

# 关键工艺作用辨识方法及其在耐火材料中的运用

王杰曾 袁林 叶亚红 李鹏海 王俊涛

瑞泰科技股份有限公司 北京 100024

**摘要:**分析了工艺作用和作用模型,讨论了相关关系和因果关系、重要关系和关系网络,叙述了利用方差分析、网络分析等技术识别关键工艺作用,提出决定性的问题解决方案,介绍了该方法在开发高纯硅砖中的应用。

**关键词:**关键;作用;辨识;方差分析;网络分析;耐火材料

中图分类号:TQ175

文献标识码:A

文章编号:1001-1935(2013)01-0031-04

DOI:10.3969/j.issn.1001-1935.2013.01.008

自 1965 年以来,计算机技术一直遵循微电子技术的“摩尔定律”飞速发展。计算机提供了新的科研手段,软件也越来越多。以至于一些顶级科学家认为“计算+传统科学=新科学”,“在 21 世纪,信息技术不仅提供工具,也是基本的能力、资源和资产。数据和知识的生产就像传统的采矿业、制造业一样,是可持续实体经济的重要组成部分”<sup>[1]</sup>。

最近,笔者发表了“黑箱模型方法及其在耐火材料中的应用”等论文<sup>[1]</sup>。这里,将在该文的基础上进一步介绍一些利用计算机辨识耐火材料工艺的关键作用,突破耐火材料技术难点的方法。

## 1 基本概念

### 1.1 工艺作用

通常,将成分、加工、结构、性质和使用效能称为材料科学和工程的五大要素,又将这些简称为因素和性能。材料的工艺性能用于反映材料对制造过程的适应性。材料的使用性能用于反映材料对使用条件的适应性。工艺因素或工艺参数是确定材料工艺状态,决定材料性能的参考变量。如果改变某一工艺参数,引起了材料的某一性能改变,那么该参数对于此性能具有影响或作用。

### 1.2 作用模型

一般,使用泰勒级数的前三项来近似描述一个未知的多元函数。在二维截面,性能  $y$  可以用二次曲线<sup>[2]</sup>表示:

$$y = a_{11}x_1^2 + a_{12}x_1x_2 + a_{22}x_2^2 + b_1x_1 + b_2x_2 + c, \quad (1)$$

式中: $x_1, x_2$  为因素值, $b_1, b_2$  为  $x_1, x_2$  一次作用的系数, $a_{11}, a_{22}$  为  $x_1, x_2$  二次作用的系数, $a_{12}$  为  $x_1x_2$  或  $x_1,$

$x_2$  交互作用的系数。一定条件下,可把  $x_1^2, x_2^2, x_1x_2$  拟线性化,视  $x_1, x_2, x_1^2, x_2^2$  和  $x_1x_2$  为彼此独立的变量。

### 1.3 因果关系和相关关系

#### 1.3.1 因果关系

如果两件事之间存在因果关系,则其中一件是原因,另一件是结果,而且两件事之间还存在下述关系:1)原因改变,结果随之改变;2)原因变化在前,结果出现在后;3)原因和结果之间存在某种必然联系。

耐火材料工艺研究的任务就是认识因素和性能之间的因果联系,改变因素使材料具有需要的性能。

#### 1.3.2 相关关系

一般,用相关系数大致估计其中两个变量之间是否存在相关关系。相关系数的计算公式为<sup>[3-4]</sup>:

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 (y_i - \bar{y})^2}}, \quad (2)$$

式中: $r$  为相关系数, $x_i$  为指标  $x$  的第  $i$  次分析结果, $y_i$  为指标  $y$  的第  $i$  次分析结果, $\bar{x}$  为指标  $x$  的平均值, $\bar{y}$  为指标  $y$  的平均值。可用  $F$  检验评价两个样本  $x$  与  $y$  间的线性相关关系是否显著,计算公式为<sup>[3]</sup>:

$$F = \frac{r^2}{(1-r^2)/(n-2)}, \quad (3)$$

式中: $r$  为相关系数, $n$  为样本数量, $F$  为  $F$  检验的计算值。(2)式和(3)式适用于一元函数  $y=f(x)$ 。但

\* 国家“十一·五”科技支撑重大项目“绿色制造工艺与装备”资助(2006BAF02A26)。

王杰曾:男,1957年生,博士,教授级高级工程师。

E-mail:wjz@bjruitai.com

收稿日期:2012-09-10

编辑:张子英

如 $y$ 是 $x_1, x_2, \dots$ 的多元函数,按(2)式计算的 $y$ 和 $x_i$ 相关系数,就会受到其他自变量的影响。此时,如 $y$ 与 $x_i$ 的相关系数较小,还要用其他方法确定 $x_i$ 对 $y$ 的影响是否显著。

#### 1.4 重要关系和关键关系

耐火材料工艺的相关关系有三种:参数与性能之间的关系,参数与参数之间的关系,性能与性能之间的关系。其中,只有参数和性能的关系为因果关系。

经过显著性检验,剔除占多数的不显著关系之后,余下的关系为重要关系。其中的重中之重,就是关键关系或主要矛盾。

#### 1.5 正交试验和重要关系

正交试验设计有三个优点:均匀分散,整齐可比,独立可分辨。文献[5]中对“独立可分辨”的表述是:正交表中的列向量是彼此线性独立的,它们的影响也是可以利用方差分析区分的:

$$S_{\text{总}}^2 = Q_e + \sum_{i=1}^n U_i, \quad (4)$$

$$F_i = \frac{U_i/\Phi_i}{Q_e/\Phi_e}, \quad (5)$$

$$C_i = \frac{U_i}{\sum_{i=1}^n U_i + Q_e}. \quad (6)$$

(4)式表示总离差平方和的分解,其中 $S_{\text{总}}^2$ 指总离差平方和, $Q_e$ 指误差平方和, $U_i$ 指正交表第 $i$ 列的平方和, $n$ 指被考虑的总列数;(5)式表示 $F_i$ 服从自由度

为 $(\Phi_i, \Phi_e)$ 的 $F$ 分布,其中 $\Phi_i$ 为第 $i$ 列的自由度, $\Phi_e$ 为误差的自由度。根据(5)式,可以判断第 $i$ 列是否有显著性。根据(6)式,可以计算出第 $i$ 列影响的大小,从而结合(5)式筛选出具有重要性的因果关系。

#### 1.6 重要关系网络和关键工艺作用

重要工艺关系网络是由重要工艺关系作用连接而成网络。借鉴路径分析方法<sup>[6]</sup>,网络的节点由长方形表示独立自变量(因素),由圆角方形表示拟线性自变量(交互作用),由椭圆表示因变量(性能),由线段表示参量之间的关系。其中,带箭头的是因果关系,无箭头的是非因果关系,阿拉伯数字表示相关系数。借助于工艺网络,十分有利于进行分析,发现问题的要害,提出解决问题的措施。关键工艺作用就是关键性工艺措施的技术作用。

## 2 高纯硅砖的开发

### 2.1 试验数据

研究目标是制造出具有高纯度、低显气孔率、低真密度、高强度性能的硅砖<sup>[1]</sup>。试验设计采用 $L_8(2^7)$ 正交表,4个工艺参数为粗粒硅石掺量 $x_1$ 、细粒硅石掺量 $x_2$ 、 $C_3S$ 掺量 $x_3$ 、基质中微粉的比例 $x_4$ ;6项性能指标为生坯耐压强度、烧成线变化、耐压强度、真密度、显气孔率和体积密度,具体见表1。制砖的成型条件为160 MPa 30 s,烧结条件为1450 °C 18 h。

表1 控制变量对高纯硅砖物理性能的影响  
Table 1 Influence of controlling variables on physical properties of high-purity silica brick

配方编号	粗粒硅石掺量 $x_1$	细粒硅石掺量 $x_2$	$C_3S$ 掺量 $x_3$	基质中微粉比 $x_4$	烧成线变化/%	生坯耐压强度/MPa	耐压强度/MPa	真密度/( $g \cdot cm^{-3}$ )	显气孔率/%	体积密度/( $g \cdot cm^{-3}$ )
1*	-1	-1	-1	-1	3.57	9.80	46.8	2.352	19.3	1.88
2*	1	-1	-1	1	3.52	12.30	51.4	2.342	17.9	1.91
3*	-1	1	-1	1	3.54	9.60	39.5	2.349	17.9	1.91
4*	1	1	-1	-1	3.67	4.70	33.6	2.342	18.7	1.89
5*	-1	-1	1	1	3.40	14.10	39.1	2.344	18.4	1.90
6*	1	-1	1	-1	3.56	10.10	34.6	2.325	18.8	1.89
7*	-1	1	1	-1	3.72	5.90	39.0	2.348	19.2	1.89
8*	1	1	1	1	3.79	5.20	39.1	2.349	18.5	1.90

从表1可知,2\*配方( $x_1=1, x_2=-1, x_3=-1, x_4=1$ )具有最为接近研究目标要求的物理性能:烧成线变化为3.52%,生坯耐压强度为12.3 MPa,耐压强度为51.4 MPa,真密度为2.342  $g \cdot cm^{-3}$ ,显气孔率为17.9%,体积密度为1.91  $g \cdot cm^{-3}$ 。

### 2.2 相关系数

根据表1的数据,用Excel求得到高纯硅砖工艺

的相关系数,见表2。表中带下划线的黑体数据是非常显著的,黑体数据是显著的,带下划线的正常体数据是可以考虑的,而正常体数据是可以忽略的。

表2中,左上部显示了参数之间的相关系数,左下部显示了参数和性能之间的相关系数,右下部显示了性能之间的相关系数。由表2可知,不同参数之间的相关系数为零,这表现了正交试验的独立性。

表 2 高纯硅砖工艺问题的相关系数  
Table 2 Correlation coefficient of high-purity silica bricks process

项目	粗粒硅石 掺量 $x_1$	细粒硅石 掺量 $x_2$	$C_3S$ 掺量 $x_3$	基质中微 粉比 $x_4$	$x_1x_2$	$x_2x_3$	$x_3x_1$	烧成线 变化	生坯耐压 强度	耐压 强度	真密度	显气 孔率	体积 密度
粗粒硅石掺量 $x_1$	1.00												
细粒硅石掺量 $x_2$	0.00	1.00											
$C_3S$ 掺量 $x_3$	0.00	0.00	1.00										
基质中微粉比 $x_4$	0.00	0.00	0.00	1.00									
$x_1x_2$	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00								
$x_2x_3$	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00							
$x_3x_1$	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	1.00						
烧成线变化	0.36	<b>0.59</b>	<u>0.36</u>	-0.36	0.36	<u>0.36</u>	0.12	1.00					
生坯耐压强度	-0.28	<b>-0.82</b>	-0.04	<u>0.42</u>	-0.16	-0.21	-0.09	<b>-0.89</b>	1.00				
耐压强度	-0.13	<b>-0.46</b>	<b>-0.44</b>	0.34	-0.13	<b>0.66</b>	-0.07	<b>-0.42</b>	0.47	1.00			
真密度	<b>-0.55</b>	<u>0.40</u>	-0.30	0.27	0.36	<u>0.49</u>	-0.02	0.14	-0.20	<u>0.39</u>	1.00		
显气孔率	-0.23	-0.03	0.28	<b>-0.84</b>	<u>0.28</u>	0.28	0.08	0.51	<b>-0.39</b>	-0.22	0.04	1.00	
体积密度	0.13	0.13	-0.13	<b>0.88</b>	-0.38	-0.13	-0.13	-0.43	0.33	0.25	0.06	<b>-0.96</b>	1.00

2.3 方差分析

表 2 中参数和性能之间相关系数的显著性根据方差分析方法判定。根据表 1 的数据,采用统计软件 SPSS 进行多元方差分析。分析时,先进行显著性检验,剔除很不显著的参数,按(6)式计算余下参数对某性能指标的影响。例如,工艺参数对生坯耐压强度的影响见图 1。由图 1 可知,细粒硅石掺量  $x_2$  对生坯耐压强度的影响达 66.9%,基质中微粉的比例  $x_4$  对生坯耐压强度的影响为 17.5%,其他参数和误差的影响仅有 20% 多一点。因此,在表 2 中“生坯耐压强度”的前 8 列中,仅仅  $x_2, x_4$  列的相关系数是重要的,而其他统统是可以忽略的。

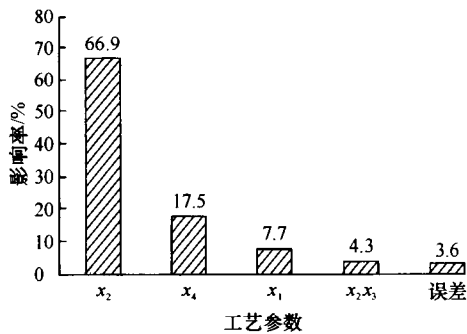


图 1 工艺参数对生坯耐压强度的影响  
Fig. 1 Influence of process parameters on green body strength

2.4 重要关系网络

根据表 2 中重要的相关系数,按照 1.6 节叙述的法则,作出高纯硅砖工艺关系的网络图,这张网络图将工艺对高纯硅砖性能的作用及性能之间的关联一览无遗地表示了出来,见图 2。

在图 2 中,用一根主链将体积密度、显气孔率、生坯耐压强度、烧成线变化、耐压强度、真密度 6 个性能串联。四个工艺因素在主链的两边:微粉掺量  $x_4$  位于右上部, $C_3S$  掺量  $x_3$  位于左中部,细硅石掺量  $x_2$  位于右中部,粗硅石掺量  $x_1$  位于右下部。交互作用  $x_1x_2$

在  $x_1, x_2$  之间,  $x_2x_3$  在  $x_2, x_3$  之间。图中,自变量 ( $x_1, x_2, x_3, x_4$ ) 的取值 (+1, -1, -1, +1) 是文献 [1] 利用黑箱方法求得的局部最优值。

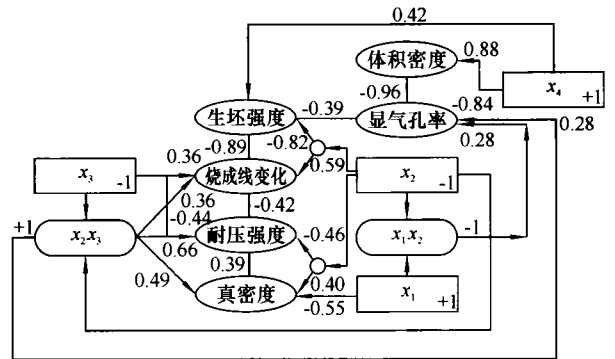


图 2 高纯硅砖重要工艺关系网络  
Fig. 2 Technology relation network for high-purity silica brick

值得注意的是,图 2 中绝对值较大的两个相关系数是体积密度与显气孔率的相关系数 (-0.96) 和生坯耐压强度与烧成线变化的相关系数 (0.89)。前者反映了耐火材料的工艺常识,后者是本研究中的发现。

2.5 关键工艺作用

首先,在局部最优点 ( $x_1 = +1, x_2 = -1, x_3 = -1, x_4 = +1$ ) 分析各工艺参数的调节作用。由图 2 知,当  $x_1$  取值 +1 时,将调低真密度;当  $x_2 = -1$  时,将调高生坯耐压强度,调低烧成线变化,调高耐压强度并调低真密度;同时,  $x_1x_2 = -1$ ,将调低显气孔率。当  $C_3S$  掺量  $x_3 = -1$ ,有利于降低杂质含量,可调低烧成线变化,调高耐压强度。同时,  $x_2x_3 = +1$ ,调高耐压强度,但又调高线变化和真密度。当基质中的微粉含量  $x_4 = +1$ ,可调低显气孔率,调高体积密度和生坯耐压强度,却增加了原料成本。

如前所述,高纯硅砖应具备的主要性能是高纯度和低气孔率。由图 2 可知,对于纯度,主要由减少  $C_3S$  掺量  $x_3$  来提高。对于显气孔率,有利的作用有来自

$x_1x_2 = -1$  的 0.28 和来自微粉  $x_4 = +1$  的 -0.84, 但不利的作用有来自  $x_2x_3 = +1$  的 0.28。这样, 要保证性能, 似乎就要添加微粉。一方面, 微粉可降低显气孔率; 另一方面, 微粉可增加生坯耐压强度, 并通过主链减少线变化和提高了耐压强度。这样, 微粉虽抵消了上述种种不利影响, 提高了性能, 但增加了成本。因此, 工艺的主要矛盾就是高性能和低成本之间的冲突, 即: 图 2 为达到高纯度、低气孔、高强度的目标使用了昂贵的微粉。

由图 2 可知, 硅砖生坯耐压强度和烧成线变化的相关系数高达 -0.89。这说明, 有机结合剂浓度对硅

砖工艺具有决定性的作用。因为提高了结合剂的浓度, 就增强了结合剂的结合力和坯体的强度, 就可以在一定温度范围控制坯体的膨胀和抑制硅砖的松散, 在减少烧成线变化, 提高耐压强度、降低气孔率方面发挥有益的作用。所以, 研制高性能、低成本硅砖的关键技术措施就是提高结合剂浓度。

## 2.6 试制高纯硅砖

采取提高结合剂的浓度和延长保温时间等措施, 经过几轮试验, 在实验室制出性能合乎要求的样品。接着, 在谷城冷江耐火材料有限公司进行了高纯硅砖的工业试验, 所制产品的性能见表 3。

表 3 高纯硅砖的理化性能  
Table 3 Chemical compositions and physical properties of high-purity silica brick

化学组成(w)/%							真密度/ ( $g \cdot cm^{-3}$ )	显气孔率/%	耐压强度/MPa	荷重软化温度 $T_{0.6}/^{\circ}C$
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O				
97.59	0.21	0.56	0.94	0.11	0.011	0.051	2.32	16.6	59.7	1 680

从表 3 可知, 所研制硅砖的理化性能有很大提高。与原有玻璃窑用  $w(SiO_2) = 96\%$  的硅砖比较,  $SiO_2$  的含量( $w$ )从 96% 提高到 97.6%, 显气孔率由 20% 降低到 16.6%, 真密度为  $2.32 g \cdot cm^{-3}$ , 荷重软化温度为  $1 680^{\circ}C$ , 熔融指数( $w(Al_2O_3 + 2 \times R_2O)$ )为 0.334%。至此, 高纯硅砖的开发基本成功。

重要的关系。

(4) 连成网络。将重要的关系连接成网络。为了使网络清晰, 布局时尽量做到: 将性能指标连为一个主干; 以工艺因素作为枝叶; 把具有相关作用的工艺因素排在相邻位置。

(5) 抓住要害。首先, 借助黑箱方法, 找到模型的局部最优点; 其次, 分析在局部最优点各因素调控的利弊得失, 找出限制网络性能的主要矛盾, 提出解决矛盾的工艺措施并实施该措施。

## 3 结语

利用计算机分析正交试验的数据, 可以筛选出重要工艺因素, 有助于建立工艺作用关系网络, 找出有问题的主要矛盾, 以便采取正确的措施解决矛盾, 从而有助于增强科研能力, 提高开发效率, 有力支持耐火材料的技术进步。以下是计算机辅助关键工艺作用辨识的一般步骤。

(1) 统筹全局。明确研发的目的, 规划技术路线, 搞清应达到的性能、需采用的手段及科学根据。

(2) 设计试验。简化问题, 设计正交试验, 执行试验, 获得分析和建模需要的数据。

(3) 筛选重要。计算得到工艺相关系数矩阵, 利用方差分析剔除不显著的关系和较次要的关系, 保留

## 参考文献

- [1] 王杰曾, 袁林, 叶亚红, 等. 黑箱模型方法及其在耐火材料工艺中的运用[J]. 耐火材料, 2012, 46(4): 244-248.
- [2] 吴光磊, 田畴. 平面解析几何补充教程[M]. 北京: 高等教育出版社, 1966: 30-56.
- [3] 李工农, 阮晓青, 徐晨. 经济预测与决策及其 Matlab 实现[M]. 北京: 清华大学出版社, 2007: 71-73, 196.
- [4] 倪安顺. Excel 统计与数量方法[M]. 北京: 清华大学出版社, 1998: 90-109, 141-152, 182-200.
- [5] 中山大学数学力学系. 概率论与数理统计: 下册[M]. 北京: 人民教育出版社, 1980: 245-262.
- [6] 荣泰生. AMOS 与研究方法[M]. 台北: 五南图书出版股份有限公司, 2007: 20-23.

Identification of crucial process parameter and its application in refractories technology/Wang Jiezheng, Yuan Lin, Ye Yahong, Li Penghai, Wang Juntao//Naihuo Cailiao. -2013, 47(1): 31

**Abstract:** The process role and role model were analyzed; common relation and causal relation, important relation and relation network were discussed; the identification of crucial process role through variance analysis and network analysis was described, the plan on crucial problems was put forward, and the application of this method in R&D of high-purity silica brick was introduced.

**Key words:** variance analysis; network analysis; refractories; silica brick

First author's address: Ruitai Materials Technology Co., Ltd., Beijing 100024, China

# 关键工艺作用辨识方法及其在耐火材料中的运用

作者: [王杰曾](#), [袁林](#), [叶亚红](#), [李鹏海](#), [王俊涛](#), [Wang Jiezeng](#), [Yuan Lin](#), [Ye Yahong](#), [Li Penghai](#), [Wang Juntao](#)  
作者单位: [瑞泰科技股份有限公司](#) 北京100024  
刊名: [耐火材料](#)   
英文刊名: [Refractories](#)  
年, 卷(期): 2013, 47(1)

本文链接: [http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_nhcl201301008.aspx](http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_nhcl201301008.aspx)