

高温下不溶性硫黄稳定性的测定方法

刘文英 肖秀梅

(桦林集团有限责任公司 157032)

硫黄是生产轮胎的重要原材料之一,使用可溶性硫黄,胶料易喷硫且粘合性能较差,而采用不溶性硫黄则可改善胶料的粘合性能。但是,不溶性硫黄的性质不稳定,易转变为可溶性硫黄,因此测定不溶性硫黄的稳定性非常重要。本文介绍一种采用甲苯过滤测定高温下不溶性硫黄稳定性的方法。

1 实验

1.1 主要原材料

不溶性硫黄:1[#]样品型号为IS70-20,阿克苏公司产品,2[#]样品型号为IS60-33,河北保定铁莱恩厂产品,3[#]样品型号为IS60-33,洛阳市富华化工厂产品;甲苯,分析纯试剂。

1.2 测试仪器

恒温浴,可控制温度为 $(105 \pm 0.02) ^\circ\text{C}$; G-4型砂芯坩锅;电热鼓风干燥箱,可控制温度为 $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$;秒表;玻璃试管: I长约160 mm、直径约40 mm, II长约110 mm、直径约25 mm;抽滤器。

1.3 测试方法及步骤

将不溶性硫黄悬浮于液体石蜡中,在 $105 ^\circ\text{C}$ 温度下加热15 min,冷却后将不溶于甲苯的部分过滤出来,干燥、称量,将甲苯不溶物与未经高温处理的不溶性硫黄进行对比,以此得出不溶性硫黄的稳定性。

测试步骤如下:

(1)称取约10 g(精确至0.001 g)的试样装入试管II中,在试管I中加入30.0 mL液体石蜡,并放入恒温浴中,至少浸入10 cm,用玻璃棒搅拌;

(2)搅拌 $15 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$ 后,迅速将试管II

中的试样倒入试管I中,并连续搅拌 $15 \text{ min} \pm 5 \text{ s}$ (注意不要粘试管壁),然后把试管I从恒温浴中取出后立即放入冰水混合液中,试管要打旋、摇动,以使试管底部与试管壁冷却一致,搅拌约1 min;

(3)在通风橱内,加入50 mL甲苯,用玻璃棒搅拌3 min,用 $60 ^\circ\text{C}$ 下已恒重的砂芯坩锅在抽滤器上过滤,每次用20 mL甲苯溶液清洗试管,直至试管中的硫黄全部移至砂芯坩锅为止,调节抽吸速率,使整个过程(包括过滤和清洗)在约10~15 min内完成;

(4)将试样尽量抽干,移入鼓风干燥箱中烘1 h,取出后放入干燥器中冷却至室温,称量,再继续烘干、冷却、称量,直至恒重。

2 结果与讨论

2.1 测试条件的选择

(1)温度

由于不溶性硫黄在贮存、配料及加工使用时,温度一般不超过 $105 ^\circ\text{C}$,因此选择在 $105 ^\circ\text{C}$ 下测定不溶性硫黄的稳定性。

(2)溶剂

不溶性硫黄不溶于甲苯和二硫化碳。由于二硫化碳在贮藏时必须在液面上加水以保持液体稳定,容器须密封,且要求单独贮存,隔绝热源火种,贮存过久会变质,因此测定未处理的不溶性硫黄质量分数时选用甲苯作溶剂。为了便于比较,高温下不溶性硫黄稳定性的测定也选用甲苯作溶剂。

2.2 测试结果的表述

以质量分数 X_1 表示高温下不溶性硫黄的稳定性,按下式计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{m_2}$$

式中 m_1 ——样品经 105℃×15 min 热处理的剩余质量, g;
 m_2 ——样品中元素硫的总质量, g。

2.3 测定方法的精密度及实测结果
取 6 次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.50%。测试结果见表 1。
由 3 个厂家产品的测试结果可以看出:

表 1 高温下不溶性硫黄稳定性的测定值及精密度

样品 编号	6 次平行测定值	平均值	标准 偏差	变异 因数
1 #	0.878 4, 0.880 0, 0.881 4, 0.884 5, 0.886 5, 0.885 1	0.882 6	0.32	0.36
2 #	0.846 9, 0.845 3, 0.840 9, 0.842 2, 0.840 6, 0.837 9	0.842 3	0.33	0.39
3 #	0.765 2, 0.773 9, 0.767 8, 0.772 3, 0.765 8, 0.764 9	0.768 3	0.39	0.51

(1)3 个厂家的不溶性硫黄经在 105℃高温处理后, 不溶性硫黄的质量分数减小, 说明不溶性硫黄是不稳定的, 易转变为可溶性硫黄。
(2)此项目的测定结果为确定不溶性硫黄贮存、胶料加工时适宜的使用温度提供了参考。
(3)3 个厂家不溶性硫黄的稳定性是不相同的, 当不溶性硫黄的价格相近时, 选用稳定性好的不溶性硫黄, 可以降低轮胎生产成本。

3 结语

采用甲苯过滤测定高温下不溶性硫黄稳定性的方法具有原理可靠、操作简便、测定快速、结果准确等特点, 此测定方法适用于工业分析, 对确定产品使用条件及质量监测具有一定的参考价值。

收稿日期 1997-08-05

上海轮胎橡胶机械模具有限公司
正式挂牌成立

以资产为纽带、发挥组合优势, 上海三家大型化工企业联手组建了上海轮胎橡胶机械模具有限公司。1997 年 8 月底, 公司正式挂牌成立。
该公司是由上海华谊(集团)公司、上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司、上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司轮胎研究所三方面出资, 上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司控股, 将原上海橡胶机械一厂、上海橡胶模具厂、上海气门嘴厂三家上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司代管企业和上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司机械制造厂等轮胎工业专业化配套企业组建而成。其中上海橡胶机械一厂创建于 1927 年, 产品包括开炼、挤出、成型、压延、硫化五大系列及硫化测试设备和其它辅助设

备。上海橡胶模具厂建于 1960 年, 主要生产全钢子午线轮胎模具、钢刻花两半模模具及各种模型橡胶制品模具。上海气门嘴厂是一家有着 50 多年历史的轮胎气门嘴、力车轮胎气门嘴专业生产厂家, 曾有过小小产品遍地走的美誉。上海轮胎橡胶(集团)股份有限公司机械制造厂建于 1932 年, 生产的六大类 30 种产品遍布全国, 1984 年获国家银质奖的 LJD 系列接头机, 国内市场占有率达 95%以上。
“九五”期间, 该公司将发展成为年产值 1.5 亿元, 且在国内机模行业中产品规格、技术水平、市场占有率和经济效益等方面领先的企业, 到 2010 年, 公司将建成年产值 4 亿元, 具有国内一流水平的轮胎橡胶机模生产企业。
(摘自《中国化工报》, 1997-09-23)