

PASC: 62.20.Fe

Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко, А.В. Лаптев, В.И. Даниленко,
Я.И. Евич

ЗАКОНОМЕРНОСТИ КОНТАКТООБРАЗОВАНИЯ В ПОРОШКОВОМ ТИТАНЕ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины
ул. Кржижановского, 3, г. Киев, 03680, Украина
E-mail: podrezov@materials.keiv.ua

Статья поступила в редакцию 20 июня 2009 года

Исследовано влияние режимов горячей штамповки на структуру и свойства порошкового титана путем варьирования исходной пористости прессовки, температуры и времени спекания заготовки, температуры горячего динамического прессования (ГДП). Осуществлен сравнительный анализ качества прессованных заготовок посредством измерения электросопротивления и механических свойств. Установлено, что при оптимальных режимах деформации свойства материала не уступают титану технической чистоты, полученному традиционным методом.

Ключевые слова: порошковый титан, горячее динамическое прессование, механические свойства, электросопротивление, фрактография

Традиционный метод получения изделий из порошкового титана путем холодного прессования и спекания позволяет создавать заготовки с достаточно низкой (~ 5%) пористостью, имеющие предел текучести и модуль упругости, соизмеримые со свойствами компактного титана. Однако такие изделия обладают низкими пластическими характеристиками и, как следствие, малыми ударной вязкостью и трещиностойкостью. Для подавления межчастичного разрушения спекание следует проводить при очень высоких (1100–1200°C) температурах, что может отрицательно повлиять на структуру и фазовый состав титановых сплавов.

Ситуацию можно существенно улучшить, если использовать метод горячего прессования. Этот метод позволяет при сравнительно низких температурах уплотнять порошковые заготовки пластичных металлов практически до нулевой пористости [1] и формировать совершенный контакт при температурах, которые значительно ниже, чем при традиционной технологии прессования и спекания. Подтверждением последнего тезиса могут служить результаты изучения формирования контакта методом «холодной» сварки титана под давлением [2]. Исследования показали, что совершенный контакт

в титане формируется при температурах 650–700°C за 20 min при деформации в зоне контакта ~ 20%. Эти результаты свидетельствуют о несомненной перспективности использования метода горячей деформации для получения титановых изделий.

Следует обратить внимание на то, что упомянутый процесс холодной сварки осуществляется в вакууме, поскольку при нагреве на воздухе образующийся на поверхности изделия рутил резко затрудняет возможность образования контакта. Это замечание в полной мере относится к порошковым изделиям из титана, которые необходимо либо предохранять от проникновения кислорода на стадии нагрева, либо производить высокотемпературное уплотнение непосредственно в вакууме. В последнем случае эффективность применения этого метода будет зависеть от возможности автоматизации всех технологических операций получения изделия и резкого сокращения времени процесса горячей деформации, вплоть до использования высокоскоростной штамповки.

Поэтому целью настоящей работы было исследование процесса контактообразования в порошковом титане, полученном методом ГДП.

Методика эксперимента

Для исследования использовали титановый порошок марки ПТЭС, разделенный на фракции: (–063); (–063)–(+05) и (–0315)–(+02). Методом холодного прессования с усилием 10 или 20 t были получены цилиндрические заготовки диаметром 25 mm и высотой 10 mm, которые имели пористость 30 и 20% соответственно. Для проведения ГДП образцы помещали в установку для нагрева и ударной деформации в вакууме (рис. 1). Нагрев под ГДП

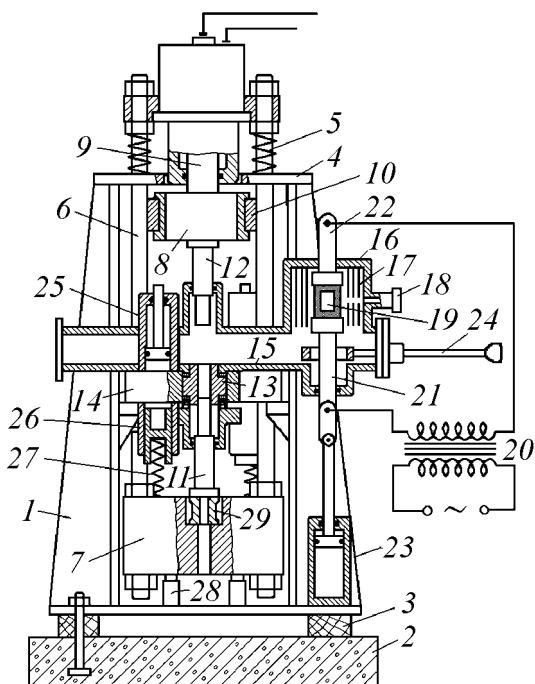


Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки для горячего динамического прессования: 1 – станина; 2 – фундамент; 3 – прокладка; 4 – поперечина; 5 – пружина; 6 – колонка; 7 – шабот; 8 – баба; 9 – рабочий шток; 10 – направляющая; 11, 12 – соответственно нижний и верхний пуансонодержатели; 13 – матрица; 14 – матричная плита; 15, 16 – соответственно вакуумная и нагревательная камеры; 17 – теплозащитные экраны; 18 – смотровое окно; 19 – образец; 20 – понижающий трансформатор; 21, 22 – соответственно нижний и верхний токовводы; 23 – пневмоцилиндр; 24 – толкатель; 25, 26 – соответственно верхний и нижний гидроцилиндры; 27 – пружина; 28 – упор

осуществляли за 10–15 min, после чего образцы выдерживали 20 min при температуре прессования 300, 600, 800 и 950°C, время деформации $\sim 3 \cdot 10^{-3}$ s. Для сравнения обработку проводили при температуре 20°C. На полученных образцах исследовали остаточную пористость, электрические и механические свойства. Качество контактов после различных режимов деформации оценивали по методикам, описанным в статье [5] данного цикла. Характер разрушения изучали с помощью микроскопа Superprob-723.

Результаты исследования

Исследование пористости исходных прессовок и образцов, полученных методом ГДП, показало, что прессование усилием 10 t обеспечивает остаточную пористость прессовки $\sim 30\%$, а усилием 20 t – пористость 20%. Прессование при температуре 20°C приводит к уплотнению заготовок до пористости 1.5%, при 300°C – до пористости 0.8%, а при более высоких (начиная с 600°C) температурах заготовки имеют практически 100%-ную плотность.

Результаты измерения электросопротивления образцов, полученных методом ГДП, представлены в табл. 1, где указаны как абсолютные значения электросопротивления и проводимости прессовки, так и относительные величины в сравнении с компактным титаном, электросопротивление которого, по данным [5], составляет $45 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$. Из результатов исследований видно, что электросопротивление ГДП-образцов ($\sim 1000 \Omega \cdot m$) примерно в 2 раза выше, чем у неспеченных прессовок титана с пористостью 5%, что, по-видимому, связано с большим упругим последствием на стадии разгрузки прессовки.

Таблица 1

Влияние температуры обработки на электрические свойства ГДП-образцов и спеченных образцов порошкового титана фракции (-0315)-(02)

| Температура, °C | Плотность, g/cm ³ | Пористость, % | Удельное электросопротивление, $10^{-8} \Omega \cdot m$ | Удельная проводимость, $10^8 (\Omega \cdot m)^{-1}$ |
|-----------------|------------------------------|---------------|---|---|
| ГДП | | | | |
| 20 | 4.411 | 1.76 | 1083 | 0.00092 |
| 300 | 4.455 | 0.78 | 145 | 0.0066 |
| 600 | 4.50 | 0 | 47.5 | 0.021 |
| 800 | | | 50 | 0.02 |
| 950 | | | | |
| Спекание | | | | |
| 20 | 4.25 | 5 | 630 | 0.0018 |
| 300 | | | 450.5 | 0.0023 |
| 500 | | | 120 | 0.0081 |
| 700 | | | 62.5 | 0.0182 |
| 1000 | | | 48.9 | 0.21 |
| 1200 | | | | |

Величина электросопротивления резко падает при повышении температуры ГДП. Так, у заготовок, прессованных при 300°C, электросопротивление резко снижается (до 145 $\Omega \cdot m$), приближаясь к электросопротивлению компактного титана. После ГДП при более высоких температурах электросопротивление практически совпадает со свойствами эталонного компактного титана.

К сожалению, малые размеры образцов не позволили измерить модуль упругости прессовок по методикам, описанным в [5]. Поэтому качество межчастичного контакта оценивали по измерению величины предела текучести, который, как было показано нами в [3], изменяется с повышением температуры спекания практически по тому же закону, что и модуль упругости. Результаты этих исследований приведены в табл. 2.

Таблица 2

Влияние температуры обработки на механические свойства ГДП-образцов и спеченных образцов порошкового титана фракции (-0315)-(+02)

| Температура, °С | Схема испытанной* | Модуль упругости E , GPa | Предел упругости | Предел текучести | Максимальное напряжение σ_{max} | Деформация до разрушения e_r |
|-----------------|-------------------|----------------------------|------------------|------------------|--|--------------------------------|
| | | | σ_{001} | σ_{02} | | |
| MPa | | | | | | |
| ГДП | | | | | | |
| 25 | Изгиб | 7.7 | 18.5 | 26 | 30 | 0.0045 |
| 300 | | 19.5 | 71 | 102 | 102 | 0.002 |
| 600 | | – | 349 | 512 | 549 | 0.0043 |
| 800 | Растяжение | – | 271 | 325 | 370 | 0.42 |
| 950 | | – | 283 | 347 | 435 | 0.7 |
| Спекание | | | | | | |
| 25 | Изгиб | 9.83 | 8.6 | 26.2 | 31.1 | 0.0048 |
| 300 | | 10.1 | 7.8 | 23.5 | 27.9 | 0.0035 |
| 500 | | 11.3 | 16.8 | 29.1 | 29.4 | 0.0022 |
| 700 | | 42 | 46 | 115 | 121 | 0.0027 |
| 1000 | Растяжение | 92 | – | 250 | 250 | 0.071 |
| 1200 | | 95 | – | 300 | 350 | 0.32 |

*Для сопоставления с одноосным растяжением данные предела текучести на изгиб следует поделить на коэффициент 1.5 [6].

Из представленных данных видно, что предел текучести резко повышается с ростом температуры горячего прессования. При этом заготовка, спрессованная при комнатной температуре, имеет предел текучести, соизмеримый с пределом текучести плотных неспеченных прессовок, полученных традиционным методом. У ГДП-прессовок, продеформированных при 300°C, предел текучести существенно повышается, однако остается достаточно низким по сравнению с пределом текучести компактного титана технической чистоты.

ты, у которого $\sigma_{02} \sim 300$ МПа [2]. Примерно такого уровня достигает значение предела текучести у ГДП-образцов, прессованных при 600°C , однако их пластичность в момент разрушения e_r остается на очень низком уровне. При температуре прессования 800°C пластичность образцов повышается настолько, что при испытаниях на изгиб образец загибается на угол более 90° без разрушения. Поэтому эти образцы так же, как подвергнутые прессованию при 950°C , испытывали на одноосное растяжение (рис. 2,а).

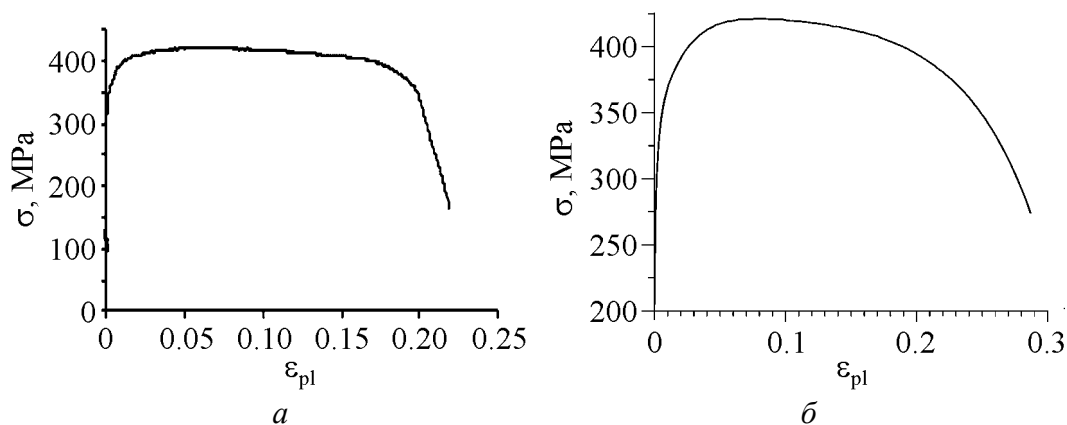


Рис. 2. Характерная диаграмма нагружения образца на растяжение при ГДП (а) и холодной прокатке (б)

Все образцы демонстрируют достаточно большую (до 10%) равномерную деформацию, после чего формируется шейка. В случае растяжения величину деформации в момент разрушения определяли как логарифм отношения начальной площади поперечного сечения образца S_{in} к площади поперечного сечения шейки в момент разрушения S_f :

$$e_r = \ln(S_{in} / S_f). \quad (1)$$

Из приведенных в табл. 2 результатов видно, что образцы, подвергнутые ГДП при 800°C , имеют предел текучести, соизмеримый с пределом текучести рекристаллизованного титана, а прессованные при температуре 950°C – даже несколько превосходящий это значение. Пластичность до разрушения у образцов, прессованных при 800°C , изменяется в пределах 0.3–0.5, что примерно в 100 раз больше, чем у образцов, спрессованных при более низкой температуре, но примерно в 3 раза меньше, чем у образцов титана технической чистоты, полученного методом традиционной металлургии. ГДП при температуре 950°C позволяет достичь пластичности $e_r = 0.65$ – 0.75 , что лишь незначительно (на 20%) уступает пластичности рекристаллизованного титана марки ВТ1-0 [2].

Для того чтобы более четко представлять себе преимущества и недостатки метода ГДП, проведем сравнительный анализ результатов исследования качества контактов ГДП-образцов, образцов, полученных прессованием и спеканием, а также образцов после холодной сварки [2]. Для прове-

дения сравнительного анализа нами были определены коэффициенты, характеризующие относительную площадь контактной поверхности по нормированной величине электросопротивления K_λ (электрический контакт), модуля упругости или предела текучести K_E (механический контакт) и деформации до разрушения K_{e_r} (физический контакт) по методике, описанной в работе [3]:

$$K_\lambda = [(\lambda_{\text{meas}} - \lambda_{\text{unsint}}) / (\lambda_{\text{theor}} - \lambda_{\text{unsint}})] \times 100\% , \quad (2)$$

$$K_E = [(E_{\text{meas}} - E_{\text{unsint}}) / (E_{\text{theor}} - E_{\text{unsint}})] \times 100\% , \quad (3)$$

$$K_{e_r} = [(e_r^{\text{meas}} - e_r^{\text{unsint}}) / (e_r^{\text{theor}} - e_r^{\text{unsint}})] \times 100\% , \quad (4)$$

где λ , E , e_r – соответственно электропроводность, модуль упругости и деформация до разрушения. Индексы означают, что соответствующая величина: рассчитана при наличии идеального контакта – «theor», измерена на образце в неспеченном состоянии – «unsint», измерена при заданных термомеханических условиях получения материала – «meas». Результаты расчетов представлены в табл. 3.

Таблица 3

Влияние температуры обработки на коэффициенты, характеризующие качество контактов прессованных и спеченных образцов порошкового титана фракции (–0315)–(+02)

| Температура, °С | K_λ | $K_{\sigma_{02}}$ | K_E | K_{e_r} |
|-----------------|-------------|-------------------|-------|-----------|
| | % | | | |
| ГДП | | | | |
| 25 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 300 | 31 | 19 | 16 | |
| 600 | 100 | 100 | – | |
| 800 | | | | 35 |
| 950 | | | | 75 |
| Спекание | | | | |
| 25 | 0 | 5 | 0 | 0 |
| 300 | 3 | 0 | | |
| 500 | 36 | 1 | 1 | |
| 700 | 89 | 26 | 32 | |
| 1000 | 100 | 100 | 100 | 23 |
| 1200 | | | | 100 |

По данным табл. 3 построены S-образные кривые, характеризующие изменение качества контакта с повышением температуры для различных контактов (рис. 3). На каждом графике результаты сопоставлены с аналогичными кривыми, полученными для максимально плотных ($\theta = 5\%$) образцов, подвергнутых прессованию и последующему спеканию.

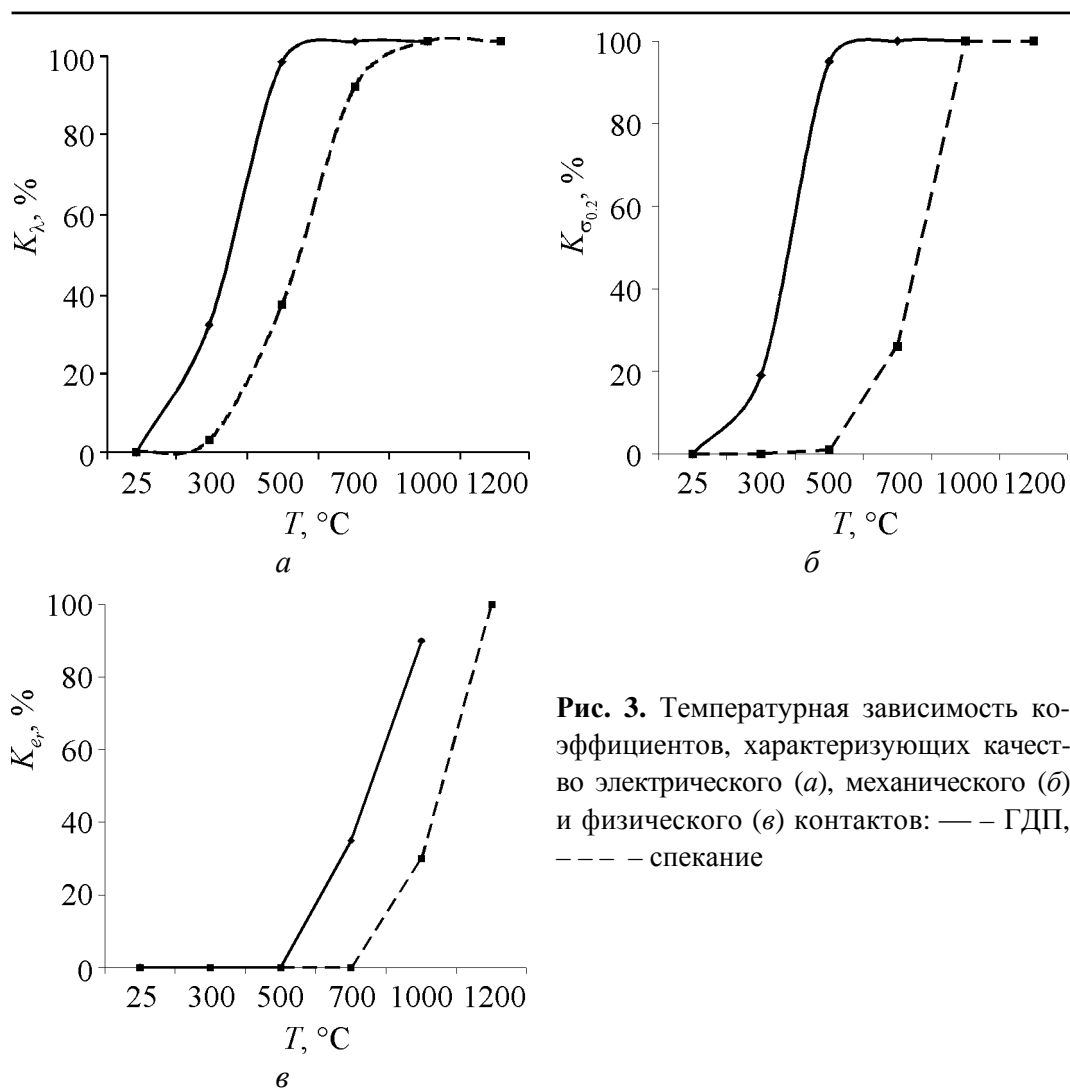


Рис. 3. Температурная зависимость коэффициентов, характеризующих качество электрического (а), механического (б) и физического (в) контактов: — — ГДП, --- — спекание

Из рис. 3 видно, что механический, электрический и физический контакты при ГДП формируются значительно раньше, чем при спекании. Так, температура формирования 50% электрического контакта при ГДП соответствует 375°C, а при спекании – 585°C, для механического контакта это соответственно 450 и 730°C, для физического – 860 и 1120°C. Причина данного явления связана с тем, что в процессе ГДП деформационные дефекты взаимодействуют с контактирующими поверхностями и передают им часть своей энергии, интенсифицируя процесс контактообразования. При спекании роль деформационных дефектов ограничивается лишь ускорением процесса диффузии атомов в область контакта.

Как и в случае спекания, процесс контактообразования при горячей деформации зависит от времени деформации. Роль кинетического фактора может быть прослежена при сравнении данных ГДП с результатами, полученными при холодной сварке титана [2], когда процесс контактообразования осуществлялся в течение 20 min при деформации приконтактных участков на 20%.

Результаты наших исследований образцов титана, подвергнутых холодной сварке давлением по методике, описанной в работе [2], представлены в табл. 4.

Таблица 4

Результаты исследования образцов титана, подвергнутого холодной сварке давлением

| Обработка | $T_{\text{weld}}, ^\circ\text{C}$ | e_r | $\psi, \%$ | $\varepsilon_{\text{равн}}, \%$ | σ_T | σ_b | σ_b^{tr} | Место разрушения |
|----------------|-----------------------------------|-------|------------|---------------------------------|------------|------------|------------------------|------------------|
| | | | | | МПа | | | |
| Исходный | 20 | 0.82 | 61 | 10 | 350 | 463 | 830 | Образец |
| Накатка | 550 | 0.018 | 1.8 | 1.8 | 275 | 346 | 346 | Вне шва |
| Без деформации | 600 | 0.02 | 2 | 2 | 273 | 348 | 350 | Шов |
| Накатка | | | 64 | 7.2 | 290 | 400 | 780 | |
| Без деформации | 700 | 0.91 | 63 | 7.5 | 310 | 405 | 750 | Вне шва |
| Накатка | | | 60 | 9.2 | 320 | 435 | 800 | |
| Без деформации | 650 | 0.78 | 62 | 7.6 | 340 | 420 | 815 | |

Поскольку целью цитируемой работы [2] была отработка технологии создания качественного шва, который по своим свойствам не уступал бы качеству основного металла, температурные режимы образования механического контакта в ней не исследовались. Однако из табл. 4 видно, что при минимальной исследованной температуре сварки 550°C этот контакт

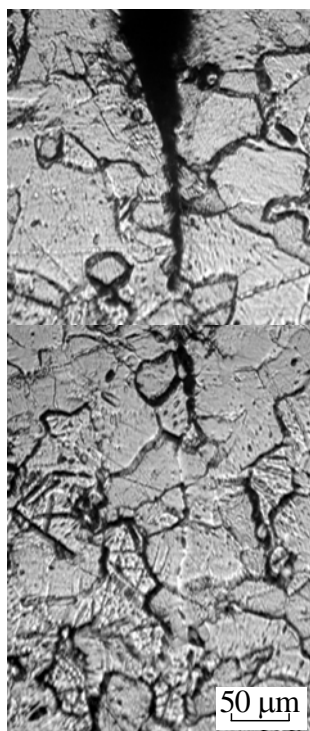


Рис. 4. Микроструктура образца после холодной сварки при $T = 700^\circ\text{C}$

уже надежно фиксировался (предел текучести сопоставим с пределом текучести компактного титана). Физический контакт при этой температуре отсутствовал: деформация до разрушения образца была очень мала ($e_r = 0.018$), а разрушение шва происходило по контактирующим плоскостям. При этом излом вскрывал абсолютно гладкие поверхности. Так продолжалось до температур 600°C , если поверхностный слой был предварительно продеформирован методом накатки, либо до температуры 650°C , если титановый образец находился в исходном состоянии. При этих температурах контакт приобретал механические свойства, как минимум, не ниже, чем основной металл, и разрушение образца происходило с образованием шейки вне зоны шва (см. рис. 2,б).

Следует также обратить внимание на то, что, как следует из результатов металлографического анализа (рис. 4), в зоне шва произошла перекристаллизация на границе раздела и в месте контакта сформировалось новое зерно, которое объединяет части свариваемого образца.

Обращает на себя внимание схожий вид диаграмм нагружения образцов, подвергнутых холодной сварке и полученных горячей прессовкой (см. рис. 2). Близки также значения истинной деформации до разрушения. Различаются лишь температурно-скоростные условия формирования качественного контакта, которые в случае ГДП находятся на 200–300°C выше. Это объясняется тем, что контактообразование происходит значительно быстрее – за $\sim 3 \cdot 10^{-3}$ с. Анализ физических причин, ответственных за структурообразование контакта при ГДП, предполагает исследование структурных перестроек в процессе горячей деформации.

Как отмечалось нами в [5], процесс образования механического контакта связан с залечиванием межчастичных плоских пор, возникающих при уплотнении пластичного порошка. Данные фрактографического анализа позволяют судить об эволюции структуры в зоне контакта после ГДП при разных температурах. При низкотемпературной (20°C) обработке наблюдаются плоские поры, которые хорошо фиксируются на поверхности разрушения (рис. 5,а). После ГДП при температуре 300°C наряду с межчастичными порами наблюдаются участки механического контакта между порошинками (рис. 5,б), а после ГДП при температуре 600°C плоские щели практически не наблюдаются, хотя разрушение по-прежнему происходит по межчастичным границам (рис. 5,в). При дальнейшем повышении температуры ГДП до 800°C наблюдается смешанный характер разрушения: фрагменты межчастичного разрушения перемежаются с участками ямочного разрушения (рис. 5,г). И, наконец, при 950°C излом полностью ямочный (рис. 5,д,е).

Сопоставление данных фрактографического анализа с температурными зависимостями коэффициентов, характеризующих качество контакта, показывает, что образование электрического и механического контактов связано с залечиванием межчастичных щелей, наблюдаемых на фрактограммах неспеченных образцов. Образование физического контакта происходит при перекристаллизации большеугловых межчастичных границ. Пример такой перекристаллизации приведен на рисунке микроструктуры образца после холодной сварки давлением (см. рис. 4). Перекристаллизация межчастичных границ приводит к подавлению межчастичного разрушения и формированию внутривчастичного ямочного разрушения по всей площади контакта.

Выводы

1. При оптимальных режимах деформирования метод ГДП позволяет получить изделия из титана, свойства которых не уступают свойствам изделий из технически чистого титана, полученного по традиционной технологии.
2. При ГДП контакты в титане формируются значительно раньше, чем при спекании: электрический – при 375°C (при спекании – 585°C), механический – при 450°C (730°C), физический – при 860°C (1120°C).

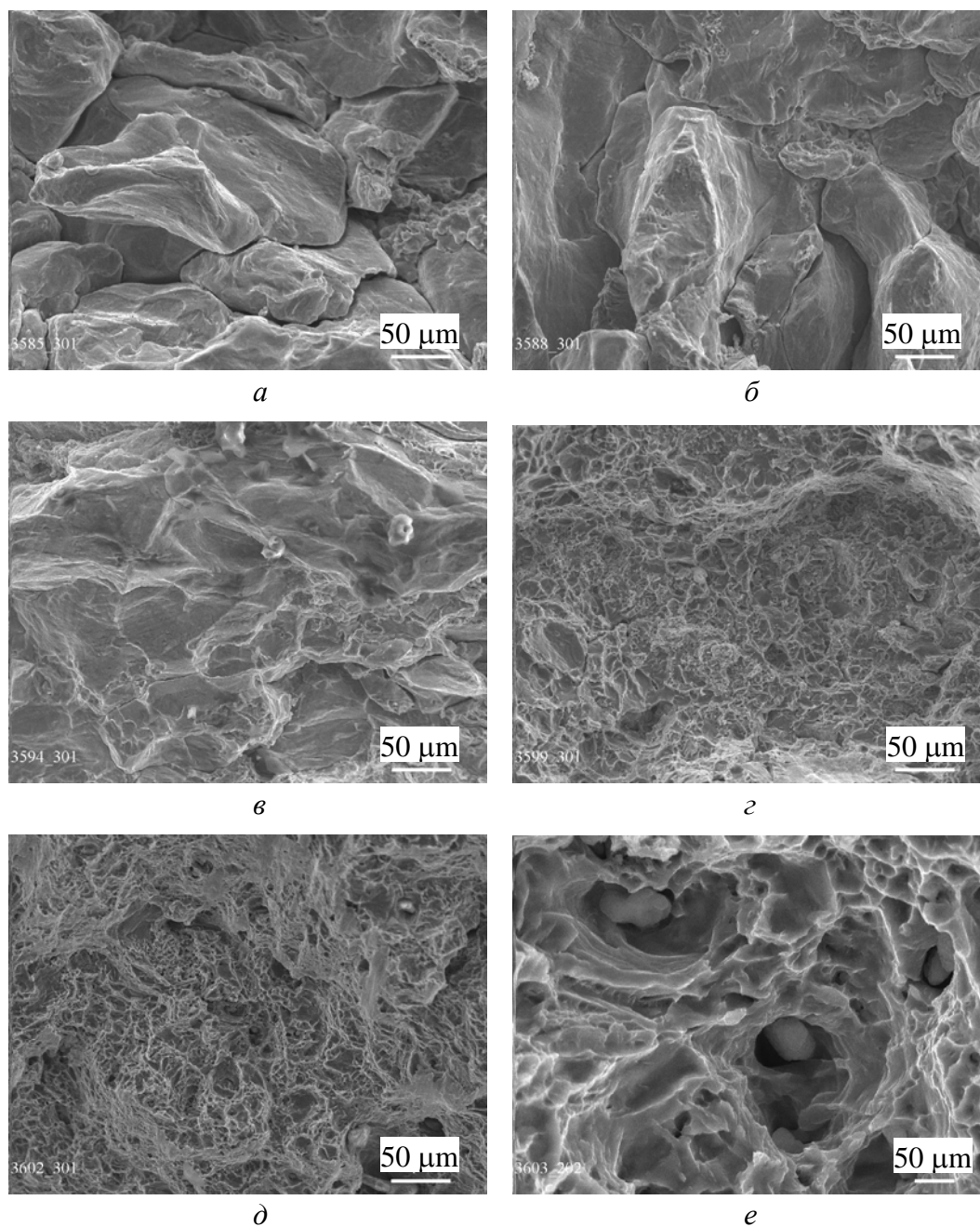


Рис. 5. Фрактография образцов, полученных горячим динамическим прессованием при разных температурах

3. Температура формирования физического контакта при ГДП значительно (на 200°C) выше, чем при холодной сварке, однако время процесса деформации при этом снижается до 10^5 раз.

1. С.А. Фирстов, А.Г. Жердин, А.А. Лантев и др., Порошковая металлургия № 7, 17 (1988).

2. *А.В. Бякова, В.Ф. Горбань, В.Н. Замков и др.*, Металлофиз. новейшие технол. **28**, 173 (2006).
3. *С.А. Фирстов, А.Н. Демидик, И.И. Иванова и др.*, в кн.: Структура и прочность порошковых материалов, С.А. Фирстов, М. Шлессар (ред.), Наукова думка, Киев (1993).
4. *Свойства элементов. Ч. 1. Физические свойства*, Г.В. Самсонов (ред.), Металлургия, Москва (1976).
5. *Е.М. Борисовская, В.А. Назаренко, Ю.Н. Подрезов, О.С. Коряк, Я.И. Евич, А.В. Вдовиченко*, Порошковая металлургия № 9/10, 46 (2008).
6. *Н.А. Шапошников*, Механические испытания металлов, Машгиз, Москва (1954).

Ю.М. Подрезов, В.А. Назаренко, А.В. Лаптев, В.І. Даніленко, Я.І. Йевіч

ЗАКОНОМІРНОСТІ КОНТАКТУТВОРЕННЯ У ПОРОШКОВОМУ ТИТАНІ ПРИ ГАРЯЧОМУ ДЕФОРМУВАННІ

Досліджений вплив режимів гарячого штампування на структуру і властивості порошкового титану шляхом варіювання вихідної пористості пресування, температури і часу спікання заготовки, температури гарячого динамічного пресування (ГДП). Здійснений порівняльний аналіз якості пресованих заготовок за допомогою виміру електроопору і механічних властивостей. Встановлено, що при оптимальних режимах деформації властивості матеріалу не поступаються титану технічної чистоти, отриманому традиційним методом.

Ключові слова: порошковий титан, гаряче динамічне пресування, механічні властивості, електроопір, фрактографія

Yu.N. Podrezov, V.A. Nazarenko, A.V. Laptev, V.I. Danilenko, Y.I. Yevich

CONFORMITY WITH LAWS OF CONTACT FORMATION IN TITANIUM POWDER AT HOT DEFORMATION

Research of the influence of modes of hot punching on structure and properties of titanium powder has been done by varying initial porosity of a pressing, temperature and time of bar sintering, temperature of hot dynamic pressing (HDP). A comparative analysis of the quality of pressed bars was carried out by measurement of electrical resistance and mechanical properties. It has been shown that with the optimum modes of deformation the properties of the material are not worse than those of commercial titanium produced by a traditional method.

Keywords: powder titanium, hot dynamic pressing, mechanical properties, electroresistance, fractography

Fig. 1. Block diagram of experimental plant for hot dynamic pressing: 1 – frame; 2 – foundation; 3 – gasket; 4 – cross-piece; 5 – spring; 6 – column; 7 – anvil block; 8 – ram; 9 – operating rod; 10 – guide; 11, 12 – lower and upper punch holders, respectively; 13 – die; 14 – die plate; 15, 16 – vacuum and heating chambers; 17 – heat shields; 18 – peep-hole; 19 – specimen; 20 – step-down transformer; 21, 22 – lower and upper leads, respec-

tively; 23 – pneumatic cylinder; 24 – pusher; 25, 26 – upper and lower hydraulic cylinders, respectively; 27 – spring; 28 – stop

Fig. 2. Characteristic diagram for tensile loading of specimen under HDP (*a*) and cold rolling (*b*)

Fig. 3. Temperature dependence of factors characterising the quality of electrical (*a*), mechanical (*b*) and physical (*c*) contacts: — — HDP, - - - - sintering

Fig. 4. Microstructure of specimen after cold welding at $T = 700^{\circ}\text{C}$

Fig. 5. Fractography of specimens produced by hot dynamic pressing under different temperatures