

УДК 621.921.343-492.2.541.128.13

В. С. Панов, Ж. В. Еремеева, доктора технических наук; **Р.А. Скориков**, аспирант

*ФГОУ ВПО "Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"
Москва, Россия*

ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ СПЕКАНИЕ ПОРОШКОВОЙ УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, УПРОЧНЕННОЙ НАНОЧАСТИЦАМИ

Статья посвящена изучению процесса электроимпульсного спекания, при введении в порошковую смесь наноразмерных упрочняющих добавок различной природы и концентрации. В работе были определены наиболее благоприятные режимы электроимпульсного спекания.

***Ключевые слова:** порошковая смесь, наноразмерные упрочняющие добавки, электроимпульсное спекание, режимы электроимпульсного спекания, механические свойства, испытания, структура материала.*

В машиностроении широкое применение находят порошковые углеродистые конструкционные материалы с высокими механическими свойствами. Однако получить такие материалы обычными способами порошковой металлургии не всегда возможно. С помощью метода электроимпульсного спекания удается получать порошковые стали с высокими механическими свойствами и плотностью [1]. В работе электроимпульсное спекание проводили на установке искрового плазменного спекания (Spark Plasma Sintering - Labox 650, Sinter Land, Япония).

Для изготовления образцов использовались:

- железный порошок марки ПЖР2.200.28;
- графит искусственный специальный малозольный ГИСМ ТУ;
- нанопорошок нитрида кремния;
- нанопорошок Al_2O_3 ;
- порошок наноуглеродных волокон.

Целью исследований являлось определение наиболее благоприятных режимов электроимпульсного спекания, а именно температуры и времени, а также состава порошковых смесей, содержащих различное количество наноразмерных добавок, обеспечивающих наилучшее сочетание прочностных и эксплуатационных свойств.

Для определения оптимальных времени и температуры нагрева электроимпульсного спекания проводили исследования на следующих составах шихт (Fe+0,6 мас. % С) с содержанием наноупрочняющих добавок: 0,1; 0,25; 0,5; 0,75 и 1 мас. % [2]. Свойства определяли на призматических образцах размером 6×5×50 мм и на цилиндрических образцах размером диаметром 10 мм, высотой 5 мм.

Электроимпульсное спекания осуществляли в графитовых пресс-формах в вакууме, при 3 т. Шихта перемешивалась в планетарно-центробежной мельнице в течение 5 мин. Определялись следующие механические свойства: твердость по Бринеллю, прочность на изгиб, ударная вязкость. Результаты испытаний представлены в таблице.

Результаты, представленные в таблице, показывают, что исследованные свойства от времени электроимпульсного спекания проходят через максимум, что вероятно связано с полученной структурой.

При температуре $T=1000$ °С за время нагрева 10 минут происходит растворение углерода в исследуемых образцах, в свободном состоянии остается лишь 0,01 мас%. Газовый (РФА) анализ показал, что образцы исследуемой стали 60П содержат (в %): $O_2=0,07-0,11$; $N_2=0,003-0,004$; $H_2=0,0008-0,0012$ при остаточной пористости 94%. Содержание кислорода и водорода в порошковой стали, выше, чем у компактной стали, подобного состава. Газы находятся в порах и неметаллических включениях, которые располагаясь по границам зерен, ухудшают механические свойства, особенно ударную вязкость, что согласуется с результатами приведенными в работе [3].

Данные исследований влияния температуры электроимпульсного спекания на свойства порошковой стали 60П с наноразмерными добавками показали, что наилучшие свойства получаются при температуре электроимпульсного спекания 1100 °С .

Температура спекания 1000°С при времени спекания 10 и 20 мин. обеспечивает высокий уровень механических свойств. Увеличение температуры нагрева до 1100°С приводит к некоторому повышению прочности и твердости. Это происходит за счет ускоренного протекания диффузионных процессов. Дальнейшее увеличение температуры электроимпульсного спекания до 1200 °С при времени 10 мин. может привести к росту зерна, а при времени выдержки 20 мин. к частичному оплавлению торцов образца.

Природа упрочняющих наноразмерных добавок, а также увеличение размера зерна от периферии к центру объясняет различия в твердости и прочности при изгибе.

Ударная вязкость снижается с увеличением содержания упрочняющих наноразмерных добавок свыше 0,5 мас.%. При содержании от 0,1 до 0,5 показатели ударной вязкости заметно изменялись в зависимости от вида упрочняющей нанодобавки. Наиболее низкую ударную вязкость имела сталь при введении нанопорошка Al_2O_3 .

Проведенный анализ показал, что основная часть вводимого углерода при $T = 1100$ °С и времени спекания 20 мин. растворяется в аустените и при распаде последнего в процессе охлаждения образуется структура состоящая из мелкоглобульного перлита и мелкозерного феррита.

При изучении микроструктуры образцов с наноуглеродными волокнами «Таунит» было обнаружено, что перлит в этих образцах имеет тонкопластинчатое строение (рис. 1 в). Также были выявлены и участки цементита (рис. 1 б) и отдельные углеродные волокна, находящиеся между пластинами цементита (рис.1 а).

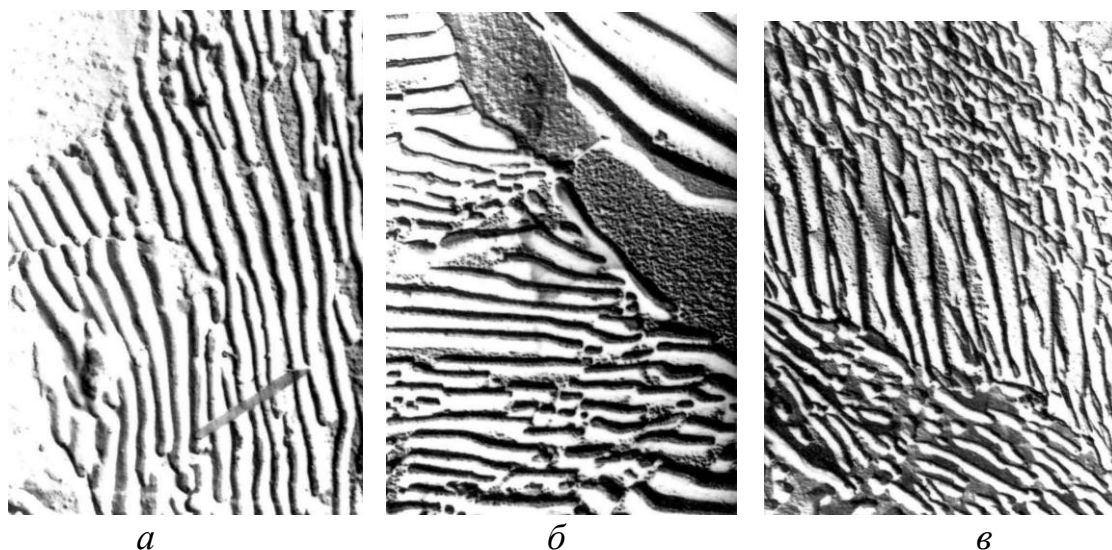


Рис. 1 Микроструктура образцов с углеродными нановолокнами, $\times 16000$

При изучении микроструктуры с помощью электронной микроскопии было выявлено более тонкое строение перлита в образцах содержащих в шихте наночастицы Si_3N_4 . Это можно объяснить тем, что наночастицы нитрида кремния имеют гораздо меньшие размеры, чем сами частицы являясь центрами зародышеобразования.

При смешивании в ПЦМ происходит увеличение дефектности частиц, что ускоряет спекание и приводит к образованию мелкой структуры зернистого перлита (рис. 2 а–в).

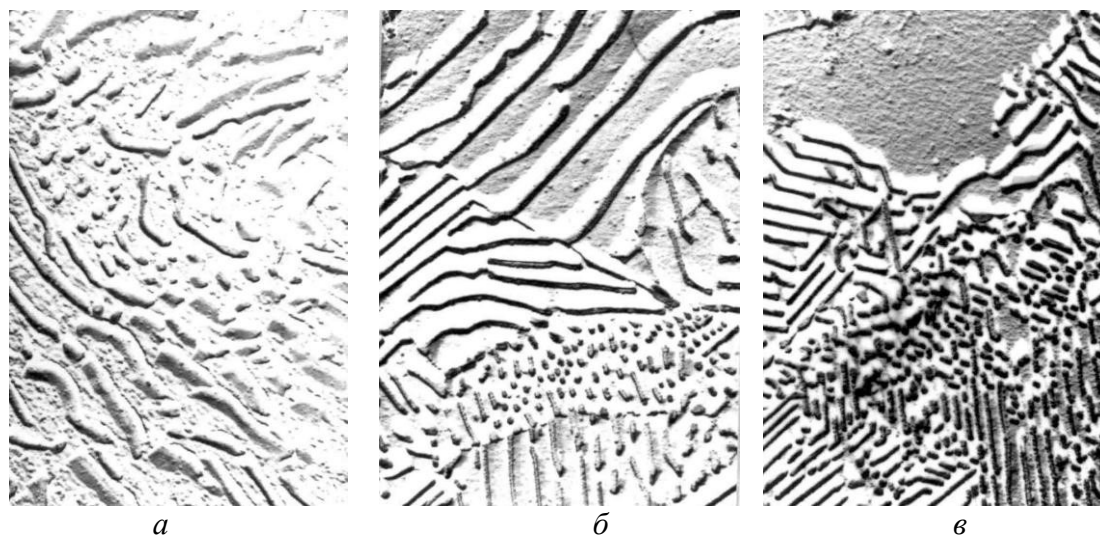


Рис. 2 Микроструктура образцов с нано Si_3N_4 , $\times 16000$

Структура после спекания стали с добавками нанопорошка Al_2O_3 имеет строение крупнопластинчатого перлита (рис. 3 а–в).

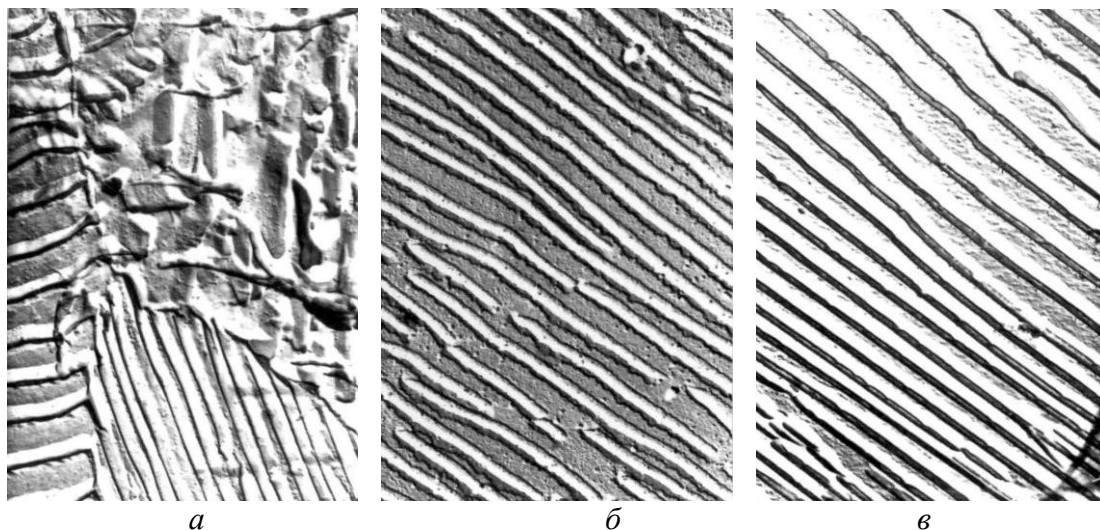


Рис. 3 Микроструктура образцов с Al_2O_3 , $\times 16000$

В результате диффузионного распада аустенита цементитная составляющая перлита может иметь пластинчатую, ленточную, стержневую и зернистую морфологии [4]. Изучение их распределения в порошковой стали позволяет получить данные для оценки и прогнозирования свойств материала на различных стадиях обработки.

С помощью электронной микроскопии было определено влияние малых добавок нитрида кремния при одинаковом содержании углерода на морфологию перлитной составляющей углеродистых сталей.

При обычном увеличении дисперсность перлитной составляющей в исследуемых сталях не различима. С уменьшением содержания углерода наблюдается лишь незначительное увеличение α -фазы. Различия в размере зерен не носит стабильного характера.

Сравнение тонкой структуры перлита исследуемых сталей показало, что как межпластинчатое расстояние $S_{\text{ср}}$, так и морфологические особенности перлита при малых добавках наночастиц нитрида кремния или углеродных нановолокон заметно меняются. Так введение наночастиц нитрида кремния межпластинчатое расстояние возрастает на 0,2 мкм, а при введении наночастиц Al_2O_3 на 0,5 мкм, введение нановолокон «Таунит» практически не сказывается на межпластинчатом расстоянии перлита. При сравнении тонкой структуры перлита стали при смешивании в ПЦМ с концентрацией нитрида кремния 0,5 мас.% наблюдается более грубое строение, преобладает ленточный и пластинчатый перлит, несколько возрастает количество ферритной составляющей. При меньшем содержании добавок кремния перлит имеет более дисперсное строение. При сопоставлении скорости роста колоний перлита в углеродистых сталях показало, что добавки нанопорошка нитрида кремния уменьшают скорость роста перлита в 10 раз. Это уменьшение обусловлено необходимостью перераспределения кремния между фазами при эвтектичном распаде, поскольку кремний мало растворим в цементите.

При сравнении тонкой структуры перлита углеродистой стали 60П, содержащей углеродные нановолокна наблюдается изменение межпластинчатого расстояния и грубое строение перлита. В перлите при содержании наночастиц нитрида кремния, или углеродных нановолокон наблюдается значительное количество нерегулярных колоний. Это колонии, в которых пластины имеют зигзагообразный и стержневидный характер.

При неизменном межпластинчатом расстоянии в колонии постепенный переход от пластинчатой морфологии цементита к ленточному и далее к стержневидной морфологии энергетически оправдан, т.к. при этом, несмотря на некоторое утолщение лент, уменьшается суммарная площадь межфазных границ и связанная с ней поверхностная энергия системы. В ряде колоний наблюдались зоны перехода цементита от пластинчатого к ленточному, а также от ленточного к стержневидному. Поэтому, при определенном межпластинчатом расстоянии процесс развития цементитной составляющей перлитной колонии происходит в несколько стадий: зародышеобразование – ветвление – формирование пластин – расчленение

на ленты – образование стержней.

Важной характеристикой исследуемых порошковых сталей является ударная вязкость при пониженных температурах и критическая температура хрупкости (порог хладноломкости). За критическую температуру хрупкости принимали минимальную температуру, при которой ударная вязкость хотя бы одного надрезанного образца исследуемых порошковых сталей была равна или меньше 2 кгм/см^2 . Для определения ударной вязкости при низких температурах образцы перед испытанием нужно охладить. Охлаждение производится в ванне с жидкостью с низкой температурой затвердевания. Ванна изготавливается из материала с

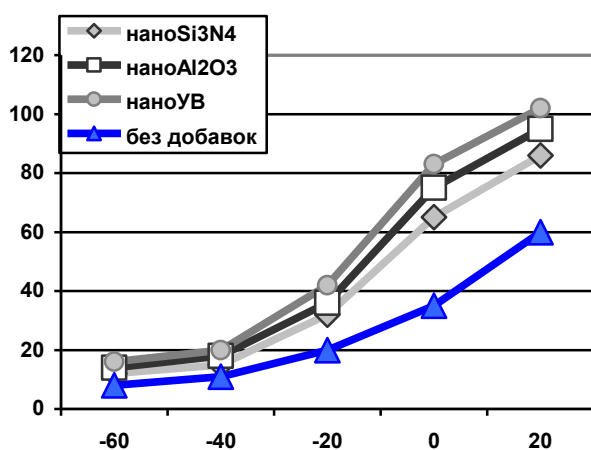


Рис. 4. Результаты ударных испытаний образцов стали 60П с наноразмерными добавками и без

низкой теплопроводностью. Для охлаждения ванны и поддержания в ней нужной температуры применяется жидкий азот. Температура образцов в ванне должна быть на 3–

5 °С ниже температуры испытания. Результаты ударных испытаний представлены на рис. 4. Из представленных зависимостей видно, что порошковые стали, содержащие нанодобавки имеют более высокие показатели ударной вязкости при различных температурах, чем порошковая сталь без нанодобавки. Наиболее высокие значения имеет сталь содержащая в исходной порошковой смеси нанокремниевые волокна.

Значения ударной вязкости исследуемых порошковых сталей с понижением температуры испытания – уменьшаются. Однако это уменьшение носит замедленный характер как результат мелкозернистой структуры, измельчения субзернистой структуры и наличия упрочняющих частиц. В результате порог хладноломкости исследуемых порошковых сталей смешивается в сторону низких температур.

Выводы

1. Определены наиболее благоприятные режимы получения электроимпульсным спеканием среднеуглеродистых сталей, упрочненных наноразмерными добавками: $T=1100$ °С и время выдержки 20 мин.

2. На основании экспериментальных данных оптимизированы составы порошковых смесей. При введении упрочняющей добавки в количестве 0,25 мас.% наблюдается наилучшее сочетание механических свойств порошковых углеродистых сталей при $T=1100$ °С и времени выдержки 20 мин.

3. Определен порог хладноломкости порошковых сталей, позволяющий судить о возможности применения их для работы с ударными нагрузками в условиях низких температур.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект номер 13-08-0257.

Стаття присвячена вивченню процесу електроімпульсно спікання, при введенні в порошкову суміш нанорозмірних зміцнюючих добавок різної природи і концентрації. У роботі були визначені найбільш сприятливі режими електроімпульсно спікання.

Ключові слова: порошкова суміш, нанорозмірні зміцнюючі добавки, електроімпульсне спікання, режими електроімпульсно спікання, механічні властивості, випробування, структура матеріалу.

The article is devoted to investigation of spark plasma sintering (SPS) of a powder mixture with various nanosized reinforcing additives of different nature and concentration. The most favourable SPS parameters are determined.

Key words: powder mixture nanoscale hardening additives electropulse sintering, sintering modes of electro-mechanical properties, the test structure of the material.

Литература

1. Райченко А. И. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока. – М.: Металлургия, 1987. – 206 с.
2. Еремеева Ж. В., Ниткин Н. М., Шарипзянова Г. Х. Особенности применения наноразмерных порошков углерода и хрома на процессы подготовки шихты и прессования порошковых сталей // Известия МГТУ «МАМИ». – 2011. – № 2. – С. 139–144.
3. Роман О. В., Габриелов И. П. Справочник по порошковой металлургии: порошки, материалы, процессы. – Минск: Беларус, 1988. – 175 с.
4. Особенности применения нетрадиционных углеродсодержащих компонентов в технологии порошковых сталей. Сообщение 3. Влияние технологических факторов на структурообразование и свойства горячедеформированных порошковых сталей / Ж. В. Еремеева, В. И. Костиков, Ю. Г. Дорофеев и др. // Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2009. – № 1. – С. 17–22.

Поступила 31.03.14