

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
«МИФИ»

А.В. ШУЛЬГА

Лабораторный практикум
**«ОСНОВЫ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ
СОВРЕМЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ»**

*Рекомендовано к изданию
УМО «Ядерные физика и технологии»*

Москва 2015

УДК [621.745.55+621.03953+620/1](076.5)
ББК 31.292я7
Ш 95

Шульга А.В. **Лабораторный практикум «Основы технологии получения современных материалов»**: Учебное пособие. – М.: НИЯУ МИФИ, 2015. – 144 с.

Пособие посвящено описанию основ технологии получения современных материалов и предназначено для выполнения лабораторных работ по дисциплине «Основы технологии получения материалов». Представлен комплекс из пяти лабораторных работ, поставленных с использованием уникальных современных установок центра «ЯСМ» НИЯУ МИФИ по основным направлениям технологии получения современных материалов, в том числе быстрозакаленных сплавов и механических испытаний консолидированных дисковых образцов металлических, керамических и композитных материалов вдавливанием индентора.

Представленные лабораторные работы предназначены для получения практических навыков по основам современных технологических процессов получения материалов, в том числе быстрозакаленных сплавов, анализа свойств при механических испытаниях дисковых образцов вдавливанием индентора; выявления корреляции с особенностями структуры студентами, специализирующимися в области физического материаловедения. В пособии даны основные современные методы получения материалов и изделий, исследования структуры, определения ее характеристик, в частности дендритной ликвации; определения механических свойств дисковых образцов вдавливанием индентора; способы обработки результатов эксперимента; описание приборов и приемов безопасной работы, а также контрольные вопросы для проверки усвоения материала лабораторных работ практикума.

Предназначено для студентов, специализирующихся в области физического материаловедения и технологии получения материалов.

Рецензент д-р физ.-мат. наук, проф. ИМЕТ РАН В.Ф. Шамрай

ISBN 978-5-7262-2204-2

© *Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 2015*

Редактор М.В. Макарова

Подписано в печать 20.11.2015. Формат 60x84 1/16.

Печ.л. 9,0. Уч.-изд.л. 9,0. Тираж 70 экз.

Изд. № 019-1. Заказ № 163.

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Типография НИЯУ МИФИ.

115409, Москва, Каширское ш., 31

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|-----------|
| ПРЕДИСЛОВИЕ | 5 |
| РАБОТА 1. ВАКУУМНАЯ ИНДУКЦИОННАЯ ПЛАВКА | 8 |
| 1.1. Цель работы..... | 8 |
| 1.2. Теоретическая часть | 8 |
| 1.2.1. Основные технологические операции и физико-химические процессы при плавке | 9 |
| 1.2.2. Образование дендритной структуры..... | 16 |
| 1.2.3. Степень развития дендритной ликвации. Межкристаллитная ликвация | 21 |
| 1.2.4. Образование неравновесной эвтектики | 21 |
| 1.3. Экспериментальная часть..... | 23 |
| 1.3.1. Оборудование, приборы и материалы | 23 |
| 1.3.2. Содержание и порядок выполнения работы | 23 |
| 1.4. Форма рабочего журнала (отчет) | 31 |
| 1.5. Практические навыки студента по выполняемой работе | 31 |
| 1.6. Контрольные вопросы | 31 |
| РАБОТА 2. ПОЛУЧЕНИЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ СПЛАВОВ | 33 |
| 2.1. Цель работы..... | 33 |
| 2.2. Теоретическая часть | 33 |
| 2.2.1. Методы распыления высокоскоростным потоком газа | 38 |
| 2.2.2. Метод распыления растворенным газом | 40 |
| 2.2.3. Центробежное распыление | 41 |
| 2.2.4. Методы высокоскоростного затвердевания тонкой пленки расплава на теплопроводящей поверхности | 44 |
| 2.2.5. Методы получения порошков быстрозакаленных сплавов без контакта расплава с керамикой | 46 |
| 2.3. Экспериментальная часть..... | 49 |
| 2.3.1. Оборудование, приборы и материалы..... | 49 |
| 2.3.2. Содержание и порядок выполнения работы | 49 |
| 2.4. Форма рабочего журнала (отчет) | 53 |
| 2.5. Практические навыки студента по выполняемой работе | 54 |
| 2.6. Контрольные вопросы | 54 |
| РАБОТА 3. ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ | 56 |
| 3.1. Цель работы..... | 56 |
| 3.2. Теоретическая часть | 56 |
| 3.2.1. Характеристика метода порошковой металлургии..... | 56 |
| 3.2.2. Основы порошковой металлургии | 58 |
| 3.3. Экспериментальная часть..... | 78 |
| 3.3.1. Оборудование, приборы и материалы..... | 78 |
| 3.3.2. Содержание и порядок выполнения работы | 78 |
| 3.4. Форма рабочего журнала (отчет) | 85 |
| 3.5. Практические навыки студента по выполняемой работе | 86 |
| 3.6. Методические указания по выполнению работы | 86 |
| 3.7. Контрольные вопросы | 87 |

| | |
|---|------------|
| РАБОТА 4. ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДА МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ КОНСОЛИДИРОВАННЫХ ДИСКОВЫХ ОБРАЗЦОВ ВДАВЛИВАНИЕМ ИНДЕНТОРА..... | 88 |
| 4.1. Цель работы..... | 88 |
| 4.2. Теоретическая часть..... | 88 |
| 4.2.1. Характеристика TRS – метода испытаний дисковых образцов, получаемых порошковой металлургией..... | 88 |
| 4.2.2. Характеристика MDBT – метода испытаний дисковых микрообразцов..... | 91 |
| 4.2.3. Характеристика DBTT – метода испытаний материалов по определению температуры пластично-хрупкого перехода..... | 94 |
| 4.3. Экспериментальная часть..... | 96 |
| 4.3.1. Оборудование, приборы и материалы..... | 96 |
| 4.3.2. Содержание работы..... | 96 |
| 4.3.3. Порядок выполнения работы..... | 97 |
| 4.4. Представление результатов работы (оформление отчета)..... | 102 |
| 4.5. Практические навыки студента по выполняемой работе..... | 102 |
| 4.6. Методические указания по выполнению работы..... | 103 |
| 4.7. Контрольные вопросы..... | 103 |
| РАБОТА 5. СОВРЕМЕННЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ..... | 106 |
| 5.1. Цель работы..... | 106 |
| 5.2. Теоретическая часть..... | 106 |
| 5.2.1. Современные перспективные направления получения порошков..... | 107 |
| 5.2.2. Перспективные методы подготовки порошков к формованию..... | 110 |
| 5.2.3. Современные направления консолидации порошков..... | 112 |
| 5.3. Экспериментальная часть..... | 128 |
| 5.3.1. Оборудование, приборы и материалы..... | 128 |
| 5.3.2. Содержание работы..... | 128 |
| 5.3.3. Порядок выполнения работы..... | 129 |
| 5.4. Представление результатов работы (оформление отчета)..... | 136 |
| 5.5. Практические навыки студента по выполняемой работе..... | 137 |
| 5.6. Методические указания по выполнению работы..... | 137 |
| 5.7. Контрольные вопросы..... | 138 |
| СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ..... | 140 |
| ПРИЛОЖЕНИЕ..... | 142 |

ПРЕДИСЛОВИЕ

Интенсивное развитие технологий получения современных материалов в значительной степени определяет прогресс в области создания новых материалов и изделий, характеризующихся уникальными свойствами. В учебных дисциплинах «Основы технологии получения материалов», «Технология получения и обработки материалов и изделий» рассматриваются методы получения современных материалов и изделий, в частности: вакуумная индукционная плавка, применяемая при выплавке слитков сплавов, требующих тщательного контроля состава, а также сплавов с химически активными компонентами; высокоскоростное затвердевание плоской струи расплава (спиннингование), используемое, например, при получении лент быстрозакаленных припоев; порошковая металлургия, применяемая при получении перспективных металлических, керамических и композитных материалов.

Материаловедение позволяет реализовать оптимизацию технологий создания новых материалов на основе присущего ему сочетания анализа изменения структурно-фазового состояния и свойств материалов в зависимости от вариаций технологических параметров.

В связи с этим в пособии рассматриваются методы механических испытаний консолидированных дисковых образцов вдавливанием индентора, а также дисковых микрообразцов и пластинок по схеме трехточечного изгиба; методики анализа структурно-фазового состояния и его корреляции с характеристиками прочности и пластичности материалов, полученных по традиционной технологии выплавки слитка, быстрозакаленных сплавов и консолидированных материалов, полученных современными методами порошковой металлургии с использованием оптической микроскопии, растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа.

Лабораторные работы, для выполнения которых предназначено пособие, обеспечивают сочетание получения студентами практических навыков, связанных с получением и обработкой материалов, в том числе быстрозакаленных сплавов, анализом их структуры и свойств, с навыками использования уникальных современных установок центра «ЯСМ» НИЯУ МИФИ по основным направлениям

технологии получения материалов и механических испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора.

Традиционная металлургия конструкционных материалов ядерных реакторов, ракетно-космической и авиационной техники включает в качестве исходной и наиболее важной операции технологическую процедуру выплавки слитков. Структура и свойства конечных изделий, получаемых при последующих технологических операциях, в частности термической обработки слитков, обработки давлением, термомеханической обработки полуфабрикатов и изделий, в значительной степени определяются качеством слитка, степенью однородности его структуры и состава в результате дендритной ликвации.

На примере слитков сплавов на основе никеля, титана, меди, полученных вакуумной индукционной и дуговой плавкой, рассматриваются параметры дендритной ликвации, как основного вида неоднородности структуры и состава литых сплавов. Уделено внимание анализу существенной роли концентрационного переохлаждения в формировании дендритной ликвации при выплавке слитков. Анализ соответствующих диаграмм состояния проводится с целью оценки развития дендритной ликвации и формирования неравновесной структуры слитков.

Проблема повышения качества слитков является одной из основных в современном материаловедении высокопрочных, жаропрочных, высоколегированных сталей и сплавов. В связи с этим перспективным направлением является получение быстрозакаленных сталей и сплавов. Студенты имеют возможность на практике ознакомиться с одним из распространенных методов получения быстрозакаленных сплавов – спинингованием – для получения быстрозакаленных аморфных и микрокристаллических сплавов.

Данный комплекс лабораторных работ предназначен для ознакомления студентов с практикой основных методов получения современных материалов с использованием уникального оборудования по выплавке слитков методом вакуумной индукционной плавки; изготовления быстрозакаленных сплавов и порошковой металлургии; отработки практических навыков изучения микроструктуры и свойств современных материалов у студентов, специализирующихся в области физического материаловедения. Лабораторный практикум поможет подготовить студентов к работе на совре-

менном оборудовании, применяемом для получения перспективных материалов новой техники, обучить приемам оценки основных параметров структурно-фазовой неоднородности, механических свойств, научить студентов анализировать полученные данные и составлять отчеты. По всем лабораторным работам приведены вопросы входного контроля и при сдаче лабораторной работы, а также дан список рекомендуемой литературы.

Одна из важных задач лабораторного практикума – практическое закрепление у студентов материаловедческих специальностей основного материаловедческого принципа взаимосвязи параметров технологии, уровня свойств и структурно-фазового состояния материала.

В связи с этим существенное внимание уделяется формированию у студентов практических навыков получения и обработки современных материалов с использованием уникальных современных установок центра «ЯСМ» НИЯУ МИФИ, в том числе быстрозакаленных сплавов; практических навыков испытания материалов, в частности консолидированных дисковых образцов вдавливанием индентора; практических навыков изучения структурно-фазового состояния с использованием коллекций металлографических шлифов; практических навыков анализа их структуры и свойств с использованием данных растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа.

Таким образом, лабораторный практикум способствует освоению студентами общекультурных, общепрофессиональных и профессиональных компетенций, предусмотренных в рамках выше упомянутых учебных дисциплин.

Практикум предназначен для студентов вузов, специализирующихся в области физического материаловедения и технологии получения материалов.

РАБОТА 1. ВАКУУМНАЯ ИНДУКЦИОННАЯ ПЛАВКА

1.1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Ознакомление с теоретическими основами вакуумной индукционной плавки, устройством вакуумной индукционной печи УИПВ-63-10-0,01 и порядком проведения плавки; изучение микроструктуры слитков, неоднородности структурно-фазового состояния, определение основных параметров дендритной структуры.

1.2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Вакуумная индукционная плавка представляет собой широко распространенный метод изготовления слитков современных высокопрочных, жаропрочных, сталей и сплавов. Метод вакуумной индукционной плавки является начальным и важнейшим этапом традиционной технологии получения изделий из металлов и сплавов с применением выплавки слитка, обработки его давлением и последующей термической, термомеханической и механической обработки. Существует большое разнообразие схем применения вакуумной индукционной плавки высококачественных сплавов и сталей (рис. 1.1).

Основной процесс при плавке – образование однородного расплава и растворение в нем компонентов сплава. Интенсивность растворения легирующего компонента, вводимого в виде добавки в исходную шихту, и однородность получаемого расплава в значительной степени определяются температурой плавления добавки и ее плотностью по сравнению с металлом – основой сплава. Естественное или принудительное перемешивание расплава играет большую роль в растворении добавок, вводимых в расплав, и в получении расплава однородного состава во всем объеме, что составляет одну из важных задач успешного осуществления плавки.

Применение лигатуры. Растворение вводимых добавок происходит быстрее и введение их сопровождается меньшим отклонением от заданного состава сплава, если плотность добавки и ее температура плавления близки к плотности и температуре плавления основы сплава. В связи с этим добавки легирующего компонента вводят не в чис-

том виде, а в виде промежуточного сплава. Этот промежуточный (технологический) сплав называют *лигатурой*.

Взаимодействие расплава с материалом тигля. Расплавленный металл обычно характеризуется весьма высокой активностью взаимодействия с теплоизолирующей облицовкой тигля и атмосферой, поэтому необходимо учитывать, что расплав при плавке в той или иной степени будет загрязнен. Особенностью плавки химически активных и тугоплавких металлов является активное разрушение огнеупорных материалов. В этих случаях плавку проводят в электрических печах, снабженных кристаллизаторами (тиглями), имеющими медные водоохлаждаемые стенки.

Влияние окружающей среды. В связи с тем, что жидкие металлы обычно взаимодействуют с кислородом и другими газами, при плавке на воздухе возникает необходимость в защите расплава. При открытой плавке практически невозможно получить сплав заданного состава по легирующим элементам. Следует иметь в виду, что при плавке в вакуумных печах естественного шлака почти не образуется, так как обычно используется чистая шихта. Образующийся при плавке шлак может быть твердым, жидким и творожистым (частично жидким – двухфазным) в зависимости от температуры расплава.

1.2.1. Основные технологические операции и физико-химические процессы при плавке

Нагрев, плавление, перегрев. При плавке исходные материалы (шихту) обычно нагревают до температур, обеспечивающих образование однородного расплава, и перегревают его до температуры, при которой расплав заливают в литейные формы, чтобы получать высококачественные отливки. Эта температура, называемая *температурой заливки*, обычно превышает температуру начала кристаллизации сплава на 50–200 °С.

В некоторых случаях расплавы перегревают до более высоких температур, чтобы воздействовать на состояние расплава с включениями и примесями, и за счет этого получить в отливке качественную структуру. После перегрева и оптимальной выдержки расплав охлаждают в печи или специальной емкости (миксере, ковше, тандише) до температуры заливки и заливают в литейные формы.

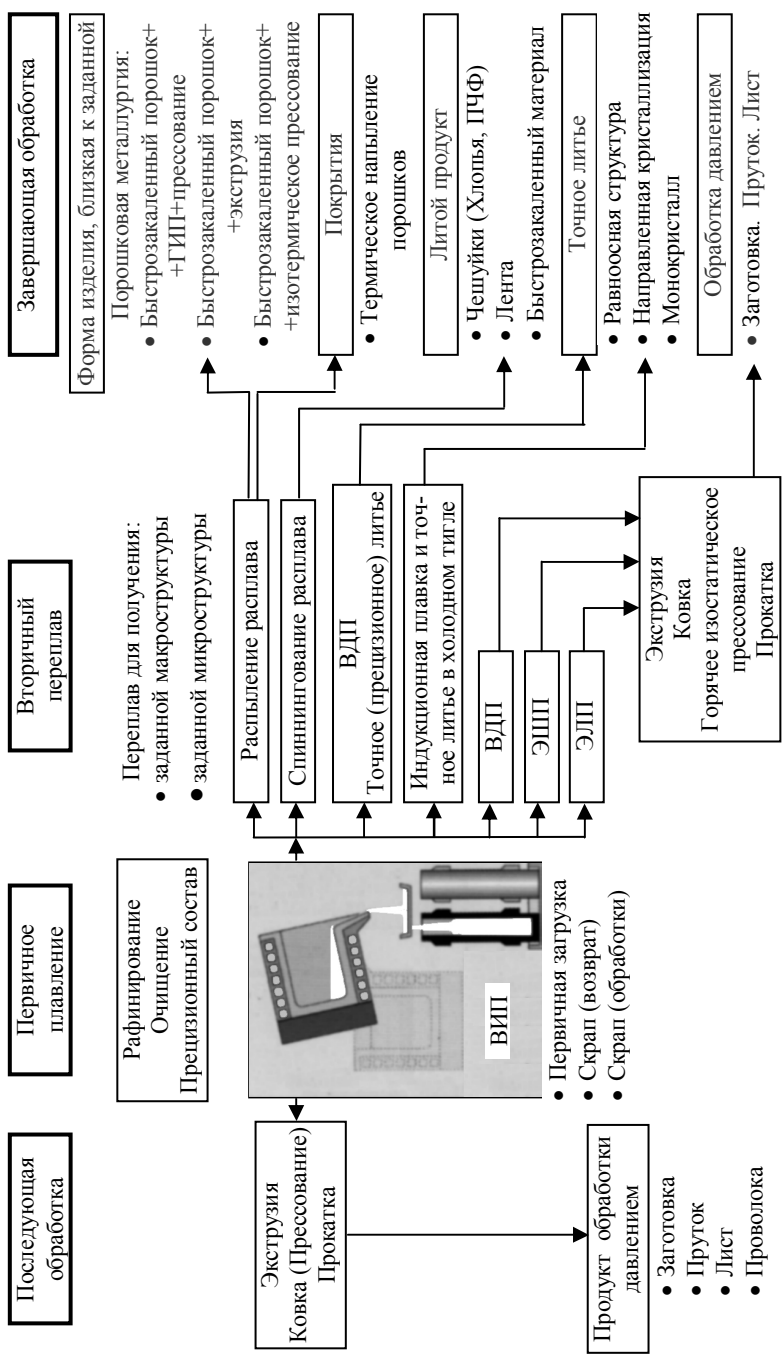


Рис. 1.1. Схема применения вакуумной индукционной плавки (ВИП) в производстве материалов и изделий

Классификация примесей в расплаве. В общем случае расплавы, получаемые при плавке, могут содержать в качестве примесей растворенные газы (кислород, азот, водород), растворенные металлы и элементы, часть которых привносится исходными материалами, а часть появляется в ходе плавки. Кроме того, в расплаве формируются нерастворимые частицы (неметаллические включения), главным образом оксидной природы, но могут быть карбиды, нитриды и сульфиды. Неметаллические включения обычно имеют размеры от субмикронных (наноразмерных $< 0,1$ мкм) до 500–1000 мкм. Они оказывают большое влияние на процессы плавки и кристаллизации расплавов, на технологические и механические свойства сплава.

По механизму образования неметаллические включения делят на экзо- и эндогенные. Экзогенные включения представляют собой включения, попавшие в расплав извне, например из разрушенной огнеупорной футеровки или замешанные в расплав частицы твердого шлака на поверхности расплава. Эндогенные неметаллические включения образуются в расплаве. Неметаллические включения в сталях, согласно данной классификации, являются в основном эндогенными. Часть первичных докристаллизационных неметаллических включений в сталях следует считать экзогенными. Содержание нерастворенных включений в расплаве обычно сравнительно невелико (по массе $< 0,01$ – $0,03$ %).

Дегазация расплава. Очистка металлических расплавов от растворенных газов, в частности водорода и азота, называется *дегазацией*. Удаление из расплавов кислорода называется *раскислением*. В металлургии этот процесс широко применяется и занимает особое место, в частности при выплавке металлов и сплавов, и обычно рассматривается отдельно.

Дегазация расплавов может быть осуществлена различными способами, основанными на общих закономерностях взаимодействия жидких металлов с газами. Наиболее простой способ дегазации «вымораживание» основан на явлении уменьшения растворимости газов при понижении температуры и неизменном давлении.

Сущность способа заключается в тепловой (температурно-временной) обработке расплава путем изменения его температуры.

Дегазация металлических расплавов часто осуществляется путем продувки расплавов инертными или активными газами, а также

обработкой расплавов летучими соединениями (главным образом, хлоридами). Эти способы дегазации расплава основаны на диффузии растворенного газа из расплава в пузырьки, образованные продуваемым газом, где парциальное давление растворенного газа вначале практически равно нулю, а затем приближается к равновесному, определяемому остаточным содержанием газа в расплаве.

Следует отметить, что существует определенный предел размеров продуваемых пузырьков в случае, если газ недостаточно чист. При очень малом размере пузырьков капиллярное давление в них существенно возрастает: $p_{\text{кап}} = 2\sigma/r$, где σ – поверхностная энергия на границе расплав – газ; r – радиус пузырька. В связи с этим парциальные давления вредных примесей могут достичь столь большой величины, так что примеси газов из раствора-расплава не будут переходить в пузырьки продуваемого газа.

Распространенный способ дегазации металлических расплавов или рафинирования от растворенных газов заключается в их вакуумировании, несмотря на необходимость сложного технологического оборудования – вакуумных камер, насосов, измерительной аппаратуры.

Процессы дегазации вакуумированием основаны на зависимости содержания растворенного газа в расплаве от его давления над расплавом, обычно согласно закону Сиверта $[Г] = k \cdot \sqrt{P_{Г_2}}$.

Экспериментальные исследования и производственный опыт свидетельствуют о том, что процессы газонасыщения металлических расплавов, их дегазация и очистка расплава от нерастворимых включений взаимосвязаны.

Раскисление расплава. Раскисление металлических расплавов представляет собой удаление из них растворенного кислорода. Раскислению подвергают расплавы, в которых кислород присутствует в растворенном виде. В связи с этим при плавке обычно раскисляют железо и его сплавы с небольшими количествами углерода, сплавы систем железо–никель, никель–медь, медь и т.п. В то же время сплавы на основе алюминия, магния, цинка, олова, в расплавах которых кислород присутствует в виде оксидных включений, т. е. в связанном виде, не раскисляют, хотя химический анализ может показывать заметное содержание кислорода в сплаве. В этих случа-

ях применяют рафинирование, т. е. операцию очистки расплава, основанную на других физико-химических процессах.

Раскисление можно осуществлять несколькими способами. Наиболее распространенным способом является глубинное, или осадочное, раскисление, при котором в расплав, содержащий растворенный кислород, вводится элемент-раскислитель, образующий соединения с кислородом (оксиды), нерастворимые в расплаве.

Раскисление с помощью нерастворимых раскислителей применяется к медным и серебряным расплавам. В этих случаях в качестве раскислителя используют углерод в виде графита, древесного угля. Раскисление осуществляется по реакции, продуктом которой является газообразный монооксид углерода, пузырьки которого уходят из расплава в атмосферу.

Для некоторых сплавов возможно раскисление при плавке в достаточно глубоком вакууме. В этом случае необходимо, чтобы остаточное давление в вакуумной камере было в несколько раз меньше равновесного парциального давления кислорода, определяемого требуемым его содержанием в расплаве.

Выбор раскислителей, определение их количества и способа введения в расплав зависят от состава сплава, набора исходных шихтовых материалов, применяемого плавильного оборудования. Раскислители представляют собой активные по отношению к кислороду и нередко летучие элементы, поэтому для их введения применяют лигатуры. Кремний и марганец вводят в виде ферросплавов, кальций – в виде сложного сплава кремний–марганец–кальций, только алюминий для раскисления сталей используют в чистом виде. Следует отметить, что удаление растворенного кислорода из углеродистых сталей, т.е. их раскисление, в определенной мере происходит в процессе фильтрования расплава.

Рафинирование расплава. Рафинирование или очистка металлических расплавов от растворенных металлических и неметаллических примесей представляет собой одну из главных целей металлургического производства.

Удаление растворенных примесей из железных, никелевых и медных расплавов осуществляется методом окислительного рафинирования, при котором расплав глубоко насыщается кислородом при продувке воздухом или кислородом, при использовании окислительного шлака, а также за счет создания окислительной атмос-

сферы в пламенных печах. Растворенные примеси, обладающие высоким сродством к кислороду, связываются в свободные оксиды обычно в виде твердых или жидких фаз.

Характерным примером образования газовой фазы при взаимодействии примеси с кислородом является монооксид углерода CO, образующийся при обезуглероживании металла, например Fe, который в виде пузырьков выходит из расплава, создавая эффект «кипения» расплава.

Рассматриваемый способ удаления примесей из расплава не позволяет удалить из расплава легирующие компоненты, обладающие малым сродством к кислороду. В железных расплавах такими примесями являются, например, Ni, Cu, в никелевых – Cu.

Весьма эффективным способом удаления из расплава взвешенных частиц является обработка расплавов шлаками или флюсами. Сущность способа заключается в переводе нерастворенных частиц из расплава в шлак или флюс за счет их растворения или смачивания.

Для эффективного рафинирования расплавов от нерастворенных взвешенных частиц необходима большая поверхность соприкосновения между расплавом и флюсом, а также перемещение частиц из глубины расплава к поверхности раздела фаз. Это достигается первоначальным активным замешиванием флюса в расплав и поддержанием в дальнейшем слабого перемешивания.

Фильтрование расплава обеспечивает наиболее полное и надежное удаление нерастворенных примесей из расплавов, прежде всего механическим путем, если размер частицы больше размера отверстий в фильтре. Подобным образом работают сетчатые фильтры из стеклоткани для чугуна и медных сплавов и из стали в виде проволочной сетки или перфорированного листа для легкоплавких сплавов на основе Al, Mg, Zn.

Существенно более эффективно фильтрование расплавов через зернистые и спеченные пористые фильтры. Зернистые фильтры представляют собой слой толщиной 30–60 мм из частиц (зерен) диаметром 5–15 мм, в котором средний поперечный размер каналов между зёрнами составляет 1–3 мм. Спеченные пористые фильтры имеют поры размером 0,5–1 мм.

Следует отметить, что оба типа фильтров способны при фильтровании расплавов задерживать высокодисперсные включения

размером до 20–30 мкм. Эффект применения зернистых и пористых фильтров обусловлен удержанием частиц, главным образом, за счет действия поверхностных сил и химического взаимодействия, приводящего к их адгезии на развитой поверхности материала фильтра.

В настоящее время фильтрование металлических расплавов как способ повышения их качества широко используется применительно ко всем сплавам.

Модифицирование расплава. Целью модифицирования является получение структуры, отличной от обычной микроструктуры сплава или макроструктуры литой заготовки (без существенного заметного изменения состава сплава), которая обеспечивает повышение механических или технологических свойств сплава.

Модифицирование может осуществляться либо физическим воздействием на расплав, либо введением специальных модифицирующих добавок в количествах, не превосходящих регламентированных техническими условиями весьма низких пределов.

Физические воздействия на расплав обычно заключаются в его тепловой (термовременной или термоскоростной) обработке при нагреве и охлаждении с заданной скоростью, ультразвуковой обработке, воздействии электрического, магнитного, электромагнитного полей. Тепловой обработке расплав подвергают в области однофазного жидкого состояния, все остальные способы модифицирования дают заметный эффект лишь при обработке кристаллизующегося расплава в двухфазной области, т. е. при наличии жидкой и твердой фаз.

Проведение модифицирования осуществляется путем введения в расплав добавок в виде весьма малых количеств (0,01–0,1 %) элементов, которые обычно по своим свойствам резко отличаются от самого сплава или его основы.

Общей особенностью всех способов модифицирования является ограниченность во времени эффекта модифицирования. Обычно этот эффект проявляется от 5–10 мин до 0,5 ч. Это связано с выгоранием и окислением введенных добавок, с потерей их активности, изменением структуры расплава. В связи с этим модифицирующая обработка всегда осуществляется как завершающая операция при плавке или во время разливки и даже непосредственно в литейной форме.

1.2.2. Образование дендритной структуры

Дендритная структура сплавов весьма распространена вследствие того, что в отличие от чистых металлов, в которых неустойчивость плоского фронта и дендритный рост наблюдаются при отрицательном градиенте температуры в переохлажденном расплаве (рис. 2.2), в сплавах неустойчивость поверхности раздела и дендритный рост происходят при положительном градиенте температуры в расплаве и определяются наличием концентрационного переохлаждения.

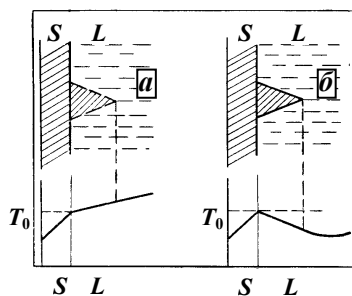


Рис. 1.2. Влияние знака градиента температуры $G(T)$ в расплаве перед фронтом кристаллизации чистого металла на морфологию поверхности раздела $S-L$: $a - G > 0$; $b - G < 0$

Концентрационное переохлаждение обусловлено обогащением расплава перед фронтом кристаллизации легирующим элементом (примесью), которое приводит к изменению температуры кристаллизации (локальной температуры ликвидус) жидкой фазы (расплава) перед фронтом кристаллизации. Таким образом, при наличии положительного градиента температуры в расплаве G перед фронтом кристаллизации будет существовать область переохлажденно-го расплава.

Величина концентрационного переохлаждения ($\Delta T_{\text{конц}}$) определяется разностью между локальной температурой ликвидус расплава в данной точке и фактической температурой расплава в этой точке, заданной условиями теплоотвода.

Рассмотрим некоторые закономерности образования концентрационного переохлаждения на примере роста кристалла в сплаве состава C_0 в направлении x . В процессе затвердевания движение фронта кристаллизации в направлении x происходит с некоторой

скоростью $R = \frac{dx}{d\tau}$. Коэффициент распределения легирующего

элемента определяется соотношением $k_0 = \frac{C_S}{C_L}$, где C_S и C_L –

составы твердой и жидкой фаз, находящихся в равновесии. Легирующий элемент с коэффициентом распределения $k_0 < 1$ будет обогащать расплав таким образом, что вблизи фронта кристаллизации его концентрация будет максимальной – C_0 / k_0 , а по мере удаления от нее снижается до исходной концентрации расплава C_0 . Для того, чтобы получить аналитическое выражение функции распределения концентрации легирующего элемента от x , рассмотрим баланс массы.

При условии стационарного роста перемещение фронта кристаллизации не будет сопровождаться изменением распределения легирующего элемента (примеси) в расплаве, и для баланса массы примеси справедливо стационарное уравнение:

$$D \frac{d^2 C}{dx^2} + R \frac{dC}{dx} = 0.$$

Первый член обусловлен диффузионным поступлением примеси (D – коэффициент диффузии) в рассматриваемый некоторый произвольный элементарный объем расплава $\sim dx$ (при площади равной единице) на расстоянии x от поверхности фронта кристаллизации. Второй член определяется перемещением кривой распределения примеси в направлении x со скоростью R , что сопровождается отгонкой примеси при перемещении фронта кристаллизации. Решение этого уравнения дает стационарное распределение примеси в расплаве, которое имеет вид

$$C_L = C_0 \left[1 + \frac{1 - k_0}{k_0} \exp\left(-\frac{R}{D} x\right) \right].$$

Наличие обогащенного легирующим элементом объема расплава перед фронтом кристаллизации приводит к изменению темпера-

туры начала кристаллизации. Распределение этой температуры для случая стационарного роста определяется выражением:

$$T_L = T_0 - m(C_L - C_0) = T_0 - mC_0 \left[\frac{1 - k_0}{k_0} \exp\left(-\frac{R}{D} x\right) \right],$$

где T_0 – температура ликвидус сплава состава C_0 ; $m = \left| \frac{dT_L}{dC} \right|$ – угловой коэффициент (наклон) линии ликвидус (рис. 1.3).

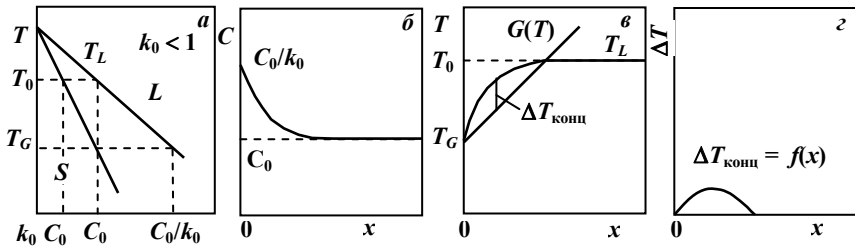


Рис. 1.3. Схема концентрационного переохлаждения: *a* – участок бинарной диаграммы состояния с $k_0 < 1$; *б* – обогащение расплава примесью с $k_0 < 1$ перед границей раздела фаз; *в* – изменение температуры ликвидус – T_L и истинной температуры в расплаве $G(T)$ в случае концентрационного переохлаждения; *г* – величина концентрационного переохлаждения ΔT перед границей раздела фаз $S-L$

На поверхности раздела температура начала кристаллизации соответствует составу расплава C_0/k_0 : $T_G = T_0 - m(C_0/k_0 - C_0)$. В приграничном объеме расплава, обогащенного примесью, температура начала кристаллизации T_L экспоненциально возрастает от значения T_G при $x = 0$ до T_0 в удаленной части расплава ($x \rightarrow \infty$).

При наличии в расплаве некоторого градиента температуры G , определяемого условиями теплоотвода, реальное распределение температуры в расплаве перед фронтом кристаллизации можно представить в виде

$$T = T_G + G \cdot x, \text{ где } T_G = T_0 - m \left(\frac{C_0}{k_0} - C_0 \right) = T_0 - m C_0 \left(\frac{1 - k_0}{k_0} \right).$$

Концентрационное переохлаждение определяется разностью температур T_L и T :

$$\begin{aligned} \Delta T_{\text{конц}} &= T_L - T = T_0 - m C_0 \left[\frac{1 - k_0}{k_0} \exp\left(-\frac{R}{D} x\right) \right] - (T_G + Gx) = \\ &= m C_0 \left(\frac{1 - k_0}{k_0} \right) \left[1 - \exp\left(-\frac{R}{D} x\right) \right] - Gx. \end{aligned} \quad (1.1)$$

Кривая распределения температуры ликвидус и фактической температуры расплава, величина концентрационного переохлаждения приведены на рис. 1.3.

Протяженность (ширина) зоны концентрационного переохлаждения является весьма важной характеристикой, влияющей на особенности формирования структуры; ее можно определить как величину x из выражения (1.1) при условии $\Delta T_{\text{конц}} = 0$, т. е.

$$\Delta T_{\text{конц}} = m C_0 \left(\frac{1 - k_0}{k_0} \right) \left[1 - \exp\left(-\frac{R}{D} x\right) \right] - Gx = 0,$$

$$\text{следовательно, } 1 - \exp\left(-\frac{R}{D} x\right) = \frac{G}{m C_0 \left(\frac{1 - k_0}{k_0} \right)} x.$$

Условием наличия концентрационного переохлаждения является больший угол наклона касательной к кривой $T_L(x)$ при $x = 0$, чем градиент реальной температуры расплава G , т.е. неравенство $\frac{dT_L}{dx} \geq G$, при условии $G > 0$. Откуда следует:

$$m C_0 \left(\frac{1 - k_0}{k_0} \right) \left[\exp\left(-\frac{R}{D} x\right) \right] \left(\frac{R}{D} \right) \geq G,$$

$$\text{при } x = 0 \text{ получаем } \frac{G}{R} \leq \frac{m C_0}{D} \frac{1 - k_0}{k_0}.$$

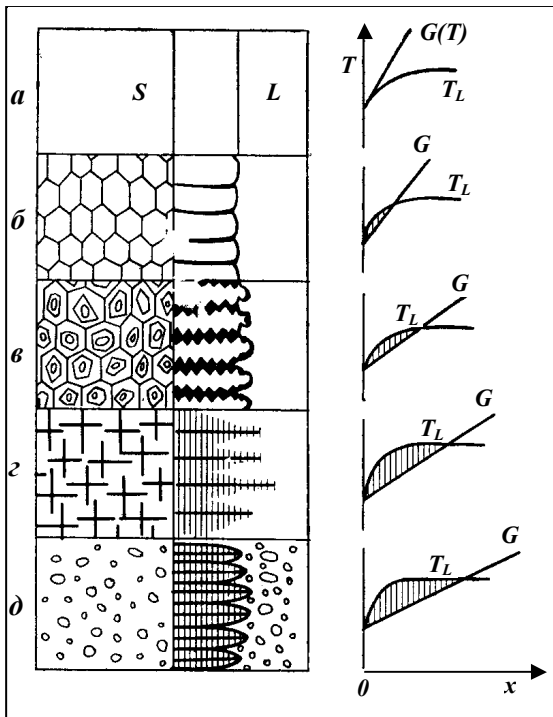


Рис. 1.4. Влияние концентрационного переохлаждения на морфологию поверхности раздела $S-L$ при кристаллизации сплавов: a – плоский фронт; b – ячейки; c – дендритные ячейки; d – свободно растущие дендриты; e – образование кристаллов перед фронтом затвердевания

Таким образом, параметрами, определяющими наличие концентрационного переохлаждения, являются отношение градиента температуры в расплаве к скорости движения фронта кристаллизации, характеристическое расстояние. Наличие концентрационного переохлаждения при кристаллизации сплавов, уменьшение ниже критического значения параметра G/R , уменьшение G или характеристического расстояния D/R обуславливают неустойчивость плоского фронта кристаллизации $S-L$ и приводят к образованию таких структур с неравновесным, неоднородным распределением легирующих элементов, как ячеистая и дендритная, в условиях положительного градиента температуры в расплаве (рис. 1.4).

1.2.3. Степень развития дендритной ликвации. Межкристаллитная ликвация

Коэффициент распределения легирующего элемента (или примеси) между твердой и жидкой фазами $k_0 = \frac{C_S}{C_L}$, где C_S и C_L – составы находящихся в равновесии твердой и жидкой фаз, определяет степень развития дендритной ликвации.

Чем ниже значение коэффициента распределения k_0 или ω (критерия распределения $\omega = \alpha/\beta$, где α и β – предельная растворимость в твердой и жидкой фазе), тем выше склонность данного легирующего элемента к ликвации. Для значений $k_0 \ll 1$ ($\omega < \omega_{кр} = 0,01$) происходит обогащение легирующим элементом (примесью) границ зерен с образованием зернограничной сегрегации, наблюдается межкристаллитная ликвация. Ряд элементов, в частности O, N, H, а также S и P, в стали, в жаропрочных сплавах, в сплавах на основе тугоплавких металлов, присутствующие в качестве микролегирующих добавок или примесей, характеризуются склонностью к межкристаллитной ликвации. Они могут приводить к столь значительному падению пластичности и рассматриваются как вредные примеси. Так, содержание примесей S и P в качественных сталях с высоким уровнем механических свойств не должно превышать 0,025%. С целью повышения технологичности сталей, предназначенных для массового производства малонагруженных деталей при обработке резанием, содержание этих элементов повышают специально до уровня S ~ 0,18÷0,30, P ~ 0,08÷0,15 (так называемые автоматные стали), что обеспечивает образование ломкой, легко удаляемой стружки.

1.2.4. Образование неравновесной эвтектики

Образование равновесной эвтектики в сплавах системы с граничными растворами возможно при содержании компонента *B* выше предельной растворимости (точка *a* на рис. 1.5).

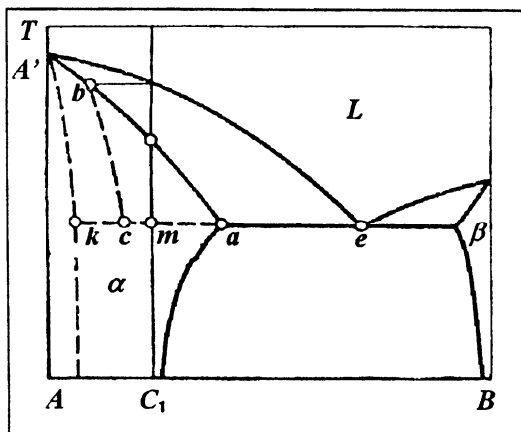


Рис. 1.5. Неравновесный солидус $A'ka$ в эвтектической системе

При неравновесной кристаллизации в условиях охлаждения с повышенной скоростью образование неравновесной метастабильной эвтектики происходит в сплавах с содержанием компонента B существенно меньшем предельной растворимости. Например, в сплаве состава C_1 максимальное количество метастабильной эвтектики находится соотношением $\frac{km}{ke}$, где точка k представляет концентрационную границу появления неравновесной эвтектики, определяемую условиями кристаллизации, в частности скоростью охлаждения. В табл. 1.1, в качестве примера, приведены данные для составов сплавов, соответствующих появлению эвтектики в равновесных (точка a) и неравновесных (точка k) условиях.

Таблица 1.1
Состав сплавов, соответствующих появлению равновесной (a) и неравновесной (k) эвтектики

| Система, % | Al-Cu | Al-Mg | Mg-Al |
|------------|-------|-------|-------|
| a | 5,7 | 15,4 | 12,7 |
| k | 0,1 | 0,5 | 0,1 |

Таким образом, результатом неравновесной кристаллизации слитка в реальных условиях обычно является дендритная ликвация, появление неравновесной (вырожденной в виде выделений избыточной фазы по границам зерен) эвтектики.

1.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

1.3.1. Оборудование, приборы и материалы

В работе используются:

- вакуумная индукционная печь УИПВ-63-10-0,01;
- шихтовые материалы для подготовки шихты заданного состава;
- образцы слитков;
- металлографический микроскоп;
- коллекция микрошлифов;
- снимки РЭМ слитков и данные микрорентгеноспектрального анализа.

1.3.2. Содержание и порядок выполнения работы

В работе студенты изучают устройство вакуумной индукционной печи УИПВ-63-10-0,01, основные узлы установки, порядок подготовки исходных веществ в виде шихты для выплавки сплава, проведение процесса плавки и ее основные параметры, металлографические образцы слитков сплавов; используют результаты металлографического, микрорентгеноспектрального анализа и растровой электронной микроскопии для описания структуры слитков и определения количественных характеристик ее неоднородности (ликвации).

Образцы слитков сплавов на основе меди и никеля для проведения металлографических исследований, анализа дендритной ликвации представлены в виде коллекции микрошлифов.

В работе изучаются металлографические шлифы, полученные стандартным методом приготовления образцов, используются результаты металлографического, микрорентгеноспектрального анализа и растровой электронной микроскопии.

Работа состоит из пяти заданий.

Задание 1. Ознакомление с устройством установки индукционной плавильной вакуумной УИПВ-63-10-0,01

Установка индукционная плавильная вакуумная УИПВ-63-10-0,01 (рис. 1.6) позволяет получать сплавы с высокой точностью и

однородностью химического состава, что обусловлено низкой величиной угара элементов и интенсивным перемешиванием расплава. В индукционной печи можно получить высокопрочные и жаропрочные сплавы, коррозионно-стойкие жаропрочные стали. Индукционные печные агрегаты являются наиболее экологически чистыми за счет минимальных пылевых и газовых выбросов. Они имеют высокий КПД и относительно низкий расход электроэнергии.



Рис. 1.6. Внешний вид индукционной плавильной вакуумной установки УИПВ-63-10-0,01

В качестве недостатков следует отметить, что процесс плавки ведется с «холодным» шлаком, практически не участвующем в химических реакциях с расплавом. К недостаткам можно отнести недостаточно эффективные технологии рафинирования расплава, что не позволяет использовать низкокачественную, дешевую шихту. Управление химическим составом сплава предполагает использование оптимально подобранных легирующих материалов в сочетании с точным контролем температуры расплава.

Эффективность индукционной плавки и технологические возможности в значительной мере определяются способом управления электромагнитными полями в рабочем объеме тигля. На разных

стадиях технологического процесса плавки осуществляется интенсивный нагрев металла, концентрирование тепловыделения в разных зонах рабочего объема, производится регулирование частоты электромагнитного поля, обеспечивается управление силовым воздействием на расплав и интенсификация конвективных потоков расплавленного металла.

Основные параметры процесса вакуумной индукционной плавки с использованием установки индукционной плавильной вакуумной УИПВ-63-10-0,01:

- максимальная температура расплава в тигле составляет 1500 °С;
- остаточное давление $10^{-3} \div 10^2$ Па, емкость тигля (по меди) 1 кг;
- продолжительность плавки 15 мин., продолжительность цикла 25 ÷ 60 мин.

Типы промышленных индукционных печей. В течение последних лет наибольшее распространение в мировом литейном производстве получили индукционные тигельные печи средней частоты камерного типа. Они представляют собой универсальные печные агрегаты, которые способны не только просто переплавлять металл при загрузке от 1 кг до 30 т, но с помощью которых могут решаться специальные технологические и металлургические задачи.

Специализированные металлургические процессы представляют собой физико-химические процессы, происходящие на границе фаз между металлом и шлаком или вводимыми в металл легирующими веществами, а также реакции между металлом и материалом футеровки, или реакции, происходящие в металлической ванне между веществами различной плотности и с различными физико-химическими свойствами. Для управления поверхностными реакциями необходимо правильно и точно управлять нагревом и потоками металла в ванне. При этом саму печь следует рассматривать не только как плавильный агрегат, но и как магнитогидродинамическое устройство, которое управляет интенсивностью движения потоков металла в различных зонах ванны.

Современные плавильные печи камерного типа работают на средних частотах (от 250 до 500 Гц), что позволяет контролировать перемешивание расплава при высоких плотностях мощности (около 1000 кВт/т).

Характерные особенности традиционной индукционной печи ВИП камерного типа следующие:

- объем камеры печи и, соответственно, площадь внутренней поверхности имеют значительную величину;
- опрокидывание тигля и разливка в формы происходят внутри большой камеры печи;
- гидравлические и водоохлаждаемые гибкие силовые кабели находятся внутри вакуумной камеры;
- большая поверхность уплотнений и, соответственно, существует потенциальная возможность натекания;
- требуется высокая скорость откачки вакуумных насосов.

В настоящее время широко применяется следующий вариант конструкций промышленных вакуумных индукционных печей камерного типа: ВИП однокамерная (ВИМ) (рис. 1.7). Типичная загрузка 0,5–15 т; система одиночной камеры с вертикальной плавильной камерой.

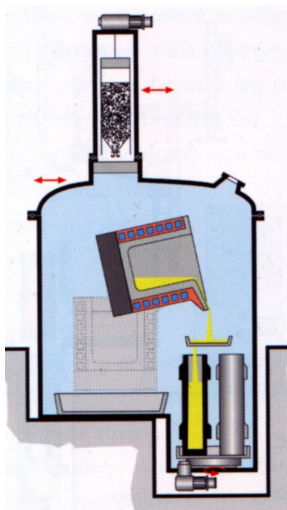


Рис. 1.7. Промышленная однокамерная вакуумная индукционная печь

Задание 2. Подготовка шихты (компонентов сплава) для выплавки слитка в вакуумной индукционной печи

Подготовка компонентов сплава при выплавке (шихтование) является важной операцией, определяющей точность химического

состава выплавляемого сплава. Добавки легирующего компонента в ряде случаев вводят не в чистом виде, а в виде промежуточного сплава, обычно с основной рабочей сплава. Этот промежуточный (технологический) сплав называют *лигатурой*.

Содержание добавки в лигатуре обычно существенно, в несколько раз больше, чем в рабочем сплаве. Практика применения лигатур привела к целесообразности использования таких лигатур, которые состоят в основном из промежуточных фаз, что обеспечивает невысокую прочность и большую хрупкость сплавов-лигатур и позволяет легко подобрать навеску, необходимую для ввода в расплав необходимого количества легирующего компонента.

Получение лигатур является самостоятельной отраслью производства сплавов. Лигатуры получают либо прямым сплавлением компонентов, либо металлургическим путем, восстанавливая нужный легирующий компонент из его соединения с одновременным растворением восстановленного металла в основе рабочего сплава.

В данном задании студенты изучают и практически выполняют следующие методики:

- оптимальный выбор исходных (шихтовых) материалов;
- приготовление шихты;
- подготовку шихтовых материалов к загрузке.

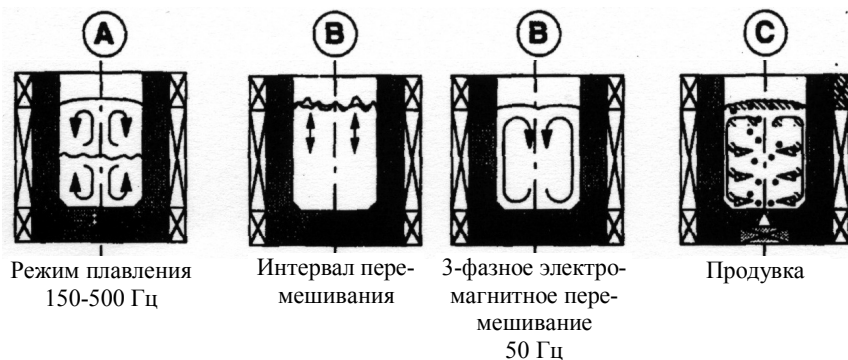
Задание 3. Проведение вакуумной индукционной плавки с контролем основных параметров процесса

Индукционная плавильная печь работает по принципу индуктивной связи, у которого первичной обмоткой является водоохлаждаемый индуктор, а вторичной обмоткой и нагрузкой – находящийся в тигле металл. Нагрев и плавка металла происходят за счет протекающих в нем вихревых токов, которые возникают под действием электромагнитного поля, создаваемого индуктором.

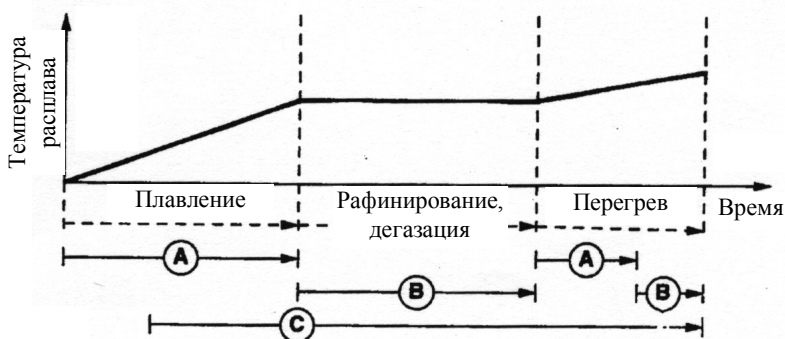
В общем случае технологический процесс вакуумной индукционной плавки может быть представлен схемой, приведенной на рис. 1.8. Первичный этап **A** нагрева шихты и плавления, а также завершающий перегрев расплава **A** осуществляется индукционным нагревом токами средней частоты. Последующая операция **B** перемешивания расплава осуществляется электромагнитным методом, в том числе с применением трехфазного способа током промышлен-

ной частоты на стадии рафинирования (дегазации) и на завершающей стадии перегрева расплава перед разливкой. Продувка расплава с целью рафинирования (дегазации) **С** начинается на этапе плавления и продолжается в течение всего процесса плавки.

Следует отметить, что гомогенизация расплава с использованием перемешивания расплава обеспечивает высокую однородность химического состава и температуру расплава, уменьшение времени дегазации.



a



б

Рис. 1.8. Модели перемешивания (а) и температурный режим нагрева во время плавки (б)

Повышение чистоты расплава от частиц оксидов и удаление неметаллических включений обеспечивается в основном за счет:

- «мягкого» подъема инертных газов сквозь расплав;

- очищения расплава в тигле;
- очищения расплава при протекании по горячему желобу с противошлаковыми барьерами и дополнительным керамическим фильтром с размером ячейки 1–2 мм.

Основные этапы процесса промышленной вакуумной индукционной плавки. Вакуумирование. Продувка. Загрузка. Плавление. Измерение температуры. Взятие пробы. Легирование. Удаление. Литье слитков, электродов, мерных заготовок.

Проведение плавки с использованием индукционной плавильной вакуумной установки УИПВ-63-10-0,01 характеризуется обычно режимом, контролируемым по току индуктора и циклированием тока на завершающей стадии плавки для повышения качества слитка.

Задание 4. Металлографический анализ структуры слитков сплавов (из коллекции) и определение параметров дендритной структуры с использованием результатов металлографии, растровой электронной микроскопии и микроанализа

Проведение металлографического анализа структуры образцов коллекции сплавов на основе меди и никеля осуществляется с использованием металлографического микроскопа, данных по растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. Выбор образцов слитков проводится преподавателем.

1. Описание микроструктуры образца. Определение размерного параметра дендритной структуры.

По результатам изучения образцов на микроскопе и снимкам студент приводит описание микроструктуры и зарисовывает ее в отчете, при этом выделяются первичные и вторичные дендритные оси, неравновесная эвтектика. Измерение расстояния между вторичными осями осуществляется на возможно большей размерной шкале.

2. Расчет сегрегационного соотношения.

Сегрегационное соотношение определяется как отношение концентрации легирующего элемента в межосных участках и в объеме дендритных осей.

На рис. 1.9 приведены примеры микроструктур образцов систем Cu-P и Ni-Si-Be из коллекции к лабораторной работе. Применение растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа (рис. 1.10) позволяет провести расчет величины сегрегационного отношения для фосфора и выявить образование неравновесной эвтектики в межосных участках.

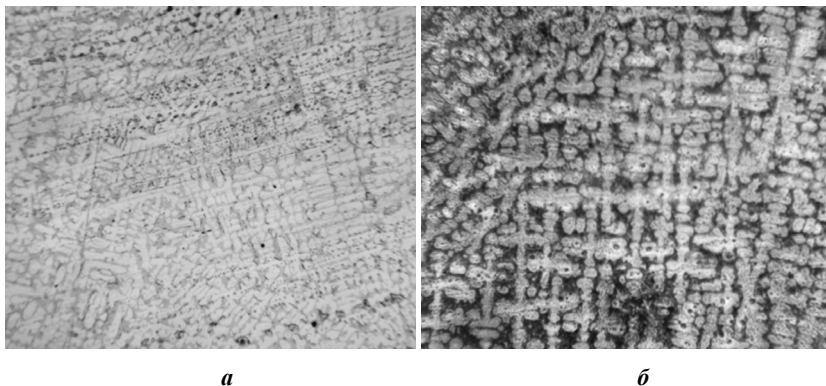


Рис. 1.9. Дендритная микроструктура в слитках сплавов систем Cu-P (а) и Ni-Si-Be (б) (x100)

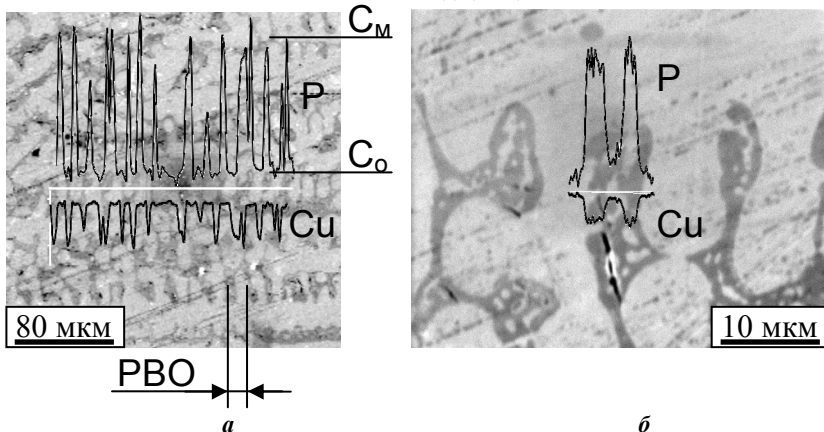


Рис. 1.10. Неоднородность распределения компонентов в слитке сплава системы Cu-P (а) вследствие обогащения фосфором межосных участков дендритной структуры и образование неравновесной эвтектики в сплаве 1 (Cu – 3.28 % мас. P) из коллекции образцов (б) в межосных участках дендритной структуры, где C_0 и C_M – концентрация фосфора в объеме дендритных осей и в межосных участках соответственно; PBO – расстояние между вторичными осями

По данным микрорентгеноспектрального анализа определяется содержание (концентрация) легирующего элемента в межосном промежутке и в объеме дендритных осей.

3. Анализ диаграммы состояния и определение коэффициента распределения.

Диаграммы состояния сплавов приводятся с целью обоснования СФС образцов, определения коэффициента распределения и его корреляции с экспериментальным значением сегрегационного отношения.

1.4. ФОРМА РАБОЧЕГО ЖУРНАЛА (ОТЧЕТ)

Отчет по работе оформляется на специальных бланках (см. приложение), где необходимо сделать следующее:

- указать персональные данные студента (полностью Ф.И.О.), группу, дату проведения работы;
- привести расчет шихты для выплавки заданного сплава и описать порядок ее приготовления;
- изложить порядок проведения плавки и ее основные параметры;
- зарисовать и дать характеристику структуры образца слитка;
- изложить порядок определения размерного параметра дендритной структуры и сегрегационного отношения;
- дать характеристику диаграммы состояния и оценить коэффициент распределения.

1.5. ПРАКТИЧЕСКИЕ НАВЫКИ СТУДЕНТА ПО ВЫПОЛНЯЕМОЙ РАБОТЕ

В процессе выполнения лабораторной работы студент осваивает практические лаборантские приемы по проведению в лабораторных условиях процесса вакуумной индукционной плавки; подготовке шихты и анализу структуры слитка, приобретает инженерные навыки определения основных параметров плавки и структуры слитка и математической обработки результатов эксперимента.

1.6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

Вопросы входного контроля

1. Перечислите основные современные виды выплавки высокопрочных, жаропрочных сталей и сплавов.

2. Приведите примеры схем применения вакуумной индукционной плавки высококачественных сплавов и сталей.
3. Назовите основной процесс при плавке.
4. Что представляет собой лигатура?

Вопросы при сдаче работы

1. Перечислите основные технологические операции и физико-химические процессы при плавке.
2. Опишите устройство установки индукционной плавильной вакуумной УИПВ-63-10-0,01.
3. Укажите порядок подготовки шихты для выплавки сплава и применение лигатуры.
4. Рассмотрите сущность процессов нагрева, плавления, перемешивания расплава при индукционной плавке.
5. Что представляет собой перегрев расплава и какими факторами определяется?
6. Дайте классификацию примесей в расплаве.
7. Рассмотрите сущность дегазации расплава и перечислите способы дегазации металлических расплавов.
8. Что такое раскисление и рафинирование расплава? Приведите примеры их применения.
9. Что представляет собой модифицирование расплава? Укажите физико-химические основы метода модифицирования.
10. Рассмотрите условия формирования дендритной структуры слитка и образования дендритной ликвации. Приведите примеры дендритных структур.
11. Что представляет собой концентрационное переохлаждение и какова его роль в формировании дендритной структуры?
12. Дайте определение коэффициента распределения примеси и оцените его значение для конкретного сплава.
13. Рассмотрите степень развития дендритной ликвации и образование межкристаллитной ликвации.
14. Укажите условия образования неравновесной эвтектики.
15. Приведите примеры образования неравновесной эвтектики и оцените степень отклонения от равновесия.
16. Перечислите типы промышленных индукционных печей, их преимущества и недостатки.

РАБОТА 2. ПОЛУЧЕНИЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ СПЛАВОВ

2.1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Ознакомление с методами получения быстрозакаленных сплавов, устройством установки «Кристалл-702» для быстрой закалки расплава, порядком проведения плавки и высокоскоростного охлаждения расплава; изучение структурно-фазового состояния образцов аморфных и кристаллических быстрозакаленных сплавов; определение основных эффектов быстрой закалки.

2.2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Перспективные направления получения современных материалов, в частности быстрозакаленных сплавов, интенсивно развиваются с использованием метода вакуумного индукционного плавления. Промышленное производство быстрозакаленных порошков и лент, обладающих уникальными свойствами, осуществляется, в основном, с использованием вакуумной индукционной плавки. Рассматриваемые быстрозакаленные сплавы имеют повышенную жаропрочность и жаростойкость, особые электрические, магнитные и другие свойства.

Переход к быстрозакаленным сплавам, кристаллизация или затверждение которых осуществляется при высоких скоростях охлаждения – закалкой расплава, открывает реальные перспективы решения проблем структурно-химической неоднородности слитков, получаемых по традиционной технологии, устранение ликвации, что открывает перспективы создания новых высоколегированных жаропрочных сплавов.

Быстрозакаленные сплавы получают при высокоскоростном охлаждении расплава. Использование высоких скоростей охлаждения при затвердевании (кристаллизации) обеспечивает формирование высокодисперсной структуры с высокой степенью однородности состава и распределения структурно-фазовых составляющих, а также приводит к образованию аномально-пересыщенных твердых растворов, метастабильных промежуточных фаз и структурных составляющих, аморфного состояния. Это дает возможность ввести в

быстрозакаленные сплавы легирующие компоненты в количествах, не достигаемых при обычных методах литья слитков; использовать в качестве легирующих малорастворимые компоненты.

Высокий уровень механических свойств, коррозионной стойкости и других физико-химических свойств, благоприятное сочетание характеристик прочности, пластичности, электрических и магнитных свойств, широкий выбор легирующих элементов и возможность формирования быстрозакаленного сплава в виде тонкой ленты, волокна, порошков различной морфологии и дисперсности определяют разнообразные перспективные направления применения быстрозакаленных сплавов.

Методы, обеспечивающие достижение высоких скоростей охлаждения, составляют широкий спектр, включающий экспериментальные методы (получение отдельных быстрозакаленных микролитков - фольг для исследования структуры и свойств, например метод выстреливания капли расплава на теплопроводящую подложку, метод расплющивания капли расплава между медными пластинами) и методы опытно-промышленного, а также промышленного производства быстрозакаленных сплавов (распыление расплава, спиннингование и др.).

Технологические процессы распыления металлического расплава различаются по методу нагрева сплава (индукционный, электродуговой, электронный, лазерный, плазменный и др.), по виду силового воздействия на него при диспергировании (газовые и водяные струи, центробежные или магнитогидродинамические силы, воздействие ультразвука и т. д.), по типу среды для диспергирования (инертная, вакуум, восстановительная, окислительная).

Сущность получения металлических порошков из расплава заключается в нарушении сплошности его потока (струи или пленки) под действием различных источников возмущений с формированием дисперсных частиц.

В табл. 2.1 приведены обобщенные данные по основным методам быстрой закалки с использованием отечественной и зарубежной терминологии.

Выделяют три основных типа методов быстрой закалки расплава: распыление расплава (spray methods), закалка расплава на подложке (chill methods), закалка при оплавлении поверхности металла (weld methods). Развиваются также методы закалки из газовой фазы.

Таблица 2.1

**Общая схема классификации методов получения
быстрозакаленных сплавов
(методы быстрой закалки)**

| Скорость охлаждения, К/с | Тип метода | Характеристика метода | | Форма микрослитка | Размерные параметры микро-слитка |
|--------------------------|---|---|--|-------------------|----------------------------------|
| | | (общая) | (конкретная) | | |
| $10^2 - 10^4$ | 1 s p r a y m e t h o d s | Обычное распыление энергоносителем (экзогенное распыление), (nomal atomization) | <ul style="list-style-type: none"> • распыление струей газа (gas atomization); • распыление струей воды (water atomization) | сферическая | 30-1000 мкм |
| | | Распыление растворенным газом (эндогенное распыление) | • распыление в результате выделения в вакууме растворенного в расплаве газа (soluble gas atomization) | сферическая | |
| | | Центробежное распыление (centrifugal atomization) | <ul style="list-style-type: none"> • метод вращающегося электрода, ВЭП (REP-Rotating Electrode Process); • метод вращающегося электрода с плазменным нагревом, ВЭПП (PREP - Plasma Rotating Electrode Process); • центробежное распыление с электронно-лучевым нагревом, ЭЛВД (EBRP-Electron Beam Rotating Process) | сферическая | 60-400 мкм |

Таблица 2.1 (продолжение)

| Скорость охлаждения, К/с | Тип метода | Характеристика метода (общая) (конкретная) | Форма микрослитка | Размерные параметры микрослитка |
|-----------------------------------|----------------------------|---|--|---|
| 10 ⁴ - 10 ⁷ | 1 s p r a y | <p>Методы ускоренного затвердевания (RSR-Rapid Solidification Rate Process)</p> <ul style="list-style-type: none"> • центробежное распыление с принудительным конвективным охлаждением; • центробежное распыление с охлаждением на экраноотражателе; • высокодисперсное распыление (fine powder atomization) - ультразвуковой метод распыления | <p>сферическая</p> <p>чешуйки</p> <p>сферическая</p> | <p>10-100 мкм</p> <p>$d = 30-50$ мкм $L \sim 2$ мм ~ 30 мкм</p> |
| | 2 c h i l l | <p>Высокоскоростное затвердевание тонкой пленки расплава на теплопроводящей поверхности</p> <ul style="list-style-type: none"> • спиннингование расплава (chill-block melt spinning process); • экстракция расплава (melt extraction process); • метод плазменного напыления (plasma deposited coatings) | <p>лента, волокно, чешуйки</p> <p>-</p> | <p>$d = 25-100$ мкм</p> <p>толщина слоев до 5 мм</p> |
| 10 ⁶ – 10 ⁹ | 3 w e l d | <p>Поверхностное оплавление металла концентрированным потоком энергии</p> <ul style="list-style-type: none"> • электронное, лазерное, плазменное гляцевание (glazing) | - | <p>толщина слоя 6-200 мкм</p> |
| До 10 ¹⁴ | - | <p>Методы заделки из газовой фазы</p> <ul style="list-style-type: none"> • высокоскоростное ионно-плазменное напыление (триодное, магнетронное напыление); • высокоскоростное осаждение из газовой фазы | - | <p>толщина слоев до 5 мм</p> |

Применение быстрозакаленных сплавов осуществляется как в исходном состоянии в виде порошков, гранул, лент, волокон, так и в консолидированном (компактном) состоянии. В связи с этим технологические схемы изготовления изделий, полуфабрикатов широко варьируются: от применяемых в текстильной промышленности методов плетения до высокотехнологичных схем с использованием специального оборудования, обеспечивающего получение микрослитков различной дисперсности, формы, состояния поверхности, с последующей обработкой порошков, компактированием в массивное изделие, которые реализуются в металлургии гранул, ВЗР (высокоскоростная закалка расплава)- и РИБЗ (распыление и быстрая закалка расплава)- (RSR)-технологиях.

Высокие скорости охлаждения при получении быстрозакаленных сплавов достигают переходом от традиционного изготовления слитка, отливки с размерами (массой), соответствующими размерам (массе) изделия, к получению микрослитков (гранул, порошков или чешуек) путем диспергирования расплава, которые в дальнейшем обычно компактируют в массивное изделие или полуфабрикат.

Диспергирование расплавленного металла высокоскоростной струей сжатого газа или жидкости позволяет получать быстрозакаленные (распыленные) порошки. Процесс характеризуется сравнительно высокой производительностью, технологичностью, малыми затратами энергии.

В настоящее время методы распыления расплава используют для получения не только порошков железа, сталей и других сплавов на основе железа, но и порошков сплавов на основе алюминия, титана, никеля и др. Технологические схемы получения массивных изделий и полуфабрикатов из быстрозакаленных микрослитков включают в качестве основной операции - компактирование, которое может осуществляться по различным режимам, например в сочетании с различными операциями по предварительной обработке исходных гранул, лент, волокон, чешуек или порошков произвольной морфологии (сепарация, сортировка, нагартовка, дробление, размол, дегазация).

Основной эффект металлургии распыленных микрослитков (гранул) проявляется в значительном уменьшении размеров структурных составляющих. Размеры микрослитков при обычном распылении находятся в пределах 1000–200 мкм, скорости охлаждения 10^2 – 10^4 К/с, что соответствует грубодисперсным порошкам – гранулам, используемым в металлургии гранул.

Классификацию методов высокоскоростного охлаждения расплава проводят на основе анализа таких параметров, как скорость охлаждения, размер (масса) и форма микрослитка, дисперсность структуры, наличие метастабильных фаз, аморфного состояния. Нижняя граница скоростей охлаждения, определяющих переход к обычным процессам литья, соответствует $10-10^2$ К/с. Для большинства процессов обычного распыления расплава (normal atomization), обеспечивающих формирование гранул – микрослитков сферической формы диаметром 200–1000 мкм и массой 10–100 мг, скорости охлаждения составляют 10^2-10^4 К/с.

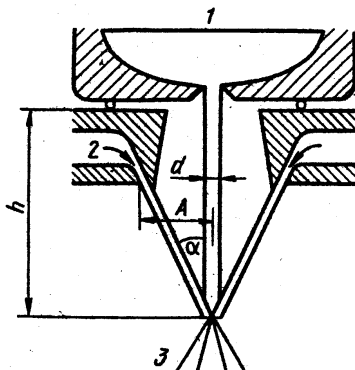
Более высокие скорости охлаждения 10^5-10^6 К/с достигают, применяя технологии сверхбыстрого (ускоренного) затвердевания (ВЗР- и РИБЗ-, RSR-процессы), в результате принудительного конвективного высокоскоростного охлаждения или охлаждения микрослитка на экране-отражателе, а также в результате высокодисперсного распыления (fine atomization).

Эффект формирования аномально-пересыщенных твердых растворов, метастабильных фаз и структурных составляющих проявляется в значительной степени при использовании методов сверхбыстрого затвердевания, при затвердевании расплава в виде ленты, волокна, чешуек на теплопроводящей поверхности или при поверхностном оплавлении металла концентрированными потоками энергии. В связи с развитием техники высокоскоростного ионно-плазменного напыления, высокоскоростного осаждения из газовой фазы, методы получения быстрозакаленных сплавов путем закалки из газовой фазы рассматриваются как перспективные. Методы закалки из газовой фазы обычно позволяют получить аморфные материалы с более высокой температурной стабильностью, чем при закалке из расплава. Сущность метода закалки из газовой фазы заключается в переводе компактного металла в парообразное состояние и последующей высокоскоростной конденсации паров на охлаждаемых теплоотводящих поверхностях (подложках).

2.2.1. Методы распыления высокоскоростным потоком газа

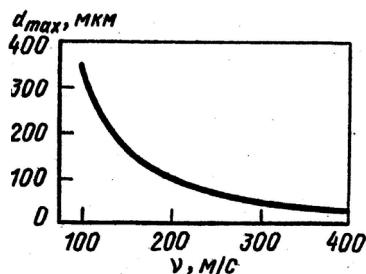
Методы применяются для получения порошков сплавов на основе железа, титана, меди. Инертный газ - аргон - используется при распылении никелевых и титановых жаропрочных сплавов, а также для других сильно окисляющихся металлов. Схема метода приведена на рис. 2.1.

Рис. 2.1. Схема метода газового распыления расплава (spray method): 1 – расплавленный металл; 2 – газ (распылительная среда); 3 – зона распыления (atomization zone); A , d , α , h – основные конструкционные параметры



Параметры: давление и скорость газового потока – $14 \cdot 10^5$ – $45 \cdot 10^5$ Па, 50–150 м/с соответственно; скорость охлаждения 10^2 К/с. Кристаллизация капель расплава происходит, в основном, в виде сферических гранул, однако возможно образование и частиц неправильной глобулярной формы. Размер гранул уменьшается с увеличением скорости газа (рис. 2.2).

Рис. 2.2. Зависимость максимального диаметра микрослитка от скорости распылительного газа для сплава IN100



Одним из недостатков метода газового распыления является наличие газовых пор в отдельных гранулах, образующихся в результате захлопывания газовых пузырьков в процессе распыления струи расплава.

Для распыления жаропрочных сплавов на никелевой основе предложен процесс распыления с использованием пневмоакустической распылительной форсунки, действующей как генератор ударных волн (рис. 2.3). В лабораторном и опытно-промышленном масштабах этим методом были получены порошки нержавеющей сталей, никелевых и кобальтовых жаропрочных сплавов.

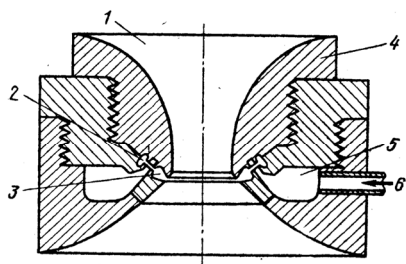


Рис. 2.3. Пневмоакустическая форсунка для ультразвукового распыления: 1 – отверстие для подачи расплава; 2 – резонансная полость; 3 – сопло; 4 – распылительная форсунка; 5 – кольцевая форсуночная камера; 6 – ввод газа

2.2.2. Метод распыления растворенным газом

Метод распыления растворенным газом (эндогенное газовое распыление) основан на предварительном насыщении расплава газом, например водородом под давлением $\sim 0,7$ МПа, при котором запасается значительная энергия ~ 420 Дж/моль, и при последующем вакуумировании происходит интенсивное кипение расплава с выделением растворенного газа и образованием дисперсных микрослитков (рис. 2.4).

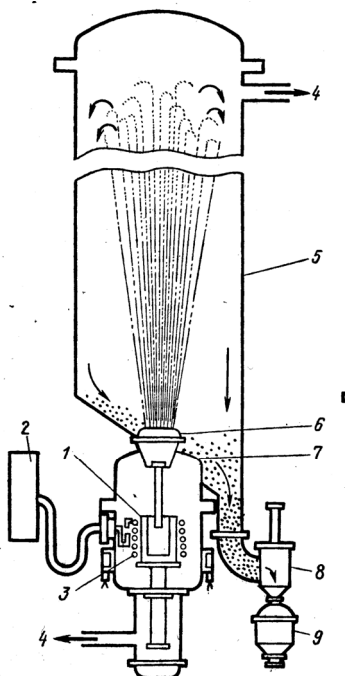


Рис. 2.4. Схема установки распыления растворенным газом: 1 – плавильный тигель; 2 – электропитание; 3 – индуктор; 4 – откачка вакуумным насосом; 5 – колонна сбора порошка; 6 – клапанное устройство; 7 – сосуд высокого давления; 8 – трубопровод для транспортировки порошка; 9 – сборник порошка

Количество энергии, высвобождающееся при выделении водорода в молекулярном виде, превышает энергию, необходимую для распыления расплава на микрослитки диаметром 25 мкм. Часть энергии расходуется на перегрев расплава, снижение поверхностного натяжения, облегчение процесса распыления. Охлаждение микрокапель расплава путем излучения требует длины пролета ~ 50 м. Возможность уменьшения размеров колонны промышленной установки для распыления ~ 1000 кг жаропрочного сплава за цикл до 20 м по высоте и 4 м в диаметре обусловлена эффектом конвективного и адиабатического охлаждения при выделении газа.

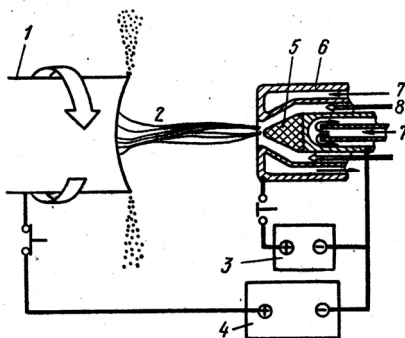
2.2.3. Центробежное распыление

Центробежное распыление (centrifugal atomization) представляет собой один из основных видов диспергирования расплава и получения быстрозакаленных порошков.

Распыление расплавленного металла осуществляется за счет действия центробежных сил. Отличительной особенностью центробежного распыления по сравнению с распылением газовым потоком является возможность осуществления процесса распыления в вакууме или инертной безобменной атмосфере, что обеспечивает выполнение более высоких требований к возможности окисления и загрязнению металла газовыми примесями. Существует два основных варианта центробежного распыления: центробежное распыление вращающегося электрода и центробежное распыление расплава.

В первом варианте центробежного распыления электрода распыляемый сплав в виде цилиндрического электрода приводится во вращение с высокой скоростью (рис. 2.5).

Рис. 2.5. Схема процесса (PREP) центробежного распыления электрода с дуговым плазмотроном: 1 – распыляемый вращающийся электрод; 2 – гелиевая дуговая плазма; 3 – электропитание коммутирующего дугового разрядника; 4 – электропитание дугового плазмотрона; 5 – водоохлаждаемый вольфрамовый электрод; 6 – водоохлаждаемое медное сопло; 7 – вода; 8 – гелий



Торец вращающегося со скоростью 2000–20000 об/мин электрода подвергается нагреву до оплавления электрической дугой, плазмотроном (рис. 2.5) или электронным лучом. Тонкий слой расплавленного металла (10–30 мкм) на оплавляемом торце под действием центробежных сил перемещается к его периферии и срывается с его кромки в виде частиц-капель преимущественно размером 100–200 мкм. Увеличение диаметра расходуемого электрода и скорости его вращения приводит к уменьшению размера частиц-капель. Кристаллизация капель в виде сферических гранул со скоростью охлаждения порядка 10^4 К/с происходит в атмосфере инертного газа.

Размеры гранул, скорость охлаждения регулируют, изменяя скорость вращения электрода, мощность теплового потока нагревателя, скорость потока инертного газа. Метод широко применяют для получения гранул жаропрочных никелевых, титановых сплавов с последующим компактированием в изделия или полуфабрикаты.

При обычных параметрах распыления жаропрочных никелевых сплавов ($n \sim 10000$ об/мин, диаметр электрода 75 мм) размеры гранул составляют 200–600 мкм, так что 75% гранул имеет диаметр 500 мкм, скорость охлаждения $\sim 10^2$ К/с.

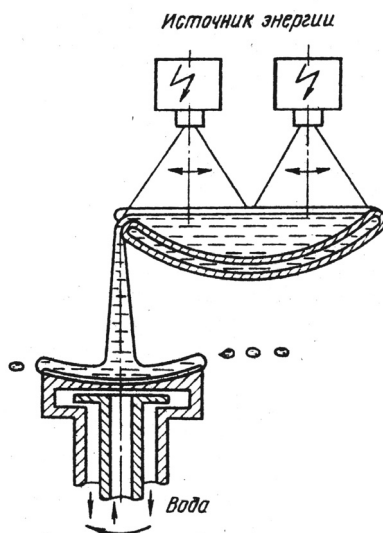
Во втором варианте центробежного распыления – методе центробежного распыления расплава – производится автономное (предварительное – вне зоны распыления) плавление в неподвижном тигле достаточно большого объема металла (рис. 2.6). Полученный расплав с заданной величиной перегрева подается в зону распыления, например на вращающийся с высокой скоростью разливочный тигель (разливочный диск – тарель). При попадании струи расплава на вращающийся со скоростью до 24000 об/мин диск на его вогнутой поверхности образуется пленка жидкого металла, от которой затем отрываются капли-частицы преимущественно размером менее 100 мкм и кристаллизуются в атмосфере инертного газа со скоростью 10^5 – 10^6 К/с.

Такая (двухступенчатая) схема центробежного распыления позволяет обеспечить необходимую обработку расплава перед распылением и устранить наследственную неоднородность металла.

Более дисперсные структуры формируются при скоростях охлаждения 10^5 – 10^6 К/с, что достигается при размерах гранул ~ 100 мкм (средне- и тонкодисперсные порошки) и при затвердевании микро-

слитков в виде чешуек, волокон в результате кратковременного контакта с быстродвижущейся металлической поверхностью.

Рис. 2.6. Метод центробежного распыления расплава с использованием вращающегося тигля (тарели)



В этих условиях преобладает эффект формирования anomalно пересыщенных твердых растворов и других метастабильных высокодисперсных фаз. Указанные структурно-фазовые состояния характерны для быстрозакаленных сплавов, получаемых по технологии РИБЗ (распыление и быстрая закалка) и ВЗР (высокоскоростное затвердевание расплава).

Предельным состоянием расплава, затвердевающего при скоростях охлаждения более 10^6 К/с, является аморфное (нанокристаллическое), достигаемое при условиях:

- затвердевания на металлической поверхности с максимально высокой скоростью теплоотвода;
- поверхностного оплавления металла концентрированными потоками энергии (лазерное, электронное, ионное, плазменное глянцевание);
- получения ультрадисперсных порошков размером ~ 100 нм специальными методами распыления.

2.2.4. Методы высокоскоростного затвердевания тонкой пленки расплава на теплопроводящей поверхности

Высокая скорость охлаждения, достигаемая этими методами (chill methods), обеспечивается интенсивным отводом тепла от тонкого слоя расплавленного металла, находящегося в контакте с теплопроводящей металлической подложкой (диском, барабаном). Формирование тонкой пленки расплава на поверхности вращающегося диска происходит в результате смачивания расплавом поверхности диска. Применение высоких скоростей вращения диска приводит к уменьшению толщины быстрозакаленной пленки до десятков микрометров.

При экстракции расплава по методу висящей капли (pendant drop melt extraction method – PDME) быстровращающийся диск приводится в соприкосновение с висящей каплей расплава (рис. 2.7), и в результате формируется тонкая лента или отдельные чешуйки в зависимости от рельефа поверхности диска.

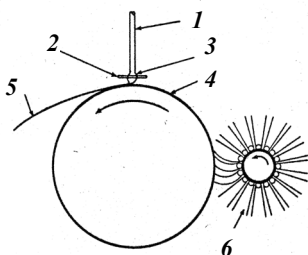


Рис. 2.7. Схема экстракции расплава по методу висящей капли: 1 – пруток исходного сплава; 2 – нагреватель; 3 – капля расплава; 4 – быстровращающийся барабан; 5 – тонкая лента быстрозакаленного сплава; 6 – щетка

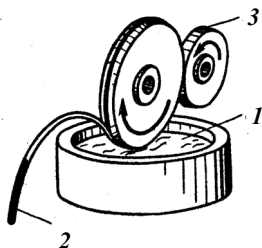


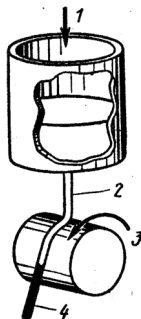
Рис. 2.8. Схема экстракции расплава из тигля: 1 – расплав; 2 – лента быстрозакаленного сплава; 3 – устройство для очистки диска

Экстракция расплава может осуществляться из тигля с расплавом в результате контакта вращающегося диска с поверхностью расплава (crucible melt extraction method) (рис. 2.8).

Метод ВЗР (высокоскоростное затвердевание расплава), относящийся к данному типу, основан на экстракции расплава теплопроводящим быстровращающимся (2000–5000 об/мин) диском, поверхность которого имеет насечку, определяющую форму быстрозакаленных частиц порошка. При контакте с расплавом сначала на кромке диска затвердевает некоторый слой металла, затем он выходит из расплава и охлаждается, после чего частица отделяется от кромки диска. Расплав затвердевает со скоростью охлаждения $\sim 10^6$ К/с в виде чешуек, толщина δ которых зависит от скорости вращения диска ($\delta = K_1 \cdot d/v^{1/2}$, где d – диаметр струи) и составляет десятки микрометров. В дальнейшем чешуйки используются для компактирования и получения изделий.

При спиннинговании (chill - block melt spinning process) (рис. 2.9) струя расплавленного металла под некоторым давлением, обеспечивающим оптимальные условия формирования струи, подается на поверхность быстровращающегося массивного металлического диска, обладающего высокой теплопроводностью (медь), что приводит к высокоскоростному затвердеванию расплава в виде волокна, тонкой ленты толщиной ~ 25 –100 мкм.

Рис. 2.9. Метод спиннингования расплава: 1 – избыточное давление инертного газа; 2 – струя жидкого металла; 3 – быстровращающийся закалочный барабан; 4 – лента быстрозакаленного сплава



Толщина плоского волокна (ленты) при спиннинговании обратно пропорциональна линейной скорости на поверхности закалочного барабана. Для получения порошка применяют размол ленты и волокна. Скорость охлаждения расплава при спиннинговании оценивается примерно в 20 – 30 раз выше, чем при экстракции расплава.

Методы высокоскоростного затвердевания тонкой пленки расплава на теплопроводящей поверхности (chill methods), экстракция, спиннингование, сплэттинг расплава характеризуются весьма ши-

роким разнообразием. В качестве примера можно привести метод быстрой закалки между двумя барабанами. Этот метод получения быстрозакаленных сплавов при затвердевании расплава между двумя быстровращающимися (~ 10000 об/мин) барабанами (twin roll quenching) в виде тонкой ленты ~ 50 мкм характеризуется кривой охлаждения металла, отличающейся от кривой охлаждения при спиннинговании меньшим временем контакта с подложкой (поверхностью барабана), что приводит к снижению скорости охлаждения на более ранней стадии по сравнению с методом спиннингования (рис. 2.10).

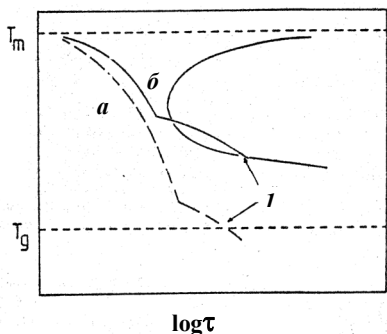


Рис. 2.10. Диаграмма кривых охлаждения для метода спиннингования (а) и метода закалки между двумя быстровращающимися барабанами (б) в сопоставлении с ТТТ-кривой начала кристаллизации: 1 – участки кривых, соответствующие охлаждению на воздухе (в атмосфере инертного газа); T_m – температура плавления; T_g – температура стеклования ($\eta \sim 10^{13}$ П)

При плавлении по традиционной технологии вакуумной индукционной плавки, осуществляемой в вакуумной индукционной печи с керамическим тиглем, такие химически активные металлы и сплавы, как титан, цирконий, интенсивно взаимодействуют с материалом тигля, а для плавки таких тугоплавких металлов, как Nb, Ta и др., керамические тигли непригодны. Особенно активно взаимодействие протекает при увеличении площади контакта расплава с материалом тигля, например при распылении расплава.

2.2.5. Методы получения порошков быстрозакаленных сплавов без контакта расплава с керамикой

Для преодоления «керамической» проблемы при производстве быстрозакаленных сплавов на основе химически активных и тугоплавких металлов используется оборудование для плавления и система распыления, исключаящие контакт расплава с керамикой. Сравнительно недавно были разработаны такие устройства, кото-

рые позволяют плавить и распылять химически активные, тугоплавкие металлы и сплавы без использования керамических материалов.

Исключительно чистые порошки быстрозакаленных сплавов востребованы при производстве изделий ракетно-космической, авиационной промышленности, для МИМ-технологии и др. Характерной особенностью таких быстрозакаленных порошков являются уникальные механические и физико-химические свойства, обусловленные эффектом быстрой закалки.

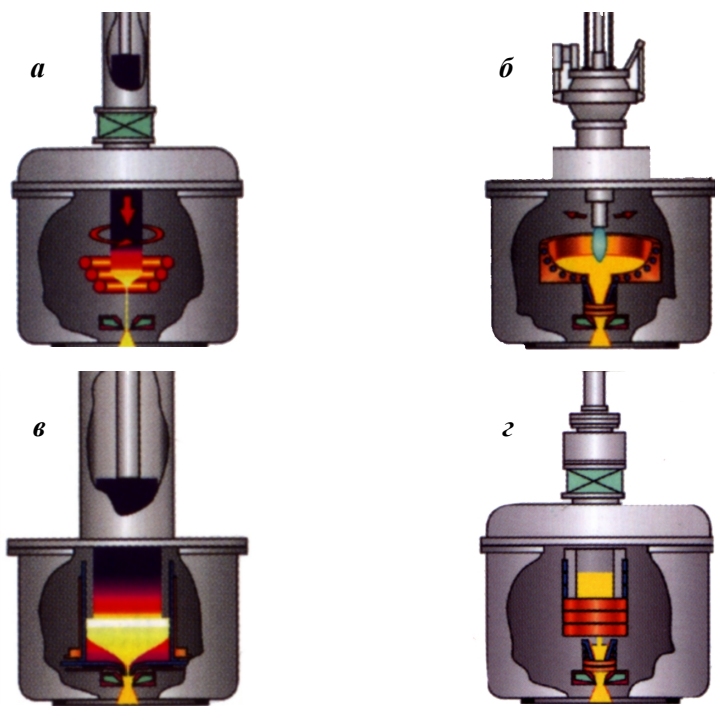


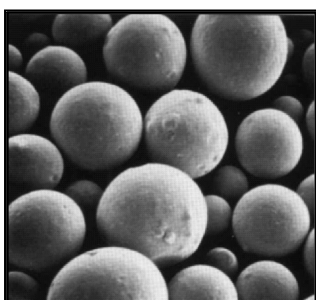
Рис. 2.11. Схема методов получения порошков быстрозакаленных сплавов без контакта расплава с керамикой: бестигельное индукционное оплавление расходующего электрода и последующее газовое распыление расплава (EIGA-процесс) (а); плавление в медном водоохлаждаемом тигле – PIGA-процесс (б), ESR-CIG-процесс (в), VIGA-CC-процесс (з)

В настоящее время разработан метод, обеспечивающий бестигельное индукционное оплавление электрода распыляемого сплава

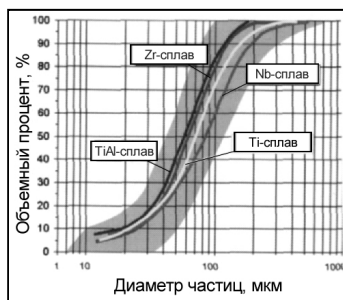
(EIGA-процесс), а также методы на основе использования водоохлаждаемого «холодного» медного тигля с применением плазменного нагрева (PIGA-процесс), электрошлакового плавления (ESR-CIG-процесс) и индукционного нагрева (VIGA-CC-процесс), обеспечивающие возможность плавления химически активных и тугоплавких металлов и сплавов без контакта с керамикой (рис. 2.11).

Отсутствие керамических материалов обеспечивает высокую чистоту и качество металла. Распыление расплава в случае применения процессов PIGA, ESR-CIG, VIGA-CC осуществляется с помощью CIG-устройств (Cold wall Induction Guiding), представляющих собой индуктивно подогреваемые сопловые системы, которые направляют расплавленный металл непосредственно в зону газового распыления, исключая контакт с керамикой. Высокочистые порошки получают при распылении расплава, например аргоном, гелием, азотом в высокочистой атмосфере (рис. 2.12).

Рассматриваемые методы могут обеспечивать более высокую дисперсность микрослитков – гранул, чем метод центробежного распыления вращающегося электрода (PREP). Преимущества рассматриваемой технологии получения быстрозакаленных порошков заключаются также в оперативной гибкости, высокой эффективности сепарации и очистки с использованием циклонной системы, легкости осмотра, очистки и ремонта оборудования.



а



б

Рис. 2.12. Форма (а) и распределение по размерам (б) частиц порошков быстрозакаленных сплавов, полученных методом газового распыления расплава при индукционном оплавлении электрода (EIGA 50)

2.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

2.3.1. Оборудование, приборы и материалы

В работе используются:

- установка «Кристалл-702» для получения быстрозакаленных лент;
- исходные материалы в виде слитков для получения быстрозакаленных сплавов;
- образцы слитков;
- металлографический микроскоп;
- коллекция микрошлифов быстрозакаленных дент;
- снимки РЭМ и данные микрорентгеноспектрального анализа.

2.3.2. Содержание и порядок выполнения работы

В работе студенты изучают установку «Кристалл-702» для получения быстрозакаленных сплавов, основные узлы установки, порядок подготовки исходных веществ в виде слитков, проведение процесса плавки и ее основные параметры, металлографические образцы быстрозакаленных сплавов; используют результаты металлографического, микрорентгеноспектрального анализа и растровой электронной микроскопии для описания структуры быстрозакаленных сплавов и определения эффектов быстрой закалки.

Образцы быстрозакаленных сплавов на основе меди и никеля, титана для проведения металлографических исследований, анализа структурной и химической неоднородности представлены в виде коллекции микрошлифов, а также исходных образцов быстрозакаленных лент.

В работе изучаются металлографические образцы, полученные стандартным методом приготовления образцов, используются результаты металлографического, микрорентгеноспектрального анализа и растровой электронной микроскопии.

Студентами рассматриваются и изучаются следующие методики получения и исследования образцов:

- методика получения быстрозакаленных сплавов на установке «Кристалл-702»;
- методика подготовки исходного слитка;

- методика вакуумной индукционной плавки исходного слитка и последующей быстрой заковки расплава;
 - металлографический анализ структуры быстрозакаленных сплавов, методика приготовления микро- и макрошлифов;
 - методика определения основных эффектов быстрой заковки с использованием результатов металлографии, растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа.
- Работа состоит из пяти заданий.

Задание 1. Ознакомление с устройством установки «Кристалл-702» для получения быстрозакаленных сплавов

Опытно-промышленная установка для спиннингования «Кристалл-702» применяется для получения быстрозакаленных сплавов различного назначения, например быстрозакаленных припоев, позволяет достигать скорости охлаждения $10^5 \div 10^6$ К/с (рис. 2.13).

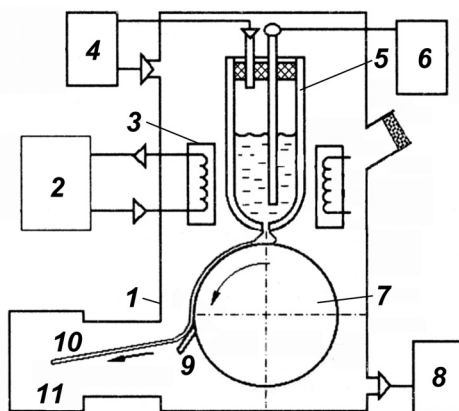


Рис. 2.13. Схема установки «Кристалл-702» для получения быстрозакаленных сплавов методом спиннингования: 1 – корпус установки; 2 – высокочастотный генератор; 3 – индуктор; 4 – система подачи инертного газа; 5 – тигель с расплавом; 6 – система контроля температуры расплава; 7 – медный закалочный диск; 8 – система вакуумной откачки; 9 – лентосъемник; 10 – лента быстрозакаленного сплава; 11 – лентоприемник

Основные технические характеристики установки «Кристалл-702» следующие: масса плавки, осуществляемой индукционным способом - до 1 кг, мощность - 40 кВт, частота - 1,76 МГц, линейная скорость по окружности медного диска - до 40 м/с, масса диска - 50 кг, рабочая среда - вакуум, аргон. Следует отметить, что существенное влияние на формирование быстрозакаленной ленты оказывает, в частности, расстояние наконечника сопла тигля с расплавом от поверхности закалочного диска. При расстоянии, примерно равном толщине ленты, реализуется *метод плоской струи*, являющийся разновидностью спиннингования.

При спиннинговании интерметаллидных сплавов системы Ti-Al затвердевание происходит в виде ленты (чешуек) толщиной ~ 100 мкм. Образование на свободной поверхности чешуек структуры ячеистых дендритов размером ~ 30 мкм (рис. 2.14) свидетельствует о протекании процесса кристаллизации с формированием высокодисперсной структуры.

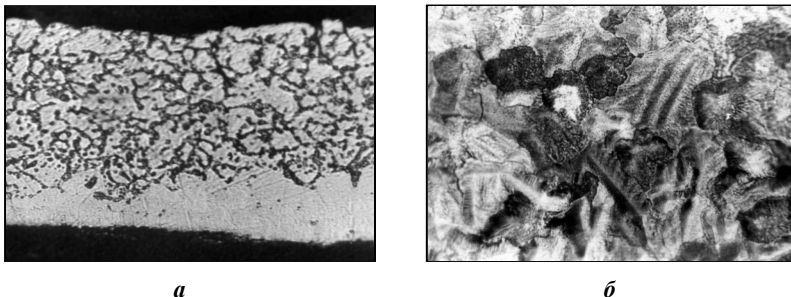


Рис. 2.14. Структура быстрозакаленного интерметаллидного сплава Ti48Al, полученного методом спиннингования: *а* – микроструктура в перпендикулярном сечении, снизу поверхность контакта с медным диском; *б* – топография свободной поверхности ленты (чешуйки); $\times 300$

Задание 2. Методика подготовки исходного слитка

Подготовка исходного слитка для получения быстрозакаленного сплава состоит в выплавке слитка оптимальной массы заданного состава, высокой однородности структуры и химического состава, что достигается с использованием установки индукционной плавильной вакуумной УИПВ-63-10-0,01 (лабораторная работа «Вакуумная индукционная плавка»).

Применение указанной установки позволяет получать сплавы с высокой точностью и однородностью химического состава, что обусловлено низкой величиной угара элементов и интенсивным перемешиванием расплава. В индукционной печи можно получить высокопрочные и жаропрочные сплавы, коррозионно-стойкие жаропрочные стали. Индукционные печные агрегаты имеют высокий КПД и относительно низкий расход электроэнергии.

Для экспериментальных составов слитков небольшой массы (100–200 г) применяется вакуумная дуговая плавка с использованием лабораторной дуговой печи МИФИ-9.

В данном задании студенты изучают и практически выполняют следующее:

- оптимальный выбор слитков.
- подготовку слитков к проведению плавки и последующей быстрой закалки.

Задание 3. Проведение вакуумной индукционной плавки и последующей быстрой закалки расплава

Основные этапы процесса вакуумной индукционной плавки на установке «Кристалл-702». Система вакуумирования включает комбинацию из механических и паромасляных насосов. Вакуумирование камер плавления и лентоприемника, а также шлюзовой камеры может происходить независимо. Устройство для заполнения инертным газом позволяет осуществить быструю продувку плавильной, а также камеры лентоприемника для осуществления процесса плавки и последующей быстрой закалки расплава.

Кварцевый тигель может загружаться компонентами сплава или в виде предварительно выплавленного слитка сплава. Расплавление происходит по принципу индуктивного нагрева. Плавильным сосудом является расположенный внутри цилиндрического индуктора тигель из кварца. Температура измеряется при помощи термoeле-мента, который погружается в расплав, а также с помощью пирометра.

Быстрая закалка расплава осуществляется методом спиннингования расплава и «выстреливанием» быстрозакаленной ленты в течение нескольких секунд в лентоприемник.

Задание 4. Металлографический анализ структуры быстрозакаленных сплавов (из коллекции) и определение эффектов быстрой закалки с использованием результатов металлографии, растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа

Выбор образцов быстрозакаленных сплавов проводится преподавателем.

Проведение металлографического анализа структуры образцов коллекции сплавов на основе меди, никеля, титана осуществляется с использованием металлографического микроскопа, данных по растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа.

1. Описание микроструктуры образца и эффектов быстрой закалки.

По результатам изучения образцов на микроскопе и снимкам студент приводит описание микроструктуры и зарисовывает ее в отчете, при этом выделяется наличие зерен (кристаллитов, дендритов) или их отсутствие. Осуществляется оценка размеров зерен, находятся их расположение по толщине ленты и расстояния между вторичными осями.

2. Оценка гомогенности состава.

По данным микрорентгеноспектрального анализа определяется содержание (концентрация) легирующего элемента в различных участках образца.

3. Анализ диаграммы состояния и оценка склонности к аморфизации.

Диаграммы состояния сплавов анализируются с целью обоснования СФС образцов, определения коэффициента распределения и склонности к аморфизации.

2.4. ФОРМА РАБОЧЕГО ЖУРНАЛА (ОТЧЕТ)

Отчет по работе оформляется на специальных бланках (см. приложение), где необходимо сделать следующее:

- указать персональные данные студента (полностью Ф.И.О.), группу, дату проведения работы;
- привести методику выбора оптимального состава сплава;

- описать порядок подготовки слитка для проведения быстрой закалки;
- изложить порядок проведения индукционной плавки и последующей быстрой закалки расплава, ее основные параметры;
- зарисовать и дать характеристику структуры образца быстро-закаленного сплава;
- дать оценку эффектов быстрой закалки и изложить порядок определения размерного параметра дендритной структуры;
- дать характеристику диаграммы состояния и оценить склонность к аморфизации выбранного сплава.

2.5. ПРАКТИЧЕСКИЕ НАВЫКИ СТУДЕНТА ПО ВЫПОЛНЯЕМОЙ РАБОТЕ

В процессе выполнения лабораторной работы студент осваивает практические лаборантские приемы по проведению в лабораторных условиях процесса вакуумной индукционной плавки и последующей быстрой закалки; оптимальному выбору сплава, анализу структуры быстрозакаленного сплава; приобретает инженерные навыки определения основных параметров плавки, последующей быстрой закалки, структуры быстрозакаленного сплава и математической обработки результатов эксперимента.

2.6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

Вопросы входного контроля

1. Перечислите основные типы методов быстрой закалки расплава при получении современных быстрозакаленных сплавов.
2. Приведите примеры схем быстрой закалки расплава при использовании металлургии гранул, ВЗР- и РИБЗ- (RSR) технологий.
3. Назовите основные эффекты быстрой закалки.
4. Что представляет собой быстрая закалка расплава?

Вопросы при сдаче работы

1. Перечислите основные эффекты быстрой закалки, определяющие уникальные свойства быстрозакаленных сплавов.

2. Опишите устройство установки «Кристалл-702».
3. Перечислите основные технологические процессы распыления металлического расплава при получении быстрозакаленных порошков.
4. Укажите основной эффект металлургии распыленных микрослитков (гранул).
5. В чем состоит эффект формирования аномально-пересыщенных твердых растворов?
6. Приведите критерии классификации методов высокоскоростного охлаждения расплава.
7. Укажите сущность метода закалки из газовой фазы.
8. Рассмотрите преимущества и недостатки метода распыления расплава высокоскоростной струей газа.
9. Рассмотрите преимущества и недостатки метода центробежного распыления расплава.
10. Какие факторы определяют склонность расплава к аморфизации?
11. Что представляет собой критическая скорость охлаждения при быстрой закалке расплава?
12. Какие скорости охлаждения характерны для распыления расплава струей газа, центробежного распыления, метода экстракции и спиннингования?
13. В чем сущность гранульной, ВЗР-, РИБЗ-технологий получения быстрозакаленных сплавов?
14. Перечислите способы преодоления «керамической» проблемы при производстве быстрозакаленных сплавов на основе химически активных и тугоплавких металлов.
15. Какие порошки быстрозакаленных сплавов получают в промышленном масштабе?
16. Рассмотрите типы опытно-промышленных методов получения быстрозакаленных сплавов, их преимущества и недостатки.

РАБОТА 3. ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

3.1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Ознакомление с теоретическими основами порошковой металлургии, методами получения и анализа металлических порошков, с процессами их прессования (уплотнения) и спекания. Проведение прессования быстрозакаленных порошков на установке ИИС-МЭФС с записью диаграммы нагружения.

3.2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

3.2.1. Характеристика метода порошковой металлургии

Порошковая металлургия представляет собой область науки и техники, связанная с производством металлических порошков, их смесей с неметаллическими порошками и компактных изделий из них. Метод порошковой металлургии наряду с методом традиционной технологии получения изделий из металлов и сплавов с применением выплавки слитка, обработки его давлением и последующих термических, термомеханических и механических обработок является основной технологией изготовления широкого спектра изделий в современной промышленности.

Широкое применение порошковой металлургии в машиностроении позволяет достигнуть большой экономии материалов, энергии и трудовых затрат по сравнению с традиционной металлургией выплавки слитков и последующего передела.

Исторически применение порошковой металлургии было обусловлено именно осуществлением технологического процесса получения изделия при температурах менее высоких, чем температура плавления материала. Обычная схема порошковой металлургии включает получение порошков при извлечении металлов из руды, например восстановлением порошка оксида молибдена водородом, последующее прессование для получения прессовки и спекание. В связи с отсутствием промышленных источников интенсивного нагрева (печей), например с использованием индукционного, электродугового, электронно-лучевого и других способов нагрева, получение изделий из тугоплавких металлов осуществлялось единственно возможным методом порошковой металлургии.

В настоящее время важным направлением развития порошковой металлургии является достижение более высокого уровня (уникальных) механических, физико-химических свойств материалов и изделий за счет использования быстрозакаленных аморфных, нанокристаллических, квазикристаллических, микрокристаллических порошков. Интенсивное развитие разнообразных методов получения порошков, обладающих уникальными свойствами, осуществляется на основе применения новых механических и физико-химических способов, включая высокоскоростное распыление расплава при получении быстрозакаленных порошков, а также методов газовой металлургии и др.

Существенное значение при этом приобретает разработка новых методов консолидации порошков, позволяющих в значительной мере сохранить в компактном изделии структурно-фазовое состояние, характерное для быстрозакаленных порошков в результате реализации эффектов быстрой закалки при их получении. Совершенствуются такие методы горячего изостатического прессования и импульсные технологии консолидации порошков, как спарк-плазменное спекание и высоковольтная импульсная консолидация порошков.

Перспективными направлениями порошковой металлургии являются такие экспериментальные и опытно-промышленные технологии получения высокоточных изделий сложной конфигурации или достаточно большой массы сложного состава, как методы послойного (селективного) наращивания, 3-печать, оспрей-метод, МИМ-технология.

В промышленном масштабе методом порошковой металлургии с использованием быстрозакаленных порошков (гранул) – методом гранулярной металлургии получают быстрорежущие стали и твердые сплавы с высокодисперсной структурой, которые значительно превосходят по уровню служебных свойств изделия, полученные методом традиционной металлургии с выплавкой слитка и последующей обработкой давлением.

Быстрозакаленные ультрадисперсные порошки обладают уникальными свойствами. Из них изготавливают конструкционные материалы, имеющие повышенную жаропрочность и жаростойкость, особые электрические, магнитные и другие свойства; высокоактивные катализаторы и аноды источников тока; вводят их в высококалорийное топливо; используют для получения новых лакокрасочных и пиротехнических составов; наносят в качестве покрытия.

Использование метода порошковой металлургии при механической обработке литых изделий позволяет экономить (по сравнению с обработкой резанием) до одной четверти материалов. Поэтому развитию и внедрению порошковой металлургии уделяется все возрастающее внимание.

Успехи порошковой технологии в значительной мере определяют прогресс в разработке новых конструкционных материалов и функциональных материалов из тугоплавких соединений (оксидов, нитридов, карбидов и т. д.), различных композиционных материалов и изделий из углерода. В настоящее время методом порошковой металлургии изготавливаются такие ответственные детали, как рабочие диски газовых турбин, работающие длительное время в потоке горячих газов при температурах ~ 1100 °С.

3.2.2. Основы порошковой металлургии

Важнейшими технологическими процессами традиционной порошковой металлургии являются: получение порошков, их обработка и подготовка, формовка (прессование), спекание порошков, контроль готовых изделий. В последние годы интенсивно развивается порошковая металлургия быстрозакаленных (распыленных) порошков с высокодисперсной (ультрадисперсной) или аморфной структурой, компактирование которых осуществляется методами горячего прессования, в том числе изостатического. Полученные по новой (гранульной) технологии изделия обладают уникальными свойствами.

Получение порошков. Разработано большое количество различных способов получения порошков металлов, сплавов и тугоплавких соединений, используемых в порошковой металлургии.

К основным из них относятся следующие:

- размол твердых материалов в шаровых и вибрационных мельницах;
- самоизмельчение твердых материалов в вихревых и струйных мельницах;
- методы распыления расплава с формированием быстрозакаленных порошков, в том числе:
 - экзогенное и эндогенное газовое распыление расплавов;
 - центробежное распыление быстровращающегося электрода и расплава;

- гранулирование сплавов в воде;
- сублимация и конденсация в вакууме;
- высокоскоростное осаждение из паровой фазы;
- получение из газовой фазы (пиролиз, восстановление водородом, транспортные реакции);
 - восстановление оксидов водородом, оксидом углерода и металлами;
 - электролиз расплавленных солей или водных растворов.

Процессы распыления металлического расплава классифицируют по способу нагрева сплава (индукционный, электродуговой, плазменный и др.); по типу среды, применяемой при диспергировании (инертная, вакуум, восстановительная); по виду силового воздействия на расплав при диспергировании (газовые и водяные струи, центробежные или магнитогидродинамические силы, воздействие ультразвука и др.).

Основной эффект металлургии распыленных микрослитков (гранул) проявляется в значительном уменьшении размеров структурных составляющих. Размеры микрослитков при обычном распылении находятся в пределах 1000–200 мкм, скорости охлаждения 10^2 – 10^4 К/с, что соответствует грубодисперсным порошкам – гранулам, используемым в металлургии гранул.

Классификацию методов высокоскоростного охлаждения расплава проводят на основе анализа таких параметров, как скорость охлаждения, размер (масса) и форма микрослитка, дисперсность структуры, наличие метастабильных фаз, аморфного состояния. Нижняя граница скоростей охлаждения, определяющих переход к обычным процессам литья, соответствует 10^0 – 10^2 К/с.

Для большинства процессов обычного распыления расплава (normal atomization), обеспечивающих формирование гранул – микрослитков сферической формы диаметром 200–1000 мкм и массой 10–100 мг при скоростях охлаждения 10^2 – 10^4 К/с, более высокие скорости охлаждения 10^5 – 10^6 К/с достигают, применяя технологии сверхбыстрого (ускоренного) затвердевания (ВЗР- и РИБЗ-, RSR-процессы), в результате принудительного конвективного высокоскоростного охлаждения или охлаждения микрослитка на экранные-отражателе, а также в результате высокодисперсного распыления (fine atomization).

В связи с развитием техники высокоскоростного ионно-плазменного напыления, высокоскоростного осаждения из газовой фазы методы получения быстрозакаленных порошков путем закалки из газовой фазы рассматриваются как перспективные.

Методы распыления высокоскоростным потоком газа применяются для получения порошков сплавов на основе железа, титана, меди. Инертный газ – аргон - используется при распылении никелевых и титановых жаропрочных сплавов, а также для других сильно окисляющихся металлов.

Параметры: давление и скорость газового потока $14 \cdot 10^5$ – $45 \cdot 10^5$ Па, 50–150 м/с соответственно; скорость охлаждения 10^2 К/с. Кристаллизация капель расплава происходит, в основном, в виде сферических гранул, однако возможно образование и частиц неправильной глобулярной формы. Размер гранул уменьшается с увеличением скорости газа.

Центробежное распыление (*centrifugal atomization*) представляет собой один из основных видов диспергирования расплава и получения быстрозакаленных порошков.

Распыление расплавленного металла осуществляется за счет действия центробежных сил. Отличительной особенностью центробежного распыления по сравнению с распылением газовым потоком является возможность осуществления процесса распыления в вакууме или в инертной безобменной атмосфере, что обеспечивает выполнение более высоких требований к возможности окисления и загрязнению металла газовыми примесями. Применяется два основных варианта центробежного распыления: центробежное распыление вращающегося электрода и центробежное распыление расплава.

Центробежное распыление электрода заключается в распылении цилиндрического электрода, вращающегося с высокой скоростью, торец которого оплавляется плазмотроном. При этом формируются быстрозакаленные порошки (гранулы) сферической формы в результате затвердевания при разлете капель расплава в инертной атмосфере.

Центробежное распыления расплава характеризуется плавлением достаточно большого объема металла в автономном тигле. Полученный расплав подается в зону распыления на вращающийся с высокой скоростью разливочный тигель. Двухступенчатая схема

центробежного распыления обеспечивает обработку расплава перед распылением, что способствует снижению наследственной неоднородности сплава.

Быстрозакаленные порошки в виде чешуек, волокон в результате кратковременного контакта с быстродвижущейся металлической поверхностью получают по технологии РИБЗ (распыление и быстрая закалка) и ВЗР (высокоскоростное затвердевание расплава).

Аморфные (нанокристаллические) порошки при затвердевании со скоростями охлаждения более 10^6 К/с получают при затвердевании на металлической подложке; в результате поверхностного оплавления металла концентрированными потоками энергии; при специальных методах распыления ультрадисперсных порошков размером ~ 100 нм.

В качестве примера рассмотрим основные параметры получения гранул жаропрочных сплавов на основе титана методом центробежного распыления вращающегося электрода в инертной атмосфере на установке ВГУ.

Дисперсность получаемых гранул 100–500 мкм в зависимости от скорости вращения оплавляемого электрода при разбросе по гранулометрическому составу 10%. Возможно получение гранул диаметром 50 мкм и менее.

Выход сферических гранул составляет 100%, а их «набивная плотность» (плотность после виброуплотнения) - 65%.

Размеры вращающегося электрода: диаметр 50 или 75 мм, длина 100-500 мм; размеры приводных валков: диаметр 150 мм, длина 800 мм; размеры камеры распыления: диаметр 2000 мм, ширина 250 мм; источник нагрева: плазмотрон, ток 1200 А, напряжение 35 В; рабочая среда - инертный газ (гелий); скорость вращения электрода до 15000 об/мин; при длительной непрерывной работе предусмотрено принудительное охлаждение гелия и увеличение его давления.

Основная характеристика порошков – их гранулометрический состав. В традиционной порошковой металлургии размер частиц порошка колеблется в пределах от 40 до 400 мкм. С увеличением дисперсности порошка вырастает его удельная поверхность (табл. 3.1) и поверхностная активность.

Таблица 3.1

Зависимость удельной поверхности порошка от фракционного состава

| Фракция, мкм | 250–300 | 150–200 | 100–150 | 40–100 | 40 |
|---|---------|---------|---------|--------|------|
| Удельная поверхность, м ² /г | 0,08 | 0,14 | 0,16 | 0,17 | 0,32 |

Одновременно с увеличением удельной поверхности при диспергировании материалов резко возрастает дефектность их структуры, что определяет высокую общую избыточную поверхностную энергию порошков и увеличивает склонность порошков к спеканию.

Подготовка порошков к формованию. Практически во всех случаях порошки перед использованием требуют дополнительной обработки после процесса диспергирования. В частности, при необходимости проводятся процессы рафинирования порошков с целью удаления избыточного количества примесей, имеющих после диспергирования, а также отжиг для уменьшения твердости порошков.

При подготовке металлических порошков к компактированию особое внимание уделяется контролю качества порошка и устранению дефектов, встречающихся в порошках металлов и сплавов.

Выделяют три основные группы дефектов: инородные включения – керамические или металлические, пористость, особо мелкие (пылевые) фракции с повышенным содержанием кислорода.

Образование этих дефектов связано с процессами получения порошка, например плавления, распыления, операциями транспортировки и перегрузки порошков.

Керамические частицы Al_2O_3 , Cr_2O_3 , SiO_2 попадают от футеровки плавильных тиглей при газовом распылении аргоном, например никелевых жаропрочных сплавов. Инородные частицы вольфрама встречаются в порошках, полученных методом центробежного распыления электрода, оплаваемого электрической дугой, в результате эрозии нерасходуемого вольфрамового электрода. Операции транспортировки и перегрузки порошков сопровождаются со-

прикосновением с различными поверхностями, что приводит к дополнительному загрязнению.

Газовая (чаще всего аргоновая) пористость наблюдается преимущественно в порошках, полученных газовым распылением, в частицах – гранулах крупных фракций (диаметром больше 100 мкм), при меньших размерах – гранулы абсолютно плотные. Вакуумное распыление имеет аналогичную зависимость пористости от диаметра гранул. При центробежном распылении формируется плотная структура гранул независимо от диаметра.

Следует отметить, что концентрация указанных выше дефектов порошков быстрозакаленных сплавов весьма низкая: 1 частица примеси (дефект) на 10^7 частиц сплава (1 включение на 10 см^3 компактного металла), поэтому они не могут быть определены химическим анализом, и существует проблема их обнаружения. Применяют следующие способы выявления дефектов: повышение концентрации включений путем «отмучивания» порошка (отмывания бездефектного) в струе жидкости, определения концентрации неметаллических частиц при расплавлении образца. Газовую пористость определяют по количеству «захваченного» аргона, измеряя давление аргона при расплавлении образца или при нагреве до $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ (по уменьшению плотности компакта).

При подготовке порошков к компактированию применяют следующие методы устранения дефектов:

- удаление особо мелкой, пылевидной фракции с повышенным содержанием кислорода газовым сепаратором, в котором навстречу движущемуся под действием собственного веса порошку подается инертный газ, в результате чего пылевидная фракция выносятся газовым потоком и улавливается в фильтре (циклоне);

- электростатическая сепарация, обеспечивающая отделение неметаллических частиц при обдуве ионизированным газом металлического барабана, на который подается порошок, в результате избирательного притяжения неметаллических частиц к барабану;

- разделение частиц по их баллистическим свойствам в зависимости от размера и массы (более легкие керамические и полые частицы отсеиваются в один сборник с частицами наиболее тонкой фракции порошка), осуществляемое в результате воздействия ламинарной струи аргона перпендикулярно направлению падения частиц порошка.

Классификация представляет собой технологическую операцию разделения порошка по размерам частиц на фракции (фракционирование), используемые затем либо непосредственно для формования, либо для составления смеси, содержащей требуемый процент частиц нужного размера. При этом некоторые фракции порошка могут оказаться непригодными для прямого использования, поэтому их подвергают какой-либо дополнительной обработке (укрупнению в случае мелких фракций или размолу в случае крупных) или отбрасывают.

Фракционирование порошка проводят обычно в аппаратах, применяемых в химическом и обогащительном производстве как операции просеивания на разделяющей поверхности (рассев, отсеивание и др.), гидравлической классификации в подвижной или неподвижной жидкой среде, сухой классификации в газовых потоках. Чаще всего в порошковой металлургии применяют ситовую классификацию порошков с использованием различных типов сит, основными из которых являются механические сита с электромагнитным или рычажным вибратором, сетки аналогичны тем, которые применяют в ситовом анализе порошков.

Классификацию порошков с размером частиц менее 40 мкм проводят в воздушных сепараторах (пневмосортировках), высаживающих твердые частицы из несущего газового потока под действием силы тяжести. В воздушно-проходном сепараторе разделяемый материал в потоке газа поступает в кольцевое пространство, в котором скорость воздушного потока снижается в несколько раз и наиболее крупные частицы под действием силы тяжести выпадают из него и удаляются через патрубок. Воздушный поток далее проходит через тангенциально установленные лопатки, приобретая вращательное движение; в этот момент оставшиеся в нем более крупные частицы под действием центробежной силы отбрасываются на стенки конического корпуса сепаратора, опускаются по ним и выводятся через другой патрубок. Газовый поток с мелкими частицами поступает в циклон, где они и выделяются из него.

Весьма эффективными аппаратами для разделения являются циклоны-сепараторы, конструкция которых проста, а производительность вполне достаточна. В корпус циклона по касательной к окружности (тангенциально) вводят газовый поток, содержащий твердые частицы, который приобретает вращательное движение.

На каждую порошинку действует сила тяжести, увлекающая ее вниз, и центробежная сила, выталкивающая ее в радиальном направлении, а также сила давления газового потока, заставляющая ее двигаться по окружности. В итоге твердые частицы движутся по спирали и, достигнув стенки корпуса, перемещаются по его конусу к выпускному штуцеру. Мелкие частицы газом выносятся из циклона и могут быть выделены в следующем циклоне. Работу воздушных сепараторов регулируют изменением скорости газового потока.

Расширяется применение для разделения порошков на фракции воздушно-центробежных классификаторов.

Дегазация порошков осуществляется методами статической и динамической горячей дегазации. Горячая статическая дегазация является составной частью операции «капсулирования» порошка перед горячим (изостатическим) прессованием и заключается в нагреве при разрежении 0,1 МПа. При использовании больших масс порошка для увеличения скорости диффузионного удаления молекул газа применяют пересыпание порошка по наклонной плоскости при загрузке в капсулу. Электродинамическая дегазация применяется для повышения эффективности удаления десорбированного газа – аргона – путем ионизации и ускорения в электрическом поле между ионизатором и сеткой. Разряд ионов аргона происходит на заземленной сетке, и далее, продолжая движение, атомы аргона попадают в вакуумный насос и откачиваются.

Фракционирование порошков по размеру частиц проводится также, потому что установлено, что лучше всего формуется и спекаются порошки с определенным соотношением порошков различных фракций.

Наконец, на стадии подготовки в порошок могут быть введены смазывающие и связующие вещества, способствующие улучшению процесса формования.

Классификацию (фракционирование) крупных (> 40 мкм) порошков производят преимущественно путем просеивания на ситах, а в случае мелких порошков для этой цели применяют процессы воздушной и жидкостной сепарации.

Процессы рафинирования и отжига порошков часто сводят к единому процессу рафинировочного отжига, который, как правило,

проводят в атмосфере водорода при температурах, приведенных в табл. 3.2.

Таблица 3.2

Температуры отжига некоторых металлических порошков

| Металлы | Co | Fe | Ni | Mo | W |
|------------------------------------|---------|-----|---------|---------|----------|
| $T_{\text{отжиг}}, ^\circ\text{C}$ | 600–700 | 700 | 600–700 | 750–800 | 900–1000 |

Для смазки порошков в процессе формования используют твердые кислоты (стеариновую, бензойную), стеараты цинка и других металлов, а также парафин и некоторые другие вещества. Применение смазки не только облегчает формование, но и способствует уменьшению износа пресс-форм. Смазка удаляется до начала спекания за счет прогрева заготовки при повышенных температурах (для удаления стеарата цинка, к примеру, необходима выдержка в течение 1 ч при 600 °С).

Формование порошков. Процесс формования металлических порошков состоит в уплотнении порошка под давлением, в сохранении заданной формы после снятия нагрузки и складывается из трех основных стадий – плотной упаковки, упругого сопротивления и деформации.

На первой стадии уплотнение идет за счет перераспределения частиц и их более плотной упаковки, на второй – сжатый порошок упруго сопротивляется возрастающему давлению, и на третьей – уплотнение происходит за счет пластической деформации или хрупкого разрушения частиц (в зависимости от природы и свойств прессуемых порошков). Для большинства порошков вторая стадия почти не обнаруживается.

Традиционный метод порошковой металлургии состоит в осуществлении технологических операций холодного прессования (формования) и последующего спекания. Существует много методов формования порошков. Наиболее распространенный из них – прессование в стальной пресс-форме. Схема простой пресс-формы приведена на рис. 3.1.

Пресс-форма состоит из матрицы и двух пуансонов, сжимающих слой порошка. Прессование может быть односторонним, когда только один пуансон перемещается относительно матрицы, и двухсторонним, когда подвижны оба пуансона.

Перемещение частиц при прессовании приводит к возникновению «бокового давления», т. е. давления порошка на боковые стенки, а также «внешнего трения», т. е. трения порошка о стенки. Смещение частиц порошка перпендикулярно линии приложения давления затруднено из-за трения и сцепления между частицами. Поэтому боковое давление меньше давления прессования и составляет менее 40% от него.

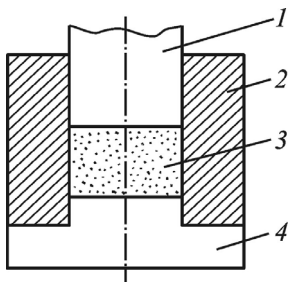


Рис. 3.1. Схема простой пресс-формы:
1, 4 – пуансоны; 2 – матрица; 3 – порошок

Потери энергии на внешнее трение тем больше, чем больше высота прессуемого изделия. Внешнее трение «съедает» до 60–90 % давления прессования и приводит к неравномерности уплотнения по высоте. Двухстороннее прессование позволяет уменьшить неравномерность уплотнения.

Операция холодного прессования является первой стадией компактирования, в результате которой получают заготовку, обладающую достаточной технологической прочностью. Вторая стадия – спекание – обеспечивает дальнейшее уплотнение и упрочнение заготовки. Основная цель компактирования, достигаемая при этом, заключается в устранении пористости и обеспечении прочности межчастичных контактов.

Холодное компактирование порошков жаропрочных сплавов, имеющих сферическую форму, гладкую поверхность, высокий предел текучести, затруднено даже, несмотря на значительную пластическую деформацию при холодном изостатическом прессовании, в связи с отсутствием междугранульной деформации сдвига. Кроме того, компактирование, например, гранул жаропрочных никелевых сплавов, легированных такими химически активными эле-

ментами, как титан, алюминий, хром, и др., должно осуществляться в вакууме или инертном газе.

С целью достижения высокой эффективности компактирования гранул жаропрочных никелевых сплавов применяются технологические схемы металлургии гранул с использованием метода горячего изостатического прессования и других методов горячего компактирования. При холодной деформации в результате сдвиговых деформаций в поверхностном слое компактируемых частиц происходит механическое зацепление и холодная сварка. В случае частиц неправильной формы процесс развивается легче, чем при сферической форме частиц, что обуславливает их лучшую прессуемость. В современной порошковой металлургии получили распространение различные методы формования исходных металлических порошков.

Прессование в стальных пресс-формах применяют для формования сравнительно небольших изделий с соотношением высоты к диаметру (или ширине) не более 2,0–2,5 под давлением 10^8 – 10^9 Па на гидравлических или механических прессах.

Гидростатическое прессование – обжатие порошка, помещенного в эластичную оболочку с помощью жидкости (рис. 3.2). Современные гидростаты позволяют осуществлять сжатие под давлением до 10^9 Па. Преимуществом этого метода является создание в изделии весьма равномерной плотности независимо от его величины и формы. Этим способом формуют крупногабаритные заготовки типа цилиндров или труб.

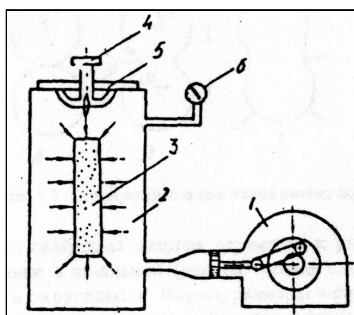


Рис. 3.2. Схема аппарата для гидростатического прессования:
1 – насос высокого давления; 2 – камера высокого давления;
3 – прессуемая заготовка в эластичной оболочке;
4 – вентиль для спуска давления; 5 – затвор; 6 – манометр

Методы горячего компактирования. В основе методов горячего компактирования, применяемых в металлургии гранул, лежит фактор одновременного воздействия на металл давления и температуры.

Существуют следующие разновидности горячего компактирования:

- горячее прессование;
- горячее изостатическое прессование и близкие ему процессы;
- горячая экструзия;
- горячая штамповка.

Горячее прессование в вакууме может применяться для компактирования порошков жаропрочных сплавов. В процессе прессования в компактируемой заготовке создается квазиизостатическое напряженное состояние, что позволяет получать близкие по плотности и механическим свойствам компактные заготовки.

Горячее изостатическое прессование (ГИП) заключается в изостатическом воздействии давления, создаваемого с помощью рабочей среды (инертного газа - аргона) на компактируемый порошок, помещенный в оболочку - капсулу.

Среди методов компактирования, близких к ГИП, следует выделить прессование в «жидкой» матрице (fluid die), не требующее применения дорогостоящего оборудования.

Сущность метода заключается в использовании при прессовании металлической матрицы, в которой имеется полость соответствующей конфигурации, заполняемая компактируемым порошком. Материал матрицы при температуре компактирования размягчается и передает давление на порошок.

Экструзия сочетает горячее компактирование и обработку давлением, что позволяет получить компактный металл в деформированном состоянии. Формирование высокодисперсной структуры при экструзии осуществляется вследствие турбулентного течения и перемешивания металла.

Динамическое компактирование. С точки зрения сохранения эффекта высокоскоростного затвердевания, достигаемого при получении быстрозакаленных порошков высоколегированных сплавов, для получения беспористой заготовки целесообразно осуществлять динамическое компактирование при возможно более низких

температурах, при минимальном времени температурно-силового воздействия.

Механизм компактирования при динамическом компактировании заключается в адиабатическом разогреве межчастичных контактов до оплавления, последующего уплотнения и высокоскоростного затвердевания зон локального оплавления прохождении ударной волны.

Электроимпульсное прессование осуществляется при совместном воздействии на прессовку внешней нагрузки и мощного электромагнитного импульса, эффект воздействия которого заключается в высокоскоростном локальном оплавлении межчастичных контактов токопроводящей фазы.

Непосредственная прокатка порошка представляет собой обжатие порошка между горизонтально расположенными валками и применяется для получения пористых и компактных лент, полос, листа из железа, никеля, нихрома, нержавеющей стали, титана и других металлов.

Шликерное литье. Исходной смесью для формирования служит взвесь (суспензия) порошка в жидкости (бензоле и др.). В процессе формирования жидкая фаза отфильтровывается через пористые стенки формы, а порошок уплотняется с образованием формовки, которая в дальнейшем подвергается термическому воздействию.

Вибрационное уплотнение – обычное прессование в стальных пресс-формах с одновременным воздействием вибраций высокой частоты (12000–16000 Гц). Вибрационное уплотнение так же, как и шликерное литье, может быть применено для формирования и без приложения давления.

Спекание порошков. Для того чтобы из порошка получить компактный металл, необходимо создать условия, при которых возможно интенсивное перемещение атомов в частицах порошка. Такие условия создаются в процессе спекания порошков. Под спеканием понимают термическую обработку, приводящую к уплотнению свободно насыпанной или спрессованной массы порошка, а также ряд физических процессов, обеспечивающих большее или меньшее заполнение пор; для однокомпонентного тела технологическая температура спекания составляет $2/3$ – $4/5$ температуры плавления.

Спекание – третья (ключевая) стадия из основных технологических операций, характеризующих суть метода порошковой металлургии. В процессе его проведения заготовка (порошковая формовка) или свободно насыпанный порошок превращаются в прочное порошковое тело со свойствами, приближающимися к свойствам компактного (беспористого) материала. Спекание является важным способом получения хорошо консолидированных поликристаллических тел различной химической природы (металлы и их соединения, сплавы) и, в решающей степени, определяет конечные свойства порошковых материалов и изделий.

Нагрев порошковых формовок или свободно насыпанного порошка приводит к реализации в них сложного комплекса разнообразных физико-химических явлений, протекающих одновременно или последовательно. Некоторые из них связаны с исправлением (устранением) дефектов кристаллической решетки вещества, т. е. всякого нарушения периодичности расположения ее структурных элементов (атомов).

Существенное влияние на формирование при спекании структуры и, соответственно, свойств порошковых тел оказывают технологические факторы.

Свойства исходных порошков. Условия получения и дисперсность металлических порошков определяют их поведение при спекании. Так, с увеличением дисперсности порошка процесс спекания формовок из него ускоряется и считается более активным, а механические и электрические свойства спеченных изделий улучшаются. Интенсификации спекания способствуют оксиды, содержащиеся в большем количестве в мелких порошках и восстанавливающиеся в процессе нагрева при спекании. С увеличением удельной поверхности исходного порошка усадка формовки при спекании возрастает. При наличии выступов и впадин на поверхности частиц активируется усадка вследствие повышения содержания дефектов вблизи впадин и образования микропор с малым радиусом кривизны на стыках частиц.

Структура изделий, спеченных из высокодисперсных порошков, отличается наличием большого числа крупных зерен, выросших в процессе спекания. Усадка при спекании уменьшается, если исходный порошок или формовку из него подвергнуть отжигу, при кото-

ром происходит сглаживание рельефа поверхности частиц, их срастание и устранение несовершенств кристаллического строения.

В общем случае на изменение плотности и свойств порошковых формовок при спекании влияют размер частиц, состояние их поверхности и степень несовершенства кристаллического строения, химический состав порошка и другие факторы.

Давление формования. С увеличением исходной плотности формовок их объемная и линейные усадки при спекании уменьшаются. Одна из возможных причин этого заключается в том, что порошковое тело с большей относительной плотностью характеризуется большим коэффициентом вязкости, что затрудняет усадку. Если плотность формовки неодинакова по высоте, то после спекания можно часто наблюдать «талию» (усадка в средней части формовки больше, чем у ее торцов, если начальная пористость вблизи них была меньше). Однако в случае спекания мелкозернистых порошков происходит выравнивание пористости как между формовками с разной исходной плотностью, так и между местами с неодинаковой плотностью каждой из формовок. Как правило, усадка прессовок в направлении приложения давления больше, чем в поперечном направлении, что связано с различной величиной поверхностей контактов. Увеличение давления формования приводит к повышению всех показателей прочности порошковых изделий – твердости, прочности при разрыве и сжатии и др.

Температура спекания. Плотность порошковых изделий возрастает с повышением температуры спекания тем быстрее, чем ниже было давление формования заготовки из порошка. На процесс спекания значительное влияние оказывает скорость подъема температуры. При быстром подъеме температуры в крупногабаритных порошковых формовках могут наблюдаться местные обособления усадки из-за местных различий в температуре, что, в конечном счете, может привести к искажению их формы.

Прочность, как и плотность, обычно повышается с ростом температуры спекания. Показатели пластичности порошковых материалов улучшаются с повышением температуры изотермической выдержки при спекании даже при снижении их плотности и прочности.

Продолжительность спекания. Выдержка порошковой формовки при заданной температуре спекания вызывает сначала резкий, а затем более медленный рост ее плотности. Максимальная проч-

ность достигается за довольно короткое время изотермической выдержки и при дальнейшем продолжении спекания остается на том же уровне или даже несколько снижается. Достижение большей пластичности требует более длительного спекания, по-видимому, из-за необходимости обеспечения полного удаления кислорода из спекаемого материала.

На практике выдержку при спекании изменяют в довольно широких пределах (от нескольких десятков минут до нескольких часов) в зависимости от состава материалов, исходной и требуемой плотности порошковой формовки, ее размера, типа и состава защитной среды, конструкции печи и т. д.

Атмосфера и активирование спекания. Сравнение результатов спекания, проводимого в различных средах, показывает, что при спекании в восстановительной среде достигается большая плотность, чем при спекании в нейтральной среде; восстановление оксидных пленок активирует миграцию атомов металла к контактными участкам не только на поверхности частиц, но и в объеме, что способствует процессам, приводящим к уплотнению. Очень полно и быстро проходит спекание в вакууме, которое по сравнению со спеканием в нейтральной среде в большинстве случаев начинается при более низких температурах и дает повышенную плотность получаемого порошкового изделия. Влияние атмосферы спекания на его результаты возрастает, если к ней добавляют различные химические соединения (например, пары галогенидов – преимущественно хлористые, реже фтористые соединения), активирующие процессы, сопровождающие нагрев порошкового тела.

Под *активированным спеканием* понимают интенсификацию при воздействии химических или физических (кроме температуры и изотермической выдержки) факторов изменения свойств нагреваемой порошковой формовки.

Изменение атмосферы спекания относится к *химическим способам* активирования спекания. Это один из наиболее простых и в то же время эффективных способов упрочнения получаемых порошковых изделий. Атомы металла на выступах поверхностей частиц, как наиболее активные, реагируют с соединениями, добавляемыми в атмосферу спекания. Образующееся соединение металла затем восстанавливается, и атомы металла конденсируются в местах с минимальным запасом свободной энергии (впадины на поверхно-

сти частиц, области межчастичных контактов и др.), благоприятствуя переносу вещества. Активированная атмосфера может благоприятно влиять на процесс спекания и вследствие удаления примесей и рафинирования спекаемого материала.

Широкое применение находят *физические способы* активирования спекания: интенсивное измельчение частиц порошка, циклическое изменение температуры спекания (такое спекание называют *циклическим*), воздействие ультразвука, спекание облученных формовок и т. п.

Одним из действенных методов активирования спекания порошковых материалов является подшихтовка ультрадисперсных порошков. Варьируя состав, количество и способ введения в порошковую смесь добавок ультрадисперсных порошков, можно целенаправленно изменять структуру, физико-механические и эксплуатационные свойства спеченных материалов.

Кинетика уплотнения при активном спекании высокодисперсных металлических порошков отличается от кинетики объемных изменений при нагреве неактивных порошков. При достаточно высоких температурах (не менее $0,7T_{пл}$) изменение скорости уплотнения при изотермическом спекании обусловлено диффузионным ростом частиц по параболическому закону, приводящему к линейной зависимости вязкости от времени. При средних температурах нагрева ($0,5-0,7T_{пл}$) кинетика уплотнения качественно соответствует пороговому механизму течения поликристаллического материала под действием капиллярных сил и зависит от проскальзывания зерен по границам и подстройки их формы путем зернограничного диффузионного переноса массы вещества.

Порошковые материалы, используемые в различных отраслях техники, в подавляющем большинстве случаев представляют собой многокомпонентные системы, сплавообразование в которых чаще всего происходит непосредственно при спекании. Главная отличительная черта таких материалов – различие концентраций компонентов в разных точках порошкового тела (градиент химических потенциалов), наблюдаемое либо только в исходном состоянии и на промежуточных этапах спекания, либо также и в конечном состоянии, если компоненты не полностью растворены друг в друге в твердом состоянии. Основной причиной их неравновесного состояния является неоднородность химического состава, а не нали-

чие избыточной поверхностной энергии Гиббса (из-за макродефектов), как в случае однокомпонентных систем. Процесс припекания разнородных частиц также более сложен: одновременно с самодиффузией, обуславливающей перенос массы в область приконтактного перешейка, должна происходить гетеродиффузия (взаимная диффузия разнородных атомов), обеспечивающая выравнивание концентраций компонентов в пределах порошкового тела и зачастую приводящая к торможению его уплотнения при нагреве.

В результате спекания порошковое тело, обладающее избыточной свободной энергией, переходит в более стабильное состояние (спеченное тело большей плотности). Движущей силой самопроизвольного процесса является разность свободных энергий исходного и конечного состояний. Конкретные пути снижения этой разности состоят в значительном уменьшении внешних и внутренних поверхностей (замкнутые поры, границы зерен), а также в существенном устранении дефектов структуры и неравновесных состояний.

В настоящее время законченной теории спекания порошков все еще не существует и дано теоретическое объяснение только некоторых основных моментов спекания. Целесообразно рассматривать процесс спекания состоящим из двух последовательных этапов: 1) образование и рост межчастичных контактов (начальная стадия процесса), 2) повышение плотности спекаемого тела вследствие уменьшения числа и объема пор (промежуточная и поздняя стадии). На начальной стадии спекания большую роль играет нескомпенсированный поток вакансий из области контакта частиц и соответствующий ему поток атомов в противоположном направлении, проводящий к заполнению атомами контактной зоны. Изменение концентрации вакансий вблизи искривленных кристаллических поверхностей по сравнению с равновесной концентрацией C_0 в области плоской поверхности задается уравнением:

$$\Delta C = 2\gamma V_0 C_0 / (a \cdot kT),$$

где γ – поверхностное натяжение или удельная свободная поверхностная энергия; V_0 – объем вакансии; a – радиус кривизны; k – постоянная Больцмана; T – температура.

При этом концентрация вакансий на вогнутой поверхности больше, а на выпуклой меньше равновесной; что приводит к сра-

станию частиц за счет сил поверхностного натяжения или за счет уменьшения свободной поверхностной энергии (рис. 3.3).

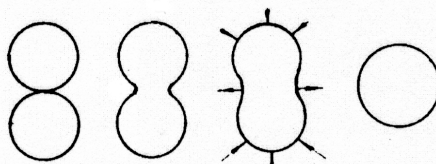


Рис. 3.3. Схема процесса срастания частиц порошка

Так как свободная энергия стремится к уменьшению, контактные зоны, образованные в начальной (ранней) стадии спекания, с течением времени расширяются и округляются. Форма, размеры и структурное состояние частиц порошка обуславливают характерную для ранней стадии спекания высокую скорость деформации частиц и повышение прочности заготовок. Далее сообщающаяся (непрерывная) фаза пустоты продолжает уменьшаться уже в промежуточной стадии спекания. Наконец, в заключительной стадии спекания теряется связь пор и индивидуальных частиц порошка. Идет залечивание дефектов и процесс рекристаллизации, что приводит к увеличению расстояния между источниками и стоками вакансий и дислокаций. При сфероидизации часть пор полностью исчезает. Все спекаемое тело испытывает усадку, скорость которой с течением времени снижается.

Приготовленный спеканием металл, в отличие от переплавленного, все же обладает некоторой остаточной пористостью, которая уничтожается только после механической обработки калибровкой, ковкой, прокаткой или волочением. Спекание производится в высокотемпературных электрических вакуумных печах со ступенчатой регулировкой температуры. Для спекания некоторых металлов (вольфрам, молибден) в промышленности применяются более дешевые «сварочные» аппараты с водородной атмосферой; высокие температуры в них создаются за счет прямого пропускания электрического тока через штабик.

На производстве при работе с такими аппаратами спекание проводят в две стадии: первая – низкотемпературное, вторая – высокотемпературное спекание («сварка»). Низкотемпературное спекание осуществляется для повышения прочности спрессованных штаби-

ков с тем, чтобы обеспечить возможность оперирования с ними при последующем высокотемпературном спекании. Оно проводится при температуре 850–1300 °С в атмосфере водорода.

Высокотемпературное спекание, называемое в производстве «сваркой», проводится при температуре несколько ниже температуры плавления (для вольфрама 3000–3100 °С, для молибдена 2200–2400 °С).

Современная технология получения изделий и полуфабрикатов из быстрозакаленных порошков инструментальных и быстрорежущих сталей, получаемых распылением расплава приведена на (рис. 3.4).

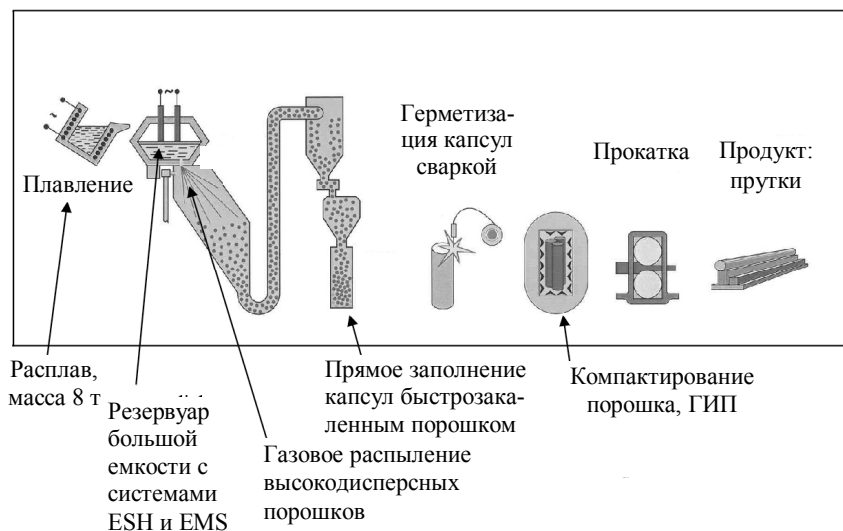


Рис. 3.4. Современная технологическая схема гранульной металлургии инструментальных и быстрорежущих сталей с использованием быстрозакаленных порошков

3.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

3.3.1. Оборудование, приборы и материалы

В работе используются:

- установка ИИС-МЭФС (информационно-измерительная система для исследования механических и электрофизических свойств материалов), разработанная кафедрами 9 и 18 НИЯУ МИФИ и внедренная в учебный процесс в 2015 г. – для проведения прессования с записью диаграммы нагружения;
- пресс-форма; оснастка для проведения прессования с использованием пресс формы на установке ИИС-МЭФС;
- лабораторная вакуумная печь для спекания прессовок;
- технические весы;
- мерный стакан (мензурка);
- штангенциркуль, микрометр;
- металлографический микроскоп;
- коллекция микрошлифов консолидированных порошков.

3.3.2. Содержание и порядок выполнения работы

В работе студенты изучают установку ИИС-МЭФС для исследования механических и электрофизических свойств материалов, основные узлы установки, порядок подготовки исходных порошков к прессованию, проведение процесса прессования с записью диаграммы нагружения и регистрацией основных параметров прессования и последующей выпрессовки; порядок проведения спекания и его параметры; металлографические образцы прессовок из коллекции шлифов к лабораторной работе; используют результаты металлографического и растровой электронной микроскопии для описания структуры прессовок и определения влияния дисперсности и свойств исходных порошков, полученных распылением расплава.

Образцы прессовок порошков на основе меди алюминия, титана для проведения металлографических исследований, анализа плотности и пористости представлены в виде коллекции микрошлифов, а также исходных образцов порошков и прессовок.

В работе изучаются шлифы, полученные стандартным методом приготовления металлографических образцов, используются результаты металлографического, микрорентгеноспектрального анализа и растровой электронной микроскопии.

Студентами рассматриваются и изучаются методы получения порошков и изготовления консолидированных материалов, а также следующие методики исследования их свойств, структуры:

- методика определения насыпной плотности порошка;
- методика проведения прессования порошков с регистрацией диаграммы нагружения на установке ИИС-МЭФС;
- методика подготовки порошка к прессованию с использованием пресс-формы;
- методика выпрессовки с записью кривой нагружения;
- методика определения плотности прессовки;
- методика проведения спекания;
- металлографический анализ структуры прессовки и методика приготовления макро- и микрошлифов;
- выявление влияния дисперсности и свойств быстрозакаленных порошков, полученных распылением расплава, на вид диаграммы нагружения с использованием результатов металлографии, растровой электронной микроскопии.

Работа состоит из пяти заданий.

Задание 1. Определение насыпной плотности быстрозакаленных порошков меди и алюминия различной дисперсности. Подготовка порошка к формованию

Для выполнения задания выполните ряд действий.

1. Отвесьте заданное количество порошка, засыпанного в мензурку, на технических весах с точностью до 0,1 г.
2. Определите насыпную плотность порошка в г/см^3 .
3. Приведите в порядок стальную пресс-форму (чистка, смазка).
4. Засыпьте порошок в пресс-форму и смочите его для смазки раствором глицерина в спирте.

Задание 2. Ознакомление с устройством установки ИИС-МЭФС; оснасткой и методикой прессования с записью диаграммы нагружения

ИИС-МЭФС (рис. 3.5) предназначена для изучения механических и электрофизических свойств материалов.

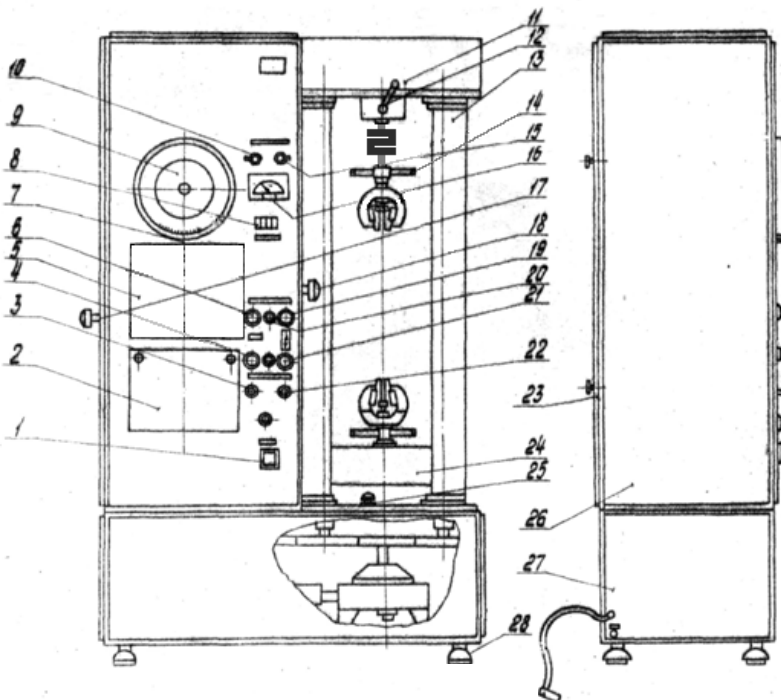


Рис. 3.5. Внешний вид ИИС-МЭФС (блок нагружения): 1 – пакетный выключатель; 2 – крышка; 3 – ручка грубой установки скорости; 4 – кнопка выключателя «стоп»; 5 – диаграммный аппарат; 6 – кнопка «ускорение»; 7 – ручка установки нуля; 8 – счетчик деформации; 9 – шкала нагрузок; 10 – выключатель блока деформации; 11 – силоизмеритель; 12 – арретир; 13 – стойка; 14 – захват; 15 – переключатель скорости; 16 – указатель скорости; 17 – ручка обратной перемотки; 18 – переключатель масштабов; 19 – кнопка движения захвата «вверх»; 20 – лампа сигнализации работы; 21 – кнопка движения захвата «вниз»; 22 – ручка установки скорости; 23 – дверь корпуса (шкафа); 24 – подвижная траверса; 25 – указатель уровня масла; 26 – пульт управления; 27 – основание; 28 – вилка электропитания. В модернизированном варианте диаграммный аппарат 5 заменен инкрементальным энкодером, силоизмеритель 11 оснащён S-образным тензодатчиком

Установка ИИС-МЭФС является совместной разработкой кафедры 9 «Физические проблемы материаловедения» и лаборатории ElphysLAB кафедры 18 «Конструирование приборов и установок» и внедрена в учебный процесс в 2015 г. Руководители разработки: доцент Шульга А.В. и доцент Сурин В.И. Практический опыт про-

ведения статических механических испытаний и конструирования информационно-измерительных систем положен в основу разработки. Информационно-измерительная система ИИС-МЭФС в сочетании с видеосъемкой и оригинальными конструкциями оснастки позволяет проводить механические испытания с возможностью широкого варьирования параметров испытания, а также цифровой регистрации экспериментальных данных, в том числе с регистрацией амплитуды диагностического сигнала и других параметров деформации материала.

Основные технические характеристики установки ИИС-МЭФС

| | |
|---|--------------------------|
| Наибольшая предельная нагрузка, кН..... | 30 (3000 кгС) |
| Относительная погрешность силоизмерителя (CAS SBA3), %..... | Не более 1 |
| Масштабы записи по деформации | 10:1; 50:1; 100:1 |
| Погрешность измерения перемещения захвата (E50S8), % | Не более 1 |
| Диапазон перемещения активного захвата, мм..... | От 0 до 700 |
| Диапазоны скорости перемещения активного захвата, мм/мин | От 1 до 100 |
| Скорость укоренного хода активного захвата, мм/мин | Не менее 200 |
| Высота рабочего пространства при испытании на растяжение, мм..... | Не менее 700 |
| Габариты, мм: | |
| ширина..... | 1400 |
| высота..... | 2065 |
| глубина | 710 |
| Питание силовое | 220 В, 50 Гц, ~ 2 кВт |
| Диапазон измерения разности электрических потенциалов РЭП (Agilent 34411A), мкВ..... | 0–1000 |
| Частота измерения деформации с регистрацией РЭП (Agilent 34411A), Гц..... | 1,5 |
| Частота измерения деформации без регистрации РЭП, Гц..... | 100 |

Установка ИИС-МЭФС (см. рис. 3.5) состоит из следующих элементов: блок нагружения, реверсор перехода от схемы испытаний на растяжения к схеме испытаний на сжатие, система регистрации (нагрузка, деформация, разность электрических потенциалов). Конструкция блока нагружения выполнена по схеме разрывных машин с электромеханическим приводом активного захвата,

оснащена силоизмерителем – S-образным тензодатчиком CAS SBA-3 и инкрементальным энкодером E50S8.

Основание блока нагружения представляет собой сварную конструкцию из проката. Внутри основания размещены электродвигатель и червячный редуктор привода активного захвата, а также виброизоляционные опоры.

Для проведения измерений удлинения разрываемых образцов в процессе деформации выбран датчик угловых перемещений – инкрементальный энкодер E50S8-8000-6-L-5-CR Ø50 фирмы Autronics. Закреплен датчик угловых перемещений на уголке к корпусу разрывной машины так, что установленная на него шестерня DSL0,5-86 приходит в зацепление с выходной шестерней редуктора, которая поворачивается в зависимости от линейного перемещения траверсы и, соответственно, удлинения образца.

Для выполнения задания выполните ряд действий.

1. Включите ПК, питание блока АЦП тензодатчика (CAS SBA-3), питание цифрового мультиметра (Agilent 34411A) и блок питания шагового двигателя (Robiton EN1500S).

2. На рабочем столе запустите ярлык программы LabView для проведения измерений № 2 («Тензодатчик и энкодер»). Должно появиться окно загрузки LabView, а далее лицевая панель виртуального прибора автоматизированного комплекса, соответственно программы № 1 или программы № 2. Запустите программу № 2 «Тензодатчик и энкодер»: в левом верхнем углу виртуального прибора LabView нажмите кнопку с изображением стрелки (выделена красным овалом на панели виртуального прибора). Лицевая панель виртуального прибора LabVIEW для программы № 2 (рис. 3.6), используемая при проведении прессования порошков в простой пресс-форме с двумя подвижными пуансонами, позволяет осуществлять запись в виде двух графиков зависимости нагрузки прессования и взаимного перемещения пуансонов от времени, а также график нагрузки от перемещения пуансона.

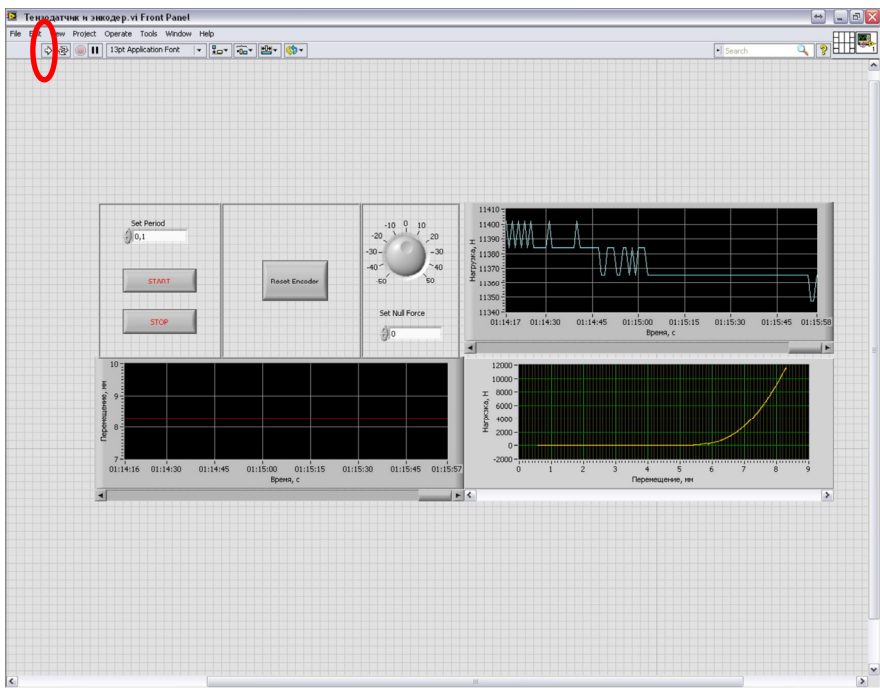


Рис. 3.6. Лицевая панель виртуального прибора LabVIEW для программы № 2 при прессовании

Задание 3. Проведение прессования порошка с регистрацией диаграммы нагружения на установке ИИС-МЭФС. Определение плотности образцов после прессования

1. Установите пресс-форму с засыпанным порошком на установку ИИС-МЭФС с использованием специальной оснастки.
2. Произведите прессование порошка с записью диаграммы нагружения.
3. Произведите выпрессование прессовки с записью диаграммы нагружения.
4. Измерьте размеры и определите плотность и пористость прессовки.
5. Проведите анализ кривых нагружения в зависимости от характеристик порошка.

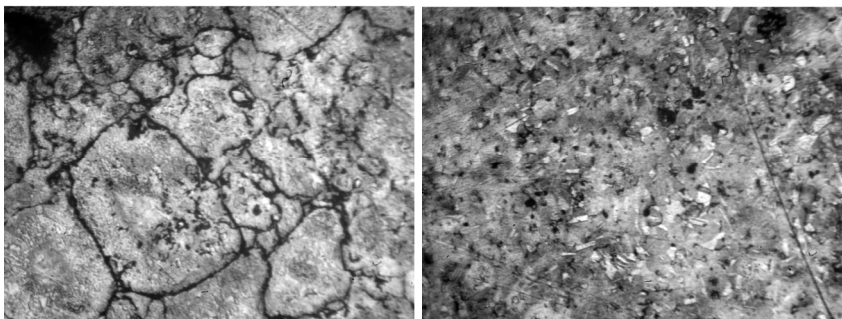
Задание 4. Спекание прессовок. Определение плотности образцов после спекания, расчет изменения плотности и пористости при спекании

1. Изучите конструкцию электропечи, ознакомьтесь с инструкцией работы на ней.
2. Рассчитайте оптимальную температуру спекания.
3. Загрузите в печь спрессованные заготовки, после чего включите нагрев печи и увеличивайте температуру со скоростью ~ 20 °С в минуту. Произведите нагрев до температуры спекания материала, при которой осуществите выдержку прессовки в течение 0,5–1 ч.
4. После выдержки отключите нагрев печи и дождитесь охлаждения ее внутреннего пространства до 60–80 °С (по термопаре), после чего откройте печь и извлеките спеченную прессовку.
5. Измерьте с помощью штангенциркуля и микрометра размеры спеченной прессовки, взвесьте ее и определите расчетом плотность, линейную усадку и пористость.
6. Определите изменение плотности и пористости прессовки при спекании.

Задание 5. Металлографический анализ структуры спеченных прессовок (из коллекции) и выявление корреляции плотности прессовок и характеристик порошков с использованием результатов металлографии/

Опишите внешний вид прессовок до и после спекания. Зарисуйте структуру.

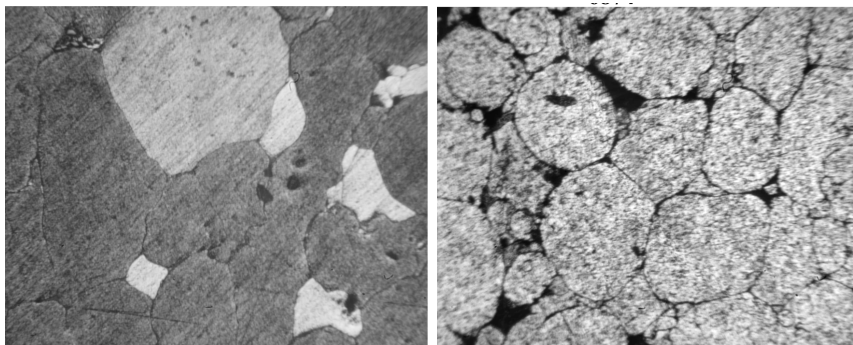
Микроструктура консолидированных дисковых образцов быстрого нагрева порошков меди и алюминия различной дисперсности, полученных прессованием с использованием информационно-измерительной системы ИИС-МЭФС после спекания из коллекции образцов к лабораторной работе, приведена на рис. 3.7 – 3.8.



a

б

Рис. 3.7. Микроструктура консолидированных дисковых образцов быстрозакаленных порошков меди различной дисперсности, полученных прессованием с использованием информационно-измерительной системы ИИС-МЭФС после спекания из коллекции образцов к лабораторной работе: *a* – крупная фракция (x180), *б* – мелкая фракция (x400)



a

б

Рис. 3.8. Микроструктура консолидированных дисковых образцов быстрозакаленных порошков алюминия различной дисперсности, полученных прессованием с использованием информационно-измерительной системы ИИС-МЭФС (x180) после спекания из коллекции образцов к лабораторной работе: *a* – крупная фракция, *б* – мелкая фракция

3.4. ФОРМА РАБОЧЕГО ЖУРНАЛА (ОТЧЕТ)

Отчет (см. приложение) по работе должен содержать краткое изложение основных технологических операций порошковой металлургии: сведения о методах получения порошков, традиционных и современных перспективных материалов; перечень основ-

ных положений и операций при формировании порошков; перечень основных операций при спекании; данные о спекаемом образце (материал, масса, размеры, усадка, пористость, плотность до и после спекания); данные о процессе спекания (температура и время спекания); график кривой нагружения при прессовании и выпрессовывании образца; расчет погрешностей при измерениях температуры, плотности, пористости, усадки; заключение.

3.5. ПРАКТИЧЕСКИЕ НАВЫКИ СТУДЕНТА ПО ВЫПОЛНЯЕМОЙ РАБОТЕ

В процессе выполнения лабораторной работы студент осваивает практические лаборантские приемы по определению насыпной плотности порошка, плотности прессовки и проведению в лабораторных условиях процесса прессования с записью диаграммы нагружения на установке ИИС-МЭФС; приобретает инженерные навыки определения насыпной плотности порошков, полученных распылением расплава, анализа диаграмм нагружения при прессовании и выпрессовки в зависимости от свойств порошков; анализа изменения плотности и пористости при спекании; корреляции с результатами анализа структуры; математической обработки результатов эксперимента.

3.6. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

1. Исходный порошок для изготовления прессовки в необходимом количестве выдается лаборантом.

2. Дозировка порошка должна осуществляться с учетом объема пресс-формы и усадки при прессовании.

3. Теоретическая плотность металлического порошка и температура спекания определяются с использованием справочных данных по температуре плавления и атомно-кристаллической структуре металла.

4. Микроструктура консолидированных образцов изучается на металлографических шлифах из коллекции образцов к лабораторной работе.

При выполнении работы необходимо помнить, что образцы после прессования имеют невысокую механическую прочность и требуют осторожного обращения; а после проведения спекания печь и образцы – горячие, и необходимо исключить прикосновение до полного остывания.

3.7. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

Вопросы входного контроля

1. Перечислите методы получения порошков.
2. Перечислите методы формования и спекания порошков.
3. Объясните механизм спекания порошковых материалов.
4. Каковы области применения порошковой металлургии?
5. Как определяется пористость порошковых материалов?

Вопросы при сдаче работы

1. Рассмотрите преимущества и недостатки порошковой металлургии.
2. Перечислите основные технологические этапы порошковой металлургии.
3. Приведите классификацию свойств порошков, применяемых в порошковой металлургии.
4. Рассмотрите основные физические, физико-химические свойства порошков.
5. Укажите технологические свойства порошков.
6. Приведите принципиальную схему традиционной порошковой металлургии.
7. Рассмотрите стадии и механизмы изменения плотности, пористости при прессовании.
8. Перечислите современные методы порошковой металлургии.
9. Приведите механические методы получения порошков.
10. Рассмотрите методы размола, механическое легирование, ультрадисперсные порошки.
11. Укажите методы получения быстрозакаленных порошков распылением расплава.
12. Рассмотрите методы закалки из газовой фазы.
13. Перечислите преимущества изостатического компактирования.
14. Рассмотрите метод твердофазного спекания, основные стадии, влияние технологических факторов.
15. Рассмотрите метод жидкофазного спекания, характерные особенности, применение.

РАБОТА 4. ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДА МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ КОНСОЛИДИРОВАННЫХ ДИСКОВЫХ ОБРАЗЦОВ ВДАВЛИВАНИЕМ ИНДЕНТОРА

4.1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Ознакомление с основами методов определения механических свойств образцов, получаемых порошковой металлургией, а также применяемых для малопластичных материалов и для дисковых микрообразцов в реакторном материаловедении (MDBT); изучение методики механических испытаний на установке ИИС-МЭФС; проведение механических испытаний вдавливанием дискового образца с использованием специально разработанной оснастки

4.2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Консолидированные материалы, получаемые современными методами порошковой металлургии, подвергаются механическим испытаниям с использованием специальных методов. Следует отметить, что при получении материалов и изделий методом порошковой металлургии наиболее распространенной является дискообразная форма образцов – прессовок, что обусловлено широким применением, как при холодном прессовании, так и при современных импульсных технологиях консолидации порошков пресс-форм, схемы которых сходны, в основном, с простой пресс-формой (см. рис. 3.1 лабораторной работы 3).

В связи с этим оптимальным является проведение испытаний для определения механических свойств на исходных образцах. Размеры образца-диска при этом определяются размерами пресс-формы и массой навески порошка. В настоящее время для определения механических свойств указанных образцов-дисков обычно применяется TRS (Transverse rupture strength) – метод определения разрушающего напряжения при изгибе.

4.2.1. Характеристика TRS – метода испытаний дисковых образцов, получаемых порошковой металлургией

Для проведения механических испытаний по методике вдавливания индентора (наконечник индентора в виде шарика WC диа-

метром 3 мм) в центр дисковых образцов по методике TRS (Transverse Rupture Strength) – тестирования консолидированных керамических материалов – применяется оснастка, приведенная на рис. 4.1.

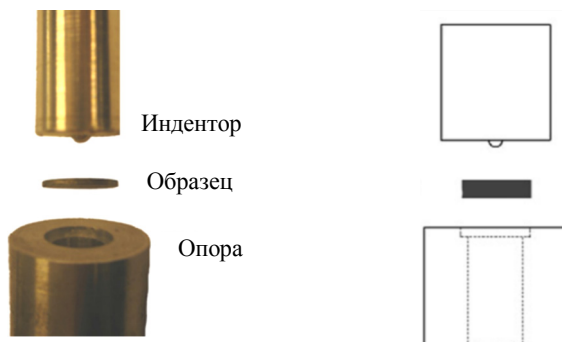


Рис. 4.1. Схема проведения механических испытаний по TRS (Transverse Rupture Strength) – методике вдавливанием индентора в центр дискового образца и оснастки для ее реализации (наконечник индентора в виде шарика WC диаметром 3 мм) консолидированных керамических материалов

Схема напряженного состояния, используемая при получении расчетной формулы в случае симметричного изгиба круглой пластинки, предполагает наличие упругой деформации дискового образца в результате его прогиба вдавливанием индентора в центр образца. Толщина образца оказывает на ее свойства при изгибе значительно большее влияние, чем другие ее размеры. Различают три типа образцов-пластинок: тонкие пластинки, подвергающиеся малым прогибам; тонкие пластинки, подвергающиеся большим прогибам; толстые пластинки.

Для случая, когда прогиб w пластинки мал в сравнении с ее толщиной h , обычно предполагаются следующие допущения: в срединной плоскости пластинка не испытывает никаких деформаций; при изгибе эта плоскость остается нейтральной; точки пластинки, лежащие до нагружения на нормали к срединной плоскости, остаются в процессе изгиба на нормали к ее срединной поверхности.

Схема фрагмента центральной части диска радиусом b , эпюрами напряжений под действием нагрузки, равномерно распределенной в области радиусом c , приведена на рис. 4.2.

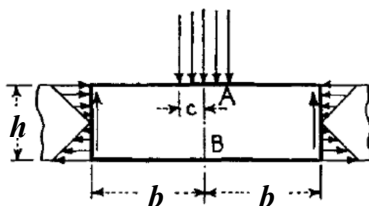


Рис. 4.2. Схема напряженного состояния фрагмента центральной части диска под действием нагрузки, равномерно распределенной в области радиусом c

Решение для сосредоточенной нагрузки, приложенной в центре пластинки, может быть получено, если положить, что радиус круга, внутри которого распределяется нагрузка, становится бесконечно малым, в то время как величина полной нагрузки P сохраняет заданное конечное значение. Максимум растягивающих напряжений на нижней поверхности диска достигается в точке B .

В случае, когда параметр c пренебрежимо мал, что имеет место при приложении концентрированной нагрузки, рассматриваемое растягивающее напряжение практически не зависит от соотношения $2c/h$, и для свободно лежащего на опоре диска получена следующая формула:

$$\sigma_{\max} = P/h^2[(1 + \nu)(0,485 \lg(a/h) + 0,52) + 0,48],$$

где a , h – диаметр и толщина образца соответственно.

Расчет характеристик прочности проводится по TRS-методике, по указанной формуле. Для первичной оценки может быть принято значение $\nu = 0,3$. Типичная диаграмма нагружения дисковых образцов керамических материалов при испытании методом вдавливания по TRS-методике приведена на рис. 4.3.

Особенности определения механических свойств образцов дискообразной формы методами, применяемыми для керамических материалов, заключаются в том, что обычно испытания ограничиваются областью упругой деформации. В то же время весьма актуальной является проблема повышения пластичности как керамических материалов, так и высокопрочных сплавов, применяемых для энергонапряженной техники.

Для оценки характеристик пластичности целесообразно использовать диаграммы нагружения образцов дискообразной формы с

учетом протяженности участков для деформации, существенно превышающей упругую.

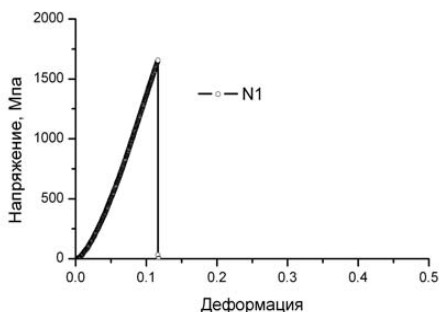


Рис. 4.3. Диаграмма нагружения дисковых образцов керамических материалов при испытании методом вдавливания индентора по TRS-методике

При разработке методики и соответствующей оснастки для испытаний вдавливанием дисковых образцов на установке ИИС-МЭФС за основу принимались методика тестирования образцов дисков керамических материалов и методика испытаний дисковых микрообразцов, применяемая в реакторном материаловедении (MDBT miniaturized disk bend test), а также экспериментально-методический опыт проведения испытаний по определению температуры пластично-хрупкого перехода (DBTT ductile brittle transition temperature) жаропрочных опытно-промышленных и экспериментальных сплавов на основе молибдена на сосредоточенный изгиб по трехточечной схеме пластинчатых образцов.

4.2.2. Характеристика MDBT – метода испытаний дисковых микрообразцов

Для применения диаграмм нагружения вдавливанием дисковых образцов в область пластической деформации целесообразно использовать практический опыт применения этого метода в случае испытаний микрообразцов (MDBT miniaturized disk bend test). Указанная методика испытаний дисковых микрообразцов, применяемая в реакторном материаловедении с целью снижения радиационного воздействия образца и соответствия размерам заготовки для приготовления фольги, пригодной для посвечивающей электрон-

ной микроскопии, предусматривает использование оснастки, приведенной на рис. 4.4.

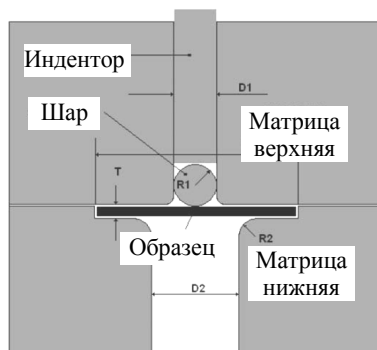


Рис. 4.4. Схема оснастки для нагружения дисковых микрообразцов (Ø 3 мм) при испытании методом вдавливания (MDBT – miniaturized disk bend test)

На рис. 4.5 представлена типичная кривая, полученная при испытании вдавливанием микрообразцов, по которой определяются значения нагрузки, соответствующей началу пластической деформации и предела прочности. При этом пластичность материала характеризует параметр, определяющий максимальный прогиб образца до разрушения, что соответствует такой стандартной характеристике как относительное удлинение.

Практика применения диаграмм нагружения дисковых микрообразцов (Ø 3 мм) коррозионно-стойких сталей при испытании методом вдавливания для оценки механических свойств коррозионно-стойких сталей достаточно полно иллюстрируется типичной диаграммами нагружения на рис. 4.5.

В связи с тем, что разрушение образца при данном методе испытаний сопровождается образованием и распространением трещин, величину прогиба образца, соответствующую максимальной нагрузке можно использовать для характеристики сопротивления материала зарождению трещин, а сопротивление распространению трещин по величине прогиба образца от начала спада нагрузки до разрушения образца.

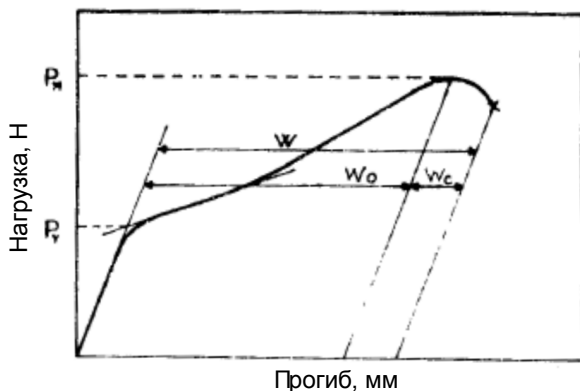


Рис. 4.5. Типичная диаграмма нагружения дисковых микрообразцов ($\varnothing 3$ мм) коррозионно-стойких сталей при испытании методом вдавливания



Рис. 4.6. Кривая нагружения консолидированного дискового образца быстрозакаленного порошка меди (мелкая фракция), полученная методом вдавливания индентора на установке ИИС-МЭФС с использованием специально разработанной оснастки

На рис. 4.6 представлена кривая нагружения консолидированного образца быстрозакаленного порошка меди, полученная на установке ИИС-МЭФС с использованием специально разработанной оснастки, по которой можно оценить рассмотренные выше характеристики материала. Образование и распространение трещин на

нижней стороне дискового образца отчетливо выявлено при анализе внешнего вида образца.

Для материаловедческого заключения о склонности материала к образованию трещин и их распространению целесообразно проводить анализ внешнего вида и микроструктуры дисковых образцов после их испытания методом вдавливания индентора. С этой целью в работе используется коллекция металлографических шлифов.

4.2.3. Характеристика DBTT – метода испытаний материалов по определению температуры пластично-хрупкого перехода

Метод испытаний малопластичных тугоплавких сплавов по определению температуры пластично-хрупкого перехода (DBTT – ductile brittle transition temperature) используется для оценки характеристик прочности и пластичности малопластичных материалов.

В основу метода положена схема трехточечного изгиба, и расчет осуществляется в приближении упругой деформации согласно рис. 4.7. В связи с тем, что основной целью метода является определение температурного порога снижения пластичности материала, оценка пластичности материала по кривой нагружения предполагает запись кривых нагружения в условиях не только хрупкого состояния, но и при наличии существенной пластичности. На рис. 4.8 представлены типичные диаграммы нагружения в температурной области хрупкого состояния и при более высокой температуре существенной пластичности материала. Таким образом, рассматриваемый метод, широко применяемый для определения характеристик прочности и пластичности материалов энергонапряженной техники, целесообразно учитывать при проведении расчета и качественной оценке характеристик прочности и пластичности методом вдавливания дисковых образцов.

В соответствии с предполагаемой схемой деформации образца при использовании схемы трехточечного изгиба расчет напряжений и деформаций проводится по следующим формулам:

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh^2}, \quad \varepsilon = \frac{6hf}{L^2},$$

где P – нагрузка; f – прогиб; L – расстояние между опорами; b – ширина пластины; h – толщина пластины.

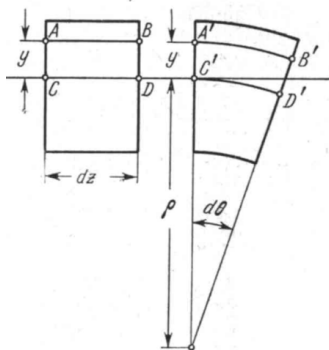


Рис. 4.7. Схема деформации образца при использовании схемы трехточечного изгиба для метода испытаний материалов (ДВТТ) по определению температуры пластично-хрупкого перехода

Приведенные на рис. 4.8 диаграммы нагружения образцов сплава молибдена типа TZM демонстрируют возможность оценивать пластичность образца в зависимости от температуры испытания, выявляя существенного влияния температуры испытания на пластичность сплава и определять температуру хладноломкости.

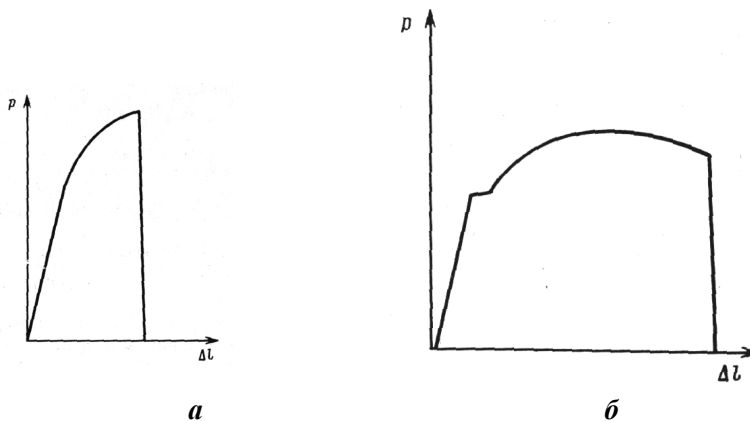


Рис. 4.8. Диаграммы нагружения образцов малолегированного сплава молибдена типа TZM при использовании схемы трехточечного изгиба: *а, б* – температура испытания -30 и 20 °С соответственно

4.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

4.3.1. Оборудование, приборы и материалы

В работе используются:

- установка ИИС-МЭФС (информационно-измерительная система для исследования механических и электрофизических свойств материалов) с целью проведения испытаний дисковых образцов по методике вдавливания индентора с записью диаграммы нагружения;
- оснастка для проведения испытаний по методике вдавливания дисковых образцов на установке ИИС-МЭФС;
- штангенциркуль, микрометр;
- металлографический микроскоп;
- коллекция микрошлифов;
- снимки микрошлифов.

4.3.2. Содержание работы

В работе студенты изучают установку ИИС-МЭФС для исследования механических и электрофизических свойств материалов, разработанную кафедрами 9 и 18 НИЯУ МИФИ; основные узлы установки; порядок подготовки оснастки и установки образца; проведение испытаний по методике вдавливания дисковых образцов индентором с записью диаграммы нагружения и регистрацией основных параметров; определяют по кривой нагружения характеристики прочности и пластичности консолидированных образцов-дисков; используют результаты металлографического анализа для описания структуры и определения ее влияния на свойства образцов.

Образцы прессовок порошков на основе меди, алюминия для проведения: испытаний и металлографических исследований; анализа плотности и пористости представлены в виде коллекции микрошлифов, а также исходных образцов порошков и прессовок.

В работе студенты изучают металлографические шлифы, полученные стандартным методом приготовления металлографических шлифов, включая вырезку образца, шлифовку, полировку и травление, а также используют результаты металлографического анализа и растровой электронной микроскопии в виде снимков.

4.3.3. Порядок выполнения работы

Студенты проводят лабораторную работу в соответствии с заданиями, определяющими последовательность выполнения этапов работы согласно ее содержанию, в частности соответствующие методики рассмотренных в теоретической части методов механических испытаний, в том числе консолидированных дисковых образцов вдавливанием индентора; определения характеристик прочности и пластичности по кривым нагружения и исследования их структуры; устройство используемого в работе оборудования; методики подготовки образцов и их испытания и др.

Студентами изучаются методы механических испытаний консолидированных материалов, а также следующие методики исследования их свойств, структуры:

- методика проведения испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора с записью диаграммы нагружения на установке ИИС-МЭФС;
- методика подготовки образца и установки ИИС-МЭФС к проведению испытаний;
- порядок проведения испытаний по методике вдавливания дисковых образцов с записью кривой нагружения;
- методика определения характеристик прочности и пластичности по кривым нагружения;
- методика металлографического анализа структуры пресовок быстрозакаленных порошков меди и алюминия из коллекции к лабораторной работе; методика приготовления микро- и макрошлифов;
- методика определения влияния особенностей структуры на вид диаграммы нагружения с использованием результатов металлографии, растровой электронной микроскопии.

Работа состоит из пяти заданий.

Задание 1. Ознакомление с устройством установки ИИС-МЭФС (совместная разработка кафедр 9 и 18 НИЯУ МИФИ) и методикой механических испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора

Информационно-измерительная система ИИС-МЭФС предназначена для изучения механических и электрофизических свойств

материалов. Описание и технические характеристики информационно-измерительной системы для исследования механических и электрофизических свойств материалов приведены в лабораторной работе «Порошковая металлургия».

Конструкция установки ИИС-МЭФС состоит из следующих элементов: блок нагружения, реверсор перехода от схемы испытаний на растяжения к схеме испытаний на сжатие, система регистрации (нагрузка, деформация, разность электрических потенциалов).

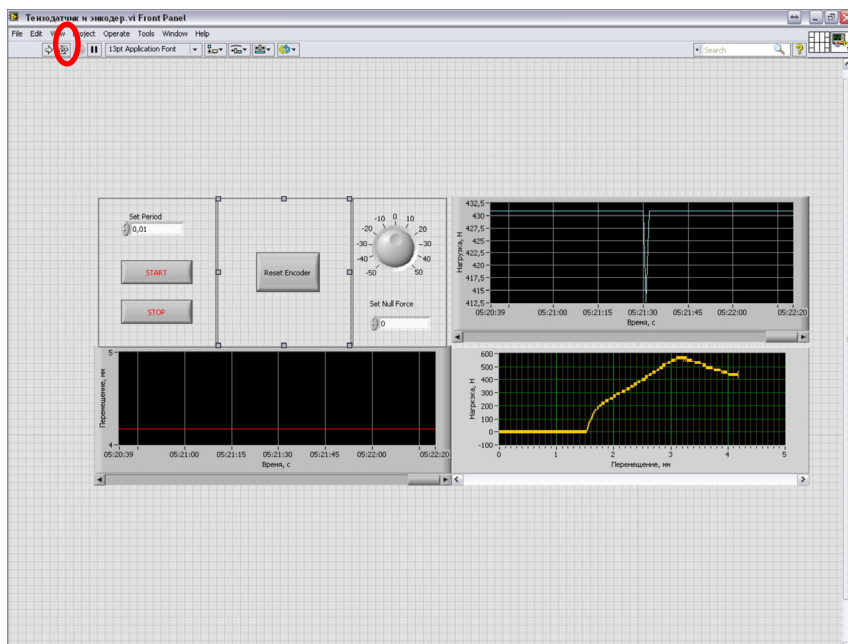


Рис. 4.9. Лицевая панель виртуального прибора LabVIEW для программы № 2 «Тензодатчик и энкодер» (испытание консолидированного дискового образца быстрозакаленного порошка меди мелкодисперсной фракции)

Для проведения измерений включите ПК, питание блока АЦП тензодатчика (CAS SBA-3), питание цифрового мультиметра (Agilent 34411A) и блок питания шагового двигателя (Robiton EN1500S). На рабочем столе запустите ярлык программы LabView для проведения измерений № 2 «Тензодатчик и энкодер». Должно появиться окно загрузки LabView, а далее лицевая панель вирту-

ального прибора автоматизированного комплекса, соответственно программы № 1 или № 2. Запустите программу № 2 «Тензодатчик и энкодер»: в левом верхнем углу виртуального прибора LabView нажмите кнопку с изображением стрелки (выделена красным овалом на панели виртуального прибора, рис. 4.9).

Задание 2. Ознакомление с устройством оснастки для проведения испытания дисковых образцов вдавливанием индентора. Юстировка образца и установка оснастки на установку ИИС-МЭФС

Изучить устройство оснастки для проведения испытания на установке ИИС-МЭФС дискового образца методом вдавливания индентора с записью диаграммы нагружения (рис. 4.10).

Установить оснастку для проведения испытания на установку ИИС-МЭФС и юстировать дисковый образец для проведения испытания методом вдавливания с использованием модернизированной оснастки (рис. 4.11).



Рис. 4.10. Внешний вид оснастки для проведения механических испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора (наконечник индентора в виде шарика диаметром 3 мм) в центр образца-таблетки с использованием ИИС-МЭФС



Рис. 4.11. Внешний вид модернизированной оснастки для проведения механических испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора (наконечник индентора в виде шарика WC диаметром 3 мм) в центр образца-таблетки с использованием ИИС-МЭФС

Задание 3. Проведение механических испытаний дисковых образцов на установке ИИС-МЭФС методом вдавливания индентора

Провести испытание на установке ИИС-МЭФС дискового образца методом вдавливания с записью диаграммы нагружения.

Задание 4. Определение характеристик прочности и пластичности по методике испытания дискового образца вдавливанием индентора с использованием кривой нагружения, полученной на установке ИИС-МЭФС

Провести обработку и анализ полученных данных, оценить характеристики прочности и пластичности, погрешность их определения.

Вид диаграмм нагружения при испытании консолидированных дисковых образцов меди приведен на рис. 4.12.

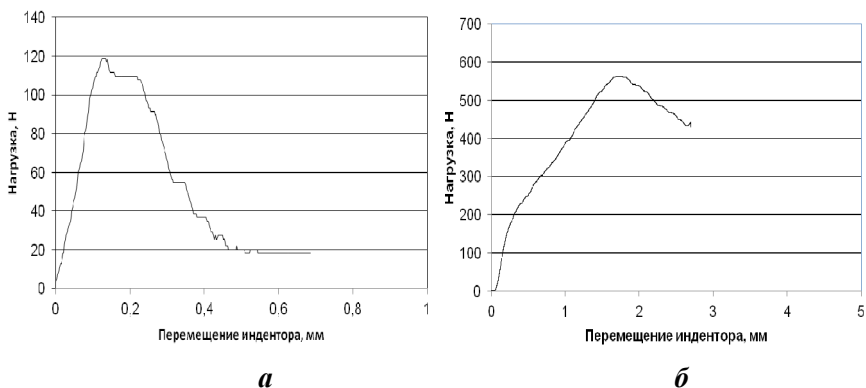


Рис. 4.12. Диаграммы нагрузка – прогиб, полученные при испытаниях консолидированных дисковых образцов быстрозакаленных порошков меди различной дисперсности вдавливанием индентора (наконечник индентора в виде шарика WC диаметром 3 мм) в центр образца-таблетки с использованием ИИС-МЭФС: *а* – крупная фракция; *б* – мелкая фракция

Задание 5. Металлографический анализ образцов из коллекции и выявление корреляции характеристик прочности, пластичности и структуры образцов

Провести металлографический анализ образцов консолидированных быстрозакаленных порошков меди и алюминия различной дисперсности из коллекции металлографических шлифов к лабораторной работе. Зарисовать при оптимальном увеличении микроструктуру заданного образца. Описать внешний вид образца после испытаний. Типичный внешний вид консолидированных образцов быстрозакаленных порошков меди различной дисперсности после испытаний на установке ИИС-МЭФС представлен на рис. 4.13.

Выбор образцов проводится преподавателем.

Проведение металлографического анализа структуры образцов прессовок быстрозакаленных порошков меди и алюминия, полученных распылением расплава из коллекции осуществляется с использованием металлографического микроскопа, данных по растровой электронной микроскопии.

По результатам изучения образцов на микроскопе и снимкам студент приводит описание микроструктуры и зарисовывает ее в отчете, при этом выделяются зеренная структура, дефекты, поры.

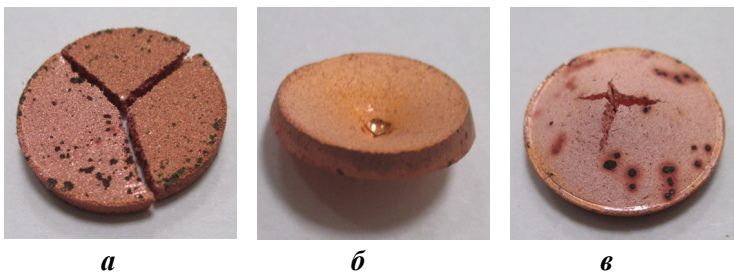


Рис. 4.13. Внешний вид консолидированных дисковых образцов быстрозакаленных порошков различной дисперсности после испытаний вдавливанием индентора в центр образца-таблетки с использованием ИИС-МЭФС: *а* – крупная фракция; *б, в* – мелкая фракция

Определить корреляцию характеристик прочности, пластичности по результатам испытаний и микроструктуры образцов.

4.4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ РАБОТЫ (ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА)

Отчет (см. приложение) по работе должен содержать краткое изложение основных методов определения механических свойств образцов, получаемых порошковой металлургией, а также применяемых для малопластичных материалов (ДВТТ) и для дисковых микрообразцов в реакторном материаловедении (МДВТ); изучение методики механических испытаний на установке ИИС-МЭФС; проведение механических испытаний вдавливанием дискового образца (TRS) с использованием специально разработанной оснастки; расчет погрешностей при измерениях характеристик прочности, пластичности; заключение.

4.5. ПРАКТИЧЕСКИЕ НАВЫКИ СТУДЕНТА ПО ВЫПОЛНЯЕМОЙ РАБОТЕ

В процессе выполнения лабораторной работы студент осваивает практические лаборантские приемы по проведению в лабораторных условиях механических испытаний консолидированных образцов методом вдавливания индентора; приобретает инженерные навыки анализа диаграмм нагружения в зависимости от характеристик порошков; определения параметров прочности и пластично-

сти по диаграмме нагружения консолидированных дисковых образцов быстрозакаленных порошков меди и алюминия, полученных при выполнении лабораторной работы «Порошковая металлургия»; математической обработки результатов эксперимента; корреляции результатов анализа структуры и свойств прессовок.

4.6. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

1. Исходный образец-таблетка, полученный при выполнении предшествующей лабораторной работы, выдается лаборантом.

2. Теоретическая плотность металлического порошка определяется с использованием справочных данных по атомно-кристаллической структуре металла.

3. Оценка характеристик прочности и пластичности осуществляется с использованием формул, приведенных в теоретической части работы.

4. Микроструктура дисковых образцов, используемых для проведения испытаний, изучается на металлографических шлифах из коллекции образцов к лабораторной работе.

При выполнении работы необходимо помнить, что образцы после прессования имеют невысокую механическую прочность и требуют осторожного обращения; после проведения спекания имеет место существенно различный эффект повышения прочности прессовок быстрозакаленных порошков меди и алюминия, полученных распылением расплава, что также необходимо учитывать при работе с образцами.

4.7. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

Вопросы входного контроля

1. Перечислите основные методы определения механических свойств образцов, получаемых порошковой металлургией, а также применяемых для малопластичных материалов.

2. Рассмотрите сущность метода испытаний дисковых микрообразцов в реакторном материаловедении (MDBT).

3. Что представляет собой метод испытаний дисковых образцов (TRS)?

4. Рассмотрите сущность метода испытаний малопластичных материалов при определении температуры хладноломкости (DBTT).
5. Каковы особенности оптимального применения рассматриваемых методов испытаний и типы тестируемых материалов?
6. Назовите методы определения механических свойств малопластичных материалов.

Вопросы при сдаче работы

1. В чем заключается метод испытаний дисковых образцов вдавливанием (TRS)?
2. Перечислите преимущества и недостатки метода испытаний дисковых образцов (TRS).
3. Рассмотрите устройство установки ИИС-МЭФС, основные узлы, принцип действия: режим нагружения.
4. Рассмотрите устройство установки ИИС-МЭФС, основные узлы, принцип действия: режим регистрации.
5. Что представляет собой лицевая панель программы LabView при испытании дисковых образцов вдавливанием индентора?
6. Рассмотрите устройство оснастки для проведения испытания дисковых образцов вдавливанием индентора, юстировку образца и оснастки на ИИС-МЭФС.
7. Какие требования по размерам дисковых образцов, предполагаемым характеристикам прочности и пластичности необходимо учитывать при проведении испытаний на ИИС-МЭФС.
8. Каков типичный вид диаграмм нагружения консолидированных дисковых образцов, как осуществляется определение характера разрушения и оценка пластичности?
9. Рассмотрите порядок обработки исходной кривой нагружения, основные принимаемые допущения, юстировку образца, приведите расчет прочностной характеристики σ_{\max} .
10. Рассмотрите схему метода испытаний дисковых микрообразцов в реакторном материаловедении (MDBT), оснастку и типичные диаграммы нагружения, приведите примеры тестируемых материалов.

11. Какова практика анализа диаграмм испытаний дисковых микрообразцов в реакторном материаловедении (MDBT), оценка характеристик прочности и пластичности?

12. Рассмотрите схему метода испытаний малопластичных материалов при определении температуры хладноломкости (ДВТТ), типичные диаграммы нагружения, приведите примеры тестируемых материалов.

13. Рассмотрите особенности напряженного состояния различных участков дисковых образцов при испытании вдавливанием индентора.

14. Укажите характер зарождения трещин и их распространения при испытании дисковых образцов вдавливанием индентора.

15. Перечислите основные причины хрупкого разрушения консолидированных образцов быстрозакаленных порошков алюминия и меди различной дисперсности по результатам механических испытаний и анализа внешнего вида, микроструктуры образцов из коллекции к лабораторной работе.

16. Приведите примеры типичных кривых нагружения современных консолидированных материалов при испытаниях дисковых образцов методом вдавливания индентора.

17. Укажите основные причины различия кривых нагружения и механических свойств консолидированных дисковых образцов быстрозакаленных порошков меди и алюминия различной дисперсности.

РАБОТА 5. СОВРЕМЕННЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

5.1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Ознакомление с современными перспективными направлениями порошковой металлургии и установками для электроимпульсных методов консолидации, с особенностями структуры и свойств перспективных консолидированных материалов; проведение механических испытаний дискового образца вдавливанием индентора на установке ИИС-МЭФС с использованием специально разработанной оснастки.

5.2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Современные направления порошковой металлургии позволяют достичь высокий уровень механических, физико-химических свойств материалов и изделий за счет использования быстрозакаленных аморфных, нанокристаллических, квазикристаллических, микрокристаллических порошков. Совершенствование методов получения порошков, обладающих уникальными свойствами, на основе применения новых физико-химических способов, включая высокоскоростное распыление расплава при получении быстрозакаленных порошков, а также методов газофазной металлургии сочетается с использованием усовершенствованных методов консолидации порошков и получения изделий.

Современные методы консолидации порошков позволяют в значительной мере сохранить в компактном изделии структурно-фазовое состояние, характерное для быстрозакаленных порошков в результате реализации эффектов быстрой закалки, реализуемых при их получении. Методы изостатического прессования, в особенности горячего изостатического прессования, такие импульсные технологии консолидации порошков, как спарк-плазменное спекание и высоковольтная импульсная консолидация порошков, МИМ-технология получения высокоточных изделий сложной формы, оспрей-метод и метод 3-печати с использованием локального (селективного) электронно-лучевого и лазерного оплавления представляют собой современные направления порошковой металлургии.

Промышленное производство быстрорежущих сталей и твердых сплавов с высокодисперсной структурой методом порошковой металлургии обеспечивает значительно более высокий уровень служебных свойств изделий по сравнению с традиционной металлургией.

Развитию и внедрению порошковой металлургии уделяется все возрастающее внимание. Современные направления порошковой технологии в значительной мере определяют прогресс в разработке новых конструкционных материалов и функциональных материалов, различных композиционных материалов. Методом порошковой металлургии изготавливаются такие ответственные детали энергонапряженной техники, как рабочие диски газовых турбин, работающие длительное время в потоке горячих газов при температурах ~ 1100 °С.

5.2.1. Современные перспективные направления получения порошков

Современные направления получения порошков металлов, сплавов и тугоплавких соединений, используемых в порошковой металлургии, включают следующие способы:

- измельчение твердых материалов в вихревых и струйных мельницах, высокоэнергетических шаровых мельницах;
- методы распыления расплава с формированием быстрозакаленных порошков, в том числе:
 - экзогенное и эндогенное газовое распыление расплавов;
 - центробежное распыление быстровращающегося электрода и расплава;
 - сублимация и конденсация в вакууме;
 - высокоскоростное осаждение из паровой фазы;
 - получение из газовой фазы (пиролиз, восстановление водородом, транспортные реакции);
 - восстановление оксидов водородом, оксидом углерода и металлами;
 - электролиз расплавленных солей или водных растворов.

Современные процессы распыления расплава классифицируют по методу нагрева (индукционный, электродуговой, плазменный, электронный, лазерный), по виду силового воздействия на него при диспергировании (газовые и водяные струи, центробежные или

магнитогидродинамические силы, воздействие ультразвука), по типу среды для диспергирования (инертная, вакуум, восстановительная, окислительная).

Применение металлургии распыленных микрослитков (гранульная металлургия) проявляется в значительном уменьшении размеров структурных составляющих. При классификации методов высокоскоростного охлаждения расплава используют такие параметров, как скорость охлаждения, размер (масса) и форма микрослитка, дисперсность структуры, наличие метастабильных фаз, аморфного состояния.

Процессы обычного распыления расплава (normal atomization), обеспечивают формирование гранул – микрослитков сферической формы при скоростях охлаждения 10^2 – 10^4 К/с. Более высокие скорости охлаждения 10^5 – 10^6 К/с достигают, применяя сверхбыстрое (ускоренное) затвердевание (ВЗР- и РИБЗ-, RSR-процессы). В случае современных перспективных методов применяется принудительное конвективное высокоскоростное охлаждение или охлаждение микрослитка на экране-отражателе, а также высокодисперсное распыление сверхзвуковой газовой струей.

Высокоскоростное ионно-плазменное напыление, высокоскоростное осаждение из газовой фазы, методы получения быстрозакаленных порошков путем закалки из газовой фазы рассматриваются как перспективные направления получения порошков.

Распыление высокоскоростным потоком газа применяют для получения порошков сплавов на основе железа, титана, меди. Инертный газ - аргон - используется при распылении никелевых и титановых жаропрочных сплавов, а также для других сильноокисляющихся металлов. Кристаллизация капель расплава происходит, в основном, в виде сферических гранул, размер которых уменьшается с увеличением скорости газа.

Центробежное распыление применяется для получения быстрозакаленных порошков перспективных жаропрочных сплавов на основе никеля и легированных сталей.

Распыление расплавленного металла происходит в результате действия центробежных сил. По сравнению с распылением газовым потоком имеется возможность осуществления процесса распыления в вакууме или в инертной атмосфере, что снижает возможность окисления и загрязнения металла газовыми примесями.

В современных технологиях применяют два основных варианта центробежного распыления: центробежное распыление вращающегося электрода и центробежное распыление расплава.

Центробежное распыление электрода в виде цилиндрического электрода, оплаваемого в результате электродугового нагрева и приводимого во вращение с высокой скоростью, имеет следующие особенности. Тонкий слой расплавленного металла (10–30 мкм) на оплаваемом торце под действием центробежных сил перемещается к его периферии и срывается с его кромки в виде частиц-капель. Увеличение диаметра расходуемого электрода и скорости его вращения приводит к уменьшению размера частиц-капель. Размеры гранул, скорость охлаждения регулируют, изменяя скорость вращения электрода, мощность теплового потока нагревателя, скорость потока инертного газа. Метод широко применяют для получения гранул жаропрочных никелевых, титановых сплавов.

Центробежное распыление расплава производится при автономном (предварительном) плавлении в неподвижном тигле достаточно большого объема металла. Полученный расплав с заданной величиной перегрева подается в зону распыления, например на вращающийся с высокой скоростью разливочный тигель (разливочный диск – тарель). При попадании струи расплава на вращающийся диск образуется пленка жидкого металла, от которой затем отрываются капли-частицы преимущественно размером менее 100 мкм и кристаллизуются в атмосфере инертного газа со скоростью 10^5 – 10^6 К/с.

Центробежное распыление расплава позволяет обеспечить необходимую обработку расплава перед распылением и устранить наследственную неоднородность металла.

Более дисперсные структуры формируются при скоростях охлаждения 10^5 – 10^6 К/с при затвердевании микрослитков в виде чешуек, волокон в результате кратковременного контакта с быстро движущейся металлической поверхностью. В этих условиях преобладает эффект формирования аномально пересыщенных твердых растворов и других метастабильных высокодисперсных фаз. Указанные структурно-фазовые состояния характерны для быстрозакаленных сплавов, получаемых по технологии РИБЗ (распыление и быстрая закалка) и ВЗР (высокоскоростное затвердевание расплава).

Предельным состоянием расплава, затвердевающего при скоростях охлаждения более 10^6 К/с, является аморфное (нанокристаллическое), достигаемое при условиях:

- затвердевания на металлической поверхности с максимальной высокой скоростью теплоотвода;
- поверхностного оплавления металла концентрированными потоками энергии (лазерное, электронное, ионное, плазменное глянцеование);
- получения ультрадисперсных порошков размером ~ 100 нм специальными методами распыления.

Быстрозакаленные сплавы характеризуются высокодисперсной дендритной, микрокристаллической, нанокристаллической или аморфной структурой, высокой однородностью химического состава, формированием аномально-пересыщенных твердых растворов, образованием метастабильных фаз, структурных и фазовых составляющих, что обеспечивает высокий уровень технологических и служебных свойств.

Механическое легирование (mechanical alloying) является перспективным направлением порошковой металлургии для получения ODS (Oxide Dispersion Strengthened) – сталей типа MA957 (Fe–14 Cr–0,9 Ti–0,3 Mo–0,1 Al и 0,25 Y₂O₃, % мас.), упрочненных высокодисперсными частицами оксидов (дисперсно-упрочненные (ДУО, ODS) материалы с использованием быстрозакаленных порошков легированных сталей).

Современные быстрорежущие стали, жапропрочные никелевые сплавы, получаемые с использованием быстрозакаленных порошков характеризуются высокой эффективностью в промышленном производстве за счет реализации, в первую очередь, существенного эффекта повышения дисперсности структурно-фазового состояния и однородности элементного состава.

5.2.2. Перспективные методы подготовки порошков к формованию

Перед формованием (консолидацией) порошки дополнительно обрабатывают после процесса получения. При необходимости проводятся процессы рафинирования порошков с целью удаления избыточного количества примесей, имеющих после диспергирования.

При подготовке металлических порошков к компактированию осуществляется контроль качества порошка и устранение дефектов, встречающихся в порошках металлов и сплавов.

Существуют следующие основные группы дефектов: инородные включения – керамические или металлические, пористость, особо мелкие (пылевые) фракции с повышенным содержанием кислорода.

Частицы Al_2O_3 , Cr_2O_3 , SiO_2 попадают от футеровки плавильных тиглей при газовом распылении аргоном, например никелевых жаропрочных сплавов. Частицы вольфрама встречаются в порошках, полученных методом центробежного распыления электрода, оплаваемого электрической дугой, в результате эрозии нерасходуемого вольфрамового электрода. Транспортировка и перегрузка порошков сопровождаются соприкосновением с различными поверхностями, что приводит к дополнительному загрязнению.

Газовая (чаще всего аргоновая) пористость характерна для порошков, полученных газовым распылением. При вакуумном распылении имеется аналогичная зависимость пористости от диаметра гранул. При центробежном распылении формируется плотная структура гранул независимо от диаметра.

Концентрация указанных выше дефектов порошков быстроохлажденных сплавов весьма низкая: 1 частица примеси (дефект) на 10^7 частиц сплава (1 включение на 10 см^3 компактного металла), поэтому они не могут быть определены химическим анализом и существует проблема их обнаружения. Газовую пористость определяют по количеству «захваченного» аргона, измеряя давление аргона при расплавлении образца или при нагреве до $1200\text{ }^\circ\text{C}$.

При подготовке порошков к компактированию применяют следующие методы устранения дефектов:

- удаление особомелкой, пылевидной фракции с повышенным содержанием кислорода;
- электростатическая сепарация, обеспечивающая отделение неметаллических частиц при обдуве ионизированным газом металлического барабана, на который подается порошок;
- разделение частиц по их баллистическим свойствам в зависимости от размера и массы в результате воздействия ламинарной струи аргона перпендикулярно направлению падения частиц порошка.

Классификация представляет собой технологическую операцию разделения порошка по размерам частиц на фракции (фракционирование), используемые затем либо непосредственно для формования, либо для составления смеси, содержащей требуемый процент частиц нужного размера.

Классификацию порошков с размером частиц менее 40 мкм проводят в воздушных сепараторах (пневмосортировка), высаживающих твердые частицы из несущего газового потока под действием силы тяжести. Весьма эффективными аппаратами для разделения являются циклоны-сепараторы, конструкция которых проста, а производительность вполне достаточна.

Дегазация порошков осуществляется методами статической и динамической горячей дегазации. Горячая статическая дегазация является составной частью операции «капсулирования» порошка перед горячим (изостатическим) прессованием и заключается в нагреве при разрежении 0,1 МПа. Электродинамическая дегазация применяется для повышения эффективности удаления десорбированного газа – аргона – путем ионизации и ускорения в электрическом поле между ионизатором и сеткой.

Процессы рафинирования и отжига порошков часто сводят к единому процессу рафинировочного отжига, который, как правило, проводят в атмосфере водорода.

5.2.3. Современные направления консолидации порошков

Развитие порошковых материалов связано с разработкой новых методов получения порошков, подготовки порошков к формованию и совершенствованием технологии консолидации порошков.

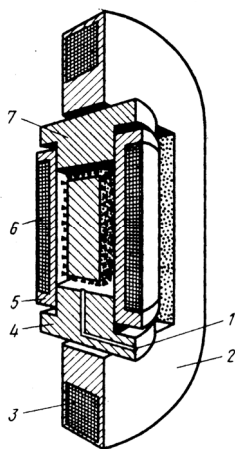
Современным методом формования является изостатическое прессование. Порошок в пластичной оболочке уплотняют вибрированием и вакуумируют, затем переносят в рабочую камеру. Порошок в оболочке равномерно обжимается со всех сторон, при этом внешнее трение порошка отсутствует, так как оболочка перемещается вместе с порошком. Плотность прессовки получается практически одинаковой, а давление прессования для достижения заданной плотности гораздо меньше, чем при прессовании в стальных пресс-формах.

Горячее изостатическое прессование (ГИП, HIP) заключается в изостатическом воздействии давления, создаваемого с помощью рабочей среды (инертного газа – аргона) на компактируемый порошок, помещенный в оболочку – капсулу.

Порошковая металлургия с использованием быстрозакаленных порошков позволяет получать однородный и изотропный материал вследствие реализации эффекта высокоскоростного затвердевания и применения последующего горячего изостатического прессования. Металлургия гранул (ПМ ГИП-технология, РМ HIP – Powder Metallurgy Hot Isostatic Pressing) представляет перспективное направление в получении изделий сложной формы, например из высоколегированных жаропрочных сталей и сплавов.

ГИП осуществляется в специальных установках – газостатах (рис. 5.1). Существуют различные варианты конструкций газостатов, в частности отличающиеся по размещению нагревателя, по способу крепления крышки.

Рис. 5.1. Схема установки для изостатического прессования (газостат): 1 – ввод рабочего газа; 2 – рама, воспринимающая осевые нагрузки; 3 – обмотка рамы напряженной стальной лентой для повышения прочности рамы; 4, 7 – нижняя и верхняя крышки; 5 – цилиндр высокого давления; 6 – обмотка цилиндра



Технология операции ГИП состоит в предварительном нагреве капсулы с компактируемыми гранулами жаропрочных сплавов и последующей загрузке в газостат (температура ~ 1200 °С) обычно через нижний затвор для устранения вытекания горячего аргона. Нагрев газостата поддерживается непрерывно за счет применения стойких к окислению нагревателей. Длительность ГИП ~ 3-8 ч. Ме-

тод ГИП применяется как для получения заготовок простой формы (например, цилиндрической), предназначенных для последующей обработки давлением, так и изделий сложной формы с минимальными допусками.

Среди методов компактирования, близких к ГИП, следует выделить прессование в «жидкой» матрице (fluid die), не требующее применения дорогостоящего оборудования.

Сущность метода заключается в использовании при прессовании металлической матрицы, в которой имеется полость соответствующей конфигурации, заполняемая компактируемым порошком с применением интенсивного виброуплотнения. При температуре компактирования материал матрицы размягчается, становится почти жидким и передает гидростатическую компоненту давления на порошок. Преимущество метода состоит в возможности его реализации по схеме обычной объемной штамповки; в высоком давлении - в 6–10 раз более высоком, чем при использовании ГИП и малом времени компактирования. Возможность компактирования быстрозакаленных порошков при более низких температурах и меньших временах, чем при ГИП, в результате действия значительно более высоких давлений обеспечивает получение плотных изделий с мелкозернистой структурой при минимальной степени структурных изменений исходного порошка и является привлекательной для достижения высокого уровня характеристик компактных заготовок и изделий быстрозакаленных сплавов.

Горячее изостатическое прессование быстрозакаленных порошков коррозионно-стойких сталей представляет метод изготовления изделий простой и сложной формы.

Преимущества этой технологии при производстве изделий из коррозионно-стойких сталей по сравнению с традиционной технологией состоят в следующем:

- гомогенность материала, изотропность свойств;
- повышенная чистота получаемого материала, очень низкий уровень шлаковых включений (окалины);
- возможность применения гибкой технологии конструирования изделий точных размеров и формы;
- легкость выполнения ультразвукового контроля изделий сложной формы;

- низкая стоимость окончательной механической обработки и эффективность производства малых серий изделий;
- короткие сроки поставки;
- возможность изготовления составных или плакированных изделий с оптимальными свойствами.

Современные наиболее крупные установки для компактирования гранул жаропрочных сплавов (рис. 5.2) имеют следующие параметры: внутренний диаметр ~ 1235 мм, высота сосуда высокого давления 2500 мм, давление ~ 100 МПа, температура ~ 1250 С.

Перспективные дисперсно-упрочненные оксидами стали являются сложными композиционными материалами, изготавливаемыми с использованием современных методов получения быстрозакаленных порошков и методов консолидации, в частности горячего изостатического компактирования. Схема современной технологии изготовления таких ДКМ материалов, основанная на применении метода порошковой металлургии, представлена на рис. 5.3. Быстрозакаленный порошок матричной стали и дисперсный порошок оксида Y_2O_3 служат исходными компонентами производства ДКМ типа ДУО-сталей.

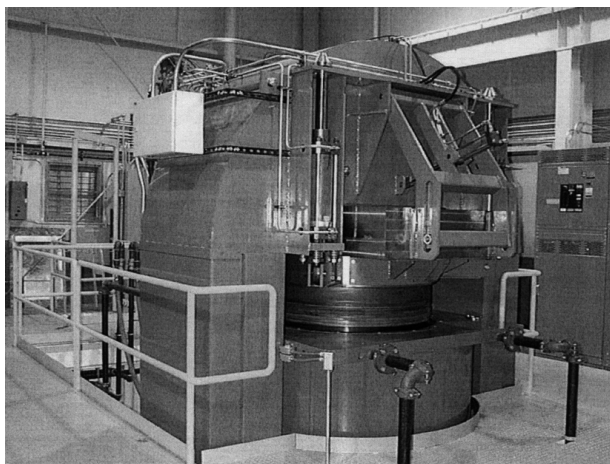


Рис. 5.2. Современный газостат на максимальное давление 200 МПа с размерами рабочей камеры 1,0x1,6 м

Быстрозакаленные порошки коррозионно-стойких сталей, используемые в качестве матрицы, получают методами распыления расплава высокоскоростной газовой струей.

Компактирование быстрозакаленных порошков коррозионно-стойких сталей и никелевых суперсплавов успешно осуществляется методом горячего изостатического прессования.

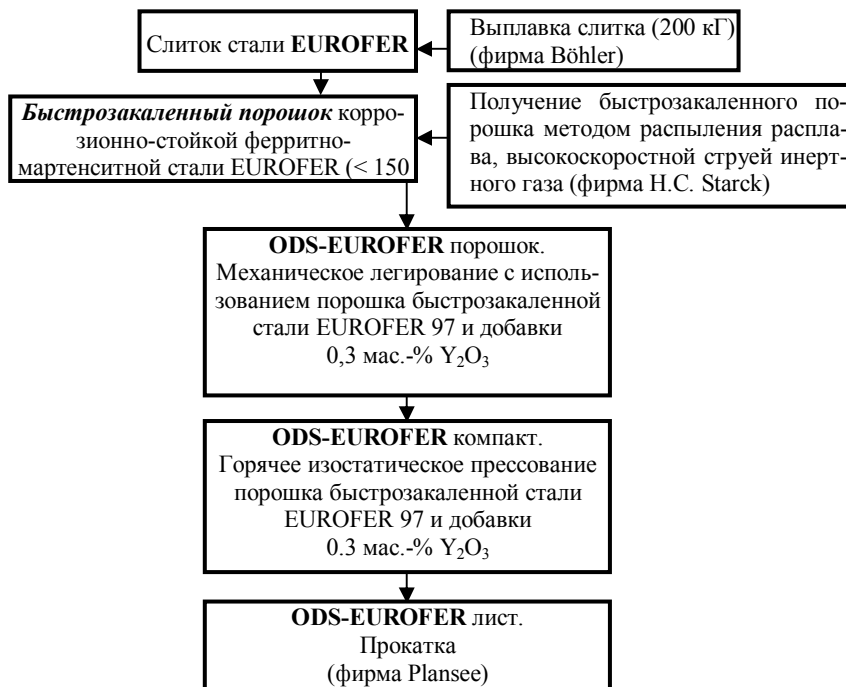


Рис. 5.3. Схема получения перспективного дисперсно-упрочненного композита (ДКМ – ODS-EUROFER) на основе быстрозакаленного порошка коррозионно-стойкой жаропрочной ферритно-мартенситной стали с использованием горячего изостатического прессования

Опыт промышленного производства быстрорежущих сталей ледебуритного класса (HSS – high speed steels) методом порошковой металлургии с использованием быстрозакаленных порошков характеризует более высокий уровень свойств и эффективность технологии по сравнению с традиционной технологией за счет значи-

тельного повышения дисперсности структуры и однородности состава.

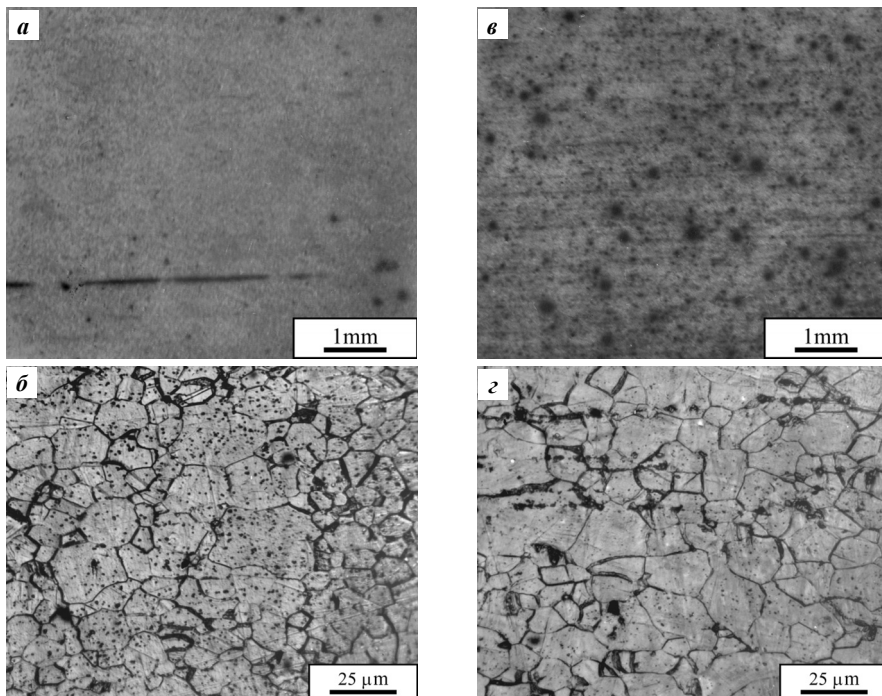


Рис. 5.4. Авторадиограммы распределения углерода и микроструктура образцов твэльных трубок из быстрозакаленной (а, б) и традиционной (в, г) стали коррозионно-стойкой жаропрочной аустенитной стали ЭП172

Характерные особенности структурно-фазового состояния при применении технологии быстрой закалки расплава коррозионно-стойких жаропрочных сталей аустенитного и ферритно-мартенситного классов (рис. 5.4) коррелируют с положительными изменениями характеристик прочности и пластичности по сравнению с традиционными сталями.

Авторадиографическое исследование по углероду позволило выявить, что образцы изделий – твэльных трубок быстрозакаленной аустенитной стали ЭП172 – характеризуются практически однородным распределением углерода, а образцы, полученные мето-

дом традиционной технологии – неоднородным распределением углерода и строчечным выделением фаз внедрения (см. рис. 5.4).

По результатам механических испытаний кольцевых образцов выявлен существенно более высокий уровень прочности быстрозакаленной аустенитной стали ЭП172 (предел прочности $\sigma_B \sim 730$ МПа, предел текучести $\sigma_{0,2} \sim 640$ МПа) по сравнению с традиционной технологией ($\sigma_B \sim 590$ МПа, $\sigma_{0,2} \sim 430$ МПа) (рис. 5.5).

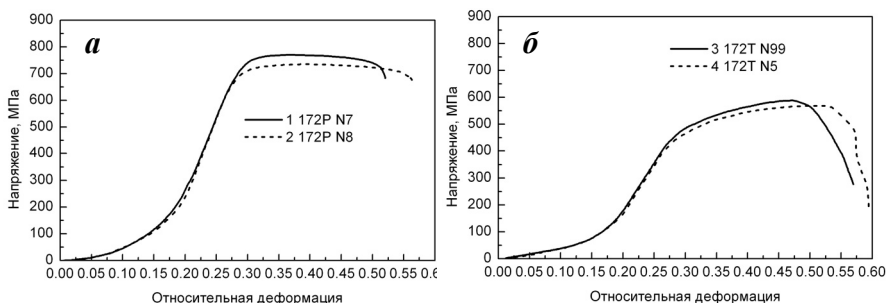


Рис. 5.5. Диаграммы растяжения кольцевых образцов твэльных труб быстрозакаленной коррозионно-стойкой стали ЭП172 (а – образцы 1, 2 – 172Р) и полученной по традиционной технологии (б – образцы 3, 4 – 172Т)

В случае стали ЭП450, имеющей при использовании традиционной технологии более высокую прочность ($\sigma_B \sim 750$ МПа, $\sigma_{0,2} \sim 630$ МПа) и невысокую пластичность по сравнению с ЭП172, эффект перехода к технологии закалки расплава проявляется в существенном повышении пластичности при сохранении уровня характеристик прочности.

Экструзия (выдавливание, мундштучное прессование из замкнутой полости через отверстие в матрице) сочетает горячее компактирование и обработку давлением, что позволяет получить компактный металл в деформированном состоянии. Отношение площадей контейнера и отверстия в матрице определяет коэффициент вытяжки и, соответственно, увеличение скорости истечения (деформации) по отношению к скорости движения пресс-штемпеля (скорость прессования).

Экструзия может осуществляться как свободно засыпанных в капсулу порошков, так и компактных заготовок. Температура экструзии жаропрочных никелевых сплавов находится в интервале 1000–1200 °С, вытяжка варьируется от 4 до 15.

Успешное проведение экструзии с формированием высокодисперсной структуры в условиях турбулентного течения и перемешивания металла осуществляется на основе оптимального выбора параметров: температуры, вытяжки, напряжения течения, скорости прессования. Неполное уплотнение может наблюдаться при слишком низкой температуре и недостаточной величине вытяжки. Горячая штамповка - ковка свободно насыпанных порошков быстрозакаленных жаропрочных сплавов - применяется для цилиндрических заготовок в случае невысоких требований к точности воспроизведения формы. Деформация порошка осуществляется в стальной капсуле в виде цилиндра с подвижной крышкой, что устраняет коробление капсулы и обеспечивает равномерное распределение давления.

МІМ-технология (Metal Injection Moulding) представляет собой современный метод изготовления изделий точной геометрии, сложной формы (рис. 5.6), переменного состава из быстрозакаленных порошков легированных сталей, сочетающий высокое качество и свойства изделий с высокой производительностью и сравнительно низкой стоимостью. Эта технология дополняет существующие методы традиционной порошковой металлургии с использованием прессования, спекания, механической обработки и метод литья по выплавляемым моделям.

Сущность метода состоит в использовании высокодисперсных диаметром менее 20 мкм сферических порошков, получаемых распылением расплава, что, в частности, позволяет обеспечить высокую точность заполнения сложных форм при прессовании и, соответственно, точность изготовления изделий (табл. 5.1).

Наиболее эффективно применение МІМ-технологии при серийном выпуске преимущественно миниатюрных изделий большими партиями. Например, стоимость изделия массой 4,5 г при увеличении объема выпуска от 250 тыс. до 3 млн штук снижается почти в 10 раз и составляет 0,2 у.е.

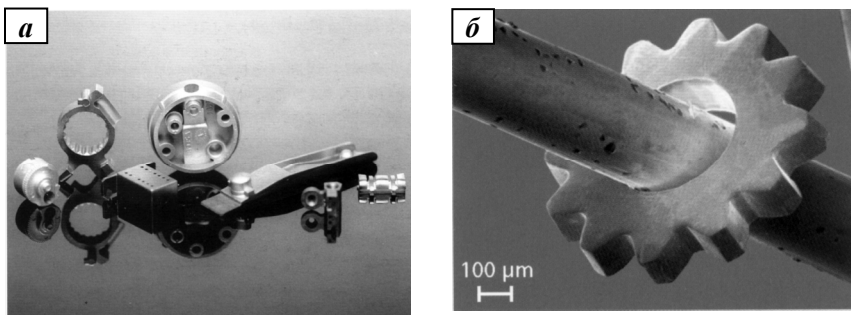


Рис. 5.6. Изделия, полученные по МИМ-технологии:
***a* – разнообразные и сложные формы; *б* – миниатюрные размеры**

Таблица 5.1

Типичные размеры допусков для изделий, получаемых по МИМ-технологии

| Номинальный размер изделия, мм | МИМ-технология | Литье по выплавляемым моделям |
|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|
| | Гарантируемый допуск (+/-), мм | |
| < 3 | 0,05 | – |
| 3–6 | 0,06 | 0,12 |
| 6–15 | 0,075 | 0,15 |
| 15–30 | 0,15 | 0,20 |
| 30–60 | 0,25 | 0,30 |
| > 60 | 0,5 % | – |

Для прессования методом выдавливания предварительно готовится смесь порошка с органической связкой, так называемый полупродукт (feedstock pellets). Свойства связки во многом определяют успех метода, поскольку операция ее удаления и спекания влияет существенным образом на точность геометрии изделия и его свойства.

Сложные металлические детали из функционально различных частей (материалов) с полостями и тонкими стенками могут быть получены с минимальными допусками и свойствами, аналогичными деформированному металлу. МИМ-технология сочетает преимущества технологии пластмасс с возможностью использования широкого спектра металлических сплавов.

В более широком смысле рассматривается PИМ-технология (Powder Injection Moulding) как метод с использованием не только высокодисперсных металлических порошков, но и керамических порошков.

В настоящее время фирмами Osprey Powders – Sandvik, Carpenter Powder Products и другими освоен промышленный выпуск высокодисперсных металлических порошков для MИМ-технологии методом распыления расплава. В основном получают быстрозакаленные порошки нержавеющей стали типа AISI 316 L, 304 L, 410 L, 420, 430, 17-4PH, а также углеродистых и малолегированных сталей, жаропрочных сплавов: Udimet 700, стеллита, быстрорежущей стали, титанового сплава Ti-6Al-4V, сплавов на основе вольфрама. Дисперсность MИМ-порошков представлена на рис. 5.7 данными фракционного анализа порошка аустенитной стали 316 L, полученного распылением расплава.

Для микро (μ -MИМ)-технологии фирма Osprey Powders – Sandvik освоила производство еще более дисперсных порошков легированных сталей, в частности 316 L, 17-4PH, в которых доля частиц диаметром 5 мкм достигает 80% (см. рис. 5.7).

Столь высокая дисперсность сферических микрослитков достигается высокоинтенсивным газовым распылением расплава (gas atomized powders), которое сопровождается значительным проявлением эффектов быстрой закалки расплава.

Важная роль в реализации преимуществ MИМ-технологии отводится выбору органической связки на основе полимерных термопластов, полиацетатов и др. Однородность полупродукта, представляющего смесь MИМ-порошка со связкой, достигается применением специальных смесителей.

Оборудование для осуществления при MИМ-технологии выдавливания полупродукта (feedstock) в пресс-форму выпускается рядом фирм (например, ARBURG, Austrian PИМ Group). Экструдирование осуществляется при некотором подогреве с таким расчетом, чтобы обеспечить необходимую пластичность полупродукта.

Удаление органической связки ее разложением и последующим испарением – наиболее ответственный этап, который обычно осуществляется при тщательно контролируемом подогреве. В дальнейшем проводится спекание – операция порошковой металлургии, обеспечивающая высокую плотность и прочность изделия.

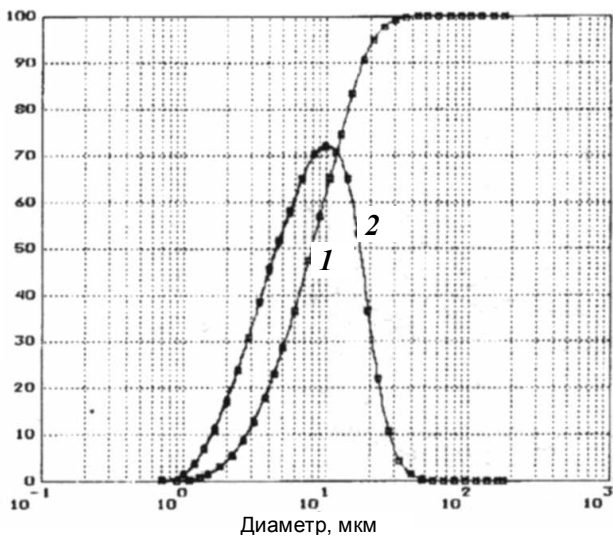


Рис. 5.7. Типичное распределение частиц ММ-порошка по размерам (быстрозакаленные микрогранулы коррозионно-стойкой стали аустенитного класса AISI 316 L): 1, 2 – суммарное и относительное распределение

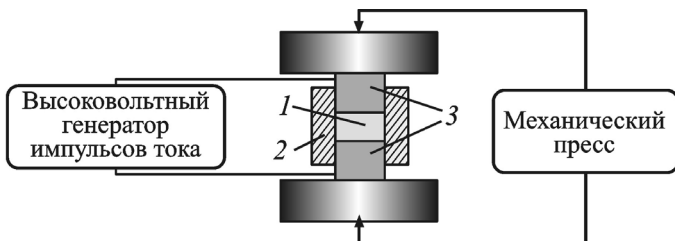
Динамическое компактирование. Сохранение эффекта высокоскоростного затвердевания, достигаемое при получении быстрозакаленных порошков высоколегированных сплавов, в процессе получения беспористой заготовки достигается в наибольшей степени при динамическом компактировании.

При динамическом (взрывном) компактировании эти условия реализуются в процессе прохождения ударной волны за счет детонации взрывчатого вещества в непосредственном контакте с капсулой, заполненной порошком, или в результате удара поршня, движущегося с высокой скоростью. Механизм компактирования при прохождении ударной волны заключается в адиабатическом разогреве межчастичных контактов до оплавления, последующего уплотнения и высокоскоростного затвердевания зон локального оплавления со скоростью $\sim 10^{10}$ К/с.

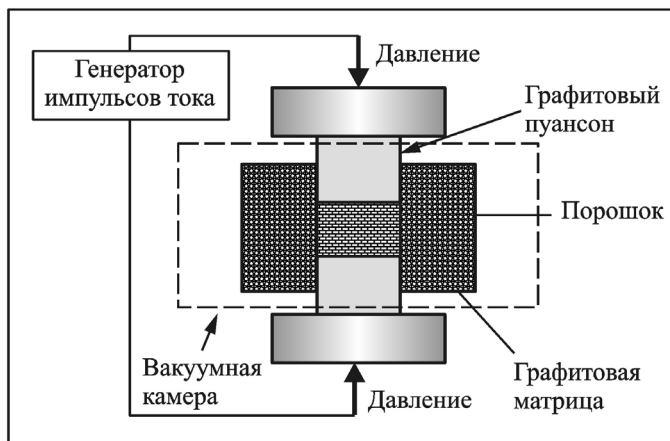
Электроимпульсные технологии консолидации порошковых материалов. Электроимпульсное прессование (ЭИП) осуществляется при совместном воздействии на прессовку внешней нагрузки

(~ 200 МПа) и мощного электромагнитного импульса (~ 300 кА, $\tau \sim 10 \div 100$ мкс), эффект воздействия которого заключается в возможности высокоскоростного локального оплавления межчастичных контактов токопроводящей фазы с одновременным наложением импульса магнитного давления (~ 20 МПа).

Установки для высоковольтного компактирования (рис. 5.8, *а*), спарк-плазменного спекания (рис. 5.8, *б*) магнитно-импульсного прессования и СВЧ-спекания порошковых материалов являются примером оборудования перспективных направлений консолидации порошков.



а



б

Рис. 5.8. Схемы импульсных технологий консолидации порошков:
а — высоковольтная импульсная консолидация порошков
 (1 — электропроводный порошок; 2 — изолирующая матрица;
 3 — электроды-пуансоны); *б* — спарк-плазменное спекание порошков

Электроимпульсные методы и, в частности, спарк-плазменное спекание перспективны для создания дисперсно-упрочненных наночастицами жаропрочных композитных материалов, при получении которых необходима совместная и быстрая консолидация порошков нанометровых размеров.

Электроимпульсная высоковольтная и спарк-плазменная технологии позволяют получать магнитные материалы со структурно-управляемыми магнитными свойствами на основе порошков железа, обеспечивающих высокие эксплуатационные характеристики магнитопроводов.

Помимо этого электроимпульсная высоковольтная и спарк-плазменная технологии дают возможность проводить синтез соединений металлов с неметаллами из механических смесей заданных компонентов. Регулирование скорости нагрева при спарк-плазменном спекании позволяет контролировать размер зерна, и соответственно, влиять на доменную структуру магнитных материалов и, таким образом, управлять магнитными свойствами получаемых материалов.

При спарк-плазменном спекании осуществляется режим микросварки частиц, обеспечивающий возможность получения высокопористых структур с высокой прочностью. Электроимпульсная высоковольтная и спарк-плазменная технологии позволяют изготавливать объемно-пористые тела, имеющие высокую открытую пористость, большую удельную поверхность и обладающие хорошими прочностными характеристиками.

Изготовление с помощью высоковольтного компактирования объемно-пористых тел (аноды конденсаторов из порошков Ta 1–4 классов) позволяет на 18–20 % увеличить удельную поверхность изделий (соответственно, их емкость) по сравнению со стандартной технологией (прессование и спекание).

Электроимпульсная высоковольтная и спарк-плазменная технологии позволяют совмещать создание твердого сплава из порошка одновременно с его нанесением на стальную подложку. При этом можно наносить покрытия любой необходимой толщины. Использование короткого и мощного импульса электрического тока позволяет выделить достаточное количество энергии в виде тепла для спекания порошка твердого сплава и сконцентрировать эту энергию только в покрытии, без нагревания упрочняемой детали. Вы-

сокая скорость процесса ограничивает протекание таких нежелательных явлений, как рост зерен карбидной фазы, что существенно повышает эксплуатационные свойства покрытия.

Перспективные направления консолидации, основанные на селективном лазерном и электронно-лучевом плавлении (SLS- и EBM-метод). В современной технике применяются также методы формования и спекания, основанные на лазерном и электронно-лучевом плавлении (SLS- и EBM-метод). Сущность этих методов состоит в том, что быстрозакаленный порошок фиксируется на специальной подслое, на котором происходит его селективное спекание. Формование и спекание происходит под действием лазерного или электронного пучков. Данная технология является развитием 3d-технологии и позволяет получать изделия сложной формы и заданной пористости для авиационной и космической техники, а также в медицине для изготовления протезов (рис. 5.9).

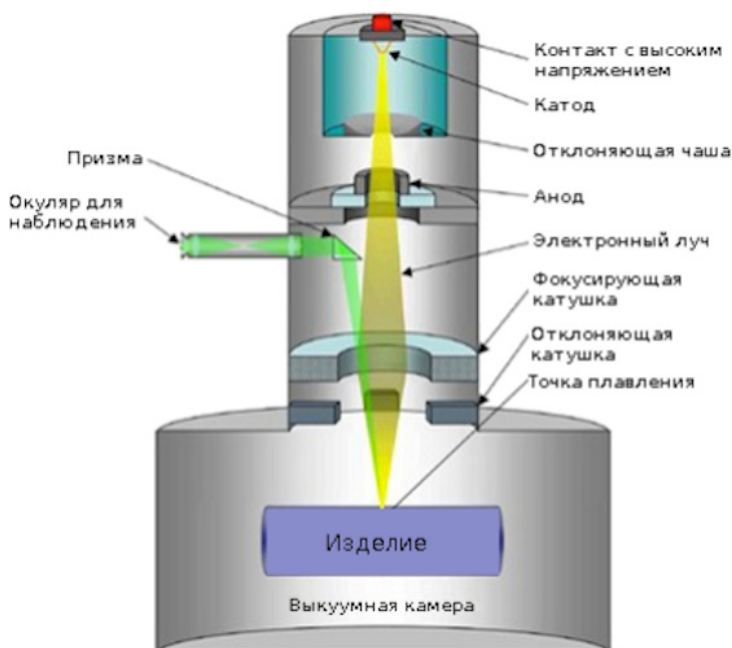


Рис. 5.9. Схема метода селективного электронно-лучевого плавления (технология EBM), реализуемая на 3d-принтере Acram A2 с использованием быстрозакаленных порошков титанового сплава

Современный метод селективного плавления электронно-лучевой плавки (EBM, Electron Beam Melting) является наиболее совершенным среди других технологий 3d-печати. Появление метода обусловлено, в первую очередь, задачами получения изделий для аэрокосмической отрасли, в настоящее время метод применяют при изготовлении протезов сложной формы из быстрозакаленных порошков сплавов титана.

Некоторые характеристики установки Arcam A2: мощность электронного пучка 50–3500 W; диаметр электронного луча (FWHM) 0,2–1,0 мм; скорость сканирования 800 м/с; скорость построения 55/80 см³/ч (Ti6Al4V); количество электронных лучей 1–100; энергопотребление 3х 400 В, 32 А, 7 кВт; размер и вес 1850х900х2200 мм (WxDxH), 1420 кг.

В качестве исходного материала применяется быстрозакаленный порошок, как правило титановых сплавов типа сплава Ti6Al4V, который сочетает в себе высокую прочность, низкую плотность и устойчивость к высоким температурам. Процесс осуществляется управляемым пучком электронов, который слой за слоем «обходит» контуры модели и локально (селективно) оплавляет порошок, формируя прочную структуру изделия.

Метод не требует последующей термической обработки для достижения высокой прочности. Высокая энергетическая плотность электронного луча (тончайший электронный луч мощностью в 3500 Вт) определяет высокую скорость и точность EBM-процесса.

Оспрей-метод получения массивных полуфабрикатов (слитков) быстрозакаленных сложнелегированных сплавов. Сущность оспрей-метода заключается в использовании распыления расплава в высокодисперсные капли, последовательного их напыления слой за слоем с формированием полуфабриката (слитка) с быстрозакаленной высокодисперсной однородной структурой.

Последующая обработка осуществляется обычными способами традиционной металлургии. Процесс успешно применяется при производстве крупных заготовок (слитков) высоколегированных сплавов, склонных к интенсивной ликвации в процессе кристаллизации.

Отличительной особенностью метода является применение метода быстрой закалки «атомизации» расплава (за счет высокоско-

ростного распыления) при его конвертировании из жидкого состояния в твердое (рис. 5.10, 5.11).

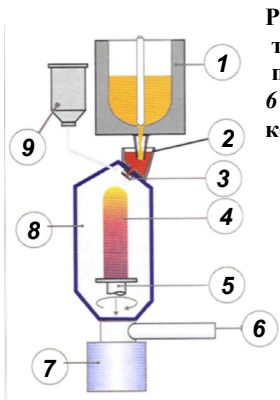


Рис. 5.10. Схема установки для оспрей-метода: 1 – тигель с расплавом; 2 – тандиш; 3 – распылитель; 4 – продукт (полуфабрикат); 5 – система перемещения; 6 – подача газа; 7 – контейнер с избыточным порошком; 8 – камера распыления; 9 – инжектор частиц

Рис. 5.11. Слиток быстрого закаленного сплава на основе меди, полученный оспрей-методом



Процесс быстрой закалки обеспечивается высокоскоростным охлаждением высокодисперсных капель расплава на поверхности полуфабриката. В качестве примера можно привести применение метода при получении массивных заготовок сплава на основе меди (латуни), используемого в качестве матричного компонента композитных сверхпроводящих материалов. Скорость процесса наращивания полуфабриката обычно составляет ~ 35 кг/мин, а размер капель расплава ~ 60 мкм.

Оспрей-метод относится к методам прямого получения компактного материала, исключая применение этапа консолидации порошков, являющегося характерным для порошковой металлургии. В эту группу входит метод вакуумного дугового двух электродного переплава (ВДДП – VADER-процесс, Vacuum Arc Double-Electrode Remelting), который отличается от оспрей-процесса использованием другого способа нагрева, а также более крупным размером получаемых капель расплава.

5.3. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

5.3.1. Оборудование, приборы и материалы

В работе используются:

- установка ИИС-МЭФС (информационно-измерительная система для исследования механических и электрофизических свойств материалов) для испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора с записью диаграммы нагружения;
- оснастка для проведения механических испытаний дисковых образцов современных консолидированных материалов вдавливанием индентора на установке ИИС-МЭФС;
- установки магнитно-импульсной обработки материалов «Импульс БМ» и Spark Plasma Sintering System Labox-625;
- металлографический микроскоп;
- коллекция микрошлифов современных консолидированных материалов;
- снимки РЭМ и данные микрорентгеноспектрального анализа.

5.3.2. Содержание работы

В работе студенты знакомятся с современными перспективными направлениями порошковой металлургии и современными консолидированными материалами, в том числе быстрозакаленных порошков.

При этом студенты изучают: устройство установок динамической электромагнитной консолидации; устройство установки Spark Plasma Sintering System модель Labox-625 и установки магнитно-импульсной обработки материалов «Импульс БМ», основные узлы установок, порядок подготовки исходных порошков к прессованию и проведение процесса прессования; устройство установки ИИС-МЭФС для исследования механических и электрофизических свойств материалов, разработанной кафедрами 9 и 18; проведение испытаний по методике вдавливания дисковых образцов индентором с записью диаграммы нагружения и регистрацией основных параметров; определяют по кривой нагружения характеристики прочности и пластичности консолидированных образцов современных материалов, полученных на установках динамической электромагнитной консолидации; коллекцию металлографических шлифов; мето-

дику использования результатов металлографического анализа и растровой электронной микроскопии для описания структуры прессонок и определения корреляции особенностей структуры и свойств перспективных консолидированных материалов.

Образцы консолидированных прессонок порошков для проведения металлографических исследований, анализа структурно-фазового состояния представлены в виде коллекции микрошлифов. В работе изучаются шлифы, полученные стандартным методом приготовления металлографических образцов; используются результаты металлографического, микрорентгеноспектрального анализа и растровой электронной микроскопии.

5.3.3. Порядок выполнения работы

Студенты проводят лабораторную работу в соответствии с заданиями, определяющими последовательность выполнения этапов работы согласно ее содержанию. Студенты изучают современные направления электромагнитной консолидации порошков; получения дисковых образцов; устройство используемого в работе оборудования; методики подготовки образцов; проведение механических испытаний дисковых образцов перспективных консолидированных материалов вдавливанием индентора; проводят исследование структуры, свойств и анализ их корреляции.

Студентам предлагается для усвоения, в частности, следующий ряд методик с использованием уникального оборудования:

- методика проведения прессования порошков на установках Spark Plasma Sintering System, модель Labox-625 и магнитно-импульсной обработки материалов «Импульс БМ»;
- методика проведения механических испытаний консолидированных дисковых образцов перспективных материалов на установке ИИС-МЭФС;
- металлографический анализ структуры образцов перспективных консолидированных материалов и методика приготовления микро- и макрошлифов;
- методика выявления корреляции свойств и структурно-фазового состояния консолидированных прессонок с использованием результатов металлографии, растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа.

Работа состоит из пяти заданий.

Задание 1. Ознакомление с устройством установки ИИС-МЭФС (совместная разработка кафедр 9 и 18) и методикой механических испытаний дисковых образцов перспективных материалов, консолидированных современными импульсными технологиями

Информационно-измерительная система ИИС-МЭФС предназначена для изучения механических и электрофизических свойств материалов. Описание и технические характеристики информационно-измерительной системы для исследования механических и электрофизических свойств материалов приведены в лабораторной работе «Порошковая металлургия».

Конструкция установки ИИС-МЭФС состоит из блока нагружения, реверсора перехода от схемы испытаний на растяжения к схеме испытаний на сжатие, системы регистрации (нагрузка, деформация, разность электрических потенциалов). Конструкция блока нагружения с электромеханическим приводом активного захвата оснащена силоизмерителем – S-образным тензодатчиком CAS SBA-3 и инкрементальным энкодером E50S8-8000-6-L-5-CR(ENB) Ø50.

Основание блока нагружения представляет собой сварную конструкцию из проката. Внутри основания размещены электродвигатель и червячный редуктор привода активного захвата, а также виброизоляционные опоры.

Для проведения эксперимента включите ПК, питание блока АЦП тензодатчика (CAS SBA-3), питание цифрового мультиметра (Agilent 34411A) и блок питания шагового двигателя (Robiton EN1500S).

На рабочем столе запустите ярлык программы LabView для проведения измерений № 2 «Тензодатчик и энкодер». Должно появиться окно загрузки LabView, а далее лицевая панель виртуального прибора автоматизированного комплекса, соответственно программы № 1 или № 2. Запустите программу № 2 «Тензодатчик и энкодер»: нажмите кнопку, выделенную овалом на лицевой панели виртуального прибора (рис. 5.12).

Параметры регистрации кривой нагружения при использовании программы № 2 «Тензодатчик и энкодер» задаются с учетом предварительных сведений о свойствах испытываемого материала.

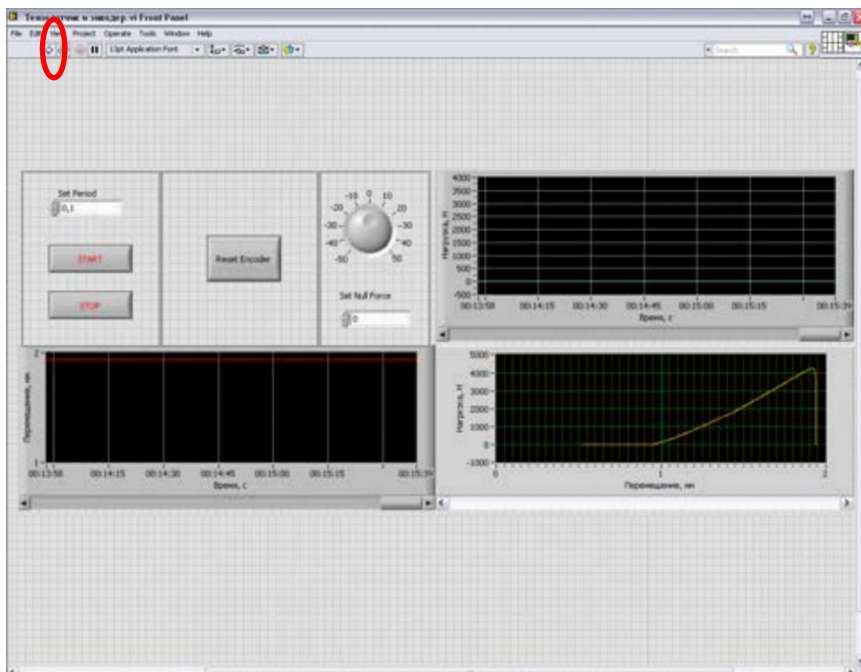


Рис. 5.12. Лицевая панель виртуального прибора LabVIEW для программы № 2 при испытании дискового образца композитного материала типа ДКМ ДУО-450

Задание 2. Ознакомление с устройством оснастки для проведения испытания дисковых образцов современных высокопрочных материалов вдавливанием индентора. Юстировка образца и установка оснастки на установку ИИС-МЭФС

Внешний вид деталей оснастки для проведения механических испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора (наконечник индентора в виде шарика диаметром 3 мм) в центр образца-таблетки с использованием информационно-измерительной системы ИИС-МЭФС приведен в лабораторной работе 4.

Установить оснастку для проведения испытания на установку ИИС-МЭФС и юстировать дисковый образец для проведения испытания методом вдавливания с использованием модернизированной оснастки (рис. 5.13).



Рис. 5.13. Внешний вид модернизированной оснастки для проведения механических испытаний дисковых образцов современных консолидированных вдавливанием индентора (наконечник индентора в виде шарика WC диаметром 3 мм) в центр образца-таблетки с использованием информационно-измерительной системы ИИС-МЭФС

Использование модернизированной оснастки для проведения механических испытаний дисковых образцов вдавливанием индентора позволяет проводить испытания дисковых образцов диаметром от 10 мм, который соответствует дисковым образцам, получаемым на установке «Импульс БМ» до 15 мм в случае спарк-плазменного спекания на установке Spark Plasma Sintering System Labox-625. Существует возможность проводить испытания дисковых образцов диаметром до 19 мм.

Задание 3. Ознакомление с устройством установки Spark Plasma Sintering System Labox-625 и установки магнитно-импульсной обработки материалов «Импульс БМ» для получения консолидированных дисковых образцов

Установка Spark Plasma Sintering System (рис. 5.14) предназначена для проведения экспериментальных исследований в области создания широкого спектра новых материалов и мелкосерийного производства. основополагающим принципом системы является простота использования оборудования, которая позволяет осуще-

ствлять эффективное и качественное спекание порошков и получение новых материалов.

Технические характеристики:

- водоохлаждаемая вакуумная камера (6 Па) с возможностью использования инертных газов;
- вертикальный пресс (6 т);
- пульсирующий источник высокого (2,5 кА) электрического тока с низким (8 В) напряжением;
- возможность получения нанофазных материалов, карбидов вольфрама, магнетиков, титановых сплавов, аморфных сплавов, различных материалов для электронной промышленности, функционально-градиентных и композитных материалов, а также тонких керамик;
- возможность получения высокопористых материалов.



Рис. 5.14. Установка Spark Plasma Sintering System модель Labox-625 от компании Sinter Land Inc

Установка магнитно-импульсной обработки материалов «Импульс БМ» (рис. 5.15) предназначена для электроимпульсной консолидации порошков проводящих материалов при одновременном воздействии на них давления.



Рис. 5.15. Установка магнитно-импульсной обработки материалов «Импульс БМ»

Технические характеристики: потребляемая мощность – до 20 кВт; генерируемое напряжение импульса – до 10 кВ; присутствует технологический блок, оснащенный пневматическим прессом.

Данная установка применяется для получения консолидированных образцов быстрорежущей стали и твердых сплавов.

Задание 4. Проведение механических испытаний дисковых образцов на установке ИИС-МЭФС методом вдавливания индентора. Определение характеристик прочности и пластичности с использованием кривой нагружения, полученной на установке ИИС-МЭФС

На рис. 5.16 приведены в качестве примера результаты механических испытаний консолидированных образцов современных высокопрочных материалов и снимки образцов после испытаний.

Задание 5. Металлографический анализ коллекции микрошлифов и выявление корреляции характеристик прочности, пластичности и структуры образцов современных консолидированных материалов

Провести металлографический анализ образцов консолидированных материалов из коллекции образцов к лабораторной работе.

Описать внешний вид образца после механических испытаний. Зарисовать микроструктуру заданного образца при оптимальном увеличении. Выявить корреляцию механических характеристик и особенностей микроструктуры с использованием электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. На рис. 5.17 приведены снимки микроструктуры и данные микрорентгеноспектрального анализа дискового образца современного консолидированного материала.

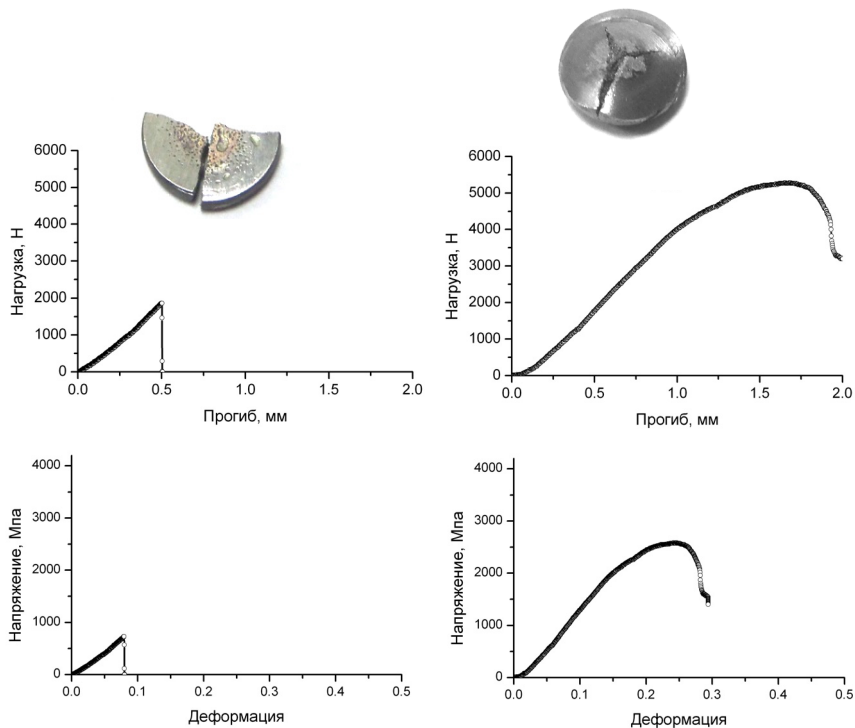
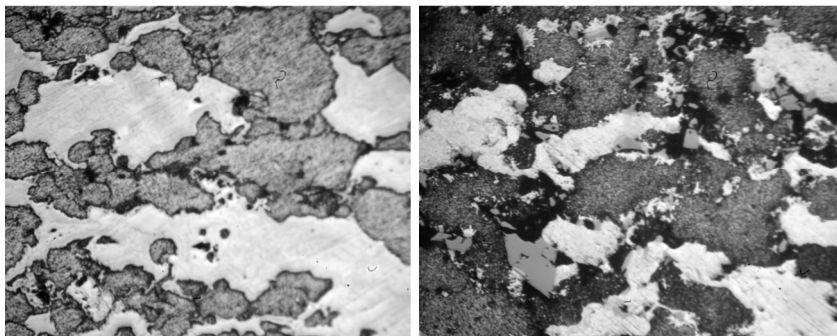


Рис. 5.16. Внешний вид дисковых образцов перспективных консолидированных материалов после испытаний вдавливанием индентора (наконечник индентора в виде шарика WC диаметром 3 мм) в центр образца-таблетки с использованием информационно-измерительной системы ИИС-МЭФС. Исходные диаграммы нагрузка – прогиб, полученные при испытаниях, и диаграммы напряжение деформация в результате их обработки

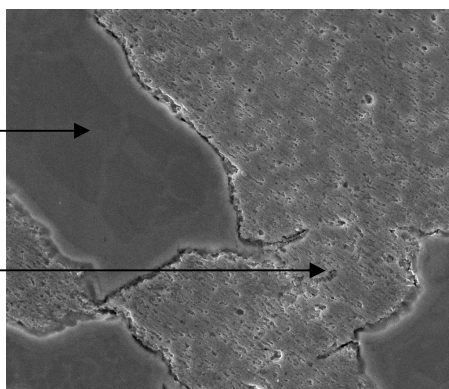


a

б

| Элемент | мас.% | ат.% |
|---------|-------|-------|
| TiK | 96.63 | 87.77 |
| CK | 3.37 | 12.23 |

| Элемент | мас.% | ат.% |
|---------|-------|-------|
| FeK | 95.95 | 83.61 |
| CK | 4.05 | 16.39 |



в

Рис. 5.17. Микроструктура образца Fe-Ti-1 и Fe-Ti-2 (*a, б* – $\times 400$) и электронно-микроскопический снимок микроструктуры (*в* – $\times 5000$) с данными микрорентгеноспектрального анализа консолидированного образца Fe-Ti-1

5.4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ РАБОТЫ (ОФОРМЛЕНИЕ ОТЧЕТА)

Отчет по работе должен содержать краткое изложение основных современных направлений порошковой металлургии: сведения о современных методах получения порошков, современных перспективных материалах; перечень основных положений и операций при консолидации порошков; данные о консолидированном дисковом образце (материал, масса, размеры, режим консолидации); результа-

ты механического испытания вдавливанием дискового образца; расчет погрешностей при измерениях характеристик прочности и пластичности; описание внешнего вида и микроструктуры; заключение.

5.5. ПРАКТИЧЕСКИЕ НАВЫКИ СТУДЕНТА ПО ВЫПОЛНЯЕМОЙ РАБОТЕ

В процессе выполнения лабораторной работы студент осваивает практические лаборантские приемы по проведению в лабораторных условиях: процесса электроимпульсной консолидации; механических испытаний с использованием установки ИИС-МЭФС; приобретает инженерные навыки анализа диаграмм нагружения в зависимости от типа материала порошков; анализа характера разрушения и микроструктуры образцов из коллекции и математической обработки результатов эксперимента.

5.6. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ РАБОТЫ

1. Исходный порошок для изготовления прессовки в необходимом количестве выдается лаборантом.

2. Дозировка порошка должна осуществляться с учетом объема пресс-формы и усадки при прессовании.

3. Теоретическая плотность металлического порошка и температура спекания определяются с использованием справочных данных по температуре плавления и атомно-кристаллической структуре металла.

4. Микроструктура консолидированных порошков современных материалов изучается на металлографических шлифах из коллекции образцов к лабораторной работе.

При выполнении работы необходимо помнить, что образцы после прессования имеют невысокую механическую прочность и требуют осторожного обращения; а после проведения спекания печь и образцы – горячие, и необходимо исключить прикосновение до полного остывания.

5.7. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

Вопросы входного контроля

1. Перечислите основные современные направления порошковой металлургии.
2. Перечислите перспективные методы получения порошков.
3. Что представляет собой схема классификации современных методов получения порошков быстрозакаленных сплавов?
4. Перечислите современные методы подготовки порошков к формованию.
5. Каковы современные направления консолидации порошков?
6. Приведите примеры перспективных порошковых материалов.

Вопросы при сдаче работы

1. Укажите основные особенности современных направлений порошковой металлургии.
2. Перечислите перспективные методы получения порошков для изготовления изделий методом порошковой металлургии, приведите примеры для современных материалов.
3. Что представляют собой ДУО (ODS) стали, каковы основные этапы технологии получения?
4. Назовите преимущества, недостатки быстрорежущих сталей (карбидостали) и причины применения быстрозакаленных порошков.
5. Рассмотрите особенности структуры и свойств керамических материалов, получаемых методом порошковой металлургии.
6. Перечислите основные эффекты быстрой закалки, определяющие преобладающее применение быстрозакаленных порошков в современных направлениях порошковой металлургии.
7. Что представляет собой горячее изостатическое прессование (ГИП, HIP), каковы преимущества и недостатки этого метода при консолидации порошков перспективных материалов?
8. Рассмотрите применение экструзии при консолидации современных порошковых материалов, перечислите преимущества и недостатки.

9. Приведите пример современной технологической схемы консолидации быстрозакаленных порошков быстрорежущих сталей ледебуритного класса.

10. Что представляет собой МИМ-технология, каковы области применения, преимущества и недостатки этого метода при консолидации порошков перспективных материалов?

11. Рассмотрите динамические методы консолидации, перечислите преимущества и недостатки.

12. Что представляет собой электроимпульсные методы консолидации порошковых материалов? Приведите основные параметры.

13. Рассмотрите принципиальные схемы импульсных технологий консолидации порошков.

14. Рассмотрите электроимпульсную высоковольтную и спарк-плазменную технологии, преимущества и недостатки, области применения, типы консолидируемых порошков.

15. Рассмотрите перспективные методы селективного лазерного и электронно-лучевого плавления (SLS- и EBM-метод) как разновидность 3-d печати; схему метода и основные характеристики.

16. Рассмотрите оспрей-метод получения массивных полуфабрикатов быстрозакаленных сложнолегированных сплавов; схему метода, основные параметры, области применения.

17. Рассмотрите возможные механизмы (факторы), определяющие эффективность применения оспрей-метода в зависимости от состава используемого сплава.

18. Приведите пример диаграммы нагружения при механических испытаниях современных консолидированных материалов на установке ИИС-МЭФС, а также расчет характеристик прочности и пластичности; опишите особенности разрушения и микроструктуру образца.

СПИСОК РЕКОМЕНУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Физическое материаловедение: Учебник для вузов. В 7 т. Т. 5. Материалы с заданными свойствами. / Под общей ред. Б.А. Калина. – М.: НИЯУ МИФИ, 2012.
2. Ильин А.А., Строганов Г.Б., Фаткуллин О.Х. и др. Структура и свойства быстрозакаленных сплавов / Под общей ред. чл.-кор. РАН А.А. Ильина. – М.: Альтекс, 2008.
3. Фаткуллин О.Х., Строганов Г.Б., Ильин А.А. и др. Металловедение и технология быстрозакаленных сплавов: Учебник для вузов. В 2 кн. – М.: Изд-во МАИ, 2009.
4. Плавка и литье алюминиевых сплавов: Справочник / М.Б. Альтман, А.Д. Андреев, Г.А. Балахонцев и др.; отв. ред. В.И. Добаткин. – М.: Металлургия, 1983.
5. Литейные сплавы и технология их плавки в машиностроении: Учебное пособие / В.М. Воздвиженский, В.А. Грачев, В.В. Спасский. – М.: Машиностроение, 1984.
6. Шульга А.В. Композиты. Ч. 1. Основы материаловедения композиционных материалов: Учебное пособие. М.: НИЯУ МИФИ, 2013.
7. Шульга А.В. Получение и обработка металлов и соединений: Учебное пособие. М.: НИЯУ МИФИ, 2011.
8. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы. – М.: Металлургия, 1987.
9. Аморфные металлы и сплавы / Под ред. Ф.Е. Люборского; Пер. с англ. – М.: Металлургия, 1987.
10. Быстрозакаленные материалы и покрытия: Материалы Всероссийской научно-технической конференции. – М. МАТИ – РГТУ им. К.Э. Циолковского, 2002.
11. Быстрозакаленные металлические сплавы: Материалы III Международной конференции: Пер. с англ. – М.: Металлургия, 1983.
12. Ковнеристый Ю.К. Объемно-аморфизирующиеся металлические сплавы. – М.: Наука, 1999.
13. Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы / Под ред. В. Шатта; Пер. с нем. – М.: Металлургия, 1983.

14. Андриевский Р.А. Порошковое материаловедение. – М.: Металлургия, 1991.
15. Процессы порошковой металлургии: Учебник для вузов. В 2-х т. / Г.А. Либенсон, В.Ю. Лопатин, Г.В. Комарницкий. – М.: МИСИС, 2001.
16. Феодосьев В.И. Сопротивление материалов: Учебник для вузов. – 10-е изд., перераб. и доп. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2001.
17. Быстров Л.Н., Иванов Л.И., Кузьмин А.А., Цепелев А.Б. // Вопросы атомной науки и техники. – 2004. – Вып. 3(54). – С. 89.
18. Khaleghi E., Lin Y-S, Meyers M.A. and Olevsky E.A. Scripta Materialia. – 2010. – 63. – P. 577.
19. Шульга А.В. Вакуумная индукционная плавка: Учебное пособие. М.: НИЯУ МИФИ, 2010.

Приложение
Образец

Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА ФИЗИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ

Учебная дисциплина
«Основы технологии получения материалов»

ОТЧЕТ
лабораторная работа
«НАЗВАНИЕ Л/Р»

Студент: Ф.И.О _____

Группа _____

Преподаватель: доцент Шульга А.В.

Москва

Приложение (продолжение)

Лабораторная работа НАЗВАНИЕ Л/Р

1. Цель работы:

2. Оборудование, приборы и материалы (образцы):

3. Порядок выполнения работы

Задание 1. (Заголовок задания)

Дать описание устройства основных узлов основной (уникальной) установки, используемой в работе, привести технические параметры.

Задание 2. (Заголовок задания)

Дать описание подготовки установки, оснастки и используемых материалов к проведению эксперимента.

Задание 3. (Заголовок задания)

Дать описание проведения эксперимента по получению материала слитка, быстрозакаленной ленты или дискового образца с использованием основной (уникальной) установки в соответствии с целью рассматриваемой лабораторной работы; по испытанию дискового образца с использованием установки ИИС-МЭФС и привести параметры процесса, марку и состав материала. Провести обработку результатов с учетом погрешности; привести графики и таблицы результатов.

Приложение (окончание)

Задание 4. (Заголовок задания)

Дать описание результатов металлографического анализа структурно-фазового состояния образцов с использованием коллекций металлографических шлифов. Определить основные характеристики структуры и их связь с соответствующими диаграммами состояния.

Задание 5. (Заголовок задания)

Выявить корреляцию режима процесса получения материала, характеристик структурно-фазового состояния образцов с использованием результатов металлографического анализа, а также данных по растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектральному анализу. Выявить корреляцию режима процесса получения консолидированного материала, характеристик структурно-фазового состояния и результатов механических испытаний образцов на установке ИИС-МЭФС.

Заключение:

Оценка за лабораторную работу _____