

ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ СПЕКАНИИ ТЕХНИЧЕСКОГО ТИТАНА

Спекание порошкового титана, с точки зрения формирования структуры, можно рассматривать как особый вид высокотемпературного рекристаллизационного отжига. Известно, что рекристаллизационный отжиг титана рекомендуется проводить выше температуры рекристаллизации ($500-525^{\circ}\text{C}$), но ниже точки полиморфного превращения $\alpha\text{-Ti} \leftrightarrow \beta\text{-Ti}$ (882°C). Отжиг при более высоких температурах сопровождается интенсивным ростом зерна β -фазы, которое остается крупным и при охлаждении до комнатной температуры.

В то же время спекание порошкового титана для получения высокой плотности необходимо проводить при температурах значительно выше полиморфного превращения.

В работе поставлена задача рассмотреть, как изменится величина зерна при столь высокотемпературном отжиге и как это отразится на свойствах спеченного титана.

Исследования проводились на образцах из электролитического порошка марки ПТЭС-1, фракции $-0,05+0,20$. Образцы прессовались при давлениях 7 и 9 т/см². Спекание проводилось по режимам: температура 1300°C , продолжительность 4,8, 12, 16 и 20 часов. Давление вакуума $(2-6) \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.

По содержанию примесей порошок ПТЭС-1 близок к техническому титану ВТ-0. Поэтому в дальнейшем спеченный титан именуется как спеченный технический титан.

Свойства образцов (и спеченного технического титана) приведены в таблицах 1,2,3.

Таблица 1. Свойства спеченного технического титана в зависимости от удельного давления прессования (Марка порошка ПТЭС-1, фракция -0,05+0,20. Режим спекания: $t_{\text{сп}}=1300^{\circ}\text{C}$, продолжительность $\tau=8$ часов, давление вакуума $3 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст)

$P, \text{т/см}^2$	$\gamma_{\text{до}}, \text{г/см}^3$	$\gamma_{\text{сп}}, \text{г/см}^3$	$\Theta_{\text{сп}}, \%$	$\epsilon_d, \%$	$\sigma_{\text{в}}, \text{кгс/мм}$	$\delta, \%$
7	3,48	3,92	13,1	2,2	44	9
9	3,65	4,08	9,6	2,6	54	

Принятые обозначения:

P - давление прессования, т/см^2

$\gamma_{\text{до}}$ - начальная плотность сырого брикета, г/см^3

$\gamma_{\text{сп}}$ - плотность спеченного брикета, г/см^3

$\Theta_{\text{до}}, \Theta_{\text{сп}}$ - пористость сырого и спеченного брикетов, %

ϵ_d - относительная усадка по диаметру (d), перпендикулярному направлению прессования, %

$t_{\text{сп}}, \tau_{\text{сп}}$ - температура и продолжительность спекания.

Таблица 2. Свойства спеченного технического титана в зависимости от времени спекания. (Порошок ПТЭС-1, фракция -0,05+0,20, давление прессования 9 т/см^2 , температура спекания $t_{\text{сп}}=1300^{\circ}\text{C}$)

$\gamma_{\text{до}}, \text{г/см}^3$	$\tau_{\text{сп}}, \text{час}$	$\gamma_{\text{сп}}, \text{г/см}^3$	$\Theta_{\text{сп}}, \%$	$\epsilon_d, \%$	$\sigma_{\text{в}}, \text{кгс/мм}$	$\delta, \%$
3,65	4	3,87	14,2	2,1	42	6
	8	4,12	9,6	2,6	54	14
	12	4,16	8,2	2,8	47	11
	16	4,19	7,1	2,9	40	7
	20	4,20	6,9	3,1	37	4

Из данных таблицы 1 видно, что с увеличением давления прессования начальная плотность прессования возрастает и это приводит к заметному увеличению механических свойств материала при спекании. Рост механических свойств объясняется меньшей конечной пористостью образцов, однородностью структуры и меньшим газонасыщением образцов при спекании из-за меньшей начальной пористости прессовок.

Из таблицы 2 следует, что с увеличением продолжительности спекания плотность и относительная усадка возрастает с уменьшающейся скоростью процесса уплотнения.

Иной характер носят зависимости механических свойств (σ_b и δ) от продолжительности спекания: после 8 (иногда 12) часов спекания σ_b и δ достигают максимальных значений, а при дальнейшем увеличении времени спекания эти величины вновь уменьшаются. Такой характер изменения механических свойств нельзя объяснить изменением плотности, здесь, вероятно, имеют место особенности формирования зеренной структуры титана при спекании. Для анализа зеренной структуры спеченного технического титана после различных выдержек при спекании приготавливались микрошлифы, на которых по общепринятым методикам определялись размеры зерен. Результаты приведены в таблице 3.

Таблица 3

Ряды распределения размеров зерен спеченного технического титана в зависимости от продолжительности спекания

Интервалы групп, мкм	Средние размеры групп, мкм	Относительная частота размеров групп в % при разном времени спекания, час				
		4	8	12	16	20
0-50	25	43	41	28	15	12
51-100	75	28	27	21	23	18
101-150	125	12	14	19	12	14
151-200	175	9	9	14	16	18
201-250	225	8	9	10	12	12
251-300	275			5	10	9
304-350	325			3	6	8
351-400	375				4	4
401-450	425				2	3
451-500	475					2
Средние размеры зерен при разной продолжительности спекания, мкм		81	84	121	185	220

Из этих рядов распределения видно, что при спекании в течении 4 и 8 часов зерна имеют в основном (~71%) небольшую величину, менее 100 мкм. При отжиге по этому режиму компактного титана зерно вырастает до 600-800 мкм и более.

Это является достоинством порошковой металлургии титана и указывает на существенное отличие процессов рекристаллизации в порошковых материалах по сравнению с аналогичными процессами в компактных материалах.

С дальнейшим увеличением времени спекания средний размер зерен возрастает, но основное, резко проявляется разноразмерность структуры. Кроме того, зерна приобретают разнообразную форму:

равновесную, пластинчатую, вытянутую на несколько сот микрон, с округлыми, прямолинейными, зубчатыми гранулами и т.п.

Образование подобной неоднородной структуры объясняется тем, что в пористом материале рост зерен при собирательной рекристаллизации протекает иначе, чем в компактном металле и зависит не только от скорости перемещения границ, но и от образования металлических контактов между частицами порошков.

В начальной стадии спекания, когда пористость достаточно велика, границы между частицами тормозят рост зерен β -фазы. Однако в тех местах, где между частицами образовался металлический контакт и поверхности раздела между частицами нет, там перемещение границ и рост зерен β -фазы становится возможным и который идет также интенсивно, как и в компактном металле.

Поскольку образование металлических контактов между частицами по объему прессовки идет неравномерно, то это приводит к неоднородности структуры по величине зерна.

Разнообразная форма зерен, в частности пластинчатая, является следствием двух факторов: неоднородности образования металлических контактов между частицами и большой склонности полиморфного превращения титана протекать по мартенситному механизму с образованием пластинчатых структур. Особенно это проявляется в присутствии в сплаве (или титане) кислорода.

Образование крупно- и разнoзёрнистой пластинчатой мартенситообразной структуры в спеченном техническом титане является одной из основных причин понижения его механических свойств при длительном спекании.

Как показали исследования, образование крупно- и разномеристой структуры, кроме длительности спекания, зависит от температуры спекания, размера частиц и начальной плотности прессовок. С увеличением температуры спекания время образования межчастичных контактов сокращается и рост зерна β -фазы идет более интенсивно, но более интенсивно идет выравнивание структуры по размеру зерен. Поэтому чтобы избежать формирования крупномеристой структуры время спекания нужно сокращать.

С уменьшением размеров частиц возрастает суммарная площадь поверхности частиц. Это сдерживает рост зерен. Однако с уменьшением размеров частиц несколько возрастает содержание примесей, что стимулирует образование пластинчатых мартенситообразных структур. При большой начальной плотности прессовок образование межчастичных контактов при спекании идет более интенсивно и более однородно по объему. Это способствует более быстрому росту зерна с образованием более однородной структуры.

Учет отмеченных факторов является важным при составлении технологии изготовления изделий из технического титана методами порошковой металлургии, т.к. они определяют размер, однородность структуры и свойств в спеченном материале. При этом нужно учитывать, что исправить крупномеристую структуру в титане и его сплавах путем термической обработки практически невозможно.