

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2013.12.013

工艺参数对微发泡 PC/ABS 微孔形态的影响*

罗特, 林有希, 卢月美

(福州大学机械工程及自动化学院, 福州 350108)

摘要: 基于田口方法的稳健参数设计方法进行正交试验, 利用位置与散度建模方法, 对试验数据进行分析, 研究预塑量、熔体温度、模具温度、注射速度、注射时间、注塑压力对聚碳酸酯/丙烯腈-丁二烯-苯乙烯微孔塑料微孔形态的影响。研究表明, 影响微孔直径大小的参数依次为注射时间、注塑压力、熔体温度、模具温度、预塑量、射出速度。最后通过最佳工艺组合预测微孔直径最优值, 并通过试验验证, 最终改善了微孔形态, 提高了微孔发泡的质量。

关键词: 微发泡; 聚碳酸酯; ABS; 工艺参数; 泡孔形态

中图分类号: TQ328 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2013)12-0058-04

Effect of Process Parameters on Cell Morphology in Microcellular Foaming of PC/ABS

Luo Te, Lin Youxi, Lu Yuemei

(College of Mechanical Engineering and Automation, Fuzhou University, Fuzhou 350108, China)

Abstract: The cell morphology of microcellular foamed PC/ABS affected by pre-plasticating volume, melt temperature, mould temperature, injection speed, inject time, pressure of gas injection were studied by using orthogonal experiments design on the base of taguchi design and the location and dispersion modeling. The experiment data were analyzed from the aspects of signal to noise ratio, location and dispersion. The results indicate that the affecting order on cell morphology is as follows: inject time, pressure of gas injection, melt temperature, mould temperature, pre-plasticating volume, injection speed. The quality of microcellular foaming was improved by predicting and verifying the optimal value of microcellular based on the best process combination.

Keywords: microcellular foaming; PC; ABS; process parameters; cell morphology

微孔泡沫塑料是指泡孔直径为 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$, 泡孔密度为 $10^9 \sim 10^{15}$ 个/ cm^3 数量级, 泡孔分布非常均匀的泡沫塑料^[1]。微孔发泡技术可以节约原材料并且提升塑料的物理力学性能^[2-3]。微孔塑料内部微孔的尺寸、密度以及分布均匀程度对微孔塑料的力学性能有很大影响^[4]。研究表明, 直径小、分布均匀的泡孔能够大幅提升塑料的力学性能^[5], 因此研究塑料内部微孔的尺寸、分布具有重要的意义^[6], 而工艺参数是影响微孔尺寸和分布的关键因素^[7]。基于田口方法的稳健参数设计可以在最少试验次数的基础上获得全部因子的所有响应信息, 笔者利用稳健参数设计、位置与散度建模的方法, 以聚碳酸酯(PC)/丙烯腈-丁二烯-苯乙烯塑料(ABS)合金为研究对象, 研究不同工艺参数对微孔形态的影响, 并寻求最优工艺组合。

1 实验部分

1.1 主要原材料

液态 N_2 : 工业级, 纯度大于 99%, 福州中铭工

业气体有限公司;

PC/ABS 合金: CB1230, 密度 1.13 g/cm^3 , 模塑收缩率 0.6%, 上海普利特复合材料股份有限公司。

1.2 主要仪器及设备

注塑机: MA3200-1700 型, 海天注塑机(广州)有限公司;

超临界流体装置: 北京中拓有限公司;

扫描电子显微镜(SEM): XL-30 型, 荷兰飞利浦公司。

1.3 试样制备

原料烘干后, 由料筒进入机筒, 通过加热以及螺杆的搅拌使 PC/ABS 熔融, 再由超临界流体控制装置将适量的 N_2 注入机筒, 在螺杆的搅拌、剪

* 福建省科技计划重点项目 (2012H0024)

联系人: 林有希, 教授, 博士生导师, 主要从事先进制造技术方面的研究

收稿日期: 2013-09-13

切等作用形成气体/聚合物均相体系,通过快速加热使均相体系极不稳定,聚合物中大量微孔气泡析出成核,然后注射成型,进入模腔的熔体由于压力迅速降低,微孔长大,最终冷却、定型^[8-9]。根据 PC/ABS 合金的注塑特性^[10-11],预塑量(A)取 24, 16 mm 两个水平,熔体温度(B)、模具温度(C)、注射速度(D)、注气时间(E)、注气压力(F)取三个水平,试验工艺参数如表 1 所示。

表 1 工艺参数

参数	水平		
	1	2	3
A/mm	16		24
$B/^{\circ}\text{C}$	250	265	280
$C/^{\circ}\text{C}$	50	65	80
$D/(\text{mm}\cdot\text{s}^{-1})$	70	80	90
E/s	7	9	11
F/MPa	7	8	9

1.4 性能测试及表征

微孔结构表征:发泡样品在液氮中脆断,表面喷金处理后用 SEM 观察、拍照,SEM 照片利用 Image-Pro Plus 图像处理软件进行统计计算,泡孔尺寸按式(1)、(2)计算:

$$d_i = \frac{1}{3} \{ \sum d_x, d_y, d_z \} \quad (1)$$

$$d = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i \quad (2)$$

式中: d_i 是单个孔泡的直径; d_x, d_y, d_z 分别是孔泡在 x, y, z 方向上的直径; d 是孔泡平均直径; n 是视野选定范围内泡孔个数。

2 结果与讨论

2.1 稳健参数设计

稳健参数设计(又称田口方法),是日本质量管理大师田口玄一最早提出来的。在试验设计时,把可控因子的设置作为研究的主要对象,并且让噪声的影响按系统设定变化,最终根据目标函数望大、望目、望小的特性选出最佳因子组合,并且能够预测响应变量最优值。按一定的规则设计正交试验矩阵,用少量的试验即可获得大量有用信息,引入信噪比(η)作为评价参数组合优劣的一个指标。试验的响应变量是微孔直径,微孔直径在 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 之间,孔径越小分布越密集,能够更有效阻止塑料内部缺陷裂纹尖端扩展、减小内应力,提高泡沫塑料的力学性能,因此微孔直径取小为优,本试验目标函数为望小型目标函数。

由于试验环境等因素影响,选定模具温度、注

塑压力为噪声因子,选用 $L_{18}(6^3)$ 正交试验表,利用综合误差法进行两次试验,由式(1)、(2)计算得到微孔平均直径为 d_1, d_2 ,如表 2 所示。

表 2 正交试验表及试验结果

试验号	A	B	C	D	E	F	$d_1/\mu\text{m}$	$d_2/\mu\text{m}$
1	3	1	1	1	1	1	0.222	0.436
2	3	1	2	2	2	2	0.411	0.650
3	3	1	3	3	3	3	0.446	0.438
4	3	2	1	1	2	2	0.634	0.584
5	3	2	2	2	3	3	0.620	0.380
6	3	2	3	3	1	1	0.459	0.428
7	3	3	1	2	1	3	0.225	0.297
8	3	3	2	3	2	1	0.653	0.307
9	3	3	3	1	3	2	0.286	0.290
10	1	1	1	3	3	2	0.274	0.447
11	1	1	2	1	1	3	0.569	0.337
12	1	1	3	2	2	1	0.573	0.557
13	1	2	1	2	3	1	0.272	0.474
14	1	2	2	3	1	2	0.347	0.362
15	1	2	3	1	2	3	0.567	0.398
16	1	3	1	3	2	3	0.433	0.328
17	1	3	2	1	3	1	0.609	0.521
18	1	3	3	2	1	2	0.455	0.405

2.2 位置与散度建模

位置与散度建模方法,是分别建立位置和散度的度量值关于可控因子主效应和交互效应的模型。位置因子是指对位置度量有显著影响的因子;散度因子是指对散度度量有显著影响的因子。位置和散度的度量是指可控因子各水平的组合,在噪声影响下重复试验所得到的样本均值和样本方差,样本均值为位置因子的度量,样本方差为散度因子的度量。该模型可分为望大、望目、望小三种类型。望小特性 η 计算公式如下^[12]:

$$\eta = \frac{1}{\mu^2 + \sigma^2} \quad (3)$$

$$E(y^2) = \mu^2 + \sigma^2 \quad (4)$$

$$V_T = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \quad (5)$$

$$\eta = -10 \lg \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2 \quad (6)$$

式中: μ 为样本均值; σ^2 为样本方差; $E(y^2)$ 为目标特性二阶原点矩; V_T 为 $E(y^2)$ 无偏估计; y_i 为第 i 次试验结果; n 为试验次数。

本试验中,位置因子表征目标函数最优值,散度因子表征目标函数最优值的波动。利用稳健参数设计的方法设计试验,用位置与散度建模的方法进行分析,确定各因子对位置和散度影响显著程度的顺序,根据排序选择使位置和散度值最小的因子水

平组合。这样就可以得到各可控因子最佳组合,使泡孔直径最小,并且控制在较小范围内波动,从而得到最好的微发泡工艺。

2.3 试验结果分析与验证

(1) 试验结果分析。

对表2的试验结果进行田口分析,根据式(3)~(6)计算因子各水平对 η 的响应,如表3所示。

表3 因子 η 响应表

水平	A	B	C	D	E	F
1	8.554	7.842	8.545	8.366	9.062	7.583
2		7.911	7.556	8.115	6.845	8.270
3	7.745	8.695	8.347	7.967	8.542	8.595
极差	0.809	0.853	0.989	0.398	2.217	1.011
排序	5	4	3	6	1	2

根据表3,选取各因子 η 最大的水平组合为A1B3C1D1E1F3,而由极差来看,各因子对 η 的影响大小依次为:注气时间(E)>注塑压力(F)>模具温度(C)>熔体温度(B)>预塑量(A)>注射速度(D)。

对因子各水平进行位置(均值)和散度(方差)分析,结果见表4、表5。

表4 因子均值响应表

水平	A	B	C	D	E	F
1	0.3703	0.4018	0.3687	0.3772	0.3447	0.4133
2		0.3914	0.4048	0.3897	0.4455	0.3780
3	0.4004	0.3629	0.3825	0.3893	0.3659	0.3648
极差	0.0301	0.0389	0.0361	0.0125	0.1008	0.0485
排序	5	3	4	6	1	2

表5 因子方差响应表

水平	A	B	C	D	E	F
1	0.09174	0.08945	0.09066	0.08805	0.08676	0.10732
2		0.10372	0.12281	0.09655	0.11582	0.09870
3	0.10357	0.09978	0.07948	0.10835	0.09037	0.08693
极差	0.01183	0.01427	0.04333	0.02031	0.02906	0.02039
排序	6	5	1	4	2	3

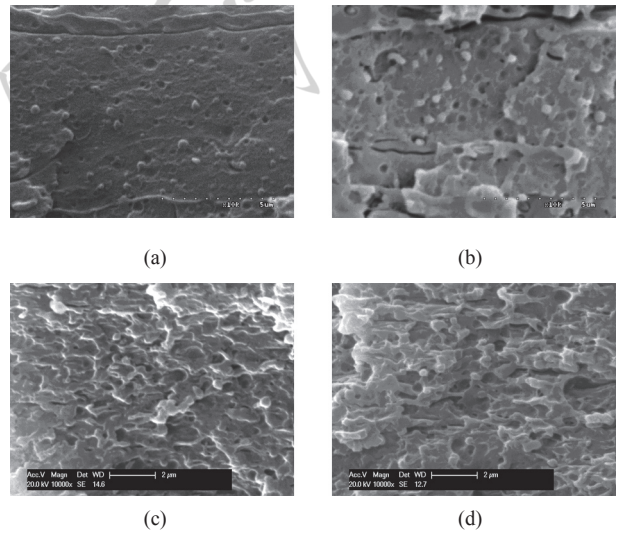
因子各水平对均值的响应反映了对位置因子的度量,根据模型公式来看,水平响应值越小,目标均值越小,越趋近于目标值。根据表4,选取各因子均值响应最小的水平组合为A1B3C1D1E1F3,而由极差来看,各因子对均值的影响大小依次为:注气时间(E)>注塑压力(F)>熔体温度(B)>模具温度(C)>预塑量(A)>注射速度(D)。

由表5可知,各因子对方差影响大小排序为:模具温度(C)>注气时间(E)>注塑压力(F)>注射速度(D)>熔体温度(B)>预塑量(A);而注气时间、注塑压力是显著影响泡孔大小的位置因子,模具温度、注射速度是显著影响波动范围的散度因子,预塑量、熔体温度是影响相对较弱的调节因子。选择

注气时间的1水平,注塑压力的3水平使位置最小;选择模具温度的1水平,注射速度的1水平使散度最小;根据表3,预塑量取1水平、熔体温度取3水平,得到最佳因子组合为A1B3C1D1E1F3。

(2) 预测与验证。

在最佳因子组合为A1B3C1D1E1F3条件下运用田口方法进行预测,结果如下: η 为11.0693,均值为0.261856,方差为0.0556537, η 达到所有试验中最大值。在该水平组合下再做四次试验,用SEM在10000倍下观察、拍照,得到SEM照片如图1所示,分别测得微孔直径为0.312,0.259,0.298,0.314 μm 。由于试样脆断位置的影响,图1a,1b以闭孔为主,而图1c,1d则主要都是连通开孔。这四次试验都非常接近预测的最优值,并且在允许的波动范围之类。



微孔直径:a—0.312 μm ;b—0.259 μm ;c—0.298 μm ;d—0.314 μm

图1 四次验证试验的SEM照片

根据寻优的结果以及验证试验表明,在预塑量24 mm,熔体温度280℃,模具温度50℃,注射速度70 mm/s,注气时间7 s,注塑压力9 MPa的条件下得到的微孔尺寸是最小的,而且分布比较均匀,因此可以认为此工艺条件下能够得到最好的发泡制品。

3 结论

(1) 对微孔直径均值影响程度的大小依次为:注气时间>注塑压力>熔体温度>模具温度>预塑量>注射速度;其中注气时间和注塑压力显著影响微孔直径的大小,较短的注气时间使得均相体系中 N_2 比例较低,较大的注塑压力使熔体在充模的过

程中 N_2 分布均匀,从而使得微孔大小与分布均匀。

(2) 对微孔直径波动范围影响程度的大小依次为:模具温度 > 注气时间 > 注塑压力 > 注射速度 > 熔体温度 > 预塑量。模具温度和注气时间显著影响泡孔直径的波动范围,在熔体射入模腔之后,较低的模具温度能够促使熔体快速冷却、定型,从而抑制微孔进一步长大。

(3) 最佳工艺组合为预塑量 16 mm,熔体温度 280℃,模具温度 50℃,注射速度 70 mm/s,注气时间 7 s,注气压力 9 MPa,试验在该组合水平下能够得到最佳的发泡效果,获得最好的发泡制品。

参考文献

- [1] 吴舜英,徐敬一. 泡沫塑料成型 [M]. 北京:化学工业出版社,1996.
Wu Shunying, Xu Jingyi. Foam molding[M]. Beijing:Chemical Industry Press, 1996.
- [2] Shibao M, Baldwin D F. The viscoelastic behavior of microcellular plastics with varying cell size[J]. Polymer Engineering Sci, 1995, 35:1 387-1 388.
- [3] Turng L S, Hrishikesh K. Effect of process conditions on the weld line strength and microcellular injection molded parts[J]. Polymer Engineering Sci, 2003, 43(1):157-158.
- [4] Dustin M, Pavee C, Vipin K. Does nanocellular structure improve mechanical properties compared to microcellular foams[C]. Society of Plastics Engineers:68th Annual Technical Conference of the Society of Plastics Engineers, 2010:2 307-2 314.
- [5] Gong Wei, Gao Jiacheng, Jiang Ming, et al. Influence of cell structure parameters on the mechanical properties of microcellular polypropylene materials[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2011, 122(5):2 907-2 914.
- [6] Rodriguez-Perez M A, Lobos J, Perez-Muoz C A, et al. Mechanical response of polyethylene foams with high densities and cell sizes in the microcellular rang[J]. Journal of Cellular Plastics, 2009, 45(5):389-403.
- [7] Pierick D, Jacobsen K. Injection molding innovation:The microcellular foam process[J]. Plastics Eng, 2001, 57(5):46.
- [8] 彭响方,刘婷,兰庆贵,等. 微孔发泡塑料注射成型技术及其新进展 [J]. 材料导报, 2005, 19(1):77-78.
Peng Xiangfang, Liu Ting, Lan Qinggui, et al. Microcellular foam injection molding technology and its development[J]. Materials Review, 2005, 19(1):77-78.
- [9] Goodship V, Stewart R L, Hansell R, et al. Microcellular foaming with super critical CO_2 in injection moulding[J]. Cellular Polymers, 2004, 23(1):25-37.
- [10] Moon Jong-Sin, Lee Jeong-Moo, Lee Shi-Ho, et al. Effect of process conditions on the dart impact properties of thin-wall injection-molded polycarbonate plates[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2013, 127(3):1 466-1 474.
- [11] Ozcelik B, Ozbay A, Demirbas E. Influence of injection parameters and mold materials on mechanical properties of ABS in plastic injection molding[J]. International Communications in Heat and Mass Transfer, 2010, 37(9):1 359-1 365.
- [12] 陈魁. 试验设计与分析 [M]. 北京:清华大学出版社, 2005.
Chen Kui. Design and analysis of experiments[M]. Beijing:Tsinghua University Press, 2005.

鞍山君利工程塑料有限公司

鞍山君利工程塑料有限公司是股份制企业,生产以工程塑料为主的改性材料。由教授级高工、中国塑协专家委员会专家负责生产技术。可为用户提供增强、增韧、复合、阻燃、环保阻燃、抗静电、耐磨、塑料合金类系列改性工程塑料。公司竭诚为用户“量身订做个性化需求的产品,为客户创造价值”。公司通过 ISO9001:2000 国际质量管理体系认证。公司宗旨:信誉第一;质量第一。

欢迎新老客户前来指导、合作!

- 改性品种 :PA66、PA6、PP、PE、ABS、AS、HIPS、POM、PC、PC/ABS、PBT、PET、PVC 等系列改性塑料。
- 适用行业:家电、汽车、机械、铁路、纺织、石油化工、煤矿、农业等。

经理:徐长旭 13604228259, xuchangxu315@163.com

总工:赵文聘 13804910274, zhaowenpin315@163.com

地址:辽宁省鞍山市旧堡 邮编:114041 电话:0412-8935903 传真:0412-8935803 网址:www.asjls.com