

ФОРМУВАННЯ ЕЛЕКТРИЧНОГО ТА МЕХАНІЧНОГО КОНТАКТІВ ПРИ ТЕХНОЛОГІЧНІЙ ПЕРЕРОБЦІ ПОРОШКУ ТИТАНУ

У статті розглянуто питання реалізації важливого науково-технічного завдання – розробці технологічних режимів виготовлення виробів з порошку титану. Проілюстровано результати дослідження зміни міжчастинкових контактів шляхом оцінки електричного та механічного контактів при переробці порошку титану. Розроблено методика комплексної оцінки властивостей міжчастинкових контактів шляхом введення коефіцієнтів електричного, механічного та фізичного контактів.

Вступ. Проблема конкурентоспроможності порошкової технології з традиційними технологіями великої металургії обговорюється давно. Особливо зросла роль порошкової технології останніми роками, коли виникла необхідність виготовлення титанових сплавів з наддрібним зерном і створенням титанових композицій, склад яких не може бути реалізований у литому стані внаслідок специфіки умов лиття і особливостей фізико-хімічних реакцій при передплавильних температурах.

Титан – один з найбільш перспективних металів, оскільки він має ряд безперечних переваг перед іншими металами. Перш за все, це пов'язано з поєднанням в ньому малої ваги і високої міцності, корозійної стійкості та біосумісності.

В силу ситуації, що історично склалася, володіючи великими запасами титанової сировини і потужностями по виробництву титанової губки, Україна вимушена купувати титанові вироби і напівфабрикати. Відсутність запасів нікелю диктує необхідність заміни нержавіючих сталей на титанові сплави в хімічній і харчовій промисловості.

Вироби з порошкового титану потребують високих властивостей, бо їх знижені значення, порівняно з традиційним металургійним титаном, обмежує використання порошкових титанових виробів у промисловому виробництві.

Мета. Розкид у властивостях порошкових виробів, як було показано рядом вчених, залежить від якості міжчастинкових контактів при інших однакових умовах. Це питання тісно пов'язане з

принципами структурної інженерії порошкових матеріалів, які розвинуті на основі реологічних та структурно-геометричних підходів в роботах відомих вітчизняних вчених в галузі порошкової металургії – В.В. Скорохода, С.М. Солонина, М.С. Ковальченко, А.Г. Косторнова, М.Б. Штерна та структурно-фізичних підходів, розвинутих в роботах співробітників школи В.І. Трефілова [1–7].

Такі підходи можливо використати для вивчення природи і оцінки якості міжчастинкових контактів у порошковому титані і на основі встановлених закономірностей удосконалити технологію виготовлення виробів з нього і тим самим сприяти впровадженню у промисловість виробів з порошкового титану з підвищеними властивостями. Тому обрана тема є актуальною і потребує виконання наукових та прикладних досліджень.

Викладення основного матеріалу. У роботі використано титановий порошок марки ПТЕС різних фракцій. Властивості вихідних порошків представлено у таблиці 1.

З кожної фракції методом холодного двостороннього пресування готували зразки двох видів: циліндри заввишки 9,6–14,7 мм і діаметром 11 мм, які використовували для випробувань на бразильський тест і одновісне стиснення, і паралелепіпеди 5x7x45 мм, які використовували для випробувань на чотириточковий згин, у процесі пресування фіксували тиск пресування, а після випресовки вимірювали поруватість зразків.

Контактні явища, кінетичні особливості яких визначають фізичні властивості порошкових пресовок, починають своє життя у процесі формування порошку. Найпростіший процес формування – пресування.

Тому було досліджено криву ущільнення, побудовану в координатах напруження – пористість (рис. 1) для фракції –0315÷+02, а також проаналізовано закономірності формування цієї залежності.

Таблиця 1

Властивості вихідних порошків титану

Фракція	Насипна густина, $\rho_n, \text{г/см}^3$	Густина утрушування, $\rho_y, \text{г/см}^3$	Коефіцієнт Хаузнера $I = \rho_y/\rho_n$	Текучість, с
–063	1,34	1,68	1,25	30,9
–063 ÷ +05	1,32	1,58	1,20	36,5
–05 ÷ +0315	1,31	1,63	1,24	33,3

-0315÷+02	1,32	1,63	1,23	30,0
-02÷+01	1,24	1,58	1,28	29,8

Крива ущільнення проаналізована з використанням уявлень дислокаційної теорії деформаційного зміцнення. Прикладене зусилля, характеризує напруження, необхідне для деформаційного зміцнення твердої фази поруватого матеріалу. У випадку поруватого тіла величина цього напруження залежить також від наявності в матеріалі пор, які впливають на його перерозподіл. Величина пластичної деформації твердої фази пов'язана зі зміною поруватості, оскільки деформація у поруватому тілі відбувається за рахунок зміни об'єму.

Для визначення параметрів деформаційного зміцнення компактного титану, було виконано серію додаткових експериментів на компактних титанових зразках марки ВТ 1-0, заздалегідь продеформованих прокаткою з різною величиною істинної деформації.

На їх основі була побудована експериментальна крива зміцнення, яка була апроксимована згідно з теорією Людвіга функцією $\sigma_t = \sigma_0 + Ke^n$, де σ_0 – межа плинності недеформованого матеріалу, K – коефіцієнт зміцнення, n – показник деформаційного зміцнення. Визначено за результатами експериментів параметри зміцнення титану складали:

$\sigma_0 = 270$ МПа, $K = 380$ МПа, $n = 0,7$.

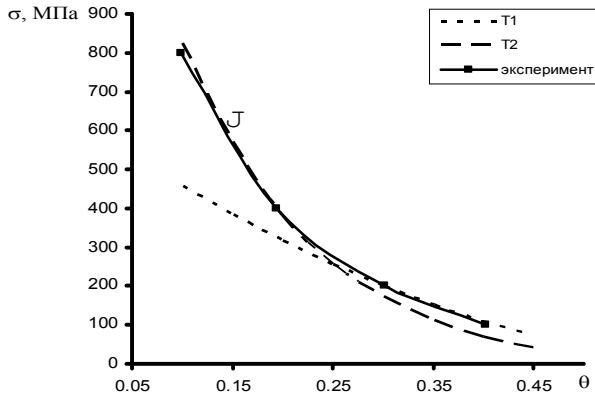


Рис. 1. Криві ущільненості порошкового титану: T1 (---) – розрахована на основі уявлень дислокаційної теорії зміцнення, T2 (— · —) – розрахована з урахуванням тривісної схеми напруження згідно з В.В. Скороходом, І.Ф. Мартиноюю $e = 0,18 \div 1,7$

Отримана крива деформаційного зміцнення твердої фази титану разом з відомими залежностями деформуєчої напруги від пористості та еквівалентної деформації від зміни пористості при ущільненні були використані для розрахунку поточних значень напруги.

Результати цих розрахунків порівняно з експериментальною кривою ущільнення. (на рис. 1 це розрахункова крива T1). Розрахунок добре узгоджується з експериментом при великих пористостях, але дає низькі значення напруження при ущільненні малопористих матеріалів. Ця розбіжність пояснена з урахуванням зміни значення пластичного аналога ефективного коефіцієнта Пуасона від поруватості. Згідно з експериментальними даними Ю.Н. Подрезова [6, 7] і розрахункам М.С. Ковальченка [2], ефективний коефіцієнт Пуассона при одновісних схемах навантаження наближається до нульового значення при пористостях більших за 30 %. Це означає, що при великій пористості практично відсутні зміни розміру пресовки в поперечному перерізі і, як наслідок, практично немає бічного тиску на пресовку з боку стінок прес-форми. У цьому випадку розрахунок кривої ущільнення може бути проведений в рамках дислокаційної теорії деформаційного зміцнення без урахування впливу бічного тиску. При малих пористостях бічний тиск стає суттєвим, що веде до зміни напруженого стану в пресовці. Для урахування цього ефекту в роботі було використано уявлення В.В. Скорохода [5] про зміну ефективного напруження при наявності тривісного напруженого стану. Внесення відповідної поправки дозволило отримати добре узгодження теорії з розрахунком в області малих пористостей, але дає низькі значення напруження при високій пористості (крива T2).

Досліджено механічні властивості вихідних титанових пресовок з використанням різних методів випробування: на згин, на стиснення та на бразилійський тест. Проаналізовано вплив поруватості та розміру фракції на міцність та пластичність пресовок. Показано, що міцність пресовок при згині в 2-5 разів нижче, ніж при випробуваннях на бразилійський тест і більш ніж у 10 разів нижча, ніж при випробуваннях на стиснення.

Важливим є результат дослідження впливу пористості на модуль пружності, границю плинності та пластичність вихідних пресовок при випробуваннях на згин. Наведені на рисунку 2 результати досліджень вказують на наявність різних залежностей модуля пружності, E (рис. 2, а), та межі плинності σ_{02} (рис. 2, б), від пористості, які істотно сильніші, ніж для спечених пресовок, та слабкої зміни з пористістю пластичної деформації до руйнування, $\epsilon_{пл}$ (рис. 2, в), яка значно слабша, ніж в спечених матеріалах.

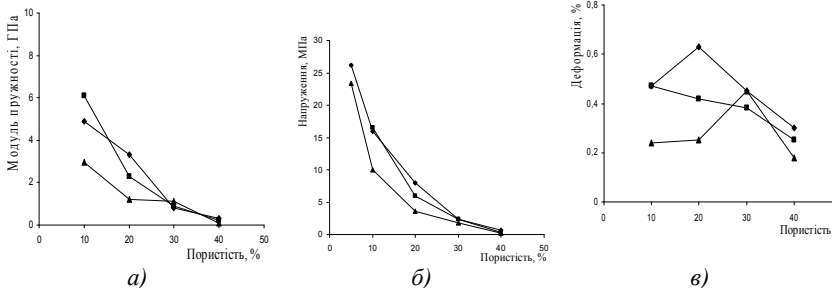


Рис. 2. Залежність механічних властивостей від пористості при випробуваннях на згин: а – модуль пружності, б – границя текучості, в – деформація до руйнування

(◆ - -063; ■ - -05 ÷ + 0315; ▲ - -0315 ÷ + 02)

Зміна фракційного складу практично не впливає на механічну поведінку досліджених пресовок.

Приведені закономірності вказують на те, що властивості спечених матеріалів визначаються процесами контактоутворення при їх формуванні.

Аналіз процесу контактоутворення в порошковому титані за результатами дослідження фізико-механічних властивостей при спіканні виявив закономірності контактоутворення у пресовках титану після їх спікання при різних температурах та проаналізовано вплив структурних параметрів – пористості та розміру порошинок на якість міжчастинкового контакту, що утворюється при спіканні.

Запропонована оригінальна методика для проведення порівняльного аналізу якості контакту за результатами вимірювання фізико-механічних характеристик зразків. Для цього були визначені коефіцієнти, що характеризують якість електричного K_λ , механічного K_E і фізичного K_ϵ контактів.

Електричний контакт – це контакт, якість якого визначається за результатами вимірювання питомого електроопору ρ , або питомої електропровідності λ , механічний контакт – це контакт, якість якого визначається за результатами вимірювання модуля пружності E , фізичний контакт – це контакт, якість якого визначається за результатами вимірювання істинної деформації у момент руйнування ϵ_p .

Коефіцієнти якості контактів обчислюється у відсотках за такими формулами:

- коефіцієнт, що характеризує якість електричного контакту:

$$K_\lambda = [(\lambda_{\text{вим}} - \lambda_{\text{несп}}) / (\lambda_{\text{теор}} - \lambda_{\text{несп}})] \times 100 \%,$$

- коефіцієнт, що характеризує якість механічного контакту:

$$K_E = [(\sigma_{\text{вим}} - \sigma_{\text{несп}}) / (\sigma_{\text{теор}} - \sigma_{\text{несп}})] \times 100 \%,$$

- коефіцієнт, що характеризує якість фізичного контакту:

$$K_p = [(e_{\text{рвим}} - e_{\text{рнесп}}) / (e_{\text{ртеор}} - e_{\text{рнесп}})] \times 100 \%,$$

де λ , E , e_p – електропровідність, модуль пружності і деформація до руйнування, відповідно; індекс «теор.» означає, що відповідна величина розрахована за наявності ідеального контакту, індекс «несп.» означає, що величина виміряна на зразку в неспеченому стані, індекс «вим.» означає, що властивості зразка були виміряні за заданих умов виготовлення матеріалу.

Розрахунок коефіцієнтів K_λ , K_E , K_p для різних структурних станів (різних пористостей і різного фракційного складу порошку) і побудова за ними залежностей якості контакту від температури спікання дозволяє порівнювати умови формування контакту.

Криві змінення цих коефіцієнтів від температури мають S-подібний характер і у всіх випадках змінюються від 0 для неспеченої пресовки до 100 % в разі ідеально спеченого матеріалу.

Використовуючи результати випробувань електричних і механічних властивостей спечених пресовок, побудували залежності зміни якості контакту від температури спікання для зразків з різними поруватістю і розмірами порошку. Для прикладу, на рисунку 3 наведено залежності зміни коефіцієнта K_λ від температури спікання для зразків фракції 05÷+ 0315 з різною пористістю (рис. 3, а) та з пористістю 10 % для різних фракцій (рис. 3, б).

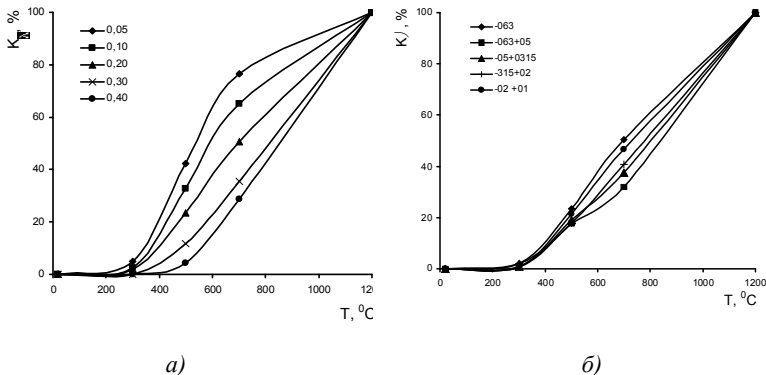


Рис. 3. Залежності зміни коефіцієнта K_λ від температури спікання для зразків фракції -05÷+ 0315 з різною поруватістю (а) та з поруватістю 0,1 для різних фракцій (б)

Оскільки для порівняння якості різних пресовок доцільно обрати будь-яку конкретну міру досконалості контакту і визначити температуру спікання, при якій вона досягається, при дослідженнях введено поняття характеристичної температури T_{50} , яка відповідає температурі спікання, при якій контакт сформовано на 50 % від ідеально можливого. Для кожного з дослідженого класу пресовок було визначено параметри $T_{50\lambda}$, T_{50E} і T_{50e} та проаналізовано залежність цих параметрів від пористості та фракційного складу.

Для прикладу на рисунку 4 наведено залежність параметру $T_{50\lambda}$ від пористості для різних фракційних складів. Аналіз цих даних свідчить про те, що зменшення поруватості та зменшення розміру частинок сприяє пришвидченню утворення електричного контакту. Такий же висновок можна зробити при аналізі впливу структури на параметр T_{50E} : зменшення поруватості та розміру порошку сприяє зниженню температури формування механічного контакту.

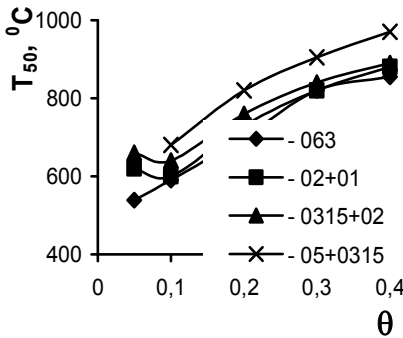


Рис. 4. Залежність характеристичної температури $T_{50\lambda}$ від поруватості та розміру частинок

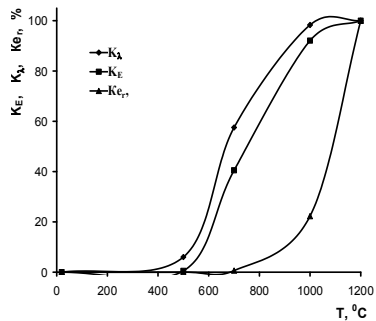


Рис. 5. Залежність змінення коефіцієнтів K_λ , K_E і K_e від температури спікання для зразків, виготовлених з порошку фракції, - 05÷ + 0315 з поруватістю 10 %

Запропонована в роботі методологія визначення якості контакту дозволила провести порівняльний аналіз умов формування електричного, механічного та фізичного контактів.

Завдяки запропонованій методиці визначення якості контакту легко побачити, що механічний контакт у всіх випадках формується декілька пізніше, ніж електричний. Із співставлення температурних залежностей формування електричного, механічного та фізичного

контактів зроблено висновок, що механічний контакт у всіх випадках формується дещо пізніше, ніж електричний.

На рисунку 5 наведено приклад такого порівняння для пресовок з пористістю 10 % з порошку фракції -05÷+0315.

З представлених даних видно, що електричний контакт формується при температурі приблизно на 50 °С нижче. Також на рисунку 5 наведено дані про формування фізичного контакту.

Видно, що фізичний контакт формується при значно вищих температурах, ніж електричний і механічний. Його формування також залежить від поруватості матеріалу, проте у значно меншій мірі залежить від фракційного складу.

У роботі також було приділено увагу дослідженню формування електричного, механічного і фізичного контактів при різних режимах виготовлення зразків з порошку титану методом імпульсного гарячого пресування (ІПП) у вакуумі.

Для цього методом холодного пресування були отримані пресовки, які потім були оброблені методом ІПП (імпульсне гаряче пресування) на експериментальній вакуумній установці, розробленій в ІПМ НАН України. Нагрів для ІПП відбувався протягом 10–15 хв., після чого зразки витримувались при температурі пресування 20 хв. ІПП проводили при температурах 20, 300, 600, 800 і 950 °С, час деформації $\sim 3 \times 10^{-3}$ с.

На отриманих зразках досліджували залишкову поруватість, електричні та механічні властивості. Встановлено, що поруватість отриманих заготовок ІПП, починаючи з температури пресування 300 °С дорівнює нулю.

Якість контактів після різних режимів деформації визначали за результатами вимірювання фізико-механічних характеристик.

Результати розрахунків параметрів K_λ , K_E , K_e наведено на рисунку 6. Показано, що при деформації титанових пресовок методом ІПП температурні інтервали, в яких відбувається формування контактів, істотно зміщуються в область низьких температур завдяки взаємодії деформаційних дефектів з міжчастинковими межами.

Так, температура $T_{50\lambda}$ при ІПП відповідає 375 °С, а при спіканні – 585 °С, відповідно для T_{50E} : 450 °С і 730 °С і, нарешті, для T_{50e} : 860 °С і 1120 °С, відповідно.

Причина цих відмінностей пов'язана з тим, що в процесі ІПП деформаційні дефекти взаємодіють з контактуючими поверхнями і передають їм частину своєї енергії, інтенсифікуючи процес контактоутворення.

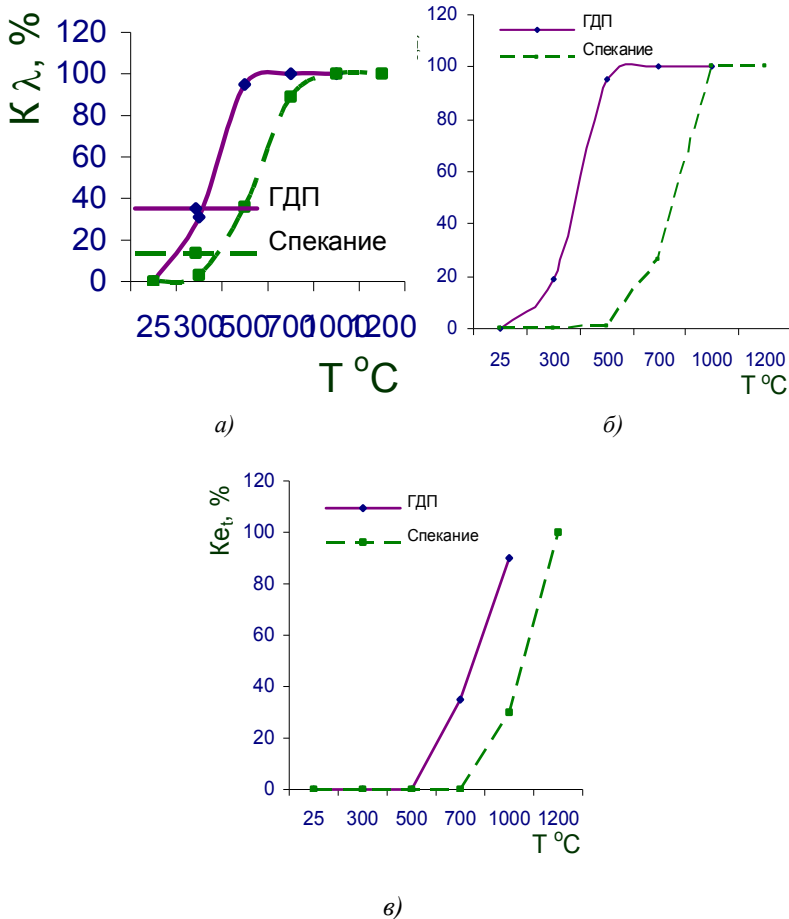


Рис. 6. Температурна залежність коефіцієнтів, що характеризують якість електричного (а), механічного (б) і фізичного (в) контактів для фракції порошку $-0315 \div +02$

Висновок. За результатами проведеного дослідження можна зробити висновок, що процес утворення електричного та механічного контакту пов'язаний із заліковуванням міжчастинкових площинних пор, що виникають при ущільненні пластичного порошку, а формування досконалого фізичного контакту пов'язано з перекристалізацією міжчастинкових меж.

Проведені дослідження дозволили встановити оптимальні режими ГП: $T_{деф} = 950 \text{ }^{\circ}\text{C}$, початкова пористість вихідної пресовки 20 %.

При вказаних режимах імпульсної гарячої деформації були отримані зразки з порошкового титану, властивості яких не поступаються властивостям технічно чистого титану, отриманого за традиційною технологією.

За результатами досліджень можна зробити такі висновки:

1. Розроблено методику комплексної оцінки властивостей міжчастинкових контактів шляхом введення коефіцієнтів K_λ , K_E , K_c . Побудова за цими коефіцієнтами залежностей якості контакту від температури спікання, дозволяє порівнювати умови формування контакту залежно від структури матеріалу, а також порівнювати умови формування електричного, механічного і фізичного контакту в пресовках з однаковою структурою.

2. Показано, що формування контакту при спіканні порошкового титану, який фіксується по зменшенню електричного опору (електричний контакт), або по збільшенню модуля пружності (механічний контакт) відбувається в діапазоні температур від 500 °С до 800 °С. Електричний контакт в титанових пресовках формується при температурах на 50–100 °С нижче, ніж механічний. Фізичний контакт формується при значно вищих температурах, а саме, при 1000–1100 °С. Формування фізичного контакту означає перехід руйнування від міжчастинкового до транскристалітного і зникненню при цих температурах міжчастинкових меж, що відповідає перекристалізації цих меж.

Електричний, механічний і фізичний контакти при ІГП порошковому титані формуються при нижчих температурах, ніж при температурі спікання.

50 % електричного контакту після ІГП формується за 375 °С, після спікання – при 585 °С;

50 % механічного контакту формується за 450 °С і 730 °С, відповідно; 50 % фізичного – за 860 °С і 1120 °С, відповідно.

3. Формування електричного і механічного контактів закономірно залежить від поруватості і вихідного розміру частинок порошку: при збільшенні поруватості характеристичні температури $T_{50\lambda}$ і T_{50E} збільшуються, а при зменшенні вихідного розміру частинок – зменшуються. Це дозволяє змінювати службові характеристики виробів в широкому діапазоні.

ЛІТЕРАТУРА:

1. *Скоруход В.В.* Реологічні основи теорії спікання / *В.В. Скоруход.* – К. : Наукова думка, 1972. – 149 с.

2. Ковальченко М.С. Теоретические основы горячей обработки пористых материалов давлением / М.С. Ковальченко. – К. : Наукова думка, 1980. – 238 с.
3. Косторнов А.Г. Пористые проницаемые материалы: научные основы формирования структуры и свойств, опыт изготовления и эффективного применения / А.Г. Косторнов // Порошковая металлургия. – 1995. – № 11/12. – С. 24–42.
4. Штерн М.Б. Развитие теории прессования и пластического деформирования порошковых материалов / М.Б. Штерн // Порошковая металлургия. – 1992. – № 9. – С. 12–24.
5. Скороход В.В. Теория физических свойств / В.В. Скороход // Порошковая металлургия. – 1995. – № 1–2. – С. 53–71.
6. Закономерности контактообразования в порошковом титане при горячей деформации / Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко, А.В. Лантєв та ін. // Физика и техника высоких давлений. – 2009. – № 3. – Т. 19. – 2009. – С. 12–23.
7. Подрезов Ю.Н. Структурная чувствительность механических свойств порошкового титана / Ю.Н. Подрезов, А.В. Лантєв, В.А. Назаренко // Наукові нотатки : міжвузівський збірник (за напрямом «Інженерна механіка»). – Вип. 25, Ч. II (червень, 2009). – Луцьк, 2009. – С. 198–203.

НАЗАРЕНКО Володимир Андрійович – кандидат технічних наук, старший науковий співробітник Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України.

Наукові інтереси:

– дослідження та розробка нових методів отримання порошкових та композиційних матеріалів.

Тел.: 424-15-73.

E-mail: vanazarenko@gmail.com

Подано 03.06.2011

