

УДК 621.762

ОСОБЕННОСТИ АТТРИТОРНОЙ ОБРАБОТКИ И ЭЛЕКТРОСПЕКАНИЯ ПОРОШКОВ ИЗ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ СПЛАВОВ НА ЖЕЛЕЗНОЙ ОСНОВЕ

М. Н. ВЕРЕЩАГИН¹, Г. Г. ГОРАНСКИЙ², С. И. КИРИЛЮК¹, О. А. СЫЧЕВА³¹ Гомельский государственный технический университет им. П. О. Сухого, пр. Октября 48, 246746 г. Гомель, Беларусь.² Белорусская государственная политехническая академия, пр. Ф. Скорины 65, 220027 г. Минск, Беларусь.³ Институт общей неорганической химии НАНБ, ул. Сурганова 9, 220072 г. Минск, Беларусь.

Представлены результаты исследований аттриторной обработки и электроспекания порошков из быстрозакаленных прецизионных сплавов на железной основе. Показано, что такая обработка является одной из наиболее эффективных форм интенсивного термомеханического воздействия на материал. Установлено, что макро- и микроструктура изломов электроспеченных образцов неоднородна, и ее степень определяется состоянием и технологией получения исходных порошков.

Введение

Одним из эффективных методов, активирующих процесс спекания дисперсных материалов, является спекание электрическим током, в основе которого лежит комбинированное действие электрической энергии и механического давления. В отличие от традиционных технологических процессов порошковой металлургии с отдельным выполнением операций компактирования и спекания, достоинством метода электроспекания является высокая производительность при получении спеченных изделий с однородной структурой и возможность работы без защитной атмосферы [1, 2]. Данный процесс характеризуется различным варьированием способов пропуска электрического тока и характером механического нагружения. Режим обработки дисперсного материала определяет ход процесса, а также конечные свойства спеченного продукта.

Спекание постоянным током эффективно, когда удельная поверхность порошка относительно велика, а удельное сопротивление на границе контакта порошковых тел вызывает появление значительных температурных градиентов. Это способствует более полному уплотнению порошков под влиянием тока, температуры и давления. Недостатком данного метода электроспекания дисперсных материалов является разница в размере зерна на анодном и катодном концах изделия, а также наличие электропереноса легирующих компонентов, что ведет к неравномерной пористости по сечению прессовок. Спекание с использованием пе-

ременного тока позволяет избежать указанные недостатки. Кроме того, применение промышленных электросварочных машин для контактной сварки значительно снижает затраты на производство спеченных изделий.

Цель работы – исследование процесса электроспекания металлических порошков, полученных путем аттриторного размола быстрозакаленных прецизионных сплавов на железной основе.

Методика исследований

В качестве исходных материалов для получения порошка использовались сплавы системы Fe–Cr–Ni–Co–Mo–B–Si (сплав 1), Fe–C–P–Al–Si (сплав 2) и Fe–Cr–Ni–C–B–Si (сплав 3). Быстрозакаленные ленты, которые в дальнейшем подвергались аттриторной обработке, были получены методом спиннингования из расплава на медный диск. Аттриторная обработка (АО) материалов осуществлялась на лабораторном аттриторе с вертикальной осью вращения импеллера. Мощность привода – 2 кВт. Емкость рабочей камеры – 1л, объем загруженных размольных тел – 0,5л. Количество обрабатываемого материала до 0,05л. В качестве размольных тел были использованы шарики диаметром 4,2 мм из сплава ВК6. Скорость вращения импеллера могла ступенчато регулироваться в пределах 156 – 640 об/мин. Аттриторная обработка производилась без добавок активирующих диспергирующие. В качестве параметра, определяющего процесс, рассматривалось время АО, которое для различных проб материала изменялось в пределах 1 ч.

Экспериментальные исследования процесса

электроспекания дисперсных материалов проводились на силовом спекающем модуле ССМ-02, который позволяет в широком диапазоне варьировать влияние различных энергосиловых параметров на процесс. Управление процессом спекания осуществлялось регулятором контактной сварки типа РКС-801. Технические характеристики установки приведены ниже.

Наибольший сварочный ток, кА –	19
Наибольшая мощность при КЗ, кВА –	124±12
Диапазон напряжений, В –	0 – 6,2
Частота разряда, Гц –	50
Максимальное усилие прессования, кН –	6,3
Тип нагружающего устройства – пневматическое	
Режим работы – ручной, полуавтоматический.	

Электроды-пуансоны имели цилиндрическую форму с отверстием внутри для циркуляции охлаждающей жидкости и изготавливались из бронзы марок БрХ1, БрХЦр, БрХНК. В качестве матрицы использовалась кварцевая трубка, запрессованная с натягом 40÷50 мкм в стальную оправку для увеличения механической прочности и долговечности трубки. Кварцевая трубка выполняла функцию диэлектрика и термостойкого материала при высокой температуре.

Оценка гранулометрического состава дисперсного материала до и после помола осуществлялась путем обработки на ЭВМ результатов определения наименьшей хорды частиц, измеренной с помощью сканирующего электронного микроскопа Nanolab-7, а также фотоседиментационным методом на приборе «Седиграф-5000». Удельную поверхность порошка измеряли методом БЭТ на приборе Акусорб-210.

Микротвердость исследуемых образцов измеряли на микротвердомере Micromet-2 с нагрузкой 0,5 и 1,0 Н. Время выдержки под нагрузкой – 10 с.

Механизм разрушения и структура поверхности излома образцов изучались методом фрактального анализа на электронном микроскопе Cam Scan. Плотность полученных образцов определялась методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 20018-74. Предел прочности при изгибе определяли в соответствии с методикой ГОСТ 18228-82.

Гранулометрический состав порошка размером > 40 мкм определялся по ГОСТ 18318-73 методом отсева через набор сит в течение 30 мин на специальном встряхивающем устройстве. Масса фракции взвешивалась на лабораторных весах модели ВРЛ-200 с точностью до 0,01 г.

Металлографический анализ осуществлялся с помощью светового микроскопа Unimet. Для приготовления шлифов использовалась эпоксидная смола ЭД-6 ТУ 84-606-76 с последующей обработкой на шлифоприготовительном оборудовании фирмы «Райхерт».

Дифференциально-термический анализ (ДТА) поведения сплавов при нагреве выполнялся в атмосфере гелия, скорость нагрева образцов, помещен-

ных в корундовый тигель, составляла 2÷10 °С/мин; температура образцов фиксировалась хромель-алюмелевой термопарой с точностью ±2 °С. Нагрев осуществлялся до температуры кристаллизации материала в диапазоне 270÷562 °С.

Рентгеноструктурный анализ выполнен на дифрактометре «Дрон-3» в монохроматизированном CoK_{α} -излучении в следующем режиме: напряжение 30 кВ, ток 20 мА, скорость счетчика – 2 °/мин. В качестве монохроматизатора использована пластина пиролитического графита. За эталон принимался сплав исследуемых составов без какой-либо специальной обработки, отожженный в вакууме при 850 °С и имеющий равновесную кристаллическую структуру.

Результаты исследований и их обсуждение

Исследованию подвергались два типа быстрозакаленных лент.

1. Быстрозакаленные ленты, полученные методом спиннингования на медный диск при скорости закалки $10^5 \div 10^6$ К/с. ДТА и рентгеновский анализ показали, что структура аморфных сплавов не содержит в себе кристаллической фазы. На дифрактограмме отсутствовали максимумы, характерные для кристаллической фазы, а на кривых ДТА при нагреве наблюдался двоякий экзотермический пик, эндотермический аналог которого при охлаждении отсутствовал, что подтверждает образование рентгеноаморфной структуры.

2. Быстрозакаленная лента, полученная методом спиннингования и подвергнутая последующей термообработке. В качестве термообработки проводили охрупчивающий отжиг при температуре 550 °С в течение 1 ч в муфельной печи без применения защитной атмосферы. При рентгеноструктурном анализе установлено, что порошок имел мелкокристаллическую структуру.

Процесс получения металлических порошков, их качество и геометрические размеры частиц находятся в непосредственной зависимости от технологических характеристик процесса размола и свойств размалываемого материала. Характеристика исследованных порошков представлена в таблице.

Для установления рациональных режимов получения порошков проводили исследования процесса атриторного диспергирования лент при различных технологических параметрах.

Исследования показали, что удельная поверхность порошка в процессе АО достигает максимума при содержании в шихте жидкости (аcetона) в пределах 14÷18 мас.%, т. к. последний способствует развитию трещин в частицах порошка. Кроме того, дисперсная среда (аcetон), обладая высокой гигроскопичностью, способствует более быстрому росту имеющихся и образованию новых трещин. При содержании в шихте жидкости до 10% она оказывает смазывающее действие, и процесс размола становится менее эффективным, чем при сухом размолу. Увеличение содержания жидкости > 20% также понижает эффективность размола. Отличительной

Характеристики исходных порошков

Порошок сплава	Размер частиц мкм	Пикнометрическая плотность, кг/м ³	Удельная поверхность, м ² /г	Микротвердость, ГПа	Насыпная плотность, кг/м ³	Плотность утряски, кг/м ³	Текучесть, с
1	160+ 200-	7200	1,012	4,5÷11,0	3200	3500	25
2	000+ 315-	7600	0,993	2,0÷4,0	1200	2000	32
3	315+ 400-	7600	0,731	4,5÷12,0	5300	5350	21

особенностью размол в среде жидкости является меньшее окисление порошка и меньшее содержание продуктов износа размольных тел. В процессе АО быстрозакаленного материала установлено, что существует корреляция между процентным содержанием фракции (< 160 мкм) порошка и объемом загрузки размольных тел. Максимальный выход достигается при 50÷60% объеме заполнения рабочей камеры размольными телами. Вероятно, при меньшем их количестве повышается кинетическая энергия шаров вследствие увеличения траектории, но снижается интенсивность ударов частицами порошка. В свою очередь, при большом содержании размольных тел (> 50–60%) в результате сокращения пути движения значительно уменьшается их кинетическая энергия, и размол в основном происходит за счет истирания частиц ленты между размольными телами. Поскольку быстрозакаленные ленты обладают достаточно высокими механическими характеристиками, то оптимальным является сочетание истирающего и ударного механизмов разрушения. Это и объясняет максимум выхода фракции < 160 мкм порошка при заполнении рабочей камеры на 50–60%. На эффективность измельчения влияет также диаметр шаров, от которого зависят количество и интенсивность ударов в единицу времени, а также число точек соприкосновения между мелющими телами. С увеличением диаметра шаров количество точек контакта уменьшается, что снижает намотку железа. Необходимо оптимальное сочетание шаров меньшего и большего диаметров. Шары большего диаметра, обладая большей кинетической энергией, обладают и большей энергией удара, а шары меньшего диаметра обеспечивают большее количество точек соприкосновения, что, в свою очередь, способствует измельчению и улучшает качество измельчения. Атриторная обработка быстрозакаленных лент показала, что наибольшее процентное содержание фракции < 160 мкм достигается при соотношении между количеством материала и размольных тел 0,18÷0,22. Уменьшение этого соотношения (< 0,18) ведет к тому, что частицы порошка оседают на стенках рабочей камеры, распыляются, а количество воздействий размольных тел на порошок уменьшается. При этом также уменьшается энергия воздействия на порошок, что ведет к снижению размолу. При данном содержании размальваемого материала преобладает ударный механизм разрушения. С увеличением количества материала (> 0,22) порошок, заполняя все поры меж-

ду размольными телами, демпфирует удары. Измельчение в основном происходит в результате истирающего механизма измельчения. Наиболее эффективный размол происходит на начальном этапе. При увеличении времени скорость размолу уменьшается, что связано с приданием частицам порошка сферообразной формы и их наклепом. Процесс измельчения ленты, подвергнутой охрупчивающему отжигу, отличается большей эффективностью по сравнению с нетермообработанной. Это объясняется повышенной хрупкостью отожженной ленты. Вместе с тем данный порошок имеет повышенное содержание кислорода и оксидов.

Атриторную обработку порошковых и волокнистых дисперсий можно рассматривать как одну из наиболее эффективных форм интенсивного термодформационного воздействия на материал. При АО наряду с чисто внешним эффектом изменения удельной поверхности порошка происходит существенное изменение строения обрабатываемого материала, которое может приобретать различные формы: интенсивный рост дефектов кристаллической структуры материала, реализация различного типа механохимических реакций, сопровождающихся образованием новых (как устойчивых, так и метастабильных) фаз, развитие релаксационных процессов, обусловленных распределением температурных полей в микрообъемах вещества при АО. В итоге все указанные факторы определяют степень конечной аккумуляции материалом энергии термодформационного воздействия, степень химической активности вещества и уровень стабильности его составляющих.

В процессе исследований был оценен характер изменения микротвердости аморфной составляющей при аккумуляции им энергии АО. Результаты экспериментов представлены на рис. 1.

Поглощение энергии деформации сплавом на начальной стадии процесса сопровождается ростом микротвердости его аморфной составляющей. Этот рост происходит до некоторого предела, обусловленного начальной микротвердостью аморфной составляющей и количеством поглощенной металлом энергии. Отмеченный максимум микротвердости H_{μ} имеет место в интервале значений аккумулируемой энергии $E_q = 10\text{--}20$ кДж/г. При скорости закалки такое количество энергии аккумулируется сплавами, как правило, через 15–20 мин АО. Рост H_{μ} сплава связан с фазовым расслоением его аморфной составляющей, вызывающим за счет структурной неоднородности появление локальных концентраторов напряжений. В дальнейшем микротвердость аморфной

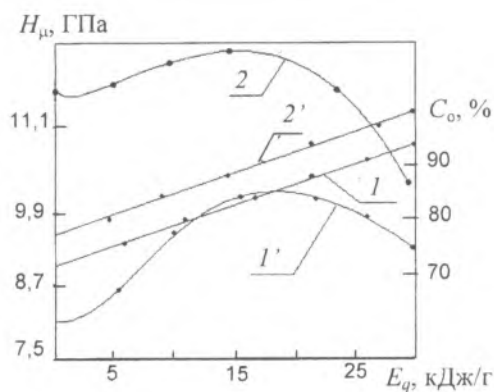


Рис. 1. Количество образующейся аморфной фазы C_0 (1, 2) и микротвердость H_μ (1', 2') закаленного из расплава сплава Fe-Ni-Mo-Cr-Co-Si-B в зависимости от аккумулируемой материалом энергии E_d деформационно-термического воздействия при АО: $\Delta E/\Delta t = 2,5 \cdot 10^5$ К/с (1, 1'); $4,0 \cdot 10^5$ К/с (2, 2')

составляющей начинает падать. Последнее обстоятельство, на наш взгляд, связано с механизмом процесса аккумуляции аморфной составляющей сплава энергии деформации в форме нарушения ближнего порядка расположения атомов. Процесс деформирования порошковых материалов методом электроимпульсного спекания связан с прохождением импульсов тока через засыпку металлического порошка с одновременным приложением давления посредством электродов-пуансонов. В результате в зонах контактов частиц выделяется значительное количество тепла, которое приводит к разогреву контакта до температур, близких к температуре плавления, приводя к образованию металлических контактов между отдельными частицами порошка. Приложенное давление приводит к деформированию и уплотнению спекаемых порошков.

Исходная кристаллическая составляющая исследуемых сплавов представляет собой литую структуру с включениями игольчатого мартенсита. Рост скорости закалки последовательно ведет к дроблению зерен и более равномерному распределению мартенсита. Кристаллическими составляющими сплавов являются ограниченные твердые растворы Fe-Mo, Fe-B, Fe-Si, Ni-Cr и непрерывные твердые растворы аустенитного класса Fe-Ni, Fe-Co, Cr-Fe [3, 4]. Интерметаллиды – σ -фаза (Fe-Cr), λ -фаза (FeCrMo), бориды – Fe₂B, Ni₂B, Co₂B, силицид FeSi присутствуют изначально в ограниченном количестве и распределены крайне неравномерно. Их разброс по объему наиболее проявляется для сплавов, закаленных с меньшей скоростью. На рис. 2 представлена структура спеченного (а) и исходного литого (б) образцов из сплава 3.

Поскольку порошок имел шаровидную форму с минимальной удельной поверхностью, структура спеченных образцов близка исходной за исключением приграничных с водоохлаждаемым электродом областей. Прессовки из данного сплава отличались высокими механическими характеристиками. Так твердость составляла 60÷65 HRC. При получении образцов методом электроспекания структура порошка не претерпевает существенных изменений. Данные металлографических исследований под-

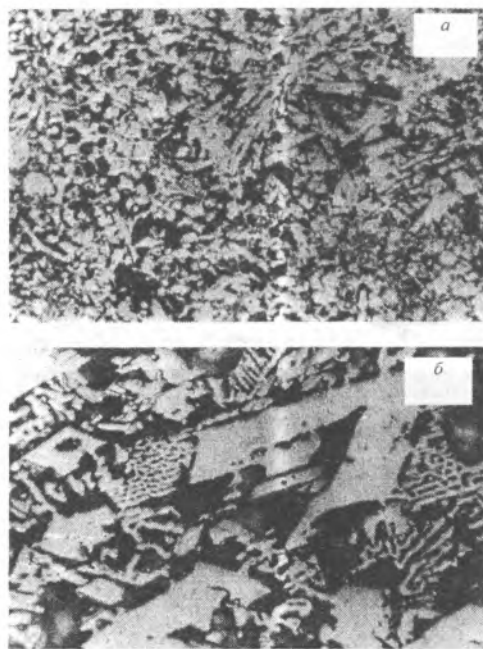


Рис. 2. Структура спеченного (а) и исходного (б) образцов сплава 3 ($\times 10^3$)

тверждают неизменность его химического состава при электроспекании.

Изучение механизма разрушения образцов различных сплавов путем анализа фрактограмм излома позволило определить связь характера разрушения с особенностями технологии изготовления образцов. Установлено, что макро- и микроструктура изломов неоднородна, а ее степень определяется состоянием и технологией получения исходных порошков.

На рис. 3 представлены фрактограммы изломов образцов в спеченном состоянии сплава 2 (а) и сплава 3 (б), полученных спеканием отожженных порошков, и порошков в исходном состоянии после быстрой закалки из расплава и атриторной обработки соответственно.

Можно видеть, что в первом случае (рис. 3, а) разрушение в основном происходит по межчастичным границам. Пограничная зона между частицами весьма неоднородна и представляет собой перемеживающиеся металлические и оксидные микроконтакты. Разрушение происходит хрупко по оксидному контакту и вязко в зонах металлического контакта. Структура излома имеет ярко выраженную шероховатость. Данная характеристика излома во многом объясняется тем, что исходная быстрозакаленная лента подвергалась изотермическому отжигу и последующему размолу в незащищенной атмосфере. Анализ механизма разрушения спеченных изделий, полученных из порошка без изотермического отжига (рис. 3, б) показал, что разрушение происходит не по межчастичным контактными поверхностями, а внутри частиц. Межчастичные включения примесей и оксидов практически не наблюдаются, а наличие характера хрупко-вязкого разрушения объясняется закаленной структурой образца после спекания.

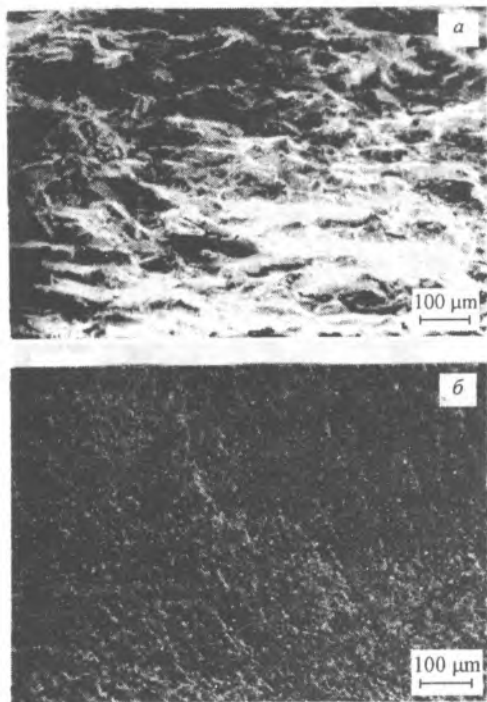


Рис. 3. Фрактограммы изломов спеченных образцов сплава 2 (а) и сплава 3 (б)

Соотношение зон вязкого и хрупкого разрушения определяется состоянием межчастичных контактов. Такой характер разрушения говорит о доминировании в образце металлических связей. Оксиды и примеси находятся в локализованных зонах и наблюдаются в виде пластинок более темного цвета. Излом характеризуется незначительной шероховатостью.

Заключение

Процесс получения металлических порошков, их качество и геометрические размеры находятся в непосредственной зависимости от технологических характеристик процесса размолла и свойств размалываемого материала. Аттриторная обработка порошковых и волокнистых дисперсий является одной из наиболее эффективных форм интенсивного термомодеформационного воздействия на материал. При аттриторной обработке наряду с изменением удельной поверхности порошка происходит существенное изменение строения обрабатываемого материала, которое может приобретать различные формы. Это определяет степень конечной аккумуляции материалом энергии термомодеформационного воздействия, степень химической активности вещества и уровень стабильности его составляющих.

Изучен механизм разрушения различных сплавов, позволивший установить характер разрушения электроспеченных образцов с особенностями технологии их изготовления. Макро- и микроструктура изломов неоднородна, а ее степень определяется состоянием и технологией получения исходных порошков.

Литература

1. Райченко А. И. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока. М.: Металлургия (1987)
2. Дорожкин Н. Н., Абрамович Т. М., Ярошевич В. К. Импульсные методы нанесения порошковых покрытий. Мн.: Наука и техника (1985)
3. Верещагин М. Н., Горанский Г. Г., Голубцова Е. С. // Расплавы. РАН, (1999), № 4, 40–51
4. Верещагин М. Н., Дьяченко Ю. В., Язвницкий М. Ю. // Металловедение и термическая обработка металлов (2001), № 8, 31–41

Wereschagin M. N., Goransky G. G., Kirilyuk S. I., Suchewa O. A.

Features attritor handling and electrobakings of promptly quenched iron-base alloys.

Outcomes of examinations attritor handlings and electrobakings of dusts from fast - quenched precision iron-base alloys are submitted. It is shown, that attritor handling is one of the most efficient shapes of intensive termo-deformation action on a material. It is installed, that macro and a microstructure of fractures baked by an electric current it is model it is inhomogeneous, and its degree is determined by a state and a process engineering of deriving of initial dusts.

Поступила в редакцию 01.03.2002.

© М. Н. Верещагин, Г. Г. Горанский, С. И. Кирилук, О. А. Сычева, 2002.