

PVC 粒点缺陷与填料粒径的关系

黄伟忠 林颖俊 周 健

(同济大学机械与能源工程学院 上海 200092)

摘要:本文利用概率密度图对填料粒径进行研究,确定填料粒径符合正态分布。利用等方差检验对PVC粒点缺陷不同水平进行分析,确定不同水平PVC粒点缺陷相关的填料粒径的方差一致性。利用假设检验对不同水平的PVC粒点缺陷的填料粒径均值进行分析,确定不同水平的PVC粒点缺陷相关的填料粒径的均值一致性。利用不同水平PVC粒点缺陷的相关填料粒径的正态分布,确定填料粒径的控制要求。

关键词:概率密度图;填料;正态分布;等方差分析;粒点缺陷;假设检验;泊松分布

中图分类号:TQ325.3; TQ014 文献标识码:B

Relationship between Particle Defects of PVC and Filler Size

HUANG Wei-zhong, LIN Ying-jun, ZHOU Jian

(School of Mechanical Engineering Tongji University, Shanghai 200092, China)

Abstract: Possibility density diagram is applied to study filler size distribution to confirm if filler size is accordance to nominal distribution. Equal σ^2 is applied to study filler size deviation of different level of PVC particle defects and confirm its uniformity. Hypotheses are applied to study filler size average of different PVC particle defects level and confirm its uniformity. Filler size distribution is studied to define its control specification.

Keywords: possibility density diagram; filler; nominal distribution; Equal σ_2 ; particle defects; Hypotheses; Poisson distribution

PVC改性过程中,通常加入热稳定剂、增塑剂、光稳定剂、润滑剂、加工助剂等添加剂^[1]。填料是这些添加剂中重要的一种,其成分通常为碳酸钙、硅酸钙、硫酸钙。填料的加入能够增强材料强度并降低材料成本。PVC粒点缺陷是在PVC塑料挤出加工或注塑加工中一类常见的缺陷^[2]。PVC粒点缺陷是造成PVC塑料不一致性的主要原因。填料的粒径对PVC塑料的一致性有很大影响。填料粒径过大时,会堵塞挤出机的过滤网,从而影响挤出速度,造成PVC塑料的不一致。同时,部分填料会残留在过滤网上,影响PVC组分的均匀性,进一步影响PVC塑料的一致性^[3]。填料粒径过小时,填料不容易加工,会增加原料的成本,目前,填料粒径的控制水平是小于5.5 μm。本文期望通过有无粒点缺陷的

PVC塑料与相关的填料粒径历史数据分析,确定粒点缺陷与填料粒径的关系。同时,通过粒点缺陷的不同水平的填料粒径分布,确定填料粒径的控制范围。最后,利用Poisson分布确定填料粒径在规格上限的粒点缺陷的质量水平。本文的内容包括填料粒径的正态检验、填料粒径的等方差分析、填料粒径的假设检验和填料粒径的分布研究。

1 填料粒径的正态检验

正态检验是对计量型数据在假设检验前必须进行的步骤^[4]。正态检验使用的工具为概率密度图,其分析的原理为将数据排序,将数据作为预测变量X,将 $k/(n+1)$ 作为响应变量进行线

收稿日期:2014-12-12

作者简介:黄伟忠,1976年生,男,硕士研究生,质量工程师。

林颖俊,1986年生,女,硕士研究生,工程师。

周健,1975年生,男,副教授。

性回归分析,以确定数据是否符合正态分布的方法^[5]。在实际操作中,本文利用 Minitab 进行分析,得到概率密度图,根据得到的 P 值进行正态检验。

1.1 正态检验的步骤

正态检验一般收集不少于 25 组数据,以确保数据样本的代表性。将获取的数据在 Minitab 中进行正态检验。根据概率密度图和 P 值进行正态与否的确定。概率密度图是粗略评估正态与否的方法,如果概率密度图的点分布在一条直线附近,符合正态分布。 P 值是一个精确评估正态与否的方法,如果 P 值大于 0.05,符合正态分布。

1.2 粒点缺陷 OK 的填料粒径正态检验

本文对历史粒点缺陷 OK(符合要求)的 PVC 塑料批次对应的填料粒径数据进行收集,得到粒点缺陷 OK 的填料粒径如表 1 粒点缺陷 OK 的填料粒径。

表 1 粒点缺陷 OK 的填料粒径

Table 1 Filler size with OK particle defects

序号	粒径/ μm	序号	粒径/ μm
1	4.71	14	4.78
2	4.89	15	4.9
3	4.77	16	4.47
4	4.82	17	4.71
5	4.42	18	4.28
6	4.12	19	4.88
7	4.46	20	4.92
8	4.53	21	4.83
9	4.7	22	4.93
10	4.68	23	4.9
11	4.69	24	5.04
12	4.17	25	4.33
13	5.04		

利用 Minitab 的正态检验功能,对表 1 粒点缺陷 OK 的填料粒径数据进行正态检验,得到图 1 粒点缺陷 OK 的正态检验。

根据图 1 粒点缺陷 OK 的正态检验,所有的数据点基本在直线的附近,近似符合正态分布。

根据图 1 粒点缺陷 OK 的正态检验的 P 值, P 值为 0.061,大于 0.05,说明数据符合正态分布。

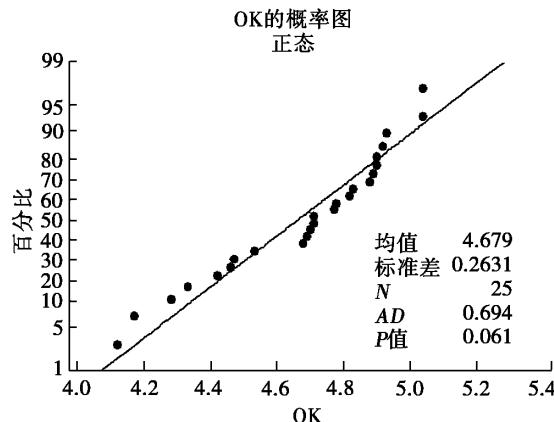


图 1 粒点缺陷 OK 的正态检验

Fig. 1 Nominal test for OK particle defects

1.3 粒点缺陷 NG 的填料粒径正态检验

本文对历史粒点缺陷 NG(不符合要求)的 PVC 塑料批次对应的填料粒径数据进行收集,得到粒点缺陷 NG 的填料粒径如表 2 粒点缺陷 NG 的填料粒径。

表 2 粒点缺陷 NG 的填料粒径

Table 2 Filler size with NG particle defects

序号	粒径/ μm	序号	粒径/ μm
1	5.16	14	5.36
2	5.28	15	5.11
3	5.25	16	5.37
4	5.33	17	5.29
5	4.96	18	5.19
6	4.94	19	5.25
7	5.24	20	5.23
8	4.84	21	5.04
9	5.35	22	5.42
10	5.23	23	5.09
11	5.4	24	5.58
12	5.22	25	5.12
13	5.56		

利用 Minitab 的正态检验功能,对表 2 粒点缺陷 NG 的填料粒径数据进行正态检验,得到图 2 粒点缺陷 NG 的正态检验。

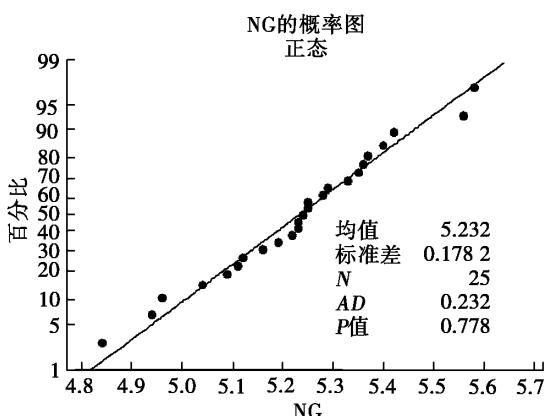


图2 粒点缺陷 NG 的正态检验

Fig. 2 Nominal test for NG particle defects

根据图2 粒点缺陷 NG 的正态检验 ,所有的数据点基本在直线的附近 ,近似符合正态分布。根据图2 粒点缺陷 NG 的正态检验的 P 值 , P 值为 0.778 ,大于 0.05 ,说明数据符合正态分布。

结合以上分析 ,OK 和 NG 的 PVC 粒点缺陷的填料粒径数据是符合正态分布的。

2 填料粒径的等方差检验

进行假设检验之前必须进行样本之间的等方差检验^[6]。如果不同样本之间方差不一致 ,无法使用假设检验 ,应使用非参数检验。本文采用 PVC 粒点缺陷 OK 和 NG 两个水平的填料粒径的样本进行等方差分析 ,以确定两者是否等方差。

2.1 等方差检验方法说明

等方差检验是检验样本 1 的方差与样本 2 的方差比是否等于 1 的方法^[7]。等方差检验需要计算样本 1 和样本 2 的标准差及方差、确定标准差比的 95% 置信区间、确定数学模型的 P 值、判断等方差是否显著^[8]。任何数学模型的 P 值小于 0.05 时 , F 值小于临界值 95% 置信区间不包括 1 则等方差不显著^[9]。本文利用 Minitab 对以上数据进行自动计算 ,得到 F 值、 P 值和 $a = 0.05$ 的 95% 置信区间进行检验。等方差统计计算公式依表 3 等方差矩阵。

表3 等方差矩阵

Table 3 Equal deviation matrix

	样本数	标准差	方差	F 比	P 值	95% 置信区间
样本 1	N_1	S_1	S_1^2	F	P	(LCL ,UCL)
样本 2	N_2	S_2	S_2^2			

N_1 为样本 1 的数据个数

N_2 为样本 2 的数据个数

S_1 为样本 1 的标准差 $= (\sum (X_{1i} - \bar{X}_1)^2 / N_1)^{0.5}$

X_{1i} 为样本 1 的数据 , \bar{X}_1 均为样本 1 平均值

S_2 为样本 2 的标准差 $= (\sum (X_{2i} - \bar{X}_2)^2 / N_2)^{0.5}$, X_{2i} 为样本 2 的数据 , \bar{X}_2 均为样本 2 平均值

$$F = S_1^2 / S_2^2$$

P 为 F 分布对应 F 值右侧区域的面积

$$LCL = (S_1^2 / S_2^2 \times F_{(1-a, N_1-1, N_2-1)})^{0.5}$$

$$UCL = (S_1^2 / S_2^2 \times F_{(a, N_1-1, N_2-1)})^{0.5}$$

2.2 等方差检验

将表 1 粒点缺陷 OK 的填料粒径数据和表 2 粒点缺陷 NG 的填料粒径作为样本 1 及样本 2 进行等方差检验 ,得到表 4 不同粒点缺陷水平的填料粒径等方差。

表4 不同粒点缺陷水平的填料粒径等方差

Table 4 Equal variety with different particle defects level

	样本数	标准差	方差	F 比	P 值	95% 置信区间
OK	25	0.263	0.069	2.18	0.062	(0.980 , 2.224)
NG	25	0.178	0.032			

表 4 不同粒点缺陷水平的填料粒径等方差的 F 分布的分子和分母分别为 24 和 24 ,

对应的 F 分布如图 3 ,自由度 24 ,24 的 F 分布。

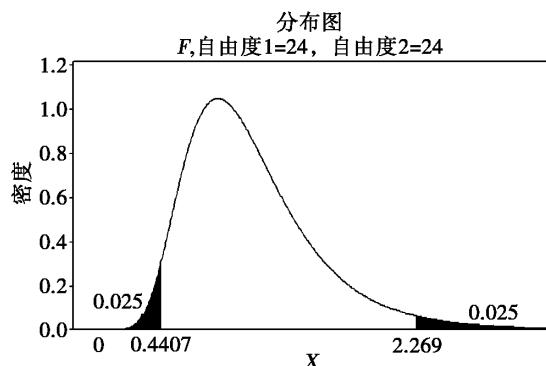
图3 自由度 24 24 的 F 分布Fig. 3 $F(24, 24)$ distributions

表4 不同粒点缺陷水平的填料粒径等方差的 F 值为 2.18 小于临界值 2.269 95% 的置信区间 (0.980, 2.224) 包含 1 P 值 0.062 大于 0.05, 说明 OK 和 NG 两个水平的填料粒径是等方差的。

3 填料粒径的假设检验

假设检验是利用小概率事件的拒绝域来判断结果是否与原假设一致的^[10]。常用的计量型数据的假设检验包括 Z 检验, t 检验, $2t$ 检验和 $t-t$ 检验^[11]。本文涉及的两个样本是属于方差未知的数据, 且样本之间没有配对关系, 因此选择使用 $2t$ 检验。

3.1 假设检验的方法说明

$2t$ 检验用于两个样本的比较, 通过计算样本标准差、合并标准差、95% 置信区间、 t 值和 P 值, 最终判断两个样本是否一致^[12]。 P 值大于 0.05, t 值大于临界值和 95% 置信区间包含 0 时, 两个样本是一致的。 $2t$ 检验的计算矩阵如表 5 $2t$ 检验过程。

表5 $2t$ 检验过程Table 5 $2t$ hypotheses process

	样本数	平均值	标准差	合并标准差	t 值	P 值	95% 置信区间
样本 1	N_1	X_1	S_1	SP	t	P	(LCL, UCL)
样本 2	N_2	X_2	S_2				

N_1 为样本 1 的数据个数

N_2 为样本 2 的数据个数

X_1 为样本 1 的平均值

X_2 为样本 2 的平均值

S_1 为样本 1 的标准差 = $(\sum (X_{1i} - \bar{X}_1)^2 / (N_1))^{0.5}$, X_{1i} 为样本 1 的数据, X_1 均为样本 1 平均值

S_2 为样本 2 的标准差 = $(\sum (X_{2i} - \bar{X}_2)^2 / (N_2))^{0.5}$, X_{2i} 为样本 2 的数据, X_2 均为样本 2 平均值

$$SP = ((N_1 - 1) \times S_1^2 + (N_2 - 1) \times S_2^2) / (N_1 + N_2 - 2)^{0.5}$$

$$t = (X_1 - X_2) / (SP \times (1/N_1 + 1/N_2)^{0.5}) - P \text{ 为 } T \text{ 分布对应 } \pm t \text{ 区域外的面积}$$

$$\text{LCL} = (S_1^2 / S_2^2 \times F_{(1-\alpha, N_1-1, N_2-1)})^{0.5} - \text{UCL} = (S_1^2 / S_2^2 \times F_{(\alpha, N_1-1, N_2-1)})^{0.5}$$

3.2 OK 和 NG 粒点缺陷的填料粒径 $2t$ 检验

根据表 1 和表 2 的数据, 通过 Minitab 计算得到表 6 OK 和 NG 粒点缺陷的填料粒径 $2t$ 检验。

表 6 OK 和 NG 粒点缺陷的填料粒径 $2t$ 检验 对应 t 分布的自由度为 48($24+24$), 自由度为 48 的 t 分布如图 4。

表6 OK 和 NG 粒点缺陷的填料粒径 $2t$ 检验Table 6 $2t$ hypotheses for OK and NG particle defects

	样本数	平均值	标准差	合并标准差	t 值	P 值	95% 置信区间
样本 1	24	4.679	0.263	0.2247	-8.71	0.000	(-0.6814, -0.4258)
样本 2	24	5.232	0.178				

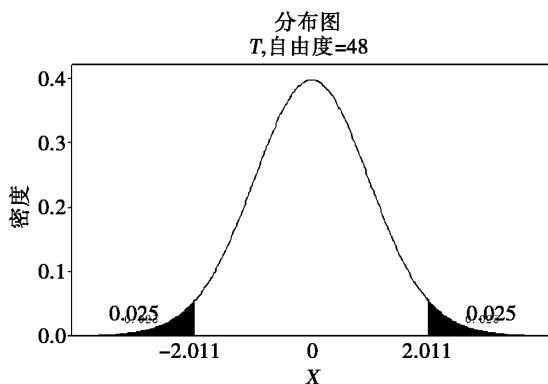


图4 自由度为48的t分布
Fig. 4 t distribution for DF = 48

P 值0小于0.05, t 值绝对值8.71大于临界值2.011和置信区间未包括0,说明OK和NG粒点缺陷的填料粒径之间存在显著差异。

4 填料粒径的分布研究

OK粒径范围平均值为 $4.679\text{ }\mu\text{m}$,标准差为0.263,粒点缺陷OK区间如图5OK填料粒径OK区域。

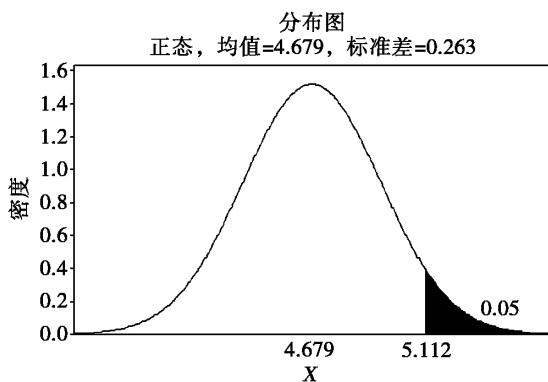


图5 OK填料粒径OK区域
Fig. 5 OK areas for OK filler size

NG粒径范围平均值为 $5.232\text{ }\mu\text{m}$,标准差为0.178,粒点缺陷OK区间如图6NG填料粒径OK区域。

根据图5OK填料粒径OK区域,粒径应小于5.112 μm 。根据图6NG填料粒径OK区域,粒径范围为小于4.939 μm 。结合以上结果,应将填料粒径控制在4.9 μm 以下。

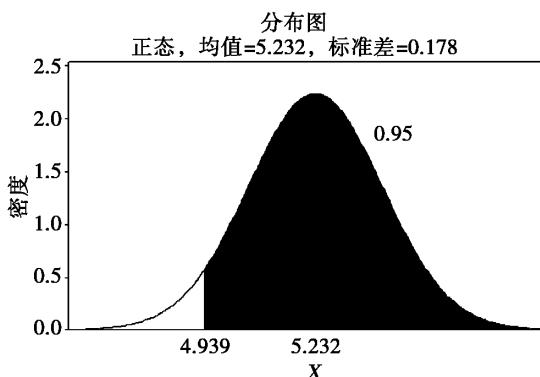


图6 NG填料粒径OK区域
Fig. 6 OK areas for NG filler size

5 结论

综合以上分析,本文得到如下结论:

- (1) OK和NG粒点缺陷的填料粒径数据符合正态分布,可以按正态分布模型进行等方差分析;
- (2) OK和NG粒点缺陷的填料粒径样本之间是等方差的,可以进行假设检验;
- (3) OK和NG粒点缺陷的填料粒径是不相等的;
- (4) 为保证PVC塑料的一致性,填料粒径应控制在4.9 μm 以下。

参考文献:

- [1] Arnold S F. Mathematical Statistics [M]. America: Prentice-Hall ,1990.
- [2] Brown M B and Forsythe A B. Robust tests for the equality of variances [J]. Journal of the American Statistical Association ,1974 ,69: 364—367.
- [3] Casella G ,Berger R. Statistical Inference [M]. America: Duxbury Press ,1990.
- [4] D'Agostino R B ,Stephens E M. A. Goodness-of-Fit Techniques [M]. America: Marcel Dekker ,1986.
- [5] Filliben J J. The probability plot correlation coefficient test for normality [J]. Technometrics ,1975 ,17: 111.
- [6] Hettmansperger T P ,Sheather S J. Confidence intervals based on interpolated order statistics [J]. Statistics and Probability Letters ,1986 ,4: 75—79.
- [7] Johnson N L ,Kotz S. Discrete Distributions [M]. America: John Wiley & Sons ,1969.
- [8] Samuel K ,Johnson N L. Encyclopedia of Statistical Sciences [M]. America: Wiley-Interscience ,2005.

- [9] Levene H. Contributions to Probability and Statistics [M]. America: Stanford University Press ,1960.
- [10] Lilliefors H W. On the kolmogorov-smirnov test for normality with mean and variance unknown [J]. Journal of the American Statistical Association , 1967 ,62: 399—402.
- [11] Shapiro S S ,Francia R S. An approximate analysis of variance test for normality [J]. Journal of the American Statistical Association , 1972 ,67: 215—216.
- [12] Shapiro S S ,Wilk M B. An analysis of variance test for normality (complete samples) [J]. Biometrika , 1965 ,52: 591.

(编辑: 张迎元)