

Н.Б. КАЛЕДИНА (БГТУ),
Е.С. ГОЛУБЦОВА, д-р техн. наук,
Т.В. СИЛИНА (БНТУ)

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ НА СВОЙСТВА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ НИТРИДА КРЕМНИЯ. СООБЩЕНИЕ I. ОПТИМИЗАЦИЯ ВРЕМЕНИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ШИХТОВОГО МАТЕРИАЛА

Как известно, свойства любых материалов, в том числе и керамических, зависят от множества факторов: химического и гранулометрических составов порошков, условий их спекания, структуры спеченных образцов [1].

В настоящей работе приведены результаты изучения влияния гранулометрического состава порошков и условий их размолла на дисперсность и механические свойства горячепрессованной керамики на основе нитрида кремния Si_3N_4 .

Размолл и смешивание нитрида кремния с оксидами алюминия (Al_2O_3) и титана (TiO_2) в количестве 7 мас. % проводили в шаровой мельнице стальными шарами диаметром 5, 10, 15 и 20 мм в течение 100 ч (смеси 1–4), шарами диаметром 10 мм в течение 50 ч (смесь 5) и диаметром 15 мм в течение 75 ч (смесь 6). В процессе размолла через каждые 25 ч отбирали пробы смесей для определения дисперсности, удельной поверхности, содержания кислорода и намолла железа. Распределение частиц по размерам исследовали на приборе «СКС-2000» фирмы «СЭИСИН». Прессование образцов проводили в двенадцатиместной графитовой пресс-форме на установке СПД-120т с индукционным нагревом в температурном интервале 1700–1750 °С под давлением 30 МПа с выдержкой 15 мин. Испытания на прочность при изгибе проводили на разрывной машине Р-05 при трехточечном нагружении.

В качестве исходного порошка использовали вибромолотый в течение 4 ч нитрид кремния β -модификации (содержание железа 0,9 мас. %). В смесях намолл железа возрастает пропорционально продолжительности размолла в пределах 1–3 % за каждые 25 ч в зависимости от диаметра размалывающих шаров. Содержание кисло-

рода в исходном порошке Si_3N_4 составляло 3,8 %, в размолотых – 6–7 мас. %.

В первом эксперименте исследовали зависимость намола железа y_1 (мас.%) от времени размола x_1 (25; 50 и 75 ч.) и смесей x_2 (3, 6, 4, 1, 2 и 5) при диаметре размольных шаров 5 (1); 10 (2, 5); 15 (3, 6) и 20 мм (4).

Для проведения эксперимента был выбран план 3×5 , где 3 – три уровня времени размола (25, 50 75 ч), а 5 – пять уровней смесей (3, 6, 4, 1, 2). Кодирование уровней времени размола x_1 проводили по формуле

$$x_i = \frac{\tilde{x}_i - 0,5(\tilde{x}_{i\max} + \tilde{x}_{i\min})}{0,5(\tilde{x}_{i\max} - \tilde{x}_{i\min})}, \quad (1)$$

где x_i — кодированный уровень i -го фактора; $\tilde{x}_{i\max}$ и $\tilde{x}_{i\min}$ – максимальное и минимальное значения i -го фактора в натуральных величинах.

Таким образом, $x_1 = 25$ ч (–1); $x_1 = 50$ ч (0); $x_1 = 75$ ч (+1). Кодирование смесей порошков было следующим: $x_2 = -1$ (смесь 3); $x_2 = -1/2$ (смесь 6); $x_2 = 0$ (смесь 4); $x_2 = +1/2$ (смесь 1); $x_2 = +1$ (смеси 2 и 5).

Матрица плана 3×5 и результаты эксперимента (содержание $y_1 = \text{Fe}$ мас.%) приведены в таблице 1.

Статистическую обработку результатов эксперимента проводили по методике работы [2]. Коэффициенты предполагаемого квадратического уравнения $y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2$ рассчитывали по формулам:

$$b_0 = A_0(0Y) - A_{01}(11Y) - A_{02}(22Y); \quad (2)$$

$$b_1 = A_1(1Y); \quad (3)$$

$$b_2 = A_2(2Y); \quad (4)$$

$$b_{12} = A_{12}(12Y); \quad (5)$$

$$b_{11} = A_{11}(11Y) - A_{01}(0Y); \quad (6)$$

$$b_{22} = A_{22}(22Y) - A_{02}(0Y), \quad (7)$$

где $A_0, A_{01} \dots A_{22}$ брали из таблицы 2.20 [2], а выражения в скобках (0Y); (1Y)...(22Y) представляют алгебраическую сумму произведений столбца Y на соответствующие столбцы матрицы плана (приведены в нижней строке таблицы 1): $A_0 = 0,2954$; $A_{01} = 0,2$; $A_{02} = 0,19048$; $A_1 = 0,1$; $A_2 = 0,1333$; $A_{12} = 0,2$; $A_{11} = 0,3$ и $A_{22} = 0,38095$. Получены следующие значения коэффициентов уравнения: $b_0 = 5,241$; $b_1 = 1,343$; $b_2 = 2,209$; $b_{12} = 0,686$; $b_{11} = 0,028$; $b_{22} = -0,654$.

Таблица 1 – Матрица плана 3×5 и содержание Fe мас.% после размола

№ опыта	x_1	x_2	$x_1 x_2$	x_1^2	x_2^2	$y_1, \%$	Примечание
1	-1	-1	+1	+1	+1	1,714	Ошибку опытов $S_1 = 0,247 \%$ определяли по результатам 5-и параллельных опытов при нулевых уровнях факторов (опыт № 8)
2	-1	-1/2	+1/2	+1	0,25	2,571	
3	-1	0	0	+1	0	4,000	
4	-1	+1/2	-1/2	+1	0,25	4,857	
5	-1	+1	-1	+1	+1	4,857	
6	0	-1	0	0	+1	2,571	
7	0	-1/2	0	0	0,25	3,714	
8	0	0	0	0	0	5,143	
9	0	+1/2	0	0	0,25	6,286	
10	0	+1	0	0	+1	6,857	
11	+1	-1	-1	+1	+1	3,143	
12	+1	-1/2	-1/2	+1	0,25	5,143	
13	+1	0	0	+1	0	6,857	
14	+1	+1/2	+1/2	+1	0,25	7,714	
15	+1	+1	+1	+1	+1	8,571	
Шифр	(1Y)	(2Y)	(12Y)	(11Y)	(22Y)	(0Y)	
Σ						73,998	

Значимость (отличие от нуля) этих коэффициентов определяли путем сравнения их абсолютных величин с доверительными интервалами Δb_i , которые определяли по формулам:

$$\Delta b_0 = t \cdot S_y \sqrt{A_0}; \quad (8)$$

$$\Delta b_i = t \cdot S_y \sqrt{A_i} ; \quad (9)$$

$$\Delta b_{ij} = t \cdot S_y \sqrt{A_{ij}} ; \quad (10)$$

$$\Delta b_{ii} = t \cdot S_y \sqrt{A_{ii}} , \quad (11)$$

где t – критерий Стьюдента, берущийся из статистических таблиц (в конкретном случае $t = 1,753$ при $\alpha = 0,1$ и $n = 15$); а S_y – ошибка опытов ($S_y = 0,247$).

Эти доверительные интервалы оказались равны: $\Delta b_0 = 0,235$; $\Delta b_1 = 0,137$; $\Delta b_2 = 0,158$; $\Delta b_{12} = 0,194$; $\Delta b_{11} = 0,237$; $\Delta b_{22} = 0,267$, т.е. только коэффициент $b_{11} = 0,028 < \Delta b_{11} = 0,237$ незначим. Уравнение регрессии запишется:

$$y_1 = \text{Fe, \%}(\text{мас.}) = 5,241 + 1,343x_1 + 2,209x_2'' + 0,686x_1x_2 - 0,654x_2^2. \quad (12)$$

Проверку адекватности этого уравнения проводили путем расчета критерия Фишера F по формуле:

$$F = \frac{S_{\text{ад}}^2}{S_y^2}, \quad (13)$$

где $S_{\text{ад}}^2$ – дисперсия адекватности, определяемая по выражению:

$$S_{\text{ад}}^2 = \frac{1}{N - m} \sum_{u=1}^u (y_u - \hat{y}_u)^2, \quad (14)$$

где y_u и \hat{y}_u – опытное и расчетное значения по уравнению (12) содержания Fe в u -ой строке; N – число опытов (строк) в матрице плана; m – число значимых коэффициентов уравнения (12), включая b_0 .

Эта дисперсия оказалась равной $S_{\text{ад}}^2 = \frac{0,6413}{15 - 5} = 0,06413$, а

$$F = \frac{0,06413}{0,0608418} = 1,05, \text{ что меньше критического значения } F_{\text{кр}} = 2,7$$

при $\alpha = 0,05$, степенях свободы $f_1 = 10$ и даже $f_1 = 14$. Следовательно, уравнение (12) адекватно описывает факторное пространство.

Анализ уравнения (12) показывает, что на содержание Fe наибольшее влияние оказывает x_2 (смесь), влияние времени размола x_1 меньше. Минимальное содержание Fe ($y_1 = 1,714\%$) будет при $x_1 = -1$ и $x_2 = -1$, т.е. при времени размола 25 ч и смеси 3, а максимальное значение $y_1 = 8,571\%$ – при $x_1 = +1$ и $x_2 = +1$, т.е. при времени измельчения 75 ч и смеси 1.

Литература

1. **Podobeda, L.G.** Effect of impurities on the properties of silicon nitride materials / L.G. Podobeda // Soviet powder metallurgy and Ceramics. – 1979. – V. 18, Issue 1. – pp. 59–63.

2. **Вознесенский, В.А.** Статистические методы планирования эксперимента в технико-экономических исследованиях / В.А. Вознесенский. – М.: Статистика, 1974. – 192 с.

УДК 666.3:661.687-026.771-046.66:519.2

Е.С. ГОЛУБЦОВА, д-р техн. наук (БНТУ),
Н.Б. КАЛЕДИНА (БГТУ),
Н.Б. БАЗЫЛЕВ, канд. физ.-мат. наук
(ИТМО им. А.В. ЛЫКОВА НАН РБ)

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ НА СВОЙСТВА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ НИТРИДА КРЕМНИЯ. СООБЩЕНИЕ II. ИССЛЕДОВАНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ИСХОДНОГО ПОРОШКА β - Si_3N_4 И ЕГО СМЕСИ С ОКСИДАМИ АЛЮМИНИЯ (Al_2O_3) И ТИТАНА (TiO_2) ОТ ВРЕМЕНИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ

В настоящей работе приведены результаты исследования гранулометрического состава исходного порошка β - Si_3N_4 и смесей. По аналогии с предыдущей работой, исследования проводили также по плану эксперимента 3×5 , где 3 – три уровня диаметра частиц по-