

Рябичева Л.А., Дядичев А.В.

¹ - Восточноукраинский национальный университет им. В.Даля, г. Луганск, Украина, д.т.н., профессор, ryabic@gmail.com

² - Восточноукраинский национальный университет им. В.Даля, г. Луганск, Украина

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

Ryabicheva L.A., Dyadichev A.V.

¹ - Volodymyr Dahl East Ukrainian National University, Luhansk, Ukraine, full professor, ryabic@gmail.com

² - Volodymyr Dahl East Ukrainian National University, Luhansk, Ukraine

THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF POWDER MATERIALS AFTER THE EQUAL-CHANNEL ANGULAR EXTRUSION

Представлены результаты исследования структуры и физико-механических свойств образцов из порошковой меди и меди, легированной титаном после равноканального углового прессования. Образцы изготавливали по технологии, включающей операции прессования, спекания, деформирования по схеме равноканального углового прессования. Структура образцов после спекания представляет собой зерна меди, частицы титана и поры. Анализ микроструктуры вдоль оси РКУ-прессования на боковой части образца показал ярко выраженную полосчатость: зерна меди и частицы титана вытягиваются вдоль направления деформирования. Наибольшая плотность получена в средней зоне образца. Аналогично изменяется и величина зерна. Распределение напряжений оценивали по измерению микротвердости на боковой поверхности образца. Механические свойства оценивали по твердости и испытанием на сжатие образца, вырезанного из средней зоны вдоль оси прессования.

Ключевые слова: равноканальное угловое прессование, структура, плотность, микротвердость, сжатие, кривые упрочнения, предел текучести, относительная степень деформации.

Введение

Равноканальное угловое прессование (РКУ-прессование) позволяет достичь в очаге деформации высокое гидростатическое давление, в результате чего возможно получение высокоплотного материала с ультрамелкодисперсной структурой [1]. В результате больших пластических деформаций порошковые материалы приобретают качественно новые механические и эксплуатационные свойства [2, 3]. В частности, они обладают аномально высокой пластичностью в сочетании с высокой прочностью. Трудность выполнения РКУ-прессования для порошковых материалов

заключается в получении высокой плотности и равноплотности при ограничении энергосиловых параметров.

Цель

Целью данной работы является исследование структуры и физико-механических свойств порошковых материалов, полученных равноканальным угловым прессованием.

Материал и методика эксперимента

Двусторонним прессованием на гидравлическом прессе получали заготовки из медного порошка марки ПМС-1 и медного порошка, легированного 0,5% титана марки ВТ1-0. Заготовки имели призматическую форму с размерами сечения 15 x15 x 60 мм, исходной пористостью 20%. Спекание осуществляли в среде генераторного газа (72% H₂, 21% CO, 5,5% CO₂, 1,5% H₂O) по ступенчатому режиму: нагрев до 100-120 °С, 200-220 °С, 300-320 °С 400-420 °С, 500-520 °С и 600-620 °С с выдержкой при каждой температуре 30 мин., подъем до температуры спекания 800 °С и выдержка 1 ч. РКУ-прессование осуществляли за три перехода на том же прессе в специальном штампе, не извлекая образец и не изменяя его ориентацию[4]. Смазка – дисульфид молибдена. Длина образца после прессования составила 30 мм. Режимы РКУ-прессования приведены в табл. 1.

Таблица 1

Режимы равноканального углового выдавливания

№ перехода	Давление прессования, МПа	Противодавление для порошковой меди, МПа	Противодавление для Cu+0,5%Ti, МПа
1	1110	90	100
2	1220	120	130
3	1750	150	150

Для изучения микротвердости, структуры и механических свойств после каждого перехода образец извлекали из матрицы и разрезали на три части: 1 – со стороны противодавления; 2 – средняя часть; 3 – часть под пуансоном. Для определения плотности образец разрезали на шесть частей, плотность каждой части определяли методом гидростатического взвешивания. По площади поперечного сечения трех частей образца вдоль центральной линии определяли микротвердость на приборе ПМТ-3 вдавливанием алмазной пирамиды под нагрузкой 25 г в полированную поверхность. Структуру изучали по боковой поверхности каждой части образца на растровом электронном микроскопе РЭММА-102. Исследования величины зерна выполняли рентгеноструктурным анализом на ди-

фрактометре ДРОН 4-13, излучение CuK_α , с использованием анализа профиля дифракционной линии и прецизионного измерения параметра кристаллической решетки по положению центра тяжести линий (111), (220) и (311). Механические свойства после каждого перехода исследовали испытанием на сжатие на образцах размером $\varnothing 5 \times 10$ мм вырезанных из средней части вдоль направления прессования. Строили кривую упрочнения с учетом пористости по методике [5] в координатах «истинное напряжение σ – относительная степень деформации ε ». Графоаналитическим методом определяли предел текучести.

Результаты и обсуждение

Визуальное исследование образцов показывает после первого и второго переходов наличие на концевом участке со стороны противодействия рыхлости и трещин. Этот участок не пропрессовывается. Он имеет такую же плотность, как у исходного образца, что и приводит к образованию трещин [6]. Увеличение противодействия не устраняет появляющуюся несплошность. После третьего перехода такой участок отсутствует в связи с ростом межчастичных связей и противодействия.

Неравномерное распределение относительной плотности, наблюдаемое после первого перехода, связано с неравномерностью напряженно-деформированного состояния в процессе уплотнения образца и наличием сил трения (рис. 3). После первого перехода относительная плотность изменяется в широких пределах, достигая максимальной величины в средней части образца при формировании очага уплотнения, причем объем его незначителен. После второго перехода очаг уплотнения увеличивается, и плотность в нем растет, после третьего перехода относительная плотность практически равна 1 для обоих материалов. Увеличение накопленной деформации приводит к увеличению плотности и размеров очага уплотнения с плотностью беспористого материала. У образца из порошкового материала $\text{Cu}+0,5\%\text{Ti}$ относительная плотность после переходов изменяется аналогично, но величина ее меньше вследствие влияния упрочняющей фазы – частиц титана.

Микроструктура полученных материалов после каждого перехода в трех сечениях образцов характеризуется вытянутостью зерен и частиц титана. Сформировалась полосчатость микроструктуры. Искривление границ зерен указывает на высокий уровень внутренних напряжений и наличие упругих микроискажений кристаллической решетки, что подтверждается рентгеноструктурным анализом [7].

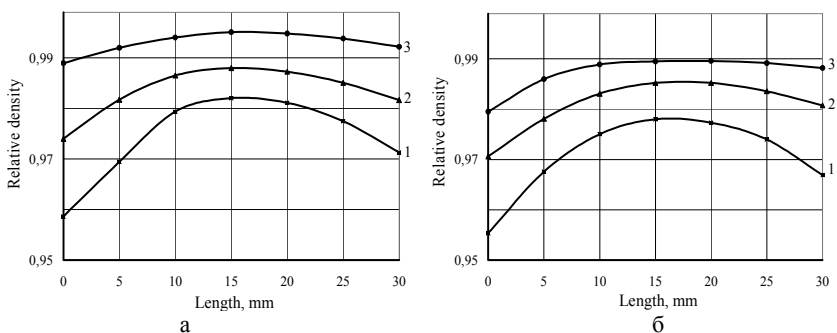


Рис. 1. Распределение относительной плотности по длине образца: Cu – а, Cu+0,5%Ti – б; после переходов: 1 - первого; 2 - второго; 3 – третьего

После первого перехода наблюдаются остаточные поры, расположенные по границам зерен, причем на концевых участках пор больше. Наибольшая разноразмерность наблюдается на первом участке со стороны противодействия. У медного материала имеются отдельные зерна диаметром до 1000-1500 нм и зерна диаметром 240-260 нм. Среднестатистический диаметр зерна на данном участке составил 280 нм. В очаге уплотнения растет накопленная деформация, диаметр зерна монотонно уменьшается. Средний диаметр зерен на втором участке составил 220 нм. На третьем участке под пуансоном средний диаметр зерна составил 230 нм. Аналогично изменяется диаметр зерна и у порошкового материала Cu+0,5%Ti. Зерно в этом случае более крупное и после третьего перехода в средней части составляет 250 нм.

Однородность формирующейся структуры в направлении интенсивного течения металла, удлинение зерен и доля большеугловых границ определяются не только степенью деформации, но и в значительной мере режимами прессования.

После второго перехода разноразмерность меньше, величина зерен монотонно уменьшается с увеличением степени накопленной деформации. Вытянутые по направлению прессования зерна после первого перехода приобретают более округлую форму после второго перехода, что связано с изменением направления течения металла. Во второй и третьей частях образцов наблюдается практически полное отсутствие пор на границах зерен, плотность образцов в зоне уплотнения близка к плотности компактного материала. В концевом участке со стороны противодействия сохраняется наибольший диаметр зерна и еще наблюдается разноразмерность. При увеличении накопленной деформации произошло уменьшение среднего диаметра зерна, он составил для медного материала 160 нм, для материала Cu + 0,5% Ti - 210 нм.

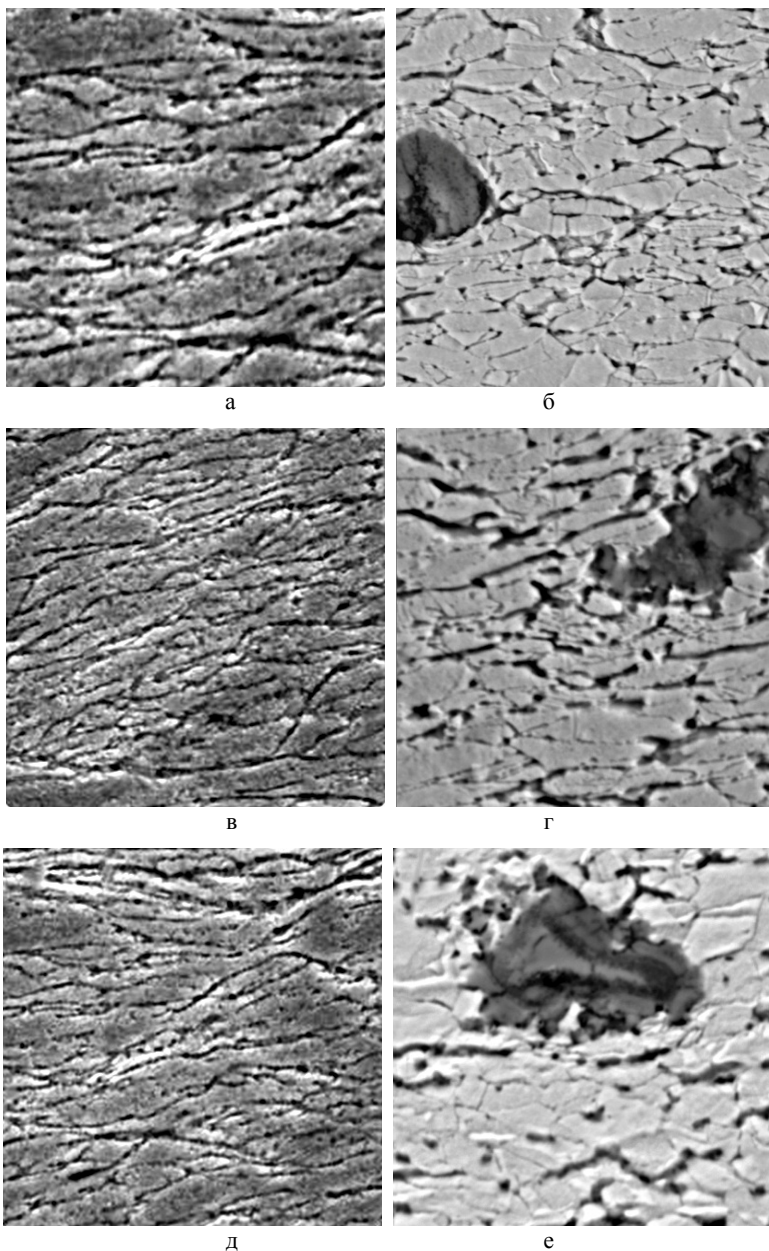


Рис. 2. Микроструктура образцов после третьего перехода, $\times 3000$: а, в, д – Cu; б, г, е – Cu+0,5%Ti; а, б – 1 часть, в, г – 2 часть, д, е – 3 часть

После третьего перехода получена наименее разнотернистая, упорядоченная, полосчатая микроструктура, имеющая малоугловые границы. При этом зерна являются сильно упруго искаженными с явной текстурой деформации. Причиной этих упругих искажений могут быть дальнедействующие напряжения от неравновесных границ зерен [8]. Получен наименьший диаметр зерна в очаге уплотнения (около 80 нм для медного материала и 180 нм для $\text{Cu}+0,5\%\text{Ti}$), при этом увеличился уровень искажений всех зерен, контуры границ стали размыты. Не наблюдается большого разброса в диаметрах зерен исследуемых частей образца, как после первого и второго переходов.

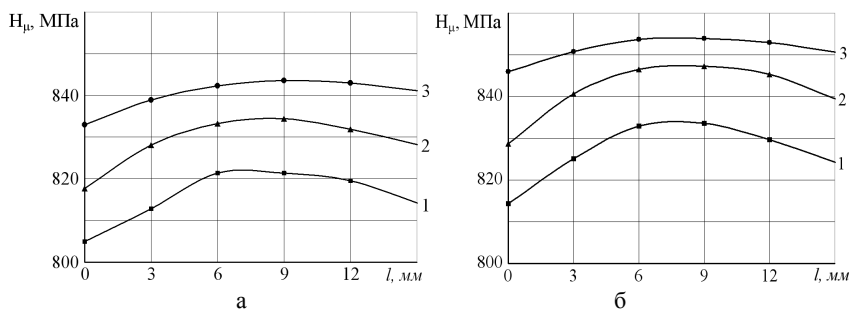


Рис. 3. Изменение микротвердости по центральной линии поперечного сечения образца Cu – а, $\text{Cu}+0,5\%\text{Ti}$ – б; после переходов: 1 - первого; 2 - второго; 3 - третьего

Характер изменения микротвердости по центральной линии поперечного сечения каждой части образца аналогичен. Микротвердость минимальна на концевых участках и максимальна в средней части образца. При этом она увеличивается от наружных граней к центру. С ростом накопленной деформации немонотонность изменения микротвердости уменьшается. Микротвердость после третьего перехода в очаге уплотнения медного образца увеличилась до 845 МПа, что связано с формированием мелкозернистой структуры со средним диаметром зерна 80 нм, в материале $\text{Cu}+0,5\%\text{Ti}$ до 854 МПа, что также объясняется формированием мелкозернистой структуры и наличием упрочняющей фазы - частиц титана.

Зависимости напряжения от истинной степени деформации при одноосном сжатии позволяют оценить степень упрочнения деформируемого порошкового материала.

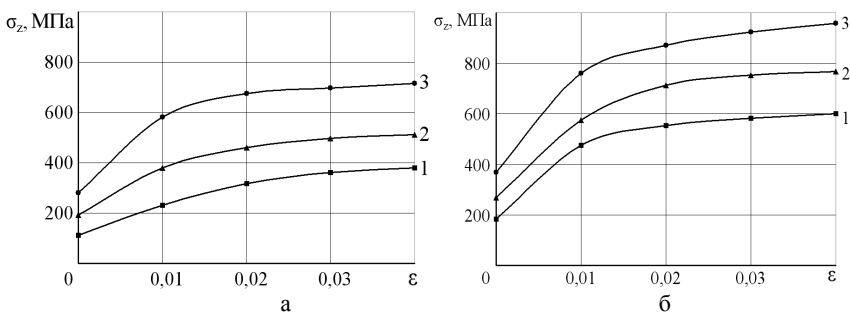


Рис. 4. Кривые упрочнения образцов Cu – а, Cu+0,5%Ti – б; после переходов: 1 - первого; 2 - второго; 3 - третьего

После первого перехода происходит значительное уплотнение материала, которому сопутствует незначительное упрочнение частиц порошка, коэффициент упрочнения равен 0,47, предел текучести 225 МПа. После второго перехода относительная плотность достигает практически плотности компактного материала. Прочностные свойства увеличиваются. Более высокое значение предела текучести обеспечивается повышением плотности, меньшим размером зерен и наличием упрочняющих частиц титана у образцов из материала Cu+0,5%Ti. После третьего перехода получены образцы с максимальной относительной плотностью, мелкозернистой полосчатой структурой и высокими механическими свойствами: более высоким коэффициентом упрочнения и пределом текучести.

Растут и пластические свойства, которые приближенно можно охарактеризовать относительной степенью деформации по высоте образца до разрушения, которая определялась по появлению трещин на боковой поверхности образца. Если после первого перехода образцы разрушились при степени деформации равной 0,035-0,040, то после второго и третьего переходов степень деформации приближается к единице.

Выводы

Установлено влияние маршрута равноканального углового прессования на структуру и физико-механические свойства порошковых материалов. Получено, что при прессовании исходной заготовки после первого перехода формируется очаг уплотнения, но наблюдается резко выраженная неравномерность напряженного состояния и соответственно физико-механических свойств. После второго перехода в очаге уплотнения получена относительная плотность практически равная единицы. После третьего перехода очаг уплотнения с высокой плотностью, мелкозернистой структурой и высокими механическими свойствами увеличивается. Наличие частиц титана упрочняет материал, что препятствует получению высокой пористости, но при этом механические свойства значительны. Применение исходной порошковой пористой

заготовки для равноканального углового прессования позволяет за три перехода получить порошковый материал с наноструктурой и высокими физико-механическими свойствами.

Литература

1. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов / В.В. Рыбин.– М.: Металлургия, 1986. – 226 с.
2. Сегал В.М. Процессы пластического структурообразования металлов / В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов. – Минск: Наука и техника, 1994. – 232 с.
3. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р.З. Валиев, И.В. Александров.– М.: Логос, 2000.– 271 с.
4. Рябичева Л.А. Анализ эволюции микроструктуры порошковой пористой заготовки при РКУ-прессовании материалов / Л.А. Рябичева, В.В. Смоляк // Ресурсозберігаючі технології виробництва та обробки матеріалів у машинобудуванні: Зб. наук. пр. – Луганськ: Вид-во СНУ ім. В. Даля, 2011, №1 (12). – С. 148–155.
5. Подрезов Ю.Н. Деформационное упрочнение пористого железа при одноосном сжатии / Ю.Н. Подрезов, Л.Г. Штыка, Д.Г. Вербило / Порошковая металлургия. – 2000. – №1/2. – С. 106–111.
6. Рябичева Л.А. Экспериментальное исследование влияния исходной плотности образцов на структуру и свойства порошковой меди при РКУ-прессовании / Л.А. Рябичева, В.В. Смоляк // Ресурсозберігаючі технології виробництва та обробки матеріалів у машинобудуванні: Зб. наук. пр. – Луганськ: Вид-во СНУ ім. В. Даля, 2010. – С. 17–25.
7. Alexandrov I.V. X-ray studies of crystallite size and structure defects in ultrafine-grained copper / I.V. Alexandrov // Ann. Chim. Fr. – 1996. – V. 21. – P. 407–416.
8. Красильников Н.А. Прочность и пластичность меди после равноканального углового прессования с противодавлением / Н.А. Красильников // М.: Металлы. – 2005. – №3. – С. 35–42.

REFERENCES

1. Rybin, V.V., 1986. Bol'shie plasticheskie deformacii i razrushenie metallov, Moscow, Metallurgija, 226 p. (in Russian)
2. Segal, V.M. Reznikov, V.I., Kopylov, V.I., 1994. Processy plasticheskogo strukturoobrazovaniya metallov, Minsk: Nauka i tehnika, 232 p. (in Russian)
3. Valiev, R.Z., Aleksandrov, I.V., 2000. Nanostrukturnye materialy, poluchennye intensivnoj plasticheskoy deformaciej, Moscow, Logos, 271 p. (in Russian)
4. Ryabicheva, L.A., Smolyak, V.V., 2011. Analysis of microstructure evolution of powder porous samples after ECAE-pressing, Resursozberigauči tehnologii virobnictva ta obrobki tiskom materialiv u masinobuduvanni [Resource Saving Technologies for Production and Pressure Shaping of Materials in Machine-Building], Book of scientific papers, Lugansk: Volodymyr Dahl East Ukrainian National University, Issue 1(12), pp. 148-155. (in Russian)
5. Podrezov, Ju.N., Shtyka, L.G., Verbilo, D.G., 2000. Deformacionnoe uprochnenie poristogo zheleza pri jednoosnom szhatii, Poroshkovaja metallurgija, Vol. 1/2, pp.106–111.
6. Ryabicheva, L.A., Smolyak, V.V., 2010. Experimental research of influence of initial density on structure and properties of powder copper at ECAE-pressing, Resursozberigauči tehnologii virobnictva ta obrobki tiskom materialiv u masinobuduvanni [Resource Saving Technologies for Production and Pressure Shaping of Materials in Machine-

Building], Book of scientific papers, Lugansk: Volodymyr Dahl East Ukrainian National University, Issue 1(11), pp. 17–25.

7. Alexandrov, I.V., 1996. X-ray studies of crystallite size and structure defects in ultrafine-grained copper // Ann. Chim. Fr, Vol.21, pp.407-416.

8. Krasil'nikov, N.A., 2005. Prochnost' i plastichnost' medi posle ravnokanal'nogo uglovogo pressovaniya s protivodavleniem, Moscow, Metals, Issue 3, pp. 35-42.

Рябічева Л.О., Дядічев О.В. Структура та властивості порошкових матеріалів після рівноканального кутового пресування.

Подано результати дослідження структури та фізико-механічних властивостей зразків із порошкової міді та міді, легованої титаном після рівноканального кутового пресування. Зразки виготовляли за технологією, яка включає операції пресування, спікання, деформування за схемою рівноканального кутового пресування. Структура зразків після спікання складається із зерен міді, часток титана і пор. Аналіз мікроструктури вздовж осі РКУ-пресування на боковій поверхні зразка показав ядро виражену полосчатість: зерна міді і часток титану витягуються вздовж напрямку деформування. Найбільша щільність отримана у середній зоні зразка. Аналогічно змінюється і величина зерна. Розподіл напружень оцінювали за зміною мікротвердості на боковій поверхні зразка. Механічні властивості оцінювали по твердості та випробуванням за стиск зразків, отриманих із середньої зони пресування.

Ключові слова: рівноканальне кутове пресування, структура щільність, мікротвердість, стиск, криві зміцнення, границя текучості, відносна ступінь деформації

Ryabicheva L.A., Dyadichev A.V. The structure and properties of powder materials after the equal-channel angular extrusion.

The results of investigation of structure and physico-mechanical properties of samples made of powder copper and titanium alloyed copper obtained by equal-channel angular extrusion with complex deformation route have presented. The samples were manufactured using the technology that including pressing, sintering and deformation by equal-channel angular extrusion route. The structure of samples after sintering consists of copper grains, titanium particles and pores. Microstructure analysis longwise the angular extrusion axis on the lateral part of sample has shown a pronounced banding: copper grains and titanium particles are drawing longwise the deformation direction. The maximum density was reached into the middle zone of the sample. The distribution of stresses has been estimated by measuring of microhardness on the lateral surface of the sample. Mechanical properties have been estimated by hardness and compression test of sample cut from middle zone along the extrusion axis. Decreasing of non-uniformity of stress-strain state and balancing of density during extrusion are taking place while changing of cross-section from circular to rectangular section. The pronounced banding of deformation and high mechanical properties along the extrusion axis have obtained while rather lower in a transverse cross-sectional view.

Keywords: equal-channel angular extrusion, powder samples, structure, stress, density, hardness, strength.