

基于DOE试验设计改善全钢载重子午线轮胎胎体钢丝粘合胶性能

李志涛, 林国阵, 陈伟

(厦门力达威化工科技有限公司, 福建 厦门 361021)

摘要: 基于DOE试验设计, 研究非间甲粘合体系应用于全钢载重子午线轮胎胎体配方以期提升粘合胶钢丝界面的粘合强度和胎体胶的物理性能。结果表明: 减少硫黄和氧化锌的用量同时增加钴盐和防老剂的用量可以提升粘合胶钢丝界面的粘合强度, 同时提升粘合胶的拉伸强度、拉伸伸长率等, 但会降低胶料的邵尔A型硬度和定伸应力。

关键词: 全钢载重子午线轮胎; DOE; 正交; 粘合胶; 胎体胶; 非间甲体系

中图分类号: U463.341⁺.6

文献标志码: A

文章编号: 1006-8171(2022)01-0049-05

DOI: 10.12135/j.issn.1006-8171.2022.01.0049



OSID 开放科学标识码
(扫码与作者交流)

钢丝帘线/硫化胶复合材料的性能是由橡胶基体、粘合界面及钢丝增强相共同决定的^[1-2], 因此复合材料的疲劳寿命取决于三者最薄弱的环节^[3]。复合材料的破坏发生在橡胶相归因于橡胶基体的物理性能和耐疲劳性能差; 破坏发生在界面层则是由于粘合界面的强度低, 粘合稳定性不足^[4-6]。二者最终都将导致钢丝帘线/硫化胶复合材料失效, 直接影响制品的应用价值和使用安全性^[7-8]。因此综合研究粘合橡胶基体物理性能和粘合界面粘合强度, 对抑制故障会产生更有效的作用。然而, 同时研究橡胶物理性能和粘合强度性能, 将涉及到多变量及其相互影响, 试验设计(DOE)可以以较少的试验次数, 快速实现多变量的综合选优, 并可模拟优选方案的性能数据。

本工作借助Minitab软件、采用DOE中的田口设计, 分析各变量的相互作用, 选用钴盐粘合体系配方, 提升胎体胶的物理性能及其与钢丝帘线界面的粘合强度。

1 实验

1.1 主要原材料

天然橡胶(NR), STR20, 泰国产品; 炭黑

N326, 江西黑猫炭黑股份有限公司产品; 癸酸钴, 美国SHEPHERD公司产品; 不溶性硫黄HDOT20, 无锡华盛橡胶新材料科技股份有限公司产品。

1.2 试验配方及DOE试验设计

使用全钢载重子午线轮胎胎体胶配方进行试验, 确定DOE试验为4因子3水平, 因子A—D分别为氧化锌、癸酸钴、不溶性硫黄和防老剂RD用量, 见表1, DOE试验L₉³正交设计表见表2。

表1 DOE分析设计因子和水平 份

水平	设计因子			
	A	B	C	D
1	6.5	0.7	5	1
2	7.5	0.8	6	1.5
3	8.5	0.9	7	2

注: 试验基本配方为NR 100, 除变量外其他原材料 57.2。

表2 DOE试验正交设计表

试验编号	各因子的水平			
	A	B	C	D
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

作者简介: 李志涛(1984—), 男, 山东菏泽人, 厦门力达威化工科技有限公司工程师, 学士, 主要从事轮胎配方研发和设计工作。

E-mail: 66872011@qq.com

1.3 主要设备和仪器

XSK-150型开炼机,庄河橡胶机械有限公司产品;KD-1-5型1.61L密炼机,利拿机械工业股份有限公司产品;MV2000型门尼粘度计、MDR2000型硫化仪和RPA2000橡胶加工分析仪,美国阿尔法科技有限公司产品;XLB-Q型平板硫化机,浙江湖州东方机械有限公司产品;AI-2000M型拉力试验机,高铁检测仪器有限公司产品;压缩生热试验仪,德国DOLI公司产品;401A型热空气老化箱,江都市新真威试验机械有限责任公司产品。

1.4 混炼工艺

胶料采用两段混炼工艺,一段混炼在密炼机中进行,混炼工艺为:生胶→加压1 min→炭黑→加压1 min→小料→加压1 min→提压砑,加压(1.5 min)→排胶;二段混炼在开炼机上进行,混炼工艺为:一段母炼胶→薄通2次→硫黄和促进剂→薄通2次→捣胶2次→下片。

1.5 性能测试

胶料的各项性能均按照相应的国家标准或

企业标准进行测试。

2 结果与讨论

2.1 小配合试验

小配合试验结果如表3所示,其中粘合力测试采用T抽出法。

2.2 最值归一化

选择胶料的拉伸强度、拉断伸长率、粘合力 and 压缩疲劳温升为影响橡胶与钢丝帘线界面破坏的4个关键指标。对关键指标数据进行最值归一化处理,结果如表4所示。

2.3 综合指标转化

将拉伸强度、粘合力、拉断伸长率和压缩疲劳温升分别赋予权重为2:2:1:1,并将其最值归一化数据合并为胶料综合性能的质量指数(以下简称综合性能指数),从而将多指标问题转化为单指标,实现多目标问题的综合优化^[9]。试验方案1—9的综合性能指数分别为11.07,10.55,10.32,11.35,10.69,10.90,11.57,10.83和9.98。

表3 小配合试验结果

项 目	试验编号								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
门尼粘度[ML(1+4) 100 ℃]	67	71	71	68	72	73	73	70	73
门尼焦烧时间 t_5 (127 ℃)/min	14.31	13.28	12.91	13.52	12.93	12.19	13.63	14.02	12.89
硫化仪数据(151 ℃)									
F_L /(dN·m)	2.54	2.70	2.73	2.65	2.79	2.78	2.83	2.47	2.80
F_{max} /(dN·m)	23.66	25.91	26.36	24.49	26.00	26.20	23.12	23.77	26.04
t_{10} /min	4.40	4.02	4.02	4.61	4.22	4.03	4.33	4.25	4.26
t_{90} /min	14.53	14.41	14.29	13.96	14.12	15.52	13.38	14.24	14.44
$t_{R97}^{1)}/min$	32.51	34.79	34.24	31.55	39.14	44.63	32.30	36.97	39.06
硫化胶性能(151 ℃×30 min)									
密度/(Mg·m ⁻³)	1.140	1.145	1.150	1.152	1.158	1.156	1.152	1.150	1.155
邵尔A型硬度/度	72	74	73	71	73	72	71	70	72
100%定伸应力/MPa	4.0	4.8	5.0	4.5	4.7	4.8	4.3	4.6	5.0
300%定伸应力/MPa	14.6	15.7	16.9	15.2	16.1	16.6	14.5	15.8	17.5
拉伸强度/MPa	16.4	15.0	13.8	16.9	15.7	14.0	17.6	15.3	12.9
拉断伸长率/%	465	451	407	483	436	440	496	467	373
粘合力/N	1 573	1 710	1 562	1 764	1 713	1 898	1 618	1 541	1 608
压缩疲劳温升 ²⁾ /℃	17.6	17.8	18.9	19.2	19.4	19.1	18.7	18.1	18.1
100 ℃×48 h热老化后									
邵尔A型硬度/度	77	78	79	77	80	79	76	79	80
100%定伸应力/MPa	7.8	9.1	10.8	8.3	9.5	9.1	8.1	9.0	9.6
拉伸强度/MPa	16.4	15.0	13.8	16.9	15.7	14.0	17.6	15.3	12.9
拉断伸长率/%	215	169	130	214	172	155	257	173	139
粘合力/N	1 559	1 559	1 510	1 623	1 726	1 693	1 710	1 401	1 312
压缩疲劳温升 ²⁾ /℃	20.0	20.5	21.7	21.3	21.6	21.9	20.8	20.3	20.4

注:1) 胶料硫化返原至97%($F_{max}-F_L$)时对应的时间;2) 负荷 700 N,频率 30 Hz,温度 55 ℃。

表4 最值归一化结果

项 目	试验编号								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
拉伸强度	0.91	0.77	0.90	0.97	0.80	0.82	1.00	0.94	0.81
拉断伸长率	0.94	0.65	0.69	0.89	0.68	0.68	1.00	0.80	0.62
粘合力	0.90	0.90	0.87	0.94	1.00	0.98	0.99	0.81	0.76
压缩疲劳温升	1.00	0.99	0.93	0.92	0.91	0.92	0.94	0.97	0.97
100 ℃×48 h热老化后									
拉伸强度	0.95	0.94	0.88	0.97	0.94	0.95	0.99	1.00	0.91
拉断伸长率	0.94	0.91	0.82	0.97	0.88	0.89	1.00	0.94	0.75
粘合力	0.83	0.90	0.82	0.93	0.90	1.00	0.85	0.81	0.85
压缩疲劳温升	1.00	0.98	0.92	0.94	0.93	0.91	0.96	0.99	0.98

2.4 DOE优化

应用Minitab软件对试验方案1—9的综合性能指数进行分析,综合性能指数效应图如图1所示。

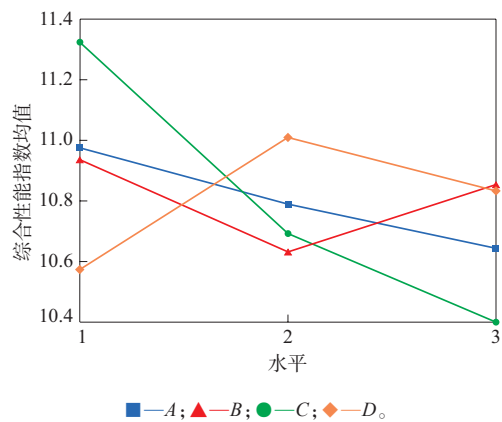


图1 综合性能指数效应图

从图1可以得出以下结论。

(1) 4个影响因子对胶料综合性能的影响由大到小的顺序为因子C、因子D、因子A和因子B。

(2) 随着氧化锌和不溶性硫黄用量的增大,胶料综合性能指数呈下降趋势;随着防老剂RD用量的增大,胶料综合性能指数呈先增大后减小的趋势,这可能与防老剂RD对胶料热空气老化有较好的抑制作用有关;随着癸酸钴用量的增大,胶料综合性能指数呈现先减小后增大的趋势,这可能是由于影响因素交互作用导致的。

综上,选择氧化锌、不溶性硫黄和防老剂RD用量分别为6.5,5和1.5份(分别对应水平1,1和2)。

应用Minitab软件制作因子B与因子A,C,D的交互作用图,分别如图2—4所示。

从图2—4可以看出,当不溶性硫黄的用量为5

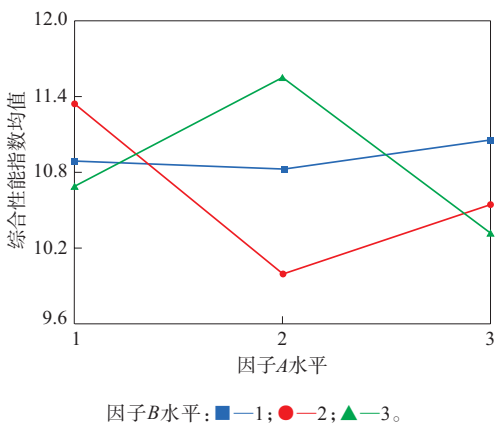


图2 因子B与因子A的交互作用图

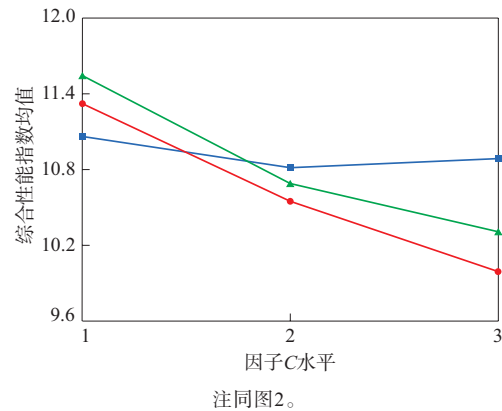


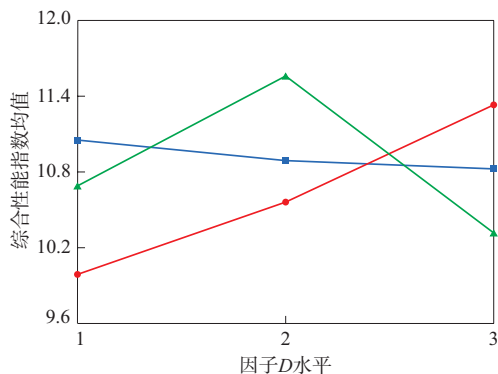
图3 因子B与因子C的交互作用图

份时,胶料的综合性能质量指数随着癸酸钴用量的增大而增大,因此选择癸酸钴的用量为0.9份(水平3)。

2.5 优化方案验证

软件模拟最优水平因子组合的综合性能指数为11.76,优于所有试验方案,同时进行最优水平因子组合胶料的性能测试,结果如表5所示。

根据DOE优化结果,选择最优水平因子组合



注同图2。

图4 因子B与因子D的交互作用图

表5 最优水平因子组合胶料的性能测试结果

项 目	老化前	老化后
拉伸强度/MPa	25.6	17.9
拉断伸长率/%	504	248
粘合力/N	1 821	1 561
压缩疲劳温升 ¹⁾ /℃	19.6	21.9

注:老化条件为100℃×48 h;1)同表3注2)。

配方、钴盐体系配方和间甲钴体系配方(配方1—3)同时试制小配合混炼胶,配方和胶料性能测试结果分别如表6和7所示。

从表7可以看出:配方1胶料的硫化速度加快,邵尔A型硬度和定伸应力降低;与配方2胶料相比,配方1胶料的拉伸强度、拉断伸长率和粘合力大幅度提升,温升降低;与配方3胶料相比,配方1胶料老化后的拉伸强度和拉断伸长率有所提升。

3 结论

在本工作的研究因子水平范围内,减小硫黄和氧化锌用量同时增大钴盐和防老剂RD的用量,

表6 试验配方

组 分	配方编号		
	1	2	3
NR	100	100	100
氧化锌	6.5	8	8
间甲树脂	0	0	1.25
癸酸钴	0.9	0.75	0.5
不溶性硫黄	5	6.7	5
防老剂RD	1.5	1	1
其他	57.2	57.2	66.4
合计	171.1	173.65	182.15

表7 试验配方胶料性能测试结果

项 目	配方编号		
	1	2	3
门尼粘度[ML(1+4)100℃]	72	68	76
门尼焦烧时间 t_5 (127℃)/min	12.86	12.95	14.56
硫化仪数据(151℃)			
F_L /(dN·m)	2.65	2.55	2.87
F_{max} /(dN·m)	23.49	27.78	27.86
t_{10} /min	4.01	4.16	4.53
t_{90} /min	13.29	16.51	17.66
$t_{R97}^{1)}$ /min	29.44	43.48	43.76
密度/(Mg·m ⁻³)	1.152	1.158	1.171
邵尔A型硬度/度	70	75	74
100%定伸应力/MPa	3.9	5.3	5.3
300%定伸应力/MPa	15.5	17.1	19.4
拉伸强度/MPa	26.7	23.8	26.2
拉断伸长率/%	473	417	415
粘合力/N	1 713	1 578	1 772
压缩疲劳温升 ²⁾ /℃	15.9	20.2	16.4
100℃×48 h热老化后			
邵尔A型硬度/度	74	81	80
100%定伸应力/MPa	7.1	10.1	9.4
拉伸强度/MPa	19.2	13.1	16.9
拉断伸长率/%	253	122	175
粘合力/N	1 483	1 298	1 438
压缩疲劳温升 ²⁾ /℃	18.2	21.9	18.2

注:同表3。

可以提升胶料与钢丝界面的粘合强度,同时提升胶料的拉伸强度和拉断伸长率等,但会降低邵尔A型硬度和定伸应力。

参考文献:

- [1] 马明强. 子午线轮胎中的钢丝帘线/橡胶界面结构及其动态演变[D]. 青岛:青岛科技大学,2013.
- [2] 谢遂志,刘登祥,周鸣雷. 橡胶工业手册(修订版) 第一分册 生胶与骨架材料[M]. 北京:化学工业出版社,1989.
- [3] 郑爱隔,马明强,李琦,等. 疲劳温度对橡胶与钢丝帘线动态粘合性能的影响[J]. 弹性体,2014,24(1):15-18,36.
- [4] 郑爱隔,马明强,史新妍. 粘合剂对橡胶/钢丝帘线动态粘合性能的影响[J]. 特种橡胶制品,2014(3):5-8,21.
- [5] 苏芮,孙洪广,李伟,等. 全钢子午线轮胎胎体胶耐疲劳性能与粘合强度的协调设计[J]. 橡胶工业,2021,68(6):403-408.
- [6] 李利,刘潇冬,肖培光,等. 疲劳加载因素对橡胶钢丝复合体粘合性能的影响[J]. 功能材料,2016,47(12):12206-12211.
- [7] 李利,罗高翔,霍石磊,等. 促进剂种类对橡胶-钢丝粘合和胶料性能的影响[D]. 青岛:青岛科技大学,2013.
- [8] 孙庆刚,武继睿,赵振伟,等. 连续法不溶性硫黄在钢丝粘合胶料中的应用研究[J]. 橡胶科技,2021,19(6):276-279.
- [9] 卫伟. 正交试验设计的注塑成型工艺参数多目标优化设计[J]. 现代制造工程,2009(2):94-97.

收稿日期:2021-07-24

Improvement of Steel Wire Bonding Compound for Carcass of Truck and Bus Radial Tire based on DOE Experimental Design

LI Zhitao, LIN Guozhen, CHEN Wei

(Xiamen Lidawei Chemical Technology Co., Ltd, Xiamen 361021, China)

Abstract: Based on the DOE experimental design, the application of non-resorcinol-formaldehyde adhesive system in the carcass formula of truck and bus radial tires in order to improve the bonding strength between the carcass compound and steel wire and the physical properties of the carcass compound was studied. The results showed that reducing the amount of sulfur and zinc oxide while increasing the amount of cobalt salt and antioxidants could increase the bonding strength of adhesive steel wire interface, and at the same time increase the tensile strength and elongation at break of the bonding compound, but it would reduce the shore A hardness and tensile strength of the compound.

Key words: truck and bus radial tire; DOE; orthogonal; bonding compound; carcass compound; non-resorcinol-formaldehyde system

集成优化 “智”领未来——中国平煤神马集团帘子布发展公司智能车间建设

中国平煤神马集团帘子布发展公司(简称平煤神马)以智能装备为基础,大力实施智能车间建设,实现了智能装备、信息基础设施、智能信息化应用系统的系统集成优化。

随着新一代信息技术与工业化的不断融合发展,平煤神马在推进智能车间建设过程中,合理运用工业机器人、智能传感器、智能生产设备、智能物流等智能装备和相关技术,有效减轻了工人的劳动强度,提高了工作效率。

2019年,平煤神马采用大容量聚合加切片纺丝的第1条锦纶66工业丝生产线——4万t锦纶66差异化工业丝项目建成。该项目引进了尼龙66切片纺丝生产工艺和世界领先的多头纺丝技术,实现了工艺、装备、产品、产能、管理和智能制造六大突破。

在智能车间建设过程中,平煤神马同步对网络基础设施进行前瞻性规划和设计,于2019年建成了覆盖车间的产线级工业通信网络,建立了市场过程数据采集分析系统,实现了系统、装备及人员之间的信息互联互通,有效满足了生产现场的数据采集、管理办公信息化等需求。生产过程中各设备均实现控制室上位机实时监控,出现故障

时自动报警,并在报警信息标签栏中展现详细诊断分析。

此外,为实现智能仓储管理,厂区还配备了自动落筒机和AGV运输,实现智能入库,使工人劳动强度降低50%以上,生产效率提高近3倍。2015年平煤神马就投资近50万元,引进开发了ERP供应链管理和扫码系统(智能仓储管理系统),大大提升了生产和管理效率。

自2014年开始,平煤神马先后建成了动力电气智能管控平台、智慧水冷系统、开关站供配电无人值守、原丝自动落筒、捻线自动落丝、集中调度平台等多个系统,覆盖了原丝、捻织、浸胶三大工序多个专业;建成了风险点管控云安全巡回系统、智慧消防系统等企业安全生产信息化管理平台,实现了安全管理、管控、预警、预测数据共享。

在做好安全生产智能化建设的同时,平煤神马利用智能车间的屋顶建设了光伏发电系统。今后公司将持续深化改革创新,以省纤维骨架材料工程技术研究中心、省企业技术中心、北京化工大学联合研发中心3个研发平台为依托,加快筹建锦纶纤维全流程重点实验室,持续开发多领域、差异化产品,不断提升企业的核心竞争力。

(摘自《中国化工报》,2021-11-17)