混炼胶质量在线检测技术的研究*

张 海 贺德化 李 华 陈圣滔 马铁军 (华南理I大学 510641)

蔡大扬 邹明清

(广州珠江轮胎有限公司 510828)

摘要 提出通过胶料混炼过程参数预测混炼胶塑性和分散性质量指标的方法 先对混炼过程参数 与混炼胶质量指标 (塑性值和分散性)进行相关分析,找出与塑性值和分散性线性相关系数大的参数,然 后通过回归分析分别建立塑性值和分散性的数学模型。用质量自动在线检测仪进行了混炼胶塑性值和 分散性的在线检测试验。模型预测值与实测值存在一定误差,但基本可以满足生产要求。

关键词 混炼胶,质量,在线检测

质量在线检测技术是指在生产线上即可 检测到生产物料质量的技术。目前国内外绝 大多数企业都还是在混炼结束后,将混炼胶 送到化验室或快检站检测其质量指标 ,而制 得的混炼胶一般需要等待 12~ 24h才能进入 下一工序继续加工。这样做除需要耗费一定 的人力、物力外,一个百万套的轮胎厂将有 80+ 左右的混炼胶在车间停放一天,按目前 价格计算将要占用近百万元资金。因此,能及 时得知混炼胶质量是轮胎厂十分关心的问 题。国外几家大公司都在研究这方面的课题。 从报道看是检测混炼胶的粘度 (塑性值)和分 散性,其方法是从密炼机或压片机中取样检 测。据称有的方法已在工厂试验^[1,2]。本文将 介绍应用密炼机混炼过程的有关参数.预测 混炼胶的塑性和分散性的一些试验研究结 果。

1 实验

采用 MGKJ型密炼机混炼轮胎胎面胶 和内胎胶,两段混炼工艺中第一段的混炼过

作者简介 张 海,男,61岁。教授。1960年毕业于 华南工学院橡胶专业。从事教育工作 40余年,在《橡胶工 业》、《合成橡胶工业》等刊物上发表论文 20余篇。 程参数如图 1所示 图中纵坐标为混炼过程 中密炼机的功率。由图 1可得到投填料的时间 t_1 投填料时消耗的能量 E_1 投油料的时间 t_2 投油料时消耗的能量 E_3 混炼的总时间 t_3 混炼消耗的总能量 E_3 排料点的瞬时 功率 P_3 排料点混炼胶的温度 T_3 以及投填 料时的温度 T_1 等参数

按有关标准检测每批混炼胶的塑性值和 分散性。





2 结果与讨论

2.1 混炼过程参数与混炼胶质量的关系

一般说来,混炼胶质量的好坏,除原材料的质量外,就应由混炼工艺条件决定了。 过

^{*} 国家自然科学基金资助项目。

去,在密炼机混炼过程中很难记录到有关参数,现在通过 MGKJ型密炼机微机监控仪可以记录到混炼过程的温度、能量消耗、瞬时功率、时间等有关参数现通过相关分析考察混炼过程的温度、能量消耗、瞬时功率、时间等参数与混炼胶塑性值、分散性之间的相关程度。样本数据如表 1所示。

表 1中,
$$\overline{x}_i = \frac{1}{n_{t=1}^n} x_{ti}$$
。子样协方差 e_j 为

表 1 样本数据

±¥ ★		变	皇		_
作于华	<i>x</i> ₁	<i>x</i> ₂		<i>x</i> _{<i>p</i>}	
x ^[1]	<i>x</i> ₁₁	<i>x</i> ₁₂		x_{1p}	— /EI
x ^[2]	x_{21}	<i>x</i> ₂₂		x 2p	(
÷	:	:	÷	:	Y
$x^{[n]}$	x_{n1}	x_{n2}		x_{np}	ſ
\overline{x}	\overline{x}_{1}	x 2		\overline{x}_p	
	t_3	T_3		P_3	E_3
t_3	1.0000	- 0. 2	- 059 -	0. 1192	- 0. 0734
T_3	- 0.2059	1. 0	- 0000 –	0. 1277	0. 7034
P_3	- 0.1192	- 0. 1	277	1. 0000	- 0. 3883
E_3	- 0.0734	0. 7	- /034 -	0. 3883	1. 0000
Y	0.0882	0. 1	479 –	0. 9345	0. 3729
<i>E</i> 31	0.0100	- 0. 1	553 –	0. 0005	- 0. 0922
<i>E</i> 21	- 0.2854	0. 6	- 776 –	0. 2238	0. 8350

矩阵中前面有★号的数值就是参数与塑性值的相关系数 从中可以看出,塑性值 Y与排料点的瞬时功率 P_3 的相关系数很大,为 – 0.9345,有近似的线性关系;总的能量消耗 E_3 与塑性值 Y的相关系数为 0. 3729,也有

 $\mathbf{e}_{ij} = - \underbrace{\mathbf{1}}_{n_{t}=-1}^{n} (x_{ti} - \overline{x}_{i}) (x_{tj} - \overline{x}_{j})$

则变量 xi和 xj之间的子样相关系数 rij为

$$r_{ij} = \frac{\mathbf{e}_{ij}}{\mathbf{e}_{ii} \cdot \mathbf{e}_{jj}} \qquad (i, j = 1, 2, \cdots, n)$$

由上式可见, $|r_{ij}| \leq 1$ 当 $|r_{ij}|$ 接近 1时, 说明 x_i 和 x_j 两变量的线性相关性非常显 著;当 r_{ij} 接近零时,则 x_i 与 x_j 的线性相关性 不显著,或不相关。

2.1.1 混炼过程参数与混炼胶塑性值的相 关系数

根据密炼机微机监控系统记录的胎面胶 混炼过程(一段)的参数 *t*³, *T*³, *P*³, *E*³, *E*³ (*E*³¹= *E*³ - *E*¹), *E*²¹(*E*²¹= *E*² - *E*¹)与塑性值 *Y*的样本数据,调用 SAS统计分析软件包的 CO RR过程,求得它们的相关系数矩阵为:

	Y	E_{31}	E_{21}
★	0.0882	0. 0100	- 0. 2854
★	0.1479	- 0. 1553	0. 6776
★.	- 0.9345	- 0. 0005	- 0. 2238
★	0.3729	- 0. 0920	0. 8350
★	1.0000	- 0. 0825	0. 1810
★.	- 0.0825	1. 0000	0. 2834
★	0.1810	0. 2834	1. 0000

一定的关系。

记录的内胎胶混炼过程 (一段)的 *t*³, *T*³, *P*³, *E*³ 和塑性值 *Y* 的相关系数矩阵为:

	t ₃	T_3	P_3	E_3	Y
t_3	1.0000	0. 04563	- 0. 10505	0.22067	★ 0. 01064
<i>T</i> 3	0.04563	1. 00000	- 0. 28107	0.63633	★ 0. 35597
P_3	- 0.10505	- 0. 28107	1. 00000	- 0.30351	★ - 0. 84251
Ез	0. 22067	0. 63633	- 0. 30351	1.00000	★ 0. 35277
Y	0.01064	0. 35597	- 0. 84251	0.35277	★ 1. 00000

从相关系数矩阵前面带★的那一列数据 可知,塑性值 Y与排料点瞬时功率 P3 的相 关系数达到 – 0.84251,这说明它们之间的线 性相关程度很高;而排料点混炼胶的温度 T3 和总的能量 E3 与塑性值的相关系数也达到 了 0.3以上

2.1.2 混炼过程参数与混炼胶分散性的相 关系数

与塑性值相关系数的计算一样,记录的

胎面胶混炼过程 (一段)的 $t_3, T_3, P_3, E_3, E_{21}$, P_{21}, E_{31}, P_{31} 和分散性 FS之间的子样相关系

	t_3	T_3	P_3	E_3	
t ₃	1.000	0.076	0. 107	0. 203	★-
T_3	0.076	1.000	- 0. 238	0. 823	★_
<i>P</i> 3	0.107	- 0.238	1. 000	- 0. 327	*
Ез	0.203	0.823	- 0. 327	1. 000	★-
FS	- 0.421	- 0.424	0. 097	- 0. 468	\star
E_{21}	- 0.214	0.018	- 0. 267	0. 015	\star
\overline{P}_{21}	- 0.268	- 0.010	- 0. 365	0. 009	\star
E_{31}	0.121	0.670	0. 126	0. 770	★_
\overline{P}_{31}	- 0.267	0.511	- 0. 222	0. 558	★_

其中, P_{21} 为投填料到投油料间的平均功 率: P_{31} 为投填料到排料间的平均功率 矩阵 中前面带★的元素便是分散性与上述参数的 相关系数。

从该矩阵可以看出,没有一个参数像排 料点的瞬时功率那样与塑性值之间有高的线 性相关性,但总能量 E3 总时间 t3 排料点的 混炼胶温度 T3和从投填料时到排料时的能 量 E_{31} 的相关系数的绝对值都在 0.4以上,而 且是负相关。也就是说,一段混炼的总时间短 些,排料时混炼胶温度低些,总能量的消耗小 些,对获得好的分散性是有利的。这也是一个 很有意义的提示

2.2 混炼过程参数与混炼胶塑性值的数学 榵型

从上述分析得知,塑性值与排料点瞬时 功率的相关系数的绝对值接近 1.所以通过 回归分析来建立它们的数学模型,主要是选 取回归变量 (排料点瞬时功率)的某一线性函 数来预测响应变量(混炼胶的塑性值),使得 预测偏差的平方和达到最小^[4,5]。

设变量 X和 Y有观察数据 X_i 和 Y_i (*i*= 1.2.···,*n*).其相应的回归关系为:

 $Y = U_0 + U_1 X + X$

代入观察值.得

 $Y_i = U_i + U_i X_i + X_i$

其中 y是响应变量, x是回归变量, U和 U 是待估参数, X是误差项 假定 X~ $N(0, e^2)$, 寻求 Uan U 使得预测偏差平方和达到最

¥h.	۶h		7+-	1		
21	-	ים	\4	7		٠
УX	~		·+	,	IJ	٠

FS	E_{21}	\overline{P}_{21}	E 31	\overline{P}_{31}
★ - 0.421	- 0.212	- 0. 268	0. 121	- 0. 267
★ - 0.424	0.018	- 0.010	0. 670	0.511
★ 0.097	- 0.267	- 0. 365	- 0. 126	- 0. 222
★ - 0.468	0.015	0. 009	0. 770	0. 558
★ 1.000	0.109	0. 103	- 0. 417	- 0. 236
★ 0.109	1.000	0. 958	- 0. 540	- 0.310
★ 0.103	0.958	1. 000	- 0. 516	- 0. 251
★ - 0.417	- 0.540	- 0. 516	1. 000	0. 781
★ - 0.236	- 0.310	- 0. 251	0. 781	1. 000

小。

以胎面胶排料点瞬时功率 P3为回归变 量,塑性值 Y为响应变量做线性回归,调用 SAS统计分析软件包的 REG回归分析过 程,得线性回归的数学模型为:

 $Y = 0.788 - 0.72P_3$

下面对模型进行有关检验

(1)模型适宜性检验。残差分析(表 2)及 残差正态概率图均表明模型假设中的正态 性、等方差性和可加性成立。

表 2 方差分析

	方差来源					
坝 日	回归	残差	总和			
自由度	1	98	99			
平方和	0. 01415	0.00205	0. 01620			
均方	0. 01415	0.00002	-			
F值	675. 173	-	-			
临界值						
0. 05	3. 94	-	-			
0. 01	6.90	-	-			
显著性	* *	-	-			

(2)显著性检验。应用方差分析对回归的 数学模型进行显著性检验 从方差分析可以 看出回归数学模型极为显著(表 2)。相关系 数 R= 0.9345.这也说明塑性值与排料点的 瞬时功率之间有很高的线性相关性。

同理,得到内胎胶塑性值的数学模型如 下:

 $Y = 0.3118 + 0.0662 P_3$

并通过了有关检验。

关于排料点瞬时功率与混炼胶粘度 (塑 性值)的关系,在我们过去的工作^[6]中,曾用 NR塑炼胶和 NR/BR混炼胶,在实验室 1L 的密炼机和 Brabender塑化仪上进行试验, 结果表明排料点的转子转矩与胶料的门尼粘 度成正比 在直接监测 XHM-140/20型混炼 机正常生产时,从胎面胶两段混炼的第一段 混炼的排料点瞬时功率与塑性值的散点图上 也可看到明显的线性关系^[7]。从密炼机流变 学理论 [6]获得的密炼机功率 (或转子转矩)与 密炼室中物料 (即胶料)粘度的关系也均成正 比关系来看,本次用 GK-270型密炼机对胎 面胶和内胎胶进行第一段混炼的过程参数、 排料点瞬时功率与混炼胶塑性值的关系和第 一次提出的建立数学模型的方法,似乎应有 一定的普遍意义。

2. 3 混炼过程参数与混炼胶分散性的数学 模型

从相关分析的结果可知,混炼胶分散性 与混炼过程参数相关的程度,与塑性值的不 同,塑性值与排料点瞬时功率有很好的线性 相关性。而分散性与 4个参数有一定的相关 性,但相关系数也仅在 0.4以上。这一结果表 明,想建立数学模型,必须采用多个参数,或 者定义新参数才有可能。经多次试验得出一 个较好的数学模型,表示为:

 $FS = 52.68 + 455.58 \overline{P}_3 - 275.24 \overline{P}_{21} - 274.05 \overline{P}_{32} - 0.318 t_{21}$

式中 FS为混炼胶分散性, P3为整个混炼的 平均功率, P21为投填料到投油料段的平均功 率, P32为投油料到排料段的平均功率, t21为 投填料到投油料段的时间。

下面对模型进行有关检验

(1)模型适宜性检验 残差分析 (表 3)及 残差正态概率图均表明模型假设中的正态 性、等方差性和可加性成立。

(2)显著性检验 应用方差分析对回归的 数学模型进行显著性检验 从方差分析中看 出回归数学模型极为显著(表 3) 以下的假 设检验也说明了该回归过程中选取的各参数 都是绝对有意义的

表 3 方差分析

而日		方差来源				
坝 口	回归	残差	总和			
自由度	4	36	40			
平方和	111. 47762	193. 30287	308. 78049			
均方	27. 86940	5.48064	_			
临界值						
0. 05	2.63	_	_			
0. 01	3. 89	_	_			
显著性	* *	—	—			

假设检验 $H\alpha$ 参数 = 0(即认为参数与 0 无显著差别)(该参数分别设为 $PE, PE_2, PE_3, t_{21}, 常数项)$

参数	T值	显著性水平
PE	2.624	0.0127
PE_2	- 4.136	0.0002
PE_3	- 3.212	0.0028
t 21	- 2.598	0. 4135
常数项	3.082	0.0039

在显著性水平为 0.05的情况下,由于以 上各个参数的显著性水平均小于 0.05,故拒 绝假设,认为参数与 0有显著的差别。

本次回归的标准误差为 e= 0.78,也就 是说,如果记某批胶料分散性的真值为_,则 用回归得出的预测值以 95% 的概率落入区 间(_ - 1.96e,_+ 1.96e)中。但本次回归存 在的遗憾是相关系数 R 较小(R= 0.60),还 有待于进一步改进模型的结构。表 4是本次 回归所用的原始数据与回归后预测数据的比 较。模型预测值与实测误差基本可以满足生 产要求。

2.4 混炼过程质量在线检测

混炼胶塑性值和分散性的在线检测是通 过质量自动在线检测仪进行的。其方法是:

(1)使用在线检测仪采集混炼过程的有 关参数 20批。

(2)对该批胶料进行塑性值和分散性的

检验,并将结果输入在线检测仪。

(3)此时在线检测仪建立相应的数学模型并进行有关检验。

(4)模型建立后,每批胶料混炼结束时, 在线检测仪即可在屏幕上显示、储存和打印 有关参数图形和检测结果,如图 2所示

表 4 回归用原始数据与回归后预测数据

标号	实测值	预测值	标号	实测值	预测值	标号	实测值	预测值
1	5.00	3. 95	15	3. 67	4.14	29	4. 67	4. 77
2	3.00	3. 56	16	4.00	3.94	30	6.00	5. 93
3	3.67	3. 81	17	5.00	4.26	31	6. 33	4. 68
4	3.33	3. 01	18	4. 33	3.46	32	4. 00	4. 40
5	3.33	3. 53	19	4. 33	3.18	33	4. 67	4. 41
6	4.00	3. 93	20	3. 67	3.86	34	5. 00	4. 26
7	3.67	3. 23	21	3. 67	4.11	35	4. 67	4. 50
8	2.67	3. 42	22	3. 00	4.05	36	3. 00	3. 86
9	4.00	4. 03	23	3. 00	3.69	37	5. 33	4. 37
10	4.00	3. 85	24	3. 00	4.37	38	3. 33	4. 79
11	3.00	3. 67	25	2.67	3.33	39	4. 00	4. 40
12	4.33	3. 62	26	4. 33	3.76	40	3. 33	4. 50
13	3.33	3. 43	27	6.00	4. 57	41	5. 33	4. 78
14	3.67	3. 73	28	3.67	3.87			



图 2 胶料混炼结束时在线检测仪显示的功率曲线 累积能量 25.4775kW°h;排胶温度 158[°]C;生胶重量 144.12kg;炭黑重量 59.61kg; 油重量 5.37kg;塑性值(粘度) 450.0;分散性 5.5;密度 1.1Mg°m⁻³

3 结论

(1)使用 MGKJ型密炼机微机监控仪采 集密炼机胶料混炼过程参数对混炼胶实行质 量在线检测是可能的。其方法是对混炼过程 参数与混炼胶质量指标 (塑性值和分散性)进 行相关分析,找出与塑性值和分散性线性相 关系数大的参数。然后通过回归分析分别建 立塑性值和分散性的数学模型,并对模型进 行有关检验

(2)胎面胶塑性值与排料点瞬时功率的相关系数为 - 0.9、数学模型为 Y= 0.7880.72P3 内胎胶塑性值与排料点瞬时功率的相关系数为 - 0.8、数学模型为 Y= 0.3118
+ 0.0662P3 模型预测值与实测值误差很小,基本可以满足生产要求。

(3)胎面胶分散性与多个参数(总时间、 总能量等)的相关系数在 - 0.4以上。回归 的数学模型为 FS= 52.68+ 455.58P₃ - 275.24P₂₁ - 274.05P₃₂ - 0.318_{t21} (4)模型预测值与实测值尚存在一定误差,基本可以满足生产要求,还有待进一步改进。

参考文献

- Bruce Davis. W & P pushing on-line monitoring. European Rubber Journal, 1993; (5): 21
- 2 任大卫.国外炼胶设备的发展情况.橡胶技术与装备, 1994;(6):6
- 3 邹明清等. MGKJ密炼机微机监控仪在 GK-270密炼机 上的应用.轮胎工业, 1996; (1): 45
- 4 刘朝荣.试验的设计与分析.武汉:湖北科学技术出版 社,1990 118~158
- 5 林德光 . 生物统计的数学原理 . 沈阳: 辽宁人民出版 社, 1982 403~ 410
- 6 张 海等.密炼机橡胶混炼工艺的瞬时功率控制法.橡 胶工业,1993;(6):348
- 7 张 海等.XHM-140/20型密炼机中胶料混炼工艺分 析.轮胎工业,1996;(3):158
- 8 张 海等.流变学进展.广州:华南理工大学出版社, 1993 259

第九届全国轮胎技术研讨会论文

On-line Test of Mix Quality

Zhang Hai, He Dehua and Li Hua et al. (South China University of Science and Technology 510641)

Abstract A method was proposed for predicting the plasticity and dispersion of mix using the parameters obtained in mixing process. At first, the correlation analysis of the parameters obtained in mixing process to the mix quality indexes (plasticity and dispersion) was made resulting in the parameters with closer correlation to the plasticity and dispersion. Then the mathematic models of plasticity and dispersion were respectively worked out through the regression analysis of the said parameters. The on-line test of mix plasticity and dispersion was made with an automatic quality on-line tester. The predicted quality indexes from the model could meet the requirement in production although they were somewhat different from the test results.

Keywords mix, quality, on-line test

启 事

由于刊物成本和邮寄费用的增长,自 1997年第 1期起,对于稿酬不足 10元的作者,将只赠送一本期刊, 不再付稿酬. 《橡胶工业》%轮胎工业》编辑部

一九九七年三月

自 1997年第 1期开始,两刊著作稿酬将增至 30元 仟字,译校稿酬将增至 25元 仟字。