

УДК 621.762.4

ВЛИЯНИЕ УПРОЧНЯЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ ПОРИСТОГО ТИТАНА, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО СПЕКАНИЯ

Бельвин К. Е., Минько Д. В., Решетников Н. В.

ГНУ «Институт порошковой металлургии». Минск, Беларусь
dz-m@tut.by

Проведен анализ влияния вакуумного спекания и электроразрядной обработки на микроструктуру и прочность пористых заготовок из порошка титана, полученных методом электроимпульсного спекания

Введение

В настоящее время пористые порошковые материалы (ППМ) широко применяются в различных отраслях народного хозяйства. Наиболее широкое распространение получило применение ППМ в качестве фильтров, назначение которых сводится к отделению газов и жидкостей от посторонних примесей [1]; для транспорта жидкостей по поровым каналам под действием капиллярных сил в капиллярных насосах [2–5], фитилях тепловых труб, испарителях, конденсаторах; в качестве огнепреградителей и глушителей шума и для многих других случаев [6–11].

Также широкое распространение ППМ получили в медицине, например, для использования в качестве материалов имплантатов (дентальных, челюстно-лицевых, элементов имплантатов тазобедренных суставов и т.д.) [12, 16]

Для изготовления ППМ, на сегодняшний день, предлагается и используется широкая гамма порошков различных материалов (от керамики и металлов до различного рода полимеров) [4]. Однако большое разнообразие материалов, конструкций и методов получения изделий не решает всех задач, поставленных постоянно развивающимися отраслями народного хозяйства. Так, например, применение титановых имплантатов с пористой поверхностью из сферических порошков титана в современной медицине обусловлено важными преимуществами, которыми они обладают по сравнению с различными существующими конструкциями титановых имплантатов с измененной морфологией поверхности. Разветвленная система пор, образованная спеченным порошком, хорошо подходит по своим параметрам для процесса прорастания костной ткани (остеоинтеграции), позволяя пожизненно зафиксировать имплантат в организме пациента. В то же время, сферическая поверхность частиц порошка хорошо передает нагрузку, не травмируя кровеносные сосуды. Это позволяет уменьшить реакцию отторжения за счет более равномерного распределения напряжений вокруг функционирующего имплантата. Клинические результаты показывают, что такие имплантаты имеют более стабильные физические и химические свойства [13].

В конце 90-х г.г. в Институте порошковой металлургии разработана технология получения ППМ из порошков титана со сферической формой частиц, заключающаяся в спекании в вакууме пористых заготовок, сформованных методом электроимпульсного спекания (ЭИС). При пропускании через порошок титана импульса электрического тока длительностью $\sim 10^{-5} \dots 10^{-3}$ с [16] происходит локальный разогрев порошка в зоне контакта и их спекание с образованием контактных шеек размером 0,1...0,2 диаметра частицы. При этом получается пористая заготовка с однородной плотностью и формой,

близкой к готовой. Данная технология позволяет работать с трудноформуемыми сферическими порошками титана и без применения связующих веществ, вносящих в исходный материал посторонние примеси, а дальнейшее спекание в вакууме с остаточным давлением $\sim 10^{-3}$ Па в течение 2–3 часов при температуре 1200–1300 °С позволяет увеличить прочность исходных заготовок за счет увеличения размеров контактных шеек между частицами порошка до 0,3–0,4 диаметра частицы. При этом форма частиц порошка и пористость остается практически неизменной [16].

Основным недостатком такой технологии изготовления ПШМ является рост зерна титана в процессе вакуумного спекания. Это связано с длительным нахождением пористых заготовок под воздействием температур, значительно превышающих температуру рекристаллизации. Образование крупнозернистой структуры отрицательно сказывается на усталостных свойствах получаемых ПШМ [1].

В качестве альтернативы вакуумному спеканию, было репено прибегнуть к методу электроразрядной обработки (ЭРО) в защитной атмосфере, заключающегося в дополнительном пропускании через полученную с помощью ЭИС пористую заготовку импульсов переменного электрического тока длительностью $10^{-1} \dots 10^1$ сек. В процессе ЭРО тепловыделение с образованием жидкой фазы и ростом площади межчастичных контактов происходит, преимущественно, в области контактных шеек между частицами. Длительность процесса ЭРО в сотни раз меньше длительности процесса вакуумного спекания, что в значительной степени замедляет процесс образования крупнозернистой структуры.

Целью данной работы является исследование влияния ЭРО в защитной атмосфере на микроструктуру и прочность пористых заготовок из порошка титана, полученных методом ЭИС.

Материалы, оборудование и методики исследований

В качестве материала для изготовления образцов использовался сферический порошок титанового сплава марки ВТ1-0 ГОСТ 19807-91 фракции $(-0,4+0,315)$ мм. Из порошка методом ЭИС были изготовлены пористые образцы диаметром 4 мм и высотой 10 мм. Для проведения микроструктурного анализа общее количество образцов разделили на три партии.

Первую партию образцов дополнительному температурному воздействию не подвергали. Вторую партию образцов спекали в вакууме в течение 3 часов при температуре 1300 °С. Третью партию образцов подвергли ЭРО в защитной атмосфере аргона в специально разработанной камере. Схема устройства для ЭРО приведена на рис. 1.

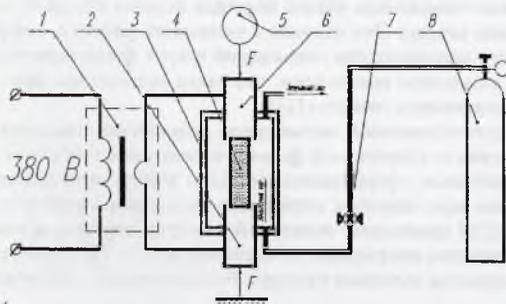


Рис. 1. Схема устройства для ЭРО пористых образцов:

- 1 – понижающий трансформатор;
- 2 – электрод нижний;
- 3 – камера для ЭРО в аргоне;
- 4 – обрабатываемый образец;
- 5 – устройство нагружения;
- 6 – электрод верхний;
- 7 – редуктор;
- 8 – баллон с аргоном

Для получения пористых заготовок из порошка титана использовали установку ЭИС «Импульс-БМ». Для ЭРО пористых заготовок использовали модернизированную машину точечной контактной сварки МТ-2201 с конструктивной доработкой сварочной цепи. Вакуумное спекание заготовок проводили с использованием печи СНВЭ – 1.3.1/16ИЗ.

Для проведения металлографических исследований изготавливали шлифы: образцы подвергали вакуумной пропитке эпоксидной смолой марки ЭД-6 ТУ 84-606-76 в специальном приспособлении [16]. После полимеризации смолы образцы обрабатывались на шлифоприспособительном оборудовании фирмы «Райхерт» (Австрия).

Исследования микроструктуры исходного порошка и образцов проводили на металлографическом микроскопе «Поливар» (фирма «Райхерт», Австрия). Для выявления структуры шлифы травили 5%-ным раствором плавиковой кислоты в дистиллированной воде.

Исследования фрактограмм хрупкого излома проводили с использованием электронного сканирующего микроскопа «CamScan» (Oxford, Англия).

Прочностные испытания проводили на универсальной испытательной машине модели 1195 (фирма «Инстрон», Великобритания) с использованием специально разработанной технологической оснастки.

Результаты исследований

Титановый сплав марки ВТ1-0 ГОСТ 19807-91 является технически чистым титаном и, по классификации титановых сплавов, относится к деформируемым сплавам невысокой прочности и повышенной пластичности, имеет две полиморфные модификации: α -титан с гексагональной плотноупакованной решеткой (ГПУ) и высокотемпературную модификацию – β -титан с кубической объемно-центрированной решеткой (ОЦК). Температура полиморфного $\alpha \rightarrow \beta$ – превращения составляет 882°C. Это превращение может происходить двумя путями. При медленном охлаждении и высокой подвижности атомов оно происходит по обычному диффузионному механизму с образованием полиэдрической структуры твердого α -раствора. При быстром охлаждении – по бездиффузионному мартенситному механизму с образованием игольчатой мартенситной структуры, обозначаемой α' . Кристаллическая структура α и α' , практически однотипна (ГПУ), однако решетка α' более искажена [15].

В отличие от мартенсита углеродистых сталей, являющегося раствором внедрения и характеризующегося высокой прочностью и хрупкостью, титановый мартенсит является раствором замещения, и закалка титановых сплавов на мартенсит α' приводит к небольшому упрочнению и не сопровождается резким снижением пластичности.

На рис. 2 приведена микроструктура частицы порошка титанового сплава ВТ1-0 фракции (-0,4+0,315) мм. Как видно, микроструктура частицы порошка ВТ1-0 представляет собой зерна α -фазы пластинчатой формы.

На рис. 3 представлена микроструктура пористой заготовки, полученной методом ЭИС. Из анализа рис. 3 следует, что в результате ЭИС порошка, в объеме частиц сохраняется микроструктура исходного порошка с незначительными изменениями, а именно: наряду с α -фазой образуется α' -фаза. Это объясняется тем, что в процессе ЭИС охлаждение происходит так же быстро, как и нагрев. Полиморфное превращение при скоростном охлаждении происходит по бездиффузионному мартенситному механизму, что определяет игольчатую (пластинчатую) мартенситную структуру α' -фазы.

На рис. 4 приведена микроструктура пористого образца, полученного методом ЭИС с последующим спеканием в вакууме. Для процесса вакуумного спекания пористых материалов из порошка титана характерны длительная выдержка при температурах, превышающих температуры рекристаллизации и длительное охлаждение. При

этом полиморфное превращение происходит диффузионным путем, и образуется крупнозернистая структура α -фазы. На рис. 5 приведена микроструктура образца, полученного методом ЭИС с последующей ЭРО.



Рис. 2. Микроструктура частицы порошка, $\times 100$



Рис. 3. Микроструктура частиц заготовки, полученной методом ЭИС, $\times 150$

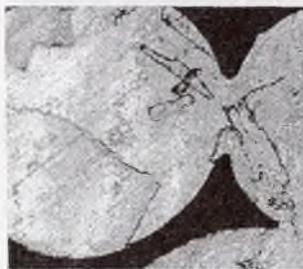


Рис. 4. Микроструктура частиц образца, полученного методом ЭИС с последующим спеканием в вакууме, $\times 200$



Рис. 5. Микроструктура частиц образца, полученного методом ЭИС с последующей ЭРО, $\times 150$

Анализ рис. 5 показал, что в процессе ЭРО заготовок, полученных методом ЭИС, в связи с высокой скоростью нагрева и охлаждения возможно образование α' -фазы. Такая мелкоигольчатая мартенситная структура образуется при исходной мелкозернистой структуре твердого раствора, образовавшейся после ЭИС, и должна обеспечить высокий комплекс механических свойств ППМ. Скоростному охлаждению в процессе ЭРО свойственны некоторые особенности структурных превращений. Скорости зарождения и роста центров рекристаллизации увеличиваются, в зависимости скорости охлаждения, по экспоненциальному закону, причем рост скорости зарождения происходит более интенсивными темпами, чем повышение скорости роста. Это приводит к тому, что увеличение числа центров рекристаллизации при скоростном охлаждении начинает опережать увеличение скорости их роста. Чем выше скорость охлаждения, тем больше кратность опережения скорости зарождения над скоростью роста. Это создает предпосылки для вовлечения в процесс первичной рекристаллизации большого количества центров, обеспечивающих в условиях торможения их роста получение мелкозернистой структуры.

Образование контакта (перенос вещества из объема частиц в область шейки) между частицами при различных методах спекания (рис. 3, 4, 5) происходит по различным механизмам массопереноса.

В процессе ЭИС происходит быстрый нагрев материала в зоне контакта частиц, образование жидкой фазы и ее кристаллизация с формированием начального межчастичного контакта размером 0,1–0,2 диаметра частицы порошка (рис. 3). При этом, вследствие быстрого отвода тепла вглубь частицы, в контактной зоне образуется метастабильная структура, близкая к аморфному или микрокристаллическому состоянию, наличие которой приводит к активации процесса последующего вакуумного спекания [16].

Для процесса вакуумного спекания заготовок, полученных методом ЭИС, характерен диффузионный механизм увеличения размеров контактных шеек. Вследствие направленного массопереноса происходит увеличение размеров контактных шеек до 0,3–0,4 диаметра частицы и увеличение радиуса закругления линии перехода «частица – контактная шейка – частица», при этом расстояние между частицами существенно не изменяется (рис. 4).

Для процесса ЭРО заготовок, полученных методом ЭИС (рис. 5), наряду с диффузионным механизмом контактообразования, характерен процесс формирования контактных шеек под воздействием пластической деформации. Об этом свидетельствует малый радиус закругления линии перехода «частица – контактная шейка – частица», незначительная деформация частиц и уменьшение расстояний между ними одновременно с увеличением размеров контактных шеек между частицами до 0,3–0,4 диаметра частицы – также как и при вакуумном спекании. При этом ускоренный перенос массы определяется дефектами, устойчивыми в области тех температур, где этот перенос происходит. К дефектам, определяющим высокотемпературную активность, относятся дислокации и микроскопические дефекты типа границ раздела между элементами структуры, капиллярные несплошности и др. При этом мартенсит упрочняют внутризеренные границы и дислокации. Следовательно, количество игольчатой мартенситной структуры влияет на прочность спекания полученных образцов.

На рис. 6, 7 и 8 приведены фрактограммы хрупкого излома образцов, полученных методами ЭИС, ЭИС с последующим спеканием в вакууме, и ЭИС с последующей ЭРО.

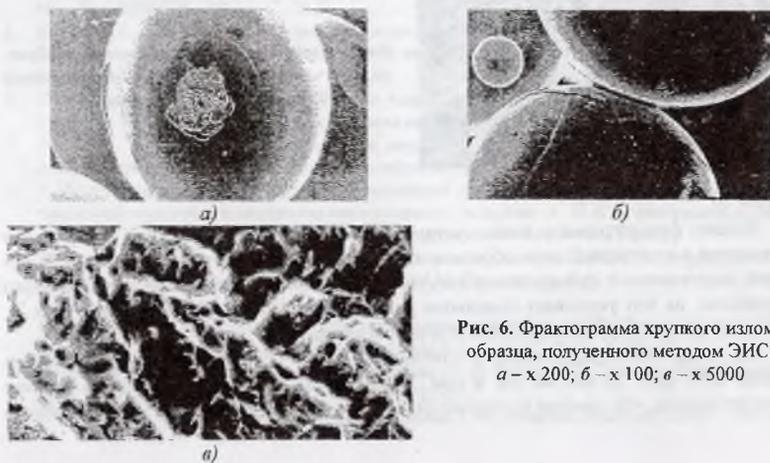


Рис. 6. Фрактограмма хрупкого излома образца, полученного методом ЭИС:
а – $\times 200$; б – $\times 100$; а – $\times 5000$

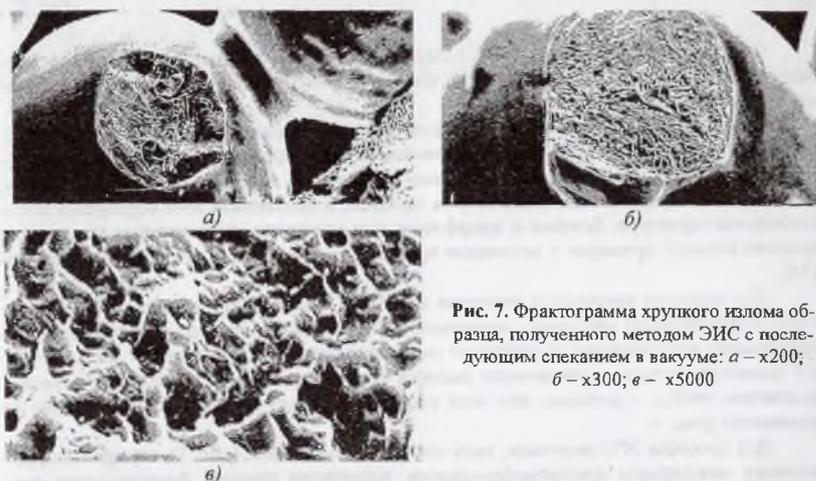


Рис. 7. Фрактограмма хрупкого излома образца, полученного методом ЭИС с последующим спеканием в вакууме: а – $\times 200$; б – $\times 300$; в – $\times 5000$

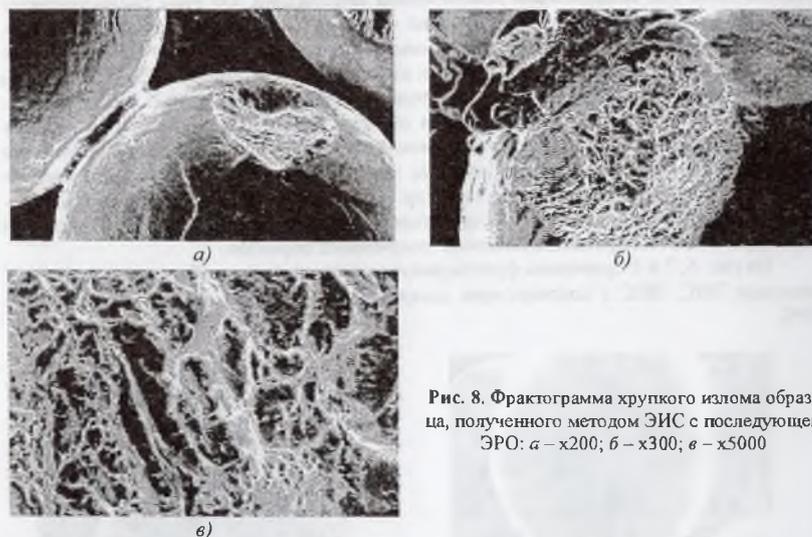


Рис. 8. Фрактограмма хрупкого излома образца, полученного методом ЭИС с последующей ЭРО: а – $\times 200$; б – $\times 300$; в – $\times 5000$

Анализ фрактограмм позволил установить, что при ЭИС (рис. 6) на поверхности разрушения в контактной зоне образцов четко видны фасетки хрупкого излома. У образцов, порученных с применением вакуумного спекания, увеличивается доля вязкого разрушения, на что указывает появление равновесных ямок на фрактограмме (рис. 7), что характерно для крупнозернистой структуры материала.

На поверхности разрушения в контактной зоне у образцов после ЭИС с последующей ЭРО (рис. 8) так же как и при ЭИС (рис. 6), заметны характерные фасетки хрупкого излома, что говорит о сохранении исходной микроструктуры материала образца.

Для оценки влияния процессов вакуумного спекания и ЭРО на прочностные характеристики образцов пористого порошкового материала провели серию сравнительных прочностных испытаний на консольный изгиб.

Результаты испытаний показали, что образцы, полученные методом ЭИС с последующей ЭРО, имеют среднюю прочность, равную 58 МПа.

Сравнительные испытания на консольный изгиб образцов, полученных методом ЭИС с последующим спеканием в вакууме показали, что их средняя прочность составила 50 МПа, что на 20% меньше, чем у образцов, полученных с использованием метода ЭРО и объясняется соответствующей крупно- и мелкозернистой структурой титана.

Выводы

Показано, что замена вакуумного спекания пористых заготовок электроразрядной обработкой (ЭРО), заключающейся в дополнительном пропускании через пористую заготовку импульсов переменного электрического тока длительностью $10^{-1} \dots 10^1$ сек, позволила уменьшить рост зерна титана, привела к увеличению размера контактных шеек и, как следствие, к повышению прочности полученных пористых образцов.

Установлено, что в процессе ЭРО заготовок, полученных методом ЭИС, наряду с сохранением исходной α -фазы и мелкозернистой структуры, происходит образование мелкоигльчатой мартенситной структуры α' -фазы в отличие от образцов с крупнозернистой структурой α -фазы при вакуумном спекании. Показано, что прочность на консольный изгиб образцов, полученных методом ЭИС с последующей ЭРО, на 20% выше прочности образцов, для изготовления которых применялось спекание в вакууме.

Список литературы

1. Андриевский Р.А. Пористые металлокерамические материалы. -М.: Металлургия. - 1964. - 187 с.
2. Спеченные проницаемые материалы и их применение в технике /В.К. Шелег, В.М. Капцевич, Р.А. Кусин //Совершенствование производства изделий порошковой металлургии в республике. - Мн. БелНИИТИ. - 1981. - С. 21-28.
3. Разработка и применение тепловых труб в различных отраслях техники / Л.Л. Васильев и др.// Совершенствование производства изделий порошковой металлургии в республике. - Мн.: БелНИИТИ. -1981. - С. 29-33.
4. Витяз П.А. Состояние и перспективы развития порошковой металлургии в Белоруссии // Совершенствование производства изделий порошковой металлургии в республике. - Мн.: БелНИИТИ. - 1981. - С. 3-16.
5. Исследование свойств тепловой трубы с капиллярной структурой из спеченного порошка хрома / А.Г. Косторнов и др. II Порошковая металлургия. - 1981. - N 3. - С. 47-50.
6. Лев М.Б., Павловская Е.И. Применение пористых металлокерамических перегородок для локализации пламени //Порошковая металлургия. - 1965. - N5. - С. 74-78.
7. Исследование пористых металлокерамических огнепреградителей для локализации ацетилено-кислородного и водородно-кислородного пламени / И.И. Стрижевский, С.М. Солонин, В.С. Пугин и др. II Порошковая металлургия. - 1967. -N9 -С. 18-22.
8. Эксплуатация и регенерация спеченных фильтров, используемых как огнепреградители в детонационных установках / В.А. Смирнов, М.М. Одокненко, Я.А. Астахов и др. // Порошковая металлургия. - 1977. - N 2. - С. 76-80.
9. Гидравлические и акустические свойства пористых металлов. / Г.П. Павлихин, А.Н. Николаев, С.К. Баланцев и др. //Порошковая металлургия. - 1980. - N 7. - С. 95-99.
10. Акустические характеристики пористой бронзы / С.В. Белов, А.С. Терехин, С.К. Баланцев и др. // Порошковая металлургия. -1983 -N1.-С. 22-25.
11. Белов С.В. Пористые металлы в машиностроении. - М.: Машиностроение. - 1981. - 248 с.

12. Современные материалы хирургических имплантатов и инструментов / В.В. Савич, М.Г. Киселев, А.И. Воронович. – 2-е изд. перераб. и доп. – Минск: ООО «ДокторДизайн», 2004. – 104 с.
13. Dr. K.E. Beljavin, Prof. V.K. Sheleg, Dr. D.V. Minko. Application of Porous Products of Spherical Titanium Powders in Implant Surgery. Euro PM2004, Vol.5: PM Applications, p.515-521
14. Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы. Под ред. В. Шатта. Пер. с нем. - М.: Металлургия. - 1983 -520с
15. Акэти К, Хара Д Микроструктура и коррозионная стойкость сплавов титана, полученных из смешанного порошка методом спекания сопротивлением //Сэйсан Кэнкю -1976 -т. 28 - N 24. -С. 30-32.
16. К.Е. Белявин, В.В. Мазюк, Д.В. Минько, В.К. Шелег. Теория и практика электроимпульсного спекания пористых порошковых материалов. – Минск. Ремико. – 1997. – 180 с.

УДК. 004.94; 004.942; 519.245

ПРОБЛЕМА ОПРЕДЕЛЕНИЯ НОРМАЛИ К ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА В ДИСКРЕТНЫХ ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННЫХ МОДЕЛЯХ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ТВЕРДЫХ ТЕЛ: ПУТИ ЭФФЕКТИВНОГО РЕШЕНИЯ

Шевченко С. В., Стеценко Н. Н., Руцак Е. О.

*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
Киев, Украина*

Рассмотрена проблема обеспечения точного кристаллографического представления поверхностей раздела (границ зерен, межфазных границ, поверхности образца) в дискретных объемных моделях поликристаллических твердых тел. В таких моделях как, например, Монте-Карло, модель рекристаллизации и роста кристаллического зерна (модель Потса) поликристаллический модельный объем представлен в виде набора узлов, характеризующихся диапазоном допустимых дискретных состояний (кристаллографическая ориентация, фазовый состав узла, температура и пр.) причем локальные взаимодействия соседних узлов определяются набором правил взаимодействия. Предложен алгоритм определения нормали к границе раздела, основными достоинствами которого являются: отсутствие необходимости вычислений пространственных функций, однозначность результата, легкость фиксации тройных стыков и четверных узлов для исключения их из процедуры расчета. Применение предложенного алгоритма делает возможным учет зависимостей границ зерен от локального наклона границы.

Алгоритм разработан для кубических модельных решеток, однако допускает обобщение на тетраэдрические решетки, так же часто используемые в вычислительном моделировании.

Введение

Исследование и оптимизация микроструктуры поликристаллов играет большую роль в материаловедении, поскольку является основой для управления и прогнозирования структурно-зависимых свойств материалов. В настоящее время особое место в этой области занимает вычислительное материаловедение [1], и, в частности, дискретные методы моделирования пространственного и временного поведения сложных систем, использующие локальные (детерминированные или случайные) методы преобразова-