

# 预分散橡胶助剂的质量控制 及其在橡胶中的应用

杜孟成, 陈宝喜, 王 军

(国家橡胶助剂工程技术研究中心, 山东 阳谷 252300)

**摘要:** 介绍预分散橡胶助剂的质量控制及其在橡胶中的应用。预分散橡胶助剂的质量控制包括组分(橡胶助剂、载体、添加剂)质量控制、生产工艺控制、产品质量控制。与传统橡胶助剂相比, 预分散橡胶助剂在橡胶中分散性好, 胶料硫化性能稳定, 物理性能好。

**关键词:** 预分散橡胶助剂; 质量控制; 载体; 分散性

橡胶助剂是为橡胶制品带来较高附加值, 能够降低成本的化学品。但是传统橡胶助剂不仅在使用时产生大量粉尘以及有毒有害气体, 给环境以及操作人员健康带来很大危害, 而且与橡胶的相容性差、难分散均匀, 影响其使用效果。

预分散橡胶助剂是以聚合物为载体, 通过特殊工艺将传统橡胶助剂预分散到聚合物中, 得到一定浓度的均匀预分散体(挤出造粒)。一般来讲, 与橡胶相容性差的助剂(氧化锌、氧化镁、氧化钙、氧化钛等金属氧化物以及芳纶短纤维、聚酯短纤维、棉短纤维等)、容易吸潮变质的助剂、易结晶喷霜的助剂(硫黄和促进剂DTDM, HMT, TMTD)、熔点高(高于105℃)的助剂、有毒易飞扬的助剂(四氧化三铅、一氧化铅等)、混炼时易熔化成液滴的助剂(过氧化物DCP等)、混炼时易升华的助剂(间苯二酚等)、配方中用量极小的助剂(化学塑解剂、防焦剂、二硫代磷酸锌盐促进剂等)需要进行预分散处理。预分散橡胶助剂是传统橡胶助剂的升级换代品, 具有无粉尘、易分散、适合自动称量和自动连续低温混炼、提高混炼效率、储存稳定好等优点, 日益受到业内重视, 已在橡胶制品中大量应用。目前国内规模化的预分散橡胶助剂生产企业有二三十家。

## 1 预分散橡胶助剂的品质控制

目前预分散橡胶助剂有促进剂、防焦剂、硫化

剂、硫化活性剂、抗氧剂、发泡剂、增粘剂等母胶粒/母胶片产品。山东阳谷华泰化工股份有限公司已经建设完成万吨级预分散橡胶助剂母胶粒/母胶片生产装置, 下面以该公司的预分散橡胶助剂母胶粒/母胶片产品为例, 介绍预分散橡胶助剂质量控制情况。

### 1.1 母胶粒/母胶片原材料的质量控制

预分散橡胶助剂母胶粒/母胶片原材料为橡胶助剂、载体、添加剂。原材料质量直接影响产品质量, 因此预分散橡胶助剂的质量控制首先从原材料入手, 严格控制原材料质量。

#### 1.1.1 橡胶助剂

橡胶助剂是预分散橡胶助剂的主体材料, 其品质直接影响预分散橡胶助剂品质。传统橡胶助剂一般呈大颗粒状, 如图1所示, 粒径大小和分布不仅影响橡胶助剂在胶料中的分散性, 而且影响橡胶制品性能。阳谷华泰采用粒度分析仪测试橡胶助剂粒径, 采用超微细工艺控制橡胶助剂粒径, 以保证橡胶助剂粒径在合适的范围内, 实现了对橡胶助剂粒径的控制。阳谷华泰橡胶助剂的粒径一般控制在63 μm左右, 粒径分布窄。

#### 1.1.2 载体

载体的选择对预分散橡胶助剂母胶粒/母胶片生产十分重要, 应注重橡胶助剂在该载体中的溶解度以及载体与橡胶的相容性。另外, 载体要具

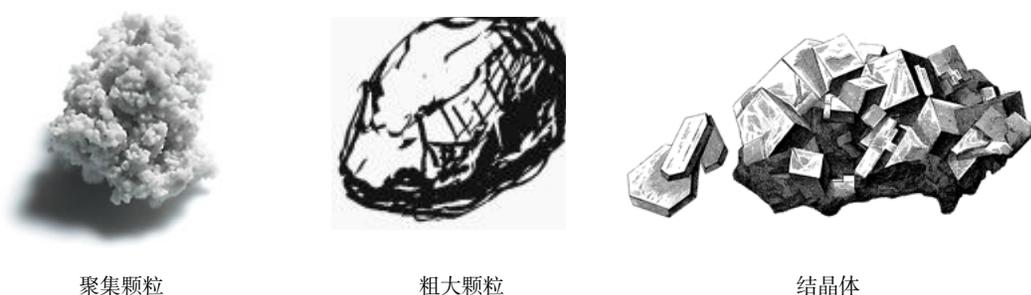


图1 橡胶助剂的颗粒形态

有较好的热塑性，即在常温保存和运输过程稳定性较好，在较低的混炼温度和剪切力下混炼性能较好。

阳谷华泰预分散橡胶助剂母胶粒/母胶片的载体具有热塑性好和可以为客户“量身定做”的两大优点。载体热塑性好可以保证母胶粒/母胶片产品易于储存和运输，载体的“量身定做”可以保证母胶粒/母胶片组分与橡胶的相容性和在橡胶中的分散性。预分散橡胶助剂的载体有三元乙丙橡胶、乙烯-醋酸乙烯酯共聚物、丁苯橡胶、天然橡胶、异戊橡胶、顺丁橡胶、丁腈橡胶、乙烯-丙烯酸酯共聚物、氯醚橡胶、氯磺化聚乙烯橡胶和氟橡胶等，采用这些载体的预分散橡胶助剂应用于轮胎、橡胶密封条、胶辊、胶带、胶鞋、电线电缆、橡胶膜片和其他橡胶制品等。

### 1.1.3 添加剂

预分散橡胶助剂母胶粒/母胶片的添加剂有增塑剂、润滑剂以及防粘剂等，这些添加剂能够改善橡胶助剂在橡胶（载体）中的分散性、储存稳定性、挤出外观质量以及防止预分散橡胶助剂之间粘连。这些添加剂的性能要与橡胶助剂、载体匹配，满足预分散橡胶助剂生产工艺要求，对橡胶制品性能

无不良影响，特别是防止预分散橡胶助剂颗粒或片之间粘连用的防粘剂要根据橡胶助剂的特点选择粉状（考虑粒径）或液态剂型。油品添加剂的主要考察指标是倾点、闪点，加工助剂、分散剂、润滑剂等添加剂的主要考察指标是碘值、熔点，隔离剂等添加剂的主要考察指标是pH值、粘度、稳定性、细度、白度。

### 1.2 预分散橡胶助剂的生产工艺

不同预分散橡胶助剂母胶粒/母胶片的配方不同，配方设计时应考虑橡胶助剂的性质及其在载体中的溶解度。

阳谷华泰对预分散橡胶助剂的生产工艺和设备进行了改进，生产过程中严格质量管理，避免异物混入而影响预分散橡胶助剂的品质，确保产品的充分冷却和良好隔离，防止产品在储存、运输过程中出现结块、发霉、变色等现象。阳谷华泰预分散橡胶助剂的生产工艺流程如图2所示。

### 1.3 成品质量检验

质量检验是控制产品质量的重要工序。预分散橡胶助剂的产品质量检验主要采取抽样检验法，它是通过检验样品质量而对总体物料质量做出评价和判断的检验方法。

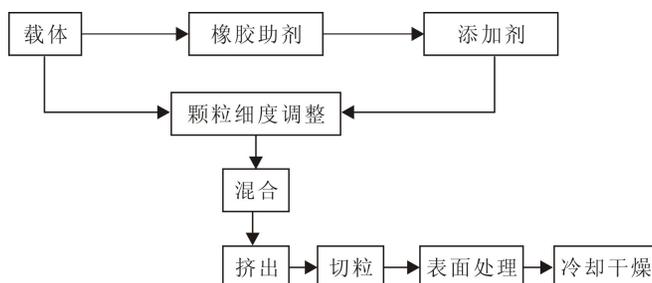


图2 预分散橡胶助剂的生产工艺流程

### 1.3.1 采样技术

预分散橡胶助剂的抽样检验有严格的规定,包括确定采样时间、地点、位置和样品数量(每条生产线的每托盘产品采集1个样)等。采样时间规定为:

(1) 正常生产时,成品样品由检测人员根据车间操作人员的通知及时在采集包装工位的包装容器内采集。

(2) 过程产品的采样时间由车间操作人员根据生产作业指导书的规定和现场实际工况确定,采样后及时将样品送检。

(3) 生产过程中切换产品时,为确保及时获得新产品的测试结果,车间操作人员在生产出正常成品后立即采样,并检测产品的全部性能项目。

### 1.3.2 主要指标的检测控制

#### 1.3.2.1 外观

成品外观要求与标准样品无明显差异,颗粒长度在4~8 mm之间,粒子之间无三连粒、基本无碎片、无异物和杂质,不存在未分散的团粒和胶体。

#### 1.3.2.2 分散性

橡胶助剂在预分散橡胶助剂中的分散性直接影响橡胶制品的稳定性,其结团对制品性能影响较大,所以考察预分散橡胶助剂的分散性非常重要。考察预分散橡胶助剂的分散性时,用刀片将母胶粒/母胶片切开,先目测再用显微镜观察切开断面,以确定预分散橡胶助剂的分散性。预分散橡胶助剂母胶粒/母胶粒横切面的显微镜照片如图3所示。与图3(a)的预分散橡胶助剂相比,图3(b)的预分散橡胶助剂的分散性较差,且含有杂质。

#### 1.3.2.3 硫含量

预分散橡胶助剂硫含量主要表征产品中活性组分的含量,该项指标只有部分产品需要测定。

#### 1.3.2.4 密度

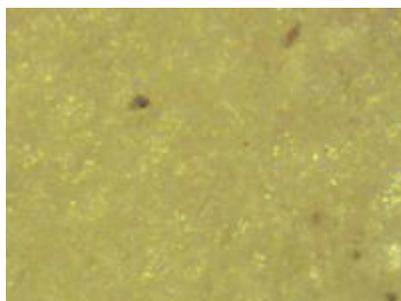
预分散橡胶助剂密度与原材料性质、加工过程中的分散情况以及防粘剂含量等有一定的关系。预分散橡胶助剂密度稳定,有利于配料时的自动称量。

#### 1.3.2.5 门尼粘度

预分散橡胶助剂的门尼粘度表征其储存、运输以及加工等性能。预分散橡胶助剂的门尼粘度高,其不易结块,有利于储存和运输,但混炼分散性



(a)



(b)

图3 预分散橡胶助剂母胶粒横切面的显微镜照片

差;门尼粘度低,其易加工,但易结块,不利于储存和运输。因此,应控制预分散橡胶助剂的门尼粘度,保证在常温下门尼粘度较高且基本不变;在混炼达到一定温度时(高于50℃),门尼粘度能够快速降低,有利于在胶料中分散,从而保证胶料的加工性能。

#### 1.3.2.6 主要组分含量和灰分含量

主要组分含量反应产品的化学组成,是非常重要的指标,其检测结果的准确性很重要。例如间苯二酚-80主要组分含量的测定对于检测人员的技术要求较高,必须严格按照标准方法进行,才能得到准确的数据。灰分含量反映产品中无机填料的配比和有机原材料中无机杂质含量,一般只针对氧化锌等少数产品。

以氧化锌-80为例,其主要质量控制项目见表1。

## 2 预分散橡胶助剂在橡胶中的应用

### 2.1 分散性

混炼过程中的吃入速度是考察预分散橡胶助剂分散性的一项重要指标,在密炼机及上辅机自动加料投料系统中传统橡胶助剂(粉状)会吸附在设备

表1 氧化锌-80的主要质量控制项目

项目	指标	控制的意义
外观(形态及颜色)	米色颗粒	
取样频度(每托盘)	1	
包装质量(每箱)/kg	25	
密度/( $\text{Mg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	2.8~3.1	表征组分比例,与原材料性质和加工分散性、隔离剂含量等相关。
门尼粘度[ML(1+4) 50℃]	30.0~60.0	门尼粘度高,贮存稳定性好,不易结块;门尼粘度低,易结块,但加工性能好。
灰分含量/%	81.0~85.0	表征氧化锌含量。

内壁上,造成投料不准,从而影响橡胶制品质量。目前自动连续低温混炼工艺正在推广应用,其要求橡胶助剂在开炼机上快速吃入,而传统橡胶助剂在胶料混炼过程中吃入速度慢,分散不均匀,易造成浪费,且混炼能耗大,生产成本高。

预分散橡胶助剂在胶料混炼过程中吃入速度快,分散均匀,生产效率高,不造成浪费,生产成本降低。阳谷华泰生产的预分散母胶片非常适用于低温连续混炼工艺,一是可以实现橡胶助剂的快速吃入和良好分散,二是避免了橡胶助剂崩散而造成的物料损失。

传统橡胶助剂与预分散橡胶助剂混炼(开炼)试验表明:2种橡胶助剂均在胶料包辊后加入,传统橡胶助剂辊压3 min左右完全混入胶料,托盘上洒落较多粉末;预分散橡胶助剂辊压60 s后完全混入胶料,托盘上没有洒落粉末,这说明预分散橡胶助剂的吃入速度远高于传统橡胶助剂,且不会造成浪费,有利于提高橡胶助剂在胶料中的分散性以及胶料的稳定性。

## 2.2 胶料硫化特性

通过无转子硫化仪能够快速测定胶料的硫化

特性,传统橡胶助剂在单一橡胶中分散性差,各批次胶料硫化特性不稳定,而预分散橡胶助剂胶料的硫化特性稳定。4批次预分散橡胶助剂与相应传统橡胶助剂的NR胶料硫化曲线对比如图4所示。

橡胶并用是克服单一橡胶性能不足的一种方式,但是橡胶之间的相容性差给橡胶并用带来一定的困难,也对橡胶助剂分散性提出更高的要求。传统橡胶助剂在并用胶中难以分散均匀,易造成并用胶硫化性能不稳定,预分散橡胶助剂能够快速分散到并用胶中,其胶料的硫化性能稳定。4批次预分散橡胶助剂与相应传统橡胶助剂的NR/EPDM并用胶硫化曲线对比如图5所示。

## 2.3 胶料物理性能

绝大部分传统橡胶助剂在橡胶中相容性差,导致其在橡胶中分散不均匀,局部浓度过高,极易喷霜,影响橡胶制品的外观质量和物理性能,造成橡胶制品早期损坏。橡胶制品胶料破坏情形如图6所示,可以看出橡胶助剂良好的分散对于橡胶制品极为重要。

预分散橡胶助剂在胶料中分散性好,可避免胶

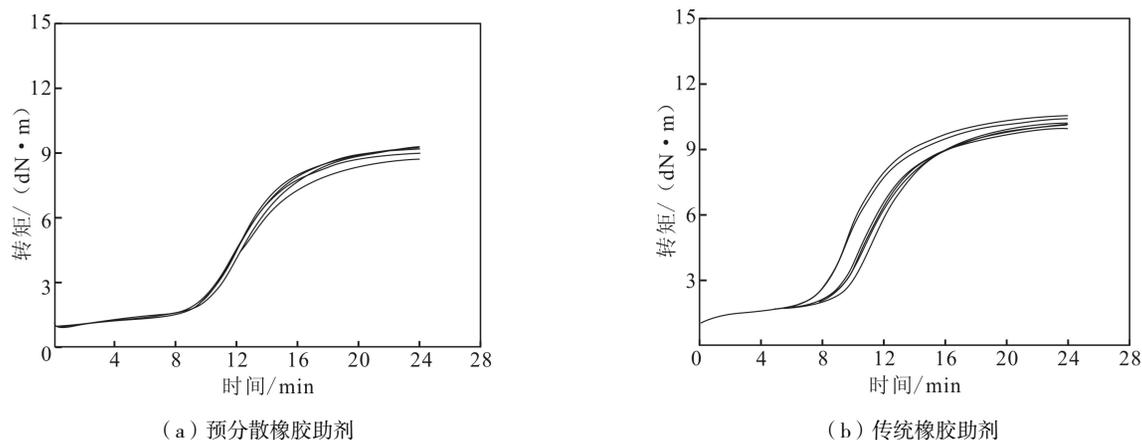


图4 NR胶料的硫化曲线

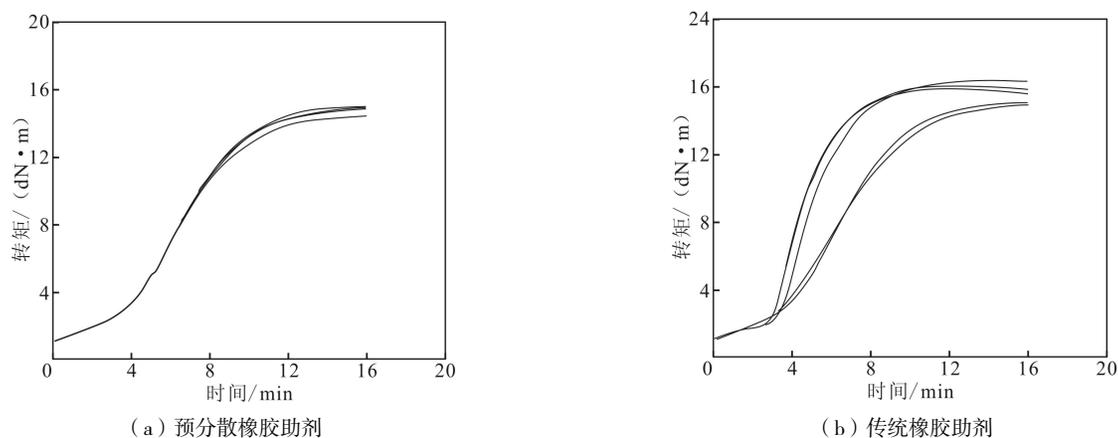


图5 NR/EPDM并用胶的硫化曲线

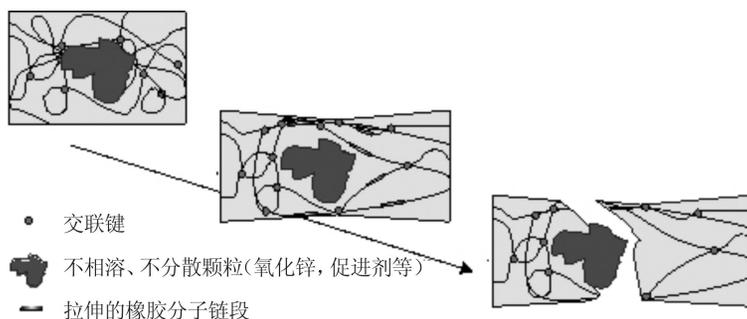


图6 胶料破坏的模拟状况

料发生喷霜，大大改善胶料的物理性能。

### 3 结语

预分散橡胶助剂企业对产品的质量控制主要从

载体、添加剂等原材料及其质量检测控制着手，形成预分散橡胶助剂原材料、生产工艺以及质量检测的完整质量控制体系，从而制造一流的预分散橡胶助剂，更好地为世界橡胶工业服务。

## Quality Control and Application of Pre-dispersed Rubber Additives

Du Mengcheng, Chen Baoxi, Wang Jun

(National Engineering Technology Research Center for Rubber Chemicals, Yanggu 252300, China)

**Abstract:** The quality control of pre-dispersed rubber additives is described, and their applications in rubber are introduced. The quality control procedures include quality controls on raw materials (rubber additives, carriers, and other additives), production process and final products. Compared with conventional rubber additives, the dispersion of pre-dispersed rubber additives in rubber is better, the curing properties of the rubber compounds with the pre-dispersed rubber additives are more stable, and the physical properties of the vulcanizates are better.

**Keywords:** Pre-dispersed rubber additives; quality control; carrier; dispersion