

Особливості структури спеченого електроконтактним нагрівом порошкового хрому

Л.О. Андрущук, кандидат фізико-математичних наук

С.П. Ошкад'яров, член-кореспондент НАН України

В.І. Курпас*, кандидат технічних наук

Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України, Київ

*Фізико-технологічний інститут металів та сплавів НАН України, Київ

Вивчені зміни характеристик пористості та дефектності структури спеченого при 1573 К хрому в залежності від часу спікання. Показано, що при електроконтактному спіканні хрому спостерігається активація процесу спікання, прискорення дифузійних процесів і переважне заліковування пор великого діаметру. Кількість пор малого діаметру зростає і протікає рівномірний їх перерозподіл за всім об'ємом. Рентгенівське дослідження дефектності структури спеченого електронагрівом порошкового хрому також свідчить про велику швидкість протікання дифузійних процесів релаксації, рухомою силою яких є пружна енергія дислокацій.

Висока стійкість проти окислення та великі природні поклади роблять хром перспективним матеріалом для створення конструкційних сплавів, які працюють при високих температурах та в умовах агресивних середовищ і при високих рівнях радіаційного опромінення. Однак отримати компактний хром і сплави на його основі з високими пластичними властивостями, а також з високою жаростійкістю поки неможливо. В останні роки все більшого поширення набуває порошкова металургія хрому, яка допомагає значно зменшити характерні для компактного хрому недоліки і одержати матеріал з високодисперсною рівномірною структурою і непоганою технологічністю. Однак дослідження властивостей спеченого порошкового хрому показали, що він також має невисокі показники пластичності. Такими ж є і сплави Fe – Cr, що пояснюється утворенням в них σ -фази.

Результати досліджень впливу електроконтактного спікання на структуру порошкового заліза і сплавів на його основі, одержані нами раніше [1 – 11], дозволяють зробити висновок, що застосування цього методу для спікання порошкового хрому при умові активації дифузійних процесів в них можуть привести до підвищення пластичних властивостей спеченого матеріалу. Тому метою цієї роботи стало вивчення можливості спікання порошкового хрому методом швидкісного електроконтактного нагріву і вивчення швидкості процесів масопереносу і можливості їх активації при цьому. Для досліджень були виготовлені зразки розміром 95x10x3 мм пресуванням при 600 МПа з порошку хрому марки ПХ1М, розмір частинок якого менше 2,5 мкм (щільність спресованих зразків до спікання складала 80 % щільності компактного хрому). Вміст кисню в порошку хрому до спікання складав 0,1 % (після спікання він трохи понизився). Пресовки хрому нагрівали прямим пропусканням електричного струму промислової частоти. Спікання проводили при температурі 1573 К з витримкою

від 0 до 600 с в середовищі сухого водню (середня швидкість нагріву складала 1000 К/с [1, 10]). Параметри пористості спеченого хрому визначали за допомогою автоматичного аналізатора «Квантимет» [10]. З врахуванням можливого утворення температурного градієнта по довжині зразка в місцях струмопідводящих затискувачів для досліджень вибирали середню частину спечених зразків.

На рис. 1 показана зміна загальної пористості і щільності пор (питомої кількості, пор) порошкового хрому після електроспикання залежно від тривалості процесу. Видно, що загальна пористість n (рис. 1 а) спочатку збільшується, а при витримці більше 60 с зі зростанням часу спикання вона зменшується спочатку несуттєво, а потім значніше. Ці дані співпадають з тенденціями зміни загальної пористості для інших методів спикання. Однак необхідно відмітити, що при електроконтактному спиканні зменшення загальної пористості в 2 рази спостерігається вже після витримки протягом 600 с, тоді як за даними роботи [5] така пористість спеченого при 1573 К порошкового хрому в печі досягається при витримці не менше, як 7200 с. Ці результати однозначно свідчать про активацію процесу спикання в умовах електроконтактного нагріву, що пов'язано мабуть з прискоренням протікання дифузійних процесів масопереносу під дією електричного струму. Про це свідчать також одержані нами раніше результати теоретичних досліджень [1, 4].

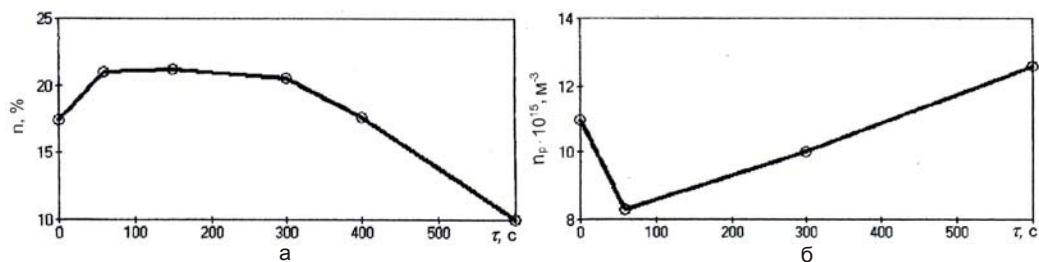


Рис. 1. Вплив часу електроспикання порошкового хрому на зміну його загальної пористості n (а) та щільності пор ρ_p (б).

В спеченому електроконтактним нагрівом хромі вже після витримки протягом 60 с при 1573 К щільність пор зменшується, а потім збільшується (рис. 1 б). Якщо на початковій стадії спикання розмір пор збільшується, то по мірі збільшення часу спикання зменшується, як максимальний так і середній їх діаметри (рис. 2). Це свідчить про те, що при електроконтактному спиканні хрому на початковій стадії процесу в балансі діючих сил найбільш значимі є сили Лапласа. Однак зі збільшенням часу ізотермічної витримки все більш помітною стає специфіка дії електричного струму і, як наслідок, заліковування великих пор протікає більш інтенсивно, тоді як процес заліковування малих пор уповільнюється. При цьому середня відстань між порами із збільшенням часу ізотермічної витримки (після 300 с) зменшується (рис. 3 а), тобто спостерігається рівномірне розсіювання малих пор по всьому об'єму спеченого матеріалу. Ці дані для спеченого електроконтактного хрому співпадають з результатами досліджень процесу електроконтактного спикання порошкового заліза [2 – 3]. Однак для заліза на початкових стадіях електроспикання не спостерігається значного впливу дії сил Лапласа.

Однією з ознак специфічності структури після електроконтактного спикання є зменшення коефіцієнта форми пор f , який характеризує кривизну поверхні пор, їх округлість (рис. 3 б). Це зменшення зумовлене в першу чергу, появою мікроскопічних температурних градієнтів, обумовлених проходженням електричного струму через пористу структуру зразка. Це приводить до більш сильної сфероїдизації пор на периферії частинок металу, яка згідно зі значенням f повинна позитивно впливати на механічні властивості спеченого матеріалу, особливо на характер зміни міцності матеріалу.

Разом з вивченням зміни пористості хрому залежно від часу спікання електроконтактним нагрівом проведено металографічне дослідження структури поверхні цих зразків. Спечені таким чином зразки хрому вже після витримки протягом 600 с мають рівномірну дрібнозернисту структуру. Проведено також співставлення структур поверхні порошкового хрому, спеченого при 1573 К електронагрівом і в печі. Однакова за рівномірністю і розміром зерен структура спостерігалась у зразках хрому, спечених електронагрівом протягом 600 с і в печі протягом 2 – 5 час. Таким чином металографічні дослідження підтверджують зроблений на основі вивчення зміни пористості хрому висновок про те, що при електроконтактному нагріві відбувається значна активація процесу спікання. Досліджено також зміну мікротвердості спеченого електронагрівом хрому в залежності від тиску пресування і часу спікання при 1573 К. Зі збільшенням тиску значення мікротвердості підвищуються. В залежності від тиску пресування і часу спікання мікротвердість змінюється в інтервалі 1000 – 1600 МПа.

Одержані результати в основному співпадають з результатами по електроконтактному спіканню порошкового заліза [2] і підтверджують теоретичний висновок про прискорення дифузійних процесів при електроконтактному спіканні [4].

Так як кінетика ущільнення в значній мірі визначається недосконалістю кристалічної будови [1], поряд з вивченням зміни пористості хрому при електроспіканні нами було досліджено також зміну дефектності структури спечених зразків в залежності від часу спікання при 1573 К. Дослідження проводилось рентгенівським методом на

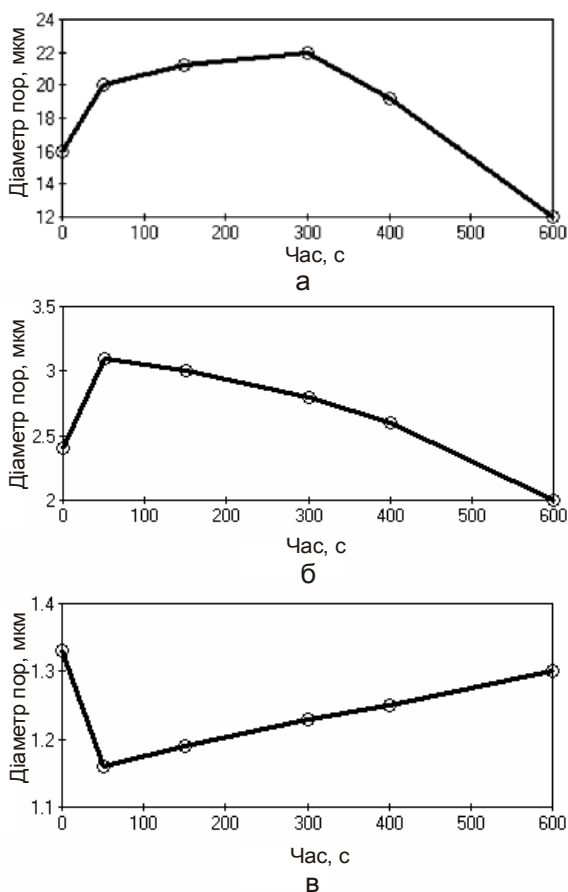


Рис. 2. Зміна діаметра пор при електроконтактному спіканні порошкового хрому. а – максимальний діаметр, б – середній, в – середньостатистичний.

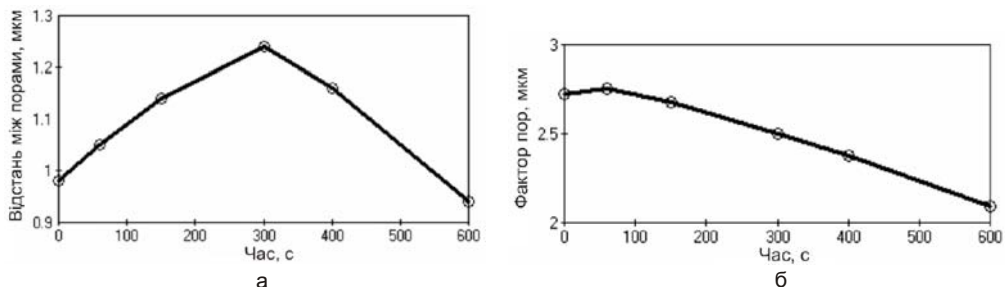


Рис. 3. Вплив часу ізотермічної витримки на зміну відстані між порами (а) та фактору пор f (б) при електроконтактному спіканні порошкового хрому.

дифрактометрі ДРОН-ЗМ. По зміні фізичного розширення ліній (110) і (220) визначали зміну величини мікронапружень, розмір блоків мозаїки і кількість дислокацій в одиниці об'єму (загальну n_3 , а також хаотично розміщених n_x і дислокацій в вигляді стінок n_{ct}). З рис. 4 видно, що загальна густина дислокацій після спікання при 1573 К і в спресованому неспеченому хромі відрізняється мало і складає $n_3 \approx 10^{11} \text{ см}^{-2}$. Величина мікронапружень $\Delta a/a$ і розмір блоків мозаїки D також мало відрізняються для спечених і неспечених зразків. В процесі нагріву спресованих зразків величина мікронапружень і загальне число дислокацій змінюються несуттєво, при досягненні температури спікання 1573 К ці величини різко зменшуються, а після витримки понад 60 с знову починають зростати. Значне зменшення кількості дислокацій на початкових стадіях спікання можна пояснити великою швидкістю протікання дифузійних процесів релаксації, рухомою силою яких є пружна енергія дислокацій. Однак слід відмітити, що зміни величини мікронапружень і густоти дислокацій в спеченому електронагрівом хромі значно відрізняється від таких для чистого заліза і нікелю [2]. В залізі і нікелі загальна густина дислокацій в спеченому стані зменшується більше, ніж до спікання. Крім того в порошковому залізі після спікання дислокації розміщуються переважно у вигляді стінок, тоді як кількість хаотично розміщених дислокацій на два порядки менше ($n_{ct} \approx 10^{10} \text{ см}^{-2}$, $n_x \approx 10^8 \text{ см}^{-2}$) [5]. В хромі ж кількість хаотичних дислокацій і дислокацій у вигляді стінок

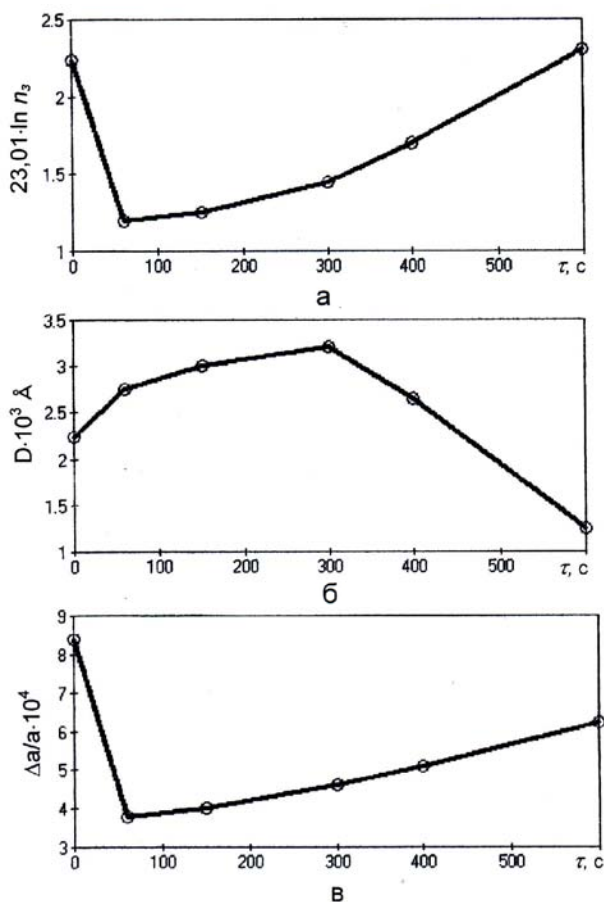


Рис. 4. Вплив часу ізотермічної витримки на зміну загального числа дислокацій (а), розмір блоків мозаїки (б) і величину мікронапружень (в) при електроконтактному спіканні порошкового хрому.

являються величинами одного порядку (приблизно 10^{10} см^{-2}). Таку різницю для порошоків заліза і хрому можна пояснити різною пластичністю цих металів і, в значній мірі, залежністю від форми частинок порошку. Не виключено також, що різниця в поведінці дислокацій при електроконтактному спіканні заліза і хрому обумовлена тим, що в хромі поряд з специфікою дії електричного струму проявляється (особливо на початкових стадіях) дія сил Лапласа, тоді як для заліза вони незначні.

Таким чином встановлено, що при електроконтактному спіканні хрому проходить активація процесу спікання, що свідчить про прискорення дифузійних процесів; специфіка дії електронагріву сильніше проявляється із збільшенням часу спікання. В умовах спікання електронагрівом спостерігається переважно заліковування великих пор, а число малих збільшується і проходить рівномірний перерозподіл їх за всім об'ємом, що узгоджується з результатами зроблених нами

раніше теоретичних розрахунків [4]. Результати рентгенівських досліджень дефектності структури також підтверджують ці висновки.

Література

1. Гермель В., Андрущик Л.О., Ошкадеров С.П. // Физическая природа процессов при электроспекании. – Препринт ИМФ, 5 – 86. – Киев, 1986.
2. Гермель В., Андрущик Л.О., Ошкадеров С.П. // Порошк. металлургия. – 1987. – № 1. – С. 40 – 45.
3. Андрущик Л.О., Корнюшин Ю.В., Ошкадеров С.П. // Металлофизика. – 1987. – 9, № 2. – С. 12 – 17.
4. Andrushchik L.O., Kornyschin V.V., Oschkaderov S.P. // Sci. Sintering. – 1989. – 21, № 1. – P. 3 – 13.
5. Andrushchik L.O., Dudrova E., Oschkaderov S.P. // Sci. Sintering. – 1992. – 24, № 1. – P. 21 – 31.
6. Андрущик Л.О., Дудрова Е., Ошкадеров С.П. // Порошковая металлургия. – 1991. – №1. – С. 33 – 41.
7. Андрущик Л.О., Дудрова Е., Ошкадеров С.П. // Порошковая металлургия. – 1997. – № 7. – С. 13 – 21.
8. Андрущик Л.О., Ошкадеров С.П. // Порошковая металлургия. – 2003. – № 7 – 8. – С. 16 – 26.
9. Андрущик Л.О., Ошкадьоров С.П., Курпас В.И. // Металознавство та обробка металів, 2005. – № 2. – С. 40 – 44.
10. Андрущик Л.О., Ошкадеров С.П., Шпак А.П. Физические основы получения высокопрочных порошковых материалов с помощью скоростной электротермической обработки. – Киев, 2007. – 84 с.
11. Андрущик Л.О., Ошкадьоров С.П., Курпас В.И. // Металознавство та обробка металів. – 2008. – № 3. – С. 45 – 50.

Одержано 03.02.10

Л. О. Андрущик, С. П. Ошкадеров, В. И. Курпас

Особенности структуры спеченного электроконтактным нагревом порошкового хрома

Резюме

Изучены изменения пористости и дефектности структуры спеченного при 1573 К хрома в зависимости от времени спекания. Показано, что при электроспекании хрома происходит активация процесса спекания, ускорение диффузионных процессов и происходит преимущественное залечивание пор большого диаметра. Число мелких пор увеличивается и происходит равномерное их распределение по всему объему. Рентгеновские исследования дефектности структуры хрома подтвердили теоретические выводы о большей скорости диффузионных процессов при его электроспекании.

L. O. Andrushchik, S. P. Oschkaderov, V. J. Kurpas

The structure features of powder chromium sintered with electrical current heating

Summary

Changes of porosity and structure defects of chromium sintered at 1573 K were studied depending on sintering time. It was shown that activation of chromium sintering, acceleration of diffusion and predominant healing of coarse pores took place during direct electrical sintering. The number of fine pores was increased, their uniform redistribution over material was occurred. X-ray study of chromium structure defects confirmed theoretical conclusion about high speed of diffusion processes upon direct electrical sintering.