

УДК 621.762.4.04

А.В. Мініцький¹, Л.О. Сосновський², П.І. Лобода¹, Ю.Й. Бесарабець¹¹Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», Київ, Україна²Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, Київ, Україна**ВПЛИВ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ НА ПРОЦЕС ВІЛЬНОЇ ОСАДКИ ПОРОШКОВИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ ЗАЛІЗА**

З метою дослідження умов зниження пористості порошкових матеріалів, проводили вільну осадку брикетів із заліза і його суміші з 1,6% графіту. Брикети отримували пресуванням при 700 МПа з наступним відпалом у водні при 800 °С. Вільну осадку брикетів здійснювали при одному зусиллі 200 кН при трьох температурах: при кімнатній температурі, після охолодження в рідкому азоті, після нагрівання в порошку графіту при 800 °С, тобто при 20 °С, вище -196 °С і нижче 800 °С. Встановлено, що деформація при осіданні брикетів знижується в температурному ряду: кімнатна – нижче 800 °С – вище -196 °С. Відповідно підвищується залишкова пористість брикетів. Показано, що осадка брикетів в сталевих обичайках дозволяє формувати щільні і якісні заготовки під наступний гарячий передел.

Ключові слова: порошок, залізо, графіт, осадка, температура, пористість

А.В. Миницкий, Л.А. Сосновский, П.И. Лобода, Ю.И. Бесарабев**ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА ПРОЦЕСС СВОБОДНОЙ ОСАДКИ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА**

С целью исследования условий снижения пористости порошковых материалов, проводили свободную осадку брикетов из железа и его смеси с 1,6 % графита. Брикеты получали прессованием при 700 МПа с последующим отжигом в водороде при 800 °С. Свободную осадку брикетов осуществляли при одном усилии 200 кН при трех температурах: при комнатной температуре, после охлаждения в жидком азоте, после нагрева в порошке графита при 800 °С, т.е. при 20 °С, выше -196 °С и ниже 800 °С. Установлено, что деформация при осадке брикетов снижается в температурном ряду: комнатная – ниже 800 °С – выше -196 °С. Соответственно повышается остаточная пористость брикетов. Показано, что осадка брикетов в стальных обечайках позволяет формировать плотные и качественные заготовки под последующий горячий передел.

Ключевые слова: порошок, железо, графит, осадка, температура, пористость

A.V. Minitsky, L.A. Sosnovsky, P.I. Loboda, Y.I. Besarabec**EFFECT OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS ON THE PROCESS OF FREE DRAFT OF POWDER MATERIALS ON THE BASIS OF IRON**

In order to study the conditions for reducing the porosity of powdered materials, briquettes made of iron and its mixture with 1.6% graphite were free precipitated. Briquettes were obtained by pressing at 700 MPa, followed by annealing in hydrogen at 800 °C. The free draft of briquettes was carried out with one effort of 200 kN at three temperatures: at room temperature, after cooling in liquid nitrogen, after heating in graphite powder at 800 °C, i.e. at 20 °C, above -196 °C and below 800 °C. It is established that the deformation during the precipitation of briquettes decreases in the temperature range: room - below 800 °C - above -196 °C. Respective porosity of briquettes increases accordingly. It is shown that the draft of briquettes in steel shells allows forming dense and high-quality billets for subsequent hot processing.

Keywords: powder, iron, graphite, draft, temperature, porosity

Постановка проблеми. Ефективність процесу деформації порошкових матеріалів істотно залежить від точності вибору геометрії і пористості вихідної заготовки, а також схеми деформації, які повинні забезпечувати при обробці тиском пластичне формозмінення і ущільнення зразка без руйнування. Відомо, що одними із найбільш перспективних технологій, які забезпечують отримання порошкових заготовок із високою щільністю є динамічне гаряче пресування, гаряча штамповка та гаряче ізостатичне пресування [1-3].

Від даних методів вільна осадка відрізняється тим, що заготовка не обмежена боковою поверхнею робочого інструменту [4]. Хоча процес вільного осадження порошкових пористих заготовок є ідентичним осадженню компактного матеріалу, проте наявність пористості обумовлює відмінність пластичної деформації брикетів. Для порошкових матеріалів коефіцієнт Пуассону менше 0,5 і, відповідно, радіальне розширення під час деформації менше ніж для компактного [5]. Пори зминаються під дією навантаження і зменшують бокову деформацію зразків, що знижує розтягуючі напруження матеріалу. Але водночас, пористість перешкоджає пластичній течії матеріалу, що неоднозначно впливає на утворення периферійних тріщин під час вільного осадження зразків. Проте, холодна вільна осадка порошкових заготовок забезпечує, при відносно

невеликих зусиллях, зниження пористості до 2–4 % [6–10], що пояснюється найбільш інтенсивним закриттям пор, яке ефективно відбувається саме при зсувних деформаціях.

Постановка задач. Не дивлячись на безперечні переваги методу вільної осадки (відсутність у потребі спеціальної прес-оснастки, можливість використання стандартного пресового обладнання та створення великих зсувних деформацій) він практично не застосовується для виготовлення щільних порошкових матеріалів конструкційного призначення з високими функціональними властивостями. Метою даної роботи є вивчення впливу технологічних режимів процесу вільної осадки порошкових матеріалів на основі залізу на їх властивості.

Викладення основного матеріалу. Використовували залізний порошок марки ПЖРВ 200.28 та його суміш із порошком графіту марки ГС-4 (1,6 %). Проводили попереднє пресування брикетів висотою 16–18 мм складу (мас. %): а) Fe–100; б) Fe–98,4, графіт–1,6 при тиску 700 МПа у нероз'ємній прес-формі діаметром 12 мм, після чого проводили відпал у середовищі водню при температурі 800 °С для зняття деформаційного зміцнення після пресування. Вихідна пористість пресовок складала 12–13 % для залізу та 7–8 % для суміші залізу з добавкою графіту (1,6 %).

Вільну осадку відпалених брикетів проводили на гідравлічному пресі між двома сталевими пластинами вздовж напрямку пресування при зусиллі 50–250 кН. На першому етапі проводили осадку при кімнатній температурі та визначали пористість брикетів методом гідростатичного зважування та відносну деформацію зразків, яку визначали за відношенням різниці висоти пресовки до осадки та після до вихідної висоти (рис. 1).

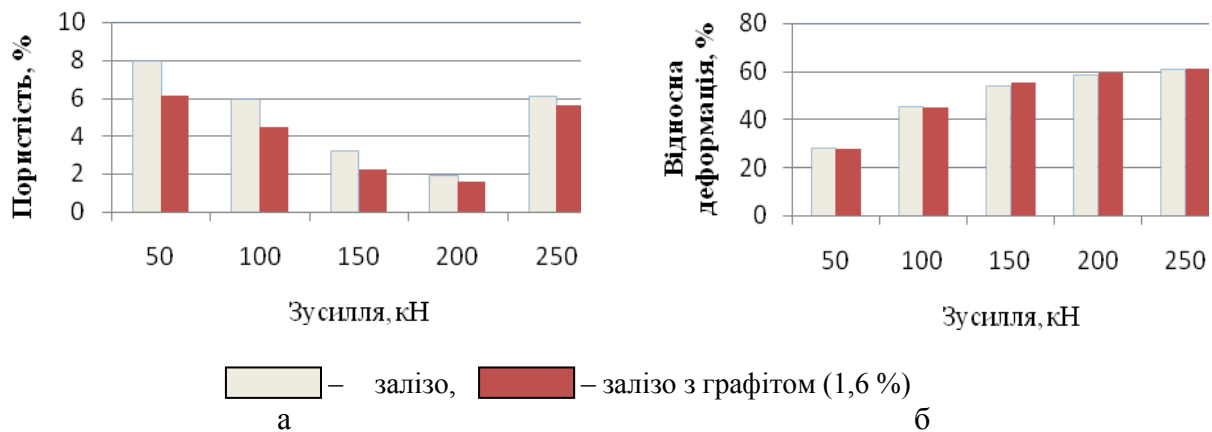


Рис. 1. Пористість (а) та відносна деформація зразків (б) в залежності від зусилля вільної осадки при температурі 20 °С

Встановлено, що вільна осадка зразків при зусиллях 150–200 кН дозволяє отримати заготовки з залишковою пористістю в межах 1,5–3 % (рис. 1 а). Подальше збільшення зусилля осадки до 250 кН приводить до формального зростання пористості, що пов'язано з появою тріщин по периферії зразків. Незначна залишкова пористість після вільної осадки підтверджується також металографічним аналізом (рис. 2). Мікроструктура зразків показує суттєву деформацію зерен у напрямку перпендикулярному прикладеному зусиллю осадки. Слід зазначити, що добавка графіту (1,6 %) принципово не впливає на пористість зразків, що піддавали осадці, що може бути обумовлено наступним. Графіт сприяє кращому ущільненню порошоків залізу в умовах статичного пресування за рахунок змащуючих властивостей [11]. Проте, в процесі спікання, вуглець частково розчиняється в залізі, підвищує його міцність і, відповідно, збільшує опір спеченого брикету деформації при осадці.

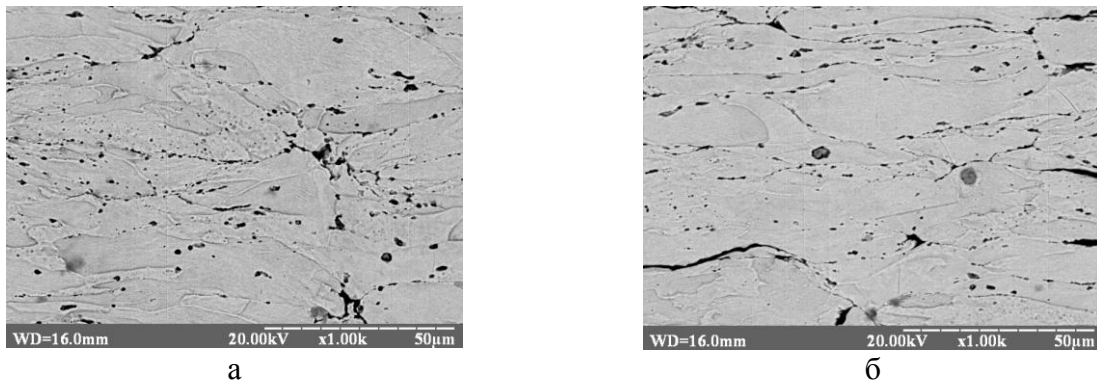


Рис. 2. Мікроструктура зразків підданих вільній осадці при зусиллі 200 кН при температурі 20 °С: а – Fe, б) Fe+1,6 графіту.

Досліджували вільну осадку при різних температурах при одному зусиллі 200 кН. При виборі температур осадки було враховано, що нагрів зразків на основі залізу до температури 800 °С збільшує пластичність матеріалу і, навпаки, охолодження у рідкому азоті (– 196 °С) знижує пластичність матеріалів з ОЦК граткою [12]. Тому було проведено порівняльний експеримент де частина брикетів була охолоджена у рідкому азоті. Другу частину брикетів нагрівали на повітрі у засипці із терморозширеного графіту при 800 °С протягом 15 хвилин. Зрозуміло, що при розміщенні зразків між пластинами, температура першої частини брикетів частково підвищувалась, а другої – знижувалась.

На рисунку 3 показано пористість та відносна деформація порошкових брикетів при різних температурах вільної осадки при зусиллі 200 кН.

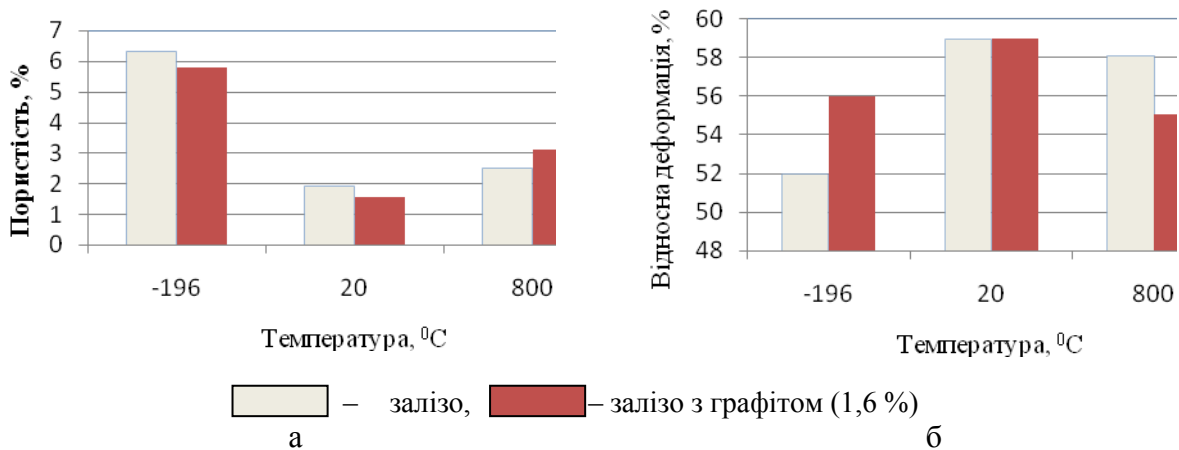


Рис. 3. Пористість (а) та відносна деформація (б) зразків при зусиллі вільної осадки 200 кН при температурах – 196, 20, та 800 °С.

Результати цих експериментів показали, що при однаковому зусиллі осадки відмінність пористості обумовлено зміною пластичності зразків і, відповідно, різним ступенем деформації, що залежать від температури. Так, найменша пористість (1,5–2 %) спостерігається для зразків підданих осадці при кімнатній температурі, висока пластичність яких обумовлена попереднім відпалом. Нагрів зразків до 800 °С априорно повинен був забезпечити меншу пористість через більш високу пластичність за рахунок нагріву. Проте, як показали результати досліджень, залишкова пористість зразків складає 2–3 %, тобто залишається на рівні зразків підданих осадці при кімнатній температурі (рис. 3 а). Це може бути пояснено тим, що брикети нагрівали у засипці із терморозширеного графіту у графітовому тиглі (для запобігання від окиснення), через що відбулося додаткове науглецювання залізних пресовок з утворенням цементиту(рис.4) і збільшення гарячої міцності розчину Fe–C, що перешкоджає осадці брикетів.

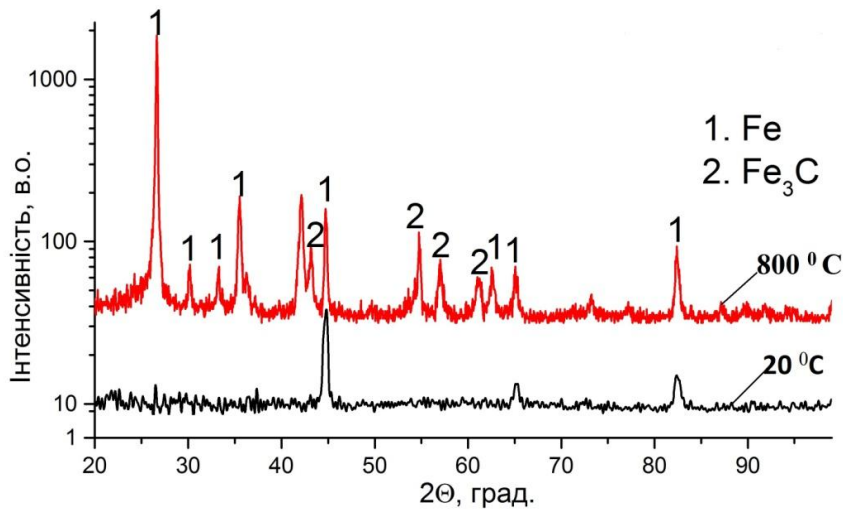


Рис. 4. Спектри рентгенівської дифракції сплаву Fe–C (1,6 %) після осадки зразків при 200 кН за різних температурах та охолодження до кімнатної температури

Результати наведені на рисунку 4 показали, що в процесі відпалу пресовок у водні науглецювання залізу графітом, що міститься у брикетах, несуттєво (нижній спектр). Навпаки, для тих же брикетів відбувається інтенсивне науглецювання при нагріві на повітрі у терморозширеному графіті і вміст Fe_3C в них значно вище (верхній спектр). Ця розбіжність обумовлено тим, що науглецювання проходить за рахунок реакції диспропорціювання молекул CO на поверхні залізу. Парціальний тиск CO в першому випадку (відпал у водні) є несуттєвим і швидкість транспортування вуглецю до залізу, відповідно, сповільнено.

Пористість зразків після вільної осадки при низьких температурах складає 5–7 %, тобто охолодження у рідкому азоті знизило пластичність та привело до зменшення деформації зразків (рис 3 б). При цьому більший ступінь деформації спостерігався для зразків, що містять графіт, який виконує роль мастила і сприяє проковзуванню залізних зерен в умовах деформації при вільній осадці.

ДюрOMETричні дослідження матеріалів, що піддавалися вільній осадці, також показали відмінність за характеристиками в залежності від температури (табл. 1).

Таблиця 1

Твердість зразків при різних температурах осадки

Стан	Безосадки		Після осадки	
	Температура, °C	20°C	20°C	800°C
Склад	Твердість, HRB			
Fe	23	94	92	68
Fe+1,6% графіту	20	90	90	73

Встановлено, що найбільшу твердість мають зразки отримані після осадки при кімнатній температурі 90–94 HRB, близькими до них по значенню твердості є зразки отримані при нагріві 800 °C: 90–92 HRB (табл. 1). Вплив пористості на твердість матеріалів проявився для зразків, що піддавалися осадці після охолодження у рідкому азоті. Збільшення пористості до 5–7 % привело до зниження твердості зразків до 68–73 HRB.

Мікротвердість матеріалів приведена в таблиці 2, показало, що мікротвердість знаходиться в діапазоні 8,5–11,3 ГПа, тобто вільна осадка при всіх температурних режимах збільшує інтегральну мікротвердість фазових складових в 4–5 разів відносно вихідної мікротвердості матеріалу на основі залізу.

Таблиця 2

Мікротвердість зразків при різних температурах осадки

Стан	Без осадки		Після осадки	
	Температура, °C	20°C	20°C	800°C
Склад	Мікротвердість, ГПа			
Fe	1,5	7,5	9,2	10,9
Fe+1,6% графіту	1,7	8,1	10,5	11,3

Імовірно, таке суттєве збільшення мікротвердості може бути пов'язано із зміною напруженого стану матеріалу в результаті вільної осадки. Визначення залишкових напружень методом $\sin^2\psi$ за допомогою рентгеноструктурного аналізу проведено на рентгенівському дифрактометрі "Rigaku Ultima IV". Встановлено, що при осадці зразків при температурі 20 °С значення залишкових стискаючих напружень складає $-1356 (\pm 281)$ МПа, а при температурі 800 °С відбувається збільшення стискаючих залишкових напружень в три рази: $-3696 (\pm 883)$ МПа.

Результати проведених досліджень показали перспективність процесу вільної осадки для отримання високощільних заготовок з високою твердістю. Одним з недоліків способу є значна зміна геометричних параметрів та розтріскування периферійної частини зразків при великих зусиллях, що приводить до формального зростання пористості (рис. 1 а) та практично знижує вихід годного порошкового матеріалу. Для подолання цього недоліку була використана трубна обичайка з низьковуглецевої сталі, яка є аналогом контейнеру, що використовується при синтезі алмазів у КВТ [13]. В обичайку розміщали відпалений зразок висотою 16–18 мм (відповідає висоті обичайці) і внутрішнім діаметром близько 30 мм. На рисунку 5 приведено фотографії зборок брикет – обичайка до- та після їх осадки, яка перетворює вихідну зборку в шайбу із закругленими кромками.



Рис. 5. Зразки на основі залізу з добавкою графіту 1,6 % в обичайці (вихідні та після осадки при зусиллі 600 кН)

Пористість брикетів, що піддавали осадці в обичайці, визначали шляхом окремого зважування брикету та беспористої обичайки. Після осадки, отриману шайбу повторно зважували, обміряли та розраховували загальний об'єм із якого віднімали об'єм обичайки для визначення об'єму брикету та, відповідно, його пористості. Отримані значення пористості та відносної деформації представлені на рисунку 6.

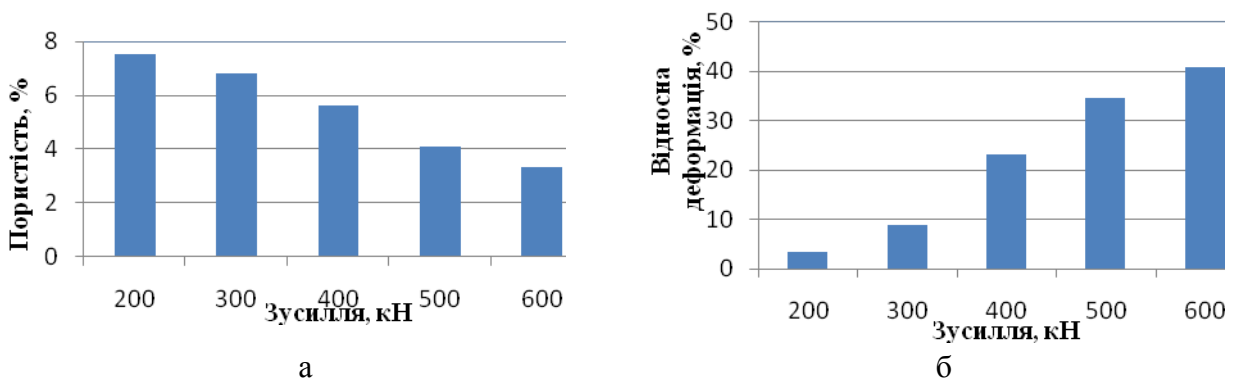


Рис. 6. Пористість та відносна деформація зразків на основі залізу з добавкою графіту (1,6 %) від зусилля вільної осадки при температурі 20 °С в обичайці.

Приведені результати процесу осадки порошкових зразків в обичайці показало можливість отримання рівномірних компактних заготовок, що мають пористість близько 3 % при відносній деформації близько 40 % при 600 кН (рис.6). Встановлено, що в досліджуваному діапазоні зусиль осадки відбувається рівномірна деформація зразку разом із обичайкою. Обичайка, фактично,

виконує роль захисної оболонки порошкового брикету і запобігає появі тріщин на периферії зразків.

Можна констатувати, що проведення осадки із частковим обмеженням її свободи дозволяє формувати комбіновані бездефектні заготовки, що складаються із щільної і міцної периферійної частини і малопористої проте не міцної серцевини. Достатньо очевидно, що для надання матеріалу серцевини високих фізико-механічних властивостей, отриману заготовку можна піддавати спіканню або гарячій деформації шляхом осадки, ковки чи штамповки. При цьому доцільно використовувати обичайку як невід'ємну частину кінцевого продукту.

Висновки

1. Вільна осадка відпалених брикетів обох складів приводить до підвищення їх щільності, яка залежить від температури: максимальна осадка при кімнатній температурі, мінімальна після охолодження брикетів у рідкому азоті.

2. Зниження деформації брикетів нагрітих у графіті при 800 °С обумовлено їх науглецюванням при нагріві, що приводить до їх зміцнення через розчинення вуглецю в залізі.

3. Встановлено, що утворення тріщин в периферійній зоні брикетів, підданих осадці при кімнатній температурі, усувається шляхом розміщення брикетів у сталевій обичайці і відповідно, проведенням їх сумісної осадки.

Список використаних джерел:

1. Дорофеев Ю. Г. Промышленная технология горячего прессования порошковых изделий / Дорофеев Ю. Г., Гасанов Б. Г., Дорофеев В. Ю. [и др.]. – М. : Металлургия, 1990. – 206 с.
2. Баглюк Г.А., Хоменко А.И. Сравнительный анализ деформированного состояния пористых заготовок при штамповке в закрытом и открытом штампах // Обработка материалов давлением. – 2012. – №2(31). – С.147–153
3. Лисенко Н.А., Клочихин В.В., Наумик В.В. Структура и свойства пустотелых отливок лопаток турбины из никелевых сплавов после горячего изостатического прессования // Авиационно-космическая техника и технология, 2015. - №10(127). – С. 19-27
4. Артамонов А.Я. Влияние условий обработки на физико-механическое состояние металлокерамических материалов. Киев: Наук. Думка, 1965. – 263 с.
5. Кун Х. А. Основные принципы штамповки порошковых заготовок / Х. А. Кун // Порошковая металлургия материалов специального назначения. – М. : Металлургия, 1977. – С. 143–158.
6. Мينيцкий А.В., Сосновский Л.А., Быков А.И., Лобода П.И. Процессы вторичного уплотнения брикетов на основе порошка железа // Міжвузівський збірник «Наукові нотатки». Луцьк, 2017. – №58. – С. 248–254
7. Рябичева Л. А. Исследование свободной осадки порошковых медно-титановых материалов / Л. А. Рябичева, О.П. Гапонова // Наукові праці ДонНТУ. Металургія.– 2008.– Вип. 10 (141).– С. 236–240.
8. Лукашкин Н.Д., Кохан Л.С., Роберов И.Г., Кондрашов А.А. Выбор технологических параметров при осадке спеченных заготовок из металлических порошков//Технология металлов. — М. Наука и технологии, 2005. – №7. – с. 22-25.
9. Лукашкин Н. Д., Кохан Л. С., Роберов И. Г. Теория обработки давлением скомпактированных спеченных металлических порошков. М.: МГВМИ, 2005. – 311с.
10. Гурских А.В. Поведение спеченной алюминиевой бронзы // Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение, 2018. – т. 20, №1. – С. 18–26
11. Порошковая металлургия. Материалы, технология, свойства, области применения. Справочник. / И.М. Федорченко, И.Н. Францевич, И.Д. Радомысельский и др. Киев: Наук. Думка, 1985. – 624 с.
12. Лебедев А.А., Ламашевский В.П., Маковецкий И.В. Деформирование и прочность легированных сталей при низких температурах в условиях сложного напряженного состояния // Проблемы прочности, 2010, №4, – С. 28–37
13. Синтетические сверхтвердые материалы: В 3-х т. Т.1. Синтез сверхтвердых материалов / Редкол.: Новиков Н.В. (отв. ред.) и др. – Киев: Наукова думка, 1986. –280 с.

Стаття надійшла до редакції 19.03.2019