



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102735597 A

(43) 申请公布日 2012. 10. 17

(21) 申请号 201210251810. 5

(22) 申请日 2012. 07. 20

(71) 申请人 青岛科技大学

地址 266061 山东省青岛市崂山区松岭路
99 号

(72) 发明人 汪传生 王晓波 边慧光 沈波
李利 李绍明 曾宪奎

(74) 专利代理机构 青岛高晓专利事务所 37104
代理人 张世功

(51) Int. Cl.

G01N 15/02 (2006. 01)

G01N 15/06 (2006. 01)

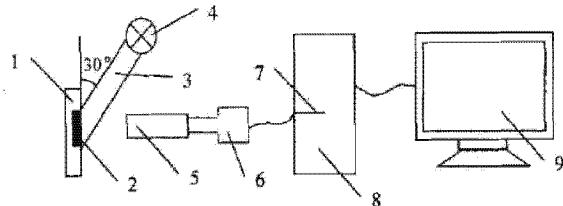
权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图 2 页

(54) 发明名称

一种橡胶混炼过程评价方法

(57) 摘要

本发明属于橡胶生产评价技术领域，涉及一种评价橡胶混炼过程的方法，先用常规设备将待混炼的橡胶切出 25 个样片备用，再采用显微成像法，通过分析包含炭黑的橡胶材料图像获取炭黑信息；采用显微镜观测橡胶材料样片切面，将放大的切面图像用数字成像设备输入计算机中；然后采用阈值分割的方法将灰度图像二值化为黑白图像，实现炭黑聚集体的识别；然后，分别对每个样片选择五个不同区域并分别进行检测，计算每个区域炭黑聚集体的平均半径及在胶料中的浓度；再依据每个样片的五次检测结果，得到样片的数据后，进行稳定性判断；其原理可靠，工艺简便易控，评价准确，指数清晰，应用前景广阔。



1. 一种橡胶混炼过程评价方法,其特征在于工艺步骤包括:

(1)、先用常规设备将待混炼的橡胶切出 25 个样片备用,样片的长、宽、厚分别为 500mm、240mm、5mm;

(2)、再采用显微成像法,通过分析包含炭黑的橡胶材料图像获取炭黑信息;采用单目显微镜观测橡胶材料样片切面,将放大的切面图像用数字成像设备输入计算机中;该图像为灰度图像,各像素点的取值为 0~255,炭黑聚集体的颜色偏亮,胶料颜色偏暗;然后,采用阈值分割的方法将灰度图像二值化为黑白图像,像素点的取值只为 0 和 255,实现炭黑聚集体的识别;二值化图像中炭黑聚集体像素点取值为 255,橡胶材料取值为 0;在稳定的成像环境下,分割的阈值固定;

(3)、分别对每个样片选择五个不同区域并分别进行检测,各区域长宽分别为 4mm 和 3mm,计算每个区域炭黑聚集体的平均半径及在胶料中的浓度;依据橡胶材料图像计算出每个代表炭黑聚集体的白色区域面积 A_i ,求和后除以整个胶料图像面积,即得炭黑聚集体在胶料中的浓度;再依据公式 $R_a = \sqrt{A_i} / \pi$,计算出每个白色区域的等效半径,求取平均值即为炭黑聚集体的平均半径;

(4)、再依据步骤(3)中的每个样片的五次检测结果,分别计算每个样片中炭黑聚集体的平均粒径和极差、平均浓度和极差,得到样片的数据;

(5)、最后,进行稳定性判断,依据 25 个样片的数据分布情况,运用 SPC 中的 X-R 控制图,结合在过程稳定状态下统计数据的分布规律,判定炭黑分散过程的稳定状态,实现评价;产品在稳定的生产状态下,由于受随机因素的影响,其相关检测参数值会在一定的范围内浮动,检测数据呈现正态分布状态;在正态分布中, μ 为数学期望, σ 为标准差,数据落在 $[\mu \pm 3\sigma]$ 范围内的概率为 99.73%,落在界外的概率为 0.27%,落在单侧界外的概率为 0.135%;在 X-R 控制图中, \bar{x}_i 代表每个样片的均值, R_i 代表每个样片的极差, CL 代表 μ , UCL 代表 $\mu + 3\sigma$, LCL 代表 $\mu - 3\sigma$, μ 和 σ 通常采用估计值代替;具体计算公式为:

$$\hat{\mu} = \bar{x} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 + \dots + \bar{x}_m}{m},$$

其中 m 为样片的个数, \bar{x}_i 为样片 i 的均值;

$$\bar{R} = \frac{R_1 + R_2 + \dots + R_m}{m},$$

其中 R_i 为样片 i 的极差;

$$\left. \begin{aligned} UCL &= \bar{x} + A_2 \bar{R} \\ CL &= \mu = \bar{x} \\ LCL &= \bar{x} - A_2 \bar{R} \end{aligned} \right\},$$

$$\left. \begin{aligned} UCL &= D_4 \bar{R} \\ CL &= \bar{R} \\ LCL &= D_3 \bar{R} \end{aligned} \right\},$$

其中, A_2 , D_3 , D_4 为与样片容量 m 有关的常数,从相关表格中查阅得到;分别绘制炭黑聚集体的平均粒径和浓度的 X-R 控制图,如果所有数据都在对应的 UCL 和 LCL 的范围内,为当

前炭黑分散过程进入稳定状态，即完成评价。

一种橡胶混炼过程评价方法

技术领域：

[0001] 本发明属于橡胶生产评价技术领域，涉及一种评价橡胶混炼过程的方法，特别是一种橡胶混炼过程中炭黑在橡胶中分散稳定性的评定工艺方法。

背景技术：

[0002] 目前，炭黑和白炭黑等填料是橡胶的重要补强剂，其分散性对胶料的物理机械性能和后续加工性能都有非常重要的影响。炭黑（包含白炭黑等补强剂）的分散程度与混炼方法、混炼时间等多个因素有关，填充系数、上顶栓压力、转子转速、冷却水温度、转子结构和类型等条件的变化都会产生不同的混炼效果；炭黑分散性的评定，将有利于研究各工艺参数变化对分散性的影响程度，优化工艺流程，同时也为新型混炼装备，特别是转子的设计提供理论依据。现有的炭黑检测系统的硬件结构比较复杂，制备和使用操作费用高，运行成本大，检测的具体过程是先将橡胶表面数字化成像，在获取炭黑聚集体的相关信息以后，依据建立的评价模型，实现炭黑分散性的量化评价，这种检测方法检测的橡胶区域较小，检测结果只能反映局部的分散情况，无法对炭黑在胶料中整体混合状态进行评价。炭黑在橡胶混炼中的分散过程可以分为炭黑聚集体的破碎和扩散两个部分；在混炼的初级阶段，炭黑聚集体被逐步的破碎成更小的颗粒，并伴随着扩散过程融入到胶料中，在胶料的不同区域，炭黑聚集体粒径的大小及在胶料中的浓度会存在较大偏差，随着混炼过程不断进行，胶料中的炭黑聚集体的粒径大小和浓度会呈现规律性的分布，炭黑的分散过程即进入一个相对稳定的状态，处于该状态的胶料混合得较为均匀，有利于保证胶料质量的稳定性，炭黑分散过程稳定性的评定，对改善橡胶混炼工艺有着极其重要的意义。

发明内容：

[0003] 本发明的目的在于克服现有技术存在的缺点，寻求设计一种新的检测橡胶混炼过程的技术方法，可广泛应用于橡胶制备工艺中的评价系统，对橡胶混炼效果进行评价。

[0004] 为了实现上述目的，本发明方法运用统计学原理，通过判定炭黑分散过程是否进入稳定状态，具体工艺步骤包括：

[0005] (1)、先用切刀等常规设备将待混炼的橡胶切出 25 个样片备用，样片的长、宽、厚分别为 500mm、240mm、5mm；

[0006] (2)、再采用显微成像法，通过分析包含炭黑的橡胶材料图像获取炭黑信息；采用单目显微镜观测橡胶材料样片切面，将放大的切面图像用数字成像设备或摄像头输入计算机中；该图像为灰度图像，各像素点的取值为 0~255，炭黑聚集体的颜色偏亮，胶料颜色偏暗；然后，采用阈值分割的方法将灰度图像二值化为黑白图像，像素点的取值只为 0 和 255，实现炭黑聚集体的识别；二值化图像中炭黑聚集体像素点取值为 255，橡胶材料取值为 0；在稳定的成像环境下，分割的阈值固定；

[0007] (3)、然后，分别对每个样片选择五个不同区域并分别进行检测，各区域长宽分别为 4mm 和 3mm，计算每个区域炭黑聚集体的平均半径及在胶料中的浓度；依据橡胶材料图像

计算出每个代表炭黑聚集体的白色区域面积 A_i , 求和后除以整个胶料图像面积, 即得炭黑聚集体在胶料中的浓度; 再依据公式 $R_{Ai} = \sqrt{A_i} / \pi$, 计算出每个白色区域的等效半径, 求取平均值即为炭黑聚集体的平均半径;

[0008] (4)、再依据步骤(3)中的每个样片的五次检测结果, 分别计算每个样片中炭黑聚集体的平均粒径和极差、平均浓度和极差, 得到样片的数据;

[0009] (5)、最后, 进行稳定性判断, 依据 25 个样片的数据分布情况, 运用 SPC 中的 X-R 控制图, 结合在过程稳定状态下统计数据的分布规律, 判定炭黑分散过程的稳定状态, 实现评价; 产品在稳定的生产状态下, 由于受随机因素的影响, 其相关检测参数值会在一定的范围内浮动, 检测数据呈现正态分布状态; 在正态分布中, μ 为数学期望, σ 为标准差, 数据落在 $[\mu \pm 3\sigma]$ 范围内的概率为 99.73%, 落在界外的概率为 0.27%, 落在单侧界外的概率为 0.135%; 在 X-R 控制图中, \bar{x}_i 代表每个样片的均值, R_i 代表每个样片的极差, CL 代表 μ , UCL 代表 $\mu + 3\sigma$, LCL 代表 $\mu - 3\sigma$, μ 和 σ 通常采用估计值代替; 具体计算公式为:

$$[0010] \hat{\mu} = \bar{x} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 + \dots + \bar{x}_m}{m},$$

[0011] 其中 m 为样片的个数, \bar{x}_i 为样片 i 的均值;

$$[0012] \bar{R} = \frac{R_1 + R_2 + \dots + R_m}{m},$$

[0013] 其中 R_i 为样片 i 的极差;

$$[0014] \left. \begin{array}{l} UCL = \bar{x} + A_2 \bar{R} \\ CL = \mu = \bar{x} \\ LCL = \bar{x} - A_2 \bar{R} \end{array} \right\},$$

$$[0015] \left. \begin{array}{l} UCL = D_4 \bar{R} \\ CL = \bar{R} \\ LCL = D_3 \bar{R} \end{array} \right\},$$

[0016] 其中, A_2 , D_3 , D_4 为与样片容量 m 有关的常数, 从相关表格中查阅得到; 分别绘制炭黑聚集体的平均粒径和浓度的 X-R 控制图, 如果所有数据都在对应的 UCL 和 LCL 的范围内, 为当前炭黑分散过程进入稳定状态, 即完成评价。

[0017] 本发明与现有技术相比, 其设计原理简单可靠, 工艺过程简便易控, 评价参数准确, 评价指数清晰, 评价效果具有较高参考价值, 应用前景广阔。

附图说明:

[0018] 图 1 是本发明涉及的橡胶混炼过程中炭黑检测系统硬件结构原理示意图; 包括橡胶夹 1、橡胶样片 2、光线 3、光源 4、单目显微镜 5、CCD 摄像头 6、图像采集卡 7、计算机 8 和显示器 9。

[0019] 图 2 是本发明涉及的橡胶材料样片的切面图像。

[0020] 图 3 是本发明涉及的二值化的橡胶材料图像。

[0021] 图 4 是本发明涉及的控制过程曲线示意图。

[0022] 图 5 是本发明涉及的 25 组胶料样片中炭黑聚集体的半径 X-R 图。

[0023] 图 6 是本发明涉及的 25 组胶料样片中炭黑聚集体的浓度 X-R 图。

具体实施方式：

[0024] 下面通过实施例并结合附图对本发明作进一步描述。

[0025] 本实施例具体工艺步骤包括：

[0026] (1)、先用锋利的切刀或常规切片设备将待混炼的橡胶切出 25 个样片备用, 每个样片的长、宽、厚分别为 500mm、240mm、5mm；

[0027] (2)、再采用显微成像法, 通过分析包含炭黑的橡胶材料图像获取炭黑信息; 采用单目显微镜观测橡胶材料切面, 将放大的切面图像用 CCD 摄像头或数字成像设备输入计算机中; 该图像为灰度图像, 如图 2 所示, 各像素点的取值为 0~255, 炭黑聚集体的颜色偏亮, 胶料颜色偏暗; 然后, 采用阈值分割的方法将灰度图像二值化为黑白图像(像素点的值只取 0 和 255), 实现炭黑聚集体的识别; 二值化图像中炭黑聚集体像素点取值为 255, 橡胶材料取值为 0; 在稳定的成像环境下, 分割的阈值固定, 图 3 为图像二值化处理结果;

[0028] (3)、然后, 对每个样片选择五个不同区域并分别进行检测, 计算每个区域炭黑聚集体的平均半径及在胶料中的浓度; 依据橡胶材料图像计算出每个代表炭黑聚集体的白色区域面积 A_i , 求和后除以整个胶料图像面积, 即得炭黑聚集体在胶料中的浓度; 再依据公式 $R_{Ai} = \sqrt{A_i / \pi}$, 计算出每个白色区域的等效半径, 求取平均值即为炭黑聚集体的平均半径;

[0029] (4)、再依据步骤(3) 中的五次检测结果, 计算每个样片中炭黑聚集体的平均粒径和极差、平均浓度和极差;

[0030] (5)、最后, 依据 25 个样片数据的分布情况, 运用 SPC 中的 X-R 控制图, 结合在过程稳定状态下统计数据的分布规律, 判定分散过程的稳定性; 产品在稳定的生产状态下, 由于受随机因素的影响, 其相关检测参数值会在一定的范围内浮动, 检测数据呈现正态分布状态; 在正态分布中, μ 为数学期望, σ 为标准差, 数据落在 $[\mu \pm 3\sigma]$ 范围内的概率为 99.73%, 落在界外的概率为 0.27%, 落在单侧界外的概率为 0.135%; 在 X-R 控制图中, X_i 代表每个样片的均值, R_i 代表每个样片的极差, CL 代表 μ , UCL 代表 $\mu + 3\sigma$, LCL 代表 $\mu - 3\sigma$ (如图 4 所示), μ 和 σ 通常采用估计值代替; 具体计算公式为:

$$[0031] \hat{\mu} = \bar{x} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 + \dots + \bar{x}_m}{m},$$

[0032] 其中 m 为样片的个数, \bar{x}_i 为样片 i 的均值;

$$[0033] \bar{R} = \frac{R_1 + R_2 + \dots + R_m}{m},$$

[0034] 其中 R_i 为样片 i 的极差;

$$[0035] \left. \begin{aligned} UCL &= \bar{x} + A_2 \bar{R} \\ CL &= \mu = \bar{x} \\ LCL &= \bar{x} - A_2 \bar{R} \end{aligned} \right\},$$

$$[0036] \quad \left. \begin{array}{l} UCL = D_4 \bar{R} \\ CL = \bar{R} \\ LCL = D_3 \bar{R} \end{array} \right\},$$

[0037] 其中, A_2 , D_3 , D_4 为与样片容量 m 有关的常数, 从相关表格中查阅得到; 分别绘制炭黑聚集体的平均粒径和浓度的 X-R 控制图, 如果所有数据都在对应的 UCL 和 LCL 的范围内, 为当前炭黑分散过程进入稳定状态, 即完成评价。

[0038] 实施例 1:

[0039] 本实施例先用锋利的刀片侧切胶料, 获取 25 个长、宽、厚分别为 500mm、240mm、5mm 的样片; 尽量保证切片表面平整无划痕, 如果切面表面不平整, 会导致表面所成图像颜色的不均衡, 增加图像处理的难度; 如果存在划痕, 其边界也为亮色, 容易和炭黑的颜色混淆; 再将与胶料切面成 30 度的平行光照射到切面, 经光学放大后进行数字成像, 整体放大倍数为 100 倍, 获取胶料灰度图像, 并进行二值化处理, 分割阈值设为 100, 形成黑白图像; 然后, 遍历整个黑白图像中的白色区域, 计算出炭黑聚集体的平均半径及在胶料中的浓度; 重复以上步骤, 对该橡胶材料样片中的其他 4 个不同的区域进行检测; 重复以上步骤, 对其他 24 个样片进行检测; 最后, 将获取的 25 组样片的炭黑聚集体半径和浓度信息, 各 125 个数据, 录入到数据分析系统中, 经过相关计算后生成半径 X-R 控制图和浓度 X-R 控制图, 如图 5、6 所示; 由于在图 5 和图 6 中都存在超过 UCL 和 LCL 的样片, 因此可以判定当前的分散过程未进入稳态, 混炼效果不是很理想, 混炼工艺需要改进; 对改进后的混炼过程继续重复上述评价过程, 直到达到稳定状态, 完成评价过程。

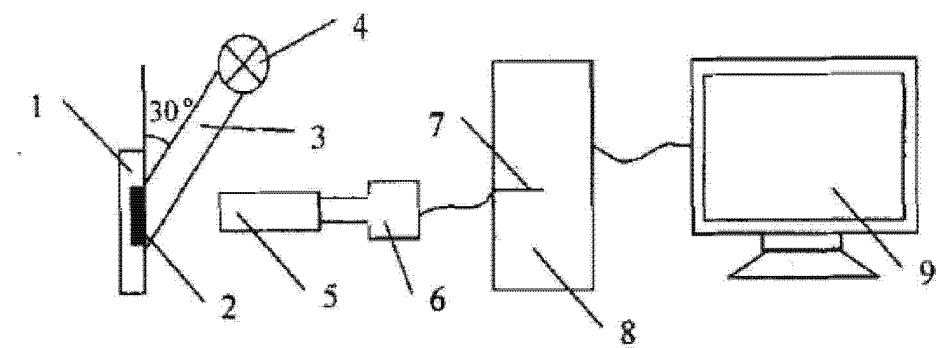


图 1

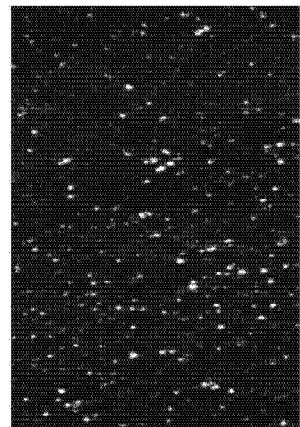


图 2

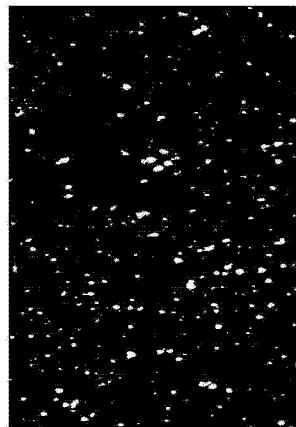


图 3

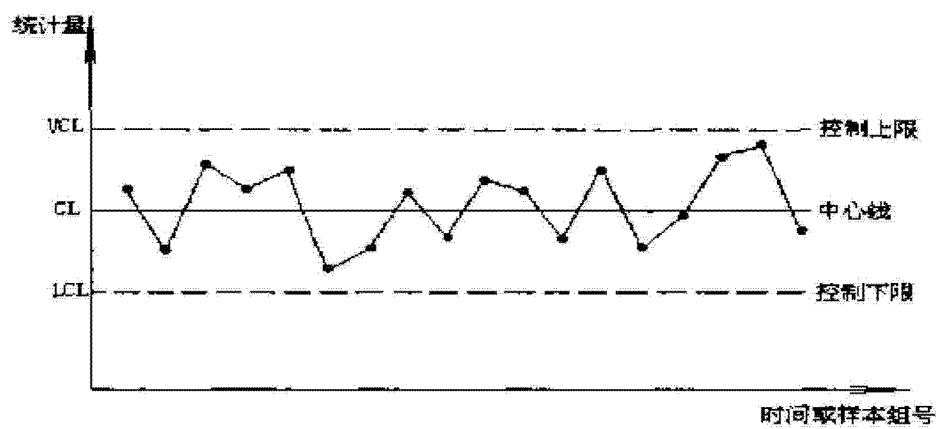


图 4

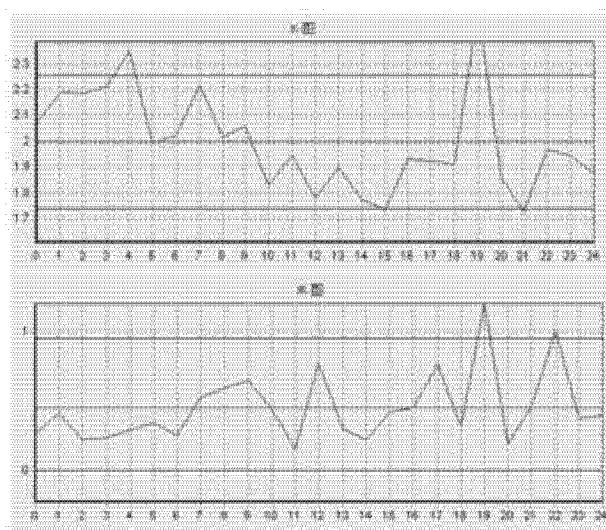


图 5

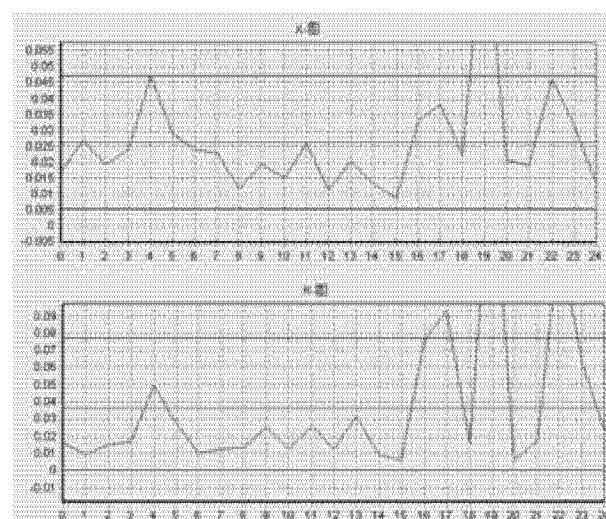


图 6