

34(1):57-59.

[10] Katsumi Kamegawa, Keiko Nishikubo, Masaya Kodama, *et al.* Oxidative degradation of carbon blacks with nitric acid. II. Formation of water-soluble polynuclear aromatic compounds[J]. Carbon, 2002, 40(9): 1 447-1 455.

[11] Katsumi Kamegawa, Keiko Nishikubo, Hisayoshi Yoshiida. Oxidative degradation of carbon blacks with nitric acid (I)——Changes in pore and crystallographic structures [J]. Carbon, 1998, 36(4): 433-441.

[12] Bradley R H, Sutherland I, Sheng E. Carbon surface: area, porosity, chemistry, and energy[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 1996, 179(2): 561-569.

[13] Choma J, Burakiewicz W, Jaroniec M, *et al.* Monitoring changes in surface and properties of porous carbons modified by different oxidizing agents[J]. Journal of Colloid and

Interface Science, 1999, 214(2): 438-446.

[14] Soo-Jin Park, Ki-Sook Cha, Seung-Kon Ryu. Filler-elastomer interactions; influence of oxygen plasma treatment on surface and mechanical properties of carbon black/rubber composites[J]. Carbon, 2003, 41(8): 1 442-1 473.

[15] Cascrinide Torre L E, Bottani E J, Martinez A, *et al.* Effects of oxygen plasma treatment on the surface of graphitized carbon black[J]. Carbon, 1998, 36(3): 277-282.

[16] Xu Li, Kiyoshi Horita. Electrochemical characterization of carbon black subjected to RF oxygen plasma[J]. Carbon, 2000, 38(1): 133-138.

[17] Takada T, Nakahara M, Kumagai H, *et al.* Surface modification and characterization of carbon black with oxygen plasma[J]. Carbon, 1996, 34(9): 1 087-1 091.

收稿日期: 2004-05-02

胶粉/粉煤灰铺路板材的研制
中图分类号: TQ336.4⁺1 文献标识码: B

为了减少环境污染, 充分利用资源, 本工作研制了胶粉/粉煤灰铺路板材。现将研制情况简介如下。

1 实验

1.1 主要原材料

鞋底胶粉, 重庆茂林工贸有限公司产品; 粉煤灰, 黑龙江省富拉尔基发电厂提供; 硅烷偶联剂 KH-550, 透明液体, 南京曙光化工总厂产品; 铝酸酯偶联剂 DL-441, 蜡状固体, 福建师范大学高分子实验厂产品。

1.2 设备与仪器

Φ160 型开炼机, XLB-D 型平板硫化机, GRH-70-II 型高速混合机, 202-3 型电热恒温干燥箱, CSS-2200 型电子万能实验机, 401B 型热老化箱, MN-74 型阿克隆磨耗机, LX-A 型橡胶硬度计。

1.3 试样制备

胶粉与粉煤灰(过 325 目筛后在 125 ℃下干燥 2 h, 冷却)先在高速混合机中初混, 胶料的混炼在开炼机上进行, 工艺为: 胶粉和粉煤灰混合物

45~50 ℃ 50~55 ℃
5 min 30 min

→小料→下片。试样硫化条件为: 150 ℃/7.5 MPa×25 min。

1.4 性能测试

各项性能均按相应国家标准测试。

2 结果与讨论

2.1 配方设计

2.1.1 粉煤灰用量

粉煤灰用量对板材性能的影响见表 1。从表 1 可以看出, 随着粉煤灰用量的增大, 板材的邵尔 A 型硬度呈增大趋势, 拉伸强度和拉断伸长率呈减小趋势, 耐磨性能降低, 耐热老化性能变化不大。粉煤灰用量超过 30 份后, 胶料混炼很难成片, 硫化时流动性差, 板材内气泡多。综合考虑, 粉煤灰的用量确定为 25 份。

表 1 粉煤灰用量对板材性能的影响

性 能	粉煤灰用量/份				
	10	15	20	25	30
邵尔 A 型硬度/度	86	87	91	89	92
拉伸强度/MPa	2.4	1.9	1.5	1.9	1.5
拉断伸长率/%	327	261	231	188	162
阿克隆磨耗量/cm ³	1.3	2.1	2.3	2.5	2.9
100 ℃×24 h 老化后					
拉伸强度保持率/%	91	90	90	90	90

注: 基本配方为胶粉 100, 硫黄 2, 促进剂 M 1.5, 硬脂酸 4。

2.1.2 偶联剂

(1) 种类

根据偶联剂及胶粉和粉煤灰的特性, 选用液体硅烷偶联剂 KH-550 和固体铝酸酯偶联剂 DL-441 进行试验, 结果见表 2。试验发现, 采用铝酸酯偶联剂时, 混炼胶成片慢, 但成片后有一定强度, 不散落成块; 采用硅烷偶联剂时, 混炼胶成片快, 但成片后强度极小, 易散落成块, 从而导致板

表 2 偶联剂种类对板材性能的影响

性 能	硅烷偶联剂	铝酸酯偶联剂
邵尔 A 型硬度/度	94	89
拉伸强度/MPa	2.4	2.1
拉断伸长率/%	256	253
阿克隆磨耗量/cm ³	0.9	0.7
100 ℃×24 h 老化后		
拉伸强度保持率/%	90	91

注：基本配方为胶粉 100，粉煤灰 25，偶联剂（变品种）2.5，硫黄 2，促进剂 M 1.5，硬脂酸 4。

材气泡多、裂纹明显、缺胶。但硅烷偶联剂板材的性能稍优于铝酸酯偶联剂板材（见表 2）。考虑到减少混炼时胶粉和粉煤灰飞扬，同时混炼时将开炼机辊距调至约 0.2 mm 可改善胶料的成片性，偶联剂确定选用液体硅烷偶联剂 KH-550。

(2)用量

硅烷偶联剂 KH-550 用量对板材性能的影响见表 3。从表 3 可以看出，随着硅烷偶联剂用量增大，板材的硬度、拉伸强度和拉断伸长率及热老化后的拉伸强度保持率先增大后减小，磨耗量先减小后增大，原因是在硫化温度下过量的硅烷偶联剂会分解出乙氧基，该自由基与橡胶分子反应，会致使其断链，导致板材性能变劣，因此硅烷偶联剂的用量不能太大。综合考虑，硅烷偶联剂的用量确定为 2.5 份。

表 3 硅烷偶联剂 KH-550 用量对板材性能的影响

性 能	硅烷偶联剂用量/份				
	1.5	2	2.5	3	3.5
邵尔 A 型硬度/度	93	94	94	91	96
拉伸强度/MPa	1.9	2.1	2.4	2.3	2.3
拉断伸长率/%	141	180	256	247	209
阿克隆磨耗量/cm ³	1.4	1.0	0.7	0.7	0.9
100 ℃×24 h 老化后					
拉伸强度保持率/%	88	89	91	83	81

注：除偶联剂用量外，基本配方其余同表 2。

2.2 配方及性能

最后确定的胶粉/粉煤灰铺路板材优化配方为：胶粉 100，粉煤灰 25，硅烷偶联剂 KH-550 2.5，硫黄 2，促进剂 M 1.5，硬脂酸 4。该配方的板材性能与其它铺路材料的性能对比见表 4。从表 4 可以看出，板材的硬度较高，其余性能达到塑胶跑道性能标准 GB/T 14833—1993 和市售路用彩色地砖性能指标。

表 4 铺路材料性能对比

性 能	板材	塑胶跑道 ¹⁾	路用彩色地砖 ²⁾
邵尔 A 型硬度/度	94	45~60	≥40
拉伸强度/MPa	2.4	≥0.7	≥1.9
拉断伸长率/%	256	≥90	≥110
压缩复原率/%	101	≥95	—
阿克隆磨耗量/cm ³	0.7	—	≤0.72
阻燃值/级	1	1	—
100 ℃×24 h 老化后			
拉伸强度保持率/%	91	—	≥85

注：1)GB/T 14833—1993；2)市售产品性能指标。

3 结语

制备铺路板材是胶粉和粉煤灰一条很好的应用途径，产品的生产工艺简单和性能较好，经济和社会效益显著。

（齐齐哈尔大学 武卫莉供稿）

硫化胶中 NBR 结合丙烯腈含量的测定

中图分类号：TQ330.1 文献标识码：B

目前，NBR 硫化胶胶种的分析仅为定性分析。本工作结合硫化胶中丙烯腈含量测定方法与热重分析(TG)法，进行了硫化胶中 NBR 结合丙烯腈含量的测定。

1 实验

1.1 主要仪器与试剂

热重分析仪，型号为 TG209c，德国 Netzsch 公司产品。

混合催化剂（无水硫酸钾 30份，五水硫酸铜 4 份，硒粉 1 份），硫酸（浓度 0.84 g·mL⁻¹），硫酸标准溶液（浓度 0.1 mol·L⁻¹），丙酮，氢氧化钠溶液（质量分数 0.40），硼酸溶液（浓度约 0.17 mol·L⁻¹），锌粒，甲基红亚甲基蓝混合指示剂。

1.2 配方

配方 A：NBR27 100，硫黄 0.5，氧化锌 5，硫化剂 DCP 2.5，助交联剂 TAIC 1，炭黑 N330 60，硬脂酸 0.5，促进剂 TMTM 0.2，促进剂 DM 1.5，增塑剂 DOP 5，防老剂 RD 1.5，合计 177.7。

配方 B：NBR45 100，硫黄 1.5，氧化锌 5，炭黑 N330 60，硬脂酸 0.5，促进剂 TMTM