

УДК 621.746.628

Доній О. М., Кулініч А. А., Морозова Г. О., Котляр С. М.

**ПРОГНОЗ ВЛАСТИВОСТЕЙ ЛИВАРНИХ СПЛАВІВ НА ОСНОВІ АЛЮМІНІЮ З ДОПОМОГОЮ КОМП'ЮТЕРНОГО ТЕРМІЧНОГО АНАЛІЗУ**

Прогноз властивостей і управління якістю ливарних сплавів на основі комп'ютерного термічного аналізу (КТА) здійснюється за допомогою математичних моделей, які зв'язують параметри, що визначаються при кристалізації по кривим охолодження, та елементи термограм із службовими властивостями сплавів. Ці математичні моделі являють собою багатовимірні регресійні рівняння, як правило другого або третього порядку, які побудовані з використанням багатовимірного метода найменших квадратів. Параметри, що входять до моделі як фактори, відбираються за допомогою кореляційного аналізу [1]. Потрібно зазначити, що в даному випадку розраховувалися парні коефіцієнти кореляції, по величинам яких робились висновки стосовно вагомості того чи іншого фактора. Потім будувалися регресійні рівняння з поступовим додаванням факторів та парних ефектів взаємодії, що мають найбільші парні коефіцієнти кореляції. Доцільність додавання кожного елемента математичної моделі, яка створювалась, оцінювалась по величині сумарних квадратів залишків (тобто сумарного квадрату різниць між початковими експериментальними даними та результатами, що розраховувалися по рівнянню, на даному кроці). Якщо суттєвого зменшення в залишках не спостерігалось, то регресія припинялась. Бажаним результатом, при цьому, було, по-перше, отримати похибку моделі на рівні похибки, з якою отримувалися експериментальні дані, а по-друге, отримати рівняння найбільш простішого виду. Якщо в дослідах була можливість отримати достатньо дубльованих експериментальних точок, то адекватність моделей доводили за допомогою критерію Фішера [2]. Але в умовах виробництва практично не можливо отримати експериментальні значення в паралельних дослідах. Тому частіше адекватність моделі перевіряли по таблиці залишків – різницями між експериментальними точками та точками, що розраховувалися за допомоги збудованої математичної моделі, які відображені у відсотках. Такий підхід до побудови регресійного рівняння є модифікованим варіантом покрокової регресії [3].

Метою даної роботи є розробка математичної моделі для побудови регресійних рівнянь, що дозволять прогнозувати властивості сплавів на основі алюмінію.

При побудові прогнозуючих рівнянь для сплавів системи Al-Si діапазон концентрацій кремнію складає 6,0–12,0 %, що відповідає сплавам АК7, АК8, АК9 і частково АК12.

Оскільки основним легуючим елементом зазначених сплавів є кремній, який присутній у відносно великих кількостях, для визначення його вмісту досить з термограми виділити температуру ліквідус  $T_l$ . Оскільки вплив інших компонентів на температуру солідус  $T_s$  незначний, то також як фактор можна вибрати температурний інтервал  $T_l - T_s$ . У цьому випадку визначення вмісту кремнію буде більш надійним, бо при постійних умовах кристалізації проби і фіксованих параметрах вимірювальної апаратури обидві температури вимірюються з однією і тією же систематичною похибкою, яка компенсується при визначенні температурного інтервалу. Цим підвищується точність визначення фактора.

Після проведення експериментів, у яких кремній у Al-Si сплаві фіксувався на рівнях 7,4 %, 9,5 % і 11,3 %, у результаті статистичного аналізу був установлений коефіцієнт лінійної парної кореляції між вмістом кремнію і температурним інтервалом рівний  $|-0,99|$  при теоретичному нижньому граничному  $|R_T| = 0,37$  і довірчої імовірності 0,95. Отримане регресійне рівняння має вид:

$$Si[\%] = 12,56 - 0,114 \cdot (T_l - T_s) . \quad (1)$$

Як видно з рівняння, при нульовому температурному інтервалі ( $T_l - T_s$ ) вміст кремнію дорівнює евтектичному складу сплаву системи Al-Si, тобто 12,6 %. Хоча, слід зазначити, що різні джерела визначають евтектичну точку для сплаву Al-Si у діапазоні 11,6–13,0 % кремнію [2]. У діапазоні вмісту кремнію 7,0 %–11,0% абсолютна похибка між рівнянням (1) та величиною, що отримана спектральним методом, не перевищує 0,08 % (по масі). Тобто рівняння (1) забезпечує визначення вмісту кремнію методом КТА з абсолютною похибкою  $\Delta = 0,2$  %.

Аналіз діаграм стану сплавів системи алюміній-кремній-магній при малих концентраціях магнію показує, що наявність магнію в межах до 0,5 %, практично не впливає на положення лінії ліквідус. Тому вміст кремнію в сплавах системи Al-Si-Mg можна визначити в припущенні відсутності магнію по рівнянню (1).

Для перевірки цього припущення були проведені експерименти зі сплавом Al + 5,5 – 8,5 % Si + Mg, коли вміст магнію змінювали від 0,17 % до 0,50 %. Коефіцієнт кореляції між вмістом магнію і температурним інтервалом ( $T_l - T_s$ ) склав 0,055 при його критичній межі 0,422 і довірчої імовірності 0,95. Таким чином, взаємозв'язок не значимий, і використання рівняння (1) є припустимим. При кристалізації Al-Si-Mg сплаву на останній стадії процесу магній утворює евтектику Al-Mg<sub>2</sub>Si-Si. На першій похідній термограми  $T'(t)$  утворення цієї фази виявляється у вигляді невеликого екстремуму (піка) після другого локального максимуму. Причому на самій термограмі суттєвих змін у відповідні області не спостерігається (рис. 1).

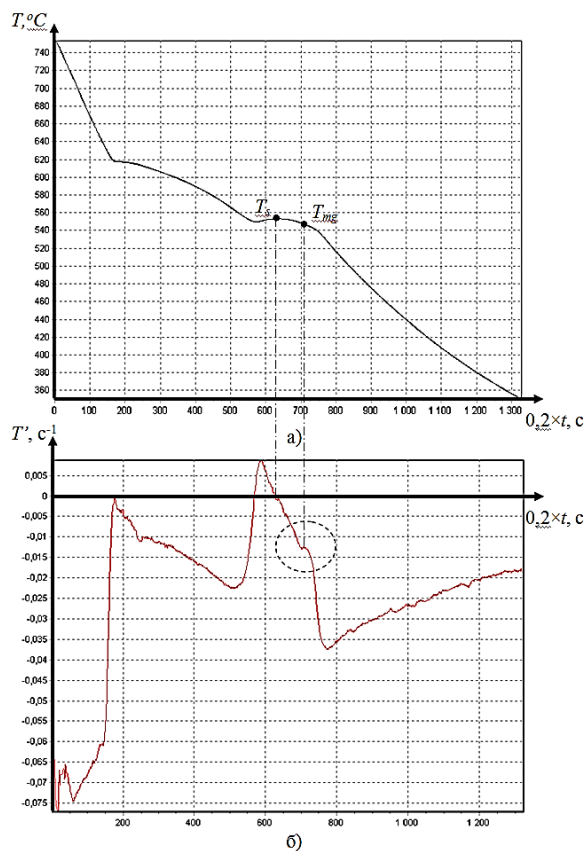


Рис. 1. Крива охолодження сплаву Al + 5,5 % Si + 0,2 % Mg (а) та її перша похідна в часі (б)

При зміні вмісту магнію змінюється інтенсивність піка і відбувається його зсув в область більш високих температур (рис. 2). Дослідження показали, що цей локальний екстремум починає формуватися при вмісті магнію 0,15–0,17 % (рис. 2, а).

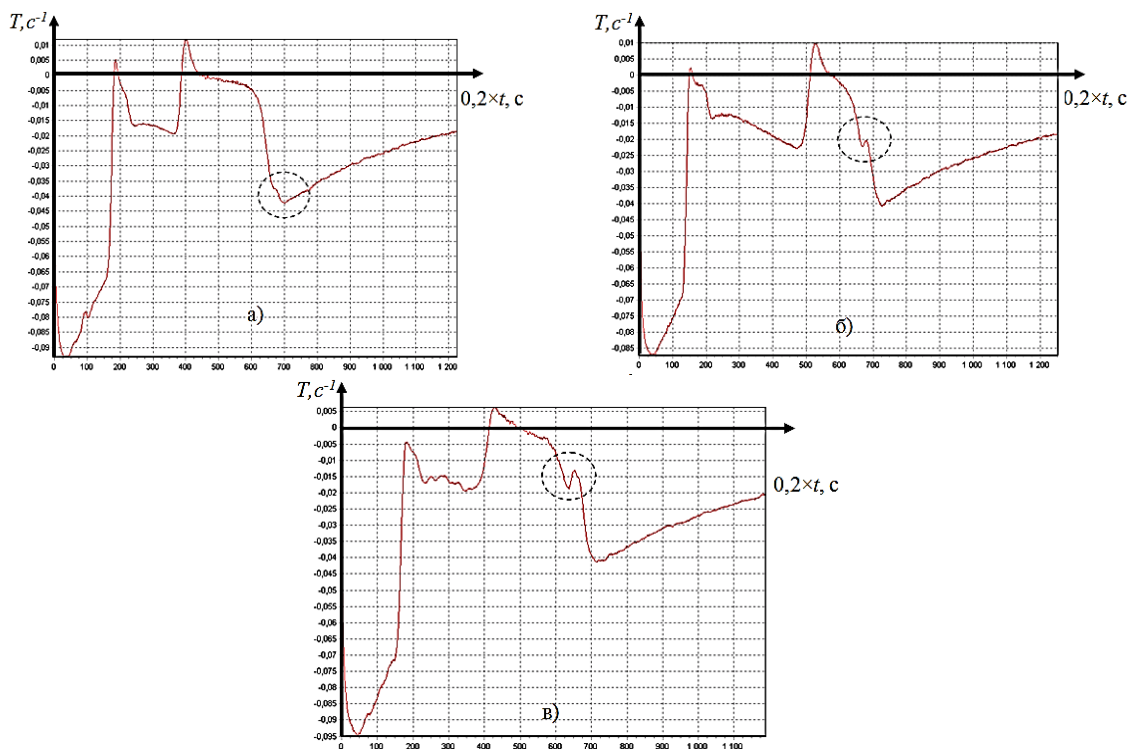


Рис. 2 Перші похідні в часі кривих охолодження сплаву Al + 5,5 % Si + Mg при вмісті магнію 0,17–0,20 % (а), 0,20–0,25 % (б), 0,50 % (в)

Це дає підставу припустити наявність межі чутливості методу стосовно визначення вмісту домішок, що, ймовірно, зв'язано з інерційними характеристиками пробовідбірника за певного співвідношення між масою металу, який досліджується, та швидкості охолодження. У якості незалежної перемінної для визначення вмісту магнію також обраний інтервал між температурою солідус  $T_s$  і температурою  $T_{mg}$ , яка обумовлена зазначеним локальним максимумом (рис. 1). У результаті статистичного аналізу встановлено коефіцієнт лінійної парної кореляції між вмістом магнію і температурним інтервалом ( $T_s - T_{mg}$ ), величина якого дорівнює  $|-0,75|$  при його значимому рівні 0,36 і довірчої імовірності 0,95. Отримане регресійне рівняння має вид:

$$Mg[\%] = 0,6933 - 0,0297 \cdot (T_s - T_{mg}). \quad (2)$$

Коефіцієнти рівняння значимі, а отримана модель адекватна експериментальним даним. Абсолютне значення залишків по вибірці не перевищує 0,02 %. Тестування підсистеми КТА в промислових умовах показало, що рівняння забезпечує визначення вмісту магнію в діапазоні 0,20–0,55 % з абсолютною похибкою 0,05 %.

За допомогою підсистеми КТА можна визначити вміст заліза в алюмінієвих ливарних сплавах, що для практики литва є дуже важливим, бо для більшості цих сплавів залізо являє собою шкідливу домішку.

Звичайно у сплавах системи Al-Si може міститися до 0,5–0,7 % заліза, а в деяких випадках – 1,5 % і більше. При вмісті заліза до 0,7 % після виділення первинних кристалів  $\alpha$ -фази кристалізується подвійна евтектика  $\alpha + Si$ , а потім потрійна евтектика  $\alpha + Si + \beta(Al-Fe-Si)$ . При збільшенні вмісту заліза до 1 % після невеликої кількості первинних кристалів  $\beta(Al-Fe-Si)$  виділяється подвійна евтектика  $\alpha + \beta(Al-Fe-Si)$ , а далі та ж потрійна евтектика  $\alpha + Si + \beta(Al-Fe-Si)$ . Подальше збільшення вмісту заліза збільшує кількість первинних і евтектичних кристалів проміжної фази  $\beta(Al-Fe-Si)$  [3]. Таким чином, прояв формування залістистої фази на кривій охолодження може бути виявлено на термограмі між ділянками кристалізації  $\alpha$ -фази і евтектики  $\alpha + Si$ .

Експерименти зі сплавами Al–Si–Mg показали, що при швидкості охолодження  $1\text{--}3 \text{ град}\cdot\text{с}^{-1}$  при  $T = 831 \text{ }^\circ\text{K}$  виділяється потрійна евтектика  $\alpha + \text{Si} + \text{Mg}_2\text{Si}$ . Домішки заліза (0,6–1 %) утворюють із кремнієм (Al, Fe, Si)-складову і, зокрема, фазу  $\text{Al}_3\text{Fe}$ . Незважаючи на незначну її кількість, за рахунок нерівноважності процесу кристалізації проби, нерівноважна евтектика  $\alpha + \text{Al}_3\text{Fe}$  відзначається максимумом похідної температури між максимумами, що відповідають утворенню  $\alpha$ -фази і евтектики (рис. 3). Цей локальний максимум не виявляється при вмісті Fe до 0,60 % (рис. 3, а), а починає формуватися в районі температур більших  $T_{\text{звт}}$  при вмісті Fe більш 0,60 % (рис. 3, б).

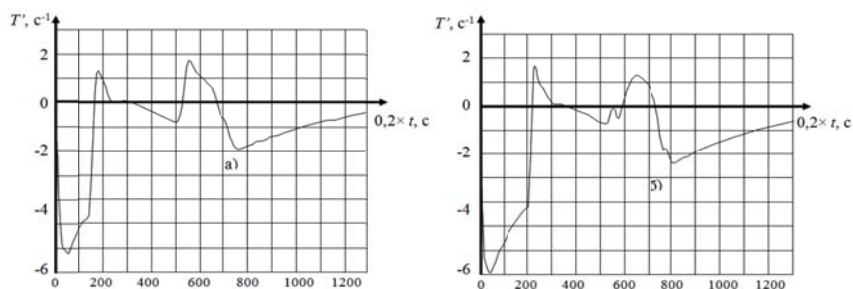


Рис. 3. Перші похідні кривих охолодження сплаву Al + 7 % Si + 0,5 % Mg + Fe при вмісті заліза 0,15 % (а), 0,60 % (б)

При вмісті Fe 0,70 % цей пік досягає своєї найбільшої амплітуди (рис. 4, а) і визначається в автоматичному режимі підсистемою комп'ютерного термічного аналізу. Подальший ріст вмісту заліза зміщує локальний максимум у бік більш високих температур не змінюючи його величини (рис. 4, б).

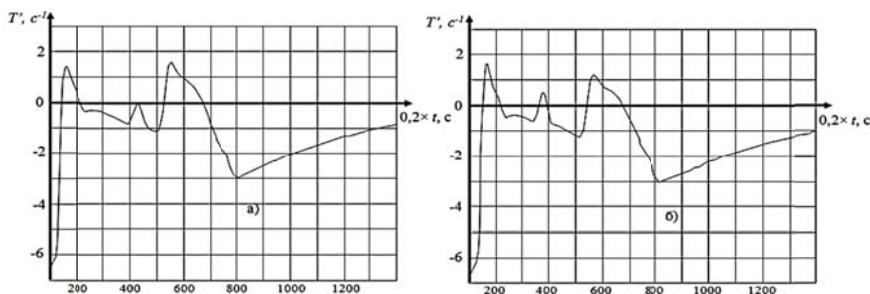


Рис. 4. Перші похідні кривих охолодження сплаву Al + 7 % Si + 0,5 % Mg + Fe при вмісті заліза 0,70 % (а), 1,40 % (б)

В результаті, у залежності від вмісту Fe сплав може бути класифікований як придатний чи непридатний для конкретної технології лиття.

Підставою для прогнозу механічних властивостей у литому стані сплавів систем Al–Si і Al–Si–Mg є те, що тимчасовий опір розриву  $\sigma_{\text{в}}$  і відносне подовження  $\delta$  в основному визначаються хімічним складом сплавів по головним легуючим компонентам (Si, Mg) і домішками, які істотно впливають на механічні властивості цих сплавів (наприклад, Fe). Але це є дійсним за додатковою умовою, що сплав не піддавався додатковій обробці (наприклад, модифікуванню [2, 3]).

Крім того, спадкоємні властивості металу та фактори технології, які важко контролювати (наприклад, перегрів), можуть також змінювати середній рівень механічних властивостей. Сумарний вплив цих факторів виявляється по термограмі у виді зміни величин рекалесценцій при формуванні  $\alpha$ -фази і евтектики [4, 5]. Ці параметри, особливо евтектична рекалесценція ( $\Delta T_{\text{ep}}$ ), корелюють з рівнем механічних властивостей. Тому її величину доцільно ввести в рівняння прогнозу механічних властивостей як додатковий параметр.

Для створення відповідних регресійних рівнянь проводились експерименти, в яких вміст кремнію для сплаву АК12 змінювали від 7,15 % до 11,3 %, а для сплаву АК7ч розрахункове значення кремнію змінювали в межах 6,1 %–7,8 % і магнію у межах 0,15 %–0,40 %. Для сплаву АК12 отримані рівняння, що зв'язують тимчасовий опір розриву і відносне подовження з розрахунковим вмістом кремнію, заліза і величиною евтектичної рекалесценції, що мають вид:

$$\sigma_g = 14,37145 + 0,31076 \cdot Si - 13,1125 \cdot Fe - 9,3304 \cdot Fe^2 + 0,2431 \cdot \Delta T_{ep}; \quad (3)$$

$$\delta = 4,4195 - 0,16663 \cdot Si - 1,7786 \cdot Fe - 1,06714 \cdot Fe^2 + 0,0283 \cdot \Delta T_{ep}. \quad (4)$$

Як видно, зменшення температури евтектичної рекалесценції відбиває здрибнювання евтектики, за рахунок чого відбувається деяке підвищення рівня механічних властивостей. Подібні рівняння отримані і для сплаву АК7ч:

$$\sigma_g = 51,01231 + 4,13723 \cdot Si + 8,05964 \cdot Mg - 4,6346 \cdot Fe + 0,01782 \cdot \Delta T_{ep}; \quad (5)$$

$$\delta = -2,1175 - 1,3332 \cdot Si - 0,2143 \cdot Mg - 5,60762 \cdot Fe + 0,0171 \cdot \Delta T_{ep}. \quad (6)$$

У цьому випадку введення магнію підвищує тимчасовий опір розриву міцності, а залізо приводить до формування більш тендітної структури і знижує цей параметр. Відносне подовження в литому стані формується більш складно – від базового рівня при збільшенні вмісту магнію і заліза воно знижується. Параметр  $\Delta T_{ep}$  діє так само, як і для сплаву АК12.

Для цих регресійних рівнянь діють ті ж зауваження, що і для математичних моделей (1), (2). Адекватність моделі доведена за таблицею залишків.

## ВИСНОВКИ

Побудовані рівняння для визначення прогнозу тимчасового опору розриву і відносного подовження по кривій охолодження і параметрам кристалізації для сплавів Al + Si та Al + Si + Mg (відповідно АК12 та АК7ч), в яких в якості незалежних змінних обрані температура евтектичної рекалесценції та складові основних легуючих компонентів.

Показано, що за допомогою підсистеми комп'ютерного термічного аналізу можна визначити вміст заліза в Al–Si і Al–Si–Mg ливарних сплавах. На першій похідній кривій охолодження фіксується пік, який відображає формування евтектики  $\alpha + Al_3Fe$ . Цей локальний максимум не виявляється при вмісті Fe до 0,60 %, починає формуватися при вмісті Fe більше 0,60 %, а при Fe більше 0,70 % цей пік досягає своєї найбільшої амплітуди і надійно визначається в автоматичному режимі підсистемою комп'ютерного термічного аналізу.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Разработка математической модели взаимодействия компонентов керамической массы / И. Ф. Телющенко, И. В. Огородник, А. Н. Доний, А. А. Крупа // Строительные материалы и изделия. – 2002. – № 5. – С. 3–6.
2. Comparison of Newtonian and Fourier thermal analysis techniques for calculation of latent heat and solid fraction of aluminum alloys / D. Emadi, L. Whiting, M. Djurdjevic, W. T. Kierkus, J. H. Sokolowski // Metalurgija. – MJoM, 2004. – P. 91–106.
3. Computer modeling of cast alloys solidification by Computer-Aided Cooling Curve Analysis (CA-CCA) / I. Rafalski, A. Arabey, P. Lushchik, A. S. Chaus // International Doctoral Seminar, Proceedings. – Trnava: Alumni-Press, 2009. – P. 291–301.
4. Рафальский И. В. Термический анализ модельных силуминов с различными модификаторами эвтектики / И. В. Рафальский, С. В. Киселев, Г. В. Довнар // Литейное производство. – 2006. – № 3. – С. 21–22.
5. Djurdjevic M. On-Line Prediction of the Al-Si Eutectic Modification Level Using Thermal Analysis / M. Djurdjevic, J. H. Sokolowski, H. Jiang // Materials Characterization. – 2000. – V. 45. – P. 31–38.

Стаття надійшла до редакції 04.11.2011 р.