

УДК 621.762

О.В. Толочина, Г.А. Баглюк, О.І. Толочин, Р.В. Яковенко*Інститут проблем матеріалознавства НАН України***ВПЛИВ МОРФОЛОГІЇ ВИХІДНИХ ПОРОШКІВ НА СТРУКТУРУ І ВЛАСТИВОСТІ
ГАРЯЧЕШТАМПОВАНОГО ІНТЕРМЕТАЛІДУ Fe-16Al**

Проведено ущільнення інтерметаліду Fe-16Al гарячим штампуванням при температурах 1050, 1150 і 1250 °C з порошків, що відрізняються дисперсністю і морфологією. Вивчено структуру та властивості інтерметаліду, отриманого з таких порошків. Зміна дисперсності та морфології частинок інтерметаліду досягалося шляхом високоенергетичного розмелу вихідного порошку з розміром частинок 100-150 мкм. Показано, що інтерметаліди з пластинчастою структурою з товщиною частинок 10 мкм мають більш високі механічні властивості у порівнянні з інтерметалідами з округлими частинками. Найбільше поліпшення спостерігається для тріщиностійкості, перевищення якої складає більше ніж 25%.

Ключові слова: інтерметалід, порошок, механоактивація, гаряче штампування, міцність, тріщиностійкість.

А.В. Толочина, Г.А. Баглюк, А.И. Толочин, Р.В. Яковенко**ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ И МОРФОЛОГИИ ИСХОДНЫХ ПОРОШКОВ НА
СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ГОРЯЧЕШТАМПОВАННОГО
ИНТЕРМЕТАЛЛИДА Fe-16Al**

Проведено уплотнение интерметаллида Fe-16Al горячей штамповкой при температурах 1050, 1150 и 1250 °C из порошков, отличающихся дисперсностью и морфологией. Изучено структуру и свойства интерметаллида полученного из разных порошков. Изменение дисперсности и морфологии частиц интерметаллида достигалось путем высокоэнергетического размол исходного порошка с размером частиц 100-150 мкм. Показано, что интерметаллид с пластинчатой структурой с толщиной частиц 10 мкм обладает более высокими механическими свойствами по сравнению с интерметаллидом с округлыми частицами. Наибольшее улучшение наблюдается для трещиностойкости, превышение которой составляет более чем 25%.

Ключевые слова: интерметаллид, порошок, механоактивация, горячая штамповка, прочность, трещиностойкость.

A.V. Tolochina, G.A. Bagliuk, A.I. Tolochin, R.V. Yakovchko**HOT FORGING INTERMETALLIC COMPOUNDS Fe-16Al FROM POWDERS OF
DIFFERENT DISPERSION AND MORPHOLOGY**

The intermetallic Fe-16Al was compacted by hot forging at temperatures of 1050, 1150 and 1250 °C from powders of different dispersion and morphology. The structure and properties of the intermetallic compound which was obtained from different powders was investigated. Changing the dispersion and morphology of the intermetallic particles achieved by high-energy milling a starting powder having with particle size of 100-150 microns. It is shown, that the lamellar structure with intermetallic particles with a thickness of 10 microns has a higher mechanical properties compared with intermetallic compounds with rounded particles. The greatest increase in fracture toughness is observed for the above which is more than 25%.

Keywords: intermetallic, powders, mechanic activation, hot forging, strength, fracture toughness.

Вступ

Сплави на основі системи Fe-Al останнім часом привертають увагу багатьох дослідників. Зацікавленість до цієї групи матеріалів обумовлена їх відносно низькою вартістю, пониженою щільністю, високою стійкістю до окиснення і корозії, що створює широкі перспективи для їх застосування в енергетичній, хімічній, морській і харчовій промисловості. В той же час, основним недоліком алюмінідів заліза є підвищена крихкість і низька в'язкість руйнування при кімнатній температурі [1].

В даний час існує значна кількість технологічних процесів для одержання алюмінідів заліза - від класичного лиття і переплаву в звичайній металургії, до консолідації порошку різними видами спікання і гарячого пресування в порошковій металургії [1-4].

У випадку застосування технологій порошкової металургії особлива увага приділяється синтезу алюмінідів, так як внаслідок суттєво різних швидкостей взаємної дифузії елементів при нагріві суміші порошків заліза та алюмінію у пресовках можливе утворення пор і тріщин. Крім того, інтерметаліди відносяться до класу важкоспікаємих за традиційною схемою матеріалів. Тому, для одержання щільних і бездефектних інтерметалідів з порошків необхідне застосування методів гарячої обробки тиском. Одним з таких методів є гаряче штампування, що дозволяє вирішувати задачі одержання безпористих матеріалів при відносно невисоких температурах обробки порошкових заготовок [5-7].

В той же час відомо, що основні фізико-механічні та експлуатаційні властивості матеріалів значною мірою залежать від розмірів і морфології структурних елементів сплаву і підвищуються зі збільшенням дисперсності останніх. Одним з ефективних методів підвищення характеристик спечених порошкових матеріалів (у тому числі - спечених Fe-Al інтерметалідів) є, зокрема, використання методів інтенсивного розмолу вихідних порошків, що супроводжується їх механічною активацією [8-13], а застосування методів гарячого штампування повинно сприяти збереженню дрібнозернистої структури у порівнянні з високотемпературним спіканням.

Враховуючи вищенаведене, **метою** даної роботи було дослідження впливу попередньої механоактивації синтезованих порошків розмелюванням на структуру та властивості порошкових інтерметалідів Fe₃Al, отриманих гарячим штампуванням при різних температурах.

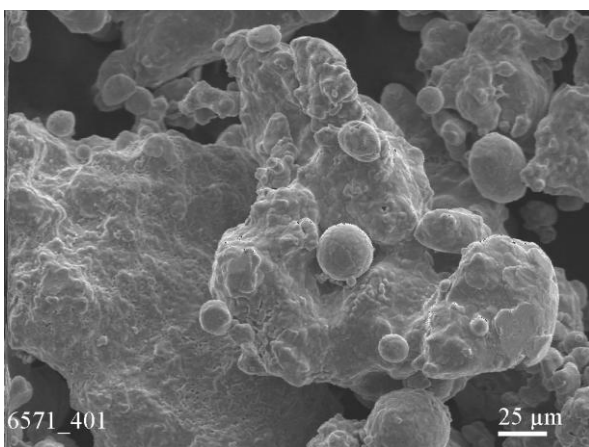
Матеріали та методика експерименту

Для одержання інтерметаліду складу Fe-16 % (мас.) Al використовували серійні порошки заліза ПЖР-3.200.28 з розміром часток 100-160 мкм та алюмінію ПА-4 з розміром часток 50-70 мкм (рис.1). Вихідну шихту для синтезу порошків інтерметаліду готували в барабанному змішувачі протягом 3-х годин.

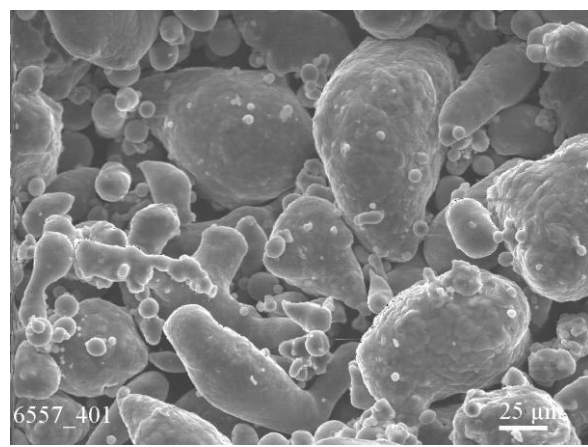
З порошкової суміші під тиском 300 МПа пресували заготовки та спікали їх у вакуумній печі з вакуумом не нижче 10⁻³ мм.рт.ст. при температурі 1000 °С з ізотермічною витримкою 60 хв. для забезпечення термічного синтезу інтерметаліду із суміші елементарних порошків заліза й алюмінію.

Після синтезу заготовки подрібнювались до фракції -120 мкм, а отриманий порошок був розділений на дві частини. З першої частини порошку (шихта I) при тиску 600 МПа пресувалися циліндричні зразки діаметром 40 мм і висотою ~14 мм. Друга частина порошку (шихта II) піддавалася додатковому розмелюванню в планетарному млині протягом 15 хв. у середовищі спирту, після чого розмелений та висушений порошок пресували як і у випадку із шихтою I. Спресовані зразки обох типів нагрівалися в аргоні на протязі 15 хв. до температур 1050, 1150 і 1250 °С та піддавалися гарячому штампуванню у відкритому штампі на гвинтовому дугостаторному пресі.

На отриманих зразках досліджували щільність (гідростатичним методом); питомий електроопір (методом вимірювання падіння напруги на штампованому та еталонному зразках); міцність при вигині на зразках розміром 6×4×30 мм і відстанню між опорами 20 мм; тріщиностійкість на зразках розміром 6×4×20 мм із відстанню між опорами 20 мм. Тріщину в зразок вводили електроіскровим способом дротом діаметром 0,1 мм. Випробування на вигин та тріщиностійкість проводили на випробувальній машині Ceramtest system при кімнатній температурі. Рентгенофазовий аналіз зразків здійснювали на дифрактометрі ДРОН-3а в Со-К випромінюванні. Структуру матеріалу досліджували на оптичному мікроскопі ХJL-17. Морфологію і дисперсність порошку вивчали на скануючому електронному мікроскопі JEOL Superprobe 733.



а



б

Рис.1. Вихідні порошки заліза ПЖР-3.200.28 (а) та алюмінію ПА-4 (б)

Результати експерименту та їх обговорення

Попереднє вакуумне спікання зразків при 1000 °С із суміші вихідних порошків Fe та Al дозволило синтезувати інтерметалід Fe₃Al, на що вказує рентгенограма, приведена на рис. 2. Піків, характерних для алюмінію, заліза й інших інтерметалідних фаз на рентгенограмі виявлено не було.

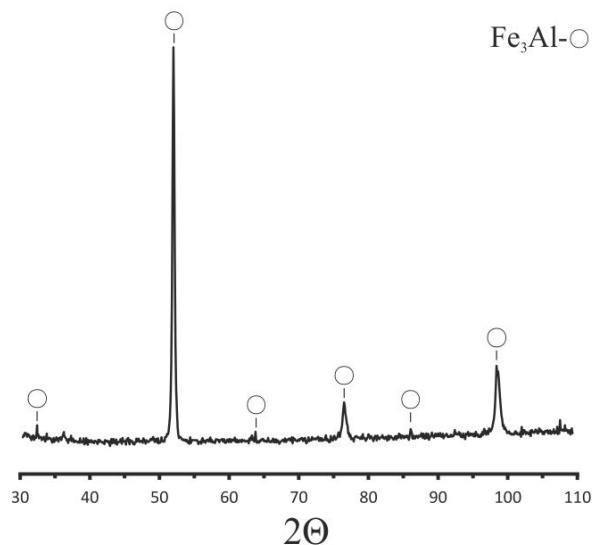


Рис. 2. Рентгенограма зразків інтерметаліду, отриманих після термічного синтезу

Морфологія та дисперсність синтезованого вихідного (шихта I) та розмеленого в планетарному млині (шихта II) порошку інтерметаліду представлена на рис. 3.

Як видно з рис. 3, розмелювання порошку синтезованого інтерметаліду в планетарному млині не призводить до суттєвого подрібнення, а лише до утворення пластинчастих часток, що вказує на деяку пластичність порошку при високоенергетичному розмелюванні.

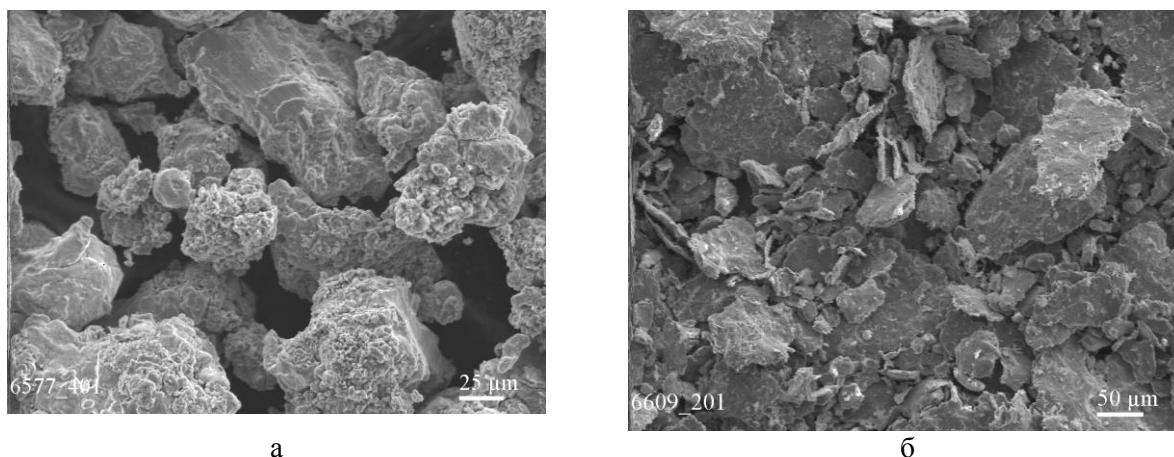


Рис.3 Морфологія синтезованих порошків інтерметаліду Fe₃Al:

а) вихідний (шихта I); б) після розмелювання в планетарному млині (шихта II)

При компактуванні порошку в монолітний матеріал при гарячому штампуванні основною характеристикою, що відбиває дію процесу ущільнення заготовки, є її щільність або зворотна їй характеристика - пористість. Застосування гарячого штампування заготовок з порошку інтерметаліду при температурах 1050-1250 °С дозволяє одержувати зразки з низькою пористістю (що не перевищує 2-3 %), у той час як при спіканні усадка спостерігається тільки при досягненні температури, близької до плавлення матеріалу (1450-1500 °С). При штампуванні розмеленого порошку (шихта II) зі збільшенням температури обробки спостерігається і деяке збільшення щільності зразків, а у випадку ущільнення вихідного порошку (шихта I) такого впливу температури на щільність практично не виявлено (рис. 4, а).

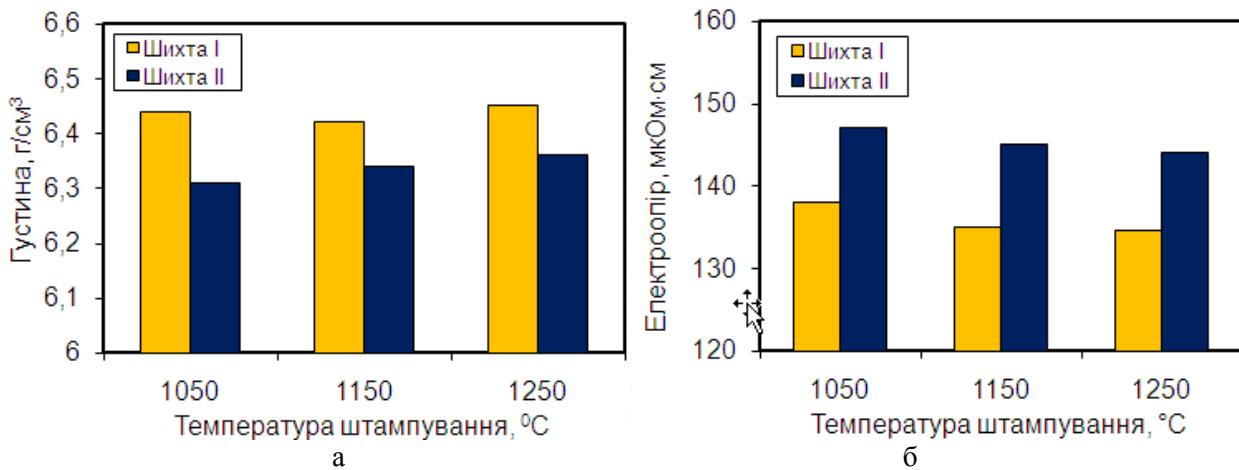
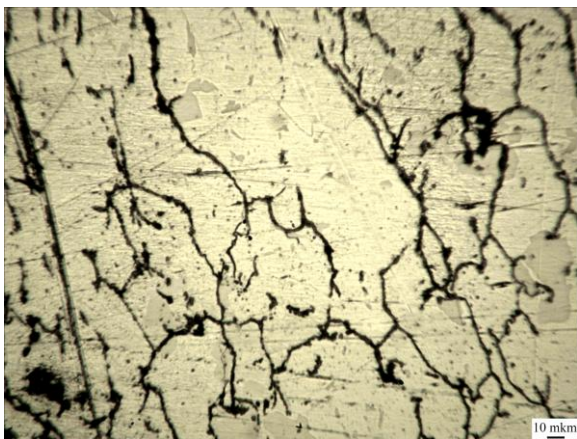


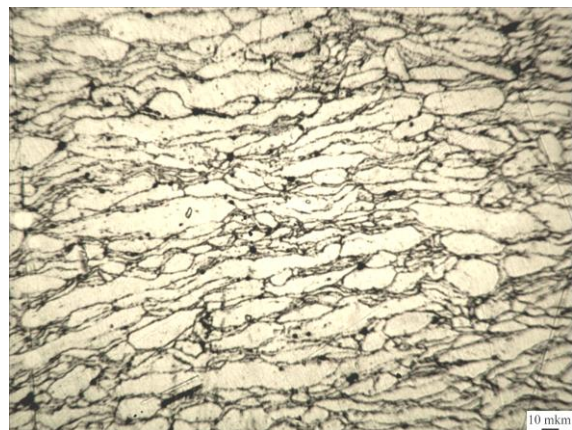
Рис. 4. Густина (а) та питомий електропор (б) інтерметаліду Fe-16Al в залежності від виду обробки вихідного порошку і температури штамування

Приймаючи до уваги досить низькі температури ущільнення інтерметаліду у порівнянні з температурами одержання щільних зразків шляхом високотемпературного спікання або переплаву, необхідно звернути увагу на здатність утворення якісного контакту між частками в порошковому тілі. Якість міжчасткової взаємодії можна оцінити за величиною питомого електропорю. Як випливає з рис. 4, б, зі збільшенням температури штамування відбувається зменшення питомого електропорю незалежно від виду вихідної шихти. Більш високі значення електропорю зразків із шихти II можуть бути пов'язані з їх більш високою пористістю і великою кількістю границь у матеріалі через більшу дисперсність часток. Крім того, підвищення питомого електропорю в зразках, отриманих із шихти II, обумовлене також підвищеним вмістом кисню (0,3 %) у порівнянні із інтерметалідами, виготовленими з шихти I (0,1 %).

Порівняльний аналіз мікроструктур матеріалів, отриманих після штамування інтерметалідів з вихідного немеленого порошку (шихта I) та з порошку після механоактивації (шихта II) показує, що в разі використання необробленого в млині порошку (шихта I) структура характеризується наявністю з відносно крупних, дещо деформованих часток розміром 50-200 мкм, більшість з яких, однак, за формою близькі до рівновісної (рис. 5, а, в). Деяка зміна форми, імовірно, стало наслідком застосування операції штамування при ущільненні, що свідчить про наявність помітної пластичності в частках при застосовуваних температурах ущільнення. В той же час після штамування розмеленого порошку (шихта II) структура матеріалу відрізняється суттєво пластинчастою формою часток порошку з товщиною пластин 10-20 мкм і довжиною 50-150 мкм. При цьому, в структурі на границях між частками присутні утворення, що можуть бути плоскими (двомірними) дефектами, що також, як і об'ємні пори, є дефектами структури, що зменшують міцність матеріалу. Істотної зміни структури при збільшенні температури штамування, як для шихти I, так і шихти II, виявлено не було.



а



б

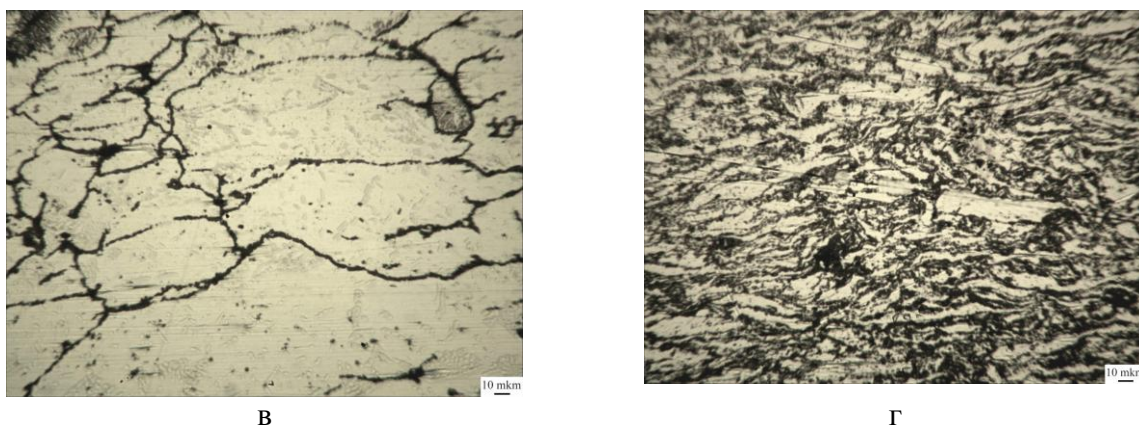


Рис. 5. Структура інтерметаліду Fe–16Al після гарячого штампування немеленого (а, в) та меленого (б, г) порошку. Температура штампування: а, б – 1050 °С, в, г – 1250 °С

Суттєва різниця в структурах інтерметалідів, отриманих з вихідного та підданного механоактивації порошоків, вочевидь, повинна відображатися і на рівні основних механічних властивостей матеріалів, найбільш структурочутливими з яких є міцність при вигині та тріщиностійкість.

Аналіз залежності міцності матеріалів від виду попередньої обробки вихідних порошоків показує (рис. 6, а), що для всіх температур штампування міцність інтерметалідів, одержаних з механоактивованих порошоків, перевищує аналогічну характеристику матеріалів, штампованих з необроблених порошоків. При цьому, межа міцності при вигині для зразків із шихти I несуттєво залежить від температури нагріву, на відміну від зразків із шихти II, де спостерігається помітне збільшення міцності з ростом температури ущільнення до 1250 °С, що, незважаючи на деякий ріст розміру зерна з підвищенням температури, може свідчити про поліпшення якості (адгезійної міцності) міжчасткових границь.

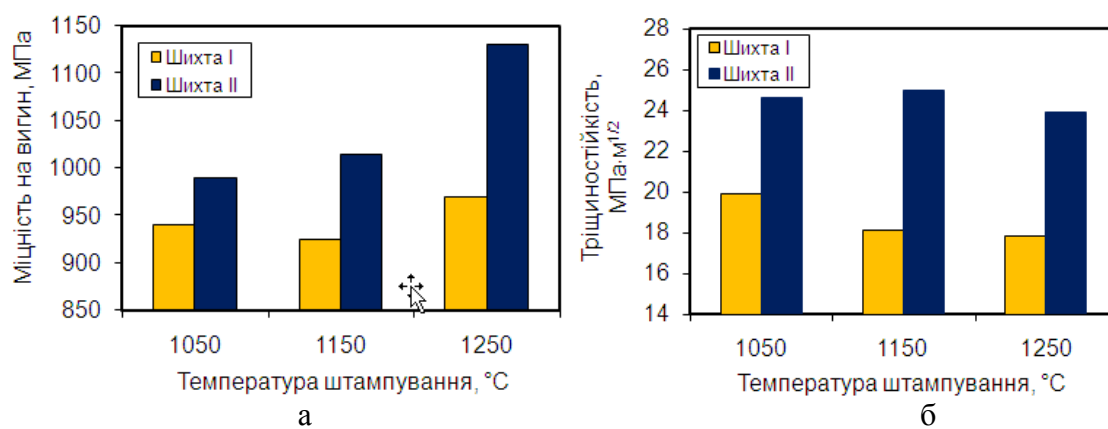


Рис. 6. Міцність при вигині (а) і тріщиностійкість (б) інтерметаліду Fe-16Al в залежності від виду обробки вихідного порошку і температури штампування

Важливою характеристикою крихких матеріалів, яка значною мірою характеризує міцність міжзеренних границь і показує здатність структури матеріалу чинити опір просуванню тріщини, є тріщиностійкість. Як показали результати оцінки вказаної характеристики гарячештампованих інтерметалідів, температура штампування незначно впливає на величину тріщиностійкості сплавів для обох видів вихідної шихти (рис. 6, б). В той же час, якщо тріщиностійкість матеріалів, отриманих із механоактивованого порошку, для всіх температур штампування помітно перевищує значення тріщиностійкості для інтерметалідів, отриманих із вихідних порошоків без їх обробки: тоді як абсолютний рівень значень тріщиностійкості для інтерметалідів на основі шихти II складає 23,9–25 МПа·м^{1/2}, то матеріали штамповані із шихти I мають тріщиностійкість, значення якої не перевищують 17,8–19,9 МПа·м^{1/2} (рис. 6, б). Помітне підвищення міцності та тріщиностійкості алюмінідів заліза, отриманих з механоактивованих порошоків, обумовлене тим, що при руйнуванні останніх для їх пластинчастої структури характерний в основному транскристалітний злам (рис. 7,

а), тоді як для матеріалу, отриманого із порошку без попередньої обробки характерно головним чином інтеркристалітне руйнування лише з присутністю транскристалітного зламу (рис. 7, б).

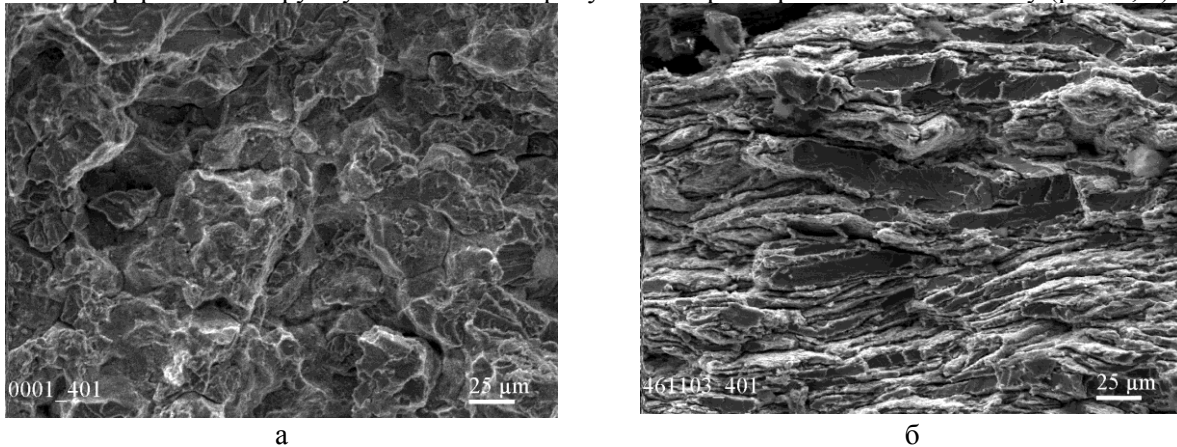


Рис. 7. Поверхня руйнування зразків інтерметаліду після штампування при 1150 °С:
а - з вихідної шихти I; б - з розмеленої шихти II

Висновки

1. Механоактивація порошку синтезованого інтерметаліду в планетарному млині істотно змінює морфологію часток, а також структуру гарячештампованого матеріалу у порівнянні з необробленим порошком.

2. Гаряче штампування як вихідного так і розмеленого порошку інтерметаліду дозволяє одержувати зразки з мінімальною пористістю при температурах, що не перевищує 1050÷1100 °С.

3. Як міцність, так і тріщиностійкість інтерметалідів, одержаних з розмеленого порошку, помітно перевищує відповідні характеристики гарячештампованого інтерметаліду з вихідного необробленого порошку для всіх температур гарячого штампування, що обумовлено наявністю в інтерметалідах з механоактивованих порошків специфічної структури пластинчастого типу, яка характеризується транскристалітним видом руйнування.

Література

1. Deevi S. C., Sikka V. K. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications // *Intermetallics*, 1996, v.4, P. 351-315.
2. Liu C. T., George E. P., Maziasz P. J., Schneibel J. H. Recent advances in B2 iron aluminide alloys: deformation, fracture and alloy design // *Mater. Sci. Eng. A* – 1998. – Vol. 258. – P. 84–98.
3. He Q., Jia C., Meng J. Influence of iron powder particle size on the microstructure and properties of Fe₃Al intermetallics prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering // *Materials Science and Engineering A*. – 2006. – Vol. 428. – P. 314–318.
4. Wang J., Xing J., Qiu Z., Zhi X., Cao L. Effect of fabrication methods on microstructure and mechanical properties of Fe₃Al-based alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2009. – Vol. 488. – P. 117–122.
5. Баглюк Г. А., Толочин О. І., Толочина О. В., Яковенко П. В. Вплив технологічних режимів гарячого штампування на структуру та властивості порошкових інтерметалідів Fe₃Al // *Вісник національного технічного університету «ХПІ»*. Серія: Інноваційні технології та обладнання обробки матеріалів у машинобудуванні та металургії. – 2014. – № 44 (1087). – С. 8-15.
6. Баглюк Г. А., Толочин А. І., Толочина А. В., Курихин В. С., Яковенко П. В. Применение горячей штамповки для получения порошкового интерметаллида Fe₃Al // *Ресурсосберегающие технологии производства и обработки материалов давлением*. – 2014. – № 1(15). – С. 88–96.
7. Szczepanik S., Godlewska E., Mania R. Influence of hot forming on the properties of Fe-Al intermetallic materials // *Proc. of the 8th Inter. Conf. on Metal Forming*. – Rotterdam, 2000. – P.477÷484.
8. Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling // *Progress in Materials Science*. – 2001. – No.1, Vol. 46. – P. 1÷184.
9. Minamino Y., Koizumi Y., Tsuji N., Hirohata N., Mizuuchi K., Ohkanda Y. Microstructures and mechanical properties of bulk nanocrystalline Fe–Al–C alloys made by mechanically alloying with subsequent spark plasma sintering // *Science and Technology of Advanced Materials*. – 2004. – Vol. 5. – P. 133–143.
10. Jia C., He Q., Meng J. Fe₃Al based alloys fabricated by spark plasma sintering from mechanically activated powders // *Materials Science Forum* – 2007. – Vol. 539–543. – P. 2706–2712.
11. Jia C., He Q., Meng J., Guo L. Influence of mechanical alloying time on the properties of Fe₃Al intermetallics prepared by spark plasma sintering // *Journal of University of Science and Technology Beijing*. – 2007. – Vol. 14, No. 4. – P. 331-334.
12. Song H., Wu Y., Tang C., Yuan S., Gong Q., Liang J. Microstructure and Mechanical Properties of FeAl Intermetallics Prepared by Mechanical Alloying and Hot-Pressing // *Tsinghua science and technology*. – 2009. – Vol. 14, No. 3. – P. 300÷306.
13. He Q., Jia C., Meng J. Influence of iron powder particle size on the microstructure and properties of Fe₃Al intermetallics prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – No. 1-2, vol. 428. – P.314÷318.

Стаття надійшла до редакції 25.04.2016.