

# 丙烯酸酯橡胶的混炼工艺试验

高福年, 王跃林

(青岛双星集团工业园总公司 密封件厂, 山东 青岛 266229)

**摘要:** 分别研究了用开炼机和密炼机对丙烯酸酯橡胶进行混炼的工艺。试验结果表明, 开炼机和密炼机混炼的适宜批量分别为 22.7 kg 和 50~51 dm<sup>3</sup>。并重点通过投料顺序对混炼操作及硫化胶物理性能的影响试验, 制定出具有良好效果的混炼工艺方法。

**关键词:** 丙烯酸酯橡胶; 混炼工艺; 加料顺序; 装胶批量

中图分类号: T Q333.97; T Q330.1<sup>+</sup>1 文献标识码: B 文章编号: 1000-890X(2000)09-0547-04

丙烯酸酯橡胶(ACM)具有优良的耐热和耐油性能, 可广泛应用于发动机和曲轴及其变速箱油封、气门阀杆油封, 以及胶管和防护套等产品的制造。但该胶种在我国应用时间短, 应用技术, 特别是加工技术有待提高。本工作通过一系列工艺试验, 制定出有效的 ACM 开炼机和密炼机的混炼工艺方法。

## 1 实验

### 1.1 原材料

ACM, 牌号 AR72S, 日本瑞翁公司产品; 硬脂酸钠、硬脂酸钾, 江苏太仓化工厂产品; 硬脂酸, 青岛红星化工厂产品; 喷雾炭黑, 抚顺炭黑厂产品; 快压出炭黑 N550, 加拿大进口产品; 沉淀法白炭黑, 江苏扬中化工厂产品; 防老剂 BLE, 青岛助剂厂产品; 共聚酯, 扬州化工厂产品; 偶联剂 KH-550, 辽宁盖县化工厂产品; 硫磺, 市售一级品; 二甲基硅油, 济南化工四厂产品。

### 1.2 基本配方

ACM 100; 硬脂酸 1; 硬脂酸钠 3.8; 硫磺 0.3; 硬脂酸钾 0.4; 填料 110; 增塑剂(共聚酯) 5; 偶联剂 KH-550 0.5; 防老剂 BLE 2; 操作助剂(二甲基硅油) 4。

### 1.3 试验设备

XK-450 型开炼机, MF-80 型翻斗式密炼机, XK-160 型开炼机, 2 500 N 拉力机, 邵氏硬度计。

### 1.4 试样制备

用开炼机或密炼机进行混炼, 胶料停放 24 h 后, 取片 0.5 kg 置于 XK-160 型开炼机上, 以辊距 0.5 mm 薄通 2 遍后出片。肉眼观察分散度, 然后按拉伸试样厚度要求出胶片, 停放 8 h 后硫化试样, 试样停放 16 h 后, 进行物理性能测试。

## 2 结果与讨论

### 2.1 开炼机混炼

对开炼机混炼进行了装胶批量和加料顺序的试验, 并制定了混炼工艺。

#### 2.1.1 混炼胶的批量

XK-450 型开炼机 NR 每批混炼胶量一般为 45~55 kg。在试验中发现该批量对 ACM 胶料混炼不适合, 该胶混炼时生热大、易粘辊、对配合剂的湿润性差, 配合剂不易分散。为取得最佳装胶批量, 分别进行了 45.4 (相当于 NR 每批混炼胶量), 34.0 和 22.7 kg (相当于 NR 每批混炼胶量的一半) 3 种不同装胶量的试验, 混炼时间分别为 68, 45 和 35 min。出片后在 XK-160 型开炼机上薄通 2 遍, 观察分散程度, 发现批量为 22.7 kg 的较好, 45.4 kg 的较差, 物理性能试验三者基本相同。混炼过程中批量

为 45.4 kg 的操作困难, 辊筒间堆积胶料过多, 生热大, 辊温难以控制, 中间出现了 3 次粘辊现象, 工人的劳动强度大, 耗电量也大, 而批量为 22.7 kg 的混炼过程中上述现象基本不存在, 生产效率与前者基本相同。

### 2.1.2 加料顺序的试验

据 ACM 生产厂对开炼机混炼投料程序的推荐, 加料顺序为: 投入生胶→润滑剂(操作助剂)→防老剂→填料和增塑剂→硫化促进剂→切返(左右倒角打三角包)→薄通 3 次→出片(辊筒温度 60 °C 以下)。

进行了 2 种不同的加料顺序试验, 其批量为 22.7 kg, 辊温为 40~50 °C。

第 1 种: 生胶压合→操作助剂(二甲基硅油)→硬脂酸、防老剂→一半填料和增塑剂交替加入后压合→剩余填料→硫化促进剂、硬脂酸钠、硬脂酸钾、硫黄→打三角包 3~5 次, 薄通 2 遍→出片, 短时过水, 冷风吹干冷却。

第 2 种: 生胶压合→操作助剂(二甲基硅油)、硬脂酸、防老剂、硫化促进剂、硬脂酸钠→填料和增塑剂交替加入→硫黄、硬脂酸钾→打三角包 3~5 次→薄通 3 遍→出片, 短时过水, 冷风吹干冷却。

在混炼操作中发现, 第 1 种加料顺序出现粘辊, 不易操作, 混炼时间长, 操作工艺较复杂。第 2 种加料顺序未出现粘辊, 易于操作, 混炼时间较短, 工艺也较简单。在 XK-160 型开炼机上薄通出片, 肉眼观察分散度, 第 1 种加料顺序的胶内有白色颗粒, 第 2 种未见异常。硫化胶物理性能测试结果见表 1。

表 1 不同加料顺序的硫化胶物理性能测试结果

项 目	第 1 种加料顺序	第 2 种加料顺序
邵尔 A 型硬度/度	80	81
拉伸强度/MPa	6.8	7.1
扯断伸长率/%	125	140
密度/( $\text{Mg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	1.32	1.32

注: 硫化条件 170 °C × 20 min。

由表 1 可以看出第 2 种加料顺序胶料分散均匀, 物性好, 原因是硬脂酸钠既是硫化剂, 又是操作助剂, 同时其熔点高, 与胶料亲和力低,

在胶料中不易分散, 因此该材料在混炼的初期加入有助于其分散和防止粘辊。在混炼操作中还发现, ACM 不易包辊, 但是一旦包辊后, 就快速升温 and 粘辊。达到投胶初期包辊的方法是生胶投入的同时加入部分填料, 这样可促使包辊, 并解决粘辊问题。除按上述第 2 种顺序投料外, 选择润滑性能好的操作助剂二甲基硅油、聚乙二醇和高脂肪酸盐(如 WB220 和 WB16)及有机硅类的 WS280 等也有一定辅助作用。混炼时要小批量、大辊距、低辊温, 操作时要勤割刀、勤翻炼, 尽可能地缩短包辊时间, 可有效地防止粘辊。

经上述试验后确定了开炼机的混炼工艺, 见表 2。

表 2 XK-450 型开炼机混炼工艺

加料顺序	辊温/°C	辊距/mm	时间/min
生胶压合 加少部分填料 操作助剂(二甲基硅油)、 硬脂酸钠、防老剂 BLE、 硬脂酸、偶联剂 KH-550	30~40	1~4	4~5
填料和增塑剂交替加入	≤50	4~5	16~18
硫黄、硬脂酸钾	≤50	4~5	2~3
打三角包 3~5 次	≤50	4~5	2~3
薄通 3 遍以上	≤50	≤1	3~4
下片	50	4~5	1~2
合计	—	—	35±2

注: 批量 22.7 kg。

### 2.2 密炼机混炼

采用密炼机混炼, 据生胶生产厂介绍, 加料顺序为: 投入生胶→加入除硫化剂和促进剂外的全部材料→下片冷却→在开炼机上加入硫化剂和促进剂。

采用 MF-80 翻斗式密炼机进行混炼。

#### 2.2.1 混炼的批量

混炼批量是关键的工艺参数, 因为批量过小, 易出现压散, 过大易出现闷车。对于 MF-80 密炼机, 混炼因数采用 0.625 为宜, 即每批混炼胶为  $80 \times 0.625 = 50 (\text{dm}^3)$ , 因此在我们一般采用  $50 \sim 51 \text{ dm}^3$ 。

#### 2.2.2 混炼温度

ACM 是高饱和橡胶, 混炼时不易出现焦烧和凝胶, 分子链也不易出现高温断裂, 因此可采

用高温混炼。我们确定混炼温度为 100 ~ 130 °C, 排胶温度为 140 °C 以下(排出混炼胶料温度 160 °C 以下)。

### 2.2.3 压砵压力

压砵压力确定为 0.6 ~ 0.8 MPa。

### 2.2.4 投料顺序

过去我们采用三次投料, 即生胶塑炼→操作助剂等小料和一半填料→剩余填料→排胶下片, 冷却后在开炼机上加入硫化剂和促进剂。采用这一工艺方法, 经常出现严重的分散不匀现象, 胶料中有白色颗粒, 严重影响产品质量, 经分析发现其原因是硬脂酸钠的熔点高, 在开炼机上加入不易熔化; 该胶易粘辊, 薄通辊距过大, 薄通次数过少。由于硬脂酸钠是交联剂, 而硬脂酸钾和硫黄是活化自由基的促进剂, 可将其分开, 即将硬脂酸钠在密炼机中加入(混炼温度可熔化), 硬脂酸钾和硫黄在开炼机中加入, 上述问题便得到解决。对投料顺序做了如下试验:

(A)一次投料, 即将生胶及除硬脂酸钾和硫黄以外的全部配合剂一起投入密炼室进行混炼。

(B)二次投料, 即投入生胶进行塑炼后, 再加入除硬脂酸钾和硫黄以外的全部配合剂。

(C)三次投料, 即生胶投入塑炼后, 加入除硬脂酸钾和硫黄以外的小料和一半填料, 最后投入剩余填料。

(D)逆混炼二次投料, 即将除硬脂酸钾和硫黄以外的全部配合剂投入密炼室中, 落下压砵开机混合 30 s, 再投入生胶进行混炼。

对 4 种加料方法进行了分散均匀度的观察, 均无分散不匀现象。相应硫化胶物理性能测试结果见表 3。

表 3 不同投料方法的硫化胶物理性能试验结果

项 目	投料方法			
	A	B	C	D
邵尔 A 型硬度/度	80	81	81	80
拉伸强度/MPa	7.1	7.2	7.1	7.1
扯断伸长率/%	146	145	140	140
密度/(Mg·m <sup>-3</sup> )	1.31	1.31	1.31	1.31

注: 同表 1。

从表 3 可以看出 4 种投料方法胶料的物理性能基本相同。但从现场观察, 一次投料启动电流较高, 逆混炼二次投料配合剂有飞扬现象, 二次投料和三次投料效果较好, 因此确定了如表 4 所示的密炼工艺。

表 4 密炼机混炼工艺

加料顺序	混炼温度/°C	时间/min
生胶投入塑炼	80 ~ 100	3 ~ 4
投入除硬脂酸钾和硫黄以外的全部配合剂	100 ~ 130	10 ~ 11
排胶	≤ 140	2 ~ 3
合计	—	16 ± 1

注: 批量 50 dm<sup>3</sup>。

排胶后在 XK-450 型开炼机上下片, 冷却到室温, 在开炼机上(批量 25 dm<sup>3</sup>)加入硬脂酸钾和硫黄, 打三角包 3 ~ 5 次, 薄通 3 ~ 5 次出片。胶片放入油酸钠水溶液中, 短时(10 s 左右)快速捞出, 用强风吹干冷却, 存放待用。

### 2.2.5 密炼机混炼中易出现的异常现象及解决方法

(1)闷车。闷车是密炼中易出现的现象, 造成操作人员精神紧张, 处理不当易造成设备和质量事故。产生的原因是批量过大, 混炼温度过低, 电压不足, 变速箱动力消耗大, 输出功率低, 压砵压力过大。产生闷车现象要立即提起压砵, 并关闭电源, 然后间断启动电源将其晃开。如果无效, 可向密炼室内投入机油等液体软化剂, 再间断启动电源将其晃开。

(2)压散(粉料与橡胶未混合成块)。压散也是较常出现的操作事故, 产生的原因是批量太小, 混炼温度过低, 压砵压力不够。解决方法是针对其产生原因进行调整, 但是一旦出现压散, 要立即打开蒸汽开关, 提高密炼室内温度, 向密炼室内投入未加促进剂的混炼胶, 以增大混炼批量和加大压砵压力。

(3)焦烧。因 ACM 是高饱和橡胶, 在混炼过程中不易出现焦烧, 一旦出现要立即出片, 快速冷却, 冷辊, 低温薄通处理, 即可消除焦烧疙瘩。

## 3 结论

(1)确定 ACM 胶料开炼机混炼的批量为

22.7 kg, 加料顺序为: 生胶压合、加部分填料——操作助剂(二甲基硅油)、硬脂酸钠、防老剂 BLE、硬脂酸、偶联剂 KH-550——填料和增塑剂交替加入——硫黄和硬脂酸钾——打三角包 3~5 次——薄通 3 遍以上——下片。

(2) 确定密炼机混炼的批量为 50~51

### 微机控制平板硫化机通过鉴定

中图分类号: TS943.56<sup>+2</sup> 文献标识码: D

青岛亚东橡胶集团研制生产的 XLB-1.00MN-450×450-IV 微机控制平板硫化机日前通过青岛市科委组织的鉴定, 并投入批量生产。专家一致认为, 该产品具有操作灵活、性能可靠、工作效率高、热板温差低、自动化程度高等优点, 适用于各种橡胶制品、塑料制品等模型制品和非模型制品。目前该公司生产的微机控制平板硫化机年产量达 60 台。

(摘自《中国化工报》, 2000-07-18)

### 充油顺丁橡胶 BR9073 通过鉴定

中图分类号: TQ333.2 文献标识码: D

齐鲁石化股份有限公司橡胶厂与青岛化工学院共同完成的充油顺丁橡胶 BR9073 开发及工业试生产项目, 近日通过中国石化集团公司组织的技术鉴定。

BR9073 不仅具有普通 BR 的高弹性、低磨损性, 而且还具有生产成本低、加工性能好、耐屈挠、耐寒以及抗湿滑性好的特点。

为改变 BR 品种长期单一的局面, 齐鲁石化公司橡胶厂从 1988 年开始, 与青岛化工学院合作, 采用向镍系催化体系中添加含氧化合物的方法研制高门尼 BR, 1997 年 3 月进行第 1 次工业试验, 成功地生产出 BR9073 30 t。通过有关部门对产品的基本性能、实用性能、轮胎试制及里程试验的全面测试, 产品质量达到国际同类产品水平。

为了使产品尽快投放市场, 该厂根据已掌握的技术, 反复优化工艺流程, 在 BR 装置上完成了生产充油橡胶部分改造, 并于去年 3 月进行了第 2 次工业试验, 首次大批量生产出 1 035

dm<sup>3</sup>, 混炼温度为 100~130 °C, 排胶温度为 140 °C 以下, 压砷压力为 0.6~0.8 MPa, 投料顺序为: 生胶塑炼——除硬脂酸钾和硫黄以外的全部配合剂——排胶。

收稿日期: 2000-03-17

t 产品。

BR9073 投放市场后, 以价格便宜、加工容易(节电)、制品表面质量优异而备受用户青睐。由于其加工性能优良, 可以改善制品的表面质量及轮胎的抗湿滑性和胎面崩花掉块现象, 引起了轮胎业和管带业的极大关注。目前, 该厂正在加紧对 BR 装置进行增加配套措施的改造, 改造后年产能可达万吨级。

(摘自《中国化工报》, 2000-07-27)

### 国泰成功实施反包胶囊国产化改造

中图分类号: TQ330.4<sup>+6</sup> 文献标识码: D

荣成国泰轮胎有限公司经过不懈努力, 终于成功地对 KRUPP 成型机反包胶囊进行了国产化改造, 用自制的胶囊替代了进口胶囊, 为企业节省了大量外汇。

KRUPP 成型机反包胶囊是子午线轮胎成型过程中的重要部件, 长期依赖进口。进口胶囊由于设计存在缺陷, 使用寿命短(每条胶囊只能成型 3 000 条), 且外方经常不能及时供货, 严重影响正常生产。鉴于此, 公司对进口胶囊进行了测量和剖析, 找到了制约胶囊使用寿命的各种因素, 而胶囊裂口则是其中的主要原因。通过在胶囊上增加骨架材料、调整内外层胶料配方、采用二次硫化工艺、改进胶囊子口部位的构造等措施, 解决了胶囊使用寿命短的问题。

改造后的胶囊厚度一致, 膨胀均匀, 胶囊强度大, 反包力大, 气密性好, 耐屈挠性好, 永久变形小, 经实际使用完全符合工艺要求, 可以替代进口胶囊。改造后的胶囊平均每条可成型胎坯 6 200 条, 成本仅为 40 元, 大大降低了生产成本。

(摘自《中国化工报》, 2000-07-15)