 混炼时间从 6 min 提高到 8.5 min，割 6 刀（见 5.2.7，ISO 5794-2:2014 的 5.2.4）；
- 混炼总时间为 31.5 min（见 5.2.10，ISO 5794-2:2014 的 5.2.7）；
- 修改了测试温度（见 6.1、6.2，ISO 5794-2:2014 的 6.1、6.2）；
- 增加了模具尺寸及硫化机温度的设置，细化标准的操作内容（见 6.3.1、6.3.2、6.3.3）；
- 增加了“测试前将硫化后的胶片停放 16 h~72 h”，按标准通用要求（见 6.3.5）；
- 增加了“撕裂强度按 GB/T 529 测量”，便于标准使用者的使用（见 6.5）；
- 增加了“也可用试样测试值与同时测试的标样测试值的差值或比值判定”，满足 HG/T 3061 的技术要求（见 6.3.6）；
- 增加了“附录 A（资料性附录）”（见附录 A）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会（SCA/TC35）归口。

本标准起草单位：中昊黑元化工研究设计院有限公司、四川轻化工大学、江西黑猫炭黑股份有限公司、无锡恒诚硅业有限公司、金能科技股份有限公司、山东联科功能材料有限公司、株洲兴隆新材料股份有限公司。

HG/T 2404—2020

本标准主要起草人：王成、邓毅、张敬雨、周俊、卢爱平、张慧、胡金星、唐志凡。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 2404—92；HG/T 2404—2001；HG/T 2404—2008。

橡胶配合剂

沉淀水合二氧化硅在丁苯橡胶中的鉴定

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

本标准规定了橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅在丁苯橡胶中物理性能的标准试验配方、试验步骤和试验方法。

本标准适用于橡胶配合剂沉淀水合二氧化硅（含高分散沉淀水合二氧化硅）。该产品主要应用于轮胎及橡胶制品。

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 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—2009，idt ISO 37:2005）

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—2008，mod ISO 34-1:2004）

GB/T 531.1 硫化橡胶或热塑性橡胶压入硬度试验方法（GB/T 531.1—2008，idt ISO 7619-1:2004）

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 1232.1—2016，idt ISO 289-1:2014）

GB/T 2449.1 硫磺（GB/T 2449.1—2014）

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，idt ISO 23529:2004）

GB/T 3185 氧化锌（间接法）（GB/T 3185—2016）

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

GB/T 8655 苯乙烯-丁二烯橡胶（SBR）1500（GB/T 8655—2006）

GB/T 9103 工业硬脂酸（GB/T 9103—2013）

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—2014，idt ISO 3417:2008）

GB/T 11407 硫化促进剂 M（GB/T 11407—2013）

GB/T 11408 硫化促进剂 DM（GB/T 11408—2013）

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 2342 硫化促进剂 DPG（二苯胍）（HG/T 2342—1992）

HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅（HG/T 3061—2020，mod ISO 5794-1:2010）

3 样品

按 HG/T 3061 的规定进行采样。

4 标准试验配方

按沉淀水合二氧化硅种类 (HG/T 3061) 的不同, 表 1 给出了两个标准配方。

比表面积大的沉淀水合二氧化硅比比表面积小的沉淀水合二氧化硅需要更多的活化剂。

如有可能, 应采用国际标准或国家标准化学药品, 所用材料应与表 1 中的化学性质一致。

表 1 标准试验配方

材 料	技术规格	配方 (质量份数)	
		1 ^a	2 ^a
丁苯橡胶 (SBR) 1500 ^a	GB/T 8655	100	100
沉淀水合二氧化硅 (A类、B类、C类、D类)	HG/T 3061	50	—
沉淀水合二氧化硅 (E类、F类)	HG/T 3061	—	50
氧化锌	GB/T 3185	5	5
硬脂酸	200 型 (GB/T 9193)	1	1
聚乙二醇 (PEG) 4000 ^b	分析纯	3	1.5
促进剂 DM ^c	GB/T 11408	1.2	1.2
促进剂 M ^d	GB/T 11407	0.7	0.7
促进剂 DPG ^e	HG/T 2342	0.5	0.5
硫磺	GB/T 2449.1	2	2
合 计		163.4	161.9
注: 沉淀水合二氧化硅和橡胶的称量精确至 1 g, 硫磺和促进剂的称量精确至 0.02 g, 氧化锌、硬脂酸和聚乙二醇称量精确至 0.1 g。			
^a 或 SBR1500 E。 ^b 聚乙二醇相对分子质量 4 000。 ^c 二硫化二苯并噻唑。 ^d 2-硫醇基苯并噻唑。 ^e 二苯胍。			

5 试验步骤

5.1 设备要求

准备、混炼、硫化的设备按 GB/T 6038 进行。

5.2 开炼机混炼步骤

标准的实验室一次混炼量为试验配方的 4 倍量, 以克为单位。混炼前适当冷却辊筒, 使表面起始

温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。混炼后的质量与混炼前总质量之差不超过 $+0.5\% \sim -1.5\%$ 。

	时间 min	累计时间 min
5.2.1 将辊距调整为 $0.5\text{ mm} \sim 0.8\text{ mm}$ ，不包辊破料一次。调整辊距为 1 mm ，将橡胶包在辊筒上。		
5.2.2 均匀地慢慢加入硫磺。当硫磺被混合后，每隔 30 s 从辊筒两端交替做一次 $3/4$ 割刀，割 6 刀。	4	4
5.2.3 均匀地加入氧化锌，每隔 20 s 从辊筒两端交替做一次 $3/4$ 割刀，割 2 刀。	1.5	5.5
5.2.4 均匀地加入硬脂酸，每隔 20 s 从辊筒两端交替做一次 $3/4$ 割刀，割 2 刀。	1.5	7
5.2.5 加入 $1/3$ 的沉淀水合二氧化硅，每隔 20 s 从辊筒两端交替做一次 $3/4$ 割刀，割 4 刀。	5	12
5.2.6 加入 $1/3$ 的沉淀水合二氧化硅，每隔 20 s 从辊筒两端交替做一次 $3/4$ 割刀，割 4 刀。	5	17
5.2.7 加入 $1/3$ 的沉淀水合二氧化硅后，加入活性剂 PEG，每隔 20 s 从辊筒两端交替做一次 $3/4$ 割刀，割 6 刀。	8.5	25.5
5.2.8 慢慢地将促进剂均匀覆盖在橡胶上加入。当全部材料混入后，每隔 15 s 从辊筒两端交替做一次 $3/4$ 割刀，割 4 刀。	3.5	29
5.2.9 从炼胶机上割下胶片，将辊距调到 $0.8\text{ mm} \sim 1\text{ mm}$ 之间，不包辊薄通 3 次。	1.5	30.5
5.2.10 从炼胶机上割下胶料，调整辊距为 $3\text{ mm} \sim 3.5\text{ mm}$ ，不包辊通过辊间 3 次。	1	31.5
	总时间：	31.5
5.2.11 用刚炼好的胶料制备厚 6 mm 的试片进行硫化特性测量，并将胶料压成 2.2 mm 的胶片，为拉伸性能试验做准备。		
5.2.12 硫化前将胶料停放 $18\text{ h} \sim 24\text{ h}$ 。如果可能，在 GB/T 2941 要求的标准温度和湿度条件下停放。		

5.3 未硫化混炼胶的试验

按 GB/T 1232.1 用剪切式圆盘黏度仪测量 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的门尼黏度。

6 胶料硫化特性的测定

6.1 用圆盘振荡硫化仪 (GB/T 9869) 试验方法测定

测量下列标准试验参数：

$$M_L, M_H, t_{s1}, t'_c(50) \text{ 和 } t'_c(90)$$

根据 GB/T 9869, 使用下列试验条件:

振荡频率:	1.7 Hz (100 r/min)
摇摆角度:	3°
	如果需要也可以用 1°
选择性:	至少选择 M_H 满刻度的 75%
测试温度:	160 °C ± 0.3 °C
预热时间:	无

6.2 用无转子硫化仪 (GB/T 16584) 试验方法测定

测量下列标准试验参数:

指定时间的 F_L , F_{max} , t_{s1} , t_c (50) 和 t_c (90)

根据 GB/T 16584, 使用下列试验条件:

振荡频率:	1.7 Hz (100 r/min)
摇摆角度:	0.5°
	如果需要也可以用 1°
选择性:	至少选择 F_{max} 满刻度的 75%
测试温度:	160 °C ± 0.3 °C
预热时间:	无

6.3 应力-应变特性测量

6.3.1 硫化模具按试片尺寸为 150 mm × 150 mm × 2 mm 设计, 将胶料片剪成长、宽小于硫化模具各 3 mm 的胶料试片, 标识试样名称、试样编号、压延方向。每块胶料片称量 (54 ± 1) g。

6.3.2 将硫化机 (GB/T 6038) 平板温度调至 (160 ± 1) °C。

6.3.3 置模具 (6.3.1) 于硫化平板的适当位置, 预热 20 min 后迅速装模硫化。装模后, 当施加于模具的压强达到要求时立即计时, 硫化时间允许误差为 20 s。

6.3.4 硫化条件: 160 °C × 15 min。

6.3.5 测试前将硫化后的胶片停放 16 h ~ 72 h。

6.3.6 裁刀型号采用 GB/T 528 中规定的 1 型哑铃状裁刀, 测量应力-应变特性 [300% 定伸、500% 定伸 (如果拉断伸长率超过 600%)、拉伸强度和拉断伸长率], 其判定一般为绝对值, 也可用试样测试值与同时测试的标样测试值的差值或比值判定。

6.4 硬度按 GB/T 531.1 测量。

6.5 撕裂强度按 GB/T 529 测量。

7 试验报告

试验报告至少应给出以下几方面的内容:

- 试样名称及标识;
- 试样的类型 (A, B, C, ...);
- 本试验依据的标准编号;

- d) 使用的标准试验配方（配方 1 或配方 2）；
- e) 实验室温度；
- f) 试验结果（未硫化混炼胶的黏度、应力-应变特性、硬度、撕裂强度等）；
- g) 所用试验步骤与基本分析步骤的差异；
- h) 试验中出现的异常现象；
- i) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 5794-2:2014 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 5794-2:2014 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 5794-2:2014 章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 标准章条编号
5.2.1	—
5.2.2	5.2.5
5.2.3, 5.2.4	5.2.1
5.2.5	5.2.2
5.2.6	5.2.3
5.2.7	5.2.4
5.2.8	5.2.5
5.2.9	5.2.6
5.2.10	5.2.7
5.2.11	5.2.8
5.2.12	5.2.9
6.3.1, 6.3.2, 6.3.3, 6.3.5	—
6.3.4, 6.3.6	6.3
6.4, 6.5	—
7	8
注：表中的章条以外的本标准其他章条编号与 ISO 5794-2:2014 章条编号均相同且内容对应。	