



通过计算机控制密炼机 获取均一的 EPDM 混炼胶

高桂芝, 韩东选

(西北橡胶塑料研究设计院, 陕西 咸阳 712023)

通过计算机控制密炼机, 将有助于准确地控制橡胶加工中每批胶料里各种配合剂的重量, 保证混炼周期相同, 最终达到监控密炼机的转子转速和能量交换的目的, 从而提高各批次胶料的一致性, 且胶料的塑性范围最窄, 胶料有平滑的挤出特性, 精确控制产品的外观尺寸, 还不需要对生产线进行不断调整。在这方面, 国外一些公司做了很多研究, 有许多值得我们借鉴之处。

1 试验

1.1 混炼设备的选择

在本试验中, 研究人员将一台 Werner and Pfleiderer GK5E 啮合型密炼机与一台 PKS20 型西门子计算机相连。密炼机的容量是 5L, 装胶量为 3.3L, 在混炼三元乙丙橡胶 (EPDM) 时该机有如下优点:

1. 由于密炼机转子的形状和密炼室的结构, 所以可在很短时间内输入高能量, 这对于与炭黑相互作用比天然橡胶或丁苯橡胶较弱的 EPDM 是有好处的。

2. 与天然橡胶或丁苯橡胶不同, EPDM 没有很长的分子链, 所以, 打破炭黑聚集体更困难, 采用该机可使填充剂更好分散。

3. 由于胶料体积与冷却面积的比越小, 越有利于散热, 所以该机对混炼操作温度控制更容易。

1.2 混炼周期

在混炼周期内, 可以用一台计算机按密炼机不同操作步骤设定程序, 直接控制密炼机的操作。

对一个混炼步骤监控可从 5 个方面着手: 1.

每步的操作时间; 2. 吸收的能量; 3. 转子转速; 4. 计算机的反应值 (压力); 5. 混炼的温度。每一步都能从其中一个或两个合在一起开始, 这就增加了控制和监控密炼机的可能性。

1.3 混炼标准

随着提高胶料的重复性技术的发展, 人们已注意到 EPDM 的门尼粘度等加工变量的作用。通常, 研究人员要建立一个参考基准线, 以便计算机在条件相同时能记录下每步 45s 的不同参数, 中心设定为: EPDM 的门尼粘度 ML(1+8)125°C 为 81; 密炼机温度是 50°C, EPDM 胶料温度为 25°C。基本配方是: EPDM Vistalon 100, 快压出炭黑 N500 130, 石蜡油 Flexon 876 70, 碳酸钙 Omya BL 40, 活性氧化锌 5, 硬脂酸 1.5, PEG3350 3, 氧化钙 5, 硫黄 1.5, MBT80% 0.8, TMTD80% 0.5, DPTT 1, ZDBDC 1。

当今橡胶工业中, 混炼周期常用的 8 个不同步骤见表 1。该标准混炼可用于所有的计算机辅助试验中, 温度和能量随时间的变化是计算机重混炼周期的基准点, 见图 1。

表 1 不同操作步骤的标准混炼周期

操作	转子转速/ (r·min ⁻¹)	上顶栓 位置	时间 /s	温度 /°C	能量/ (kJ·kg ⁻¹)	功率 /kW
EPDM	75	上	0	60	0	1
	75	下	15	60	1	8
	75	上	65	60	1	1
炭黑+填充油	50	下	165	50	105	10
	50	上	210	110	275	24
排胶	50	下	255	145	320	14
	50	上	300	149	410	14
排胶	50	下	310	150	440	10

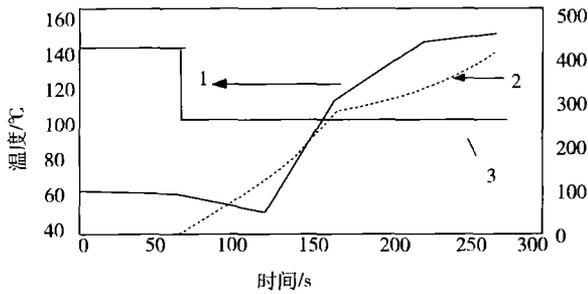


图 1 啮合型密炼机的标准混炼周期

1-时间-温度曲线;2-时间-能量曲线;

3-转子转速,开始为 $75\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$

2 EPDM 的选择

为了优化这一过程,研究人员使用了一种特定分子量分布的 EPDM (Vistalon 8600)。其典型值分别是: $[\text{ML}(1+8)125^\circ\text{C}]81$ (试验范围 ± 4), 乙烯含量 52%, ENB 为 9%, M_w/M_n (GPC) 3.5, M_z/M_w (GPC) 为 9。它们独特的分子结构是以具有特定数量长链与短链的整体窄分子量分布 (MWD) 为特征, M_E/M_w (g) 的比值显著高, 这使 EPDM 的混炼特性达到最好的平衡, 炭黑混入快且分散性好, 见图 2。

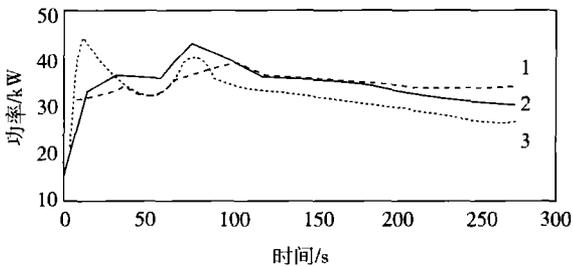


图 2 特定 MWD 的 EPDM 能量峰和快速混入炭黑 (BIT)

1-适中 MWD;2-特定 MWD;3-窄 MWD

3 最佳的计算机辅助模型

为了使各批混炼胶料的各种参数得到最好的重复性,研究人员着重研究了 3 种可供选择的方案来控制密炼机:时间/温度、能量及温度/能量。

3.1 时间和温度的控制

首先,最容易的选择就是用计算机一步接一步地复制每批胶料的操作。一旦温度随时间的变化达到了预定值,机器就自动地过渡到下一步。表 2 给出了一个例子。

密炼机执行(1),在每分钟 75 转的转速下对聚合物塑炼 30s;然后执行(3)加入其它配合剂进

行 180s 的混炼期;或是执行 150°C 的最高温度混炼期。这个试验的每一个过程用计算机辅助装置是容易达到的。但是,这并没有考虑其他参数如聚合物的门尼粘度、胶料的温度等作用。

表 2 各步对温度或时间的控制

步骤	1	2	3	4	5	6	7	8
时间/s	0	30	-	45	45	45	45	5
温度/ $^\circ\text{C}$						150	150	
上顶栓位置	上	下	上	下	下	下	下	上
上顶栓压力/bar	0	5	0	5	5	5	5	0
转子转速/ $(\text{r}\cdot\text{min}^{-1})$	75	75	50	50	50	50	50	50

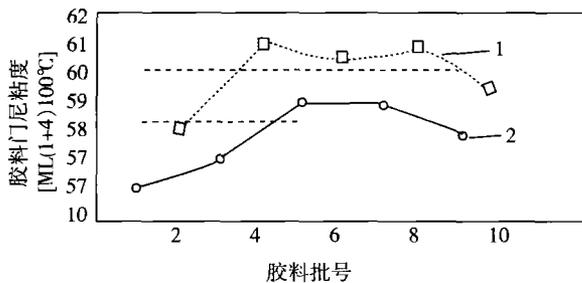


图 3 混炼胶门尼粘度与 EPDM 粘度的区别

1-EPDM 粘度为 85,平均混炼胶粘度为 60.1;

2-EPDM 粘度为 77,平均混炼胶粘度为 58.2;

3-排胶温度 130°C ,转子转速 $50\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$

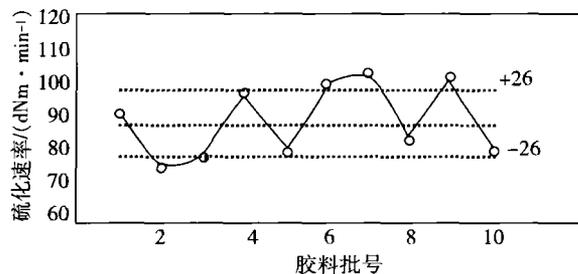


图 4 不稳定的硫化速率

1-排胶温度 130°C ,转子转速 $50\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$;

2-平均硫化速率 $86.5\text{dNm}\cdot\text{min}^{-1}$

例如,研究人员对高门尼粘度 EPDM (85) 的混炼胶和低门尼粘度 (77) 的混炼胶进行比较,发现两种混炼胶的门尼粘度相差 2 个门尼粘度单位,而硫化速率 ($\sigma = 10$ 超过 $86\text{dNm}\cdot\text{min}^{-1}$ 平均值) 和混炼能量 ($\sigma = 20$ 超过 $365\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ 的平均值) 都有很大的变化,见图 3、4,其中 σ 为标准差。这些变化太大,以致于在不调整挤出线的设定参数(如喂料速度和硫化温度)的情况下,就无法提供很一致的加工。

3.2 能量的控制

混炼胶吸收的单位能量是以炭黑的分散程度来表示,同时也表示聚合物在塑炼和混炼期间弹性链的降解程度。本研究中,研究人员通过混炼操作期间能量的变化控制可变速转子转速,以标

准能量曲线(见表1)作为目标。

密炼机执行(1)对 EPDM 塑炼,然后加填充剂(3),到(4)时通过能量变化来控制转子转速,设定一温度极限来防止由于转速过高而产生太多的热量(见表3)。

表 3 能量控制转子转速的混炼

步骤	1	2	3	4	5	6	7	8
时间/s	0	30						
温度/°C					175	175	175	
能量/(kJ·kg ⁻¹)				130	190	85	65	
上顶栓位置	上	下	上	下	下	下	下	上
上顶栓压力/bar	0	5	0	5	5	5	5	0
转子转速/(r·min ⁻¹)	75	75	50	能量控制	能量控制	能量控制	能量控制	50

表 4 温度叠加能量控制转子转速

步 骤	1	2	3	4	5	6	7	8
时间/s	0	30						
温度/°C				95	120	128	或 175	
能量/(kJ·kg ⁻¹)				130	190	85	65	
上顶栓位置	上	下	上	下	下	下	下	上
上顶栓压力/bar	0	5	0	5	5	5	5	0
转子转速/(r·min ⁻¹)	75	75	50	温度调节	温度调节	温度调节	温度调节	50

结果表明,这种调节方式是无效的(图5)。在一系列8个试验中,标准能量曲线不可能稳定地重显。要达到每给定一步的能量目标值,必须保持很高的转速(100r·min⁻¹),由于剪切作用会产生过多的热量,且最后的温度上限(175°C)在胶料混炼好之前就已经达到了,这样就导致胶料的能量比预定的能量低65%。在某些情况下,混炼时间很短(90或110s)。各批混炼胶的粘度变化很大(图6),挤出产品的外观出现大量的未分散颗粒。单纯的密炼机能量控制效果与期望恰好相反。

3.3 温度加能量控制转子转速

根据上述试验,研究人员将计算机对转子转速的控制与有良好加工表现的单纯温度-时间调节结合起来。因此,这一系列的胶料主要按温度标准曲线来控制,而将能量曲线作为第二可变控制(见表4)。

在转子转速没有太大改变(33~55r·min⁻¹之间)的情况下,这一系列混炼胶处于良好的可控状态。同时,研究人员也选用了两种不同门尼粘度(77或85)的EPDM,采用计算机监控的密炼机使每批胶料的能量都达到440kJ·kg⁻¹的目标值,

更低粘度的聚合物混炼时间更长。混炼胶的门尼粘度是一致的($\sigma = 1$,平均值为58.3),见图7。

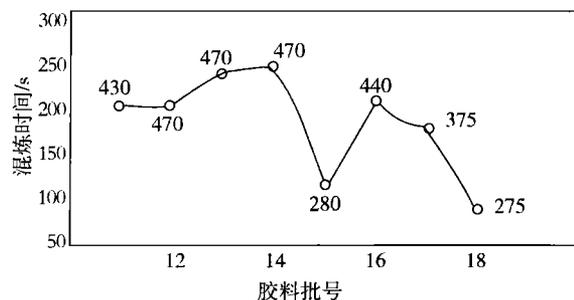


图 5 无效的能量调节

图中数字为混炼能量,单位 kJ·kg⁻¹

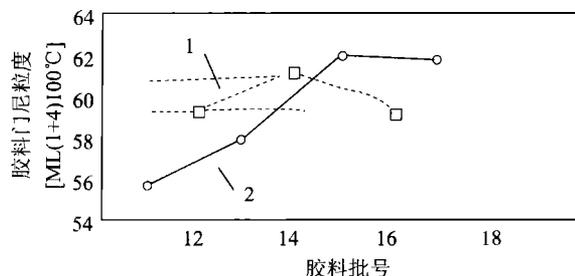


图 6 能量调节不能获得混炼胶门尼粘度的稳定性

1-EPDM 粘度为 85,平均混炼胶粘度为 60.8;

2-EPDM 粘度为 77,平均混炼胶粘度为 59.3

(下转第 17 页)

度看是一致的,但在受应力作用的胎圈钢丝动态实验中,亨利实验的数值较低。这可能与另一种应力、胎圈钢丝的屈挠度和胎圈钢丝与胶料界面的微裂隙的产生机理有关。

在评价胶料与采用等离子体放电处理表面的金属骨架材料粘合性能时,延长钢丝骨架材料表面放电激活处理的时间对其与胶料的粘合性能有不利影响,钢帘线静态粘合实验值下降 25%,胎圈钢丝静态实验值下降 39%。与未经处理的钢丝骨架材料相比,表明钢帘线的动态粘合强度下降 27%,胎圈钢丝动态粘合强度下降 46%。以绝缘放电产生的等离子体不会使镀黄铜的钢帘线或胎圈钢丝与胶料的粘合强度增加而是稍有降低。

5 结论

当对胶料与金属粘合键施加应力作用时,胶料 B 与钢帘线的粘合强度比胶料 A 更高,疲劳极限为 108 周。当用波兹南大学开发的实验方法对胶料-金属粘合键施加应力作用时,证明胶料 A 对钢帘线和胎圈钢丝的实验结果是不同的。

采用波兹南大学开发的实验方法和亨利法测定的胎圈钢丝静态粘合性能提供的统计结果是一

致的,但用亨利法测试的胎圈钢丝动态粘合强度较低,这与施加另一种应力-胎圈钢丝受屈挠应力作用和与胶料界面的微裂隙的产生机理的结果类似。

等离子体对镀黄铜钢帘线和镀黄铜胎圈钢丝表面的作用是采用亨利法、胶料 A 测试的粘合强度数值下降。

等离子体对未经处理的胎圈钢丝与胶料 A 粘合强度只及镀青铜胎圈钢丝的十分之一。

静态加载实验后,胶料与钢帘线体系破坏的形态学评价显示出各自的表面有不同的形态。

经受过几种应力综合作用的表面在破坏机理和表面原始形态上都表现出不同的特征,可以辨别出因疲劳应力产生的破坏区域,及因静态应力产生的破坏区域。

不同的实验方法得出的金属-胶料复合材料的生热不同。

所有三种实验方法(亨利法、超声波法和波兹南大学开发出的实验方法)均适用于评价胶料-金属粘合性能,但在动态实验条件下要验证真实轮胎的结果。

高称意 编译

(上接第 14 页)

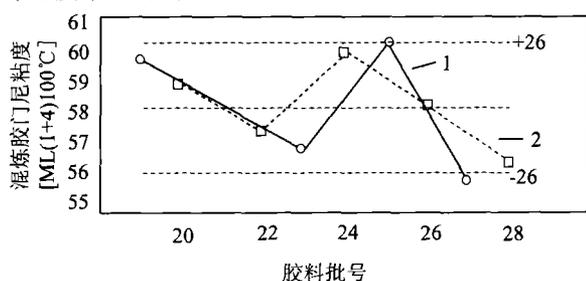


图 7 温度加能量控制转子转速得到非常一致的胶料
1-EPDM 粘度为 85, 平均混炼胶粘度为 58.3;
2-EPDM 粘度为 77

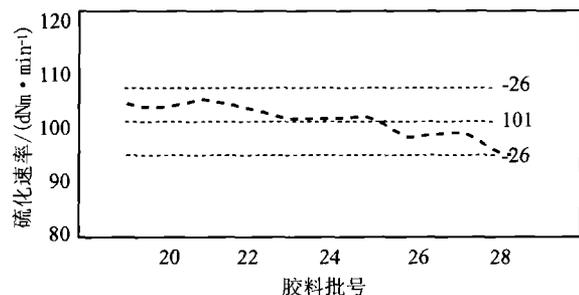


图 8 温度加能量控制转子转速得到一致的硫化速率

平均硫化速率 101 dNm · min⁻¹

在最大硫化速率 (101 dNm · min⁻¹, σ = 3) 的情况下,不同混炼胶混炼的很好,见图 8,与混炼操作只有时间和温度控制所得到的胶料相比,硫化速率更高,更一致。

4 结论

试验证明,像 EPDM 门尼粘度一样的混炼参数变化影响是可消除的。通过提高混炼胶质量可以达到降低产品成本的目的,而且填充剂的分散和各批胶料性能的一致性都能达到最佳,由计算机控制密炼机加工胶料能满足当今某些非常苛刻应用的需求。

▲2004 年上半年,河北轮胎有限责任公司开发设计出不同层级和花纹的新产品 32 个,研制新产品 27 个,新产品产量达到 40560 条,产值达 4722 万元。
蒋华祥