УДК 621.762

П. І. Лобода, д-р техн. наук., проф.,
Є. Г. Биба, асп.,
В. В. Чернявський, студ.

ВПЛИВ УМОВ НАГРІВАННЯ НА ЧИСТОТУ І ВЛАСТИВОСТІ СПЕЧЕНОГО ТИТАНУ

Національний технічний університет України «КПІ»,
e–mail:geka9@ukr.net

Досліджено вплив радіаційного, електронно – променевого та індукційного нагрівання на чистоту, щільність, мікроструктуру та механічні властивості пресовок із порошку гідриду титану після спікання.

Вступ. Титан завдяки своїм унікальним властивостям став одним з найважливіших конструкційних матеріалів епохи. На сьогоднішній день неможливо уявити ні однієї галузі народного господарства, котра змогла б обійтися без титану [1].

Титан користується достатньо великим попитом, оскільки він має ряд переваг перед іншими конструкційними матеріалами. Перш за все, це поєднання малої питомої ваги і високої міцності. Металургія титану взагалі, і порошкова металургія, зокрема, досить складна, так як титан має велику спорідненість до кисню. Тому протягом багатьох років йде пошук шляхів вдосконалення технології одержання титану і його сплавів з наперед заданим вмістом домішок та легуючих елементів. В літературі існує досить багато інформації про отримання титанових виробів методами порошкової металургії [2], проте, комплексні роботи, в яких простежується еволюція структури і властивостей титанових пресовок під час спікання практично відсутні.

Постановка завдання. Метою роботи є вивчення впливу виду нагрівання та технологічних параметрів процесу спікання на формування мікроструктури та властивостей титану. Оскільки, спосіб нагрівання може впливати на час нагрівання до температури спікання, розподіл температури по об’єму пресовки що спікається, а від так і на швидкість та механізм видалення домішок із пресовки, розмір зерна, пористість, механічні властивості спеченого тита-

ну. Так наприклад, тривалість електронно-променевого нагрівання до температури спікання може складати декілька хвилин, тоді як радіаційного спікання – декілька годин. При цьому, взаємодія з залишковою газовою атмосферою може спричиняти забруднення або очищення від домішок пресовки із порошку титану.

Відомо, що порошок чистого титану складно отримати в дрібнодисперсному стані. Тому як один із шляхів активації процесів спікання в якості вихідного використовується не порошок титану, а порошок гідриду титану.

Використання гідриду титану дозволяє активізувати процеси ущільнення та очистки під час спікання завдяки [3] :

– дисоціації гідриду, яка призводить до збільшення питомої поверхні і утворенням дефектів кристалічної структури, що позитивно впливає на прискорення дифузійного масопереносу;

– відновленню оксидів воднем, що виходить на поверхню частинок титану.

Але на сьогоднішній день не вивчено вплив швидкості нагрівання, тривалості процесу спікання на ступінь очищення та ущільнення пресовок із порошку гідриду титану. Тому в роботі в якості вихідних порошків використовувалась гідрована губка титану. На першій технологічній операції проводився розмел TiH_2 в планетарному титановому млині протягом 5-ти хвилин в середовищі етилового спирту для отримання частинок розмірами 5–10 мкм. Дана операція була проведена з метою подрібнення конгломерату гідриду титану, що дозволяє при пресуванні отримати підвищену вихідну щільність пресовки.

Формування виробів проводилося в сталевих розбірних пресформах. Спікання пресовок проводилося трьома способами:

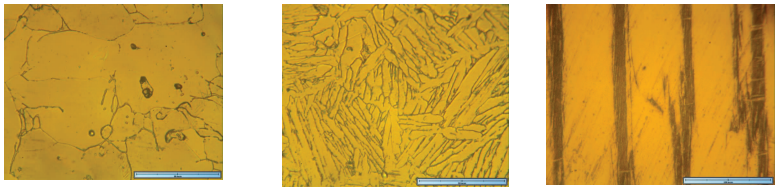
– радіаційним (в вакуумній камерній печі шахтного типу “СШВЭ”);

– електронно – променевим (в електронно – променевій установці “ЭЛА – 6”);

– індукційним (в установці “Кристал 106”).

Мікроструктура спечених пресовок контролювалась за допомогою оптичного мікроскопа NEOPHOT 21, а фазовий склад – дифрактометричним методом на установці ДРОН-3М в випромінені мідного аноду. Мікротвердість визначали за методом Вікерса на приладі ПМТ-3.

З наведених структур (рис. 1) видно, що у випадку радіаційного спікання зерна приблизно однакові, округлої форми з розміром 60 мкм, при електронно – променевому нагріванні зерна витягнуті довжиною 50 мкм і шириною 10 мкм, при індукційному нагріві спостерігається зеренна структура, яка складається з видовжених зерен однакової орієнтації довжиною 600 – 800 мкм та шириною 60 – 80 мкм. Пористість отриманих зразків незначна, при спіканні у вакуумній печі – 2,2%, при електронно – променевому нагріванні 1,1%, при індукційному нагріві 0,5%.



а *б* *в*

Рис. 1. Мікроструктура пресовок із порошку гідриду титану спеченого: протягом 30 хв в умовах радіаційного (*а*), 2 хв електронно – променевого (*б*) та 10 хв індукційного (*в*) нагрівання

Методом мас спектроскопії було визначено вміст домішок кисню та вуглецю (табл. 1).

Таблиця 1

Вміст домішок в спечених титанових пресовках

Вид нагрівання пресовки із порошку TiH_2	Масова частка, %	
	кисню	вуглецю
Індукційне нагрівання в атмосфері гелію	1,32	0,17
Радіаційне нагрівання у вакуумі	1,00	0,11
Електронно-променеве нагрівання у вакуумі	0,41	0,07

Дані дюрометричного аналізу свідчать, що у випадку спікання у вакуумній печі (рис. 2, крива *1*) мікротвердість по всій довжині зразка майже однакова і складає 3,7 ГПа, що пояснюється рівномірним нагрівом і охолодженням, а також часом витримки (30 хв). При спіканні в вакуумній печі суттєвим є вплив залишкової атмосфери. Спостерігається ефект адсорбції газів залишкової атмосфери пресовкою, що має більш низьку температуру ніж стінки камери. Це явище також присутнє і в процесі охолодження зразка.

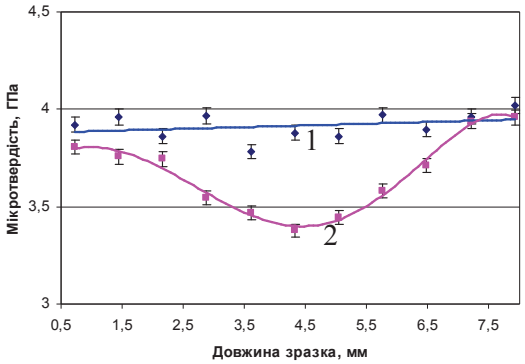


Рис. 2. Розподіл мікротвердості по довжині пресовок отриманих радіаційним (*1*) і електронно-променевим (*2*) спіканням

При спіканні електронним променем (рис. 2, крива *2*) мікротвердість змінюється по довжині зразка – по краях вона становить 3,8 ГПа, а у центрі – 3,3 ГПа. Це пояснюється утворенням дрібнозернистої структури з більшою кількістю домішок на поверхні зразка, що пов'язано з більш інтенсивним відводом тепла від поверхні. Зразок отриманий методом електронно – променевого нагрівання має меншу мікротвердість в порівнянні зі зразком отриманим в вакуумній печі оскільки він є єдиним нагрітим елементом в камері, отже всі гази в більшій степені адсорбуються на стінках камери, а не на зразку.

Для зразка отриманого методом індукційного нагрівання мікротвердості є значно вищою (рис. 3). Причому мікротвердість дещо збільшується по довжині пресовки, що спікається.

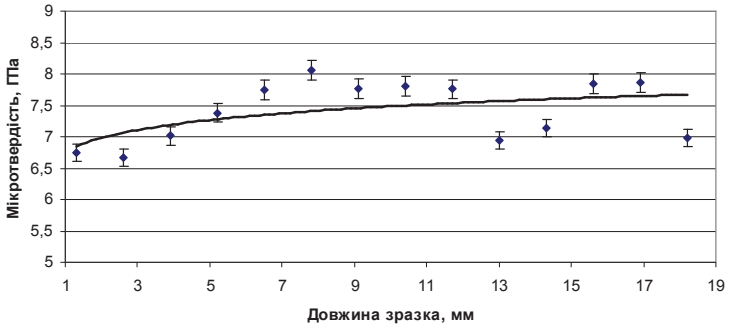


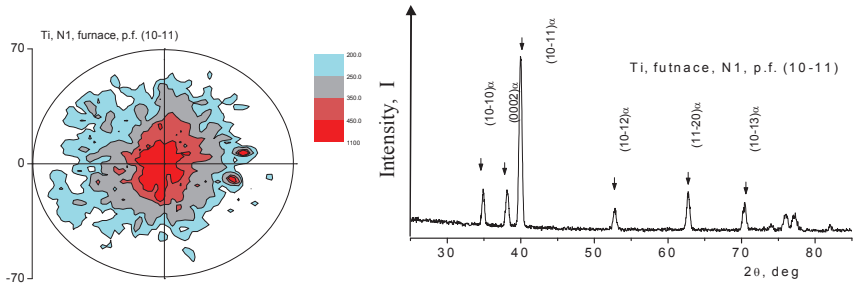
Рис. 3. Розподіл мікротвердості по довжині пресовки спеченої в умовах індукційного нагрівання

Оскільки час контакту з газовою атмосферою матеріалу пресовки практично не змінюється, а кількість домішок, що виділяється із пресовки в атмосферу печі, зростає, то заготовка насичується такими хімічними елементами як кисень, водень та вуглець під час індукційного нагрівання, що й спричиняє суттєво більші значення твердості спеченого титану.

Методом рентгенофазового аналізу встановлено, що отримані зразки знаходяться в однофазному стані і являють собою α–Ti з ГПУ граткою.

Орієнтація та розмір зерен контролювались рентгенівським текстурдифрактометричним аналізом з побудовою часткових полюсних фігур, отриманих методом рентгенівської дифрактометрії.

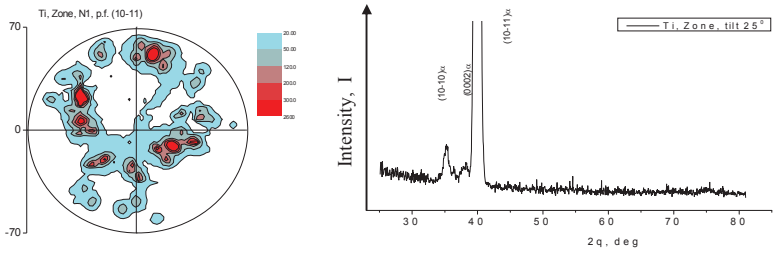
Встановлено, що для пресовок спечених в вакуумній печі головною віссю зеренної текстури є <1011>, яка майже однаково розподілена в усіх напрямках (рис. 4), тобто спостерігається рівномірний розподіл орієнтації зерен, що корелює з даними металографічного і мікродюрометричного аналізу. Формування такої структури пояснюється всебічно рівномірним проходженням процесів нагрівання та охолодження.



а *б*

Рис.4. Зворотна полюсна фігура (*а*) та дифрактограма (*б*) пресовки спеченої радіаційним методом

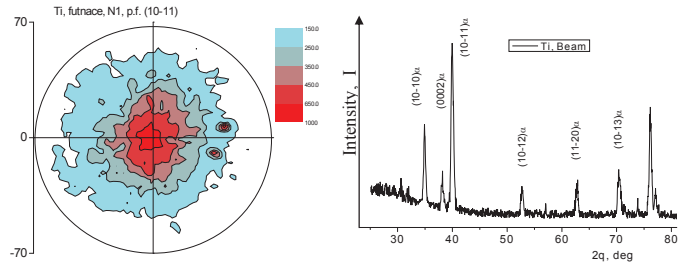
Зразок отриманий методом індукційного нагрівання має переважну орієнтацію зерен в кристалографічному напрямку <0002>, що свідчить про наявність рідинної фази під час спікання та спрямовану перекристалізацію зерен титану під час спікання пресовки (рис. 5).



а *б*

Рис. 5. Зворотна полюсна фігура (*а*) та дифрактограма (*б*) для пресовки отриманої в умовах індукційного нагрівання

При спіканні електронним променем головною віссю текстури є <1011>, як і в першому випадку, але тут також присутні зерна переважно орієнтовані вздовж напрямку <1010> (рис. 6).



а *б*

Рис. 6. Зворотна полюсна фігура (*а*) та дифрактограма (*б*) пресовки спеченої в умовах електронно-променевого нагрівання

Встановлено, що розмір та витягнутість зерен переважно залежить від виду нагрівання, що обумовлено направленістю тепловідводу. При спіканні радіаційним методом формуються рівновісні зерна по всьому об'єму пресовки, оскільки реалізуються умови всебічного рівномірного нагрівання пресовки. Під час спікання індукційного та електронно – променевого в пресовці встановлюється температурний градієнт і зерна переважно ростуть в напрямку температурного градієнту, формуючи ізотропну зеренну структуру. Найбільший рівень текстурованості та найбільший розмір зерен (600–800 мкм) формується в пресовках спечених в умовах індукційного нагрівання, що свідчить про наявність рідинної фази, яка суттєво інтенсифікує перенесення маси.

Таким чином, мікротвердість зразків отриманих різними методами спікання задовільно пояснюється зміною розміру зерен, їх орієнтації, та кількістю домішок, що зростає по мірі збільшення часу спікання, тобто часу контакту пресовки з залишковими газами робочої камери (H_2, O_2, C).

Висновки.

Встановлено, що на швидкість, щільність та чистоту пресовок із порошків гідриду титану під час спікання суттєво впливає вид нагрівання. Показано, що чистота спеченого титану переважно залежить від часу видалення водню та контакту матеріалу пресовки з робочою атмосферою печі. Найбільш чисті пресовки із спеченого титану можна отримати в умовах найбільш швидкісного електронно – променевого нагрівання.

Показано, що під час спікання в умовах електронно-променевого та індукційного нагрівання в об'ємі пресовки формується температурний градієнт, під дією якого зерна ростуть переважно в одному із кристалографічних напрямків.

Список літератури

1. *Тарасов А.В.* Металлургия титана / Тарасов А.В.– М.: ИКЦ "Академкнига", 2003. – 328 с.

2. Порошковая металлургия титана / [Устинов В.С., Олесов Ю.Г., Антипин Л.Н. Дрозденко В.А.]. – М.: Металлургия, 1973 – 248 с.

3. *Ивасишин О.М.* Производство титановых сплавов и деталей экономичным методом порошковой металлургии для широкомасштабного промышленного применения // *Наука та інновації.* Т. 1 (№ 2) с. 44–57 (2005).

Лобода П.И., Быба Е.Г., Чернявский В.В. **Влияние условий нагрева на чистоту и свойства спечённого титана**// Проблеми тертя та зношування: наук.-техн. зб. – К.: Вид-во НАУ «НАУ-друк», 2011. – Вип. 55. – С.152–158.

В работе исследовано влияние радиационного, электронно - лучевого и индукционного нагрева на чистоту, плотность, микроструктуру и механические свойства прессовок из порошка гидрида титана после спекания.

Рис. 6, табл. 1, список лит.: 3 наим.

The influence of heating conditions on the purity and properties of sintered titanium

This paper investigates the effect of the radiation, electron - beam and induction heating on the purity, density, microstructure and mechanical properties of green-bodies of powder titanium hydride after sintering.

Стаття надійшла до редакції 24.04.2011