

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Институт машиностроения

(наименование института полностью)

Кафедра

«Нанотехнологии, материаловедение и механика»

(наименование)

22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

(код и наименование направления подготовки)

Гибридные и комбинированные технологии обработки и модификации перспективных
материалов

(направленность (профиль))

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА (МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ)

на тему Управление структурой и свойствами кремнисто-марганцевой латуни на
основе имитационного моделирования

Обучающийся

Г.В. Костин

(Инициалы Фамилия)

(личная подпись)

Научный
руководитель

канд. техн. наук, А.В. Святкин

(ученая степень (при наличии), ученое звание (при наличии), Инициалы Фамилия)

Оглавление

Введение.....	3
Глава 1 Обзор литературных источников.....	6
1.1 Особенности диаграммы Cu-Zn.....	6
1.2 Свойства латуни в горячекатаном состоянии и склонность к растрескиванию.....	12
1.3 Физические методы определения фазового состава	17
1.3.1 Рентгеноструктурный анализ	19
1.3.2 Метод измерения фазового состава по удельному электросопротивлению.....	21
1.4 Прогнозирование фазового состава	24
1.5 Статистическая управляемость процессов.....	27
1.6 Метод Монте-Карло.....	32
1.7 Формирование цели и задач работы	34
Глава 2 Методика исследования специальных латуней.....	37
2.1 Информация об исследуемых сплавах.....	40
2.2 Оборудование для исследований	42
2.2.1 Сканирующая электронная микроскопия	47
2.3 Аналитическая часть методик прогнозирования фазового состава	49
2.4 Оценка плотности латуней.....	53
2.5 Построение регрессии	55
2.6 Метрики оценки качества регрессии	58
2.7 Имитационное прогнозирование изменчивости фазового состава по требованиям к допускам элементного состава	59
Глава 3 Экспериментальные результаты	64
3.1 Исследование результатов микроструктуры.....	68
3.2 Разработка рекомендаций по корректировке требований к химическому составу.....	77
Заключение	79
Список используемой литературы	87
Приложение А Трёхфакторное уравнение по определению α -фазы сплава ЛМЦАЖН	92
Приложение Б Трёхфакторное уравнение по определению α -фазы сплава ЛМЦАЖКС.....	93

Введение

В современном мире многие производственные компании стремятся оптимизировать свою деятельность и улучшить качество продукции. Одним из ключевых факторов, который позволяет достичь этих целей, является использование качественных материалов при производстве.

Особое внимание заслуживают специальные латуни, которые находят широкое применение в различных отраслях промышленности. Эти материалы обладают рядом уникальных свойств, которые позволяют значительно повысить надежность и долговечность конечной продукции. В данной работе мы рассмотрим актуальность применения специальных латуней в производстве и выявим главные достоинства этого материала.

Специальные латуни становятся все более популярными в производстве изделий, которые должны обладать высокой прочностью, коррозионной стойкостью и хорошей обрабатываемостью. Однако, выбор правильной марки латуни для конкретного изделия является сложной задачей, требующей обширных знаний в области металлургии и опыта. В связи с этим в последние годы активно развиваются методы моделирования процессов получения специальных латуней. Это позволяет значительно сократить время на их освоение и уменьшить количество неудачных опытных партий на начальном этапе производства.

Один из таких методов – компьютерное моделирование термических процессов при получении сплавов. С его помощью можно предсказать изменения свойств материала при различных условиях нагрева, охлаждения и давления. Это помогает выбирать оптимальный режим термической обработки для достижения нужных характеристик латуни.

Также широкое распространение получил метод математического моделирования микроструктуры сплавов. Он позволяет оценить размеры и форму кристаллов, а также распределение элементов внутри них. Это

помогает оптимизировать состав сплава и термический режим его обработки для достижения нужных свойств.

Внедрение методов моделирования при освоении новых марок латуни позволяет существенно ускорить процесс разработки новых материалов и снизить риски неудачных экспериментов на начальном этапе производства. Более того, это может привести к созданию совершенно новых типов сплавов, которые будут обладать уникальными свойствами и откроют новые возможности в инженерии и промышленности.

«Латуни представляют собой двойные или многокомпонентные сплавы, в которых цинк является основным легирующим компонентом» [18].

«Содержание цинка в пределах от 5 до 50% (по массе), после чего механические свойства латуней ухудшаются из-за охрупчивания металла при переходе бета фазы в упорядоченную структуру из неупорядоченной. Латуни содержат в себе помимо основных компонентов легирующие элементы: марганец, алюминий, кремний, железо, никель и другие» [36, 37]. «По сравнению с медью латуни обладают более высокой прочностью, коррозионной стойкостью, упругостью. Двойные латуни, содержащие до 14% цинка, называются томпаком, 14-20% - полутомпаком. При кристаллизации медно-цинковых сплавов возможно образование шести различных фаз, но практическое значение имеют сплавы, содержащие до 50% цинк. В соответствии с диаграммой состояния двойные латуни в зависимости от структуры подразделяются на а-латуни, б-латуни, а+б-латуни. По технологическому признаку латуни делятся на литейные и деформируемые» [19].

Латуни широко используются в промышленности благодаря своим превосходным свойствам, таким как: коррозионная стойкость, пластическая деформируемость, обрабатываемость, немагнитность.

Основным недостатком является нестабильность технологических свойств. β -латуни и близкие к ним по фазовому составу (α -фаза 0 – 10%), свинцовистые латуни склонны к растрескиванию, α -латуни и ($\alpha+\beta$) обладают

низкой пластичностью в горячем состоянии, плохой обрабатываемостью резанием и нестабильными эксплуатационными характеристиками [16].

Основным недостатком многокомпонентных и сложнoleгированных латуней является растрескивание. Решением данного недостатка может послужить статистическое управление фазового состава путем построения регрессионной модели, далее – имитационного моделирования. Поскольку в многокомпонентном сплаве, в условиях реальных скоростей охлаждения поведение материала не всегда подчиняется классической диаграмме состояния Cu-Zn (рисунок 1). Как показывают многочисленные наблюдения [11] - [20] разброс химических элементов при реальных условиях производства приводят к значимой неоднородности свойств. В научной работе [22] была установлена связь растрескивания с фазовым составом. Рассматриваются теоретические предпосылки и возможность применения расчётных методик прогнозирования фазового состава двухфазных латуней на основе химического состава.

Глава 1 Обзор литературных источников

1.1 Особенности диаграммы Cu-Zn

«Диаграмма состояния Cu-Zn представляет совокупность пяти перитектических превращений и одного эвтектического. Образующиеся по перитектическим реакциям β -, γ -, δ -, ε -, η -фазы, называют β -, γ -, δ -, ε -, η -растворами, они являются промежуточными фазами электронного типа (рисунок 1)» [24].

«В системе пять перитектических превращений, % (ат.):

- Ж (36,8 Zn) + α (31,9 Zn) \leftrightarrow β (36,1 Zn) при 902 °С;
- Ж (59,1 Zn) + β (56,5 Zn) \leftrightarrow γ (59,1 Zn) при 834 °С;
- Ж (79,55 Zn) + γ (69,2 Zn) \leftrightarrow δ (59,1 Zn) при 834 °С;
- Ж (88 Zn) + δ (76 Zn) \leftrightarrow ε (78 Zn) при 597 °С;
- Ж (98,37 Zn) + ε (87,5 Zn) \leftrightarrow η (97,3 Zn) при 423 °С.

Растворимость цинка в твердом растворе на основе меди сначала увеличивается от 31,9 % (ат.) при 902 °С до 38,3 % (ат.) при 454 °С, затем понижается и составляет 34,5% (ат.) при 150 °С и 29% (ат.) при 0 °С» [15].

«Медь с цинком, кроме α -твердого раствора Zn в Cu с ГЦК-решеткой, образует ряд промежуточных фаз: β -твердый раствор на основе электронного соединения CuZn с ОЦК-решеткой и электронной концентрацией 3/2; γ -фаза - это раствор на основе соединения Cu₅Zn₈ с электронной концентрацией 21/13; ε -твердый раствор на основе соединения CuZn₃ с ГЦК-решеткой, электронная концентрация которого составляет 7/4, η -фаза соответствует твердому раствору меди в цинке.

Предельная растворимость Zn в α -фазе при комнатной температуре составляет 36 %, при 454 °С – 39 %, а при 902 °С соответствует 32,5 %. Промежуточная β -фаза при высокой температуре имеет область гомогенности от 37 до 56,5 % Zn, с понижением температуры она сужается до 45–49 % Zn. При температуре 454–486 °С происходит упорядочение β -фазы. Переход

неупорядоченной фазы в упорядоченную β' -фазы сопровождается резким падением пластичности и повышением хрупкости. На практике применяются β -латуни с содержанием 45–47 % Zn и во избежание хрупкости их обработку производят в горячем состоянии в области неупорядоченной β -фазы» [13]

«Латуни, имеющие в составе алюминий и кремний, обладают повышенными прочностными характеристиками и это является значительным плюсом при использовании их в ответственных деталях машин, таких как кольца синхронизатора» [15].

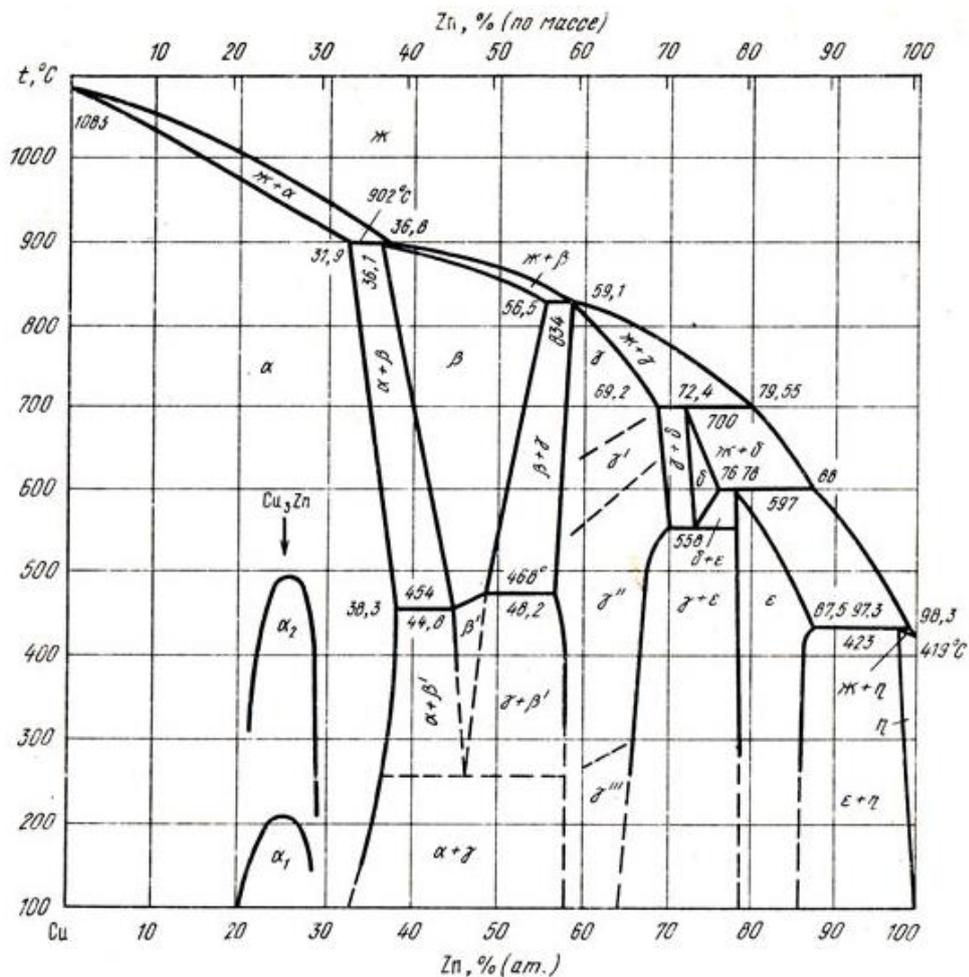


Рисунок 1 – Диаграмма состояния сплавов системы Cu-Zn [15]

«Граница области α -фазы справа (кривая изменения растворимости Zn в Cu с изменением температуры) показывает, что концентрация Zn в кристаллах α -фазы с понижением температуры не уменьшается, как в большинстве

случаев, но увеличивается» [40]. В результате при охлаждении затвердевших сплавов с исходной структурой α -твердого раствора структура претерпевает трансформацию - с понижением температуры кристаллы α -фазы обогащаются цинком. По мере снижения температуры кристаллы α -фазы становятся более обогащенные цинком: при 905 °С они содержат только 32,5% Zn; при 0 °С они уже содержат 39 % Zn [5]. Сплавы, содержащие 0-39 % Zn, при температурах от 0 до 500 °С будут иметь структуру α -латуни, из которых сплав с 39 % Zn при температуре около 850 °С уже будет иметь структуру β -латуни [7, 8]. При температуре 600 °С будут иметь структуру, состоящую из почти равного количества кристаллов α - и β -латуни.

«Диаграмма состояния также содержит горизонтальные линии при температурах 454 и 468 °С, указывающие на то, что при этих температурах в сплавах происходят процессы упорядочения (типа В2) решетки твердого раствора β , так что ниже этих температур фаза β обозначается как β' . Фаза γ при температуре около 270 °С также претерпевает слабо выраженное превращение, природа которого пока не определена: возможно, что это превращение представляет собой упорядочение решетки γ -фазы» [11].

Г. В. Курдюмов и его сотрудники [16] обнаружили в сплавах систем Cu-Al, Cu-Sn и Cu-Zn мартенситное превращение. «Исследованиями установлено, что латунь с содержанием Zn около 40 мас.%, закаленная в воде при 850-865 °С, получившая β -структуру, при погружении в жидкий азот дает термический эффект при температуре минус 14 °С. Также установлено, что β -фаза после обычной закалки находится в метастабильном состоянии и частично превращается в новую α' -фазу, которая имеет тетрагональную решетку с параметрами: $a = 37,50$ нм; $c = 35,96$ нм; $a/c = 1,043$. Параметр обычной кубической гранцентрированной решетки α -фазы составляет 36,93 нм. Таким образом, решетка α' является искаженной решеткой α -фазы. Превращение $\beta \rightarrow \alpha'$, происходящее при -14 °С, когда диффузионные процессы невозможны, является бездиффузионным ("мартенситным"), а появление тетрагональной

(упорядоченной) решетки напоминает превращение β -фазы (неупорядоченной) в медных бронзах в β' -фазу (упорядоченную)» [16].

Железо (Fe) практически не растворяется в α и β -фазах и присутствует только в виде силицидов. Частицы железа увеличивают скорость образования ядер и рекристаллизации, замедляя последующий рост зерна. Кремний (Si) повышает коррозионную стойкость, износостойкость и обрабатываемость латуней, так как увеличивает их текучесть, свариваемость. Алюминий (Al) увеличивает предел прочности и влияет на температуры фазовых превращений. Марганец (Mn) повышает пластичность латуни, предел прочности при растяжении. Никель снижает склонность латуней к коррозионному растрескиванию [2, 3]. Свинец (Pb) добавляется в латунные сплавы для улучшения обрабатываемости, что влияет на срок службы режущего инструмента. Однако использования свинца (2-5% по массе) наносит существенный вред окружающей среде и здоровью человека. Кроме того, отмечено в [36], что свинцовые латуни имеют низкий уровень пластичности в горячем состоянии – это затрудняет обработку. «Растворимость свинца в медных сплавах очень низкая, поэтому он наблюдается в микроструктуре в виде дисперсных глобул. Он действует как смазка, уменьшая коэффициент трения между инструментом и материалом. Равномерность распределения свинцовых глобул является одним из ключевых параметров скорости охлаждения и играет важную роль в достигаемой обрабатываемости» [15, 16].

Фактически, в отношении обрабатываемости латуней, оптимальное содержание свинца находится в диапазоне от 1 до 3%, но это значение зависит от объёмной доли фаз β и α . Вследствие своей твёрдости, β -фаза оказывает положительное влияние на обрабатываемость, способствуя фрагментации материала в виде стружки в противоположность α -фазе, которая приводит к образованию спиралевидных и длинных стружек [7, 13].

Технологические и эксплуатационные свойства $\alpha+\beta$ латуней определяются их фазовым составом, т.е. наличием двух основных фаз: α -твердого раствора легирующих элементов, β -фазы на основе электронного соединения CuZn, а также силицидов M_5Si_3 , (где M – это Fe, Mn, Ni) и частиц свободного свинца. Морфологию и количество α - и β - зерен можно регулировать термообработкой, в то время как количественные характеристики силицидов, большей частью, определяются химическим составом сплава. Cu-Zn-Mn-Al-Fe-Si латуни могут быть дополнительно упрочнены за счёт образования ультрадисперсных частиц силицидов M_5Si_3 при закалке мартенсита и последующем отпуске при температурах при 260-270 °C [13].

С производственно-экономической точки зрения, замена свинец-содержащей латуни на бессвинцовую альтернативу не представляется экономически целесообразным вариантом, однако технически это возможно. Были предприняты усилия по включению мягких частиц второй фазы (SPPs) в микроструктуру сплавов на медной основе. Мягкие частицы SPPs снижают вязкость при сдвиге, позволяя обрабатывать мелкую стружку, что приводит к снижению электропотребления при обработке и уменьшению температуры режущего инструмента, продлевая его срок службы. С. Yang и др. [4] предложили разработку новых композиций латуни, путем включения стабилизаторов β -фазы и упрочнителей в твердом растворе при одновременном снижении содержания Zn для обеспечения высокой прочности и обрабатываемости. Однако, основным недостатком этих путей разработки является отклонение от стандартизованных составов, что требует дополнительных требований по утверждению международными организациями и регулирующими органами для принятия в цепочке поставок. Альтернативный вариант улучшения обрабатываемости бессвинцовых латуней, путем оптимизации процесса термообработки стандартизованных составов был предложен исследован Тулфатзисом и другими [7]. Это

достигается за счет частичного или полного подавления фазового превращения β -фазы в α -фазу путем закалки в воде, что приводит к образованию структур с преобладанием β -фазы. Такая микроструктурная модификация позволяет сменить механизм разрушения, обеспечивая межкристаллитное разрушение и тем самым способствуя более легкому разрушению стружки и снижению энергопотребления. Оба новых подхода к решению технической задачи все еще находятся в зачаточном состоянии и требуют дальнейшего развития, прежде чем будут реализованы в промышленности»

В зависимости от степени чистоты медного сплава и его химического состава, он может подвергаться рафинированию и модифицированию процессе плавки [17]. В работе [4] было показано, что изменения в структуре латуни, такие как включения и преципитаты на границах зерен, являются причиной снижения пластичности. Анализ, проведенный в работе [11], показал, что изменения в структуре сплава CuZn39Pb2 и условия исследования являются наиболее частыми факторами, влияющими на его износ. Пример структуры с описанием фаз показан на рисунке 2.

В качестве вывода из проведенного исследования следует отметить положительное влияние флюса «Торбал Z» на процесс рафинирования, характеризующийся более высокой однородностью и измельчением зерна. Его оптимальная концентрация составляет 0,1%. При превышении этой концентрации изменения менее значительны [4].

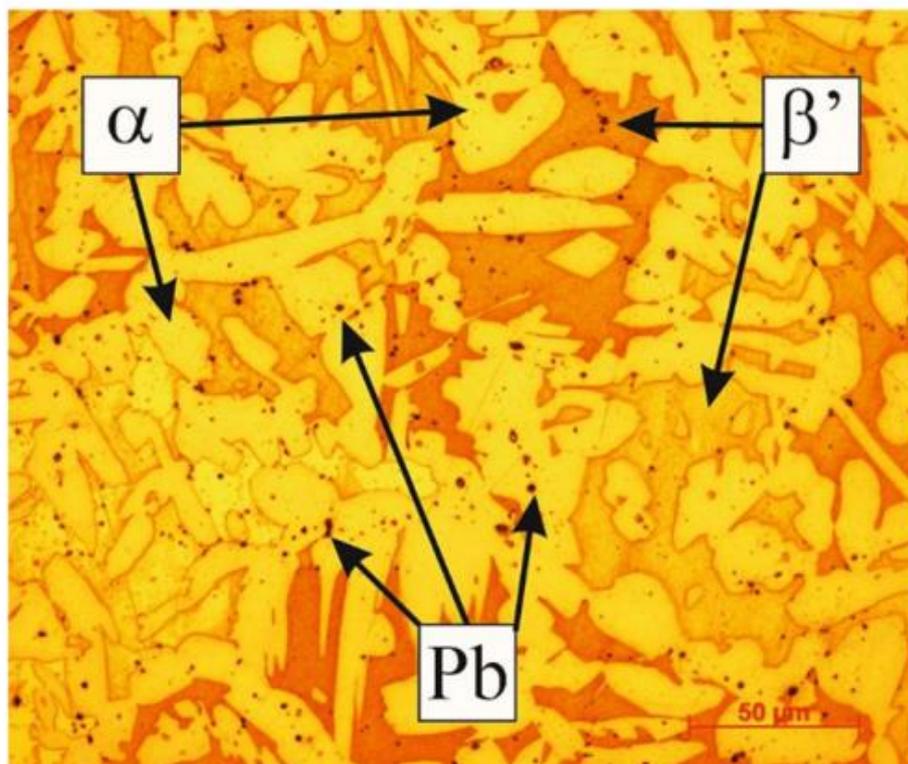


Рисунок 2 – Структура сплава CuZn39Pb2 [7].

1.2 Свойства латуни в горячекатаном состоянии и склонность к растрескиванию

«Специалисты, занимающиеся ковкой из латунных сплавов, сталкиваются с проблемой окисления и растрескивания, вызванных пластическими деформациями» [7]

В исследовании [6] были изучены и решены проблемы, вызванные горячей и холодной ковкой - двумя последовательными процессами изготовления обжимной гайки.

Материалом дляковки использовалась свинцовистая латунь (CuZn39Pb2). В связи с проблемой, возникающей при горячей ковке (штамповке), авторы выбрали методологию, основанную на воспроизведении промышленных явлений в лабораторных условиях. Исследование этой проблемы проводилось с помощью микрографического и химического анализов.

При горячей ковке заготовки подвергаются предварительному нагреву, во время которого на их поверхности появляются окислы. Авторы утверждают об образовании ZnO на поверхности заготовки, при нагреве до температуры 750 °С. Такахаши и Триллат [5] заявили, что компоненты сплава окисляются избирательно; условия окисления зависят от давления и температуры. Авторы отметили, что при низких температурах (ниже T плавления Zn 419°С) подвижность атомов Cu больше, чем атомов Zn, происходит образование оксида CuO. При высокой температуре (выше температуры плавления Zn) диффузия цинка больше; таким образом, атомы цинка легко перемещаются к поверхностному слою, происходит соединение с кислородом (ZnO). Чунг и др. [8] объяснили, что единичное существование оксида цинка на поверхности латуни происходит по причине более термодинамически стабильного ZnO, чем оксида меди CuO [39, 40].

На рисунке 3а показан внешний вид зерен после экструзии необработанной латуни. Фактически, зерна были шаровидными и маленькими (видны четкие зоны). После нагрева фазы стали крупнее и приобрели пластинчатую форму (рисунок 3б). Это был процесс рекристаллизации в результате зарождения и роста новых кристаллов, в наиболее нарушенных горячей деформацией областях (обычно по границам зерен). Эти кристаллы растут постепенно, в зависимости от старых деформированных зерен. Данная обработка проводилась в высокотемпературном диапазоне, что позволяло продолжать операции металлообработки. Действительно, в медном сплаве, что пластичность, которая была очень низкой из-за зернограницного растрескивания, увеличилась в области горячей обработки из-за начала динамической рекристаллизации (DRX) [7].

После пластической деформации при закалке размеры фаз уменьшились (рисунок 3с), и фазы были ориентированы в нескольких предпочтительных направлениях. Это явление называется «фибринг» [6].

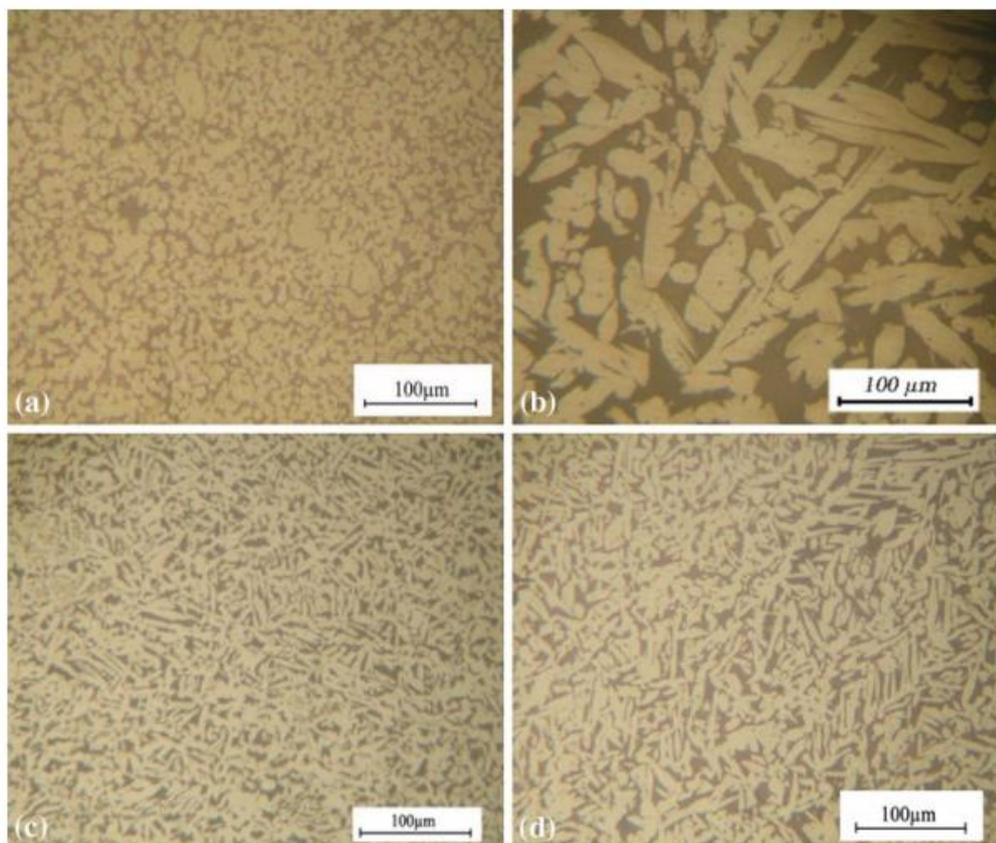


Рисунок 3 – Поперечные и продольные сечения латуней: (а) первичная латунь, (b) предварительно нагретая латунь при 750°С, (с) латунь после горячей штамповки и (d) латунь после горячей штамповки с последующим отжигом при 300°С [6].

В работе [7] были определены механические характеристики и обсуждены изменения в микроструктуре α/β латуни. Текстуры фаз идентифицировались при использовании сканирующей электронной микроскопии (SEM) и дифракционного анализа обратного рассеяния электронов (EBSD). Использовался двухфазный сплав CW614N системы Cu-Zn. Отмечено, что определяющим фактором количества α -фазы, является её первоначальное содержание на стадии экструзии. Увеличение зерен α -фазы может быть еще одним фактором, определяющим снижение предела текучести при повышении температуры.

Объемная доля α -фазы уменьшается с увеличением температуры экструзии (рисунок 4). Данная зависимость выглядит как хорошо предсказуемая убывающая функция.

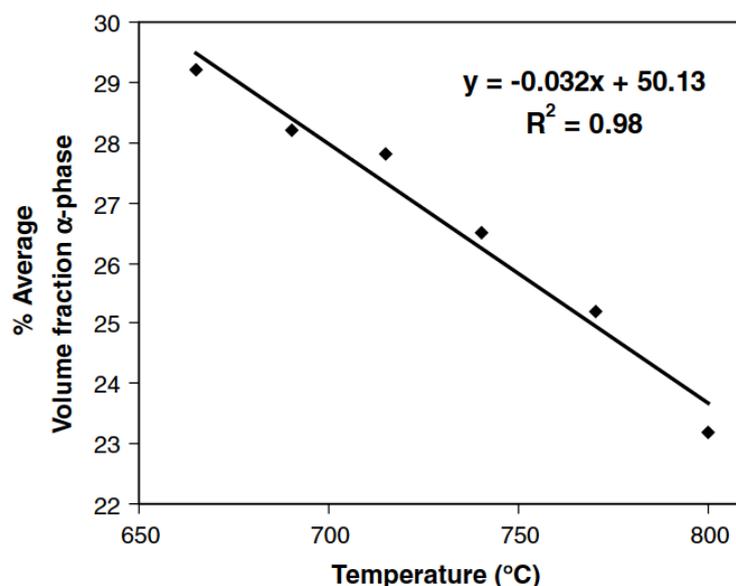


Рисунок 4 – Объемная доля α -фазы в зависимости от температуры экструзии [7]

Из результатов работ следует, что при повышении температуры экструзии наблюдается линейное снижение предела текучести. Авторы отмечают, что высокие температуры экструзии могут быть полезны, если латунные заготовки направляются на дальнейшие операции пластической формовки. Низкие температуры экструзии лучше подходят для заготовок, предназначенных для последовательной механической обработки; требуется снижение пластичности при прессовании.

Благодаря своим высоким трибологическим свойствам и отличной обрабатываемости, латунные сплавы широко используются при изготовлении блокирующих колец синхронизаторов, которые применяются в большинстве автомобильных коробок переключения передач. Учитывая условия эксплуатации колец, одной из важнейших характеристик этих деталей является износостойкость.

«Латуни сложного состава отечественного производства, например, ЛМцКНС, ЛМцСКА, ЛМцАЖН, ЛМцАЖКС, ЛцМцАЖНК и др. могут выпускаться не по ГОСТ, а по техническим условиям» [28].

Марки латуней ЛМцАЖН, ЛМцАЖКС наиболее распространены в промышленности. Из сплава ЛМцАЖН изготавливают прессованные трубы на

Ревдинском заводе по обработке цветных металлов. Трубы, размером 74×5,25 мм, являются заготовкой для последующего производства блокирующих колец синхронизатора коробки передач автомобиля. Технология изготовления данных деталей включает в себя: полунепрерывное литьё заготовок, горячее прессование и последующая штамповка изделий [33].

Выполненные исследования [4 -7] показали, что не только соотношение α - и β -фаз, но и объемная доля интерметаллидных элементов, их форма и размер влияют на износостойкость сложнолегированных латуней. Поэтому представляет интерес изучение морфологии, состава, размеров интерметаллидов, образующихся в структуре сложнолегированных латуней.

Исследования, проведенные авторами [34] установили, что основными факторами, влияющими на механические и эксплуатационные характеристики, являются соотношение компонентов фаз, их морфология, а также степень легирования твердого раствора. Экспериментально установлено, что более значительные механические свойства после горячего прессования имеют латунные сплавы, состоящие в основном из β -фазы, которая определяет прочностные характеристики материала.

Миндиван и др. [9] исследовали износостойкость колец синхронизаторов, изготовленных из сплава с химическим составом 63% Cu, 8% Mn, 4% Al, 1% Si и 20% Zn, но с различным количеством α -фазы, полученной при термообработке. Исследования твердости, проведенные авторами, показали, что с увеличением объемной доли α -фазы в сплаве от 8 до 23%, твердость сплава снижается с 281 до 250 НВ. Следует отметить, что объемная доля интерметаллидов в структуре всех исследованных образцов составляла около 4%. Образцы для исследования износостойкости были вырезаны из массивной части кольца синхронизатора. При увеличении объемной доли α -фазы от 8 до 23% наблюдается снижение изменения массы образца при испытаниях на трение в зависимости от типа испытания на износ и противоположной поверхности (металл, абразив) увеличение износостойкости колец синхронизаторов составляет от 15 до 80%.

1.3 Физические методы определения фазового состава

«Металлографический анализ – это метод качественного и количественного исследования структуры металлов и сплавов. Качественные методы исследования структуры позволяют описать: вид формы, размер и взаимное расположение обнаруженных фаз, структурных компонентов. Количественное исследование структуры может проводиться несколькими способами:

- Исследование определенных механических или физических свойств, и количественная оценка химического состава отдельных фаз или структурных составляющих. С данной целью, например, применяется измерение микротвердости или электронно-лучевой микроанализ;
- Изучение количественных характеристик пространственного строения структуры путем измерения числовых параметров микроскопического изображения. Основными операциями количественной металлографии являются подсчет, измерение и классификация элементов в поле зрения. Результатом могут быть, в частности, количественные параметры зерен или объемных долей различных фаз в структуре сплава» [22].

Исследования, как правило, проводятся на тщательно подготовленных шлифах непрозрачных поликристаллических твердых тел. Для исследований используются световые микроскопы, с помощью которых можно анализировать структурные компоненты размером не менее 1 мкм, что является разрешающей способностью данного метода. [23].

К основным методам количественной металлографии относятся:

1. Анализ по площади, позволяющий определить долю отдельных фаз в структуре; среднюю площадь сечения фаз, распределение частиц по размерам (рисунок 5).

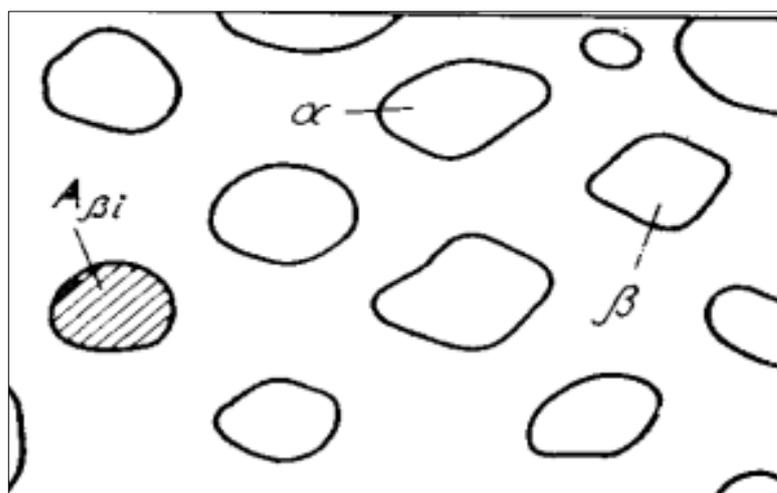


Рисунок 5 – Анализ методом по площадям [22]

2. Анализ точечным методом позволяет определить объемные доли фаз, структурных составляющих (рисунок 6). Точечный метод А. А. Глаголева, основанный на принципе из теории вероятности, используется при определении объемных долей фаз высокодисперсных структур (троостита, карбида и др.)

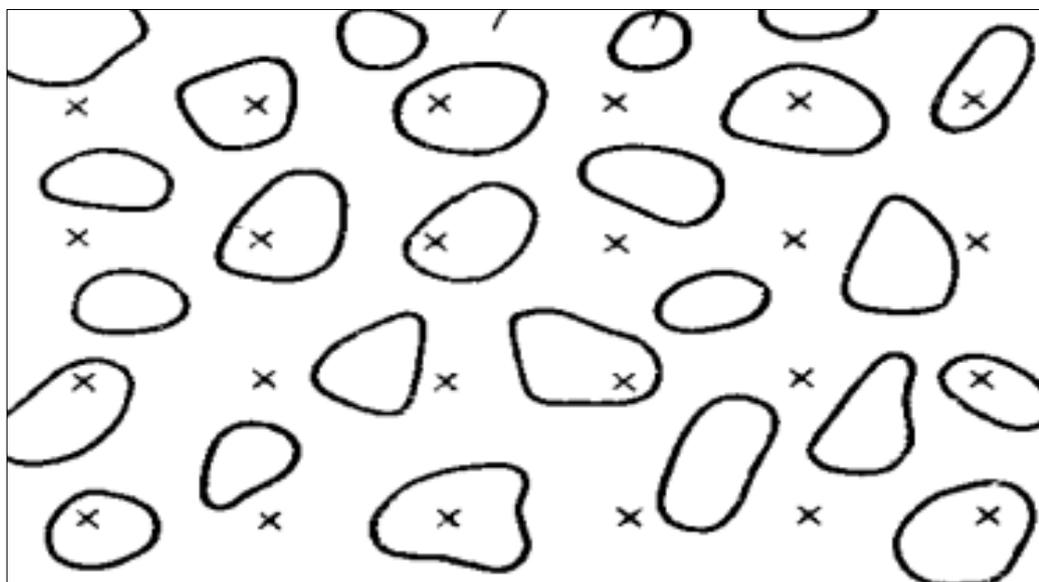


Рисунок 6 – Метод точечного анализ по наложенной сетке [23]

3. Полуколичественные методы - работа проводится с использованием стандартных шкал микроструктур. Для быстрой оценки используют шкалы, приведенные в ГОСТах. Шкала состоит из серии схематических изображений структуры со

ступенчатым изменением какой-либо характеристики от изображения к изображению. Определяется размер зерна, количество карбидов, форма частиц. Оцениваемая структура характеризуется баллом, который относится к ближайшей цифре на шкале.

Данные методы универсальны, однако, их главным недостатком является значительная трудоемкость. В настоящее время для уменьшения трудоемкости, увеличения точности исследования используются методы анализа цифрового изображения.

1.3.1 Рентгеноструктурный анализ

«Рентгеновская дифракция (XRD) — это эффективный метод для определения характеристик кристаллических материалов. Он позволяет получить информацию о структуре, фазах, предпочтительных ориентациях кристаллов (текстуре) и других структурных параметрах, таких как средний размер зерна, кристалличность, деформация и дефекты кристалла. Рентгеновские дифракционные пики образуются в результате конструктивной интерференции монохроматического пучка рентгеновских лучей, рассеянных под определенными углами от каждого набора плоскостей решетки в образце. Интенсивность пиков определяется распределением атомов в решетке. Следовательно, рентгеновская дифракционная картина представляет собой отпечаток периодического расположения атомов в данном материале» [2].

Дифрактограмма представляет собой зависимость интенсивности рассеяния от угла дифракции, записывается счетчиком при последовательном прохождении всего углового интервала регистрации, причем каждая точка удерживается в течение заданного времени (обычно от 1 до 200 с).

Схема фокусировки Брэгга-Брентано (рисунок 8), в которой плоский образец P касается фокусирующего круга.

Для того чтобы плоский образец оставался касательным при изменении угла 2θ оставался касательным к фокусирующему кругу, его надо повернуть

вокруг точки P , которая является центром окружности радиуса R_r , на которой расположена точка F и на которой находится приемная щель детектора D .

Угловая скорость вращения детектора должна быть более чем в два раза превышать скорость вращения детектора. «Схема позволяет без нарушения фокусировки при необходимости дополнительно вращать образец в собственной плоскости» [33].

«Каждое вещество характеризуется собственным набором углов 2θ , при которых фиксируются дифракционные пики, и корреляцией между их интенсивностями. Это позволяет проводить фазовый анализ образца. К преимуществам рентгеноструктурного анализа следует отнести высокую чувствительность и экспрессивность метода. Метод не требует большого количества анализируемого материала. Фазовый анализ можно проводить без разрушения образца. Кроме того, данный метод позволяет оценить количество фаз в смеси» [13].

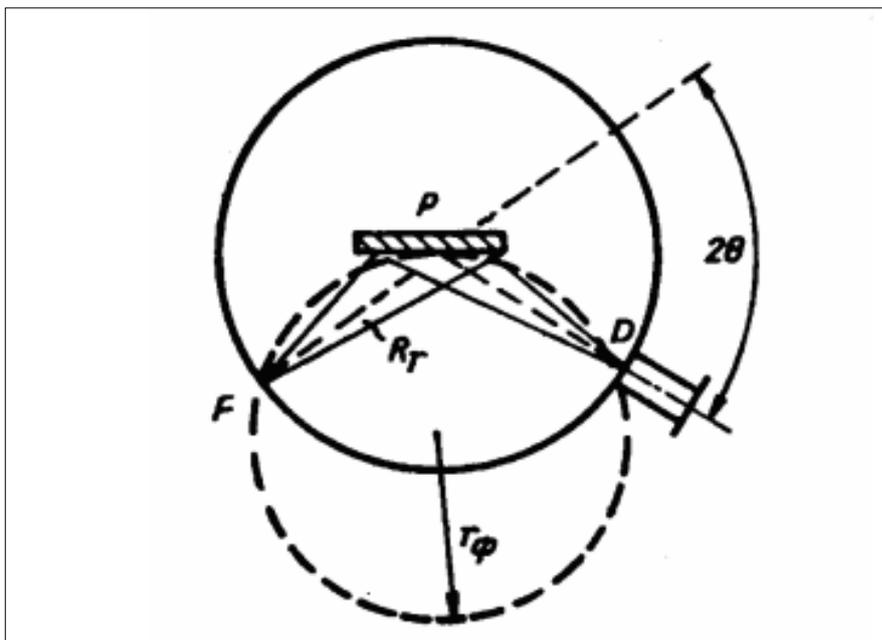


Рисунок 7 – Схема дифрактометра (указаны ходы лучей в плоскости фокусировки). F – фокус трубки; P – образец; D – приемная щель счетчика; R_r – радиус гониометра; r_ϕ – радиус круга фокусировки [13].

1.3.2 Метод измерения фазового состава по удельному электросопротивлению

Данный метод отличается высокой точностью. Отмечено в работе [2], что «неразрушающие методы контроля медных сплавов разработаны только для обнаружения несплошностей (пор, неметаллических включений). Сложностью разработки контроля структурного состояния латуней являются низкие значения магнитной проницаемости». Были исследованы 15 заготовок с различным содержанием α -фазы и силицидов $(Fe, Mn)_5Si_3$ для исследования электромагнитных свойств. Микроструктуры исследуемых образцов с содержанием α -фазы 0 и 20 об. % приведены на рисунке 8.

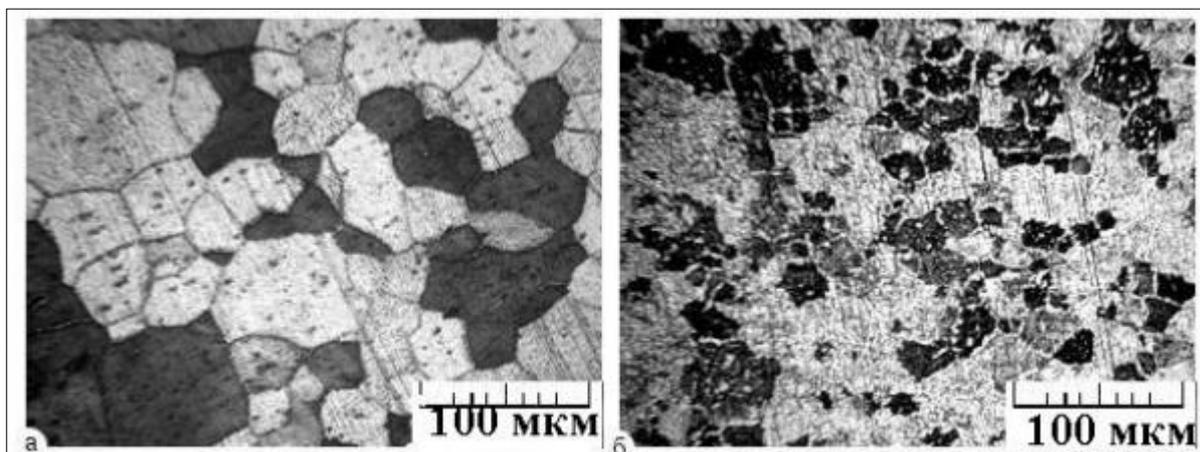


Рисунок 8 – Микроструктура латуни: а) с 0% об. α -фазы; б) с 20 об. % [2]

Химический состав фрагментов соответствует ТУ 184550-106-033-97. Отмечается, что примеси Si резко отличаются по содержанию, $<0,05$ и $0,13$ мас. %; Pb $<0,05$ и $0,12$ мас. %. Во всех исследованных фрагментах содержание Sn $<0,1$ мас. %.

Автор подтверждает, что с увеличением в сплаве α -фазы, твердость снижается по причине большой пластичности α -фазы. А также твердого раствора легирующих элементов в меди (рисунок 9).

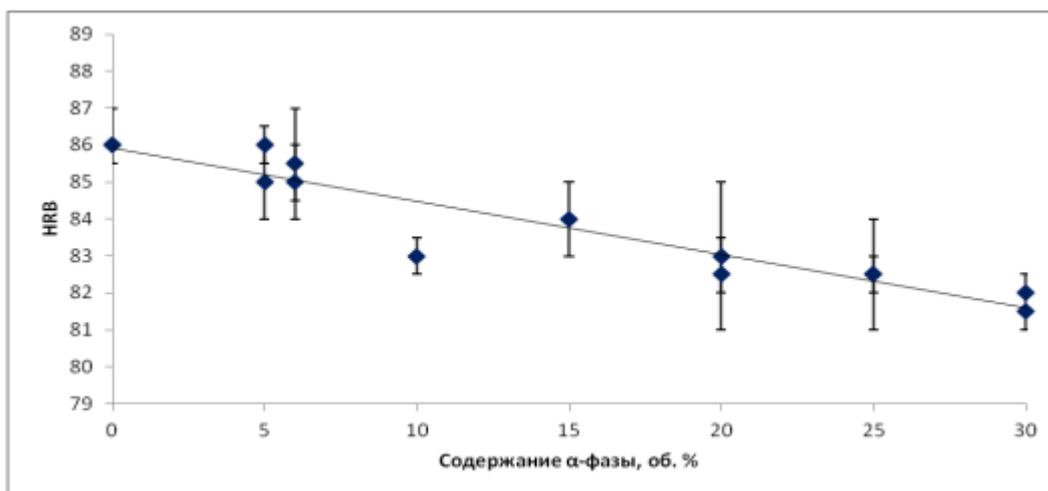


Рисунок 9 – Изменение твердости в зависимости от содержания α-фазы [2]

«При этом с увеличением содержания α-фазы возрастает удельное электрическое сопротивление (рисунок 10), это связано с повышением концентрации дефектов, «в качестве которых выступают границы зерен α-твердого раствора, за счет этого свободные электроны теряют часть своей энергии» [11].

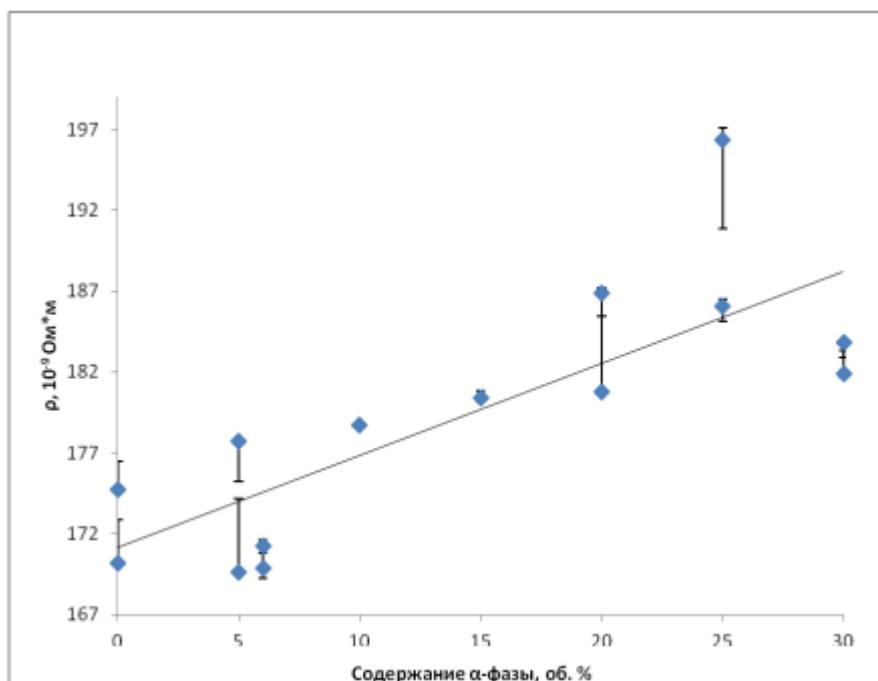


Рисунок 10 – Изменение удельного электросопротивления в исследуемой латуни [2]

Метод неразрушающего контроля был использован в работе [19]. Для исследования от ОАО «РЗ РКМ» было получено 8 образцов латуни ЛМцАЖН 59-3,5-2,5-0,5-0,4 с различным содержанием α -фазы. Целью исследования являлось выявление зависимости электромагнитных свойств от содержания α -фазы. Результаты металлографического исследования проверялись с помощью рентгеноструктурного анализа, представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Данные металлографического и рентгеноспектрального исследований [2]

Номер образца	1	2	3	4	5	6	7	8
Содержание α -фазы, % (металлографическое исследование)	0	0	до 5	до 5	20	20-25	25	10
Содержание α -фазы, % (рентгеноструктурный анализ)	ок. 5	следы	ок. 5	ок. 5	20	15-20	20-25	10

Далее проводилось измерение удельного электросопротивления образцов, по результатам которого построен график зависимости удельного электросопротивления от содержания α -фазы (рисунок 11).

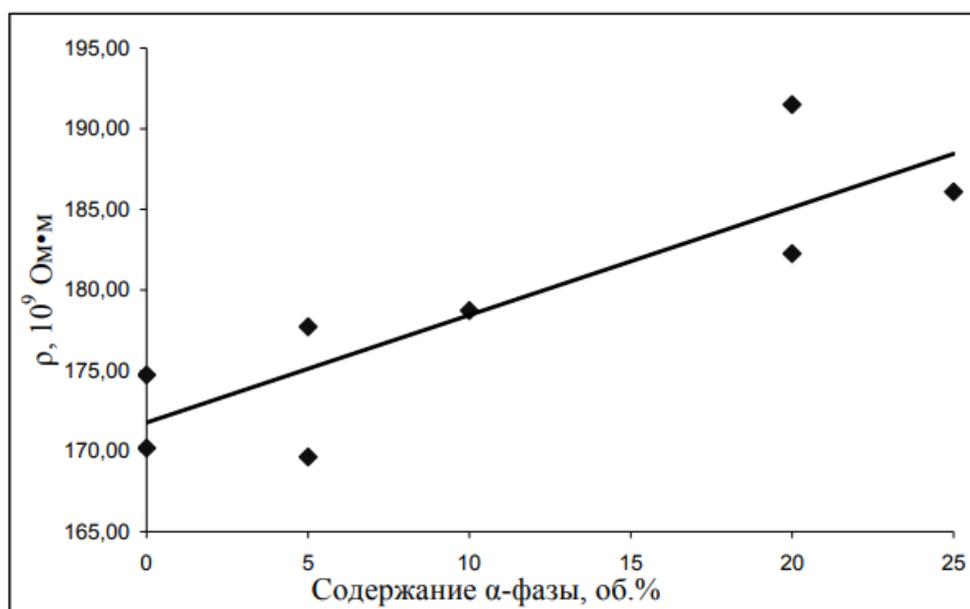


Рисунок 11 – Зависимость удельного электросопротивления от содержания α -фазы [2]

«Зависимость показывает, что с увеличением содержания α -фазы возрастает удельное электрическое сопротивление. Это объясняется тем, что для α -фазы характерны меньшее удельное электросопротивление и магнитные свойства, чем для β -фазы» [19].

Для исследования фазового состава по данному методу удельного электросопротивления, необходимо специальное оборудование, в том числе для непрямого измерения, требуется разработка и валидация метода к каждому новому объекту испытания, что увеличивает трудоемкость.

1.4 Прогнозирование фазового состава

Для латуней с преобладанием α -фазы предварительная оценка фазового состава очень важна, т.к. критическая точка перехода в однофазное бета состояние при небольшом изменении фазового состава может значительно отличаться (до 115 °С)

В цветной металлургии широко известен подход Гийе, в котором действие каждого элемента сравнивается с действием цинка. Для прогнозирования фазового состава латуни ЛМцАЖКС [22] использовался метод по расчету цинкового эквивалента ($Zn_{\text{ЭКВ}}$) по Гийе. Также им были установлены коэффициенты (таблица 1) для вычисления вероятного содержания Zn, при котором «структура сложных сплавов идентична структуре сплавов двойной системы Cu-Zn» [34]

Таблица 2 – Коэффициенты влияния Гийе [34]

Хим. элемент	Al	Pb	Fe	Mn	Ni
Коэффициент Гийе (K)	5	1	0,9	0,5	-1,4

Величина ($Zn_{\text{ЭКВ}}$) рассчитывается по формуле:

$$Zn_{\text{ЭКВ}} = \frac{Zn + \sum_{i=1}^n K_i C_i}{Cu + Zn + \sum_{i=1}^n K_i C_i} \quad (1)$$

где Cu, Zn – содержание в сплаве Cu и Zn;

C_i – содержание в сплаве i -того легирующего элемента;

K_i – коэффициент Гийе для i -того элемента.

На рисунке 12 представлена диаграмма Cu-Zn с силицидами Mn_5Si_3 , согласно которой сплавы с $Zn_{\text{ЭКВ}} = 33-36\%$ практически не содержат ($\alpha+\beta'$) структурной составляющей. «Структура сплавов состоит из α -фазы (основы) и интерметаллидов (силицидов Mn и Fe). Особенностью данной диаграммы состояния является резкий наклон линии фазового превращения, в отдельной области при малом изменении $Zn_{\text{ЭКВ}}$ происходит резкое изменение фазового состава» [22].

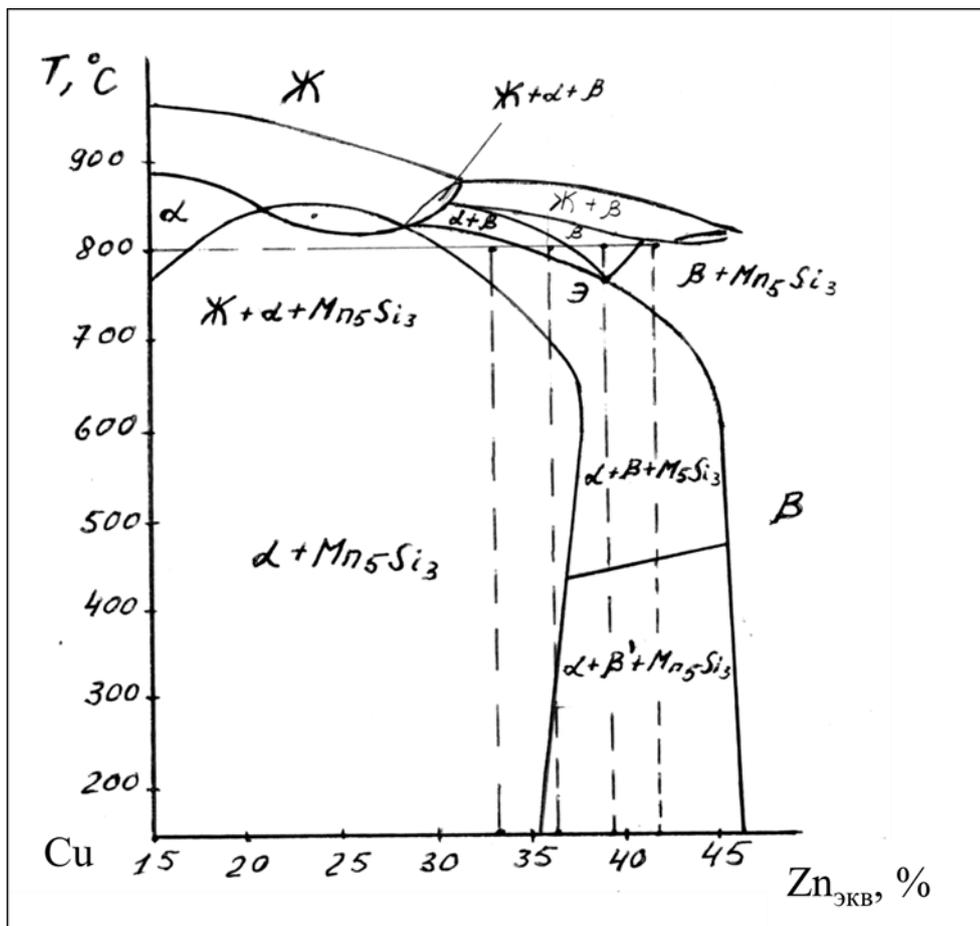


Рисунок 12 – Диаграмма Cu-Zn с силицидами Mn_5Si_3 [13]

В связи со сложным химическим составом, для данного класса сплавов отсутствуют изученные диаграммы состояния, учитывающие влияние конкретного легирующего элемента на изменение фазового состава сплавов и их свойств соответственно. Данное обстоятельство часто приводит к противоречиям между химическим, фазовым составами и механическими свойствами, приведенными в соответствующих стандартах и технических условиях (ТУ). Подобные несоответствия устраняются дополнительными действиями по технологии обработки. Однако наиболее простым и точным способом достижения этой цели является прогнозирование соотношения структурных составляющих сложнолегированных латуней на основе известной диаграммы состояния Cu-Zn с использованием системы расчета цинковых эквивалентов Гийе. Ефремов Б. Н. [9] отмечает, что данный подход к определению влияния легирования на фазовый состав латуни в настоящее время не может удовлетворить металлосведов, занимающихся разработкой новых сплавов. «Во-первых, определение коэффициентов эквивалентности по эмпирическим выражениям проводилось только на основе предварительного опыта - определения изменения соотношения объемов α - и β -фаз при легировании латуни третьим элементом, что исключает возможность предварительного прогнозирования структуры. Во-вторых, количественные значения коэффициентов эквивалентности (коэффициентов Гийе) не содержат четкой физической интерпретации и, следовательно, не позволяют строго классифицировать элементы по степени их влияния на фазовое равновесие в системе Cu-Zn» [9].

Методика прогнозирования использовалась в работах [9, 15, 26]. Основываясь на многократно полученных наблюдениях за формированием структуры прессованных труб из латуни различных промышленных марок, авторы пришли к выводу, что в условиях реальных скоростей охлаждения поведение этих материалов подчиняется классической диаграмме Cu-Zn, если на этой диаграмме вместо фактического содержания Zn находить расчетную величину цинкового эквивалента.

Предполагается, что кремний полностью связан и свинец находится в структурно-свободном состоянии.

Развитие данного метода – метод Тропотова, основными отличиями которого являются другие коэффициенты связанности и учтено, то при 200 град диффузионные процессы останавливаются. В обеих публикациях не приведены данные по проверке адекватности моделей.

1.5 Статистическая управляемость процессов

«Концепция статистического управления процессами (SPC) была первоначально разработана доктором Уолтером Шеухартом в 1920-х годах и расширена доктором У. Эдвардом Демингом, который внедрил SPC в японскую промышленность после Второй мировой войны. После успешного внедрения в японских фирмах, статистический контроль процессов стал использоваться организациями по всему миру в качестве основного инструмента для улучшения качества продукции путем снижения вариативности процессов» [21].

Основываясь на опыте работы со многими типами данных процесса и опираясь на законы статистики и вероятности, доктор Шухарт разработал контрольные карты, используемые для построения графика данных во времени и выявления вариации по общей причине и вариации по особой причине.

Для того чтобы работать с любым распределением, важно иметь меру дисперсии данных, или разброса. Это может быть выражено диапазоном (наибольший, наименьший), но лучше всего его отражает стандартное отклонение (сигма). Стандартное отклонение можно легко рассчитать по группе чисел с помощью калькулятора, электронных таблиц или статистических программ.

Первый этап, которому часто уделяется очень мало внимания, – это постановка целей. Поскольку основной целью применения статистических

методов можно считать снижение вариативности процесса, на этом этапе определяются параметры, вариативность которых является чрезмерной, и целевое значение этого параметра. Правильная постановка цели является ключом к успешному применению статистических методов.

Второй этап – сделать предположение об объекте на основе предварительной информации, то есть выдвинуть гипотезу, определить необходимые данные для проверки гипотезы и выбрать подходящий статистический метод.

На третьем этапе следует сбор исходных статистических данных и реализация статистического метода, при котором данные обрабатываются с помощью выбранного статистического метода. Полученный результат, как и первоначально выдвинутая гипотеза, подвергается оценке с точки зрения здравого смысла.

После оценки и в случае положительного решения о пригодности гипотезы и результата, полученная информация используется для управления, в случае отрицательного результата необходимо повторить исследование.

Функция Гаусса (кривая нормального распределения) показывает вероятность попадания случайной величины в определенный интервал. Данная функция (на рисунке 6) характеризуется двумя величинами – математическим ожиданием (μ) и стандартным отклонением (σ), которое является из дисперсии (σ^2), показывает, насколько случайная величина отклоняется от (μ).

Как видно рисунке 13, практически вся площадь под кривой попадает в интервал $\pm 3\sigma$. Следует отметить, что кривая не пересекает ось x , а бесконечно приближается к ней.

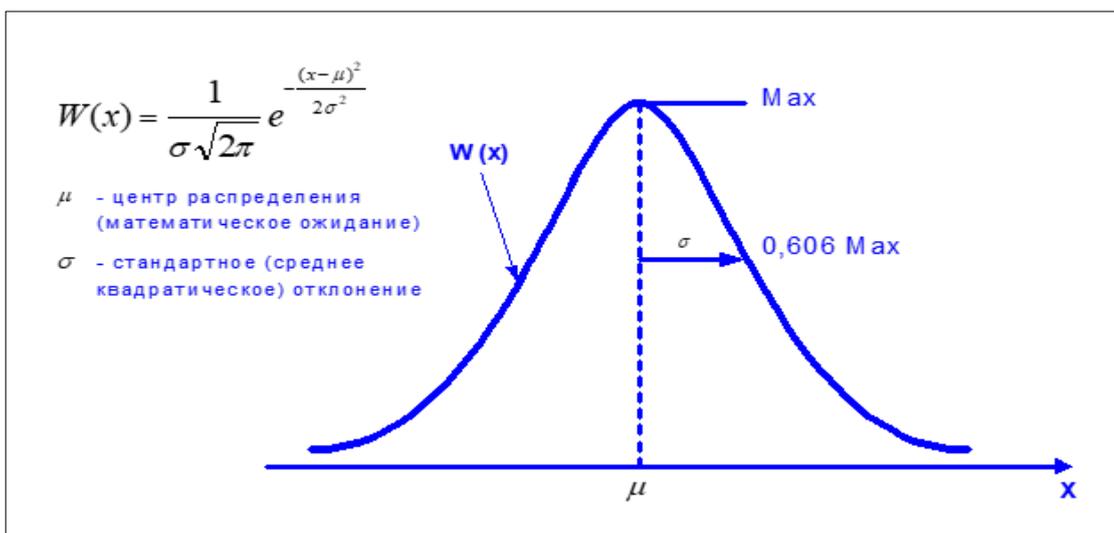


Рисунок 13 – Кривая нормального распределения Гаусса [27]

Поэтому для практического применения свойств нормального распределения шестисигмовым интервал ограничен как оптимальный. Применяя эти знания на практике, можно сделать вывод, что, используя свойства нормального распределения, можно оценить вероятность появления несоответствующих изделий (деталей) при их изготовлении. Например, предположим, что центр симметричного допуска лежит точно в центре разброса (математическое ожидание). «В этом случае, если допуск близок к двухсигмовому интервалу, вероятность появления несоответствующей продукции равна 0,32, или, другими словами, вероятная доля брака составляет 32% от общего количества» [36].

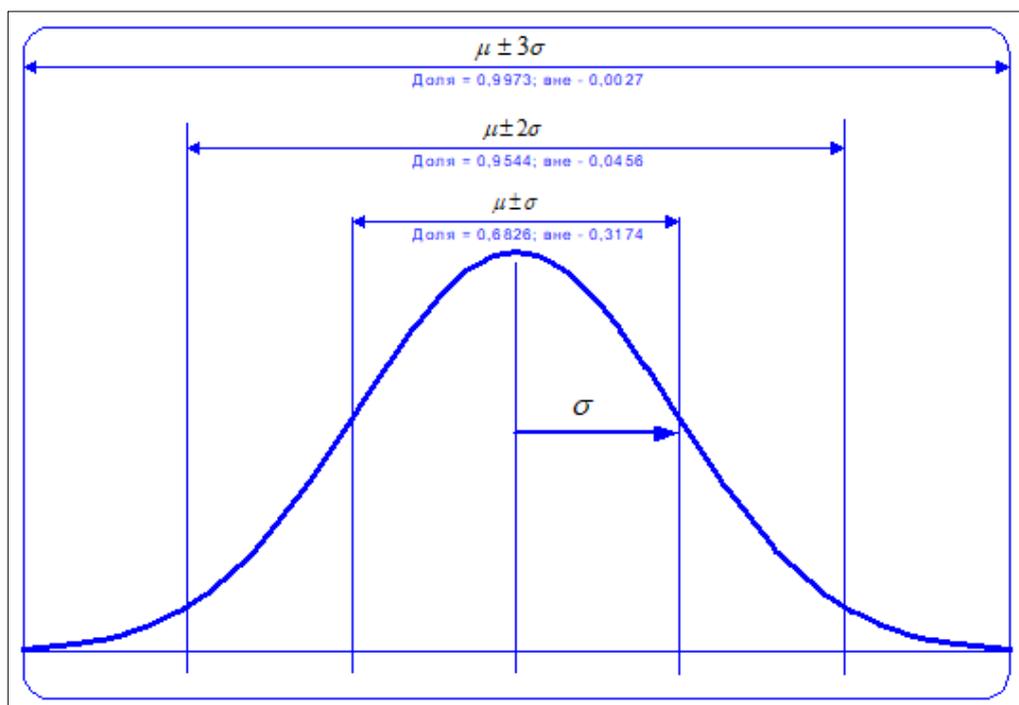


Рисунок 14 – Доли распределения в различных интервалах [27]

Если поле допуска составляет интервал в четыре сигмы, то вероятность несоответствующей продукции составляет 0,05 или 5% от общего объема. Если поле допуска - диапазон шести сигм, то вероятность несоответствующей продукции составляет 0,0027, или 0,3%.

Математическое ожидание μ оценивается следующим образом:

$$\hat{\mu} = \bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad (2)$$

Стандартное отклонение оценивается по следующему выражению:

$$\hat{\sigma} = S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \quad (3)$$

Мало получить положительный результат на 1-3 лабораторных (опытных) образцах, важно оценить способность процесса воспроизводить нужный результат во всем диапазоне колебаний параметров, для этого используются процедура из теории управления качеством. Концепция SPC позволяет оценить изменчивость процессов и продукции и принять управленческие решения. Говоря об управлении процессом, мы

подразумеваем принятие определенных решений, которые не всегда могут быть правильными. Какие же ошибки может допустить оператор процесса? Эти ошибки называются ошибками первого и второго рода:

- Ошибка первого рода заключается в чрезмерном регулировании процесса.
- Ошибка второго рода, напротив, заключается в незамеченном нарушении, т.е. в пропуске момента, когда процесс перестает быть стабильным.

Итак, для того чтобы минимизировать изменчивость, уменьшить количество ошибок при управлении процессом, используется статистический контроль. Наибольший эффект достигается, когда применение статистических методов закладывается еще в процессе проектирования, что отражено в стандарте ISO/TS 16949.

Производственные процессы проходят определенные этапы подготовки, прежде чем начнется само производство. Типичный подход – выяснить, попадет ли естественный допуск $\pm 3\sigma$ процесса внутрь границ допуска, для этого рассчитываются индексы C_p , C_{pk} , P_p , P_{pk} , которые называются индексами повторяемости (воспроизводимости) процесса, отображающие способность процесса соответствовать заданным требованиям, т.е. допуску.

Индекс C_p – индекс воспроизводимости процесса, оценивающий соотношение допустимой вариации процесса (допуск на продукцию) и фактической вариации процесса (естественный допуск), как показано на рисунке 15. [3]

$$C_p = \frac{\text{допустимый разброс процесса}}{\text{фактический разброс процесса}} = \frac{\text{ВГД}-\text{НГД}}{6\sigma} = \frac{\text{ВГД}-\text{НГД}}{\text{NT}}, \quad (4)$$

где ВГД (USL) – верхняя граница допуска;

НГД (LSL) – нижняя граница допуска;

NT – фактический (естественный) допуск.

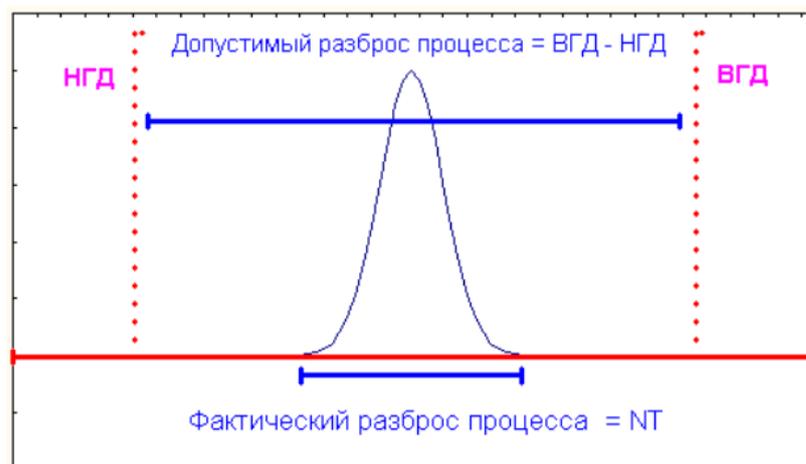


Рисунок 15 – Соотношение параметров C_p [34]

Индекс C_{pk} – индекс воспроизводимости, оценивающий возможности удовлетворить технический допуск с учетом положения среднего значения и применяемый для стабильных по разбросу и настройке процессов [3]. C_{pk} характеризует налаженность процесса, т.е. реальную центровку процесса, совпадение среднего значения показателя качества заданному, рассчитывается по формуле:

$$C_{pk} = \min \left(\frac{LSL - \bar{X}}{3}, \frac{\bar{X} - USL}{3} \right) \quad (5)$$

P_p – индекс пригодности процесса, определяемый как допуск, деленный на пригодность процесса без учета его центровки:

$$P_p = \frac{USL - LSL}{6} \quad (6)$$

1.6 Метод Монте-Карло

В настоящее время имитационное моделирование используется в самых разных сферах человеческой деятельности: в промышленности, в экономике, экологии, в сфере информационной безопасности, а также в сферах общественных, государственных и военных отношений. Спектр решаемых

задач достаточно широк, а именно: научные исследования (планирование экспериментов, определение статистических характеристик, случайных факторов, планирование экспериментов и опытов, определение статистических характеристик и случайных факторов и др. [11, 12]

«Существует метод имитационного моделирования Монте-Карло, который часто используют для управления рисками проекта. По словам Е.В. Фурего, В общем случае метод Монте-Карло — это численный метод решения математических задач путем моделирования случайных величин» [3]. В научной работе Дж. Х. Квоки Л. Ингалл дал краткую историю метода» [12].

«Теоретическое описание метода появилось в 1949 году в статье «TheMonteCarlomethod». Родоначальниками метода считаются американские математики Дж. Нейман и С. Улам. Улам. Метод назван в честь города Монте-Карло в княжестве Монако, известного своими казино, поскольку рулетка является простейшим механическим устройством для реализации процесса получения случайных чисел, используемого в этом математическом методе. Метод Монте-Карло имеет широкий спектр применения. Примерами могут служить расчеты систем массового обслуживания, расчет качества и надежности изделий, вычисление определенного интеграла и т.д» [11].

Многие зарубежные ученые, такие как J.H. Kwok, L. Ingall [9], T. Simell, P. Kiskinen, M. Nier, J. Hohl[8], N. Fong, D. Lemmon [26], работали над методом Монте-Карло. Алгоритм использования метода Монте-Карло в количественном анализе рисков заключается в следующем: сначала осуществляется построение математической модели результирующего показателя как функции переменных и параметров. В.Ю. Королёв сообщает, что «Переменные рассматриваются как случайные составляющие проекта, параметры — это составляющие проекта, значения которых - предполагаются детерминированными» [1]. Математическая модель пересчитывается в каждом новом имитационном эксперименте, в ходе которого значения основных неопределенных переменных выбираются случайным образом на основе генерации случайных чисел.

«Из научной работы С.А. Смоляка известно, что "результаты всех имитационных экспериментов подвергаются выборке и анализу с использованием статистических методов для получения вероятностного распределения результирующих показателей и расчета основных показателей риска проекта [3]. Процесс анализа рисков методом Монте-Карло условно делится на три этапа: математическое моделирование, проведение имитационных экспериментов и анализ результатов. В результате моделируется ход реализации проекта с учетом всех влияющих факторов. На основе этих симуляций можно сделать прогнозы относительно будущего проекта и дать рекомендации по возможным способам их снижения» [34].

В нашей работе применяется аналитико-имитационное моделирование, которое представляет собой форму со структурой «переменные и коэффициенты». Коэффициентами являются параметры, имеющие физический смысл – данные химического состав элементов, данные по процентному соотношению фаз.

1.7 Формирование цели и задач работы

По упомянутым выше методикам прогнозирования фазового состава [18, 24, 34] отсутствуют данные об их проверке на качество (согласно статистических данных), поэтому необходимо провести оценку качества, в соответствии с формулами, представленными в следующем разделе. Поэтому цель работы – разработка требований к сложнелегированным сплавам (ЛМцАЖН, ЛМцАЖКС), обеспечивающих повышение стабильности технологических и эксплуатационных характеристик.

Для достижения цели необходимо решить определённые задачи:

- Проанализировать существующие модели прогнозирования фазового состава специальных латуней, легированных Al-Mn-Si-Fe-Pb и выбрать наиболее достоверную;

- При необходимости внести корректировки модели на основе уточнения химического состава фаз сплавов ЛМцАЖКС и ЛМцАЖН
- Выполнить анализ возможной изменчивости фазового состава промышленных латуней ЛМцАЖКС и ЛМцАЖН по ТУ 184550-106-033-97
- Разработать рекомендации для повышения эксплуатационных характеристик и технологичности латуней марок ЛМцАЖКС и ЛМцАЖН

Выводы по первому разделу

При изучении и анализе данных по отечественным и зарубежным работам, были получены выводы:

Специальные сложнолегированные латуни марок ЛМцАЖН, ЛМцАЖКС востребованы для производства; должны обладать высокой прочностью, коррозионной стойкостью и хорошей обрабатываемостью. Технология изготовления деталей включает в себя: полунепрерывное литьё заготовок, горячее прессование и последующую штамповку изделий.

В связи со сложным химическим составом, для данного класса сплавов отсутствуют изученные диаграммы состояния, учитывающие влияние конкретного легирующего элемента на изменение фазового состава сплавов и их свойств соответственно.

Однако, выбор правильной марки латуни для конкретного изделия является сложной задачей, требующей обширных знаний в области металлургии.

Качественные методы исследования структуры позволяют описать: вид формы, размер и взаимное расположение обнаруженных фаз, структурных компонентов. В настоящее время для уменьшения трудоемкости, увеличения точности исследования используются методы анализа цифрового изображения.

Снижение издержек на проектирования высокотехнологичных продуктов обеспечивается за счет внедрения методов математического моделирования процессов. Статистическое моделирование методом Монте-Карло является перспективным направлением в разработке стабильных управляемых процессов. Успех реализации данного подхода напрямую зависит от полноты учета факторов, входящих в модели и определяющих изменчивость характеристик.

В настоящее время имитационное моделирование применяется во многих отраслях промышленности. Спектр решаемых задач достаточно широк, а именно: научные исследования (планирование экспериментов, определение статистических характеристик, случайных факторов, планирование экспериментов и опытов, определение статистических характеристик и случайных факторов и т.д.

Глава 2 Методика исследования специальных латуней

В соответствии с поставленными задачами, необходимо выполнить подбор статистически значимой выборки данных по сплавам ЛМцАЖН и ЛМцАЖКС. Далее провести оценку химического состава сплавов, затем определить фактическую микроструктуру в соответствии с ГОСТ [4].

«Каждая организация уникальна и не имеет общего плана, который бы применялся повсеместно. Внедрение $\pm 3\sigma$ относится к философии управления и долгосрочной стратегии компании» [33]. Его можно поэтапно внедрять на любых малых и средних предприятиях. Цель внедрения - найти более широкое применение в самых разных условиях. Успешное внедрение связано с несколькими факторами. Альхораиф [32] отметил, что японская автомобильная компания Toyota имеют высокий показатель успешности внедрения благодаря своей негибкости в систематическом плановом управлении сотрудниками, ресурсами и оборудованием. Сотрудники работают над улучшением процессов, а также постоянно «оптимизируют повседневную рутину» [32].

В своей статье R. Pannel отмечает: «Уровни сигма — это способ измерения качества процесса или продукта. Они используются для определения количества дефектов в заданном количестве элементов или видов деятельности, при этом более высокие уровни сигма указывают на более низкий уровень дефектов» [39].

Для измерения эффективности процессов "Шесть сигм" используется методика под названием " $\pm 3\sigma$ сигмы". Она измеряет количество стандартных отклонений от средней производительности продукта. Чем выше уровень сигма, тем лучше производительность.

В нашей работе статистические данные набирались в течение года. В первую очередь, были получены данные по сплаву ЛМцАЖН, затем – по сплаву ЛМцАЖКС. Статистически значимая выборка формировалась согласно «ГОСТ Р 50779.12-2021 Статистические методы. Статистический

контроль качества. Методы случайного отбора образцов штучной продукции» [5].

Далее, по формулам (19) – (22) проводилась проверка методик прогнозирования фазового состава по метрикам качества, тем самым проверяя адекватность. Для качественного сравнения показателей по методикам прогнозирования, необходимо было выполнить анализ по химическому составу сплавов и их микроструктуре.

Микроструктура сплавов определялась согласно ТУ 184550-106-033-97. «Микроструктура труб из латуни ЛМцАЖКС должна состоять из зерен α -фазы не менее 50%, $(\alpha+\beta')$ – фазы, и равномерно распределенных интерметаллидов не менее 8%. Микроструктура латуни марки ЛМцАЖН должна состоять из β' и α фаз» [27].

Определение химического состава проводилось по ГОСТ 25086, ГОСТ 1652.10. Согласно ГОСТ, оценка микроструктуры проводится по эталонам. Эталоны микроструктуры представлены на рисунке 16.

Однако на наш взгляд, применение эталонов формирует высокую погрешность. Поэтому для оценки соотношения α и β -фаз применяли автоматизированный подход (см. ниже).

Контроль микроструктуры производился в поперечном и продольном сечениях следующим способом: кольцевые заготовки подвергали шлифовке, полировке, промывке. Шлифовка осуществляется с применением шкурки шлифовальной бумажной по ГОСТ 6456. Полировка осуществляется с применением сукна технического по ГОСТ 14051. Затем травление раствором

Для качественной оценки структуры и свойств в зависимости от химического и фазового состава сплавов кремнисто-марганцевых латуней, необходимо отобрать образцы с различным химическим составом. Процесс исследования заключается в поочередных этапах работы. Первым этапом исследования был подбор заготовок (плавок), изготовленных из сложнолегированных латуней марок: ЛМцАЖН, ЛМцАЖКС; данные марки

сплавов разрабатывались специально для ответственных деталей, применяющихся в условиях трения-износа.

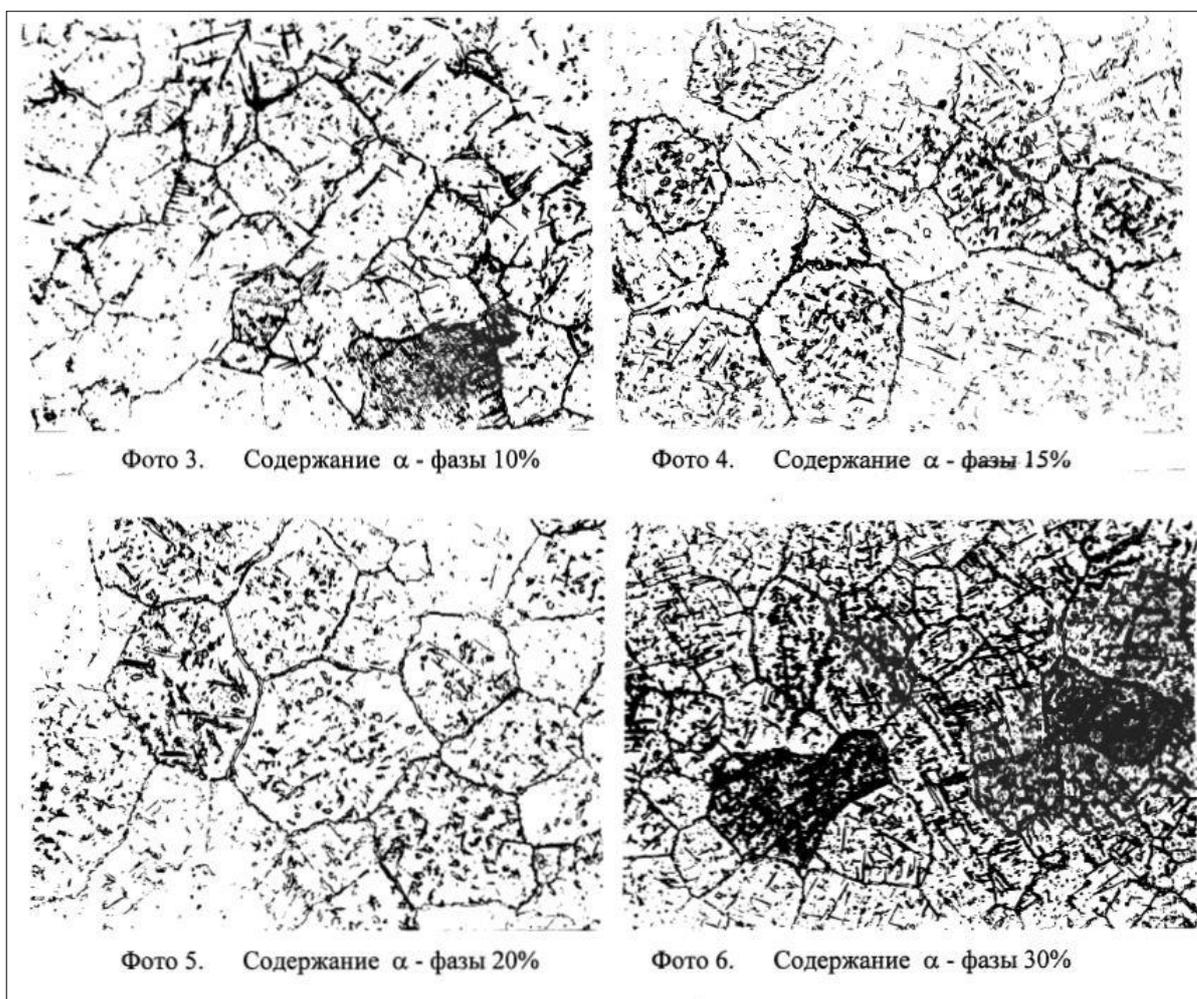


Рисунок 16 – Эталоны допустимой микроструктуры труб из латуни марки ЛМцАЖН [27]

Далее проводилась выборка статистически значимых заготовок из различных партий, после чего изготавливались образцы. Затем образцы подвергались механической обработке и обрабатывались для качественного исследования на последующих этапах. Второй этап – определение химического состава каждой партии, исследование микроструктуры. Третий этап – изучение химического состава компонентов сплава: α -фазы, β -фазы, силицидов $(Fe, Mn)_5Si_3$ и эвтектоида. На основании полученных данных проводилась проверка методики прогнозирования фазового состава.

2.1 Информация об исследуемых сплавах

Требования к химическому составу исследуемых марок представлены в таблице 3. Соответственно, требовалось определить химический состав данных марок. Химический состав определялся в соответствии с ГОСТ 9716.1 – методом спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра.

Для оценки микроструктуры по соотношению компонентов выполнялся металлографический анализ после химического травления. Перед выполнением данного анализа было необходимо подготовить шлиф для качественной и удобной работы с образцом.

Таблица 3 – Химический состав исследуемых марок сплавов

	Cu	Mn	Al	Fe	Ni	Zn	Si	Pb	Sn	Марка сплава
Массовая доля элемента	59,0-60,5	3,0-4,0	2,0-2,6	0,3-0,7	0,3-0,5	ост.	0,1	0,15	0,2	ЛМЦАЖН
	69,5-71,5	6,50-7,50	5,0-6,0	1,40-2,40	0,1	ост.	1,70-2,50	0,60-1,20	0,1	ЛМЦАЖКС

«Подготовка шлифа выполнялась поэтапно. Первый этап – шлифование на шкурках нескольких типов, абразивностью от 280 до 500 и полирование с использованием алмазной пасты. Второй этап – химическое травление шлифа и выявление микроструктуры. «Для грамотного подбора реактива, используемого при травлении, мы опирались на справочник под авторством М. Беккерта и Х. Клемма» [27].

Оценка микроструктуры проводилась на анализаторе фирмы SIAMS с установленным программным обеспечением SIAMS 800. Кроме этого, данное оборудование применялось для определения количества силицидов (на нетравленных шлифах). «В процессе исследования применялся специализированный режим анализа объектов на движущемся образце с динамическим наложением маски» [1]. Обсчёт соотношения фаз в SIAMS 800

осуществлялся с использованием травителя (рисунок 17), (FeCl_3 – 5 г; HCl – 30 мл; H_2O – 100 мл), так как при химической полировке данным раствором выявляются границы зерен и удаляются поверхностные слои, оставшиеся после механического полирования. Травление проводится в течение 5 – 10 с, для наиболее четкого выявления микроструктуры. Следует отметить, что существуют отличия при травлении многофазных латуней в сравнении с однофазными. Различное поведение латуней в процессе травления объясняется различной скоростью растворения из-за разности потенциалов между фазами твёрдого раствора.

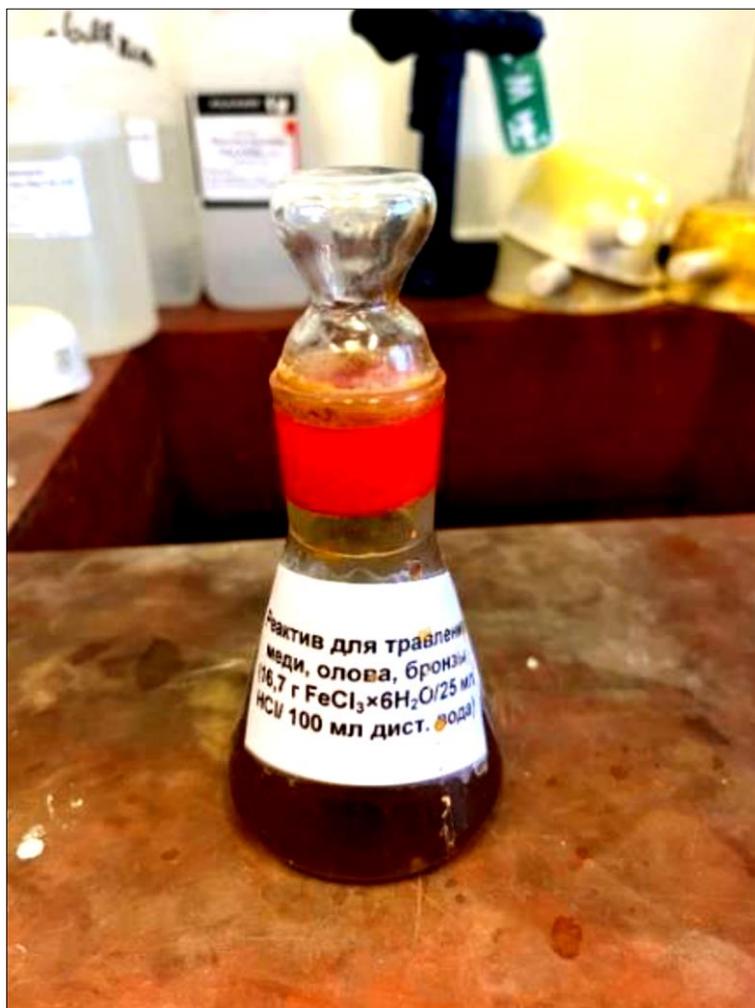


Рисунок 17 – Реактив для травления образцов FeCl_3

2.2 Оборудование для исследований

Химический состав сплавов определялся при помощи спектрометра, представленного на рисунке 18, OBLF QSN750-II, SN472 согласно ГОСТ-31382-2009. Данный прибор обладает высокой точностью измерений (с погрешностью менее 1%). Кроме этого, спектрометр был предварительно откалиброван медными эталонами для получения наиболее точных значений.

Исследование микроструктуры проводилось на микроскопе Olympus GX 51 с системой анализа изображений SIAMS 800 для панорамной микроскопии. Инвертированный металлографический микроскоп Olympus GX51 (рисунок 19) применяется для работы при отраженном свете. Микроскопы данной серии – GX имеют модульную конструкцию, что позволяет пользователю выбрать модификацию, необходимую для решения тех или иных задач.

Повышенная точность результатов исследований достигается благодаря высокой технологичности и эргономики GX микроскопов. Удобство при работе с микроскопом состоит в том, что все органы управления (полевая - FS и апертурная диафрагмы - AS), а также фокусировка и регулировка освещения качественно сбалансированы и располагаются под рукой пользователя.

Панорамная съемка обеспечивается автоматической коррекцией неравномерности освещенности и выделением объектов исследования, что позволяет оценить структуру на предварительном этапе без специальных методик анализа. Система панорамной микроскопии SIAMS 800 соответствует ТУ 4317-001-12285114-2004 «Анализаторы фрагментов микроструктуры твердых тел», обеспечивает построение качественных панорамных изображений путем сканирования без захватов отдельных кадров, с помощью постоянного анализа текущего видеосигнала» [1].



Рисунок 18 – Спектрометр OBLF QSN750-II, SN472



Рисунок 19 – Металлографический микроскоп Olympus GX51

Металлографический анализ сплавов на основе меди проводится согласно ГОСТ 21073.0-75 «Металлы цветные. Определение величины зерна. Общие требования» [4]. Фазовый анализ в медных сплавах – автоматизированный метод, включающий: выбор количества фаз, определение их доли, размеров частиц и однородности растворения» (рисунок 20). Для оценки статистических данных, было отобрано 45 партий сплава ЛМцАЖН; при помощи системы анализа изображений SIAMS 800 определялось фактическое содержание α -фазы в каждой партии. Аналогично определялось по сплаву ЛМцАЖКС (рисунок 21).

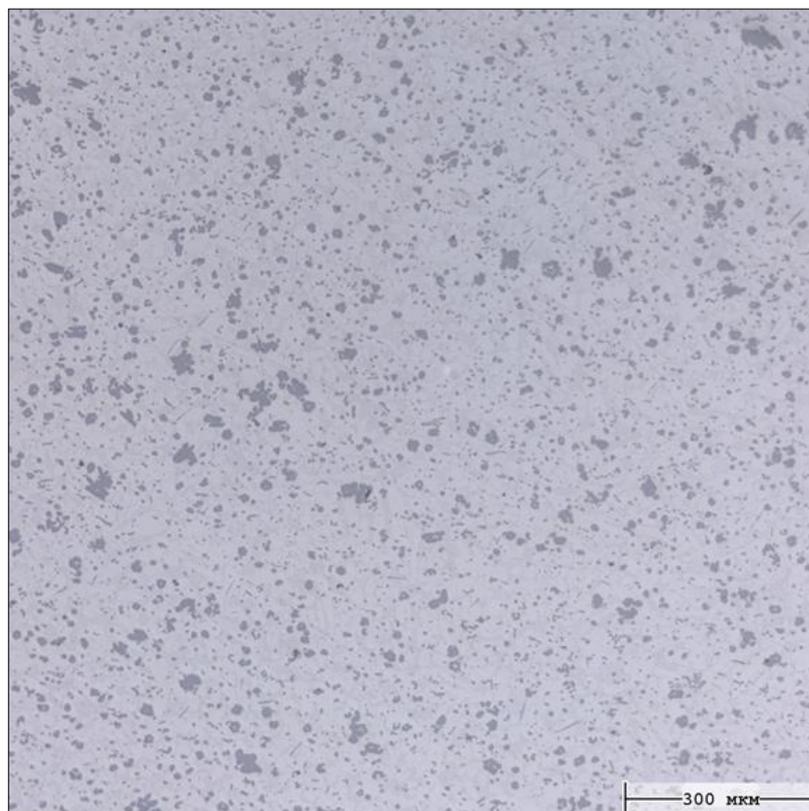


Рисунок 20 – Микроструктура сплава ЛМцАЖКС (нетравленный образец)

На нетравленных образцах определялось содержание силицидов, для правильного анализа используется специальный режим - расчет площади для соотношения феррита и перлита по ГОСТ 8233 (рисунок 5). Использование этого режима позволяет выровнять освещенность исследуемого поля при построении панорамных изображений, а также дает возможность выделять

отдельные кадры, что необходимо в тех случаях, когда устройство не позволяет собрать четкое изображение.

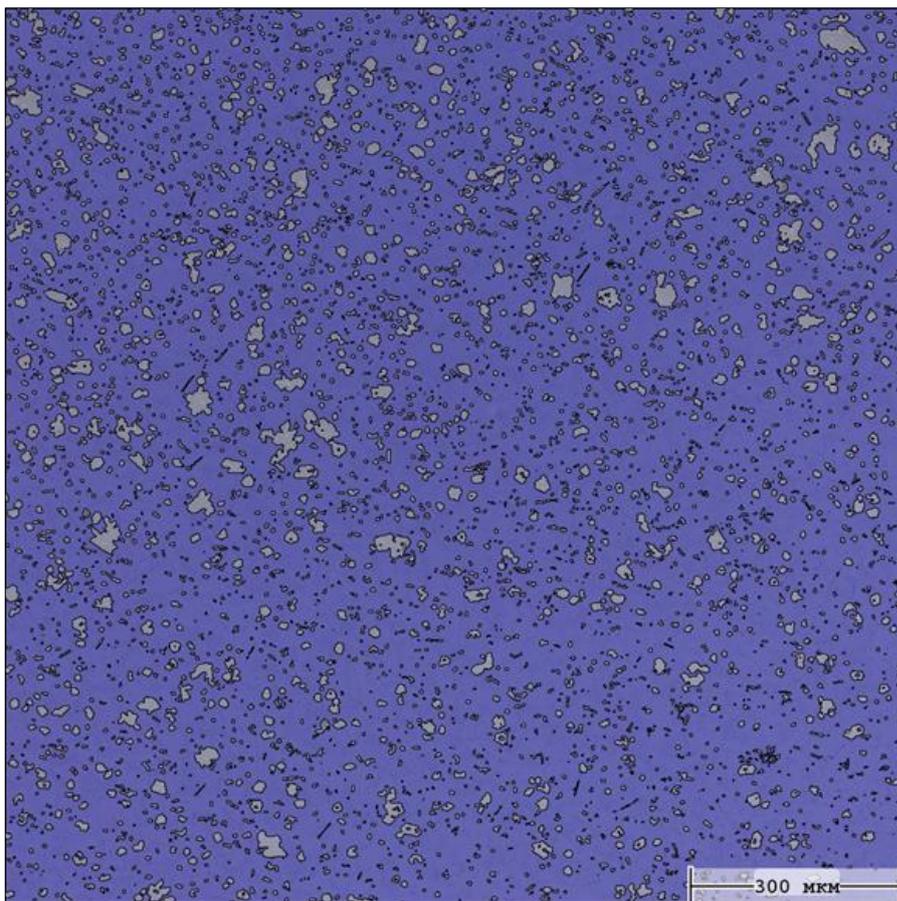


Рисунок 21 – Определение содержания силицидов сплава ЛМЦАЖКС в специальном режиме расчета площади

Для определения процентного содержания α и β -фаз поверхность образца протравливалась раствором FeCl_3 (как упоминалось выше). Исходное изображение наблюдаемого поля (после травления) показано на рисунке 22. Изображение в специальном режиме для расчета площади соотношения феррита и перлита показан на рисунке 23. Если определен структурный компонент, например, цементитная или фосфидная фазы в сплавах технического железа, Р-твердый раствор в латуни или алюминид меди в сплавах легких металлов, обнаружен или окрашен без травления остальных структурных компонентов, то происходит идентифицирующее травление. При травлении (химической полировке) выявляются границы зерен, а для

выявления фигуры травления применяется травление погружением в тот же самый реактив.



Рисунок 22 – Поверхность образца сплава ЛМцАЖКС после травления

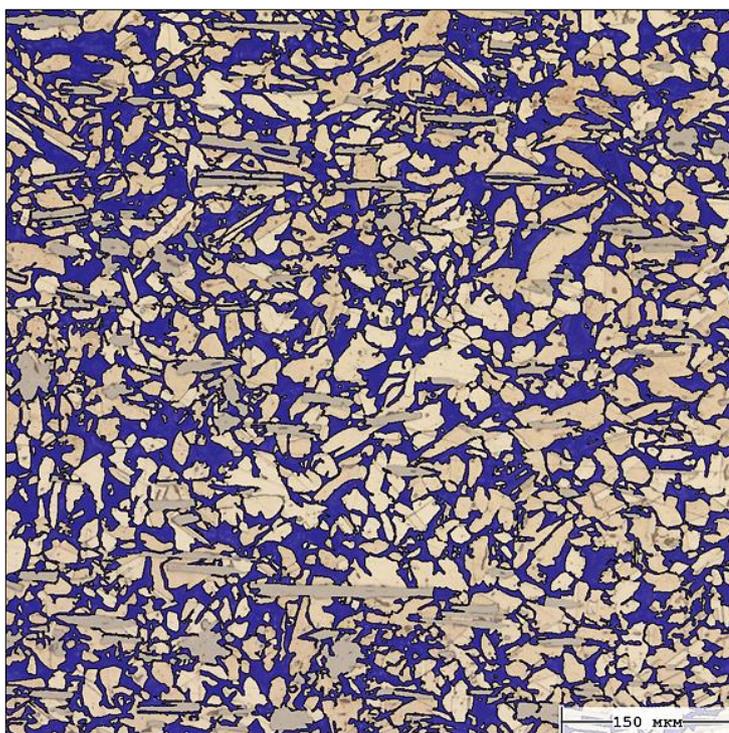


Рисунок 23 – Поверхность образца сплава ЛМцАЖКС при расчете площади α и β -фаз

2.2.1 Сканирующая электронная микроскопия

Локальный микроанализ интерметаллидов проводили на электронном микроскопе EVO18 Carl Zeiss с энергодисперсионным рентгеноспектральным микроанализатором EDX QUANTAX 400. Всего было проанализировано не менее 10 полей по каждой фазе, после чего выполняли стандартную статистическую обработку результатов (рисунок 24). Интерфейс программного обеспечения представлен на рисунке 25.

Детектор вторичных электронов переменного давления (VPSE-G4) компенсирует эффект зарядки, регулируя давление в камере, и позволяет получать четкие изображения с контрастностью до 85%. Новый каскадный детектор тока (C2D) создает каскад ионизации и измеряет текущий результат. Таким образом, он позволяет получать стабильные изображения с низким уровнем шума образцов, чувствительных к лучу, таких как полимеры, частицы и биологические образцы. Оснащение микроскопа предлагает на выбор три выдвижных детектора обратного рассеяния. HDBSD предназначен для получения изображений высокой четкости с низким коэффициентом кВ при обратном рассеянии электронов. Детектор YAG-BSD обеспечивает простоту использования и быстрое время отклика, BSD4 обеспечивает работу в режиме реального времени.

Используемые увеличения от 1000 – 10000 крат. подбирались для получения четкой разрешимости изучаемых элементов микроструктуры. Для локального микроанализа (EDX) использовали детектор фирмы Bruker. При изучении микроструктуры мы использовали детектор обратноотраженных электронов (HDBSD) для получения композиционного контраста при напряжении 20 кВ.

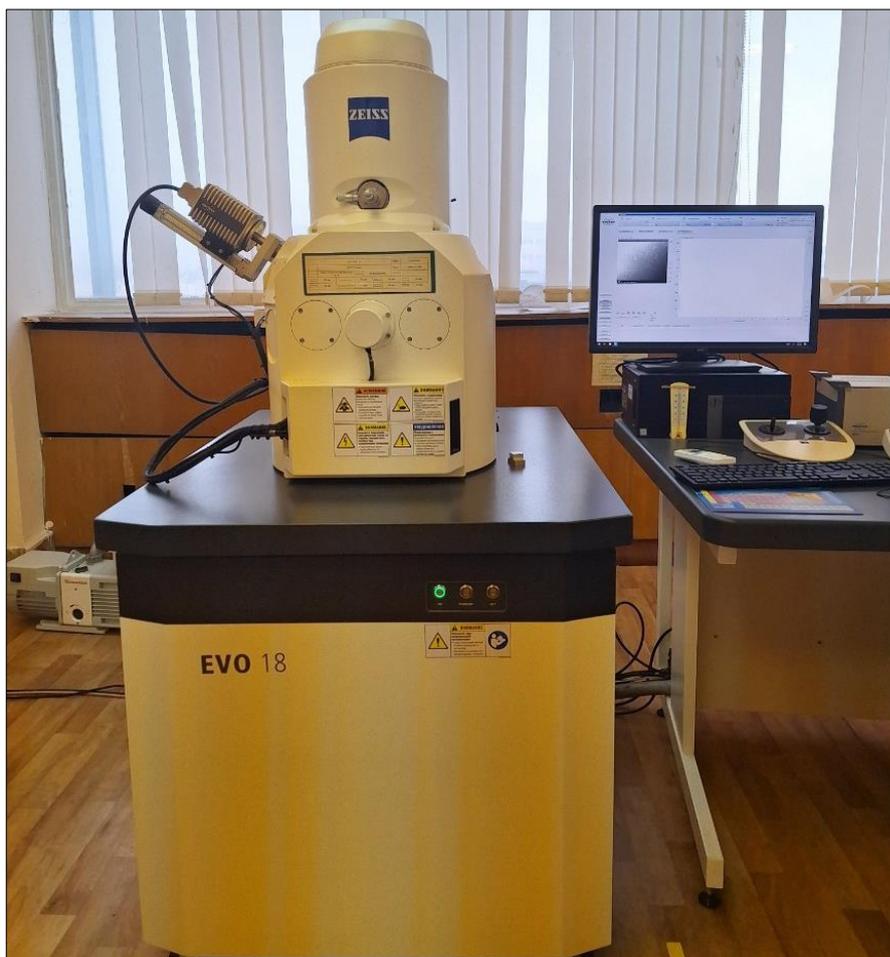


Рисунок 24 – Сканирующий электронный микроскоп EVO18 Carl Zeiss

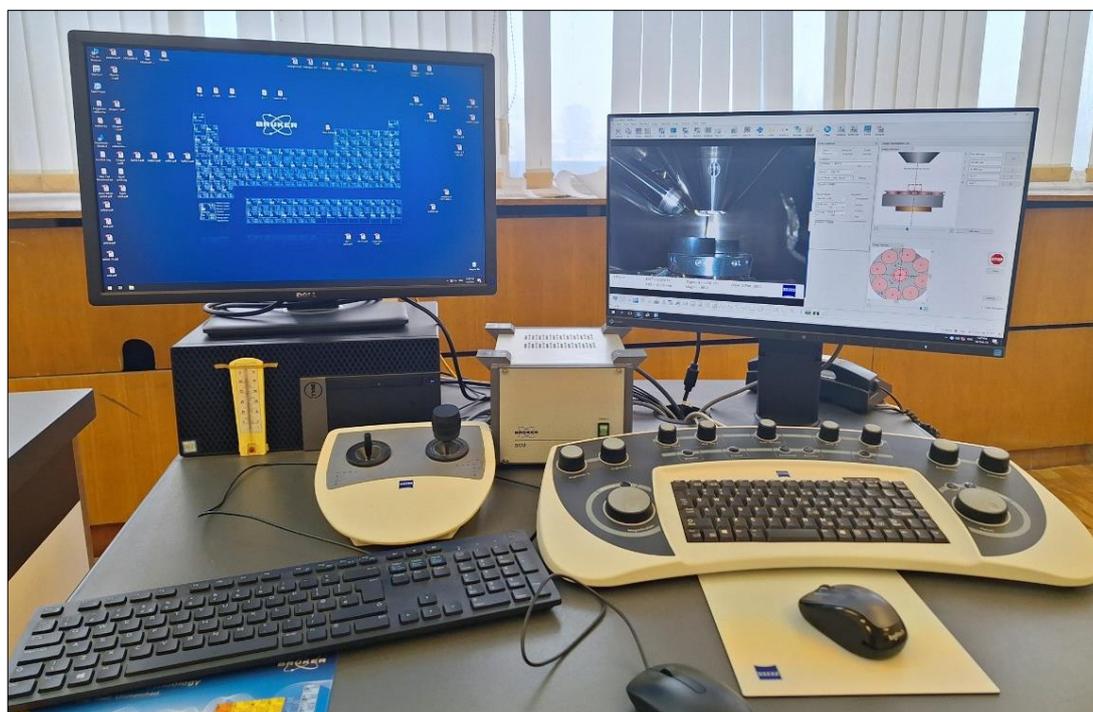


Рисунок 25 – Интерфейс сканирующего электронного микроскоп

2.3 Аналитическая часть методик прогнозирования фазового состава

На основании полученных данных химического состава по 45 партиям сплава ЛМЦАЖН, рассчитывалось теоретическое содержание α -фазы для каждой методики прогнозирования.

В результате изучения литературы известны следующие методики прогнозирования:

В качестве первой методики прогнозирования фазового состава использовался метод Д.А. Котова, Р.К. Мысик [15]. Основываясь на многократно полученных наблюдениях за формированием структуры прессованных труб из латуни различных промышленных марок, авторы пришли к выводу, что в условиях реальных скоростей охлаждения поведение этих материалов подчиняется классической диаграмме Cu-Zn, если на этой диаграмме вместо фактического содержания Zn находить расчетную величину цинкового эквивалента.

Расчетная величина цинкового эквивалента $Zn_{\text{экв}}$:

$$Zn_{\text{э}} = \frac{Zn + \sum K_i \cdot C_i}{Cu + Zn + \sum K_i \cdot C_i} \quad (7)$$

где Cu, Zn – фактическое содержание в сплаве меди и цинка, %;

C_i – содержание в сплаве i -го элемента, %;

K_i – соответствующий коэффициент эквивалентности по Гийе.

«В результате естественного остывания заготовки на воздухе, фиксируется структура с неравновесным фазовым составом, который соответствует температуре около 600°C . В подавляющем большинстве случаев это двухфазная ($\alpha+\beta$)-структура» [24]. Объемные доли каждой из фаз рассчитываются по «правилу отрезков» при помощи соотношений:

$$\alpha_{\text{пресс}} = \frac{44,0 - Zn_{\text{э}}}{44,0 - 36,5} \cdot 100\%, \quad (8)$$

$$\beta_{\text{пресс}} = \frac{Zn_{\alpha} - 36,5}{44,0 - 36,5} \cdot 100\%, \quad (9)$$

где $\alpha_{\text{пресс}}$, $\beta_{\text{пресс}}$ – содержание фаз после прессования.

Авторы утверждают, что свинец «всегда выделяется только в элементарном виде, практически не растворяясь ни в α -, ни в β -фазах. Несложно оценить объемную долю свинца в структуре легированной латуни» [8]:

$$Pb_{(\text{объемн.})} = Pb \cdot \frac{\rho_{\text{латуни}}}{\rho_{Pb}}, \text{ об.}, \quad (10)$$

где $\rho_{\text{латуни}} = 8,2 - 8,4 \text{ кг/дм}^3$, плотность латуни;

$\rho_{Pb} = 11,3 \text{ кг/дм}^3$ – соответственно, и свинца.

Прогнозируемое содержание силицидов в латуни оценивается по формуле:

$$Me_5 Si_3 = (1 + \alpha_{Fe} + \alpha_{Mn} + \alpha_{Ni}) \cdot Si \cdot \frac{\rho_{\text{латуни}}}{\rho_{Me_5 Si_3}}, \% \text{ об.}, \quad (11)$$

где α_{Fe} , α_{Mn} , α_{Ni} – коэффициенты связности по кремнию (таблица 2);

$\rho_{Me_5 Si_3} \approx 6,0 \text{ кг/дм}^3$ – средняя плотность силицидов Fe и Mn.

Очевидно, что в структуре сложнолегированной латуни, помимо основных α - и β -фаз присутствуют свинец и силициды.

«Необходимо осуществлять пересчет на суммарный (по всем фазам) состав по следующим соотношениям:

$$\alpha^* = K \cdot \alpha; \beta^* = K \cdot \beta, \% \text{ об.}, \quad (12)$$

где $K = \frac{100 - Pb_{(\text{объемн.})} - Me_5 Si_3}{100}$ – поправочный коэффициент;

α , β – значения, рассчитанные по формулам: (1), (2), до внесения поправки.

Таблица 4 – Сводные экспериментальные данные по составу силицидов в сложнолегированных латунях [15]

Марки легированных латуней	Средний (по объему) состав силицидов: числитель – экспериментальные данные знаменатель – расчет по предлагаемому методу		
	Коэффициенты связности по кремнию		
	$\alpha_{Fe} = Fe/Si$	$\alpha_{Mn} = Mn/Si$	$\alpha_{Ni} = Ni/Si$
ЛМЦАЖН 59-3,5-2,5-0,5-0,4	$\frac{2,03 \pm 0,61}{2,74}$	$\frac{2,16 \pm 0,65}{0,57}$	$\frac{0,00}{0}$
ЛМЦАЖКС 70-7-5-2-2-1	$\frac{1,02 \pm 0,30}{0,89}$	$\frac{1,84 \pm 0,55}{2,36}$	$\frac{-}{0,02}$

Данный метод получил развитие в работе Тропотова [26], основными отличиями которого являются другие коэффициенты связанности и учтено, что при 200°С диффузионные процессы останавливаются. Расчетная величина цинкового эквивалента определяется аналогично (по формуле 1.1). Если на диаграмме состояния Cu-Zn отложить рассчитанное значение цинкового эквивалента ($Zn_э$), то с достаточной точностью удастся прогнозировать фазовый состав сплава (рисунок 26). «В большинстве случаев этот фазовый состав соответствует двухфазной ($\beta' + \alpha$)-области на диаграмме» [10].

Объёмные доли α -фазы рассчитываются по формулам:

$$\alpha_{\text{пресс}} \approx \frac{44,6 - Zn_э}{44,6 - 38,0} \cdot 100\%, \quad (13)$$

$$\alpha_{\text{стар}} \approx \frac{45,8 - Zn_э}{45,8 - 37,3} \cdot 100\%, \quad (14)$$

где $\alpha_{\text{пресс}}$ – содержание фазы после прессования;

$\alpha_{\text{стар}}$ – содержание фазы после старения.

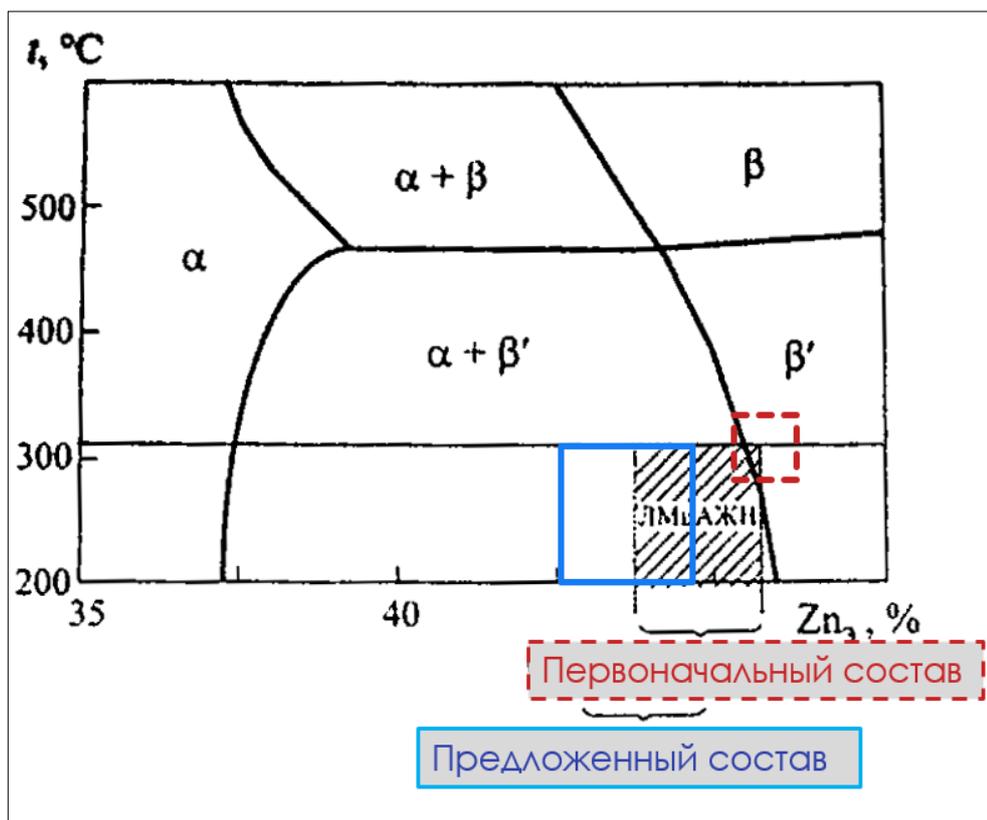


Рисунок 26 – Фрагмент диаграммы состояния Cu-Zn [26]

Коэффициенты связности с кремнием вычисляются на основе данных микрорентгеноспектрального анализа сплава ЛМЦАЖН, где значения в скобках – содержание элемента, % (масс.):

$$\alpha_{Fe} = \frac{(35+39)/2}{(14+20)/2} = 2,18, \quad (15)$$

$$\alpha_{Mn} = \frac{(25+41)/2}{(14+20)/2} = 1,94. \quad (16)$$

Следующая методика прогнозирования фазового состава проверялась согласно монографии Б.Н. Ефремова [8, 9]. Он выступает с обоснованной критикой подхода Гийе, основываясь, что, во-первых, определение коэффициентов эквивалентности по эмпирическим выражениям осуществлялось только на основе предварительного опыта — определения изменений в соотношении объемов α - и β -фаз при легировании латуни третьим элементом. Во-вторых, количественные значения коэффициентов

эквивалентности (коэффициентов Гийе) не содержат в себе четкого физического толкования.

Таблица 5 – Коэффициенты эквивалентности Ефремова [9]

Элемент	Si	Al	Sn	Pb	Mn	Ni
Коэффициент	6	4	1,5	1	-0,2	-0,6 -1,5

Предложенные им коэффициенты апробированы на простых двухфазных латунях марок Л63, Л68, Л75.

Кроме этого, в работе [15] приведены данные по плотности латуни, указано, что плотность $\rho_{\text{латуни}} = 8,2 \text{ дм}^3$, соответствует справочным данным для малолегированных марок. Такая плотность характерна для простых марок, при этом автор указывает, что плотность силицидов равна 6 дм^3 . Учитывая, что в наших сплавах количество силицидов составляет от 5 до 12%, можно предположить, что фактические значения для марок ЛМцАЖН и ЛМцАЖКС будут другими. Поэтому возникает необходимость решения двух дополнительных задач:

- оценки фактической плотности латуни;
- определения плотности матрицы латуни.

2.4 Оценка плотности латуней

Определялся набор статистики по ГОСТ 15527 «Сплавы медно-цинковые (латуни), обрабатываемые давлением. Марки» [4]. Определение плотности проводилось на комплекте для гидростатического взвешивания и определения плотности КГВУ-20 (рисунок 27).



Рисунок 27 - Набор для гидростатического взвешивания и определения плотности «КГВУ-20»

Расчеты проводились по следующим формулам:

$$M_{\text{образца}} = M_{\text{матрицы латуни}} + M_{\text{силицидов}} \quad (17)$$

Раскрыв формулу для нахождения массы образца, данная формула приобретает вид:

$$\rho_{\text{обр}} \cdot V_{\text{обр}} = \rho_{\text{латуни(матрицы)}} \cdot V_{\text{матрицы}} + \rho_{\text{силицидов}} \cdot V_{\text{силицидов}} \quad (18)$$

Плотность образца и объем образца известны. Объем матрицы также как плотность силицидов и объем силицидов известны. То есть все значения проверены и оцифрованы.

Было проанализировано 38 партий латуни ЛМЦАЖКС и 18 партий сплава ЛМЦАЖН.

Далее, на основании полученных результатов по расчетам теоретического содержания α -фазы (для каждой методики прогнозирования), определялись критерии качества моделей, проводилось сравнение показателей.

В упомянутых работах есть противоречия в коэффициентах эквивалентности. Учитывая, что наши латуни легированы кремнием и алюминием, коэффициенты которых достаточно высокие в методиках, разные значения, соответственно и результат оценки цинкового эквивалента будет разным. Поскольку данные по качеству моделей нигде не приведены, требуется оценить достоверность методик самостоятельно.

2.5 Построение регрессии

В данной работе применяется аналитико-имитационное моделирование, которое представляет собой форму со структурой «переменные и коэффициенты». Коэффициентами являются параметры, имеющие физический смысл.

Самый простой способ проверки модели – построение регрессионной модели. Однако, основной её недостаток – она очень чувствительна к изменению показателей) – (аналитический способ). В нашей модели имитационно-аналитический подход. Имитационный подход – мы создаём искусственно 100-500 числовых значений химического состава сплава (случайных величин) в соответствии с рекомендациями [27, 30].

В нашей работе генератор случайных чисел - лучший выбор для генерации серии случайных чисел. Эта простая функция в Microsoft Excel дает нам больше гибкости в процессе генерации случайных чисел. При обсуждении последовательности случайных чисел каждое выходное число должно быть статистически независимым от других. Это означает, что вывод одного значения не уменьшает вероятность повторения этого значения.

Вычисления выполнялись в Microsoft Excel, данные по фактическому химическому составу элементов сплавов вручную переносились из файла, по которому набиралась статистика. Основная причина запуска множественной регрессии в Excel заключается в том, чтобы получить более полную информацию о прогнозируемой цели. Когда есть несколько переменных, которые можно вводить и выводить из уравнения, мы можем получить более точное представление о конечном результате. Кроме этого, метод множественной регрессии полезен для определения того, как одна переменная относительно влияет на другую. Это может помочь нам определить значимость переменной для достижения нужного результата и понять, не стоит ли использовать более значимую переменную.

«Точность вычислений зависит от количества N случайных величин, включенных в сумму. Более того, чтобы повысить точность вычислений в 10 раз, нужно увеличить N в 100 раз. При решении некоторых задач необходимо взять очень большое число N , чтобы получить приемлемую точность оценки. А учитывая, что метод часто работает очень быстро, реализовать последнее при современных вычислительных возможностях несложно. И возникает соблазн просто увеличить количество N . Если в качестве источника случайности используется какое-то физическое явление (физический датчик случайных чисел), то все работает нормально. Метод Монте-Карло можно использовать для значений N , не превышающих (предпочтительно намного меньших) период работы вашего генератора псевдослучайных чисел. Последний факт вытекает из условия независимости случайных величин, используемого при моделировании» [17].

«Линейная регрессия выполняется довольно просто с помощью пакета инструментов для анализа. Уравнение линейной регрессии позволит вам воспроизвести общие данные, но не покажет, насколько тесно эти данные связаны. Значение R^2 (коэффициент детерминации) показывает, насколько точно линия линейной регрессии соответствует набору данных» [11].

Регрессионная статистика по методикам прогнозирования сплава ЛМцАЖН представлена в приложении Б. Планируется использовать дополнительно настраиваемый «пакет анализа» Excel, решение «Регрессия». Результатом работы продукта является таблица с указанием след данных

Первая часть результатов в верхнем блоке «регрессионная статистика» - показатели соответствия. Они показывают, насколько хорошо рассчитанное уравнение линейной регрессии соответствует нашим данным:

- Множественное число R – коэффициент корреляции, он показывает, насколько сильна линейная зависимость. Например, значение 1 означает идеальную, положительную взаимосвязь, а значение 0 означает отсутствие взаимосвязи;
- R^2 – коэффициент детерминации, показывает, сколько точек приходится на линию регрессии;
- Скорректированный R^2 – коэффициент, учитывающий количество терминов в модели;
- Стандартная ошибка – оценка стандартного отклонения ошибки;
- Наблюдения – количество наблюдений в выборке.

Вторая часть результатов, которые мы получаем в Excel, используется редко по сравнению с результатами регрессионного анализа, приведенными выше. При этом сумма квадратов разбивается на отдельные компоненты, поэтому может быть сложнее использовать статистику каким-либо значимым образом.

В третьей части результатов приведена конкретная информация о компонентах, которые мы выбрали для использования в анализе данных. Столбцы представляют собой:

- Коэффициент, который дает оценку наименьших квадратов;
- Стандартная ошибка – оценка стандартной ошибки методом наименьших квадратов;

- Т-статистика – статистика для оценки нулевой гипотезы по сравнению с альтернативной гипотезой;
- Р-значение – это статистический показатель, используемый для определения вероятности получения результата, равного или более экстремального, чем наблюдаемый результат, при условии, что нулевая гипотеза верна. Это часто используется при проверке гипотез, чтобы определить, достаточно ли доказательств для отклонения нулевой гипотезы и принятия альтернативной гипотезы. Если значение Р равно или меньше 0,05 или 5%, оно является значимым, если значение Р находится в диапазоне от 0,05 (5%) до 0,10 (10%), то оно незначительно. Значение Р, превышающее 0,10 (10%), не является существенным.
- Нижние 95% - нижняя граница доверительного интервала» [17].

По данным показателям, используя рекомендации (см. выше на 1 абзац) проводим анализ достоверности качества модели.

2.6 Метрики оценки качества регрессии

«Метрика позволяет нам оценить, насколько близки результаты модели к ожидаемым» [20]. Оценку моделей проводили по следующим критериям:

Оценка R^2 (коэффициент детерминации) характеризует разницу между выборками в наборе данных и прогнозами, сделанными моделью:

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{\sum_{i=1}^n (\bar{y}_i - y_i)^2}, \quad (19)$$

где y_i – фактически ожидаемый результат;

\hat{y} – прогноз модели.

Оценка MSE – (Mean Squared Error) среднеквадратичная ошибка, настроена на отражение влияния больших ошибок на качество модели:

$$\text{MSE} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (20)$$

Оценка RMSE – (Root Mean Squared Error) – корень из MSE, чувствителен к аномальным значениям:

$$\text{RMSE} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2} \quad (21)$$

Оценка MAE – (Mean Absolute Error) средняя абсолютная ошибка. Здесь все ошибки (в среднем) взвешены одинаково. Например, разница между 0 и 10 будет вдвое больше разницы между 0 и 5» [9]. Математически она рассчитывается по следующей формуле:

$$\text{MAE} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |y_i - \hat{y}_i| \quad (22)$$

Среднеквадратическое отклонение (СКО) – показывает среднюю степень разброса значений величины относительно математического ожидания:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \bar{y})^2}{n}} \quad (23)$$

2.7 Имитационное прогнозирование изменчивости фазового состава по требованиям к допускам элементного состава

Имея достоверные методики прогнозирования фазового состава при известных химических элементах, и, учитывая требованиях нормативной документации к фазовому составу, можно провести предиктивную

диагностику риска невыполнения требований нормативной документации (далее НД).

Создадим базу данных в Microsoft Excel. Для чего, используя инструмент «пакет анализа», выбираем решение «генератор случайных чисел». Для расчета каждой имитации химического и фазового состава используем след подход:

- Для каждого элемента вводим нижний и верхнее значение поля допуска. Тогда среднее значение равно $(\text{МИН} + \text{МАКС})/2$. Стандартное отклонение определим согласно правилу «6 сигм», тогда стандартное отклонение равно: $(\text{МАКС} - \text{МИН})/6$.
- В случае если фактические среднее и стандартное отклонение известны, целесообразно по умолчанию выбрать их.
- Прогнозируемое количество α -фазы рассчитываем в отдельной ячейке по наиболее достоверным формулам прогнозирования.
- Для каждой итерации (виртуальной плавки/партии) доля каждого элемента рассчитывается по формулам:

$$I_{Cu} = I_{Cu \text{ сред}} + \text{СТАНДОТКЛОН. В}_{Cu} \cdot K_{Cu}, \quad (24)$$

где I_{Cu} – химический элемент (медь);

$\text{СТАНДОТКЛОН. В}_{Cu}$ – одна из статистических функций. Она анализирует ряд данных и возвращает стандартное отклонение по выборке, содержащей числа;

K_{Cu} – число из генератора случайных чисел.

В генераторе выбираем нормальное распределение, с математическим ожиданием = 0, стандартное отклонение = 1, количество параметров соответствует количеству химических элементов по нормативной

документации (далее - НД), количество случайных чисел равно 500 в соответствии с рекомендациями [22].

Далее рассчитываем среднее и стандартное отклонение по всем полям имитационной модели – имитация представляет собой описание процесса воспроизведения фазового состава. В отдельную ячейку вводятся требования к фазовому составу из НД.

Процент отклонений от требований фазового состава рассчитываем, используя статистические функции Excel. Иллюстрация процесса приведена на рисунке 28. Для удобства формулы приведены в формате оригинала.

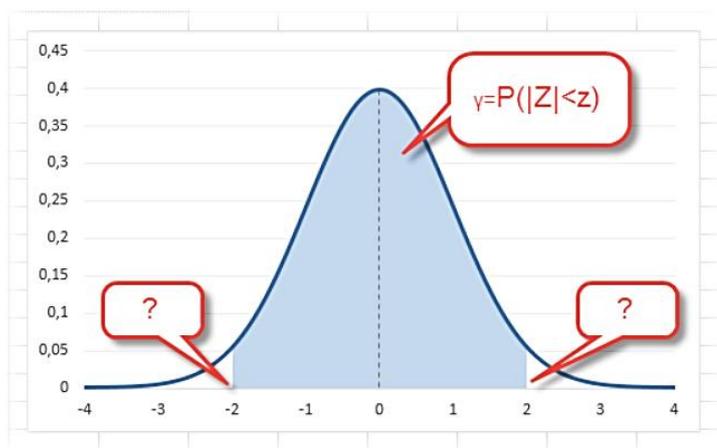


Рисунок 28 - Иллюстрация «несовпадения» теоретического и реального распределения значений [23]

Долю отклонений рассчитываем по формуле:

$$P = 1 - \text{НОРМСТ} \frac{(X_{\text{ср}} - X_{\text{крит}})}{\text{СТАНДОТКЛОН.В}} \cdot 100\% \quad (25)$$

где $X_{\text{крит}}$ – требование по НД.

Учитывая, что доверительный интервал состоит из верхней и нижней границ, при этом нормальное распределение симметрично относительно нуля, достаточно получить верхнюю границу (положительное отклонение). Нижняя граница берется с отрицательным знаком.

Такой подход позволит сравнить между собой различные сплавы разных производителей при различных НД. При необходимости возможно отследить

результаты корректировок химического состава воочию (моментально), что имеет ключевое значение в проектной деятельности.

Выводы по второму разделу

В нашей работе будут набираться статистические данные. В первую очередь, были получены данные по сплаву ЛМцАЖН, затем - по сплаву ЛМцАЖКС. Статистически значимая выборка формировалась согласно «ГОСТ Р 50779.12-2021 Статистические методы. Статистический контроль качества. Методы случайного отбора образцов штучной продукции».

Далее, по формулам (19)-(23) будет проведена проверка методик прогнозирования фазового состава по метрикам качества, тем самым проверяя адекватность. Для качественного сравнения показателей по методикам прогнозирования, необходимо было выполнить анализ по химическому составу сплавов и их микроструктуре.

На основании полученных результатов по расчетам теоретического содержания α -фазы (для каждой методики прогнозирования), будут определяться критерии качества моделей, и сравнение полученных показателей.

Учитывая, что латуни марок ЛМцАЖН и ЛМцАЖКС легированы кремнием и алюминием, коэффициенты связности которых достаточно высокие в методиках прогнозирования, в результате проверки определялись разные показатели, соответственно, и результат оценки цинкового эквивалента был разным. Поскольку данные по качеству моделей нигде не приведены, требовалось оценить достоверность методик самостоятельно.

В процессе раздела были подобраны необходимые методики испытаний и намечен план проведения работ, выбран и обоснован аналитический подход к прогнозированию.

Для проведения металлографического исследования выбран инструмент SIAMS 800 и оптический микроскоп Olympus GX51.

Для определения плотности используется ГОСТ 20018-74.

При исследовании на электронной микроскопии выбран детектор HDBSD (детектор обратнорассеянных электронов), микроскоп EVO18 Carl Zeiss.

Выбран и обоснован подход по построению регрессии и универсальной методики.

Для каждого элемента оценивали характер распределения совокупности. Как правило, основные элементы сплава от партии к партии имеют нормальное распределение, примеси – равномерное (прямоугольное). Гипотезу о нормальном распределении проверяли, используя критерий Пирсона.

Далее проводился металлографический анализ для установления реальных структурных соотношений. Результаты соотносили с диаграммой состояния Cu-Zn₃-Mn₅Si₃,

Итогом работы будет являться имитационное описание различных сплавов сложнолегированной, многокомпонентной латуни, сформированное в соответствии с правилом «шесть сигм» и реализованной в таблицах Microsoft Excel.

Глава 3 Экспериментальные результаты

Результаты входного контроля по определению химического состава 45 партий сплава ЛМцАЖН представлены в таблице 6. Фактические данные набирались в течение года, было проанализировано 45 партий. Разброс по α -фазе составил (6...29%). По силицидам ($(Fe, Mn)_5Si_3$) – (3...5%).

Таблица 6 – Химический состав 45 партий сплава ЛМцАЖН

№ плав.	Cu, %.	Mn, %.	Al, %.	Fe, %.	Ni, %.	Si, %.	Sn, %.	Pb, %.	α -фаз а, %.	Силициды $(Fe, Mn)_5Si_3$, %.
1	59,95	3,38	2,17	0,45	0,39	0,005	0,05	0,03	21,1	5,38
2	60,03	3,26	2,23	0,44	0,38	0,005	0,05	0,03	12	4,13
3	59,93	3,44	2,27	0,43	0,4	0,01	0,04	0,03	18,3	4,86
4	59,84	3,5	2,32	0,46	0,38	0,009	0,05	0,03	14,8	5,14
5	59,92	3,1	2,17	0,43	0,37	0,005	0,03	0,03	29,4	4,67
6	60,23	3,44	2,18	0,48	0,4	0,100	0,06	0,1	21,7	5,57
7	60,16	3,26	2,2	0,46	0,39	0,110	0,06	0,11	12,6	5,17
8	59,6	3,38	2,18	0,42	0,4	0,030	0,05	0,03	11,1	5,57
9	60,4	3,46	2,22	0,46	0,38	0,030	0,06	0,03	32,2	4,67
10	60,48	3,05	2,08	0,44	0,37	0,030	0,04	0,03	27	4,88
11	59,07	3,55	2,24	0,47	0,41	0,02	0,04	0,02	18,6	3,6
12	59,11	3,26	2,21	0,49	0,39	0,005	0,03	0,02	8	3,4
13	60,06	3,55	2,43	0,44	0,34	0,009	0,05	0,02	12,1	3,33
14	60,28	3,57	2,24	0,58	0,35	0,014	0,05	0,03	20,1	3,42
15	60,13	3,39	2,29	0,5	0,4	0,023	0,04	0,08	15,2	3,5
16	60,29	3,36	2,24	0,53	0,38	0,037	0,02	0,02	19,7	3,57
17	60,3	3,4	2,21	0,48	0,4	0,033	0,04	0,02	26	3,88
18	59,6	3,3	2,22	0,5	0,38	0,03	0,04	0,08	13,8	3,67
19	59,83	3,39	2,27	0,5	0,4	0,023	0,05	0,04	22,7	4,17
20	60,25	3,48	2,37	0,42	0,38	0,01	0,05	0,02	11,5	4,00
21	59,25	3,3	2,17	0,45	0,41	0,1	0,05	0,04	9,4	4,14
22	59,36	3,31	2,25	0,48	0,4	0,1	0,05	0,05	17,4	4,17
23	59,76	3,5	2,24	0,45	0,37	0,08	0,07	0,02	17,6	3,86
24	60	3,38	2,24	0,51	0,38	0,1	0,02	0,02	17,5	4,57
25	60,04	3,67	2,2	0,42	0,38	0,07	0,05	0,03	11,9	4,33
26	59,92	3,65	2,33	0,45	0,4	0,08	0,05	0,03	16,5	6,17
27	59,61	3,57	2,18	0,5	0,4	0,07	0,05	0,03	15	3,6
28	59,66	3,26	2	0,41	0,36	0,08	0,02	0,1	18	4,17
29	59,43	3,35	2,22	0,44	0,38	0,09	0,04	0,08	15,9	5,43
30	59,95	3,61	2,31	0,46	0,39	0,08	0,04	0,09	12,9	3,86

№ плав.	Cu, %.	Mn, %.	Al, %.	Fe, %.	Ni, %.	Si, %.	Sn, %.	Pb, %.	α -фаз а, %.	Силициды $(Fe, Mn)_5Si_3$, %.
31	59,89	3,35	2,16	0,41	0,34	0,06	0,05	0,05	16,1	3,83
32	59,86	3,48	2,31	0,4	0,34	0,05	0,07	0,09	11,5	4,17
33	59,5	3,41	2,3	0,4	0,38	0,07	0,05	0,09	7,4	3,71
34	59,8	3,3	2,15	0,4	0,39	0,01	0,05	0,07	8,1	5,00
35	59,67	3,41	2,21	0,51	0,35	0,08	0,08	0,08	8,8	4,67
36	60,23	3,32	2,2	0,49	0,34	0,06	0,05	0,06	22,2	4,17
37	59,53	3,38	2,28	0,47	0,35	0,06	0,05	0,08	9,8	3,5
38	60,08	3,33	2,17	0,48	0,34	0,03	0,04	0,08	16,4	4,17
39	59,4	3,61	2,4	0,61	0,38	0,07	0,05	0,05	8,5	5,71
40	60,19	3,57	2,32	0,59	0,44	0,02	0,06	0,06	17,2	4,86
41	60,0	3,69	2,33	0,47	0,38	0,03	0,06	0,04	10,7	3,83
42	59,69	3,36	2,36	0,42	0,32	0,06	0,05	0,03	6,4	3,83
43	59,91	3,22	2,28	0,4	0,3	0,07	0,06	0,04	7,1	3,67
44	60,19	3,55	2,34	0,59	0,45	0,04	0,05	0,06	15,2	4,5
45	60,5	3,53	2,32	0,62	0,36	0,04	0,05	0,06	21,7	5,17
\bar{X}	59,89	3,41	2,24	0,47	0,38	0,05	0,05	0,05	15,7	4,35
σ	0,35	0,14	0,08	0,06	0,03	0,03	0,01	0,03	6,07	0,73

Результаты работы по расчету теоретического содержания α -фазы (для 45 партий сплава ЛМЦАЖН, по каждой методике прогнозирования) представлены в таблице 7. Расчеты выполнялись по формулам (7) – (16) с учётом корректировок по каждой методике прогнозирования.

Далее, по формулам (19) – (23), определяли показатели метрик качества для каждой методики прогнозирования. Результаты представлены в таблице 6.

Таблица 7 – Теоретическое содержание α -фазы согласно методикам прогнозирования, в сравнении с фактическим содержанием

№ плав.	Содержание α -фазы, % по методу Котова	Содержание α -фазы, % по методу Тропотова	Содержание α -фазы, % по методу Ефремова	Фактическое содержание α -фазы, %.
1	22,75	26,92	22,30	21,1
2	21,80	25,78	21,36	12
3	20,85	24,21	20,12	18,3
4	18,87	21,91	18,20	14,8
5	21,60	25,54	21,15	29,4
6	26,19	23,40	19,90	21,7
7	24,64	20,76	17,76	12,6

№ плав.	Содержание α-фазы, % по методу Котова	Содержание α-фазы, % по методу Тропотова	Содержание α-фазы, % по методу Ефремова	Фактическое содержание α-фазы, %.
8	19,59	21,06	17,70	11,1
9	25,99	28,82	24,09	32,2
10	28,54	31,90	26,63	27
11	14,04	15,16	12,80	18,6
12	14,01	16,34	13,63	8
13	18,21	21,13	17,59	12,1
14	24,43	28,25	23,46	20,1
15	22,49	25,15	20,75	15,2
16	24,55	26,50	22,30	19,7
17	25,46	27,92	23,44	26
18	18,66	19,96	16,52	13,8
19	19,92	22,03	18,39	22,7
20	21,46	24,97	20,78	11,5
21	16,96	12,28	11,08	9,4
22	16,30	11,52	10,39	17,4
23	19,89	17,43	15,21	17,6
24	22,28	18,71	16,45	17,5
25	23,90	23,06	19,70	11,9
26	20,40	18,05	15,68	16,5
27	20,42	18,84	16,24	15
28	23,82	22,13	18,66	18
29	17,53	13,80	12,01	15,9
30	21,21	19,04	16,18	12,90
31	22,07	21,90	18,51	16,1
32	19,09	19,15	15,94	11,5
33	16,59	13,88	11,89	7,4
34	21,79	25,34	20,83	8,1
35	19,47	17,11	14,61	8,8
36	24,35	24,72	20,77	22,2
37	16,70	15,59	13,15	9,8
38	23,65	25,82	21,35	16,4
39	14,07	10,97	9,68	8,5
40	23,22	26,03	21,59	17,2
41	20,72	22,61	18,90	10,7
42	15,88	14,19	12,28	6,4
43	18,92	17,26	14,82	7,1
44	23,03	24,30	20,34	15,2
45	25,12	26,75	22,33	21,7

Результаты проверки (по моделям прогнозирования) показали слабую сходимость предсказанных результатов и фактически наблюдаемых. Причиной этого являются: разброс химического состава по длине и

окружности труб [17], разброс условий нагрева и охлаждения при термообработке [11], [19]. На наш взгляд, подход, когда фазовый состав многокомпонентной латуни оценивается по классической диаграмме Cu-Zn является излишне упрощенным. «Логично использовать псевдобинарные и политермические разрезы диаграммы Cu-Zn-Mn-Si, учитывающие наличие силицидов (Mn_5Si_3) в сплаве» [3]. Другим подходом может быть создание регрессионных моделей.

В нашем случае наиболее ценными являются показатели – среднего, стандартного отклонения и коэффициента детерминации.

Поскольку в результате оценки метрик качества для всех известных методик получены низкие показатели (таблица 8), для практического использования предсказания α -фазы приняли решение вывести уравнение регрессии по полученным статистическим данным (приложение А).

Таблица 8 – Метрики оценки качества моделей прогнозирования

Название метода	Метрики качества							
	R ²	MSE	RMSE	MAE	α -фаза сред. прогн.	σ прогн.	α -фаза сред. факт	σ факт
По Тропотову	0,25	26,83	5,18	36,22	21,29	5,04	15,79	6,06
По Котову, Мысик	0,29	34,92	5,91	38,85	20,92	3,81		
По Ефремову	0,22	58,21	7,63	75,64	17,94	3,43		

В результате построения регрессионной модели по статистических данных по 45 партиям была получены результаты, приведенные в таблице 9, со значительно более высокими показателями, в сравнении с приведенными ранее методами. В итоге получено линейное трехфакторное уравнение: для сплава ЛМцАЖН представлено в приложении А, для сплава ЛМцАЖКС в приложении Б.

Аналитический подход в выводе универсальных методик [24, 35] представляется обоснованным, однако. Поскольку при проверке сплава ЛМцАЖН аналитических методик [9, 15, 26] получены неудовлетворительные результаты, принято решение провести дополнительное исследование сплавов с целью выявления неучтенных факторов.

Таблица 9 – Метрики оценки качества регрессионной модели для сплава ЛМцАЖН

Метрики качества	R^2	MSE	RMSE	MAE	α -фаза сред. прогноз	σ прогноз	α -фаза сред. факт	σ факт
Регрессионная модель	0,76	27,31	5,36	28,78	15,51	5,46	15,79	6,06

К сожалению, как было показано ранее, недостатком уравнений регрессии является высокая чувствительность к изменению показателей.

3.1 Исследование результатов микроструктуры

Далее результат оценки микроструктуры сплава ЛМцАЖН. Разброс по α -фазе составил 23% (6...29%) (рисунок 29), по силицидам – 2% (3...5%). На рисунке светлая структура представляет собой α фазу, тёмная - β -фаза соответственно. Исследование проводилось на оптическом микроскопе Olympus GX51. Светлые участки микроструктуры – α -фаза, тёмные – β – фаза. Серые участки – силициды (рисунок 30).

Таким образом, сплав ЛМцАЖН представляет собой преимущественно β -латунь, α -фаза способствует снижению риска растрескивания [24]. Отдельно отметим, что несмотря на низкое содержание кремния неизбежно образуется до 5% силицидов, поэтому на наш взгляд наличие кремния свыше 0,05% следует учитывать в маркировке сплавов, т.к. такое количество кремния

можно отнести к микролегированию, так как наличие силицидов качественно меняет свойства сплава.

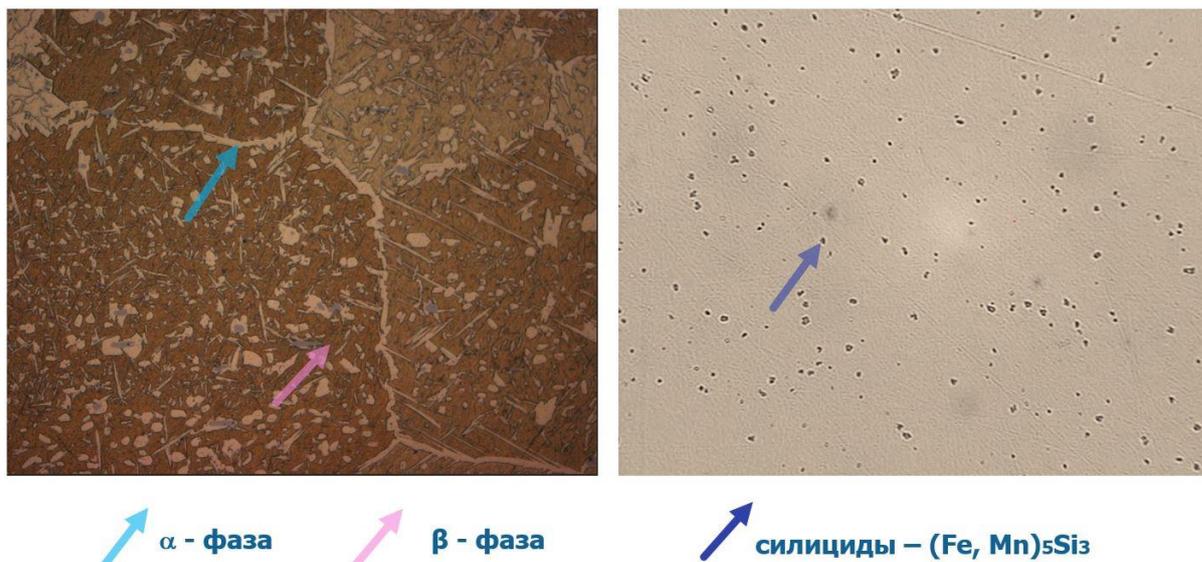


Рисунок 29 – Микроструктура сплава ЛМЦАЖН при увеличении $\times 500$ крат

Учитывая работы [19, 24], что в пределах партии труб в отожженном состоянии разброс по α -фазе может достигать 8%, для сплава ЛМЦАЖН существуют риски растрескивания вследствие неоднородности внутри партии. Целесообразно учитывать эту погрешность при оценке рисков разрушений.

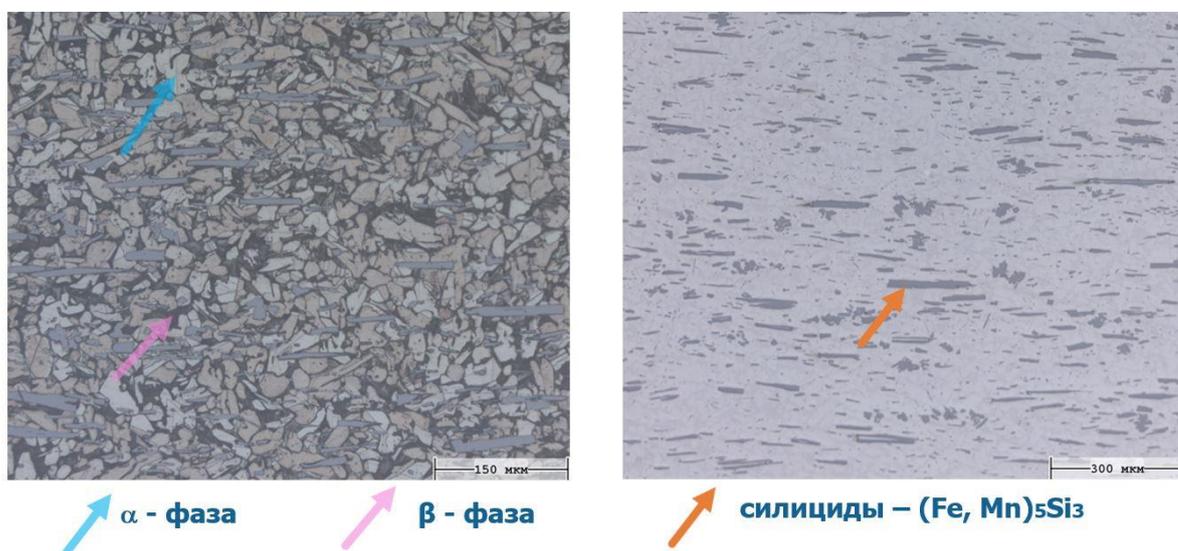


Рисунок 30 – Микроструктура сплава ЛМЦАЖКС при увеличении $\times 500$ крат

Сплав ЛМЦАЖКС, применяемый в отечественном автомобилестроении, обладает высокой износостойкостью, но нестабильными технологическими и эксплуатационными характеристиками. Легирующие элементы, такие как

алюминий, марганец, железо кремний с одной стороны способствуют повышению механических свойств, с другой разнонаправленно действуют на технологичность литейных процессов и пластичность в горячем и холодном состоянии, микроструктура ЛМцАЖКС отличается наличием крупных силицидов, размером до 56×32 мкм, что отчетливо видно рисунках 31, 32.

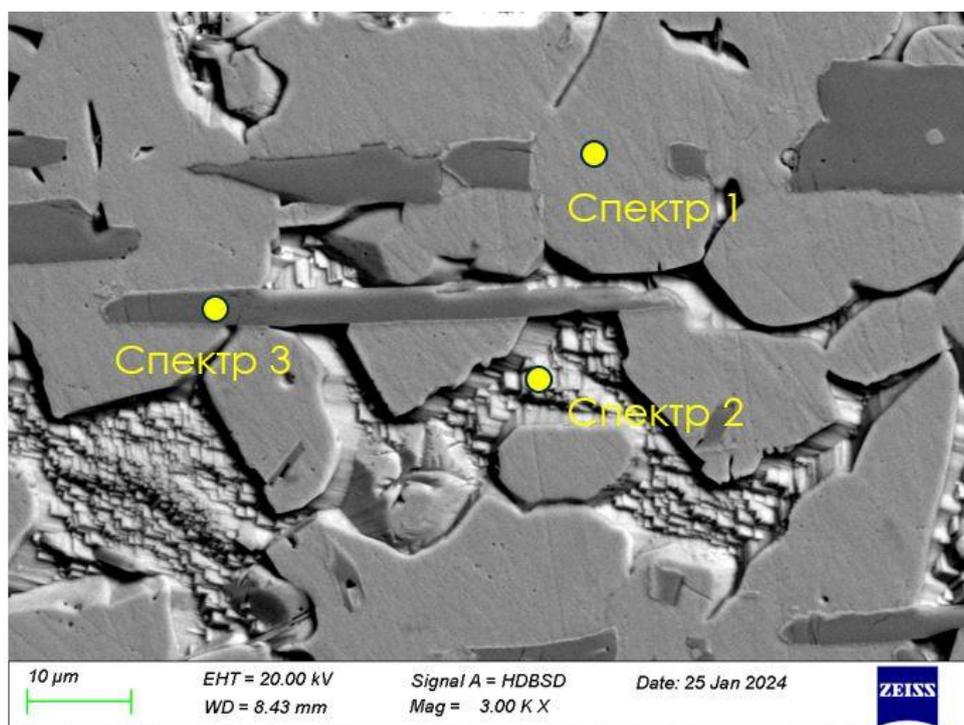


Рисунок 31 – Микроструктура сплава ЛМцАЖКС в продольном сечении при увеличении $\times 3000$ крат.

Последующее изучение микроструктуры на электронном микроскопе подтвердило практически полное отсутствие признаков эвтектоидного распада. β -фаза состоит из дисперсных пластин ориентированных поперечно направлению прессования. Интерметаллиды представлены двумя основными типами – крупными первичными силицидами $(\text{Fe}, \text{Mn})_5\text{Si}_3$ и вторичными дисперсными стержневидными включениями Mn_5Si_3 .

Установлено, что кремний имеет значительный разброс – т.е. распределен неоднородно $0,14 \pm 0,09$ %. Поэтому проводили анализ растворимости кремния в α и β -фазах, анализируя крупные участки.

В результате установлено, что количество растворенного кремния достигает 0,15...0,19%.

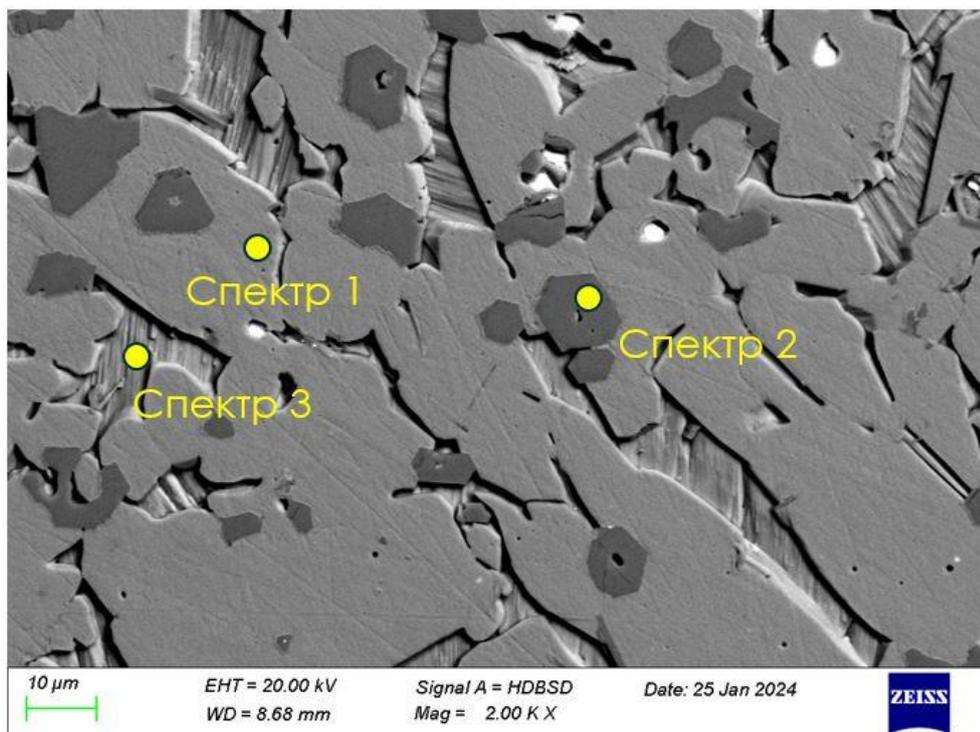


Рисунок 32 – Микроструктура сплава ЛМЦАЖКС в поперечном сечении при увеличении $\times 2000$ крат.

Так же установлено, что железо связано полностью в силицидах - $(Fe, Mn)_5Si_3$, кремний неравномерно распределен в твердом растворе и входит в состав α -фазы с содержанием $0,14 \pm 0,09\%$ масс, в состав β -фазы с содержанием $0,06 \pm 0,05\%$ масс.

Установлена полная связность железа, что соответствует литературным данным. Кремний частично связан, но и находится в растворе. Марганец равномерно распределен между α и β -фазами, и его концентрация составляет $2,73 \pm 0,13\%$.

Линейное сканирование показало, что концентрационные пики марганца обусловлены только переходом от матричного раствора к силицидам. Между α - и β -фазами марганец распределен равномерно.

Определенное по правилу «6 сигм» количество α -фазы в сплаве изменяется от 37,5 до 66,5%, β -фазы от 17,5 до 55,2%.

При изучении микроструктуры установлено, что сплав представляет собой 4 компонентную систему и состоит из преимущественно равноосных зерен $(\alpha+\beta)$ -твердого раствора, силицидов и структурно-свободных включений свинца. Известно [33], что силициды в данном сплаве представляют собой соединение $(Fe, Mn)_5Si_3$. Однако признаков эвтектоидного распада $\beta \rightarrow \alpha+\beta$, установленного в ранее [15, 26] не выявлено. Микроструктура сплава ЛМцАЖКС в работе [24] исследована в отожжённом состоянии, что и является причиной полученной разницы в результатах. Таким образом, в промышленно производимом сплаве ЛМцАЖКС после прессования эвтектоидный распад высокотемпературной β -фазы практически полностью подавлен. Исследование микроструктуры в выборке представлено в таблице 10. Фазы α - и β - изменяются в достаточно широком диапазоне: $\alpha = 43,1 \dots 63,2\%$, $\beta = 26,0 \dots 53,6\%$, Количество силицидов $(Fe, Mn)_5Si_3$ стабильно между партиями сплава и составляет $9,2 \dots 12,5\%$. Высокая изменчивость микроструктуры: $\alpha/\beta = 0,9 \dots 2,4$ является фактором, определяющим нестабильность технологических и свойств.

Использование коэффициентов связанности марганца и железа с кремнием является источником погрешности моделях [31, 33]. Опираясь на полученные результаты, логично использовать иной подход:

$$Fe = 0;$$

Расчет кремния выполняем, используя следующие положения, что в латуни ЛМцАЖКС кремний образует с железом и марганцем стабильный силицид $(Fe, Mn)_5Si_3$, известно [19] что центр интерметаллида обогащен железом, периферия марганцем. Остаточное содержание кремния, связанное железом:

$$Si_{fe} = \frac{3}{5} \cdot \frac{Fe \cdot Ar(si)}{Ar(fe)} \quad (26)$$

Где Fe – концентрация железа и марганца в сплаве соответственно, $Ar(fe)$ – атомная масса желез равная 55,845 а.е.м., $Ar(si) = 28,086$ а.е.м.

Доля кремния, связанная с марганцем:

$$Si_{Mn} = \frac{3}{5} \cdot \frac{Mn \cdot Ar(si)}{Ar(mn)}, \quad (27)$$

Mn – концентрация марганца, Ar(mn) – атомная масса марганца равная 54,938 а.е.м.

Количество кремния в матрице:

$$Si_{\text{мат}} = Si - Si_{\text{fe}} - Si_{\text{mn}}. \quad (28)$$

Также, сравнивая результат определения общего кремния в сплаве с количеством растворенного в матрице кремния установили, что возможно использовать уравнение регрессии:

$$Si_{\text{мат}} = 0,07 \cdot Si + 0,03 \quad (29)$$

Анализируя таблицу 10 и сопоставляя с диаграммой Cu-Zn-(Fe, Mn)₅Si₃ (рисунок 1), установили, что полученные результаты соответствуют соотношению фаз при температуре 700 °С, что несколько отличается от работ [16; 17]. Для описания отожженного состояния выбрали температуру стабилизации латуней этого класса – 450° С. В таком случае формулы по методам прогнозирования приобретают вид:

$$\alpha_{\text{пресс}} = \frac{41,6 - Zn_3}{41,6 - 34,4} \quad (30)$$

$$\alpha_{\text{отжига}} = \frac{45,6 - Zn_6}{45,6 - 36,5} \quad (31)$$

Аналогично [16] полученный результат умножаем на коэффициент K , учитывающий весовую долю свинца и силицидов, корректируя количество кремния в соответствии с расчетом (7) – (10):

$$K = \frac{100 - Pb_{(\text{объем.})} - (Fe, Mn)_{Si_3(\text{объем.})}}{100} \quad (32)$$

Объёмную долю свинца и силицидов определяем в соответствии с формулой [16]:

$$W_{(\text{объем.})} = W_{\text{масс.}} \cdot \frac{\rho_{\text{латуни}}}{\rho_k}, \text{ об.}, \quad (33)$$

где $W_{(\text{масс.})}$ – массовая доля соответствующего вещества, $\rho_{\text{латуни}}$ и ρ_k – плотности латуни и соответствующего вещества.

При этом расчет цинкового эквивалента по таблице 10 показал, что для α -фазы $Zn_{\text{экв}} = 33,0\%$, для $\beta = 41,8\%$, что соответствует α -фазе при 750°C , β -фазе при 700°C на диаграмме рисунке 1. Данный результат соответствует данным, полученным при металлографическом анализе.

Результаты анализа химического состава 20 партий сплава приведены в таблице 10 (приведены в виде среднего и стандартного отклонения по всем партиям).

Далее проводили расчет коэффициента детерминации R^2 для методик [16; 17; 25] и формулам (9) – (12), используя коэффициенты Гийе и Ефремова. В результате получено, что предсказанные значения по [9, 15] дают сильно завышенные результаты на 20...30% и $R^2 < 0$. При расчете по [20] во всех случаях получаем однофазную α -латунь. Показатели расчетов по (11) – (14) приведены в таблице 11. Заметим, в случае если стандартное отклонение модели меньше стандартного отклонения выборки фактически наблюдаемых значений, при проектировании целесообразно выбрать стандартное отклонение выборки.

Таблица 10 - Статистика химического состава α - и β -фаз

Ср, ст. отк	α -фаза						β -фаза					
	Al	Si	Mn	Cu	Fe	Zn	Al	Si	Mn	Cu	Fe	Zn
\bar{X}	4,78	0,14	2,72	78,80	0	13,63	7,72	0,05	2,75	74,83	0	14,69
σ	0,29	0,09	0,12	0,26	0	0,20	0,44	0,06	0,14	0,55	0	0,29

Таблица 11 - Химический состав компонентов сплава ЛМЦАЖКС, в % масс.

Элемент	Al	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	Si	Sn	Zn	Примес.
Норма	5-6	69,5 - 71,5	1,4- 2,4	6,5- 7,5	$\leq 0,1$	0,6- 1,2	1,7- 2,5	$\leq 0,10$	ост.	$\leq 0,5$
Среднее	5,35	70,0 6	1,61	7,10	0,07	0,88	1,87	0,03	12,9 8	0,13
Стандартное отклонение	0,16	0,41	0,12	0,17	0,02	0,04	0,06	0,02	0,43	0,02
Распределение:	+	+	+	+	-	+	+	-	+	-
Примечание	«+» - соответствует нормальному распределению, «-» прямоугольному, количество α -фазы не менее 50%									

Количество примесей в химическом составе контролируется стандартами и техническими условиями, что гарантирует механические и технологические свойства медных сплавов.

На свойства латуней негативно влияют легкоплавкие примеси, которые ограниченно растворимы в медно-цинковых сплавах. Легкоплавкие включения в латуни выделяются на границах зерен и ухудшают пластические свойства при горячей деформации. Наиболее чувствительной к таким примесям является однофазная α -латунь.

«Алюминий полностью находится в твердом растворе и как примесь не ухудшает свойств латуней. Небольшие добавки алюминия образуют защитную пленку оксида алюминия на поверхности расплава во время плавки. Это препятствует испарению и улетучиванию цинка.

Никель и марганец в небольших концентрациях находятся в твердом растворе и мало влияют на физико-механические и технологические свойства латуней. Никель повышает температуру рекристаллизации латуней.

Железо при комнатной температуре имеет низкую растворимость в медно-цинковом твердом растворе и образует в латунях самостоятельную γFe -фазу. Эта ферромагнитная фаза существенно изменяет магнитные свойства латуней. В составе антимагнитных латуней концентрация железа не превышает 0,03 %. Кроме этого, железо повышает прочностные и технологические свойства сплавов, так как препятствует рекристаллизации и измельчает зерно.

Кремний - примесь, входящая в твердый раствор. Кремний улучшает пайку и сварку латуней, повышает стойкость к коррозионному растрескиванию» [33].

Анализ проводился на разных уровнях. Во избежание случайного влияния высокодисперсных фаз, химический состав α и β -фаз проводили при большом увеличении (рисунок 32).

В результате анализа выборки по плотности, установлено, что сплав ЛМцАЖКС имеет плотность $76500 \pm 200 \text{ кг/м}^3$. Тогда, из формулы (18) следует, что плотность матрицы латуни ЛМцАЖКС равна $\approx 8100 \text{ кг/м}^3$. Гистограмма нормального распределения плотности 38 партий представлена на рисунке 33.

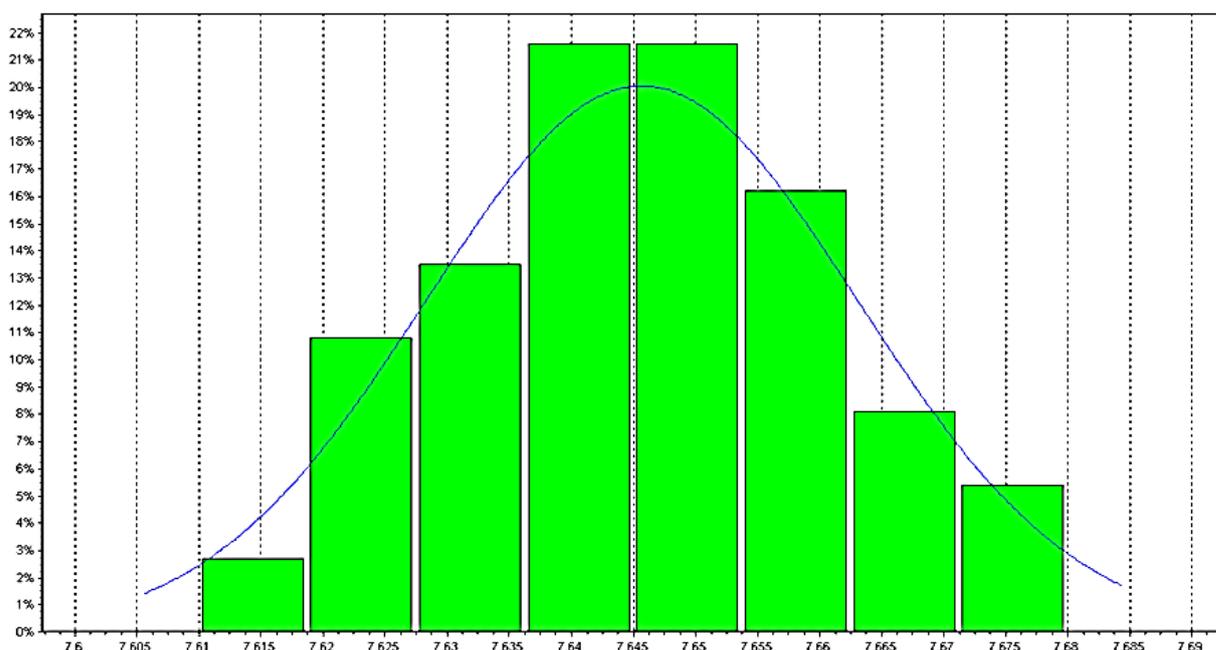


Рисунок 33 – Гистограмма нормального распределения по плотности 38 партий сплава ЛМЦАЖКС

3.2 Разработка рекомендаций по корректировке требований к химическому составу

Далее проводили расчет коэффициента детерминации R^2 для методик [18; 24; 35] и формулам (19)– (25) используя коэффициенты Гийе и Ефремова. В результате получено, что предсказанные значения по [24, 35] дают сильно завышенные результаты на 20...30% и $R^2 < 0$. При расчете по [18] во всех случаях получаем однофазную α -латунь. Показатели расчетов по (7) – (16) приведены в таблице 12. Заметим, в случае если стандартное отклонение модели меньше стандартного отклонения выборки фактически наблюдаемых значений, при проектировании целесообразно выбрать стандартное отклонение выборки.

Таблица 12 – Показатели расчетной модели

Среднее по выборке, %			Стандартное отклонение, %			Коэффициент детерминации, R^2
α	β	$(Fe, Mn)_5Si_3$	α	β	$(Fe, Mn)_5Si_3$	
53,1	35,5	11,5	4,4	4,0	0,4	0,62

Исходя из действующих требований (таблица 10) по формулам (30)-(33) определили минимальное и максимальное количество α - и β -фаз в сплаве: α -фаза = 39...70% ($\alpha \geq 50\%$ в 88% случаев), β -фаза = 18...50%. При этом в 99% случаев в микроструктуре преобладает α -фаза. Микроструктура не является оптимальной, т.к. основные операции технологического процесса связаны с горячим деформированием. В работе [15] показано, что корректировка алюминия на 0,4% масс. позволяет значимо стабилизировать процесс, качественно не изменяя требований нормативов. В нашем случае при содержании алюминия 5,3...6,0% α -фаза составит 40...65% ($\alpha \geq 50\%$ в 67% случаев), β -фаза – 23,5...50%. С точки зрения качественного повышения технологичности целесообразно обеспечить соотношение α - и β -фаз 50/50 [25]. Это возможно получить ограничивая содержание меди 68,45...70,40%, алюминия 5,3...6,0%. Тогда количество α -фазы равно 28,5...58,3% ($\alpha \geq 50\%$ в 18% случаев), β -фаза = 30...61%. Максимальная износостойкость обеспечивается при количестве β -фазы 45...50%, α -фазы 30...45% [18; 19]. Такое соотношение соответствует содержанию меди 68,8...70,7%, алюминия 5,5...6,1%. Для предотвращения образования силицидов неблагоприятной формы концентрацию кремния в сплаве рекомендуется ограничивать не более 2,2% [25].

Выполнен сравнительный анализ по отечественным и зарубежным маркам латуней с упрочнением на основе Mn(Fe,Cr,Co)-Al-Si-Ni. Марки сгруппированы по возрастанию износостойкости (опирались на мнение Diehl, Renault, Otto Fuchs). Для сравнительного анализа в таблице 13 представлены марки зарубежных производителей, класса безкремнистых малолегированных латуней. В таблице 14 – неупрочняемые ($\beta+\alpha$)-латуни с низким уровнем силицидов, в таблице 15 – термоупрочняемые латуни ($\beta+\alpha$)-латуни с силицидами. В таблице 16 - термоупрочняемые латуни с различным содержанием элементов.

Таблица 13 - Безкремнистые малолегированные ($\beta+\alpha$)-латуни

Название	Международная маркировка / маркировка по EN	Производитель/ страна	Cu	Mn	Al	Fe	Si	Pb	Zn	Sn	Ni	всего	α - пресс	α - отжиг
Fiat 124	Biak 3/61	Италия	60,0	2,0	1,5	0,2	0,0	0	ост.	0	0,2	0	0	22
	CuZn32Mn3Al2FeNi	Biak	63,0	4,0	3,0	1,0	0,2	0,2	31,5	0,2	1	0,5	21	58,5
модели АО АВТОВАЗ Granta, VESTA	ЛМцАЖН	РФ	59,0	3,0	2,0	0,3	0,0	0,0	ост.	0,0	0,3	0,0	0	12
	CuZn32Mn3Al2FeNi	РЗОЦМ	60,5	4,0	2,6	0,7	0,1	0,15	33,1	0,2	0,5	0,5	0	30
Не кольца синхронизаторов: подшипники, шестерни	OF2218	ФРГ	58,0	1,5	0,3	0,00	0,0	0,2	ост.	0,0	2,0	0,0	5	46
	CuZn35Ni3Mn2AlPb	ОТТО FUCHS	60,0	2,5	1,3	0,50	0,1	0,8	34,5	0,5	3,0	0,3	37	73
	DIENL460*	ФРГ	58,5	2,0	1,0	-	-	-	ост.	-	-	-	0	42
	CuZn36Mn2Al1	DIENL	0,3	0,3	0,2	-	-	-	38,5	-	-	-	37,5	73
	OF 2264	ФРГ	63,0	3,5	5,0	2,00	0,0	0,2		0,0	0,0	0,0	0	0
	CuZn23Al6Mn4Fe3Pb	ОТТО FUCHS	65,0	5,0	6,0	3,50	0,2	0,8	ост.	0,2	0,5	0,3	0	24
	* для марок ф. Diehl в знаменателе приведено стандартное отклонение для аналогичных марок Otto Fuchs													

Таблица 14 - Неупрочняемые ($\beta+\alpha$)-латуни с низким уровнем силицидов

Неупрочняемые ($\beta+\alpha$)-латуни с низким уровнем силицидов. Узкий интервал по меди, кремний от 0,3 до 1,3%, алюминий от 0,6 до 2,2%, никель до 2,2%														
Обозн.	Международная маркировка / маркировка по EN	Производитель/ страна	Cu	Mn	Al	Fe	Si	Pb	Zn	Sn	Ni	всего	α -пресс	α -отжиг
"кольца слабой нагрузки" по стандарту Renault, "хорошая" износостойкость и высокая прочность по Diehl	OF 2210	ФРГ	57	1,5	1,3	0	0,3	0,2	ост.	<	<	<	0	0
	CuZn37Mn3Al2PbSi	OTTO FUCHS	59,0	3,0	2,3	1,0	1,3	0,8	34,5	0,4	1,0	0,3	0	26
	OF 2211	КЗОЦМ, РЗОЦМ	58	1,8	1,4	0,35	0,6	0,3	ост.	0,1	0	<	0	17
	CuZn37Mn3Al2PbSi	OTTO FUCHS	59,0	2,2	1,7	0,7	0,9	0,6	35,6	0,4	0,2	0,3	0	28
	Aetema	ФРГ	57	1,6	1,3	0,3	0,3	0,3	ост.	0	0	<	0	12
	CuZn37Mn3Al2PbSi	VDM	59,0	2,7	1,8	0,8	1,1	0,9	35,8	0,4	0,6	0,3	0	31
	DIEHL356	ФРГ	58,5	2,5	2,0	0,2	1,1	-	ост.	-	-	0,3	0	6
	CuZn36Mn3Al2Si1	DIEHL	0,3	0,3	0,2	0,1	0,2	-	35,4	-	-	0,1	0	33
	DIEHL357	ФРГ	59,4	2,3	1,7	0	0,7	0,5	ост.	-	-	0,3	0	20
	CuZn36Mn3Al2Si1	DIEHL	0,3	0,3	0,2	0,1	0,2	0,1	35,1	-	-	0,1	7	49
	ЛМцСКА	РФ	57,0	1,8	0,6	0,0	0,5	1,5	ост	0,0	0,0	0,0	0	42
	CuZn37Mn3Al1PbSi	КУЗОЦМ, МЗОЦМ	60,0	2,5	1,2	0,6	1,2	2,2	34,9	0,0	0,0	1,1	33,5	68,5
	ЛМцА	РФ	57,5	1,6	0,7	0,1	0,3	0,6	ост	0,0	0,0	0,0	0	26,5
	CuZn36Mn2Al1PbSiFe	КУЗОЦМ, МЗОЦМ	59,0	2,4	1,4	0,7	0,8	1,2	36,0	0,2	0,5	1,0	5	45,2
	CuZn40Al2	ФРГ	56,5	1,4	1,3	0,0	0,3	0,0	ост	0,0	0,0	0,0	0	0
	CuZn36Mn2Al1PbSiFe	EN	59,0	2,6	2,3	1,0	1,0	0,8	35,4	0,5	2,0	0,5	0	21
	CuZn36Mn3Al2Si	ФРГ	57,0	2,0	1,6	0,0	0,9	0,0	ост	-	-	0,0	0	3,5
	CuZn36Mn3Al2Si	VDM	60,0	4,0	2,2	0,4	1,2	0,4	35,1	-	-	0,3	0	28,5
	DIEHL455	ФРГ	58,0	1,6	1,5	0,7	0,6	0,5	ост.	0,4	-	0,0	7	47
	CuZn36Mn3Al1FePbSiSn	DIEHL	0,3	0,3	0,2	0,1	0,2	0,1	36,7	0,1	-	0,3	53	84
DIEHL358	ФРГ	57,0	1,5	1,0	0,5	0,5	0,5	ост.	-	-	0,3	0	5	
CuZn36Mn2Al1Si	DIEHL	0,5	0,3	0,1	0,1	0,1	0,1	38,7	-	-	0,1	0	38	
DIEHL454	ФРГ	59,0	1,8	1,5	-	0,4	0,5	ост.	-	-	0,3	0	16	
CuZn36Mn2Al2Si	DIEHL	0,5	0,3	0,1	-	0,1	0,1	36,5	-	-	0,1	1,5	45	

Таблица 15 - Термоупрочняемые латуни ($\beta+\alpha$)-латуни с силицидами

Термоупрочняемые латуни ($\beta+\alpha$)-латуни с силицидами. Алюминий от 2 до 4,2%, никель от 0,3 до 0,8%, хорошая деформируемость в горячем состоянии															
Обозн.	Международная маркировка / маркировка по EN	Производитель/ страна	Cu	Mn	Al	Fe	Si	Pb	Zn	Sn	Ni	Cr	всего	α -пресс	α -отжиг
"кольца средней нагрузки" по Renault, высокая твердость, высокая	ЛМцАЖНК CuZn30Mn3Al3SiNiFe	РФ, Украина КЗОЦМ, РЗОЦМ	59,5 62,0	3,0 4,5	2,0 3,2	0,3 0,7	0,3 1,1	0,2 0,6	ост 30,3	0 0,2	0,3 0,8	- -	0 0,7	0 4	14,5 44
	ЛМцАКНХ CuZn30Al3Mn3SiNiCr	РФ Эксперимет-ая	60,5 63,5	2,5 3,9	2,7 3,3	0,0 0,2	0,6 1,2	0,0 0,2	ост 30,1	0,0 0,2	0,3 0,5	0,1 0,3	0,0 0,5	0 0	17 40
	OF 2260 CuZn30Al3Mn3SiNiCr	ФРГ OTTO FUCHS	60,0 64,0	2,5 3,5	1,9 3,5	0,0 0,2	0,6 1,2	0,0 0,2	ост. 30,7	0,0 0,2	0,3 0,5	0,1 0,3	0,0 0,3	0 10	11 50
	OF 2261 CuZn30Al3Mn3Si1NiCr	ФРГ OTTO FUCHS	60,0 64,0	2,9 3,4	2,9 3,3	0,0 0,2	1,0 1,3	0,0 0,1	ост. 29,9	0,0 0,2	0,3 0,5	0,1 0,3	0,0 0,3	0 0	10 40
	OF 2805** CuZn28Al4Ni3Co1Si1Mn	ФРГ OTTO FUCHS	59,5 62,0	0,5 1,0	3,5 4,2	0,5 1,5	1,0 1,7	0,2 0,8	ост. 28,5	0,0 0,3	2,5 3,5	0,9 2,0	0,0 0,3	0 5	15 45
	CuZn30Al3Mn3SiNiCr CuZn30Al3Mn3SiNiCr	ФРГ VDM	60,0 64,0	2,5 3,5	1,9 3,5	0,0 0,2	0,6 1,2	- -	ост. 30,7	0,0 0,2	0,3 0,5	0,1 0,3	0,0 0,3	0 10	11 50
	DIEHL479 CuZn30Mn3Al3SiNiCr	ФРГ DIEHL	62,2 0,2	3,1 0,1	3,1 0,1	- -	1,1 0,1	- -	ост. 30,1	- -	0,4 0,1	0,1 0,3	0,0 0,3	0 0	25 36

Таблица 16 - Термоупрочняемые латуни с различным содержанием элементов

Термоупрочняемые латуни ($\alpha+\beta$)-латуни с крупными силицидами. Алюминий от 5 до 6,1%, кремний от 1,7 до 2,5%, хорошая деформируемость в холодном состоянии																
Высокая прочность Diehl	Международная маркировка / маркировка по EN	Производитель/ страна	Cu	Mn	Al	Fe	Si	Pb	Zn	Sn	Ni	Cr	всего	α -пресс	α -отжиг	
	ЛМцАЖКС	РФ	69,5	6,5	5,0	1,4	1,7	0,6	ост.	0,0	0,0	-	0,0	39	-	
	CuZn13Mn8Al5Si2Fe1Pb	РЗОЦМ	71,5	7,5	6,0	2,4	2,5	1,2	12,7	0,1	0,1	-	0,5	70	-	
	DIEHL470HT	ФРГ	70,0	8,0	5,0	1,0	2,0	0,8	ост.	-	-	-	0,3	49	-	
CuZn13Mn8Al5Si2Fe1Pb	DIEHL	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	12,9	-	-	-	0,1	61,5	-		
DIEHL474HT	ФРГ	70,5	8,0	5,2	1,1	1,8	-	ост.	-	0,8	-	0,3	51	-		
CuZn13Mn8Al5Si2Fe1	DIEHL	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	-	12,3	-	0,2	-	0,1	63	-	
Высокая износостокость	Термоупрочняемые латуни ($\beta+\alpha$)-латуни с крупными силицидами. Алюминий от 4,5 до 5%, кремний от 1 до 2%, хорошая деформируемость в горячем состоянии															
	OF 2266	ФРГ	63,0	7,0	4,5	0,5	1,0	0,2	ост.	0,0	0,0	-	0,0	0	16	
	CuZn20Mn7Al5Si1	ОТТО FUCHS	66,0	8,5	6,0	1,5	2,0	0,8	19,4	0,5	0,5	-	0,3	14	55	
	DIEHL489	ФРГ	66,0	8,0	5,0	1,0	2,0	0,5	ост.	-	-	-	0,3	10	40	
CuZn18Mn8Al5Si2Fe1Pb	DIEHL	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	17,2	-	-	-	0,1	21,5	50		
Максимальная износостокость	Термоупрочняемые латуни β -латуни с крупными силицидами. Никель от 6 до 14%, кремний от 2 до 4%, хорошая деформируемость в горячем состоянии															
	DIEHL490	ФРГ	46,0	-	0,2	-	4,0	0,5	ост.	-	14,0	-	0,3	0	33	
	CuZn35Ni14SiPb	DIEHL	0,2	0,1	0,1	-	0,1	0,1	35,0	-	0,2	-	0,1	36	72	
	OF 2278	ФРГ	54,0	-	3,0	0,5	2,0	-	ост.	0,0	6,0	-	0,0	0	0	
CuZn31Ni7Al4Si2Fe	ОТТО FUCHS	56,0	-	4,2	0,9	2,5	-	31,6	0,2	7,2	-	0,3	0	4		

Установлено, что латунь для колец синхронизаторов коробки передач автомобиля LADA Niva на сегодняшний день не рассматривается как латунь для колец синхронизаторов. Для повышения долговечности, при сохранении технологичности целесообразно выбрать марку из таблицы с более высокой износостойкостью - типа ЛМцСКА , ЛМцАЖНК или ЛМцАКНХ.

Латунь для колец переднего привода не предназначена для горячей формовки и не имеет аналогов Otto Fuchs и VDM.

Небольшая коррекция химического состава по меди позволит получить отечественную латунь с крайне высокой износостойкостью и повышенной технологичностью в горячем состоянии.

Максимальной износостойкостью обладают никелевые латуни, не имеющие аналогов на территории РФ.

Выводы по третьему разделу

В промышленных партиях латуни ЛМцАЖКС основные элементы имеют нормальное распределение, примесные – равномерное.

Показано, что в прессованной заготовке сплава ЛМцАЖС эвтектоидный распад практически полностью подавлен, микроструктура представляет собой $\alpha + \beta + (Fe, Mn)_5Si_3$, β -фаза состоит из тонких пластин.

Выполнено уточнение формулы прогнозирования α -фазы, за счет использования диаграммы Cu-Zn- $(Fe, Mn)_5Si_3$.

Микроструктура латуни ЛМцАЖКС после прессования характерна для состояния при 700°C.

Установлена полная связанность железа в силицидах, наличие остаточного содержания кремния в α и β – фазах.

Показано равномерное распределение марганца в α и β – фазах в горячепрессованном состоянии.

Расчет фазового состава латуни ЛМцАЖКС целесообразно проводить, опираясь псевдобинарный политермический разрез диаграммы Cu-Zn-Mn₅Si₃, используя формулы:

$$\alpha_{\text{пресс}} = \frac{41,6 - Zn_{\text{э}}}{41,6 - 34,4} \quad (30)$$

$$\alpha_{\text{отжига}} = \frac{45,6 - Zn_{\text{е}}}{45,6 - 36,5} \quad (31)$$

Для повышения технологичности рекомендуется изменить содержание меди и алюминия до 68,45...70,40%, 5,3...6,0% соответственно.

Максимальная износостойкость обеспечивается содержанием меди на уровне 68,8...70,7%, алюминия 5,5...6,1%.

Применение модели на разных марках и анализ (классификация) по износостойкости и технологичности. В таблицах 13 – 16 показано, что АВТОВАЗ применяет не самые удачные решения для повышения технологичности.

Заключение

Разработка простого и надежного метода прогнозирования фазового состава специальных латуней на основе широко известных диаграмм состояния может стать одним из путей сокращения затрат на освоение технологии производства полуфабрикатов из новых сплавов. В связи с очень сложным химическим составом, для данного класса сплавов практически отсутствуют изученные диаграммы состояния, учитывающие влияние каждого конкретного легирующего элемента на изменение фазового состава, а значит и на их свойства. Данное обстоятельство нередко приводит к противоречиям между химическим, фазовым составами и механическими свойствами, заложенными в соответствующие технические условия или стандарты на тот или иной сложный сплав.

На основании полученных данных химического состава 45 партий сплава ЛМцАЖН, проводилась проверка моделей прогнозирования фазового состава. Результаты проверки показали низкую сходимость предсказанных результатов и фактически наблюдаемых. Предложенная регрессионная модель требует дополнительных корректировок и доработок для получения более весомых результатов. Статистическое моделирование методом Монте-Карло является перспективным направлением в разработке стабильных управляемых процессов. Успех реализации данного подхода напрямую зависит от полноты учета факторов, входящих в модели и определяющих изменчивость характеристик. На примере сложнолегированной латуни ЛМцАЖКС (Zn–Cu–Mn–Al–Fe–Si–Pb) предложен подход, позволяющий описать изменение структурного состояния многокомпонентных латуней в зависимости от химического состава и способа производства. Проанализированы причины низких показателей метрик альтернативных моделей прогнозирования фазового состава. Изучена микроструктура сплава в горячепрессованном состоянии. Замечено, что микроструктура матричного раствора сплава в горячепрессованном состоянии представляет собой $(\alpha+\beta)$ -латунь и

соответствует соотношению фаз при 700°C на политермическом псевдобинарном разрезе диаграммы $\text{Cu-Zn-Mn}_5\text{Si}_3$. Применяя правило «б сигм», изучили изменчивость микроструктуры в зависимости от требований к химическому составу. Исследовано распределение легирующих элементов в основных фазах. Подтверждена полная связанность железа в силицидах и равномерное распределение марганца. Предложен расчет доли кремния, входящего в твердый раствор в горячепрессованном состоянии. На основании полученных результатов уточнены параметры универсальной модели, основанной на оценке вклада легирующих элементов на образование β -фазы. Предложены формулы расчета α - фазы в прессованном и отожжённом состояниях, отвечающие диаграмме $\text{Cu-Zn-Mn}_5\text{Si}_3$. Определена фактическая плотность сплава, а также выполнена оценка плотности матричного раствора.

На основании разработанной методики прогнозирования фазового состава выполнен сравнительный анализ отечественных и зарубежных марок от фирм лидеров по производству латунных полуфабрикатов.

Сформулированы основные рекомендации к химическому составу, обеспечивающие стабильность технологических и эксплуатационных характеристик.

Список используемой литературы и используемых источников

1. Анализатор SIAMS 800. [Электронный ресурс]: URL: <https://siams.com/siamss800/>. (дата обращения 15.02.2024)
2. Герасимова А. В. Разработка способов изменения структурного состояния и свойств деформируемой алюминий-железо-никель-кремнистой латуни: диссертация кандидата Технические наук: 05.16.09 / Герасимова Анна Владимировна; [Место защиты: ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук], 2018.- 150 с.
3. Гнусина А. М., Святкин А. В. Оценка применимости диаграмм состояния системы Cu-Zn-Mn-Si для фазового прогнозирования в зависимости от молекулярной связности кремния. «Материалы XIV всероссийской школы-конференции молодых учёных с международным участием «КоМУ-2022» Текстовое электронное издание / Режим доступа: открытый // URL: https://www.elibrary.ru/download/elibrary_50033681_63754403.pdf. / (дата обращения 11.03.2024)
4. ГОСТ 1652.1 – 77 Сплавы медно – цинковые. Методы определения меди. Введен с 01.07.1978 взамен ГОСТ 1652.1-71. М.: Издательство стандартов. – 1997. – 11 с.
5. ГОСТ Р 50779.12-2021 Статистические методы. Статистический контроль качества. Методы случайного отбора выборок штучной продукции. Электронный ресурс. Режим доступа: открытый // - <https://gostassistant.ru/doc/48e18d9c-82d1-4702-bcf3-76faeb155f59> / (дата обращения 18.03.2024)
6. Двойные и многокомпонентные системы на основе меди. Академия наук СССР им. Байкова, Москва, изд. «Наука», 1979.- 248 с.
7. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Справочник / Под. ред. Н.П. Пякишева, в 4-х томах, том 3 – М.: Машиностроение, 1996. - 569 с.

8. Ефремов Б.Н. Латуни. От фазового строения к структуре и свойствам: монография / Б.Н. Ефремов. – Москва: ИНФРА-М, 2014. – 312 с.

9. Ефремов Б.Н., Юшина Е.В. Оценка влияния легирующих элементов на фазовый состав двухфазных латуней / *Металлы*, 1987. №2, с. 89-91.

10. Ивкин М.О. Влияние хрома на микроструктуру и механические свойства многокомпонентной латуни. / *Инновации в материаловедении и металлургии. Материалы IV Международной интерактивной научно-практической конференции.* – 2015. – С. 255 – 258.

11. Истомина, Е. Е. Механизмы управления промышленным предприятием: принципы бережливого производства / Е. Е. Истомина, М. Н. Куранов // *Компетентность.* – 2020. – № 6. – С. 38-42. – EDN IWBBKZ.

12. Контрольные карты Шухарта - простой, но не лёгкий для применения инструмент анализа данных / В. Л. Шпер, С. А. Шереметьева, В. Ю. Смелов, Е. И. Хунузиди // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия.* – 2024. – Т. 67, № 1. – С. 121-131. – DOI 10.17073/0368-0797-2024-1-121-131. – EDN BYVLBO.

13. Котляров И.В. Влияние химического и фазового состава специальных латуней на их твердость и износостойкость: диссертация кандидата технических наук: 05.16.01 / Котляров Игорь Викторович; [Место защиты: Тол. гос. ун-т]. - Тольятти, 2009. - 156 с.: ил. РГБ ОД, 61 09-5/2472.

14. Котляров И.В., Копыл М.Д. Совершенствование технологии производства латунных прессованных труб, предназначенных для изготовления колец синхронизатора легковых автомобилей // *Автомобильная промышленность*, 2009. – 417 с.

15. Котов Д.А. Прогнозирование фазового состава сложнолегированных латуней / Д.А. Котов, Р. К. Мысик, А. А. Еремин, М. И. Волков, Л. М. Жукова // *Литейщик России.* – 2005. – № 9. – С. 17 – 21.

16. Курдюмов Г.В. Бездиффузионные превращения в сплавах // *Проблемы металловедения и физики металлов.* Металлургиздат, 1949, с. 132.

17. Кэмерон К., Салкинд Н. Множественная регрессия в Excel. Минитаблица. «Как интерпретировать результаты регрессионного анализа: Р-значения и коэффициенты». (2015). Статистика Excel: краткое руководство, третье издание. Публикации SAGE. // Электронный ресурс. Режим доступа: открытый // URL: <http://cameron.econ.ucdavis.edu/excel/ex61multiple> (дата обращения 15.03.2024).

18. Логинов Ю.Н. Медь и деформируемые медные сплавы. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2006. 136 с.

19. Логинов Ю.Н., Костоусова Н.Ф. Перемещения и деформации при прессовании трубной заготовки/ Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Metallургия. 2016. Т. 16. № 1. С. 78-81.

20. Метрики качества линейных регрессионных моделей // Электронный ресурс. Режим доступа: открытый // URL: <https://loginom.ru/blog/quality-metrics/> (дата обращения 22.04.2024)

21. Мысик Р.К., Брусницын С.В., Сулицин А.В., Ивкин М.О. Влияние интерметаллидов на твердость сложнолегированной латуни. Литейщик России. 2016. № 2. С. 19-21.

22. Новиков, И. И. Теория термической обработки металлов/ И.И. Новиков. - М.: Metallургия, 1978. - 392 с.

23. Нормальное распределение (Гаусса) в Excel. Электронный ресурс. Режим доступа: открытый // URL: <https://statanaliz.info/statistica/teoriya-veroyatnostej/normalnoe-raspredelenie-v-excel/> (дата обращения 19.04.2024)

24. Овчинников А.С., Логинов Ю.Н. 2012, «Особенности прессования труб из сложнолегированной латуни ЛМцАЖКС», Производство проката, № 4, стр. 38-41.

25. Степанова Н.Н. Методы исследования материалов и процессов: учеб. пособие / – Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ–УПИ, 2006. – 133 с.

26. Тропотов А.В., Пугачева Н.Б., Рязанцев Ю.В., Жукова Л. М. Исследование остаточных напряжений в изделиях, изготовленных из

сложнолегированных латуней. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2006, №1. С. 28 – 32.

27. Трофимова, Н. Н. Особенности и перспективы внедрения интегрированной методологии Lean Six Sigma на предприятии / Н. Н. Трофимова // *Вестник университета*. – 2021. – № 4. – С. 123-129. – DOI 10.26425/1816-4277-2021-4-123-129. – EDN WEMLBX.

28. ТУ 184550-106-033-97 «Трубы прессованные латунные для колец синхронизатора». Технические условия.

29. Шереметьева С. А. Бизнес и теория вариабельности: дружба или непонимание?! / С. А. Шереметьева, В. Л. Шпер // *Стандарты и качество*. – 2022. – № 2. – С. 92-97. – DOI 10.35400/0038-9692-2022-2-72-21. – EDN LLNXAI / (дата обращения 24.04.2024).

30. Яковцева О.А., Кабойи П.К., Иржак А.В., Михайловская А.В. / Влияние малой добавки алюминия на особенности и механизмы сверхпластической деформации сплава Cu-Zn с микродуплексной структурой / *Электронный ресурс*. Режим доступа: открытый // *Физическая мезомеханика*. – 2023. – Т. 26, № 3. – С. 62-71. – DOI 10.55652/1683-805X_2023_26_3_62. – EDN PGLJYY. (дата обращения 19.04.2024).

31. Яковцева О.А., Михайловская А.В., Иржак А.В. (и др), Сравнение вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации двойной и многокомпонентных латуней. *Электронный ресурс*. Режим доступа: открытый // *Физика металлов и материаловедение*. – 2020. – Т. 121, № 6. – С. 643-650. – DOI 10.31857/S0015323020060182. – EDN VKLMLG. (дата обращения 25.04.2024).

32. Alkhoraif A. Lean implementation in small and medium enterprises: Literature review. *Operations Research Perspectives*. Volume 6, 2019, Article number 100089. *Электронный ресурс*. Режим доступа: открытый // – DOI: /10.1016/j.orp.2018.100089. (дата обращения 15.02.2024).

33. Bhaskar H.L. Lean Six Sigma in Manufacturing: A Comprehensive Review (2020). 10.5772/ intechopen.89859. *Электронный ресурс*. Режим

доступа: открытый./- DOI:10.5772/intechopen.89859. (дата обращения 11.03.2024).

34. Duarte B.M. An analytical approach to lean six sigma deployment strategies: project identification and prioritization [Doctoral dissertation]. Arizona State University; 2011. pp.1-157. Электронный ресурс. Режим доступа: открытый / <https://core.ac.uk/download/pdf/79563661.pdf> (дата обращения 26.04.2024)

35. Jenek, M., Schlafka, P. «An influence of slag refining on the structure and mechanical properties of the brass CuZn39Pb2». Int J Adv Manuf Technol 117, 2519–2525 (2021). <https://doi.org/10.1007/s00170-021-07321-x> / (дата обращения 27.04.2024).

36. Li H., Jie J., Zhang Q., Li T. Effect of annealing treatment on the microstructures, mechanical, and wear properties of a manganese brass alloy. Journal of Materials Research. 2016. V.31. Iss. 10. P. 1491-1500.

37. Mapelli C. and Venturini R «Dependence of the mechanical properties of an α/β brass on the microstructural features induced by hot extrusion» Scripta Mater., 54, 1169–1173 (2006).

38. N. Hentati, A. Makni, R. Elleuch/ Study of Failure Modes Affecting a Crimped Nut Related to Forging Process / J Fail. Anal. and Preven. (2012) 12:130–138 p.

39. Pannell R. What is a Sigma Level: A Key Metric in Process Capability. Электронный ресурс. Режим доступа: открытый / <https://leanscape.io/what-is-a-sigma-level-a-key-metric-in-process-capability/> (дата обращения 28.04.2024).

40. Stavroulakis, P.; Toulfatzis, A.I.; Pantazopoulos, G.A.; Paipetis, A.S. Machinable Leaded and Eco-Friendly Brass Alloys for High Performance Manufacturing Processes, p. 246. Электронный ресурс. Режим доступа: открытый: https://www.researchgate.net/publication/358172878_Machinable_Leaded_and_EcoFriendly_Brass_Alloys_for_High_Performance / (дата обращения 25.02.2024).

Приложение А

Трёхфакторное уравнение по определению α -фазы сплава ЛМЦАЖН

Таблица А.1 – Трёхфакторное уравнение по определению α -фазы сплава ЛМЦАЖН

ВЫВОД ИТОГОВ						
<i>Регрессионная статистика</i>						
Множественный R	0,949					
R-квадрат	0,901					
Нормированный R-квадрат	0,869					
Стандартная ошибка	5,421					
Наблюдения	40					
Дисперсионный анализ	-					
-	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Значимость F</i>	
Регрессия	3	9981,106	3327,035	113,176	2,17844E-18	
Остаток	37	1087,683	29,3968539	-	-	
Итого	40	11068,79	-	-	-	
-	<i>Коэффициенты</i>	<i>Стандартная ошибка</i>	<i>t-статистика</i>	<i>P-Значение</i>	<i>Нижние 95%</i>	<i>Верхние 95%</i>
Y-пересечение	0	#Н/Д	#Н/Д	#Н/Д	#Н/Д	#Н/Д
Cu	0,311	0,224	1,382	0,175	-0,144	0,76
Al	-2,476	15,832	-0,156	0,876	-34,556	29,603
Fe	-4,343	34,081	-0,127	0,899	-73,397	64,7112

Приложение Б

Трёхфакторное уравнение по определению α -фазы сплава ЛМцАЖКС

Таблица Б.1 – Трёхфакторное уравнение по определению α -фазы сплава ЛМцАЖКС

ВЫВОД ИТОГОВ						
<i>Регрессионная статистика</i>						
Множественный R	0,897					
R-квадрат	0,806					
Нормированный R-квадрат	0,761					
Стандартная ошибка	2,492					
Наблюдения	17					
Дисперсионный анализ	-					
-	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Значимость F</i>	
Регрессия	3	335,497	111,832	18,005	6,5035E-05	
Остаток	13	80,741	6,2108	-	-	
Итого	16	416,237	-	-	-	
-	<i>Коэффициенты</i>	<i>Стандартная ошибка</i>	<i>t-статистика</i>	<i>P-Значение</i>	<i>Нижние 95%</i>	<i>Верхние 95%</i>
Y-пересечение	-592,653	123,459	-4,800	0,00034	-859,372	-325,93
Cu	10,444	1,772	5,893	5,29368E-05	6,615	14,273
Al	-23,577	4,098	-5,753	6,67165E-05	-32,431	-14,724
Fe	24,949	5,766	4,326	0,000821	12,491	37,408