

ICS 83.040.30
G 49
备案号:10145—2001

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2404—2001

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 在橡胶中的试验配方和物理性能测定

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated
Test recipe and ingredients—determination of physical properties in rubber

2002-01-24 发布

2002-07-01 实施

国家经济贸易委员会发布

前　　言

本标准是等效采用国际标准 ISO 5794-2 : 1982《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 在橡胶中试验配方和物理性能测定》对推荐性化工行业标准 HG/T 2404—1992《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅在橡胶中试验配方和物理性能测定》修订而成。

本标准与 ISO 5794-2 : 1982 的主要技术差异：

- 采样按 HG/T 3061—1999《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅技术条件》规定进行。
- 在 5.2.1 中增加“将辊距调整为 0.5~0.8mm, 不包辊破料一次”。
- 在 5.2 中将“1%”改为“+0.5%~−1.5%”。

本标准与 HG/T 2404—1992 的主要技术差异：

- 在正文前增加了“警告”。
- 增加了“采样”。
- 在 5.2.1 中增加“将辊距调整为 0.5~0.8mm, 不包辊破料一次”。
- 增加了胶料硫化特性的测定。
- 增加了引用标准。
- 在 5.2 中将“1%”改为“+0.5%~−1.5%”。

本标准自实施之日起, 同时代替 HG/T 2404—1992。

本标准附录 A 为提示的附录。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

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归口。

本标准主要起草单位：中橡集团炭黑工业研究设计院。

本标准主要起草人：邓毅、薛蕾、邓碧云。

本标准首次发布于 1992 年 10 月。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国家标准团体(ISO 成员团体)的世界性联合机构。制定国际标准的工作通常由 ISO 各技术委员会进行。凡对技术委员会已建立的项目感兴趣的成员团体均有权参加该委员会。与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。在电工技术标准化的所有方面,ISO 与国际电工技术委员会(IEC)紧密合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,要发给成员团体进行投票。作为国际标准的发布时,要求至少有 75% 投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 5794-2 由 ISO/TC 45, 橡胶与橡胶制品技术委员会, SC3 橡胶工业用原材料(包括乳胶)分技术委员会制定。

ISO 5794 总标题为:《橡胶配合剂——沉淀水合二氧化硅》,包括以下几部分:

- 第一部分:非橡胶试验;
- 第二部分:在丁苯橡胶中的鉴定方法。

中华人民共和国化工行业标准

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 在橡胶中的试验配方和物理性能测定

HG/T 2404—2001

代替 HG/T 2404—1992

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated—
Test recipe and ingredients—determination of physical properties in rubber

警告：使用本标准的人员应熟悉常规实验室操作，本标准未涉及任何使用中的安全问题，使用者有责任建立恰当的安全和健康措施，并保证符合国家规定。

1 范围

本标准规定了沉淀水合二氧化硅在丁苯橡胶中的试验配方、设备、步骤和试验方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅在丁苯橡胶中物理性能的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所有版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 528—1998 硫化橡胶或热塑性橡胶拉伸应力应变性能的测定(eqv ISO 37：1994)

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

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

GB/T 1232.1—2000 未硫化橡胶用圆盘剪切粘度计进行测定 第一部分：门尼粘度的测定(eqv ISO 289-1：1994)

GB/T 1233—1992 橡胶胶料初期硫化特性的测定 门尼粘度计法(neq ISO 667：1981)

GB/T 6038—1993 橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化设备及操作程序

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

HG/T 3061—1999 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅技术条件

3 采样

按 HG/T 3061 进行。

4 试验配方

表 1 中给出了标准试验配方。

表 1 沉淀水合二氧化硅标准试验配方

材 料	技术规格	质量份数
SBR 1500 ¹⁾	GB/T 8655,一等品	100.0
沉淀水合二氧化硅	—	40.0
氧化锌	GB/T 3185,一等品	3.0
硬脂酸	—	1.5
TMTD ²⁾	—	2.0
TBBS ³⁾	—	2.0
硫磺	GB/T 2449,一等品	0.4
总 计		148.9

注：

1) 吉林化学工业公司生产的 SBR 1500 只是一种适用于本标准的丁苯橡胶，给出此信息只是为方便 HG/T 2404 标准用户的使用，并非为本标准所指定的商品。只要能获得相同的结果，用户也可使用等同的商品。

2) 二硫化四甲基秋兰姆。

3) N-叔丁基苯并噻唑亚磺酰胺。

5 步骤

5.1 设备和步骤

准备、混合及硫化的设备和步骤与 GB/T 6038 一致。

5.2 开炼机混炼步骤

标准的试验室开炼机混炼胶料量是试验配方量的 4 倍，单位为 g。通过适当冷却，使开始时辊筒的表面温度为(30±5)℃。混合后胶料的质量与原材料总量之差不得超过+0.5%~-1.5%。

5.2.1 将辊距调为 0.5~0.8 mm，不包辊破料一次，再调辊距为 1.1 mm，将橡胶包于混炼机前辊上，并且每 30 s 从辊筒两端交替做 3/4 割刀，时间为 2 min。

5.2.2 缓慢均匀地加入硫磺，当硫磺被混合后，每端做一次 3/4 割刀，时间为 2 min。

5.2.3 加入氧化锌，再加入约 10% 的沉淀水合二氧化硅，这一阶段不割刀，时间为 4 min。

5.2.4 加入硬脂酸，再加入约 10% 的沉淀水合二氧化硅，不割刀，时间为 4 min。

5.2.5 缓慢地加入剩余的沉淀水合二氧化硅，调整辊距，使堆积胶直径约为 15 mm，在二氧化硅混合期间不割刀，加入落在盘中的物质。当二氧化硅全部混合后，每端割刀一次，时间为 10 min。

5.2.6 加入促进剂，并从每端做三次 3/4 割刀，时间为 4 min。

5.2.7 从开炼机上割下胶料，调节辊距至 0.8 mm，并将胶料竖直薄通三次，时间为 2 min。

5.2.8 让胶料在适当辊距的开炼机上运转，此时堆积胶直径约为 15 mm，时间为 5 min。

5.2.9 将胶料压成约 5 mm 厚的胶片，并核对胶料的质量。

以上操作时间总计为 33 min。

5.2.10 胶料停放 18~24 h。

5.2.11 按下列步骤进行返炼。

辊筒表面温度在(30±5)℃，将辊距置于 0.2 mm，并使胶料从辊间通过一次(不包辊)。

调节辊距至约 3 mm，包胶于开炼机前辊上，并使堆积胶在良好滚动的情况下保持 5 min，不割刀。

调节辊距，使胶片厚度至少为 6 mm，并使胶料折叠通过开炼机四次。

5.2.12 调整开炼机，将混炼胶料压制成厚度约为 2.2 mm 的胶片，以制备测定硫化特性的哑铃形试样(或压成另一种适当厚度，以制备圆环形试样)。

硫化前,让胶料停放 2~48 h。

5.3 未硫化胶料的试验

门尼粘度的测定按 GB/T 1232.1 进行。

胶料硫化速度和焦烧时间的测定按 GB/T 1233 进行。

6 胶料硫化特性的测定

用圆盘式硫变仪试验方法鉴定。

测量下列标准试验参数:

M_L , M_H , t_{SL} , $t'_C(50)$ 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)

振幅: 3°(如果需要也可以用 1°)

选择性: 至少选择 M_H 满刻度的 75%

试验温度: 160°C

预热时间: 2 min

7 硫化及硫化胶特性试验

7.1 硫化温度为(150±1)°C, 硫化时间为 7 min 和 10 min。

7.2 应力-应变性能试验: 将硫化后的试片在(23±3)°C 停放 16~72h。

拉伸性能(500%定伸应力、拉伸强度和扯断伸长率)的测定按 GB/T 528 进行。

7.3 撕裂强度的测定按 GB/T 529 进行。

7.4 硬度的测定按 GB/T 531 进行。

8 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a. 本试验依据的标准编号;
- b. 试样的品种及编号;
- c. 试验条件、使用设备;
- d. 试验日期。

附录 A
(提示的附录)
试验配方及硫化性能的测定

以下是 ISO 5794-2 : 1998《橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 第二部分:在丁苯橡胶中的鉴定方法》标准中的试验配方、操作步骤及硫化特性的测定。

A1 试验配方

按沉淀水合二氧化硅类型的不同,本标准给出了两个标准配方。

应尽量使用国际或国家标准化学试剂。所用材料的化学性质应符合表 A1 的规定。

表 A1 标准试验配方

材 料	技术规格	配 方	
		1# (phr)	2# (phr)
SBR 1500 ¹⁾	GB/T 8655,一级品	100	100
沉淀水合二氧化硅 (A,B,C,D类)	—	50	—
沉淀水合二氧化硅(E,F类)	—	—	50
氧化锌	GB/T 3185,一级品	5	5
硬脂酸	一级品	1	1
PEG 4000 ²⁾	一级品	3	1.5
促进剂 DM ³⁾	一级品	1.2	1.2
促进剂 M ⁴⁾	一级品	0.7	0.7
促进剂 D ⁵⁾	一级品	0.5	0.5
硫 磺	GB/T 2449,一级品	2	2
合 计		163.4	161.9

注:

1) 见表 1 注:1)。
 2) 聚乙二醇(相对分子质量 4 000)。
 3) 二硫化硫醇基苯并噻唑(MBTS)。
 4) 2-硫醇基苯并噻唑(MBT)。
 5) 二苯胍(DPG)。

A2 步骤

A2.1 设备和步骤

准备、混炼和硫化的设备和步骤与 GB/T 6038 一致。

A2.2 开炼机混炼步骤

标准的实验室一次混炼量为试验配方质量的四倍量,单位为 g。适当冷却,使开始时辊筒表面起始温度为(25±5)℃。混炼后胶料的质量与混炼前原材料总质量之差不超出+0.5%~-1.5%范围。

A2.2.1 将辊距调为0.5~0.8 mm,不包辊破料一次,调辊距为1 mm,将橡胶包在辊筒上。加入氧化锌和硬脂酸,每隔30 s从辊筒两端交替3/4割刀,时间3 min。

- A2.2.2 加入 1/3 的沉淀水合二氧化硅, 每端作二次 3/4 割刀, 时间 5 min。
 - A2.2.3 加入 1/3 的沉淀水合二氧化硅, 每端作二次 3/4 割刀, 时间 5 min。
 - A2.2.4 加入 1/3 沉淀水合二氧化硅和活化剂, 每端作二次 3/4 割刀, 时间 6 min。
 - A2.2.5 缓慢地将硫磺和促进剂均匀地加入覆盖在橡胶上。当全部材料混入后, 作二次交替 3/4 割刀, 时间 3 min。
 - A2.2.6 从炼胶机上割下胶片, 将辊距调到 0.8~1 mm 之间, 不包辊薄通三次, 时间 1.5 min。
 - A2.2.7 调整辊距为 3~3.5 mm, 不包辊通过三次, 时间 1.5 min。
- 以上操作时间总计为 25 min。
- A2.2.8 将混炼胶料压成 2.2 mm 的胶片, 以备硫化后作拉伸性能试验。

硫化前将胶料停放 18~24 h, 如果可能, 在 GB/T 2941 要求的标准温度和湿度条件下停放。

A3 硫化及硫化特性试验

A3.1 硫化条件

(160±1)℃×15 min。

A3.2 应力-应变特性试验

测定前将硫化后的胶片在(23±3)℃停放 16~72 h^{1]}。

拉伸性能[300%定伸, 500%定伸(如果扯断伸长率超过 600%), 拉伸强度和扯断伸长率]的测定按 GB/T 528 进行。

采用说明:

1] ISO 5794-2 无此规定。

(京)新登字 039 号

HG/T 2404—2001

中华人民共和国
化工行业标准
橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅
在橡胶中的试验配方和物理性能测定

HG/T 2404—2001

*

化学工业出版社出版发行
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
发行电话:(010)64982530
<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
化学工业出版社印刷厂印刷
化学工业出版社印刷厂装订
开本 880×1230 毫米 1/16 印张 3/4 字数 12 千字
2002 年 6 月第 1 版 2002 年 6 月北京第 1 次印刷
书号:155025 · 0095

版权所有 违者必究
该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换