

Материаловедение

УДК 621.762

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГРАНУЛИРОВАНИЯ В ТЕХНОЛОГИИ САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩЕГОСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТОГО КАРБИДА ТИТАНА

Д.И. Андриянов, А.П. Амосов, А.Р. Самборук

Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

E-mail: andriyanov14dim@yandex.ru

Представлены результаты исследований пористого карбида титана, полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) с использованием гранулированной исходной шихты. Показано влияние гранулирования, дисперсности и количества титана в исходной шихте на структурообразование, химический состав, пористость и прочностные характеристики получаемого пористого материала. Приведены результаты исследований на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6390A, дифрактометре ARL X'TRA и универсальной испытательной машине INSTRON 5988. Предел прочности при сжатии образца, синтезированного из прессованной гранулированной шихты состава Ti+0,4C с использованием титана марки ТПП-7, составил 29 МПа при давлении прессования 55 МПа, средний размер пор – 200 мкм при общей пористости более 50 %.

Ключевые слова: порошок титана, гранулирование, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, карбид титана, пористость, предел прочности.

Пористые материалы на основе титана нашли широкое применение в разных отраслях промышленности (фильтры, носители катализаторов и др.) и медицине (имплантаты) благодаря своим ценным свойствам, главными из которых являются высокие коррозионная стойкость во многих агрессивных средах, удельная прочность и биологическая совместимость [1-4]. Карбид титана занимает важное место среди тугоплавких карбидов, он имеет высокую устойчивость к воздействию высоких температур, кислот и щелочей [5], поэтому представляет большой интерес в разработке пористых материалов.

Существуют различные способы получения пористых материалов, основное место среди которых занимают методы порошковой металлургии с формованием и спеканием из порошков. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) выгодно отличается от традиционных порошковых технологий малым энергопотреблением и простым малогабаритным

Дмитрий Игоревич Андриянов, аспирант.

Александр Петрович Амосов (д.т.н., проф.), заведующий кафедрой «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

Анатолий Романович Самборук (д.т.н.), профессор кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

оборудованием при хорошем качестве синтезируемых пористых материалов [6-7]. Использование гранулированных смесей исходных порошков (шихт) увеличивает как пористость шихты, так и пористость продуктов СВС [8]. Это обстоятельство может способствовать улучшению характеристик получаемых пористых материалов.

Свойства порового пространства материала определяются совокупностью таких характеристик, как пористость материала в целом, форма и размер пор, также большое значение имеют прочностные, физические, химические и эксплуатационные характеристики получаемых пористых изделий.

В настоящей работе исследовался процесс получения пористого карбида титана в режиме СВС с фильтрацией газа из гранулированной шихты, который позволяет получать открытую пористость продукта за счет движения разогретых до высокой температуры примесных газов, выделяющихся из реагентов при горении [9].

Методика эксперимента

В качестве исходных реагентов использовались порошки следующих марок: титан ТПП -7 и ПТМ-2, углерод технический (сажа) П804Т.

Исследованию подвергалась шихта $Ti + xC + HЦ$, где x – молярное содержание углерода в шихте, $HЦ$ – нитроцеллюлоза в качестве связующего частиц порошков в гранулах. Исходные компоненты подвергали предварительной сушке в течение 4 часов в вакуум-сушильных шкафах.

Приготовление рецептур экспериментальных гранулированных шихт состояло из двух этапов.

1. Приготовление шихты $Ti + xC$. Экспериментальные составы экзотермических шихт ($Ti + xC$) с заданным расчетным содержанием титана и технического углерода готовили в шаровой мельнице объемом 1 л при соотношении масс шаров и шихты 3:1. Время смешивания – 4 часа.

2. Гранулирование экспериментальных составов исходных шихт с заданным расчетным содержанием титана и технического углерода.

Для гранулирования шихты использовался раствор нитроцеллюлозы в ацетоне. Гранулы готовились продавливанием смеси через сетку с размером ячеек 1,5 мм.

Сжиганию подвергали отпрессованные заготовки из гранулированной шихты диаметром 23 и высотой 15 мм. Формование пористых заготовок для синтеза осуществлялось односторонним прессованием в цилиндрической матрице диаметром 23 мм при удельном давлении прессования $P_{уд} = 55$ МПа. Реакция синтеза проводилась в оболочке из песка на воздухе. Инициирование реакции осуществлялось электрической спиралью.

Микроструктура синтезируемых пористых образцов изучалась на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6390A, а для проведения элементного анализа использовалась приставка энергодисперсионного анализа JeolJED-2200.

Пористость синтезированного материала рассчитывалась по изображению, полученному на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6390A. Полученные изображения образцов обрабатывались с помощью программы ImageJ. Рентгенофазовый анализ полученных образцов производился с помощью дифрактометра ARL X'tra-138 фирмы Termo Scientific.

В качестве основного параметра, характеризующего прочность синтезируемого материала, был выбран предел прочности при сжатии $\sigma_{сж}$, который определялся на универсальной испытательной машине INSTRON 5988.

Результаты эксперимента и обсуждение

Сначала исследовалось влияние дисперсности титана в гранулированной шихте на предел прочности полученных материалов. Для этого использовался титан марок ТПП-7 и ПТМ-2 со средним размером частиц 300 и 45 мкм соответственно. В табл. 1 и 2 представлены результаты исследований.

Таблица 1

Предел прочности при сжатии образцов, синтезированных из гранулированной шихты состава $Ti+xC$ использованием титана марки ПТМ-2

Шихта	Предел прочности на сжатие, $\sigma_{сж}$, МПа
Ti + C	–
Ti + 0,5C	1
Ti + 0,4C	1,5
Ti + 0,3C	–

Таблица 2

Предел прочности при сжатии образцов, синтезированных из гранулированной шихты состава $Ti+xC$ использованием титана марки ТПП-7

Шихта	Предел прочности на сжатие, $\sigma_{сж}$, МПа
Ti + C	7,5
Ti + 0,5C	16
Ti + 0,4C	29
Ti + 0,3C	–

Из таблиц видно, что пористые образцы, полученные из гранулированных СВС-шихт с использованием титана марки ТПП-7, имеют более высокие значения предела прочности на сжатие, чем аналогичные образцы, синтезированные из шихты с титаном марки ПТМ-2. С увеличением количества титана в шихте предел прочности увеличивается. Наибольшим пределом прочности на сжатие обладает образец, полученный из гранулированной шихты Ti + 0,4C (марка титана ТПП-7), – $\sigma_{сж} = 29$ МПа при удельном давлении прессования исходной заготовки $P_{уд} = 55$ МПа. У образцов, синтезированных из гранулированных шихт состава Ti + 0,3C, наблюдалось недогорание в случае шихты, приготовленной на титане марки ПТМ-2, а в случае шихты, приготовленной на титане марки ТПП-7, в образцах даже не инициировалось горение.

Было исследовано также влияние дисперсности титана на структурообразование синтезированных образцов. На рис. 1 представлена диаграмма относительного удлинения образцов в зависимости от дисперсности частиц титана и молярного содержания углерода в системе Ti-C. На рис. 2 представлены фотографии микроструктуры скола пористых образцов, полученных из гранулированных шихт с использованием разных марок титана.

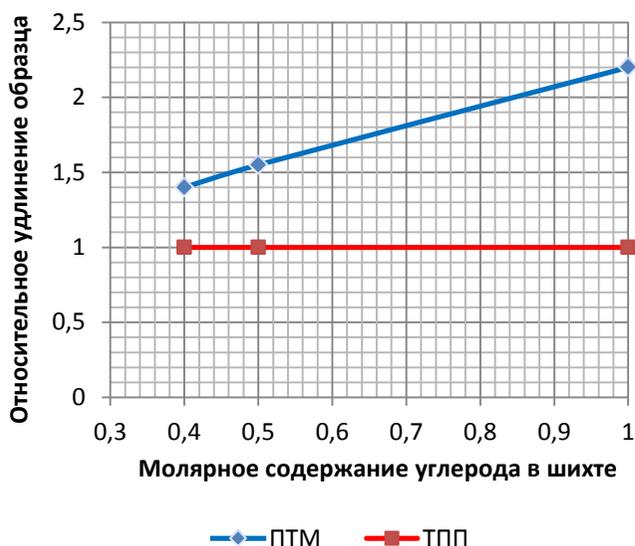
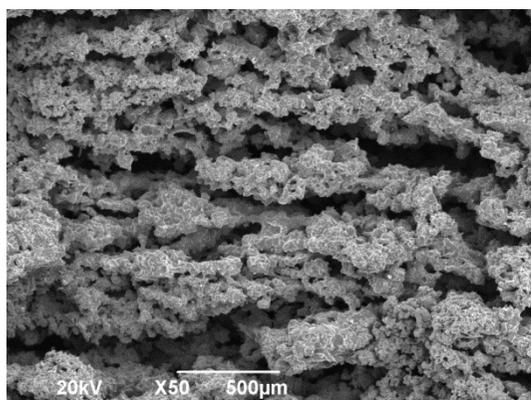


Рис. 1. Относительное удлинение гранулированных образцов системы Ti+xC в зависимости от содержания углерода при различной дисперсности частиц титана

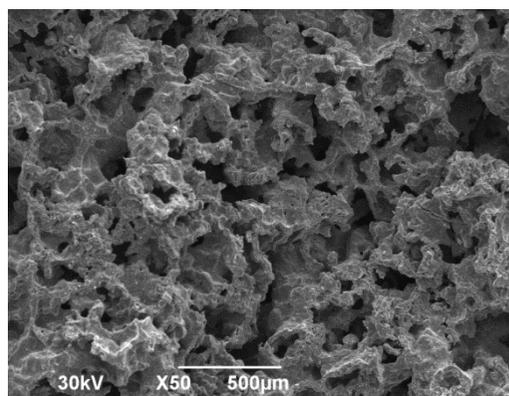
У образцов, полученных из шихт с использованием титана марки ПТМ-2, после синтеза наблюдалось увеличение по высоте в 1,5-2 раза по сравнению с исходными заготовками. Образцы отличаются высокой хрупкостью и имеют ярко выраженную слоистую структуру (рис. 2, а). С увеличением общего количества титана в шихте удлинение уменьшалось.

Образцы, полученные из шихт с использованием более крупного титана марки ТПП-7, отличаются однородной пористой структурой (рис. 2, б). После синтеза образцы представляют собой плотный пористый спек с сохранением исходных размеров.

Не наблюдалось изменения диаметра исходных образцов после синтеза для шихты как с титаном марки ПТМ-2, так и с титаном марки ТПП-7.



а



б

Рис. 2. Фотографии скола образцов, синтезированных из гранулированных шихт состава Ti+0,4C, с разными марками титана:

а – ПТМ-2; б – ТПП-7

С целью исследования влияния гранулирования на структурообразование синтезируемых пористых образцов был проведен также синтез Ti+C из обычной (негранулированной) шихты. Образцы, синтезированные из обычной шихты Ti+C с использованием титана марки ТПП-7, сохраняли исходные размеры; у образцов, синтезированных из шихты Ti+C с использованием титана марки ПТМ-2, наблюдалось увеличение по высоте в 2 раза с сохранением диаметра образца.

Система Ti-C относится к так называемым безгазовым [6-8], тем не менее ее компоненты, особенно титан, содержат растворенные и адсорбированные газы, и в первую очередь водород, который выделяется при горении. Примесный газ играет существенную роль при горении, переводя теплоперенос из режима теплопроводности в режим конвективной теплопередачи, что существенно влияет на параметры горения и конечные продукты синтеза [7, 10].

Основными факторами, влияющими на изменение размеров образца, являются скорость горения и скорость фильтрации газов из образца [11].

В работе [12] при горении системы Ti-C было установлено влияние размера частиц титана на скорость горения. С увеличением размера частиц титана в системе Ti-C скорость горения уменьшается. Также известно, что общее количество газов, образующихся при горении, сильно уменьшается при увеличении размера частиц титана. Таким образом, можно сделать вывод, что образцы, синтезированные из шихт (как гранулированных, так и негранулированных) с использованием титана марки ПТМ-2, при более высокой скорости горения и меньшей скорости фильтрации (плотность образцов выше) обладают сильной динамикой газовыделения, в результате чего происходит расслоение структуры. Образцы, синтезированные из шихты с более крупными частицами титана (ТПП-7), напротив, обладая большей проницаемостью, меньшим количеством газов, образующихся при горении, и меньшей температурой горения, отличаются однородной пористой структурой после синтеза.

В табл. 3 приведены сравнительные характеристики прочности и пористости образцов, синтезированных из обычной и гранулированной шихт состава Ti+C с использованием титана марки ТПП-7.

Таблица 3

Характеристики прочности и пористости образцов, синтезированных из обычной и гранулированной шихт состава Ti+C с использованием титана марки ТПП-7

Шихта Ti+C	Предел прочности на сжатие, $\sigma_{сж}$, МПа	Пористость, %	Размер пор, мкм
Обычная	9	35	30-50
Гранулированная	7,5	57	50-400

Как видно из табл. 3, гранулирование шихты состава Ti+C позволило значительно увеличить пористость и размер пор получаемого материала при несущественном снижении предела прочности на сжатие. Морфология скола образцов, синтезированных из обычной и гранулированной шихт состава Ti+C с использованием титана марки ТПП-7, представлена на рис. 3.

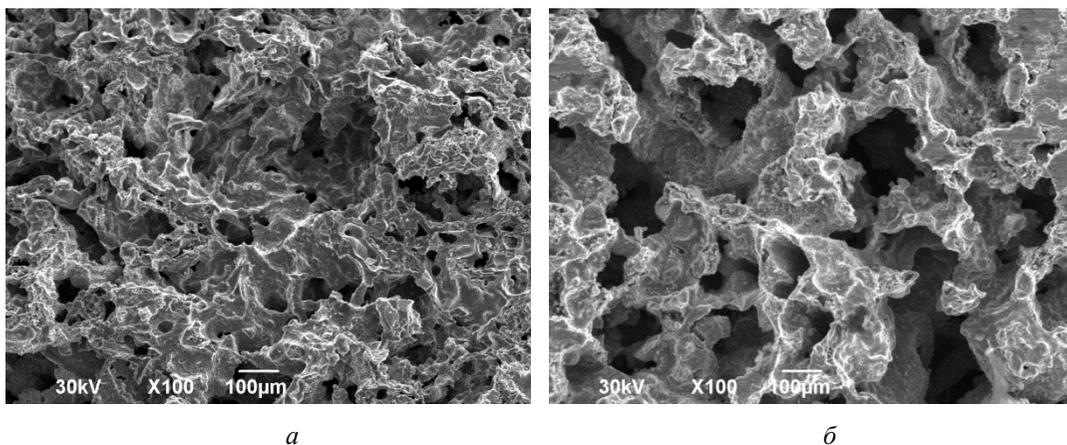


Рис. 3. Фотографии образцов, синтезированных из шихты состава Ti+C с использованием титана марки ТПП-7:
a – обычная шихта; *б* – гранулированная

Как видно из рис. 3, продукты синтеза состоят из трехмерных взаимопроникающих элементов: твердой матрицы и порового пространства. Матрица имеет гладкую оплавленную поверхность, характерную для материалов, образующихся в присутствии жидкой фазы. Образцы, синтезированные из гранулированных шихт, имеют более развитую поверхность порового пространства. Поры имеют вытянутую форму. Средний размер пор составляет 200 мкм, общая пористость – около 50 % при доле открытой пористости порядка 99 %. Внутри пор находятся кристаллы правильной формы размером 5-15 мкм.

На рис. 4 представлены фотографии скола образца (общий вид) и порового пространства при увеличении $\times 500$ крат.

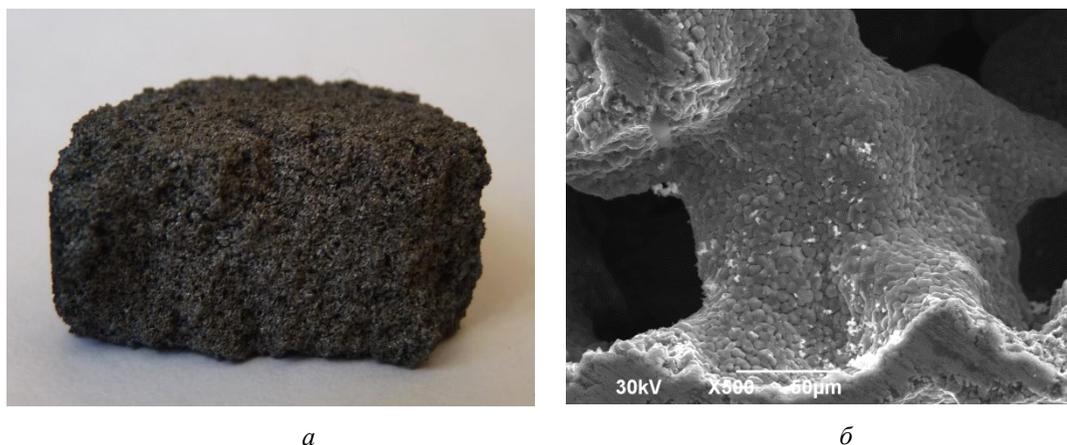


Рис. 4. Фотографии образцов, синтезированных из гранулированной шихты состава Ti+0,4C с использованием титана марки ТПП-7:
a – общий вид скола; *б* – поровое пространство

Были проведены энергодисперсионный (элементный) и рентгенофазовый анализы образцов, синтезированных из гранулированных шихт состава Ti+0,4C с

использованием титана марок ПТМ-2 и ТПП-7. Результаты анализа приведены в табл. 4.

Таблица 4

Результаты энергодисперсионного и рентгенофазового анализов образцов, синтезированных из гранулированных шихт состава Ti+0,4C с использованием титана марок ПТМ-2 и ТПП-7

Марка титана	Фазы	Примесные элементы	
		Кислород (O), %, атом	Азот (N), %, атом
ПТМ-2	TiC, TiO	0,8 – 2,7	1,8 – 2,2
ТПП-7	TiC, TiN	0,15 – 0,3	2,1 – 2,6

Из элементного анализа следует, что имеются примеси в виде кислорода и азота. Результаты рентгенофазового анализа показали, что продукты синтеза состоят из двух фаз: карбида титана TiC и нитрида титана TiN – для образцов, синтезированных из гранулированных шихт с использованием титана марки ТПП-7, и карбида титана TiC и оксида титана TiO – для образцов, синтезированных из гранулированных шихт с использованием титана марки ПТМ-2. Общее количество примесей в образцах, полученных из шихт с более крупным титаном (ТПП-7), меньше по сравнению с более мелким титаном марки ПТМ-2.

Заключение

Исследованное влияние гранулирования, размера частиц титана и количества титана в исходной шихте на структурообразование, химический состав, пористость и прочностные характеристики получаемых пористых материалов показало перспективность использования гранулирования исходной шихты в технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза пористых материалов.

В результате проведенных исследований получена пористая металлокерамика системы Ti-C. Предел прочности при сжатии образца, синтезированного из гранулированной шихты состава Ti+0,4C с использованием титана марки ТПП-7, составил $\sigma_{сж} = 29$ МПа при давлении прессования $P = 55$ МПа.

Образцы имеют развитую поверхность порового пространства. Поры открытые и имеют вытянутую форму. Средний размер пор составляет 200 мкм, общая пористость синтезированного материала составляет более 50 %.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Белов С.Б. Пористые металлы в машиностроении. – М.: Машиностроение, 1976. – 183 с.
2. Пористые порошковые материалы с анизотропной структурой: методы получения / Под. ред. П.А. Витязя, Л.П. Пилиневич, В.В. Мазюк, А.Л. Рак и др. – Минск: Тонпик, 2005. – 236 с.
3. Гюнтер В.Э. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения. – Томск: Изд-во МИЦ, 2006. – 296 с.
4. Influence of precursor preparation on cell structure of porous Ti composite / Makoto Kobashi, Naoyuki Kanetake / 16th international conference on composite materials. – Kyoto, Japan, 2007.
5. Кипарисов С.С., Левинский Ю.В., Петров А.П. Карбид титана: получение, свойства, применение. – М.: Metallurgy, 1987. – 216 с.
6. Амосов А.П., Боровинская И.П., Мержанов А.Г. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов: Учеб. пособие / Под науч. ред. В.Н. Анциферова. – М.: Машиностроение-1, 2007. – 567 с.
7. Щербаков В.А., Сизов А.Н. Формирование структуры пористого продукта при горении смеси титан-сажа // Доклады академии наук. – 1996. – Т. 348. – № 1. – С. 69-73.

8. *Амосов А.П., Макаренко А.Г., Самборук А.Р., Сеплярский Б.С., Самборук А.А. и др.* Гранулирование в порошковой технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза / Известия вузов. ПМ и ФП. – М., 2011. – № 2. – С. 30-37.
9. *Амосов А.П., Макаренко А.Г., Самборук А.Р., Сеплярский Б.С., Скобельцов В.П., Закамов Д.В.* Технология СВС с фильтрацией газов для получения керамических порошков / Вестник Самарского государственного технического университета. Сер. Технические науки. – 1998. – Вып. 5. – С. 92-103.
10. *Скобельцов В.П., Лазунин И.А., Мурзин И.Ю.* Влияние газовой выделенности на закономерности горения при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе карбида титана и бинарного карбида титана, хрома // Физика аэродисперсных систем. – 1986. – Вып. 29. – С. 38-433.
11. *Камынина О.К., Рогачев А.С., Сычев А.Е., Умаров Л.М.* Механизм и динамика формирования пористого продукта в волне СВС // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2003. – № 6. – С. 69-74.
12. *Шкиро В.М., Боровинская И.П.* Процессы горения в химической технологии и металлургии / Под ред. А.Г. Мерджанова. – Черноголовка: ОИХФАН СССР, 1975. – С. 253

Статья поступила в редакцию 18 июня 2014 г.

THE USE OF GRANULATION TECHNOLOGY OF SELF-PROPAGATING HIGH-TEMPERATURE SYNTHESIS FOR THE PREPARATION OF POROUS TITANIUM CARBIDE

D.I. Andriyanov, A.P. Amosov, A.R. Samboruk

Samara State Technical University
244, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

The results of studies of porous titanium carbide produced by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) using granular initial charge are presented. It is shown the influence of the granulation dispersion and titanium in the starting material for pattern formation, chemical composition, porosity, strength characteristics of the resulting porous material. The results of studies are obtained with the scanning electron microscope Jeol JSM-6390A, diffractometer ARL X'TRA and universal testing machine INSTRON 5988. Tensile strength of the sample synthesized from compacted granulated mixture of Ti+0,4C composition using titanium grade TPP-7, was 29 MPa for compaction pressure of 55 MPa, the average size of pores was 200 microns with the total porosity more than 50 %.

Keywords: titanium, titanium carbide, granulation, tensile strength, porosity, self-propagating high-temperature synthesis.

*Dmitry I. Andriyanov, Postgraduate Student.
Alexander P. Amosov (Ph.D. (Techn.)), Associate Professor.
Anatoly R. Samboruk (Ph.D. (Techn.)), Associate Professor.*

УДК 621.791.05 + 669

ФОРМИРОВАНИЕ СВАРНОГО ШВА ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ СВАРКЕ ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА ХН67ВМТЮ-ВД ТОЛЩИНОЙ 6 ММ

С.Л. Исаев

Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Подобраны оптимальные параметры электронно-лучевой сварки (ЭЛС) жаропрочного сплава марки ХН67ВМТЮ-ВД толщиной 6 мм, выполненной с технологической подкладкой толщиной 5 мм без предварительного подогрева, и исследовано влияние режимов ЭЛС на образование дефектов. Склонность сплава ХН67ВМТЮ-ВД к образованию дефектов исследовали при скоростях сварки 3 и 5 мм/с. Для оценки качества сварки каждый из образцов подвергался рентгенконтролю, разрезке и металлографическому исследованию с определением параметров сварных швов, микротвердости и наличия дефектов. Полученные значения параметров сварки для стыкового соединения обеспечивают требуемое качество и размеры сварного шва.

Ключевые слова: электронно-лучевая сварка, жаропрочный сплав, скорость сварки, микротвердость, оптимальный режим сварки.

При изготовлении таких ответственных высоконагруженных узлов в машиностроении, как проставка газоперекачивающих двигателей, головка камеры сгорания и другие, широко применяются жаропрочные сплавы на хромоникелевой основе.

Электронно-лучевая сварка позволяет изготавливать детали из тугоплавких, химически активных металлов и их сплавов, титановых сплавов и высоколегированных сталей. Металлы и сплавы можно сваривать в однородных и разнородных сочетаниях, со значительной разностью толщин, температур плавления. Минимальная толщина свариваемых заготовок составляет 0,02 мм, максимальная – до 100 мм [5].

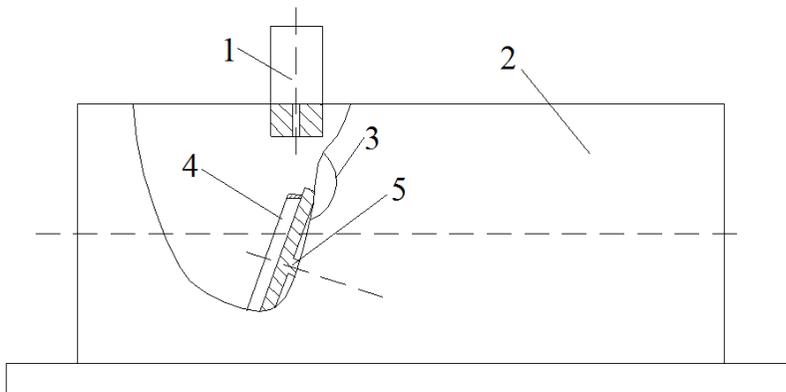
Высокая концентрация энергии в электронном пучке, локальность нагрева металла, минимальные деформации обрабатываемого изделия, вакуумная защита зоны нагрева и низкие эксплуатационные расходы обеспечивают высокую конкурентоспособность электронно-лучевых технологий. ЭЛС занимает прочные позиции в машиностроении [4]. По сравнению с другими видами сварки при ЭЛС уменьшаются размеры околошовной зоны и зоны термического влияния.

Объект и метод исследования

В настоящей работе исследовано влияние режимов ЭЛС жаропрочного сплава ХН67ВМТЮ-ВД толщиной 6 мм без предварительного подогрева на склонность к образованию дефектов [1].

Сергей Леонидович Исаев, аспирант кафедры «Материаловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

Сварку образцов выполняли на установке ЭЛУ-9Б с энергоблоком ЭЛТА-60/15 ДП, в который входит электронная пушка с катодом косвенного подогрева (см. рисунок). Склонность к образованию дефектов проверяли на образцах 200×150 мм толщиной 6 мм. Контроль фокусировки электронного пучка производили на поверхности образца по наибольшей яркости пучка при токе луча 1 мА (I_0). Рабочее расстояние от пушки до образца составило 200 мм.



Принципиальная схема установки для электронно-лучевой сварки:
1 – электронно-лучевая пушка; 2 – камера установки; 3 – смотровое окно;
4 – образец; 5 – манипулятор; 6 – направление сварки

Образцы для устранения остаточной намагниченности подвергали дополнительному размагничиванию, и они поступали на сварку с уровнем намагниченности не более 300 мкТл. Контроль производили микротеслометром МФ-24ФМ [2].

Наличие дефектов в сварных соединениях выявляли рентгенконтролем и последующим металлографическим исследованием.

Для исключения дефектов формирования сварного шва была применена технологическая подкладка из свариваемого материала толщиной 5 мм, установленная под кромки свариваемых деталей. Подкладка служит для формирования и защиты обратной стороны сварного шва. Значение тока луча, тока фокусировки и скорости сварки подбирали таким образом, чтобы в процессе сварки на технологической подкладке получались отдельные точечные проплавления. При сварке с технологической подкладкой лицевой валик на исследуемых сварных швах сформирован на всех образцах без занижений и подрезов, кроме образцов № 6 и 7.

Результаты эксперимента и обсуждение

Склонность сплава ХН67ВМТЮ-ВД к образованию дефектов исследовали при скоростях сварки 3 и 5 мм/с.

Как видно из табл. 1, конфигурация сварного шва меняется: ширина усиления уменьшается, поперечное сечение из конического переходит в более цилиндрическое [3].

Рентгенконтролем установлено, что на образцах № 2 и 3 имеются поры. На образцах № 6 и 7 – подрезы сварного шва, что обусловлено завышенным током луча.

Для оценки качества сварки каждый из образцов подвергался разрезке и ме-

таллографическому исследованию (МГИ) с определением параметров сварных швов, микротвердости и наличия дефектов.

Таблица 1

Результаты электронно-лучевой сварки образцов

№ образца	Скорость сварки, мм/с	Ток луча, мА	Ток фокус. I _ф , мА	Параметры сварного шва		Дефект
				Ширина ванны на поверхн. корне, мм	Глубина провара, мм	
1	3	35	752	8,1/2,1	6,0	Отсутствует
2		35	757	9,3/1,9	6,0	Пора
3		35	767	11,8/1,6	6,0	Пора
4	5	41	760	8,5/1,6	6,0	Отсутствует
5		42	757	6,9/1,2	6,0	Отсутствует
6		46	754	6,7/1,5	6,0	Прожоги
7		46	757	6,9/1,5	6,0	Прожоги

Замер микротвердости производили на основном материале, в околошовной зоне (ОШЗ) и в литой зоне сварного шва. Результаты замеров микротвердости (средние значения) приведены в табл. 2. Замер микротвердости производился на приборе ПМТ-3М при нагрузке P = 50 г.

Таблица 2

Микротвердость на образцах

№ образца	Микротвердость, кгс/мм ²		
	Сварной шов	Околошовная зона	Основной материал
1	291	287	295
2	293	292	291
3	294	298	296
4	294	292	292
5	294	290	295
6	298	289	292
7	292	289	297

Марки материала образцов были проверены методом спектрального анализа и соответствуют сплаву ХН67ВМТЮ-ВД.

По результатам исследования макрошлифов оптимальным следует признать режим сварки для сплава ХН67ВМТЮ-ВД на образце № 5, на котором дефекты отсутствуют.

Проведено МГИ микроструктуры сварного шва на образце № 5. Литая зона сварного шва ХН67ВМТЮ-ВД + ХН67ВМТЮ-ВД сформирована с неоднородным составом – твердый раствор + упрочняющая фаза по границам зерен. Величина зерна материала образца № 5 соответствует 2-му номеру шкалы ГОСТ 5639.

Заклучение

На основании полученных результатов электронно-лучевой сварки сплава ХН67ВМТЮ-ВД и металлографического исследования установлено следующее:

1. При микроисследовании шлифов сварных швов, полученных электронно-лучевой сваркой, обнаружено, что дефекты сварки (трещины, подрезы, непровары и другие) на образцах № 1, 4 и 5 отсутствуют. Микротвердость сварных швов и основного материала идентичны, величина зерна соответствует 2-му номеру шкалы ГОСТ 5639. Дефектов в микроструктуре не выявлено.

2. Оптимальным режимом сварки сплава ХН67ВМТЮ-ВД толщиной 6 мм является режим, полученный на образце № 5. Выбранные значения параметров сварки для стыкового соединения обеспечивают требуемое качество и размеры сварного шва.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Гривняк И.* Свариваемость сталей / Пер. со словац. Л. С. Гончаренко; под ред. Э. Л. Макарова. – М.: Машиностроение, 1984. – 216 с.
2. *Драгунов В.К., Гончаров А.Л.* Современное развитие электронно-лучевой сварки // Ритм. – 2009. – № 8. – С. 28-30.
3. *Морочко В.П., Сорокин Л.И., Зорин Н.Я.* Влияние режима электронно-лучевой сварки на форму шва и свойства свариваемых соединений жаропрочных сплавов толщиной 10...15 мм // Свароч. пр-во. – 1975. – № 6. – С. 32-36.
4. *Касаткин Б.С., Ковбасенко С.Н., Нестеренко В.И.* Однопроходная электронно-лучевая сварка конструкционных сталей больших толщин // Автомат. сварка. – 1989. – № 4. – С. 18-27.
5. *Клебенец В.К., Кучук-Яценко С.И., Четвертко А.И. и др.* Технология сварки, пайки и резки / Под ред. Б.Е. Патона. – М.: Т.Ш. Машиностроение, 2006. – С. 222.

Статья поступила в редакцию 28 мая 2014 г.

WELD FORMATION AT ELECTRON BEAM WELDING OF HEAT-RESISTING ALLOY 20CR67NI5W4MO3TI1Al OF 6 MM THICKNESS

S.L. Isaev

Samara State Technical University
244, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

Optimal parameters of electron beam welding (EBW) of heat resistant alloy 20Cr67Ni5W4Mo3Ti1Al of 6 mm thickness, with a technological lining of 5 mm thickness without preheating were found. The influence of EBW regimes on defect formation was investigated. Propensity of 20Cr67Ni5W4Mo3Ti1Al alloy to the formation of defects was studied at welding speed of 3 and 5 mm/s. To evaluate the welding quality each of the samples was subjected to X-ray inspection, cutting, metallographic study with the definition of the geometric parameters of welds, microhardness and the defects presence. The obtained values of the welding parameters of butt connections provide the required quality and size of the weld.

Keywords: *electron-beam welding, heat-resistant alloy, welding speed, microhardness, optimum welding mode.*

Sergey L. Isaev, Postgraduate student.

УДК 620

СТАТИСТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТАЛИ 19ХГНМА

Т.М. Пугачева, Д.И. Борисов

Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Настоящая работа посвящена исследованию взаимосвязи химического состава и механических свойств стали 19ХГНМА. Объектом исследования были результаты входного контроля химического состава и механических свойств проката, поступившего на ОАО «Волгабурмаш» на протяжении 2012-2014 гг. Было проанализировано 136 плавок производства ОАО МЗ «Ижсталь». Предметом исследования являлось определение влияния колебаний марочного состава на механические свойства стали 19ХГНМА методами корреляционно-регрессионного анализа. Установлена возможность применения с достаточной для производства точностью полученных в работе регрессионных уравнений с целью повышения экономичности входного контроля качества проката.

Ключевые слова: *сталь 19ХГНМА, химический состав, статистический анализ, корреляция, регрессия, описательная статистика, механические свойства.*

Настоящая работа посвящена исследованию взаимосвязи химического состава и механических свойств стали 19ХГНМА в состоянии поставки.

Сталь 19ХГНМА изготавливают в виде горячекатаного калиброванного обточенного проката, который применяют для изготовления деталей горно-металлургического и нефтедобывающего оборудования [1], в частности для лап крупногабаритных трехшарошечных буровых долот [2, 3].

От структуры и химического состава стали напрямую зависят ее механические свойства, а значит, качество и работоспособность изготовленного из нее изделия.

Целью работы является исследование влияния колебаний марочного состава стали 19ХГНМА на ее механические свойства (предел прочности, предел текучести, относительное удлинение, относительное сужение, ударная вязкость) методами корреляционно-регрессионного анализа.

Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

1. Выбраны методики проведения исследований.
2. Изучены изменения марочного состава плавок из стали 19ХГНМА.
3. Проанализированы реальные механические свойства стали 19ХГНМА.
4. Проведен корреляционный анализ «марочный состав – предел прочности», «марочный состав – предел текучести», «марочный состав – относительное удлинение», «марочный состав – относительное сужение», «марочный состав – ударная вязкость» и механических свойств между собой.
5. Построены соответствующие регрессионные уравнения.

Татьяна Михайловна Пугачева (к.т.н., доц.), доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

Дмитрий Игоревич Борисов, аспирант.

6. Проведена оценка пригодности полученных уравнений регрессии при входном контроле проката стали 19ХГНМА в ОАО «Волгабурмаш».

Объектом исследования были результаты входного контроля химического состава и механических свойств проката стали 19ХГНМА, поступавшего в ОАО «Волгабурмаш» на протяжении 2012-2014 гг. Было проанализировано 136 плавок производства ОАО МЗ «Ижсталь». Идентичность структуры обеспечивали выбором плавок одного завода изготовителя, все плавки которого делались по одной технологии на одном оборудовании.

Химический состав определяли на атомно-эмиссионном спектрометре SA-2000 фирмы Лесо. Механические свойства определяли на стандартных образцах по соответствующим ГОСТам.

Статистический анализ [4, 5] данных химического состава и механических характеристик проводили с помощью пакетов «Описательная статистика», «Корреляция», «Регрессия» программы Excel.

В табл. 1, 2 указаны требования технических условий к марочному составу и механическим свойствам стали 19ХГНМА.

Таблица 1

Требования ТУ к марочному составу стали 19ХГНМА

Химические элементы, %								
<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Mo</i>	<i>S</i>	<i>P</i>
0,17–0,22	0,15–0,30	0,60–0,95	0,35–0,65	0,35–0,75	≤0,3	0,20–0,30	≤0,02	≤0,02

Таблица 2

Требования ТУ к механическим свойствам стали 19ХГНМА

Механические свойства (не менее)				
$\sigma_{0,2}$, кГ/мм ²	σ_B , кГ/мм ²	δ , %	Ψ , %	КСУ, кГ/см ²
75	83	12	45	8

Описательная статистика химического состава изученных плавок приведена в табл. 3, а механических свойств – в табл. 4.

Таблица 3

Описательная статистика химических элементов

Параметр	Химические элементы, %								
	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Mo</i>	<i>S</i>	<i>P</i>
Среднее	0,20	0,27	0,80	0,59	0,55	0,16	0,26	0,01	0,01
Интервал	0,06	0,16	0,23	0,19	0,24	0,19	0,16	0,01	0,01
Минимум	0,17	0,19	0,72	0,50	0,45	0,06	0,21	0	0
Максимум	0,23	0,35	0,95	0,69	0,69	0,25	0,37	0,01	0,01
Коэффициент вариации	0,07	0,11	0,05	0,06	0,08	0,25	0,08	0,41	0,36

Как видно из табл. 3 и 4, для плавок ОАО МЗ «Ижсталь» характерны заметные размахи и коэффициенты вариации как значений механических свойств (особенно для ударной вязкости), так и содержания элементов марочного состава.

Для определения корреляционных связей «содержание компонента – механическая характеристика» вычислены коэффициенты парной корреляции (табл. 5).

Таблица 4

Описательная статистика механических свойств

Параметр	Механические свойства				
	$\sigma_{0,2}$, кГ/мм ²	σ_B , кГ/мм ²	δ , %	Ψ , %	КСУ, кГ·м/см ²
Среднее	78	92	17	55,	18
Интервал	21	22	9	17	16
Минимум	72	82	12	47	10
Максимум	93	104	21	64	26
Коэффициент вариации	0,04	0,04	0,09	0,06	0,17

Таблица 5

Корреляционная матрица «содержание компонентов – механические характеристики»

Механические свойства	Химические элементы								
	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Cu</i>	<i>Mo</i>	<i>S</i>	<i>P</i>
$\sigma_{0,2}$, кГ/мм ²	0,11	0,25	0,21	0,25	0,21	0,05	0,08	0,05	-0,04
σ_B , кГ/мм ²	0,14	0,19	0,17	0,21	0,13	0,10	0,19	-0,03	-0,04
δ , %	-0,03	-0,20	-0,14	-0,07	-0,15	-0,05	-0,10	-0,03	-0,01
Ψ , %	0,06	0,06	0,20	0,10	0,06	-0,18	0,09	-0,03	0,01
КСУ, кГ·м/см ²	-0,51	-0,11	-0,14	-0,08	-0,16	-0,04	0,09	-0,23	0,07

Жирным шрифтом в табл. 5 выделены статистически значимые коэффициенты. Наибольшая функциональная связь наблюдается между ударной вязкостью и содержанием углерода, более слабая – содержанием серы, а также между пределом текучести и содержанием кремния и хрома.

Далее были проанализированы функциональные зависимости между механическими свойствами (табл. 6).

Таблица 6

Корреляционная матрица свойств

Механические свойства	Механические свойства			
	$\sigma_{0,2}$, кГ/мм ²	σ_B , кГ/мм ²	δ , %	Ψ , %
σ_B , кГ/мм ²	0,84	1,00		
δ , %	-0,61	-0,53	1,00	
Ψ , %	0,06	-0,04	0,04	1,00
КСУ, кГ·м/см ²	-0,27	-0,35	0,20	0,01

Особенно сильную функциональную связь имеют предел прочности с пределом текучести, среднюю – относительное удлинение с пределом текучести и пределом прочности, наиболее слабую – между ударной вязкостью и пределом прочности, пределом текучести, относительным удлинением. Соответственно с

повышением предела прочности практически пропорционально будет увеличиваться предел текучести, а ударная вязкость и относительное удлинение будут снижаться. Относительное сужение не имеет линейной взаимосвязи с другими механическими характеристиками.

Для наглядности были построены поля рассеяния для наиболее значимых коэффициентов. Линии тренда показывают, что с повышением содержания углерода снижается ударная вязкость (рис. 1), а с повышением содержания кремния и хрома повышается предел текучести (рис. 2, 3).

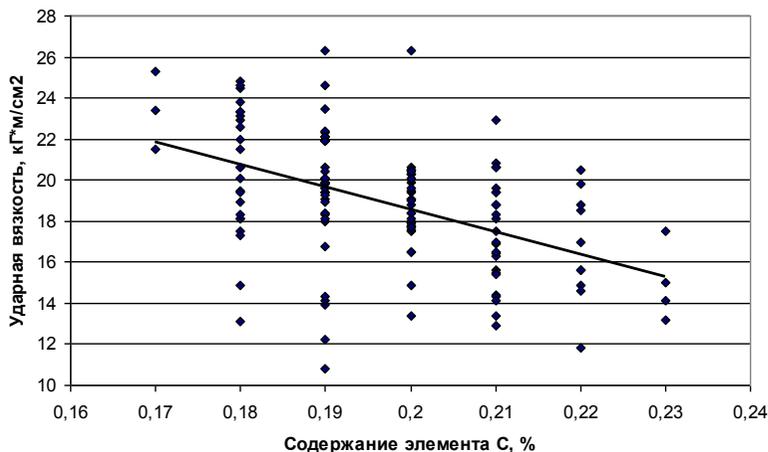


Рис. 1. Поле рассеяния «ударная вязкость – содержание углерода»

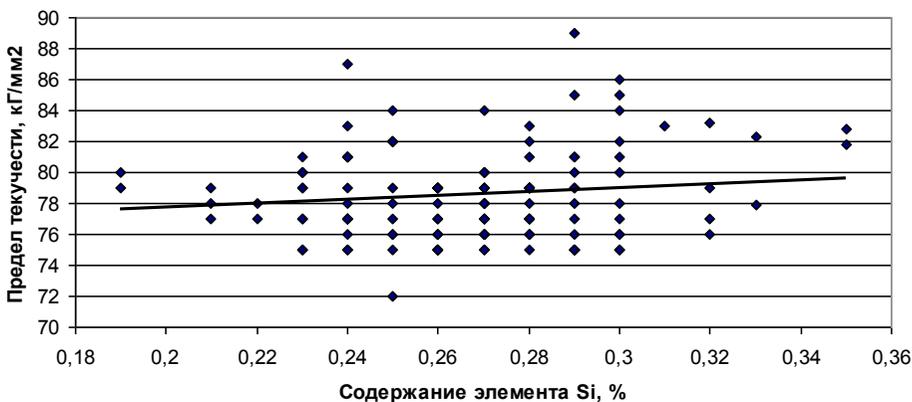


Рис. 2. Поле рассеяния «предел текучести – содержание кремния»

Анализ полей рассеяния для незначимых коэффициентов показал отсутствие явных нелинейных зависимостей между содержанием компонента и механической характеристикой. Типичное поле рассеяния для незначимых факторов показано на рис. 4.

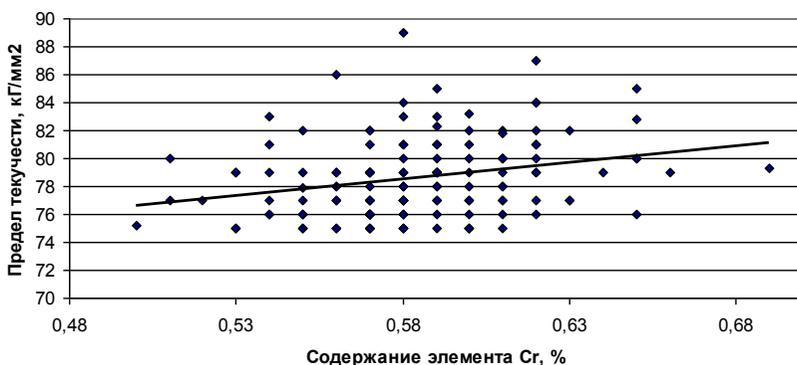


Рис. 3. Поле рассеяния «предел текучести – содержание хрома»

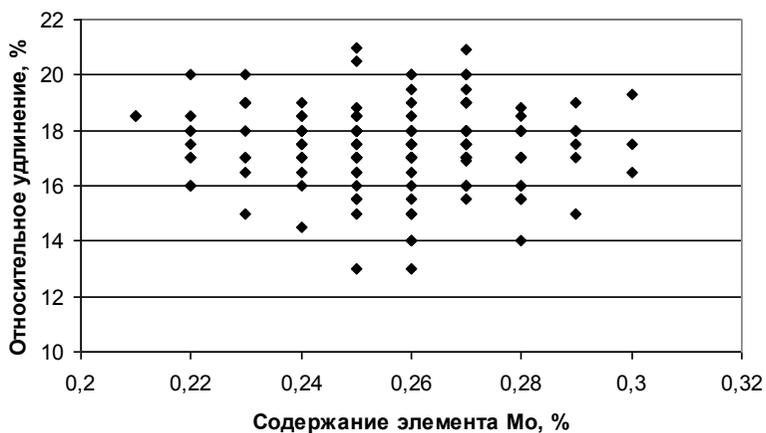


Рис. 4. Поле рассеяния «относительное удлинение – содержание молибдена»

Регрессионным анализом были вычислены коэффициенты регрессионных уравнений (табл. 7).

Таблица 7

Коэффициенты регрессии

Элемент марочного состава	Механические свойства				
	$\sigma_{0,2}$, кг/мм ²	σ_B , кг/мм ²	δ , %	Ψ , %	KCU, кг·м/см ²
У-пересечение	39,3	44,7	27,9	35,6	42,8
C	-1,8	14,3	8,2	6,1	-105,8
Si	27,8	27,0	-11,4	7,9	-8,0
Mn	9,0	14,4	-4,1	20,3	5,3
Cr	20,2	16,9	0,0	-0,1	-1,2
Ni	13,6	5,0	-4,2	-2,6	-8,6
Cu	8,2	16,5	-1,3	-13,4	-8,6
Mo	18,3	44,5	-12,4	16,6	10,9
S	3,5	-118,5	-7,0	-99,5	-230,0
P	-14,2	-15,9	0,7	24,3	24,1

По результатам расчетов были составлены поэлементные уравнения регрессии, позволяющие делать прогнозы механических свойств с изменением марочного состава:

$$\sigma_{0,2} = 39,35 - 1,79 \cdot C + 27,79 \cdot Si + 8,98 \cdot Mn + 20,19 \cdot Cr + 13,55 \cdot Ni + 8,18 \cdot Cu + 18,32 \cdot Mo + 3,54 \cdot S - 14,19 \cdot P;$$

$$\sigma_B = 44,71 + 14,25 \cdot C + 27,02 \cdot Si + 14,38 \cdot Mn + 16,89 \cdot Cr + 5,03 \cdot Ni + 16,5 \cdot Cu + 44,5 \cdot Mo - 118,51 \cdot S - 15,91 \cdot P;$$

$$\delta = 27,87 + 8,22 \cdot C - 11,42 \cdot Si - 4,13 \cdot Mn - 0,03 \cdot Cr - 4,16 \cdot Ni - 1,26 \cdot Cu - 12,42 \cdot Mo - 7,04 \cdot S + 0,66 \cdot P;$$

$$\psi = 35,63 + 6,06 \cdot C + 7,9 \cdot Si + 20,35 \cdot Mn - 0,14 \cdot Cr - 2,59 \cdot Ni - 13,44 \cdot Cu + 16,65 \cdot Mo - 99,53 \cdot S + 24,34 \cdot P;$$

$$KCU = 42,85 - 105,81 \cdot C - 8,04 \cdot Si + 5,34 \cdot Mn - 1,19 \cdot Cr - 8,62 \cdot Ni - 8,63 \cdot Cu + 10,86 \cdot Mo - 229,95 \cdot S + 24,10 \cdot P.$$

Расчитанные по приведенным выше уравнениям значения механических свойств были сопоставлены с экспериментальными данными входного контроля. Распределения остатков по разным механическим свойствам приведены на рис. 5-9. Как видно из гистограмм, подавляющее большинство остатков по всем механическим характеристикам попадает в достаточно узкий интервал варьирования около нуля.

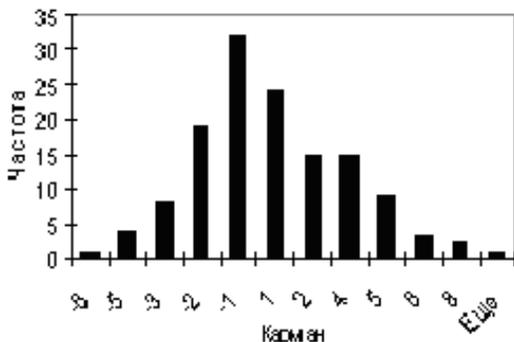


Рис. 5. Гистограмма остатков предела прочности

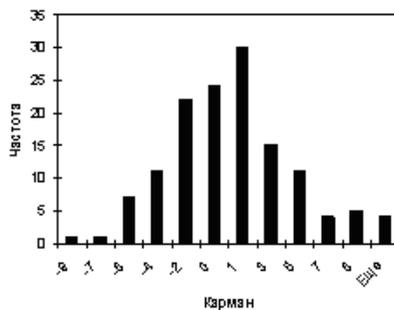


Рис. 6. Гистограмма остатков предела текучести

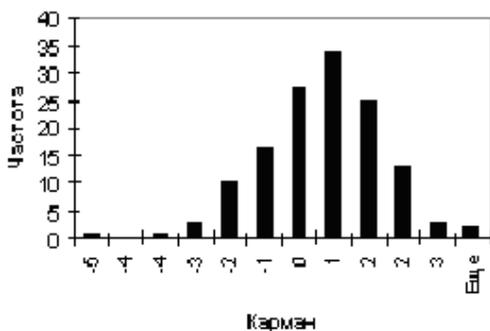


Рис. 7. Гистограмма остатков относительного сужения

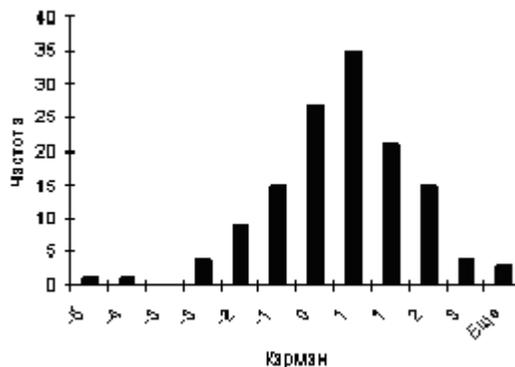


Рис. 8. Гистограмма остатков относительного удлинения

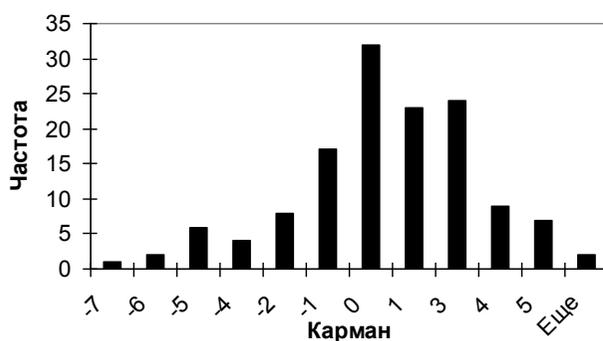


Рис. 9. Гистограмма остатков ударной вязкости

Для определения возможности применения полученных уравнений регрессии при входном контроле проката стали 19ХГНМА для оценки механических свойств были выбраны 10 дополнительных плавов производства ОАО МЗ «Иж-сталь». Описательная статистика химического состава (табл. 8) показала, что содержание элементов марочного состава находится внутри изученного интервала варьирования компонентов (см. табл. 1).

Таблица 8

Описательная статистика химических элементов 10 проверочных плавов

Параметр	Химические элементы, %								
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	S	P
Среднее	0,20	0,25	0,78	0,60	0,53	0,13	0,27	0,01	0,01
Интервал	0,06	0,07	0,09	0,05	0,05	0,12	0,05	0,01	0,01
Минимум	0,17	0,21	0,73	0,58	0,50	0,08	0,24	0,00	0,00
Максимум	0,23	0,28	0,82	0,63	0,55	0,20	0,29	0,01	0,02

Таблица 9

Остатки механических свойств 10 проверочных плавов

№ плавки п/п	Механические свойства				
	$\sigma_{0,2}$, кг/мм ²	σ_B , кг/мм ²	δ , %	Ψ , %	KCU, кг·м/см ²
1	2	-1	-1	0	3
2	0	-1	0	-4	2
3	3	4	-3	-3	-2
4	1	1	0	3	-2
5	-3	-5	1	1	1
6	1	2	0	0	-1
7	3	3	-1	1	0
8	2	3	1	0	-3
9	0	2	-2	-2	-2
10	0	2	-2	-2	-2
Максимальный остаток	3	4	1	3	3
Минимальный остаток	-3	-5	-3	-4	-3

Рассчитанные по полученным уравнениям регрессии значения механических характеристик мало отличаются от соответствующих значений при натуральных испытаниях образцов во время входного контроля. Остатки даны в табл. 9.

Таким образом, с целью повышения экономичности входного контроля качества проката с достаточной для производства точностью возможно использование полученных уравнений регрессии для вычисления механических свойств стали 19ХГНМА производства ОАО МЗ «Ижсталь» по химическому составу плавки вместо проведения затратных механических испытаний образцов.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. <http://www.1bm.ru/> – Марочник металлов и сплавов.
2. Амосов А.П. Доложная сталь / А.П. Амосов, А.Г. Ищук, Т.М. Пугачёва. – М.: Машиностроение, 2008. – 291 с.
3. Долговечность шарошечных долот. – М.: Недра, 1992. – 266 с.
4. Мельниченко А.С. Статистический анализ в металлургии и материаловедении: учебник / А.С. Мельниченко. – М.: МИСиС, 2009. – 266 с.
5. Козлов А.Ю. Статистические функции MS Excel в экономико-статистических расчетах: учеб. пособие для вузов / А.Ю. Козлов, В.С. Мхитарян, В.Ф. Шишов; под ред. проф. В.С. Мхитаряна. – М.: ЮНИТИ-ДАНА, 2003. – 202 с.
6. Годин А.М. Статистика: учебник / А.М. Годин. – М.: Дашков и К, 2007. – 464 с.

Статья поступила в редакцию 18 июня 2014 г.

STATISTIC ANALYSES OF CHEMICAL COMPOSITIONS AND MECHANICAL PROPERTIES OF 19HGNMA STEEL

T.M. Pugacheva, D.I. Borisov

Samara State Technical University
244, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

Objects of study are the results of the input control of the chemical composition and mechanical properties of rolled, coming in at JSC "VOLGABURMASH" during 2012-2014. Were analyzed the production of 136 batches of MH "Izhstal". The subject of the study was to determine the effects of fluctuations in grade composition on the mechanical properties of steel 19HGNMA with methods of regression analysis. The possibility to produce with sufficient accuracy in the application of the obtained regression equations for production in order to increase efficiency incoming quality control rolling.

Keywords: steel 19HGNMA, chemical composition statistical analysis, correlation, regression, descriptive statistics, mechanical properties

*Tatiana M. Pugacheva (Ph.D. (Techn.)), Associate Professor.
Dmitry I. Borisov, Postgraduate Student.*