ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ 1974

Seria: Hutnictwo z. 5 Nr kol. 416

Adam Gierek
Franciszek Binczyk
Grzegorz Puoka
Instytut Inżynierii Materiałowej

PRZYKŁADY OPTYMALNEGO PLANOWANIA EKSPERYMENTÓW METODĄ ANALIZY WARIANCJI

Streszczenie. Efektywne wykorzystanie czasu pracy badacza zależy od należycie przeprowadzonej analizy teoretycznej popartej niezbędną ilością doświadczeń. W artykule przedstawiono pojęcia podstawowe i założenia analizy wariancji jako metody optymalnego planowania eksperymentów. W drugiej części artykułu przedstawiono dwa przykłady praktycznego wykorzystania analizy wariancji do badania wpływu warunków utwardzania na właściwości mechaniczne mas formierskich wiązanych nie stosowanym dotąd w praktyce odlewniczej spoiwem fosforanowym oraz do badania wpływu składu chemicznego na strukturę nowego gatunku żeliwa sferoidalnego.

1. Wstęp

Badania eksperymentalne w odróżnieniu od badań teoretycznych wymagają na ogół zaangażowania liczniejszych zespołów badawczych i znaczniejszych środków materialnych. Dlatego też każdą pracę naukowo-badawczą należy zaczynać od analiz teoretycznych, ograniczając badania eksperymentalne do niezbędnego minimum. To niezbędne minimum można w większości przypadków określić metodą optymalnego planowania eksperymentów.

W zależności od charakteru badań eksperymentalnych w trakcie ich realizacji może wystąpić szereg trudności, wynikających ze znacznej pracochłonności i czasochłonności doświadczeń. Niezbędnym staje się więc uważniejsze spojrzenie na ekonomikę pracy i czasu badacza, a co za tym idzie - na koszty badań. W takich przypadkach metody statystyki matematycznej umożliwiają zastosowanie odpowiednich testów statystycznych, na podstawie których badacz może z małej próbki wyciągnąć wnioski o całej badanej populacji. Metody te, zwane także mikrostatystyką matematyczną, dają szczególnie dobre wyniki w przypadku podejmowania wstępnych badań eksperymentalnych na drodze analizy wariancji wyników doświadczeń, planowanych w oparciu o specjalne schematy, tzw. kwadraty łacińskie, greko-łacińskie i arabo-greko-łacińskie. Planowanie doświadczeń przy pomocy tych kwadratów sprzyja ogólnej, wstępnej orientacji badacza i pomaga w wyborze właściwych kierunków badań. Po doświadczeniach wstępnych powinny nastąpić badania liczniejszych partii próbek, przeprowadzone wyłącznie w celu określenia bardziej dokładnych zależności pomiędzy tymi wielkościami, między którymi ustalono pewną "siłę" wzajemnego związku.

2. Pojęcia podstawowe i założenia analizy wariancji

W celu lepszego zrozumienia sposobu prowadzenia analizy wariancji należy poznać podstawowe pojęcia i założenia, na których się ta metoda opiera. Chodzi głównie o pojęcie tzw. cechy wynikowej, tj. własności poddanej badaniom, zarówno cech zabiegowych czyli czynników zmienności mających wpływ na cechę wynikową, jak i cech kontrolowanych oraz cech ubocznych. Cechy kontrolowane w czasie przeprowadzania doświadczenia są niezmienne (np. rodzaj pieca do wyżarzania, rodzaj maszyny wytrzymałościowej). Cechy uboczne i kontrolowane są przy planowaniu doświadczenia pomijane, ich wpływ na cechę wynikową ujmuje tzw. zmienna resztowa. Im wartość tej zmiennej jest mniejsza, tym mniejszy jest wpływ cech ubocznych i tym lepszy pomiar cech wynikowych. Cecha wynikowa np. twardość stali po hartowaniu jest więc zmienną losową, a przy ustabilizowanych wartościach cech kontrolowanych, na ostateczny jej wynik nieznacznie tylko będą rzutowały niekontrolowane cechy uboczne. Przy takim założeniu cecha wynikowa będzie zmienną losową o rozkładzie normalnym, dla którego zagadnienie sprowadza się do określenia wartości średniej i wariancji oraz odpowiedzi na pytanie: czy i jak oba te parametry zmiennej wynikowej zależą od cech zabiegowych?

W pracy [3] szczegółowo omówiono planowanie doświadczeń metodą kwadratów łacińskich, greko-łacińskich i arabo-greko-łacińskich, sposób obliczania zmienności i liczby ich stopni swobody, wariancji i estymatorów wariancji, jak również sposób prowadzenia analizy wariancji wyników doświadczeń. Niniejsza praca podaje dwa przykłady praktycznego zastosowania analizy wariancji we wstępnych badaniach nad doborem nowych tworzyw i materiałów, wskazujące na wynikające z tego korzyści.

Przykład I

Jakość odlewów w bardzo poważnym stopniu zależy od rodzaju mas użytych do wykonywania form odlewniczych. Z grupy materiałów formierskich znaczną rolę odgrywają spoiwa formierskie i rdzeniowe. Praktyka odlewnicza zna liczną grupę tych spoiw, szczególnie przydatnych w określonych technologiach wykonywania odlewów. W Instytucie Inżynierii Materiałowej przeprowadzono pilotowe próby nad zastosowaniem fosforanowych spoiw glinowo-chromowych dotychczas niestosowanych w produkcji form i rdzeni odlewniczych. Pozytywne rezultaty tych prób skłoniły autorów niniejszej pracy do przeprowadzenia dalszych badań nad ustaleniem właściwych parametrów utwardzania tych mas, przy uzyskaniu optymalnych własności wytrzymałościowych i technologicznych. Badania te postanowiono przeprowadzić w oparciu o matematyczne planowanie eksperymentów. W niniejszym artykule przedstawiono przykład zastosowania analizy wariancji do doświadczalnego sprawdzenia istotności wpływu zawartości spoiwa, temperatury utwardzania na wytrzymałość na ściskanie R_c^s syntetycznej masy formierskiej. Próby zostały za-

planowane w oparciu o kwadrat łaciński czwartego rzędu – rys. 1. Pierwszy czynnik zmienności – zawartość spoiwa oznaczono cyframi rzymskimi, przy czym cyfry I, II, III i IV oznaczają kolejno: 1,0 1,5 2,0 2,5% spoiwa. Drugi czynnik zmienności – temperaturę utwardzania oznaczono cyframi arabskimi, przy czym cyfry 1, 2, 3 i 4 oznaczają kolejno suszenie w temperaturze 150, 250, 350 i 450°C. Trzeci czynnik zmienności – czas utwardzania oznaczono literami łacińskimi, przy czym kolejne litery A, B, C i D oznaczają kolejno utwardzanie w ciągu 20, 30, 40 i 60 minut. Czynniki kontrolowane to: stały wypełniacz (piasek kwarcowy wzorcowy), stały czas mieszania, jeden typ mieszarki krążnikowej, suszarki, ubijaka do wykonywania próbek i maszyny wytrzymałościowej do badania własności materiałów formierskich. Cecha wynikowa to wytrzymałość na ściskanie na sucho R_0^s.

	I	II	III	IV
1	A	B	C	D
2	B	D	A	C
3	C	A	D	B
4	D	C	B	A

Rys. 1. Kwadrat łaciński czwartego rzędu

Plan doświadczeń wynikający z rozpisania zastosowanego kwadratu łacińskiego umieszczono w tablicy 1 (numeracja doświadczeń wg wierszy), z której wynika, że wpływ trzech czynników na wytrzymałość na ściskanie ujęto w 16 próbach. W tablicy tej umieszczono również średnie wartości uzyskanych wyników. Wyniki te wpisano do kolejnej tablicy 2, w kolejności zgodnej z rozmieszczeniem poszczególnych prób w przyjętym kwadracie. Dane liczbowe z tej tablicy pozwalają na oznaczenie zmienności całkowitej, międzykolumnowej (wpływ zawartości spoiwa) i zmienności międzywierszowej (wpływ temperatury utwardzania). W celu obliczenia zmienności wewnętrznej łacińskiej, sporządzono tabl. 3, w której wytrzymałość na ściskanie uzależniona jest od trzeciego czynnika zmienności, tzn. od czasu utwardzania. Tablicę tę tworzy się w ten sposób, że w kolumnach rozmieszcza się czynnik zmienności oznaczony literami łacińskimi, natomiast w wierszach – jeden z dwu pierwszych czynników. W tablicy 3 postanowiono nie zmieniać układu wierszy i tak na przecięciu się kolumny C z wierszem 2 wpisano wartość, która w tablicy 2 znajduje się na przecięciu kolumny IV i wiersza 2. W ten sposób wypełniono całą tablicę 3. Dane liczbowe z tej tablicy pozwalają na obliczenie zmienności wewnętrznej łacińskiej i zmienności reszto-

Tablica 1

Plan i wyniki doświadczeń

Lp.	% spoiwa	Temperatura utwardzania	Czas utwardzania	R_c^s
1	1,0	150	20	2,5
2	1,5	150	30	16,1
3	2,0	150	40	20,0
4	2,5	150	60	20,0
5	1,0	250	30	2,1
6	1,5	250	60	17,0
7	2,0	250	20	16,8
8	2,5	250	40	20,0
9	1,0	350	40	2,7
10	1,5	350	20	6,3
11	2,0	350	60	13,4
12	2,5	350	30	15,3
13	1,0	450	60	1,5
14	1,5	450	40	4,1
15	2,0	450	30	4,5
16	2,5	450	20	11,0

Tablica 2

Uporządkowanie wyników doświadczeń
wg zawartości spoiwa i temperatury suszenia

$i \longrightarrow k$

$j \downarrow p$

	I	II	III	IV	$\sum_{i=1}^{k} x_{ij}$	$\sum_{i=1}^{k} x_{ij}^2$
1	2,5	16,1	20,0	20,0	58,6	1.065,46
2	2,1	17,0	16,8	20,0	55,9	975,65
3	2,7	6,3	13,4	15,3	37,7	460,63
4	1,5	4,1	4,5	11,0	21,1	160,31
$\sum_{j=1}^{p} x_{ij}$	8,8	43,5	54,7	66,3	173,3	-
$\sum_{j=1}^{p} x_{ij}^2$	20,20	604,71	882,05	1155,09	-	2.662,05

Tablica 3

Uporządkowanie wyników doświadczeń wg czasu suszenia

j ↓ p \ i → z	A	B	C	D	$\sum_{i=1}^{z} x_{ij}$
1	2,5	16,1	20,0	20,0	58,6
2	16,8	2,1	20,0	17,0	55,9
3	6,3	15,3	2,7	13,4	37,7
4	11,0	4,5	4,1	1,5	21,1
$\sum_{j=1}^{p} x_{ij}$	36,6	38,0	46,8	51,9	173,3

wej. Po obliczeniu wszystkich zmienności i liczby ich stopni swobody przeprowadzono właściwą analizę wariancji. W tym celu sporządzono tablicę 4. Z tablic ujmujących test F Snedecora |1| odczytano jego wartość dla $r_1 = 3$ i $r_2 = 6$ stopni swobody, przy poziomie ufności 0,95, która wynosi 4,76. Porównując następnie wartości estymatora Φ i testu F. z tablic wnioskujemy, że w badanych zakresach czynników zmienności istotny wpływ na R_o^s wywiera zawartość spoiwa i temperatura utwarzania ($\varphi > F_{0,95}$), przy czym wpływ zawartości spoiwa jest bardziej wyraźny. Natomiast czas utwardzania nie wywiera żadnego wpływu na R_o^s.

Tablica 4

Analiza wariancji wyników doświadczeń

Źródło zmienności	Zmienność	Liczba stopni swobody	Wariancja	φ	$F_{0,95}$
międzykolumnowa	462,33	3	154,11	11,7	4,76
międzywierszowa	229,27	3	76,42	5,8	
wewnętrzna łacińska	13,55	3	4,39	0,38	
resztowa	78,85	6	13,14		
całkowita	784,00	15			

Zgodnie z metodą stosowania analizy wariancji w dalszych badaniach należy przyjąć czas utwardzania za stały (z przebadanego zakresu) i włączyć go do grupy czynników kontrolowanych, sprawdzając istotność wpływu takich czynników, jak rodzaj wypełniacza i jego ziarnistość, zawartość wody, rodzaj modyfikatora spoiwa itp. na inne własności wytrzymałościowe i technologiczne mas na glinowo-chromowym spoiwie fosforanowym.

Przykład II

Stosowane obecnie na elementy maszyn żeliwa, a szczególnie ze względu na wysokie własności wytrzymałościowe żeliwa sferoidalne, posiadają przeważnie struktury osnowy metalicznej od czysto ferrytycznej poprzez ferrytyczno-perlityczną do czysto perlitycznej z różnym udziałem obu składników strukturalnych oraz ledeburytyczną i bainityczną. Struktury te zapewniają uzyskanie albo dobrej plastyczności i niskiej twardości, co łączy się z dobrą obrabialnością i niską odpornością na ścieranie, albo też uzyskanie wysokiej twardości, czego wynikiem jest z jednej strony dobra odporność na ścieranie - z drugiej strony - zła obrabialność (struktura perlityczno-bainityczna i perlityczno-ledeburytyczna). Nasuwa się więc problem opracowania takiego gatunku żeliwa sferoidalnego, które łączyłoby w sobie dobre własności wytrzymałościowe, wysoką odporność na ścieranie i dobrą obrabialność.Tak postawionym wymaganiom odpowiada struktura żeliwa składająca się z miękkiej osnowy metalicznej w postaci ferrytu o mikrotwardości ok. 250-300 kG/mm^2 (wg Vickersa) i wydzieleń wolnego węgla w postaci grafitu sferoidalnego (środek smarujący) oraz z twardego szkieletu w postaci stopowego cementytu eutektycznego (MH - 1500-1600 kG/mm^2), który w kompozycji z miękką osnową jest czynnikiem decydującym o otrzymaniu wysokiej odporności na ścieranie.

Analiza wariancji w zastosowaniu do badań nad omawianym gatunkiem żeliwa ma na podstawie minimalnej ilości prób dać odpowiedź, który z wybranych czynników takich, jak zawartość w żeliwie Si, zawartość Cr, zawartość Mn oraz średnica próbki ma decydujący wpływ na rodzaj tworzącej się struktury, a szczególnie na zawartość w niej ferrytu i cementytu eutektycznego, przy czym perlit jest niepożądanym składnikiem struktury i jego zawartość powinna być minimalna. Z tego względu cechami wynikowymi, tj.parametrami poddanymi badaniom, będą:

- zawartość ferrytu w strukturze,
- zawartość cementytu eutektycznego w strukturze,
- twardość żeliwa.

Cechami zabiegowymi, tj. parametrami, dla których określa się wpływ na cechę wynikową, jest skład chemiczny żeliwa, a w szczególności:

- zawartość Si,
- zawartość Cr,
- zawartość Mn,
- średnica próbek.

Cechami kontrolowanymi, tj. parametrami ustalonymi na stałym poziomie, będą:

- zawartość C w żeliwie,
- ilość użytej do sferoidyzacji zaprawy magnezowej,

- temperatura sferoidyzacji,
- masa formierska.

Cechami ubocznymi, tj. parametrami zmieniającymi się w czasie procesu, będą:

- czas liczony od momentu sferoidyzacji do chwili zalewania form,
- temperatura zalewania.

Cechy zabiegowe nazywane będą dalej czynnikami zmienności, przy czym dla każdego z czterech czynników zmienności ustalono cztery wartości liczbowe. I tak: pierwszy czynnik zmienności, tj. średnicę próbek oznaczono symbolami I, II, III i IV, co odpowiada kolejno średnicom 30, 40, 50 i 60 mm, drugi czynnik zmienności czyli zawartość procentową Si oznaczono cyframi 1, 2, 3 i 4, co odpowiada kolejno wartościom 3,2, 3,6, 4,0 i 4,4% Si, trzeci czynnik zmienności, którą stanowi procentowa zawartość Cr, oznaczono dużymi literami alfabetu łacińskiego, przy czym kolejne litery A, B, C i D odpowiadają zawartości 0,15, 0,20, 0,25 i 0,30% Cr, czwarty wreszcie czynnik zmienności, tj. procentową zawartość Mn, oznaczono małymi literami alfabetu greckiego, przy czym kolejne litery α, β, γ i δ odpowiadają 0,05, 0,10, 0,15 i 0,20% Mn.

	I	II	III	IV
1	A α_a	B β_b	C γ_c	D δ_d
2	B γ_d	A δ_c	D α_b	C β_a
3	C δ_b	D γ_a	A β_d	B α_c
4	D β_c	C α_d	B δ_a	A γ_b

Rys. 2. Schemat doświadczeń wg kwadratu łacińskiego czwartego rzędu

Schemat wg przyjętego kwadratu greko - łacińskiego czwartego rzędu przedstawiony jest na rys. 2, w którym symbole a, b, c i d noszą nazwę grup resztowych i służą do obliczenia tzw. wariancji resztowej. Reasumując można stwierdzić, że wpływ wymienionych czterech czynników zmienności na ilość w strukturze ferrytu, cementytu oraz na twardość próbek żeliwnych można ująć w 16 próbach, co przedstawia tablica 5. W omawianym przykładzie podano tok obliczeń jedynie nad ustaleniem wpływu omawianych czynników zmienności na ilość w strukturze cementytu, jako składnika wywierającego decydujący wpływ na odporność na ścieranie, gdyż tok obliczeń dotyczący wpływu pozostałych czynników na ilość w strukturze żeliwa ferrytu i na jego twardość został zamieszczony w literaturze [5]. Wyniki dotyczące ilości cementytu w strukturach poszczególnych żeliw sferoidalnych, uzyskane na drodze planimetrowania, zostały wpisane w kwadrat greko-łaciński, w pola odpowiadające poszczególnym doświadczeniom, co przedstawia rys. 3. W oparciu o te

Tablica 6

Tok obliczeń sum kwadratów ochyleń od wartości średniej dla zawartości cementytu w strukturze

Średnica próbki	$\sum\Delta n$	$(\sum\Delta n)^2$	% Si	$\sum\Delta n$	$(\sum\Delta n^2)$	% Cr	$\sum\Delta n$	$(\sum\Delta n)^2$	% Mn	$\sum\Delta n$	$(\sum\Delta n)^2$	Grupy resztowe	$\sum\Delta n$	$(\sum\Delta n)^2$
I	+13,6	184,9	1	+5,7	32,49	A	-3,2	10,24	α	+2,6	6,76	a	-0,7	0,49
II	+3,6	12,96	2	+1,4	1,96	B	-1,5	2,25	β	+0,4	0,16	b	+0,6	0,36
III	-2,8	7,84	3	-1,0	1,0	C	+1,3	1,69	γ	-0,5	0,25	c	-0,9	0,81
IV	-14,8	219,4	4	-6,5	42,25	D	+3,0	9,0	δ	-2,9	8,41	d	+0,6	0,36
$\sum$	$(\sum\Delta n)^2$	425,16	$\sum$	$(\sum\Delta n)^2$	77,7	$\sum$	$(\sum\Delta n)^2$	23,18	$\sum$	$(\sum\Delta n)^2$	15,58	$\sum$	$(\sum\Delta n)^2$	2,02

Tablica 7

Wpływ składu chemicznego i średnicy próbek na ilość cementytu w strukturze

Źródło zmienności	Suma kwadrat. odchyleń	Liczba stopni swobody	Ocena wariancji	Test F_{obl}	Test F_{tab}	Uwagi
Średnica próbki	425,16	3	141,7	204,2	9,28	wpływ bardzo duży
Zawartość krzemu	77,7	3	25,9	37,0	9,28	wpływ duży
Zawartość chromu	23,18	3	7,7	11,0	9,28	wpływ
Zawartość manganu	15,28	3	5,1	7,3	9,28	nie ma wpływu
Grupy resztowe	2,02	3	0,7	-	-	-

LITERATURA

[1] Perkal J.: Matematyka dla przyrodników, t. III, PWN, Warszawa 1967.

[2] Hellwig Z.: Elementy rachunku prawdopodobieństwa i statystyki matematycznej, PWN Warszawa, 1972.

[3] Gierek A., Pucka G., Binczyk F.: Analiza wariancji jako metoda optymalnego planowania eksperymentów w odlewnictwie, Zeszyty Naukowe Politechniki Śl. Hutnictwo nr 3, Gliwice, 1973.

[4] Ahrens H.: Analiza wariancji, PWN Warszawa 1970.

[5] Jachna M., Jarczyk J.: Praca dyplomowa, Wydział Metalurgiczny Politechniki Śl. Katowice, 1973.

ПРИМЕРЫ ОПТИМАЛЬНОГО ПЛАНИРОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ.
МЕТОДЫ АНАЛИЗА ВАРИАНЦИИ

Р е з ю м е

Эффективное использование времени работы исследователя зависит от точного проведенного теоретического анализа, обоснованного необходимым количеством опытов. В статье представлены основные понятия и предложения анализа варианции в качестве метода оптимального планирования экспериментов. Во второй части статьи приведены два примера практического использования анализа варианции к исследованиям влияния условий упрочнения на прочностные свойства не применяемого до сих пор в практике литейного производства фосфатной связки, а также к исследованиям влияния химического состава на структуру нового сорта высокопрочного чугуна.

THE EXAMPLES OF BEST EXPERIMENT PLANNING WITH THE USE
OF VARIANCE ANALYSIS

S u m m a r y

The effective use of investgator's work time depends on properly accomplished theoretical analysis, accompanied with sufficient number of experiments. In the article a set of fundamental concepts and assumptions of analysis of variance as a method of an optimal experiment planning in presented. In the second part. There are two examples of analysis of variance practical using to study depedence of hardening conditions on mechanical properties of foundry materials bonded by a phosphates binding, which have never been used in a foundry practice. Application of analysis of variance in order to study the dependence of chemical composition on the spheroidal cast iron is also presented.