

ОПТИМИЗАЦИЯ СВОЙСТВ МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ КЕРАМИКИ

Работа преследовала цель создать керамические носители каталитических преобразователей вредных газовых выбросов и определить энергоэффективную технологию и рациональный состав керамического материала на основе корунда, который может быть использован для создания носителей катализаторов любого сложного профиля. Кроме этого, работа предполагала определить возможности достоверного описания свойств высокотемпературных материалов при применении планирования экспериментов на многомерных симплексах и показать, что предлагаемый метод планирования можно использовать для изучения тенденции изменения функций отклика материалов при последовательном физическом воздействии на материалы, например, при изменении температуры.

Как известно [1], керамические материалы состояются на основе достаточно большого количества исходных компонентов. Поэтому варьирование исходными компонентами при подборе рациональных составов керамики представляет достаточно трудоемкий процесс. Применение на практике существующих методов планирования экспериментов показало, что ими можно получить оценку изменения входящих параметров на функции отклика. Однако, воспроизводимость результатов при незначительном воздействии на любую из независимых переменных является крайне низкой и с помощью традиционных методов невозможно описать одновременно взаимодействие многокомпонентных систем и графически представить зависимости их целевых свойств.

Для изучения свойств смесей при одновременном использовании нескольких компонентов наиболее оправданным является применение метода планирования экспериментов на основе симплексных решеток (метод Шеффе) [1]. Такое планирование экспериментов ставит своей целью аналитическое описание зависимостей непрерывными функциями, не имеющими разрыва производной. Традиционно этот метод применим при изучении трехкомпонентных систем. С целью изучения свойств смесей, составленных из более, чем трех компонентов, нами предлагается модификация известного метода планирования экспериментов, основанная на пространственном совмещении симплексных решеток посредством сочленения их одинаковых граней. Суть его заключается в том, что планы экспериментов расширяются путем введения в рассмотрение сколь угодно независимых переменных; при этом описываются свойства элементарных симплексов концентраций. Затем производят совмещение граней элементарных симплексов концентраций с учетом того, что свойства являются непрерывной функцией концентраций и не имеют разрывов производных в областях, прилегающих к граням. Это является справедливым, поскольку переходы от граней симплексов к их поверхностям не имеют разрывов производных. При этом факторное пространство представляется набором совмещенных правильных симплексов 69 концентраций.

Экспериментами преследовалась цель получения керамического материала на основе корунда, который обладал бы высокими прочностными характеристиками и возможно низкой открытой пористостью, формируя свою структуру при минимальной температуре.

Поскольку экспериментами предусматривалась возможность проведения оценки целесообразности применения такого метода планирования экспериментов путем определения изменений воспроизведения показателей функций отклика при температурном воздействии на входящие переменные, то по планам были составлены и изготовлены керамические смеси для полусухого прессования при удельном давлении 12,5 МПа в виде образцов размером 20×20×20 мм, которые в дальнейшем термообработывались при температурах 1 100, 1 200 и 1 300 °С с выдержкой в течение 2 часов. По стандартным методикам была определена открытая пористость (П, %).

Обладающий высокими диэлектрическими свойствами корунд – плавный $\alpha - Al_2O_3$ являлся основой проектируемого материала. Использовались две фракции корунда: 0,5–1,5 мм (обозначенная независимой переменной x_1), и вибромолотый порошок с преобладающим размером зерен в 2 мкм (обозначенный также в натуральном масштабе как переменная x_2). В качестве инертного заполнителя использовали Часов-ярский шамот фракции 0,2–1,0 мм (x_3). Спекующим компонентом (связующее инертных частей смесей) служила Часов-ярская глина, которая вводилась во все составы в количестве 15 % (масс.) сверх 100 %. С целью формирования разрабатываемых составов при возможно более низкой температуре, т.е. для лучшего спекания композиций, глину использовали в качестве четвертой переменной – x_4 .

Составы материалов, выраженных в натуральном масштабе посредством независимых переменных x_1 , x_2 , x_3 и x_4 были переведены в кодированные переменные z , соответственно z_1 , z_2 , z_3 , и z_4 , зна-

чения которых изменялись в пределах от 0 до 1.

Были составлены планы экспериментов на элементарных симплексах концентраций, которые показали, что при использовании разработанного метода планирования сокращается число экспериментальных точек с 60, как при использовании симплексных решеток типа $\{3,4\}$, до 34.

Для получения математических моделей свойств смесей нами разработан алгоритм, который использует принцип «черного ящика», имеющего входные и выходные параметры. В результате работы данного алгоритма по собранной экспериментальной информации определяется индивидуальное состояние свойства смеси в виде матрицы функций Φ_j от физических значений измеряемых входных параметров \bar{U}_i для описания вектора измеряемых физических значений выходных параметров \bar{y}_j

$$\bar{y}_j = \Phi_j(\bar{U}_i), \quad (1)$$

где $i = \overline{1, n}$ – номер входного параметра; $j = \overline{1, m}$ – номер выходного параметра.

Таким образом, выходной параметр \bar{y}_j можно представить с помощью полинома с постоянными коэффициентами C_j и описаниями аппроксимирующих функций $\Phi_{j,\beta}$ следующей формулой

$$y_j = \sum_{\beta=1}^N C_{j,\beta} \cdot \Phi_{j,\beta}(\bar{U}_i), \quad (2)$$

где N – количество членов полинома; β – номер коэффициента и соответствующего описания аппроксимирующей функции.

Из формулы (2) следует, что для определения неизвестных C_j необходимо провести минимум N измерений значений выходного параметра в изучаемой области изменения независимых переменных, по которым проводится аппроксимирующая поверхность.

Для вычисления $C_{j,\beta}$ в алгоритме используется метод наименьших квадратов, в котором в качестве критерия близости функций используется показатель: сумма квадратов отклонений между известными значениями исследуемой функции и соответствующими значениями аппроксимирующей функции должна быть минимальной

$$\sum_{\beta=1}^N (y_j - \bar{y}_j)^2 = \min. \quad (3)$$

По разработанному алгоритму вычисляются так же фактические значения среднеквадратической погрешности аппроксимации.

При решении системы линейных алгебраических уравнений методом наименьших квадратов при проверке алгоритма использовался метод Гаусса с выбором главного элемента по всей матрице.

Адекватность полученных математических моделей определялась согласно t -распределению Стьюдента.

Элементарные симплексы концентраций по изученному показателю открытой пористости имеют следующий вид (рис. 1).

Совмещение элементарных симплексов соответствующими гранями привело к получению проекции 4-х мерного симплекса концентраций на плоскость (рис. 2).

Поскольку процедура составления проекции четырехкомпонентного симплекса концентраций на плоскость вытекает из изложенного, то вид элементарных симплексов концентраций открытой пористости образцов, обожженных при температуре 1 200°C и 1 300°C, не приводится. Проекция четырехкомпонентного симплекса концентраций образцов, обожженных при температурах 1 200°C и 1 300°C приведены на рис. 3 и 4.

Открытая пористость образцов является функцией плотности укладки зерен различных размеров в заданном объеме. Сравнение данных, приведенных на рис. 2, 3 и 4 показывает, что существует определенная схожесть в тенденциях последовательности изменения открытой пористости образцов, обожженных при различных температурах. Это указывает на то, что в исследованных композициях, в первую

очередь, происходит формирование их структуры, определяемое законами создания определенного каркаса образцов путем размещения крупных зерен исходных пресспорошков и укладкой между ними мелких фракций.

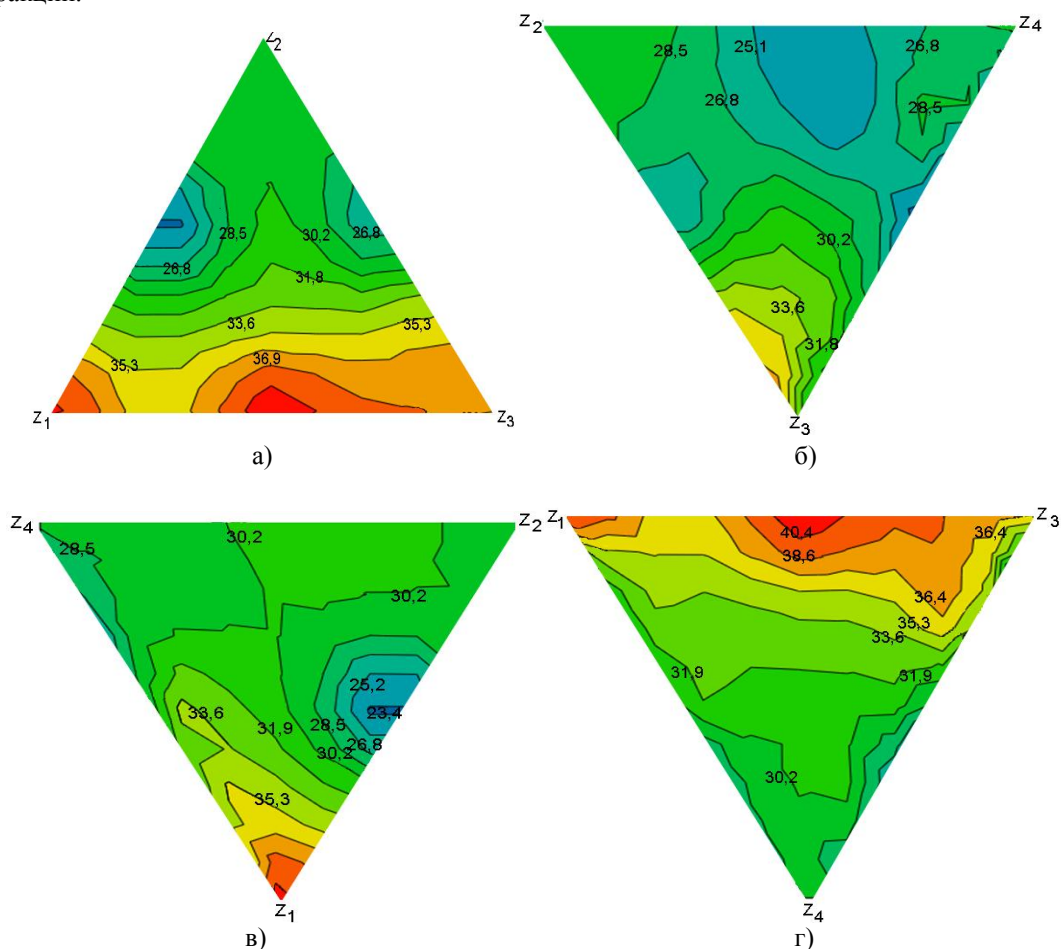


Рисунок 1 – Эквидистантные линии на симплексах открытой пористости образцов обожженных при температуре 1100°C: симплекс а) образован переменными z_1 , z_2 и z_3 ; симплекс б) образован переменными z_2 , z_3 и z_4 ; симплекс в) образован переменными z_1 , z_2 и z_4 ; симплекс г) образован переменными z_1 , z_3 и z_4

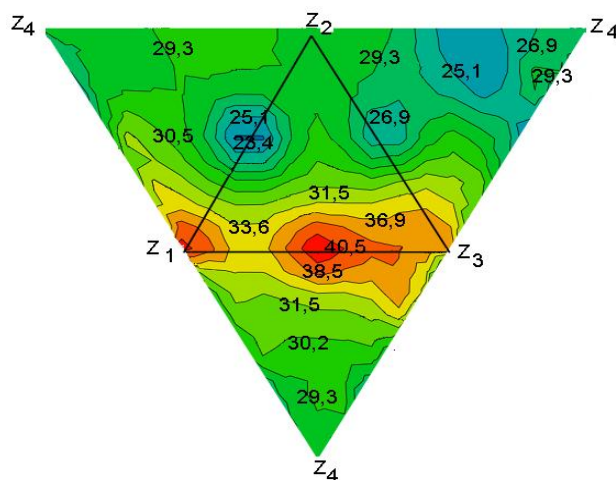


Рисунок 2 – Показатели открытой пористости образцов, обожженных при 1100°C, как проекции четырехкомпонентного симплекса концентраций на плоскость

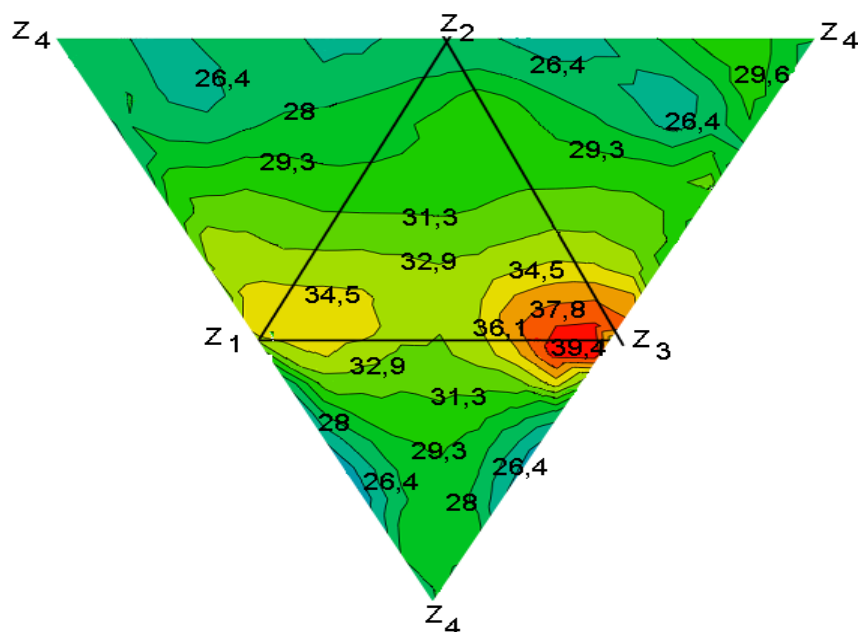


Рисунок 3 – Показатели открытой пористости образцов, обожженных при 1200°C, как проекции четырехкомпонентного симплекса концентраций на плоскость

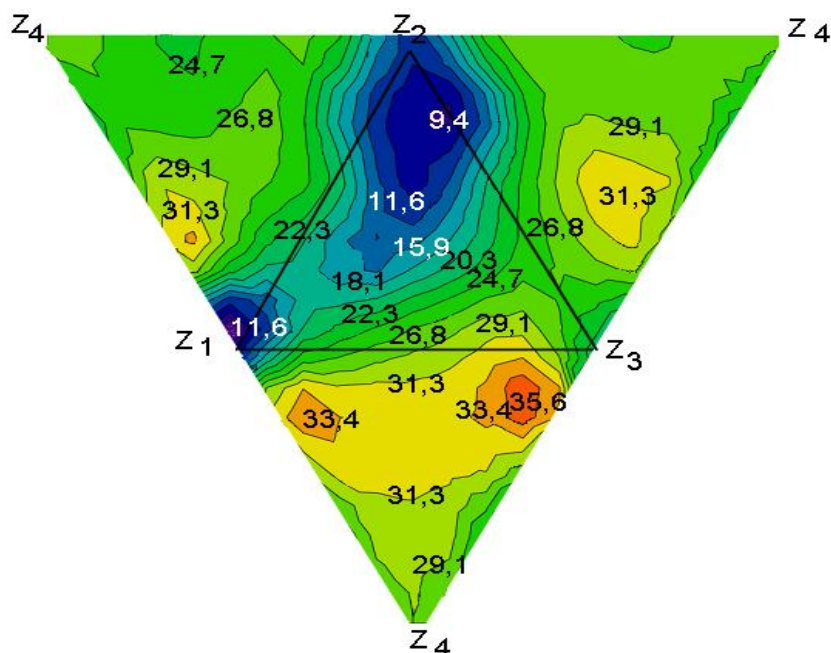


Рисунок 4 – Показатели открытой пористости образцов, обожженных при 1400°C, как проекции четырехкомпонентного симплекса концентраций на плоскость

Процессы спекания приводят к уплотнению структуры образцов и уменьшению их открытой пористости. Естественно, что повышение температуры обжига образцов приводит к интенсификации процессов спекания исходных смесей, протекающих полнее при соответствующем повышении температуры, на что указывает последовательное уменьшение открытой пористости композиций при каждом последующем повышении температуры обжига. Спекание приводит к определенным изменениям общей картины изменения этого показателя, поскольку оно определяется влиянием мелкой фракции корунда и глины. В процессы спекания легче вовлекается зернистая часть корунда, чем шамот, проявляющий определенную инертность к этому процессу как под влиянием глины, так и дисперсного Al_2O_3 .

В целом, приведенное позволяет заключить, что предложенная модификация известного метода планирования экспериментов позволяет: получать модели свойств многокомпонентных систем, дающие возможность проектировать на плоскость многомерные симплексы концентраций; наглядно представлять свойства многопараметрических систем; значительно уменьшить число экспериментальных точек, необходимых для получения моделей свойств многопараметрических систем по традиционным матрицам планирования экспериментов; наглядно изучать тенденции изменения функций отклика материалов при последовательном физическом воздействии на материалы.

Литература

1. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. – Наука, 1971. – 283 с.

УДК 666.7

Кошій В.А., Ведь В.Є., Пономаренко Г.В.

ОПТИМІЗАЦІЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ БАГАТОКОМПОНЕНТНОЇ КЕРАМІКИ

Запропонована модифікація відомого методу планування експериментів, яка дозволяє отримувати моделі властивостей багатокомпонентних систем, котрі дають можливість проектувати на площину багатомірні симплекси концентрацій.

Koshchey V.A., Ved V.E., Ponomarenko G.V.

OPTIMIZATION OF PROPERTIES OF MULTICOMPONENT CERAMICS

Modification of the well-known method of experiments planning which allows receiving models of the properties of multicomponent systems was proposed. This method makes it possible to design multi-dimensional simplexes to the plane of concentrations.