

中华人民共和国国家标准

橡胶试验胶料的配料、混炼和硫化 设备及操作程序

GB 6038—93

代替 GB 6038—85

Rubber test mixes—Preparation, mixing and
vulcanization—Equipment and procedures

本标准参照采用国际标准 ISO/DIS 2393—1989《橡胶试验胶料——配料、混炼和硫化——设备及操作程序》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了橡胶试验胶料的配料、混炼、硫化等步骤所需设备和一般操作程序。
本标准适用于试验室橡胶试验用胶料和试样的制备。

2 引用标准

GB 2941 橡胶试样环境调节和试验的标准温度、湿度及时间
HG/T 5—1615 实验用开放式炼胶机

3 术语

基本配方量：以生胶或油充生胶为 100 g 时胶和配方中所有配合剂的总量，以克计。
批混炼量：指一次加工所制得的胶料总量。

4 试验胶料的配料

4.1 配合剂

- 4.1.1 制备橡胶试验用胶料的各种配合剂应符合有关标准的规定。
4.1.2 凡要求加工处理(如干燥、粉碎、过筛等)后使用的配合剂,应按加工技术条件进行处理。

4.2 混炼胶的批量

非在有关标准中另有规定,用标准试验室开放式炼胶机每次批混炼量应是基本配方量的四倍。标准密炼机每次批混炼量应等于密炼机额定容量乘以混炼胶的密度。

注：若采用较小的批混炼量,其结果可能不同。建议最低混炼生胶质量为 200 g。

4.3 称量允许误差

生胶和炭黑的称量应精确至 1 g;油类应精确至 1 g 或 $\pm 1\%$ (以精确度高的为准);硫黄和促进剂精确至 0.02 g;氧化锌和硬脂酸精确至 0.1 g;所有其他配合剂应精确至 $\pm 1\%$ 。

5 试验胶料的混炼

5.1 混炼设备

- 5.1.1 开放式炼胶机应符合 HG/T 5—1615 及下述规定,其主要技术特征如下:

辊筒直径(外径),mm 150~155

国家技术监督局 1993-12-30 批准

1994-10-01 实施

辊筒长度(两挡板间),mm	250~280
前辊筒(慢辊)转速,r/min	24±1
辊筒速比	1.0:1.4
两辊筒间隙(可调),mm	0.2~8.0
辊距允许偏差	±10%或0.05 mm,取其中较大者
控温偏差,℃	±5

注:①若使用其他规格开放式炼胶机,需调整混炼程序才能获得可比结果。

②辊距调整方法见附录A。

5.1.2 密炼机

5.1.2.1 密炼机的主要技术特征如下:

转子型式 非啮合转子或切向式转子

混炼室容积,L 1.57

额定混炼容量,L 1.17±0.04

转子速度(快转子),r/min 77±10

110±10

转子摩擦比 1.125:1

转子间隙,mm

新 2.38±1.13

旧 ≤3.70

功率(快转子),kW 0.13

上顶栓混炼时压力,MPa 0.5~0.8

5.1.2.2 密炼机应装有测温系统、记时装置和功率或转距记录系统,以便分别指示和记录混炼操作中的温度、时间和所消耗的功率和转矩。

5.1.2.3 密炼机还应配有有效的加热和冷却系统,以便控制转子和混炼室内腔壁表面的温度。

5.1.2.4 为防止发生事故,密炼机应装有适当的排气系统和安全装置。

5.1.2.5 为将密炼机排出的胶料压实,应同时备有符合5.1.1条所规定的开放式炼胶机。

5.1.2.6 使用不同类型密炼机,最终所得混炼胶性能可能不同,若适当调整混炼程序有可能得到比较的结果。仲裁试验时这种调整应通过试验由有关双方协商确定。

注:当转子间隙达到3.70 mm时,约增加10%的混炼容积,当间隙超过3.70 mm时需进行大修,否则影响混炼质量。

5.2 混炼程序

5.2.1 开放式炼胶机混炼程序

5.2.1.1 除非在相应标准中另有规定,每批胶料混炼时都要包在前辊上。

5.2.1.2 在混炼过程中,辊筒温度始终保持在规定温度的±5℃范围内,采用精度为±1℃的表面测温计测量辊筒表面中间部位的温度。为了测量前辊筒表面温度,可以把胶料迅速地从炼胶机上取下,测定辊温之后再胶放回。

5.2.1.3 作3/4割刀时,其操作方法是:分别由右向左,由左向右,割取包辊胶宽度的3/4,待辊上积胶全部通过辊筒间隙时,将割下的胶推向辊筒的左边或右边并续入,如此往返切割。左右切割一次为一刀。两次连续割刀之间允许间隔时间为20 s。

5.2.1.4 当堆积胶或辊筒表面上还有明显的游离粉料时不应切割胶料,从间隙散落下来的配合剂应及时小心收集并重新混入胶料中。

5.2.1.5 需分两个阶段混炼的胶料,在进行第二阶段混炼操作之前让混炼胶至少放置30 min或直至胶料达到室温为止,两个阶段混炼之间最长放置时间为24 h。

5.2.1.6 为获得压延效应,建议在取出硫化仪试样和混炼胶粘度试样后,余下混炼胶在 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 下过辊四次,每次过辊之后沿混炼胶纵向对折,并让胶片总以同一方向过辊,调整辊距使收缩后胶片厚度为 $2.2 \sim 2.4 \text{ mm}$,适于制备哑铃试样的硫化胶片。若需制备环形试样的硫化胶圆片,让压出胶片厚度为 $4.2 \sim 4.4 \text{ mm}$ 。

5.2.1.7 混炼后胶料质量与所有原材料总质量之差为 $0.5\% \sim -1.5\%$ 。

5.2.1.8 混炼后胶料应放在平整、干净、干燥的金属表面冷至室温,冷却后胶料应用铝箔或其他合适材料包好以防污染。

5.2.2 密炼机混炼程序

5.2.2.1 密炼机混炼方法应按不同橡胶相应标准规定进行,若无现成标准可以依据,可按供需双方协议规定进行混炼。

5.2.2.2 开始混炼试验时,可先混炼一个与试验胶料配方相同的胶料调整密炼机的工作状态。对同一批混炼胶料,密炼机的控制条件应保持相同。

5.2.2.3 密炼机排出胶料应在开放式炼胶机上压实,并在平整、洁净金属表面上冷至室温。

5.2.2.4 进行第二段混炼的胶料应按 5.2.1.5 的规定放置。当用开放式炼胶机进行二段混炼时,应按有关标准和配方要求加入剩余配合剂,同时每批混炼胶量应减至基本配方量的四倍。当用密炼机进行二段混炼时,应先将胶料切成条状投入密炼机,然后再按规定加入余下配合剂。从密炼机排出胶料应按 5.2.2.3 条所述压实、冷至室温。

5.2.2.5 欲获得具压延效应的胶片制备哑铃状试样时,应按 5.2.1.6 规定下片。

5.2.2.6 混炼后胶料的质量与所有原材料总质量之差为 $0.5\% \sim -1.5\%$ 。

注:已知某些橡胶和配合剂含有少量挥发物,它们在密炼机混炼温度下可能挥发,其结果无法满足上述质量差允许界限,此时应在试验报告中注明实际质量差。

6 试样用胶片的硫化

6.1 胶料准备

6.1.1 混炼后的胶料应按 GB 2941 规定调节 $2 \sim 24 \text{ h}$ 。

6.1.2 将调节后的胶片切成与模腔尺寸相对应的胶坯,并标出胶料名称、编号和硫化条件,对哑铃状试样应同时标出胶料压延方向。

6.1.3 胶料尽可能不要返炼,一旦需要返炼,应按混炼时的辊温进行返炼。

6.1.4 胶坯质量可按以下方法计算:

$$\text{胶坯质量(g)} = \text{模腔容积(cm}^3\text{)} \times \text{胶料密度(g/cm}^3\text{)} \times (1.05 \sim 1.10)$$

为保证模压硫化时有充足的胶量,胶料的实际用量应比计算的量再增加 $(5 \sim 10)\%$ 。

6.2 平板硫化机

6.2.1 硫化机两热板加压面应相互平行,将软质铅条放置在热板之间,当热板在 150°C 满压下闭合时,其平行度应在 0.25 mm/m 范围之内。

6.2.2 热板采用蒸汽加热或电加热。当使用蒸汽加热时,在蒸汽管道引出端需安装自动汽水分离器或汽孔,以便使蒸汽连续通过热板。如用箱式热板,则应将蒸汽出口设置在略低于蒸气室的部位,以保证良好的排水。

6.2.3 平板在整个硫化过程中,在模具型腔面积上施加的压强不低于 3.5 MPa 。

6.2.4 无论使用何种型号的热板,整个模具面积上的温度分布应均匀。同一热板内各点间及各点与中心点间的最大温差不超过 1°C 。相邻二热板之间其对应位置点的温差不超过 1°C 。在热板中心处的最大温度偏差不得超过 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。热板温度分布测定方法见附录 B。

6.2.5 为了防止加热板与加压活动平台之间的热传导,最好在它们之间加上钢制隔离板或用其他方法使之尽量减少热损失,并对热板周围的通风进行适当的隔离。

6.3 模具

6.3.1 用于硫化橡胶物理试验用试样的模具应根据试验中所规定试样尺寸、形状以及硫化设备的有效面积来设计制造。材料采用中碳钢或不锈钢,模腔表面应镀铬或抛光,粗糙度 R_a 不大于 1.6。模具的模盖与模底的厚度不应小于 10 mm。

6.3.2 模腔表面在一般情况下,不使用隔离剂,如果需要时可使用少量与硫化胶不产生化学作用的残留型隔离剂。适用的隔离剂有硅油或中性皂液等。

为避免模腔中遗留材料的污染,可以将玻璃纸、聚酯薄膜、铝箔等薄材料垫在模腔中的上下两面,同时对胶坯用胶量适当予以调整。

6.4 硫化程序

6.4.1 胶坯硫化前应将模具放在闭合平板上预热至规定的硫化温度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 范围内,并在该温度下保持 20 min,连续硫化时可不再预热。硫化时每层热板仅允许放置一个模具。

6.4.2 开启平板并在尽可能短时间内将准备好胶坯装入模具,闭合平板。当取出模具装胶坯时,应采取预防措施以免模具因接触冷金属板或暴露在空气流中而过冷。

6.4.3 硫化时以加足压力开始至泄压这段时间作为硫化时间。硫化期间模腔压强不得少于 3.5 MPa。硫化时间允许误差为 ± 20 s。

平板一打开立即取出硫化胶片,放入室温水或低于室温水中冷却,或放在金属板上冷却 10~15 min,用于电学测量的胶片应放在金属板上冷却。放水中冷却的胶片擦干后在 GB 2941 规定的温度下保存备验。上述两种操作要仔细,以防胶片过分拉伸和变形。

6.4.4 硫化过程中应记录实际硫化温度和时间。

附录 A
辊距调准方法
(补充件)

A1 准备工作

- A1.1 准备两根铅条,长至少 50 mm、宽 10 ± 3 mm、厚度比欲测辊距厚 0.25~0.50 mm。
A1.2 准备一块尺寸约 75 mm×75 mm×6 mm 混炼胶,其门尼粘度 ML(1+4)100℃大于 50。

A2 辊距允许偏差

在辊距为 0.2~0.5 mm 时为 ± 0.05 mm,在辊距为 1.0~3.0 mm 时为 ± 0.10 mm。辊距为 3.0~8.0 mm 时辊距容许偏差为 $\pm 10\%$ 。

A3 调整步骤

- A3.1 调辊距前,将辊筒温度调节至混炼所要求的温度,再根据手轮指针将辊距大致调至所需数值。
A3.2 把两根铅条放在辊筒两端,在距挡板约 25 mm 处各插一条,同时把混炼胶从两辊筒中心部位轧过。
A3.3 铅条经辊筒间轧过后用精度 0.01 mm 厚度计测其厚度。
A3.4 当实测辊距超出允许偏差时,应当调整辊距后再次按 A3.2 和 A3.3 规定测定调整后的辊距,直至符合辊距要求为止。

附录 B
热板温度分布测定方法
(补充件)

B1 一般说明

本附录提出了测定平板硫化机热板温度均匀性的方法。本方法采用测温电偶或其他测温装置进行测量,测温点以多点矩形排列法(如图 B1 所示)安排,主要测量在工作压力下的温度,其误差不大于 1℃。

B2 测温点的数量

按多点矩形排列法测温点数量最少应选择 9 点,测温点的横排、竖行与热板边缘的距离应根据热板的大小而均匀分布在平板上。

B3 测定步骤

- B3.1 用热电偶多点排列法有测温点位置固定和测量迅速的优点,但要求热电偶导线的特性一致,以保证测定温度的准确可靠。

将测温热电偶排列在热绝缘板(橡胶板)上。橡胶板的厚度为 15~20 mm,硬度(邵尔 A)65~70,面积与平板相同。在橡胶板测温点背面留有可放置测温热电偶导线沟槽,把测温热电偶从橡胶的背面穿过,固定在橡胶板上,也可以在同一板上相对排成两组,能同时测量相邻的两块平板。在测量试验中将测温橡胶板夹在两平板之间,使它们紧密接触。当温度稳定时,用测温电位差计(精确度 0.5 级)测量各测定点的温度。每个测温点最少测量 3 次。

B3.2 测量注意事项

- a. 测定开始前平板必须在工作温度下预热 90 min。

- b. 测定时热板温度必须稳定。
 - c. 每个测量点最少测量3次,每次测温间隔为10 min,取平均值。
 - d. 当各点与中心温差超过规定时,应调动测温点位置,以测出热板温度达到均匀分布的区域。
- B4 应定期检测及校正硫化平板的温度。

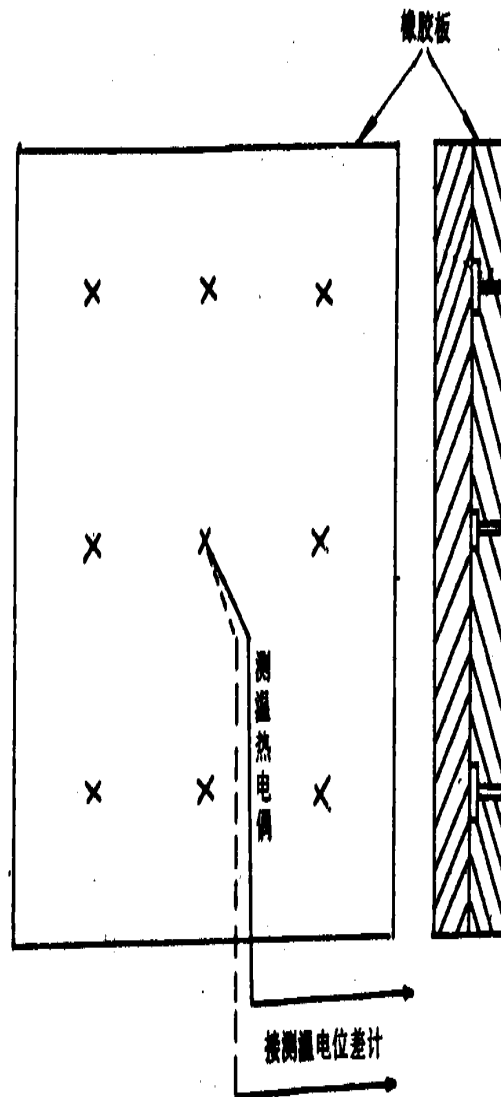


图 B1 测温热电偶分布排列图

GB 6038—93

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院归口。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院负责起草。

本标准主要起草人张芬厚、陈颜、张涛。

本标准由化学工业部北京橡胶工业研究设计院负责解释。