

НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ВУЛКАНИЗАЦИИ ФОРМОВЫХ РЕЗИНОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

© 2011 В. Н. Астапов, С. К. Мисиевич

Самарский государственный аэрокосмический университет
имени академика С. П. Королева (национальный исследовательский университет)

Предлагается метод неразрушающего контроля вулканизации формовых резинотехнических изделий. Показано, что информацию о качественных характеристиках вулканизированной резины несут в себе такие электрофизические параметры резины, как сопротивление по постоянному и переменному току. Приведена функциональная схема экспериментальной установки и разработана схема устройства неразрушающего контроля качества вулканизации резины в технологическом процессе.

Вулканизация, формовые резинотехнические изделия, параметры вулканизации, неразрушающий контроль, качество вулканизации, реометрические кривые, электрофизические параметры.

Для экспресс-контроля вулканизуемости резиновых смесей применяется стандартный метод определения “кольцевого” модуля резины — условного показателя упругости резины. Образцы резины, имеющие форму кольца, растягивают на приборе, содержащем двуплечий рычаг, закреплённый на оси, и указатель растяжения резины. В результате отмечается точка разрыва вулканизированного кольцевого образца [1]. Определённые таким образом основные параметры вулканизации формовых температуры и времени вулканизации могут отличаться от параметров вулканизации из другой партии резиновых смесей. Нормативные параметры вулканизации, значение которых известны априорно для каждого сорта резины, могут не обеспечить требуемых показателей качества, так как состав исходного сырья, выходящего из резиносмесителя, может изменяться в значительной степени.

Целью настоящей работы является разработка метода неразрушающего контроля качества вулканизации формовых резинотехнических изделий непосредственно в технологическом процессе и разработка на его базе технических средств автоматизированного контроля качества вулканизации.

Процесс вулканизации представляет собой сшивание макромолекул, в процессе чего каучук теряет пластические и приобретает эластические свойства. Как правило,

вулканизация осуществляется при повышенных температурах химическим соединением серы, её соединений, а также перекисей, комплексных соединений. Каучуки с активными функциональными группами могут сшиваться путём химического взаимодействия с ними соответствующих реакционноспособных веществ, например оксидами металлов для хлоропренового каучука. Основным вулканизирующим агентом в настоящее время является сера, применяемая в сочетании с ускорителями, активаторами и вторичными активаторами процесса вулканизации.

Известно, что в процессе вулканизации каучуков изменения свойства композиции носят монотонный характер, но в основном описываются кривыми, имеющими экстремальный характер. Характерные зависимости изменения свойств композиции показаны на рис. 1. Как видно из рисунка, характерные свойства композиции резины достигают максимума в различное время вулканизации.

Изменение физико-механических свойств композиции обусловлено структурированием молекул сшивания их с молекулами серы. Однако, если на начальном этапе преобладают процессы структурирования, то по достижении времени, значение которого зависит от сорта резины, начинаются деструктивные процессы, приводящие к реверсии вулканизации.

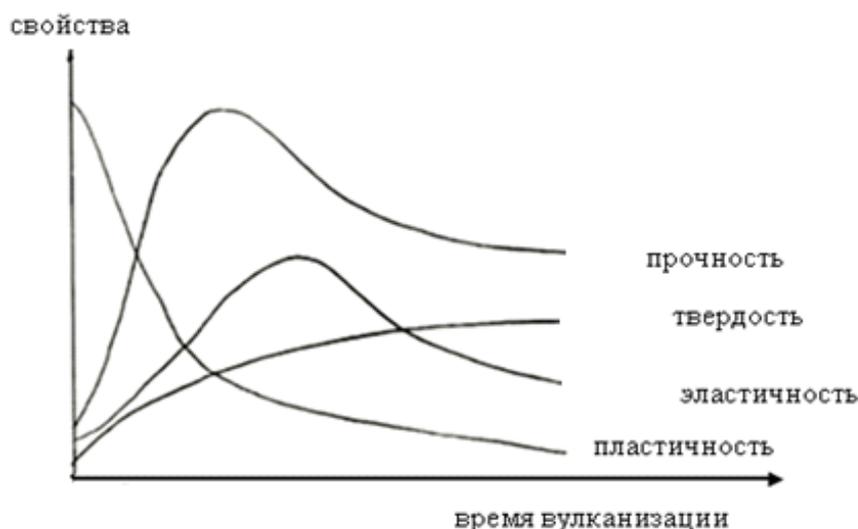


Рис. 1. Зависимость свойств композиции от времени вулканизации

С технической точки зрения реверсия вулканизации или перевулканизация являются нежелательными процессами. Перевулканизированные резины менее прочны, имеют низкое сопротивление старению. Недовулканизуемые же резины имеют более высокое значение сопротивления раздиру и сопротивления образованию и разрастания трещин при многократном изгибе. В точке оптимума вулканизации резина имеет наилучшую прочность и модули при растяжении, сопротивление истиранию и устойчивость к старению [1]. Обычно на практике стремятся использовать несколько недовулканизированные резины, когда процессы деструкции не начали развиваться.

Основным методом определения оптимальных параметров вулканизации является метод анализа реометрических кривых. Для этих целей проводятся лабораторные исследования вулканизационных характеристик смесей на реометрах типа «Монсанто - 100». Приборы подобного типа имеют цилиндрическую камеру, в которой совершает периодические синусоидальные колебания с амплитудой $\pm 1+3^\circ$ биконический ротор. Запрессовка в камеру и испытания при $150 + 200^\circ\text{C}$ резиновой смеси позволяют получить кривую кинетики вулканизации смеси в виде зависимости сопротивления резиновой смеси

колебательным движениям ротора в камере с момента её закрытия.

После разогрева вязкость смеси при некоторых температурах вулканизации характеризует минимальный крутящий момент $M_{\text{мин}}$. Время сохранения вязкотекучего состояния до начала вулканизации определяется по кривой как время T_s , характеризующее индукционный период в начале вулканизации. Максимальный крутящий момент $M_{\text{макс}}$ определяет время достижения резины максимальной жёсткости. При испытаниях резиновых смесей возможны три типа кривых (рис. 2, по оси ординат показан крутящий момент в Н·м):

1 - крутящий момент уменьшается после достижения максимального значения, которое принимается далее за величину $M_{\text{макс}}$;

2 - крутящий момент достигает своего равновесного значения и его максимальное значение выбирают по равновесной величине;

3 - крутящий момент монотонно возрастает с переходом кривой на участок с переменной скоростью изменения крутящего момента.

Оптимальное время вулканизации $t_{\text{во}}$ рассчитывают, принимая оптимальной степень вулканизации по достижении 90 % крутящего момента в ходе вулканизации:

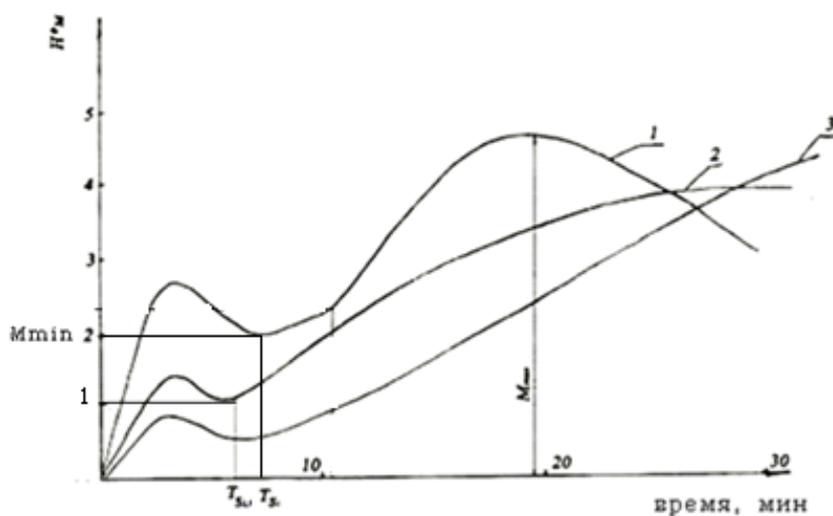


Рис. 2. Реометрические кривые вулканизации смесей различных типов

$$M_{\text{во}} = M_{\text{мин}} + 0,9(M_{\text{макс}} - M_{\text{мин}}).$$

Скорости вулканизации V_s (%/мин) вычисляют по формуле

$$V_s = 100 / (t_{\text{во}} - T_s).$$

Цеховой контроль всех заправок по плотности, вязкости и вулканизационным характеристикам на реометре Монсанто даёт наиболее достоверную информацию, однако использование его для контроля всех заправок не представляется технически осуществимым. Кроме того, определение вулканизационных характеристик изделий различных форм с помощью данного метода невозможно.

В связи с этим возникает необходимость поиска иного способа оценки качества вулканизации, позволяющего определять вулканизационные характеристики в реальном масштабе времени и применимого для исследования процессов вулканизации изделий различной формы.

Способ должен допускать реализацию его доступными средствами измерения и обработки информации.

Экспериментальные исследования показали, что перспективным направлением с точки зрения оперативного контроля являются электрофизические методы контроля качества вулканизации.

Наибольшей чувствительностью и простотой реализации характеризуется метод

измерения электрического сопротивления резины постоянному и переменному току в процессе вулканизации. Здесь относительное изменение электрофизических свойств в процессе вулканизации составляет несколько порядков. Это обстоятельство и предопределило использование данного метода в качестве основы настоящей разработки. Кроме того, измерение электрического сопротивления осуществляется достаточно простыми и надёжными техническими средствами и в перспективе может быть реализовано непосредственно на рабочих прессформах методом неразрушающего контроля степени вулканизации формовых резинотехнических изделий.

Для определения характера зависимости сопротивления резины в процессе вулканизации были проведены эксперименты, в процессе которых исследовались некоторые марки резин. Схема экспериментальной установки представлена на рис. 3, а техническая реализация данного метода показана на рис. 4.

Генератор Г1 формирует синусоидальное напряжение частотой от 10^2 до 10^6 Гц, генератор Г2 формирует постоянное стабильное напряжение.

Данные напряжения (U_1 и U_2) через переключатели П (11) поочерёдно подключаются к пресс-форме, заполненной сырой резиной. Резисторы R1 и R2 служат для съёма измеряемого напряжения. Вулканизация

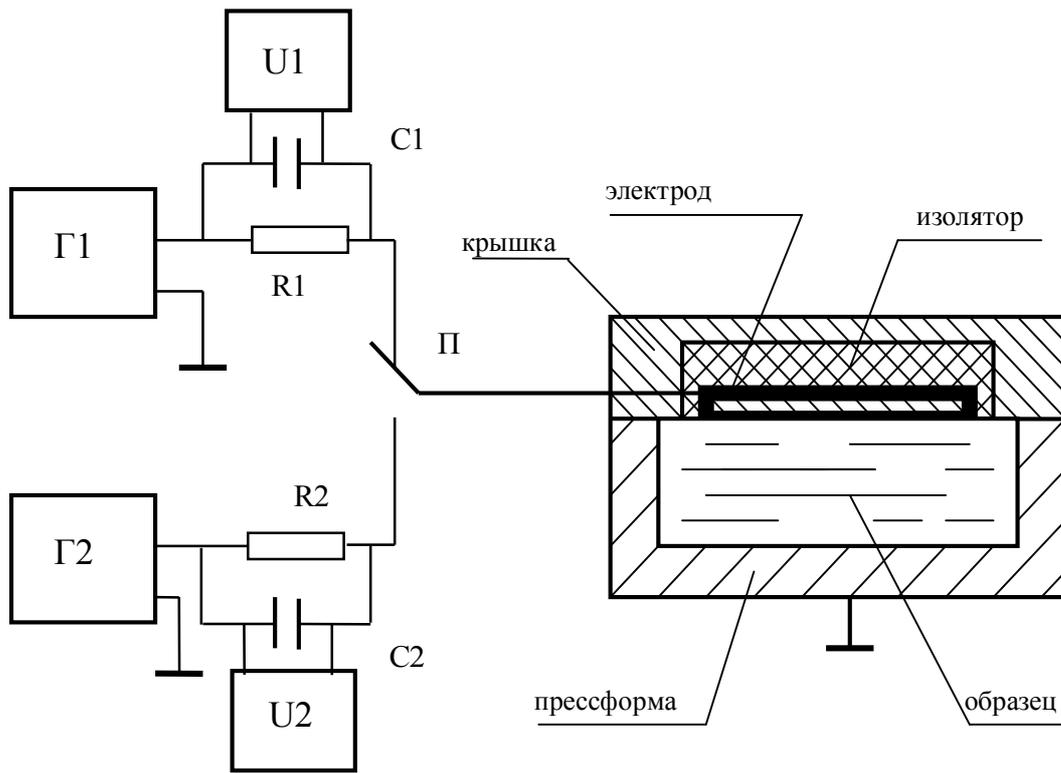


Рис. 3. Схема экспериментальной установки

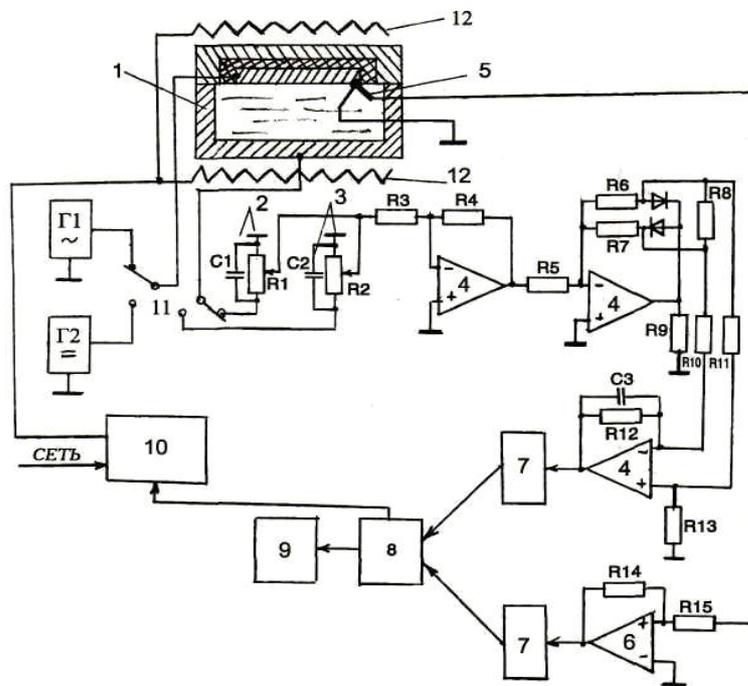


Рис. 4. Схема устройства неразрушающего контроля и управления степени вулканизации формовых резинотехнических изделий:

- 1 - пресс-форма; 2 - RC-фильтр переменного напряжения; 3 - RC-фильтр постоянного напряжения;
- 4 - схема усиления и выпрямления сигнала; 5 - термопара; 6 - усилитель термоЭДС; 7 - АЦП;
- 8 - микроконтроллер; 9 - цифровая индикация; 10 - коммутатор сетевого напряжения;
- 11 - переключатели; 12 - электронагреватели (ТЭН)

производилась на лабораторной пресс-форме с подогревом от электронагревательных элементов мощностью 2 кВт.

При нагреве начинается процесс вулканизации, в результате чего проводимость резины по переменному и постоянному току увеличивается. Таким образом, изменяющийся сигнал с выхода пресс-формы поступает через фильтр (2 и 3 на рис. 4) на схему усиления и выпрямления 4, постоянное напряжение через АЦП 7 поступает в микроконтроллер 8, где запоминается и высвечивается на цифровом индикаторе 9 в реальном времени вулканизации. Температура вулканизации задаётся с помощью клавиатуры микроконтроллера. По заданному алгоритму микроконтроллер через сетевой коммутатор 10 управляет нагревом ТЭНов-12, тем самым поддерживая требуемую температуру вулканизации, которая определяется с помощью термопары 5, усилителя термоЭДС-6 и второго АЦП-7 [2].

Результаты экспериментальных исследований процесса вулканизации представлены в таблице 1.

В таблице 1 E_{\min} – напряжение, снимаемое с R1 (R2) в начале процесса вулканизации, E_{\max} – напряжение на R1 (R2) в конце процесса вулканизации; T_{\min} – начальная температура пресс-формы, T_{\max} – максимальная температура вулканизации; t_{\max} – время вулканизации.

Результаты показывают, что в процессе вулканизации наблюдается ярко выраженный рост проводимостей переменного и постоянного тока и снижение роста проводимости при окончании вулканизации. Таким образом, признаком окончания вулканизации может служить момент выполаживания зависимости проводимостей на переменном и постоянном токе. Общий вид диаграмм изменения проводимости образцов резин в процессе его вулканизации приведён на рис. 5.

Таким образом, проведённые исследования показывают, что выявленная закономерность изменения проводимостей вулканизируемой резины может быть использована при контроле качества процесса вулканизации формовых резинотехнических изделий.

Таблица 1. Результаты экспериментальных исследований вулканизации образцов резин

Марка резины	Измерение на переменном токе					Измерение на постоянном токе				
	E_{\min} мВ	T_{\min} °С	E_{\max} мВ	T_{\max} °С	t_{\max} мин	E_{\min} мВ	T_{\min} °С	E_{\max} мВ	T_{\max} °С	t_{\max} мин
6190	0	20	3200	203	22	9	20	23	220	25
2959	0,2	27	820	119	36	3,2	27	10,5	119	36
H232	140	42	11000	198	33	9	42	400	198	33
4161	44	28	4600	203	33	7	28	54	203	33
1352	150	66	9000	202	15	40	66	230	202	27
7B14	60	46	8400	192	27	9	180	192	200	27

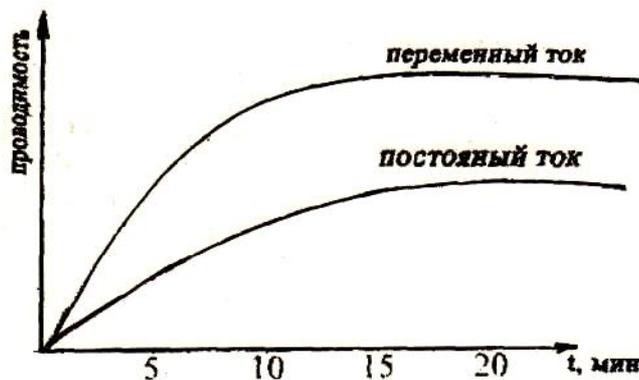


Рис. 5. Общий вид диаграмм вулканизации образцов резин

Библиографический список

1. Воробьев, Г. Г. Автоматическая моделирующая система оценки качества вулканизации автомобильных шин [Текст] / Г. Г. Воробьев, В. И. Сапрыкин и др. // Автоматизация процессов нефтепереработки и нефтехимии. - Куйбышев, 1985.
2. Астапов В. Н. Устройство для автоматического контроля и управления степени вулканизации формовых резинотехнических изделий [Текст] / В. Н. Астапов, И. Г. Абдулин // Свид. РФ на полезн. модель №24812. Бюл. № 24. 2002.

NONDESTRUCTIVE QUALITY CONTROL OF MECHANICAL-RUBBER GOODS VULCANIZATION

© 2011 V. N. Astapov, S. K. Misiyevitch

Samara State Aerospace University
named after academician S. P. Korolyov (National Research University)

A new method of nondestructive quality control of mechanical-rubber goods vulcanization is suggested. The method is based on the measurement of rubber electric resistance to direct and alternating current during vulcanization.

Vulcanization, mechanical rubber products, vulcanization parameters, non-destructive testing, quality of vulcanization, rheometric curves, electrophysical parameters.

Информация об авторах

Астапов Владислав Николаевич, кандидат технических наук, доцент кафедры электронных систем и устройств, Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С. П. Королёва (национальный исследовательский университет). E-mail: asta-2009@mail.ru. Область научных интересов: устройства контроля качества и автоматизированные системы управления в нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности.

Мисиевич Сергей Константинович, старший инженер НИЛ-35, Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С. П. Королёва (национальный исследовательский университет). E-mail: sergey@smr.ru. Область научных интересов: автоматизация производственных процессов вулканизации резинотехнических изделий.

Astapov Vladislav Nikolayevitch, candidate of technical sciences, associate professor, associate professor of the department of electronic systems and devices, Samara State Aerospace University named after academician S. P. Korolyov (National Research University). E-mail: asta-2009@mail.ru. Area of research: devices quality assurance and automated control systems in the petroleum-refining industry.

Misiyevitch Sergey Konstantinovich, leading engineer, research laboratory - 35, Samara State Aerospace University named after academician S. P. Korolyov (National Research University). E-mail: sergey@smr.ru. Area of research: vulcanization of rubber.