

新材料技术

## 响应面法优化稻草模塑材料热压工艺参数

杜亚洲<sup>a</sup>, 肖生苓<sup>a</sup>, 岳金权<sup>b</sup>

(东北林业大学 a.工程技术学院, b.材料科学与工程学院; 哈尔滨 150040)

**摘要:** **目的** 探讨热压过程中压力、温度和湿纸胚含水率等因素对稻草秸秆纤维模塑包装材料主要力学性能的影响, 确定各因素的权重及最佳工艺参数。**方法** 采用单因素试验法和响应曲面法, 以裂断长和弯曲强度为评价指标, 确定最佳工艺条件。**结果** 最佳热压工艺条件, 热压温度为 175 ℃, 热压压力为 6.9 MPa, 湿纸胚含水率为 70%, 此时得到的平均裂断长为 7697.93 m, 弯曲强度为 72.36 MPa, 与理论裂断长 7712.62 m、弯曲强度 71.44 MPa 接近, 优化结果可信。热压过程中各因素对模塑包装材料裂断长和弯曲强度影响的大小为湿纸胚含水率>热压压力>热压温度。**结论** 过高的温度会造成半纤维素的热解, 过高的压力会导致纤维的压溃, 过高的含水率产生的能耗过高。适当的热压工艺参数能够降低能耗, 保证模塑包装材料的品质及性能。

**关键词:** 模塑纤维; 热压工艺; 裂断长; 弯曲强度; 响应曲面法

中图分类号: TB484.1 文献标识码: A 文章编号: 1001-3563(2018)21-0063-09

DOI: 10.19554/j.cnki.1001-3563.2018.21.013

## Hot-pressing Process Parameters of Rice Straw Molding Material Optimized Based on Response Surface Method

DU Ya-zhou<sup>a</sup>, XIAO Sheng-ling<sup>a</sup>, YUE Jin-quan<sup>b</sup>

(Northeast Forestry University a.College of Engineering and Technology b.College of Materials Science and Engineering, Harbin 150040, China)

**ABSTRACT:** The work aims to investigate the effects of pressure, temperature and moisture content of wet paper embryos on the main mechanical properties of rice straw fiber molded packaging materials, and to determine the weights of each factor and the optimum process parameters. The single factor test method and response surface method were used to determine the optimum process conditions, with the breaking length and bending strength as the evaluation indicators. When the optimum hot-pressing conditions were: hot-pressing temperature of 175 ℃, hot-pressing pressure of 6.9 MPa and wet paper embryo moisture content of 70%, the average breaking length was 7697.93 m, and the bending strength was 72.36 MPa, both of which were close to the theoretical breaking length (7712.62 m) and the theoretical bending strength (71.44 MPa). As a result, the optimized result was credible. The influence of various factors on the breaking length and bending strength of molded packaging materials in the hot-pressing process was: wet paper embryo ture content> hot-pressing pressure> hot-pressing temperature. In conclusion, excessively high temperatures will cause pyrolysis of hemicellulose, excessively high pressure will cause crushing of the fibers, and excessively high ture content will lead to excessively high energy consumption. Proper hot-pressing process parameters can reduce energy consumption and ensure the quality and performance of molded packaging materials.

**KEY WORDS:** molded fiber; hot-pressing process; breaking length; bending strength; response surface method

收稿日期: 2018-06-06

基金项目: 哈尔滨市应用技术研究与开发项目 (2016RAXXJ004)

作者简介: 杜亚洲 (1993—), 男, 东北林业大学硕士生, 主攻物流工程。

通信作者: 肖生苓 (1961—), 女, 博士, 东北林业大学教授, 主要研究方向为农林生物质材料。

传统模塑包装材料多以废纸为原料,废纸纤维均经过二次或多次处理,其角质化程度高且所含基团较少,不利于纤维间的结合<sup>[1-3]</sup>。由于废纸制备的模塑材料力学性能较差,大多应用于包装质量较小的低端产品。另外,由于我国天然林保护工程的实施,特别是2017年全面停止天然林商业性采伐政策的出台,使得制备模塑材料的废纸原料在很大程度上依靠进口,增加了模塑包装制品的生产成本。我国是包装大国,包装材料的绿色发展、创新发展是包装行业的目标。以成本低廉、绿色环保和可持续性好的农作物秸秆为原料,探讨秸秆纤维模塑包装材料制备工艺与技术,开发环境友好、市场潜力巨大的模塑包装新材料,为绿色包装材料的产业化提供理论与实践支撑。

农作物秸秆含有大量纤维素,在适宜的工艺条件下能够替代废纸浆制备模塑包装材料。目前多数研究是通过模具设计、添加助剂、改性复合等手段来提高模塑材料的性能<sup>[4-6]</sup>,在不添加任何助剂的前提下,通过工艺的优化使模塑纤维材料具备优良性能的研究甚少。目前各领域工艺的优化多采用单因素法和正交实验法等。单因素试验法试验组数目较多,不能考察因素之间的交互作用;正交实验法具有均匀分散,整齐可比的特点,可以寻求最佳的因素水平组合,但无法确定因素与响应值之间的函数关系式,不能得到整个区域内最佳组合和响应值的最优值。响应曲面法能够在减少试验组数的前提下,采用多元二次回归方程来拟合因子与响应值之间的函数关系,通过对回归方程的分析来寻求最优参数,解决多变量问题<sup>[7-9]</sup>。目前,响应曲面法被国内外学者应用于不同的研究领域,对不同工艺进行优化。修慧娟等<sup>[10]</sup>利用响应曲面法对纤维素纳米纸基材料进行优化,得到了最佳的热压工艺条件。LEIVINGSTONE T.J等<sup>[11]</sup>通过响应曲面法对等离子涂层进行优化,探究了各因素对涂层的影响,对提高HA涂层植入物在体内的功能寿命具有很大的帮助。WONG Y.C等<sup>[12]</sup>利用响应曲面法对生物柴油产量优化研究,通过对反应时间、催化剂负载量和甲醇与油的摩尔比等自变量进行优化,提高了生物柴油产率。左迎峰等<sup>[13]</sup>利用响应曲面法对重组竹热压工艺进行优化,探究了密度、热压温度、热压时间等因素对重组竹力学性能的影响,确定了最佳的热压工艺参数。杨波等<sup>[14]</sup>采用响应曲面法探究地板平衡纸热压工艺中施胶量、热压时间、热压温度及涂水量各因素之间的交互作用,确定了最佳优化条件。

文中在前期稻草秸秆制浆工艺优化的基础上,探究热压过程中各工艺因素与模塑材料力学性能之间的关系,旨在提高秸秆模塑材料的性能,为后续秸秆纤维制备模塑包装材料工业化利用提供理论和实践依据。

## 1 实验

### 1.1 原料及设备

原料:稻草秸秆,收集于黑龙江省哈尔滨市平房区。

设备:ZSP-300型高浓盘磨机,吉林路铭集团;ZT4-04型打浆机,北京西润斯仪器仪表有限公司;ZT16-00型纤维解离器,兴平市中通试验装备有限公司;ZT7-02型纸样成型机,兴平市中通试验装备有限公司;ZG-20T型热压机,东莞市正工机电设备科技有限公司;SANS万能试验机,深圳市新三思计量技术有限公司;G80F20CN2L-B8(R0)Z型微波炉,广东格兰仕微波炉电器制造有限公司。

### 1.2 模塑包装材料的制备

考虑到纸浆模塑良好承重力的特点、模塑工艺的特性及实验用料等因素,选择 $800\text{ g/m}^2$ 作为实验定量。按照 $800\text{ g/m}^2$ 的规格取一定量经碱处理、盘磨、打浆处理的得率为74%的化机浆(得率在65%以上的化机浆(CMP)、半化学浆(SCP)、热磨机械浆(TMP)等均为高得率浆),纤维解离器搅拌分离,纸样成型机抽真空制备直径为20 cm、厚度约为8 mm的湿纸胚。在压力为1 MPa的冷压机上冷压1 min,使湿纸胚含水率为75%,随后放置于微波炉中均匀受热,通过调节微波时间使纸胚具有不同含水率,平衡水分24 h,并在不同温度和压力下干燥成型(热压时间相同)。

### 1.3 试验设计

稻草秸秆纤维模塑包装材料热压工艺试验分2阶段进行。

第1阶段以温度( $X_1$ )、热压工艺参数压力( $X_2$ )和纸胚含水率( $X_3$ )为实验因子进行单因素试验,确定 $X_1$ 、 $X_2$ 和 $X_3$ 的适宜取值范围。热压温度( $X_1$ ):通过查阅资料及TG曲线可知,稻草纤维开始碳化的温度在200~240℃之间,温度过低时,干燥纸板时间过长且耗能较大,综合考虑选择130~210℃作为热压温度试验区间。热压压力( $X_2$ ):前期通过预实验可知,热压压力大于9 MPa时,纸板会被压溃,性能下降,且热压压力应高于冷压压力,因此选择2~10 MPa,作为单因素试验区间。纸胚含水率( $X_3$ ):湿纸胚预压后,含水率在75%左右,并根据实际情况选择含水率15%~75%作为试验区间。

在单因素试验的基础上,通过第2阶段的响应曲面优化试验,得到优化后的秸秆纤维制备模塑材料热压工艺参数。在前期试验的基础上,选取 $X_1$ 、 $X_2$ 和 $X_3$ 单因素试验水平见表1。响应曲面法较为常见的设计类型有Central Composite Designs(CCD)法和Box-Behnken Design(BBD)法。BBD法适用于因素数在3~7的试验设计,主要优点是试验次数少、效率高。当试验因素 $K < 5$ 时,优先采用BBD设计方法,其因素水平见表2。

表 1 单因素试验水平  
Tab.1 Single factor test level

试验因素	$X_1/^\circ\text{C}$	$X_2/\text{MPa}$	$X_3/\%$
水平	130	2	15
	150	4	30
	170	6	45
	190	8	60
	210	10	75

表 2 BBD 因素水平  
Tab.2 BBD factor level

编码及水平	$X_1/^\circ\text{C}$	$X_2/\text{MPa}$	$X_3/\%$
-1	160	4	45
0	180	6	60
1	200	8	75

### 1.4 拉伸及弯曲性能测试及取样标准

纸浆模塑板力学性能测试，目前行业内没有统一的测量标准。结合纸板特性，参照 GB/T 1040.3—2006，检测模塑材料的拉伸强度（TS），并计算材料裂断长（BL）；根据 GB/T 9341—2008，检测材料的弯曲强度（BS），对比分析不同热压工艺条件下模塑材料的抗拉和抗弯曲性能。考虑到试样性能易受水分影响及材料的应用环境，纸板在测试强度性能前，放置于相对湿度约为 50%，温度约为 25 °C 的恒温恒湿箱中预处理 24 h，测试条件同上。

## 2 结果与讨论

### 2.1 试验因素对模塑材料裂断长和弯曲强度的影响

拉伸强度（TS）是模塑包装材料最重要的力学性能指标之一，由于试验过程各纸板定量有差异，一般通过拉伸强度（TS）计算出裂断长（BL），以其作为衡量纸页的抗张强度指标，排除定量差异带来的干扰。裂断长（BL）是指纸条长度达到不能承受自身重量而自行裂断的长度。其主要受纤维间结合力和纤维平均长度的影响，同时与纤维的交织排列和纤维自身的强度也有关。弯曲强度（BS）是指纸板抵抗弯曲变形的能力，可表征纤维结合强度和纤维自身的刚性。

研究以裂断长（BL）与弯曲强度（BS）作为衡量稻草秸秆模塑包装材料纤维交织及结合情况的指标，评价模塑材料性能的优劣性。 $X_1$ 、 $X_2$  和  $X_3$  对模塑纤维材料的裂断长（BL）和弯曲强度（BS）的影响见图 1—3。

在热压压力 6 MPa，纸胚含水率 70% 条件下，不同热压温度对模塑材料 BS 和 BL 的具体影响结果见表 3，力学趋势见图 1。

从图 1 可以看出，随着热压温度的增加，模塑材料的 BS 和 BL 的变化趋势相同，在温度为 190 °C 时性能达到最优，此时的 BS 为 68.941 MPa，BL 为

表 3 热压温度  $X_1$  对模塑材料 BS 和 BL 的影响  
Tab.3 Effect of hot-pressing temperature  $X_1$  on molding materials BS and BL

热压温度/ $^\circ\text{C}$	定量/ $(\text{g}\cdot\text{m}^{-2})$	平均厚度/mm	紧度/ $(\text{g}\cdot\text{cm}^{-3})$	裂断长/m	弯曲强度/MPa
130	764	0.76	1.01	6054.54	59.39
150	779	0.73	1.02	6332.98	65.69
170	775	0.72	1.03	7451.48	67.85
190	784	0.75	1.01	7641.61	68.94
210	783	0.75	1.01	7008.91	66.74

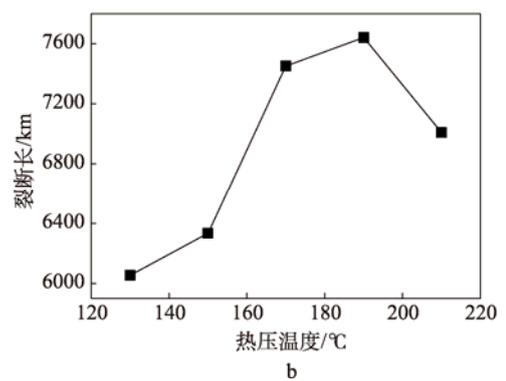
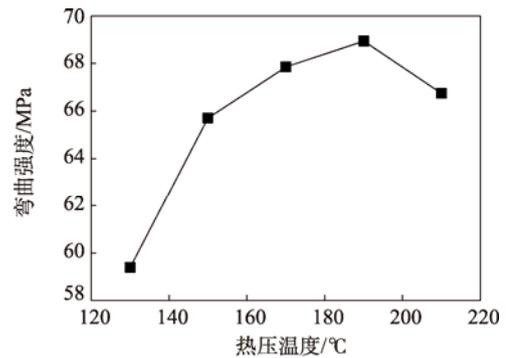


图 1  $X_1$  对稻草纤维模塑材料 BL 和 BS 的影响  
Fig.1 Effect of  $X_1$  on the rice straw fiber molding materials BL and BS

7641.61 m。热压过程中，木质素为湿态，水对木质素起到了增塑剂的作用，大大降低了木质素的玻璃化温度。从 BS 和 BL 的变化曲线可知，稻草秸秆碱木质素在 150~170 °C 的温度范围内能够较充分地软化，起到胶黏剂的作用，能够提高模塑材料的力学性能<sup>[15]</sup>。通过半纤维素特性及相关文献可知<sup>[16]</sup>，少量半纤维素在 200 °C 温度下开始发生热裂解，使得材料的力学性能下降，试验中材料表面因半纤维素的热裂解而出现一定程度的糊化现象，影响材料美观。热压温度在整个热压过程中是能耗的主要因素，选择合适的温度不仅使材料具有较好的性能，且能够大大地降低能耗。根据 BS 和 BL 曲线变化趋势，选择温度为 160, 180, 200 °C 作为响应曲面优化试验的 3 个水平。

在热压温度 170 °C，纸胚含水率 70% 条件下，不同热压压力对模塑材料 BS 和 BL 的影响，具体结果见表 4，性能趋势见图 2。

表4 热压压力  $X_2$  对模塑材料 BS 和 BL 的影响  
 Tab.4 Effect of hot-pressing pressure  $X_2$  on molding materials BS and BL

热压压力/MPa	定量/ $(g \cdot m^{-2})$	平均厚度/mm	紧度/ $(g \cdot cm^{-3})$	裂断长/m	弯曲强度/MPa
2	771	0.77	1.00	6444.11	63.93
4	771	0.76	1.01	6793.29	66.89
6	767	0.74	1.04	7508.63	69.05
8	773	0.74	1.04	7457.40	67.05
10	757	0.72	1.05	7400.85	66.65

从图2可以看出,模塑材料的力学性能随着压力增大呈现先提高后降低的趋势。热压压力为6 MPa时模塑材料的力学性能最优,BS为69.05 MPa, BL为7508.63m。随着热压压力的进一步增大,BS和BL均有不同程度的下降。主要是由于压力适当地增大可以缩小氢键之间的距离,提高纤维结合率,增大纤维结合面积,提高模塑材料力学性能。但过大的压力使得纤维被压溃,纸胚水分不能及时排除,不但增加了能耗,而且降低了制品性能。根据BS和BL曲线的变化趋势,选择4,6,8 MPa作为响应曲面优化试验的3个水平。

在热压压力4 MPa,热压温度170 °C条件下,不同湿纸胚含水率对模塑材料BS和BL的影响结果见表5,性能趋势见图3。

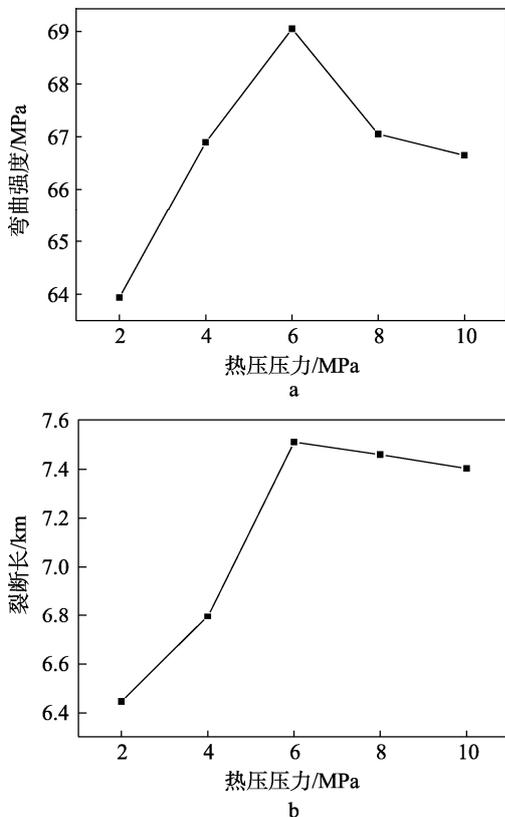


图2  $X_2$  对稻草纤维模塑材料 BL 和 BS 的影响  
 Fig.2 Effect of  $X_2$  on the rice straw fiber molding materials BL and BS

表5 纸胚含水率  $X_3$  对模塑材料 BS 和 BL 的影响  
 Tab.5 Effect of wet paper embryo moisture content  $X_3$  on molding materials BS and BL

纸胚含水率/%	定量/ $(g \cdot m^{-2})$	平均厚度/mm	紧度/ $(g \cdot cm^{-3})$	裂断长/m	弯曲强度/MPa
75	770	0.76	1.01	7056.60	75.27
60	773	0.80	0.97	6945.88	72.09
45	772	0.85	0.91	5578.715	60.32
30	777	0.95	0.82	3873.13	46.03
15	775	1.13	0.69	3561.07	36.81

从图3可以看出,当纸胚含水率达到60%之后,BL几乎不再增长,而BS略微增长。纸胚含水率较低时,模塑材料的力学性能较差。含水率在30%~60%之间时,材料的力学性能呈现直线增长,含水率为60%时趋于稳定,此时模塑材料的BS为72.085 MPa, BL为6945.879 m。随着纸胚含水率的增加,材料的力学性能先缓慢提高,接着迅速增长,最后保持相对稳定。在一定范围内,纸胚含水率的提高,能够较大幅度提高模塑材料的性能,此结果与王全亮<sup>[17]</sup>的研究结果相同。根据BS和BL曲线变化趋势,选择纸胚含水率为45%,60%和75%作为响应曲面优化试验的3个水平。

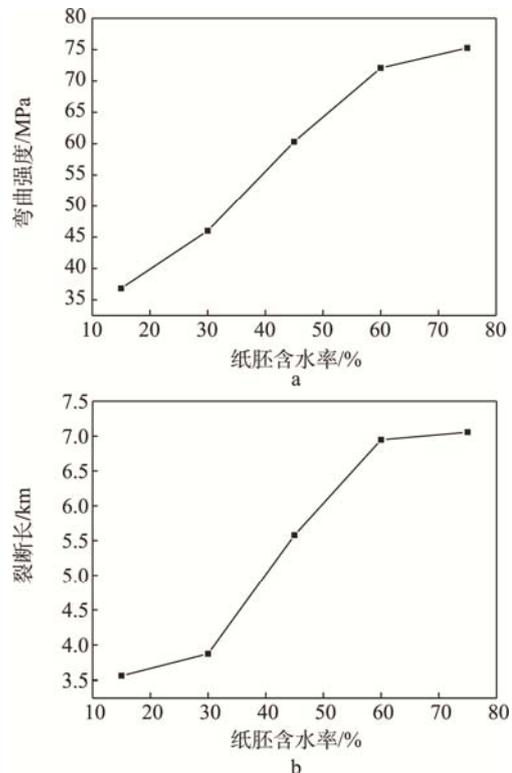


图3  $X_3$  对稻草纤维模塑材料 BL 和 BS 的影响  
 Fig.3 Effect of  $X_3$  on the rice straw fiber molded materials BL and BS

## 2.2 响应曲面模型建立及分析

根据单因素试验确定的  $X_1$ ,  $X_2$  和  $X_3$  较优取值范围,以模塑材料的力学指标 BL 和 BS 为响应值 ( $Y_1$ ,

$Y_2$ ), 利用响应曲面法 Box-Behnken 设计 3 因素 3 水平的试验方案, 共得到 17 组试验, 每组制备 5 个试样。根据上述标准制备试样, 进行拉伸及弯曲性能测试, 取 5 个试样的平均值作为最终结果。具体试验方案及结果见表 6。

表 6 Box-Behnken 试验设计方案及结果  
Tab.6 Box-Behnken test design scheme and results

试验组号	自变量			试验值	
	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$Y_1$	$Y_2$
1	1	0	-1	6363.73	57.92
2	0	1	1	7656.39	71.88
3	0	0	0	7482.59	66.14
4	1	-1	0	6703.94	60.29
5	0	1	-1	6805.28	58.06
6	-1	0	1	7397.88	70.71
7	1	1	0	7043.39	64.98
8	0	-1	-1	5772.26	55.80
9	0	0	0	7438.66	66.12
10	0	0	0	7469.42	66.02
11	0	-1	1	7247.44	66.76
12	-1	-1	0	6696.34	60.35
13	1	0	1	7200.89	75.129
14	-1	1	0	7320.58	70.124
15	0	0	0	7462.34	66.45
16	-1	0	-1	6341.72	55.93
17	0	0	0	7473.28	66.26

根据表 6 中裂断长的结果, 利用 Design Expert 8.0 软件建立裂断长与热压工艺参数之间的二次回归方程, 见式 (1)。

$$Y_1 = 7465.25 - 55.57X_1 + 300.71X_2 + 527.45X_3 - 71.20X_1X_2 - 54.75X_1X_3 - 156.02X_2X_3 - 284.24X_1^2 - 239.95X_2^2 - 354.96X_3^2 \quad (1)$$

对裂断长回归方程进行系数显著性检验, 结果见表 7。由表 7 可知, 裂断长回归方程对应的模型极其显著 ( $P < 0.0001$ )。该二次模型决定系数  $R^2$  值为 0.9877, 调整决定系数  $R_{Adj}^2$  值为 0.972, 均接近于 1, 可以认为模型准确<sup>[18]</sup>。失拟项不显著, 表明回归方程模拟较好, 此回归方程对应的模型可以对模塑纤维板的热压工艺进行优化和预测。从表 7 回归方程系数显著性检验结果可知, 裂断长回归方程一次项  $X_2, X_3$  ( $P < 0.0001$ ) 极显著; 二次项  $X_1^2, X_2^2$  ( $P < 0.05$ ) 显著,  $X_3^2$  ( $P < 0.0001$ ) 极显著; 交互项  $X_2X_3$  ( $P < 0.05$ ) 显著,  $X_1X_2, X_1X_3$  不显著。根据  $F$  值的大小可知热压工艺参数对裂断长影响大小的顺序为: 湿纸胚含水率 ( $X_3$ ) > 热压压力 ( $X_2$ ) > 热压温度 ( $X_1$ )。

弯曲强度模型回归方程系数显著性检验结果见表 8。根据表 6 中弯曲强度的结果, 利用 Design Expert 8.0 软件建立弯曲强度与热压工艺参数之间的二次回归方程, 见式 (2)。

$$Y_1 = 66.60 + 0.65X_1 + 1.98X_2 + 7.35X_3 - 2.27X_1X_2 + 0.61X_1X_3 + 1.22X_2X_3 + X_1^2 - 1.99X_2^2 - 2X_3^2 \quad (2)$$

对模塑材料的弯曲强度回归方程进行系数显著性检验, 结果见表 8。由表 8 可知, 弯曲强度回归方程对应的模型显著 ( $P < 0.05$ )。该模型的决定系数  $R^2$  值为 0.9691, 调整决定系数  $R_{Adj}^2$  值为 0.9294, 均接近于 1, 且失拟项不显著, 表明该模型可以对模塑纤维材料的热压工艺参数进行优化和预测。从回归方程系数显著性检验结果可知, 弯曲强度模型一次项  $X_2$  ( $P < 0.05$ ) 显著,  $X_3$  ( $P < 0.0001$ ) 极显著; 二次

表 7 裂断长模型回归方程系数显著性检验结果

Tab.7 Test results of coefficient significance of regression equation for breaking length model

方差来源	平方和	自由度	平均方差	F 值	P 值	显著性
回归模型	$4.343 \times 10^6$	9	$4.825 \times 10^5$	62.27	$< 0.0001$	显著
$X_1$	24 705.98	1	24 705.98	3.19	0.1173	
$X_2$	$7.234 \times 10^5$	1	$7.234 \times 10^5$	93.35	$< 0.0001$	
$X_3$	$2.226 \times 10^6$	1	$2.226 \times 10^6$	287.21	$< 0.0001$	
$X_1X_2$	20 277.33	1	20 277.33	2.62	0.1498	
$X_1X_3$	11 990.14	1	11 990.14	1.55	0.2536	
$X_2X_3$	97 368.03	1	97 368.03	12.56	0.0094	
$X_1^2$	$3.402 \times 10^5$	1	$3.402 \times 10^5$	43.90	0.0003	
$X_2^2$	$2.424 \times 10^5$	1	$2.424 \times 10^5$	31.28	0.0008	
$X_3^2$	$5.305 \times 10^5$	1	$5.305 \times 10^5$	68.46	$< 0.0001$	
残差	54 244.45	7	7749.21			
失拟项	53 146.55	3	17 715.52	64.54	0.0608	不显著
纯误差	1097.90	4	274.48			
总和	$4.397 \times 10^6$	16	$R^2=0.9877$		$R_{Adj}^2=0.9725$	

注:  $R^2$  为决定系数,  $R_{Adj}^2$  为调整决定系数

表 8 弯曲强度模型回归方程系数显著性检验结果  
Tab.8 Test results of coefficient significance of regression equation for bending strength model

方差来源	平方和	自由度	平均方差	F 值	P 值	显著性
回归模型	530.36	9	58.93	24.41	0.0002	显著
$X_1$	3.38	1	3.38	1.40	0.2751	
$X_2$	31.24	1	31.24	12.94	0.0088	
$X_3$	432.31	1	432.31	179.09	<0.0001	
$X_1X_2$	20.66	1	20.66	8.56	0.0222	
$X_1X_3$	1.48	1	1.48	0.61	0.4591	
$X_2X_3$	5.99	1	5.99	2.48	0.1593	
$X_1^2$	0.43	1	0.43	0.18	0.6846	
$X_2^2$	16.59	1	16.59	6.87	0.0343	
$X_3^2$	16.82	1	16.82	6.97	0.0335	
残差	16.90	7	2.41			
失拟项	13.82	3	4.61	6.00	0.0582	不显著
纯误差	3.07	4	0.77			
总和	547.26	16		$R^2=0.9691$	$R_{Adj}^2=0.9294$	

注： $R^2$ 为决定系数， $R_{Adj}^2$ 为调整决定系数

项  $X_1^2, X_2^2, X_3^2$  均不显著；交互项  $X_1X_2$  ( $P < 0.05$ ) 显著， $X_2X_3, X_1X_3$  不显著。根据  $F$  值的大小可知热压工艺参数对弯曲强度影响大小的顺序为：湿纸胚含水率 ( $X_3$ ) > 热压压力 ( $X_2$ ) > 热压温度 ( $X_1$ )。

### 2.3 响应曲面交互性分析

响应曲面法不仅能够有效地减少试验次数，寻求试验因素与响应值之间的函数关系，而且可以综合考虑各因素交互作用对响应值的影响，并能够通过 3D 响应图直观地观察因素交互对响应值的影响程度<sup>[19]</sup>。对 2.2 节中 BS 和 BL 的回归方程进行拟合，得到任意两因素交互对 BS 和 BL 影响的 3D 响应图，见图 4 和 5。从图 4a 可知，在压力恒定的情况下，湿纸胚含水率相较于温度而言对裂断长的影响较大。裂断长随着含水率的增大而增大，这是由于纸胚含水率增加，纤维处于水热环境的时间较长，有利于纤维软化，纤维间结合面积增加<sup>[20]</sup>；同时持久的水热环境会导致部分半纤维素及少量纤维素发生反应，产生树脂缩合物，增加纤维间的自胶合作用，提高模塑材料的裂断长<sup>[17]</sup>。裂断长随着温度的增大呈现先增大后减小的趋势，这是由于热压温度较低时模塑材料中木质素软化不充分，黏结纤维的能力较弱；热压温度逐渐升高，木质素充分软化，提高了纤维间的胶合作用；热压温度过高时，材料中的半纤维素发生热裂解，所以模塑材料的裂断长呈现先增加后减小的趋势。从图 4b 可见，相对于温度而言，热压压力对模塑材料的裂断长影响较大。随着压力的不断增大，材料裂断长呈现先增大后平缓的趋势。主要原因是热压压力的增大能够缩短纤维间距，纤维结合更加紧密；压力进一步增大时，纤维会被压溃，失去纤维网络状结构，宏观上体现为模塑材料裂断长先增大后平缓。从图 4c 可见，热压压力与湿纸胚含水率的交互对模塑

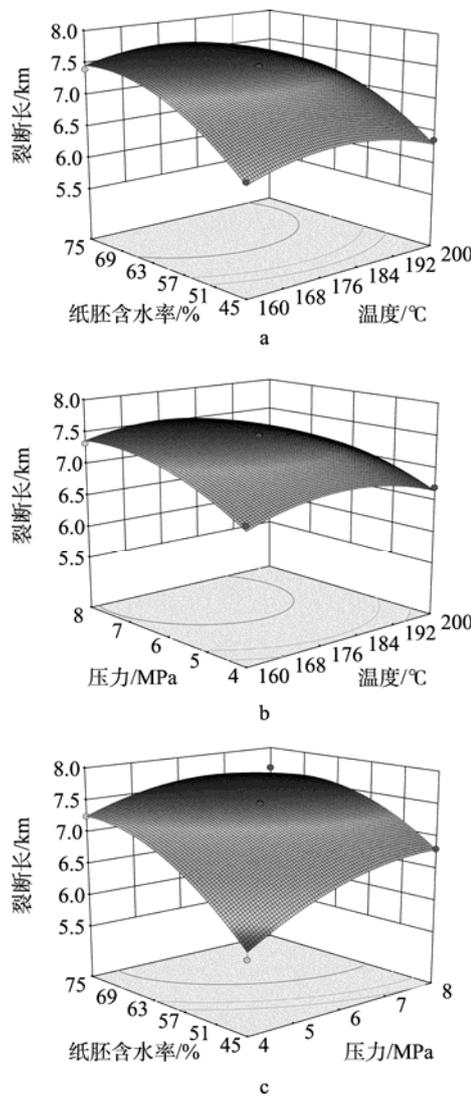


图 4  $X_1, X_2$  和  $X_3$  交互对模塑纤维材料裂断长的影响  
Fig.4 Effect of  $X_1, X_2$  and  $X_3$  interaction on the breaking length of fiber molded materials

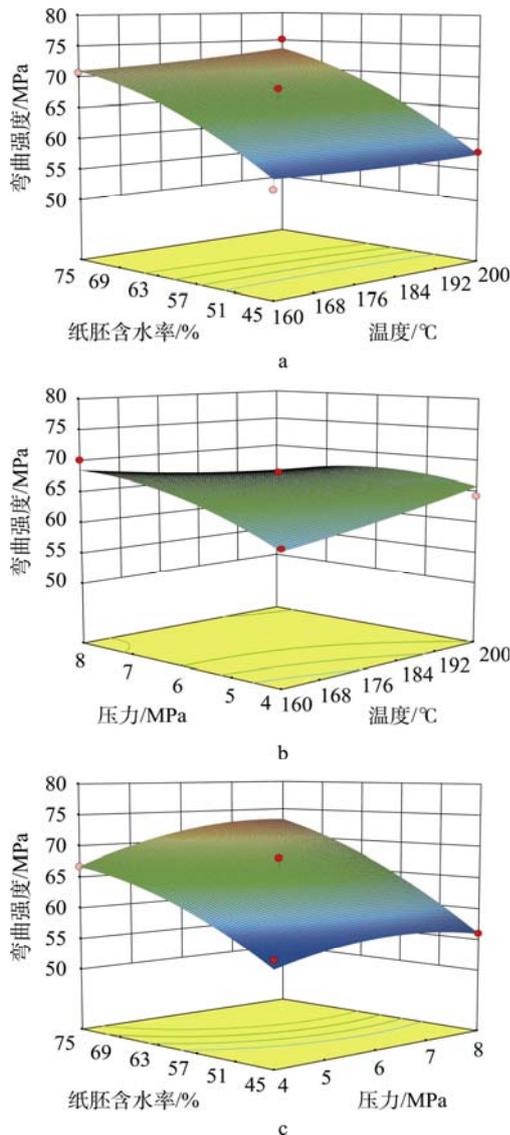


图 5  $X_1$ ,  $X_2$  和  $X_3$  交互对模塑纤维材料弯曲强度的影响  
Fig.5 Effect of  $X_1$ ,  $X_2$  and  $X_3$  interaction on the bending strength of fiber molded materials

材料裂断长的影响最大，裂断长随着湿纸胚含水率和压力的增大而增大。这是由于含水率的增加提供持久的水热环境，更有利于纤维的胶合及交织<sup>[21]</sup>，从而提高

模塑材料裂断长。压力的增大能够缩短纤维间的距离，材料更加密实，裂断长增大。含水率过高会造成能量的过度消耗，因此从经济性、环保性角度考虑，应该在保证性能的前提下尽可能地降低纸胚含水率。

从图 5a 和 5b 可见，湿纸胚含水率与压力对模塑材料弯曲强度的影响与裂断长基本一致，均呈现逐渐增大的趋势。弯曲强度随着热压温度的增大有较小幅度的增大，可能是由于温度的增大使半纤维素发生热裂解。纤维素在材料中的密度增大，导致弯曲强度有小幅度的提高。从图 5c 可见，压力及湿纸胚含水率对模塑材料弯曲强度的影响比裂断长小，但趋势相同。由图 5 可知，欲获得较大弯曲强度，应在保持较低热压温度的前提下，适当地增大湿纸胚含水率与热压压力。

### 2.4 参数优化及验证

将热压温度、热压压力及湿纸胚含水率作为设计因素，将模塑材料的裂断长和弯曲强度作为优化目标，根据试验所得的结果及二次回归模型的数学分析结果，设置不同的权重及重要度，通过 Design Expert8.0 软件可以得到模塑材料的最优工艺参数：热压温度为 175.67 °C，热压压力为 6.88 MPa，湿纸胚含水率为 69.94%，预测裂断长为 7712.62 m，弯曲强度为 71.44 MPa。修正最佳工艺参数：热压温度为 175 °C，热压压力为 6.9 MPa，湿纸胚含水率为 70%。

为了验证预测优化的结果，根据修正后的最优工艺参数重复试验 3 次取平均值，并与预测最优值进行对比，具体结果见表 9。

由表 9 可知，根据修正后的最佳热压工艺参数制备的模塑材料的裂断长为 7697.93 m，弯曲强度为 72.36 MPa，均接近于预测值。其中模塑材料裂断长与预测值的最大偏差为 0.43%，弯曲强度与预测值的最大偏差为 1.89%，说明利用响应曲面法得到的回归模型能够反映各因素与响应值之间的相关性，且预测精度较好。

表 9 响应面优化结果对比验证

Tab.9 Comparison and verification of response surface optimization results

序号	热压温度/°C	热压压力/MPa	湿纸胚含水率/%	裂断长/m	偏差 1/%	弯曲强度/MPa	偏差 2/%
预测组	175	6.9	70	7712.62	—	71.44	—
试验组 1	175	6.9	70	7720.89	0.11	72.34	1.26
试验组 2	175	6.9	70	7693.63	-0.25	72.79	1.89
试验组 3	175	6.9	70	7679.27	-0.43	71.95	0.71
平均组	175	6.9	70	7697.93	-0.19	72.36	1.29

### 3 结语

采用 Design Expert8.0 设计响应曲面法，探究热

压温度、热压压力和湿纸胚含水率对稻草纤维模塑包装材料裂断长和弯曲强度性能的影响规律，并对热压工艺参数进行优化及验证，得到如下结论。

1) 基于响应曲面法建立的模塑包装材料裂断长及弯曲强度的二阶响应面回归方程模型的  $R^2$  和  $R_{Adj}^2$  均接近于 1, 且试验值与预测值的最大偏差不超过 1.89%, 说明模型具有良好的准确性和预测性。

2) 湿纸胚含水率与热压压力的交互作用对模塑包装材料的裂断长及弯曲强度的影响最大, 湿纸胚含水率与热压温度的交互作用次之, 热压压力与热压温度的交互作用对裂断长及弯曲强度的影响最小。根据  $F$  值判定热压工艺各因素对模塑材料性能影响大小为湿纸胚含水率>热压压力>热压温度。

3) 利用响应曲面法优化后的稻草秸秆纤维模塑包装材料的最佳热压工艺参数: 热压温度为 175 °C, 热压压力为 6.9 MPa, 湿纸胚含水率为 70%。该工艺条件下制备的模塑包装材料的裂断长为 7697.93 m, 弯曲强度为 72.36 MPa, 与预测值相吻合。

#### 参考文献:

- [1] MIN B C, RAMARAO B V. Mechanisms of the Inhibition of Enzymatic Hydrolysis of Waste Pulp by Calcium Carbonate and the Influence of Nonionic Surfactant for Mitigation[J]. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, 2017, 40(6): 799—806.
- [2] 肖青, 万金泉. 桉木浆回用过程中纤维物理化学性能的变化[J]. *造纸科学与技术*, 2008, 27(6): 59—63.  
XIAO Qing, WAN Jin-quan. Change of Fiber Physical and Chemical Properties During Recycling Process of Wood Pulp[J]. *Pulp Science and Technology*, 2008, 27(6): 59—63.
- [3] 李奇明, 蒋绮雯, 戚军军, 等. 不同预处理对二次纤维组分及结构的影响[J]. *中华纸业*, 2017, 38(14): 11—15.  
LI Qi-ming, JIANG Qi-wen, QI Jun-jun, et al. Effects of Different Pretreatments on Secondary Fiber Components and Structures[J]. *China Paper Industry*, 2017, 38(14): 11—15.
- [4] 廖泽顺, 滑广军, 莫灿梁, 等. 纸浆模塑吸滤成型模具的吸浆孔结构优化[J]. *包装学报*, 2016, 8(3): 32—37.  
LIAO Ze-shun, HUA Guang-jun, MO Can-liang, et al. Optimization of Suction Hole Structure for Pulp Molding Suction Filtration Mold[J]. *Packaging Journal*, 2016, 8(3): 32—37.
- [5] 汪欣, 张新昌. 造纸助剂用于纸浆模塑制品表现性能的改善[J]. *江南大学学报(自然科学版)*, 2015, 14(4): 449—453.  
WANG-Xin, ZHANG Xin-chang. Paper-Making Aids for Improving the Apparent Properties of Pulp Molded Articles[J]. *Journal of Jiangnan University(Natural Science)*, 2015, 14(4): 449—453.
- [6] ESPINOSA E, TARRÉS Q, DOMÍNGUEZ-ROBLES J, et al. Recycled Fibers for Fluting Production: The Role of Lignocellulosic Micro/Nanofibers of Banana Leaves[J]. *Journal of Cleaner Production*, 2018, 172(1): 233—238.
- [7] 刘刚, 李亚欢, 郭荣, 等. 响应面法优化锁阳熊果酸提取工艺[J]. *吉林农业大学学报*, 2014, 36(6): 723—729.  
LIU Gang, LI Ya-huan, GUO Rong, et al. Optimization of the Extraction Process of Cynomorium Ursolic Acid by Response Surface Methodology[J]. *Journal of Jilin Agricultural University*, 2014, 36(6): 723—729.
- [8] AIYAMAC K E, GHAFARI E, INCE R. Development of Eco-Efficient Self-Compacting Concrete with Waste Marble Powder Using the Response Surface Method[J]. *Journal of Cleaner Production*, 2016, 144: 192—202.
- [9] 解光强, 陈敬原, 林文树. 基于响应曲面法的木塑复合 3D 打印线材挤出参数优化[J]. *塑料科技*, 2018, 46(4): 103—108.  
XIE Guang-qiang, CHEN Qi-yuan, LIN Wen-shu. Optimization of Extrusion Parameters of Wood-Plastic Composite 3D Printing Wire Based on Response Surface Methodology[J]. *Plastics Science and Technology*, 2018, 46(4): 103—108.
- [10] 修慧娟, 李金宝, 杨国鑫, 等. 响应面法优化纳米纤维纸基材料热压工艺的研究[J]. *陕西科技大学学报(自然科学版)*, 2016, 34(4): 11—15.  
XIU Hui-juan, LI Jin-bao, YANG Guo-xin, et al. Optimization of Hot Pressing Process for Nanofiber Paper-Based Materials by Response Surface Methodology[J]. *Journal of Shaanxi University of Science and Technology(Natural Science Edition)*, 2016, 34(4): 11—15.
- [11] LEVINGSTONE T J, BARRON N, ARDHAOU M, et al. Application of Response Surface Methodology in the Design of Functionally Graded Plasma Sprayed Hydroxyapatite Coatings[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2017, 313: 307—318.
- [12] WONG Y C, TAN Y P, TAUFIQYAP Y H, et al. An Optimization Study for Transesterification of Palm Oil Using Response Surface Methodology (RSM)[J]. *Sains Malaysiana*, 2015, 44(2): 281—290.
- [13] 左迎峰, 吴义强, 肖俊华, 等. 基于响应曲面优化法的重组竹热压工艺[J]. *功能材料*, 2016, 47(11): 11196—11200.  
ZUO Ying-feng, WU Yi-qiang, XIAO Jun-hua, et al. Recombinant Bamboo Hot Pressing Process Based on Response Surface Optimization Method[J]. *Journal of Functional Materials*, 2016, 47(11): 11196—11200.
- [14] 杨波, 卢晶昌, 杨光, 等. 响应面法优化豆胶强化地板平衡纸压贴工艺[J]. *包装工程*, 2016, 37(13): 65—70.  
YANG Bo, LU Jing-chang, YANG Guang, et al. Response Surface Method to Optimize the Binding Process of Soy Glue Strengthened Floor Paper[J]. *Pack-*

- aging Engineering, 2016, 37(13): 65—70.
- [15] 张哲源, 李博, 严欢, 等. 改性大豆蛋白用于轻质代木包装材料的制备[J]. 包装工程, 2016, 37(15): 72—77.  
ZHANG Zhe-yuan, LI Bo, YAN Huan, et al. Modified Soybean Proteins for the Preparation of Lightweight Wood Packaging Materials[J]. Packaging Engineering, 2016, 37(15): 72—77.
- [16] 李琛. 木质剩余物纤维多孔型材料制备及缓冲特性研究[D]. 哈尔滨: 东北林业大学, 2013.  
LI Chen. Study on Preparation and Cushioning Properties of Porous Fiber Material with Wood Residue[D]. Harbin: Northeast Forestry University, 2013.
- [17] 王全亮, 岳金权, 肖生苓, 等. 热压初始水分对重载纤维模塑材料性能的影响[J]. 高校化学工程学报, 2017, 31(4): 951—959.  
WANG Quan-liang, YUE Jin-quan, XIAO Sheng-ling, et al. Effect of Hot Pressing Initial Moisture on Properties of Heavy Duty Fiber molded materials[J]. Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 2017, 31(4): 951—959.
- [18] 王俊, 申立中, 杨永忠, 等. 基于响应曲面法的非道路用高压共轨柴油机设计点优化标定[J]. 农业工程学报, 2017, 33(3): 31—39.  
WANG Jun, SHEN Li-zhong, YNAG Yong-zhong, et al. Non-Road High-Pressure Common-Rail Diesel Engine Design Optimization Calibration Based on Response Surface Methodology[J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering, 2017, 33(3): 31—39.
- [19] 何为, 唐斌, 薛卫东. 优化实验设计方法与分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2012.  
HE Wei, TANG Bin, XUE Wei-dong, et al. Optimization Experimental Design Method and Analysis[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2012.
- [20] 张佳宁, 郭仁全, 曹潇文, 等. 处理麦秸制备麦草刨花板性能研究[J]. 森林工程, 2016, 32(5): 44—47.  
ZHANG Jia-ning, GUO Ren-quan, CAO Xiao-wen, et al. Study on the Properties of Wheat Straw Particle Board Prepared by Treating Wheat Straw[J]. Forest Engineering, 2016, 32(5): 44—47.
- [21] RAUNJIA T S K, SHARMA S C. Influence of Hot-Pressing Pressure on the Densification of Short-Carbon-Fiber-Reinforced, Randomly Oriented Carbon/Carbon Composite[J]. Carbon Letters, 2015, 16(1): 25—33.