

УДК 621.78
Д 70

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ПЕРЕДРЕКРИСТАЛІЗАЦІЙНОЇ ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ НА ФОРМУВАННЯ СУБСТРУКТУРНИХ ЕЛЕМЕНТІВ У ДЕФОРМОВАНИХ МЕТАЛЕВИХ ПОРОШКАХ*

О. О. Жданов, асп.;
О. В. Доріна, студ.;
О. В. Лебедєва, студ.;
Н. В. Теленко, студ.;
А. М. Ткаченко, студ.

Національний університет кораблебудування, м. Миколаїв

Анотація. Досліджено вплив передрекристиалізаційної термічної обробки на підвищення мікротвердості та формування субструктурних елементів у деформованих порошках карбонільного заліза ПЖВ1, неіржавіючої сталі ПК10Х18Н15 та електролітичної міді ПМС-1.

Ключові слова: металеві порошки, термічна обробка, мікротвердість, субструктура.

Аннотация. Исследовано влияние передрекристиализационной термической обработки на повышение микротвердости и формирование субструктурных элементов в деформированных порошках карбонильного железа ПЖВ1, нержавеющей стали ПК10Х18Н15 и электролитической меди ПМС-1.

Ключевые слова: металлические порошки, термическая обработка, микротвердость, субструктура.

Abstract. The influence of pre-recrystallization heat treatment on increase of micro-hardness and the formation of the substructure elements in deformed carbonyl iron powders ПЖВ1, stainless steel ПК10Х18Н15 and electrolytic copper ПМС-1.

Keywords: metal powders, heat treatment, micro-hardness, substructure.

ПОСТАНОВКА ПРОБЛЕМИ

Формування заготовок методами порошкової металургії є перспективним технологічним напрямком, який дозволяє використовувати відходи виробництва, знижувати матеріалоемність продукції та енерговитрати. Останнім часом інтенсивно розробляються та досліджуються полікристалічні матеріали з субмікрокристалічним розміром зерен. Одним із методів формування субструктурних елементів у металевих матеріалах є інтенсивна пластична деформація з наступною термічною обробкою [3]. Впровадження таких технологій у виробництво дозволяє суттєво підвищити фізико-механічні і зносостійкі показники деталей та механізмів.

АНАЛІЗ ОСТАННІХ ДОСЛІДЖЕНЬ І ПУБЛІКАЦІЙ

У роботах [6–8] розглянуто вплив передрекристиалізаційної термічної обробки на формування субструктурних елементів в структурі деформованих металів та напилених покриттів, в результаті чого здрібнюється розмір зерна та стає можливим підвищення твердості на 20...90 %. Останнім часом перед промисловістю поставлено задачі з підвищення показників міцності композиційних матеріалів на основі металевих порошків [1]. Більшість технологій виготовлення порошкових і ком-

позиційних матеріалів включають стадію холодного деформування порошків. Вплив передрекристиалізаційної термічної обробки на формування субструктурних елементів у порошкових матеріалах є новим, ще недостатньо дослідженим науковим напрямком.

МЕТА РОБОТИ – дослідження можливості підвищення твердості та формування субструктурних елементів у деформованих металевих порошках в результаті проведення передрекристиалізаційної термічної обробки.

ВИКЛАД ОСНОВНОГО МАТЕРІАЛУ

Теоретичні передумови утворення наноструктурних елементів у порошкових матеріалах. Одною із важливих технологічних операцій отримання матеріалів та виробів з порошків, яка формує розміри та форму виробу, визначає властивості майбутнього матеріалу – це пресування. Протягом холодного статичного пресування порошкові матеріали (ПМ) перебувають у холодному деформованому стані, між окремими порошками утворюється первинний зв'язок з невеликою міцністю, який не є жорстким [10, 13]. Пластична деформація часток із зростанням контактних поверхонь сприяє утворенню хімічного зв'язку. Наявність окислів на поверхні порошків заважає утворенню міцних хімічних зв'язків, міцність їх зчеплення є меншою порівняно із

* Стаття виконана під науковим керівництвом канд. техн. наук, доц. Ю. О. Казимиренко.

міцністю матеріалу часток. Пластичні властивості порошоків характеризує їх мікротвердість, яка безпосередньо залежить від вмісту у металі домішок та легуючих елементів, а також від ступеня викривленості кристалічної решітки. Наявність у порошках дефектів та мікропор визначає значний розбіг результатів за мікротвердістю. В результаті холодного статичного пресування металевих порошоків збільшується кількість викривленостей кристалічної решітки, при цьому мікротвердість повинна зростати [10]. Частки металевих порошоків являють собою моно- або полікристали, в яких при деформуванні (ущільненні) відбуваються такі ж самі процеси, як й у структурі деформованих компактних металів [10, 13]. При нагріванні та ізотермічній витримці спресованих порошкових брикетів здійснюється процес рекристалізації, який й формує структуру матеріалу. В середині кожної порошкової частки відбуваються такі процеси як повернення та рекристалізація. У порівнянні з рекристалізацією компактних металів рекристалізація порошкових матеріалів має свої характерні особливості. Так, рекристалізаційні процеси безпосередньо залежать від дисперсності порошку, ступеня його деформації, сил зчеплення між частками та величини пористості. Характер рекристалізації та температурний режим у першу чергу визначає ступінь деформації, яка утворюється в результаті пресування. Вплив ступеня холодної пластичної деформації на температуру початку рекристалізації порошкових пресовок такий же як і для литих сплавів: чим більше наклеп, тим при більших температурах здійснюється його інтенсивне зняття. Однак це справедливо тільки по відношенню до одного та того ж виду порошку. В процесі нагрівання порошкових пресовок з різними значеннями мікрвикривлень їх зняття починається у місцях з найбільшою термодинамічною нестійкістю, найбільшим зміцненням. Саме ці місця є центрами-зародками рекристалізації. Таким чином, на підставі проведеного аналізу, можна зробити висновок про можливість утворення субструктурних елементів в результаті передрекристалізаційної термічної обробки у структурі спресованих у холодному стані металевих порошоків. Основним показником формування субмікрокристалічної структури є розмір областей когерентного розсіювання (ОКР) – упорядкована ділянка речовини, на якій спостерігається когерентне розсіювання хвильового потоку рентгенівського випромінювання [5].

Матеріали та методи проведення досліджень.

Для досліджень в роботі обрано наступні металеві порошки [2]: карбонільного заліза марки ПЖВ1 (ГОСТ 9849-86); неіржавіючої сталі марки ПК10X18N15 (ГОСТ 13084-88); електролітичної міді марки ПМС-1 (ГОСТ 4960-75). Вихідні порошки досліджували за допомогою оптичних мікроскопів ММР-2Р та БІОЛАМ-І. Форму та розмір часток визначали за допомогою програмного комплексу МЕГРАН [9], орієнтованого на обробку та аналіз металографічних

зображень. Мікротвердість порошоків вимірювали на спеціально підготовлених об'єктах – мікрошліфах [4] за допомогою мікротвердоміра ПМТ-3 по ДСТУ ISO 6507-4:2008 при навантаженні на індентор 50 г. Для деформування металевих порошоків в роботі обрано метод однобічного статичного пресування як найбільш розповсюджений та технологічно простий [10]. Для цього порошки засипали у прес-форму, виготовлену з неіржавіючої сталі марки 10X18N9T, висотою 130 мм та діаметром 16 мм. Процес пресування здійснювали на лабораторному пресувальному обладнанні. Для чистоти проведення експерименту пресування всіх дослідних порошоків здійснювали за однаковими умовами, у всіх випадках тиск пресування складав 20 МПа. Маса спресованих брикетів вимірювали за допомогою терезів II-го класу точності марки ТВЕ-0,21, геометричні розміри визначали за допомогою штангенциркуля.

Дослідження мікроструктури пресовок здійснювали за допомогою оптичних мікроскопів ММР-2Р та БІОЛАМ-І. Пористість пресовок та ступінь деформування порошоків визначали за допомогою програмного комплексу МЕГРАН [9]. Одержані пресовки піддавали передрекристалізаційній термічній обробці, яку здійснювали в лабораторній електропечі СНОЛ-1.6.2008/9-М1. Основними технологічними параметрами є температура, час витримки на прогрівання та на зародження зерен, швидкість охолодження, яку обумовлено вибором охолоджувального середовища. Температура початку рекристалізації для чистих металів складає 0,2...0,4 від $T_{пл}$ [1–3] та з урахуванням рекомендацій, наведених в роботах [6–8] для порошоків заліза та неіржавіючої сталі марок ПЖВ1 та ПК10X18N15 складає 500 °С, для порошку міді марки ПМС 1 – 100 °С. Витримку зразків при обраних температурах здійснювали протягом 1,5 хв, термооброблені зразки охолоджували на повітрі. Протягом проведення експериментальних робіт з пресування та термообробки порошоків металів вимірювали мікротвердість за допомогою мікротвердоміра ПМТ-3 по ДСТУ ISO 6507-4:2008 при навантаженні на індентор 50 г. Дослідження розмірів структурних елементів здійснювали за допомогою аналізу ОКР. Для цього застосовували рентгенівську установку ДРОН-3. Знімок дифрактограм проводили з плоских шліфів у випромінюванні $Cu_{K(\alpha=1.54178)}$.

Результати експериментальних досліджень.

У табл. 1 наведено властивості дослідних порошоків до деформації.

В результаті проведення експериментальних робіт одержано пресовки з порошоків ПК10X18N15 та ПМС-1 з щільністю 5094 кг/м³ і 5000 кг/м³ відповідно, пористість пресовок складає 50 % і 43 %. Однак, як довели результати експериментів, при холодному статичному пресуванні без сполучників та пластифікаторів порошок карбонільного заліза не пресується, тобто при

прикладанні тиску не утворює щільного брикету та розсипається. Тому вплив передрекristалізаційної термічної обробки досліджували на деформованих порошках, які піддавали термообробці у вільно насипаному у лабораторний посуд стані, а мікротвердість визначали на спеціально підготовлених мікрошліфах [4].

На рис. 1 наведено мікрофотографію, зроблену за допомогою оптичного мікроскопа БІОЛАМ-И порошку заліза ПЖВ1 до та після деформації.

В табл. 2 наведено значення мікротвердості та розміру ОКР деформованих порошків до та після проведення передрекristалізаційної термічної обробки.

Таблиця 1. Властивості металевих порошків до деформації

Марка порошку	Насипна щільність, кг/м ³	Дисперсність, мкм	Фактор форми	Мікротвердість Н _{μ50} , МПа
ПЖВ1	2300	74	0,6	550
ПК10Х18Н15	1750	115	0,6	2412
ПМС-1	1500	60	0,8	290

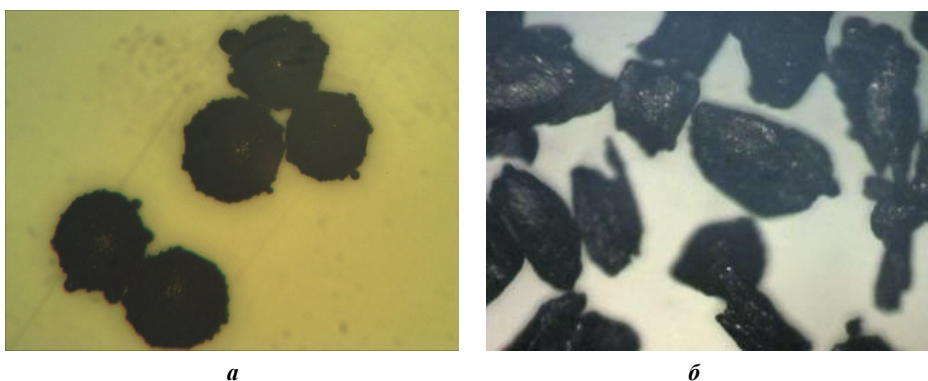


Рис. 1. Порошок карбонільного заліза марки ПЖВ1: *а* – до деформації (x 100); *б* – після деформації, x 100 (ступінь деформації 30%)

Таблиця 2. Значення мікротвердості та розмірів ОКР деформованих часток до та після термічної обробки

Марка порошку	Ступінь деформації, ε, %	До термічної обробки		Після термічної обробки	
		Н _{μ50} , МПа	Розмір ОКР D, нм	Н _{μ50} , МПа	Розмір ОКР D, нм
ПЖВ1	30	644	160	750	93(D _{α-Fe})
ПК10Х18Н15	20	2740	117 (D _{α-Fe})	3510	96,4 (D _{α-Fe})
			103 (D _{γ-Fe})		72,5 (D _{γ-Fe})
ПМС1	35	306	1050	420	600

Аналізуючи дані таблиць 1 і 2 можна відмітити, що в результаті деформування дослідних порошків методом однобічного холодного пресування спостерігається зростання мікротвердості порошків на 6...17%. Після проведення передрекristалізаційної термічної обробки підвищення мікротвердості у порівнянні з деформованим станом складає для порошку ПЖВ1 – 16%, для ПК10Х18Н15 – 28%, для ПМС-1 – 37%. Результати проведеного рентгеноструктурного аналізу показали суттєві зміни розмірів ОКР, що свідчить про формування субструктурних елементів в структурі деформованих порошків. Так, структура порошку карбонільного заліза складається з зерен α-Fe з розміром ОКР 160 нм. Після проведення термообробки при температурі 500 °С протягом 1,5 хв розмір ОКР зменшується до 93 нм, тобто на 42%. Вихідний порошок неіржавіючої сталі марки ПК10Х18Н15 відноситься до сталей аусте-

нітного класу. Як показали проведені рентгеноструктурні дослідження параметр решітки аустеніту складає $a = 3,587 \text{ \AA}$, розмір ОКР – 110 нм. Після проведення передрекristалізаційної термічної обробки при температурі 500 °С в структурі пресовки спостерігається наявність двох фаз: фериту з параметрами решітки $a = 2,8543 \text{ \AA}$ (за довідниковими даними $a = 2,8605 \text{ \AA}$ [11]) та аустеніту з параметрами решітки $a = 3,0897 \text{ \AA}$. Одержані результати підтверджуються довідниковими даними [1]. Розмір ОКР відповідно дорівнюється $D_{\alpha-Fe} = 96,4 \text{ нм}$ і $D_{\gamma-Fe} = 72,5 \text{ нм}$. Проведений рентгеноструктурний аналіз пресовки з порошку ПМС-1 показав інтенсивність виділення окремих ліній чистої міді з розміром ОКР 1050 нм. Після проведення передрекristалізаційної термічної обробки при температурі 100 °С протягом 1,5 хв розмір ОКР зменшується до 600 нм, тобто приблизно на 40%. При проведенні мікроструктурних

досліджень термооброблених зразків змін в мікроструктурі пресовок та деформованих порошків не спостерігається, що свідчить про малий розмір зерна.

Перспективи застосування результатів досліджень. Ефект здрібнення зерна порошкових пресовок в результаті проведення передрекристалізаційної термічної обробки, який супроводжується підвищенням мікротвердості, можна використовувати для формування металокомпозитів з каркасною структурою [10, 13]. Спресовані порошки міді або неіржавіючої сталі представляють собою перспективні заготовки з полікристалічною будовою та ультрадрібним зерном, які надалі можна піддавати просоченню полімерним сполучником [14] або більш легкоплавким металом, наприклад, можливе формування композиції Fe–Pb [11] або металополімерної композиції з порошку міді. Перспективою застосування деформованих порошків карбонільного заліза є використання їх як перспективних на-

повнювачів у складі інших покриттів, наприклад, полімерних, які можуть експлуатуватися при підвищених і знижених температурах, в сухому і вологому середовищі, у агресивних рідинах тощо.

ВИСНОВКИ

1. Передрекристалізаційна термічна обробка холодно деформованого порошку карбонільного заліза при температурі 500°C протягом 1,5 хв з наступним охолодженням на повітрі сприяє підвищенню його мікротвердості на 16 % та супроводжується формуванням субмікроструктуральної структури з розміром ОКР 93 нм.

2. Застосування передрекристалізаційної термічної обробки для холодно спресованих порошків неіржавіючої сталі ПК10X18N15 та електролітичної міді ПМС-1 дозволить на 28...37 % підвищити їх мікротвердість, що надасть можливість формувати металокомпозити з каркасною структурою.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

- [1] **Анцифиров, В. Н.** Структура спеченных сталей [Текст] / В. Н. Анцифиров, Т. Г. Черепанова. – М. : Металлургия, 1981. – 112с.
- [2] **Бабич, Б. Н.** Металлические порошки и порошковые материалы: справочник [Текст] / Б. Н. Бабич, Е. В. Вершинина, В. А. Глебов; под ред. Ю. В. Левинского. – М. : ЭКОМЕТ, 2005. – 520 с.
- [3] **Валиев, Р. З.** Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства [Текст] / Р. З. Валиев, И. В. Александрова. – М. : ИКЦ : "Академкнига", 2007. – 398 с.
- [4] **Вашуль, Х.** Практическая металлография. Методы изготовления образцов: Пер. с нем [Текст] / Х. Вашуль. – М. : Металлургия, 1988. – 320 с.
- [5] **Гусев, А. И.** Аггестация нанокристаллических материалов по размеру частиц (зерен) [Текст] / А. И. Гусев, А. С. Курлов // Металлофизика и новейшие технологии, 2008. Т. 30, № 5. – С. 679 – 694.
- [6] **Дубовий, О. М.** Влияние передрекристаллизационной термической обработки на субструктуру и твердость деформированных цветных металлов и сплавов, а также напыленных покрытий [Текст] / А. М. Дубовой, А. В. Бондаренко, А. А. Жданов, А. В. Жижко, М. М. Бобров, Т. С. Галкина // Збірник наукових праць НУК, 2012, № 2.
- [7] **Дубовий, О. М.** Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості напилених покриттів та деформованих металів і сплавів [Текст] / Н. Ю. Лебедева, Т. А. Янковець // Металознавство та обробка металів, 2010, 3 (55). – С. 7 – 11.
- [8] **Дубовий, О. М.** Дослідження можливостей підвищення фізико-механічних властивостей деформованих металів і сплавів термічною обробкою [Текст] / Н. Ю. Лебедева, Т. А. Янковець, А. А. Карпеченко, О. О. Жданов // Зб. наук. праць НУК. – Миколаїв : НУК, 2010. – № 3 (432). – С. 69 – 78.
- [9] **Івлієв, А. І.** Використання комп'ютерної металлографії в спеціальних дисциплінах [Текст] / А. І. Івлієв, Ю. О. Казимиренко, М. Ю. Комаров, Н. Ю. Лебедева // Матеріали Всеукраїнської науково-методичної конференції "Проблеми наскрізної комп'ютерної підготовки у вищій школі". – Миколаїв : жовтень 2005 р. – С. 33 – 34.
- [10] **Косторнов, А. Г.** Материаловедение дисперсных и порошковых металлов и сплавов. В 2-х томах [Текст] / А. Г. Косторнов. – Киев: Наукова думка, т.1: 2002. – 569с.
- [11] **Маклецов, В. Г.** Коррозионное поведение нанокристаллических порошковых сплавов Fe90Pb10 в кислых средах [Текст] / В. Г. Маклецов // Вестник удмуртского университета : Физика. Химия : 2009. Вып 2. – С. 13 – 23.
- [12] **Недома, И.** Расшифровка рентгенограмм порошков [Текст] / И. Недома : Пер. с польск. – М. : Металлургия, 1975. – 424 с.
- [13] **Петросян, Г. Л.** Пластическое деформирование порошковых материалов [Текст] / Г. Л. Петросян. – М. : Металлургия, 1988. – 152 с.
- [14] **Ровкина, Н. М.** Основы химии и технологии клеящих полимерных материалов. Учебное пособие [Текст] / Н. М. Ровкина, А. А. Ляпков. – Томск, изд-во ТПУ, 2005. – 104 с.