

диффузионного типа, в частности алитированные слои, полученные на меди путем термодиффузионной обработки в порошковых насыщающих смесях, обладают высокой эффективностью в условиях окислительного воздействия кислорода воздуха при нагреве до температуры 800 °С.

В условиях реальной эксплуатации холодильника атмосфера насыщена парами кислот, что усугубляет агрессивное воздействие кислорода воздуха на поверхность теплоотводящих элементов холодильника. Поэтому для подтверждения эффективности повышения эксплуатационных свойств после предлагаемого алитирования необходимы натурные испытания.

Литература

1. Коломыцев, П.Т. Жаростойкие диффузионные покрытия / П.Т. Коломыцев. – М.: Металлургия, 1979. – 272 с.

2. Гордеева, Л.Т. Окисление меди при высоких температурах и повышение ее жаростойкости алитированием / Л.Т. Гордеева, Н.Г. Вавиловская, Г.В. Григорян // Защитные покрытия на металлах. – 1968. – № 1. – С. 111–113.

3. Минкевич, А.Н. Химико-термическая обработка металлов и сплавов / А.Н. Минкевич. – М.: Машиностроение, 1965. – 491 с.

4. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Справочник / Под общ. ред. Н.П. Лякишева. – М.: Машиностроение, 1996. – Т. 1. – 992 с.

УДК 666.3.017:539.4:519.2

Е.С. ГОЛУБЦОВА, д-р техн. наук (БНТУ),

Н.Б. КАЛЕДИНА (БГТУ),

В.С. НИСС, канд. техн. наук (БНТУ)

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИЙ НА ОСНОВЕ $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$. СООБЩЕНИЕ I. ОЦЕНКА ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ПЛОТНОСТИ, СОСТАВА КОМПОЗИТА И ТВЕРДОСТИ

В работе приведены результаты исследований механических свойств композитов, полученных следующими видами обработки: го-

рячим прессованием, спеканием под давлением и спеканием без давления, подвергнутых затем горячему изостатическому прессованию при температуре 1400 °С в течение 240 мин при давлении 195 МПа.

На первом этапе исследований изучены зависимости теоретической плотности композиций *A* (7,9 % спекающих добавок), *B* (10 % спекающих добавок) и *C* (10 % спекающих добавок) от вида обработки (НР – горячее прессование, GPS – спекание под давлением и PLS – спекание без давления). Составы исследуемых композиций, режимы их обработки представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 – Состав композиций *A*, *B*, *C*

Химическое соединение, мас. % / Обозначение композиций	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>
Al ₂ O ₃	1,1	1,6	1,8
Y ₂ O ₃	2,3	3,1	3,5
La ₂ O ₃	2,5	3,4	3,8
MgO	2,0	2,0	1,0
Si ₃ N ₄	64,1	62,6	62,6
SiC	28,0	27,4	27,4
Примечание: атомное соотношение Al:Y:La постоянно для всех композиций			

Для проведения исследования был выбран план эксперимента 3×3, где 3 – три вида композиций ($x_1 = -1$, *A*; $x_1 = 0$, *B*; $x_1 = +1$, *C*) и три вида спекания ($x_2 = -1$, PLS; $x_2 = 0$, НР; $x_2 = +1$, GPS). В качестве параметра оптимизации была выбрана плотность (y , %).

Таблица 2 – Режимы спекания исследуемых композиций

Вид спекания	Обозначение	Температура, °С	Время выдержки, мин	Давление азота, МПа	Механическое давление, МПа
Горячее прессование	НР	1800	30	0,1	35
Спекание без давления	PLS	1750	30	0,1	–
Спекание под давлением	GPS	1860	30	7	–
Горячее изостатическое прессование	ННР	1400	240	195	–

Матрица плана 3×3 и результаты испытаний приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Матрица плана 3×3 и результаты эксперимента

N	x_1	x_2	$x_1 x_2$	x_1^2	x_2^2	$y, \%$	Примечание
1	–	–	+	+	+	84,8	Ошибка опытов $S_y = 4,72 \%$.
2	–	0	0	+	0	97,4	
3	–	+	–	+	+	98,6	
4	0	–	0	0	+	87,8	Дисперсия $S_y^2 = 22, 3$.
5	0	0	0	0	0	98,5	
6	0	+	0	0	+	98,8	
7	+	–	–	+	+	87,0	Критерий Стьюдента $t = 1,833 (\alpha = 0,1)$
8	+	0	0	+	0	98,8	
9	+	+	+	+	+	98,5	
Σ	3,5	36,3	–2,3	565,1	538,5	850,2	
Шифр	(1Y)	(2Y)	(12Y)	(11Y)	(22Y)		

Предполагаемое уравнение имеет вид:

$$y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{12} x_1 x_2 + b_{11} x_1^2 + b_{22} x_2^2. \quad (1)$$

Коэффициенты уравнения рассчитывали по формулам [1]:

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

$$b_1 = A_1(1Y); \quad b_2 = A_2(2Y); \quad (3)$$

$$b_{12} = A_{12}(12Y); \quad (4)$$

$$b_{11} = A_{11}(11Y) - A_{01}(0Y); \quad b_{22} = A_{22}(22Y) - A_{02}(0Y). \quad (5)$$

Значения коэффициентов $A_0, A_{01}, A_{02}, \dots, A_{22}$ выбирали из таблицы 2 [1]. Для плана 3×3 они соответственно были равны: $A_0 = 0,55556$; $A_{01} = A_{02} = 0,33333$; $A_1 = A_2 = 0,167$; $A_{12} = 0,25$; $A_{11} = A_{22} = 0,5$.

Выражения (0Y); (1Y)...(22 Y) – это алгебраические суммы произведений столбца y на соответствующие столбцы матрицы плана (приведены в нижней строке матрицы). В результате расчетов получили следующие значения коэффициентов уравнения (1):

$$b_0 = 97,8; b_1 = 0,58; b_2 = 6,06; b_{12} = -0,58; b_{11} = -0,82; b_{22} = -3,87.$$

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

$$\Delta b_0 = t \cdot S_y \cdot \sqrt{A_0} = 1,833 \cdot 4,72 \sqrt{0,55556} = 6,45; \quad (6)$$

$$\Delta b_1 = \Delta b_2 = t \cdot S_y \cdot \sqrt{A_i} = 1,833 \cdot 4,72 \sqrt{0,167} = 3,53; \quad (7)$$

$$\Delta b_{12} = t \cdot S_y \cdot \sqrt{A_{12}} = 1,833 \cdot 4,72 \sqrt{0,25} = 4,326; \quad (8)$$

$$\Delta b_{11} = \Delta b_{22} = t \cdot S_y \cdot \sqrt{A_{ii}} = 1,833 \cdot 4,72 \sqrt{0,5} = 6,12. \quad (9)$$

Следовательно, коэффициенты b_1 , b_{12} , b_{11} и b_{22} незначимы и уравнение регрессии будет следующим:

$$y = 97,8 + 6,1x_2. \quad (10)$$

Графическое представление уравнения (10) приведено на рисунке 1)

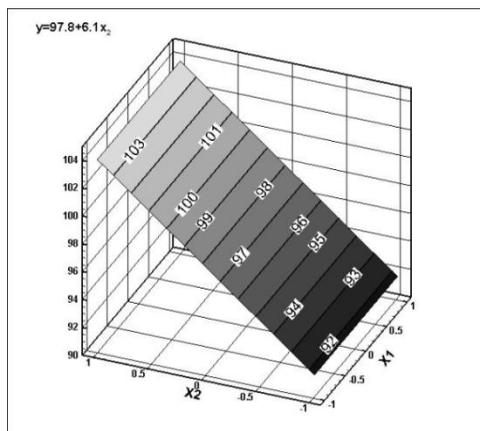


Рисунок 1 – Графическое представление уравнения (10)

Это уравнение адекватно, т.к. дисперсия адекватности

$$S_{\text{ад}}^2 = \frac{\sum_u (y_n - \hat{y}_u)^2}{N - m} \quad (y_n \text{ и } \hat{y}_u - \text{натуральное и расчетное значения}$$

плотности в u -й строке, N – число строк в матрице; m – число значимых коэффициентов (в конкретном случае $m = 2$)) равна

$$S_{\text{ад}}^2 = \frac{181,62}{9 - 2} = 25,9, \text{ а критерий } F = \frac{25,9}{22,31} = 1,16 < F_{\text{кр}} = 3,6 \text{ при}$$

$$\alpha = 0,05; f_1 = 7 \text{ и } f_2 = 8.$$

Как видно из уравнения (10), на плотность существенное влияние оказывает только метод спекания x_2 . Максимальная величина $y = 98,8\%$ будет при $x_2 = +1$ (GPS) при всех уровнях добавок (x_1).

В последующем (на втором этапе) исследовали влияние состава композита ($x_2 = -1, A; x_2 = 0, B; x_2 = +1, C$) и способов обработки ($x_1 = -1, \text{HP}; x_1 = +1, \text{HIP}$) на размер зерна ($y_1, \text{нм}$) и твердость HV (y_2, HV).

В первом случае (величина зерна) изучали влияние горячего прессования (HP) и изостатического прессования (HIP) – x_1 и состава материала образцов – $x_2 (A, B, C)$ на величину зерна. Пользовались планом эксперимента 2×3 , где 2 – два уровня прессования ($x_1 = 1, \text{HP}; x_1 = +1, \text{HIP}$), а 3 – три вида образцов ($x_2 = -1, A; x_2 = 0, B; x_2 = +1, C$).

Результаты эксперимента приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Матрица плана 2×3 и значения размера зерна и твердости

N	x_1	x_2	$x_1 x_2$	x_2^2	$y_1, \text{нм}$	y_2, HV	Примечание
1	–	–	+	+	408	17,82	Ошибки опытов: $S_1 = 33; S_1^2 = 1089;$ $S_2 = 0,64;$ $S_2^2 = 0,4096;$ $t = 1,943 (\alpha = 0,1;$ $n = 6)$
2	–	0	0	0	520	17,93	
3	–	+	–	+	400	18,10	
4	+	–	–	+	800	17,26	
5	+	0	0	0	856	16,77	
6	+	+	+	+	976	16,35	
\sum_1	1364	168	184	2584	3960	–	
\sum_2	–3,47	–0,63	1,19	69,53	–	104,23	
Шифр	(1Y)	(2Y)	(12Y)	(22Y)	(0Y ₁)	(0Y ₂)	

Во втором случае по тому же плану (2×3) изучали НР на твердость HV ($y_2 = \text{ГПа}$) образцов *A, B, C*, подвергнутых спеканию под давлением (GPS). Здесь 2 – два уровня прессования ($x_1 = -1$, GPS, $x_1 = +1$, НР), а 3 – три образца *A, B* и *C*.

Результаты эксперимента приведены в таблице 4 (y_2).

Коэффициенты уравнений рассчитывали по формулам (2)–(5). Для плана 2×3 $A_0 = 0,5$; $A_{01} = 0$; $A_{02} = 0,5$; $A_1 = 0,167$; $A_2 = A_{12} = 0,25$; $A_{22} = 0,75$; $A_{11} = 0$.

Для размера зерна (y_1) коэффициенты уравнения имели значения: $b_0 = 688$; $b_1 = 217,8$; $b_2 = 48$; $b_{12} = 46$; $b_{22} = -42$, а доверительные интервалы для них – $\Delta b_0 = 45,3$; $\Delta b_1 = 26,33$; $\Delta b_2 = \Delta b_{12} = 32,06$; $\Delta b_{22} = 55,33$.

Следовательно, коэффициент b_{22} незначим, а уравнение регрессии будет следующим:

$$y_1 = 688 + 218x_1 + 48x_2 + 46x_1x_2. \quad (11)$$

Графическая интерпретация уравнения (11) приведена на рисунке 2. Проверка адекватности этого уравнения подтвердила эту гипотезу, т.к.

$$S_{\text{ад}}^2 = \frac{14556}{6-4} = 7278, \text{ а } F = \frac{7278}{1089} = 6,68 < F_{\text{кр}} = 13,3 \text{ при } \alpha = 0,05, \\ f_1 = 7 \text{ и } f_2 = 8.$$

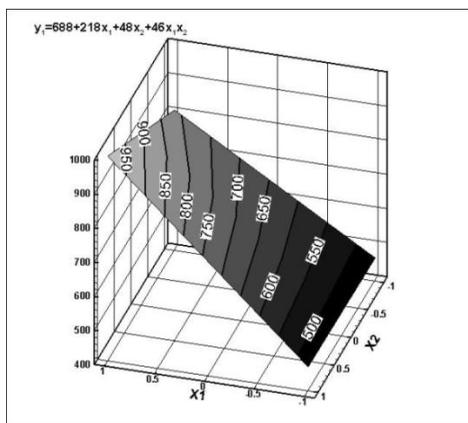


Рисунок 2 – Графическое представление уравнения (11)

Анализ уравнения показывает, что наибольшее влияние на размер зерна оказывает x_1 (GPS и НР), влияние состава образцов x_2 (A , B , C) в четыре раза меньше. Минимальная величина зерна $y_1 = 400$ нм будет при $x_1 = -1$ (GPS) и $x_2 = +1$ (C).

Для твердости (y_2 , ГПа) получены следующие значения коэффициентов уравнения: $b_0 = 17,35$; $b_1 = -0,58$; $b_2 = -0,16$; $b_{12} = 0,3$; $b_{22} = 0,03$. Доверительные интервалы для них соответственно составили: $\Delta b_0 = 0,28$; $\Delta b_1 = 0,51$; $\Delta b_2 = \Delta b_{12} = 0,62$; $\Delta b_{22} = 1,08$.

Поскольку значимы только b_0 и b_1 , то уравнение запишется в виде:

$$y_2 = \text{ГПа} = 17,35 - 0,58x_1. \quad (12)$$

Это уравнение адекватно описывает факторное пространство, поскольку $S_{\text{ад}}^2 = \frac{0,4575}{6-2} = 0,114$, а $F = \frac{0,114}{0,4096} < 1$.

Таким образом, на твердость HV оказывает влияние лишь x_1 (GPS или НР), а состав образца (A , B , C) в данном случае не оказывает существенного влияния на твердость.

Следует отметить, что данные таблицы 4 позволяют сделать вывод, что между y_1 (размер зерна) и y_2 (HV) существует тесная корреляционная связь, т.к. коэффициент парной корреляции между ними $r_{1,2} = -0,96$, что значительно больше $r_{\text{кр}} = 0,626$ при $\alpha = 0,05$ и $n = 6$. Коэффициент $r_{1,2}$ рассчитан по формуле:

$$r_{1,2} = \frac{\sum_1^n (y_1 - \bar{y}_1)(y_2 - \bar{y}_2)}{\sqrt{\sum_1^n (y_1 - \bar{y}_1)^2 \sum_1^n (y_2 - \bar{y}_2)^2}}, \quad (13)$$

где n – число опытов; y_1 и y_2 – натуральные значения этих параметров, а \bar{y}_1 и \bar{y}_2 – их средние значения. Корреляционную связь между этими параметрами y_1 и y_2 можно выразить в виде следующего уравнения

$$y_2 = 19,16 - 0,0027y_1. \quad (14)$$

Коэффициенты этого уравнения $a = 19,16$ и $b = -0,0027$ определяли по формулам:

$$a = \bar{y}_2 - b\bar{y}_1, \quad (15)$$

$$b = \frac{\sum^n (y_1 - \bar{y}_1)(y_2 - \bar{y}_2)}{\sum (y_1 - \bar{y}_1)^2}. \quad (16)$$

Таким образом, наибольшее влияние на размер зерна и твердость исследуемого керамического материала оказывает способ обработки, влияние состава образцов значительно меньше.

Литература

1. Вознесенский, В.А. Статистические методы планирования эксперимента в технико-экономических исследованиях / В.А. Вознесенский. – М.: Финансы и статистика, 1981. – 264 с.

УДК 666.3.017:539.413:519.2

**Н.Б. КАЛЕДИНА (БГТУ),
Е.С. ГОЛУБЦОВА, д-р техн. наук,
А.П. СИМОНЧИК (БНТУ)**

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИЙ НА ОСНОВЕ $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$. СООБЩЕНИЕ II. ОЦЕНКА ПРОЧНОСТИ НА ИЗГИБ И УДАРНОЙ ВЯЗКОСТИ

Кроме оценки используемых факторов (x_1 и x_2) и их влияния на величину зерна (y_1) и микротвердость (y_2) изучали влияние вида обработки (x_1) и состава материала (x_2) на прочность при изгибе ($y_3 = \zeta_u$, МПа) и ударную вязкость (y_4 , КСВ, МПа/м²).