علمی- فنی

کاربرد طراحی آزمایش و تحلیل آماری در آمیزه‌کاری لاستیک، مطالعه‌ی موردی؛ استفاده از آلی‌رُس در آمیزه‌ی ترد تایر، در قالب طرح آزمایش فاکتوریل دوسطحی

The Use of Design of Experiments and Statistical Analysis in Rubber Compounding: The Case Study of Organoclay Use in Tyre Tread Compound based on two levels Factorial Design of Experiment.

چکیده:

با هدف شناخت پتانسیل طراحی آزمایش و تحلیل آماری در مطالعات آمیزه‌کاری لاستیک، از طرح آزمایش سه فاکتوری در دو سطح برای مطالعات اثر آلی‌رُس بر ویژگی‌های پخت و سایر ویژگی‌های کلیدی آمیزه‌ی رویه‌ی تایر سواری رادیال استفاده شد. مدل‌های رگرسیون خطی توسعه داده شده بر اساس طرح آزمایش فاکتوریل دوسطحی، شامل اثرات اصلی درجه‌ی اول و اثرات برهمکنشی و اعتبار سنجی، برای شناخت رفتارها و بهینه‌سازی و توسعه‌ی فرمول در حضور آلی‌رس مورداستفاده قرار گرفت. در این مطالعه مشاهده شد با استفاده از حدود ۱ قسمت وزنی آلی‌رس در کنار کاهش جزئی گوگرد می‌توان به شرایط کاهش قابل‌توجه زمان پخت آمیزه‌ی لاستیکی در کنار حفظ نسبی سایر ویژگی‌های کلیدی آمیزه‌ی رویه‌ی تایر دست‌یافت.

واژه‌های کلیدی: آمیزه‌کاری لاستیک، آلی‌رس، تحلیل رگرسیون، بهینه‌سازی.

نوع مقاله: پژوهشی

مهدی شیوا[1]* و سیدعلی ضیاتبار[2]

۱- گروه مهندسی شیمی، دانشگاه صنعتی بیرجند

۲- واحد تکنولوژی، شرکت کویرتایر

* عهده دار مکاتبات:

mehdishiva@birjandut.ac.ir

تاریخ دریافت: ۹۵/۹/۲۵

تاریخ پذیرش: ۹۶/۱/۱۶

مقدمه:

آمیزه‌کاری و طراحی آمیزه‌ی لاستیکی مبحثی مهم و جذاب در صنعت لاستیک است و ارتقای دانش فنی در این زمینه بر افزایش کیفیت و کاهش هزینه‌ی محصول تأثیر به‌سزایی دارد. با توجه به ماهیت پیچیده‌ی آمیزه‌کاری لاستیک، بیشتر تلاش‌ها در توسعه‌ی فرمول لاستیکی مبنای تجربی دارد. از آن‌جا که طراحی آمیزه بر مبنای تجربی نیازمند مراحل تهیه‌ی مواد، توزین، اختلاط، شکل‌دهی، پخت و ثبت طیف گسترده‌یی از ویژگی‌های فیزیکی- مکانیکی و فرایندی‌ست، همواره توسعه‌ی فرمول قطعه‌ی لاستیکی مستلزم صرف هزینه و وقت قابل‌توجهی بوده است. از این‌رو همواره جست‌وجوی رویکردهایی که بتوانند کار تجربی را مؤثرتر و کارآمدتر سازند مورد هدف بوده است. رویکردهای آماری[1] و رویکردهای دانش‌بنیان[2] دو ابزار مهم برای شناخت رفتارها و نیز طراحی آمیزه‌ی لاستیکی به‌حساب می‌آید. منظور

1. Statistical Based Approaches 2. Knowledge based Approaches

از رویکردهای آماری در اینجا مجموعه‌یی از فنون طراحی آزمایش، تحلیل رگرسیون، تحلیل واریانس و بهینه‌سازی‌ست[۱]. در بین انواع طراحی‌های آزمایش، طرح فاکتوریل و سطح پاسخ، کاربرد مطمئنی برای اهداف آمیزه‌کاری دارد. در واقع نوع اول عمدتاً برای اهداف غربال‌گری و کاهش تعداد متغیرها و تعیین متغیرهای مهم‌تر برای یک هدف خاص استفاده می‌شود؛ درحالی‌که طرح آزمایش سطح پاسخ عمدتاً بعد از طرح غربالی (و شناخت عوامل تأثیرگذار اصلی) اجرا می‌شود و مدل‌های سطح پاسخ به‌دست آمده می‌تواند برای شناخت رفتارها و نیز اهداف بهینه‌سازی استفاده شود [۱].

در این مقاله در قالب یک مطالعه‌ی موردی، به کاربرد طراحی آزمایش فاکتوریل دوسطحی به‌عنوان ساده‌ترین رویکرد آماری برای شناخت رفتارها و توسعه‌ی محصول لاستیکی آدرس داده شده است. این مطالعه یک هدف را دنبال می‌کند؛ به‌دست آوردن حداکثر اطلاعات قابل‌اطمینان از حداقل کار تجربی.

طراحی آزمایش

آزمایش‌های زیادی برای پژوهش، توسعه و بهینه‌سازی یک سیستم، فرایند یا یک محصول در آزمایشگاه‌ها، واحدهای پایلوت، واحدهای صنعتی و ... انجام می‌شود. یک آزمایش می‌تواند فیزیکی و یا بر پایه‌ی مدل باشد، و می‌تواند به‌طور مستقیم روی موضوع و یا روی مدل انجام شود. آزمایش جایگاه مرکزی در علوم دارد به‌ویژه امروزه که علم در مورد مسائل پیچیده صحبت می‌کند. برای افزایش کارایی آزمایش‌ها ضروری‌ست که چیزی کاملاً جدید به پژوهش‌های کلاسیک نوین اضافه شود. یک نوع ابداع می‌تواند استفاده از رویکردهای ریاضی آماری یا توسعه‌ی طراحی آزمایش‌ها DOE باشد. DOE، یک رویکرد طرح‌ریزی‌شده برای تعیین روابط علت و معلول است. طراحی آزمایش مشتمل بر یافتن مجموعه‌ی بهینه‌شده‌ی آزمایش‌ها و پارامترهای اندازه‌گیری بوده و به طراحی بهینه‌ی آزمایش‌ها[1] یا برنامه‌ریزی آزمایش‌ها[2] نیز موسوم است. به کمک DOE، فاکتورهای مهم تأثیرگذار یک فرایند شناسایی و اسکن شده و مدل‌های تجربی فرایند توسعه می‌یابد. بنابراین با استفاده از یک طرح آزمایش آماری، امکان گردآوری حداکثر اطلاعات با حداقل صرف وقت و هزینه میسر می‌شود. طراحی آزمایش باید به ساده‌ترین شکل ممکن بوده و با نیازمندی‌های مسأله سازگار باشد. بنابراین طراحی آزمایش‌ها نیازمند رویکردی جدید برای پژوهش بوده، و از روش‌های سنتی (کلاسیک) پژوهش تجربی بسیار فاصله دارد. رویکرد سنتی نیازمند صرف هزینه‌ی قابل‌ملاحظه بوده و زمان‌برتر است، برای تأثیر هر فاکتور تجربی لازم است همه‌ی متغیرهای دیگر ثابت در نظر گرفته شده و فاکتور موردنظر تغییر کند. برای بررسی کامل اثرات ۵ فاکتور در ۵ سطح، لازم است ۵۵ یا ۳۱۲۵ حالت مختلف بدون تکرار مورد آزمایش قرار بگیرد. بنابراین در عمل یا تعداد فاکتورها و یا تعداد سطوح کاهش می‌یابد که در هر دو حالت، اطمینان به نتایج بر اساس نتایج تجربی کاهش می‌یابد. یک مشکل مهم در آزمایش‌های کلاسیک، عدم اعمال اثرات برهمکنش بین فاکتورهاست که تأثیر بسیار زیادی بر خطای تخمین پاسخ‌ها به‌صورت تابعی از فاکتورها دارد. مشکل دیگر، در تخمین فقدان برازش مدل ریاضی به‌دست آمده است زیرا معمولاً خطای آزمایش از دست می‌رود. در نهایت تفسیر نتایج آزمایش کلاسیک دشوار است زیرا به خاطر تعداد زیاد جداول و گراف، تحلیل هم‌زمان ممکن نیست. بیشتر این مشکلات با استفاده از طراحی آزمایش‌ها و افزایش توأم در کارایی پژوهش تجربی قابل‌حل است. مثال اشاره شده با ۵ فاکتور را می‌توان با طراحی آزمایش قابل چرخش درجه دوم ۳۲ تایی انجام داد. از مشخصه‌های طراحی آزمایش‌ها این‌ست که از مدل‌های چندجمله‌یی استفاده

1. Optimal Design of Experiments
2. Experimental Planning

می‌کند و کیفیت تقریب می‌تواند با افزایش درجه‌ی چندجمله‌یی بهبود یابد. چنین مدل‌هایی به‌ویژه برای حل مسائل پیچیده که در آن‌ها اثرات برهمکنش حائز اهمیت هستند و فاکتورهای زیادی دارند مناسب‌اند. یک آزمایش طراحی‌شده یا فعال بر اساس مفاهیم متدولوژیکی عمومی نظیر آنالیز رگرسیون و همبستگی[1]، تحلیل واریانس، تصادفی سازی، تکرار، آزمایش متناوب، تقریب آماری و... بنیان نهاده شده است.

طراحی آزمایش فاکتوریل و تحلیل آماری:

با طرح‌های فاکتوریل، مطالعه‌ی هم‌زمان چندین عامل[2] برای یک فرایند یا محصول میسر می‌شود. انجام آزمایش با تغییر سطوح فاکتورها به‌طور هم‌زمان نسبت به حالت سنتی و کلاسیک[3]، زمان و هزینه‌ی کمتری نیازمند است و همچنین امکان مطالعه‌ی اثرات متقابل وجود دارد.

چهار گروه طراحی‌های فاکتوریل عبارت‌اند از:

(۱) Two-level Full Factorial Designs,

(۲) General Full Factorial Designs,

(۳) Fractional Factorial Designs,

(۴) Plackett-Burman Designs.

طراحی‌های فاکتوریل Fractional و Two-Level Full و Plackett-Burman از جمله طرح‌های غربالی[4] هستند که توسط آن‌ها فاکتورهای مهم تأثیرگذار بر خروجی فرایند یا کیفیت محصول شناسایی و غربال می‌شود. این طرح‌ها برای برازش مدل‌های درجه اول (اثرات خطی) مناسب است. در یک طرح آزمایش فاکتوریل کامل، پاسخ در تمام حالات ممکن فاکتورها اندازه‌گیری می‌شود.

پژوهش تجربی یک فرایند با k فاکتور و یک پاسخ می‌تواند با احتساب همه‌ی ترکیب فاکتورها در دو سطح مورد ملاحظه قرار بگیرد که به آن طراحی فاکتوریل دوسطحی[5] گفته می‌شود. با به‌کارگیری فرمول‌های تبدیل زیر، سطوح همه‌ی متغیرها به ۱+ (سطح بالا) و ۱- (سطح پایین) تبدیل می‌شود (مختصات بدون بُعد).

$$z_j^0 = \frac{z_j^{\max} + z_j^{\min}}{2} \quad \Delta z_j = \frac{z_j^{\max} - z_j^{\min}}{2} \quad x_j = \frac{z_j - z_j^o}{\Delta z_j}$$

$$j=1,2,\ldots k \qquad (۱)$$

z_j مقادیر اصلی فاکتورها

برای یک طرح 2^3 رابطه رگرسیون کامل به‌صورت زیر نوشته می‌شود:

$$f(x_1,x_2,x_3,\ldots\beta_0,\ldots\beta_3,\beta_{12},..\beta_{23},\beta_{123}) =$$
$$\beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 +$$
$$\beta_{23} x_2 x_3 + \beta_{123} x_1 x_2 x_3 \qquad (۲)$$

$\beta_{12},\beta_{13},\beta_{23}$ اثر برهمکنش‌های دوتایی و β_{123} اثر برهمکنش‌های سه‌تایی را احتساب می‌کند.

مربع ریشه‌های واریانس ضرایب مقدار یکسانی داشته و از رابطه‌ی زیر به‌دست می‌آید:

$$s_{\beta_j} = s_{\beta_{jl}} = s_{\beta_{jlm}} = \frac{s_{rp}}{\sqrt{N}} \qquad (۳)$$

که

$$s_{rp}^2 = \sum_{i=1}^{p} (y_i^0 - \bar{y}^0)^2 / 2 \qquad (۴)$$

P: تعداد تکرارها

سپس اهمیت هر ضریب با توجه به آزمون t-student مشخص می‌شود:

$$t_i = \frac{|\beta_i|}{s_{\beta i}} \qquad (۵)$$

اگر ti از $t_{\alpha/2;\nu}$ جدول بزرگ‌تر باشد، ضریب رگرسیون موردنظر از نظر آماری حائز اهمیت است. البته به‌یاری آنالیز واریانس نیز می‌توان اهمیت ضرایب مدل فاکتوریل را تعیین کرد.

بر اساس بزرگی ضرایب مدل رگرسیون خطی، قدرت تأثیر فاکتور مربوطه بر پاسخ مشخص می‌شود. هرچه β_i بزرگ‌تر باشد تأثیر آن بر پاسخ شدیدتر خواهد بود. علامت

1. Correlation 2. Factor 3. One at a time 4. Screen 5. Two-level

آن ضرایب نیز مهم است. اگر β_i مثبت باشد، افزایش آن فاکتور، منجر به افزایش پاسخ می‌شود. اگر علامت آن منفی باشد، افزایش مقدار آن فاکتور تأثیر کاهشی بر پاسخ دارد.

در پایان اهمیت مدل آماری به کمک تحلیل فیشر بررسی می‌شود.

$$F = \frac{s_{rz}^2}{s_{rp}^2} \quad (۶)$$

که

$$s_{rz}^2 = (\sum_{i=1}^{N}(y_i - \hat{y}_i)^2 /(N - n_\beta) \quad (۷)$$

n_β تعداد ضرایب رگرسیون و N تعداد داده‌های تجربی است. هم‌چنین y_i و $\hat{y}_i$ به‌ترتیب مقدار داده تجربی (واقعی) و مقدار پیش‌بینی مدل است.

مقدار F محاسبه شده با مقدار F تئوری جدول مقایسه می‌شود چنانچه از مقدار تئوری کمتر باشد مدل از لحاظ آماری کفایت می‌کند.

در یک طرح فاکتوریل General Full، فاکتورهای تجربی می‌تواند چندین سطح مختلف داشته باشد و طرح آزمایش شامل همه‌ی حالت‌های ممکن برای سطوح فاکتورهاست. این‌گونه طرح‌ها می‌تواند برای غربال کردن‌های کوچک یا بهینه‌سازی استفاده شود.

استفاده از مدل رگرسیون و تحلیل بر اساس ضرایب مدل و آماره‌های مرتبط با آن، ترسیم منحنی اثرات اصلی[1] و برهمکنشی[2] مهم‌ترین روش‌های تحلیل و مطالعه‌ی اثرات در طرح آزمایش فاکتوریل است.

بخش تجربی

- طراحی آزمایش فاکتوریل ۳ عاملی در دو سطح

در این مطالعه اثرات استفاده از آلی‌رس (بنتونیت اصلاح شده با نمک‌های آمونیوم) در آمیزه‌ی رویه‌ی (ترد) تایر سواری رادیال با هدف امکان‌سنجی کاهش زمان پخت این آمیزه در کنار حفظ سایر ویژگی‌های بررسی شده است. از طراحی آزمایش سه متغیره در دو سطح استفاده شد. سه متغیر موردبررسی شامل مقدار شتاب‌دهنده، مقدار گوگرد و مقدار آلی‌رس است [۲]. آمیزه‌ی مستر مورداستفاده، آمیزه‌ی نرمال رویه‌ی تایر سواری بر پایه‌ی کائوچوی SBR/BR است. سطح متغیرها به‌شرح زیر تغییر داده شد:

شتاب‌دهنده: ۰٫۶ تا ۱٫۳ قسمت وزنی

گوگرد: ۱ تا ۱٫۵ قسمت وزنی

آلی‌رس: ۰ تا ۲ قسمت وزنی

بر اساس طراحی آزمایش فاکتوریل کامل، برای سه متغیر در ۲ سطح، در مجموع ۸ آمیزه طراحی شده است.

- تهیه‌ی آمیزه

آمیزه‌ها روی میل دوغلتکی و در شرایط کاملاً یکسان تهیه شد. برای تهیه‌ی آمیزه‌ها مقادیر توزین شده‌ی گوگرد، شتاب‌دهنده و آلی‌رس به‌مقدار مشخص برای هر نقطه‌ی طرح آزمایش به نمونه‌ی مستر روی میل دوغلتکی اضافه شد. یکی از نقاط طرح آزمایش که در واقع همان فرمول نرمال و روتین خط است نیز دو بار تهیه شد.

- پخت و ثبت ویژگی‌ها

۹ آمیزه‌ی نهایی (۸ آمیزه بر اساس طرح آزمایش و یک تکرار) بعد از گذشت زمان یک روز مورد آزمون رئومتری قرار گرفت و سپس نمونه‌ها برای انجام آزمون‌های سایش، رشد ترک دی‌متیا، کشش، جهندگی و سختی، در شرایط دمایی ۱۴۵ درجه‌ی سانتی‌گراد پخت شدند. آزمون‌ها مطابق استانداردهای موجود انجام شده است. ویژگی‌های اندازه‌گیری شده شامل ویژگی‌های رئومتری در دمای ۱۸۵ درجه‌ی سانتی‌گراد به مدت ۵ دقیقه، شامل گشتاور حداقل (ML)، گشتاور حداکثر (MH)، گشتاور اختلاف (DH) برحسب lb-in، زمان ایمنی (TS) برحسب ثانیه، زمان پخت بهینه

1. Main Effects 2. Interaction

(TP90) برحسب ثانیه، سرعت پخت (p.r) برحسب lb-in/min، ویژگی‌های فیزیکی-مکانیکی شامل سختی[1] برحسب Shore A، جهندگی[2] برحسب ٪، استحکام کششی[3] برحسب MPa، ازدیاد طول تا نقطه‌ی پارگی[4]، مدولوس ۳۰۰ (M300) برحسب MPa، مقاومت در برابر پارگی[5] برحسب KN/m، سایش[6] برحسب mm^3 و رشد ترک دی‌متیا در سیکل ۲۰۰۰۰ (DCG20) برحسب mm گزارش شده است.

- رویکرد مورداستفاده برای توسعه‌ی فرمول / تحلیل و توسعه‌ی مدل خطی فاکتوریل

داده‌های گردآوری‌شده در نرم‌افزار MINITAB مورد تحلیل واریانس (ANOVA) قرار گرفت. همچنین مدل برازش خطی با احتساب اثرات برهمکنش و بعد از حذف فاکتورهای کم‌اهمیت از لحاظ آماری، برای همه‌ی ویژگی‌ها برحسب سه متغیر موردمطالعه توسعه داده شد. در نهایت منحنی‌های اثرات اصلی ترسیم شد.

- بهینه‌سازی و توسعه‌ی فرمول مدل نهایی

با استفاده از نرم‌افزار MINITAB و الگوریتم برنامه‌ریزی غیرخطی بر مبنای مدل‌های رگرسیون خطی توسعه‌یافته، و با تعیین مقدار مناسب برای هر ویژگی، تعدادی فرمول بهینه توسعه یافت.

نتیجه‌ها و بحث

در جدول (۱) و (۲) نتیجه‌های رئومتری و ویژگی‌های فیزیکی- مکانیکی آمیزه‌ها ارائه شده است. از این داده‌ها برای توسعه‌ی مدل فاکتوریل خطی و نیز نمایش منحنی‌های اثرات اصلی و برهمکنشی استفاده شده است. در شکل‌های (۱) تا (۱۲) منحنی‌های اثرات اصلی برای ویژگی‌های مختلف آمیزه‌ی لاستیکی ترسیم شده است. هم‌چنین مدل‌های اثرات برهمکنش موردبررسی قرار گرفت. اثرات برهمکنشی به‌جز ویژگی رشد ترک (DCG20)، برای سایر ویژگی‌ها حائز اهمیت نبود. تحلیل واریانس مدل‌ها نشان داد در سطح اطمینان ۵٪ تنها اثرات برهمکنش مدل رشد ترک از لحاظ آماری حائز اهمیت است. در جدول (۳) ضرایب مدل کامل، آماره‌ی t و P حاصل از آزمون t-student برای هر ضریب مدل رشد ترک آمده است. منحنی اثرات برهمکنشی برای رشد ترک دی‌متیا نیز در شکل (۱۳) نشان

جدول ۱- طراحی آزمایش و نتیجه‌های رئومتری آمیزه‌ها

شماره آمیزه	p.r	Tp90	Sc	DH	MH	NC	S	CBS
۱	۱۸٫۰۲	۲۰۶	۱۰۹	۲۲٫۳	۳۰٫۳۶	۰	۱٫۵	۱٫۳
۲	۱۱٫۷	۲۲۳	۱۱۹	۱۷٫۳۶	۲۴٫۹۳	۰	۱	۱٫۳
۳	۱۱٫۷	۱۸۴	۱۰۰	۱۳٫۸۵	۲۱٫۵۹	۲	۱	۰٫۶
۴	۵٫۴	۲۷۴	۱۴۲	۱۱٫۸۷	۱۹٫۴۹	۰	۱	۰٫۶
۵	۲۷٫۳	۱۴۹	۸۴	۲۲٫۸	۳۰٫۳۹	۲	۱٫۵	۱٫۳
۶	۱۸٫۹	۱۶۲	۹۵	۱۷٫۷۶	۲۵٫۳۳	۲	۱	۱٫۳
۷	۱۴٫۱	۱۷۵	۸۸	۱۸٫۵	۲۶٫۱۲	۲	۱٫۵	۰٫۶
۸	۸٫۹	۲۴۹	۱۲۱	۱۷٫۰۶	۲۴٫۴۹	۰	۱٫۵	۰٫۶
۹	۲۰٫۴	۱۹۳	۱۰۲	۲۳٫۲۵	۳۰٫۵۸	۰	۱٫۵	۱٫۳

1. Hardness 2. Resilience 3. Tensile 4. Elongation 5. Tear 6. Abrasion

جدول ۲- ویژگی‌های فیزیکی- مکانیکی آمیزه‌های لاستیکی در شرایط پخت ۱۴۵ °C و ۴۵ min

شماره آمیزه	DCG20	Abrasion	Tear	M300	Elongation	Tensile	Resilience	Hardness
۱	۱۹٫۵	۱۱۶٫۵	۳۴٫۰	۱۲٫۳	۳۹۷٫۵۳	۱۶٫۹	۲۰٫۶	۶۴
۲	۱۰٫۲	۱۰۳٫۹	۳۳٫۵	۸٫۶	۵۱۸٫۹۱	۱۶٫۰۵	۱۴٫۹	۶۴
۳	۱۰٫۲	۱۲۴٫۹	۴۳٫۰	۷٫۵	۵۳۳٫۶۳	۱۴٫۶	۱۱٫۶	۶۲
۴	۸٫۰۳	۹۹٫۸	۳۵٫۳	۶٫۱	۶۱۰٫۵۹	۱۳٫۶۳	۱۱٫۶	۶۳
۵	۱۸٫۴	۱۲۴٫۹	۲۴٫۲	۱۲٫۹	۳۵۹٫۰۳	۱۵٫۷۵	۱۸٫۶	۷۱
۶	۱۱٫۴	۱۲۴٫۸	۳۸٫۶	۸٫۱	۴۲۴٫۷۷	۱۱٫۸۷	۱۴٫۹	۶۷
۷	۱۳٫۲	۱۳۷٫۳	۳۹٫۷	۹٫۱	۴۴۶٫۱۵	۱۳٫۹۷	۱۶٫۷	۶۳
۸	۱۰٫۲	۱۱۲٫۴	۴۰٫۲	۸٫۸	۴۸۹٫۲۸	۱۵٫۵۴	۱۶٫۷	۶۴
۹	۱۹٫۳	۱۱۰٫۶	۳۷٫۴	۱۱٫۳	۳۷۲٫۹۶	۱۴٫۱۲	۲۰٫۶	۶۵

داده شده است. چنانچه مقدار آماره P محاسبه شده برای هر ضریب مدل کمتر از ۰٫۰۵ باشد، آن ضریب در سطح اطمینان ۹۵٪ تأثیر معنی‌داری بر ویژگی موردنظر دارد. مقدار P برای ضرایب مدل رشد ترک مطابق جدول (۳) برای CBS و S کمتر از ۰٫۰۵ است. از طرفی ترم‌هایCBS*S و CBS*NC نیز از لحاظ آماری حائز اهمیت تشخیص داده شده است. شکل (۱۳) این اثرات را به‌خوبی نمایش داده است. از لحاظ تأیید مدل می‌توان گفت با عنایت به مقادیر بالای R^2، همچنین P_Value مدل کمتر از ۰٫۰۵، مدل توسعه داده شده در جدول (۳) از لحاظ آماری صلاحیت و کفایت دارد.

همان‌طور که اشاره شد مدل‌های رگرسیون خطی توسعه داده شده بر اساس طرح آزمایش فاکتوریل دوسطحی، شامل اثرات اصلی درجه اول و اثرات برهمکنشی است. با عنایت به‌عدم اهمیت آماری ترم‌های برهمکنشی (به‌جز رشد ترک) که از طریق تحلیل واریانس ضرایب مدل و نیز مشاهده‌ی منحنی‌های اثرات برهمکنشی تائید شده است، برای توسعه‌ی مدل ویژگی‌های مختلف موردمطالعه در این پژوهش از این ترم‌ها صرف‌نظر شد و مدل‌های رگرسیون خطی با احتساب اثرات اصلی توسعه داده شد. در جدول‌های (۴) و (۵) ضرایب مدل‌های کوتاه شده[1] با حذف اثرات برهمکنشی در کنار آماره‌های تائیدی آمده است. آماره‌های t و P اشاره نشده است و صرفاً مقادیر ضرایب ارائه شده است.

جدول ۳- نتیجه‌های برازش با مدل خطی با احتساب اثرات برهمکنشی برای رشد ترک دی‌متیا

خاصیت (پاسخ)	DCG20			
ضریب	ضریب	خطای استاندارد SE	آماره T	آماره P
constant	۱۲٫۶۲۹	۰٫۰۴۸۴۱	۲۶۰٫۸۶	۰٫۰۰۲
CBS	۲٫۲۲۱	۰٫۰۴۸۴۱	۴۵٫۸۸	۰٫۰۱۴
S	۲٫۶۷۱	۰٫۰۴۸۴۱	۵۵٫۱۸	۰٫۰۱۲
NC	۰٫۶۷۱	۰٫۰۴۸۴۱	۱۳٫۸۷	۰٫۴۶
CBS*S	۱٫۳۷۹	۰٫۰۴۸۴۱	۲۸٫۴۸	۰٫۰۲۲
CBS*NC	-۰٫۶۲۱	۰٫۰۴۸۴۱	-۱۲٫۸۳	۰٫۰۵
S*NC	-۰٫۱۷۱	۰٫۰۴۸۴۱	-۳٫۵۴	۰٫۱۷۵
CBS*S*NC	-۰٫۳۷۹	۰٫۰۴۸۴۱	-۷٫۸۲	۰٫۰۸۱
R^2	۹۹٫۹۹			
R^2_{adj}	۹۹٫۹۰			
F_ANOVA	۱۸۵۲٫۱			
P_Value_ANOVA	۰٫۰۱۷			

1. Pruned

برای بررسی نتیجه جدول‌های (۴) و (۵) بیان این نکته با اهمیت است که هرچه ضریب فاکتور در مدل بیشتر باشد به‌معنی آنست که آن فاکتور (شتاب‌دهنده، گوگرد، آلی‌رس) بر ویژگی موردنظر (رئومتری و فیزیکی - مکانیکی) تأثیر بیشتری دارد. علامت منفی ضریب به‌معنی اثر کاهشی است و علامت مثبت ضریب به‌معنی اثر افزایشی است. کاهش سایش و رشد ترک به معنی بهبود بوده لذا ضریب منفی هر فاکتور به معنی اثر بهبوددهنده است. برای مابقی ویژگی‌ها، ضریب مثبت عمدتاً بهبوددهنده‌ی آن ویژگی است. بیشتر مدل‌های ارائه شده در جدول (۴) و (۵) مقادیر بالای R^2 و R^2adj را ارائه داده‌اند که بیان‌گر توانایی بالای مدل در به‌تصور کشیدن ویژگی موردنظر است.

البته برای سه ویژگی استحکام کششی، مقاومت پارگی و سختی، مقادیر کم R^2 به‌دست آمده که ناشی از نزدیک بودن مقادیر پاسخ به یکدیگر است. به‌عنوان‌مثال برای ویژگی کشش، و یا عدم دقت در اندازه‌گیری ویژگی موردنظر نظیر سختی و به‌ویژه مقاومت پارگی‌ست. برای هر سه مدل سختی، استحکام کششی و مقاومت پارگی، مقدار P بیشتر از ۰/۰۵ دلالت بر عدم‌کفایت مدل در سطح اطمینان ۹۵٪ دارد.

-تأثیر عوامل فرمول بر ویژگی‌های پخت گوگردی- نتایج رئومتری

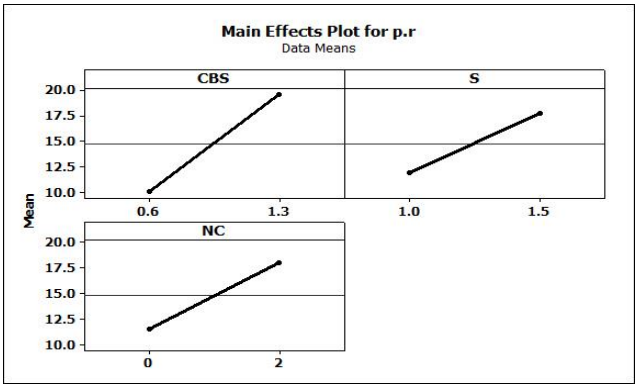
با بررسی ضرایب مدل‌ها در جدول (۴) و نیز منحنی‌های اثرات اصلی ۱ تا ۵، می‌توان مشاهده کرد که افزایش گوگرد، شتاب‌دهنده و آلی‌رس باعث افزایش سرعت پخت گوگردی، کاهش زمان ایمنی، کاهش زمان پخت بهینه، افزایش گشتاور ماکزیمم و دلتا شده است. اما آلی‌رس تأثیر بیشتری بر کاهش زمان پخت دارد. همچنین تأثیر افزایشی آلی‌رس بر گشتاور حداکثر و گشتاور دلتا که معیاری از دانسیته‌ی پیوندهای عرضی است کمتر از تأثیر افزایش گوگرد و شتاب‌دهنده است. به‌عبارت‌دیگر، آلی‌رس دانسیته‌ی پیوندهای عرضی را کمتر از گوگرد و شتاب‌دهنده افزایش داده است که بسیار حائز اهمیت است.

جدول ۴- نتیجه‌های برازش با مدل خطی بدون احتساب اثرات برهمکنشی برای ویژگی‌های رئومتری

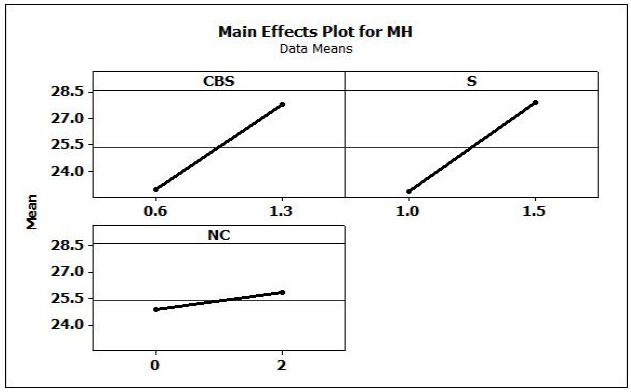
ضریب	P.r.	Sc	Tp90	MH	DH
constant	۱۴٫۶۹۸	۱۰۶٫۵۴	۲۰۱٫۱۵	۲۵٫۴۰۷	۱۷٫۷۹۲
CBS	۴٫۶۷۲	-۶٫۲۱	-۱۹٫۳۵	۲٫۴۸۵	۲٫۴۷۲
S	۲٫۷۷۳	-۷٫۴۶	-۹٫۶۰	۲٫۵۷۳	۲٫۵۸۲
NC	۳٫۳۰۲	-۱۴٫۷۹	-۳۳٫۶۵	۰٫۴۵۰	۰٫۴۳۵
R^2	۹۴٫۹۹	۹۳٫۶	۹۵٫۶۶	۹۸٫۳۷	۹۸٫۴۶
R^2_{adj}	۹۱٫۹۹	۸۹٫۷۷	۹۳٫۰۵	۹۷٫۳۸	۹۷٫۵۳
F_ANOVA	۳۱٫۶۱	۲۴٫۳۹	۳۶٫۷۱	۱۰۰٫۲۹	۱۰۶٫۲۱
P_Value_ANOVA	۰٫۰۰۱	۰٫۰۰۲	۰٫۰۰۱	۰٫۰۰	۰٫۰۰

جدول ۵- نتیجه‌های برازش با مدل خطی بدون احتساب اثرات برهمکنشی برای ویژگی‌های فیزیکی- مکانیکی

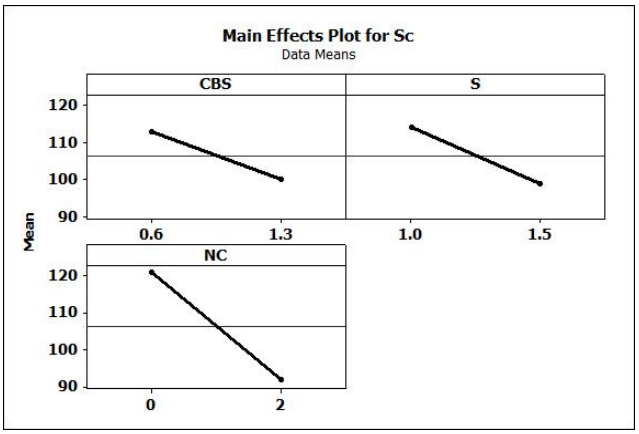
ضریب	Resilience	Hardness	Abrasion	DCG20	Tensile	Elongation	M300	Tear
constant	۱۵٫۷۶۲	۶۴٫۶۴۶	۱۱۷٫۹۱۹	۱۲٫۸۴۱	۱۴٫۵۷۹	۴۶۹٫۶۴	۹٫۱۲۲۸	۳۶٫۶۳
CBS	۱٫۶۱۲	۱٫۶۴۶	-۰٫۶۷۴	۲٫۴۳۳۷	۰٫۱۴۴	-۵۰٫۲۸	۱٫۲۳۹	-۲٫۹۴۸
S	۲٫۵۱۳	۰٫۶۴۶	۴٫۵۸	۲٫۸۸۳	۰٫۵۴۲	-۵۲٫۳۴	۱٫۵۵	-۰٫۹۶۶
NC	-۰٫۳۱۲۵	۱٫۱۰۴	۱۰٫۰۵	۰٫۴۵۸۷	-۰٫۵۳۰	-۲۸٫۷۴	۰٫۲۷۳	-۰٫۲۳۸
R^2	۹۷٫۸۶	۶۰٫۴۷	۸۹٫۹۷	۸۵٫۰۴	۳۲٫۸۶	۹۶٫۵۴	۹۱٫۸۱	۳۷٫۴۸
R^2_{adj}	۹۶٫۵۸	۳۶٫۷۵	۸۳٫۹۵	۷۶٫۰۶	۰٫۰۰	۹۴٫۴۷	۸۶٫۹	۰٫۰۰
F_ANOVA	۷۶٫۳۷	۲٫۵۵	۱۴٫۹۵	۹٫۴۷	۰٫۸۲	۴۶٫۵۷	۱۸٫۶۸	۱٫۰۰
P_Value_ANOVA	۰٫۰۰۰	۰٫۱۶۹	۰٫۰۰۶	۰٫۰۱۷	۰٫۵۳۸	۰٫۰۰۰	۰٫۰۰۴	۰٫۴۶۵



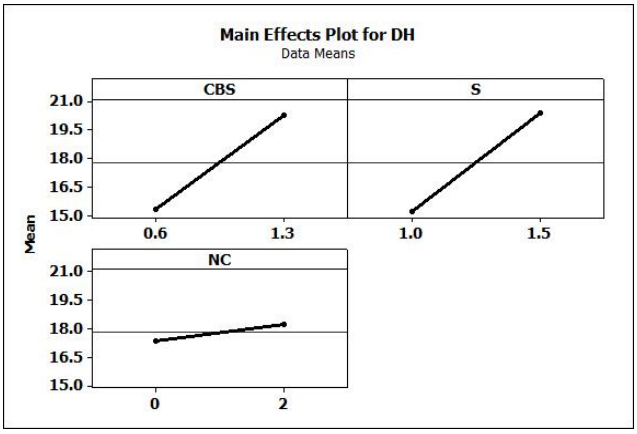
شکل ۱- منحنی اثرات اصلی برای سرعت پخت آزمون رئومتری



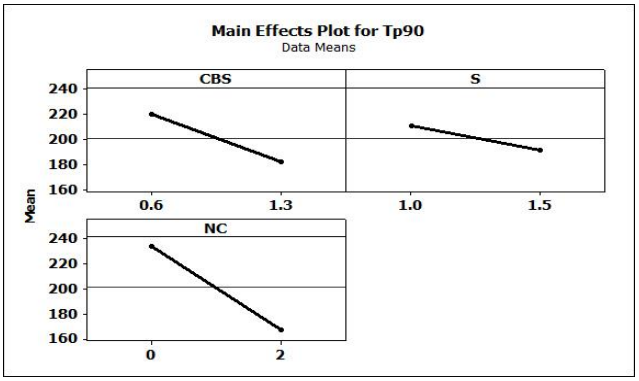
شکل ۴- منحنی اثرات اصلی برای گشتاور حداکثر آزمون رئومتری



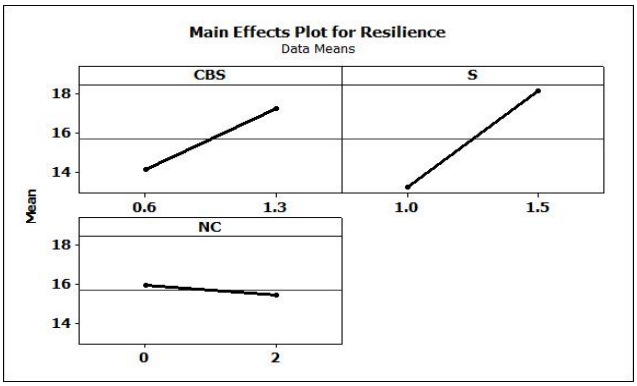
شکل ۲- منحنی اثرات اصلی برای زمان ایمنی آزمون رئومتری



شکل ۵- منحنی اثرات اصلی برای گشتاور اختلاف (دلتا) آزمون رئومتری



شکل ۳- منحنی اثرات اصلی برای زمان پخت بهینه‌ی آزمون رئومتری

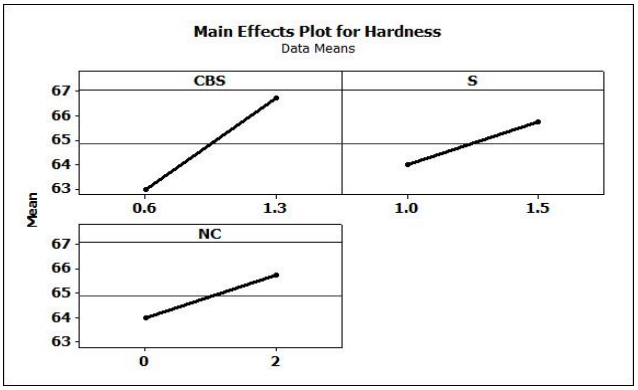


شکل ۶- منحنی اثرات اصلی برای جهندگی

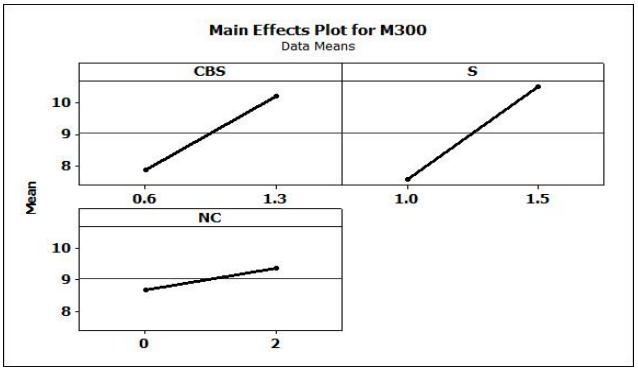
- تأثیر بر ویژگی‌های فیزیکی- مکانیکی

جهندگی آمیزه‌ی لاستیکی با افزایش گوگرد و شتاب‌دهنده افزایش می‌یابد اما با افزایش آلی‌رس اندکی کاهش می‌یابد (شکل ۶). هم‌چنین جدول (۴) و منحنی‌های اثرات اصلی نشان می‌دهد افزایش گوگرد، شتاب‌دهنده و آلی‌رس بر سختی (شکل ۷)، مدولوس (شکل ۸) و رشد ترک دی‌متیا (شکل ۹) تأثیر افزایشی دارد. بااین‌حال تأثیر افزایشی (تخریبی) آلی‌رس بر مشخصه‌ی رشد ترک دی‌متیا در مقایسه با گوگرد و شتاب‌دهنده کمتر است.

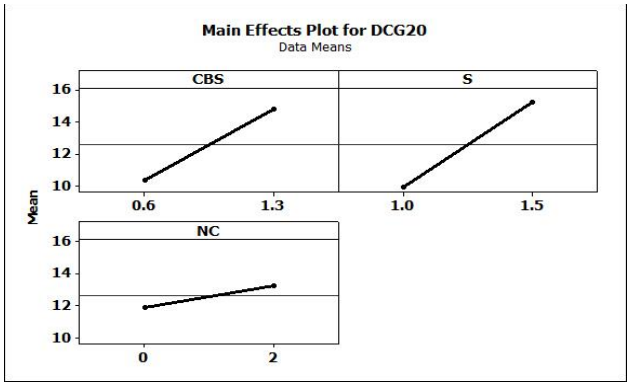
ازدیاد طول و مقاومت پارگی آمیزه با افزایش مقدار گوگرد، شتاب‌دهنده و آلی‌رس کاهش می‌یابد، اما این تأثیر کاهشی برای آلی‌رس کم‌رنگ‌تر است (شکل ۱۰ و ۱۱).



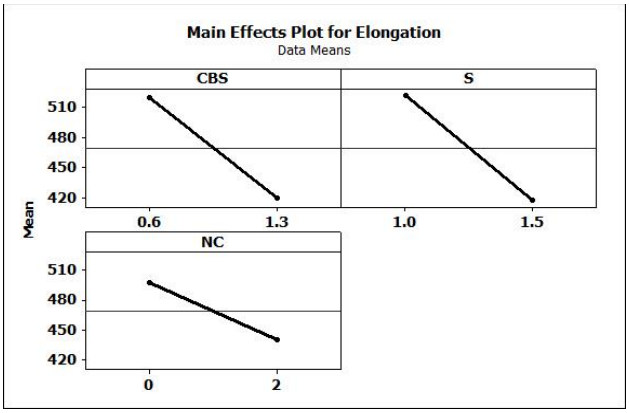
شکل ۷- منحنی اثرات اصلی برای سختی



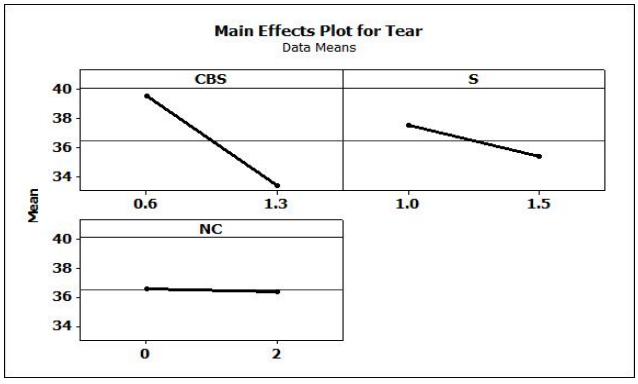
شکل ۸- منحنی اثرات اصلی برای مدولوس ۳۰۰٪



شکل ۹- منحنی اثرات اصلی برای رشد ترک دی‌متیا در ۲۰kcycle

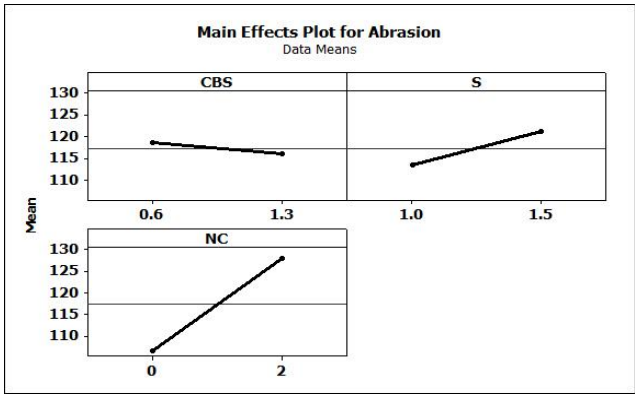


شکل ۱۰- منحنی اثرات اصلی برای ازدیاد طول در نقطه‌ی پارگی

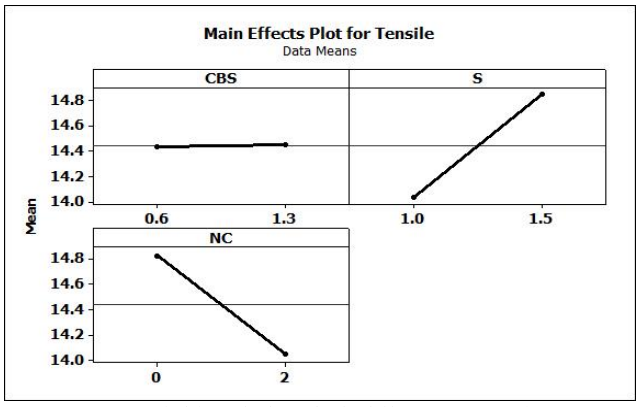


شکل ۱۱- منحنی اثرات اصلی برای مقاومت پارگی

سایش آمیزه‌ی لاستیکی با افزایش آلی‌رس دچار افت (افزایش) می‌شود. همین اثر با شدت کمتر برای افزایش گوگرد نیز مشاهده می‌شود. (شکل ۱۲). در نهایت، استحکام کششی آمیزه‌ی لاستیکی با افزایش آلی‌رس کاهش و با افزایش گوگرد افزایش یافته است (شکل ۱۳).

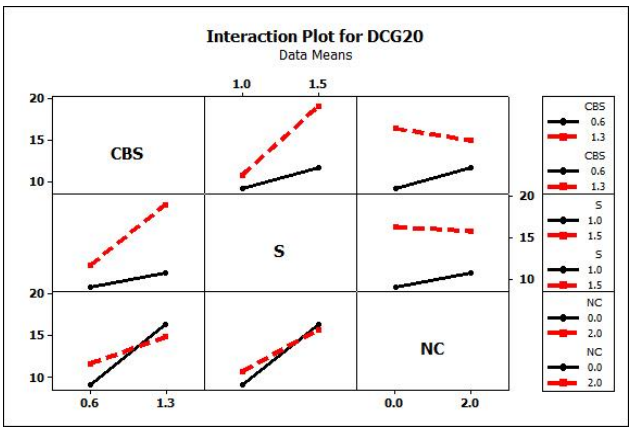


شکل ۱۲- منحنی اثرات اصلی برای سایش



شکل ۱۳- منحنی اثرات اصلی برای استحکام کششی

مقایسه‌ی منحنی‌های (۵)، (۸) و (۹) حاکی از آنست که وابستگی مدولوس، دانسیته‌ی پیوندهای عرضی و رشد ترک دی‌متیا به سه عامل شتاب‌دهنده، گوگرد و آلی‌رس از روال یکسانی تبعیت می‌کند. افت رفتار رشد ترک دی‌متیا با افزایش گوگرد و شتاب‌دهنده به‌دلیل اثر افزایشی این دو عامل بر دانسیته‌ی پیوندهای عرضی و مدولوس آمیزه لاستیکی است. آلی‌رس تأثیر کمتری بر دانسیته‌ی پیوندهای عرضی و مدولوس آمیزه داشته و در نتیجه تأثیر مخرب کمتری بر رفتار رشد ترک دی‌متیا نشان می‌دهد.



شکل ۱۳- منحنی اثرات اصلی برای استحکام کششی

- توسعه‌ی فرمول بهینه

در جدول (۶)، دو فرمول بهینه توسعه‌یافته و نتایج مدل ویژگی‌های فیزیکی- مکانیکی و رئومتری مرتبط با آن‌ها ارائه شده است. در ستون آخر جدول نیز شرایط آمیزه‌ی نرمال آمده است. در شرایط بهینه‌ی اول، کاهش ۲۶ ثانیه در زمان پخت بهینه هدف‌گذاری شده است. نتیجه‌های ویژگی‌های فیزیکی- مکانیکی حاکی از آنست که این کاهش بدون تغییر قابل‌توجه در سایر ویژگی‌ها حاصل می‌شود. در شرایط بهینه‌ی دوم، کاهش زمان پخت بهینه از ۲۰۶ به ۱۷۶٫۶ (حدود ۳۰ ثانیه) به قیمت افت جزئی در سایش و استحکام کششی به‌دست آمده است.

بخشی از کاهش زمان پخت بهینه مدیون کاهش در زمان ایمنی و بخشی دیگر به‌دلیل افزایش سرعت پخت و در نهایت کاهش دانسیته‌ی پیوندهای عرضی است.

شکل ۱۳- منحنی اثرات اصلی برای استحکام کششی

	بهینه ۱	بهینه ۲	شرایط نرمال
CBS	۱٫۳	۱٫۳	۱٫۳
S	۱٫۳۲	۱٫۳۵	۱٫۵۰
NC	۱٫۰۷	۰٫۹۵	۰
Hardness	۶۶	۶۶	۶۴
Resilience	۱۸٫۱	۱۸٫۴	۲۰٫۶
M300	۱۰٫۸	۱۰٫۹۶	۱۲٫۳
Abrasion	۱۱۹٫۳	۱۱۸٫۵	۱۱۶٫۵
DCG20	۱۶٫۱۵	۱۶٫۴	۱۹٫۵
Tp90	۱۷۶٫۶	۱۷۹٫۷	۲۰۶
MH	۲۸٫۷	۲۸٫۸۸	۳۰٫۳۶
DH	۲۱٫۰۵	۲۱٫۲۶	۲۲٫۳
Sc	۹۷٫۱	۹۸٫۱۴	۱۰۹
Elongation	۴۰۲	۴۰۰٫۲	۳۹۷٫۵۳
Tensile	۱۴٫۸	۱۴٫۹۶	۱۵٫۵
Tear	۳۳٫۴	۳۳٫۳	۳۴
P.r	۲۰٫۴	۲۰٫۳	۱۸٫۰۲

نتیجه‌گیری

به‌عنوان ابزاری کارآمد در سازماندهی مطالعات تجربی، طراحی آزمایش، DOE، در شاخه‌های مختلف علوم و تکنولوژی، همچنین طراحی، بهینه‌سازی و توسعه‌ی آمیزه‌ی لاستیکی به‌طور گسترده‌یی مورداستفاده قرار می‌گیرد. در مطالعات آمیزه‌کاری که داده‌های تجربی برای تخمین ضرایب (پارامترهای) مدل مورداستفاده قرار می‌گیرد، به‌خاطر محدودیت‌های زمان، هزینه و دیگر ملاحظات فنی، DOE می‌تواند مزایای زیادی داشته باشد. انتخاب یک طرح آزمایش مناسب برای موفقیت در مطالعه‌ی تجربی بسیار حیاتی است.

در این پژوهش، کاربرد طراحی آزمایش فاکتوریل دوسطحی در شناخت رفتاری، مدل‌سازی، بهینه‌سازی و توسعه‌ی فرمول آمیزه رویه‌ی تایر سواری رادیال در حضور آلی‌رس با هدف کاهش زمان پخت و حفظ ویژگی‌ها مطالعه شده است. از طرح آزمایش فاکتوریل در دو سطح با سه متغیر مقدار شتاب‌دهنده، مقدار گوگرد و مقدار آلی‌رس استفاده شد. داده‌های تجربی گردآوری شده برای برازش مدل رگرسیون خطی استفاده و رفتارها مورد تحلیل قرار گرفت. شرایط بهینه بر مبنای مدل‌ها و الگوریتم بهینه‌سازی مناسب تعیین شد. مشاهده شد با استفاده از حدود ۱ قسمت وزنی آلی‌رس در کنار کاهش جزئی گوگرد می‌توان به شرایط کاهش قابل‌توجه زمان پخت آمیزه‌ی لاستیکی در کنار حفظ نسبی سایر ویژگی‌های کلیدی آمیزه‌ی رویه تایر دست‌یافت.

مراجع

1. Proust M., “Design of Expriments”, SAS Institute Inc., Cary, NC, USA (2005).

۲- مهدی شیوا، حسین وارسته، مطالعه اثرات آلی‌رس بر ویژگی‌های پخت و ویژگی‌های مکانیکی آمیزه لاستیکی SBR/BR پرشده با دوده، اولین کنفرانس و نمایشگاه بین‌المللی فناوری‌های نوین در صنعت لاستیک و پلیمر، ۲۹-۳۰ اردیبهشت ۹۵، شیراز.

The Use of Design of Experiments and Statistical Analysis in Rubber Compounding: The Case Study of Organoclay Use in Tyre Tread Compound based on two levels Factorial Design of Experiment

M. Shiva[1,*] and A. Ziyatabar[2]

1. Assistant Prof. of Chemical Engineering, University of Birjand
2. The Technology Unit, Kavir Tire Co.

*Corresponding author Email: mehdishiva@birjandut.ac.ir

Recieved: December 2016, Accepted: March 2017

Abstract: Three factors at two levels experimental design were used to study the effect of organoclay on the curing characteristics and other key properties of radial passenger tire tread compound to demonstrate the potential of design of experiments and statistical analysis in rubber compounding studies. Linear regression models based on two-level factorial experimental design, including the main effects and interaction effects were validated and then were employed to study the behaviors as well as optimization in the presence of organoclay. It was observed that decrease of optimum curing time with no significant drop in other properties may be possible at approximately 1 phr organoclay and some decrease of sulfur level.

Keywords: Rubber compounding, Organoclay, Regression analysis, Optimization.