

**Баглюк Г.А., д.т.н., проф., Толочин А.И., с.н.с., Толочина А.В.,
Курихин В.С., Яковенко Р.В., к.т.н., н.с.**

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, г. Киев,
Украина, e-mail: gbag@rambler.ru, dep36@ipms.kiev.ua

ВЛИЯНИЕ ГОРЯЧЕЙ ШТАМПОВКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ПОРОШКОВОГО ИНТЕРМЕТАЛЛИДА Fe₃Al

Bagliuk¹ G.A., Tolochin² O.I., Tolochina³ A.V., Kurikhin⁴ V.S., Yakovenko⁵ R.V.

¹ - doctor of technical sciences, professor, Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, Kyiv, Ukraine, e-mail: gbag@rambler.ru,

² - PhD, senior research fellow, Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, Kyiv, Ukraine, e-mail: dep36@ipms.kiev.ua

³ - postgraduate student, Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, Kyiv, Ukraine

⁴ - senior engineer, Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, Kyiv, Ukraine

⁵ - PhD, research fellow, Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, Kyiv, Ukraine, e-mail: dep36@ipms.kiev.ua

THE EFFECT OF HOT FORGING ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF Fe₃Al POWDER INTERMETALLIC BOND

Приведены результаты исследования возможностей применения технологии горячей штамповки пористых заготовок (ГШПЗ) для получения Fe₃Al интерметаллидов и влияния режимов штамповки и последующей термической обработки на структуру и свойства последних. Порошки Fe₃Al интерметаллида получали термическим синтезом при 1000 °С в вакууме из смеси элементарных порошков Fe и Al. Горячую штамповку спрессованных заготовок проводили при 1000, 1050, 1100 и 1150 °С и подвергали горячештампованные образцы дополнительному спеканию в вакууме в диапазоне температур 1100-1450 °С. Показано, что термический синтез смеси порошков Fe + 14 % Al приводит к образованию фазы FeAl, которая сохраняется и после горячей штамповки, а применение последующего спекания горячештампованных образцов позволяет обеспечить упорядочение структуры интерметаллида с формированием преобладающей фазы Fe₃Al. Спекание горячештампованных образцов приводит к увеличению прочности и трещиностойкости материалов, значения которых возрастают с увеличением температуры спекания, тогда как твердость горячештампованных интерметаллидов снижается после спекания последних. Наилучшим комплексом механических свойств, а именно – прочность при изгибе – 1030 МПа, трещиностойкость – 32 МПа·м^{1/2}, твердость по Виккерсу – 2300 МПа, обладают интерметаллиды, полученные штамповкой с последующим спеканием при 1450 °С.

Ключевые слова: интерметаллид, алюминид железа, порошок, горячая штамповка, спекание, структура, прочность.

Введение

Интерметаллиды системы Fe-Al становятся все более привлекательными для современной промышленности вследствие уникального сочетаний их физических, химических и механических свойств, таких как низкая

плотность, высокая коррозионная стойкость, жаростойкость и жаропрочность, при приемлемых прочностных свойствах как при комнатной, так и повышенных температурах [1-3]. При этом, с увеличением концентрации алюминия в сплаве снижется плотность материала, а стойкость к окислению возрастает [3]. Это предопределяет возможность широкого использования Fe-Al интерметаллидов с повышенным содержанием алюминия в качестве конструкционных материалов для работы при повышенных температурах и в агрессивных средах. Однако, широкое промышленное применение таких материалов, получаемых методами литья, в настоящее время ограничено в связи с присущей им повышенной хрупкостью, низкими характеристиками пластичности и ударной вязкости при комнатной температуре [4].

В то же время, появилось целый ряд работ, указывающих на перспективность использования для получения изделий из Fe-Al интерметаллидов методов порошковой металлургии, включающих горячее изостатическое прессование, экструзию, инжекционное формование, горячую штамповку или прессование [2, 3, 5, 6], электроискровое спекание [7, 8] в том числе в сочетании с механическим легированием [3, 8]. Тем не менее, ограниченность информации в этой области приводит к необходимости проведения комплексных исследований в области разработки новых эффективных технологий получения изделий из Fe-Al интерметаллидов и изучения влияния технологических режимов изготовления на структуру и свойства получаемых материалов.

Цель

Целью настоящей работы являлось исследование возможностей применения технологии горячей штамповки пористых заготовок (ГШПЗ) для получения Fe₃Al интерметаллидов и влияния режимов штамповки и последующей термической обработки на структуру и свойства последних.

Методика эксперимента

Исходные порошки железа ПЖР-3.200.28 с размером частиц 80–160 мкм и алюминия ПА-4 с размером частиц 30–70 мкм (рис. 1) в соотношении (масс. %) 86 Fe + 14 Al смешивались в барабанном смесителе в течение 60 мин в среде спирта.

Термический синтез порошков Fe₃Al интерметаллида из смеси элементарных порошков Fe и Al проводили при температуре 1000 °С с изотермической выдержкой 60 мин. в вакууме 10⁻³ мм. рт. ст. В результате синтеза получали пористую губку, которую размалывали и из полученных порошков сплава при 600 МПа прессовали пористые заготовки для последующей горячей штамповки. Заготовки нагревали затем в среде проточного аргона до 1000, 1050, 1100 и 1150 °С и осуществляли горячую штамповку в полузакрытом штампе на винтовом дугостаторном прессе.

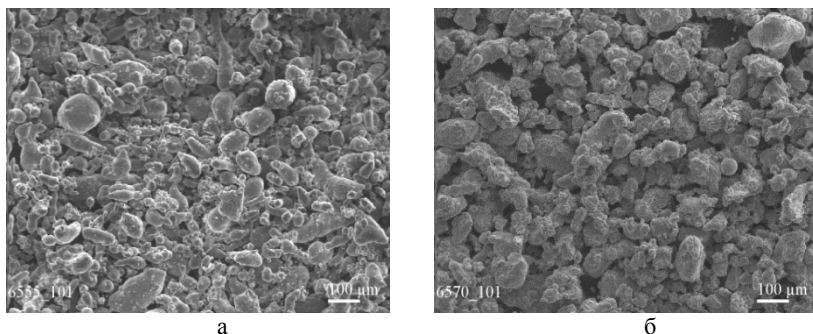


Рис. 1. Исходные порошки алюминия - а и железа - б

Горячештампованные образцы разделялись на четыре группы, одна из которых не поддавалась дальнейшей термической обработке, а три остальные подвергали дополнительному спеканию в вакууме в соответствии со следующими режимам:

- спекание при 1100 °С с выдержкой 180 мин.;
- спекание при 1300 °С с выдержкой 10 мин.;
- спекание при 1450 °С с выдержкой 10 мин.

После осуществления каждой из технологических операций на полученных образцах всех четырех серий исследовали плотность (гидростатическим методом), удельное электросопротивление (методом измерения падения напряжения), твердость по Виккерсу с нагрузкой 100 Н, прочность при изгибе на образцах размером 6×4×35 мм и расстоянием между опорами 20 мм, трещиностойкость на образцах размером 6×4×20 мм с расстоянием между опорами 10 мм. Трещину в образец вводили электроискровым способом проволокой диаметром 0,1 мм. Испытания на изгиб и трещиностойкость проводили на испытательной машине Ceramtest system. Рентгенофазовый анализ образцов осуществляли на приборе ДРОН-3 в Co-Kα излучении. Структуру материала исследовали на сканирующем электронном микроскопе JEOL Superprobe 733.

Результаты эксперимента

Результаты рентгенофазового анализа образцов, полученных после разных технологических этапов, показал, что синтез из смеси порошков Fe + 14 % Al при температуре 1000 °С приводит к образованию интерметаллида с упорядоченной структурой типа B2, которая характерна для фазы FeAl, с межплоскостным расстоянием [110], составляющим 2,044 Å. Сверхструктурных линий, которые характеризуют структуру типа D0₃, и свободных алюминия и железа в синтезированном образце не обнаружено. Идентичный фазовый состав имеют и горячештампованные с температуры 1000–1150 °С образцы.

Применение последующего спекания штампованных образцов позволяет обеспечить упорядочение структуры интерметаллида по типу $D0_3$ и появление фазы Fe_3Al , что на рентгенограммах отмечается наличием сверхструктурных линий.

Плотность образцов после штамповки с $1000\text{ }^{\circ}C$ составляла около $6,62\text{ г/см}^3$ и с дальнейшим увеличением температуры практически не изменяется (рис. 2). Последующее спекание при температурах $1100\text{ }^{\circ}C$ и $1300\text{ }^{\circ}C$ привело к некоторому снижению плотности, что более заметно для образцов, отштампованных при более низких температурах. Снижение пористости может быть связано с некоторой дегазацией образцов при спекании их в вакууме после штамповки, а также с процессом упорядочения структуры с типа B2 до типа $D0_3$. Спекание уплотненных образцов при $1450\text{ }^{\circ}C$ привело к увеличению плотности до $6,71\text{--}6,72\text{ г/см}^3$ для всех температур штамповки, что соответствуют теоретической плотности интерметаллида Fe_3Al .

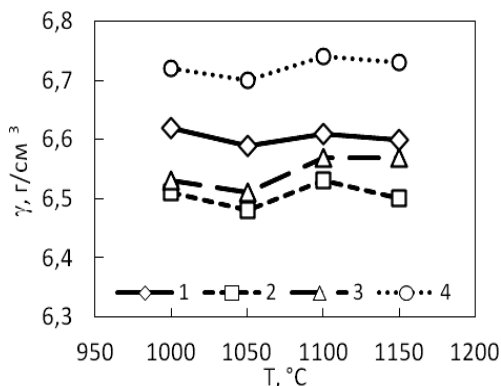


Рис. 2. Зависимость плотности образцов от температуры штамповки и температуры дальнейшего спекания: 1 – горячая штамповка (ГШ); 2 – ГШ + спекание при $1100\text{ }^{\circ}C$; 3 – ГШ + спекание при $1300\text{ }^{\circ}C$, 4 – ГШ + спекание при $1450\text{ }^{\circ}C$

Анализ микроструктуры горячештампованных образцов не показал сколько-либо заметного влияния на нее температуры штамповки, тогда как их последующее спекание привело к существенному повышению степени межчастичного сращивания: в сплошной сетке хрупких межчастичных контактов в горячештампованном интерметаллиде (рис. 3, а) наблюдаются элементы межчастичного сращивания уже после спекания при относительно низкой температуре в $1100\text{ }^{\circ}C$ (рис. 3, б), а с повышением температуры спекания сетка заметно преобразуется в разрывную (рис. 3, в, г). Повышение температуры спекания приводит также к некоторому укрупнению структуры. Кроме того, заметно, что границы в штампованном интерметаллиде до и

после спекания по-разному вытравились травителем из 10%-й азотной кислоты, что может указывать на их различное качество и состав примесей на данных границах.

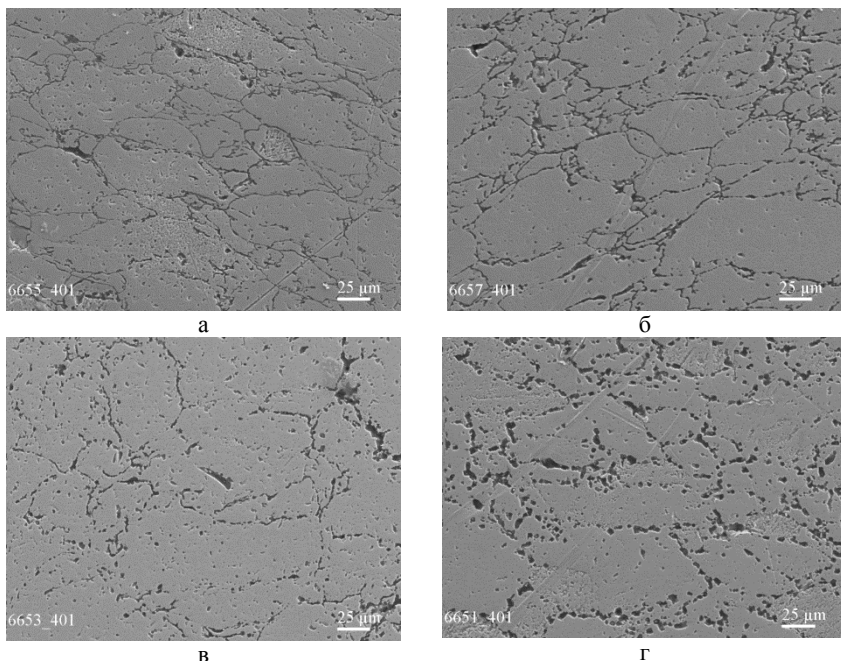


Рис. 3. Структура образцов после штамповки с 1100 °С - а и последующего спекания при 1100 °С - б; 1300 °С - в и 1450 °С - г

Качество границ или степень контактного взаимодействия между частицами в материале косвенно отражает характеристика удельного электросопротивления. Как показали результаты исследования, горячештампованные образцы показали некоторое снижение электросопротивления с увеличением температуры штамповки до 1100 - 1150 °С, что может быть вызвано повышением степени адгезионного взаимодействия между частицами при более высоких температурах. Однако при температуре штамповки 1050 °С наблюдается некоторое увеличение удельного электросопротивления интерметаллида, одной из причин чего может быть повышенная пористость полученных после ГШ с 1050 °С образцов (рис. 2). При этом, дефект, который привел к повышенному значению удельного электросопротивления интерметаллида после штамповки с 1050 °С, не исправляется последующим спеканием ни при высокой, ни при низкой температуре.

Спекание предварительно уплотненных штамповкой образцов пока-

зывает снижение электросопротивления с 129 - 132 мкОм·см до 112 - 116 мкОм·см соответственно для штампованного интерметаллида до и после спекания. Причиной такого снижения электросопротивления может быть как улучшения качества границ в материале, так и уменьшение их протяженности, что отмечалось при анализе рис. 3.

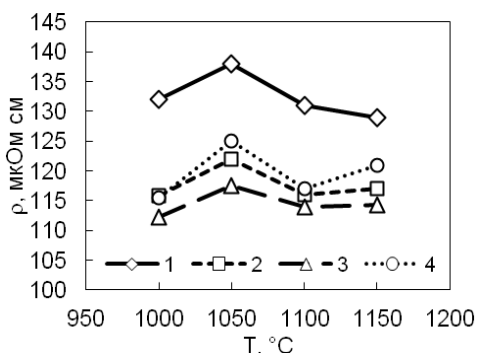


Рис. 4. Зависимость удельного электросопротивления от температуры штамповки для горячештампованных образцов (1) и подвергшихся спеканию при 1100 °С (2); 1300 °С (3) и 1450 °С (4)

К качеству границ порошкового тела чувствительна и характеристика прочности материала. Испытания на изгиб показали, что прочность горячештампованных образцов, не подвергшихся дальнейшему спеканию, оказалась на уровне 400 МПа и практически не зависела от температуры штамповки (рис. 5, а). Спекание штампованных образцов при температуре 1100 °С в течение 180 мин привело к увеличению прочности до 620 - 700 МПа, а повышение температуры спекания до 1300 и 1450 °С повысило уровень прочности материалов до 900 - 1050 МПа. По-видимому, указанный рост прочности связан с изменением состояния границ за счет улучшения адгезии между частицами и уменьшением протяженности таких границ, что особенно заметно для более высоких температур спекания.

Другой характеристикой, которая может оценивать прочность границ и показывает способность структуры материала сопротивляться продвижению трещины, является трещиностойкость. Кроме того, интерметаллиды относятся к материалам с низкой пластичностью и именно трещиностойкость, в наибольшей степени описывает поведение хрупких материалов при нагружении.

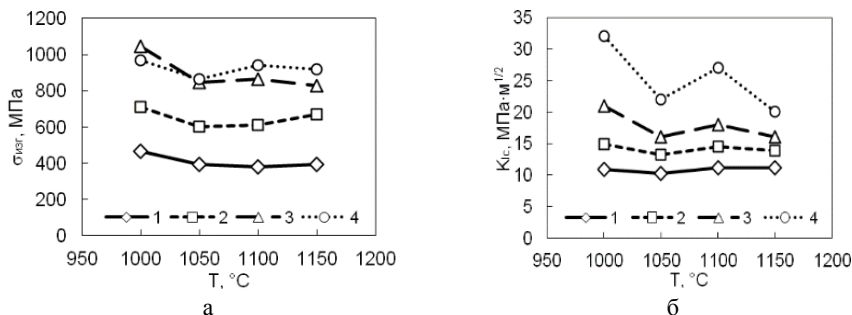


Рис. 5. Зависимость прочности при изгибе - а и трещиностойкости - б от температуры штамповки: 1 – ГШ; 2 – ГШ + спекание 1100 °С; 3 – ГШ + спекание 1300 °С; 4 – ГШ + спекание 1450 °С

Оценка трещиностойкости горячештампованных порошковых образцов показала, что они обладают значениями K_{IC} на уровне 10–11 МПа·м^{1/2} для всего интервала температур штамповки 1000–1150 °С (рис. 5, б). Последующее спекание позволило повысить данную характеристику и с увеличением температуры спекания, наблюдается заметный рост трещиностойкости до 14–15 МПа·м^{1/2} после спекания при 1100 °С, до 17–20 МПа·м^{1/2} – при 1300 °С и до 22–33 МПа·м^{1/2} – при 1450 °С, что, по нашему мнению, связано со значительным улучшением качества межчастичных границ.

В отличие от предыдущих характеристик интерметаллида, где не наблюдалось влияния температуры штамповки, оценка значений твердости указывает на рост последней с увеличением температуры деформации. В случае же дальнейшего спекания штампованных образцов происходит снижение твердости (рис. 6).

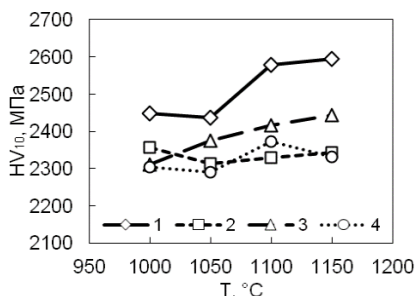


Рис. 6. Зависимость твердости по Виккерсу от температуры штамповки: 1 – ГШ; 2 – ГШ + спекание 1100 °С; 3 – ГШ + спекание 1300 °С; 4 – ГШ + спекание 1450 °С

Выводы

1. Термический синтез смеси порошков Fe + 14 % Al при 1000 °С приводит к образованию интерметаллида с упорядоченной структурой, харак-

терной для фазы FeAl, которая сохраняется и после горячей штамповки. Применение последующего спекания горячештампованных образцов позволяет обеспечить упорядочение структуры интерметаллида с формированием преобладающей фазы Fe₃Al.

2. Температура штамповки (в исследуемом температурном диапазоне) не оказывает сколь-либо существенного влияния на структуру получаемого интерметаллида, тогда как его последующее спекание приводит к существенному повышению степени межчастичного сращивания. Сплошная сетка хрупких межчастичных контактов в горячештампованном материале с повышением температуры спекания до 1300-1450⁰C преобразуется в разрывную. Повышение температуры спекания вызывает также некоторое округление структуры.

3. Спекание горячештампованных образцов приводит к увеличению прочности и трещиностойкости материалов, значения которых возрастают с увеличением температуры спекания, тогда как твердость горячештампованных интерметаллидов снижается после спекания последних.

Литература

1. Martinez, M., Viguier, B., Maugis, P. and Lacaze, J., 2006. Relation Between Composition, Microstructure and Oxidation in Iron Aluminides, *Intermetallics*, Vol. 14, No. 10-11, pp. 1214-1220.
2. Deevi, S.C., Sikka, V.K., 1996. Nickel and Iron Aluminides: An Overview on Properties, Processing, and Applications, *Intermetallics*, Vol. 4, No. 5, pp. 357-375.
3. Song, H., Wu, Y., Tang, C., Yuan, S., Gong, Q., Liang, J., 2009. Microstructure and Mechanical Properties of FeAl Intermetallics Prepared by Mechanical Alloying and Hot-Pressing, *Tsinghua science and technology*, Vol. 14, No. 3, pp. 300-306.
4. Cohron, J.W., Lin, Y., Zee, R.H., George, E.P., 1998. Room-temperature Mechanical Behavior of FeAl: Effects of Stoichiometry, Environment and Boron Addition, *Acta Mater*, Vol. 46, No. 17, pp. 6245-6256.
5. Wang, J., Xing, J., Qiu, Z., Zhi, X., Cao, L., 2009. Effect of Fabrication Methods on Microstructure and Mechanical Properties of Fe₃Al-based Alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 488, pp. 117-122.
6. Szczepanik, S., Godlewska, E., Mania, R., 2002. Materiały Fe-Al otrzymane z proszków, *Kompozyty (Composites)*, Vol. 2, No. 4, pp. 242-248.
7. Grosdidier, T., Ji G., Bernard, F., Gaffet, E., Munir, Z.A., Launois, S., 2006. Synthesis of Bulk FeAl Nanostructured Materials by HVOF Spray Forming and Spark Plasma Sintering, *Intermetallics*, Vol. 14, No. 10/11, pp. 1208-1213.
8. He, Q., Jia, C., Meng, J., 2006. 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*, Vol. 428, pp. 314-318.

Баглюк Г.А., Толочин О.І., Толочина А.В., Куріхін В.С., Яковенко Р.В. Вплив гарячого штампування на структуру і властивості порошкового інтерметаліду Fe₃Al.

Приведено результати дослідження можливостей застосування технології гарячого штампування пористих заготовок (ГШПЗ) для одержання Fe₃Al інтерметаліду і впливу режимів штампування та наступної термічної обробки на структуру і

властивості останніх. Порошки Fe_3Al інтерметаліду одержували термічним синтезом при $1000\text{ }^{\circ}C$ в вакуумі із суміші елементарних порошків Fe і Al . Гаряче штампування спресованих заготовок проводили при $1000, 1050, 1100$ та $1150\text{ }^{\circ}C$ і піддавали гарячештамповані зразки додатковому спіканню у вакуумі в діапазоні температур $1100 - 1450\text{ }^{\circ}C$. Показано, що термічний синтез суміші порошків $Fe + 14\% Al$ призводить до утворення фази $FeAl$, що зберігається і після гарячого штампування, а застосування наступного спікання гарячештампованих зразків дозволяє забезпечити упорядкування структури інтерметаліду з формуванням переважної фази Fe_3Al . Спікання гарячештампованих зразків призводить до збільшення міцності і тріщиностійкості матеріалів, значення яких зростають зі збільшенням температури спікання, тоді як твердість гарячештампованих інтерметалідів знижується після спікання останніх. Найкращим комплексом механічних властивостей, а саме - міцність при вигині - 1030 МПа , тріщиностійкість - $32\text{ МПа м}^{1/2}$, твердість по Вікерсу - 2300 МПа , мають інтерметаліди, отримані штампуванням з наступним спіканням при $1450\text{ }^{\circ}C$.

Ключові слова: інтерметалід, алюмінід заліза, порошок, гаряче штампування, спікання, структура, міцність.

Bagliuk G.A., Tolochin O.I., Tolochina A.V., Kurikhin V.S., Yakovenko R.V. The effect of hot forging on structure and properties of Fe_3Al powder intermetallic bond.

The capabilities of hot forging of porous powder billets for manufacturing of Fe_3Al intermetallic bond and effect of forging and following thermal treatment routines on their structure and properties have been investigated. Fe_3Al intermetallic powders were produced by means of thermal synthesis at $1000\text{ }^{\circ}C$ in vacuum from a mixture of Fe and Al elemental powders. Hot forging of consolidated billets have been carried out at $1000, 1050, 1100$ and $1150\text{ }^{\circ}C$ and afterwards the hot forged samples were subjected to supplementary sintering in vacuum at $1100-1450\text{ }^{\circ}C$. It has established, that thermal synthesis of $Fe + 14\% Al$ powder mixture results in formation of $FeAl$ phase, which remains also after hot forging and using of supplementary sintering for hot forged samples makes it possible to ensure intermetallics structure ordering with formation of Fe_3Al predominant phase. Sintering of hot forged samples results in increasing of strength and crack growth resistance with growing of their values at increasing of sintering temperature, while the hardness of hot forged intermetallic bonds decreases after their sintering. The best complex of mechanical properties, specifically – bending strength – 1030 МПа , crack growth resistance – $32\text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$, Vickers hardness – 2300 МПа , demonstrated the intermetallic bonds produced by hot forging and supplementary sintering at $1450\text{ }^{\circ}C$.

Keywords: intermetallics, iron aluminides, powder, hot forging, sintering, structure, strength.