

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
**«Владимирский государственный университет
имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»
(ВлГУ)**

Кафедра химических технологий

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ
ПО ДИСЦИПЛИНЕ
«НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ТВОРЧЕСТВО»**

для студентов ВлГУ, обучающихся по направлению
18.03.01 «Химическая технология»

Владимир – 2016 г.

Данные методические указания включают рекомендации по содержанию и выполнению лабораторных работ по дисциплине «Научно-техническое творчество» для студентов направления 18.03.01. «Химическая технология» ВлГУ.

Методические указания составлены на основе требований ФГОС ВО и ОПОП направления 18.03.01. «Химическая технология», рабочей программы дисциплины «Научно-техническое творчество»

Рассмотрены и одобрены на
заседании УМК направления
18.03.01 «Химическая технология»
Протокол №1 от 5.09.2016 г.
Рукописный фонд кафедры ХТ ВлГУ

Методические рекомендации по подготовке к лабораторным занятиям

Методические указания к выполнению лабораторных работ, входящих в состав УМКД включают:

1. Цель выполнения лабораторной работы.
2. Порядок выполнения лабораторной работы.
3. Варианты индивидуальных или групповых заданий.
4. Содержание отчета по лабораторной работе.
5. Контрольные вопросы.
6. Список литературы.

Лабораторные работы – необходимая и ответственная часть образовательной программы, требующая серьезной и тщательной домашней подготовки. Студент получает задание на проведение лабораторной работы (обычно в конце предыдущего лабораторного занятия). Студент должен изучить методику проведения работы. Далее выполняются необходимые расчеты (расчет подается на проверку преподавателю). Правильность выполнения расчетов – залог успешной работы, адекватных результатов исследований. Студент получает допуск на работу. Во время работы данные заносятся в рабочий журнал студента. По окончании работы студент оформляет отчет. Подготовка к защите заключается в ответе на вопросы к лабораторной работе и теоретической подготовке по теме работы.

1. ЦЕЛЬ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ И ИНДИВИДУАЛЬНОГО ЗАДАНИЯ СТУДЕНТУ

Цель лабораторной работы – научить студента выполнять эксперименты с использованием математических моделей. Для выполнения работы студенту выдается индивидуальное задание. Оно содержит все необходимые материалы для составления плана факторного эксперимента и виртуального проведения опытов. Приведены варианты результатов экспериментов, дана методика полной обработки экспериментальных данных: расчет коэффициентов выбранной математической модели эксперимента (уравнений регрессии), оценки значимости коэффициентов модели, оценки адекватности модели (**Этап I**), выбора и реализации пути оптимизации модели при одном или нескольких функциях отклика в модели (**Этап II**).

Цель индивидуального задания – 1) научиться использовать факторное планирование экспериментов для решения конкретной задачи; 2) представлять результаты научно-исследовательской работы в форме отчета; 3) составлять аннотации работы и доклад о результатах ее с представлением *Презентации* к докладу как формы защиты лабораторной работы.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Факторное планирование экспериментов

Преобладающее большинство экспериментальных задач в химии и химической технологии формулируются как задачи экстремальные: определение оптимальных условий процесса, поиск оптимального состава композиции и т.д. Решение таких задач требует проведения огромного числа экспериментов, больших материальных затрат, длительного времени.

Математическое планирование экспериментов основано на методах математической статистики и теории вероятностей. Основной задачей этих методов является поиск аналитического выражения какого-либо свойства (одного или нескольких), явления, процесса в изучаемой системе от различных факторов (температуры, давления, концентрации и т.д.) в виде степенного ряда – полинома первой или второй степени с учетом эффектов взаимодействия факторов:

$$y_i = f(x_i), \quad i = 1, 2, 3 \dots, \quad (1)$$

где x_i - независимые переменные (температура, давление, концентрация и др.), а y_i - зависимые переменные (скорость реакции, прочность материала, выход целевого продукта и т.п.).

Вид уравнения (1) зависит от поставленной цели и точности экспериментов, количества независимых факторов, особенно когда их достаточно много или несколько факторов не удается стабилизировать (поддерживать постоянными при проведении опытов). Для существенного сокращения опытов используют не полные, а дробные факторные эксперименты. Планы с факторами в первой степени называют ортогональными. Ротатабельные планы содержат факторы во второй степени. Во всех планах целесообразно включать взаимодействие (совместное влияние) факторов. Это делается путем введения в модель членов с перемножением факторов с

соответствующими коэффициентами. Подробнее обо всем изложено ниже.

Изложение теории факторного эксперимента будем иллюстрировать с использованием двух факторов (x_1 и x_2) и одной целевой функции y . Лишь в отдельных случаях для полноты изложения или с целью устранения дополнительных вопросов будем использовать три и более фактора x и несколько значений целевых функций.

Принципы обработки экспериментальных данных были разработаны известным немецким математиком Карлом Гауссом, но на протяжении более чем 100 лет применялись исследователями-экспериментаторами лишь на последнем этапе — после завершения эксперимента, и только в 1920-х годах английский учёный Р. Фишер поставил задачу иначе, придя к выводу, что результаты можно существенно улучшить, если проводить расчёты эксперимента до того, как он поставлен. Так возникла и начала развиваться математическая теория планирования эксперимента.

Планирование эксперимента — это оптимальное управление экспериментом в условиях неполной информации о механизме процесса. Необходимость математического планирования эксперимента в данной работе обоснована сложностью исследуемого явления, высокой стоимостью реактивов, токсичностью муравьиной кислоты, длительными затратами времени на проведение каждого опыта, большим количеством опытов.

С точки зрения математической статистики задача получения мембран является экстремальной, заключающейся в определении оптимальных условий процесса, оптимального состава композиции. Планирование эксперимента позволяет варьировать одновременно все факторы и получать количественные оценки основных эффектов и значительно повышает эффективность эксперимента.

В настоящей работе применён метод планирования полного факторного эксперимента.

Полный факторный эксперимент. Выбор модели, расчет коэффициентов уравнения регрессии и их значимости

Полный факторный эксперимент (ПФЭ) — совокупность нескольких опытов, удовлетворяющих следующим условиям: **1)** количество измерений составляет 2^n , где n — число факторов, которые влияют на ход процесса; **2)** каждый фактор принимает только два значения (уровня): верхнее (максимальное) и нижнее (минимальное); **3)** в ходе опытов верхние и нижние уровни факторов комбинируются во всех возможных сочетаниях.

В уравнении (1) независимые факторы x_i входят только в первой степени; часто используется взаимодействие факторов путем введения произведений факторов, так что математическая модель (уравнение регрессии) записывается в виде (2):

$$y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{12} x_1 x_2 . \quad (2)$$
$$y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + b_{123} x_1 x_2 x_3 .$$

Верхнее выражение мат. модели уравнения (2) — записано для двухфакторного эксперимента, нижнее — для трехфакторного эксперимента. Введение в модель членов с факторами взаимодействия и коэффициентами b_{12} , b_{13} , b_{23} , b_{123} связано с тем, что как показывает опыт, тем самым достигается учет совместного, одновременного влияния сразу нескольких факторов. Это влияние может оказаться существенным, им нельзя пренебрегать.

Явными преимуществами ПФЭ является существенное сокращение числа опытов в факторном пространстве, сравнительная простота оценки влияния параметров на ход процесса, возможность проведения виртуальных (мысленных) и фактических опытов при использовании математической модели процесса для поиска оптимальных режимов его проведения.

Составление матрицы планирования общего вида

Порядок составления плана ПФЭ следующий. Сначала на основании *теоретических представлений и предварительных экспериментов* оцениваются, какие факторы x_i оказывают наибольшее влияние на целевую функцию y_i . Выбираются *наилучшие* условия проведения опытов и эти условия принимают за **центр** плана. Значения факторов в этой точке называют **нулевыми** (основными, центральными). Затем выбирают интервал варьирования λ для каждого фактора и вычисляют *верхний* и *нижний* уровни факторов. Интервал варьирования λ - это число, свое для каждого фактора, прибавление которого к нулевому (основному) значению дает верхний уровень, а вычитание из основного - нижний уровень.

$$x^0 = (x^e + x^h) / 2; \quad x^h = x^0 - \lambda; \quad x^e = x^0 + \lambda; \quad \lambda = (x^e - x^h) / 2. \quad (3)$$

В теории факторных экспериментов доказано, что оптимальными свойствами обладают планы первого порядка, в которых каждый фактор x_i принимает лишь 2(два) значения - верхний X^e и нижний X^h . Для выполнения этого требования переменные x_i кодируют по формулам:

$$X^h = (x^h - x^0) / \lambda = -1; \quad X^e = (x^e - x^0) / \lambda = +1. \quad (4)$$

Нетрудно сообразить, что координаты центра плана равны нулю.

Кодирование переменных очень сильно упрощает вычисления при составлении математических моделей, а также интерпретацию и использование полученных результатов.

Очевидно, что для двух факторов в координатах $x_1 - x_2$ факторное пространство представляет собой квадрат, для трех факторов - куб. В вершинах квадрата и куба закодированные значения факторов принимают значения либо +1, либо -1, если начало координат в такой безразмерной системе координат находится в центре плана, в центре исследуемой области.

Координаты *узловых* точек в этой новой, безразмерной системе координат записывают в виде таблицы, которую называют **матрицей планирования**. Ей в точности соответствует матрица в натуральном виде, с натуральными значениями факторов (табл. 1). ПФЭ - эксперимент, в котором реализуются все возможные сочетания уровней факторов. Например, для трехфакторного эксперимента число сочетаний уровней будет равно 8, в соответствии числа опытов из формулы, приведенной в начале раздела: $n = 2^3 = 8$. Табл. 1 дает лишь число опытов ПФЭ при заданном числе факторов, она уже может служить для постановки экспериментов. В таблице точно указаны параметры исследуемого процесса.

Таблица 1

Пример натуральных (x_1, x_2) и закодированных (X_1, X_2) значений факторов в реакции получения полиэфира для полного факторного эксперимента

№	X_1 (код)	X_2 (код)	x_1 (натурал) $T, ^\circ\text{C}$	x_2 (натурал) τ , мин

опыта				
1	+ 1	+ 1	200	60
2	+ 1	— 1	200	20
3	— 1	+ 1	100	60
4	— 1	— 1	100	20

Однако для удобства обработки результатов опытов, в первую очередь – для расчета коэффициентов математической модели эту матрицу необходимо расширить — дополнить еще несколькими столбцами в соответствии с принятой мат. моделью процесса.

Первый дополнительный столбец представляет собой фиктивную переменную $x_0 = +1$ для расчета свободного члена b_0 в уравнении модели, а также столбца x_1x_2 , который получается перемножением столбцов x_1 и x_2 для вычисления коэффициента модели b_{12} при x_1x_2 . Для трехфакторного эксперимента число столбцов в матрице будет больше, в соответствии с числом взаимодействий факторов. Это ясно из формулы (2). Знак коэффициентов будет определяться перемножением кодов факторов. Полностью заполненная матрица, как и пример вычисления коэффициентов, будут приведены позднее, ниже.

Матрица планирования обладает следующими свойствами:

- 1) *Симметричность* относительно центра эксперимента: алгебраическая сумма элементов вектор-столбца каждого фактора равна 0(нулю): $\sum_{i=1}^n X_{ij} = 0$ (n – число опытов; i – номер опыта; j – номер фактора, $j = 1, 2, \dots, k$).
- 2) *Условие нормировки*: сумма квадратов элементов каждого столбца равна количеству опытов: $\sum_{i=1}^n X_{ij}^2 = N$; j – число факторов.
- 3) *Ортогональность матрицы* планирования: сумма скалярных произведений всех (любых двух) вектор-столбцов матрицы равна 0(нулю). $\sum_{i=1}^n X_{ki}X_{ji} = 0$, i – номер опыта, n – число опытов, $k \neq j$; $k, j = 0, 1, 2, \dots, m$; m – число факторов, включая нулевой (фиктивную переменную) x_0 .
- 4) *Ротатбельность* матрицы планирования: экспериментальные точки по матрице планирования подбираются так, что точность предсказания значений параметра оптимизации одинакова на равных расстояниях от центра эксперимента и не зависит от направления. Это означает, что для поиска оптимума можно от центра плана двигаться в любом направлении.

Первые два свойства матрицы планирования позволяют значительно упростить вычисление коэффициентов уравнения регрессии b_i и рассчитывать дисперсию экспериментов. Третье свойство позволяет вычислять сами коэффициенты b_i независимо друг от друга. Это означает, что если какие-либо коэффициенты окажутся незначимыми, то члены уравнения регрессии с незначимыми коэффициентами можно исключить, но перерасчета оставшихся коэффициентов не потребуется.

По матрице планирования, приведенной в табл. 1, уже можно проводить эксперименты с использованием натуральных значений факторов. Однако для проведения

статистического анализа результатов опытов матрицу планирования сразу же дополняют еще несколькими столбцами, содержание которых дает возможность, используя отмеченные выше четыре свойства матрицы планирования, рассчитывать коэффициенты уравнения регрессии (2) и проводить дисперсионный и регрессионный анализ уравнения регрессии – рассчитывать и оценивать значимость коэффициентов уравнения регрессии и адекватность (пригодность) этого уравнения, о чем будет сказано позднее.

Во-первых, матрицу планирования дополняют столбцом x_0 со значением +1 для всех опытов. Этот столбец используют для расчета величины коэффициента b_0 (см. ниже). Во-вторых, в матрицу вводят *столбцы взаимодействия факторов* со значениями +1 или -1, знак которых получается простым перемножением факторов. Например, в четвертом опыте матрицы табл. 1 фактор взаимодействия двух переменных x_1 и x_2 будет получаться так: $x_1 \cdot x_2 = (-1) \cdot (-1) = +1$. И так во всех случаях, в том числе и для $x_1 x_2 x_3$.

В окончательном варианте готовая для анализа матрица планирования, как пример, представлена в табл. 2 для двухфакторного эксперимента в кодовых и натуральных значениях факторов с добавлением столбцов с фиктивной переменной x_0 , эффектом взаимодействия факторов $x_1 \cdot x_2$ и значениями двух зависимых переменных (функций отклика).

По результатам опытов получают значения целевых функций y_i , которых может быть одна или несколько. Например, заданиями настоящей работы предусмотрено две или три независимых переменных x_i и две зависимые переменные y_i . Такими переменными являются: содержание муравьиной кислоты в формовочном растворе x_1 ,

Таблица 2

Матрица планирования полного факторного эксперимента с результатами опытов для математической обработки (пример)

№ опыта	x_0	Факторы в безразмерной системе координат		$x_1 \cdot x_2$	Факторы в натуральном масштабе		Свойства мембран, Y_i	
		X_1	X_2		$x_1, \%$	$x_2, \%$	$Q, \text{мл} / \text{мин} \cdot \text{см}^2$	$T_n, \text{атм}$
1	+	+	+	+	91,0	46,0	47,6	1,39
2	+	+	-	+	91,0	39,0	127,9	1,90
3	+	-	+	-	89,0	46,0	106,5	1,77
4	+	-	-	-	89,0	39,0	19,0	2,48

содержание муравьиной кислоты в осадительной ванне x_2 , содержание полимера в формовочном растворе x_3 , производительность мембраны y_1 (Q) и точка пузырька, характеризующая размер пор в мембране, y_2 (T_n).

Статистическая обработка результатов опытов по матрице планирования

Матрица планирования (табл. 2) используется для расчета коэффициентов уравнения регрессии, затем оценки значимости этих коэффициентов, чтобы иметь уравнение

регрессии в окончательном варианте. Это дает возможность рассчитать адекватность полученного уравнения регрессии. Если уравнение окажется адекватным, его используют для нахождения оптимальных условий для решения поставленной задачи.

Обработка результатов опытов начинается с расчета дисперсии воспроизводимости опытов. Для расчета дисперсии воспроизводимости есть 2 пути.

Первый путь: проводят параллельные опыты по матрице планирования, чаще всего - по два. По ним рассчитывают построчные дисперсии. Проверяют однородность построчных дисперсий по критерию Кохрена. Построчные дисперсии оказываются чаще всего однородными. Затем построчные дисперсии в параллельных опытах во всей матрице усредняют. По средней дисперсии наконец-то вычисляют дисперсию воспроизводимости коэффициентов уравнения регрессии.

Второй способ применяют реже, только в тех *простых* случаях, когда факторов всего 2-3, а интервалы их варьирования невелики. В этом случае в центре плана ставится несколько параллельных опытов. По ним сначала рассчитывается дисперсия воспроизводимости, она принимается таковой для всего фазового пространства. **В нашем случае мы воспользуемся именно этим подходом.**

Обработка результатов опытов начинается с расчета дисперсии воспроизводимости для фазового пространства. Для расчета используют **параллельные опыты в центре плана**. Вычисляется среднее значение функции отклика - производительности и точки пузырька. Это два независимых свойства мембран, потому расчет должен быть проведен для каждого из них. **Рекомендуется сначала провести весь статистический анализ для одной функции отклика, например, для производительности мембраны, а затем уже для другой - точки пузырька.**

Дисперсия воспроизводимости $s^2_{\text{воспр}}$ рассчитывается по формуле:

$$s^2_{\text{воспр}} = \left[\sum_{k=1}^m (Y_i - Y_{cc})^2 \right] / (m - 1), \quad (5)$$

где k – номер, а m – число опытов в центре плана; Y_i - текущее, а Y_{cc} – усредненное свойство мембраны.

Дисперсия воспроизводимости рассчитана на все факторное пространство. Так как в уравнении регрессии 4(четыре) коэффициента b_i , то на *один коэффициент* приходится четверть этой дисперсии, и она вычисляется по формуле;

$$s^2_{\text{воспр}}(b_i) = s^2_{\text{воспр}} / m. \quad (6)$$

Значимость коэффициентов b_i проверяется по критерию Стьюдента. Для всех коэффициентов уравнения регрессии рассчитывается t_i - отношение (это и есть коэффициент Стьюдента) по формуле:

$$t_i = |b_i| / s^2_{\text{воспр}}(b_i). \quad (7)$$

Рассчитанное значение коэффициента Стьюдента сравнивается с табличным $t_{1-p}(f)$ для уровня значимости $p = 0,05$ (доверительная вероятность 95%) и числа степеней свободы $f = n -$ числу параллельных опытов в центре плана. Если рассчитанный из опытных данных коэффициент Стьюдента окажется меньше табличного (расчет делается отдельно для каждого коэффициента), то соответствующий коэффициент b_i признается **незначимым и член уравнения регрессии с этим коэффициентом отсеивается (не учитывается)**. Это случается достаточно часто, особенно если используется трехфакторная модель и выше.

Однако просто так отбрасывать члены уравнения регрессии с незначимыми коэффициентами надо с осторожностью. Тому есть ряд причин: **1)** мало было проведено

предварительных экспериментов и потому центр плана выбран недостаточно корректно; 2) интервалы варьирования факторов могли оказаться заниженными; 3) не учтены факторы, которые могли бы сильно сказаться на результатах вследствие недостаточных знаний объекта исследования. Вот почему при постановке НИР необходима четкая обработка априорной информации. Решение об отбросе членов уравнения регрессии с незначимыми коэффициентами принимается после консультации с преподавателем.

Ввиду ортогональности матрицы планирования остальные коэффициенты уравнения регрессии не пересчитываются, они **остаются без изменения**. Таким образом, для дальнейшего использования получается мат. модель с надежными коэффициентами.

В разделе 2.6 подробно рассказывается о значении знаков коэффициентов уравнения регрессии и их абсолютной величине.

Проверка адекватности уравнения модели

Адекватность модели, т.е. ее применимость для описания поведения системы во всем исследуемом факторном пространстве и даже выходя недалеко за его пределы с достаточной точностью, проверяется по критерию Фишера. Рассчитанный по экспериментальным данным критерий Фишера F сравнивается с его табличным значением. Если получится, что $F_{расчет} < F_{табл}$, то полученное уравнение регрессии признается **адекватным (значимым)** и наоборот. Уравнение регрессии будет незначимым, неадекватным, если $F_{расчет} > F_{табл}$.

Коэффициент Фишера находится по формуле:

$$F_{расчет} = s_{ад}^2 / s_{воспр}^2, \quad (8)$$

где $s_{ад}^2$ - дисперсия адекватности, а $s_{воспр}^2$ - уже известная нам дисперсия воспроизводимости опытов в факторном пространстве (см. выше). Дисперсия адекватности рассчитывается по формуле:

$$F_{расчет} = \left[\sum_{i=1}^m (Y_{i,средн} - Y_{i,ад})^2 \right] m / (N - p), \quad (9)$$

где m - число параллельных опытов по матрице планирования (**в нашем случае $m = 1$**); $Y_{i,средн}$ - среднее значение свойства мембраны в параллельных опытах; Y_i - значение свойства мембраны, рассчитанное по адекватному уравнению регрессии; N - число опытов в матрице планирования; p - число значимых коэффициентов в адекватном уравнении регрессии (без учета коэффициента b_0 в нашем конкретном случае);

$N - p = f_1$ - это число степеней свободы для дисперсии адекватности при расчете критерия Фишера (коэффициент b_0 не учитывается при двухфакторном планировании). Его значение в таблицах Фишера берется по горизонтальной линии значений критерия. Число степеней свободы для дисперсии воспроизводимости f_2 берется по вертикальной линии и равно числу опытов в матрице планирования минус единица: $f_2 = N - 1$, в нашем случае $f_2 = 4 - 1 = 3$.

Случается, что составленное уравнение регрессии оказывается неадекватным, т.е. $F_{расчет} > F_{табл}$. В таких случаях приходится переходить к поиску более точного уравнения регрессии. Чаще всего для адекватного описания экспериментов выбирают другую модель - в уравнения регрессии вводят дополнительные факторы или переходят к увеличению порядка аппроксимации полинома, а именно: от факторов в первой степени x_i берут члены с x_i^2 . Но это будут уже совершенно новые планы - планы второго порядка - планы Бокса-Улсона, Бокса-Бенкина, Бокса-Хантера и другие (по фамилии создателя). Такие планы второго порядка называют **ротатабельным планированием** в отличие от планов

первого порядка, так называемых *ортогональных планов*.

Дробные реплики и ротатабельное планирование

Выше мы не касались совсем так называемых **дробных реплик**. Суть такого планирования сводится к резкому сокращению числа опытов по матрице планирования по сравнению с ПФЭ. Такое планирование еще называют **дробным факторным планированием**. Это планирование осуществляют, заменяя члены уравнения регрессии с взаимодействием факторов на сами факторы с другими номерами. Хотя в этом и есть очевидная выгода при проведении опытов, но заметно снижается точность (адекватность) уравнения регрессии.

Для получения более точного математического описания химико-технологических процессов, по сравнению с ортогональными планами ПФЭ, используют составление *регрессионных уравнений второй степени* с учетом всевозможных взаимодействий весьма широко используется *ротатабельное планирование*.

При ротатабельном планировании составляют так называемые **центральные композиционные планы**. Эти планы: **1)** содержат большее число опытов в центре плана; **2)** включают специально выбранные опыты в так называемых «звездных точках» факторного пространства и их точно указывают; **3)** позволяют включать в эксперимент большое число факторов по сравнению с ортогональными планами при сохранении или даже чаще при улучшении точности уравнения регрессии.

Дробные реплики и ротатабельное планирование подробно описано в *рекомендованной литературе*. Они **не** рассматриваются в настоящей лабораторной работе. Для ознакомления с ними читатель отсылается к рекомендованной литературе.

Интерпретация коэффициентов уравнений регрессии

Уравнение регрессии адекватно описывает исследуемое факторное пространство. Это означает, что воспроизводимость экспериментальных данных как на периферии факторного пространства, так и в центре его достаточно близки. Поэтому при поиске оптимальных значений функций отклика допускается выход за пределы факторного пространства, особенно в тех случаях. Когда число факторов невелико.

Знак коэффициентов уравнения регрессии показывает, в какую сторону будет изменяться функция отклика при изменении величины фактора. В настоящей работе знак «+» коэффициентов b_i в уравнениях регрессии означает, что при увеличении содержания муравьиной кислоты в формовочном растворе x_1 и в осадительной ванне x_2 производительность мембраны Q и точка пузырька T_n возрастают, а при их уменьшении - величины Q и T_n уменьшаются. При знаке коэффициентов «—» при увеличении x_1 и x_2 величина Q и T_n уменьшаются. Величина коэффициента определяет силу влияния фактора.

Знак при коэффициентах парных взаимодействий заметно влияет на величину функции отклика, а его абсолютное значение является наглядным доказательством того, что взаимодействия факторов играет *очень большую роль*. Наглядной иллюстрацией этого является величина и знак при коэффициентах уравнений регрессии для Q и T_n по сравнению с коэффициентами парных взаимодействий (см. уравнения (14) и (15), табл. 7 и 8).

2. Порядок выполнения лабораторной работы: ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ:

Предварительные эксперименты. Зависимые и независимые факторы в математической модели

Предварительные эксперименты проводятся с целью отработки навыков получения микрофильтрационных мембран на основе полиамида-66 в лаборатории, изучения зависимости их свойств от условий получения и выбора зависимых и независимых переменных.

Ориентируясь на известную технологию получения мембран на основе капрона (ПА-6) для предварительных экспериментов были выбраны факторы, приведенные в табл. 3.

Выбор состава формовочного раствора осуществлялся на основе изучения литературы и дипломных работ студентов кафедры технологии переработки пластмасс, посвящённых изучению вязкости полиамидов в смеси муравьиная кислота — вода. В дипломных работах было показано, что с увеличением содержания муравьиной кислоты и концентрации полимера в растворе вязкость увеличивается практически линейно. На основании этих данных можно полагать, что с уменьшением содержания воды в бинарном растворителе быстро улучшается его качество, а клубок макромолекул полиамида-66 разбухает, увеличивается в размерах. Действительно, в чистой муравьиной кислоте ПА-66 растворяется сравнительно быстро (2 ÷ 3 ч), тогда как при содержании воды ~ 12 % время растворения увеличивается до 5 ч. Было известно, что подобные результаты получаются и при изучении зависимости вязкости раствора полиамида-6 в аналогичном растворителе.

Таблица 3

Факторы и пределы их изменения при разработке технологии получения микрофильтрационных мембран на основе ПА-66

Факторы	В предварительных экспериментах	Принято для разработки технологии
<i>1. Состав растворителя для полимера (МК:Н₂О)</i>	87:13 % – 93:7%	88,5:11,5 % – 91,5:8,5%
<i>2. Содержание МК в осадительной ванне</i>	30 – 50 %	38 – 46 %
<i>3. Концентрация ПА-66 в формовочном растворе</i>	15 – 17%	15,5 – 16,5%
<i>4. Температура приготовления формовочного раствора</i>	18 – 22 °С	Комнатная
<i>5. Температура осадительной ванны</i>	18 – 22 °С	Комнатная
<i>6. Температура промывной ванны</i>	18 – 22 °С	Комнатная
<i>7. Время формования мембраны</i>	4-6 минут	5 минут
<i>8. Толщина мембраны</i>	90 – 130 мкм	≈ 100 мкм
<i>9. Время промывки мембраны водой</i>	20 – 25 час	22 часа
<i>10. Объем осадительного и промывочного раствора</i>	0,9 – 1,1 л	1 литр
<i>11. Объем раствора для промывки мембраны</i>	0,9 – 1,1 л	1 литр

Установление концентрации муравьиной кислоты в осадительной ванне имеет очень большое значение, так как этот фактор оказывает сильное влияние не только на производительность и точку пузырька мембран, но и на их механические свойства, в первую очередь — прочность и эластичность. Температуры формовочного раствора и осадительной ванны определяются условиями опыта и остаются практически постоянными на всём его протяжении.

Получаемые готовые мембраны представляют собой пористые плёнки белого цвета, эластичные на ощупь в мокром виде, после высушивания плёнки дают усадку, иногда сморщиваются. Наиболее прочные и однородные мембраны формировались в 30 — 35 %-ных осадительных ваннах из растворов с содержанием полимера 14 – 16%. Напротив, мембраны, сформованные в 45 — 50 %-ных ваннах, часто имели видимые дефекты поверхности и легко подвергались разрыву.

При проведения полного факторного эксперимента в учебных целях было принято, что основное число студентов в качестве варьируемых факторов будет брать только 2(два):

- 1) *Состав растворителя для формовочного раствора (МК:Н₂ОН) - концентрацию МК в формовочном растворе (x_1);*
- 2) *Содержание МК в осадительной ванне (x_2).*

В отдельных случаях, для более сильных студентов или по их желанию, три

фактора – дополнительно: 3) Концентрация ПА-66 в формовочном растворе (x_3).

В качестве целевой функции все студенты будут использовать производительность мембраны (y_1, Q) и точку пузырька (y_2, T_n).

Приготовление раствора полимера

Готовится 50 г раствора. Полимер взвешивается на весах марки ВЛКТ-500-М с точностью $\pm 0,01$ г. Емкость на 250 мл с расчетным количеством муравьиной кислоты взвешивается с точностью $\pm 0,01$ г и помещается в водяную баню с заданной температурой приготовления (рис. 1).

Затем включается мешалка, скорость вращения мешалки одна и та же во всех экспериментах. Температура бани поддерживается постоянной с точностью $\pm 1^\circ\text{C}$. После установки мешалки с постоянной скоростью вращения емкость закрывается крышкой. Установка термостатируется 10 минут для установления термического равновесия.

Затем в муравьиную кислоту при включенной мешалке через отверстие в крышке постепенно (минут 10 – 15) вносятся гранулы ПА-66. Растворение полимера проходит в течение 90-120 минут в зависимости от требуемой концентрации раствора.

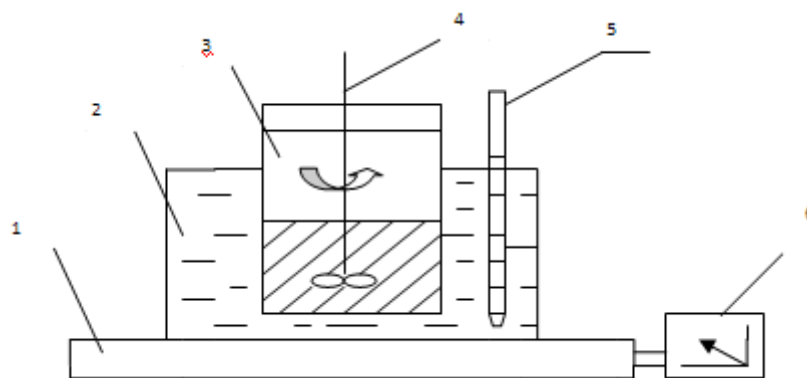


Рис. 1. Установка для приготовления растворов ПА-6 - МК - H₂O

1 – электронная печь; 2 – водяная баня; 3 – стеклянная банка; 4 – мешалка с мотором; 5 – термометр; 6 – ЛАТР

Когда раствор становился прозрачным и однородным, в него с помощью шприца достаточно медленно вносится по каплям вода, количество которой определяется весовым методом с точностью $\pm 0,01$ г. Обычно добавление воды происходило в течение 20-50 минут. После внесения всей воды перемешивание тройной смеси продолжается еще один час, так что общее время приготовления раствора составляло примерно от 3 до 5 часов в зависимости от температуры приготовления и состава раствора. Завершение растворения определялось визуально. Готовый раствор до работы с ним на следующий день сохраняют в плотно закрытом эксикаторе.

Формование мембран

Формирование мембраны из раствора производилось с помощью плоскощелевой фильеры (рис. 2). Регулирование толщины слоя раствора, из которого формировалась мембрана, осуществлялось при помощи изменения положения ножа щелевой фильеры и за счёт изменения скорости движения фильеры. Формование мембраны осуществлялось вручную на стеклянную подложку. Перед формованием стекло тщательно промывалось с мылом водопроводной водой, досуха вытиралось, выдерживалось на воздухе не менее 10 мин.

Для растворов ПА-66 применяли фильеры намазывающего типа (рис. 2). Толщину слоя раствора полимера на подложке регулируют изменением величины зазора между ножом фильеры и подложкой, а также скоростью движения подложки.

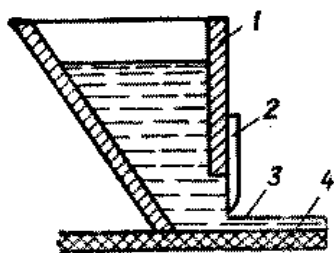


Рис. 2. Фильера для формирования мембран:

- 1 — корпус; 2 — подвижная планка (нож);
3 — формовочный раствор; 4 — движущая подложка

Важно отметить, что для получения гладкой мембраны с одинаковой толщиной необходимы не только высокая чистота и гладкость подложки, но также тщательная шлифовка и строго параллельная установка по отношению к подложке нижнего края ножа фильеры. Как фильера, так и подложка для нанесения раствора, должны быть изготовлены из коррозиестойкого материала, имеющего хорошую адгезию к полимеру.

Подложка с нанесённым слоем полимера помещалась в осадительную ванну (30 — 50%-ные растворы муравьиной кислоты), где мембрана находилась ровно 5 мин, а затем — в промывную ванну, заполненную дистиллированной водой при комнатной температуре. Объём кислоты в осадительной ванне должен быть достаточным для полного погружения в неё стеклянной подложки (примерно 1 л), объём воды в промывной ванне — для эффективной отмывки мембраны (также около 1 л).

Мембраны оставались в промывной ванне до следующего дня (не менее 20 ч). После отмывки от следов муравьиной кислоты (контроль по запаху кислоты) мембрана вынималась из промывной ванны, визуально оценивалось её качество на однородность и наличие дефектов поверхности, определялись линейные размеры мембраны для оценки усадки при получении мокрой мембраны, ее толщина микрометром, потом - производительность по воде, точка пузырька.

Неиспользованные мембраны высушивались в вытяжном шкафу до воздушно-сухого состояния (влажность 3 — 4 %), и для сухой мембраны визуально определялась усадка, вручную оценивалась хрупкость (ломкость), сморщивание, для некоторых образцов — механические характеристики — прочность на разрыв и относительное удлинение при разрыве (в лаб. работе не приводятся).

Методика изучения свойств мембран

Точка пузырька мембраны. Определение проводилось на измерительной установке фирмы Sartorius — Sartochek 1000, принципиальная схема которой приведена на рис. 3, по ГОСТ 50516–93 с точностью $\pm 0,01$ атм. За результат испытания принималось среднее арифметическое трёх параллельных определений.

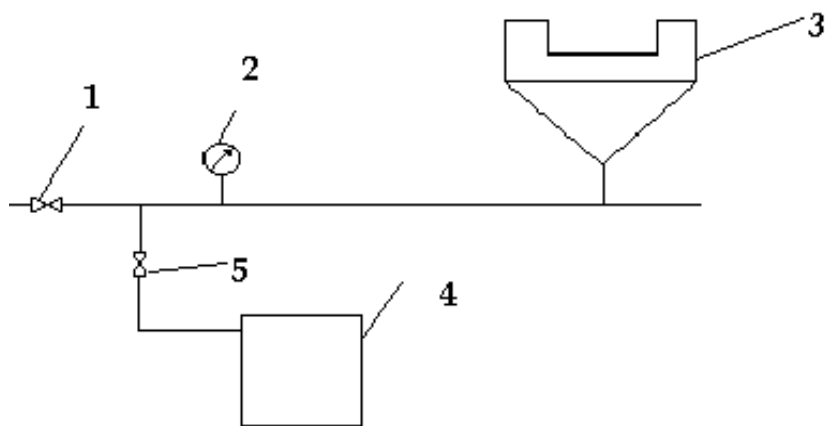


Рис. 3. Схема установки для определения точки пузырька
 1 — впускной клапан; 2 — манометр; 3 — испытательная ячейка;
 4 — источник сжатого воздуха; 5 — регулятор давления

Образцы для испытания вырубают кольцевым ножом из полотна мембраны по диагонали, и выдерживают в дистиллированной воде при температуре $20 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 30 ± 15 мин для удаления воздуха из пор мембран.

Схема ячейки для определения точки пузырька представлена на рис. 4. На дно основания 1 ячейки поочередно клали уплотнительное кольцо 5, испытуемый образец мембраны 6, сетку 4, перфорированную металлическую пластину 3 и навинчивали зажимное кольцо 2. В ячейку наливали дистиллированную воду при температуре $20 \pm 3^\circ\text{C}$ до уровня, превышающего на 1 — 3 мм высоту перфорированной металлической пластины. При плавном регулировании подачи газа устанавливалась скорость нарастания давления $0,02$ МПа/мин в интервале $0,06$ — $1,00$ МПа, выжидая 10 с после каждого подъёма давления. При появлении пузырьков в центре мембраны подача газа прекращалась и фиксировалось давление.

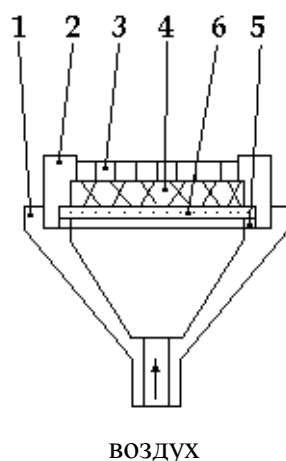


Рис. 4 Схема ячейки для испытания мембран:
 1 — основание; 2 — зажимное кольцо, 3 — металлическая пластина;
 4 — сетка; 5 — уплотнительные кольца; 6 — мембрана

Производительность мембраны. Данный показатель определялся по ГОСТ Р 50110-92 и методике НПП «Технофильтр» № 77-15-88 на стандартной установке, схема которой приведена на рис. 5.

Образцы для испытаний должны иметь форму круга с диаметром, равным диаметру испытательной ячейки с допуском минус 0,1 мм, их вырубает кольцевым ножом из полотна мембраны по диагонали. Перед испытанием отобранные образцы выдерживают в дистиллированной воде при температуре $20 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 30 ± 15 мин для удаления воздуха из пор мембран.

Схема ячейки изображена на рис. 5. В корпус 3 через отверстие 1 в ячейку заливают дистиллированную воду при температуре $20 \pm 2^\circ\text{C}$ и закрывают отверстие 1 пробкой. Через штуцер 2 с помощью редуктора давления подают сжатый воздух (азот) под давлением 50 ± 5 кПа / $0,50 \pm 0,05$ кгс/см², подставляют мерный цилиндр и включают секундомер. Замеряют объём воды, прошедшей через мембрану за 60 секунд.

Производительность испытуемой мембраны Q , мл / (см²мин) вычисляют по формуле:

$$Q = \frac{V}{S \cdot t}, \quad (10)$$

где V — объём дистиллированной воды, прошедшей через мембрану, мл; t — время испытания, мин; S — площадь рабочей поверхности испытуемого образца мембраны, см².

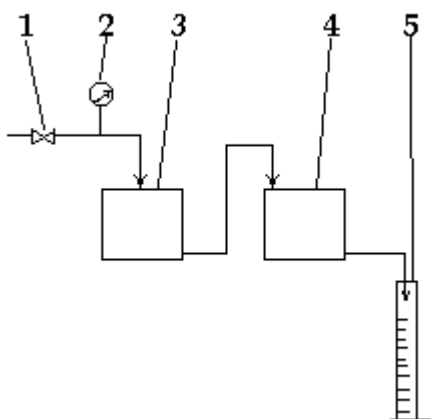


Рис. 5. Схема установки для определения производительности мембран:

*1 — регулятор давления; 2 — манометр, 3 — промежуточная ёмкость;
4 — испытательная ячейка; 5 — мерный цилиндр*

Толщина мембраны. Толщина мембраны контролировалась в процессе её изготовления. Измерение толщины осуществлялось с использованием микрометра марки К 05-07 с точность измерений ± 3 мкм.

3. Варианты индивидуальных или групповых заданий.

Экспериментальные результаты, их выбор для индивидуального задания

Каждый студент мысленно проводит эксперименты, изучив внимательно ход работы. В своем сознании студент воспроизводит ход опытов.

Сначала готовит раствор для формования мембран, как описано в разделе 3.1, не

забывая о технике безопасности (резиновые перчатки, хорошая вытяжка, чистая и сухая посуда и т.д.). Готовый раствор оставляет до следующего дня для дегазации. Сам же начинает готовить посуду, растворы и прочее для формования мембран: тщательнейшим образом моет стекло, на котором будет формировать мембрану, готовит необходимое количество осадительного раствора, проверяет и чистит, если требуется, фильтр, проверяет готовность подручной посуды и воды для промывки мембран и прочее.

На *следующий* день формирует мембраны. Строго соблюдает технику безопасности, ведь имеет дело с ядовитым веществом – муравьиной кислотой (кстати, не запрещенной для использования в лаб. практике в вузах). Перед формированием проверяет вымытую накануне стеклянную подложку: на ней не должны появляться разводы после опускания ее в осадительную ванну и выемки из нее. Если разводы появляются, надо снова тщательно мыть с мылом, пока этих разводов не будет. При их наличии хорошая мембрана просто не получится.

Формовочного раствора достаточно для изготовления не менее 5 образцов, их все и делает: не выбрасывать же раствор! Строго придерживается методики изготовления мембраны: количество формовочного раствора, скорость перемещения фильеры по стеклу, особо – **время формирования, температура в комнате** и прочее. Высадившиеся мембраны в виде тонкой ровной пленки, что хорошо видно по белому цвету за счет выпадения полимера, практически всегда легко соскальзывают с подложки. Их осторожно снимают с подложки специальными пинцетами и бережно опускают в промывную ванну. В ванне держат до следующего дня согласно методике. Хороший экспериментатор на каждую мембрану имеет свою промывную емкость.

Уже на следующее, третье утро мембраны вынимают пинцетами из промывной ванны и с помощью прищепок подвешивают в тяге для подсушки на нескольких часов.

В этот же день к концу дня, а чаще всего на утро следующего дня, у высохших мембран изучают производительность и точку пузырька по соответствующей методике (раздел 3.3).

Таким путем проводят все запланированные эксперименты. Как видим, один опыт длится долго, дня 3 – 4. Поэтому к каждому опыту надо тщательно готовиться, тщательнейшим образом его проводить. Чтобы ни один из них не был впустую по какой-нибудь мелочи в нарушении методики или простого малого недосмотра или «авось».

Все этапы работы должны подробно фиксироваться в рабочем журнале, особо фиксируются случайные, но часто неизбежные небольшие отступления от методики. Тогда же ведется и первичная обработка результатов. По результатам всей запланированной работы, выполнения всех опытов, составляется сводная таблица результатов по форме матрицы планирования.

Результаты хороших опытов, полученных дипломниками в прежние годы, предлагаются теперешнему студенту как индивидуальное задание. Пример Задания приведен в табл. 4.

Пример индивидуального задания №__ по лаб. работе

Факторы			Уровни варьирования факторов		
			Верхний	Нулевой	Нижний
Название	Обозначение	Единицы измерения	Кодированные значения		
			+1	0	-1
Состав формовочного раствора	x_1	%	91,0	90,0	89,0
Состав осадительной ванны	x_2	%	46,0	42,5	39,0
Концентрация полимера в формовочном растворе	x_3	%	16,0 ^{*)}	16,0 ^{*)} (const)	16,0 ^{*)}

Вариант задания	Номер опыта	Свойства мембраны	
		Производительность мл/см ² ·мин	Точка пузырька, атм
№__	1	119,2	0,73
	2	264,5	0,58
	3	124,6	1,00
	4	42,5	1,79
	5 ^{**))}	52,8 ^{**))}	1,44 ^{**))}
	6 ^{**))}	56,3 ^{**))}	1,38 ^{**))}
	7 ^{**))}	59,4 ^{**))}	1,57 ^{**))}
	8 ^{**))}	57,6 ^{**))}	1,14 ^{**))}

^{*)} В некоторых заданиях вводится третий фактор x_3 . Тогда указываются его уровни факторов и ясен интервал варьирования ^{**))} Опыты №5 – 8 проведены на нулевом уровне для расчета дисперсии воспроизводимости

НАЙДИ СВОЙ ВАРИАНТ ЗАДАНИЯ!

Экспериментальные результаты для оформления лабораторной работы студент берет в файле «Индивидуальные Задания».

В группах до 15 человек номер своего варианта Задания студент получает по своему номеру в учебной группе, либо кратным ему. Так в группах до 15 человек. Если группа больше 15 членов, то с номера 16 начинается новый отсчет; дойдя до своего номера, например 19, студент берет задание №4, которое использует для оформления отчета по лаб. работе.

ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

Обработка данных экспериментов, представленных в табл. 4, состоит из двух этапов. **На первом этапе** завершающей стадией является доказательство адекватности составленной математической модели процесса получения микрофильтрационных мембран на основе ПА-66. **Второй этап** заключается в использовании адекватной модели процесса для выработки предложений получения мембраны на основе ПА-66 с заданным размером пор и определенной производительностью. Такие мембраны необходимы для фильтрации конкретных водных сред: фруктовых соков, питьевой воды с повышенным содержанием взвешенных частиц, различных фруктово-ягодных вин и т.п. **Эта задача решается оптимизацией адекватной математической модели.**

Процесс *выполнения первого этапа* состоит в следующем:

1) Для экспериментальных данных табл. 3 выбирается вид математической модели процесса (*уравнения регрессии*) и составляется матрица планирования полного факторного эксперимента для двух факторов x_1 и x_2 для производительности мембран (Q, y_1) и для точки пузырька (T_n, y_2).

При этом руководствуются разделом *Составление матрицы планирования общего вида* в настоящей работе. В некоторых заданиях включен третий фактор.

2) Вычисляются коэффициенты b_i выбранных математических моделей (уравнений регрессии). По дисперсии воспроизводимости рассчитывается значимость коэффициентов уравнения, используя критерий Стьюдента. Дисперсия воспроизводимости коэффициентов рассчитывается по результатам параллельных опытов на нулевом уровне. В расчетах руководствуются разделом *Статистическая обработка результатов опытов по матрице планирования* настоящей работы. Если некоторые коэффициенты b_i модели оказываются незначимыми, решается вопрос оставить их в уравнении или члены с ними отбросить.

3) Рассчитывается адекватность принятой математической модели по критерию Фишера. Если с дисперсией воспроизводимости и числом степеней свободы для нее всё ясно из п. 2 (см. выше), то *дисперсию адекватности* рассчитывают, а число степеней свободы ее принимают равной 1 (единице). Коэффициент Фишера берут из таблиц в рекомендованной литературе. В расчетах руководствуются разделом *Проверка адекватности уравнения модели* в настоящей работе. Уравнение модели обычно оказывается адекватным при доверительной вероятности 95% ($p = 0,05$). Если же оно оказывается неадекватным *даже* при доверительной вероятности 80% ($p = 0,20$), то для решения вопроса о дальнейшем использовании уравнения регрессии (математической модели) надо обратиться к преподавателю или же искать ошибку в проведенных студентом расчетах.

Как результат первого этапа выполнения индивидуального задания, записывают окончательно оба принятые для дальнейшей работы математических уравнения модели: по производительности мембран и по точке пузырька мембран.

ОПТИМИЗАЦИЯ МАТЕМАТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ. ПОЛУЧЕНИЕ МЕМБРАН С ЗАДАНЫМИ СВОЙСТВАМИ

Второй этап индивидуального задания по лабораторному практикуму связан с выбором условий для получения мембран на основе ПА-66 с заданными свойствами (точкой пузырька и производительностью), отвечающим получению мембраны определенной марки. Мембраны на основе полиамидов маркируются в соответствии с размерами пор (табл. 5), по точке пузырька.

Таблица 5

Марки микрофльтрационных мембран на основе ПА-6

Размер пор, мкм	0,1	0,2	0,45	0,65	0,8	1,0	1,2	1,5	3,0
Производительность по дитиллированной воде при P = 1атм, мл/(см ² мин), в пределах	4 ÷ 6	7 ÷ 11	22 ÷ 40	45 ÷ 80	85 ÷ 100	120 ÷ 160	180 ÷ 220	230 ÷ 280	300 ÷ 360
Точка пузырька, атм	5,10	3,65	2,30	1,40	1,20	0,95	0,80	0,65	0,58
Прочность на разрыв сухих мембран, МПа, не менее	6,0	5,5	5,0	4,5	4,0	3,5	3,0	3,0	2,5
Удлинение при разрыве сухих мембран, % в пределах	15 ÷ 20	10 ÷ 15	—	8 ÷ 11	—	6 ÷ 9	6 ÷ 9	—	4 ÷ 7

По данным этой табл. 5 не представляет большого труда, выбрав заданный размер пор, например, 1 мкм (это одна из самых востребованных мембран), видеть, что такие мембраны должны иметь точку пузырька 0,95 атм и иметь производительность 120 - 160 л/см²·мин. Не трудно также указать примерные границы этих свойств, ориентируясь на ближайшие соседние марки мембраны.

В таком случае формулируется **Задача: на основе полученных математических моделей для получения мембран марки 1 мкм ($\pm 0,1$) мкм ($T_n = 0,95$ атм, среднее между 0,88 и 1,02 атм) необходимо выбрать факторы x_1 и x_2 такие, чтобы сформовать мембрану с требуемым диаметром пор и производительностью 120₁₀ - 160⁺¹⁰ л/см²·мин при постоянных всех остальных параметрах процесса.**

Если бы у нас была только одна характеристика мембран, задача нахождения

оптимальных параметров процесса формирования мембраны, была бы существенно проще. Для нахождения одного независимого, но оптимального параметра процесса, определяемого от нескольких варьируемых факторов, разработаны различные методы оптимизации на основе уравнения регрессии. Это метод кругого восхождения, симплексный метод и другие. В этих случаях *критерием оптимальности считается то свойство исследуемого объекта, для которого найдено адекватное уравнение регрессии* (адекватная математическая модель).

Если же, как в нашем случае, исследуется несколько сильно взаимосвязанных функций отклика (производительность мембраны и ее точка пузырька), да к тому же не установлена однозначно их связь, т.е. она не является простой и не может быть выражена простым соотношением, требуется вначале определиться с критерием оптимальности. Эта задача должна быть решена в первую очередь.

КРИТЕРИЙ ОПТИМАЛЬНОСТИ ДЛЯ МЕМБРАН

Оптимизацию исследований, характеризующихся несколькими исследуемыми параметрами процессов, необходимо свести к задаче оптимизации по одному критерию с ограничениями в виде равенств или неравенств. Наша задача — типично такая. У нас 2 (два) неопределенно зависимых друг от друга параметра: производительность мембраны и точка пузырька мембраны, характеризующая размер пор в мембране. Обе эти характеристики зависят от одних и тех же факторов, они выражены уравнениями регрессии. Необходимо эти два параметра свести в один критерий оптимизации.

Одним из наиболее удачных способов решения задачи оптимизации процессов с большим количеством откликов является использование в качестве обобщенного критерия оптимизации так называемой **обобщенной функции желательности D** . Этот способ был предложен Харрингтоном в 1965 г.

Для построения обобщенной функции желательности D он предложил преобразовать измеренные значения откликов y_i в размерную шкалу желательности d_i . Имея несколько значений откликов, преобразованных в шкалу d , можно при помощи арифметических операций скомбинировать обобщенный показатель желательности D как среднее геометрическое d :

$$D = \sqrt[k]{d_1 d_2 \dots d_k}. \quad (11)$$

В этом выражении D - обобщенный показатель желательности, а d_1, d_2, d_k - частные функции желательности в уравнениях регрессии с номерами от 1 до k .

При построении шкалы желательности удобно использовать метод количественных оценок с интервалом значений желательности от нуля до единицы. Значение $d = 0$ соответствует абсолютно неприемлемому значению данного отклика, а $d = 1$ — лучшему значению отклика, причём дальнейшее его улучшение или невозможно, или не представляет интереса. Промежуточные значения желательности и соответствующие им числовые отметки приведены в табл.б.

Базовые отметки шкалы желательности

Количественная отметка на шкале желательности	Желательность значения отклика
0,80 ÷ 1,00	Очень хорошо
0,63 ÷ 0,80	Хорошо
0,37 ÷ 0,63	Удовлетворительно
0,20 ÷ 0,37	Плохо
0,00 ÷ 0,20	Очень плохо

Такой выбор числовых отметок объясняется удобством **практических** вычислений по причине того, что $d_{\text{плохо}} = 1/e$ (e - основание натуральных логарифмов) $= 0,37 = d_{\text{плохо}}$, а $1 - 1/d_{\text{хорошо}} = 0,63$ (уже *хорошо*). Так что построенная в соответствии с табл. 6 шкала «желательностей d) будет представлять собой безразмерную шкалу, при помощи которой любой отклик может быть преобразован так, чтобы его можно было интерпретировать в терминах полезности или желательности для любого специфического применения.

В нашем случае, в случае мембран для фильтрации, целесообразны односторонние ограничения. Такие односторонние ограничения наиболее часто вообще встречаются на практике. Для нас это справедливо потому, что всегда ставится задача с помощью мембраны отделять из раствора частицы определенной величины и не более того. Конкретно: если нам требуется удалить, например, болезнетворные организмы из воды, а их размер *всегда* больше 100 мкм, то имея мембрану с размером пор не более 100 мкм, мы полностью избавимся с помощью такой мембраны от любых микробов. Ограничением в данном случае является размер пор, определяемый маркой мембраны.

Для односторонних ограничений вида $y \leq y_{\text{нор}}$ и $y \geq y_{\text{нор}}$ наиболее удобной формой преобразования y в d экспоненциальная зависимость

$$d = \exp[-\exp(-y')]; \quad y' = k_0 + k_1 \cdot y. \quad (12)$$

Коэффициенты k_0 и k_1 можно найти, если задать для двух значений y соответствующие значения желательности предпочтительно в интервале от 0,2 до 0,8. Тогда имея несколько откликов, преобразованных в шкалу желательностей d можно при помощи арифметических операций скомбинировать из этих различных d некий обобщенный показатель желательности D :

$$D = \sqrt[k]{d_1 d_2 \dots d_k}. \quad (13)$$

Очевидно, что если в уравнении (13) какое-либо $d_i = 0$, то и $D = 0$. Более того, на D сильно влияют именно небольшие значения d_i . Важно еще и то, что уравнение (13) позволяет применить единый способ задания базовых отметок шкалы желательности из табл. 6 как для частных желательностей, так и для обобщенной желательности. Это ясно из того, что если все d_i будут равны 0,37, то и $D = 0,37$. С обобщенной функцией желательности D можно проделывать все вычислительные операции при исследовании и оптимизации процесса. Применение обобщенной функции желательности D оказалось очень эффективным при разработке рецептур и технологии получения новых полимерных материалов. Мы применяем эту функцию желательности при разработке технологии получения мембран.

Пример использования уравнений регрессии для технологии изготовления мембраны марки 1 мкм на основе ПА-66

По экспериментальным результатам по матрице планирования были получены адекватные уравнения регрессии:

$$\tilde{y}_Q = 56,25 + 10x_1 + 11,25x_2 - 16,5x_1x_2. \quad (14)$$

$$\tilde{y}_{T.n.} = 1,525 - 0,125x_1 - 0,350x_2 + 0,150x_1x_2. \quad (15)$$

Первое из этих уравнений относится к производительности мембран, второе - к точке пузырька.

Этап 1. Прежде всего применим уравнения регрессии для расчета свойств мембраны при изменении x_1 и x_2 несколько выходя за пределы исследуемого факторного пространства. Фрагменты этих расчетов показаны в табл. 7 и 8.

Таблица 7

Значения точки пузырька мембран,
рассчитанные по уравнению регрессии

x_1	x_2								
	40 (-1)	41 (-0,6)	42 (-0,2)	42,5 (0)	43 (0,2)	44 (0,6)	45 (1,0)	46 (1,4)	47 (1,8)
93 (3)	1,05	1,09	1,13	1,15	1,17	1,21	1,25	1,29	1,33
92 (2)	1,33	1,31	1,29	1,28	1,27	1,25	1,23	1,21	1,19
91 (1)	1,60	1,52	1,44	1,44	1,36	1,28	1,20	1,12	1,04
90 (0)	1,88	1,74	1,60	1,53	1,46	1,32	1,18	1,04	0,90
89 (-1)	2,15	1,95	1,75	1,65	1,55	1,35	1,15	0,95	0,75
88 (-2)	2,43	2,17	1,91	1,78	1,65	1,39	1,13	0,87	0,61
87 (-3)	2,70	2,38	2,06	1,90	1,74	1,42	1,10	0,78	0,46

Таблица 8

Значения производительности мембран,
рассчитанные по уравнению регрессии

x_1	x_2								
	40 (-1)	41 (-0,6)	42 (0,2)	42,5 (0)	43 (0,2)	44 (0,6)	45 (1,0)	46 (1,4)	47 (1,8)
93 (3)	124,5	109,2	93,9	86,25	78,6	63,4	48,0	32,7	17,4
92 (2)	98,0	89,3	80,6	76,25	71,9	63,2	54,5	45,8	37,1
91 (1)	71,5	69,4	67,3	66,25	65,2	63,1	61,0	58,9	56,8
90 (0)	45,0	49,5	54,0	56,25	58,5	63,0	67,5	72,0	76,5
89 (-1)	18,5	29,6	40,7	46,25	51,8	62,9	73,6	85,1	96,2
88 (-2)		9,7	27,4	36,25	45,1	62,8	79,7	98,2	115,9
87 (-3)			14,1	26,25	38,4	62,7	86,2	111,3	135,6

Ориентируясь на конкретную марку микрофильтрационных мембран по табл. 5, нетрудно указать технологический режим получения выбранной мембраны по табл. 7 и 8. Из этих таблиц ясно, что для получения мембран марки 1,0 мкм, например, следует брать соотношение муравьиной кислоты и воды в формовочном растворе 87:13 или

88:12 мас. % и 46 – 47%-ные осадительные ванны в таблицах они выделены серым цветом).

Этап 2. Проведение виртуальных экспериментов по уравнению регрессии.

Проведем виртуальные опыты по получению мембран на основе ПА-66 при различных значениях x_1 и x_2 и определим производительность и точку пузырька полученных мембран (фактически - рассчитаем по уравнениям регрессии). Таких опытов по получению мембран данной марки набралось 7, их результаты представлены в табл. 9.

Таблица 9

Результаты работ по формированию мембран марки 1,0 мкм

№ опыта	ω (ПА-66) в формовочном растворе	ω (МК) : ω (H ₂ O) в формовочном растворе, %	ω (МК) в осадительной ванне, %	Т.п., атм	Q, мл/(см ² мин)	Примечания
1	16	87:13	45	0,78	86,8	
2	16	87:13	46	0,70	91,5	
3	16	87:13	47	0,93	98,9	
4	16	87:13	48	0,94	127,7	
5	16	88:12	47	0,75	98,1	
6	16	88:12	48	0,68	105,6	
7	16	88:12	49	0,65	105,6	небольшие дефекты

Результаты экспериментов были обработаны с помощью обобщённого критерия оптимизации - обобщённой функции желательности D . Для её построения измеренные значения откликов преобразуются в безразмерную шкалу желательности d .

Преобразование y в d осуществляется по формуле (12):

$$d = \exp [-\exp(-y')], \quad \text{где } y' = b_0 + b_1 y.$$

Подставим значения d в это уравнение. Имеем:

$$0,8 = \exp [-\exp(-y')] \quad \text{и} \quad 0,2 = \exp [-\exp(-y')],$$

$$1/0,8 = 1,25 = \exp [\exp(-y')] \quad \text{и} \quad 1/0,2 = 5 = \exp [\exp(-y')].$$

Дважды логарифмируя эти выражения, получим

$$-y' = \ln (\ln 1,25) = -1,500 \quad \text{и} \quad -y' = \ln (\ln 5) = 0,476.$$

Тогда имеем систему уравнений:

$$1,500 = b_0 + 160 b_1$$

$$0,476 = -b_0 - 50 b_1 \quad (3).$$

Решение этой системы уравнений даёт $b_1 = 0,00941$ и $b_0 = -0,00544$.

Таким образом, частная функция желательности имеет вид

$$d_1 = \exp [-\exp (0,00544 - 0,00941 y_1)].$$

Аналогично получена частная функция желательности d_2 :

$$d_2 = \exp [-\exp (-0,79168 - 0,74560 y_1)].$$

Для всех опытов табл. 15 рассчитываем частные d_i и обобщённую D функции желательности по уравнению (13). Результаты расчетов приведены в табл. 10.

Таблица 10

**Частные и обобщённые функции желательности
для мембран марки 1,0 мкм**

№ опыта	d_1	d_2	D
1	0,642	0,906	0,763
2	0,655	0,764	0,707
3	0,673	0,797	0,743
4	0,999	0,799	0,893
5	0,670	0,772	0,719
6	0,761	0,690	0,725
7	0,756	0,690	0,722

Наибольшее значение обобщённой функции желательности получено в **четвёртом** опыте. *Используя в нём композицию (МК : H₂O = 87:13, 16% ПА-66, осадительная ванна 40 % МК) можно рекомендовать для получения мембран марки 1,0 мкм.*

4. Содержание отчета по лабораторной работе.

Отчет по индивидуальному заданию:

ОТЧЕТ оформляется в соответствии с принятыми на кафедре нормами и правилами. Таблицы, графики, рубрикация текста, ссылки на литературу и прочее изложены в специальной метод. разработке кафедры: **Н.А.Козлов. Нормоконтроль и ОФОРМЛЕНИЕ** дипломных и курсовых проектов, дипломных работ и квалификационных выпускных работ бакалавров: методическое руководство для студентов и преподавателей / - Владимир; Изд-во Владим. гос. ун-та, 2008. - 120 с. Имеется в библиотеке в достаточном количестве.

Отчет по лабораторной работе должен включать в себя:

- титульный лист;
- теоретическая часть;
- цель работы;
- оборудование, приборы и вспомогательные средства;
- расчетную (практическую) часть;
- выводы по лабораторной работе;
- список использованных источников.

5. Контрольные вопросы:

1. Перечислите этапы научно-исследовательской работы и раскройте их содержание.
2. Тема исследования и ее место в науке. Виды научных тем и этапы выполнения.
3. Перечислите основные источники научно-технической информации и дайте их краткую характеристику.
4. Объясните, как искать в научно-технической библиотеке необходимые Вам

источники информации. Что такое УДК и как эту систему использовать в работе.

5. Обоснуйте преимущества Интернет - источников научно-технической информации. Укажите недостатки Интернета.

6. Объясните процедуру сбора, обработки и использования научно-технической информации для конкретной НИР.

7. Поясните смысл и цели экспериментального исследования. Классификация экспериментов. Организация рабочего места исследователя.

8. Выбор средств измерений в экспериментах. Требования к ним и их общая характеристика.

9. Рабочий журнал исследователя и правила его ведения.

10. Порядок проведения экспериментов по матрице планирования. Выбор математической модели планового эксперимента. Нахождение коэффициентов модели и оценки их значимости.

11. Оценка адекватности математической модели эксперимента

12. Функция желательности как критерий оптимизации для мат. модели. Ее вычисление.

6. Список рекомендуемой литературы

а) основная литература:

1. Основы научных исследований / Б.И. Герасимов, В.В. Дробышева, Н.В. Злобина и др. - М.: Форум: НИЦ Инфра-М, - 272 с. – 2013.

2. Шкляр М.Ф. Основы научных исследований [Элек. ресурс]: учебное пособие для бакалавров/ Шкляр М.Ф.— М.: Дашков и К, - 2013, 244 с.

3. Основы научных исследований. Организация и планирование эксперимента [Электронный ресурс]: учебное пособие / Р.Г. Сафин, А.И. Иванов, Н.Ф. Тимербаев. - Казань: Издательство КНИТУ, 2013г.

Дополнительная литература

1. Кузнецов И.Н. Основы научных исследований [Электронный ресурс]: учебное пособие для бакалавров/ Кузнецов И.Н.— Электрон. текстовые данные.— М.: Дашков и К, 2013 — 284 с.

2. Основы научных исследований [Электронный ресурс]: Учебное пособие / Кожухар В.М. - М.: Дашков и К, 2012- 216с

3. Башлы, П. Н. Информационная безопасность и защита информации [Электронный ресурс]: Учебник / П. Н. Башлы, А. В. Бабаш, Е. К. Баранова. - М.: РИОР, - 2013. 222 с.

Рекомендуется поиск по сайтам www.educom.ru/ и www.atnu.narod/tvorit.html.