

УДК 653.61

Л. Самчук, асистент кафедри КПВ та ТМ

Луцький національний технічний університет

ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ Fe-Ti, УТВОРЕНОЇ МЕТОДОМ СВС

Резюме. Розглянуто механізм спікання порошків титану, вуглецю та сталі ШХ15. Розглянуто основні закономірності, при яких відбувається СВС-процес. Показано, що характерною особливістю СВС-процесу є наявність двох продуктів реакції – тугоплавкого з'єднання і окису металу-відновника. Структура такого матеріалу залежить від багатьох факторів: розчинності, відношення питомої ваги, розміру реакційної маси, тиску газу. Визначено оптимальний шихтовий склад сполук з використанням порошків титану, вуглецю, сталі ШХ15. Досліджено, що для системи титан-вуглець-сталь ШХ5 синтез здійснюється в інтервалі температур від 557–1677K з утворенням інтерметалідів FeTi, Fe₂Ti. В інтервалі від 1083–1677K процес відбувається інтенсивніше, при цьому утворюється інтерметалід заліза. Як показали дослідження пористість отриманої структури становить 30%. Для підтвердження структури, яка визначена металографічним методом, додатково проводили рентгеноструктурний аналіз. На термограмі видно піки термо ефектів, які відповідають поліморфним перетворенням та інтенсивній взаємодії між компонентами.

Ключові слова: спікання, пористість, СВС, поліморфні перетворення, структура.

L. Samchuk

RESEARCH OF STRUCTURE Fe-Ti FORM BY THE METHOD OF SHS

The summary. The mechanism of titanium, carbon and BBS15 steel powders sintering was considered. The powder of BBS15 steel is taken in such amount which allows to link titanium and carbon completely in chemically neutral compositions. The mixing lasts eight hours to form the homogeneous mass. The synthesis is carried out in the laboratory reactor. Basic regularities under which SHS-process takes place are analysed. It is shown that the characteristic feature of SHS- process is the availability of two products of reaction - refractory connection and metal-repairer oxide. The structure of such material depends on many factors: solubility, relation of the specific weight, reaction mass amount, gas pressure. Dynamics and structure-forming mechanism of the finished goods are not studied enough. The most important is the information on the change of the forming material microstructure in the SHS waves (distribution of the grains and pores according to their sizes). Manufacturing of the ШХ15 steel powder materials by the SVS method was carried out according to the scheme: mixing of the initial reagents powders due to the stoichiometric calculation according to the certain reaction equations; drying of the reagent initial charge under protection environment conditions; pressing of the reagent initial charge in the cylinder blanks of different diameter and height at variation of the material density values of the obtained samples while changing the pressing pressure; realization of the SHS-process in the laboratory device and obtaining of the functional materials samples. The objective of the paper is to investigate the structure and the chemical composition of the materials obtained by the SHS method using powders of BBS15 (ШХ15) steel. The optional charge composition of compounds was found using the titanium, carbon powders, and ШХ15 steel. It was investigated that for the titanium – carbon – ШХ15 steel system the synthesis is carried out within the temperature interval 557–1677K with the formation of FeTi, Fe₂Ti intermetallides. It was found that within the interval 1083–1677K the process is more intensive, the intermetallide being formed.

As the investigations testified the porosity of the obtained structure is 30%. From the technological point of view this process can be divided into such stages: initiation of burning reaction, phase-forming, cooling

of the reaction products. Only those processes were investigated, which take place in the stationary mode, that is, when the burning temperature is higher than that of the product melting, because the carbon takes place in the synthesis reactions, which causes additional heat release.

To confirm the structure, which was found by the metallographic method, additional X-ray structural analysis was carried out. The picks of thermoeffects are seen on the thermogram, which are similar to polymorphic transformations and intensive interrelation between the components. One of the efficient ways of decreasing the cost price of parts manufacturing is recycling of wastes of the industrial production. It was proved that in order to obtain materials in the developed installation the wastes of the machine-building industry are worth being recycled, decreasing of the energy consumption is obtained due to SHS-processes. Refractory compounds materials will possess high strength and hardness.

Key words: porosity, SHS, polymorphic transformations, structure.

Постановка проблеми. Одним із ефективних шляхів зменшення собівартості виготовлення деталей є використання відходів промислового виробництва. Особливу увагу приділяють відходам сталі ШХ15, що утворюються в процесі шліфування кілець шарикопідшипників. У них міститься значна кількість легуючих елементів, таких, як Cr, Mn, Si, а також до 8...10% (по масі) абразивних зерен, які залишаються в шламів в результаті зношування шліфувальних кругів.

У Луцькому національному технічному університеті розроблено ряд технологічних процесів отримання металевого порошку із шліфувальних шламів шарикопідшипникової сталі ШХ15[1].

Аналіз останніх досліджень і публікацій. Авторами [2, 3] запропонована схема процесу спікання пресовок із порошків титану і заліза. Суть процесу полягає в тому, що рідка фаза евтектичного складу, яка виникає на границі частинок металу внаслідок контактного плавлення, добре розтікається по поверхні титану. На границях між частинками заліза і титану внаслідок інтенсивної контактної взаємодії процес розтікання рідкої фази гальмується і швидко припиняється, внаслідок чого рідина остаточно закристалізовується в інтерметалідну фазу.

Метою даної роботи є дослідити структуру та хімічний склад матеріалів, отриманих методом СВС із використанням порошків сталі ШХ15.

Постановка завдання. При виконанні роботи використані матеріали: порошок титану марки ПТС-1 (ГОСТ 9722-79), вуглець С (сажа – ТУ 14-7-24-80) та порошок сталі ШХ 15. Хімічний склад порошку сталі ШХ15, який ми отримали із шламових відходів при виготовленні підшипників на ПАТ СКФ-України, вивчали за допомогою спектрографа моделі ИСП-30. В таблиці 1 наведено результати дослідження.

Таблиця 1

Хімічний склад порошку сталі ШХ15 після утилізації
Chemical composition of powder of steel of BBS15 is after utilization

Матеріал	Вміст хімічних елементів, (%)							
	C	Si	Ni	Mn	Cr	O ₂	Cu	P
Порошок сталі ШХ 15 після утилізації	1,5	0,3	0,16	0,15	1,44	1,2	-	0,037
Сталь ШХ15	0,95÷ 1,05	0,17	0,30	0.20÷ 0.40	1.30÷ 1.65	-	0,2÷ 0,37	0,027

Характерною особливістю СВС-процесу є наявність двох продуктів реакції – тугоплавкого з'єднання і окису металу-відновника. Структура такого матеріалу залежить від багатьох факторів: розчинності, відношення питомої ваги, розміру реакційної маси, тиску газу.

Маловідомим у наш час залишається динаміка і механізм структуроутворення кінцевого продукту. Найважливішим є отримання інформації про зміну в хвилях СВС мікроструктури утворюючого матеріалу (розподілення по розміру зерна кристалітів і пор). Отримання матеріалів на основі порошків сталі ШХ15 методом СВС проводили за схемою:

- змішування порошків вихідних реагентів згідно зі стехіометричним розрахунком за відповідними рівняннями реакції;
- сушіння вихідної шихти реагентів в умовах захисного середовища;
- пресування вихідної шихти реагентів в циліндричні заготовки різного діаметра і висоти при варіації значення густини матеріалу отриманих зразків шляхом зміни тиску пресування;
- здійснення процесу СВС у лабораторній установці й отримання зразків функціональних матеріалів;
- аналіз фізико-механічних і структурних характеристик.

Змішування порошків вихідних реагентів проводили в кульовому млині, який являє собою горизонтально розміщений обертаючий циліндр з набором сталевих кульок діаметром 20 мм в середині. Змішування триває протягом восьми годин до утворення однорідної маси. Пресування вихідної шихти відбувається за допомогою гідравлічного преса моделі ПСУ 500 (максимальний тиск 500 МПа). Металічні прес-форми виготовлені зі сталі 20ХН9Т. Синтез здійснюється в лабораторному реакторі, який наведений на рис. 1.

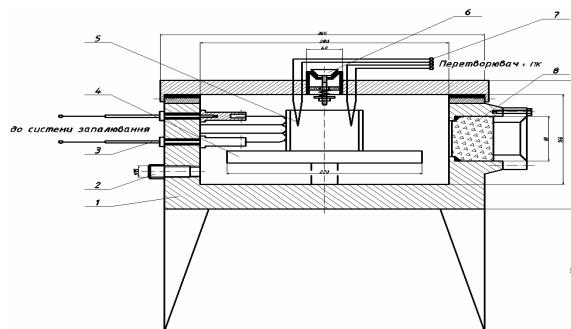


Рисунок 1. Реактор для здійснення СВС процесу (1 – корпус, 2 – штуцер, 3 – вольфрамова спіраль, 4 – предметний столик, 5 – зразок, 6 – запобіжний клапан, 7 – термопари, 8 – вікно спостереження)

Figure 1. Reactor for realization of SHS-process (1 – body, 2 – carbine, 3 – tungsten spiral, 4 – desk table, 5 – sample, 6 – safety-valve, 7 – thermocouples, 8 – watching window)

Лабораторний реактор для здійснення СВС процесу можна поділити на три умовні системи:

1. Система забезпечення реактора газовими сумішами. До неї входять балони зі стисненими газами, редуктором, вентиль, трубопроводи із з'єднанням та прилади контролю тиску.

2. Система запалювання дослідних зразків у лабораторному реакторі. Дана система містить трансформатор, силовий вимикач, запобіжник, контактну мережу та вольфрамову спіраль запалювання.

3. Вимірювальна система. Складається з температурних датчиків (термопар), аналого-цифрового перетворювача та комп'ютера з програмним забезпеченням.

Технічно реактор виконаний у вигляді термоізованого контейнера. З лівого боку корпуса розміщені фланці для під'єднання газопроводів. З правого боку розміщене вікно спостереження за процесом горіння. До предметного стола виведено дроти для під'єднання термопар та ініціюючої спіралі. В кришку вмонтований клапан, який складається з корпуса, пружини і регульованої гайки і є запобіжником у випадку вибухонебезпечної ситуації.

Фронт горіння розповсюджувався по зразку до протилежного боку від ініціюючої спіралі. Електричний сигнал від термопар фіксувався за допомогою датчиків (термопар), підключених до комп'ютера через аналого-цифровий перетворювач. Дані, що надходять від термопар, відображаються на моніторі комп'ютера у вигляді графічної залежності в координатах «час-температура». На рис. 2 наведена графічна залежність поширення хвилі горіння для системи Ti-C-ШХ15 у координатах «час-температура». Із графіка бачимо, що процес нагріву триває протягом 6 хв, після чого зразок загоряється і відбувається самопоширюваний синтез, який триває протягом 1 хв. Синтез відповідної системи здійснюється в інтервалі температур від 557-1677K. Після процесу спікання відбувається повільне охолодження зразка. Процес горіння складається з двох основних стадій:

- 1) відновлення оксидів з утворенням металу (металотермічна стадія);
- 2) стадія СВС-прямий синтез елементів.

З технологічної точки зору цей процес можна розбити на такі етапи: ініціювання реакції горіння, фазоутворення, охолодження продуктів реакції. Дослідженню піддавались тільки ті процеси, що протікають у стаціонарному режимі, тобто тоді, коли температура горіння більша за температуру плавлення продукту. У зв'язку з тим, що в реакціях синтезу бере участь вуглець, що призводить до додаткового виділення тепла при утворенні CO, CO₂. На швидкість горіння впливають дисперсність компонентів шихти, маса спалювальної шихти, щільність шихти, інтенсивність тепловідведення, конфігурація металотермічного реактора.

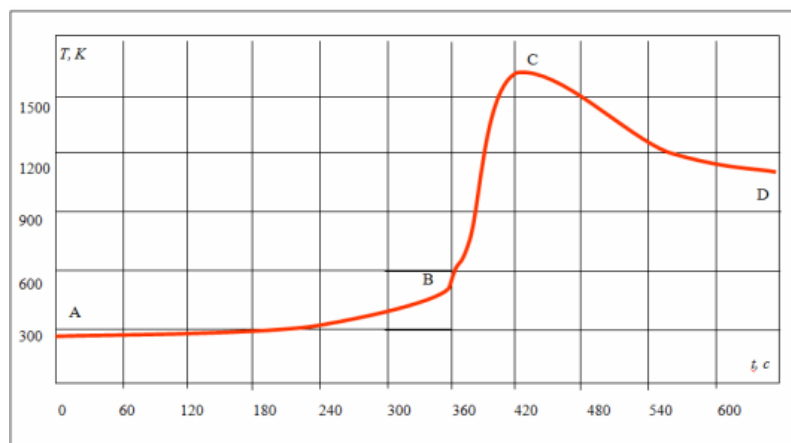


Рисунок 2. Поширення хвилі горіння для системи Ti-C-ШХ15 у координатах «час-температура» (зона прогрівання – ділянка АВ, зона реакції – ділянка ВС, зона догорання – ділянка CD)

Figure 2. Distribution of burning wave for the Ti-C-IIIХ15 system in coordinates "time-temperature"(warming zone – АВ area, zone of reaction – ВС area, zone of burning – CD area)

Металографічні дослідження проводили на мікроскопі ММР-4. Зразки для металографічних досліджень готували за стандартною методикою [4], з метою отримання чіткого зображення границь зерен шліфи протравлювали 4% H_2SO_4 . За допомогою програми РНОТОМ визначена площинна пористість зразка, яка дорівнює 30%. На рис. 3 наведена структура зразків, спечених методом СВС (до і після травлення). Темні області – мартенсит, світлі області – інтерметаліди заліза: $FeTi$, Fe_2Ti .

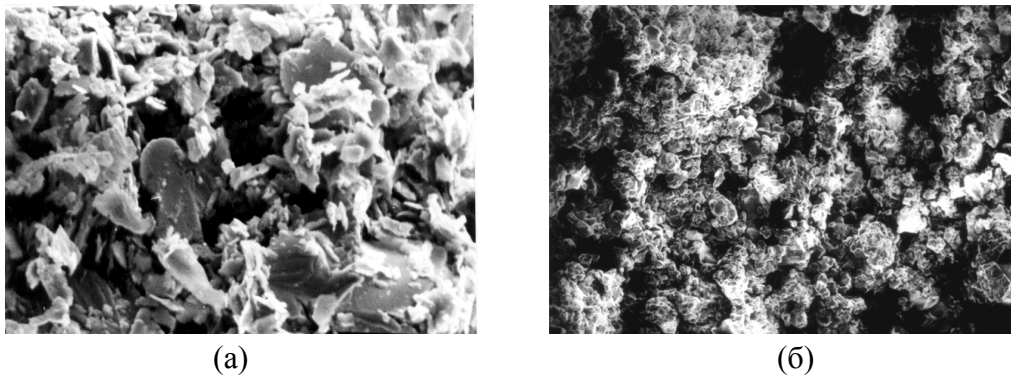


Рисунок 3. Мікроструктура зразків, спечених методом СВС(а – до і б – після травлення).x 400
Figure 3. Microstructure of samples sintered by the SHS method (a – before and б – after dyeing).x 400

Для підтвердження структури, визначеної металографічним методом, додатково проводили рентгеноструктурний аналіз. Дослідження проводили на рентгеноструктурному дифрактометрі загального призначення ДРОН-4-13 із використанням $CuKa$ променів. Зразки досліджували в інтервальному режимі зі швидкістю лічильника 1–2 градуси за хвилину та зі швидкістю стрічки 720 мм за годину в інтервалі кутів 2θ від 20 до 100 градусів. Режим зйомки: сила струму 8–10 мА, щілина Соллера з кутом розбіжності $1^\circ30'$. Зйомка проводилась з обертанням за наявності β -фільтра. На рис.4. показана рентгенограма порошкової суміші Ti-C-IIIХ15, взята у співвідношенні 1:4:1 за масою. На термограмі бачимо піки термо ефектів, які відповідають поліморфним перетворенням та інтенсивній взаємодії між компонентами.

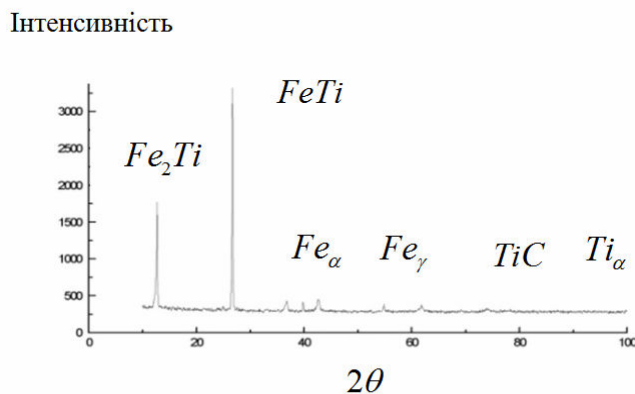


Рисунок 4. Рентгенограма порошкової суміші Ti-C-IIIХ15, взята у співвідношенні 1:4:1 за масою
Figure 4. Sciagram of powder-like mixture of Ti-C-BBS15, taken in correlation 1:4:1 after mass

Висновки.

1. Розглянуто основні закономірності, за яких відбувається СВС-процес.
2. Визначено оптимальний шихтовий склад сполук із використанням порошків титану, вуглецю, сталі ШХ15.
3. Досліджено, що для системи титан-вуглець-сталь ШХ5 синтез здійснюється в інтервалі температур від 557 -1677К з утворенням інтерметалідів FeTi, Fe₂Ti.

Conclusions.

1. Basic regularities under which SHS-process takes place have been analysed.
2. Optimal charge composition of compounds with application of titanium, carbon, BBS15 steel powders has been found.
3. It was investigated that for the system titanium-carbon-BBS15steel synthesis takes place within the interval of temperatures from 557 -1677K with the formation of FeTi, Fe₂Ti intermetallides.

Список використаної літератури

1. Патент України № 63558 А МПК 7 В22F9/04. Спосіб отримання металевого порошку з шламових відходів підшипникового виробництва / В.Д. Рудь, Т.Н. Гальчук, О.Ю. Повстяной; заявл.06.05.03; опубл. 15.01.04, Бюл.№1, 2004.
2. Петрик, І.Я. Дослідження формування структури сплаву системи Fe–Ti в процесі дифузійного насичення та спікання з порошкових матеріалів і вплив її на триботехнічні властивості [Текст] / І.Я. Петрик // Фізика і хімія твердого тіла. – 2008. – Т.9, №3. – С. 567–573.
3. Петрик, І.Я. Вплив режиму спікання зразків на структуру і фазовий склад системи Fe–Ti [Текст] / І.Я. Петрик // Фізика і хімія твердого тіла. – 2007. – Т.8, №3. – С. 628–630.
4. Касимцев, А.В. Фазовые и структурные превращения при получении порошков интерметаллидов [Текст] / А.В. Касимцев, В.В. Жигунов // Изв. вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2009. – №3. – С. 5–12.

Отримано 05.06.2012