

Активированное спекание распылённых железных порошков

А. Г. Мейлах

Предложен способ активированного спекания распылённых железных порошков путём сращивания частиц прессовок через мелкозернистые прослойки на основе Ni – Cu нанодисперсных (НД) добавок. Механические свойства композита, содержащего 2% Ni и 4% Cu, в 1,5 раза выше, чем у материала из смеси обычных порошков.

Ключевые слова: распылённый железный порошок, нанодисперсные добавки, активированное спекание, композиционный материал, механические свойства.

Activated sintering method of the atomized iron powders by merging of particles pressed through fine-grained layers based on Ni - Cu nanodispersed (ND) additives is considered. Mechanical properties of the composite containing 2%Ni and 4%Cu are 1,5 times higher, than for mix of usual powders.

Keywords: atomized iron powder, nanodispersed additives, activated sintering, composite material, mechanical properties.

Введение

Процессы образования металлических связей или сращивания на контактных межчастичных поверхностях, наряду с уплотнением и массопереносом, ответственны за формирование структуры и свойств порошковых материалов [1]. Поэтому проблема повышения свойств спечённых изделий сводится прежде всего к установлению таких технологических режимов, которые бы обеспечивали оптимальные условия для сращивания частиц. Изучение этого вопроса особенно актуально в связи с тем, что для производства порошковых материалов всё большее применение находят железные порошки, полученные методом распыления расплава. Частицы таких порошков имеют пониженную концентрацию дефектов кристаллического строения, сферическую форму и минимальную поверхность, что затрудняет спекание. Для ускорения уплотнения и преобра-

зования межчастичных границ в межзёрненные при нагревании прессовок восстановленных порошков вольфрама и железа известно использование покрытия спекаемых частиц нанослоем металлов VIII группы, например, никеля [2, 3]. Исследованию применимости и эффективности этого метода для активирования процессов спекания материалов на основе распылённых железных порошков посвящена данная работа.

Материалы и методика эксперимента

В качестве основы порошковых материалов использованы порошки марок ПЖР 3.200.28 ТУ-14-1-3882–85 и ПРЖФ 3.200.28 ТУ 14.4817–90. Второй порошок получен распылением расплава природно-легированного ванадием чугуна. Характеристики состава порошков приведены в табл. 1. При проведении исследований была отработана методика

Таблица 1

Химический состав примесей (не более, масс. %) в распылённых железных порошках

Порошок	C	Si	Mn	S	P	O	V	Нерастворимый остаток
ПЖР	0,08	0,10	0,30	0,02	0,03	0,50	—	0,25
ПРЖФ	0,08	0,20	0,33	—	—	0,50	0,40	0,40

получения Ni – Cu нанопорошков: осаждение щавелевой кислотой из раствора солей медноникелевых оксалатов с последующим восстановлением водородом при температуре 350°C в течение 1 ч. С целью гомогенизации шихты распылённые порошки 2 ч смешивали с порошками Ni – Cu оксалатов в смесителе типа “пьяная бочка” и отжигали в условиях получения НД Ni – Cu-сплавов. Из этих смесей прессовали образцы 10 × 10 × 55 мм и спекали сначала в водороде, а затем в вакууме 6,65·10⁻³ Па.

Исследование уплотнения материалов при спекании проводили с использованием метода корреляционно-регрессивного анализа — математического планирования эксперимента [4]. Плотность и механические свойства определяли стандартными методами [5]. Микроструктура материалов исследована на оптическом микроскопе “Neophot-21”, элементный состав — локальным рентгенофазовым анализом (ЛРФА) на установке “Комебакс”.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Концентрации Ni – Cu НД добавок выбирали прежде всего с расчётом получения спечённых материалов с наибольшей плотностью, определяющей уровень большинства физико-механических свойств. В качестве варьируемых факторов взяты (далее концентрации указаны в масс. %): X_1 — концентрация никеля (1 – 3%), X_2 — концентрация меди (2 – 6%), X_3 — давление прессования (600 – 800 МПа), X_4 и X_5 — температура (700 – 900°C) и время спекания в водороде (0,5 – 1,5 ч), X_5 и X_6 — температура (1200 – 1300°C) и время спекания в вакууме (0,5 – 1,5 ч). Параметр оптимизации Y — плотность материала, г/см³.

После обработки экспериментальных данных получены линейные уравнения регрессии:

$$Y_{ПЖР} = 6,65 - 0,08 X_1 - 0,23 X_2 + 0,19 X_3 - 0,12 X_4 - 0,04 X_5 + 0,07 X_6 + 0,12 X_7, \quad (1)$$

$$Y_{ПРЖФ} = 6,69 - 0,15 X_1 - 0,23 X_2 + 0,10 X_3 - 0,13 X_4 - 0,01 X_5 + 0,04 X_6 + 0,02 X_7. \quad (2)$$

В табл. 2 приведены экспериментальные и рассчитанные по уравнениям (1) и (2) значения плотности материалов. Поэтому полученные уравнения регрессии адекватны и показывают, что уплотнению материалов способствует увеличение давления прессования, температуры и длительности спекания в вакууме, а препятствует увеличение концентрации добавок, температуры и времени спекания в водороде. Исходя из этого, проведена следующая серия опытов при исключении из семи ранее взятых переменных наименее значимых: X_1 и X_2 — концентрации Ni и Cu, соответственно, до 1 – 2 и 2 – 4%, X_3 — давления прессования до 700 – 800 МПа и X_4 — температуры спекания в водороде в течение 1 ч до 700 – 800°C. По экспериментальным результатам получено уравнение:

$$Y'_{ПЖР} = 6,64 - 0,01 X_1 - 0,02 X_2 + 0,10 X_3 - 0,03 X_4. \quad (3)$$

Судя по коэффициентам уравнения (3), на плотность материалов в выбранной области параметров влияет практически только величина давления прессования. У образцов из ПРЖФ были близкие значения плотности (6,94 – 6,98 г/см³) во всех опытах.

Таким образом, определены области изменения технологических параметров для получения материалов с наибольшей плотностью 6,9 – 7,0 г/см³. Но такую же плотность имеют прессованные и спечённые образцы без Ni – Cu-добавок, то есть распылённые железные порошки не уплотняются при спекании ни с добавками, ни без них. Технологические характеристики шихт, отожжённых в водороде и содержащих 2% Ni и 4% Cu, практически

Таблица 2

Зависимость свойств спечённых материалов на основе ПЖР и ПРЖФ от состава и технологических параметров.

Концентрация добавок, %		Давление прессования, МПа	Режим спекания		Плотность, г/см ³ эксперимент/расчёт		Твёрдость, МПа
Ni	Cu		T, °C	ч	ПРЖФ	ПЖР	
1	2	600	1300	0,5	6,86/6,91	6,60/6,63	750 – 800
3	2	600	1300	1,5	6,86/6,88	6,75/6,71	900 – 950
1	6	600	1200	1,5	6,61/6,63	6,24/6,20	900 – 950
3	6	600	1200	0,5	6,03/6,09	5,92/5,97	1200 – 1300
1	2	800	1200	1,5	7,02/7,01	6,90/6,90	700 – 750
3	2	800	1200	0,5	6,91/6,91	6,91/6,92	900 – 950
1	6	800	1300	0,5	6,83/6,84	6,85/6,86	900 – 950
3	6	800	1300	1,5	6,32/6,28	6,34/6,28	1200 – 1300
2	4	700	1250	1,0	6,82/6,78	6,56/6,52	900 – 950
		600	1250	1,5	6,88	6,76	500
		700	1250	1,0	6,92	6,90	550
		800	1200	1,5	7,05	7,12	600

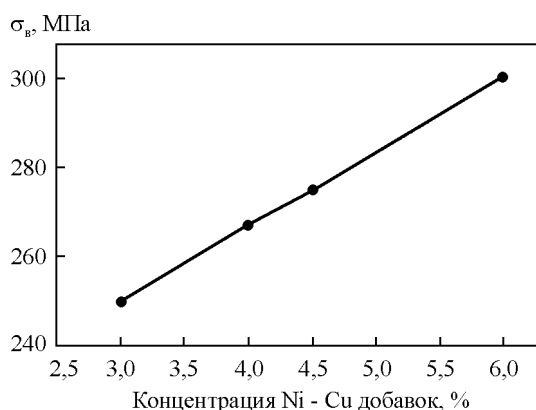


Рис. 1. Зависимость прочности спечённого ПРЖФ от концентрации добавок.

не отличаются от характеристик железных порошков без добавок: насыпная плотность остаётся $2,8 \text{ г/см}^3$, текучесть — $V_{\text{ПРЖФ}} = 29 \text{ с/50 г}$, $V_{\text{ПЖР}} = 30 \text{ с/50 г}$. Однако применение НД-добавок сказывается на повышении механических свойств материалов.

Из табл. 2 видно, что при увеличении концентрации добавок твёрдость образцов из ПЖР возрастает. Твёрдость образцов всех составов из ПРЖФ составляет $950 - 1000 \text{ МПа}$, без добавок — $600 - 650 \text{ МПа}$ в зависимости от плотности. Предел прочности на растяжение (σ_b) спечённых образцов на основе ПРЖФ, наоборот, при одинаковой плотности ($6,9 - 7,0 \text{ г/см}^3$) пропорционален содержанию Ni – Si-добавки (рис. 1), а на основе ПЖР — σ_b всех образцов составляет $320 - 330 \text{ МПа}$.

Влияние Ni – Si-добавок на свойства спечённых материалов можно объяснить особенностями структурообразования. Микроструктура образцов на основе ПРЖФ состоит из ферритных зон (в основном в пределах исходных частиц), между которыми располагаются мелкозернистые ($8 - 10 \text{ мкм}$) участки со структурой ГЦК (рис. 2). В структуре образцов на основе ПЖР области феррита, объединяющие несколько частиц порошка, окружены непрерывными мелкозернистыми прослойками (рис. 3). На свойства материалов влияет также разное взаимное растворение компонентов: в образцах из ПЖР при увеличении концентрации Ni – Si-добавки с 3 до 9% микротвёрдость феррита возрастает от 1300 до 1600 МПа, а в образцах из более загрязнённого ПРЖФ микротвёрдость не изменяется — $1750 - 1800 \text{ МПа}$; у образцов из ПЖР с добавкой 2% Ni и 4% Si в зёрнах на основе Ni – Si-сплавов содержится (по данным ЛРФА) 4 – 5% Fe, а из ПРЖФ — до 1% Fe.

Концентрационную зависимость σ_b материалов на основе ПРЖФ (рис. 1) можно объяснить, предпола-

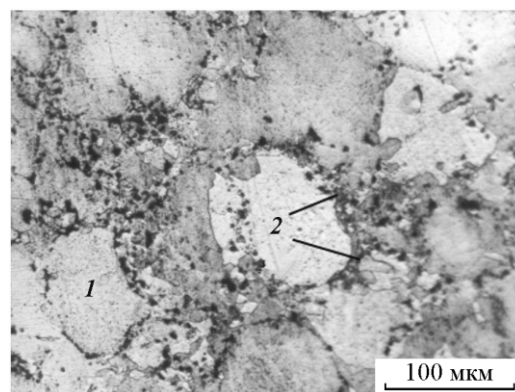


Рис. 2. Микроструктура спечённого ПРЖФ с добавкой 3% НД Ni – Si сплава: 1 — феррит, 2 — Fe – Ni – Si-твёрдый раствор.

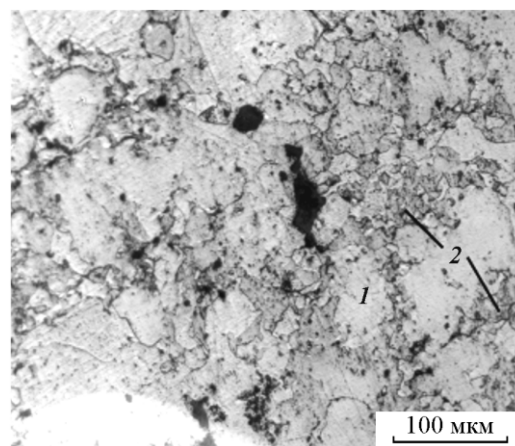


Рис. 3. Микроструктура спечённого ПЖР с добавкой 3% НД Ni – Si-сплава: 1 — феррит, 2 — Fe – Ni – Si-твёрдый раствор.

гая, что прочность контактов между частицами железного порошка и диффузионно-связанными с ними Fe – Ni – Si-зёрнами, а также этими зёрнами между собой, выше прочности контактов, содержащих неметаллические примеси, между частицами ПРЖФ. С ростом концентрации добавок увеличивается площадь более прочных контактов между зёрнами и, следовательно, σ_b материала. В то же время в структуре образцов на основе ПЖР большая доля границ между железными частицами преобразовалась в межзёрненные, ферритные области контактируют с Fe – Ni – Si-зёрнами, наименее прочные контакты Fe – Fe практически отсутствуют, поэтому при увеличении Ni – Si-добавки от 3 до 6% σ_b не изменяется. Именно образованием структуры композиционного типа с мелкозернистой матрицей на основе НД Ni – Si-сплавов, которая сращивает ферритные зоны из частиц спекаемых порошков,

объясняется увеличение в 1,3 – 1,5 раза твёрдости и прочности этих материалов по сравнению с аналогичными по составу образцами, спечёнными из смеси обычных порошков ($\sigma_{\text{в}} = 180 - 200$ МПа). Вероятно, оптимизация состава, размера зерна и объёмного содержания матричной фазы позволит ещё более улучшить механические свойства композитов на основе распылённых железных порошков.

Выводы

1. При спекании материалов из распылённых железных порошков с 3 – 9% НД Ni – Cu-добавок формируется структура композиционного типа, состоящая из областей феррита и расположенных между ними мелкозернистых прослоек на основе Ni – Cu-сплавов.

2. Объёмное содержание мелкозернистых прослоек увеличивается при уменьшении концентрации неметаллических примесей в железном порошке.

3. Прочность материалов возрастает при уменьшении площади контактов между ферритными

зонами и их сращивании через Fe – Ni – Cu-прослойки.

4. Механические свойства (прочность и твёрдость) композитов, полученных с 3 – 6% НД Ni – Cu-добавок, в ~1,3 – 1,5 раза выше, чем у материалов того же состава из смеси традиционных порошков.

Литература

1. Бальшин М.Ю. Научные основы порошковой металлургии и металлургии волокна. М.: Металлургия, 1972, 325 с.
2. Паничкина В.В. Об активированном спекании вольфрама с малыми добавками никеля. Порошковая металлургия, 1967, № 2, с. 1 – 5.
3. Федорченко И.М., Иванова И.И. Влияние присадок никеля, кобальта и марганца на активацию процесса спекания металлокерамического железа. Порошковая металлургия, 1966, № 9, с. 17 – 27.
4. Зажигаяев Л.С., Кишьян А.А., Романиков Ю.И. Методы планирования и обработки результатов физического эксперимента. М.: Атомиздат, 1978, 232 с.
5. Буланов В.Я., Савинцев П.П. Диагностика свойств композитов. Свердловск: УрО АН СССР, 1989, 254 с.

Мейлах Анна Григорьевна — Институт металлургии УрО РАН (г. Екатеринбург), доктор технических наук, старший научный сотрудник. Специалист в области порошковой металлургии. E-mail: meilach_imet@mail.ru.