

References

- 1 Konovalov A.N. *Materials of All-Union Conference*, part 1, Novosibirsk, 1978, p. 104–109.
- 2 Konovalov A.N. *Solution of problems of elasticity in terms of stresses*, Novosibirsk: Publ. of. NGU, 1979, 540 p.
- 3 Bubenov M.M. *Small parameters are in the algorithms of decision of tasks of theory of resiliency*: Dis. ... cand. of phys.-math. sciences, Karaganda, 1986.

УДК 667.64:678.026

А.В.Букетов, Н.В.Браило, В.Л.Алексенко, А.А.Сапронов

Херсонская государственная морская академия, Украина (E-mail: mv-brailo@yandex.ru)

Применение метода математического планирования эксперимента для определения состава эпоксикомпозитов

Методом математического планирования эксперимента согласно показателям разрушающих напряжений и модуля упругости при изгибе, а также теплостойкости определено оптимальное содержание двухкомпонентного дисперсного наполнителя в эпоксидном композитном материале. Установлено, что объединение двух наполнителей разной дисперсности улучшает когезионные свойства материалов. Доказано, что для разработанной матрицы на основе отвердителей ПЕПА (5 масс. ч.) и Telalit 410 (5 масс. ч.) в эпоксидном олигомере CHS-Ероху 525 (100 масс. ч.) оптимальное содержание двухкомпонентного наполнителя составляет: серый шлам — 40...60 масс. ч. и перлит — 10...30 масс. ч.

Ключевые слова: эпоксидный композит, математическое планирование эксперимента, полимер, свойства.

Постановка проблемы

На сегодня важной проблемой является создание конструкционных материалов, в том числе и полимерных, с необходимым комплексом улучшенных свойств [1, 2]. Решают данную проблему за счет выбора управляемых и неуправляемых факторов, а также оптимизации диапазона их влияния на свойства материалов. Однако проведение экспериментальных исследований требует больших материальных и временных затрат. Одним из вариантов решения данной задачи является использование метода математического планирования эксперимента. Применение математической модели дает возможность получить необходимые данные при минимальном количестве опытов [3, 4].

Анализ последних исследований и публикаций. Известно [4], что одним из методов улучшения свойств композитных материалов (КМ) на основе эпоксидной матрицы является введение в связующее различных по природе и дисперсности наполнителей. Предварительно нами было исследовано влияние наполнителей различной природы и дисперсности на когезионные свойства КМ [5, 6]. Установлено оптимальное содержание мелкодисперсных (5...10 мкм) и дисперсных (63...80 мкм) частиц наполнителей различной природы для формирования покрытий разного функционального назначения с повышенными эксплуатационными характеристиками. Одновременно сочетание наполнителей различной дисперсности обеспечивает равномерное распределение частиц по объему композиции и создание материалов с повышенными эксплуатационными характеристиками. При этом метод математического планирования эксперимента позволяет установить критическое содержание нескольких наполнителей различной природы и дисперсности в эпоксидном композите при минимальном количестве проведенных экспериментов [6].

Цель работы — используя метод математического планирования эксперимента, установить оптимальное содержание двухкомпонентного наполнителя различной физической природы и дисперсности для формирования КМ с улучшенными физико-механическими свойствами.

Обсуждение экспериментальных результатов исследования

Использовали активный эксперимент и исследовали когезионные свойства КМ с двухкомпонентным наполнителем, который содержит различные по природе и дисперсности частицы. Содержание двухкомпонентного наполнителя в виде основных и дополнительных частиц выбрано на основе предварительных результатов исследований когезионных свойств КМ [7]. В таблице 1 приведены основные диапазоны содержания ингредиентов, которые вводили в эпоксидное связующее для улучшения разрушающих напряжений при изгибе КМ. Это, в частности, серый шлам (СШ) дисперсностью 63...80 мкм — твердая или пастообразная смесь отходов (шлам) процесса Байера — технологии очистки оксида алюминия (сырья для добычи алюминия) из бокситов. Состоит из смеси оксидов (масс. ч): железа — 32...35, алюминия — 6...9, кремния — 13...14, кальция — 14...16, титана — 5...6, ванадия — 1,0...2,0, олова — 1,0...1,3 и оксиды — до 100 масс. ч. и перлит (ГОСТ 25226-96) с дисперсностью 5...10 мкм.

Таблица 1

Уровни переменных в условном и натуральном масштабах

Компоненты	Фактор	Средний уровень, q , масс. ч.	Шаг варьирования, Δq , масс. ч.	Значение уровней переменных (масс. ч.), что соответствует условным единицам		
				-1	0	+1
Основной наполнитель — СШ	x_1	50	10	40	50	60
Дополнительный наполнитель — перлит	x_2	20	10	10	20	30

Согласно схеме планирования эксперимента было проведено 9 опытов ($N = 9$), каждый из которых повторяли трижды ($p = 3$) с целью исключения системных ошибок (табл. 2).

Таблица 2

Схема планирования эксперимента

Параметры	№ исследования, u	x_0	x_1	x_2	$x'_1 = x_1^2 - 0,67$	$x'_2 = x_2^2 - 0,67$	x_1x_2
План ПФЭ (22)	1	1	-1	-1	0,33	0,33	+1
	2	1	+1	-1	0,33	0,33	-1
	3	1	-1	+1	0,33	0,33	-1
	4	1	+1	+1	0,33	0,33	+1
Нулевая точка	5	1	0	0	-0,67	-0,67	0
Звездные точки	6	1	+1	0	0,33	-0,67	0
	7	1	-1	0	0,33	-0,67	0
	8	1	0	+1	-0,67	0,33	0
	9	1	0	-1	-0,67	0,33	0
$\sum_{u=1}^N x_{iu}^2$		9	6	6	2	2	4

Для того чтобы матрица планирования была ортогональной [8], вводили корректируемые значения уровня, которые вычисляли по формуле

$$x'_i = (x_i)^2 - \frac{\sum_{u=1}^N x_{iu}^2}{N}. \tag{1}$$

Расширенная матрица планирования полного факторного эксперимента (ПФЭ) и его результаты приведены в таблице 3.

Т а б л и ц а 3

Результаты исследования разрушающих напряжений, модуля упругости при изгибе и теплостойкости КМ

№ исследования	Содержание компонентов, q, масс. ч.		Разрушающие напряжения при изгибе, $\sigma_{изг}$, МПа	Модуль упругости при изгибе, E, ГПа	Теплостойкость (по Мартенсу), T, К
	x_1	x_2			
1	40	10	33,4	4,2	347
2	60	10	29,6	5,1	347
3	40	30	29,5	4,9	348
4	60	30	27,7	5,8	351
5	50	20	28,9	5,0	347
6	60	20	27,4	5,0	347
7	40	20	30,1	4,6	346
8	50	30	31,8	5,4	352
9	50	10	30,3	5,7	342

Математическую модель $y = f(x_1, x_2)$ формировали в виде уравнения регрессии

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{12}x_1x_2. \quad (2)$$

Коэффициенты регрессии определяли по формуле (табл. 4):

$$b_i = \frac{\sum_{u=1}^N x_{iu} y_i}{\sum_{u=1}^N x_{iu}^2}. \quad (3)$$

Т а б л и ц а 4

Коэффициенты уравнения регрессии

b_0	b_1	b_2	b_{11}	b_{22}	b_{12}
29,28	-1,38	-0,72	-0,72	1,58	0,50

В результате при анализе разрушающих напряжений при изгибе получили следующее уравнение регрессии:

$$y = 29,28 - 1,38x_1 - 0,72x_2 - 0,72x_1^2 + 1,58x_2^2 + 0,50x_1x_2.$$

Для статистической обработки полученных результатов эксперимента проводили проверку воспроизводимости опытов по критерию Кохрена:

$$G = \frac{S_{u \max}^2}{\sum_{u=1}^N S_u^2} \leq G_{(0,05; f_1; f_2)}, \quad (4)$$

где S_{ui}^2 — дисперсия, характеризующая рассеяние результатов опытов на i -м сочетании уровней факторов (для $m = 3$); m — количество параллельных испытаний; $S_{u \max}^2$ — наибольшая из дисперсий в строках плана.

Дисперсии адекватности определяли по формуле

$$S_{ui}^2 = \frac{\sum_{i=1}^m (y_i - \bar{y}_i)^2}{m - 1}, \quad (5)$$

где y_{im} — значение, полученное из каждого параллельного испытания; \bar{y}_i — среднее значение величины y , полученное при параллельных испытаниях.

Дисперсии воспроизведения находили по формуле

$$\sigma^2 \{y\} = \frac{\sum_{i=1}^{N=9} \sigma^2 \{y\}_i}{N(m-1)}, \quad (6)$$

где $\sigma^2 \{y\}_i = \sum_{j=1}^{m=3} (y_{ij} - \bar{y}_i)^2$;

$$\sigma^2 \{y_{сер}\} = \frac{a^2 \{y\}}{N}, \text{ или } S_{b_0}^2 = \frac{S_0^2}{N}. \quad (7)$$

Значения дисперсий приведены в таблице 5.

Т а б л и ц а 5

Значения дисперсий адекватности (S_{ui}^2) и дисперсий воспроизведения ($\sigma^2 \{y\}_i$)

№ п/п	Дисперсии адекватности		Дисперсии воспроизведения	
	Условное обозначение	Значение	Условное обозначение	Значение
1	S_{u1}^2	0,04	$\sigma^2 \{y\}_1$	0,08
2	S_{u2}^2	0,03	$\sigma^2 \{y\}_2$	0,06
3	S_{u3}^2	0,01	$\sigma^2 \{y\}_3$	0,02
4	S_{u4}^2	0,04	$\sigma^2 \{y\}_4$	0,08
5	S_{u5}^2	0,04	$\sigma^2 \{y\}_5$	0,08
6	S_{u6}^2	0,03	$\sigma^2 \{y\}_6$	0,06
7	S_{u7}^2	0,04	$\sigma^2 \{y\}_7$	0,08
8	S_{u8}^2	0,01	$\sigma^2 \{y\}_8$	0,02
9	S_{u9}^2	0,01	$\sigma^2 \{y\}_9$	0,02

При этом

$$\sum_{i=1}^N S_{ui}^2 = 0,25, \quad \sigma^2 \{y\} = S_0^2 = 0,03.$$

Расчетные значения критерия Кохрена при 5 %-ном уровне значимости определяли по формулам

$$G_{разр} = \frac{S_{u_{max}}^2}{\sum_{i=1}^N S_{ui}^2}; \quad (8)$$

$$G_{разр} = \frac{0,04}{0,25} = 0,16.$$

Проверка результатов эксперимента по критерию Кохрена [3] для фиксированной вероятности $\alpha = 0,05$ подтвердила воспроизводимость исследований. Дисперсия, характеризующая рассеивание результатов исследований на i -м объединении уровней факторов, равна: $S_{u_{max}}^2 = 0,04$. Расчетное значение критерия Кохрена: $G_{разр} = 0,16$. Табличное значение критерия Кохрена: $G_{табл} = 0,478$. То есть выполняется условие (7)

$$G_{разр} = 0,16 \leq G_{табл} = 0,478.$$

В дальнейшем определяли значимость коэффициентов уравнения регрессии, анализируя результаты по плану эксперимента (табл. 6).

Т а б л и ц а 6

Экспериментальные результаты исследования разрушающих напряжений при изгибе материалов

№ испытания	Разрушающие напряжения при изгибе, $\sigma_{изг}$, МПа			Среднее значение, $\sigma_{изг}$, МПа
	1	2	3	
1	33,2	33,6	33,4	33,4
2	29,5	29,8	29,5	29,6
3	29,5	29,6	29,4	29,5
4	27,5	27,7	27,9	27,7
5	28,9	28,7	29,1	28,9
6	27,2	27,5	27,5	27,4
7	30,1	29,9	30,3	30,1
8	31,9	31,7	31,8	31,8
9	30,2	30,4	30,3	30,3

В дальнейшем определяли дисперсии коэффициентов регрессии (табл. 7) по формуле

$$S_{b_i}^2 = \frac{S_0^2}{\sum_{u=1}^N x_{iu}^2}. \tag{9}$$

Значимость коэффициентов регрессии определяли по критерию Стьюдента [3, 7]. При этом определяли табличный (t_m) и расчетный (t_p) критерии Стьюдента (табл. 7).

Т а б л и ц а 7

Дисперсии коэффициентов регрессии (S_b^2) и расчетные значения критерия Стьюдента (t_p)

№ п/п	Дисперсии коэффициентов регрессии		Расчетные значения критерия Стьюдента	
	Условное обозначение	Значение	Условное обозначение	Значение
1	$S_{b_0}^2$	0,003	t_{0p}	514
2	$S_{b_1}^2$	0,005	t_{1p}	20,33
3	$S_{b_2}^2$	0,005	t_{2p}	10,53
4	$S_{b_{11}}^2$	0,014	t_{11p}	6,08
5	$S_{b_{22}}^2$	0,014	t_{22p}	13,44
6	$S_{b_{12}}^2$	0,007	t_{12p}	6,0

В зависимости от степеней свободы: $f = N(n - 1) = 9(3 - 1) = 18$ определяли табличное значение критерия Стьюдента: $t_T = 2,04$. Далее определяли расчетные значения критерия Стьюдента (t_p) и значимость коэффициентов: $t_{0p}, t_{1p}, t_{2p}, t_{11p}, t_{22p}, t_{12p} > t_T$. Причем

$$t_{ip} = \frac{|b_i|}{S_{b_i}}. \tag{10}$$

Расчетные значения критерия Стьюдента $t_{0p}, t_{1p}, t_{2p}, t_{11p}, t_{22p}, t_{12p}$ больше, чем значение t_T . Таким образом, считали, что коэффициенты уравнения регрессии являются значимыми. В результате получили следующее уравнение регрессии:

$$y = 29,28 - 1,38x_1 - 0,72x_2 - 0,72x_1^2 + 1,58x_2^2 + 0,50x_1x_2.$$

Адекватность полученной модели проверяли по критерию Фишера [3, 7]:

$$F_p = \frac{S_{u \max}^2}{S_y^2} \leq F_{(0,05; f_{u0}; f_y)}, \tag{11}$$

где $S_{u \max}^2 = 0,04$ — расчетное значение дисперсии адекватности (табл. 5);

$$S_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^N S_{ui}^2}{N}; \tag{12}$$

$S_y^2 = 0,028$ — дисперсия воспроизведения.

Тогда $F_p = 1,43$. $F_{(0,05;f_{ao};f_u)}$ — табличное значение критерия Фишера при 5 %-ном уровне значимости ($f_1 = N - (k + 1) = 9 - (6 + 1) = 2, f_2 = N(n - 1) = 9(3 - 1) = 18$). Отсюда: $F_{(0)} = 3,6$ [2; 7].

Расчетное значение критерия Фишера меньше табличного, т.е. выполняется условие (10). Можно считать, что уравнение адекватно описывает состав композиции.

Процесс интерпретации полученной математической модели, как правило, не сводится только к определению влияния факторов. Простое сравнение с абсолютной величиной линейных коэффициентов не определяет относительную степень влияния факторов, поскольку при этом присутствуют еще и квадратичные члены, а также парные взаимодействия. При детальном анализе полученной адекватной модели нужно учитывать и то, что для квадратичной модели степень влияния фактора на смену исходной величины не является постоянной.

Использовали зависимости, которые связывают нормализованные и натуральные значения переменных факторов, следующего вида:

$$x_i = \frac{q_i - q_{i0}}{\Delta q_i}, \tag{13}$$

где q_i — значение i -го фактора эксперимента; q_{i0} — значение нулевого уровня; Δq_i — интервал варьирования [8].

Подставив данные значения согласно формуле (13) в уравнение регрессии и проведя его преобразование, получили уравнение регрессии с натуральным значением переменных параметров:

$$\sigma_{\text{из}} = 30,94 + 0,482q_1 - 0,954q_2 - 0,0072q_1^2 + 0,0158q_2^2 + 0,005q_1q_2.$$

Приведенное уравнение в натуральных значениях позволяет лишь предусмотреть значение исходной величины для любой точки в области варьирования факторов. Однако с его помощью можно построить графики зависимости исходной величины (разрушающих напряжений при изгибе композитов) от любого фактора (или двух факторов). Геометрическая интерпретация поверхности отклика приведена на рисунках 1–3.

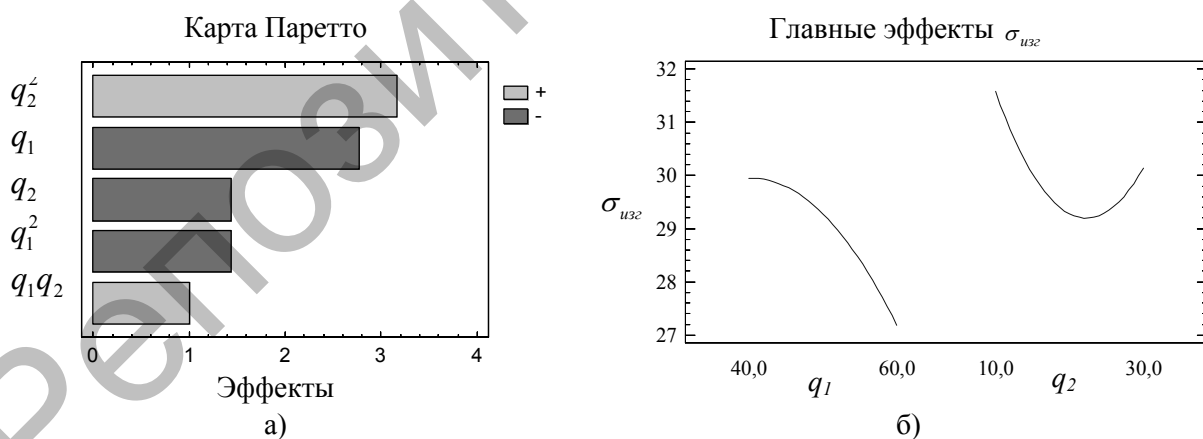


Рисунок 1. Карта Паретто (а) и главные эффекты (б)

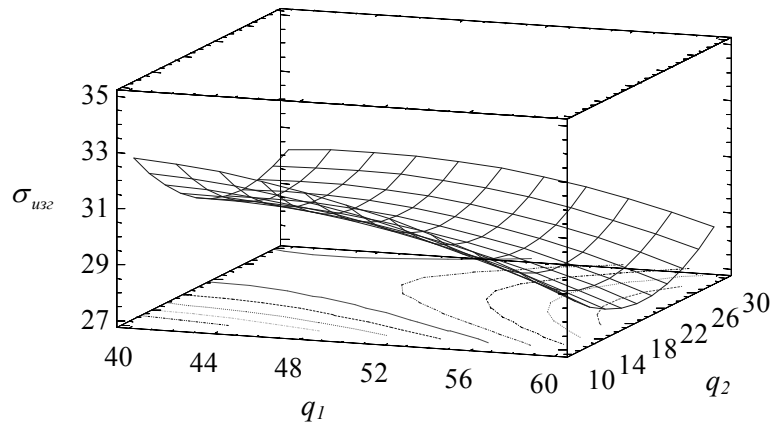


Рисунок 2. Поверхность отклика $\sigma_{изг} = f(q_1, q_2)$

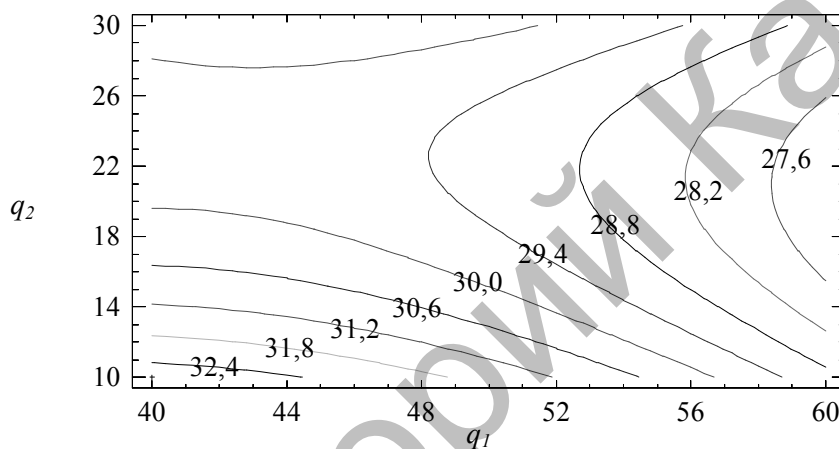


Рисунок 3. Контурный график

На основе проведенных расчетов можно утверждать, что оба фактора являются значимыми, так как значения коэффициентов x_1 и x_2 являются большими по абсолютной величине. Однако, исходя из результатов экспериментальных исследований (табл. 3), доказано, что максимальными показателями разрушающих напряжений при изгибе отличается эпоксидный композит с двухкомпонентным дисперсным наполнителем следующего состава: основной наполнитель — СШ (40 масс. ч.), дополнительный наполнитель — перлит (10 масс. ч.). Такой состав композиции целесообразно использовать для формирования защитных покрытий с повышенными эксплуатационными свойствами.

Аналогично приведенной выше схеме расчетов оптимизировали состав композиции согласно показателям модуля упругости при изгибе и теплостойкости (по Мартенсу). Уравнение переменных в условном и натуральном масштабах и схема планирования эксперимента выбраны согласно таблицам 1 и 2.

При анализе результатов исследования модуля упругости при изгибе композитов получили следующие значения коэффициентов регрессии (табл. 8).

Таблица 8

Коэффициенты уравнения регрессии для модуля упругости при изгибе КМ

b_0	b_1	b_2	b_{11}	b_{22}	b_{12}
5,17	0,38	0,17	-0,45	0,30	0,03

В результате получили следующее уравнение регрессии:

$$y = 5,17 + 0,38x_1 + 0,17x_2 - 0,45x_1^2 + 0,30x_2^2 + 0,03x_1x_2.$$

При статистической обработке полученных результатов эксперимента проводили проверку воспроизводимости опытов по критерию Кохрена [3].

Значения дисперсий, которые определяли по формулам (5–7), приведены в таблице 9.

Таблица 9

Значения дисперсий адекватности (S_u^2) и дисперсий воспроизведения ($\sigma^2\{y\}$)

№ п/п	Дисперсии адекватности		Дисперсии воспроизведения	
	Условное обозначение	Значения	Условное обозначение	Значения
1	S_{u1}^2	0,01	$\sigma^2\{y\}_1$	0,02
2	S_{u2}^2	0,07	$\sigma^2\{y\}_2$	0,14
3	S_{u3}^2	0,01	$\sigma^2\{y\}_3$	0,02
4	S_{u4}^2	0,04	$\sigma^2\{y\}_4$	0,08
5	S_{u5}^2	0,01	$\sigma^2\{y\}_5$	0,02
6	S_{u6}^2	0,03	$\sigma^2\{y\}_6$	0,06
7	S_{u7}^2	0,04	$\sigma^2\{y\}_7$	0,08
8	S_{u8}^2	0,01	$\sigma^2\{y\}_8$	0,02
9	S_{u9}^2	0,01	$\sigma^2\{y\}_9$	0,02

При этом

$$\sum_{i=1}^N S_{ui}^2 = 0,23, \quad \sigma^2\{y\} = S_0^2 = 0,026.$$

Расчетные значения критерия Кохрена при 5%-ном уровне значимости определяли по формуле (8)

$$G_p = \frac{0,07}{0,23} = 0,304.$$

Проверка результатов эксперимента по критерию Кохрена [7] для фиксированной вероятности $\alpha = 0,05$ подтвердила воспроизводимость опытов. Дисперсия, которая характеризует рассеивание результатов опытов на i -м объединении уровней факторов, равна: $S_{u\max}^2 = 0,07$. Расчетное значение критерия Кохрена: $G_{\text{разр}} = 0,304$. Табличное значение критерия Кохрена: $G_{\text{табл}} = 0,478$, т.е. выполняется условие: $G_{\text{разр}} = 0,304 \leq G_{\text{табл}} = 0,478$.

На следующем этапе определяли значимость коэффициентов уравнения регрессии, анализируя результаты по плану эксперимента (табл. 10).

Таблица 10

Экспериментальные результаты исследования модуля упругости при изгибе КМ

№ опыта	Модуль упругости при изгибе, E , ГПа			Среднее значение, E , ГПа
	1	2	3	
1	4,1	4,3	4,2	4,2
2	4,9	5,0	5,4	5,1
3	4,9	4,8	4,7	4,8
4	5,6	6,0	5,8	5,8
5	5,1	4,9	5,0	5,0
6	4,9	4,9	5,2	5,0
7	4,4	4,6	4,8	4,6
8	5,3	5,4	5,5	5,4
9	5,8	5,7	5,6	5,7

В дальнейшем по формулам (9–10) находили дисперсии коэффициентов регрессии. Значимость коэффициентов регрессии определяли по критерию Стьюдента, табличное значение которого составляет $t_T = 2,04$ [3; 7]. Расчетные значения критерия Стьюдента приведены в таблице 11.

Таблица 11

Дисперсии коэффициентов регрессии (S_b^2) и расчетные значения критерия Стьюдента (t_p)

№ п/п	Дисперсии коэффициентов регрессии		Расчетные значения критерия Стьюдента	
	Условное обозначение	Значения	Условное обозначение	Значения
1	$S_{b_0}^2$	0,003	t_{0p}	92,54
2	$S_{b_1}^2$	0,004	t_{1p}	5,87
3	$S_{b_2}^2$	0,004	t_{2p}	2,55
4	$S_{b_{11}}^2$	0,013	t_{11p}	3,98
5	$S_{b_{22}}^2$	0,013	t_{22p}	2,65
6	$S_{b_{12}}^2$	0,006	t_{12p}	0,3

Расчетные значения критерия Стьюдента t_{0p} , t_{1p} , t_{2p} , t_{22p} , t_{12p} больше, чем значение t_T . Таким образом, считали, что коэффициенты уравнения регрессии являются значимыми. Значение t_{12p} меньше, чем значение t_T , поэтому коэффициент b_{12} не является значимым. В результате отбрасывания незначимых коэффициентов получили следующее уравнение регрессии:

$$y = 5,17 + 0,38x_1 + 0,17x_2 - 0,45x_1^2 + 0,30x_2^2.$$

Адекватность полученной модели проверяли по критерию Фишера [3, 7].

Расчетное значение дисперсии адекватности: $S_{u\max}^2 = 0,07$ (табл. 9).

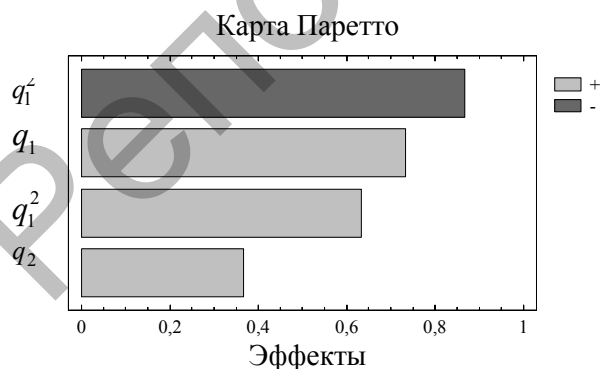
Дисперсия воспроизведения: $S_y^2 = 0,026$. Тогда: $F = 2,74$.

$F_{(0,05; f_E; f_u)}$ — табличное значение критерия Фишера при 5 %-ном уровне значимости ($F_{(0)} = 2,8$) [2, 7].

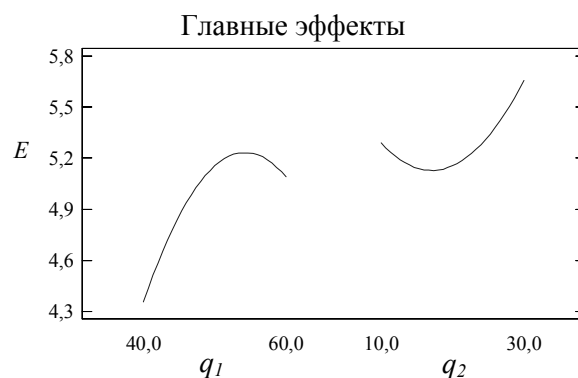
Расчетное значение критерия Фишера меньше табличного, т.е. выполняется условие (11). Таким образом, уравнение адекватно описывает состав композиции.

Проведя преобразование согласно формуле (13), получили следующее уравнение регрессии с натуральным значением сменных параметров: $E = -7,12 + 0,488q_1 - 0,103q_2 - 0,0045q_1^2 + 0,003q_2^2$.

Геометрическая интерпретация поверхности отклика приведена на рисунках 4–6.



а)



б)

Рисунок 4. Карта Паретто (а) и главные эффекты (б)

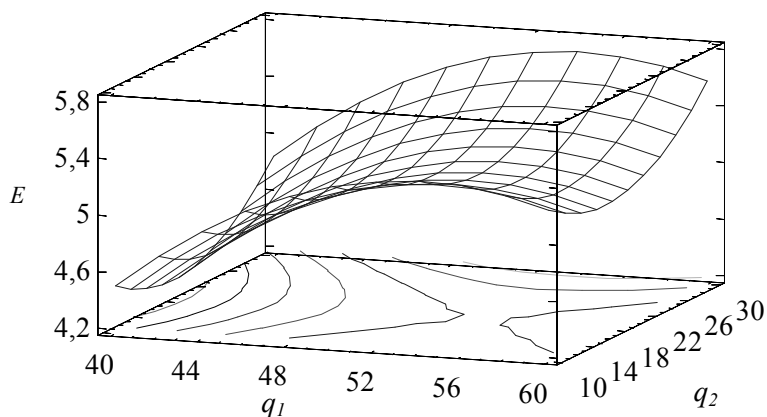


Рисунок 5. Поверхность отклика $E = f(q_1, q_2)$

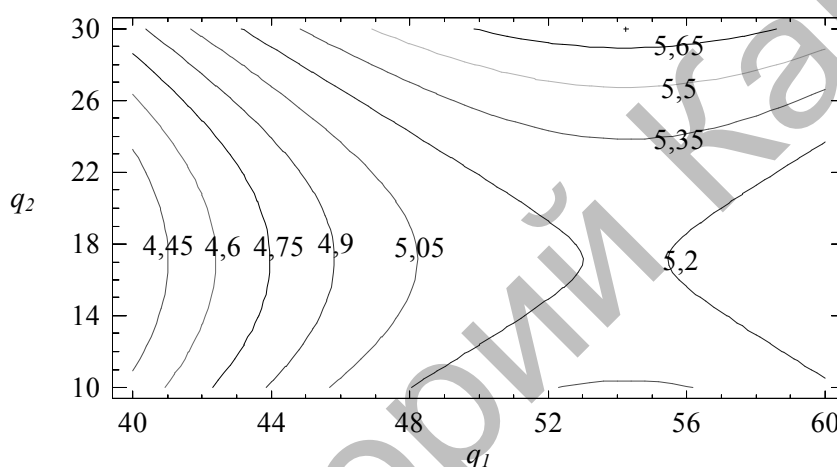


Рисунок 6. Контурный график

На основе экспериментальных исследований доказано, что оба фактора являются значимыми. При этом установлено (табл. 3), что максимальными показателями модуля упругости при изгибе характеризуется эпоксидный композит с двухкомпонентным дисперсным наполнителем следующего состава: основной наполнитель — СШ (60 масс. ч.), дополнительный наполнитель — перлит (30 масс. ч.). Такой состав композиции целесообразно использовать для формирования защитных покрытий с улучшенными физико-механическими свойствами.

При анализе результатов исследования теплостойкости композитов получили следующие значения коэффициентов регрессии (табл. 12).

Т а б л и ц а 1 2

Коэффициенты уравнения регрессии для теплостойкости КМ

b_0	b_1	b_2	b_{11}	b_{22}	b_{12}
346,22	0,67	2,50	0,67	1,17	0,75

В результате получили следующее уравнение регрессии:

$$y = 346,22 + 0,67x_1 + 2,5x_2 + 0,67x_1^2 + 1,17x_2^2 + 0,75x_1x_2.$$

Для статистической обработки полученных результатов эксперимента проводили проверку воспроизводимости опытов по критерию Кохрена [3]. Значения дисперсий, которые определяли по формулам (5–7), приведены в таблице 13.

Т а б л и ц а 13

Значения дисперсий адекватности (S_u^2) и дисперсий воспроизведения ($\sigma^2\{y\}$)

№ п/п	Дисперсии адекватности		Дисперсии воспроизведения	
	Условное обозначение	Значения	Условное обозначение	Значения
1	S_{u1}^2	1	$\sigma^2\{y\}_1$	2
2	S_{u2}^2	3	$\sigma^2\{y\}_2$	6
3	S_{u3}^2	4	$\sigma^2\{y\}_3$	8
4	S_{u4}^2	3	$\sigma^2\{y\}_4$	6
5	S_{u5}^2	1	$\sigma^2\{y\}_5$	2
6	S_{u6}^2	1	$\sigma^2\{y\}_6$	2
7	S_{u7}^2	4	$\sigma^2\{y\}_7$	8
8	S_{u8}^2	1	$\sigma^2\{y\}_8$	2
9	S_{u9}^2	3	$\sigma^2\{y\}_9$	6

При этом

$$\sum_{i=1}^N S_{ui}^2 = 21, \quad \sigma^2\{y\} = S_0^2 = 2,33.$$

Расчетные значения критерия Кохрена при 5 %-ном уровне значимости определяли по формуле (8)

$$G_{разр} = \frac{4}{21} = 0,19.$$

Проверка результатов эксперимента по критерию Кохрена [7] для фиксированной вероятности $\alpha = 0,05$ подтвердила воспроизводимость опытов. Дисперсия, которая характеризует рассеивание результатов опытов на i -м объединении уровней факторов, равна: $S_{u\max}^2 = 4$. Расчетное значение критерия Кохрена: $G_{разр} = 0,19$. Табличное значение критерия Кохрена: $G_{табл} = 0,478$, т.е. выполняется условие: $G_{разр} = 0,2 \leq G_{табл} = 0,478$.

На следующем этапе определяли значимость коэффициентов уравнения регрессии, анализируя результаты по плану эксперимента (табл. 14).

Т а б л и ц а 14

Экспериментальные результаты исследования теплостойкости КМ

№ опыта	Теплостойкость КМ, T, К			Среднее значение, T, К
	1	2	3	
1	346	348	347	347
2	349	346	346	347
3	348	346	350	348
4	353	350	350	351
5	346	347	348	347
6	347	348	346	347
7	344	346	348	346
8	353	352	351	352
9	340	343	343	342

В дальнейшем устанавливали дисперсии коэффициентов регрессии (табл. 15) по формулам (9–10). Значимость коэффициентов регрессии определяли по критерию Стьюдента, табличное значение которого составляет $t_m = 2,04$ [3; 7]. Расчетные значения критерия Стьюдента приведены в таблице 15.

Дисперсии коэффициентов регрессии (S_b^2) и расчетные значения критерия Стьюдента (t_p)

№ п/п	Дисперсии коэффициентов регрессии		Расчетные значения критерия Стьюдента	
	Условное обозначение	Значение	Условное обозначение	Значение
1	$S_{b_0}^2$	0,26	t_{0p}	678,84
2	$S_{b_1}^2$	0,39	t_{1p}	1,07
3	$S_{b_2}^2$	0,39	t_{2p}	4,01
4	$S_{b_{11}}^2$	1,17	t_{11p}	0,62
5	$S_{b_{22}}^2$	1,17	t_{22p}	1,08
6	$S_{b_{12}}^2$	0,58	t_{12p}	1,0

В результате отбрасывания незначимых коэффициентов получили следующее уравнение регрессии:

$$y = 346,22 + 2,5x_2.$$

Адекватность полученной модели проверяли по критерию Фишера [3; 7]. Расчетное значение дисперсии адекватности: $S_{u\max}^2 = 4$ (табл. 13). Дисперсия воспроизведения: $S_y^2 = 2,33$. Тогда: $F_p = 1,71$.

$F_{(0,05; f_T; f_u)}$ — табличное значение критерия Фишера при 5 %-ном уровне значимости ($F_{(0)} = 1,8$).

Расчетное значение критерия Фишера меньше табличного, т.е. выполняется условие (11). Таким образом, уравнение адекватно описывает состав композиции.

Подставив данные значения, согласно формуле (13), в уравнение регрессии и проведя его преобразование, получим следующее уравнение регрессии с натуральным значением переменных параметров:

$$T = 341,22 + 0,25q_2.$$

Геометрическая интерпретация поверхности отклика приведена на рисунках 7, 8.

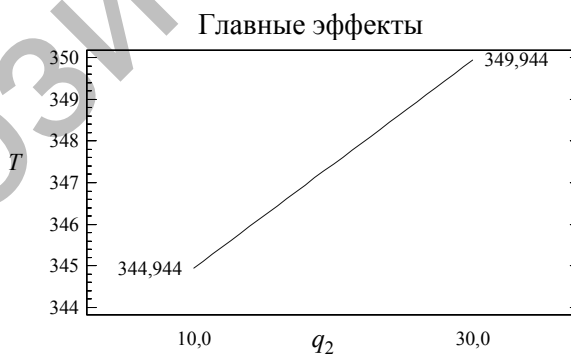
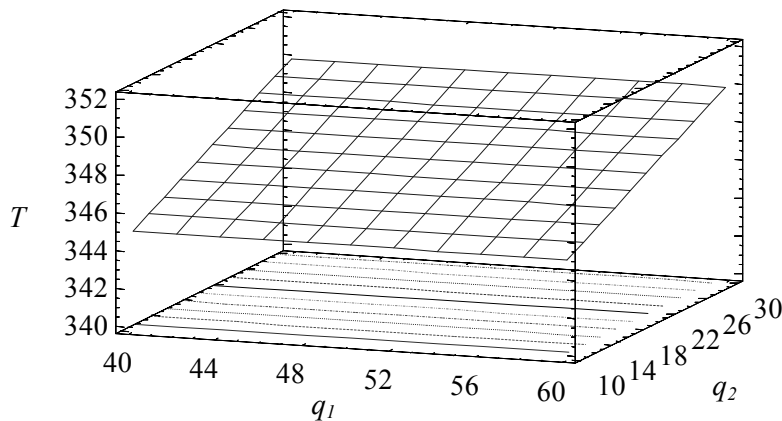


Рисунок 7. Главные эффекты


 Рисунок 8. Поверхность отклика $T = f(q_1, q_2)$

На основе экспериментальных исследований установлено, что значимым является лишь фактор x_2 — содержание дополнительного наполнителя. Установлено (рис. 7, 8), что увеличение его содержания приводит к повышению показателей теплостойкости КМ. Исходя из результатов экспериментальных исследований (табл. 3), доказано, что максимальными показателями теплостойкости характеризуется композит следующего состава: основной наполнитель — СШ (50...60 масс. ч.), дополнительный наполнитель — перлит (30 масс. ч.). Учитывая результаты математического планирования эксперимента для формирования защитных покрытий с улучшенными теплофизическими свойствами, целесообразно содержание основного наполнителя серого шлама оставить на том же уровне — 50...60 масс. ч., а дополнительного наполнителя — перлита увеличить до 40...50 масс. ч. Увеличение количества частиц перлита свыше 50 масс. ч. не является целесообразным с технологической точки зрения формирования композитных покрытий.

Выводы

Методом ортогонального центрального композиционного планирования эксперимента определено оптимальное количество двухкомпонентного дисперсного наполнителя в эпоксидном композите с улучшенными когезионными свойствами. В композицию следует вводить следующие ингредиенты: отвердитель ПЕПА (5 масс. ч.), отвердитель Telalit 410 (5 масс. ч.), эпоксидный олигомер СНС-Ероху 525 (100 масс. ч.), основной наполнитель — серый шлам (50...60 масс. ч.), дополнительный наполнитель — перлит (30 масс. ч.). Такой материал отличается разрушающими напряжениями при изгибе — $\sigma_{изг} = 27,7...31,8$ МПа, модулем упругости при изгибе — $E = 5,4...5,8$ ГПа. Для формирования эпоксидных композитов с повышенными показателями теплостойкости ($T = 351...352$ К) в композицию следует вводить следующие ингредиенты: отвердитель ПЕПА (5 масс. ч.), отвердитель Telalit 410 (5 масс. ч.), эпоксидный олигомер СНС-Ероху 525 (100 масс. ч.), основной наполнитель — серый шлам (50...60 масс. ч.), дополнительный наполнитель — перлит (40...50 масс. ч.).

В дальнейшем планируется исследовать триботехнические свойства разработанных материалов.

Список литературы

- 1 Maruschak P.O., Panin S.V., Ignatovich S.R. et al. Influence of deformation process in material at multiple cracking and fragmentation of nanocoating // Theoretical and Applied Fracture Mechanics. — 2012. — № 57. — P. 43–48.
- 2 Тхир І.Г., Гуменецкий Т.В. Фізико-хімія полімерів: Навч. посібник. — Львів: Вид. нац. універ. «Львівська політехніка», 2005. — 240 с.
- 3 Зазимко В.Г. Оптимизация свойств строительных материалов: Учеб. пособие для вузов. — М.: Транспорт, 1981. — 103 с.
- 4 Грушко І.М., Попов В.В. и др. Основы научных исследований: Учебник для техн. вузов / Под ред. В.И.Крутова, В.В.Попова — М.: Высш. шк., 1989. — 400 с.
- 5 Стухляк П.Д., Букетов А.В., Редько О.І. Епоксидно-діанові композити: технологія формування, фізико-механічні і теплофізичні властивості: Монографія. — Тернопіль: Крок, 2011. — 165 с.

6 Сапронов О.О. Оптимізація складу захисного покриття методом математичного планування експерименту // Конструювання, виробництво та експлуатація сільськогосподарських машин: Загальнодержавний міжвідомчий науково-технічний збірник. — Ч. II. — Кіровоград: КНТУ, 2013. — № 43. — С. 260–267.

7 Планирование эксперимента и применение вычислительной техники в процессе синтеза резины: Сб. ст. / Под ред. В.Ф. Евстратова, А.Г. Шварца. — М.: Химия, 1970. — 352 с.

8 Бондарь А.Г., Статюха Г.А. Планирование эксперимента в химической технологии (основное положение, примеры и задачи): Учебник (для студ. высш.учеб.завед.). — Киев: Вища шк., 1976. — 184 с.

А.В.Букетов, Н.В.Браило, В.Л.Алексенко, А.А.Сапронов

Эпоксикомпозит құрамын анықтау үшін математикалық жоспарлаудың эксперимент әдісін қолдану

Математикалық жоспарлаудың эксперимент әдісі бұзғыш кернеудің және майыскандағы серіппе модулінің көрсеткіштеріне, сонымен қатар жылутөзімділікке сәйкес эпоксидтық композит материалында қоскомпонентті дисперсиялық толтырғыштың оңтайлы құрамы анықталды. Әр түрлі дисперсиялы екі толтырғыштың бірігуі материалдың когезиялық құрамын жақсартатыны айқындалған. CHS-Epoxy 525 (100 масс. ч.) эпоксидті олигомдағы ПЕПА (5 масс. ч.) және Telalit 410 (5 масс. ч.) қатырғыштарының негізінде құрылған матрица үшін қоскомпонентті толтырғыштың оңтайлы құрамында сұр шлам — 40...60 масс. ч. және перлит — 10...30 масс. ч. болатыны дәлелденген.

A. V. Buketov, N. V. Brailo, V. L. Aleksenko, A. A. Sapronov

Application of method of the mathematical planning of experiment for determination of epoxycomposition

Method of mathematical planning of the experiment according to the indicators of breaking stress and flexural modulus, heat resistance as well as determine the optimum content of two-component epoxy particulate filler in the composite material. Found that the combination of two different fillers improves the cohesive properties of the dispersion material. It is proved that the developed matrix based PEPA (5 parts) and Telalit 410 (5 parts) hardeners in epoxy oligomer CHS-Epoxy 525 (100 parts) optimum content of the two-component filler are gray sludge — 40...60 parts and perlite — 10...30 parts.

References

- 1 Maruschak P.O., Panin S.V., Ignatovich S.R. et al. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 2012, 57, p. 43–48.
- 2 Tkhir I.G., Gumenetskiy T.V. *Physical chemistry of polymers: Teaching material*, Lviv: Publ. nat. univer. «Lviv Polytechnic», 2005, 240 p.
- 3 Zazimko V.G. *Optimizing the properties of construction materials: Teaching material for university*, Moscow: Transport, 1981, 103 p.
- 4 Grushko I.M., Popov V.V. et al. *Bases of scientific researches: Material for technical university*, Edited by V.I.Krutova, V.V.Popova, Moscow: Vysshaya shkola, 1989, 400 p.
- 5 Stuhlyak P.D., Buketov A.V., Redko O.I. *Epoxy dianovy composites: forming technology, physico-mechanical and thermal properties: monograph*, Ternopil: Krok, 2011, 165 p.
- 6 Sapronov O.O. *National interdepartmental scientific and technical collection. Designing, production and operation of agricultural machines*, p. II, Kirovograd: Publ. KNTU, 2013, 43, p. 260–267.
- 7 *Experiment planning and application of computer technology in the synthesis of rubber: collection of articles*, Edit. by V.F. Evstratova, A.G. Shvartsa, Moscow: Khimiya, 1970, 352 p.
- 8 Bondar A.G., Statyuha G.A. *Experimental Design Chemical Technology (basic position, examples and problems): Mater. (for high university student)*, Kiev: Vysshaya shkola, 1976, 184 p.