

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACS numbers: 62.20.M-, 81.20.Ev, 81.40.Ef, 81.40.Gh, 81.40.Lm, 81.40.Vw

Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. II. Механические свойства

А. И. Толочин, А. В. Лаптев, И. Ю. Окунь, Я. И. Евич

*Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины,
ул. Кржижановского, 3,
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

Проведено ударное уплотнение в вакууме 0,0133 Па обычного порошка вольфрама с размером частиц 6–10 мкм при температурах 850, 1050, 1260, 1450, 1500, 1600 и 1640°C. Изотермическая выдержка перед уплотнением составляла 20 мин. Полученные образцы диаметром 25–27 мм и высотой $\cong 10$ мм разрезали на две части, одна из которых подвергалась отжигу при температуре 1600°C в течение часа. Отожжённую и неотжжённую части образца разрезали на прямоугольные штабики для определения плотности, структуры и механических свойств. Установлено, что относительно высокие механические свойства формируются при температуре уплотнения не ниже 1600°C, что обеспечивает прочное межчастичное взаимодействие, приводящее к транскристаллитному разрушению образцов. При этом предел прочности при изгибе равен 1130 МПа, трещиностойкость — 9 МПа·м^{1/2}, твёрдость — 4350 МПа, предел прочности при сжатии — 1380 МПа и пластичность при сжатии — 11%. Дополнительный отжиг образцов в основном снизил их механические свойства за исключением прочности и пластичности при сжатии. Образцы с высокими свойствами, которые до отжига разрушались транскристаллитно, после отжига стали разрушаться интеркристаллитно.

Проведено ударне ущільнення в вакуумі 0,0133 Па звичайного порошку вольфраму з розміром частинок у 6–10 мкм при температурах 850, 1050, 1260, 1450, 1500, 1600 та 1640°C. Изотермічна витримка перед ущільненням складала 20 хв. Одержані зразки діаметром 25–27 мм і заввишки $\cong 10$ мм розрізали на дві частини, одна з яких піддавалася відпалу при температурі 1600°C впродовж години. Відпалену та невідпалену частини зразка розрізали на прямокутні штабики для визначення щільності, структури та механічних властивостей. Встановлено, що відносно високі механічні властивості формуються при температурі ущільнення не нижче 1600°C, що забезпечує міцну міжчастинкову взаємодію, яка призводить до транскристалітного руйнування зразків. При цьому межа міцності при вигині становить 1130 МПа, тріщиностійкість — 9 МПа·м^{1/2}, твердість —

4350 МПа, межа міцності при стисканні — 1380 МПа і пластичність при стисканні — 11%. Додатковий відпал зразків в основному понизив їх механічні властивості за винятком міцності і пластичності при стисканні. Зразки з високими властивостями, які до відпалу руйнувалися транскристалітно, після відпалу стали руйнуватися інтеркристалітно.

Impact consolidation in vacuum of 0.0133 Pa of the usual tungsten powder with a size of particles of 6–10 microns is carried out at temperatures of 850, 1050, 1260, 1450, 1500, 1600, and 1640°C. The isothermal holding before consolidation was 20 min. The obtained samples with a diameter of 25–27 mm and a height of ≈ 10 mm cut on two parts, one of which is subjected to annealing at the temperature of 1600°C within the one hour. The annealed and not annealed parts of a sample cut on rectangular bars for determination of the density, structure, and mechanical properties. As established, the rather high mechanical properties are formed at a consolidation temperature above 1600°C, at which the strong interparticle interaction leading to transcrystalline breaking of samples is provided. Thus, the transverse rupture strength is equal to 1130 МПа, fracture toughness—9 МПа·м^{1/2}, Vickers hardness—4350 МПа, strength at compression—1380 МПа, and plasticity at compression—11%. Additional annealing of samples generally reduces their mechanical properties, except for strength and plasticity at the compression. Samples with high properties were characterized before annealing by transcrystalline breaking, but after annealing, they began to collapse by means of the intercrystalline mechanism.

Ключевые слова: порошок, вольфрам, микроструктура, ударное уплотнение.

(Получено 27 ноября 2013 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

В первой части статьи были рассмотрены вопросы уплотнения и формирования структуры образцов вольфрама, полученных из порошка ударным уплотнением в вакууме при разных температурах. Было показано, что практически плотные вольфрамовые образцы можно получить при температуре около 1650°C, а образцы с пористостью 2,5% и 6,5% — при температурах 1500 и 1450°C соответственно. Проведенный при температуре 1600°C в течение 1 часа дополнительный отжиг пористых образцов уменьшил пористость в среднем на 2% и несколько снизил удельное электросопротивление. Наиболее существенное влияние оказал отжиг на рост частиц вольфрама, что, по-видимому, было связано с критической степенью деформации частиц вольфрама при их уплотнении. Существенный рост частиц был обнаружен также и на образцах, спрессованных при температуре 1500°C и выше. В связи с указанными особенностями структуры образцов в результате ударного уплотнения при

разных температурах интерес представляли их механические свойства, которые представлены в данной части статьи.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На уровень механических свойств порошковых материалов существенное влияние оказывает структура, а именно, величина пористости и размер зерен, а также качество межзеренных (межчастичных) границ. Одной из наиболее важных механических характеристик, которая проявляет сильную «чувствительность» к наличию пористости и примесей на границах, является прочность при изгибе. Уплотнение вольфрама ударным спеканием в исследуемом интервале температур показывает, что прочность при изгибе линейно увеличивается с увеличением температуры уплотнения до 1500°C и резко возрастает при повышении температуры до 1600°C, но и резко падает при дальнейшем увеличении температуры (рис. 1). Весьма низкая прочность 80 МПа наблюдается естественно на образцах, уплотненных при температуре 850°C, где отсутствует хорошая физическая связь между частицами. Повышение прочности в 7 раз, т.е. до 560 МПа, происходит при повышении температуры уплотнения до 1500°C. Но и этот уровень не является высоким, хотя для спеченного порошкового вольфрама это приемлемая величина, поскольку

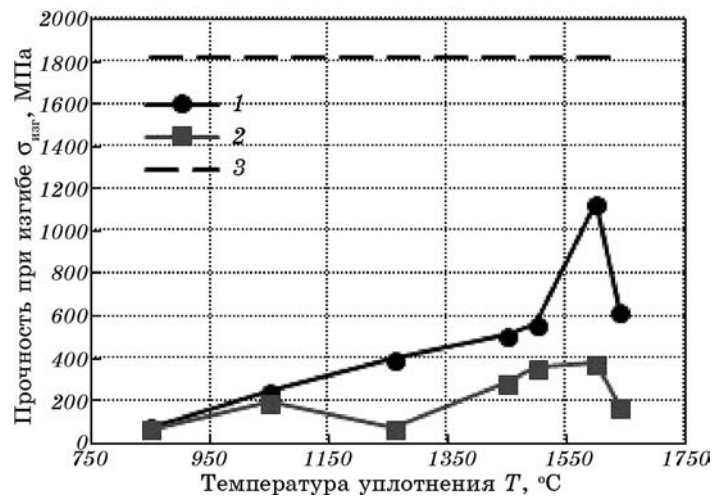


Рис. 1. Зависимость прочности при изгибе образцов порошкового вольфрама от температуры ударного спекания: 1 — ударное спекание порошкового вольфрама, 2 — отжиг уплотненных образцов 1 при 1600°C в течение 1 часа, 3 — промышленный кованный пруток вольфрама.

свободное спекание порошка вольфрама при температуре 2000°C в течение 1 часа в среде водорода приводит к прочности 510 МПа при пористости 6% и размере зерен 4 мкм [1]. Удовлетворительная прочность на уровне 1100–1150 МПа достигается при уплотнении порошка в области температуры 1600°C. В данном исследовании это максимальная прочность в то время, когда прочность вольфрама из прутка практически вдвое больше. Причину такого различия пока трудно однозначно определить, но среди факторов, существенно влияющих на прочность при изгибе и контролируемых нами в данном исследовании, следует выделить пористость, содержание кислорода и размер зерен. Максимальный уровень прочности в данной работе обусловлен, вероятно, сочетанием низкой пористости, низкого содержания кислорода и не очень крупного зерна. Определяющее влияние размера зерна по сравнению с пористостью и содержанием кислорода проявляется на образцах, спрессованных при температуре 1640°C, где весьма крупнозернистая структура показала низкую прочность, 630 МПа, при минимальном содержании кислорода и микроскопической пористости. Прутковый же вольфрам не имеет пористости и характеризуется умеренным размером зерен, низким содержанием кислорода и, вероятно, более низким количеством примесей внедрения.

Для сравнения целесообразно представить информацию о свойствах порошковых образцов вольфрама, полученных традиционным горячим прессованием. В частности, вольфрам, полученный горячим прессованием в две стадии при температуре и давлении соответственно 1700°C, 50 МПа и 1900°C, 100 МПа имеет прочность при изгибе 175 МПа при пористости 14% [2] (см. табл.). При этом

ТАБЛИЦА. Физико-механические характеристики вольфрама при уплотнении порошка горячим прессованием.

Температура уплотнения T , °C	Давление уплотнения P , МПа	Время уплотнения τ , мин	Пористость Θ , %	Размер зерен d_w , мм	Прочность при изгибе $\sigma_{изг}$, МПа	Источник
I — 1700	50	15				
II — 1900	100	15	14,3	58,4	175	
1200	47	30	28,2	1,2	157	[2]
1450	47	30	17,7	1,6	314	
1700	10	10	6,8	3,0	850	
1260	1200		9,7	7–10	400	Настоящая работа
1450	1200	$(3-5) \cdot 10^{-3}$ с	6,5	10–15	510	
1600	1200		0,8	15–25	1130	

размер зерна вольфрама увеличивается от 1–3 мкм до практически 60 мкм после двухстадийного уплотнения порошка. Применение же другого режима горячего прессования порошка вольфрама, а именно, уплотнение при 1700°C и давлении 10 МПа позволило получить вольфрамовые изделия, как указано в работе [2], с прочностью 850 МПа, пористостью 6,8% и зерном вольфрама на уровне 3 мкм, см. таблицу. Сравнение же плотности и прочности вольфрама, компактируемого методами обычного горячего прессования [2] и ударного спекания при низких температурах, 1450 и 1200°C, показывает преимущество последнего метода (см. табл.).

В данном случае важную роль при уплотнении и образовании более качественной связи между отдельными частицами вольфрама играет приложенное давление и деформация образца, которые в настоящем исследовании существенно выше, чем при стандартном горячем прессовании. Хотелось бы также отметить, что прочность при изгибе монокристалла вольфрама составляет по данным [3] 1050 МПа.

Интерес вызывают результаты измерения прочности при изгибе отожженных образцов, поскольку у них выше значения плотности, ниже удельное электросопротивление и более крупнозернистая структура по отношению к неотожженным образцам. Как видно из рис. 1, прочность отожженных образцов не изменяется для случаев уплотнения при наиболее низких температурах, а для образцов, спрессованных при температуре 1260°C и выше, отжиг снижает прочность при изгибе. Из трех перечисленных выше факторов снижение прочности после отжига можно связать только с укрупнением структуры. Но не только это необходимо знать для понимания природы прочности материалов. Для ОЦК-металлов важное значение имеет характер разрушения, то есть, преимущественное разрушение по телу зерна (транскристаллитное) или разрушение по границе между зёрнами или частицами (интеркристаллитное).

Оценку характера разрушения позволяет сделать фрактографический анализ различных образцов по снимкам их поверхности разрушения, представленным на рис. 2. При этом важно проследить изменение поверхности разрушения на образцах, спрессованных при разных температурах, и на отожженных образцах. Как видно из рис. 2, увеличение температуры ударного уплотнения порошка (левый ряд) приводит к существенным изменениям вида поверхности разрушения. На образцах, полученных при температурах 850 и 1050°C, разрушение явно проходит между частицами порошка и при этом на поверхности разрушения присутствуют очень мелкие частицы (в несколько раз меньше по размеру основных частиц). Можно допустить, что это частицы оксида вольфрама, поскольку они полностью исчезают в случае уплотнения порошка уже при температуре 1260°C (рис. 2, *д*), или же это мелкие частицы вольфрама, которые при более высокой температуре соединяются

(коалесцируют) с крупными частицами. Поэтому на образцах, уплотненных при температурах 1260°C и выше, мелкие частицы отсутствуют, но характер разрушения остается однозначно интеркристаллитным до температуры уплотнения 1500°C.

Уплотнение же образцов при температурах 1600 и 1640°C приводит к смене характера разрушения на транскристаллитный (рис. 2,

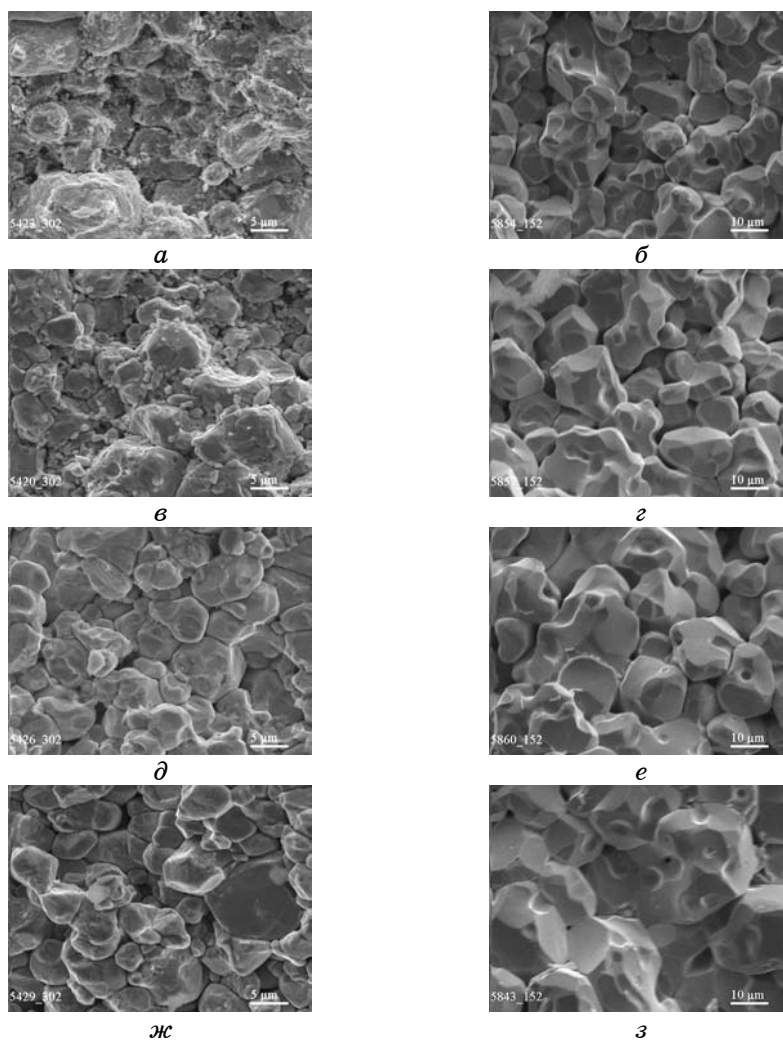


Рис. 2. Поверхность разрушения образцов порошкового вольфрама после ударного спекания при температурах: 850°C (*а*), 1050°C (*б*), 1260°C (*в*), 1450°C (*г*), 1500°C (*д*), 1600°C (*е*), 1640°C (*ж*), отжига этих образцов при температуре 1600°C в течение 1 часа соответственно (*з*), (*и*), (*к*), (*л*), (*м*) и промышленного вольфрамового прутка — (*н*).

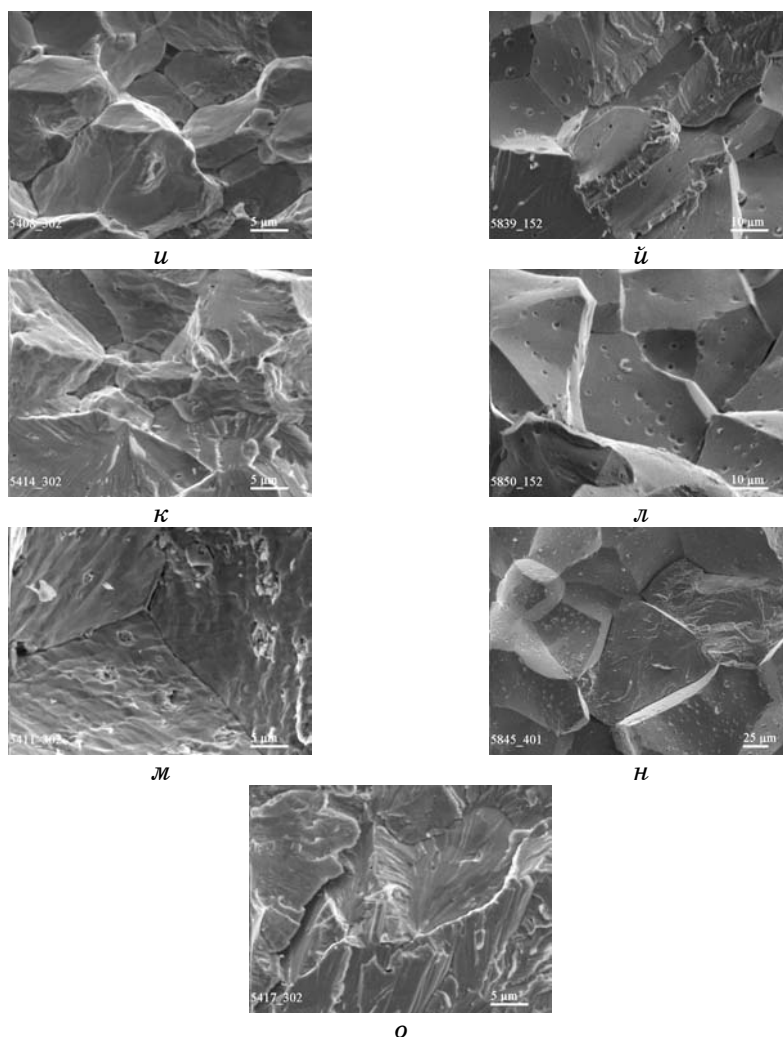


Рис. 2. (продолжение).

к, м), подобный характеру разрушения промышленного вольфрама, показанного на рис. 2, *о*. При этом хорошо видно, что разрушенные частицы весьма крупные. Существенное изменение размера частиц происходит при подъеме температуры от 1450 до 1500°C, что легко обнаружить при сравнении поверхности разрушения образцов на рис. 2, *ж* и рис. 2, *и*.

Достаточно «выразительной» является поверхность разрушения образцов, подверженных отжигу. Отжиг образцов, уплотненных при температурах 850 и 1050°C, устранил все мелкие частички, но не устранил интеркристаллитного разрушения. Разрушение по

межзеренной границе также характерно для отожженных образцов, уплотненных при температурах 1260 и 1450°C. При этом наблюдается дальнейшее укрупнение частиц и сохранение пор (углубления с криволинейными поверхностями и темные участки в стыках трех зерен). Отжиг образцов, уплотненных при более высоких температурах, существенным образом не изменил характера разрушения, поскольку только отдельные зерна разрушаются транскристаллитно. Но важным в данном случае является то, что указанные образцы до отжига имели транскристаллитное разрушение. То есть, до отжига образцы имели более прочную границу между зернами, чем после отжига. Данное явление (ср. рис. 2, *к* и рис. 2, *л*) свидетельствует о вытеснении пор (углубления на гранях разделенных частиц) и, очевидно, примесей на границу, которые в результате ослабили границу и привели к интеркристаллитному разрушению.

Ослабление границ между частицами порошка вольфрама или точнее высокоугловых границ зерен после проведения отжига сказалось в той или иной степени на других механических свойствах образцов. Вполне закономерным оказалось снижение такой важной механической характеристики, как трещиностойкость (рис. 3). Причем можно говорить о значительном уменьшении трещиностойкости. Например, отжиг образцов, уплотненных при низких температурах, уменьшил трещиностойкость втрое, а отжиг образцов, уплотненных при 1500°C и выше, снизил трещиностойкость в два раза. Интересным является и то, что трещиностойкость образцов, полученных при

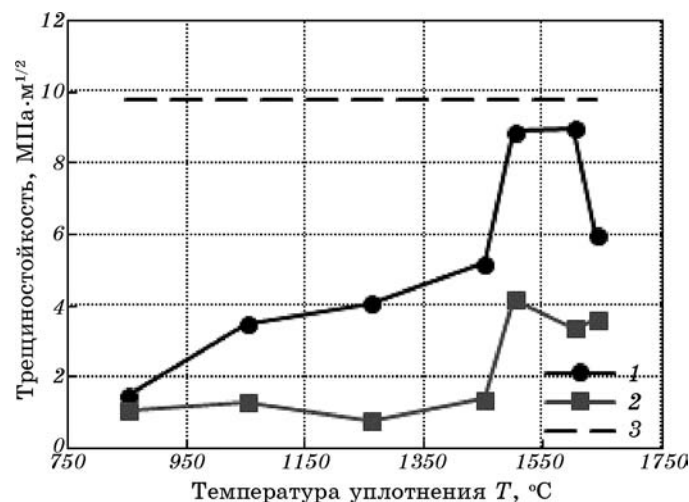


Рис. 3. Зависимость трещиностойкости образцов порошкового вольфрама от температуры ударного спекания: 1 — ударное спекание порошкового вольфрама, 2 — отжиг уплотненных образцов 1 при 1600°C в течение 1 часа, 3 — промышленный кованный пруток вольфрама.

1500 и 1600°C, незначительно меньше (на 10%) трещиностойкости стандартного прутка, но в 1,5 раза выше трещиностойкости образцов, полученных свободным спеканием порошка вольфрама в атмосфере водорода при 2000°C и имеющих величину $6,2 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ [1]. Близкая к последней величина трещиностойкость наблюдается на образцах, полученных ударным спеканием при температуре 1450°C.

Подобная картина с влиянием отжига проявляется и на твердости образцов (рис. 4). Однако в данном случае главной причиной снижения твердости образцов после проведения отжига является не наличие слабых границ, по которым распространялась трещина под действием растягивающих напряжений, а, вероятнее всего, более крупные, чем в спрессованных образцах, зерна.

Слабые границы при вдавливании индентора находятся в условиях сжимающих напряжений и поэтому не могут сильно влиять на величину твердости. А крупные зерна, как известно из зависимости Холла–Петча, связывающей предел текучести материала с размером зерна [4], способны деформироваться при меньших напряжениях, что и определяет более низкий уровень твердости. Твердость же неотожженных образцов, уплотненных при температурах 850–1450°C, находится на уровне 3500 МПа. Повышение температуры уплотнения до 1600°C увеличивает твердость образцов до 4350 МПа, почти такой же, как твердость промышленного прутка — 4450 МПа. Для сравнения заметим, что твердость литого вольфрама равна 3500 МПа [5], а твердость монокристалла вольфрама при комнатной температуре составляет 2800 МПа [5].

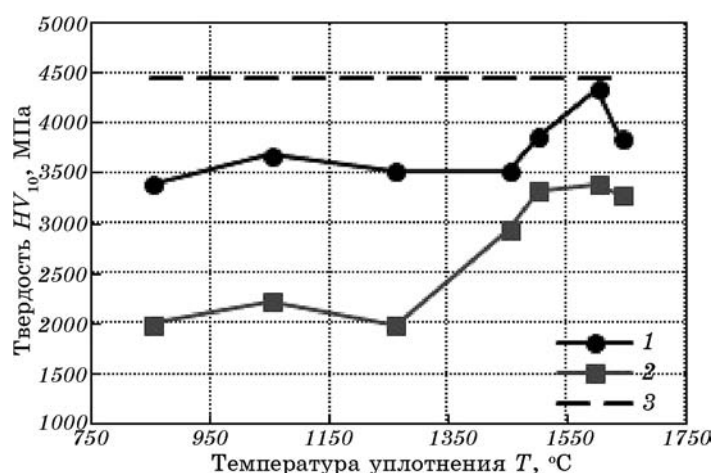


Рис. 4. Зависимость твердости образцов порошкового вольфрама от температуры ударного спекания: 1 — ударное спекание порошкового вольфрама, 2 — отжиг уплотненных образцов 1 при 1600°C в течение 1 часа, 3 — промышленный кованный пруток вольфрама.

Еще один вид испытания образцов, где превалируют сжимающие напряжения, это испытания на сжатие, результаты которых с информацией о пластичности представлены на рис. 5. Здесь так же, как и в случае с твердостью, прочность межзеренных границ играет второстепенную роль, а первостепенное значение имеет размер зерен. Это хорошо проявляется на пределе текучести и пластической деформации образцов, подверженных отжигу (рис. 5, б, в).

Предел прочности при сжатии в отличие от предыдущих характеристик оказался наименее зависимым от пористости, качества границ и размера зерна. Это проявилось в существовании высокого уровня, равного уровню стандартного прутка, предела прочности при сжатии. А прочность отожженных образцов для случая уплотнения при 1600°C оказалась даже выше прочности кованого прутка. Это свидетельствует о том, что испытания на сжатие не являются достаточным

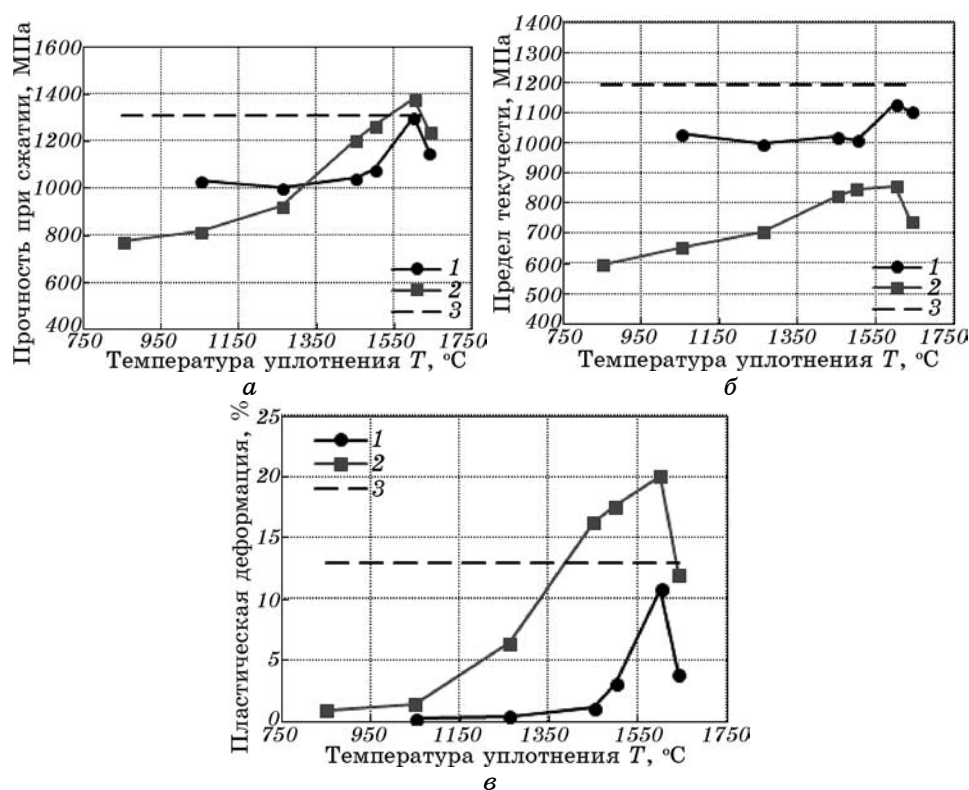


Рис. 5. Зависимость прочности при сжатии образцов порошкового вольфрама (а), предела текучести при сжатии (б) и пластической деформации при сжатии (в) от температуры ударного спекания; 1 — ударное спекание порошкового вольфрама, 2 — отжиг уплотненных образцов 1 при 1600°C в течение 1 часа, 3 — промышленный кованый пруток вольфрама.

видом испытаний для оценки качества материала, но для определенных видов эксплуатации материала они являются необходимыми.

Из приведенных механических характеристик порошкового вольфрама, полученного ударным спеканием с последующим высокотемпературным отжигом, следует, что отжиг в основном отрицательно повлиял на большинство характеристик. Но что касается пластической деформации при сжатии, то здесь наблюдается явно противоположная картина (рис. 5, в). Начиная с температуры уплотнения 1050°C, последующий отжиг обеспечил значительное повышение пластичности образцов вплоть до 20%. Это значение оказалось в 1,5 раза больше пластичности образцов из промышленного вольфрамового прутка. Такая ситуация может свидетельствовать только о том, что размер зерен вольфрама оказывает решающее влияние на пластичность при сжатии в сравнении с другими, рассмотренными нами выше факторами. В данном случае возникает предположение и о том, что при рассмотрении пластичности при сжатии положительным фактором может быть пониженная прочность границ зерен, допускающая некоторое проскальзывание между зернами и увеличивающая таким образом конечную пластичность. Это в некоторой степени необычное предположение требует уточнения и проведения дополнительных более детальных исследований.

3. ВЫВОДЫ

На основании проведенных механических испытаний порошковых вольфрамовых образцов, полученных ударным уплотнением в широком диапазоне температур, можно сделать следующие выводы.

1. Относительно высокие механические свойства формируются при температуре уплотнения не ниже 1600°C, где обеспечивается прочное межчастичное взаимодействие приводящее к транскристаллитному разрушению образцов.

2. Структурные изменения образцов, вызванные проведением отжига, повлияли на механические свойства. При этом прочность при изгибе, трещиностойкость, твердость и предел текучести при сжатии уменьшились (для образцов, уплотненных при высоких температурах), а пластичность и предел прочности при сжатии увеличились. Основная причина таких изменений связана с ослаблением межзеренных границ (транскристаллитное разрушение заменяется интеркристаллитным) и существенным увеличением размера зерен.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. П. Я. Радченко, Ю. Н. Подрезов, В. В. Паничкина, В. В. Скороход, *Порошковая металлургия*, № 8: 36 (1990).
2. С. Ф. Гнусов, С. Н. Кульков, А. Г. Мельников, И. Н. Севостьянова, *Способ*

горячего прессования порошков тугоплавких металлов, Патент RU 2252838 (Опубл. 27.05.2005, Бюл. № 15).

3. Ю. В. Баранов, *Эффект А. Ф. Иоффе на металлах* (Москва: МГИУ: 2005).
4. В. И. Трефилов, Ю. В. Мильман, С. А. Фирстов, *Физические основы прочности тугоплавких металлов* (Киев: Наукова думка: 1975).
5. Е. М. Савицкий, К. Б. Поварова, П. В. Макаров, *Металловедение вольфрама* (Москва: Metallurgia: 1978).

REFERENCES

1. P. Ya. Radchenko, Yu. N. Podrezov, V. V. Panichkina, and V. V. Skorokhod, *Poroshkovaya Metallurgiya*, No. 8: 36 (1990) (in Russian).
2. S. F. Gnyusov, S. N. Kul'kov, A. G. Melnikov, and I. N. Sevostianova, *Sposob Goryachego Pressovaniya Poroshkov Tugoplavkikh Metallov*, Patent RU 2252838 (Publ. 27.05.2005, Bul. No. 15) (in Russian).
3. Yu. V. Baranov, *Effekt A. F. Ioffe na Metallakh* (Moscow: MGIU: 2005) (in Russian).
4. V. I. Trefilov, Yu. V. Mil'man, and S. A. Firstov, *Fizicheskie Osnovy Prochnosti Tugoplavkikh Metallov* (Kiev: Naukova Dumka: 1975) (in Russian).
5. E. M. Savitskiy, K. B. Povarova, and P. V. Makarov, *Metallovedenie Wol'frama* (Moscow: Metallurgiya: 1978) (in Russian).