

А.В. Ревуцкий*, **Б.В. Сырнев**, **О.В. Семилюцкая**

Восточно-Казахстанский технический университет им. Д. Серикбаева, Казахстан

*e-mail: RevutskiyAV@mail.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИЧИН НЕСТАБИЛЬНОСТИ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОЦЕССА ВАКУУМНОГО ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ ПОРОШКОВ БЕРИЛЛИЯ

Аннотация. В работе проведен анализ путей повышения показателя качества процесса получения заготовок конструкционного бериллия путем вакуумного горячего прессования порошков бериллия дисперсностью менее 56 мкм. В ходе работы, были проведены: сравнительный анализ качества горячепрессованных заготовок в зависимости от периода производства; анализ представительности значений характеристик порошков; изучена динамика изменения химического состава бериллия в процессе измельчения слитков. Представлены результаты исследований причин нестабильности качества заготовок спеченного бериллия. С использованием методом математической статистики изучено влияние отдельных факторов промышленного производства на показатели качества. Приведены результаты изменения химического состава бериллия при измельчении слитков, а также приведена оценка невоспроизводимости результатов анализа содержания примесей и аттестации продукции по механическим свойствам.

Ключевые слова: порошок бериллия, горячее прессование, сравнительный анализ, оценка воспроизводимости.

Введение. Промышленный конструкционный бериллий выпускается методами порошковой металлургии. А основной технологический передел получения заготовок для последующей обработки давлением и механической обработки является процесс вакуумного горячего прессования порошков бериллия дисперсностью менее 56 мкм [1]. Потенциал процесса в значительной степени определяет как экономические показатели производства, так и конкурентоспособность продукции, часть из которой направляется за рубеж.

Повышение надежности и стабильности процесса, которые характеризуются показателями качества, является одной из важнейших производственных целей.

Для решения поставленной цели были проведены статистические исследования указанного технологического передела от получения слитков до готовых горячепрессованных заготовок.

Задачи статистического мониторинга состояли в:

- сравнительном анализе качества горячепрессованных заготовок, полученных в различные периоды производства;
- анализе представительности значений характеристик порошков, определяемых в аттестационной лаборатории;
- изучении динамики изменения химического состава бериллия на переделе механического измельчения слитков в порошки;

Методика и анализ. Сравнительный анализ качества горячепрессованной продукции из бериллия проводился за несколько лет.

Была собрана производственная статистика по механическим свойствам горячепрессованных заготовок «современного» производства (СП) и «доперестроечного» периода (ДП). Существенное отличие в технологическом регламенте современного производства состоит в том, что порошки получают по «сухой» схеме – методом стружкования слитков. В то время как ранее, в «доперестроечный» период, порошки получали по «мокрой» схеме – измельчением слитков в жидкости.

Анализ результатов показал, что при переходе от «мокрой» к «сухой» схеме производства порошков существенных изменений механических свойств не произошло: значение предела прочности составляло величину порядка 390 МПа, однако появилась нестабильность качества продукции (таблица 1).

Таблица 1. Механические свойства горячепрессованных заготовок и показатель их стабильности СКО (среднеквадратическое отклонение).

| Период выпуска | Схема производства порошков | Механические свойства | | | | | |
|----------------|-----------------------------|-----------------------|-----|-----------------------|-----|-----------------------|-----|
| | | Относит. удлинение, % | | Предел прочности, МПа | | Предел текучести, МПа | |
| | | Ср.зн. | СКО | Ср.зн. | СКО | Ср.зн. | СКО |
| ДП | «мокрая» | 1.8 | 0.3 | 392 | 1.8 | 305 | 2.1 |
| СП, 1 год | «сухая» | 2.0 | 0.5 | 394 | 2.3 | 305 | 2.1 |
| СП, 2 год | «сухая» | 2.05 | 0.5 | 361 | 2.1 | 286 | 3.9 |

Несмотря на то, что средние значения предела прочности превышают контрольное значение 350 МПа, средняя дефектность продукции (несоответствующая техническим условиям) составляла 15 – 20% (рис. 1).

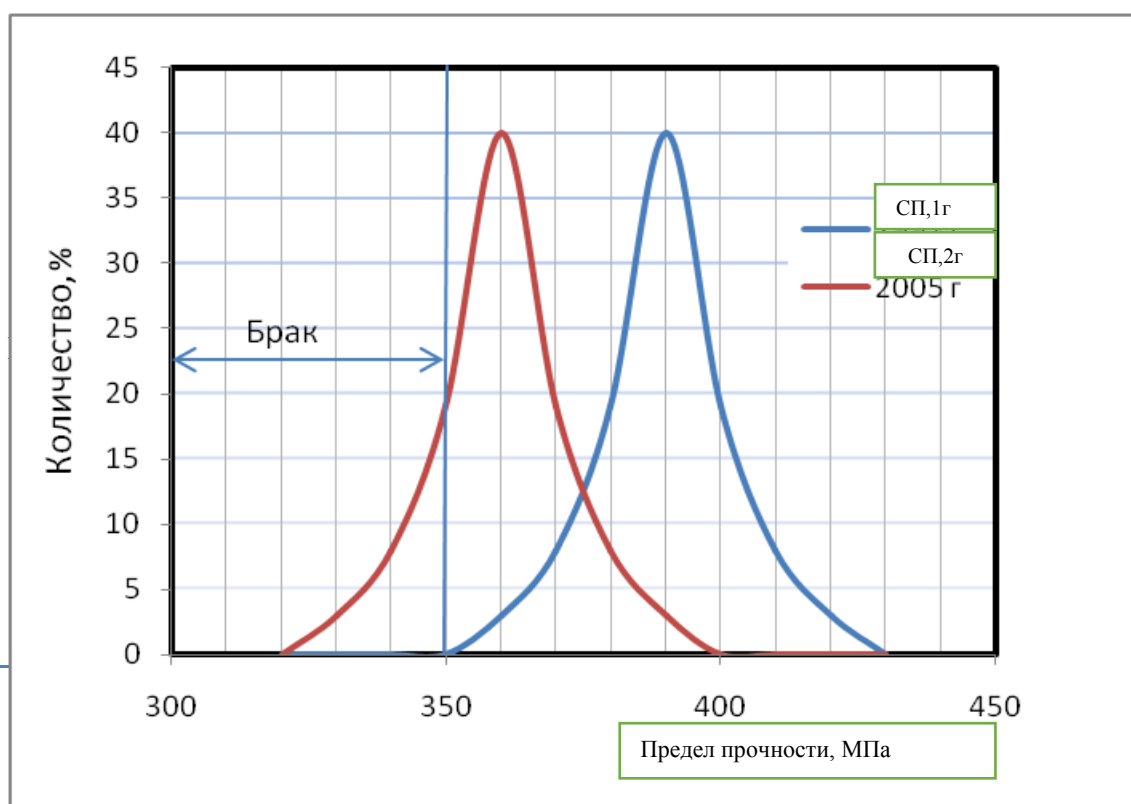


Рис. 1. Кривые распределения значений прочностных свойств горячепрессованных заготовок из бериллия в различные периоды производства

Перед производством возникла задача по выяснению причин нестабильности качества готовой продукции. Был определен поэтапный регламент анализа качества исходного сырья (порошков ПТБ-56) и технологических режимов формования.

Оценка воспроизводимости результатов анализа химического и гранулометрического составов порошка

При проведении статистических исследований зависимости качества спеченной продукции от характеристик порошков важнейшее значение имеют данные, подтверждающие представительность результатов контроля продукции [2, 3, 4].

Для получения указанных данных проводилась работа по оценке воспроизводимости результатов анализа химического и гранулометрического состава порошков [5].

а) Проверка воспроизводимости результатов химического анализа проводилась в

соответствии с требованиями МВИ 0306 385-2000 (углерод), МВИ 0306 386-2000 (Al, Fe, Si, Mn, Mg, Cu, Ni, Pb, Cr), МВИ 0306 384-2004 (кислород). Решение об удовлетворительной воспроизводимости принималась при выполнении условия [5]:

$$|X_1 - X_2| \leq \delta \cdot X_{\text{ср}} \quad (1)$$

где X_1 и X_2 – результаты основного и «контрольного» анализов,
 δ – доверительная граница суммарной погрешности соответствующего МВИ,
 $X_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое X_1 и X_2 .

б) Проверка воспроизводимости результатов определения удельной поверхности проводилась в соответствии с требованиями МВИ 0306 414-2001 «Порошок бериллия. Метод определения удельной поверхности». Решение об удовлетворительной воспроизводимости принималась при выполнении условия 2.30 [5].

в) Проверка воспроизводимости результатов определения гранулометрического состава порошков проводилась в соответствии с требованиями МВИ 0306 429-2002 «Бериллий металлический. Метод определения гранулометрического состава порошков фотоседиментационным способом». Решение об удовлетворительной воспроизводимости принималась при выполнении условия [6]:

$$|X_1 - X_2| \leq D_{\text{отн}} \cdot X_{\text{ср}} \quad (2)$$

где X_1 и X_2 – результаты основного и «контрольного» анализов,
 $D_{\text{отн}}$ – норматив оперативного контроля воспроизводимости из МВИ,
 $X_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое X_1 и X_2 .

г) Оценка расхождения результатов определения насыпной плотности и плотности после утряски в основном и «контрольном» анализе определялась в процентах от среднего значения. Решение об удовлетворительной воспроизводимости для этих показателей качества принималась при расхождении результатов не более 5 % (требование ГОСТ 25279-93 «Порошки металлические. Определение плотности после утряски» для параллельных определений).

Аналізу были подвергнуты 24 партии порошков марки ПТБ 56, на которых определялись характеристики воспроизводимости 23 показателей качества.

Анализ полученных результатов показал, что:

- при определении химического состава порошков отсутствует воспроизводимость в 20,8 % анализов при определении хрома (5 несоответствий), 8,3 % - никеля (2 несоответствия), 4,2 % - кислорода и кремния (1 несоответствие),

- при определении удельной поверхности отсутствует воспроизводимость в 20,8 % анализов (5 несоответствий),

- при определении характеристик гранулометрического состава несоответствия результатов не обнаружено,

- при определении значений насыпной плотности и плотности утряски обнаружено отсутствие воспроизводимости в 12,5 % анализов по определению насыпной плотности и в 20,8 % - плотности после утряски.

По результатам обработки данных, представленных в таблице, построена диаграмма Парето (рисунок 2) [7].

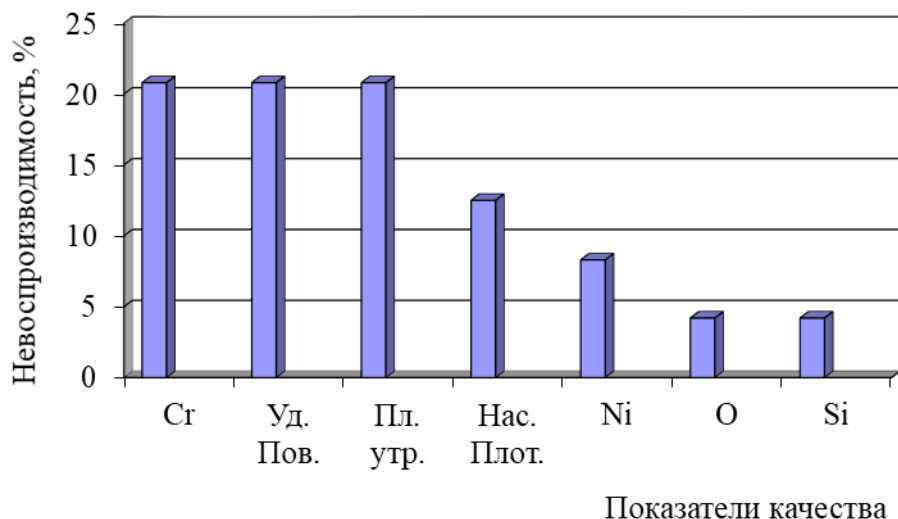


Рис. 2. Диаграмма Парето воспроизводимости результатов анализов характеристик порошков ПТБ 56

Таким образом, из 23 анализируемых показателей качества порошков ПТБ 56 – 7 показателей характеризуются пониженной воспроизводимостью: содержание примесей хрома, никеля, кислорода, кремния, а также показатели удельной поверхности, плотности утряски и насыпной плотности. Однако, возможно, полученные показатели воспроизводимости являются результатом нестабильности химического и гранулометрического состава порошков по объему партии.

Оценка изменения химического состава бериллия при измельчении слитков в порошок. При расчете шихтовки слитков, в особенности при использовании резерва, в котором могут быть слитки с повышенным содержанием отдельных примесей, полезно представлять, как меняется химический состав бериллия в процессе «сухого» измельчения слитков в порошок.

Для проведения анализа были отобраны слитки для двух партий порошков с повышенной однородностью по химическому составу (таблица 2) [8].

Таблица 2. Химический состав слитков и порошков, в % масс.

| Слитки | Be | Fe | Al | Si | Mn | Cu | Mg | Ni | Cr | O | C |
|-----------------|---------------|-------------|--------------|--------------|--------------|---------------|--------------|--------------|--------------|-------------|--------------|
| 189 | 99,521 | 0,16 | 0,012 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,012 | 0,013 | 0,028 | 0,12 | 0,097 |
| 183 | 99,561 | 0,17 | 0,012 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,018 | 0,014 | 0,028 | 0,1 | 0,058 |
| 621 | 99,585 | 0,11 | 0,013 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,012 | 0,013 | 0,033 | 0,11 | 0,084 |
| 660 | 99,563 | 0,13 | 0,013 | 0,014 | 0,008 | 0,0048 | 0,013 | 0,012 | 0,031 | 0,14 | 0,061 |
| 618 | 99,615 | 0,11 | 0,014 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,018 | 0,012 | 0,034 | 0,1 | 0,057 |
| 605 | 99,578 | 0,11 | 0,014 | 0,015 | 0,007 | 0,0048 | 0,018 | 0,012 | 0,033 | 0,11 | 0,086 |
| 884 | 99,63 | 0,1 | 0,014 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,012 | 0,012 | 0,03 | 0,1 | 0,064 |
| Средн | 99,498 | 0,13 | 0,013 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,015 | 0,013 | 0,031 | 0,11 | 0,072 |
| Порошок | | | | | | | | | | | |
| Парт.132 | | 0,14 | 0,012 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,016 | 0,014 | 0,039 | 0,68 | 0,05 |
| Слитки | | | | | | | | | | | |
| 117 | 99,534 | 0,12 | 0,025 | 0,014 | 0,007 | 0,00498 | 0,012 | 0,012 | 0,043 | 0,17 | 0,077 |
| 48 | 99,575 | 0,13 | 0,029 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,012 | 0,017 | 0,035 | 0,10 | 0,088 |
| 76 | 99,575 | 0,13 | 0,025 | 0,014 | 0,007 | 0,00478 | 0,015 | 0,012 | 0,028 | 0,13 | 0,075 |

| | | | | | | | | | | | |
|---|--------|-------------|---------|-----------|-----------|----------|-------------|----------|-------------|----------|-----------|
| 8 | 99,535 | 0,13 | 0,023 | 0,014 | 0,007 | 0,0058 | 0,020 | 0,018 | 0,035 | 0,11 | 0,088 |
| 827 | 99,507 | 0,16 | 0,027 | 0,014 | 0,014 | 0,0048 | 0,019 | 0,014 | 0,048 | 0,1 | 0,077 |
| 121 | 99,673 | 0,13 | 0,022 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,012 | 0,012 | 0,028 | 0,10 | 0,075 |
| 109 | 99,521 | 0,19 | 0,021 | 0,014 | 0,007 | 0,0048 | 0,012 | 0,012 | 0,029 | 0,12 | 0,085 |
| Среднее | | 0,14 | 0,025 | 0,014 | 0,008 | 0,0049 | 0,015 | 0,014 | 0,035 | 0,12 | 0,081 |
| Порошок | | | | | | | | | | | |
| Парт.131 | | 0,12 | 0,018 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,013 | 0,015 | 0,032 | 0,70 | 0,05 |
| Изм. хим. сост. в % от значения в слитке. | | +/- 14.2 | - 28 | - 28.6 | + 42.8 | + 108 | +/- 13.3 | + 7.7 | +/- 25.8 | + 518 | - 38.3 |

Примечание: Знаки (+), (-) или (+-) обозначают – увеличение, уменьшение или изменение как в сторону увеличения, так и снижения содержания примеси в процессе измельчения слитков в порошок.

При изучении влияния фактора «сухого» измельчения на изменение содержания примесей в порошке установлено, что содержание примесей: Mn, Cu, Ni, O при производстве порошка бериллия увеличивается соответственно на величины порядка 40, 100, 10 и 500 %. А содержание примесей Al, Si и C уменьшается на 30-40 %. Часть примесей: Fe, Mg и Cr могут как увеличиваться в порошке, так и уменьшаться по сравнению с содержанием в слитке. Рост кислорода - следствие поверхностного окисления при измельчении. Увеличение металлических примесей, видимо, результат «натира» от технологической оснастки и инструмента (значительное увеличение меди – в два раза, видимо, результат загрязнения бериллиевой бронзой).

Уменьшение Al, Si и C, возможно, связано с повышенным содержанием указанных примесей в литейной корке, шлаке, которые, в основном, удаляются при «стружковании».

Оценка воспроизводимости механических характеристик, изучаемых на различных испытательных установках. Одна из причин снижения показателей качества горячепрессованных заготовок могла заключаться в изменении регламента испытаний на растяжение: переходе на другую испытательную машину, с иными жесткостными, скоростными характеристиками. С целью исследования сходимости результатов испытаний механических свойств, определенных на разных испытательных машинах, из штатной заготовки № 0505154 были изготовлены образцы для параллельных испытаний на испытательных машинах ИМ-10 и «Инстрон 1195». Вырезка образцов проводилась из верхнего и нижнего торцов заготовки, из трех зон, расположенных через 120° [9]. Результаты механических испытаний приведены в таблице 3.

Таблица 3. Результаты сравнительного анализа испытаний механических свойств на различных испытательных машинах по средним значениям

| Место отбора | Направление | Расхождение между средними знач.,% | | |
|--------------|-------------|--------------------------------------|--------------------------------------|-----------------------|
| | | Предел прочности, кг/мм ² | Предел текучести, кг/мм ² | Относит. удлинение, % |
| Низ | Вдоль | 3.32 | 4.23 | 0 |
| | Поперек | 5.86 | 7.66 | 17.39 |
| Верх | Вдоль | 8.64 | 7.25 | 16.67 |
| | Поперек | 8.56 | 8.05 | 8.00 |
| Среднее | 6.6 | 6.8 | 10.51 | |

Анализ результатов испытаний механических свойств горячепрессованных заготовок на различных испытательных машинах показал, что механические свойства, определенные на установке «Инстрон 1195» выше, чем значения характеристик, полученных на ИМ-10. При этом значения прочностных свойств, в среднем, выше на 6-7 %, а пластических – на 10-11 %. Это расхождение результатов может быть следствием различных методов снятия дефектного поверхностного слоя образцов (электрополировка и химполировка), различной метрологической настройки, а также может являться следствием большей жесткости испытательной машины «Инстрон 1195».

Результаты и обсуждение. В результате исследований первого этапа было установлено:

- нестабильность химического состава при измельчении слитков в порошок, что может быть связано с качеством литейной корки, вносящей дополнительное загрязнение в порошки «мокрой» схемы получения;
- нестабильность гранулометрического состава и содержания некоторых примесей в пробах партий порошка, что, видимо, связано с недостаточно эффективным смешением порошков при формировании партий;
- невозпроизводимость механических характеристик горячепрессованных бериллиевых заготовок, определяемых на различных испытательных машинах.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Бериллий наука и технология / под ред. Д.Вебстера; - М.: Metallurgiya, 1984. 623 с.
- [2] Адлер Ю.П. Новое направление в статистическом контроле качества – метод Тагути. М.: Знание, 1993.
- [3] Статистические методы повышения качества. Пер. с англ. Под ред. Хитоси Кумэ. –М.: Финансы и статистика, 1990.
- [4] Статистические методы в инженерных расчетах. Лабораторный практикум. Под. Ред. Г.К. Круга. –М.: Высшая школа. 1983.
- [5] Кейн В.Э. Воспроизводимость процессов. Ж. «Курс на качество», №2, 1992 г.
- [6] ISO TC 69/SC4 Показатели воспроизводимости и работоспособности процесса;
- [7] Лapidус В.А. и др. Статистический контроль качества продукции на основе принципа распределенных приоритетов. – М.: Финансы и Статистика, 1991-224 с.
- [8] Ликеш И., Ляга Й. Основные таблицы математической статистики. Пер. с чешского. М.: Финансы и Статистика, 1995,-356 с.
- [9] Сырнев Б.В., Данилов С.Н., Агапов В.А., Шевченко О.В. Методика статистического анализа согласованности требований заявки (контракта) на поставку с техническими возможностями производства и контроля в Бериллиевом производстве. УК ВКГТУ, 2004 г.
- [10] Бериллий/Пер. с англ. под ред.М.Б. Рейфмана; Под ред. Д. Уайта, Дж. Берка. -М.:Издательство Иностранная литература,1960. –616с.:ил. – с. 153.

REFERENCES

- [1] Berillii nauka i tekhnologiya / pod red. D.Vebstera; - M.: Metallurgiya, 1984. 623 s.
- [2] Adler Yu.P. Novoe napravlenie v statisticheskom kontrole kachestva – metod Taguti. M.: Znanie, 1993.
- [3] Statisticheskie metody povysheniya kachestva. Per. s ang. Pod red. Khitosi Kume. –M.: Finansy i statistika, 1990.
- [4] Statisticheskie metody v inzhenernykh raschetakh. Laboratornyi praktikum. Pod. Red. G.K. Kruga. –M.: Vysshaya shkola. 1983.
- [5] Kein V.E. Vosproizvodimost' protsessov. Zh. «Kurs na kachestvo», №2, 1992 g.
- [6] ISO TC 69/SC4 Pokazateli vosproizvodimosti i rabotosposobnosti protsessa;
- [7] Lapidus V.A. i dr. Statisticheskii kontrol' kachestva produktsii na osnove printsipa raspredelennykh prioritetov. – M.: Finansy i Statistika, 1991-224 s.
- [8] Likesh I., Lyaga I. Osnovnye tablitsy matematicheskoi statistiki. Per. s cheshskogo. M.:Finansy i Statistika, 1995,-356 s.

[9] Syrnev B.V., Danilov S.N., Agapov V.A., Shevchenko O.V. Metodika statisticheskogo analiza soglasovannosti trebovaniy zayavki (kontrakta) na postavku s tekhnicheskimi vozmozhnostyami proizvodstva i kontrolya v Berillievom proizvodstve. UK VKGTU, 2004 g.

[10] Berillii/Per. s angl. pod red.M.B. Reifmana; Pod red. D. Uaita, Dzh. Berka.-M.:Izdatel'stvo Inostrannaya literatura,1960. –616s.:il. – s. 153.

А.В. Ревуцкий*, Б.В. Сырнев, О.В. Семилуцкая

Д.Серикбаев атындағы Шығыс Қазақстан техникалық университет, Өскемен, Қазақстан

*e-mail: RevutskiyAV@mail.ru

БЕРИЛЛИЙ ҰНТАҚТАРЫН ВАКУУМДЫ ЫСТЫҚ ПРЕСТЕУДІҢ ӨНДІРІСТІК ПРОЦЕСІНІҢ ТҰРАҚСЫЗДЫҒЫНЫҢ СЕБЕПТЕРІН ЗЕРТТЕУ

Аңдатпа. Мақалада құрылымы бериллий дайындамаларын 56 микроннан аспайтын жұқа бериллий ұнтақтарын вакуумдық ыстық престау арқылы алу процесінің сапа индексін жақсарту жолдары талданған. Жұмыс барысында мыналар жүргізілді: өндіріс кезеңіне байланысты ыстықтай престелген бланкілердің сапасын салыстырмалы талдау; ұнтақтардың сипаттамалары мәндерінің репрезентативтілігін талдау; құймаларды ұнтақтау процесінде бериллийдің химиялық құрамының өзгеру динамикасын зерттеу. Агломерленген бериллий дайындамаларының сапасының тұрақсыздығының себептерін зерттеу нәтижелері келтірілген. Математикалық статистика әдісін қолдана отырып, өнеркәсіптік өндірістің жеке факторларының сапа көрсеткіштеріне әсері зерттелді. Құймаларды ұнтақтау кезіндегі бериллийдің химиялық құрамындағы өзгерістердің нәтижелері, сонымен қатар қоспалардың құрамын талдау және механикалық қасиеттері бойынша өнімдерді сертификаттау нәтижелерінің қайтарымсыздығына баға беріледі.

Негізгі сөздер: бериллий ұнтағы, ыстық престау, салыстырмалы талдау, репродуктивті бағалау.

A.V. Revutskiy*, B.V. Syrnev, O.V. Semilutskaya

D. Serikbayev East Kazakhstan Technical University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan

*e-mail: RevutskiyAV@mail.ru

RESEARCH THE REASONS OF INSTABILITY OF THE INDUSTRIAL PROCESS OF VACUUM HOT PRESSING OF BERYLLIUM POWDERS

Abstract. The paper analyzes ways to improve the quality index of the process of obtaining structural beryllium blanks by vacuum hot pressing of beryllium powders with a fineness of less than 56 microns. In the course of the work, the following were carried out: comparative analysis of the quality of hot-pressed blanks depending on the production period; analysis of the representativeness of the values of the characteristics of powders; studied the dynamics of changes in the chemical composition of beryllium in the process of grinding ingots. The results of studies of the reasons for the instability of the quality of sintered beryllium billets are presented. Using the method of mathematical statistics, the influence of individual factors of industrial production on quality indicators was studied. The results of changes in the chemical composition of beryllium during the grinding of ingots are presented, as well as an assessment of the irreproducibility of the results of analysis of the content of impurities and certification of products by mechanical properties.

Keywords: beryllium powder, hot pressing, comparative analysis, reproducibility assessment.