

УДК 621.762

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ПРЕССОВАНИЯ ГЕТЕРОФАЗНЫХ УВЛАЖНЕННЫХ ЖЕЛЕЗНЫХ ПОРОШКОВ МЕТОДОМ ИНТЕНСИВНОГО УПЛОТНЕНИЯ

Кокорин Алексей Валерьевич⁽¹⁾, Сизов Николай Александрович⁽²⁾, Федосеев Дмитрий Валерьевич⁽³⁾

*Аспирант 2 года⁽¹⁾, аспирант 3 года⁽²⁾, студент 5 курса⁽³⁾,
кафедра «Материаловедение и обработка металлов давлением»
Ульяновский государственный технический университет*

*Научный руководитель: В.Н. Кокорин,
доктор технических наук, профессор кафедры «Материаловедение и обработка
металлов давлением»*

Номенклатура заготовок и деталей, полученных формованием и спеканием из порошков на основе железа, с использованием традиционных технологий ограничена из-за невозможности обеспечения высоких механических свойств деталей, имеющих существенный уровень остаточной пористости. Наиболее существенно она проявляется в снижении прочности и вязкости разрушения материалов на основе ОЦК-металлов, обладающих низким сопротивлением распространению трещин.

Анализ схем структурообразования высокоплотных изделий показал, что прямое использование схем традиционного деформирования вызывает появление дефектов, связанных, в основном, с образованием перепрессовочных трещин, а также ограничение технологических возможностей при изготовлении деталей широкой гаммы типоразмеров и физико-механических свойств.

В связи с этим возникает необходимость создания нового метода получения порошковых структур плотностью, приближенной к теоретической, и имеющих прочные межчастичные диффузионные связи с образованием эффективного ювенильного контакта. Для решения этих проблем разработан способ прессования металлического порошка в присутствии жидкой фазы. Его отличие от традиционного прессования состоит в интенсификации структурообразования за счет присутствия в механической дисперсной системе жидкости. Введение жидкости малой вязкости (например, воды, ацетона) в количестве 10...15 % по массе позволяет получать высокоплотные детали с остаточной пористостью, не превышающей 3 %, что позволит использовать эту технологию для изготовления сильно нагруженных изделий машиностроительного назначения.

Особенности поведения (реологии) сплошной среды под действием приложенной нагрузки могут быть описаны комбинациями реологических моделей поведения идеализируемых сред (жесткопластической среды Мизеса, упругопластической среды Прандтля, вязкопластической среды Шведова-Бингама). Современные модели процесса уплотнения дисперсных частиц предполагают, что консолидация порошкового материала без его пластического разрушения, т.е. нарушения мгновенных арочных контактов, – невозможно. В работе В.Е. Перельмана [1], в рамках модели уплотнения приведен основной механизм структурообразования при получении высокоплотного изделия: управление условиями пластических деформаций в материале, т.е. контроль кинематических параметров по принципу инициирования сдвиговых деформаций в прессуемом теле, реализуемому, в частности,

в методе «тающей оснастки», при котором одновременно со сжатием брикета создается направленное движение материала в поперечном направлении, что согласуется с моделью Я.Е. Гегузина [2], где в процесс уплотнения и деформации порошкового тела значительный вклад вносит перемещение частиц вторичных фаз, а также изменение их состояния.

Анализ современного уровня теоретических работ в области консолидации и пластической деформации полидискретных гетерогенных трёхфазных (металл – жидкость – воздух) механических систем, а также существующая практика получения структур теоретической плотности, выявили необходимость разработки концепции интенсивного уплотнения дисперсных железосодержащих материалов при получении структур теоретической плотности.

Рассмотрена система: замкнутая пора – жидкость – воздух, находящаяся под внешним давлением. Она согласуется с моделью ядра Гарвея (рис.1), в которой наблюдается локальное замыкание флюида (жидкость и воздух) пластически деформируемым металлом в ограниченной области. Растворение газов в жидкости при приложении высоких давлений к фрагментам замкнутых (закрытых) пор, их высвобождение при изменении давления происходит чрезвычайно быстро, почти мгновенно, что обуславливает проявление кавитационных эффектов в структуре уплотненного материала при мгновенном разрушении межчастичных контактов и падении величины внешнего давления (поверхностная эрозия и зональное разрушение структуры).

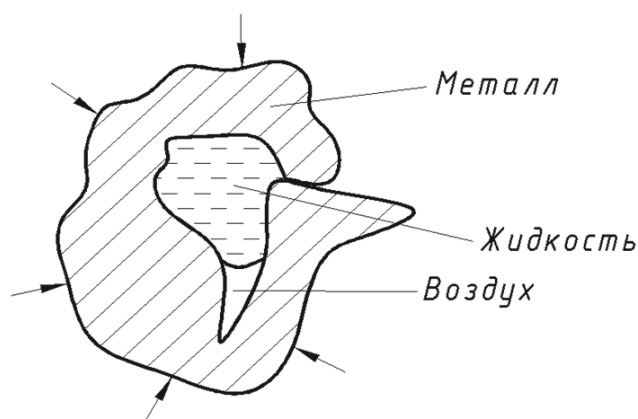


Рис.1. Модель кавитационного ядра по Гарвею

Можно полагать, что трансформация заполняющей фазы (жидкость и воздух) и удаление ее из поры, обуславливает образование низкого вакуума (с примерным числом молекул воздуха ($n \leq 10^{19} \dots 10^{16}$ (в одном см³), что препятствует образованию оксидов железа. Данное состояние рассматриваемой зоны структуры материала поровой каверны благоприятствует образованию межчастичного соединения матрицы в виде «скелетного» схлопывания либо сдвига.

Замкнутая пора (каверна) заполнена жидкостью и газом, при этом жидкость выполняет функции поглощения и транспортирования газа. Очевидно, что при увеличении давления, передаваемого на замкнутую систему: жидкость – газ может достигнуть величины, при которой нарушается сплошность системы, определенной моделью Гарвея.

В условиях нарушения сплошности замкнутой системы в результате нарушения межчастичных контактов, объем жидкости, находящейся под давлением P , несет в себе

(транспортирует) газовое ядро. Из области невозмущенного потока, где ядро находится в равновесии, этот объем жидкости попадает в зону действия пониженного давления P_1 ($P_1 \ll P_2$). При этом, ядро становится неустойчивым и наблюдаются условия образования расширяющихся пузырьков. Захлопывание пузырьков и их сжатие наблюдаются при внедрении транспортирующей жидкости в следующую закрытую пору, представляющую собой очередное кавитационное ядро Гарвея (рис. 2), при этом реализуется эффект «бегущей поры».



Рис. 2. Схема эффекта гидравлической кавитации при силовом раскрытии – схлопывании – раскрытии (и т.д.) структурной последовательности закрытых пор структуры

Окончательно удаление свободной жидкости и транспортируемого газа производится либо в межинструментальный зазор, либо в дренажные каналы пуансона.

Исходная трехкомпонентная смесь (металл основы – жидкость – воздух) представлена в виде структурносвязанного тела с гибкими связями. При теоретическом анализе процесса интенсивного уплотнения гетерофазных механических смесей использованы методы дискретной и континуальной теорий уплотнения порошковых материалов.

В экспериментальных исследованиях использовали следующие механические смеси:

- железный распыленный порошок марки АНС100.29 фирмы «Höganäs», Швеция; химический, гранулометрический состав и технологические свойства приведены в табл. 1.
- железный порошок АНС100.29 и жидкая фаза (вода) в пропорции по массовой доле (85:15), исходная влажность $W_0 = 15\%$;
- железный порошок АНС100.29 и жидкая фаза (ацетон) в пропорции по массовой доле (85:15), исходная влажность $W_0 = 15\%$;

Таблица 1.

Железный порошок АНС100.29 (металлический порошок фирмы «Höganäs», Швеция)

Химический состав, % не более					
Fe		C		O ₂ при нагреве в H ₂	
основа		0,024		0,17	
Гранулометрический состав порошка					
Размер, мкм	250...200	200...160	100...71	71...45	Менее 45
Содержание, %	0...2	0...12	Ост.	Ост.	10...30
Технологические свойства					
Насыпная плотность, г/см ³			Текущность, с/50 г		
2.95			25		

Структурообразование может осуществляться с использованием как низкотемпературных, так и высокотемпературных жидких фаз (низкотемпературные жидкие фазы представлены различными связками на водной основе).

Влияние заполняющей фазы (воды) при структурообразовании дискретных механических смесей, вопросы влагопереноса и структурообразования гетерофазных материалов рассмотрены в многочисленных работах, в частности, П.А.Ребиндера, А.Ф. Лебедева и ряда других ученых. В частности, в технологии вибрационного прессования проводится рекомендация по увлажнению порошка водой, керосином, этанолом или 5 %-ным раствором глицерина в метаноле с целью исключения потерь порошка мелкой пылевидной фракции.

Выбор жидкости, используемой в качестве жидкой фазы определялся характерными свойствами (табл. 2) и производился с учетом следующих факторов: физико-химические свойства жидкости; ее экологическая безопасность (безвредность для человека и окружающей среды в производственном процессе); экономическая целесообразность. Основными физико-химическими свойствами, определяющими эффективность интенсивного уплотнения порошковой среды, являются: низкая химическая активность, плотность и вязкость жидкости, устанавливающие способность жидкости осуществлять газотранспортную функцию, удаляя поровую свободную (растворенную) газовую фазу. Жидкостью, в большей степени удовлетворяющей этим требованиям, является вода.

Таблица 2. Свойства применяемых жидкостей

Жидкость	Плотность (20 °C), г/см ³	Вязкость (20°C), сП
Вода (H ₂ O)	0,998	1,005
Ацетон (C ₃ H ₆ O)	0,792	0,325

По экспериментальным данным были построены графики (рис. 3) изменения плотности структуры в процессе нагружения (кривые уплотнения) и определены углы наклона касательных к кривой уплотнения в характерных точках (зонах).

Был определен закон распределения случайных ошибок эксперимента.

При выборе интервалов между экспериментальными точками исходили из следующих принципов:

- плавные (монотонные) кривые строятся при помощи не менее 4...5 точек.
- точка перегиба должна быть проведена при помощи не менее трех характерных точек.
- повторяемость (воспроизводимость) единичного опыта должна быть не менее трех.

Экспериментальные исследования включали определение факторного пространства, определение необходимого числа опытов по доверительной вероятности, центрирование, масштабирование. Статистическая обработка результатов экспериментальных исследований заключалась в построении полиномиальных моделей и их анализе. В процессе обработки результатов экспериментов широко использовали пакеты программ по обработке численных величин (Microsoft Excel, Statgraphics, MathCAD), позволяющие производить обработку данных, вычисление необходимых статистических характеристик, проверку по требуемым критериям и др. Проводилось определение числа параллельных опытов, оценка достоверности результатов измерения и выявление аномальных значений, проверка однородности дисперсий воспроизводимости параллельных наблюдений по критерию Кохрена. Угол наклона

касательной к кривой уплотнения (рис. 3) в характерных точках (зонах) определяли из

соотношения $tg \alpha_i = \frac{\rho_{i+1} - \rho_i}{q_{i+1} - q_i}$, откуда: $\alpha_i = arctg \frac{(\rho_{i+1} - \rho_i)}{(q_{i+1} - q_i)}$.

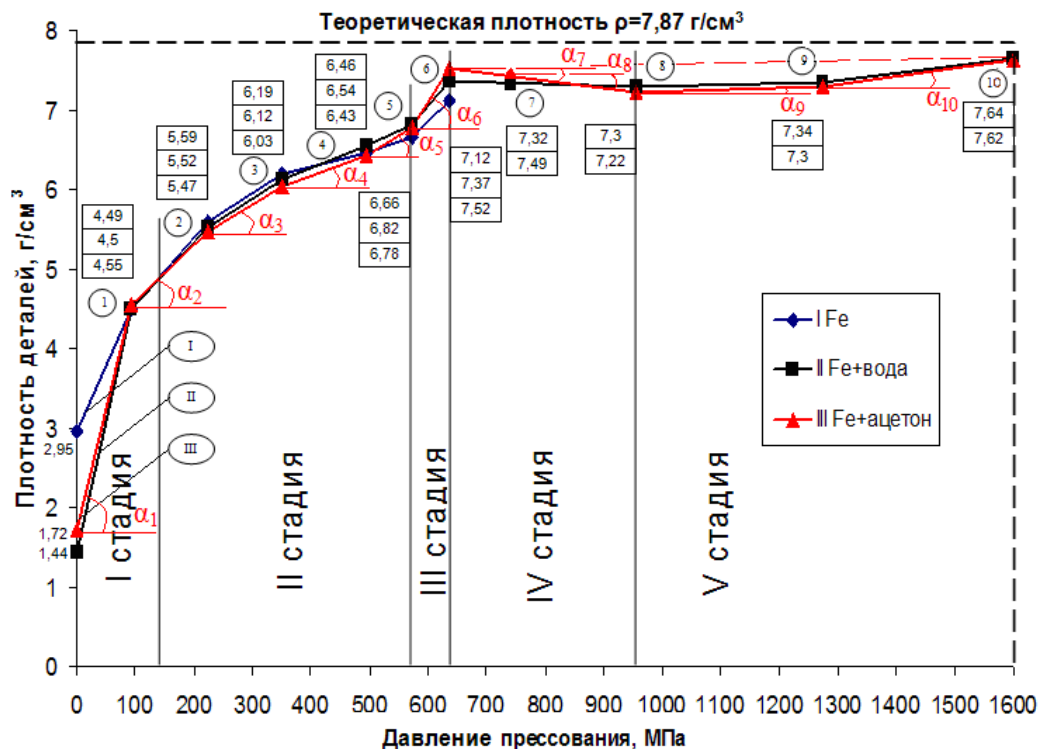


Рис. 3. Экспериментальные кривые уплотнения

Изменения угла наклона носят общий характер для представленных трех кривых, находящихся в одном диапазоне величин и, очевидно, узловые точки перегибов определяют границы стадий уплотнения в данном диапазоне давлений. Ниспадающий характер изменения наклона кривых II, III (механическая смесь с жидкой фазой на участке давлений, находящихся в диапазоне $p \in [650 \dots 950 \text{ МПа}]$, позволяет сделать вывод о некотором снижении общей плотности материала структуры (на 2–3 %). При давлении прессования более 1000 МПа отмечено изменение наклона кривых, характер их – монотонен, возрастающий угол α имеет положительную величину. Предложенная (рис. 4) методика фиксирования характерных этапов структурообразования при различных удельных усилиях позволяет корректно оценивать протяженность стадий уплотнения дисперсных материалов.

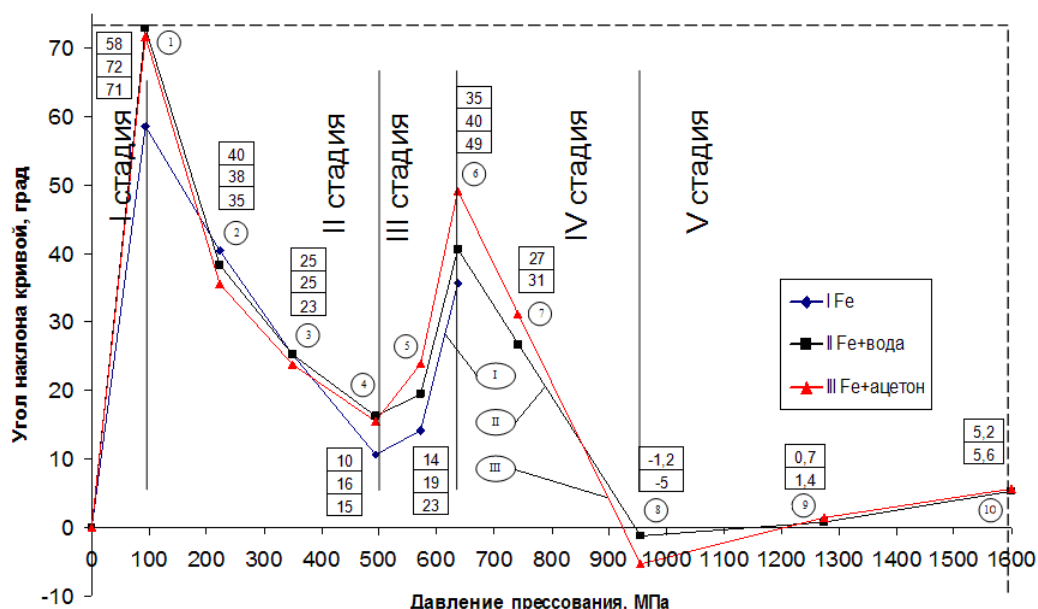


Рис. 4. Определение стадийности уплотнения (угол наклона касательной к кривой уплотнения)

При давлении прессования, соответствующем 1600 МПа, установлена величина относительной плотности порядка 0,98 от теоретической. При этом следует отметить, что механизм уплотнения на последней стадии – установившийся, заключающийся в разрушении замкнутых пор, транспортировании заполняющей фазы в межинструментальный зазор и их захлопывании, что позволяет сделать вывод о возможности получения беспоровой структуры ($Q \rightarrow 0$) при дальнейшем увеличении давления без образования распрессовочных трещин.

Интенсификация процесса уплотнения железосодержащих дискретных материалов вплоть до образования межчастичного срачивания оказывает существенное влияние на макро- и микроструктуру материала, определяя как условия получения плотностей теоретического уровня ($Q_{\text{ост.}} \rightarrow 0$), так и уровень технологических и эксплуатационных свойств материала изделия.

Для анализа изменения порового пространства в зависимости от стадии прессования, разделяли образцы на характерные зоны – центральную и периферийную, согласно схеме, показанной на рис. 5.

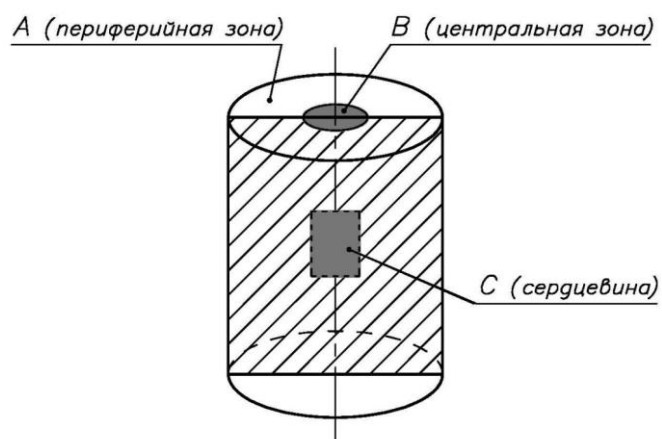


Рис. 5. Зональная схема изучения структуры

Центральная зона измерений составляла не менее 75 % общей площади исследуемой поверхности образца. Поровое пространство структуры изучали на микроскопе МИМ-8 с увеличением $\times 400$. Топология порового пространства на второй, третьей, четвертой и пятой стадиях уплотнения хорошо фиксируется на рис. 6. Данные испытания проводили на световом микроскопе «OLIMPUS» (программное обеспечение «SIAMS 700») с увеличением $\times 100$, $\times 200$, $\times 400$.

Анализ представленной структуры (рис. 6) подтверждает вывод об изотропности структуры на первой и второй стадиях уплотнения, характеризующимся наличием равноперераспределённой на контактной поверхности и по меридиональному сечению открытой пористостью и рыхлостями (размеры пустот составляют 20...45 мкм). На третьей стадии уплотнения отмечается как наличие открытой, так и закрытой пористости, причём их количественные соотношения примерно равны. Размеры пор находятся в пределах 5...25 мкм. Четвёртая стадия уплотнения характеризуется наличием только закрытой пористости, равномерно распределённой по рассматриваемым зонам. Размеры каверн – от 5 до 15 мкм. На пятой стадии уплотнения выявлены единичные и мелкие хаотично распределённые поры, размеры которых не превышает 0,5...1,0 мкм.

При изучении межчастичного сращивания в процессах, сопровождающихся интенсивным структурным уплотнением (на третьей, четвёртой и пятой стадиях), а также структурной деформацией на первой и второй стадиях, анализ структурообразования исследовали методами металлографии. Были использованы цилиндрические образцы, полученные прессованием и спеканием в среде эндогаза.

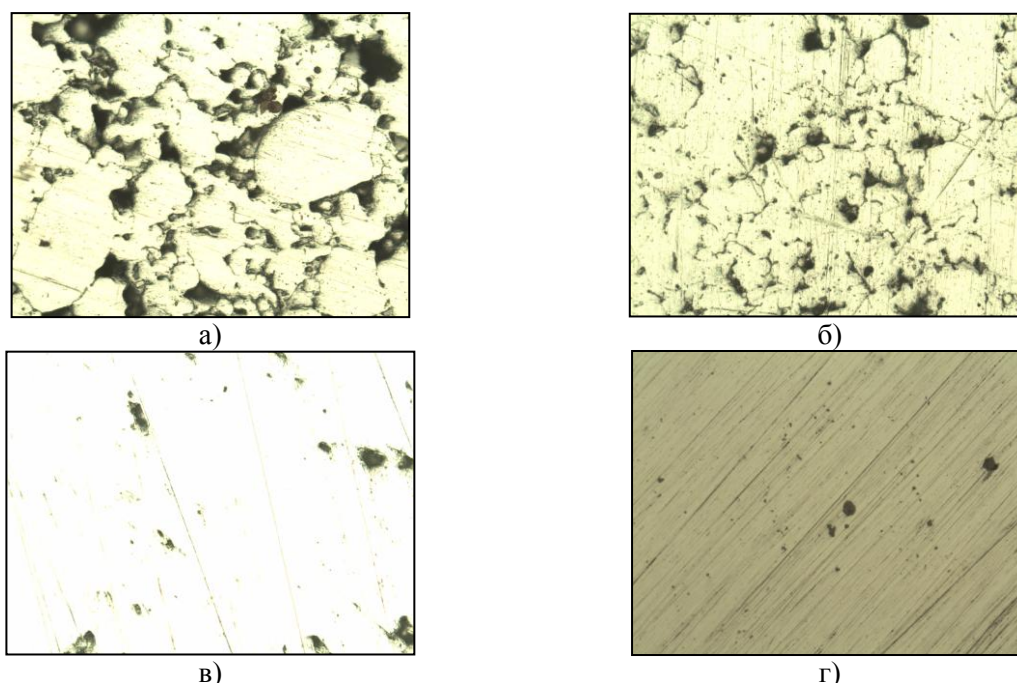


Рис. 6. Микроструктура нетравленных образцов при постадийном деформировании, увеличение $\times 400$: а, б, в, г – соответственно вторая, третья, четвертая, пятая стадия

На рис. 7 представлена динамика структурообразования на второй, третьей, четвёртой и пятой стадиях уплотнения.

Анализ структурообразования позволяет установить, что на четвёртой и пятой стадиях уплотнения наблюдается интенсивный рост зёрен – объединение в единый конгломерат смежных зёрен за счёт межкристаллитного сращивания.

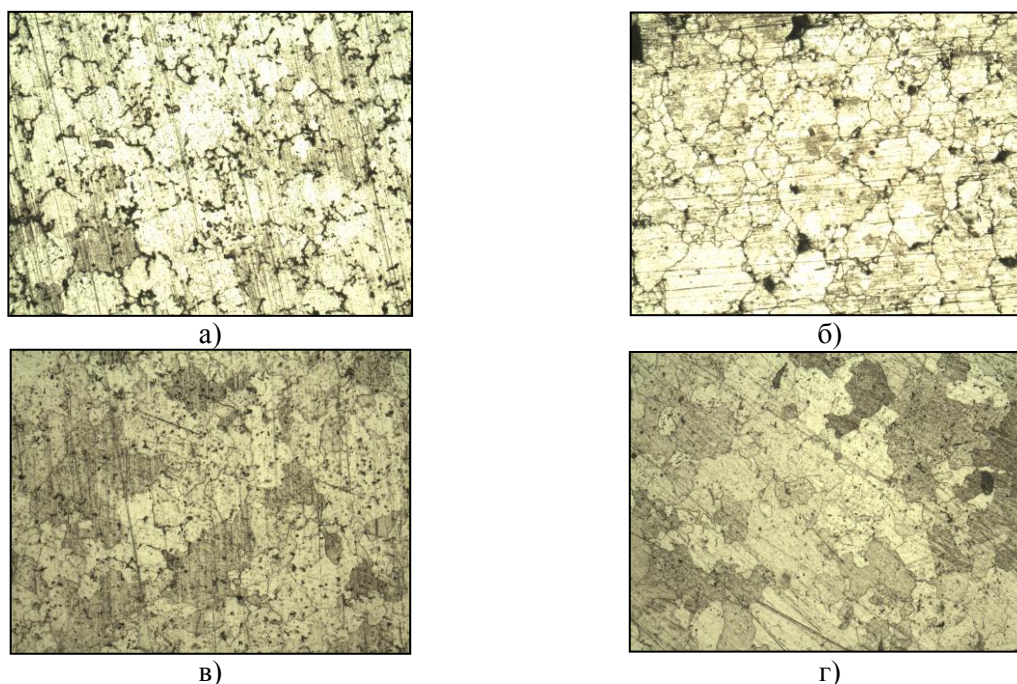


Рис. 7. Микроструктура травленных образцов при постадийном деформировании, увеличение $\times 200$: а, б, в, г – соответственно вторая, третья, четвертая, пятая стадия

Интенсивное межкристаллическое сращивание при прессовании механических смесей с использованием жидкой фазы установлено на четвёртой и пятой стадиях уплотнения, причём завершение образования блоков зёренных конгломератов наблюдается на пятой стадии, где моделируется регламент экструзии. Микроструктуру травленных шлифов исследовали с помощью программы «SIAMS 700», используя анализатор изображений, при помощи которого были получены гистограммы зёрен феррита. В проведённых исследованиях был произведён анализ величин средней площади зерна феррита [мкм^2], площади наибольшего зерна [мкм^2], среднего балла зерна, балла наибольшего зерна, минимального балла, балла по наибольшей доли величин зёрен, находящихся на площади анализа.

Для определения механических свойств полученных структур была использована установка ИМАШ – 20-78. Спечённые заготовки разрезали по схеме рис. 8, позволяющей получить интегральную оценку уровня механических свойств приконтактных и срединных поверхностей.

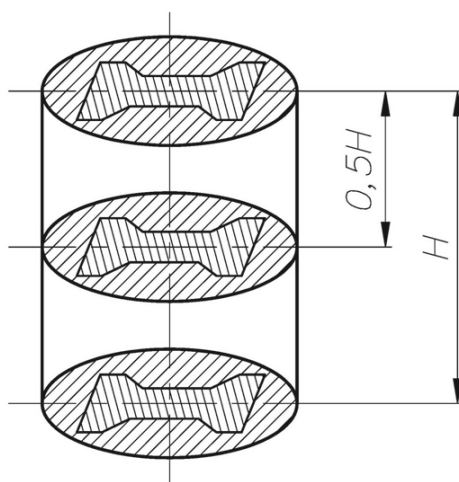


Рис.8. Схема подготовки образцов

Нагружение (линейное растяжение) осуществлялось до разрушения, при этом фиксировали текущие значения ширины (H), толщины рабочей части (S) образца и общей его длины (L). Испытывали образцы, полученные при давлениях нагружения, соответствующих четвертой и пятой стадиям уплотнения, когда отмечается, во-первых, резкое снижение остаточной пористости и, во-вторых, интенсивно проявляется межчастичное сращивание и образование мозаичной блочной структуры.

Анализ полученных результатов (рис.9) свидетельствует о значительном увеличении механических характеристик полученных изделий в зависимости от стадийности прессования. При этом предел прочности при растяжении σ_b увеличивается в 1,8 раза (от 448 до 810 МПа), относительное удлинение δ увеличивается в 2,2 раза (от 1,6 до 3,5%), относительное сужение ψ – в 2,5 раза (от 1,5 до 3,7), что свидетельствует о достижении регламентированных механических характеристик сильно нагруженных деталей. Экспериментальные данные свидетельствует о гомогенности структуры, а уровень твердости структуры соответствует твердости беспорового материала (феррита) – HB 60...100. Твердость полученной структуры (HB) варьировалась в диапазоне: min- max HB 94...114.

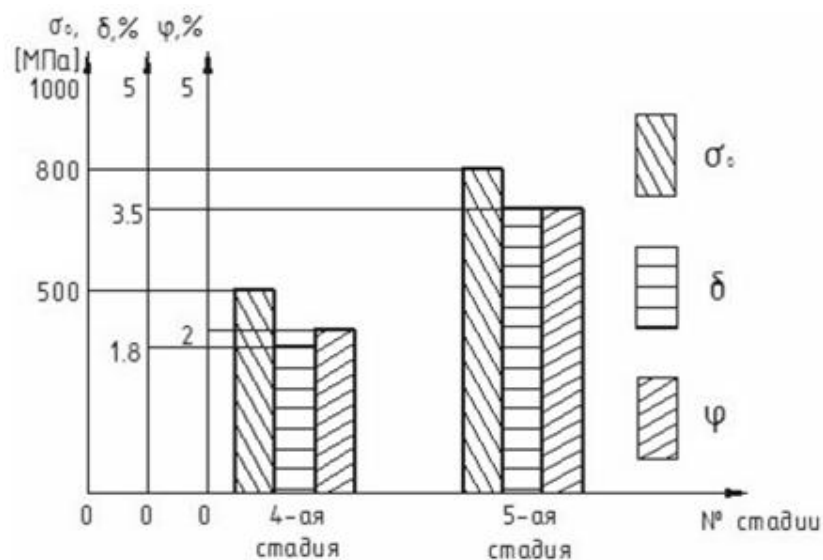


Рис. 9. Гистограмма (постадийная) механических свойств структуры

Результаты рентгеноструктурных исследований железных образцов с различной остаточной пористостью проведенные на дифрактометре ДРОН-3, свидетельствует о системном характере ($hkl: 110, 200, 211$) монотонного увеличения интенсивности I на четвертой стадии прессования и образовании нисходящей ветви при переходе на пятую стадию. При этом степень искажения кристаллической решетки на кристаллографической плоскости 110 уменьшается в 1,16 раза; в 1,31 раза на кристаллографической плоскости 200; в 1,18 раза на плоскости 211, что свидетельствует о существенном снижении остаточных напряжений на завершающей стадии деформирования и соответственном уменьшении упругой составляющей деформации. Анализ испытаний по определению интенсивности искажений кристаллографической решетки, полуширин дифракционного пика β структуры металла отпрессованных деталей в зависимости от схемы испытаний (торцовая поверхность и меридиональная плоскость) свидетельствует об уменьшении интенсивности искажения кристаллографической решетки в меридиональной плоскости в 2,36 раза (от 554 до 235), что характеризует получаемую однородную структуру основного массива отпрессованной заготовки. При этом величина β увеличивается в 2,05 раза (от 0,19 до 0,39). Этот эффект обуславливает получение равновесной плотноупакованной структуры с минимальным количеством дефектов.

Установлено, что система контактирующих частиц по мере увеличения влажности проходит следующие этапы: сухие контакты $\rightarrow$ сухие + капиллярные контакты; капиллярные $\rightarrow$ капиллярные + насыщенные контакты; насыщенные контакты $\rightarrow$ насыщенные. Доказана справедливость обратного алгоритма: с обратным изменением кластерного состояния уплотняемой трехфазной механической смеси (и системой контактирующих частиц): насыщенные контакты (первая стадия прессования) $\rightarrow$ насыщенные + капиллярные контакты (вторая стадия) $\rightarrow$ капиллярные контакты (четвертая стадия) $\rightarrow$ сухие контакты (пятая стадия) с отсутствием заполняющей жидкой фазы с растворенным в ней кислородом. Данное состояние межчастичных контактов на пятой стадии уплотнения и кратковременность процесса интенсивного уплотнения (1...5 с) определяют наличие кислорода уплотненной системы на исходном уровне.

Исследования коррозионной стойкости структуры проводили на отпрессованных образцах после пятой стадии уплотнения с использованием сканирующего зондового микроскопа Nanoeducator NT MDT с высоким уровнем пространственного разрешения (минимальный шаг сканирования – 0,2 нм). Используемая методика основана на принципах атомносиловой микроскопии и заключается в измерении сил взаимодействия между зондом микроскопа и изучаемой поверхностью образца. При соприкосновении зонда с металлической поверхностью на протяжении коротких интервалов времени наблюдалась полуконтактная мода, при которой зонд совершал дополнительные колебания. Помимо топологии поверхности анализировали тонкую структуру методом туннельной микроскопии.

Проведенные исследования позволяют сделать вывод о преимущественной интегральной сплошности и гомогенном фазовом контрасте рассмотренной структуры, что характеризует ее как практически беспористую и неподверженную коррозионным процессам. При этом оксиды железа не обнаружены (погрешность измерений не превышает 5 %).

Литература

1. *Перельман, В.Е.* Формирование порошковых материалов / В.Е. Перельман. – М.: Металлургия, 1978. – 232 с.
2. *Гегузин, Я.Е.* Движение макроскопических включений / Я. Е. Гегузин, М.А. Кривоглаз. – М.: Металлургия, 1971. – 344 с.
3. *Кокорин, В.Н.* Научные основы и технологическое сопровождение процесса прессования порошков на основе железа в присутствии жидкой фазы / В.Н. Кокорин, В.И. Филимонов, А.С. Марков, К.К. Мертенс // Изв. Самарского НЦ РАН. – 2008. – Т.4. – С.65–73.
4. *Кокорин, В.Н.* Стадийность прессования увлажненных порошков / В.Н. Кокорин, Н.А. Сизов // 45 НТК «Вузовская наука в современных условиях». Ульяновск: УлГТУ. 2011. – С.59-60.