

**Zhiming Wang, Xiaohong Fang\*, Wucheng Sun,  
Longchen Duan, Songcheng Tan**

Faculty of Engineering, China University of Geosciences,  
Wuhan, P. R. China

\*duyaoff@163.com

## **D-оптимальне проектування суміші попередньо легованої матриці алмазного долота на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази**

*Досліджено нову систему складу компонентів алмазної матриці з трьох видів попередньо легованого порошку на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази, що використовували для виготовлення матриці імпрегнованого алмазного долота. Для проектування схеми експерименту було застосовано метод D-оптимального проектування суміші з 16 груп зразків. Зразки виготовляли в однакових умовах спіканням і гарячим пресуванням, потім проводили випробування на твердість, міцність під час згинання та відносну густина. Результати проаналізовано за допомогою регресійного аналізу, встановлено взаємозв'язки і взаємодії компонентів складу з властивостями матриці. Поверхню руйнування зразків після випробування на міцність під час згинання досліджено за допомогою скануючого растрового мікроскопа. Було встановлено, що склад зразків FAM1020 (Fe–18Ni–2Co, середній розмір частинок – 38 мкм) та FAM2120 (Fe–6Ni–6Cu–3Sn, середній розмір частинок – 36 мкм) позитивно впливає на міцність під час згинання металевого матричного композита. Доведено, що склад зразка FAM2120 позитивно впливає на твердість матриці, але негативно – на міцність на під час згинання алмазного матричного композита. Взаємодія цих трьох видів порошків може поліпшити характеристики матриці. Відповідно до результату, попередньо легована матриця долота на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази може відповідати вимогам матриці для алмазного долота. На підставі цього дослідницького експерименту оптимальна рецептура матриці складала 50 %  $X_1$ , 30 %  $X_2$ , 20 %  $X_3$  (за масою).*

**Ключові слова:** D-оптимальне проектування суміші, регресійний аналіз, імпрегноване алмазне долото, матриця на основі заліза, низький вміст рідкої фази.

### **ВСТУП**

Розвідка та розробка енергетичних та мінеральних ресурсів є важливою основою для підтримки економічного розвитку країни [1]. Зі стрімким розвитком соціальної економіки зростає попит на різні викопні мінеральні ресурси [2]. Буріння твердих порід з використанням імпрегнованого алмазного долота (ІАД) широко застосовують при інженерно-геологічних дослідженнях, як ефективний метод [3, 4]. Матриця алмазного долота є одним із ключових чинників забезпечення його якості в плані міцного алмазоутримання [5]. Важливо, щоби металевий матричний композит (ММС) не тільки всебічно оточував алмаз, але і міцно утримував його під

час процесу буріння з необхідністю гарантованого постійного заточування алмазу [6].

У традиційній галузі виробництва алмазних доліт матриця включає змішані порошки на основі WC, Co і Cu [7, 8]. Завдяки стратегічній цінності та зростанню ціни на сировину, нова система матричних матеріалів останнім часом стала точкою дослідження для науковців. Щоб добитися хорошого ефекту при бурінні твердих і щільних порід, в алмазовмісний шар додавали шліфувальні добавки, щоб вийшло отримати зразок, подібний алмазному долоту [9]. Високотемпературні тверді мастила – це новий підхід для підвищення продуктивності ІАД на основі Fe. Щоб Для з'ясування їхнього впливу на продуктивність матричних композитів, деякі тверді мастила (CaF<sub>2</sub>, hBN, графіт) додавали в матрицю свердла [10, 11]. Вважається, що зі зменшенням розміру частинок графіту міцність під час згинання і коефіцієнт тертя матриці поступово зменшуються, тоді як твердість матриці та термін служби робочого шару поступово зростають.

У [12–21] проаналізовано стан досліджень у галузі спікання композиційних алмазовмісних матеріалів на основі металевих та твердосплавних матриць, що використовують для виготовлення свердлильних та різальних інструментів. Відомо, добавка порошку CrB<sub>2</sub> [22, 23] і нанодисперсного порошку VN [24–27] позитивно впливає на мікроструктуру, механічні та трибологічні властивості таких композитів. За такої умови розмір зерен в спеченому композиті може зменшуватися, а фазовий склад стає гомогенізованим. У цьому випадку в композиті відбувається значне поліпшення механічних і трибологічних властивостей [25–27]. Для оптимізації та прогнозування трибологічних характеристик композиційних алмазовмісних матеріалів необхідно враховувати, що під час експлуатації на їх зносостійкість впливають розвинені контактні навантаження [28–30] і висока температура [31–33], а також “ступінь” оснащення робочої поверхні інструменту композитними матеріалами [34]. Все це спричиняє інтенсивний знос матричного матеріалу [20–25] та пред'являє високі вимоги до механічних і трибологічних характеристик композиційних алмазовмісних матеріалів.

Для зменшення вмісту кобальту в матриці, залізо, що належить, як і кобальт, до VIII сімейства перехідних металів, було використане для дослідження нової матричної системи [35, 36]. У цьому разі з'явилася велика кількість досліджень композитів на основі заліза [37–38]. Більше того, попередньо леговані порошки можуть отримати кращі показники, ніж елементарні порошки, отримані в процесі гарячого пресування і спікання [39–41]. Як приклад, було розроблено та випробувано серію доліт з попередньо легованим порошком Fe–Co–Cu, в результаті чого сплав 65Fe–20Cu–15Co<sup>1</sup> мав оптимальну ефективність для застосування в ІАД [42].

Як показано у вищезгаданому дослідженні, очевидно, що алмазна матриця складається з різноманітних матеріалів. Для нової системи формування алмазної матриці необхідно провести багато експериментальних досліджень, щоб перевірити її доцільність та вплив різних деталей матеріалу на характеристики матриці. Тому обґрунтований експериментальний метод проектування особливо важливий для розробки нової системи складу компонентів алмазної матриці на ранній стадії.

Експеримент із проектування суміші є загальноприйнятим експериментальним методом проектування, який може зменшити кількість експеримен-

---

<sup>1</sup> Тут і далі склад матеріалів наведено в % (за масою).

тів та оцінити багато факторів та їх наслідки [43, 44]. Рівняння регресії компонентів і відгуки мають бути отримані шляхом проведення експериментів із сумішню компонентів в різних частках [45–47]. Нарешті, статистичні висновки роблять з рівняння регресії і графіків його поверхні відгуку [48]. У схемі проведення експерименту сума часток кожного порошку повинна становити одиницю, а це означає, що ці компоненти (коефіцієнти змішування  $X$ ) не можуть не залежати один від одного, їх співвідношення має бути між 0 та 1 [49]. Отже, аналіз даних стає більш складним, оскільки фактори змішування взаємопов'язані, тоді як D-оптимальне проектування суміші забезпечує ефективний метод відповідної зміни складу суміші та вивчення того, як ця зміна вплине на характеристики змішаного матеріалу [50]. В даний час D-оптимальне проектування суміші широко застосовують у фармацевтичній, харчовій та бетонній сумішах, що може значно зменшити навантаження на цій стадії випробування та підвищити його ефективність [51, 52]. Так само D-оптимальне проектування суміші має бути ефективним експериментальним методом розробки на ранній стадії нової системи складу ІАД.

З огляду на це, попередньо леговану матричну систему на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази було вивчено за допомогою D-оптимального проектування суміші. Три типи попередньо легованих порошоків на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази було обрано для з'ясування закону впливу цих трьох видів порошоків на твердість матриці, міцність під час згинання і швидкість втрати міцності під час згинання, що може слугувати еталоном для дослідження на бурових долотах на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази.

## МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ

### Матеріали

Попередньо леговані порошки на основі Fe, FAM1020 (Fe–18Ni–2Co, середній розмір частинок – 38 мкм), FAM2120 (Fe–6Ni–6Cu–3Sn, середній розмір частинок – 36 мкм) і FAM3010 (Fe–7Ni–12Mn, середній розмір частинок – 29 мкм), було надано компанією “Forlong Advanced Materials”, провінція Хунань, Китай. Цей процес спікання з гарячим пресуванням називається спіканням з низькою рідкою фазою, тому що вміст металів з низькою температурою плавлення Cu і Sn в трьох порошках попередніх сплавів на основі Fe надзвичайно низький в порівнянні з традиційною системою формування алмазного долота.

### Експериментальне проектування

У цьому дослідженні було використано 16-прогонову, трифакторну з D-оптимальним проектуванням суміші з п'ятьма відгуками для визначення рівня працездатності матриці долота на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази. Факторами, що оцінювали в роботі, була масова частка попередньо легованих порошоків FAM1020 ( $X_1$ ), FAM2120 ( $X_2$ ), FAM3010 ( $X_3$ ). Однак в експериментальних дослідженнях нереально отримати складові суміші зі співвідношенням від 0 до 1. Натомість більш реалістичним підходом є встановлення обмежень для діапазону варіацій компонента. Згідно з попереднім експериментом, частка зазначених трьох матеріалів становить  $20\% \leq X_1 \leq 60\%$ ,  $10\% \leq X_2 \leq 50\%$ ,  $20\% \leq X_3 \leq 40\%$ , а сума трьох факторів повинна дорівнювати 100%. Значення відгуку  $Y$  – це твердість ( $Y_1$ ), міцність під час згинання ( $Y_2$ ) металевого матричного композита (ММК), міцність під час згинання ( $Y_3$ ) алмазного матричного композита (АМК), швидкість втрат міцності під час згинання ( $Y_4$ ) і відносна густина ( $Y_5$ ) матриці долота.

Схема експериментального проектування була сформована за допомогою програмного забезпечення Design-Expert. Конструкція суміші полягає в розумному відборі невеликої кількості експериментальних точок, що включали факторіальні точки, центри ребер, центри площини обмеження, осеві контрольні точки і загальну центральну точку (рис. 1). Геометрично це еквівалентно накресленню граничних складів суміші, щоб експериментальна область була максимально повно нанесена на карту. Цей вид конструкції значною мірою залежить від обраної поліноміальної моделі. В умовах обмежень було створено 16 складів (табл. 1).

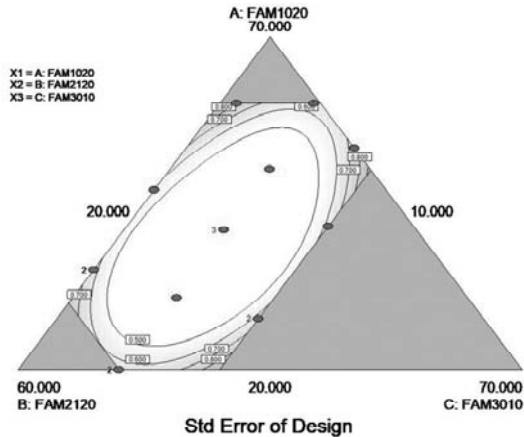


Рис. 1. Схематичне зображення трикомпонентної D-оптимальної конструкції суміші.

**Таблиця 1. Склади попередньо легованої матриці на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази**

Номер складу	Частка, % (за масою)			Вміст елементів, % (за масою)					
	FAM1020	FAM2120	FAM3010	Fe	Ni	Co	Cu	Sn	Mn
1	41	29	30	81,75	11,22	0,82	1,74	0,87	3,6
2	50	20	30	81,3	12,3	1	1,2	0,6	3,6
3	42	18	40	81,3	11,44	0,84	1,08	0,54	4,8
4	20	50	30	82,8	8,7	0,4	3	1,5	3,6
5	31	39	30	82,25	10,02	0,62	2,34	1,17	3,6
6	35	45	20	82,45	10,4	0,7	2,7	1,35	2,4
7	28	32	40	82	9,76	0,56	1,92	0,96	4,8
8	41	29	30	81,75	11,22	0,82	1,74	0,87	3,6
9	41	29	30	81,75	11,22	0,82	1,74	0,87	3,6
10	60	11	29	80,84	13,49	1,2	0,66	0,33	3,48
11	28	32	40	82	9,76	0,56	1,92	0,96	4,8
12	20	50	30	82,8	8,7	0,4	3	1,5	3,6
13	60	18	22	81,12	13,42	1,2	1,08	0,54	2,64
14	53	10	37	80,87	12,73	1,06	0,6	0,3	4,44
15	47	33	20	81,85	11,84	0,94	1,98	0,99	2,4
16	35	45	20	82,45	10,4	0,7	2,7	1,35	2,4

## Підготовка зразків та випробування

Три види попередньо легованих порошоків (100 % FAM1020, 100 % FAM2120, 100 % FAM3100) було виготовлено методом гарячого пресування спіканням і протестовано для їхнього порівняння. Усі зразки було розділено на дві групи – алмазовмісну та безалмазну, по два зразки в кожній порошоків композиції, розмір зразків становив 30×5×5 мм. При приготуванні АМК концентрація алмазів у зразках становила 25 % (за об'ємом) із середнім розміром частинок від 250 до 270 мкм, тобто від 50 до 60 меш. Порошкові суміші окремо перемішували в кульовому млині протягом 8 год і направляли в керовану резисторну піч (SM-100E) для спікання при гарячому пресуванні. Параметри спікання показано на рис. 2.

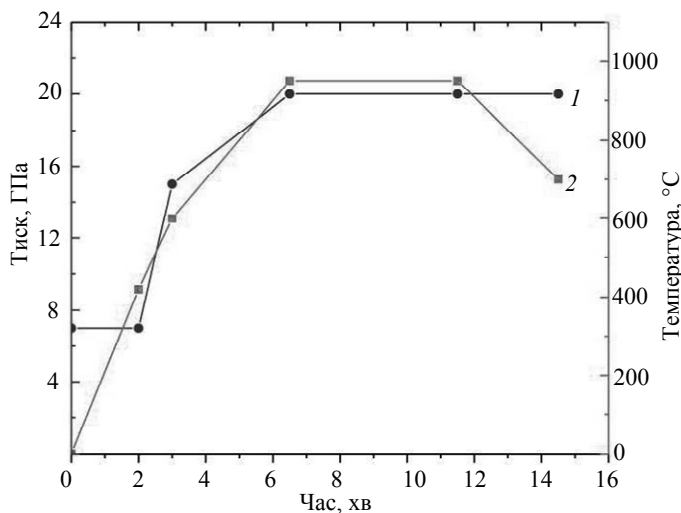


Рис. 2. Криві процесу спікання матриці долота: тиск (1), температура (2).

Твердість за Роквеллом і міцність під час згинання вимірювали за допомогою тестера твердості за Роквеллом (HR-150A, Шаньдунський завод експериментальних машин, Цзинань, Шаньдун, Китай) та універсальної тестової машини, керованої ПК (STM2500, Shanghai Xieqiang Instrument Technology Co., Ltd., Шанхай, Китай) відповідно. Для вимірювання відносної густини металевого матричного композиту (ММК) застосовували метод Архімеда. Крім того, поверхню руйнування зразків різних складів після випробування на міцність під час згинання досліджували за допомогою скануючого растрового мікроскопа (модель Phenom G2). Таким чином, спостерігали за розміром зерна, розміром та кількістю пор в мікроморфології тріщин для аналізу закономірності впливу різного складу компонентів на працездатність матриці. Регресійний дисперсійний аналіз використовували для аналізу впливу значення відгуку на продуктивність матриці.

## РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

### Результати експерименту

Результати експерименту наведено в табл. 2. Дані, отримані в експерименті, приймали за середнє значення. Крім того, статистичну значимість даних оцінювали за допомогою *t*-критерію Стьюдента, а ймовірність  $P < 0,05$  або  $0,01$  приймали як значущу. З метою відповідності експериментальним даним,

різні поліноміальні моделі було підібрано для опису кореляції між значенням відгуку та змінною. Таким чином, квадратичну модель і спеціальну кубічну модель було застосовано до  $Y_1$  і  $Y_3$ , відповідно, а  $Y_2$  і  $Y_4$  є кубічними моделями. Що стосується відносної густини  $Y_5$ , то в цьому дослідженні її не аналізували з тієї причини, що  $Y_5$  головним чином пов'язана з факторами спікання, а не зі змінами складу матриці.

**Таблиця 2. Значення експериментально отриманих відгуків для трикомпонентної D-оптимального проектування суміші**

Номер складу	FAM1020, % (за масою)	FAM2120, % (за масою)	FAM3010, % (за масою)	$Y_1$ , HRB	$Y_2$ , МПа	$Y_3$ , МПа	$Y_4$	$Y_5$
1	41	29	30	102,5	925	455	0,508	0,943
2	50	20	30	101,9	895	415	0,536	0,954
3	42	18	40	96,3	835	430	0,485	0,909
4	20	50	30	102	848	375	0,579	0,921
5	31	39	30	96,3	915	407,5	0,555	0,919
6	35	45	20	99,5	905	392,5	0,566	0,928
7	28	32	40	94,2	780	425	0,455	0,940
8	41	29	30	103,6	905	417,5	0,539	0,945
9	41	29	30	103	885	410	0,537	0,948
10	60	11	29	91,5	912,5	390	0,573	0,919
11	28	32	40	95,3	770	410	0,468	0,938
12	20	50	30	98,7	812,5	337,5	0,585	0,920
13	60	18	22	94,5	1007,5	412,5	0,591	0,908
14	53	10	37	92,1	982,5	480	0,511	0,922
15	47	33	20	101,3	865	482,5	0,442	0,931
16	35	45	20	100,2	905	389	0,570	0,926
17	100	0	0	89,7	822,5	445	0,459	0,912
18	0	100	0	94,4	770	217,5	0,718	0,926
19	0	0	100	88,3	720	410	0,431	0,906

### Регресійний аналіз

*Твердість за Роквеллом ( $Y_1$ ).* Значення твердості за Роквеллом попередньо легованої матриці долота на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази становлять від 90 до 110. Рівняння регресії, з врахуванням результатів табл. 2, представлено як

$$Y_1 = 0,2498X_1 + 0,3813X_2 - 12746X_3 + 0,01595X_1X_2 + 0,04988X_1X_3 + 0,04463X_2X_3, \quad (1)$$

де коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,72, корегований коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,58, адекватна точність – 5,941.

Аналіз дисперсії (ANOVA) для  $Y_1$  наведено в табл. 3. Перш за все, адекватна точність визначає відношення сигнал/шум, і відношення, що є тим більшим, ніж 4, є бажаним. Значення адекватної точності 5,941 є адекватним сигналом про те, що модель можна використовувати для проектування суміші, а також значення, отримане в  $F$ -моделі, що дорівнює 5,16, вказує, що модель є прийнятною. Значення ймовірності  $P > F$  менше, ніж 0,05, вказують на

значущість термів моделі. У цьому випадку компоненти лінійної суміші:  $X_1X_2$ ,  $X_1X_3$ ,  $X_2X_3$ , є важливими термами моделі. Крім того, якщо значення перевищують 0,1, це свідчать про те, що терми моделі не є суттєвими. Якщо існує багато несуттєвих термів моделі (не враховуючи тих, які необхідні для підтримки ієрархії), скорочення математичного виразу моделі може покращити її. Вплив  $X_3$  на твердість є найбільш значним, хоча він є негативним. З іншого боку, з рівняння (1) видно, що позитивний вплив  $X_2$  на твердість є найбільш значним, що узгоджується з результатами порівняльних експериментів, згідно з якими зразок зі 100 % FAM2120 мав найвище значення твердості. З врахуванням даних рис. 3 видно, що взаємодія між трьома попередньо легованими порошками очевидна. Профіль ділянки поверхні відгуку опуклий, що означає, що взаємодія між трьома порошками мала значний вплив на  $Y_1$ . На діаграмі можна визначити приблизний діапазон значень  $X_1$  і  $X_2$  для підтримки високої твердості зразків:  $35 \% \leq X_1 \leq 50 \%$ ,  $30 \% \leq X_2 \leq 50 \%$ .

**Таблиця 3. Дисперсійний аналіз (ANOVA) для регресійної моделі  $Y_1$**

Джерело	Сума квадратів	Ступінь свободи	Середній квадрат	Значення F	Значення P
Модель	174,10	5	34,82	5,16	0,0134
Лінійна суміш	71,66	2	35,83	5,31	0,0269
$X_1X_2$	76,14	1	76,14	11,28	0,0073
$X_1X_3$	63,19	1	63,19	9,36	0,0121
$X_2X_3$	54,00	1	54,00	8,00	0,0179
Залишок	67,51	10	6,75		
Загальна сума	241,61	15			

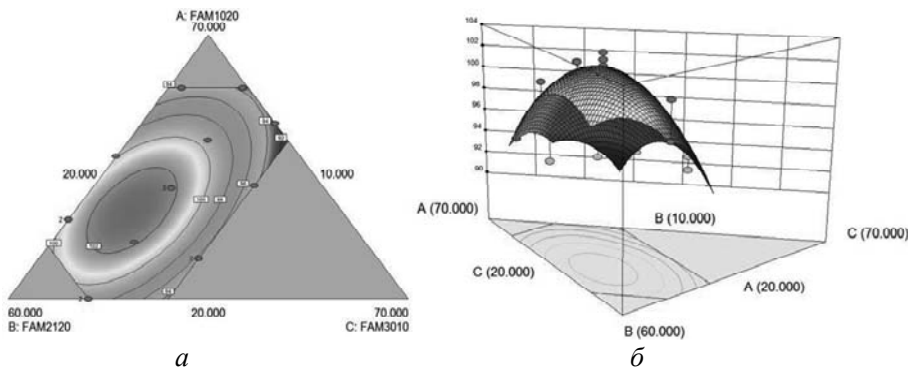


Рис. 3. Вплив вмісту FAM1020 ( $X_1$ ), FAM2120 ( $X_2$ ) і FAM3010 ( $X_3$ ) на відгук  $Y_1$ : контурний графік (а) і графік поверхні відгуку (б).

Міцність ( $Y_2$ ) ММК і коефіцієнт втрати міцності ( $Y_4$ ) під час згинання. Кубічну модель більш підходить для відгуків  $Y_2$  і  $Y_4$  тому, що вона є оптимальною моделлю для отримання експериментального результату:  $Y_2$  – міцність під час згинання ММК, а  $Y_4$  – швидкість втрат на міцність під час згинання матриці, отриманих за формулою

$$SLR = \frac{Y_2 - Y_3}{Y_2} \cdot 100 \% \quad (2)$$

Наступні кубічні рівняння було використано для демонстрації взаємозв'язку між рецептурними композиціями  $X_1, X_2, X_3$  і відгуками  $Y_2$  та  $Y_4$ :

$$Y_2 = 303,195X_1 + 281,319X_2 - 2765,517X_3 - 3,73625X_1X_2 + 47,29622X_1X_3 + 46,82317X_2X_3 - 0,71795X_1X_2X_3 - 3,0613 \cdot 10^{-3} X_1X_2(X_1 - X_2) - 0,43529X_1X_3(X_1 - X_3) - 0,41253X_2X_3(X_2 - X_3), \quad (3)$$

де коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,97, корегований коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,94, адекватна точність – 18,123;

$$Y_4 = 0,13187X_1 + 0,16275X_2 - 1,04278X_3 - 2,95901 \cdot 10^{-3} X_1X_2 + 0,017383X_1X_3 + 0,016337X_2X_3 - 2,32634 \cdot 10^{-4} X_1X_2X_3 - 6,07387 \cdot 10^{-7} X_1X_2(X_1 - X_2) - 1,64303 \cdot 10^{-4} X_1X_3(X_1 - X_3) - 1,63665 \cdot 10^{-4} X_2X_3(X_2 - X_3), \quad (4)$$

де коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,98, корегований коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,95, адекватна точність – 17,291.

Зокрема,  $R$ -квадрат двох моделей перевищує 0,97, а адекватна точність набагато більше 4,0 – це означає, що модель є значущою. Вибираючи  $Y_2$  для дисперсійного аналізу, значення  $P$  моделі в табл. 4 набагато менше 0,05, що вказує на значущість моделі. Рівняння (3) вказує, що FAM1020 ( $X_1$ ) і FAM2120 ( $X_2$ ) позитивно впливали на міцність під час згинання ММК, тоді як FAM3100 ( $X_3$ ) мав негативний ефект. Однак взаємодія між  $X_3$  та  $X_1, X_2$  також змінює  $Y_2$ . На рис. 4 видно, що FAM3010 має значний вплив на  $Y_2$ . Щоб отримати придатне значення  $Y_2$ , використовували звужений масштаб  $X_3$ :  $20\% \leq X_3 \leq 23\%$  або  $32\% \leq X_3 \leq 37\%$ , який було обрано за допомогою регресійного аналізу та рис. 4.

**Таблиця 4. Дисперсійний аналіз (ANOVA) для регресійної моделі  $Y_2$**

Джерело	Сума квадратів	Ступінь свободи	Середній квадрат	Значення $F$	Значення $P$
Модель	61259,64	9	6806,63	25,92	0,0004
Лінійна суміш	38805,64	2	19402,82	73,90	< 0,0001
$X_1X_2$	8198,00	1	8198,00	31,22	0,0014
$X_1X_3$	8252,03	1	8252,03	31,43	0,0014
$X_2X_3$	9082,88	1	9082,88	30,78	0,0014
$X_1X_2X_3$	7791,73	1	7791,73	29,68	0,0016
$X_1X_2(X_1 - X_2)$	460,29	1	460,29	1,75	0,2337
$X_1X_3(X_1 - X_3)$	8888,74	1	8888,74	33,85	0,0011
$X_2X_3(X_2 - X_3)$	7387,96	1	7387,96	28,14	0,0018
Залишок	1575,36	6	262,56		
Загальна сума	62835,00	15			

*Міцність під час згинання ( $Y_3$ ) АМК.* Міцність під час згинання композита алмазної матриці позначали  $Y_3$ . Поліном було отримано підгонкою експериментальних результатів:

$$Y_3 = -14,47366X_1 - 33,86014X_2 - 20,85507X_3 + 1,32346X_1X_2 + 0,958517X_1X_3 + 1,5111X_2X_3 - 0,040408X_1X_2X_3, \quad (5)$$



де коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,88, корегований коефіцієнт детермінації  $R$ -квадрат = 0,81, адекватна точність – 12,415.

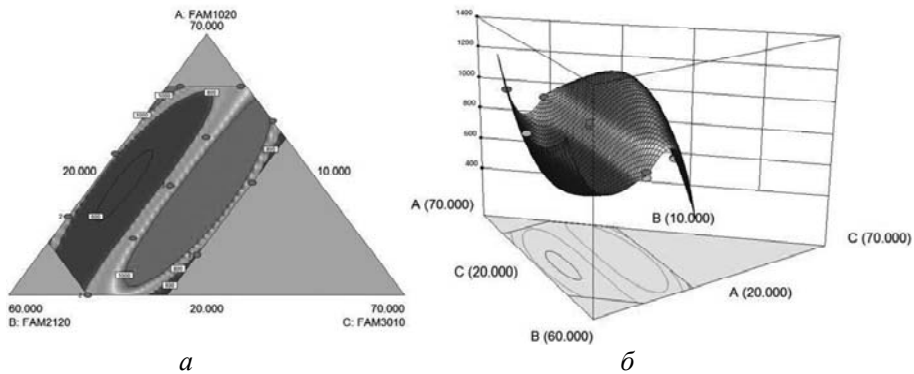


Рис. 4. Вплив вмісту FAM1020 ( $X_1$ ), FAM2120 ( $X_2$ ) і FAM3010 ( $X_3$ ) на відгук  $Y_2$ : контурний графік (а) і графік поверхні відгуку (б).

З рівняння (5) випливає, що FAM2120 ( $X_2$ ) має більший негативний вплив на міцність під час згинання зразків алмазної матриці, це також можна перевірити за значенням складу 18. За даними дисперсійного аналізу (ANOVA), наведеними в табл. 5, якщо  $F = 11,46$ , то це означає, що модель є значущою, одночасно  $P > F < 0,05$  вказують, що терми моделі є значущими. Значення  $P$  показують взаємодію між  $X_1$  та  $X_2$ ,  $X_2$  та  $X_3$ ,  $X_1$  та  $X_3$ ,  $X_1$ ,  $X_4$  та  $X_4$ , яка є значущою при  $P < 0,001$ ,  $P < 0,05$ ,  $P < 0,05$  і  $P < 0,01$  відповідно. Аналогічно на рис. 5 видно, що три попередньо леговані порошки з різним вмістом мають складну взаємодію. Загалом, чим вищий вміст FAM2120, тим менший  $Y_3$ . Беручи до уваги взаємодію між трьома видами попередньо легованих порошоків, кращий діапазон для  $X_1$  і  $X_2$  можна отримати, враховуючи дані рис. 5:  $35\% \leq X_1 \leq 55\%$ ,  $20\% \leq X_2 \leq 40\%$ .

**Таблиця 5. Дисперсійний аналіз (ANOVA) для регресійної моделі  $Y_3$**

Джерело	Сума квадратів	Ступінь свободи	Середній квадрат	Значення $F$	Значення $P$
Модель	19410,32	6	3235,05	11,46	0,0009
Лінійна суміш	7393,52	2	3696,76	13,10	0,0022
$X_1X_2$	8033,80	1	8033,80	28,47	0,0005
$X_1X_3$	2774,19	1	2774,19	9,83	0,0120
$X_2X_3$	2972,40	1	2972,40	10,53	0,0101
$X_1X_2X_3$	5201,92	1	5201,92	18,43	0,0020
Залишок	2539,61	9	282,18		
Загальна сума	21949,94	15			

Розрахункові та експериментальні значення всіх регресійних моделей показано на рис. 6, звідки видно, що результати, отримані за допомогою моделей, добре узгоджуються з експериментальними даними. Загалом, деякі висновки можна зробити за допомогою регресійного аналізу експериментальних даних. FAM2120 позитивно впливає на твердість матриці за Роквеллом, з іншого боку, більший вміст FAM1020 означає більшу міцність на вигин

ММК. Крім того, FAM2120 негативно впливає на міцність АМК під час згинання. Значення міцності зразків, отриманих з порошків складів 4 і 12 із вмістом 50 % FAM2120 (див. табл. 2), є найнижчими (див. рис. 6, в), що вказує на те, що високий вміст FAM2120 зменшує силу утримання алмазу в матриці. Коли вміст FAM3100 низький, матриця має кращі механічні властивості, що можна використовувати для регулювання продуктивності матриці. Нарешті, враховуючи, що всі відгуки повинні підтримувати певний діапазон матриці долота, для виготовлення зразків матриці з високою продуктивністю можна отримати найкращий діапазон зміни  $X_1, X_2, X_3$ :  $35 \% \leq X_1 \leq 55 \%$ ,  $20 \% \leq X_2 \leq 45 \%$ ,  $25 \% \leq X_3 \leq 35 \%$ .

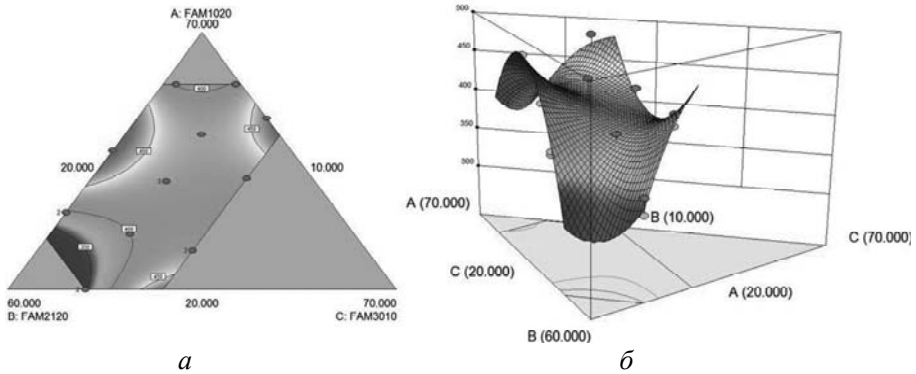


Рис. 5. Вплив вмісту FAM1020 ( $X_1$ ), FAM2120 ( $X_2$ ) і FAM3010 ( $X_3$ ) на відгук  $Y_3$ : контурний графік (а) і графік поверхні відгуку (б).

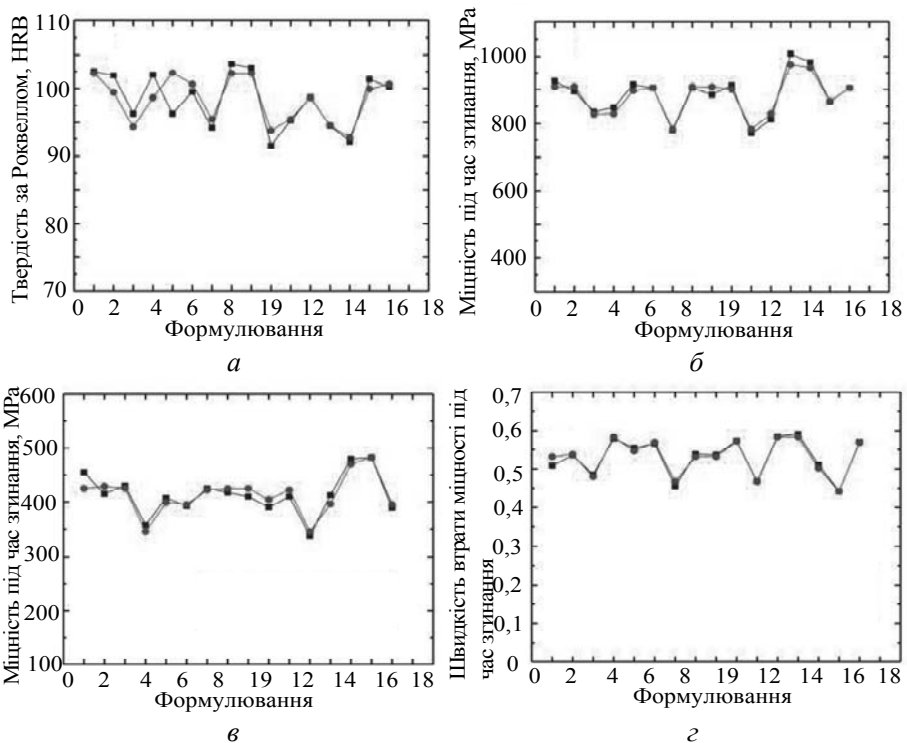


Рис. 6. Апроксимація рівняння регресії: твердість за Роквеллом (а), міцність під час згинання ММК (б) і АМК (в); швидкість втрати міцності під час згинання (z); розрахункові (●) і експериментальні (■) дані.

## Аналіз мікрморфології руйнування

Мікрморфологію зразка матриці після випробування на згин показано на рис. 7. Вміст FAM3100 становить 30 % у складах 2, 4, 9, а послідовність вмісту FAM1020 наступна: склади 2 > 9 > 4. Що стосується матриці без алмазу, то і  $X_1$ , і  $X_2$  позитивно впливають на міцність під час згинання (крім  $X_3$ ), ступінь впливу ММК на  $Y_2$  змінюється в порядку  $X_1 > X_2$ . Деякі мікросцілини спостерігали на рис. 7, б, що можна пояснити найвищим вмістом FAM2120 у складі 4. Як показано на рис. 7, а–в, поверхня руйнування зразка зі складом 2 (див. табл. 2) є найщільнішою через мінімальний вміст FAM2120 та найвищий вміст FAM1020. Для подальшої перевірки результатів регресійного аналізу поверхня руйнування зразків зі складом 17, 18 і 19 показана на рис. 7, з, д, е відповідно. Поверхня руйнування зразка зі складом 17 має найкращу однорідність, границю кристалів можна спостерігати на рис. 7, д. Три типи попередніх порошків мають різні мікроскопічні характеристики після спікання, отже, коли три попередні порошки змішують в певній пропорції, взаємодія між двома (і навіть між трьома) компонентами має великий вплив на механічні властивості матриці.

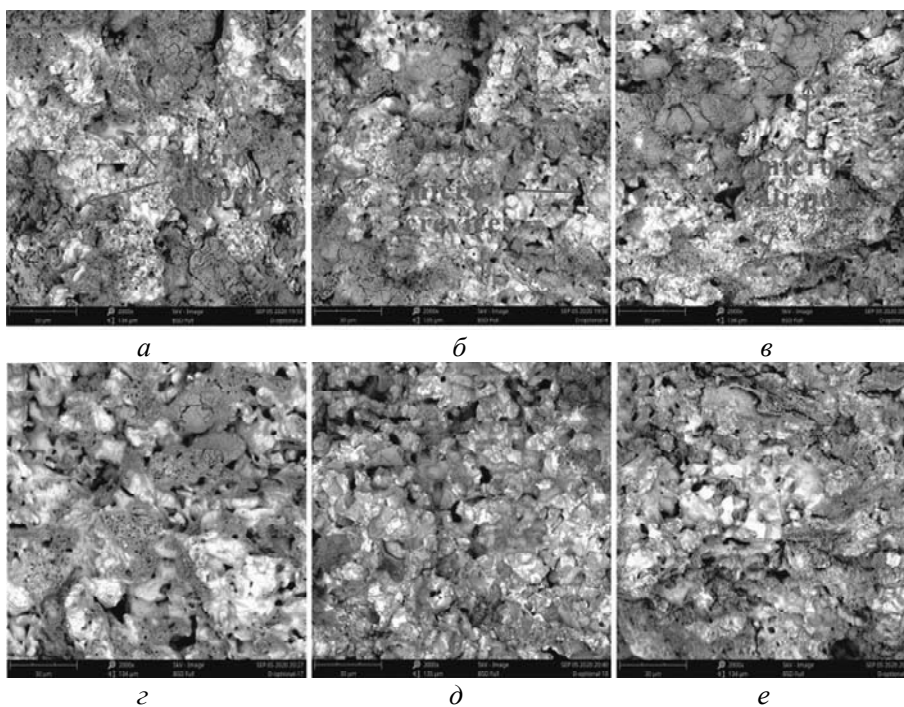


Рис. 7. Поверхня руйнування зразків ММК після втрати міцності під час згинання (2000 $\times$ ), зразки отримано з порошків зі складом (див. табл. 2): 2 (а) 4 (б), 9 (в), 17 (з), 18 (д), 19 (е).

Морфологію поверхні руйнування АМК та перехідної зони алмаз–металева матриця з наведених вище шести формул показано на рис. 8. На рис. 8, а перехідна зона алмаз–металева матриця однорідна з кількома порами, що вказує на те, алмазна матриця міцно контактує з алмазом. Пори в алмазно-металевій матриці складу 4 на рис. 8, б значно збільшені, тоді як кількість пор у зразка зі складом 9 знаходиться між зразками зі складами 2 і 4. Аналізуючи склад порошків, з яких отримували зразки, видно, що у зразка зі складом 4 (див. табл. 2) є найвищий вміст FAM2120, що узгоджується з нега-

тивним впливом FAM2120 на  $Y_2$  при регресійному аналізі. Теоретично рідкі фази Cu і Sn в матриці заповнюють мікропори в процесі спікання, що посилює механічні властивості матриці. Однак, порівняно з традиційною системою матриці долота на основі Fe, цей вміст рідкої фази можна ігнорувати. Більше того, на рис. 7,  $\delta$  видно границю зерен матриці FAM2120. Коли відбувається руйнування, воно легко поширюється вздовж границі зерен, що призводить до низької міцності під час згинання. Результати показують, що зі збільшенням вмісту FAM2120 міцність під час згинання АМК зменшується, що узгоджується з результатами регресійного аналізу.

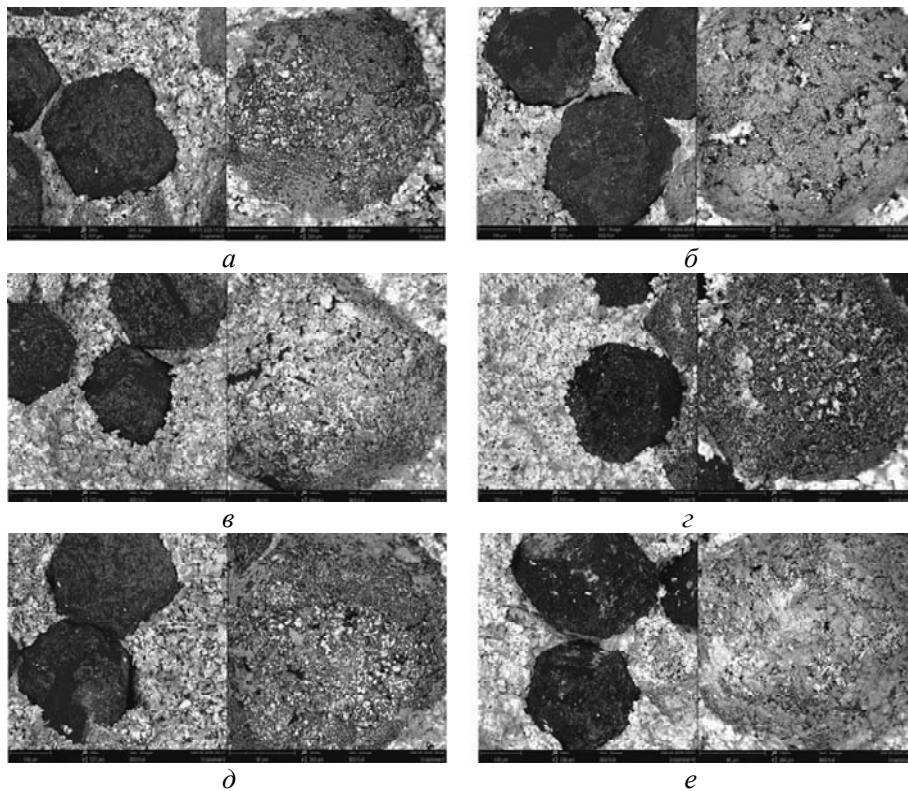


Рис. 8. Морфологія поверхонь руйнування (500 $\times$ ) і границь розділу алмазно-металевої матриці (1000 $\times$ ) зразків АМК після втрати міцності під час згинання; зразки отримано з порошків зі складом (див. табл. 2): 2 (а) 4 (б), 9 (в), 17 (г), 18 (д), 19 (е).

### Оптимізація складу матриці

Після отримання рівнянь регресії було проведено оптимізацію складу для отримання значень вмісту  $X_1$ – $X_3$ , максимізуючи відгуки ( $Y_1$ – $Y_4$ ) одночасно. Ці обмеження було зроблено для отримання формування матриці з чудовими характеристиками. Оптимізовані значення вмісту (50 %  $X_1$ , 30 %  $X_2$ , 20 %  $X_3$ ) компонентів матриці та прогнозовані відгуки ( $Y_1$ – $Y_4$ ) наведено в табл. 6. Для перевірки відгуків було підготовлено оптимальний склад сумішей для виготовлення зразків. У попередньому регресійному аналізі було визначено оптимальний діапазон вмісту складових суміші порошків для отримання бажаного значення відгуку. Експериментальні значення (див. табл. 6) близькі до прогнозованих значень, з відносною похибкою від 1,5 до 11,7 %.

**Таблиця 6. Прогнозні й експериментальні значення відгуків**

Значення відгуку	$X_1$ , % (за масою)	$X_2$ , % (за масою)	$X_3$ , % (за масою)	$Y_1$ , HRB	$Y_2$ , МПа	$Y_3$ , МПа	$Y_4$	$Y_5$	Бажане значення
Прогнозне	50	30	20	99	910,5	481,5	0,471		0,755
Експериментальне				97,5	1010	545	0,460	0,946	

### ВИСНОВКИ

Експериментальне дослідження матриці долота на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази, проведене за D-оптимальним проектуванням суміші, вивчення мікроскопічних характеристик поверхні руйнування і регресійний аналіз експериментальних результатів дали можливість зробити наступні висновки.

Застосування методу D-оптимального проектування суміші при розробці складу сумішей в ІАД виявилось ефективним і надійним. За результатами отриманих даних, попередньо легована матриця на основі Fe з низьким вмістом рідкої фази може відповідати виробничим вимогам матриці долота.

Згідно з регресійним аналізом, три види попередньо легованих порошоків на основі Fe мають різні властивості, і взаємодія між ними може поліпшити характеристики матриці.

FAM1020 і FAM2120 позитивно впливають на міцність ММК під час згинання. Крім того, FAM2120 позитивно впливає на твердість матриці, але негативно впливає на міцність АМК під час згинання. Коли значення вмісту FAM3100 нижче 23 % або знаходиться в діапазоні 32–37 %, матриця має кращу працездатність.

Твердість за Роквеллом і міцність під час згинання ММК та АМК досягають найвищих значень, а зразки мають найнижчу швидкість втрати міцності під час згинання при оптимальному складі 50 %  $X_1$ , 30 %  $X_2$ , 20 %  $X_3$ .

### ФІНАНСУВАННЯ

Це дослідження було фінансово підтримане Національним фондом природничих наук Китаю (грантові номери 41972327 та 41672364), Програмою зовнішнього співробітництва Департаменту науки і технологій провінції Хубей (2019АНВ051), відкритим проектом Інженерно-дослідницького центру буріння та розкопок і захисту гірських порід (грант № 201907), а також дослідницьким проектом експериментальних технологій, Китайський університет геологічних наук, Ухань (грант № SJ-201708).

Zhiming Wang, Xiaohong Fang, Wucheng Sun, Longchen Duan,  
Songcheng Tan

Faculty of Engineering, China University of Geosciences,  
Wuhan, P. R. China

D-optimal mixture design of Fe-based pre-alloyed diamond bit  
matrix with low liquid phase content

*To explore a new formulation system of diamond bit matrix, three kinds of Fe-based pre-alloyed powder with low liquid phase content were utilized for the matrix fabrication of impregnated diamond bit (IDB). To this end, the D-optimal mixture design method was employed for the design of the experiment scheme which contained 16 groups of samples. The samples were fabricated under the same hot pressing sintering conditions, then tests on*

hardness, bending strength, and relative density were conducted. The results were analyzed by regression analysis, and so were the interrelations and interactions of formula components on matrix properties. Meanwhile, the fracture surface of samples after the bending strength test was observed by SEM. It was found that FAM1020 and FAM2120 have a positive effect on the bending strength of metal matrix composite. Besides, FAM2120 has a positive effect on the hardness of the matrix, but a negative effect on the bending strength of the diamond matrix composite. The interaction among the three powders can improve the performance of the matrix. According to the result, the Fe-based pre-alloyed bit matrix with low liquid phase content can meet the requirements of the diamond bit matrix. Based on this exploration experiment, an optimal formulation is concluded as 50 wt %  $X_1$ , 30 wt %  $X_2$ , 20 wt %  $X_3$ .

**Keyword:** D-optimal mixture design; regression analysis; impregnated diamond bit; iron-based; low liquid phase content.

1. Zhao X.J., Li, J.Y., Duan L.C., Tan S.C, Fang X.H. Effect of Fe-based pre-alloyed powder on the microstructure and holding strength of impregnated diamond bit matrix. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2019. Vol. 79. P. 115–122.
2. Li S.B., Xiang Q., Zhang L.G. The wear mechanisms of diamond impregnated bit matrix. *Appl. Mech. Mater.*, 2013. Vol. 441. P. 15–18.
3. Wang L., Guo S.H., Gao J.Y., Yang L., Hu T., Peng J.H., Hou M., Jiang C.Y. Microwave sintering behavior of FeCuCo based metallic powder for diamond alloy tool bit. *J. Alloys Compd.* 2017. Vol. 727. P. 94–99.
4. Wang J.L., Zhang S.H. A new diamond bit for extra-hard, compact and nonabrasive rock formation. *J. Cent. South Univ.* 2015. Vol. 22, no. 4. P. 1456–1462.
5. Jia Meiling, Cai Jiapina, Ouyang Zhiyong, Shen Lina, Wu Haixia, Li Chun. Design & application of diamond bit to drilling hard rock in deep borehole. *Procedia Eng.* 2014. Vol. 73. P. 134–142.
6. Gao C., Yuan J.T., Jin H., Song Z.Q. Wear characteristics of impregnated diamond bit in drilling armor ceramic. *Adv. Mater. Res.* 2011. Vol. 179–180. P. 1150–1155.
7. Piri M., Hashemolhosseini H., Mikaeil R., Ataei M., Baghbanan A. Investigation of wear resistance of drill bits with WC, diamond-DLC, and TiAlSi coatings with respect to mechanical properties of rock. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2020. Vol. 87, art. 105113.
8. Tan S.C., Li C.P., Fang X.H., Shi H.C., Duan L.C., Li C.L. Investigation of filling phase percentages on the performance of WC-Cu based hot-pressing diamond bit matrices. *Metals*, 2019. Vol. 9, no. 12, p. 1305.
9. Yang K.H., Pan B.S., Duan L.C. Study on diamond bit for hard and compact rock. *Key Eng. Mater.* 2004. Vol. 259–260. P. 46–49.
10. Li C.L., Duan L.C., Tan S.C., Zhang W.J., Pan B.S. Effect of  $\text{CaF}_2$  and hBN on the mechanical and tribological properties of Fe-based impregnated diamond bit matrix. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2018. Vol. 75. P. 118–125.
11. Xie L.L., Chen L.Y., Huang X.L. Effect of graphite addition on impregnated diamond bit properties. *J. Superhard Mater.*, 2019. Vol. 41, no.4. P.237–246.
12. Bondarenko N.A., Novikov N.V., Mechnik V.A., Olejnik G.S., Vereshchaka V.M. Structural peculiarities of highly wear-resistant superhard composites of the diamond–WC–6Co carbide system. *Sverkhverdye Materialy.* 2004. Vol. 26, no. 6. P. 3–15.
13. Novikov N.V, Bondarenko N.A., Zhukovskii A.N., Mechnik V.A. The effect of diffusion and chemical reactions on the structure and properties of drill bit inserts. 1. Kinetic description of systems  $\text{C}_{\text{diamond}}\text{--VK6}$  and  $\text{C}_{\text{diamond}}\text{--}(\text{VK6--CrB}_2\text{--W}_2\text{B}_5)$ . *Fizicheskaya Mezomekhanika.* 2005. Vol. 8, no. 2. P. 99–106.
14. Bondarenko N.A., Zhukovsky A.N., Mechnik V.A. Analysis of the basic theories of sintering of materials. 1. Sintering under isothermal and nonisothermal conditions (a review). *Sverkhverdye Materialy.* 2006. Vol. 28, no. 6. P. 3–17.
15. Kolodnits'kyi V.M., Bagirov O.E. On the structure formation of diamond containing composites used in drilling and stone working tools (A review). *J. Superhard Mater.* 2017. Vol. 39, no. 1. P. 1–17.
16. Bondarenko M.O., Mechnik V.A., Suprun M.V. Shrinkage and shrinkage rate behavior in  $\text{C}_{\text{diamond}}\text{--Fe--Cu--Ni--Sn--CrB}_2$  system during hot pressing of pressureless-sintered compacts. *J. Superhard Mater.* 2009. Vol. 31, no. 4. P. 232–240.
17. Mechny V.A. Diamond–Fe–Cu–Ni–Sn composite materials with predictable stable characteristics. *Mater. Sci.* 2013. Vol. 48, no. 5. P. 591–600.

18. Mechnik V.A. Production of diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) composites with high wear resistance, *Powder Metall. Met. Ceram.* 2014. Vol. 52, nos. 9–10. P. 577–587.
19. Gevorkyan E., Mechnik V., Bondarenko N., Vovk R., Lytovchenko S., Chishkala V., Melnik O. Peculiarities of obtaining diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) composite materials by hot pressing. *Functional Mater.* 2017. no. 24. P. 31–45.
20. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kuzin, N.O., Gevorkian E.S. Influence of the addition of vanadium nitride on the structure and specifications of a diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) composite system. *J. Frict. Wear.* 2018. Vol. 39, no. 2. P. 108–113.
21. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kuzin N.O., Lyashenko B.A. The role of structure formation in forming the physicochemical properties of composites of the diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn) system. *J. Frict. Wear.* 2016. Vol. 37, no. 4. P. 377–384.
22. Mechnyk V.A. Regularities of structure formation in diamond–Fe–Cu–Ni–Sn–CrB<sub>2</sub> systems. *Mater. Sci.* 2013. Vol. 49, no. 1. P. 93–101.
23. Mechnik V.A. Effect of hot recompaction parameters on the structure and properties of diamond–(Fe–Cu–Ni–Sn–CrB<sub>2</sub>) composites. *Powder Metall. Met. Ceram.* 2014. Vol. 52, nos. 11–12. P. 709–721.
24. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Dub S.N., Kolodnitskyi V.M., Nesterenko Yu.V., Kuzin N.O., Zakiev I.M., Gevorkyan E.S. A study of microstructure of Fe–Cu–Ni–Sn and Fe–Cu–Ni–Sn–VN metal matrix for diamond containing composites. *Mater. Charact.* 2018. Vol. 146. P. 209–216.
25. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Storchak M., Dub S.N., Kuzin N.O. Physico-mechanical and tribological properties of Fe–Cu–Ni–Sn and Fe–Cu–Ni–Sn–VN nanocomposites obtained by powder metallurgy methods. *Tribol. Ind.* 2019. Vol. 41, no. 2. P. 188–198.
26. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Ignatovich S.R., Dub S.N., Kuzin N.O. Formation of Fe–Cu–Ni–Sn–VN nanocrystalline matrix by vacuum hot pressing for diamond-containing composite: Mechanical and tribological properties. *J. Superhard Mater.* 2019. Vol. 41, no. 6. P. 388–401.
27. Mechnik V.A., Bondarenko N.A., Kolodnitskyi V.M., Zakiev V.I., Zakiev I.M., Ignatovich S.R., Dub S.N., Kuzin N.O. Effect of vacuum hot pressing temperature on the mechanical and tribological properties of the Fe–Cu–Ni–Sn–VN composites. *Powder Metall. Met. Ceram.* 2020. Vol. 58, nos. 11–12. P. 709–721.
28. Aleksandrov V.A., Akekseenko N.A., Mechnik V.A. Study of force and energy parameters in cutting granite with diamond disc saws. *Sov. J. Superhard Mater.* 1984. Vol. 6, no. 6. P. 46–52.
29. Zhukovskij A.N., Majstrenko A.L., Mechnik V.A., Bondarenko N.A. The stress-strain state of the bonding around the diamond grain exposed to normal and tangent loading components. Part 1. *Model. Trenie Iznos.* 2002. Vol. 23, no. 2. P. 146–153.
30. Zhukovskij A.N., Majstrenko A.L., Mechnik V.A., Bondarenko N.A. Stress-strain state of the matrix around the diamond grain exposed to the normal and tangent loading components. Part 2. *Analysis, Trenie Iznos.* 2002. Vol. 23, no. 4. P. 393–396.
31. Aleksandrov V.A., Zhukovskij A.N., Mechnik V.A. Temperature field and wear of heterogeneous diamond wheel under conditions of convectional heat transfer. Part 2. *Trenie Iznos.* 1994. Vol. 15, no. 2. P. 196–201.
32. Dutka V.A., Kolodnitskiy V.M., Zabolotnyj S.D., Sveshnikov I.A., Lukash V.A. Simulation of the temperature level in rock destruction elements of drilling bits. *Sverkhтвердые Materialy.* 2004. Vol. 26, no. 2. P. 66–73.
33. Dutka V.A., Kolodnitskiy V.M., Mel'nichuk O.V., Zabolotnyj S.D. Mathematical model for thermal processes occurring in the interaction between rock destruction elements of drilling bits and rock mass. *Sverkhтвердые Materialy.* 2005. Vol. 27, no. 1. P. 67–77.
34. Sveshnikov I.A., Kolodnitskiy V.N. Optimization of the hard alloy cutter arrangement in the drilling bit body. *Sverkhтвердые Materialy.* 2006. Vol. 28, no. 4. P. 70–75.
35. De Oliveira L.J., Cabral S.C., Filgueira M. Study hot pressed Fe-diamond composites graphitization. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2012. Vol. 35. P. 228–234.
36. Efremenko V.G., Shimizu K., Noguchi T., Efremenko A.V., Chabak Yu.G. Impact–abrasive–corrosion wear of Fe-based alloys: Influence of microstructure and chemical composition upon wear resistance. *Wear.* 2013. Vol. 305, nos. 1–2. P. 155–165.
37. Loginov P.A., Zhassay U.A., Bychkov M.Y., Petrzhih M.I., Mukanov S.K., Sidorenko D.A., Orekhov A.S., Rupasov S.I., Levashov E.A. Chromium-doped Fe–Co–Ni binders for diamond cutting tools: The features of the structure, mechanical properties, and adhesion to diamond. *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.* 2020. Vol. 92, p. 105289.

38. Wu Y.P., Yan Q.Z., Zhang X.X. Wear characteristics of Fe-based diamond composites with cerium oxide (CeO<sub>2</sub>) reinforcements, *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, 2020. Vol. 86, p. 105093.
39. Wang F.L., Kimio W., Li Y.P., Ito S., Yamanaka K., Koizumi Y., Chiba A. Study of microstructure evolution and properties of Cu-Fe microcomposites produced by a pre-alloyed powder method. *Mater. Des.* 2017. Vol. 126. P. 64–72.
40. Zhao C., Wang Z., Li D.X., Xie M.S., Kollo L., Luo Z.Q., Zhang W.W., Prashanth K.G. Comparison of additively manufacturing samples fabricated from pre-alloyed and mechanically mixed powders. *J. Alloys Compd.* 2020. Vol. 830, p. 154603.
41. Bai R., Zhang S.H., Han Y., Zhou, H., Su Z., Wang J.L., Wu J.J., Liu L.L. Effect of CL192 pre-alloyed powder on matrix properties of impregnated diamond bit. *Diam. Relat. Mater.* 2020. Vol. 107, p. 107878.
42. Xie D.L., Qin H.Q., Lin F., Pan X.Y., Chen C., Xiao L.Y., Chen J.R., Mo P.C. Microstructures and properties of Fe–Co–Cu Pre-Alloyed powder for geological diamond bits. *J. Superhard Mater.* 2019. Vol. 41, no. 5. P. 302–309.
43. Zhou J.Z., Liu X.L., Huang K.H., Dong M.S., Jiang H.H. Application of the mixture design to design the formulation of pure cultures in Tibetan kefir. *Agric. Sci. China.* 2007. Vol. 6, no. 11. P. 1383–1389.
44. Mahdhi A., Harbi B., Esteban M.Á., Chaieb K., Kamoun F., Bakhrouf A. Using mixture design to construct consortia of potential probiotic *Bacillus* strains to protect gnotobiotic *Artemia* against pathogenic *Vibrio*. *Biocontrol Sci. Technol.* 2010. Vol. 20, no. 9. P. 983–996.
45. Kim, S.M., Surimi–alginate gels as affected by setting: a study based on mixture design and regression models. *Food Res. Int.* 2003. Vol. 36, no. 3. P. 295–302.
46. Shi, C.J., Wu, Z.M., Lv, K.X., Wu, L.M., A review on mixture design methods for self-compacting concrete. *Constr. Build. Mater.* 2015. Vol. 84. P. 387–398.
47. Ly O., Monchau F., Remond S., Lors C., Jouanneaux A., Debarre E., Damidot D. Optimization of the formulation of an original hydrogel-based bone cement using a mixture design. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 2020. Vol. 110, p. 103886.
48. Achour S., Khelifi E., Ayed L., Helal A.N., Bakhrouf A. Response surface methodology for textile wastewater decolourization and biodegradation by a novel mixed bacterial consortium developed via mixture design. *Desalination Water Treat.* 2014. Vol. 52, no. 7–9. P. 1539–1549.
49. Silvestrini R.T. Considerations for D-optimal sequential design: considerations for D-optimal sequential design. *Qual. Reliab. Eng. Int.* 2015. Vol. 31, no. 3. P. 399–410.
50. El-Malah Y., Nazzal S., Khanfar N.M. D-optimal mixture design: optimization of ternary matrix blends for controlled zero-order drug release from oral dosage forms. *Drug Dev. Ind. Pharm.* 2006. Vol. 32, no. 10. P. 1207–1218.
51. Yin H.F., Chen Z.G., Gu Z.X., Han Y.B. Optimization of natural fermentative medium for selenium-enriched yeast by D-optimal mixture design. *LWT – Food Sci. Technol.* 2009. Vol. 42, no. 1. P. 327–331.
52. Rahul A.V., Santhanam M., Meena H., Ghani Z. 3D printable concrete: Mixture design and test methods. *Cem. Concr. Compos.* 2019. Vol. 97. P. 13–23.

Надійшла до редакції 29.09.20

Після доопрацювання 12.10.20

Прийнята до опублікування 28.09.20