

提高混炼胶分散性及预测精度的研究 *

张 海 贺德化 邵蓉鲁 ** 吕 祺 李 华 关毅璋 马铁军

(华南理工大学,广州 510641)

摘要 使用自制的 MGK1 型密炼机混炼微机监控系统,采用日常生产混炼工艺过程的有关参数,剔除数据中的奇异点,根据泰勒展开原理进行变量变换后,数学模型仍欠理想。只有进一步根据橡胶混炼机理,减去压砣提起时的能量和时间后,数学模型的复相关因数 R 才等于 0.95。有关检验均已通过,预测相对标准误差达到 10% 以内。这一结果同时也证明,密炼机混炼在高功率条件下对炭黑附聚体的分散才最有效。

关键词 混炼胶,分散性,预测精度

文献[1]和[2]讨论了密炼机在混炼条件下提高混炼胶分散性的条件和措施以及利用混炼过程参数建立数学模型预测分散性的工作。现将近年来在这方面的进一步研究做一介绍。

1 试验数据

使用自制的 MGK1 型密炼机混炼微机监控系统,记录日常生产的混炼过程参数,并按有关标准检测该批混炼胶分散性的数据。

2 提高分散性的预测精度

文献[2]建立的预测分散性的数学模型的复相关因数较小($R = 0.6$),预测虽基本可满足要求,但个别预测值与实测值误差较大。就误差产生的原因来看,实测值检测存在一定误差是一个方面,而预测数学模型的相关因数较小也是重要的方面。

由于混炼过程各参数与分散性的相关因数只有 0.4,直接建立回归模型是不可能的。因而文献[2]的回归模型中的参数已经过初步变换。其中,

$$F_s(\text{分散度}) = 52.68 + 455.58 \bar{P}_3 - 275.24 \bar{P}_{21} - 274.05 \bar{P}_{32} - 0.318 t_{21}$$

式中, \bar{P}_3 为混炼全过程的平均功率, \bar{P}_{21} 为投填料到投油料段的平均功率, \bar{P}_{32} 为投油料段到排料段的平均功率, t_{21} 为投填料到投油料段的时

间,而相关因数只有 0.6。因此需要进一步改进数学模型来提高相关因数。

2.1 剔除奇异点

根据中心极限定理,当数据量比较大时(一般 $n > 30$),可假设该变量 X 服从正态分布 $N(\mu, \sigma^2)$, μ 为均值, σ^2 为方差,它具有这样的性质:99% 的值落在区间 $[\mu - 3\sigma, \mu + 3\sigma]$ 内,而落在其区间外的值只有 1%,这是一个小概率事件,我们称这种数据为奇异点,予以剔除。然后从统计分析的角度,根据泰勒展开原理,寻求变量间的合适关系,进行以下变量两两交叉相乘、平方、开方等变换:

$$Pe_{31} = \frac{e_3 - e_1}{t_3 - t_1} \quad Pe_{32} = \frac{e_3 - e_2}{t_3 - t_2}$$

$$Pe_{21} = \frac{e_2 - e_1}{t_2 - t_1} \quad e_{21} = e_2 - e_1$$

$$e_{32} = e_3 - e_2 \quad t_{21} = t_2 - t_1$$

$$t_{32} = t_3 - t_2 \quad t_{31} = t_3 - t_1$$

$$e_{3 \cdot t_3} = e_3 \cdot t_3 \quad e_{31 \cdot t_{31}} = e_{31} \cdot t_{31}$$

$$e_{32 \cdot t_{32}} = e_{32} \cdot t_{32} \quad s. e_3 t_3 = (e_3 t_3)^2$$

$$sq. e_3 t_3 = \sqrt{e_3 t_3} \quad sq. e_{3 \cdot t_3} = \sqrt{e_3 \cdot t_3}$$

$$e_{3 \cdot sq. t_3} = e_3 \cdot \sqrt{t_3} \quad t_3 P = t_3 - t_p$$

$$e_3 P = e_3 - n_p \quad t_2 P = t_2 - t_p$$

$$e_2 P = e_2 - n_p \quad s. e_3 = e_3^2$$

$$sq. e_3 = \sqrt{e_3} \quad s. t_3 = t_3^2$$

$$sq. t_3 = \sqrt{t_3} \quad tt = t_3 + t_1 - t_p$$

$$PP = \frac{e_3}{tt}$$

式中,14 个变量分别是 $t_1, 1, P_1, e_1, n_p, t_p, t_2, 2, P_2, e_2, t_3, 3, P_3, e_3$ 。其中, $t_1, 1, P_1, e_1$ 分

*国家自然科学基金资助项目。

**执笔人。

作者简介 张海,男 62 岁。教授。1960 年毕业于华南工学院(现华南理工大学)橡胶专业。从事教育工作近 40 年,在《橡胶工业》等刊物上发表论文 40 余篇。

别对应加炭黑点处的时间、温度、瞬时功率和能量； t_2, P_2, e_2 分别对应加油点处的时间、温度、瞬时功率和能量； t_3, P_3, e_3 分别对应排胶点处的时间、温度、瞬时功率和能量； n_p 和 t_p 分别对应投炭黑压砵下压后功率峰值处的能量和时间。

经过以上处理后，回归方程的复相关因数达到 0.933 8，回归方程在 0.05 水平上显著，但回归方程中的常数项在检验中极不显著，必须继续改进。

2.2 根据橡胶混炼机理的思考

分散性是指炭黑等颗粒在橡胶中的分散均匀程度。它有两方面的意义，一方面，投入的炭黑在刚开始时为较大的附聚体颗粒，随着混炼的不断进行，作用在炭黑附聚体颗粒上的力是否足以将其碾碎，使其变成级别更小的颗粒；另一方面，所有的炭黑附聚体颗粒是否在全部橡胶中达到均匀分布。炭黑附聚体颗粒越小，分布越均匀，则分散性越高。从图 1 瞬时功率曲线和文献[1]可以看到，要将炭黑碾碎，主要是通过作用在附聚体颗粒上的变形力，只有当这个力超过了炭黑附聚体颗粒的附聚力时，它才可能将炭黑颗粒分离。这个力表现在图 1 上就是瞬时功率。故我们强调高负荷，希望瞬时功率在没有超负荷的情况下越高越好。一个负荷起不来的混炼过程，随着时间与能量的消耗，只能提高炭黑的分布均匀程度，而对颗粒的分散没有多大作用。因此，真正决定颗粒大小的因素应该是 $b \sim c, d \sim e$ 和 $f \sim g$ 之间的功率（见图 1）。对于 $a \sim b, c \sim d, e \sim f$ 三段，由于此时压砵提起，没有施压，功率非常低，对减小颗粒作用不大，可忽略。

考虑到总时间越长，消耗的能量越多，炭黑分布的均匀程度也应该越高，因此总时间与总能量也是决定分散度的重要变量。

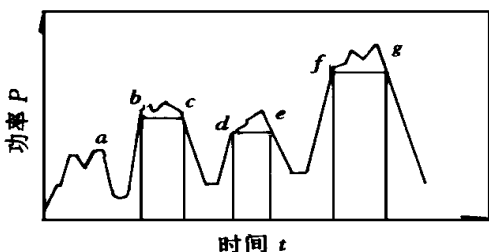


图 1 橡胶混炼过程的功率分析

因此，针对本文数据又作了以下变换：

$$Pe_{31} = \frac{e_3 - e_1}{t_3 - t_1 - 30}$$

$$Pe_{32} = \frac{e_3 - e_2}{t_3 - t_2 - 30}$$

$$Pe_{21} = \frac{e_2 - e_1}{t_2 - t_1 - 10}$$

$$tt = t_3 + t_1 - t_p - 20$$

在变换中，变量 $Pe_{31}, Pe_{32}, Pe_{21}$ 的时间项中及 tt 式中，均要减去一个常数。以 Pe_{32} 为例，为了减去压砵上升到下降之间的时间，对所收集的记录曲线进行统计，发现压砵每提升、下压 1 次大概用时 10 s。因此用 ($c \sim g$ 间的能量) 即 ($e_3 - e_2$) 代替 ($d \sim e$ 间的能量 + $f \sim g$ 间的能量)，用 ($c \sim g$ 间的时间 - 20s) 即 ($t_3 - t_2 - 20$) 代替 ($d \sim e$ 间的时间 + $f \sim g$ 间的时间)，这样 $Pe_{32} = \frac{e_3 - e_2}{t_3 - t_2 - 30}$ 就代替了 $\frac{d \sim e \text{ 间的能量} + f \sim g \text{ 间的能量}}{d \sim e \text{ 间的时间} + f \sim g \text{ 间的时间}}$ 。这其中分母是近似真值，分子有所放大，因为没有减去 ($c \sim d$ 间的能量 + $e \sim f$ 间的能量)。但 $c \sim d$ 与 $e \sim f$ 段为压砵提升阶段，密炼室中物料消耗的能量只占总能量的 5% 左右，予以忽略。

2.3 模型的建立与检验

采用统计分析软件 SAS (Statistical Analysis System, 6.11 版本)^[3] 进行回归，得到的最终方程为：

$$F_s = 1\ 517.741\ 1 + 8.074\ 9t_1 - 26.646\ 4\ t_1 - 36.110\ 3e_1 + 7.443\ 7\ P_2 + 52.584\ 6e_2 - 0.193\ 9\ t_3 - 1\ 224.909\ 7\ P_3 + 167.977\ 5\ e_3 - 465.857\ 1\ n_p + 4\ 612.221\ 3\ Pe_{31} + 1\ 261.425\ 0\ Pe_{32} + 0.372\ 0\ e_{32}t_{32} - 58.354\ 2sq. e_3t_3 + 1.455\ 5t_3P - 2.448\ 4s. e_3 + 0.010\ 1s. t_3 + 924.799\ 4\ PP$$

其复相关因数 $R = 0.95$ ，通过了有关检验^[4]，方差分析见表 1。

标准误差 = $\sqrt{\text{均方误差}} = \sqrt{0.161\ 8} = 0.402\ 2$ 。分散度的均值为 4.023，所以相对标

表 1 方差分析

项 目	方差来源		
	回归	误差	总和
自由度	17	15	32
平方和	23.118 9	2.426 6	25.545 5
均方	1.359 9	0.161 8	—
F 值	8.41	—	—
临界值 $F(17,15)$	2.37	—	—
显著性	**	—	—

准误差所占的比例为 $\frac{\text{标准误差}}{F_s \text{ 的均值}} = 10\%$ 。

3 提高混炼胶分散性的讨论

提高混炼胶分散性是橡胶科技工作者关心的话题,也是人们在混炼工艺中争论最多的问题之一。在关于提高混炼胶分散性探讨一文^[1]中根据当时获得的一些试验结果,即两段混炼中第 1 段粘度尽可能大些,有利于 2 段的分散;在投炭黑压砵下压后,功率很快升起对分散性的提高有很大的作用,谈了一些我们的认识。最近为了提高预测混炼胶分散性的精度,在采用剔除奇异点和根据泰勒展开原理进行变量变换等处理后,回归方程的复相关因数 $R = 0.9338$,但回归因数中的常数项在 0.05 水平上极不显著,仍不理想,后考虑到要将炭黑附聚体的颗粒分开,作用力太小是没有用的,只有在作用力大于炭黑附聚体的附聚力时,才能有效分开,才有作用。因而考虑到减去压砵提起时的那部分能量和时间,这样回归方程的复相关因数达到

$R = 0.95$,回归方程和各项因数均显著,分散性预测精度得到进一步提高。这一结果也告诉我们,只有大负荷、高功率条件才能使炭黑有效的分散。小负荷、小功率、打滑等都只有搅拌作用,而分散作用不大。

4 结语

使用自制的 MGK 型密炼机混炼微机监控系统,采集日常生产混炼工艺过程的有关参数,剔除数据中的奇异点,根据泰勒展开原理,对变量进行变换等处理后,数学模型仍欠理想。只有进一步根据橡胶混炼机理,减去压砵提起时的那部分能量和时间后,数学模型复相关因数达到 $R = 0.95$,回归方程和方程的各因数在 0.05 水平上很显著,有关各项检验均获通过。预测相对标准误差在 10% 以内。这一结果也再次证明,高功率条件对炭黑附聚体的分散才最有效。

参考文献

- 1 张 海,贺德化,马铁军,等. 提高混炼胶分散性的探讨. 橡胶工业,1998,45(4):229
- 2 张 海,贺德化,李 华,等. 混炼胶质量在线检测技术的研究. 橡胶工业,1997,44(3):160
- 3 佚 名. SAS/PC 学习和使用微机统计分析系统. 张邵勋,林秀娟编译. 北京:学苑出版社,1993. 138
- 4 梁之舜,邓集贤. 概率论及数理统计. 广州:中山大学出版社,1991. 56

第十届全国轮胎技术研讨会论文(三等奖)

Study on Improving Mix Dispersion and Predictive Accuracy

Zhang Hai, He Dehua, Shao Ronglu, Lu Qi, Li Hua, Guan Yizhang and Ma Tiejun

(South China University of Science and Technology, Guangzhou 510641)

Abstract A mathematic model for improving the mix dispersion and predictive accuracy was established by using the relative parameters in routine production mixing recorded with a self-made computer monitoring system for MGK internal mixer, rejecting the abnormal points from the data and varying the variables according to the Tailor developing principle, but the model was not ideal enough and needed to be improved. The complex correlation coefficient R of the model was equal to 0.95 only when the energy and time for lifting the ram were reduced. The new model passed various examinations, and the predictive standard relative error was less than 10%. The results showed that the internal mixing was most effective for the dispersion of carbon black agglomerates only running with high power.

Key words mix, dispersion, predictive accuracy