

Никитин В.И., Бацкель-Бжозовска Б.

ОСОБЕННОСТИ ПОСТРОЕНИЯ РЕГРЕССИОННОЙ МОДЕЛИ ДЛЯ ОЦЕНКИ ЗАВИСИМОСТИ ПРОЧНОСТИ КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА ПРИ СЖАТИИ ОТ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ

1. Введение

Даже при довольно тщательно спланированных и проведенных испытаниях, связанных с определением значений прочности керамических изделий или образцов при сжатии, существует вероятность появления серьезных ошибок. Источниками этих ошибок могут быть, например, неучтенные особенности процесса спекания образцов при обжиге [1] или нестабильные условия механической обработки керамической массы и формования изделий [2], различие в качестве подготовки поверхностей образца, через которые передаются сжимающие усилия [3], неудовлетворительный контроль за ходом испытаний и т.д. Поэтому в любой группе данных, получаемых в результате таких испытаний, почти всегда может содержаться одно или большее число резко отклоняющихся значений, которые сразу же подозреваются как ошибочные.

При построении полиномиальных экспериментально-статистических моделей даже небольшое число резко отклоняющихся значений может привести к получению ошибочных оценок коэффициентов этих полиномов и неверной интерпретации эффектов изучаемых факторов. В связи с этим при планировании эксперимента необходимо предусматривать проверки опытных данных с целью выявления и исключения резко выделяющихся (аномальных) наблюдений.

Самым простым и общим способом уменьшения негативных последствий, вызванных наличием в опытных данных аномальных наблюдений, является выполнение достаточного количества повторных испытаний при всех комбинациях уровней рассматриваемых факторов запланированного эксперимента. В этом случае аномальные наблюдения могут быть выявлены с помощью статических критериев, устанавливающих пределы для исключения подозрительных значений.

Во многих экспериментах на основе физических критериев предполагается, что принятая зависимость (например линейная) между переменными справедлива лишь до некоторого фиксированного, но неизвестного предела, после которого опытные данные существенно отклоняются от этой зависимости. Для установления пределов (границ), в которых опытные данные могут быть описаны принятой зависимостью, наряду с физическими критериями можно использовать и статические критерии.

В данной работе представлены этапы построения экспериментально-статистической модели, описывающей влияние параметров процесса обжига и гранулометрического состава добавки кварцевого песка на прочность при сжатии керамических образцов. Для обеспечения точности этой модели использовались физические и статистические критерии.

2. Предварительный анализ данных

В предыдущих экспериментах [4,5] при нагревании керамических образцов на основе глины месторождения «Левково Старе» со скоростью 3°С/мин до температуры выше 1050°С наблюдалось недопустимое искривление их поверхности с образованием большого количества трещин различных размеров (в некоторых случаях образцы вспучивались до полного разрушения). Значительно реже подобная картина наблюдалась у образцов, нагреваемых со скоростью 2°С/мин до

температуры 1100°С. В результате, при построении полиномиальных моделей, описывающих влияние технологических факторов на прочность керамических образцов при сжатии, проявлялись сомнительные эффекты некоторых факторов.

Чтобы уточнить допустимую верхнюю границу скорости нагревания и максимальной температуры обжига керамических образцов, а также вид полиномиальной модели для оценки прочности при сжатии был выполнен предварительный эксперимент с учетом данных работ [4,6]. Испытания керамического материала на прочность при сжатии проводились в лабораторных условиях на образцах в виде куба со стороной около 50мм. Образцы изготавливались из сырьевой массы, содержащей 85% упомянутой легкоплавкой глины и 15% кварцевого песка одинакового гранулометрического состава, и нагревались с различной скоростью до различной температуры. Результаты испытаний прочности этих образцов показаны на рис. 1, из которого видно, что при скоростях нагревания 1 и 2°С/мин имеет место практически одинаковый эффект повышения прочности образцов при сжатии с ростом максимальной температуры обжига от 840 до 1100°С. Однако при скорости нагревания 3°С/мин повышение максимальной температуры обжига в тех же пределах приводит к существенному снижению прочности образцов.

Отрицательный эффект повышения максимальной температуры обжига при скорости нагревания 3°С/мин можно объяснить тем, что в данном случае возникает неблагоприятный перепад температуры на поверхности и внутри образцов. В поверхностных слоях образцов, имеющих более высокую температуру, происходит спекание керамической массы, а внутри образцов еще не завершён процесс интенсивного газовыделения. Незначительная пористость наружных слоев затрудняет выход образующегося газа наружу, что приводит к вспучиванию образцов, разрушению структуры и снижению прочности. При меньших скоростях нагревания градиент температуры уменьшается и к моменту начала спекания, в основном, завершается процесс газовыделения во всем объеме образцов.

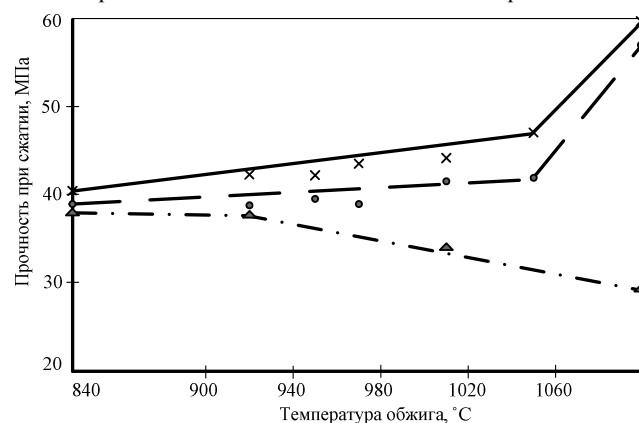


Рис. 1. Зависимость прочности керамических образцов при сжатии от температуры обжига и скорости нагревания. Скорость нагревания: x-1°С/мин, o-2°С/мин, Δ -3°С/мин.

Никитин Вадим Иванович, доктор технических наук, профессор, Политехника Белостоцка, Республика Польша.
Бацкель-Бжозовска Беата, кандидат технических наук, Политехника Белостоцка, Республика Польша.

Таблица 1. План эксперимента и средние результаты измерений прочности керамических образцов при сжатии (y , МПа) для различных фракций кварцевого песка

№ опыта	Факторы			Фракции песка		
	X1, °C	X2, °C/мин	X3, °C/мин	Z1	Z2	Z3
1	1050	1	1	54,4	47,3	41,3
2	850	1	1	42,1	34,7	30,3
3	1050	3	1	46,4	37,5	32,7
4	850	3	1	43,1	35,2	30,2
5	1050	1	3	53,2	44,1	38,6
6	850	1	3	41,8	34,4	29,8
7	1050	3	3	41,5	33,4	28,1
8	850	3	3	40,5	32,7	29,6

Необходимо отметить, что образцы, нагреваемые до температуры 1100°C со скоростью 1 и 2°C/мин, имели водопоглощение на уровне 1,1-1,3% при плотности 2,20-2,24г/см³, что характеризует высокую степень спекания. Эти образцы достигали границы области спекшегося состояния (водопоглощение равно 5%) при максимальной температуре обжига 1080°C. Повышение скорости нагревания до 3°C/мин привело к повышению водопоглощения до 2,2% и снижению плотности до 2,07г/см³. При этом плотность поверхностных слоев составляла около 2,30г/см³, а центральной части образцов снижалась до 1,33 г/см³. Эти данные еще раз свидетельствуют о том, что при нагревании образцов со скоростью 3°C/мин до 1100°C в них начинаются процессы вспучивания.

Результаты предварительного анализа данных показывают, что для уменьшения риска вспучивания образцов из рассмотренной керамической массы и сохранения их прочности целесообразно нагревать образцы до температуры не выше 1070°C со скоростью не превышающей 2°C/мин.

3. Выбор модели и плана эксперимента

Для количественного описания влияния максимальной температуры обжига (фактор X1), скорости нагревания до той температуры (фактор X2) и скорости охлаждения (фактор X3), а также гранулометрии кварцевого песка на плотность керамических образцов на сжатие (y) был спланирован и реализован специальный эксперимент.

Как и в предварительном эксперименте испытания кубических керамических образцов со стороной 5 см их прочность при сжатии производилась в лабораторных условиях. Образцы формовались пластическим методом из керамической массы, включающей 85% глины и 15% кварцевого песка. Подробная характеристика этого сырья приведена в работе [4]. Добавка кварцевого песка могла иметь одну из трех фракций: мелкую Z1 с размером зерен до 0,25мм; среднюю Z2 с зернами от 0,25 до 0,5мм; крупную Z3 с зернами от 0,5 до 1,0мм.

С учетом предшествующих экспериментов для технологических факторов был выбран следующий диапазон варьирования:

- максимальная температура обжига (X1) от 850 до 1050°C;
- скорость нагревания (X2) от 1 до 3°C/мин;
- скорость охлаждения (X3) от 1 до 3°C/мин.

Продолжительность выдержки образцов при максимальной температуре обжига не менялась и составляла 2ч.

В выбранном диапазоне варьирования зависимость прочности керамических образцов при сжатии y от факторов X1 и X2 может быть описана полиномом, учитывающим только линейные эффекты этих факторов и эффект их взаимодействия (рис. 1). С учетом результатов работы [6] предполагалось, что при оценке влияния фактора X3 также можно ограничиться его линейным эффектом и взаимодействиями с другими факторами. В таком случае полином, записанный для безразмерных кодированных факторов x_1 , x_2 и x_3 имеет вид:

$\hat{y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3$, (1)
в котором значения кодированных факторов определяются из соотношений:

$$x_1 = \frac{X_1 - 950}{100}, \quad x_2 = X_2 - 2, \quad x_3 = X_3 - 2.$$

Легко убедиться, что в выбранном диапазоне варьирования факторов X1, X2 и X3 их кодированные значения будут изменяться от -1 (нижний уровень) до +1 (верхний уровень). Для оценки коэффициентов полинома (1), характеризующих соответствующие эффекты факторов, каждый из факторов в эксперименте можно рассматривать только на нижнем (-1) и верхнем (+1) уровнях и использовать двухуровневый план, состоящий из восьми опытов (2³=8). Этот план был реализован для каждой из упомянутых трех фракций кварцевого песка Z1, Z2 и Z3, что позволяло в линейном приближении оценить влияние грансостава песка при любом соотношении фракций. В каждом опыте использовалось семь повторных образцов. В результате общее количество образцов составляло N=8·3·7=168.

План эксперимента и его результаты представлены в таблице 1. Каждое значение прочности керамических образцов на сжатие в этой таблице является средним арифметическим результатом испытаний пяти повторных образцов, для которых отсутствовали резко выделяющиеся измерения.

4. Анализ результатов эксперимента

В каждом опыте плана эксперимента, представленного в таблице 1, для анализа использовались результаты только пяти повторных измерений, отобранных случайным образом из выполненных семи измерений. Затем для каждой пятиэлементной выборки производилась проверка наличия возможных резко выделяющихся (грубых) измерений. Оценку грубых измерений прочности образцов при сжатии (максимальных y_{max} и минимальных y_{min}) выполняли с помощью r -критерия [7]

$$r = \frac{|y_{\max(\min)} - \bar{y}|}{s \sqrt{\frac{n-1}{n}}}, \quad (2)$$

где \bar{y} является среднеарифметическим значением, а s – среднеквадратическим отклонением случайной величины y в n -элементной выборке.

Если рассчитанное по формуле (2) значение r превышало критическое $r_{\alpha, \nu}$, найденное для выбранного уровня значимости α и числа степеней свободы $\nu = n - 2$, то значение y_{max} или y_{min} рассматривалось в качестве резко выделяющегося измерения и исключалось из дальнейшего анализа. В нашем случае использовалось критическое значение $r_{0,05,3} = 1,869$ и тогда доля грубых измерений в экспериментальных данных составила 12,5%, что подтверждает результаты работы [8].

Для сохранения одинакового числа повторных измерений ($n=5$) во всех опытах (выборках) плана эксперимента исклю-

ченные в некоторых выборках грубые измерения восполнялись случайным образом за счет двух неиспользованных измерений. После завершения итеративной процедуры отсеивания грубых измерений для каждого u -того опыта были определены средние арифметические значения прочности \bar{y}_u и оценки дисперсий s_u^2 . Однородность дисперсий опытов была подтверждена с помощью критерия Кохрана при уровне значимости $\alpha = 0,05$. В результате объединенная оценка дисперсии опытов оказалась равной $s_y^2 = 33,03$ при $V = 96$ степенях свободы. Следует отметить, что до исключения грубых измерений эта оценка была равна $s_y^2 = 71,6$ при $V = 96$, а среднее значение коэффициента вариации в опытах составляло 20,6% и вполне соответствовало оценке, приведенной в работе [9].

После отсеивания грубых измерений был выполнен регрессионный анализ средних результатов опытов отдельно для каждой из фракций кварцевого песка (столбцы средних значений прочности образцов в таблице 1). Вначале определялись оценки коэффициентов полинома (1), среди которых устанавливались статистически значимые. Эта процедура производилась при уровне значимости $\alpha = 0,05$ с использованием дисперсии среднего $s_y^2 = s_y^2 / 5 = 6,6$ ($v = 96$) и критического значения критерия Стьюдента $t_{0,05;96} = 1,985$. В результате все коэффициенты, характеризующие эффекты фактора X3 (скорость охлаждения), оказались статически незначимыми.

После исключения статически незначимых коэффициентов для различных фракций кварцевого песка были получены следующие регрессионные модели:

$$\hat{y}_{(z_1)} = 45,38 + 3,5x_1 - 2,5x_2 - 2,43x_1x_2, \quad (3)$$

(для фракции Z_1);

$$\hat{y}_{(z_2)} = 37,41 + 3,16x_1 - 2,71x_2 - 2,41x_1x_2, \quad (4)$$

(для фракции Z_2);

$$\hat{y}_{(z_3)} = 32,58 + 2,6x_1 - 2,43x_2 - 2,35x_1x_2, \quad (5)$$

(для фракции Z_3).

Установлено, что для этих моделей дисперсионное отношение $F = s_e^2 / s_y^2$ (где остаточная дисперсия s_e^2 характеризует ошибку модели) не превышает критического значения $F_{0,05;4;96} = 2,5$, найденного при уровне значимости $\alpha = 0,05$ и степенях свободы $v_1 = 4$ для s_e^2 и $v_2 = 96$ для s_y^2 . Это означает, что модели (3), (4) и (5) при выбранном уровне значимости адекватно предсказывают опытные данные, по которым они были построены. Не трудно заметить, что наиболее прочными являются образцы из керамической массы, содержащей наиболее мелкую фракцию кварцевого песка Z_1 .

В моделях (3), (4) и (5) без большой погрешности коэффициенты при x_2 и при x_1x_2 могут быть усреднены. Если значения остальных коэффициентов рассматривать в качестве вершин треугольных симплексов, через которые проводятся плоскости (приведенные полиномы первой степени), то можно прийти к объединенной модели:

$$\hat{y} = 45,38Z_1 + 37,41Z_2 + 32,58Z_3 + (3,5Z_1 + 3,16Z_2 + 2,6Z_3)x_1 - 2,55x_2 - 2,4x_1x_2. \quad (6)$$

Эта модель позволяет прогнозировать прочность керамических образцов при сжатии в рассмотренном диапазоне варьирования технологических факторов X_1 и X_2 , а также при любом соотношении фракций Z_1 , Z_2 и Z_3 кварцевого песка, добавляемого в керамическую массу в количестве 15%. При варьировании смесевых факторов Z_1 , Z_2 , Z_3 выполняется условие $\sum Z_i = 1$.

Для оценки способности модели в рассмотренном факторном пространстве достаточно точно прогнозировать опытные данные, полученные вне плана эксперимента, был использован метод контрольных точек [7], в соответствии с которым для каждой контрольной точки (опыт вне плана эксперимента) вычисляется t -отношение

$$t = \frac{|\bar{y} - \hat{y}| \sqrt{n}}{\sqrt{s_y^2 (1 + \xi)}}, \quad (7)$$

где \bar{y} – среднее арифметическое значение прочности n параллельных образцов в контрольной точке, \hat{y} – прочность на сжатие, вычисленная по формуле (6) для условий рассматриваемой контрольной точки. Значение коэффициента ξ в случае использования приведенного полинома первой степени определяется по формуле:

$$\xi = \sum_{i=1}^3 z_i^2. \quad (8)$$

Величина t , распределенная по закону t -Стьюдента, сравнивается с табличным критическим значением $t_{\alpha}^{t,v}$, найденном при выбранном уровне значимости α , числе контрольных точек ℓ и числе степеней свободы v для дисперсии s_y^2 . Гипотеза об адекватности модели принимается, если величина t , найденная по формуле (7), не превышает табличного значения $t_{\alpha}^{t,v}$ для всех контрольных точек.

В таблице 2 приведены значения величины t , рассчитанной по формуле (7), для двадцати контрольных точек. Оказалось, что при $\alpha = 0,05$ ни в одной контрольной точке величина t не превысила критического значения $t_{0,0025;96} = 3,02$. Следовательно, модель (6) способна достаточно точно прогнозировать прочность керамических образцов при сжатии в рассмотренной области факторного пространства.

5. Заключение

На основе физических и статистических критериев установлены верхние границы максимальной температуры обжига (1050°C) и скорости нагревания до той температуры ($2^\circ\text{C}/\text{мин}$) керамических образцов на основе глины месторождения «Левково Старе» с добавкой кварцевого песка в количестве 15%, выход за которые нежелателен с точки зрения качества изделий.

Построена экспериментально-статистическая модель в виде полинома, позволяющая достаточно точно прогнозировать прочность образцов из керамических масс, включающих добавку кварцевого песка произвольного гранулометрического состава в количестве 15% и нагреваемых со скоростью $1-3^\circ\text{C}/\text{мин}$ до максимальной температуры обжига $850-1050^\circ\text{C}$.

При планировании числа керамических образцов для повторных испытаний прочности при сжатии необходимо учитывать, что результаты таких испытаний будет содержать не менее 10% резко выделяющихся измерений, которые следует выявить и исключить до вычисления описательных статистик в запланированных опытах (популяциях).

Таблица 2. Значения величины t в контрольных точках

№ п/п	X1, °C	X2, °C/мин	Z1	Z2	Z3	\bar{y} , МПа	\hat{y} , МПа	n	ξ	t
1	920	3	1	0	0	44,6	42,50	2	1,0	0,365
2	1000	3	1	0	0	35,9	43,38	4	1,0	1,840
3	1000	1	1	0	0	44,5	50,88	2	1,0	1,110
4	1000	2	1	0	0	47,1	47,13	2	1,0	0,005
5	920	3	0	1	0	38,5	34,63	2	1,0	0,673
6	990	3	0	1	0	30,2	35,16	1	1,0	0,610
7	1000	3	0	1	0	31,3	35,24	4	1,0	0,969
8	990	3	0	0	1	25,1	30,11	1	1,0	0,616
9	1000	3	0	0	1	30,0	30,13	4	1,0	0,032
10	900	3	0,5	0,5	0	31,7	38,38	1	0,5	0,522
11	990	3	0,5	0,5	0	31,7	39,22	1	0,5	1,068
12	900	3	0,5	0	0,5	37,6	36,10	1	0,5	0,213
13	990	3	0,5	0	0,5	30,9	36,69	1	0,5	0,822
14	900	3	0	0,5	0,5	38,7	32,20	1	0,5	0,923
15	990	3	0	0,5	0,5	29,3	32,64	1	0,5	0,474
16	850	3	0,33	0,33	0,33	34,7	35,22	10	0,33	0,248
17	850	1	0,33	0,33	0,33	37,8	35,52	10	0,33	1,086
18	950	2	0,33	0,33	0,33	39,3	38,46	5	0,33	0,284
19	990	3	0,33	0,33	0,33	33,9	36,18	2	0,33	0,486
20	1050	1	0,33	0,33	0,33	47,3	46,49	10	0,33	0,384

СПИСОК ЦИТИРОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Павлов В.Ф. Физико-химические основы обжига изделий строительной керамики. – М.: Стройиздат, 1977. – 240 с.
2. Роговой М.Н. Технология искусственных пористых заполнителей и керамики. – М.: Стройиздат, 1974. – 320 с.
3. Wisniewski A., Sokalski J. Zanim wejdzimy z ceramiką, na rynek Unii // Ceramika Budowlana. – 2005, nr. 3, s. 5 – 9.
4. Никитин В.И., Болтрык М., Бацкель-Бжозовска Б. Влияние режимов обжига, содержания добавки песка и его грансостава на физико-механические свойства стеновой керамики // Вестник БГТУ. Строительство и архитектура. – 2003, № 1(19). – С. 56 – 61.
5. Nikitin V., Backiel-Brzozowska B., Boltryk M. Wplyw parametrow procesu wypalania na wskaźniki podciągania kapilarnego wody w tworzywach ceramicznych. Polski Biuletyn Ceramiczny: Ceramika / Ceramics, Vol. 91, 2005, s. 1223 – 1230.
6. Nikitin V., Boltryk M., Backiel-Brzozowska B. Wplyw parametrow procesu wypalania i skladu granulometrycznego dodatku piasku na wytrzymałosc na sciskanie tworzyw ceramicznych. Polski Biuletyn Ceramiczny: Ceramika / Ceramics, Vol. 84, 2004, s. 337-382.
7. Ахназарова С.Л., Кафаров В.В. Методы оптимизации эксперимента в химической технологии. – М.: Высшая школа, 1985 – 327 с.
8. Tukey J.W. The Future of Data Analysis, Ann. Math. Stat., 33 (1962), p. 1 – 67.
9. Richter H.G. Festigkeitsverhalten keramischer werkstoffe. Technische keramik, Essen:Wulkan-Verlag (1990), 288-293.

Статья поступила в редакцию 07.02.07

УДК 539.4.015

Осинов С.Н.

О СТОХАСТИЧЕСКОЙ НАДЕЖНОСТИ ОЦЕНКИ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И КОНСТРУКЦИЙ

Введение

Происшедшие в последние годы в различных развитых странах катастрофы сложных строительных конструкций свидетельствуют о недостаточном учете изменения статистического уровня надежности в пространстве и времени функционирования таких конструкций.

Проблема статистической надежности строительных конструкций существует давно, но до начала XX века эта проблема решалась за счет огромных запасов прочности и относительной простоты строительных конструкций. Однако уже в конце XIX и начале XX веков резкое усложнение строительных конструкций, связанное с общим развитием техники (строительство железнодорожных мостов, Эйфелевой башни и т.п.) и использованием металлических конструкций вызвало интерес инженеров и ученых к вопросам надежности.

Используя достижения математики и механики, Гриффитс и Орован разработали теорию трещинообразования под действием возникающих напряжений в твердых телах. Основные

положения этой теории используются до сих пор при описании процессов разрушения в результате развития трещин. Согласно теории Гриффитса и Орована для развития трещины необходимо наличие зародыша, в качестве которого могут служить микротрещина или точка неоднородности свойств материала, возникшая в результате структурной или прочностной (композитные материалы) неоднородности.

Как указывает У.Д. Кингери [1, с. 392, формула (17.20)], теоретическое напряжение разрушения при действии нормального растягивающего напряжения в направлении главной оси трещины в определенных границах обратно пропорциональна корню квадратному из длины главной оси трещины. Поэтому рост трещин в итоге приводит к разрушению твердого тела.

В основе статистической теории надежности строительных конструкций в основном лежит статистическая теория надежности твердых тел и соединительных узлов, к которым относятся места сварок, стыков, опираний, сочленений и т.п.

Известно много попыток разработать статистическую

Осинов Сергей Николаевич, доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник УП Институт НИПТИС. Беларусь, Институт НИПТИС УП, 220114, г. Минск, ул. Ф.Скорины, 15.