

В. І. Шеремет, М. Я. Втерковський, С. Ю. Тесля, Т. О. Соловійова

*Національний технічний університет України
"Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського"*

ОПТИМІЗАЦІЯ ПРОЦЕСУ ХОЛОДНОГО ІЗОСТАТИЧНОГО ПРЕСУВАННЯ ПОРОШКІВ МАГНІЮ ТА ЙОГО СПЛАВІВ

Досліджено закономірності процесів формування порошкових сплавів магнію методом холодного ізостатичного пресування (ХІП) із подальшим спіканням. Дослідження проводилися за різних тисків пресування (100–400 МПа) та з використанням методів ХІП і одновісного пресування для порівняння. Результати свідчать, що ХІП забезпечує вищу рівномірність ущільнення завдяки всебічному стиску, порівняно з одновісним пресуванням, що страждає від анізотропії та нерівномірного ущільнення. Встановлені механізми утворення механічного та хімічного контакту між частинками у сплавах на основі магнію, зокрема Mg-20мас.%WE43-10мас.%ZK61. Показано, що за рахунок активації систем ковзання магнію під дією всестороннього стиску відбувається течія матеріалу та його ущільнення. Встановлено, що при ХІП дифузійні процеси масопереносу пришвидшуються завдяки збільшенню площі контактів між частинками, що сприяє формуванню більш щільної мікроструктури після спікання.

Ключові слова: магній, порошкова металургія, спікання, холодне ізостатичне пресування

V. Sheremet, M. Vterkovskiy, S. Teslia, T. Soloviova

OPTIMIZATION OF THE COLD ISOSTATIC PRESSING PROCESS OF MAGNESIUM POWDERS AND ITS ALLOYS

The regularities of the formation processes of magnesium powder alloys using the cold isostatic pressing (CIP) method followed by sintering have been investigated. The study was conducted at various pressing pressures (100–400 MPa) using CIP and uniaxial pressing methods for comparison. The results indicate that CIP provides higher uniformity of compaction due to isotropic compression, in contrast to uniaxial pressing, which suffers from anisotropy and uneven compaction. The mechanisms of mechanical and chemical contact formation between particles in magnesium-based alloys, particularly Mg-20wt.%WE43-10wt.%ZK61, were identified. It was shown that the activation of magnesium slip systems under isotropic compression leads to material flow and densification. It was established that during CIP, diffusion processes of mass transfer are accelerated due to an increase in the contact area between particles, contributing to the formation of a denser microstructure after sintering.

Keywords: magnesium, powder metallurgy, sintering, cold isostatic pressing

Постановка проблеми. Формування виробів з порошкових матеріалів є одним з ключових напрямків розвитку сучасного матеріалознавства [1]. На відміну від традиційних методів ливарного виробництва використання методів порошкової металургії дозволяють значно розширити як фізико-механічні властивості так і їх техніко-економічну складову. Одним з найбільш перспективних напрямків щодо імплементації методів порошкової металургії є виробництво деталей з металів та сплавів, які володіють низькою густиною [2]. Особливий технологічний інтерес для галузей авіації, машинобудування, медицини та електроніки знаходить магній.

Проте впровадження магнію у високотехнологічні галузі обмежується низькою проблем, пов'язаних із традиційними методами обробки, такими як лиття чи гаряче штампування [3]. Ці методи часто призводять до нерівномірності мікроструктури, утворення дефектів, таких як пори, і недостатньої корозійної стійкості. Під час використання порошкових технологій виникають ряд інших труднощів пов'язаних як з пресуванням так і подальшим спіканням [4].

Першою проблемою є отримання деталей складної форми з порошків магнію пресуванням. Відомо, що під час одновісного пресування порошкова пресовка обмежена бічними поверхнями матриці та площиною руху верхнього та нижнього пуансонів. Це не дозволяє отримувати вироби з високою рівномірністю щільності по висоті пресовки та складною геометрією.

Другою проблемою отримання виробів з магнію є подальші процеси спікання, які значно лімітовані наявною окисною плівкою на поверхні [5-6]. Відповідно під час отримання виробів потрібно застосовувати технології та методи обробки за яких оксидна плівка буде зруйнована чи розчинена.

Потенційною технологією отримання деталей складної форми з магнію є інжекційне формування порошків, проте дана технологія потребує ретельного підбору компонентів зв'язки, які під час каталітичного видалення можуть реагувати з магнієм та лімітувати процеси спікання [7]. Вирішенням даної проблеми може бути використання технології холодного ізостатичного пресування (ХІП). Формування за технологією ХІП передбачає ущільнення порошку в еластичних оболонках прикладанням тиску через рідину чи газ [8-9]. За рахунок всестороннього стиску можливо не тільки отримати високу рівномірність щільності сплавів, але й досягнути часткового

руйнування оксидів на поверхні, що є особливо корисним під час роботи з матеріалами, які мають підвищену спорідненість до кисню.

Незважаючи на широкий потенціал технології, в наукових публікаціях на дану тему відсутні дані щодо аналізу процесів формування контактів між частинами, виявлення механізмів, які лежать в основі компактування та подальшого спікання. Встановлення впливу технологічних параметрів формування на кінцеві показники щільності та мікроструктури має важливе прикладне та фундаментальне значення.

Аналіз останніх досліджень та публікацій. Отримання виробів з порошків традиційно асоціюється з класичними підходами порошкової металургії – пресування та спікання. Burke P. та ін. [10] показали зміну кінетики спікання порошків магнію під час ущільнення методами одновісного пресування та спікання та під дією ХІП. Показано, що за рахунок ХІП може відбуватись часткове руйнування шарів оксидів, що збільшує реакційну площу між частинками порошків та інтенсифікує процеси дифузії. Після обробки ХІП вдалось підвищити твердість спечених сплавів, однак зміни капілярно-пористого стану матеріалу не встановлено. В роботі [11] показано високу ефективність використання методу ХІП для формування нанокмпозитів на основі магнію зміцнених частинами карбїду кремнію. Порівняно з іншими методами формування вдається знизити рівень внутрішнього тертя та гомогенізувати мікроструктуру. У зв'язку з гексагональною ґраткою магнію під час прикладання всестороннього стиску можуть проходити ефекти мартенситного перетворення, що може додатково змінювати властивості сплавів магнію. Особливо перспективною прикладання деформації є в області біомаєтеріалів. Відомо, що формування тексти деформації, а особливо орієнтація площин {0001} відносно поверхні матеріалу може змінювати щільність корозійного струму.

Наприклад, орієнтація площин, перпендикулярно до поверхні, забезпечує кращу корозійну стійкість. Також деформація дозволяє покращити рівномірність формування пасиваційного шару на поверхні сплавів, тим самим знижуючи швидкість деградації та виділення водню [12, 13]. Не зважаючи на перспективність технології отримання виробів за допомогою ХІП в літературних джерелах відсутні загальні засади процесу формування механічного контакту в умовах всестороннього стиску, та не передбачені технологічні рекомендації щодо оптимальних режимів отримання виробів з порошків магнію та його сплавів.

Постановка проблеми дослідження. Виходячи з викладеного, встановлення основних засад процесу холодного ізостатичного пресування сплавів магнію є актуальним завданням.

Мета роботи полягає в дослідженні процесів формування порошкових сплавів магнію методом холодного ізостатичного пресування з подальшим спіканням, та встановленні механізмів які лежать в основі утворення механічного хімічного контакту між частинками.

Викладення основного матеріалу. З метою отримання комплексного сплаву магнію було взято вихідні порошки сплавів WE43, ZK61 (середній розмір частинок 40 мкм) отриманих розпилюванням та механічно подрібненого чистого магнію розміром до 300 мкм. Гомогенну суміш сплаву Mg-20 мас.%WE43-10 мас.% ZK61 отримували методом кавітаційного змішування в спирті.

Після змішування порошки піддавались сушці у вакуумній сушильній шафі за 70 °С протягом 1 год. Дослідження процесів формування сплаву магнію Mg-20мас.%WE43-10мас.%ZK61 проводили методом холодного ізостатичного формування з використанням мокрого чохла за тисків 100, 200, 300, 400 МПа. З метою порівняння даних отриманих по технології ХІП було додатково проведено формування одновісним пресуванням в закритих прес формах. Сформовані сплави піддавались спікання за температури 600 °С, в середовищі аргону протягом 2 годин.

Дані щодо зміни щільності від тиску пресування після пресування та спікання наведено на рисунку 1.

Щільність пресовок порошкової композиції Mg-20мас.%WE43-10мас.%ZK61 збільшується зі збільшенням тиску пресування під час використання як для одновісного пресування, так і ХІП (рис. 1).

При наборі тиску пресування в 100 МПа, в обох випадка ущільнення, переважно, досягається за рахунок переміщення та проковзування частинок відносно одна одної. На цій стадії пластична деформація частинок відіграє незначну роль в ущільненні [14]. Перебіг процесів ущільнення на даному етапі переважно залежить від специфіки типу пресування. Під час використання ХІП відбувається всестороннє стиснення порошкового тіла до отримання заданої щільності, за рахунок такого типу прикладання тиску вдається отримати високу рівномірність розподілу щільності по висоті пресовки. На відміну від ХІП під час ущільнення порошків одновісним пресуванням значна частина зусилля йде на подолання зовнішнього тертя між стінками матриці, що призводить до не

рівномірного переміщення порошку в порожнині прес форми і як наслідок утворення областей перепресування.

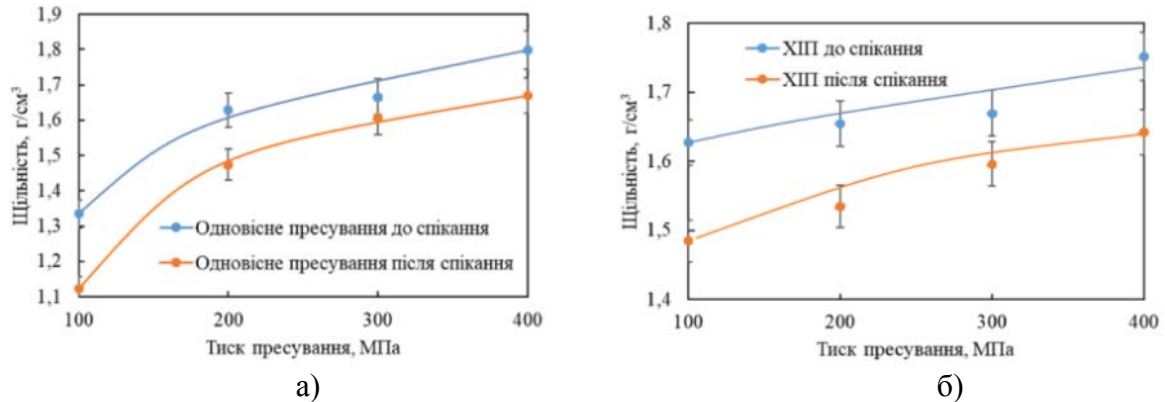


Рис. 1. Залежність щільності від тиску пресування та методу пресування зразків до та після спікання: а) – одноосьове пресування; б) – холодне ізостатичне пресування (ХІП)

Відповідно стабілізація щільності пресовок під час отримання методом ХІП вдається досягнути вже за тиску 200 МПа порівняно з одновісним пресуванням (рис. 1, а, б). Під час одновісного пресування спостерігається класична зміна відносної щільності від тиску пресування, з переходом від переміщення частини з більш щільним укладанням, до обтиснення компактного тіла. (рис. 1, а). При подальшому наборі тиску (200 МПа, 300 МПа та 400 МПа) пластична деформація і явища, за рахунок яких вона реалізується: дислокаційне ковзання, двійникування та релаксація напружень в одному зерні в дислокаційну систему сусідніх, відіграють привілейовану роль в ущільненні. Як показано в низці робіт [15] при пластичній деформації починаючи з тиску в 100 МПа в зернах WE43 реалізується дислокаційний механізм деформації з переважаючим задіянням базисної системи ковзання дислокацій. При цьому, в окремих зернах, спостерігалось утворення двійників.

Також зазначається, що для зародження двійників з низьким фактором Шмідта (MSF) необхідною умовою є задіяння призматичних систем ковзання. Тобто, для утворення двійників обох груп в зернах мають бути задіяні як базисна так і призматичні системи ковзання. Відомо [16], що при тисках більших 200 МПа в Mg активізуються обидві системи ковзання. Але важливим фактором при цьому є кристалографічна орієнтація зерен по відношенню до прикладеного зусилля.

Ймовірно, що при ХІП, за рахунок дії усестороннього тиску більше зерен піддаються пластичній деформації, оскільки більше зерен розташовані кристалографічно «вигідно» до прикладеного зусилля, в частинках WE43 утворюються більше твінів (двійників), які вибудовують окремі границі всередині кожної частинки. Кожна границя двійника є бар'єром для проходження дислокації, більш того, вже на етапі пресування 300 МПа дислокаційні системи окремих зерен можуть вичерпати потенціал ковзання, що призводить до їх деформаційного зміцнення.

Таким чином, менша щільність зразків отриманих ХІП (рис. 1, б) за прикладених зусиль пресування від 200 МПа в порівнянні з одновісно спресованими за тих самих тисках зразками, пояснюється меншим впливом анізотропії масиву зерен, які деформуються. В більшій кількості зерен водночас задіяні і базисна, і призматична системи ковзання, в більшій кількості зерен утворюються двійники, що ускладнює дислокаційний механізм пластичної деформації компакту, що усестороннє стискається.

Дослідження вплив тиску пресування ХІП та одновісного пресування на усадку після спікання наведено на рисунку 2. Оскільки під час використання низького тиску в 100 МПа в основі ущільнення лежать процеси структурної деформації, які зберігають високу пористість забезпечити утворення хімічних контактів між частинками порошоків не вдається. Висока пористість може сприяти дії механізмам випаровування та конденсації, проте через низький парціальний тиск парів магнію, його конденсація не відбувається на увігнутих поверхнях між частинами порошоків.

Підвищення тиску пресування до 200 та 300 МПа призводить збільшення щільності в зразках, закриття відкритих пор та, як наслідок, стримування та унеможливлення процесів масопереносу через газову фазу [17]. З підвищенням тиску пресування до 400 МПа пресовки отримані ХІП та одновісним пресуванням є найбільш щільними (рис. 2), збільшується площа та кількість контактів між сусідніми частинками.

В зразках, які піддавали одновісному та холодному ізостатичному пресуванню в 400 МПа питома площа поверхні частинок, яка не має контакту з сусідніми частинками зменшується, що може задіювати новий механізм масопереносу, а саме зернограничної дифузії. Вірогідно, змінюється вміст елементів в різних точках об'єму зразків, виникає концентраційний градієнт від об'єму до поверхні зразків, що є рушієм процесу дифузії. Об'ємна усадка при спіканні більша у зразків отриманих одновісним пресуванням при усіх тисках пресування (рис. 2).

Ймовірним поясненням меншого показника усадки у ХІП зразків є фактор домінуючого механізму дифузії. При тисках 100 та 200 МПа зразки, які було отримано ХІП, мають менший показник пористості (рис. 1, а), а отже більшу площу контакту сусідніх частинок. Збільшення кількості та площі поверхонь дотику сусідніх частинок є рушієм дифузійних процесів, які відбуваються при спіканні. Твердотільна дифузія разом зі зміною концентрацій елементів по об'єму пришвидшує процес спікання, а отже й збільшує відсоток усадки. В зразках, які отримані одноосовим пресуванням до тиску 300 МПа пористість є суттєвою (рис. 1, б) і, відповідно, питома площа контакту між сусідніми частинками меншою в порівнянні з зразками отриманими холодним ізостатичним пресуванням, дифузійні процеси масо переносу тверде тіло – тверде тіло лімітовані кількістю та площею контактів між частинками, усадка є менш помітною.

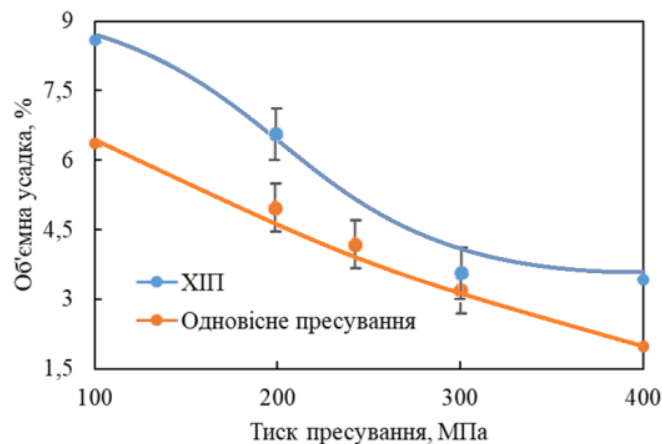


Рис. 2. Об'ємна усадка при спіканні зразків отриманих при різних тисках одновісним пресуванням та холодним ізостатичним пресуванням

Мікроструктура сплавів отриманих після спікання наведено на рисунку 3. Сплав отриманий за одноосового пресування має розвинену систему границь зерен, що зумовлено відсутністю якісного контакту між двома сусідніми частинками. В умовах ХІП за рахунок наявності багатьох векторів дії тиску, вдається ущільнити матеріал під дією різних систем ковзання, що дозволяє забезпечити високу ступінь механічного контакту та як наслідок високої щільності після спікання.

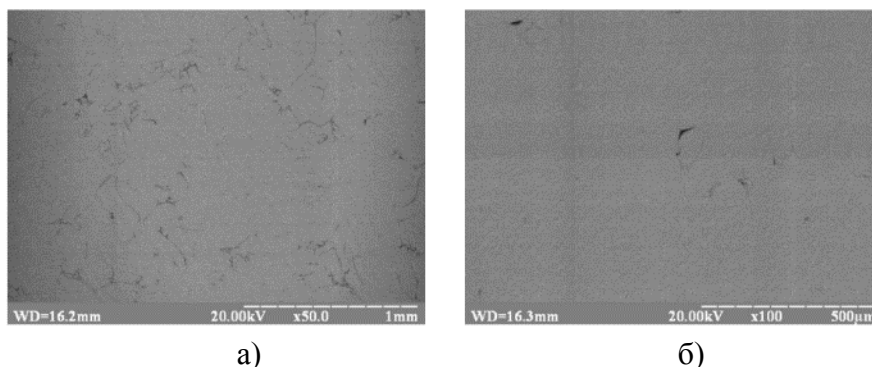


Рис. 3. Мікроструктура сплавів Mg-20 мас.% WE43-10 мас.% ZK61 отриманих (а) одновісним пресуванням та ХІП (б) за 300 МПа

Висновки

Показано, що під час отримання порошкових сплавів магнію перспективною технологією ущільнення є метод холодного ізостатичного пресування в еластичних оболонках. Показано, що ущільнення сплаву Mg-20 мас. % WE43-10 мас. % ZK61 відбувається за рахунок активації систем ковзання під дією ізостатичного тиску з наступною пластичною деформацією. Встановлено, що основна деформація в зернах реалізується за рахунок дислокаційного механізму з переважним

задіянням базисної системи ковзання дислокацій. Встановлено, що на відміну від одностороннього пресування методи ХП дозволяють отримати після спікання високу ступінь хімічного контакту між частинами та однорідність розподілу щільності по висоті пресовки.

Робота виконана за фінансової підтримки Міністерства освіти та науки України (проект № 0123U100934).

Література

1. Степанчук А. М. Теорія і технологія пресування порошкових матеріалів. Навчальний посібник / А.М. Степанчук. – Київ : Центр учбової літератури, 2016. – 336 с.
2. Bettles, C. J. Magnesium Powder Metallurgy: Process and Materials Opportunities /C. J. Bettles // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2008. – Vol. 17, Is. 3, P. 297–301.
3. Luo A. A. Magnesium casting technology for structural applications / A. A. Luo // Journal of Magnesium and Alloys. – 2013. – Vol. 1, No. 1. P. 2–22.
4. Mechanical and structural properties of bulk magnesium materials prepared via spark plasma sintering / Matěj Březina a , Michaela Hasoňová a , Stanislava Fintová [et al.] // Materials Today Communications. – 2021. – Vol. 28. – P. 102569.
5. Wolff M. Sintering of Magnesium / Martin Wolff, Thomas Ebel, Michael Dahms // Advanced Engineering Materials. – 2010. – Vol. 12, no. 9. – P. 829–836.
6. Sintering Fundamentals of Magnesium Powders / P. Burke, G.J. Kipouros, D. Fancelli & V. Laverdiere // Canadian Metallurgical Quarterly. – 2009. – Vol. 48, No 2. – P. 123–132. .
7. The Activation of Magnesium Sintering by Zinc Addition / S. Teslia, M. Kovalenko, M. Teslia [et al.] // Alloys. – Vol. 3, Is. 3. – P. 178-189.
8. Akimov G. Ya. Cold isostatic pressing as a method for fabricating ceramic products with high physicomechanical properties / G. Ya. Akimov // Refractories and Industrial Ceramics – 1998. – Vol. 39. – P. 283 – 287.
9. Yield and Densification Behavior of Rapidly Solidified Magnesium Powders / S. C. Yoon, E. J. Kwak, T. S. Kim [et al.] // Materials Transactions. – 2008. – Vol. 49. – P. 967–971.
10. Sintering Fundamentals of Magnesium Powders / P. Burke, G. J. Kipouros, D. Fancelli, V. Laverdiere // Canadian Metallurgical Quarterly. – 2009. – Vol. 48, Is. 2.– P. 123–132.
11. Computational analysis and experimental calibration of cold isostatic compaction of Mg-SiC nanocomposite powders / F. Rahimi Mehr [et al.] // Materials Today Communications. – 2021. – Vol. 27. – P. 102321.
12. Corrosion behavior of severely plastically deformed Mg and Mg alloys / Ahmad Bahmani, Mehrab Lotfpour, Milad Taghizadeh, Woo-Jin Kim // Journal of Magnesium and Alloys. – 2022. – Vol. 10, Is. 10. – P. 2607 – 2648.
13. Effects of Deformation Texture and Grain Size on Corrosion Behavior of Mg–3Al–1Zn Alloy Sheets / Da-Wei Li, Hui-Yuan Wang, Dong-Song Wei [et al.] // ACS Omega. – 2020. – Vol. 5, Is. 3. – P. 1448–1456.
14. Attia U. M. Cold-isostatic pressing of metal powders: a review of the technology and recent developments / Usama M. Attia // Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences. – 2021. – P. 1–24.
15. Jahedi M. Deformation and fracture mechanisms in WE43 magnesium-rare earth alloy fabricated by direct-chill casting and rolling / Mohammad Jahedi, Brandon A. McWilliams, Marko Knezevic // Materials Science and Engineering: A. – 2018. – Vol. 726. – P. 194–207.
16. Role of slip and {10-12} twin on the crystal plasticity in Mg-RE alloy during deformation process at room temperature / Yunwei Gui [et al.] // Journal of Materials Science & Technology. – 2021. – Vol. 80. – P. 279–296.
17. Гегузин Я.Е. Физика спекания / Я. Е. Гегузин. – М.: Наука, 1984. – 310 с.

Рецензент: Мініцький А. В., д. т. н., проф. КПІ ім. Ігоря Сікорського, НН ІМЗ ім. Є. О. Патона, каф. ВТМ та ПМ