

ОСОБЕННОСТИ ВЯЗКО-ХРУПКОГО ПЕРЕХОДА В ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛАХ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

© 2018

Р.В. Егорова, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Машины и автоматизация сварочного производства»

М.С. Егоров, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Физическое и прикладное материаловедение»
Донской государственной технической университет, Ростов-на-Дону (Россия)

Ключевые слова: вязко-хрупкий переход; пористость; механические свойства; пластические характеристики; трещиностойкость; температура хладноломкости; механика разрушения; порошковые материалы.

Аннотация: Проблема изучения деформации пористых тел и пластичности их материалов является актуальной, так как связана с изготовлением деталей сложной формы с использованием широких возможностей горячей штамповки (ГШ). В этом случае к пластичности пористого материала предъявляют повышенные требования, так как возникающие дефекты могут не устраняться на конечных стадиях ГШ, что снижает прочностные характеристики. Наличие сведений о пластических свойствах пористого материала в нагретом состоянии позволяет правильно разрабатывать технологию ГШ деталей сложной формы.

В работе исследован такой структурный дефект порошковых материалов, как пористость. Изучено его влияние на механические свойства материалов. Проанализированы закономерности изменения этих свойств в интервале температур вязко-хрупкого перехода. Проведены механические испытания порошковых образцов с выявлением основных зависимостей механических свойств от пористости в интервале температур вязко-хрупкого перехода. Подобраны основные режимы деформации, при которых исследуется трещиностойкость. Установлены основные факторы, влияющие на особенности вязко-хрупкого перехода в порошковых материалах, описаны явления, при которых происходит трещинообразование, а также приведены подробные описания этого процесса.

Обнаружен характер изменения температуры хладноломкости прочности ($T_{ХН}$) и температуры хладноломкости пластичности ($T_{ХВ}$): если $T_{ХН}$ с ростом пористости повышается, то $T_{ХВ}$ при том же условии понижается. Так, при пористости образцов 3–5 % ее величина в зависимости от типа порошка составляет 100–150 К, а при пористости 10–15 % она для всех порошков ниже 77 К.

ВВЕДЕНИЕ

Свойства пористых тел невозможно идеализировать в соответствии с идеализацией свойств монолитных металлов, так как ввиду наличия пор, условия несжимаемости, сплошности и изотропности даже в самом общем случае для этих тел допустить нельзя. Однако положение о несжимаемости полностью применимо для любой монолитной частицы, из которой состоит некоторый объем порошкового тела. Условие изотропности для пористых материалов неприменимо ввиду различных условий их получения при прессовании, неравномерного гранулометрического состава, различных размеров пор и др.

Пористость – один из основных структурных дефектов порошкового материала, который оказывает существенное влияние на закономерности формирования механических свойств [1]. Наличие пор в материале приводит к перераспределению в нем напряжений и деформаций и, как следствие, к смене механизма разрушения. Особенно ярко эти эффекты должны проявляться в области температур вязко-хрупкого перехода, когда механизмы деформации наиболее чувствительны к напряженному состоянию материала.

Многочисленные исследования вязко-хрупкого перехода в материалах с ОЦК-решеткой показали [1–3], что основные эффекты, характеризующие вязко-хрупкий переход: смена механизма разрушения, увеличение пластических характеристик и энергетических затрат на разрушение при повышении температуры – связаны с ростом подвижности дислокаций и изменением напряженного состояния в этом температурном ин-

тервале [4]. Температура охрупчивания материала зависит от ряда структурных факторов, таких как межчастичное сращивание частиц, форма частиц, начальная пористость, а также от размеров самих зерен при образовании качественного сцепления материала [5–7]. Оптимальной является сферическая форма частиц, при которой происходит меньшее образование закрытых пор. Начальная пористость влияет на качество сцепления частиц и в интервале 15–20 % является более рациональной. От размера зерна сильно зависят механические характеристики полученного материала. Чем меньше зерно, тем стабильнее механические свойства, а это всегда создает более благоприятные условия для проведения испытаний.

В настоящее время исследования в области порошковой металлургии проводятся научными школами под руководством В.Ю. Дорофеева (г. Новочеркасск) [6; 8], В.С. Панова (г. Москва) [9]. Исследуются такие важные параметры, как межчастичное сращивание материалов, механические свойства при пластичности материалов, структурообразование при изготовлении деталей сложной формы. С целью создания качественных материалов авторами [6] исследованы температурные зависимости для определения критериев лучшей пластичности в зависимости от пористости, марки материалов, а также энергии деформации. Московские коллеги [9] работают над созданием свойств материалов с помощью упрочнения последних. Несомненно, что только совместная работа поможет выйти на следующий уровень создания новых порошковых материалов, которые будут отвечать мировым стандартам качества.

Цель работы – исследование особенности вязко-хрупкого перехода в порошковых материалах на основе железа в широком интервале пористости (от 3 до 40 %).

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Исходным материалом служили следующие железные порошки: WPL-200 фирмы «Манесман» (распыленные стали водой высокого давления); NC.100.24 фирмы «Хёганес» (восстановление высококачественного железорудного сырья); партия О – опытный порошок, полученный из перепельного чугуна ЧерМК (распыление воздухом) [10]; ПЖЗМ2 Броварского завода порошковой металлургии (распыление стали водой высокого давления) и ПЖ4М2 Днепровского алюминиевого завода (восстановление прокатной окалины). Физические и технологические свойства исследованных порошков приведены в таблице 1.

Образцы размером 10×10×55 мм получали двусторонним прессованием из смеси порошка железа с массовым содержанием стеарата цинка 0,5 %. Для достижения минимальных значений применяли промежуточный отжиг при 800 °С с последующей допрессовкой. Пористость каждого образца определяли гидростатическим взвешиванием согласно ГОСТ 9454-78 с погрешностью 0,04 %.

Механические свойства материалов исследовали на разрывной машине МР-1 с автоматической записью диаграммы. По результатам испытаний образцов на изгиб определяли температурные зависимости прочности, пластичности и предела текучести исследуемых материалов. Температура хладноломкости принималась как минимальная температура, выше которой образец без разрушения изгибался на 30°.

В интервале температур вязко-хрупкого перехода подробно исследована зависимость предела текучести от пористости. Особое внимание уделялось испытаниям на трещиностойкость, так как эта характеристика наиболее чувствительна к трансформации структуры. Трещиностойкость пористых материалов определяли по схеме трехточечного изгиба на образцах размером 5×10×50 мм с введенной электроискровой трещиной. Методика испытаний описана в работах [2; 11; 12], размер образца и глубина надреза вырезаны в соответствии с рекомендациями, приведенными в [12].

Фрактографические исследования проводили на сканирующем микроскопе Т-20 фирмы «Джеол». Долю вязкой составляющей в изломе определяли (как в средней части образца, так и у вершины надреза) на оптическом микроскопе МИМ-8 в темнопольном изображении.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Согласно результатам анализа закономерностей формирования механических свойств в интервале температур вязко-хрупкого перехода, все механические характеристики следует разделить на две группы. К первой относятся те из них, которые изменяются в зависимости от пористости примерно по тем же законам, что и вне интервала вязко-хрупкого перехода. Такой характер обнаруживают прочность, пластичность и предел текучести. К этой же группе следует отнести одну из важнейших характеристик вязко-хрупкого перехода – температуру хладноломкости (T_x). Изменение этой характеристики в зависимости от пористости для различных типов порошков представлено на рис. 1. Для всех исследованных материалов во всем интервале пористости эта характеристика монотонно повышается с ростом пористости.

Полученные данные не согласуются с данными работы [13], где была найдена аномальная зависимость T_x в интервале пористости 10–15 %. Отсутствие этого эффекта на всех исследованных типах порошка дает основание полагать, что обнаруженная в [2; 13] немонотонность T_x имеет технологическое происхождение. На рис. 1 кривые T_x для более чистых порошков О и WPL располагаются ниже. Это свидетельствует о том, что для порошковых материалов температура хладноломкости чувствительна к типу и количеству примесей так же, как и в случае компактных материалов.

Ко второй группе относятся характеристики, чувствительные к смене напряженного состояния. Это трещиностойкость и температура хладноломкости, определенная по 50 % вязкой составляющей в изломе [14; 15]. Для этих характеристик обнаружен аномальный ход зависимости от пористости.

На рис. 2 приведена зависимость K_c от пористости (Π) для материалов, полученных из различных железных порошков. Каждая кривая построена по результатам испытаний 100 образцов (не менее 4 образцов при одной пористости) при температуре –196 °С. Погрешность измерений составляет 5–10 %.

Из представленных данных видно, что тип кривых у всех материалов подобен. Наблюдается резкое увеличение трещиностойкости при уменьшении пористости от 30 до 10 %, затем в интервале малых пористостей происходит ее падение.

Обнаруженное немонотонное изменение трещиностойкости от пористости коррелирует с изменением характера разрушения и, в частности, с изменением от пористости доли вязкой составляющей в изломе. На рис. 3 представлена кривая K_c - Π для порошка О и кривые а- Π , построенные по результатам фрактографического

Таблица 1. Технологические свойства исследуемых порошков

Марка порошка	Содержимое элементов, %							Уплотняемость, г/см ³	Формуемость, г/см ³	Насыпная масса, г/см ³
	S	P	Mn	Si	O	C	H			
WPL-200	0,003	0,003	0,20	0,06	0,16	0,01	0,25	6,94	4,25	2,78
Партия О	0,003	0,011	0,05	0,02	0,11	0,01	0,20	6,86	3,25	2,48
NC-100.24	0,003	0,005	0,06	0,06	0,42	0,01	0,40	6,73	3,50	2,45
ПЖЗМ2 БЗПМ	0,011	0,012	0,09	0,09	0,32	0,07	0,40	6,76	4,50	2,88
ПЖ4М2 ДАЗ	0,014	0,008	0,13	0,13	0,42	0,04	0,55	6,62	3,75	2,57

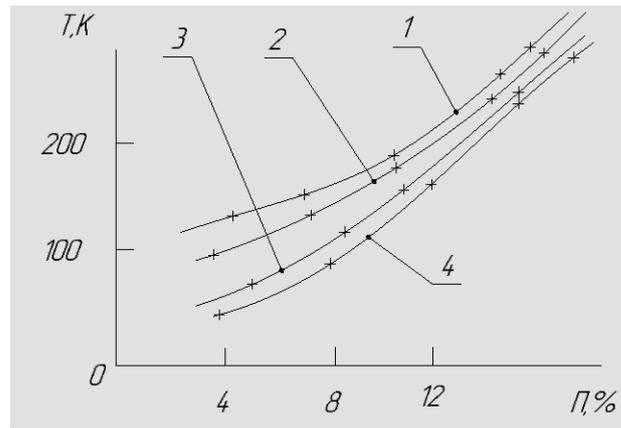


Рис. 1. Зависимость температуры хладноломкости от пористости для материалов, полученных из порошков.
1 – ПЖ4М2 ; 2 – ПЖ3М2; 3 – частиц О; 4 – WPL-200

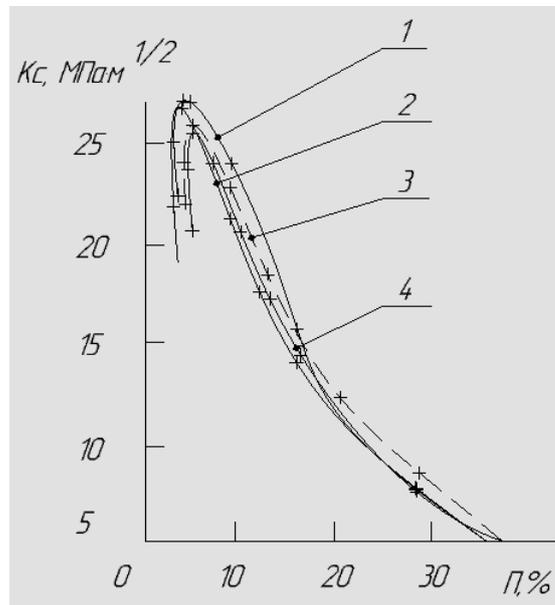


Рис. 2. Зависимости трещиностойкости от пористости для материалов, полученных из различных железных порошков.
1 – WPL-200; 2 – ПЖ3 (опытный); 3 – NC.100.24; 4 – ПЖ3М2; 5 – ПЖ4М2

анализа, результаты которого представлены в [6]. При исследовании изломов образцов, испытанных на трещиностойкость, обнаруживается область под надрезом, где прежде всего проявляются и накапливаются фасетки вязкого излома по мере повышения пористости. В удаленной от надреза области наблюдается скол. Таким образом, максимум на кривой трещиностойкости соответствует вязко-хрупкому переходу. Аналогичный эффект наблюдается и на других порошках при соответствующих значениях пористости.

В работе показаны зависимости от пористости, а также выявлено соотношение между характеристиками пластичности и характером разрушения исследуемых материалов. В компактных материалах достаточно хорошо прослеживается следующая закономерность: по мере повышения пластичности увеличивается склонность материала к вязкому разруше-

нию [9; 16]. В случае пористых материалов эта взаимосвязь нарушается: образцы более плотных состояний, имеющих более высокие пластические характеристики, разрушаются сколом, а малопластичные высокопористые – вязко [6; 17; 18].

Если учитывать результаты работ [8; 19; 20], в которых описаны температурные превращения компактных материалов, то температура хладноломкости, найденная по результатам фрактографических исследований $T_{ХВ}$ и по характеристикам пластичности $T_{ХН}$, изменяется как правило, по одним и тем же законам и лишь несколько смещена по оси температур.

Обнаруженный авторами настоящей работы вязко-хрупкий переход в пористых материалах на основе железа при испытаниях на трещиностойкость требует более внимательного изучения с привлечением представлений механики разрушения.

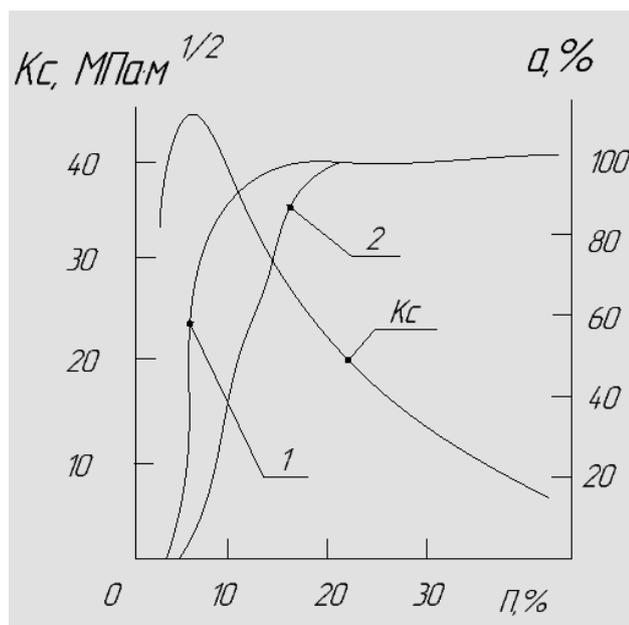


Рис. 3. Зависимость трещиностойкости и доли вязкой составляющей в изломе λ от пористости для материала, полученного из порошка О.
Линия 1 – область под надрезом; линия 2 – полное сечение

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Установлены закономерности влияния пористости на формирование излома в интервале температур вязко-хрупкого перехода, и они предопределяют аномальный ход еще одной зависимости – температуры хладноломкости, определенной по 50 % вязкой составляющей в изломе от пористости.

Обнаружен характер изменения температур хладноломкости прочности и пластичности: если температура хладноломкости прочности с ростом пористости повышается, то температура хладноломкости пластичности при том же условии понижается. Так, при пористости образцов 3–5 % ее величина в зависимости от типа порошка составляет 100–150 К, а при пористости 10–15 % она для всех порошков ниже 77 К.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Дорофеев В.Ю., Егоров С.Н. Межчастичное сращивание при формировании порошковых горячедоформированных материалов. М.: Metallurgizdat, 2003. 152 с.
2. Дорофеев Ю.Г. Новые направления в теории и технологии динамического горячего прессования // Порошковая металлургия. 1992. № 9. С. 8–12.
3. Баглюк Г.А. Анализ кинематики процесса свободной осадки пористого цилиндра с учетом контактного трения // Порошковая металлургия. 1993. № 1. С. 17–21.
4. Комаров О.С., Ковалевский В.Н., Чаус А.С. Технология конструкционных материалов. Минск: Новое знание, 2005. 560 с.
5. Панов В.С. Тугоплавкие металлы IV–VI групп и их соединения. М.: МИСиС, 2006. 130 с.
6. Егоров М.С., Егорова Р.В., Сидокина Н.М. Структура и свойства материалов, изготовленных из порошковых материалов после их пластической деформации // Наука в России: перспективные исследования и разработки: сб. материалов I Всерос. науч.-практ. конференции. Новосибирск, 2017. С. 131–137.
7. Федотов А.Ф. Вариант континуальной модели вязкого деформирования пористых материалов. Сообщение 2. Экспериментальная проверка // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2013. № 1. С. 46–54.
8. Егоров М.С., Егорова Р.В. Упрочнение порошковых материалов при измерении горячей твердости // Упрочняющие технологии и покрытия. 2018. № 4. С. 157–160.
9. Карабутов А.А., Кобелева Л.И., Подымова Н.Б., Чернышова Т.А. Измерение упругих модулей композиционных материалов, упрочненными частицами, лазерным оптико-акустическим методом // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2009. Т. 75. № 3. С. 27–33.
10. Kim S.W., Ahn S., Kang S. Effect of the complete solid-solution phase on the microstructure of Ti(CN)-based cermet // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2009. Vol. 27. № 2. P. 224–228.
11. Егорова Р.В., Егоров М.С., Скориков А.В. Свободная осадка нагретых цилиндрических образцов порошковых материалов ASTALOY 85 MO, DISTALOY HP-1 фирмы “Höganäs” // Металлург. 2013. № 5. С. 82–86.
12. Проблемы современных материалов и технологий / под ред. В.Н. Анциферова. Пермь: Перм. гос. техн. ун-т, 1995. 196 с.
13. Егорова Р.В., Гладун К.К., Егоров С.Н. Моделирование развития контактного сечения порошкового материала // Известия вузов. Северо-Кавказский регион. Технические науки. 2007. № 4. С. 81–83.
14. Драчинский А.С., Куцевский А.Е., Подрезов Ю.Н. Влияние масштабного фактора на результаты

- определения механических свойств порошковых материалов на основе железа // Известия вузов. Северо-Кавказский регион. Технические науки. 1983. № 3. С. 88–93.
15. Шморгун В.Г., Богданов А.И., Таубе А.О. Комплексная технология получения покрытий из алюминидов никеля на поверхности стальных изделий // Известия вузов. Черная металлургия. 2014. № 5. С. 64–65.
 16. Григорьев А.К., Рудской А.И. Деформация и уплотнение порошковых материалов. М.: Металлургия, 2002. 192 с.
 17. Иванов Д.А., Ситников А.И., Шляпин С.Д. Дисперсно-упрочненные, волокнистые и слоистые неорганические композиционные материалы. М.: МГИУ, 2010. 250 с.
 18. Дорофеев Ю.Г., Мариненко Л.Г., Устименко В.И. Конструкционные порошковые материалы и изделия. М.: Металлургия, 1986. 144 с.
 19. Robert-Perron E., Blais C., Pelletier S. Tensile properties of sinter hardened powder metallurgy components machined in their green state // Powder Metallurgy. 2009. Vol. 52. № 1. P. 80–83.
 20. Егоров С.Н., Кичик Т.Н., Гийденко В.А. Контактная и свободная поверхности пористого тела как функции пористости // Порошковые и композиционные материалы. Структура, свойства, технология: сб. науч. тр. Новочеркасск: ЮРГТУ, 2001. С. 22–26.
- REFERENCES**
1. Dorofeev V.Yu., Egorov S.N. *Mezhchastnoe srashchivanie pri formirovanii poroshkovykh goryachedeformirovannykh materialov* [Interparticle splicing in the formation of hot-deformed powder materials]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 2003. 152 p.
 2. Dorofeev Yu.G. New trends in the theory and technology of dynamic hot pressing. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 1992, vol. 31, no. 9, pp. 731–735.
 3. Baglyuk G.A. Analysis of the kinematics of the process of free upsetting of a porous cylinder in the presence of contact friction. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 1993, vol. 32, no. 1, pp. 16–20.
 4. Komarov O.S., Kovalevsky V.N., Chaus A.S. *Tekhnologiya konstruktivnykh materialov* [Technology of construction materials]. Minsk, Novoe znanie Publ., 2005. 560 p.
 5. Panov V.S. *Tugoplavkie metally IV–VI grupp i ikh soedineniya* [Refractory metals of groups IV–VI and their compounds]. Moscow, MISiS Publ., 2006. 130 p.
 6. Egorov M.S., Egorova R.V., Sidokina N.M. Structure and properties of materials made of powder materials after their plastic deformation. *Sbornik materialov I Vserossiyskoy nauchno-prakticheskoy konferentsii "Nauka v Rossii: perspektivnye issledovaniya i razrabotki"*. Novosibirsk, 2017, pp. 131–137.
 7. Fedotov A.F. Continual model variant of viscous materials. Report 2. Experimental proof. *Izvestiya Vuzov. Poroshkovaya Metallurgiya i Funktsional'nye Pokrytiya*, 2013, no. 1, pp. 46–54.
 8. Egorov M.S., Egorova R.V. Hardening of powder materials in the measurement of hot hardness. *Uprochnuyushchie tekhnologii i pokrytiya*, 2018, no. 4, pp. 157–160.
 9. Karabutov A.A., Kobeleva L.I., Podymova N.B., Chernyshova T.A. Measurements of the elastic modulus of composite materials strengthened with particles using laser optic-acoustic method. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2009, vol. 75, no. 3, pp. 27–33.
 10. Kim S.W., Ahn S., Kang S. Effect of the complete solid-solution phase on the microstructure of Ti(CN)-based cermet. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2009, vol. 27, no. 2, pp. 224–228.
 11. Egorova R.V., Egorov M.S., Skorikov A.V. Free upsetting of heated cylindrical specimens of powder materials ASTALOY 85 MO and DISTALOY HP-1 from Höganäs. *Metallurgist*, 2013, vol. 57, no. 5-6, pp. 442–448.
 12. Antsiferova V.N., ed. *Problemy sovremennykh materialov i tekhnologiy* [Problems of modern materials and technologies]. Perm, Perm. gos. tekhn. un-t Publ., 1995. 196 p.
 13. Egorova R.V., Gladun K.K., Egorov S.N. Modeling of the development of the contact section of the porous material. *Izvestiya vuzov. Severo-Kavkazskiy region. Tekhnicheskie nauki*, 2007, no. 4, pp. 81–83.
 14. Drachinsky A.S., Kushchevsky A.E., Podrezov Yu.N. The effect of scale factor on the results of determination of mechanical properties of powder materials based on iron. *Izvestiya vuzov. Severo-Kavkazskiy region. Tekhnicheskie nauki*, 1983, no. 3, pp. 88–93.
 15. Shmorgun V.G., Bogdanov A.I., Taube A.O. Complex technology of production of nickel aluminate coating on the surface of steel parts. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya metallurgiya*, 2014, no. 5, pp. 64–65.
 16. Grigoryev A.K., Rudskoy A.I. *Deformatsiya i uplotnenie poroshkovykh materialov* [Deformation and compaction of powder materials]. Moscow, Metallurgiya Publ., 2002. 192 p.
 17. Ivanov D.A., Sitnikov A.I., Shlyapin S.D. *Dispersno-uprochnennyye, voloknistyye i sloistyye neorganicheskie kompozitsionnyye materialy* [Dispersion-strengthened, fibrous and layered inorganic composite materials]. Moscow, MGIU Publ., 2010. 250 p.
 18. Dorofeev Yu.G., Marinenko L.G., Ustimenko V.I. *Konstruktivnyye poroshkovyye materialy i izdeliya* [Structural powder materials and products]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986. 144 p.
 19. Robert-Perron E., Blais C., Pelletier S. Tensile properties of sinter hardened powder metallurgy components machined in their green state. *Powder Metallurgy*, 2009, vol. 52, no. 1, pp. 80–83.
 20. Egorov S.N., Kichik T.N., Giydenko V.A. Contact and free surface of the porous body as a function of porosity. *Sbornik nauchnykh trudov "Poroshkovyye i kompozitsionnyye materialy. Struktura, svoystva, tekhnologiya"*. Novocherkassk, YuRGTU Publ., 2001, pp. 22–26.

**THE PECULIARITIES OF BRITTLE-PLASTIC TRANSITION
IN THE FERROUS POWDERED MATERIALS**

© 2018

R.V. Egorova, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Machines and Welding Production Automation”

M.S. Egorov, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Physical and Applied Materials Science”

Don State Technical University, Rostov-on-Don (Russia)

Keywords: brittle-plastic transition; porosity; mechanical properties; plastic properties; crack resistance; coldbrittleness temperature; fracture mechanics; powdered materials.

Abstract: The issue of the study of the porous bodies' deformation and the plasticity of their materials is important as it is related to the production of complex parts using the wide opportunities of drop stamping (DS). In this case, the increased requirements are imposed on the porous material plasticity as the emergent defects may be not removed at the final DS stages what impairs the strength properties. The information about the plasticity properties of a porous material in the heated state allows properly developing the technology of complex parts' DS.

The paper investigates such structural defect of powdered materials as the porosity. The authors studied its influence on the mechanical properties of materials and analyzed the regularities of these properties' changes in the interval of brittle-plastic transition temperatures. The mechanical tests of the powdered specimens were carried out with the identification of the main dependencies of mechanical properties on the porosity in the interval of brittle-plastic transition temperatures. The authors selected the main deformation modes when the crack resistance is studied, identified the main factors influencing the peculiarities of brittle-plastic transition in the powdered materials, described the phenomena where the crack formation takes place, as well as defined the details of this process.

The study identified the nature of change of the strength coldbrittleness temperature (T_{CL}) and the plasticity coldbrittleness temperature (T_{CH}): if T_{CL} increases with the increase in porosity, T_{CH} decreases under the same condition. Thus, at the specimen porosity of 3–5 %, its value, depending on the powder type, is 100–150 K, and at the porosity of 10–15 %, it is lower than 77 K for all powders.