

П.І. Лобода, Є.Г. Биба, М.О. Сисоєв, О.С. Гуцу

Структура і властивості титану, отриманого спіканням порошків TiH_2

НТУУ «КПІ», пр. Перемоги, 37, Київ, 03056, Україна, тел. 4549904, e-mail: geka9@ukr.net

Встановлені закономірності ущільнення порошку TiH_2 в залежності від розміру частинок, тиску пресування та температури спікання в умовах швидкісного електронно-променевого нагрівання.

Ключові слова: гідрид титану, електронно-променеве спікання, температурний градієнт, термообробка.

Стаття поступила до редакції 28.01.2011; прийнята до друку 15.03.2011.

Вступ

Розвиток сучасних галузей науки і техніки в значній мірі залежить від наявності чистих металів та сплавів, особливо, титану. Оскільки титан хімічно активний метал, то досить складно отримати вироби із титану підвищеної чистоти. Чистота порошків гідриду титану, отриманого шляхом наводнення відходів компактного титану, визначається вмістом домішок у вихідному продукті та умовами подрібнення досить крихкого гідриду титану. Застосування титанових барабанів та розмельних тіл дозволяє шляхом подрібнення в планетарних млинах отримувати порошки гідриду титану в широкому діапазоні розмірів частинок і порівняно невисокої собівартості [1].

I. Методика і результат дослідження

В роботах [2-4] показано, що методом порошкової металургії доцільно, як з технічної так і з економічної точок зору, виготовляти титан і його сплави використовуючи технологію механічного подрібнення кусків гідриду титану, пресування та наступного спікання. Але переважно таким методом отримували сплави титану. Причому, спікання проводили в вакуумних печах з радіаційним нагріванням. Встановлено, що застосування порошків гідрида титану сприяє очищенню пресовок за рахунок виділення та видалення водню в процесі спікання [5]. Але під час радіаційного нагрівання (коефіцієнт використання електроенергії 0,2-03), нагрівачі печі, як правило, мають вищу температуру ніж температура порошкової пресовки, що неминуче призводить до перенесення домішок з поверхні нагрівача до поверхні пресовки, що спікається.

Окрім того, тривалість процесу спікання складає години і обумовлена швидкістю нагрівання пресовки до температури спікання. Зберегти чистоту пресовок дозволяє електронно-променеве нагрівання з коефіцієнтом використання електроенергії 0,95. Оскільки тепло виділяється безпосередньо в пресовці, то електронно-променеве нагрівання дозволяє реалізувати на порядок вищі швидкості нагрівання пресовки до температури спікання. Під час електронно-променевого нагрівання формується великий температурний градієнт по об'єму пресовки. Між поверхнею пресовки та стінками робочої камери встановлюється температурний градієнт протилежний по напрямку від аналогічного в умовах радіаційного нагрівання, що може сприяти видаленню домішок із пресовки. Це позитивно може впливати на процес видалення домішок, що мають велику пружність пари при температурах спікання і переходять в конденсовану фазу при температурі більшій або рівній температурі водоохолоджуючої стінки робочої камери.

Саме тому в роботі досліджені закономірності видалення домішок та ущільнення під час спікання пресовок із порошку гідрида титану в умовах електронно-променевого нагрівання. Як вихідні, застосовувались порошки гідриду титану отримані наводненням титанової губки. Порошок гідрида титану мав кристалічну структуру ГЦК ґратки з вмістом водню 4 % (мас.). В вихідному стані порошок є неоднорідним по гранулометричному складу. Розмір частинок порошку змінювався в межах від 100 мкм до декількох сотень мікрометрів. Крупні і крихкі порошки погано ущільнюються в процесі пресування. Тому, спершу проводився помол порошку в титановому планетарному млині з використанням твердосплавних кульок (ТН-30), в середовищі етилового спирту, протягом 5 хвилин. Після подрібнення, за допомогою ситового аналізу

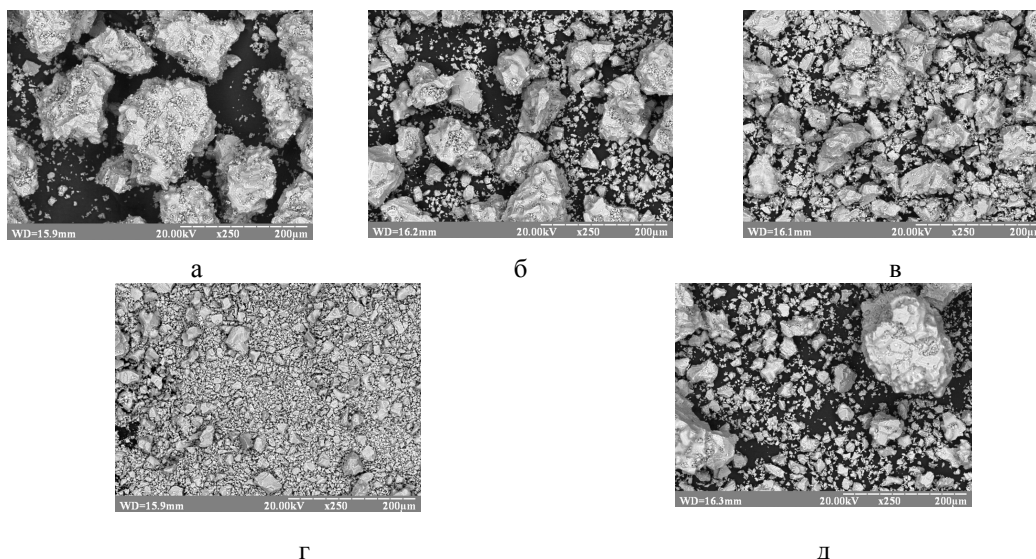


Рис. 1. Мікроструктура порошків гідриду титану подрібненого в планетарному млині: а – 130 мкм, б – 80 мкм, в – 55 мкм, г – <50 мкм, д – 70% 130 мкм + 30% <50 мкм.

Таблиця 1

Вміст домішок в порошок TiH₂ до та після розмелювання

Фракція порошку TiH ₂ , мкм	Вміст хімічного елементу, % (мас.)					
	Si	Ti	Fe	Ni	Zn	Mo
Вихідний	0,19	99,8	0,03	0,01	0	0,01
130	0,09	99,5	0,22	0,19	0,01	0,01
80	0	99,7	0,19	0,06	0,01	0,01
55	0,08	99,5	0,31	0,07	0,01	0,02
<50	0	99,8	0,11	0,06	0,01	0,02
70% 130 +30% <50	0,11	99,6	0,16	0,11	0,01	0,03

визначався гранулометричний склад порошку. Окремі фракції відбирались для дослідження впливу середнього розміру частинок порошку на ущільнення та здатність зберігати форму під час пресування в сталевих пресформах. Методом растрової електронної мікроскопії встановлено, що частинки порошку гідриду всіх відібраних фракцій мали осколясту форму і знаходилися в полідисперсному стані (рис. 1). По мірі збільшення дисперсності порошків зростає вміст домішок, що потрапляють в порошки гідриду титану під час подрібнення в планетарному млині.

За даними рентгенофлюорисцентного аналізу в порошок після помолу протягом 5 хвилин вміст домішок (табл. 1) знаходився в межах 0,2 – 0,5 % (мас.). Що пов'язано з незначним намолотом від розмельних тіл. Фракція з розміром частинок менше 50 мкм виявилася найменш забрудненою домішками, що може бути обумовлено відсутністю механічної взаємодії шарів з високодисперсною фракцією порошку із-за великого співвідношення розмірів розмельних тіл та частинок порошку гідриду титану.

Оскільки процес компактування в порошковій металургії складається з двох стадій – пресування та

спікання, а ступінь ущільнення залежить від дисперсності та гранулометричного складу порошків, їх фізичних властивостей, то в роботі вивчено спочатку вплив дисперсності вихідних порошків гідриду титану на ущільнення під час пресування.

Пресуванню в розбірній сталевій пресформі піддавались полідисперсні порошки гідриду титану з середнім розміром частинок 130, 80, 55, <50 мкм.

Для встановлення впливу гранулометричного складу на ступінь ущільнення під час пресування формували також суміш порошків що вмістила 70мас. % фракції з середнім розміром частинок 130 мкм та 30 мас.% - <50 мкм. Мінімальне значення тиску пресування вибиралось на основі експериментальних даних по величині тиску, при якому пресовка зберігає свою форму після вилучення із пресформи, що становив 150 МПа. Встановлено (рис.2), що на ступінь ущільнення порошків гідриду титану пресовки впливає гранулометричний склад. Причому з підвищенням дисперсності порошку ступінь ущільнення зменшується, що задовільно пояснюється збільшенням величини внутрішнього тертя між

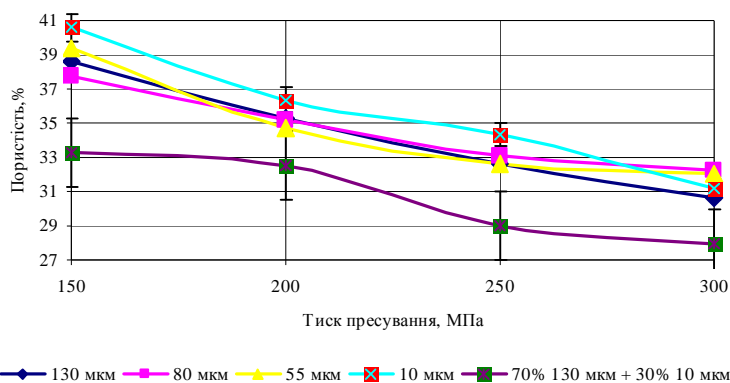


Рис. 2. Вплив розміру та гранулометричного складу порошку гідриду титану на ущільнення під час пресування в розбірній сталевій пресформі.

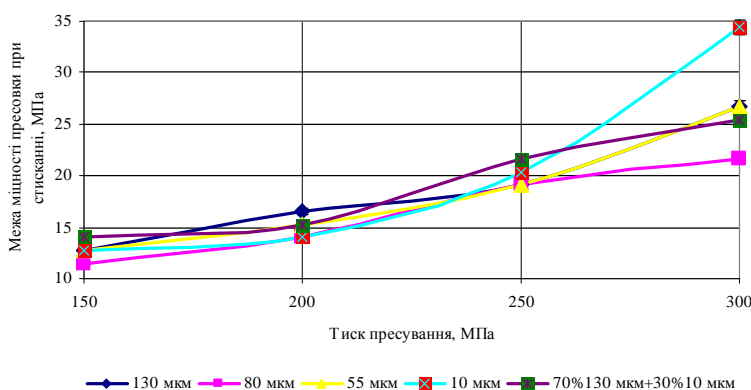


Рис. 3. Вплив дисперсності та тиску пресування порошків із гідриду титану на міцність пресовок при стисненні.

частинками порошку та зовнішнього тертя між поверхнею пресовки та матрицею пресформи. Підвищення полідисперсності суміші порошків призводить до більш щільної їх укладки під час пресування і отримання максимально щільних пресовок при однакових значеннях тиску пресування (рис. 2).

Випробуваннями на стиснення встановлено, що на формуємість порошків гідриду титану переважно впливає тиск пресування та їх дисперсність (рис.3). Достатню для маніпулювання міцність мають пресовки сформовані під тиском більше 150 МПа. При тисках пресування більше 300 МПа, спостерігається розшарування пресовки, утворення поперечних до напрямку пресування тріщин. Таким чином показано, що в процесі пресування можна одержувати пресовки із порошку гідриду титану пористістю 30-35 %.

Ущільнення під час спікання вивчалось на пресовках сформованих із порошків з найдрібнішої фракції <50 мкм. Пресовки нагрівались електронним променем у установці “ЭЛА-6” до температури спікання в два етапи. Спочатку пресовка розігрівалась зі швидкістю 100-150 град/хв. до температури 300-350 °С, після чого пресовка нагрівалась так, що в камері підтримувався вакуум 1×10^{-5} мм. рт. ст. і відбувалося дегідрування. Ізотермічна витримка при досягненні температури

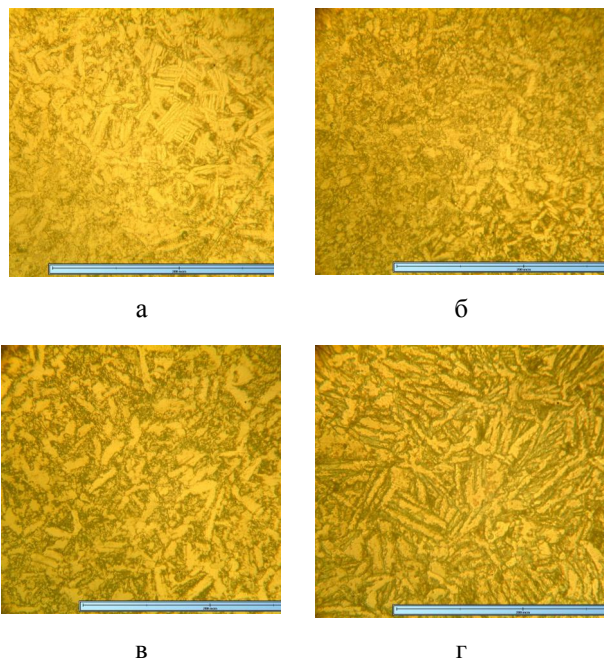


Рис. 4. Мікроструктура пресовок із порошку гідриду титану спечених протягом 5 хв в умовах електронно - променевого нагрівання при температурі 700 °С (а); 900 °С (б); 1100 °С (в) та г – 1300 °С.

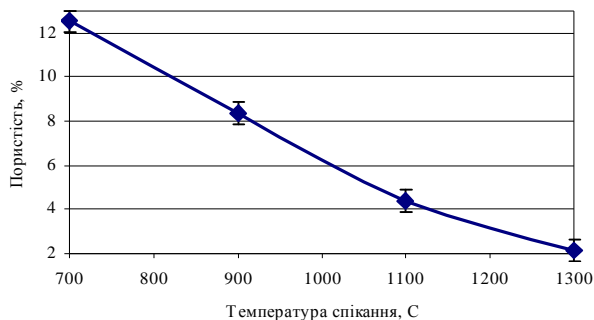


Рис. 5. Залежність пористості від температури спікання пресовок із порошку TiH_2 спечених в умовах електронно-променевого нагрівання.

спікання складала 5 хв. Мікроструктура спечених пресовок контролювалась з допомогою оптичного мікроскопа НЕОРНОТ 21, а фазовий склад – дифрактометричним методом на установці ДРОН - 3М в випромінєні мідного аноду. Мікротвердість визначали по методу Вікєрса на приладі ПМТ-3.

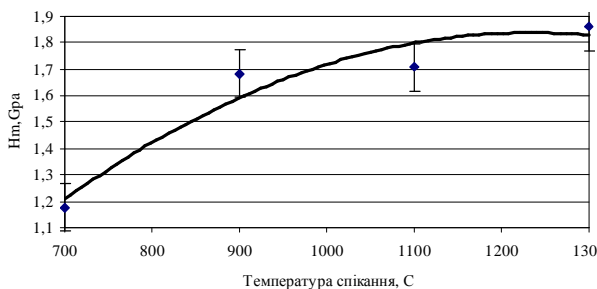


Рис. 6. Зміна мікротвердості матеріалу пресовок в залежності від температури спікання.

Методом рентгенофазового аналізу встановлено, що після спікання пресовки однофазні і представляють собою α – Ti з ГПУ ґраткою.

З підвищенням температури спікання усадка

пресовок зростає і вже при 1100 °С (рис.4) практично досягається безпористий стан за час спікання не більше 5 хвилин. Усадка переважно відбувається внаслідок зменшення пористості, оскільки на мікроструктурах (рис.4) пори не проявляються.

Екстремально високі швидкості ущільнення під час спікання, прямолінійна залежність зменшення пористості (рис. 5) по мірі підвищення температури спікання, незначне збільшення розміру зерен, свідчить про реалізацію кооперативних механізмів переносу маси в пресовці.

Деяке зростання значень мікротвердості матеріалу спечених пресовок задовільно пояснюється зменшенням пористості. Оскільки значення твердості пресовок не суттєво відрізняються від літературних даних по твердості чистого монокристалічного титану, то можна зробити висновок про те, що під час електронно-променевого спікання забруднення титану не відбувається.

Висновки

Отже, доведено, що застосування електронно – променевого нагрівання дозволяє реалізувати екстремально високі швидкості ущільнення пресовок із порошків гідриду титану і отримувати практично безпористі вироби при температурах на 200 – 250⁰С нижче, ніж в умовах радіаційного нагрівання, а також скоротити час спікання від декількох годин до декількох хвилин.

Лобода П.І. – доктор технічних наук, професор, декан;

Биба Є.Г. – аспірант;

Сисоєв М.О. – асистент;

Гуцу О.С. – студент.

- [1] В.С. Устинов, Ю.Г. Олесов, Л.Н. Антипин, В.А. Дрозденко. *Порошковая металлургия титана*. Металлургия, М. 248 с. (1973).
- [2] А.Н. Петрунько, А.Е. Андреев, В.А. Дрозденко и др. Разработка комбинированной технологии производства титановых порошков // *Титан-2006 в СНГ : Международная конференция. Россия, г. Суздаль 21-24 мая 2006 г. : сб. трудов*. Наук. думка, К. сс. 399-406 (2006).
- [3] О.М. Ивасишин, Д.Г. Саввакин, В. Моксон и др. Порошковая металлургия титановых сплавов с применением гидрированного титана // *Титан-2006 в СНГ: Международная конференция. Россия, г. Суздаль 21-24 мая 2006 г. : сб. трудов*. Наук. думка, К. с. 32–38 (2006).
- [4] В.В. Тэлин, С.М. Теслевич, Л. Я. Шварцман и др. Разработка новых экономных процессов и оборудования на КП ЗТМК // *Теория и практика металлургии*, **4-5** (56-90), сс. 3-8 (2007).
- [5] О.М. Ивасишин. Производство титановых сплавов и деталей экономичным методом порошковой металлургии для широкомасштабного промышленного применения // *Наука та інновації*. **1** (2) сс. 44-57 (2005).

Структура і властивості титану, отриманого спіканням порошків TiH_2

P.I. Loboda, Ye.H. Byba, M.O. Sysoyev, O.S. Hucu

Structure and Properties of Titanium powder sintered TiH_2

NTUU «KPI», av. Victory, 37, Kyiv, 03056, Ukraine, e-mail: geka9@ukr.net, phone: +(044) 4549904

The patterns of powder compaction TiH_2 depending on particle size, pressure pressing and sintering temperature under high-speed electron-beam heating is installed.