

ТЕХНИЧЕСКИ УНИВЕРСИТЕТ – ВАРНА

инж. Десислава Йорданова Минчева

**ИЗУЧАВАНЕ НА СТРУКТУРИ НА
ЛЕГИРАНИ СПЕЧЕНИ СПЛАВИ
НА ЖЕЛЯЗНА ОСНОВА**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

**на дисертация за получаване на образователна и
научна степен “доктор”**

по докторска програма:

**Технология на машиностроителните материали
към професионално направление: 5.1. Машинно инженерство**

Научен ръководител: проф. д-р инж. Христо Костов Скулев

Рецензенти:

1.
2.

Варна, 2016 г.

Дисертационният труд е обсъден на 30.06.2016г. в катедра „Материалознание и технология на материалите“ и е насочен за защита.

Докторантът работи в катедра “Материалознание и технология на материалите”.

Автор: инж. Десислава Йорданова Минчева

Заглавие: Изучаване на структури на легирани спечени сплави на желязна основа

ТЕХНИЧЕСКИ УНИВЕРСИТЕТ – ВАРНА

инж. Десислава Йорданова Минчева

**ИЗУЧАВАНЕ НА СТРУКТУРИ НА
ЛЕГИРАНИ СПЕЧЕНИ СПЛАВИ
НА ЖЕЛЯЗНА ОСНОВА**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

**на дисертация за получаване на образователна и
научна степен “доктор”**

Варна
2016г.

Дисертационният труд съдържа 139 страници, включително 66 фигури, 17 таблици, 36 формули, оформени в 5 глави, общи изводи и списък на използваната литература от 110 заглавия, от които 26 на кирилица и 84 на латиница.

Защитата на дисертационния труд ще се състои на г. от ч. в на открито заседание на жури сформирано със заповед на Ректора №/..... г.

Материалите по защитата (дисертацията, рецензиите и становищата) са на разположение на интересувашите се в Докторантски център, стая 318 НУК.

ОБЩА ХАРАКТЕРИСТИКА НА ДИСЕРТАЦИЯТА

1. Актуалност на проблема

В масовото производство на прахово металургични (ПМ) изделия контролирането на структурата след спичане се явява достатъчен, лесен и надежден начин за контрол на качеството на продукцията. Изучаването на структурата на сплавите е необходимо при разработването на нови прахови стомани, с цел изясняване на процесите, протичащи през различните стадии за изработване на ПМ детайли и да се прогнозираат свойствата им при тяхната експлоатация.

Актуалността на предлаганата тема на дисертацията произтича от факта, че при производството на ПМ конструкционни изделия от значение е изборът на подходящ материал, както и условията за изработване на конкретното изделие, тъй като те оказват влияние върху структурата и механичните му свойства. Ето защо, точния контрол на химическия състав на базовите железни прахове, въвеждането на легиращи елементи и режимите на спичане са от решаващо значение за осигуряване на необходимата плътност, якост и точност в геометричните размерите на получените детайли.

В последните години отново се засилва интересът към прахово-металургичните сплави от системата Fe-Ti именно поради особеностите на спичане на този вид сплави. Идеята е продиктувана от това, че титанът в ролята си на легиращ елемент уякчава ферита, осигурява течнофазно спичане при температури на спичане на железните сплави и образува интерметални съединения. По този начин се създават условия за получаване на нехомогенна структура, състояща се от мека метална матрица с твърди фази на химичните съединения. Това ги прави атрактивни за изработване на изделия с антифрикционни свойства.

2. Цел и задачи на дисертацията

Целта на дисертационна работа е: Изучаване на структурата на легирани спечени сплави на желязна основа.

Така поставената цел ще се постигне чрез решаване на следните основни задачи:

1. Изследване поведението на сплави на основата на железен прах (легиран и нелегиран) с добавка на 2% Ti при различни условия на спичане;
2. Влияние на приложеното химико-термично обработване върху структурата и свойствата на синтеровани материали;
3. Оценка на термичната стабилност на нитридните фази в синтерованите изделия в условията на повторно нагриване;
4. Приложение на Изкуствени Невронни Мрежи (ИНМ) за прогнозиране на свойствата на синтеровани прахово-металургични изделия.

3. Обект и място на изследване

Изследванията са проведени в лабораториите на катедра МТМ при ТУ – Варна и „AGH – Университет по минно дело и металургия“ - гр. Краков, Полша.

1. Научна новост на изследването

Като научна новост може да се определи създаването на модел на ИНМ за прогнозиране на свойствата на ПМ изделия след спичане изработени от различни търговски марки железни прахови смеси.

2. Реализация на резултатите

На база на експериментални резултати е реализирано е програмно приложение за симулация и прогнозиране на плътността след спичане на различни видове ПМ синтеровани сплави в условия на различни спичачи среди и скорости на нагряване.

3. Аprobация на резултатите

Основните резултати от изследванията са докладвани и публикувани в следните научни форуми и издания:

Конференции:

- EuroPM2003, Valencia, Spain, October 20-22.2003;
- INTERNATIONAL POWDER METALLURGY CONFERENCE, Sakarya, Turkey, May 18-22, 2005;
- ХХІІ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКА КОНФЕРЕНЦИЯ С МЕЖДУНАРОДНО УЧАСТИЕ “ТРАНСПОРТ, ЕКОЛОГИЯ - УСТОЙЧИВО РАЗВИТИЕ”, ЕКО ВАРНА ‘2016 19 – 21 Май 2016

Списания

- „ИЗВЕСТИЯ на Съюза на учените – Варна“ - 2’2004, 1’2005”, 1’2014

Работата е одобрявана периодично и като цяло на заседания на катедра МТМ на ТУ – Варна.

7. Публикации по дисертацията

Основните етапи от разработването на дисертационния труд са отразени в 6 публикации, списък на които е приложен в края на автореферата.

СЪДЪРЖАНИЕ НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Глава 1. ЛИТЕРАТУРЕН ОБЗОР

В представения литературен обзор са разгледани особеностите в структурата на синтерованите сплави, отличаващи ги от компактните материали. Обърнато е внимание на условията на спичане и влиянието им върху структурата и свойствата на ПМ сплави. Представени са основните легиращи елементи използвани в праховата металургия, както е обрнато внимание на легирането с титан. Разгледани са възможностите за приложение на съвременни методи в областта на прогнозиране на свойствата на синтерованите изделия. В края на главата са направени изводи от литературното проучване и са формулирани целта и задачите на дисертационната работа.

Глава 2. ИЗПОЛЗВАНИ МЕТОДИКИ И МАТЕРИАЛИ

В главата са представени използваните материали и методиките на изследване, адаптирани към синтеровани порести сплави.

2.1. Използвани материали

В дисертационната работа са използвани легирани и нелегиранни железни прахове в доставно състояние, отличаващи се по химичен състав, технология на получаване и технологични характеристики.

- Железни прахове:
 - ✓ Distaloy SA – дифузионно легиран (1,5%Cu, 1,75%Ni, 0,5%Mo)
 - ✓ DWP200 – нелегиран прах
 - ✓ DP200 – нелегиран прах
 - ✓ ABC100.30 – нелегиран прах
- Титанов прах, получен по електролизен метод с фракция 100-180µm.

За предвидените изследвания са изработени проби от чисто железни прахове, както и образци от механични смеси, получени на база железен прах с добавка на легиращ елемент Ti в съотношение: 98тегл.%Fe+2тегл.%Ti. Спичането на образците е проведено в лабораторни условия в дилатометър.

2.2. Използвани методики на изследване

Методика за дилатометричен анализ

Използван е лабораторен хоризонтален дилатометър тип NET2SCH402E. Използвани са различни защитни атмосфери като: чист водород (H₂), чист азот (N₂) и смесена среда от 50%N₂+50%H₂. Спичането на образците е осъществено при температура T=1120°C и време на задържане τ=60 мин. За различните експериментални постановки на спичане са подбрани различни скорости на нагряване и охлаждане. Пресовките, които се спичаха са с размери 4x5x15mm – подходящи за дилатометрични изследвания.

Резултатите са представени графично, като зависимости на относителното изменение на размера (Δl/l)% от времето и/или температурата. Пресмятанията са извършени чрез използване на специализиран софтуер NETZSCH Proteus – Thermal Analysis.

Методика за определяне на хидростатична и геометрична плътност

Геометричната им плътност е определена съгласно БДС EN23369:2000.

Хидростатична плътност - чрез пропиване с парафин и измерване във вода, съгласно ISO 27380:1999.

Методика за определяне на повърхностна твърдост

Повърхностната твърдост на спечените образци бе измерена съгласно стандарт БДС-EN-ISO 4498-2007. Използван е метода на Викерс при подбрано натоварване от 5kg.

Методика за определяне на микротвърдост

Микротвърдостта на образците бе измерена съгласно стандарт БДС-EN-ISO 4498-2007. Използвана бе приставка „Naneman”. Натоварвания: 20 и 50g.

Методика за металографски анализ

Пакетирането на пробите се извърши чрез заливане с епоксидна смола в пластмасова тръбичка, или чрез закрепване между планки. Шлифованите и

полирани образци се разяждаха с реактив 3% HNO_3 в етилов алкохол. Металографските изследвания се проведоха на микроскоп Neophot-2.

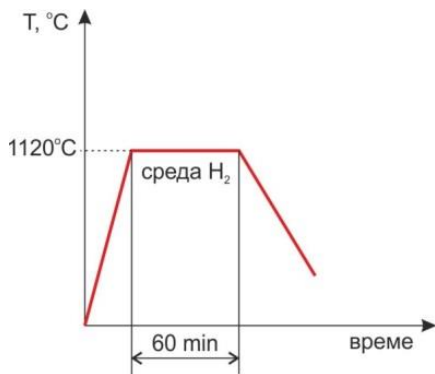
Методика за рентгеноструктурен анализ

Фазовия анализ се извърши на рентгенов дифрактометър УРС-50ИМ с Cr излъчване ($\lambda_{\text{ср}}=2,29092 \cdot 10^{-10} \text{ m}$).

Глава 3. ИЗЛЕДВАНЕ НА ПОВЕДЕНИЕТО НА СПЛАВИ НА ОСНОВАТА НА ЖЕЛЕЗЕН ПРАХ С ДОБАВКА НА 2% Ti ПРИ СПИЧАНЕ В РАЗЛИЧНИ СПИЧАЩИ СРЕДИ

В настоящата глава са проведени изследвания за влиянието на спичащата среда върху качествата на формираната структура. В работата е разгледано поведението при спичане във водородна среда на пресовки изработени от нелегиран железен прах DWP200 и от дифузионно легиран прах DistaloySA. Паралелно с това посредством дилатометричния анализ е изучено и поведението на пресовки изработени от механична смес на основата на железен прах (легиран и нелегиран) с добавка на 2% Ti в условията на спичане в различни защитни атмосфери. За изясняване на поведението при спичане е взето предвид състоянието на сплавите при различни температури, според диаграмата на състоянието желязо-титан. Така става възможно да се съди за реакциите, фазови превръщания и видовете фази образувани при спичането.

Спичане на железни прахове DistaloySA и DWP200 във водородна среда



Фиг.1 Време-температурна крива на режима на спичане пресовки от DistaloySA и DWP200

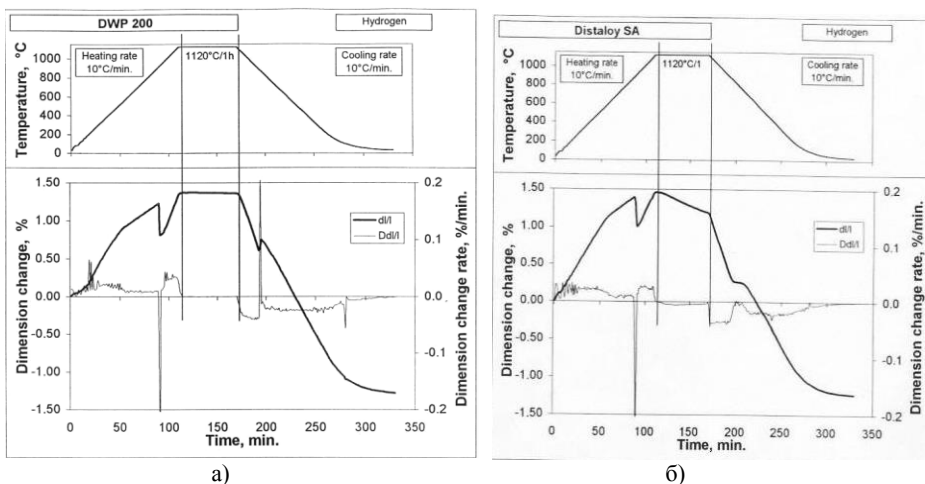
Дилатометричен анализ при спичане на проби изработени от железни прахове

Спичането на железните прахове, проведено при $T=1120^\circ\text{C}$, осигурява условия за формиране на спечена структура изцяло в твърдо състояние. Посредством дилатометър за записани измененията по дължина на пробите по време на целия процес на спичане от стайна температура през температурата на спичане до охлаждане до стайна температура.

Проведения дилатометричен анализ при спичане на пресовки изработени от двата железни праха показва следните особености:

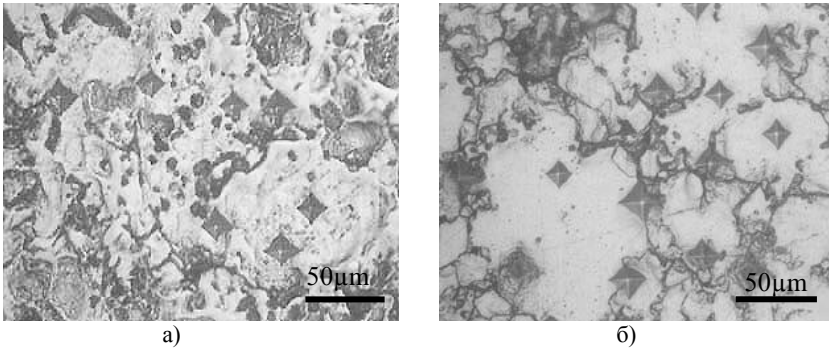
По хода на дилатометричните записи на спичане на пробите изработени от праха DWP200 фиг.2 не се регистрират промени в размерите, освен при температурите на фазовото превръщане на желязото ($\alpha\text{Fe} \leftrightarrow \gamma\text{Fe}$). Преходът от $\alpha \rightarrow \gamma$ е съпроводен с намаляване, а $\gamma \rightarrow \alpha$ – с увеличаване на размера, регистрирано и върху дилатометричните криви. Максималното относително увеличаване на размера на пробите $\Delta L/L_0$ при температура на спичане е 1,4%. Регистрираното окончателното свиване след спичане е $\Delta L/L_0 \approx 1,3\%$.

При спичането на пресовки изработени от дифузионно легирания железен прах Distaloy SA (фиг.2), в температурния интервал на нагриване, дилатометричната крива имат характер на разширение като на чистите железни прахове. Термичското разширение на пробите при температурата на спичане е около 1,45%. По време на изотермичното спичане (1 час при 1120°C) при тези проби се отчита непрекъснато свиване на аустенитната фаза.



Фиг.2. Дилатометрични криви на спичане на пресовки изработени от железни прахове DWP200 (а); DistaloySA (б)

Проведения металографски анализ и двата вида железни прахове (фиг.3) установи наличието на феритна структура, като продукт от спичането на еднакви по вид частици (фази), формирана вследствие самодифузия на желязото. Структурата е нехомогенна, с множество пори разположени около границите на феритните зърна.



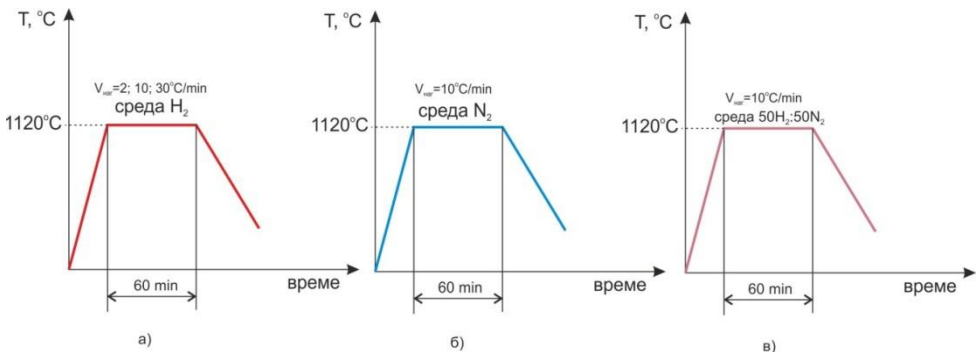
Фиг.3. Микроструктури след спичане на DistaloySA (а) и DWP200 (б)

Измерените микротвърдоти на металната основа на пробите изработени от дифузионно легирания DistaloySA са 96-185 HV0.05. Сравнително по-ниска 59-103HV0.05 е микротвърдотта на пробите изработени от железния прах DWP200.

Спичане на механични смеси DistaloySA+2%Ti, DWP200+2%Ti и DP200+2%Ti в условията на различни спичащи среди

Резултатите от дилатометричните изследвания на пресовките изработени от железни прахове са от особено значение и база за сравнение при спичане на ПМ изделия изработени от механични смеси. Спичането на проби изработени от титан съдържащи прахови смеси се отличава с редица особености. Известно е, че титана се характеризира с висока химическа активност и газопоглъщаемост. Притежава голям афинитет към газовете азот, кислород и водород и т.н. Те образуват с титана твърди разтвори на вместване или химически съединения от типа на оксиди, хидриди, нитриди при сравнително ниски температури. Следователно в процеса на нагриване се очаква да протече химическо взаимодействие на титановите частици със спичащата среда.

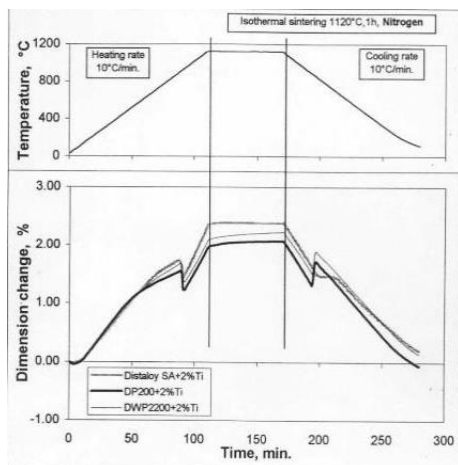
Спичането на проби изработени от железните прахове с добавка на 2% титан е осъществено при използване на три спичащи среди – водород, азот и смесена съставена от (50%Н₂:50%N₂) (фиг. 4).



Фиг.4.Време температурни графици на спичане на изследваните проби от механични смеси Fe-2Ti

Поведение при спичане на механични смеси DistaloySA+2%Ti, DWP200+2%Ti и DP200+2%Ti в азотна среда

На фиг. 5 са представени дилатометрични криви на изследваните материали, спичани в азотна среда. При нагряване в тази среда дилатометричните криви имат характер на изменение като на пробите изработени от чисто железни прахове. За краткия температурен интервал на нагряване ($T=400-700^{\circ}\text{C}$) не се формират нитридни фази, които да са причина за резки деформационни изменения.



Фиг.5. Дилатометрични криви на спичане на изследваните Fe-Ti смеси в азотна среда

Съпоставяйки дилатометричните криви на спичащите среди се вижда, че Fe-2%Ti сплавите се спичат като чисто желязо без каквито и да е изменения в температурната област $400-700^{\circ}\text{C}$. Поради малкото количество титан в механичните смеси полиморфното $\alpha\text{Ti}\leftrightarrow\beta\text{Ti}$ превръщане не се регистрира на дилатометричните записи. Отчита се само фазовото $\alpha\text{Fe}\leftrightarrow\gamma\text{Fe}$ превръщане. От кривите се вижда, че до температура $T=580^{\circ}\text{C}$ наблюдаваната линейна зависимост на увеличаване на размерите е вследствие на термично разширение на пробите. За трите вида проби, то е еднакво $\Delta L/L_0=1,47\%$ - практически видът на железния прах и плътността на пресовките не оказва влияние на разширението до тази температура. Различие в скоростта на раздуване на пробите се появява при увеличаване на температурата до температура на фазовото превръщане на желязото ($T=911^{\circ}\text{C}$). В по-голяма степен нарастват размерите на пробите, изработени от DistaloySA+2%Ti и DWP+2%Ti ($\Delta L/L_0$ е съответно е 1,69%, 1,66%), а за тези от смесите DP.200+2%Ti, $\Delta L/L_0$ е 1,54%. При температурата на фазовото превръщане $\alpha\text{Fe}\rightarrow\gamma\text{Fe}$ се наблюдава свиване и процента на свиването е еднакъв за трите вида проби. Нагряването в областта на аустенита до температурата на изотермично спичане рязко увеличава размера на образците - до $\Delta L/L_0=1,8-2,2\%$. С по-голяма скорост нараства размера на пробите от дифузионно легиран прах DistaloySA и по-време на целия спичащ процес раздуването им остава най-голямо. При същите проби фазовото превръщане $\gamma\text{Fe}\rightarrow\alpha\text{Fe}$ не се извършва при постоянна температура, както при пробите от нелегиран железен прах. Това показва, че в спечената структурата се формира легиран аустенит, който не претърпява фазово превръщане.

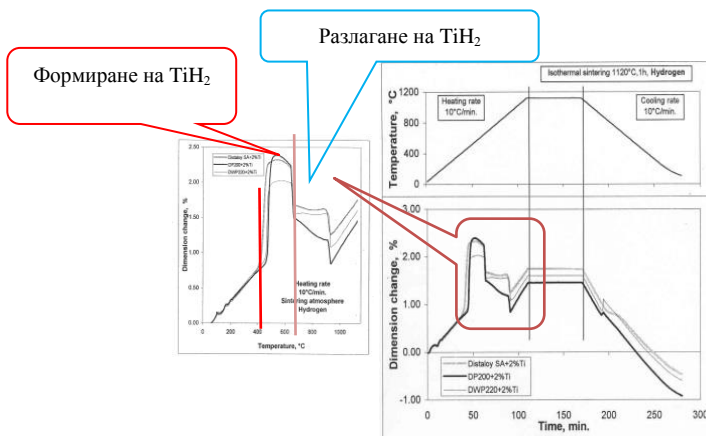
Поведение при спичане на механични смеси DistaloySA+2%Ti, DWP200+2%Ti и DP200+2%Ti във водородна среда

Характерът на дилатометричните криви при спичане на различните видове пресовки във водородна среда показва различия в сравнение спичането в азотна среда. В чиста водородна среда спичането протича със съществено раздуване на пробите ($\Delta L/L_0, \%$) в температурния интервал на най-високата активност на Ti към водорода ($T=420-680^\circ\text{C}$). Това се дължи на взаимодействие на титановите частици със спичащата водородна среда, в резултат на което се формират титанови хидриди, характеризиращи се с по-голям обем. Пикът на диференциалната кинетична температура крива, отчита екзотермичен ефект, свързан с появата на нова фаза (TiH_2). При $T=610-620^\circ\text{C}$ е отчетена максимална стойност на относителното удължение ($\Delta L/L_0 \approx 2-2,4\%$). Прави впечатление, че най-съществено е раздуването на пробите изработени от механичните смеси DP200+2Ti и DWP200+2Ti.

Формираните TiH_2 съединения са неустойчиви, като в процеса на нагряване при температури над $T=700^\circ\text{C}$, се разлагат по реакцията:

$\text{TiH}_2 \xrightarrow{700^\circ} \text{Ti} + \text{H}_2$, което на дилатометричната крива се отчита като рязко свиване на пробите (фиг.6).

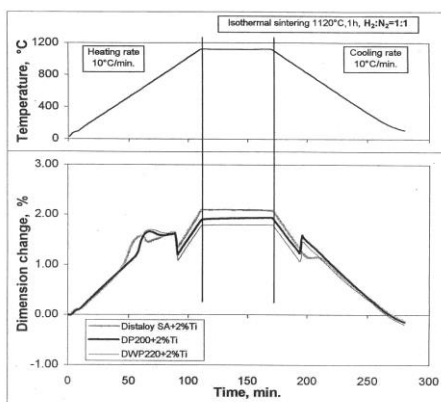
По отношение влиянието на скоростта на нагряване данните дават възможност да се представи влиянието на скоростта на нагряване до температурата на изотермичното спичане $T=1120^\circ\text{C}$ (2, 10, 30 $^\circ\text{C}/\text{min}$) при различните спичащи се сплави. При ниската скорост на нагряване ($V=2^\circ\text{C}/\text{min}$), това раздуване започва от температури $T=380-400^\circ\text{C}$ и продължава до температура от около $T=700^\circ\text{C}$, като максимално раздуване получават пробите изработени от чисто желязния прах DP200 ($\Delta L/L_0 \approx 2.45\%$), а тези изработени от DistaloySA - $\Delta L/L_0 \approx 2,10\%$. При другите две скорости на нагряване, раздуването започва при достигане на по-високи температури ($T=500^\circ\text{C}$), като най-малко се раздуват пробите нагreti с най-висока скорост $V=30^\circ\text{C}/\text{min}$ (1,9-2,0%) в сравнение с тези нагreti при $V=10^\circ\text{C}/\text{min}$, където регистрираното дименсионно изменение е от порядъка на 2,1-2,45%, в зависимост от вида на сплавта.



Фиг.6. Дилатометрични криви на спичане във водородна среда

Поведение при спичане на механични смеси DistaloySA+2%Ti, DWP200+2%Ti и DP200+2%Ti в смесена среда, състояща се 50%H₂+50%N₂

Наличието на 50% водород в смесената спичаща среда, оказва влияние върху дименсионните изменения на пробите при спичане, което ясно личи по характера на дилатометричните криви (фиг.7). В процеса на нагряване се наблюдава характерното за спичане във водородна среда раздуване на пробите, дължащо се на формиране на титанови хидриди. То започва при температура от около 500°C за пробите изработени от DistaloySA+Ti като $\Delta L/Lo \approx 1.6\%$, доста по-малко от това при спичане на същите в чисто водородна среда. При пробите изработени от другите два железни праха DWP200, DP200 раздуването е около $\Delta L/Lo = 1,8\%$ при температура $T = 600^\circ\text{C}$. Окончателното свиване на изследваните сплави е около 0.2%.



Фиг.7. Дилатометрични криви на спичане в смесена среда

Таблица 1

Обобщена таблица с $\Delta L/Lo$, % след спичане

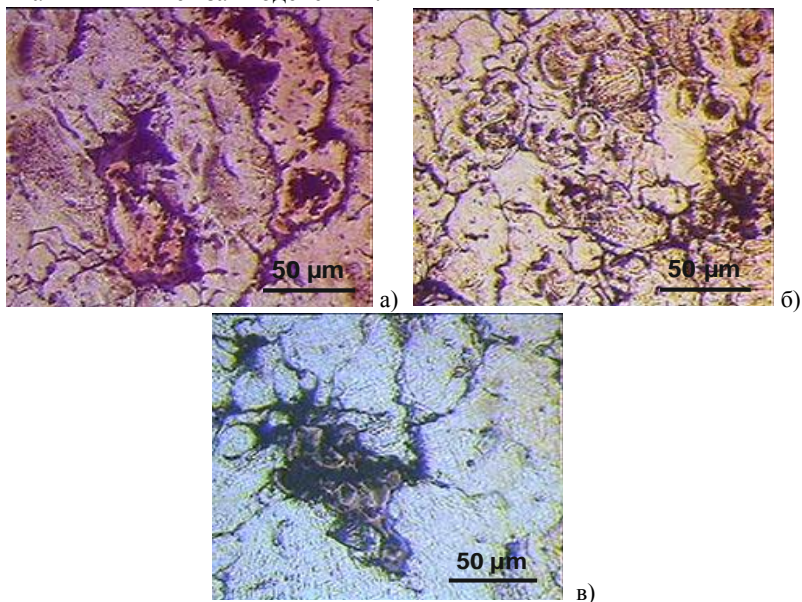
Спичащи среди

Механична смес	50% H ₂ :50% N ₂		N ₂			H ₂	
	V _{наг} , °C/min		V _{наг} , °C/min			V _{наг} , °C/min	
	10	10	10	2	10	30	30
$\Delta L/Lo$, %							
DistaloySA+2Ti	-0.18	0.25	-0.64	-0.5	-0.34		
DWP200+2Ti	-0.25	-0.03	-0.74	-0.59	-1.09		
DP200+2Ti	-0.19	-0.06	-0.64	-0.91	-0.76		

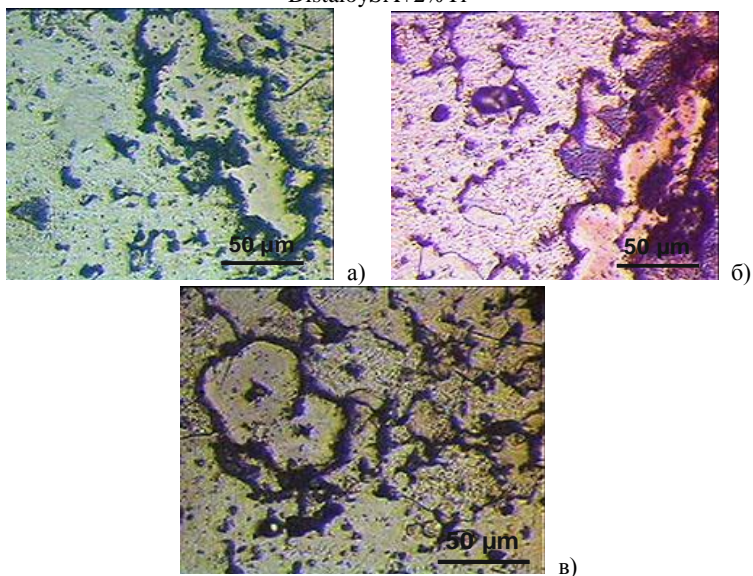
Металографски анализ на структурите след спичане

На фиг.8, 9 и 10 са показани микроструктури на спечените сплави DistaloySA+2%Ti, DWP200+2%Ti и DP200+2%Ti. Структурите се характеризират с нехомогенност - основната метална фаза е ферит, а в местата на контактите на ферита с титановите частици се наблюдава разнообразие от структури - легиран с титан ферит, титанови съединения (нитриди, оксиди, интерметалиди), евтектики, неразтворени титанови частици.

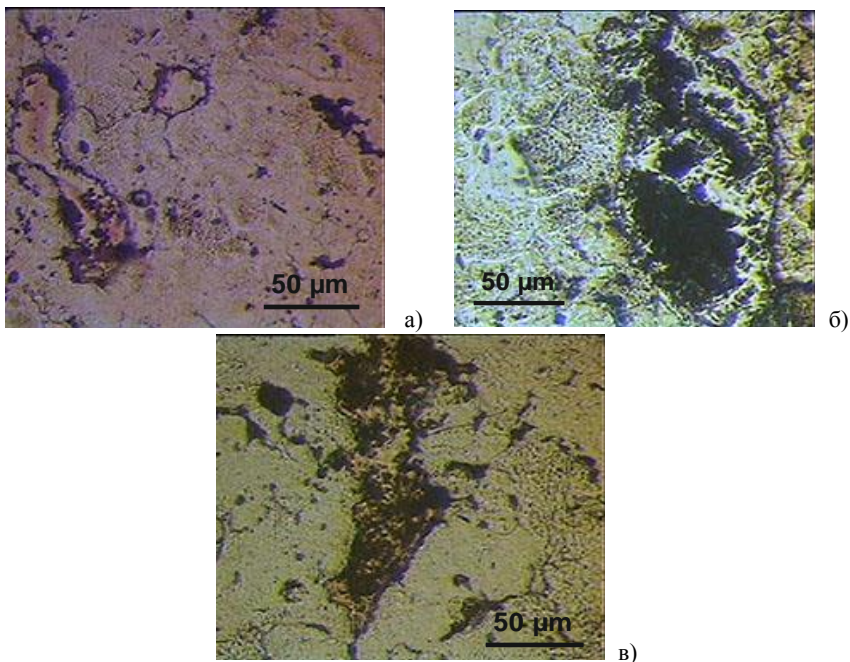
Вследствие активността на титана да взаимодейства със спичащите газове среди се подтиска дифузионната подвижност на атомите на двата компонента и превес имат химичните взаимодействия.



Фиг.8. Микроструктури след спичане на проби изработени от механична смес DistaloySA+2%Ti



Фиг.9. Микроструктури след спичане на проби изработени от механична смес DWP200+2%Ti



Фиг.10. Микроструктури на образи спичани в азотна среда: а)DP200+2%Ti; б,в) DistaloySA+2%Ti

Образуваните се фази вследствие течнофазното спичане имат много висока микротвърдост над 1000-1400HV0.05. Металографски регистрираната по-висока порестост на структурата в тези места (около титановите съединения) се свързва с предшестващата течната фаза. Образуваната дифузионна порестост е вследствие транспортиране на течни фази чрез порестите канали към феритните зърна, а и на по-голямата дифузионна подвижност на титановите атоми в кристалната решетка на желязото.

Основната феритна матрица има различни микротвърдоти и те зависят от вида на изходния прах. По-високи микротвърдоти са отчетени при пробите изработени от механичната смес на базата на дифузионно легирания прах прах DistaloySA+2%Ti, (100-350HV0.05). Измерените микротвърдоти на пробите изработени от механичните смеси на базата на нелегираните прахове DWP200 и DP200 са почти еднакви, като стойностите са 50-250HV0.05. По-високите стойности на микротвърдостите (300-400HV0.05) при всички проби са отчетени в зоните на легирания с титан ферит.

Изводи към Глава 3

1. *Спичането на Fe-2Ti пробите съществено се влияе от спичащата среда:*

1.1. *Спичането в чисто водородна (редукционна) среда протича съществено раздуване (увеличаване на дължината на пробата) ($\Delta L/L_0 \approx 2-2,4\%$), в температурния интервал на най-висока активност на титана към водорода ($T=350-650^\circ\text{C}$). Най-съществено е раздуването при пробите DWP+2%Ti.*

1.2. При спичане в неутрална азотна среда в същия температурен интервал пробите се раздуват по-малко ($\Delta L/L_0 \approx 1,47\%$), както при чисто железните проби.

2. Скоростта на нагряване при спичане във водородна среда оказва влияние на относителното линейно разширение на пробите и на температурата на взаимодействие на титана с водорода. Увеличаването на скоростта на нагряване измества протичането на химично взаимодействие на титана с водорода при високи температури от $T=570^\circ\text{C}$ при $V=2^\circ\text{C}/\text{min}$ и $T=680^\circ\text{C}$ при $V=30^\circ\text{C}/\text{min}$.

3. Микроструктурите на Fe-2%Ti спечените сплави представляват ферит и продуктите на взаимодействие на Fe-Ti – интерметални съединения TiFe, TiFe₂.

4. Микротвърдостта на феритната основа е 100-250HV0.05 за механични смеси на основа нелегиран железен прах, а за механичната смес на базата на дифузионно легиран прах DistaloySA+2%Ti, (100-350HV0.05). В зоните на легираня с титан ферит микротвърдостта е 300-400HV0.05, а на интерметалните съединения 1000-1500HV0.05 обобщена за всички спичащи среди.

5. За системата Fe-Ti спичането при изследваната температура ($T=1120^\circ\text{C}$) протича с участие на течна фаза, което е предпоставка за получаване на по-плътни структури.

Глава 4. УЯКЧАВАНЕ НА ЖЕЛЕЗНИ СИНТЕРОВАНИ СПЛАВИ С ДОБАВКА НА 2%Ti С ХИМИКО-ТЕРМИЧНИ ТЕХНОЛОГИИ

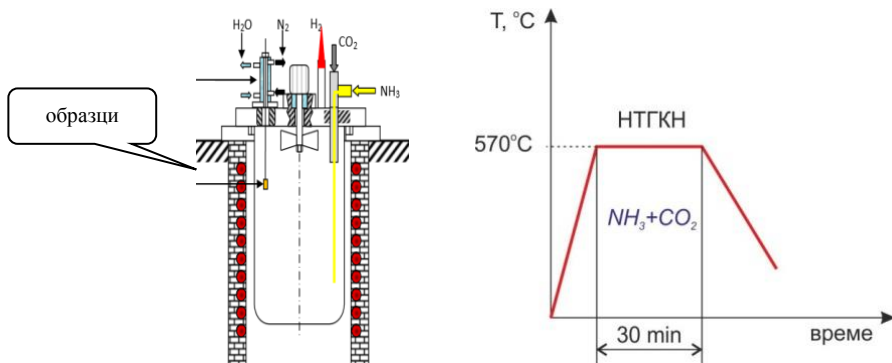
Проведените изследвания в Глава 3 от дисертационната работа, установиха, че железните ПМ сплави съдържащи Ti, след спичане получават нехомогенна структура, характеризираща се с разнородна микротвърдост: много високи микротвърдостти в зоните на образувалите се вследствие течнофазното спичане химични съединения (TiFe, TiFe₂), контрастиращи на фона на по-ниски твърдости измерени във феритната матрица.

1.1. Нискотемпературно газово карбонитриране в среда от NH₃+CO₂

В тази глава изследванията са насочени към възможностите за уякчаване на синтерованите Fe-Ti сплави при подевтектоидни температури, чрез прилагане на НТГКН. Легираните с титан сплави представляват интерес, защото легираната феритна матрица и дисперсните титанови нитриди с високата си термична устойчивост ще се отразят съществено върху уякчаването.

На нискотемпературно газово карбонитриране (НТГКН) са подложени образци изработени механични смеси DistaloySA+2%Ti, DWP200+2%Ti, DP200+2%Ti и ABC100.30+2%Ti.

Процесът на азотиране (карбонитриране) е реализиран в лабораторна шахтова пещ с обем на ретортата 2dm³ (фиг.11). Режимът на карбонитриране е осъществен в среда NH₃ и CO₂ при $T_{\text{ГКН}}=570^\circ\text{C}$ и време на насищане $\tau=30$ мин.



Фиг. 11. Схема на лабораторна пещ за ХТО и циклограма на режима на НТГКН ($T=570^{\circ}\text{C}$; $\tau =30\text{min}$; насищаща среда NH_3 и CO_2)

4.2 . Анализ на резултатите след проведено НТГКН на Fe-Ti сплави

От данните за относителното изменение на масата на пробите (табл.2) се съди за карбонитрируемостта на изследваните структури. Най-голяма степен на насищане (най-съществено изменение на масата 2,0-2,3%) се регистрира при сплавите Distaloy SA+2%Ti. Освен, че легиращите елементи способстват за по-високата карбонитрируемост на структурата, от влияние е и ниската им плътност. Плътностите на карбонитрираните проби и на четирите вида изследвани сплави са почти като изходните им, или малко по-ниски $\rho=6,0\text{-}6.5\text{ g/cm}^3$ (табл. 4).

Проведения рентгеноструктурен анализ установи наличието на нитридни фази: $\gamma'(\text{Fe}_4\text{N})$, $\epsilon(\text{Fe}_{2.3}\text{N})$, α_{N} . Количеството на регистрираните фази за всяка една сплав е посочено в табл. 2.

След карбонитриране повърхностите твърдости (HV5) се повишават различно при различните сплави. Сплавите от DistaloySA+2Ti получават най-високи и повърхностни твърдости и микротвърдости в сравнение с другите 160-250HV0.05.

Таблица 2

Вид и количество на нитридните фази, %; теглово изменение, %

материал	спичаща среда	фази. %		$\Delta m/m$
		α	$\epsilon+\gamma'$	%
Distaloy SA+2%Ti	H_2	18	82	2.3
	50/50= H_2/N_2	27	73	1.97
	N_2	17	83	1.95
DP200+2%Ti	H_2	46	54	1.5
	50/50= H_2/N_2	21	78	1.9
	N_2	39	61	1.5
DWP200+2%Ti	H_2	29	71	1.3
	50/50= H_2/N_2	27	73	1.7
	N_2	16	84	1.2

Таблица 3

Вид и количество на нитридните фази, %; тегловно изменение, %

№	материал	нитридни фази				Δm/mo
		α _N , %	ε, %	γ', %	Σ(ε+γ'), %	%
1	ABC100.30+ 2%Ti	9,4	67,5	22,9	90,4	1.0
2		23,6	57,6	18,6	76,2	1.2
3		18,5	65,6	15,9	81,5	2.4
4		24,4	53,9	21,6	75,5	2.3
5		23,7	58,6	17,6	76,2	1.98
6		15,1	73,9	10,8	84,7	2.9

Измерените микротвърдости в карбонитрираната феритна матрица за всички сплави е 150-350HV0.05 и е по-висока от микротвърдостта след спичане. В областите на високонитридните фази микротвърдостите са сравнително високи 400-500 HV0.05, а в титановите зони са много високи около 1000-1500HV0.05.

Повишението на повърхностната твърдост спрямо изходната е около 2-2,5 пъти. При пробите изработени от нелегирани прахове, повишението на повърхностната твърдост след карбонитриране е по-малко. Забелязва се зависимост – по-високи твърдости и микротвърдости при структурите формирани в спичаща среда водород.

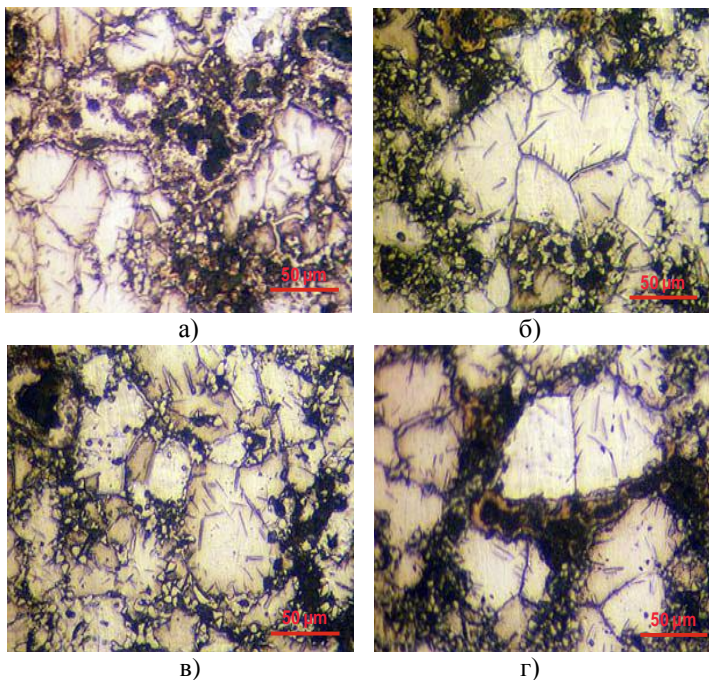
Представените микроструктури на карбонитрираните проби (фиг.12) показват:

- ✓ насищане на феритната структура с азот и отделяне на игли от γ'-вторични фази в процеса на охлаждане от нитрирания ферит.
- ✓ формиране на нитридни мрежи по границите на феритните зърна, по-дебели и по-плътни обвивки при пробите изработени от легиран феритен прах тип DistaloySA и ABC100.30.
- ✓ около Ti-частици, отделени игли в зоните на легиран с Ti ферит, вероятно от TiN фази, с много високи микротвърдости – 1400-1500 HV0.05.
- ✓ наличие на неразтворени Ti частици.

Таблица 4

Плътност, g/cm³; микротвърдост HV0.05; повърхностна твърдост HV5

Материал	Спичаща среда	Плътност, g/cm ³		HV0.05 на феритна матрица		HV5 след ГКН
		Спичане	ГКН	спичане	ГКН	
Distaloy SA+2Ti	H ₂	6.13	6.09	86-250	170-560	250-290
	50/50=H ₂ /N ₂	6.24	6.1	72-214	150-450	180-183
	N ₂	6.23	6.2	98-170	190-440	160-190
DP200+2Ti	H ₂	6.38	6.37	80-150	125-370	100-180
	50/50=H ₂ /N ₂	6.4	6.4	75-120	160-320	115-140
	N ₂	6.32	6.5	55-150	140-280	95-125
DWP+2Ti	H ₂	6.37	6.37	55-150	140-300	100-119
	50/50=H ₂ /N ₂	6.3	6.4	75-100	140-280	90-130
	N ₂	6.42	6.5	56-149	135-250	98-130



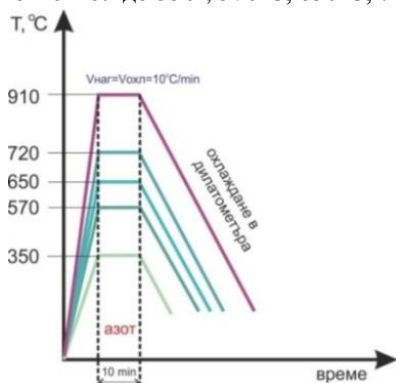
Фиг.12. Микроструктури на карбонитрирани Fe-Ti проби спечени в азотна среда

Термична стабилност на нитридните фази

Проведеното изследване заложи да се проследи температурния интервал на фазовите промени в карбонитрирани спечени легирани с титан сплави. За целта карбонитрираните проби изработени от ABC100.30+2%Ti бяха подложени на повторно нагряване в лабораторни условия до определени температури.

Методика за термично нагряване на карбонитрирани образци

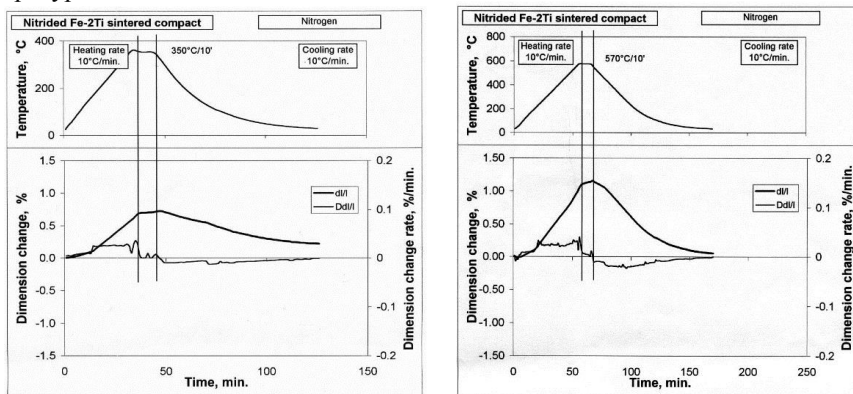
Повторното нагряване на карбонитрираните образци е реализирано в лабораторни условия в дилатометър NETZSCH 402E. Температурите на нагряване са съответно: до 350°, 570°C, 650°C, 720°C и до 910°C (фиг.13).



Фиг.13. Циклограма на повторно нагряване на карбонитрирани проби в дилатометър

Дилатометричен анализ при повторно нагряване на карбонитрирани структури

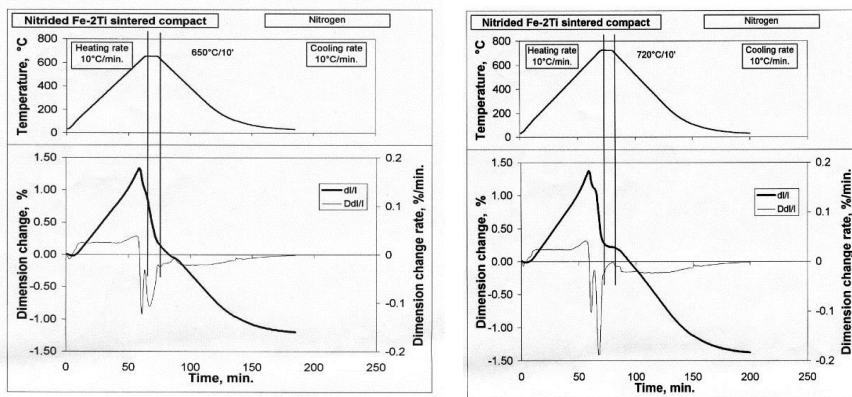
Дилатометрични криви посочени на (фиг.14) показват настъпилите изменения в размерите на пробите по време на термично нагряване при различните температури.



Фиг. 14. Дилатометрични криви на нагряване и охлаждане на пробите до а) 350°C; б) 570°C

Образците нагрявани при температури $T=350^{\circ}\text{C}$ и $T=570^{\circ}\text{C}$ показват основно разширение по време на нагряването, съответно $\Delta L/L_0 \approx 0,8\%$ и $\Delta L/L_0 \approx 1,2\%$ и последващо термично свиване по време на охлаждането.

Дилатометричните криви (фиг.15) на образците нагряти при по-високите температури са показват съществена промяна, която настъпва в размерните изменения, причинени от процеса на деазотиране. Внезапното свиване, започва от $T=610^{\circ}\text{C}$ и продължава до $T=630^{\circ}\text{C}$ и се дължи на загуба на азот, причинено от разлагане ϵ -фазата и трансформацията на $\alpha_N \rightarrow \gamma_N$

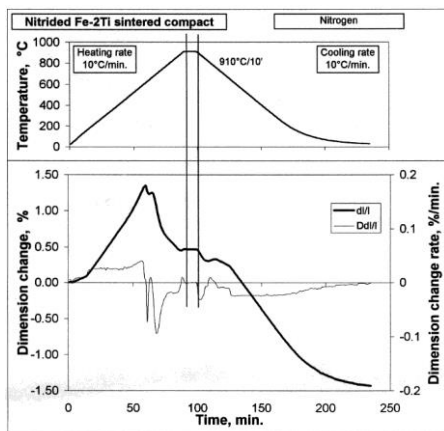


Фиг. 15. Дилатометрични криви на нагряване и охлаждане на пробите до а) 650°C; б) 720°C

Допълнителното свиване на образците, което се наблюдава в температурния диапазон от $T=630-680^{\circ}\text{C}$, вероятно се дължи на вторичното превръщане на $\gamma_N \rightarrow \alpha$

и деазотиране на γ_N фазата. При образците, които се нагреват до 650 и 720°C се наблюдава и изотермично свиване.

Образците нагreti до 910°C се деазотират напълно в процеса на нагряване.



Фиг. 16. Дилатометрични криви на нагряване и охлаждане на пробите до 910°C

Крайното свиване на образците поради деазотирането е почти едно и също: $\Delta L/L_0=1.25\%$ (650°C), 1.40% (720°C) и 1.45% (910°C).

Металографски анализ на структурата след повторно нагряване

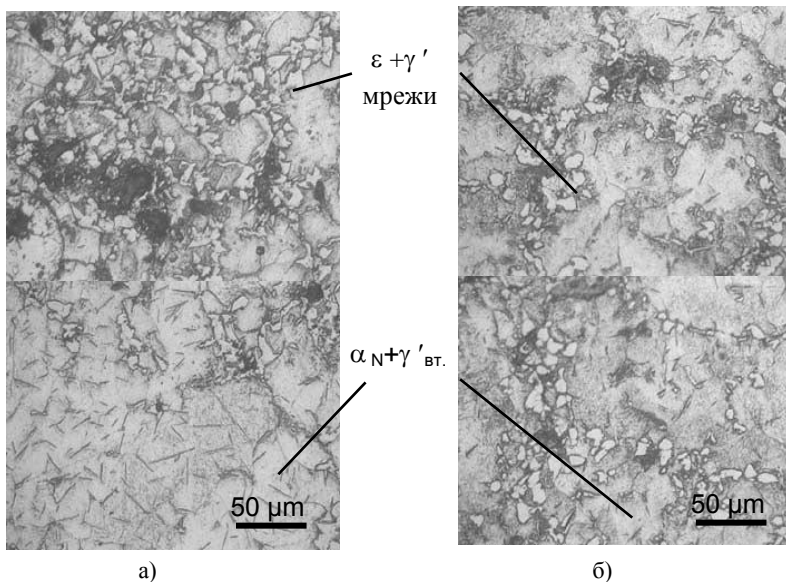
Проведения металографски и рентгеноструктурен анализ върху изследваните образци потвърди описаните размерни промени в процеса на нагряване и охлаждане.

На фиг.17 са посочени микроструктурите след термично нагряване при $T=350$ и 570°C. Регистрираното количество на нитридните фази е високо (83-72%), което се потвърждава и от незначителното намаляване на теглото на образците $(\Delta m/m_0)=0.02-0.03\%$. Направените микроструктурни снимки показват, че формираните след карбонитриране мрежи от $(\epsilon+\gamma')$ фази около зърната не променят морфологията си. Забелязва се тенденция за незначително разпокъсване и изтъняване на $(\epsilon+\gamma')$ мрежите в структурата на сплавите нагreti до 570°C. Измерената микротвърдост в азотистия ферит (α_N) на пробите нагreti до 350°C е 190-200HV0.05, а за тези, темперирани при 570°C - 150-190HV0.05.

Нагряването до по-високите температури 650-910°C променя фазовия състав и микроструктурата на карбонитрираните сплави. При тези температури на нагряване, регистрираното тегловно изменение изразено с намаляване на масата на пробите е с 2%. Това се дължи на интензивното протичане на деазотиращи процеси в структурата: обедняване на ϵ -фазата с азот и трансформирането ѝ в аустенит по реакцията $\epsilon \rightarrow \gamma_N + \gamma'$ и евтектоидно разпадане на аустенита $\gamma_N \rightarrow \alpha_N + \gamma'$.

Регистрираното количество на γ' фазата в структурата след охлаждане на образците нагрявани при 650 и 720°C е 7,4% и 7,9%. Измерената микротвърдост е 100-160HV0.05 и 90-118HV0.05.

При пробите нагreti до 910°C фазовия анализ не отчита наличието на нитридни фази в структурата. Регистрира се само α_N , с микротвърдост 100-130HV0.05.

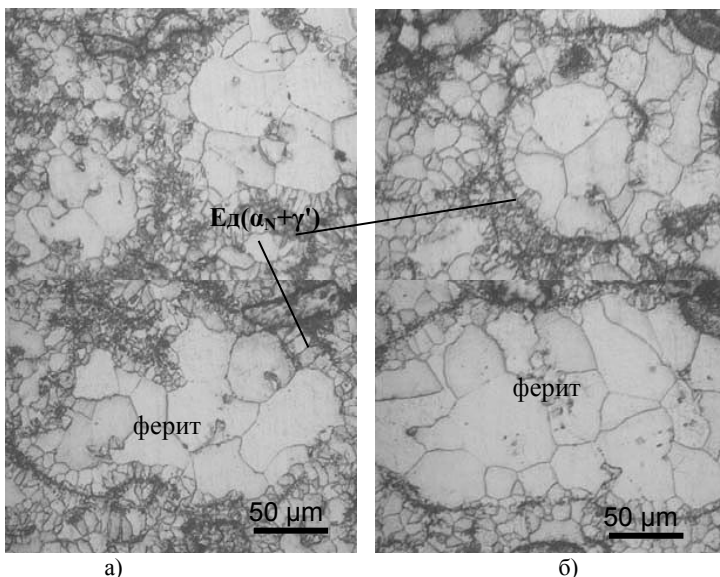


Фиг.17. Микроструктури на карбонитрираните образци след повторно нагряване до:
а) 350°C; б) 570°C

Таблица 5

Количество на нитридните фази след термично нагряване и охлаждане

N на проба	α_{N} , %	ϵ , %	γ' , %	$\Sigma(\epsilon + \gamma')$, %
1 (350°C)	17,1	72,8	10	82,8
2 (570)	28,2	58,2	13,5	71,7
3 (650)	92,5	-	7,4	7,4
4 (710)	92	-	7,9	7,9
5 (910)	100	-	-	-



Фиг.18.Микроструктури на карбонитрираните образци след повторно нагриване до:
а) 650°С; б)710°С

Изводи към Глава 4

Проведеното изследване установи, че прилагането на НТГКН води повишаване на повърхностната твърдост и микротвърдост на порестите спечени сплави. Това повишаване зависи от вида на металната основа (легирана, нелегирана). При приложения режим на ГКН увеличаването на повърхностната твърдост HV5 и микротвърдост е около 1,5-2 пъти. Най-високи повърхностни твърдост са получени при проби изработени от DistaloySA и спечени във H₂ среда (250-290 HV5).

1. Количеството на нитридните фази и степента на карбонитрируемост зависи от вида на металната основа и от плътността на структурата;
2. При избрания вариант на НТГКН (T=570°С, 30 мин) за сплавите с размер 4x5x15mm и плътност 6,2-6,4 g/cm³ се получава насищане по цялото сечение на пробите;
3. Количеството на високонитридните фази намалява в дълбочина, за сметка на намаляване на ε-фазата, докато количеството на γ'-фазата остава постоянно по цялата дълбочина на пробата.
4. Върху качествата на карбонитрираните структури (свойства, вид и количество на фазите) може да каже, че видът на спичащата среда не оказва влияние.

След проведеното повторно нагриване на карбонитрираните проби се установи, че:

1. Проведените дилатометрични, металографски и рентгеноструктурни анализи доказаха, че формираните след НТГКН нитридни фази ε и γ' са устойчиви до T=570°С;

2. Според записа на дилатометричните криви се установи, че нагряването на образците при около $T=610^{\circ}\text{C}$ е съпроводено със съществено свиване, което се дължи на загуба на азот, причинено от разлагане ε -фазата и трансформацията на $\alpha_N \rightarrow \gamma_N$.
3. При образците нагreti до по-високи температури $T=650; 720^{\circ}\text{C}$ не се регистрира ε -фаза, а γ' -фазата показва по-висока стабилност, като се разлага напълно при $T_{нагр}=910^{\circ}\text{C}$.

Глава 5. ПРИЛОЖЕНИЕ НА ИЗКУСТВЕНИ НЕВРОННИ МРЕЖИ ЗА ПРОГНОЗИРАНЕ НА СВОЙСТВАТА НА СИНТЕРОВАНИ СПЛАВИ

В областта на праховата металургия създаването на модели на ИНМ намират широко приложение за прогнозиране на важни свойства на синтерованите материали.

Основните технологични параметри, които имат определящо влияние върху спичането, са температурата, скоростта на нагряване и продължителността на процеса. Допълнително въздействие оказват и свойствата на изходния прах или механична смес, порестостта на пресовките, атмосферата на спичане и др. Не съществува общоприет критерий за оценка на степента на спичане поради голямото разнообразие на спичаните изделия и изискванията по отношение на свойствата им. В много случаи степента на спичане се определя от изменението на плътността на изделията. Всички посочени параметри, имащи отношение към качествата на крайните спечени изделия, могат да се прогнозират с методите на изкуствените невронни мрежи.

Основната единица в ИНМ е неврон, който е вдъхновен от биологичната нервна система. Невроните са свързани помежду си с фактори (коефициенти) на тежест. Често невронните мрежи се коригират или обучават, така че определен набор от входове води до специфичен изход. Процедурата за обучение на ИНМ се състои в промяна на коефициентите на тежест чрез сравняване на изхода и на целта. Този процес продължава докато изходите на мрежата съответстват на целите. Мрежите обикновено са обучени за използване на голям брой входни със съответните изходни данни (входно/изходни двойки).

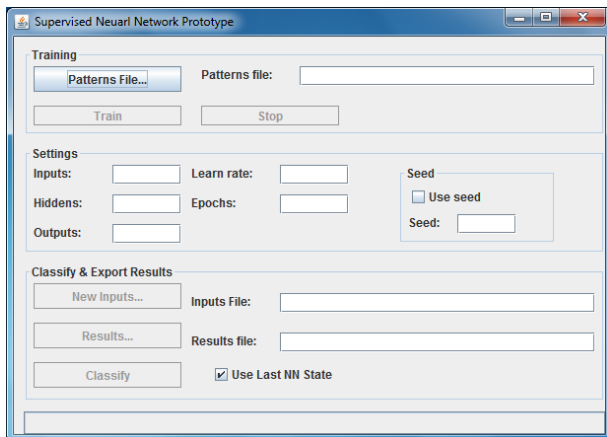
Модел-описание на невронна мрежа

В настоящата дисертационна работа е използвана невронна мрежа от тип многослоен персептрон (multilayer perceptron), с един скрит слой обучаван по алгоритъма с обратно разпространение на грешката (backpropagation) и активационна функция биполярен сигмоид. Може да се използва за обучение с произволни данни (последователности от реални числа) и генериране на нови изходни данни по непознати входни данни. В този тип невронни мрежи невроните са подредени в слоеве и информацията се обработва в една посока, от входа към изхода. Броят на невроните във входния слой и във изходния слой се определят съответно от броя на входните и изходните параметри,

Реализация на невронна мрежа за прогнозиране на плътност след спичане на синтеровани сплави на желязна основа

За реализация на изкуствената невронна мрежа в настоящето изследване е създаден приложение-програмен продукт, разработен на език за програмиране Java, работещ след инсталиране на Java Runtime Environment.

Стартирането на приложението става чрез файл **StartOnWindows.bat** за операционна система Windows. На фиг. е показан общ изглед на приложението при начално стартиране.



Фиг.19. Приложението при начално стартиране

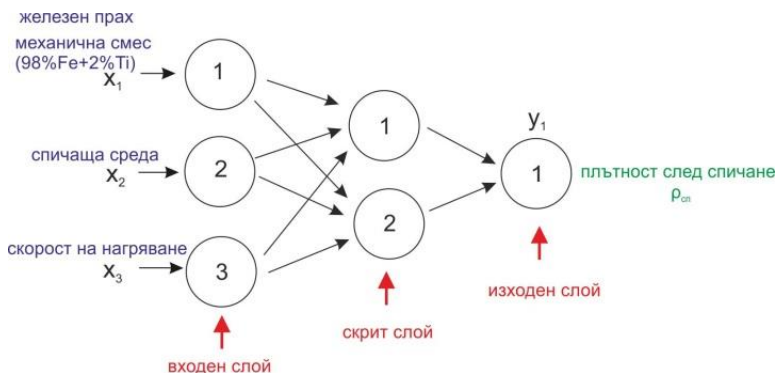
Определяне на входни параметри на невронната мрежа

Изборът на входните параметри е важен аспект при моделиране с невронна мрежа. Обикновено този избор се основава на физическата основа на изследваните процеси. Всички съответни параметри, влияещи върху изходните резултати трябва да бъдат представени във входните данни на невронната мрежа.

Тъй като структурата и свойствата на синтерованите изделия до голяма степен се определят от свойствата на изходните прахове или смеси, както и от технологичните режими на формоване и спичане, в настоящата работа като входни параметри са използвани:

- ✓ вид на желязния прах или тип механична смес;
- ✓ защитна атмосфера на спичане;
- ✓ скорост на нагриване на пресовките.

Тези фактори оказват влияние, както върху качествата на формираната структурата така и върху плътността след спичане на ПМ изделия.



Фиг.20. Схематичен модел на ИНМ за симулация и прогнозиране на плътността на синтеровани сплави след спичане в различни спичащи среди при различни скорости на нагряване

За създаване на модела на ИНМ са събрани и използвани експериментални данни относно плътността след спичане на образци изработени от различни търговски марки железни прахове - нелегирани и легирани, както и на механични смеси с добавка на Ti в съотношение 98тегл.%Fe+2тегл.%Ti. Определянето на плътността е реализирано съгласно методики описани в Глава 2. Част от данните, използвани за моделиране с ИНМ, са описани и анализирани в Глава 3 от дисертационния труд. За подобряване точността на класификация и прогноза с мрежата е необходимо по-голямо количество експериментални данни. Поради това са използвани и данни, взаймствани от разработки на други автори.

В табл. 5 е представена извадка на данните, участващи при създаването и функционирането на ИНМ.

Таблица 5

Извадка с експериментални данни

Прахове/механични смеси	Спичаща среда	Скорост на нагряване, °C/min	плътност след спичане, ρ g/cm ³
DistaloySA+2%Ti	водород	2	6,13
DistaloSAy+2%Ti	водород	10	6,25
DistaloySA+2%Ti	водород	30	6,24
DWP200+2%Ti	водород	2	6,37
DWP200+2%Ti	водород	10	6,38
DWP200+2%Ti	водород	30	6,14
DP200+2%Ti	водород	2	6,38
DP200+2%Ti	водород	10	6,25
DP200+2%Ti	водород	30	6,18
ASC100.29+2%Ti	водород	2	6,38
ASC100.29+2%Ti	водород	10	6,25
ASC100.29+2%Ti	водород	30	6,18
ASC100.29	водород	2	6,01
ASC100.29	водород	10	6,02
ASC100.29	водород	30	6,3

Известно е, че ИНМ работят само с количествени характеристики, затова е необходимо данните за двойката входни/изходни параметъра да бъдат представени в цифров формат. На табл. 6 е показано кодирането на входните параметри по

отношение на използваните марки железен прах и механични смеси, видовете спичащи атмосфери и скоростите на нагряване.

Таблица 6

Кодирание на входните параметри

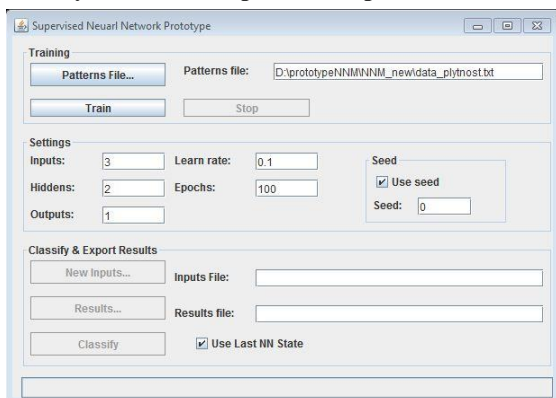
Марки прахове		Спичаща среда		Скорост на нагряване	
Марка	Код	Среда	Код	Скорост	Код
DistaloySA	1	водород (100%)	1	2	1
DWP200	2	смесена (H95:N5)	2	10	5
ASC100.29	3	смесена (H75:N25)	4	30	9
AstaloyCrL	4	смесена (H50:H50)	6		
SC100.26	5	смесена (H5:N95)	8		
DistaloySA+2%Ti	6	азот(100%)	9		
DWP+2%Ti	7				
DP200+2%Ti	8				
ASC100.29+2%Ti	9				

В настоящето изследване за обучаващи примери са взети около 2/3 от наличните експериментални данни. Обучаващия пример съдържа информация за входния вектор: вид на материала (железен прах/механична смес, спичаща среда, скорост на нагряване), както и за изходния вектор в случая плътността след спичане. На фиг. 21 по-долу е показано изображение с част от данните на обучаващия пример.

6	1	1
6, 13	1	1
6, 1	5	
6, 25	1	
6, 1	9	
6, 24	1	
7	1	1
6, 37	1	
6, 1	5	
7	1	9
6, 14	1	
8	1	1
6, 38	1	
8	1	5

Фиг.21.Част от входни данни за обучение на мрежата

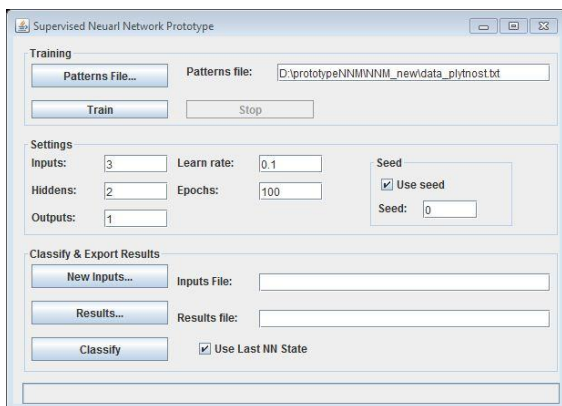
Обучение на невронната мрежа



След избор на файл с входни данни (фиг.22) автоматично се попълват данните в полетата на групата Settings и невронната мрежа може да бъде обучена. Бутонът Train става активен.

Фиг.22.Приложение при избран файл с входни данни

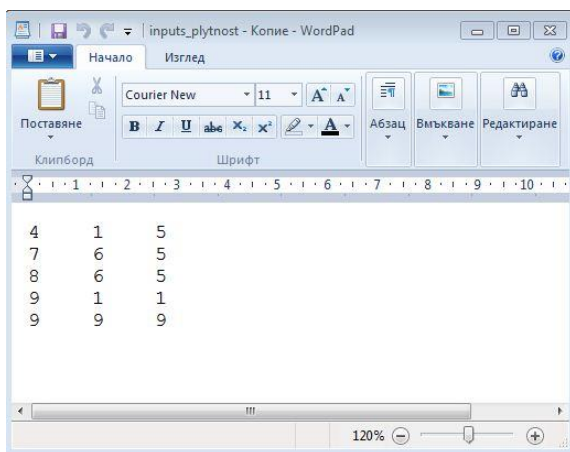
Обучената невронна мрежа (фиг.23) е готова и може да се използва за класификация или прогнозиране, чрез генериране на изходни данни по подадени нови непознати входни данни.



Фиг.23. Приложение при обучена невронна мрежа

Класификация/прогнозиране с невронната мрежа

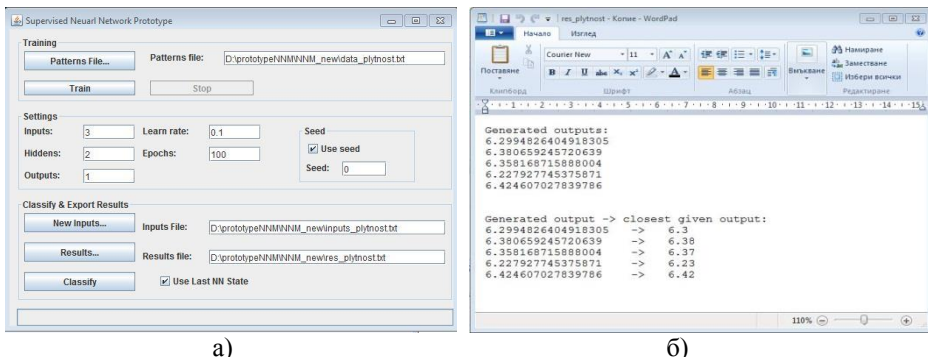
Чрез бутон New Inputs... може да се избере файл с нови входни вектори за обучена невронна мрежа (фиг.24). Всеки входен вектор трябва да е на нов ред и размерността му трябва да е същата като тази на входните вектори използвани при обучението. Новите входни вектори не трябва да са взели участие във фазата на обучение на невронната мрежа, тъй като за тях ще се генерират резултати.



Фиг.24. Файл с нови входни вектори неучаствали в обучението

Преди да се генерират резултатите трябва да се зададе изходен файл за резултатите. В него за всеки вектор от файла с новите непознати входни вектори се генерира изходен вектор. Файлът с резултати е разделен на две секции (фиг.25б). В първата част са записани генерираните изходни вектори, а във втората са записани

генерираните вектори и най-близките до тях познати изходни вектори, използвани във фазата на обучение на невронната мрежа.

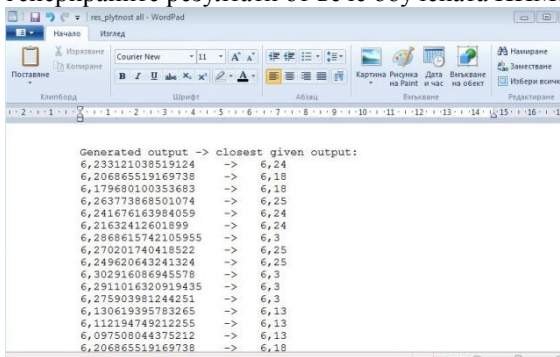


а) б)
 Фиг.25. Приложение при готовност за класификация – а;
 Изображение на генериран файл с изходни резултати – б

Тестване на обучената невронна мрежа

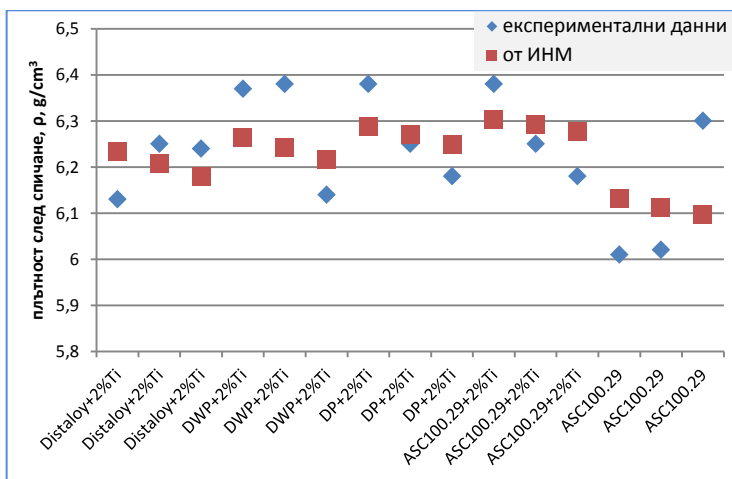
След обучение на невронната мрежа за прогнозиране на резултатите относно плътността след спичане на различни по вид железни прахове и смеси спичани в различни газови атмосфери бе направено и тестово изпитване за адекватност на приложимостта на създадената ИНМ.

Най-логичния начин за проверка е залагането на всички експериментални данни като нови входни вектори с цел да се установи съответствието им с генерираните резултати от вече обучената ИНМ.



Фиг. 26. Изображение на генериран файл с тестови изходни резултати

На посочената извадка (фиг. 26) с генерирани тестови изходни резултати се вижда, че получените данни относно плътността са близки до експерименталните, но тъй като проектираният модел е изцяло "статистически", се очаква леко несъответствие на генерираните резултати с експерименталните. Това ясно се вижда на фиг.27, където според сравнителните графики на диаграмата симулираните от ИНМ резултати за плътността са близки до действителните експериментално заложените данни.



Фиг. 27. Сравнителни графики с експериментални данни и данни от ИИМ

Изводи към Глава 5

От моделирането с помощта на изкуствената невронна мрежа, представена в тази глава, може да бъдат направени следното обобщение и изводи:

1. Създаден и разработен е модел на невронна мрежа и е реализирано програмно приложение за симулация и прогнозиране на плътността след спичане на различни видове ПМ синтеровани сплави в условия на различни спичащи среди и скорости на нагряване.

2. След обучение реализираната ИИМ по разработения модел показва много добро съответствие при симулация и прогнозиране на плътността на изследваните материали.

3. Адекватността на предложения модел дава основание да се предполага, че тази техника може с успех да се използва за изследване и прогноза и на други съществени свойства на синтерованите материали като: свиваемост, микротвърдост на металната основа, модул на еластичност и др. Генерираните изходни резултати могат да се получават и паралелно стига обучението на мрежата с подходящи входно-изходните данни да дава достатъчна точност.

4. Известно е, че ИИМ работят с цифрови данни и генерираните резултати не зависят от естеството на изходните данни, т.е. моделирането с ИИМ има универсален характер. Това предполага широки възможности при изследване свойствата на синтерованите материали, получени при различни условия, за което ще са необходими значителни ресурси за експериментална работа.

5. Приложението на ИИМ дава възможност за създаване на библиотеки от входно-изходни данни, които да служат за прогноза на свойствата на материалите. Единственото ограничение е да разполагаме с достатъчно експертни данни за адекватно обучение на системата.

б. Анализът на резултатите от моделирането с ИНМ може да се използва с успех за оптимизиране технологичния режим при получаване на синтеровани материали.

ОСНОВНИ ИЗВОДИ И ПРЕДЛОЖЕНИЯ ЗА ПРАКТИКАТА

На база проведените експерименти и анализ на получените резултати могат да се формулират следните основни изводи от дисертационния труд:

1. Спичането на Fe-Ti сплавите съществено се влияе от спичащата среда:
 - 1.1. Спичането в чисто водородна (редукционна) среда протича със съществено раздуване (увеличаване на дължината на пробите) в температурния интервал на най-висока активност на титана към водорода ($T=350-650^{\circ}\text{C}$). Това се отнася за всички изследвани проби.
 - 1.2. Скоростта на нагряване при спичане във водородна среда оказва влияние на относителното линейно разширение на пробите и на температурата на взаимодействие на титана с водорода. Увеличаването на скоростта на нагряване измества протичането на химично взаимодействие на титана с водорода при високи температури от $T=570^{\circ}\text{C}$ при $V=2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ и $T=680^{\circ}\text{C}$ при $V=30^{\circ}\text{C}/\text{min}$.
2. Прилагането на НТГКН води до повишаване на повърхностната твърдост и микротвърдост на изследваните спечени сплави.
 - 2.1. Количеството на нитридни фази и степента на карбонитрируемост зависи от вида на металната основа и от плътността на структурата;
 - 2.2. Върху качествата на карбонитрираните структури (свойства, вид и количество на фазите) не оказва влияние видът на спичащата среда.
3. Формираните след НТГКН нитридни фази ϵ и γ' са устойчиви до $T=570^{\circ}\text{C}$.
4. Създаденият модел на ИНМ показва много добро съответствие при прогнозиране на плътността след спичане на синтеровани ПМ изделия. Генерираните от невронната мрежа резултати са близки до експериментално получените стойности на плътността.

ПРИНОСИ НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

А: НАУЧНО ПРИЛОЖНИ ПРИНОСИ

1. Доказано е влиянието на спичащата среда върху структурата и свойствата на сплавите от системата Fe-Ti.
2. Потвърдено е, че скоростта на нагряване при спичането във водородна среда оказва влияние върху температурния интервал на формиране на титанови хидриди.
3. Доказано е формирането на интерметални съединения от типа TiFe и TiFe_2 с много високи микротвърдости вследствие на течно-фазно спичане.

4. Установен е температурния интервал на термична стабилност на нитридните фази в карбонитрираните легирани с Ti сплави.
5. Потвърдено е, че видът на базовия железен прах в праховите смеси легирани с титан оказва влияние върху структурата и свойствата им след спичане.
6. Доказано е, че прилагането на избрания режим на НТГКН ($T=570^{\circ}\text{C}$, 30 min) повишава твърдостта на ПМ изделия изработени от механични смеси легирани с титан.
7. Разработен е модел на ИММ за прогнозиране свойствата на синтеровани ПМ изделия при спичане в различни условия.

В: ПРИЛОЖНИ ПРИНОСИ

1. Реализирано е програмно приложение за симулация и прогнозиране на плътността след спичане на различни видове ПМ синтеровани сплави в условия на различни спичащи среди и скорости на нагряване.
2. Проверена е адекватността на предложения модел, което дава основание тази методика да се използва за изследване и прогноза и на други съществени свойства на синтерованите материали като: свиваемост, микротвърдост на металната основа, модул на еластичност и др.
3. Получените резултати относно структурата и свойствата на Fe-Ti сплави след спичане и както и след прилагането на НТГКН могат да бъдат полезни при създаване на нови материали с различни приложения.

Списък на публикациите по дисертационния труд

1. Harizanova S., T. Pieczonka, E. Ruseva, R. Rusev, M. Stoytchev, **D. Decheva**, Thermostability of nitrided phases in Fe-2Ti sintered alloys, EuroPM, Valencia, Spain, 2003, vol.1, p.435-440 ISBN 18990721709
2. Pieszonka T., Harizanova S., **Decheva D.**, Sintering of low temperature gas carbonitrided iron-base materials containing 2wt.% Ti, INTERNATIONAL POWDER METALLURGY CONFERENCE, Sakarya, Turkey, May 18-22, 2005
3. Харизанова С., **Дечева Д.**, Русева Е., Димитров Д., Нискотемпературно газово карбонитриране на железни прахови металургични сплави с добавка на 2%Ti, ИЗВЕСТИЯ на Съюза на учените – Варна, серия „Технически науки” 2’2004, 1’2005, стр. 18-24. ISSN1310-5833
4. Димитров Д., **Минчева Д.**, Тенденции в развитието на легирани железни прахове за конструкционни ПМ детайли, ИЗВЕСТИЯ на Съюза на учените – Варна, серия „Технически науки” 1’2014, стр.102-105, ISSN1310-5833
5. **Минчева Д.**, Николов, В, Приложение на изкуствени невронни мрежи за моделиране на плътността на синтеровани сплави, XXII НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКА КОНФЕРЕНЦИЯ С МЕЖДУНАРОДНО УЧАСТИЕ “ТРАНСПОРТ, ЕКОЛОГИЯ – УСТОЙЧИВО РАЗВИТИЕ”, ЕКО ВАРНА ‘2016 19 – 21 Май 2016 ISSN 2367- 6299 – под печат
6. **Минчева Д.**, Влияние на средата на спичане върху структурата и свойствата на железни синтеровани сплави с добавка на 2%Ti, XXII НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКА КОНФЕРЕНЦИЯ С МЕЖДУНАРОДНО УЧАСТИЕ “ТРАНСПОРТ, ЕКОЛОГИЯ – УСТОЙЧИВО РАЗВИТИЕ”, ЕКО ВАРНА ‘2016 19 – 21 Май 2016 ISSN 2367- 6299 – под печат

Специални благодарности на:

проф. д-р Христо Скулев, доц. д-р Слава Харизанова, доц. д-р Георги Антонов, доц. д-р Анатолий Антонов, ас. д-р Венцислав Николов гл. ас. д-р Ярослав Аргиров, д-р Тадеуш Печонка и на всички, които са били съпричастни към моята дисертационна работа.

Annotation

The main task of the dissertation work focuses on studying the structure and properties of sintered iron based alloys alloyed with 2% of titanium. The behavior of iron titanium powder mixtures during sintering in conventional media such as hydrogen and nitrogen has been studied.

By the methods of dilatometric analysis is found the influence of the sintering environment upon the structure and properties. The metallographic analysis, density, measurements of hardness and micro-hardness are also used.

The work is viewed and application of low-temperature carbonitriding on Fe-2%Ti compacts and its impact on the quality of the formed structures and properties. By dilatometric and metallographic studies the sustainability of nitride phases in the structure has been established.

In dissertation work is proposed a model of Artificial Neural Network (ANN) to predict the properties of the sintered alloy after sintering under different conditions (sintering environment and heating rate).

Based on the established model was implemented software application for predicting the properties of trademarks iron powders and powder mixtures containing 2% titanium.