

УДК 669.86: 519.242.7

Товажнянский Л.Л., Быков А.А.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ КРУПНОСТИ ЛЕГИРУЮЩЕГО ЭЛЕМЕНТА ШИХТЫ НА СВОЙСТВА ДИФФУЗИОННОГО СЛОЯ

Повышение износостойкости оборудования за счет модифицирования поверхности углеродистой стали и чугуна – перспективное направление в развитии ресурсосберегающих технологий. Одним из эффективных методов повышения износостойкости железоуглеродистых сплавов является технология диффузионного карбидного поверхностного легирования (ДКПЛ).

В процессе химико-термической обработки по технологии ДКПЛ на поверхности железоуглеродистых сплавов образуются сплошные карбидные слои, за счет которых существенно повышается коррозионно-механическая стойкость материала в агрессивных средах. При промышленном освоении этой экономически эффективной технологии, необходим научнообоснованный подход к подготовке основного легирующего элемента – феррохрома. В литературных источниках, согласно проведенному поиску, имеются отдельные не систематизированные данные о крупности ферроматериалов, используемых при подготовке шихты для химико-термической обработки. Однако, влияние размера частиц феррохрома на свойства диффузионного слоя практически не изучено.

Известно только, что скорость образования и качество покрытий определяются площадью контакта частиц порошка феррохрома с насыщаемой поверхностью. Следовательно, чем мельче порошок и чем больше развита поверхность, тем равномернее по толщине должно быть покрытие.

Однако, применение очень мелкого порошка феррохрома (менее 0,2 мм) ведет к привариванию частиц, спеканию шихты и уменьшению кратности ее использования [7]. Как правило, кратность применения шихты уменьшается из-за быстрой выработки хрома, содержащегося в феррохроме. Использование же крупного порошка феррохрома (более 2 мм) приводит к неравномерности диффузионного слоя и агломерации шихты [8].

Таким образом, разработка научно-обоснованных данных о размере частиц феррохрома является весьма актуальной.

В связи с изложенным, проведение исследований по определению оптимального размера частиц основного легирующего элемента (феррохрома) наиболее приемлемо с использованием методов математического планирования эксперимента [1,2,4].

Оценку влияния основных технологических факторов на качество диффузионного слоя проводили, основываясь на исследованиях авторов [1,4]. Согласно изложенному, программа исследований состояла из следующих трех этапов:

- нахождение математической модели процесса по методу Бокса – Уилсона. Для этой цели использовали дробные факторные планы;
- поиск оптимальной области объекта по линейной функции отклика (метод крутого восхождения по поверхности отклика);
- описание области локального оптимума с помощью центрального композиционного рототабельного плана второго порядка [2,3].

Рассмотрим выше описанный подход на примере хромирования по технологии ДКПЛ. В качестве материала исследования, применяли сталь 45, которая широко применяется в машиностроении и используется, как основной материал для защиты [3,6]. Легирование проводили в шихте базового состава: феррохром – 50 % марки ФХ025

(марка феррохрома была выбрана из технологических соображений), Al_2O_3 – 50 % марки A_1 (инертная добавка), катализатор, вводимый сверх базового состава – NH_4Cl от 1 % до 3 %. Процентное содержание компонентов шихты выбрано на основании результатов большого числа экспериментов, проводимых ранее [3,9].

Качество диффузионного слоя определяли, измеряя его микротвердость. Известно, что на микротвердость карбидного слоя Y оказывают влияние следующие основные характеристики процесса: температура процесса x_1 , т.к. при увеличении температуры повышается и скорость диффузии; время изотермической выдержки x_2 , с увеличением времени обработки увеличивается толщина диффузионного слоя и степень насыщения карбидов углеродом по параболическому закону; средний размер частиц феррохрома x_3 . Количество вводимого катализатора x_4 и скорость нагрева x_5 выбраны нами, на основе анализа литературных источников по химико-термической обработке [6]. Базовый химический состав компонентов насыщающей смеси является величиной постоянной, так как он регламентируется ГОСТом. Испытания на микротвердость проводили на микротвердомере ПМТ-3. Величина нагрузки составляла 100 г [5].

Для построения интерполяционной линейной модели, характеризующей зависимость микротвердости, нанесенного диффузионного карбидного слоя на сталь 45, от указанных факторов выбран и реализован дробный факторный план типа 2^{5-2} с определяющим контрастом $J = x_1x_2x_5 = x_3x_4x_5 = x_1x_2x_3x_4$ (табл. 1). На каждом сочетании уровней выполнялось по два параллельных опыта, рандомизированных во времени. Все дальнейшие расчеты велись по средним арифметическим из двух опытов.

По данным таблицы 1: рассчитывали коэффициенты регрессии, однородность дисперсий проверяли по критерию Кохрена, значимость коэффициентов регрессии проверяли по t-критерию. Проверку адекватности линейной модели выполняли с помощью критерия Фишера.

Таблица 1 – Кодирование факторов, условия и результаты опытов

Код	Факторы					Параметры		
	$T, ^\circ C$	τ , час.	ср. раз- мер ч-ц. FeCr, мм	NH_4Cl %	V , град/ч	Микротвердость, H_v		
	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	$Y_{cp.}$	Y_1	Y_2
Основной уровень	1050	3	0,4	2	200			
Интервал варьирования	25	1	0,2	1	100			
Верхний уровень	1075	4	0,6	3	300			
Нижний уровень	1025	2	0,2	1	100			
Опыты:								
1	-	-	-	-	-	1510	1480	1540
2	+	+	-	-	-	1650	1630	1670
3	-	-	+	+	-	1630	1590	1670
4	+	-	+	-	+	1670	1640	1700
5	-	+	+	-	+	1720	1700	1740
6	+	-	-	+	+	1615	1600	1630
7	-	+	-	+	+	1600	1570	1630
8	+	+	+	+	-	1770	1750	1790

Результаты расчетов приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты статистической обработки экспериментов

№ п/п	Параметры	Значения							
		1	2	3	4	5	6	7	8
1	b_i	1646	31	39	52	8	6	-	-
2	Уравнение	$Y = 1646 + 31 x_1 + 39 x_2 + 52 x_3 + 8 x_4 + 6 x_5$ (1)							
3	s_u^2	1800	800	3200	1800	800	450	1800	800
4	G_p	0,279 ($G_T = 0,6798$ при $q = 0,05$)							
5	s_o^2	1431							
6	s_{b_i}	13,38							
7	$ \Delta b_i $	30,9 $\Rightarrow l = 4$							
8	Y_{ip}	1510	11650	1630	1688	1704	1600	1616	1770
9	$s_{ад}^2$	530,5							
10	F_p	0,371 ($F_T = 3,8378$ при $f_{ад} = 4; f_y = 8; q = 0,05$)							

Так как $F_p < F_T$, то модель объекта исследования адекватна.

Поскольку b_4 и $b_5 < \Delta b_i$, то их из уравнения (1) исключили. Тогда уравнение (1) приняло следующий вид:

$$y = 1646 + 31 x_1 + 39 x_2 + 52 x_3. \quad (2)$$

В выбранных интервалах варьирования независимых переменных, наиболее существенное влияние оказывает размер частиц феррохрома. Увеличение размера частиц основного компонента шихты, как показано, повышает износостойкость покрытия, несмотря на уменьшение площади контакта. Этому также способствует, но в меньшей степени, повышение температуры процесса и увеличение времени изотермической выдержки.

Исходя из этого, пользуясь уравнением (2), провели движение по градиенту, в поисках оптимальной крупности феррохрома. Все необходимые для этого расчеты сведены в табл. 3. В строках 1,2 и 3 приведены данные, полученные при постановке опытов для линейной аппроксимации функции отклика. В строке 4 осуществлен переход к натуральному масштабу шагов. Пропорциональный пересчет шагов выполнен по фактору x_1 (строка 5, табл. 3).

Для фактора x_1 величина шага выбрана из технологических соображений для движения по градиенту. Шаги по всем остальным факторам δ_i^* получили, умножая величину выбранного интервала на коэффициент пропорциональности (строка 6).

По условиям опыта 3 (1080 °С, 4,5 час., размер частиц феррохрома 0,7 мм.) на образцах, изготовленных из стали 45, получено защитное покрытие с высокой микротвердостью (1820 кг/мм²). Дальнейшее движение (опыт 4) приводит к уменьшению результата. Эта ситуация свидетельствует о том, что движение по градиенту необходимо прекратить, так как достигнута область локального оптимума [1].

Таблица 3 – Расчеты для движения по градиенту

№	Интервал варьирования и уровень факторов	x ₁	x ₂	x ₃ ,	x ₄	x ₅	Y
1	Нулевой уровень	1050	3	0,4	2	200	1750
2	Интервал варьирования, δ_i	25	1	0,2	1	100	
3	Коэффициент регрессии, b_i	31	39	52	8	6	
4	$b_i \times \delta_i$	775	39	10,4	8	600	
5	$K_i = \frac{ b_i \times \delta_i }{ b_i \times \delta_i _{\max}}$	1	0,0503	0,0134			
6	δ_i^*	10	0,503	0,134			
7	Округление	10	0,5	0,1			
8	Опыты:						
9	1 (реализованный)	1060	3,5	0,5			1780
10	2 (мысленный)	1070	4,0	0,6			-
11	3 (реализованный)	1080	4,5	0,7			1820
12	4 (мысленный)	1090	5,0	0,8			-
13	5 (реализованный)	1100	5,5	0,9			1790

Таблица 4 – Кодирование факторов, при исследовании области оптимума, с помощью рототабельного плана второго порядка

Интервал варьирования и уровни факторов	x ₁	x ₂	x ₃
Нулевой уровень	1080	4,5	0,7
Интервал варьирования	10	0,5	0,1
Нижний уровень	1070	4,0	0,6
Верхний уровень	1090	5,0	0,8
Звездные точки:			
-1,682	1063	3,7	0,53
+1,682	1097	5,3	0,89

В окрестностях наилучшей точки нами был реализован рототабельный план второго порядка (табл. 5).

Число опытов в ядре матрицы будет равным 8, число “звездных точек” – 6, число нулевых точек – 6, значение “звездного” плеча – 1,682. Кодирование факторов приведено в таблице 4. Матрица планирования представлена в таблице 5.

Таблица 5 – Условия и результаты опытов

№	x ₁	x ₂	x ₃	x ₁ x ₂	x ₁ x ₃	x ₂ x ₃	x ₁ ²	x ₂ ²	x ₃ ²	y	[^] y
1	-	-	-	+	+	+	+	+	+	1800	1797
2	+	-	-	-	-	+	+	+	+	1840	1838
3	-	+	-	-	+	-	+	+	+	1830	1830
4	+	+	-	+	-	-	+	+	+	1870	1868
5	-	-	+	+	-	-	+	+	+	1815	1816
6	+	-	+	-	+	-	+	+	+	1855	1854
7	-	+	+	-	-	+	+	+	+	1845	1846
8	+	+	+	+	+	+	+	+	+	1880	1881
9	-1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	0	1810	1810
10	+1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	0	1875	1874
11	0	-1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	1830	1833
12	0	+1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	1885	1884
13	0	0	-1,682	0	0	0	0	0	2,828	1805	1806
14	0	0	+1,682	0	0	0	0	0	2,828	1835	1833
15	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1820	1819
16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1820	1819
17	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1820	1819
18	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1820	1819
19	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1820	1819
20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1820	1819

Суммы (iy), (i²y) и (ijy) рассчитывали по формулам [1]

$$(0y) = 36695; (1y) = 264; (2y) = 208; (3y) = 105; (12y) = -5; (13y) = -5; (23y) = -5; (11y) = 25156; (22y) = 25241; (33y) = 25029;$$

$$\sum_1^3 (i^2y) = 25156 + 25241 + 25029 = 75426.$$

$$b_0 = 1819; b_1 = 19; b_2 = 15; b_3 = 8; b_{12} = b_{13} = b_{23} = -0,625; \\ b_{11} = 8; b_{22} = 14; b_{33} = 0,31.$$

Дисперсия воспроизводимости определялась по нулевым точкам и равна 1,2. Дисперсии для коэффициентов регрессии и значения t-критерия рассчитывали по формулам [2,4]:

$$s_{b_0} = 0,45; s_{b_1} = 0,296; s_{b_{ij}} = 0,39; s_{b_{ii}} = 0,27.$$

$$t_0 = 4042; t_1 = 64; t_2 = 51; t_3 = 27; t_{12} = t_{13} = t_{23} = 1,6; t_{11} = 30; t_{22} = 52; t_{33} = 1,1.$$

По данным таблицы [2] теоретическое значение t-критерия равно 2,57. После удаления незначимых коэффициентов и пересчета уравнение регрессии приняло вид:

$$y = 1821 + 19 x_1 + 15 x_2 + 8x_3 + 8 x_1^2 + 13x_2^2. \quad (3)$$

Далее проверяли адекватность уравнения регрессии. Для этого рассчитали сумму квадратов отклонений [2,4]:

$$S_{\text{ост}} = 43; f_{\text{ост}} = 13$$

Сумма квадратов отклонений нулевых опытов равна 6 при $f_0 = 5$ [1]

Тогда $S_{\text{ад}} = 43 - 6 = 37; f_{\text{ад}} = 8$

Расчетное значение критерия Фишера формировали как отношение дисперсии адекватности к дисперсии опыта:

$$F_p = \frac{37/8}{6/5} = 3,85$$

Поскольку $F_p < F_T$, ($F_T = 4,85$), то уравнение регрессии адекватно описывает экспериментальные данные. Результаты расчета показывают возможность увеличения микротвердости для стали 45, в основном за счет увеличения среднего размера частиц феррохрома, а также, частично, за счет повышения температуры и увеличения времени изотермической выдержки.

Дальнейшие исследования, которые позволят получить графическую и аналитическую интерпретацию области оптимума, будут использованы нами для написания следующей статьи.

Выводы

Создана статистическая модель, с помощью математического планирования эксперимента, для определения оптимального размера частиц основного легирующего элемента – феррохрома, при проведении процесса ДКПЛ.

В результате:

- определен оптимальный размер частиц феррохрома, равный 0,7–0,8 мм;
- показано, что при использовании феррохрома, с таким размером частиц, увеличивается технологичность насыщающей смеси, при сохранении ее активности;
- описано влияние температуры и времени изотермической выдержки при легировании стали 45;

– установлено, что использование феррохрома, с оптимальным размером частиц, позволяет также увеличить кратность применения шихтовых материалов и улучшить качество поверхности легированных деталей.

Литература

1. Винарский М.С., Лурье М.В. Планирование эксперимента в технологических исследованиях. – К.: Техника. – 1975. – 168 с.
2. Рузинов Л.П. Статистические методы оптимизации химических процессов. – М.: Химия, 1972. – 199 с.
3. Прогрессивные методы химико-термической обработки./ Под ред. Г.Н. Дубинина, Я.Д. Когана – М.: Машиностроение. – 1979. – 184с.
4. Бондарь А.Г., Статюха Г.А. Планирование эксперимента в химической технологии. – К.: Вища школа. – 1976. – 184 с.
5. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Микротвердость металлов. – М.: Metallurgizdat. – 1962
6. Лахтин Ю.М., Арзамасов Б.Н. Химико-термическая обработка металлов. – М.: Metallurgiya, 1985. –256 с.
7. Лоскутов В.Ф., Хижняк В.Г., Куницкий Ю.А., Киндарчук М.В. Диффузионные карбидные покрытия – К.: Техника, 1991.–168 с.
8. Самсонов Г.В., Эпик А.П. Тугоплавкие покрытия. – М.: Metallurgiya, 1973. – 400 с.
9. Товажнянский Л.Л., Заец И.И., Чуняева Л.О., Чуняев О.Н. Оптимизация процесса ДКПЛ при легировании углеродистых сталей // Вестник НТУ “ХПИ”. – Харьков. – 2005. – № 27

УДК 669.86: 519.242.7

Товажнянский Л.Л., Биков А.О.

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ КРУПНОСТІ ЛЕГУЮЧОГО ЕЛЕМЕНТА ШИХТИ НА ВЛАСТИВОСТІ ДИФУЗІЙНОГО ШАРУ

В роботі приведена статистична модель для визначення оптимальної крупності основного легуючого елемента насичуючої суміші при проведенні процесу ДКПЛ.