УДК 621.791.75

П.І. Лобода, д-р техн. наук, чл.-кор. НАНУ, **В.Д. Кузнецов,** д-р техн. наук, проф**.,**
І.В. Смирнов, д-р техн. наук, доц., **М.О. Сисоєв**, асист.
К.П. Шаповалов, інженер
Національний технічний університет України «КПІ», Україна
ПАО «Новокраматорський машинобудівний завод», Україна
Тел./Факс: +38 (044) 406-82-42; E-mail: v.kuznetsov@kpi.ua

ДОСЛІДЖЕННЯ РОЗПОДІЛУ НЕМЕТАЛЕВИХ ВКЛЮЧЕНЬ В МЕТАЛІ ШВА ПРИ МОДИФІКУВАННІ НАНОДИСПЕРСНИМ ПОРОШКОМ ОКСИДУ АЛЮМІНІЮ

Розглянуто особливості модифікування зварювальної ванни наночастинками порошку оксиду алюмінію фракцією 50 нм. Досліджено розподілення за розміром, кількістю та об'ємною часткою неметалевих включень у металі зварних швів в залежності від кількості введеного нанодисперсного порошку. Встановлено ступінь засвоєння наночастинок розплавом зварювальної ванни при різних концентраціях порошку оксиду алюмінію. Визначена оптимальна кількість нанопорошку в лігатурі, яка максимально збільшує об'ємну частку дрібних неметалевих включень, відповідальних за структуроутворення та механічні властивості зварних швів.
Ключові слова: *зварний шов, зварювальна ванна, неметалеві включення, модифікування, нанодисперний порошок.*

1. Вступ

Перспективним напрямком покращення структури металу зварного шва є додавання в зварювальну ванну нанодисперсних порошків. Частинки нанопорошків, як модифікатори першого роду, забезпечують прискорене і більш рівномірне затвердіння металу в зварювальній ванні, здійснюють певний вплив на розмір зерен та неметалевих включень. Так, у роботі [1,2] вказується, що наявність в зварювальній ванні достатньої кількості неметалевих включень, які зіставні за своїми розмірам з зародками металу, що кристалізується, сприяє формуванню дрібнозернистої первинної структури зварного шва і поліпшенню його механічних властивостей. В [3] доведено, що при зварюванні низьколегованих сталей, додавання у рідкий метал зварювальної ванни незначної кількості нанопорошку оксиду алюмінію впливає як на загальний вміст, так і перерозподіл неметалевих включень, які можуть слугувати центрами зародження голкових форм фериту. В свою чергу, структура зварних швів залежить не тільки від хімічного складу неметалевих включень, а також від їх розмірів та щільності розподілу в металевій матриці.

Між тим, специфіка зварювального процесу пов'язаного з нерівноважністю кристалізації ванни може призводити, як до різниці між об'ємними частками нанопорошків, які вводяться у зварювальну ванну так і їх вмістом та розподілом в металі швів.

Мета роботи полягала у виявленні закономірностей розподілу неметалевих включень в металі зварного шва в наслідок модифікування зварювальної ванни нанодисперсним порошком оксиду алюмінію.

2. Матеріали та методики досліджень

Для проведення досліджень використовували низьколеговану високоміцну сталь 10Г2ФБ товщиною 10мм і зварювальний дріт марки 10ХГН2СМФТЮ.Процес зварювання здійснювали з застосуванням зварювального апарату АДФ 231 і напівавтомату КП 004УЗв суміші газів 72%Ar + 28%CO_2. Режими зварювання: струм *I* = 170–180А, напруга дуги *U* = 25–27В, швидкість зварювання *V* = 12,5 м/год, витрати газу 8–9 л/год, виліт зварювального дроту 15 мм.

В якості модифікатора застосовували нанодисперсний порошок оксиду алюмінію (Al_2O_3) фракцією 50нм отриманий кріохімічним методом. Основні перевагами даного методу над іншими є можливість одержання гранульованих матеріалів зі строго контрольованим розміром частинок та з високим ступенем хімічної однорідності;отримання порошків з аномально високою питомою поверхнею;запобігти забрудненню, що відбуваються за рахунок адсорбційних явищ;можна одержувати гідрофобні хімічні речовини та матеріали із високою стабільністю в умовах тривалого збереження[4].

Введення нанопорошку у зварювальну ванну проводили за технологічною схемою, яка передбачає виготовлення методами порошкової металургії лігатури із однорідної суміші порошків заліза та нанопорошку оксиду алюмінію, яка пресується спікається і використовується під час зварювання як витратний електрод певної довжини та діаметру, закладений у розділку крайок перед зварюванням. В даному випадку частинки нанопорошку не проходять скрізь зварювальну дугу і цілком потрапляють до зварювальної ванни[5].

3. Основний зміст і результати роботи

Кількість неметалевих включень і особливо їх розмір у сталях можуть сильно коливатися. В процесі кристалізації рідкої зварювальної ванни різні типи неметалевих включень можуть реагувати між собою, утворюючи складні включення, як за походженням, так і за складом. Взаємодіючи між собою, прості оксиди утворюють складні сполуки, температура плавлення яких нижче температури плавлення основного металу. Ці сполуки можуть находитися в розплавленому металі в рідкому стані і може протікати процес коалесценції (укрупнення в рідкому стані з утворенням складних включень).

Для виявлення закономірностей впливу модифікаторів із наночастинок на формування структури зварного шва при зварюванні низьколегованих сталей в роботі досліджено вплив добавок із нанопорошків оксиду алюмінію різною концентрацією. Після зварювання з присадкою лігатури методами кількісної металографії та рентгеноструктурного аналізу вивчався розподіл за кількістю та об'ємною часткою неметалевих включень в металі зварного шва.

За даними металографічного аналізу (рис.1) на шліфах виявляються неметалеві включення, кількість яких за допомогою комп'ютерної обробки підраховувалась в залежності від розмірів з кроком 0,05 і 0,25 мкм.

По площі неметалевих включень, що виявляються у площині шліфа визначалась відносна кількість неметалевих включень та їх об'ємна доля у відсотках. Отримані дані представлені у вигляді гістограм на рис. 2–5.

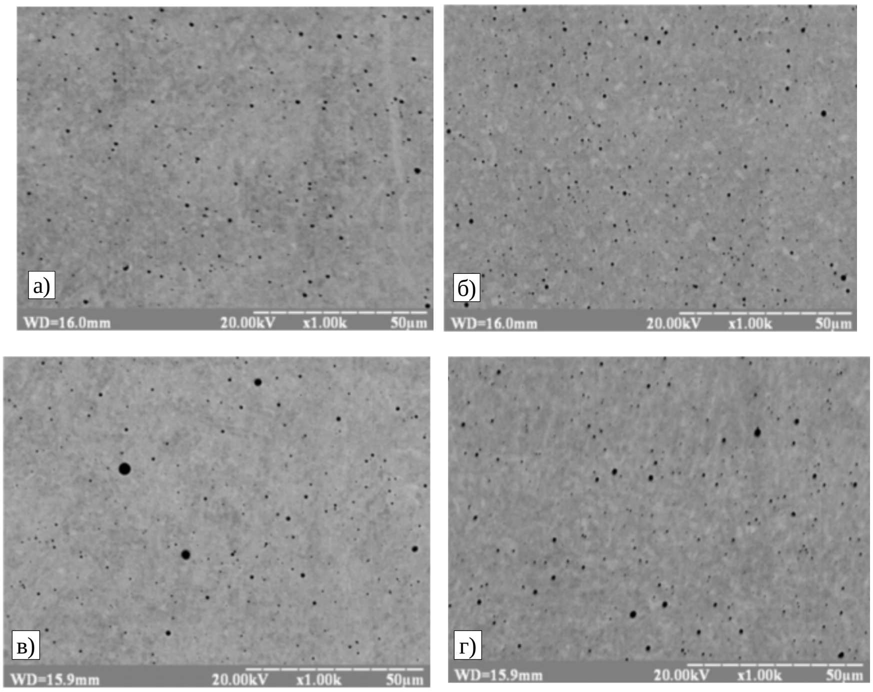
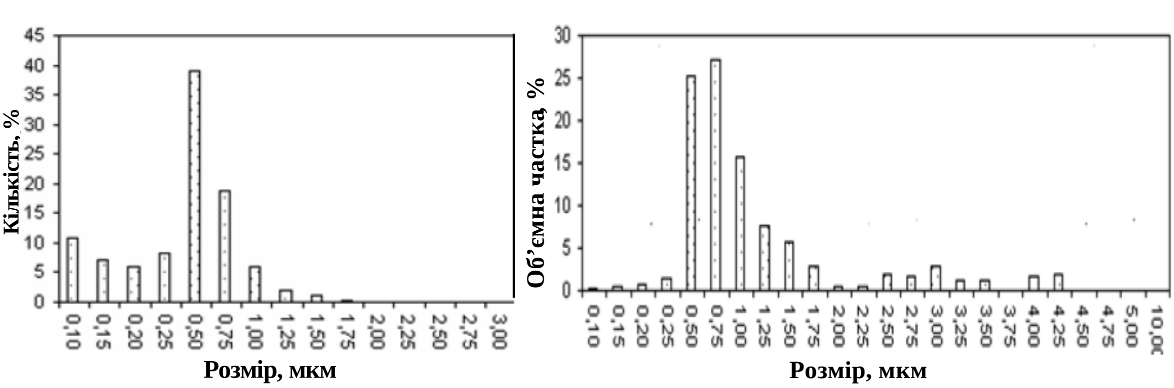


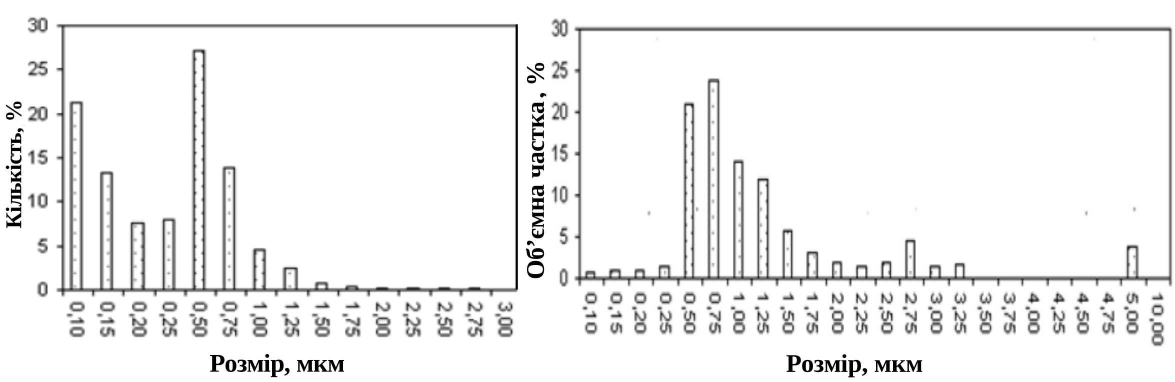
Рис. 1. Неметалеві включення у зварному шві а – вихідний зразок; б, в, г – з додаванням нанопорошку оксиду алюмінію у кількості 0,5об.%, 2,5об.%, 4,5об.% відповідно



а) б)

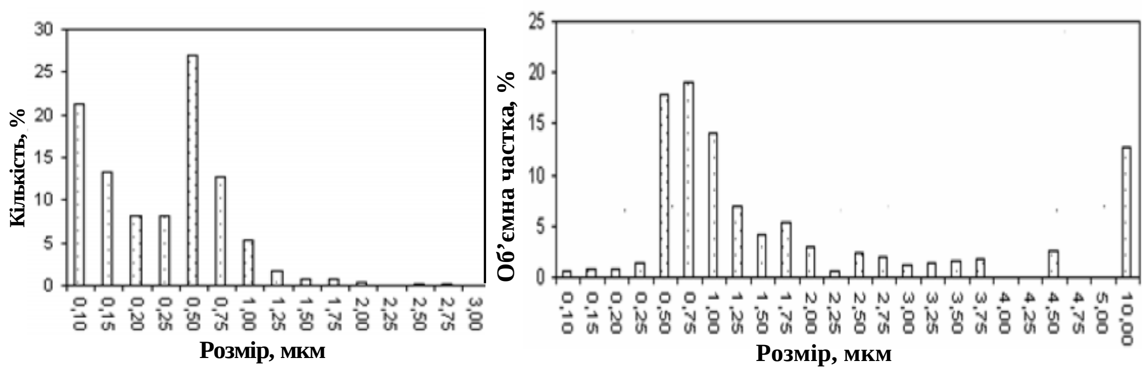
Рис. 2. Розподіл неметалевих включень у шві (вихідний зразок):а) за кількістю; б) за об’ємною часткою

Кількісним металографічним аналізом за розподілом та розмірами неметалевих включень в структурі матеріалу шва встановлено (рис. 2–5), що при додаванні 0,5об.% частинок порошку оксиду алюмінію,кількість найбільш дрібних включень з розміром (0,10–1 мкм) зростає. Одночасно з’являється більша кількість крупних неметалевих включень з розмірами 1–10 мкм. Особливо добре це виявляється на об’ємній долі крупних неметалевих включень (Рис. 4б). При додаванні порошку оксиду алюмінію 4,5об.% відбувається зворотний перерозподіл, який супроводжується зменшенням, як кількості дрібних, так і об’ємної частки крупних включень.



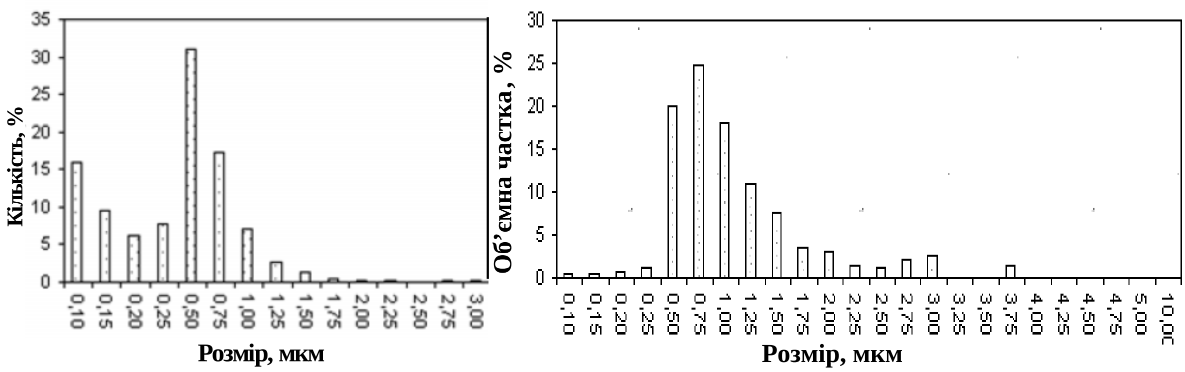
а) б)

Рис. 3. Розподіл неметалевих включень у шві з додаванням нанопорошку оксиду алюмінію у кількості 0,5%: а) за кількістю; б) за об'ємною часткою



а) б)

Рис. 4. Розподіл неметалевих включень у шві з додаванням нанопорошку оксиду алюмінію у кількості 2,5%: а) за кількістю; б) за об'ємною часткою



а) б)

Рис. 5. Розподіл неметалевих включень у шві з додаванням нанопорошку оксиду алюмінію у кількості 4,5%: а) за кількістю; б) за об'ємною часткою

По площі неметалевих включень, що виявляються у площині шліфа показано, що по мірі зростання кількості частинок оксиду алюмінію, що вводяться в зварювальну ванну, зростає об'ємний вміст неметалевих включень в об'ємі матеріалу шва (табл.1).

Таблиця 1. Кількість неметалевих включень з Al_2O_3 в металі шва

Кількість введеного Al_2O_3 в лігатуру, об.%	–	0,5	2,5	4,5
Кількість виявленого Al_2O_3 в металі шва, об.%	0,46	0,65	0,71	0,85
Кількість засвоєного Al_2O_3, об.%	–	0,19	0,25	0,39

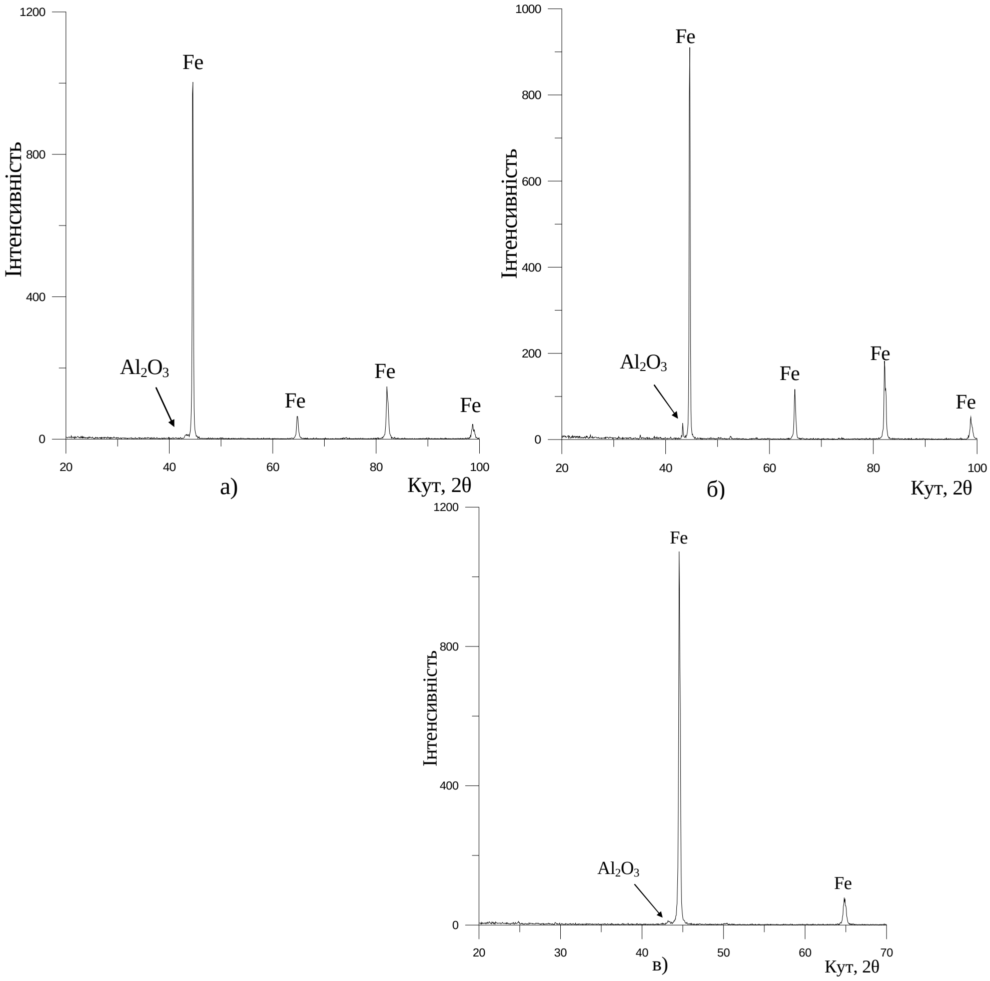


Рис. 6. Дифрактограма зварного шва з додаванням нанопорошку Al_2O_3 у кількості:а – 0,5об.%; б – 2,5об.%; в – 4,5об.%

Різниця між кількістю неметалевих включень в металі шва закристалізованого без та з наномодифікатором дозволила визначити кількість засвоєного металевим розплавом наночастинок оксиду алюмінію, яка змінюється від 0,19 до 0,39об.%, при збільшенні кількості добавки, що вводиться, майже на порядок (Табл.1). Такий перебіг процесу, обумовлений, вірогідно, переважним вилученням частинок наномодифікатора зі зварювальної ванни під час плавлення та кристалізації металу шва. Причому, чим більша концентрація чистого наномодифікатора в розплаві, тим швидше протікають процеси укрупнення частинок і тим швидше такі частинки переміщаються в розплаві внаслідок флотаційного ефекту.

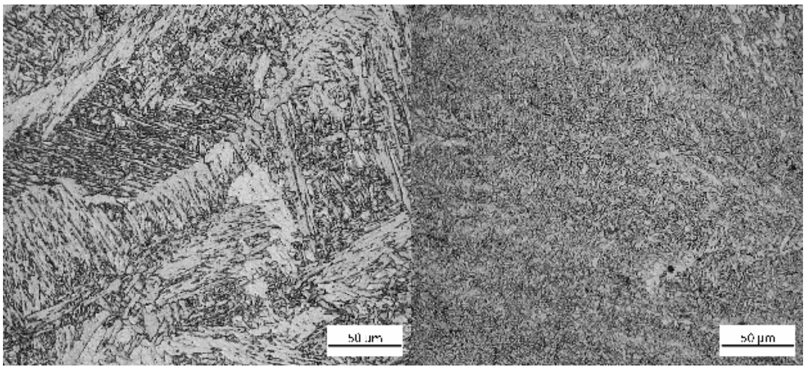
Збільшення розмірів неметалевих включень із оксиду алюмінію по мірі зростання концентрації наномодифікатора фіксується методами рентгеноструктурного аналізу (рис.6). Виявлено, що по мірі збільшення концентрації наномодифікатора збільшується як інтенсивність дифракційного максимуму, так і величина областей когерентного розсіювання фази із оксиду алюмінію (табл. 2).

Слід також зазначити, що у випадку додавання порошку оксиду алюмінію у кількості 0,5об.% області когерентного розсіювання у фази з Al_2O_3не виявляються. Крім того, за розміром областей когерентного розсіювання рентгенівського випромінювання добре фіксується ступінь подрібнення зерен мікроструктури (табл. 2), який зменшується приблизно на порядок у випадку додавання наномодифікатора. В табл.2 наведені дані по лігатурі, яка містить тільки порошок заліза і з вмістом нанопоршкуAl_2O_3у різних об'ємних відсотках.

Таблиця 2. Розмір областей когерентного розсіювання

Склад	Без нанооксиду	0,5об.% Al_2O_3	2,5 об.% Al_2O_3	4,5 об.% Al_2O_3
Fe	5553(A)	471 (A)	1682 (A)	442(A)
Al_2O_3	–	–	103 (A)	8728(A)

Подрібнення структури підтверджується даними металографічного аналізу (Рис. 7). Так, вихідна структура (Рис. 7а) характеризується крупно кристалічним станом, а з добавками нанопорошку оксиду алюмінію (Рис. 7б) притаманна подрібненість та дисперсність.



а) б)

Рис. 7. Мікроструктура вихідного шва (а) з додаванням нанопорошку Al_2O_3у кількості 0,5% – (б)

Таким чином, експериментально встановлено, що модифікування розплаву зварювальної ванни наночастинками оксиду алюмінію призводить до подрібнення як неметалевих включень так і структурної складової.

Як було доведено в [6], комп'ютерна обробка результатів розподілу неметалевих включень за розміром і складом дозволила виділити з загального масиву даних три основні групи за цими ознаками: включення розмірами до 0,3 мкм, 0,3–0,8 мкм та більше 0,8 мкм.

На рис. 8,9 наведені співвідношення кількості та об'ємної долі неметалевих включень в залежності від розмірів і вмісту нанопорошку оксиду алюмінію.

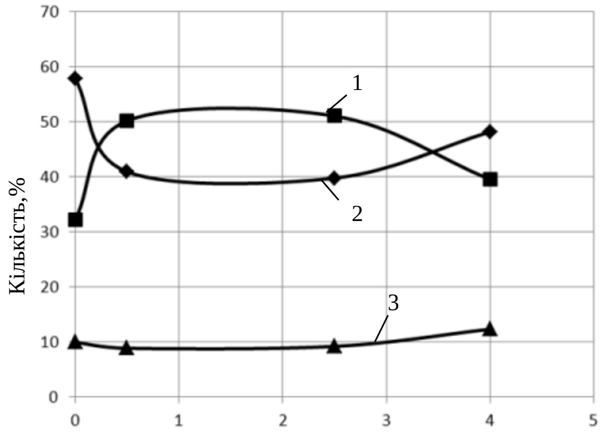


Рис. 8. Співвідношення кількості неметалевих включень в залежності від розмірів і вмісту нанопорошку оксиду алюмінію: 1) з розміром < 0,3 мкм; 2) з розміром в діапазоні 0,3–0,8 мкм; 3) з розміром > 0,8мкм

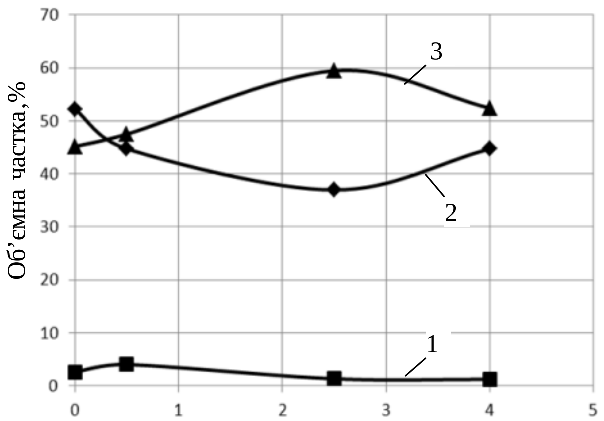


Рис. 9. Співвідношення об’ємної частки неметалевих включень в залежності від розмірів і вмісту нанопорошку оксиду алюмінію: 1) з розміром < 0,3 мкм; 2) з розміром в діапазоні 0,3–0,8 мкм; 3) з розміром > 0,8мкм

Добавка модифікатора в кількості 0,5 об.% оксиду алюмінію різко збільшує кількість найдрібніших (<0,3мкм) неметалевих включень, які за даними мікрорентгеноспектрального аналізу містять алюміній, кремній, марганець та інші елементи. На кривій 1 (Рис. 8), яка відображає об’ємну частку неметалевих включень з розміром < 0,3 мкм спостерігається максимум при концентрації нанооксиду алюмінію у кількості 0,5–1,0об.%.

Стосовно неметалевих включень з розміром 0,3–0,8 мкм можна констатувати, що по мірі збільшення концентрації частинок порошку наномодифікатора відбувається спочатку їх зменшення, а потім збільшення (Рис. 8, крива 2; рис.9, крива 2). При цьому спостерігається дзеркальне відображення об’ємної частки неметалевих включень з розміром >0,8 мкм (Рис. 9, крива 3), хоча їх кількість при всіх концентраціях нанооксиду змінюється не значно (Рис. 8, крива 3).

Графічна залежність загальної об’ємної частки неметалевих включень від вмісту нанооксиду алюмінію в зварному шві наведена на рис. 10.

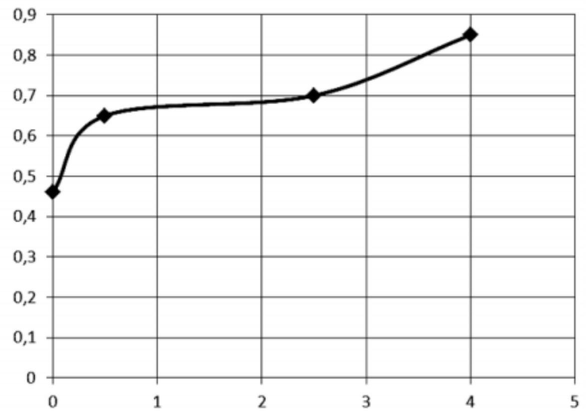


Рис. 10. Залежність об'ємної частки неметалевих включень від вмісту нанооксиду алюмінію в зварному шві

З рис. 10 видно, що з введенням у зварювальну ванну нанопорошку оксиду алюмінію у кількості 0,5об.% відбувається різке збільшення об'ємної долі неметалевих включень. При введенні нанопорошку оксиду алюмінію в діапазоні від 0,5 до 2,5об.% значної зміни об'ємної частки неметалевих включень не спостерігається. Подальше збільшення об'ємної частки нанопорошку більше 2,5% призводить знов до зростання об'ємної частки неметалевих включень. Така поведінка співвідношення неметалевих включень різних розмірів може бути свідченням укрупнення частинок оксидної фази, тобто доказом того, що під час кристалізації розплаву зварювальної ванни відбувається процес коагуляції та коалесценції частинок модифікатора та неметалевих включень. Особливо добре це виявляється на відносної кількості дрібних та на об'ємній частці крупних неметалевих включень.

4. Висновки

1. Модифікування зварювальної ванни наночастками порошку тугоплавкого оксиду алюмінію, що приймають участь в процесах фазоутворення та кристалізації зварювальної ванни визначає умови і характер розподілення неметалевих включень в металі зварного шва.

2. Показано, що ступінь засвоєння наночастинок розплавом ванни складає близько 40%, причому по мірі збільшення їх концентрації ступінь засвоєння зменшується, що погоджується із підвищенням швидкості коалесценції та коагуляції частинок по мірі збільшення їх концентрації в розплаві та зменшенням відстані між ними.

3. Встановлені закономірності розподілу неметалевих включень в металі зварного шва, які показали,що для забезпечення максимальної кількості та об'ємної частки дрібних (<0,3мкм) неметалевих включень в зварному шві, оптимальним є додавання нанопорошку оксиду алюмінію у кількості 0,5об.%.

Перелік літератури:

1. Vanovsek W. Influence of aluminum content on the characterization of microstructure and inclusions in high-strength steel welds / W. Vanovsek, C. Bernhard, M. Fiedler, G. Posch //Welding in the WorldFebruary 2013, Volume 57, Issue 1, pp 73-83;

2. Головко В.В. Влияние нановключений на формирование структуры металла швов ферритно-бейнитных сталей (Обзор) / В.В. Головко, Г.М. Григоренко, В.А. Костин // Збірник наукових праць НУК.–2011.–№4.–С.42-49.

3. Кузнецов В.Д. Вплив нанооксидів алюмінію на розподілення неметалевих включень і структуру метала шва низьколегованих сталей / В.Д. Кузнецов, І.В. Смирнов, К.П.Шаповалов // Вісник Вінницького політехнічного інституту. – 2014.– №1.– С.41-47;

4. Tepper F. MetallicNanopowders / F. Tepper, M. Lerner, D. Ginley // DekkerEncyclopediaofNanoscienceandNanotechnology. – MarcelDekker, Inc., N. Y., 2004. – P. 1921-1933;

5. Кузнецов В.Д. Вплив модифікування наночастинками оксидів на структуроутворення зварних швів низьколегованих сталей / В.Д. Кузнецов, І.В. Смирнов, Д.В. Степанов, К.П. Шаповалов // Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». – 2013. – Випуск № 41. Ч. 2. – С. 61-68.

6. Походня І.К. Дослідження впливу нанорозмірних карбідів титану на формування мікроструктури та властивостей зварного шва / І.К. Походня, В.В. Головко, С.М. Степанюк, Д.Ю. Єрмоленко // ФХММ. – 2012. – №6. – С.68-75.

Надійшла до редакції 30.01.2014

П.И. Лобода, В.Д. Кузнецов, И.В. Смирнов, М.А. Сысоев, К.П. Шаповалов

ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В МЕТАЛЛЕ ШВА ПРИ МОДИФИЦИРОВАНИИ НАНОДИСПЕРСНЫМ ПОРОШКОМ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Рассмотрены особенности модифицирования сварочной ванны наночастицами порошка оксида алюминия фракцией 50 нм. Исследовано распределение по размерам, количеству и объемной доле неметаллических включений в металле сварных швов в зависимости от количества введенного нанодисперсного порошка. Установлена степень усвоения наночастиц расплавом сварочной ванны при разных концентрациях порошка оксида алюминия. Определено оптимальное количество нанопорошка в лигатуре, которая максимально увеличивает объемную долю мелких неметаллических включений, ответственных за структурообразование и механические свойства сварных швов.

Ключевые слова: *сварной шов, сварочная ванна, неметаллические включения, модифицирование, нанодисперсный порошок.*

P.I. Loboda, V.D. Kuznetsov, I.V. Smirnov, M.A. Sysoev, K.P. Shapovalov

INVESTIGATION OF DISTRIBUTION OF NONMETALLIC INCLUSIONS IN WELD METAL DURING MODIFICATION WITH ALUMINA NANOPOWDER

The features of modification of a weld pool with nanoparticles of alumina powder of 50 nm are described. The distribution of size, number and volume fraction of nonmetallic inclusions in the weld metal depending on the amount of injected nanopowder is investigated. The degree of absorption of nanoparticles by melt weld pool at different concentrations of alumina powder is set. The optimal amount of nanopowder in the ligature which maximizes the volume fraction of nonmetallic inclusions responsible for structure formation and mechanical properties of welds is defined.

Keywords: *weld, weld pool, nonmetallic inclusions, modification, nano-sized powder.*