

浅析影响炭黑 DBP吸收值测定的因素

李 晓 陈会君 赵雅杰
(石家庄第一橡胶股份有限公司 050031)

炭黑是橡胶的优良补强剂,其结构的高低是影响补强性能的主要指标之一。我们通常采用测定炭黑 DBP(邻苯二甲酸二丁酯)吸收值的方法来表征其结构程度,主要有手工法和吸油计法两种^[1]。其中以手工法为主,它具有操作简便、费用低的优点,但存在重现性低、精度差等缺点。为此,我们对影响手工法测定值精度的有关因素进行了初步探讨,现介绍如下:

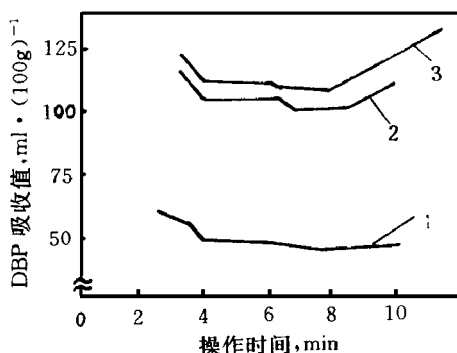
1 操作时间及滚压程度

DBP吸收值与操作时间之间的关系如附图所示。4min前,由于操作速度快,炭黑颗粒还没有全部被压碎就与 DBP混合后卷至玻璃棒上,造成操作误差,使测定结果偏高。炭黑粒子表面和 DBP之间存在着吸附与解吸的平衡关系,随着时间的延长出现解吸现象,使测定结果偏低。由于 DBP是油状液体,易挥发^[2],所以继续延长时间,因 DBP自身的挥发会造成测定值偏高。因此操作时间必须严格控制在 4~6min 以内。

当炭黑与 DBP混合时,粒子表面张力会阻止 DBP液体进入孔隙,孔隙越小其阻力越大。因此必须施加一定压力来克服这种阻力,使液体能进入孔隙。

测定 DBP吸收值时应先加入约 2/3 炭黑 DBP吸收值的 DBP量,然后再用玻璃棒轻轻调和,同时不断地转动玻璃棒使油块粉碎,炭黑和 DBP充分浸润,继续滴加,同时滚压直至混合物出现黑亮的小颗粒,耗时约 4min 至 5min 时,混合物全部卷至玻璃棒上,玻璃板上正好没有油迹,这样测出的结果

比较准确



附图 操作时间与 DBP吸收值的关系图
1- 半补强炭黑; 2- 中超耐磨炭黑; 3- 喷雾炭黑

2 炭黑水分

(1)样品的预处理

将炭黑置于 105℃ 的烘箱中干燥 3h, 然后称取干燥后的炭黑 1g (精确至 0.001g), 共 3份, 分别放在以下 3个不同的干燥器中: ① 变色硅胶; ② Na₂S₂O₈ · 5H₂O 饱和溶液, 相对湿度为 78% (20℃); ③ 纯净的蒸馏水, 相对湿度为 100% (20℃)。

(2)测定

在上述条件下放置 24h 后称重, 测定 DBP吸收值, 结果见附表。

(3)讨论

由实验结果可以看出, 炭黑吸湿性高。由于水分子是极性分子, 极易吸附 DBP分子, 所以水分子含量越高, 测定的 DBP吸收值也越大。为了减小误差, 当炭黑水分大于 3.0% 时, 应于 105℃ 下烘干后再测定。水分对于不同类型炭黑的 DBP吸收值的影响不同。例如, 喷雾炭黑粒径小, 比表面积大, 表面基团

附表 炭黑水分对 DBP吸收值测定的影响结果

环境条件	样 品		
	中超耐磨炭黑	半补强炭黑	喷雾炭黑
相对湿度			
100%			
增重, g	0. 0232	0. 0230	0. 0020
DBP吸收值			
m L° (100g) ^{- 1}	120	56	134
78%			
增重, g	0. 0123	0. 0025	0. 0013
DBP吸收值			
m L° (100g) ^{- 1}	115	54	121
干基物质 (105℃× 3h)			
增重, g	0	0	0
DBP吸收值			
m L° (100g) ^{- 1}	110	52	108

多,吸湿能力较大,水分对 DBP吸收值的影响较大。半补强炭黑粒径大,比表面积小,表面基团少,吸湿能力较差,水分对炭黑 DBP吸收值的影响较小。由此得出,吸湿性强的炭黑的 DBP吸收值应在湿度较小的条件下进行测定。

3 滴定管大小

测定炭黑 DBP吸收值时,称样量少,消耗的 DBP体积小,最多为 1. 5mL,最少为

0. 4mL DBP是油状液体,容易在滴定管内壁产生“挂珠”现象,造成滴定误差。当滴定管的分度值较大时,产生的误差就大。为了减小测量误差,应采用微量滴定管 (2mL左右)来测定。

4 操作注意事项

由于目前多采用手工法测定炭黑 DBP吸收值,不同的实验室或不同的操作者之间往往会产生较大误差。为了减小误差,操作者必须做到:① 滴定管读数时,眼睛要与液面平齐;② 玻璃棒滚压混合物要彻底;③ 称量要准确;④ 整个操作过程应在 4~ 6min 以内完成。

综上所述,我们从 4个方面分析了影响手工法测定炭黑 DBP吸收值精度的因素。只有排除这些因素的影响,才能使测定结果准确,从而更加真实地反映炭黑结构的高低。

参考文献

1 《橡胶工业手册》编写小组, 橡胶工业手册第六分册, 北京:化学工业出版社, 1979 1
2 李慧君等, 化工商品 600种, 北京:冶金工业出版社, 1989 1

收稿日期 1996-03-18

国内简讯 4则

△吉化公司化工设备厂研制生产的橡胶防水片材挤出连续硫化生产线日前通过了化工部组织的鉴定。该生产线适用于 EPDM或橡塑并用防水片材的生产,具有原料适应性强和连续硫化等优点,完全可以替代进口。

△1996年 11月 14日,吉化橡塑制品公司与美国 Davis公司就引进织物增强胶管生产线进行了合同签字仪式。吉化公司将以 EPM为原料,采用美方提供的目前世界上先进的生产技术来制造汽车用织物增强胶管。胶管计划生产能力为每年可供 30万辆汽车配套使用。

(以上为吉化公司 103厂 王沛熹供稿)

△新加坡佳通集团属下公司独资的福建莆田佳通轮胎有限公司已动工兴建。该项目计划投资 4. 8亿美元,设计生产规模为年产轮胎 2547万条,计划 1998年投产。主要产品有汽车内外胎,自行车、摩托车内外胎及其它橡胶制品,产品以外销为主。

(摘自《中国化工报》)

△由化工部西北橡胶工业制品研究所承担的橡胶密封件模具 CAD/CAM开发应用研究课题通过技术鉴定。专家认为该技术处于国内领先水平。

(摘自《中国化工报》)