

干燥剂RD吸湿率的微波测定法

杨 华 易国动

(重庆中南橡胶厂)

摘 要

用高频电磁场对干燥剂RD的组分氧化钙-表面防护油进行活化,促进水对氧化钙的浸润和反应,再用微波加热除去过剩的水分,获得氢氧化钙的重量,即可得出干燥剂RD的吸湿率。

干燥剂RD是由氧化钙、表面防护油及橡胶硫化性能调节剂等组成,主要用于混炼胶除水,以消除橡胶制品在硫化过程中产生的海绵、气泡。干燥剂RD吸湿率的大小,是评价其使用性能好坏的关键和衡量干燥剂质量的重要技术指标。

氧化钙吸湿率的常用测定方法为重量法。即在样品氧化钙中加入过量的水,于一定条件下停放一段时间,使氧化钙与水充分反应,生成氢氧化钙,过量的水经热空气干燥除去,根据干燥恒重的样品重量计算出氧化钙吸湿率。该法存在着停放时间长(尤以过烧氧化钙为甚),干燥恒重时间长的缺点。

干燥剂RD中氧化钙微粒表面有一层油膜保护层,其吸湿率的测定若仍用常规方法,样品几乎完全不被水浸润,即使作长时间的停放,氧化钙与水的反应也难以进行完全,测试精度太差。为了保证水对干燥剂的浸润,采用高频电磁场对氧化钙-油表面进行活化,以便水透过油膜与氧化钙直接反应,加快其反应速度;为了提高干燥剂恒重效率,采用了微波干燥除水的方法。该法具有迅速、准确的优点。

一、实 验

(1) 设备 ER-692型微波炉(国营778厂连云港分厂生产),微波最大输出功

率 650W,工作频率 2450MHz;功率电平 1~9,可调。68-A型半导体点温计,测温范围:0~150℃,150~300℃。φ50×30mm称量瓶。

(2) 样品 101干燥剂RD(重庆市歌乐山橡胶干燥剂厂生产),组分为:氧化钙 82±2%;变压器油 16±2%;橡胶硫化性能调节剂 2.5±0.5%。

(3) 实验步骤

①挥发分的测定。取样品2g(精确至0.001g),置于经微波炉恒重的称量瓶中,放入微波炉,关闭炉门,选择微波功率电平为6,时间25min,启动微波炉。微波能使样品加热,除去挥发组分后,取出样品于干燥器中冷却至室温,称重。计算样品挥发分含量。平行测定3个试样,计算结果取平均值。

$$\text{挥发分}\% = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G_0} \times 100 \quad (1)$$

式中 G_0 ——称量瓶的质量, g;

G_1 ——微波作用前称量瓶与样品的质量, g;

G_2 ——微波作用后称量瓶与样品的质量, g。

②吸湿率的测定。取样品2g(精确至0.001g),置于经微波炉恒重的称量瓶中,加入新煮沸的蒸馏水4.0ml,加盖并留一缝隙,

放入微波炉,关闭炉门,选择微波功率电平为1,时间30min,启动微波炉。经高频电磁场的作用,极化氧化钙-油界面,水透过油膜与氧化钙充分反应。然后再调整微波功率电平至6,时间25min,再次启动微波炉。经微波能的作用,样品中的过剩水彻底干燥后,取出称量瓶,放入干燥器中冷却至室温,称重。计算样品的吸湿率。平行测定3个样,计算结果取平均值。

$$\text{吸湿率}\% = \frac{W_2 - W_1}{W_1 - W_0} \times 100 + \text{挥发分}\% \quad (2)$$

式中 W_0 ——称量瓶的质量, g;
 W_1 ——微波作用前称量瓶与样品的质量, g;
 W_2 ——微波作用后称量瓶与样品的质量, g。

二、结果与讨论

(1) 活化、反应阶段微波作用条件的确定

①微波功率电平的选择。为破坏氧化钙-油界面,使水能与氧化钙直接接触,达到水对氧化钙完全浸润的目的。曾采用在向干燥剂RD加水前,先加入一定量无水乙醇的方法,虽然效果较好,但是多了一道工序,并使挥发组分更加复杂,增加了分析误差。利用高频交变电磁场对介质的极化原理,采用干燥剂RD-水体系的微波活化的方法来达到水与干燥剂RD中氧化钙的浸润目的。干燥剂RD-水体系在微波场中表现出极性水分子随交变电磁场的高频振动,氧化钙-油界面上杂质的极化和表面的不断更新,极大地增大了水渗透氧化钙-油界面的几率,使水对干燥剂RD中氧化钙的浸润过程成为容易办到的事情。若使用的微波功率电平过大,对水的加热剧烈。水处于强沸腾状态时,水分蒸发过快,将夹带固体物,造成样品损失。试验过程中,发现在由大到小选择

微波功率电平时,以功率电平为1最安全。

②活化、反应时间的选择。取若干个2.000g干燥剂RD试样,分别加入4.0ml蒸馏水,置于微波炉中,选择功率电平为1,变动微波作用时间,得到不同程度的活化与反应结果。然后再调整功率电平到6,除水干燥时间为25min,测定吸湿率,结果见图1。活化反应时间到30min时,干燥剂RD的吸湿过程已完成。所以确定活化、反应时间为30min。

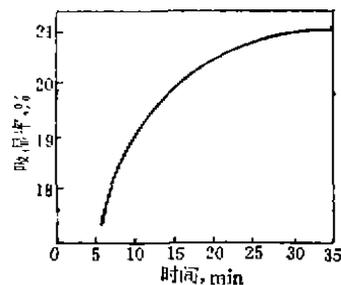


图1 微波活化时间与吸湿率的关系

③水用量的确定。取4个2.000g干燥剂RD样品,分别加入蒸馏水2.0~5.0ml,测定其吸湿率。在功率电平为1,微波作用时间30min时的吸湿条件下,4.0ml蒸馏水的用量较为合适。水量不足,生成氢氧化钙的反应不完全,吸湿率偏低;水量过多,无疑会增加排除过剩水所需要的时间。水用量与吸湿率的关系如下:

水用量, ml	2.0	3.0	4.0	5.0
吸湿率, %	18.5	19.7	21.1	21.0

(2) 干燥阶段微波作用条件的确定

当干燥剂RD经过活化、反应阶段之后,干燥剂中的氧化钙被认定已反应完全,生成了氢氧化钙。未反应的水分用微波加热,使其蒸发排除。微波加热功率电平的大小直接影响除水干燥程度、干燥时间以及氢氧化钙的夹带损失。在选择微波功率电平时,要求含水氢氧化钙样品最高温度控制在100℃左右,不致爆沸而被水蒸汽带走。

①微波功率电平的选择。为了确定氢氧

化钙在干燥时合适的微波功率电平, 应先制取干燥剂RD所生成的氢氧化钙样品。制法如下: 取干燥剂RD约15g, 加入足量的蒸馏水, 在低功率电平1的微波作用下, 让其充分活化、反应, 再经干燥而得氢氧化钙样品。称取约10g上述氢氧化钙置于称量瓶中, 分别用功率电平4~9测定样品在微波场中的热行为。测温方法采用68-A型点温度计在一定间隔时间内, 轻轻搅动样品, 读取温度最高值。结果见图2。由热行为曲线可见, 干燥阶段采用功率电平9时, 氢氧化钙样品温度稳定在100℃左右; 功率电平9, 炉腔由瓷盘温度上升剧烈, 使样品温度高达160℃以上; 功率电平4, 升温过缓, 要求干燥时间相应增加。为此, 确定采用微波功率电平6作为干燥阶段用功率电平。

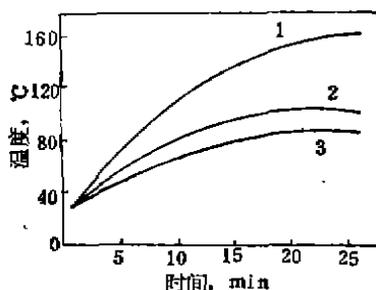


图2 氢氧化钙的微波热行为

1—功率电平9; 2—功率电平6; 3—功率电平4

②微波干燥时间的选择。取干燥剂RD 2g, 加入4.0ml蒸馏水, 在功率电平1的微波场中活化、反应30min后, 再调节功率

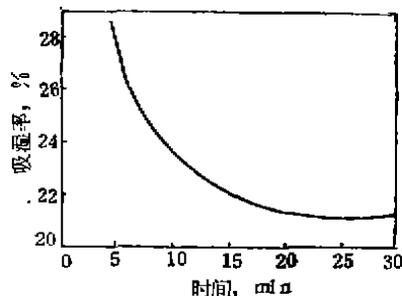


图3 微波干燥时间与吸湿率的关系

电平到6, 于不同时间测定吸湿率。干燥除水时间与干燥剂吸湿率的相关性见图3。曲线表明, 干燥除水25min后, 吸湿率已不发生变化, 说明已干燥彻底。故选择微波作用时间为25min。

(3) 测试结果的评价

①测试精度。同一干燥剂RD101原料取20个样品, 平行测定吸湿率, 其结果以吸湿率%表示如下: 20.9 20.8 20.9 21.0 21.0 21.4 21.0 21.0 21.0 21.0 21.3 21.2 21.1 20.8 20.9 21.1 21.0 21.5 21.4 20.7 21.0 20.9, 平均吸湿率21.1%, 标准偏差 $s=0.21%$, 满足工业分析精度要求。

②与热烘箱法比较。取重庆市歌乐山干燥剂厂生产的不同批号和样号的干燥剂, 分别用微波法和热烘箱法(用无水乙醇处理样品)进行干燥剂RD吸湿率的测定, 结果见附表。两种方法测定结果很接近。证明微波法具有一定的准确性。

附表 微波法与热烘箱法测试结果对比表

样品编号	1	2	3	4	5(生石灰)
微波法, %	21.7	21.6	21.1	21.1	26.0
热烘箱法, %	21.4	20.8	21.3	20.9	26.2

三、结 论

①用不同微波功率电平, 不同作用时间的微波场强度, 分活化、反应和干燥除水两个不同阶段的分析方法, 测定干燥剂RD的吸湿率具有效率高, 方法简便易行、测试精度满足工业分析的特点。

②在ER-692微波炉中, 采用功率电平为1的微波能作用30min, 活化干燥剂RD, 破坏氧化钙-油界面, 促进氧化钙与水的反应十分有效。用功率电平为6, 干燥除水25min, 可以保证氢氧化钙的彻底干燥。

③干燥剂RD吸湿率的计算如公式(2)

所示, 由于干燥剂RD挥发分的测定时, 所用样品体系不含水分, 而吸湿率测定时, 是在干燥剂RD加水, 并经活化、反应阶段之后的后继过程, 样品含有水分。即两者采用

的样品体系不一致。假定: 这种微小的不一致, 与相对的高吸湿率而言, 其影响是微不足道的。并认为该方法不影响作为工业分析方法而被采用。

Determination of Moisture Absorption Rate of Desiccant RD by Microwave Method

Yang Hua and Yi Guodong

(Zhonguan Rubber Factory, Chongqing, Sichuan)

Abstract

Using high frequency electromagnetic field, the CaO and surface protective oil, components of desiccant RD, are activated in order to facilitate the wetting and reaction of CaO by water. The excess water is removed by microwave heating, thus obtaining the weight of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ and hence the moisture absorption rate of desiccant RD.



苏联的新型 无内胎轮胎

据苏联《生胶与橡胶》杂志1989年第6期封4介绍, 苏联轮胎工业研究院已研制出新型的大客车轮胎——无内胎轮胎11/70R22.5。这种轮胎是在综合了苏联国内外在设计、材料和工艺方面最新成就的基础上研制出来的。在胎体及带束层中使用了高强度钢丝帘线, 该种帘线可有效地降低轮胎行驶温度和轮胎各部件所承受的负荷。同苏联目前制造生产的纤维子午胎相比, 提高了耐疲劳性、行驶可靠性、速度性能、行驶里程和易修复性, 并且降低了轮胎滚动损耗。无内胎给该种轮胎增添了许多优点, 如行驶安全性

高、重量轻、行驶温度低等, 其用于长途和国际货运和客运, 具有最大的使用效率。胎体和带束层中具有高强度钢丝帘线的低断面无内胎轮胎11/70R22.5是供新式的里亚3-5256型市内公共汽车使用的。低断面($H/B=0.70$)降低了汽车地板平面距地面的高度, 从而使车辆具有良好的乘坐舒适性。该胎主要技术特性: 胎面花纹类型 公路花纹; 轮胎可承受最大负荷 27250N; 内压 0.8 MPa; 外径 $962 \pm 10\text{mm}$; 断面宽度不大于279mm; 轮胎质量 51.3kg; 轮辋代号 825×22.5; 最大速度 100km/h; 滚动阻力系数 0.007; 新胎最高行驶里程 100000km; 可修复系数 0.5。

(赵志正译 李明杰校)