

УДК: 621.762.53

Присташ Н.С., Сизоненко О.Н., Коваленко А.А*Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України***ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ НАГРЕВА В ПРОЦЕССЕ ИСКРО-ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ НА КИНЕТИКУ УПЛОТНЕНИЯ И СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ ПОРОШКА ЖЕЛЕЗА**

Представлены теоретические и экспериментальные данные о влиянии скорости нагрева при искро-плазменном спекании на кинетику уплотнения, размер зерна и форму пор порошковых компактов на основе железа. Установлено что увеличение скорости нагрева в диапазоне с 10 °C/с до 20 °C/с позволяет ускорить процесс получения безпористых компактов и уменьшить средний размер получаемого в структуре зерна.

Ключевые слова: скорость нагрева, искро-плазменное спекание, уплотнение, пористость, размер зерна

Присташ М.С., Сизоненко О.М., Коваленко О.О**ВПЛИВ ШВИДКОСТІ НАГРІВАННЯ У ПРОЦЕСІ ИСКРО-ПЛАЗМОВОГО СПІКАННЯ НА КИНЕТИКУ УЩІЛЬНЕННЯ ТА СТРУКТУРОУТВОРЕННЯ ПОРОШКУ ЗАЛІЗА**

Представлені теоретичні та експериментальні данні щодо впливу швидкості нагрівання при іскро-плазмовому спіканні на кінетику ущільнення, розмір зерна та форму пор порошкових компактів на основі заліза. Встановлено що збільшення швидкості нагріву у діапазоні від 10 °C/с до 20 °C/с дозволяє пришвидшити процес отримання без пористих компактів та зменшити середній розмір отриманого у структурі зерна.

Ключові слова: швидкість нагрівання, іскро-плазмове спікання, ущільнення, поруватість, розмір зерна

Prystash M.S., Syzonenko O.M., Kovalenko O.O.**IMPACT OF HEATING RATE ON KINETICS OF CONSOLIDATION AND STRUCTURE OF Fe POWDER**

Theoretical and experimental data on impact of heating rate during spark-plasma sintering on kinetics of consolidation, grain size and pores shape of powder compacts based on Fe is presented. It is found out that increase of heating rate from 10 °C/s to 20 °C/s allows accelerating the process of non-porous composites obtainment and decreasing of obtained structures grain size.

Key words: heating rate, spark plasma sintering, compaction, porosity, grain size

Известно, что в порошковых компактах физико-механические и функциональные свойства в значительной мере зависят от пористости и зеренной структуры [1, 2]. Метод искро-плазменного спекания (ИПС) обеспечивает ускоренную консолидацию порошковых материалов и во многих случаях ограниченный рост зерен по сравнению с традиционными методами спекания. В работе [3] показано, что высокие скорости нагрева при ИПС консолидации порошковых материалов уменьшают вклад от поверхностной диффузии, что улучшает спекаемость порошковых систем и интенсифицирует процесс уплотнения за счет зернограничной диффузии. Известно [4], что среди металлматричных композиционных материалов, применяемых в промышленности, наибольший процент занимают композиты на основе железа. Поэтому, связь скорости нагрева при ИПС спекании с кинетикой уплотнения и структурой порошка чистого железа, позволит прогнозировать структурные изменения при консолидации композиционных материалов на его основе.

Цель данной работы – установить закономерности влияния скорости нагрева при ИПС на кинетику уплотнения и структуру порошка железа.

Объекты и методы исследований

Исследования проводились на порошке железа ПЖР-3 (ГОСТ 9849–86) средним диаметром частиц 60 мкм.

Консолидация порошка железа проводилась методом ИПС на экспериментальном комплексе «Гефест – 10»[5], который позволяет консолидировать порошки при механическом нагружении в вакууме путем пропускания суперпозиции постоянного и переменного тока амплитудой 1,1 кА через компакт с частотой переменной составляющей 10 кГц.

За основу был взят режим консолидации, рассмотренный в работе [6]: скорость нагрева составила 10 °C/с, температура изотермической выдержки 1100 °C, время изотермической выдержки $\tau = 180$ с, скорость охлаждения 10 °C/с. Изменение скорости нагрева выполнялось за счет увеличения скорости нарастания амплитуды силы тока с 14 А/с до 30 А/с.

Пористость консолидированных образцов определялась согласно ГОСТ 9391-80.

Теоретическая оценка изменения размера зерна и сферичности пор была выполнена при помощи ПО PTC Mathcad и MSeXel.

Експериментальний аналіз змінення зеренної структури консолидованих компактів виконювався при допомозі комп'ютерної металлографії згідно ДСТУ ISO 643:2009 з використанням оптичного мікроскопа «Биолам-И» і ПО ImageJ.

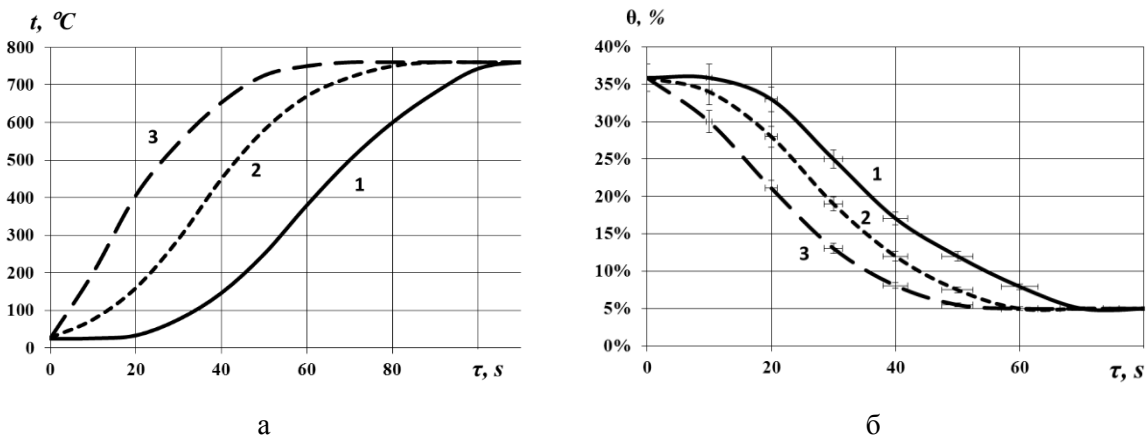
Результати досліджень

Для вивчення можливості впливу на процес структуроутворення в порошок заліза во час нагріву була розглянута модель процесу ИПС, заснована на представленнях теорії спекання континуума [3], яка описує макроскопічне поведіння пористого тіла в течення спекання, зв'язуючи зовнішнє тиск з компонентами тензора швидкостей деформації. На її основі, згідно робітам [7,8], була складена система диференціальних рівнянь, яка описує змінення сферичності пор, розміра зерна і пористості в залежності від температури нагріву при постійному тиску 60 МПа:

$$\left\{ \begin{aligned} \xi' &= \frac{3 \cdot \delta_{22} D_{22} \cdot \alpha \cdot \Omega}{8 \cdot k \cdot T \cdot G^4 \cdot \xi} \cdot (1 - \xi^2) \cdot \left[\sqrt{(1 - \xi)^2 + \frac{\pi}{\theta} \cdot \xi} - (1 + \xi) \right]^4 \\ G' &= \begin{cases} 6,67 \times 10^{-4} \omega \cdot \ln \frac{235}{\omega} \cdot G_0 \cdot \left(\frac{G_0}{G}\right)^2 \cdot \theta^{-1,24}, & \text{якщо } T > 733 \text{ К;} \\ 0, & \text{якщо } T \leq 733 \text{ К} \end{cases} \\ \theta' &= (1 - \theta) \cdot \left\{ \left(\frac{3 \cdot \theta}{2}\right)^{\frac{m+1}{2}} \cdot \frac{3 \cdot \alpha \cdot (1 - \theta) - \sigma_x}{A_0 \cdot \exp\left(\frac{Q_{gr}}{R \cdot T}\right) \cdot (1 - \theta)^{\frac{m+2}{2}}}\right\}^{\frac{1}{m}} - (1 - \theta) \cdot \frac{\delta_{22} D_{22} \cdot \alpha \cdot \Omega \cdot \theta}{k \cdot T \cdot G^4 \cdot \xi \cdot \pi} \cdot \left[\sqrt{(1 - \xi)^2 + \frac{\pi}{\theta} \cdot \xi} - (1 + \xi) \right]^2 \times \\ &\quad \times \left\{ \frac{3}{2 \cdot \xi} \cdot \left[\sqrt{(1 - \xi)^2 + \frac{\pi}{\theta} \cdot \xi} - (\xi^2 + \xi + 1) \right] - \left(\alpha \cdot \left(\frac{G}{\alpha}\right) \cdot \frac{\sqrt{(1 - \xi)^2 + \frac{\pi}{\theta} \cdot \xi} - \xi + 1}{\sqrt{(1 - \xi)^2 + \frac{\pi}{\theta} \cdot \xi} - \xi - 1} \right) \right\}, \end{aligned} \right. \quad (1)$$

де ξ' – змінення степені сферичності пори, G' – змінення розміру зерна порошка заліза, θ' – змінення пористості.

Для спрощення системи рівнянь (1) був проведений комплекс експериментів по визначенню пористості θ консолидованих зразків чистого порошка заліза в залежності від часу консолидації. Консолидація проводилась з кроком в 15 секунд до досягнення температури ізотермічної утримки. Швидкість нагріву складала 10 °C/c, 15 °C/c і 20 °C/c. Експериментальні криві нагріву і змінення пористості представлені на Рис.1. Датчик температури був встановлений на поверхні матриці, що дає деяке зміщення кривих змінення температури по часу. В процесі експерименту було встановлено що зразки, консолидовані зі швидкістю нагріву більше 20 °C/c, без наступної ізотермічної утримки, розриваються після вилучення.



1 – 10 °C/c; 2 – 15 °C/c; 3 – 20 °C/c;

Рис.1. Експериментальні криві змінення температури (а) і пористості (б) порошка заліза при різних швидкостях нагріву

Аналіз експериментальних даних дозволив встановити, що збільшення швидкості нагріву з 10 °C/c до 20 °C/c дозволяє прискорити ущільнення компакта практично в 2 рази.

Аппроксимация экспериментальных кривых изменения пористости (см. Рис. 1, б) позволила получить эмпирические выражения, описывающие изменение пористости со временем при различных скоростях нагрева:

$$\theta_{10} = 2 \cdot 10^{-6} \cdot \tau^3 - 0,0002 \cdot \tau^2 + 0,0011 \cdot \tau + 0,3639, \quad (2)$$

$$\theta_{15} = -5 \cdot 10^{-8} \cdot \tau^4 + 9 \cdot 10^{-6} \cdot \tau^3 - 0,0005 \cdot \tau^2 + 0,0024 \cdot \tau + 0,3582, \quad (3)$$

$$\theta_{20} = 2 \cdot 10^{-7} \cdot \tau^3 + 6 \cdot 10^{-5} \cdot \tau^2 - 0,0094 \cdot \tau + 0,3699, \quad (4)$$

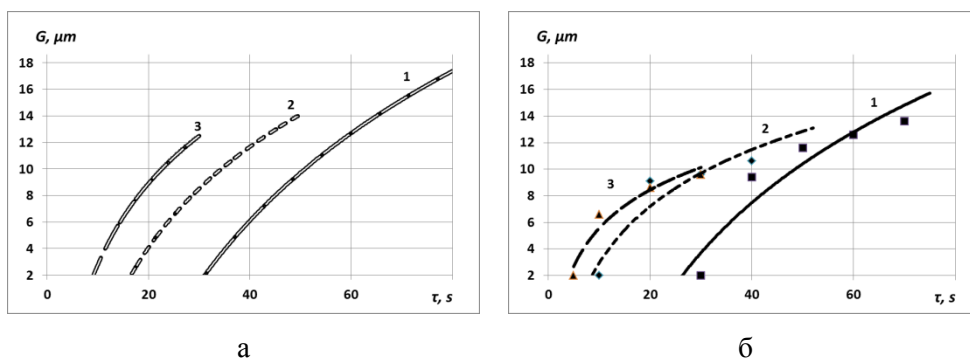
где τ – время консолидации.

Подстановка полученных выражений (2) – (4) в систему уравнений (1) позволила теоретически установить, что увеличение скорости нагрева влияет на скорость роста и размер зерна порошка железа, а также изменение формы пор. Уравнения изменений размера зерна G и сферичности поры ξ решались численно методом Эйлера. Начальный размер зерна порошка железа составил $G_0 = 2,4$ мкм, начальная пористость компакта $\theta_0 = 0,33$, приложенное давление $\sigma_x = 60$ МПа, начальная кривизна поверхности пор $\xi_0 = 0,1$. Вычисления выполнялись для условий постоянной скорости нагрева $\omega = 10$ °C/c, 15 °C/c и 20 °C/c, начиная от 25 °C до достижения максимальной температуры 1100 °C без изотермической выдержки. Значения констант, которые использовались для решения системы, представлены в таблице 1. Полученные результаты, а также экспериментальные данные, подтверждающие их значение, приведены на Рис. 2.

Таблица 1

Константы, принятые для теоретических расчетов

Атомный объем	Ω	$4,71 \cdot 10^{-30} \text{ м}^2$
Поверхностное натяжение	α	1,2 Дж/м ²
Фактор зернограничной диффузии	$[\delta_{gb} D_{gb}]_0$	$3 \cdot 10^{-14} \text{ м}^3/\text{с}$
Энергия активации зернограничной диффузии	Q_{gb}	250 кДж/моль
Фактор поверхностной диффузии	$[\delta_s D_s]_0$	0,05 м ² /с
Энергия активации для поверхностной диффузии	Q_s	98 кДж/моль
Энергия активации для степенного закона ползучести	Q_{cr}	500 кДж/моль



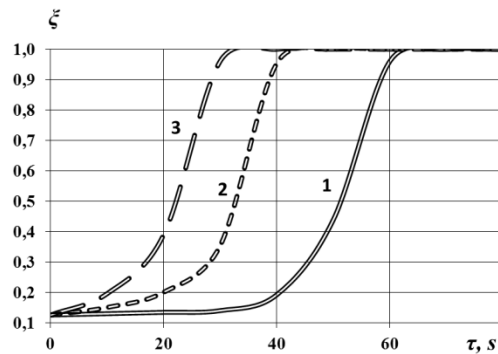
1 – 10 °C/c; 2 – 15 °C/c; 3 – 20 °C/c,

Рис.2. Теоретические (а) и экспериментальные (б) кривые изменения размера зерна в консолидированных образцах при различных скоростях нагрева

Анализ кривых изменения размера зерна в процессе нагрева показал, что увеличение скорости нагрева с 10 °C/c до 20 °C/c увеличивает скорость роста зерна, однако уменьшает его максимальный средний размер практически в 2 раза с 16 мкм до 10 мкм соответственно.

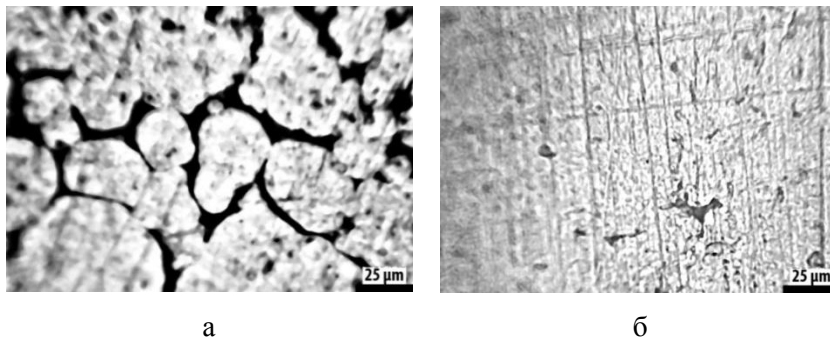
Теоретические расчеты на примере порошка железа показали, что увеличение скорости нагрева способствует сфероидизации пор и закрытию пористости (см. Рис.3). Выполненные

експериментальні дослідження підтвердили дані теоретичних розрахунків і показали, що вже через 30 секунд після початку спекання при швидкості нагріву $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ пори або відсутні взагалі, або мають форму, близьку до сферичної (см. Рис. 4).



1 – $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$; 2 – $15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$; 3 – $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$;

Рис. 3. Теоретичні криві зміни сферичності пор в консолидованих зразках при різних швидкостях нагріву



а

б

а – $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$; б – $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$,

Рис. 4. Оптичні мікрофотографії консолидованих зразків заліза через 30 с після початку спекання, $\times 800$

Висновки

Установлено закономірності впливу швидкості нагріву в діапазоні від $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ до $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ при ИПС на кінетику ущільнення і структуру порошку заліза. Теоретично обґрунтовано і експериментально підтверджено, що збільшення швидкості нагріву з $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ до $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ в процесі ИПС дозволяє в ~ 2 рази (с 80 до 45 с) прискорити процес отримання безпористих компактів і зменшити середній розмір отриманого в структурі зерна з 16 мкм до 10 мкм.

Список літературних джерел:

1. Kang S.-J. L. Sintering. Densification, Grain Growth and Microstructure. – Amsterdam: Elsevier, 2005. – 265 p.
2. Райченко А.И. Интенсификация спекания пористых порошковых компактов посредством электрического тока / Порошковая металлургия №9/10, 2015 – с 23 – 34.
3. Григорьев Е. Г. Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков / Григорьев Е. Г., Калинин Б. А. // Учебное пособие. М.: МИФИ, 2008. -152с.
4. Бабич, Б. Н. Металлические порошки и порошковые материалы: справочник / Б. Н. Бабич, Е. В. Вершинина, В. А. Глебов. – М.: ЭКОМЕТ, 2005. – 520 с.
5. Пат. 101575 Україна, МПК B22F 3/14, B22F 3/105, B30B 15/02. Пристрій для іскроплазмового спікання порошків / Сизоненко О. М., Івлів А. І., Райченко О. І. [та ін.]. – № 201200957; заявл. 30.01.2012; опубл. 10.04.2013, Бюл. № 7
6. Зайченко, А.Д. Удосконалення процесів електророзрядної обробки шихти та іскро-плазмового спікання для отримання високо зносостійких карбідосталей: автореф. дис. на здобуття наукового ступеня канд. техн. наук: спец. 05.16.06 «Порошкова металургія і композиційні матеріали» / А.Д. Зайченко. – Київ, 2015. – 24 с.
7. Скороход В. В. Реологические основы теории спекания. – Киев: Наук. думка, 1972. – 149 с.
8. Hsueh C.H., Evans A. G., Cannon R. M. and Brook R. J. Viscoelastic Stresses and Sintering Damage in Heterogeneous Powder // Compacts Acta Metall. 1986. 34.927.

Стаття надійшла до редакції 29.03.2016.