

УДК:621.762.5.001

В.А. Назаренко, науч. сотр.

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, г. Киев

## ОПТИМИЗИРОВАННАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ БЕСПОРИСТОЙ ТИТАНОВОЙ ЛЕНТЫ ИЗ ПОРОШКА ТИТАНА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕЗУЛЬТАТОВ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА МЕЖЧАСТИЧНЫХ КОНТАКТОВ.

*Вивітлюється технологія отримання стрічки методом прокатки титанового порошку, проаналізовано вплив відпалу порошку на поруватість вихідного зразка прокату, визначена оптимальна температура спікання зразка та температура відпалу після проміжних підкатів, показано що при оптимальних умовах деформування, отримана стрічка має механічні властивості, які не поступаються властивостям стрічок отриманих за традиційною технологією.*

*The method of rolling of titanic powder is analyse influence of annealing of powder on poruvcamіть of initial billet, the optimum temperature of sintering of billet and temperature of annealing is certain after intermediate pattern, it is rotined that at the optimum terms of deformation, the got ribbon is mechanical characteristics which to not worse properties of ribbons got on traditional technology.*

Известно, что порошковые технологии получения изделий из титана и его сплавов привлекают все больше внимания в мировой практике, а теоретические вопросы по этой тематике занимают заметное место в научной литературе. Учитывая сложности получения компактных изделий из порошкового титана методом горячей деформации в вакууме [1–2], метод холодной прокатки порошка представляется достаточно дешевым и конкурентно способным по сравнению с другими порошковыми технологиями. В ряде работ [3–8] рассмотрены методы получения компактных титановых изделий путем прокатки титанового порошка – продемонстрирована принципиальная возможность создания компактной титановой ленты с удовлетворительными свойствами. Однако авторы этих работ предлагают либо очень сложные режимы деформирования (6 обжати +5 вакуумных нагревов) для достижения достаточной прочности и пластичности [7], либо не обосновывают выбор режимов деформации и спекания, сосредотачивая внимание на получении длинномерных изделий с удовлетворительными свойствами [8].

Автор данной работы рассматривает технологические аспекты проблемы получения листового титана путем прокатки титанового порошка с учетом накопленных в предыдущих сообщениях, данных [9-10] об условиях контактообразования в порошковом титане. С практической точки зрения цель работы – оптимизация режимов деформации и отжига порошкового титанового проката с целью получения компактной ленты со свойствами не уступающими свойствам лент, полученных методами традиционной металлургии.

Процесс прокатки металлических порошков существенно отличается от прокатки компактных металлов, хотя и имеет с ним ряд аналогий. Металлические порошки можно прокатывать в вертикальном и горизонтальном направлениях [3–5]. Наиболее распространенным способом является вертикальная прокатка, когда оси валков располагаются в горизонтальной плоскости. При этом варианте прокатки наиболее благоприятные условия гравитационной подачи порошка в очаг деформации. В литературе имеется достаточно ограниченный круг ссылок по использованию прокатки порошков для получения компактных лент различного назначения. К примеру, получение молибдено-медных псевдосплавов [11, 12], получение дисперсно-упрочненных материалов [13, 14], получение компактной титановой ленты из порошка [15-17], получение компактной железной ленты из порошка [18, 19].

В данной работе проведен поиск оптимальных режимов прокатки порошка титана ПТЭС фракции –05+01 в компактную ленту толщиной 0,4 мм, обладающую механическими свойствами не ниже, чем у аналогичных изделий, полученных по традиционным технологиям. Предварительный отжиг порошка уменьшает его твердость, что позволяет первичную прокатку провести на более плотное состояние (меньшую пористость) тем самым уменьшить количество уплотняющих прокаток. Выше температуры 700 °С начинается интенсивное спекание порошка в состоянии насыпки. Поэтому температура отжига варьировалась 600–700 °С в течение 1 часа в вакууме  $1 \cdot 10^{-5}$  мм. рт. ст.

В нашей работе для прокатки использовался порошок титана марки ПТЭС фракции -05 +01. Свойства этого порошка обеспечивают легкое попадание в интервал между верхней критической скоростью и нижней критической скоростью прокатки порошка [11].

Из литературы известно эмпирическое соотношение между диаметром валков и толщиной ленты, а именно толщина ленты составляет до полутора процентов от диаметра валков.

Исходя из сказанного выше, в нашей работе выбрана горизонтальная схема прокатки. Диаметр валков 190 мм. Скорость прокатки 1 м/мин. Были прокатаны 4 ленты из порошков, отожженных при разных температурах. Ленты имели размеры 1,5×100×900 мм.

Края ленты удалялись, оставшаяся часть ленты разрезалась на заготовки 90×100 мм для удобства проведения вакуумного спекания малогабаритных образцов. На каждой заготовке определяли пористость весовым методом.

Первичное спекание заготовок проводили при температурах 1000 °С или 1200 °С, что по нашим данным соответствует температурам формирования физического контакта в титане. После спекания на заготовках вновь определялась пористость.

После спекания проводилась первая уплотняющая прокатка заготовки при комнатной температуре. Уплотнение осуществлялось на вертикальном стане кварто с диаметром 160/100 мм до толщины заготовки 0,8 мм. На образцах измерялась конечная толщина и пористость. Далее образцы отжигались в течении 1 часа в вакууме при температурах, соответствующих температуре формирования физического контакта (1000 °С или 1200 °С), либо при температуре формирования механического контакта (650 °С).

На последнем этапе технологического цикла проводилась окончательная уплотняющая прокатка до толщины 0,4 мм, измерение пористости полученной ленты, затем на части заготовок проводилась финишная термообработка – рекристаллизационный отжиг (650 или 1000 °С 1 час в вакууме). Пористость измерялась весовым методом и методом гидростатического взвешивания.

#### Методы исследования

Для оптимизации технологических параметров был проведен комплекс исследования физико-механических свойств. Для этого ленты, полученные по разным режимам, препарировались на образцы размером 50×10×0,4 мм, длинная ось которых была направлена вдоль направления прокатки. На этих образцах измерялось электросопротивление, а затем по специальному шаблону на искрорезном станке вырезались плоские образцы для механических испытаний с длиной рабочей части 15 мм, шириной 3 мм и толщиной 0,4 мм. Образцы испытывались на одноосное растяжение на испытательной машине “UTM-100” с автоматической диаграммой нагружения. Поверхность разрушения исследовалась с помощью сканирующего микроскопа “Superprob 723”.

#### Результаты эксперимента

Учитывая генезис структуры полуфабрикатов титановой ленты на разных стадиях ее получения, исходная пористость заготовки из титанового проката является важным параметром, формирующим свойства окончательного изделия. Предпочтительно, чтобы эта пористость была минимальной. Результаты измерения пористости пластин размером 1,5×90×100 мм, вырезанных из разных участков порошковой сутунки, полученной из исходного и отожженных порошков, показали, что отжиг делает порошок значительно мягче, и, как следствие, пористость заготовок из отожженного порошка заметно ниже. В первую очередь это касается порошка, отожженного при 700°С. Казалось бы, именно этот отжиг следует признать предпочтительным. Однако, в процессе такого отжига происходит частичное прилипание порошинок, что с одной стороны, осложняет технологию дополнительной операцией дробления, с другой – наличие нераздробленных конгломератов может привести к локальному или макроскопическому разрыхлению сутунки.

Спекание при температурах 1200 или 1000 °С уменьшает пористость. Заготовки, спеченные при 1000 °С, уплотняются несколько меньше, чем спеченные при 1200 °С. Окончательная пористость перед уплотняющей прокаткой у отожженных порошков 8–13%. Хуже прокатывается и спекается неотожженный порошок  $\theta = 14,1\%$ .

Для последующих уплотняющих прокаток были отобраны образцы, пористость которых после отжига была близка к средней пористости. Прокатка ленты осуществлялась по разным режимам. Толщина ленты после подкатов и режимы промежуточного спекания каждого образца представлены в табл. 1. Там же приведена температура окончательного отжига (если он проводился). Такой набор технологических схем получения ленты позволил сопоставить качество полученных изделий по механическим характеристикам между собой и с аналогичными материалами, полученными по традиционным технологиям.

Для проведения сравнительного анализа качества полученных лент из них были вырезаны образцы для механических испытаний (направление длиной оси образца совпадало с направлением прокатки). Из каждой ленты было испытано минимум 2 образца, дополнительные образцы испытывались в случае больших расхождений результатов испытания двух образцов. Результаты исследований представлены в табл.3, 4.

Учитывая существенное различие в механическом поведении рекристаллизованного и деформированного титана, таблицы с физико-механическими свойствами составлены отдельно для лент, испытанных в рекристаллизованном (табл. 2) и в деформированном состоянии (табл. 3). В таблицах приведены данные о пределе текучести ( $\sigma_T$ ), пределе прочности ( $\sigma_B$ ), истинного разрушающего напряжения ( $\sigma_{rn}$ ), величины равномерной деформации ( $\epsilon_{равн}$ , %), истинной деформации в момент разрушения ( $\epsilon_r$ ) и относительного сужения ( $\psi$ , %).

Для сравнения в табл. 4 приведены результаты исследований механических испытаний рекристаллизованного титана ВТ 1-0. Все приведенные в таблицах механические свойства являются структурно-чувствительными.

Таблица 1

**Температура отжига и пористость образцов на различных технологических этапах получения титановой ленты**

	Температура отжига порошка, °С	Начальная пористость заготовки, %	Температура спекания, °С	Пористость после спекания, %	Пористость после 1 уплотненной прокатки, %	Температура отжига, °С	Пористость после 2 уплотненной прокатки, %	Температура отжига, °С
	1	2	3	4	5	6	7	8
	618	600	14,7	1200	12,9	<3	1200	<1
	629-1	600	17,0	1200	15,8	<3	1200	650
	629-2	600	17,0	1200	15,8	<3	1200	1000

Таблица 1 (продолжение)

1	2	3	4	5	6	7	8	9
652	650	12,0	1200	11,1		1200	<1	650
61`	600	16,0	1000	8,0	3,9	650	<1	650
63`	600	8,9	1000	7,2	5,1	650	<1	650
63 h=0,8	600	8,9	1000	7,2	5,1	650	<1	650
79	700	7,8	1200	3,8		650	<1	650
8	Нет	13,7	1000	13,1	9,5	650	<1	650
61	600	13,0	1000	8,0	3,9	650	<1	-
63 h=0,4	600	8,9	1000	7,2	5,1	650	<1	-
611	600	14,4	1200	11,7	-	-	<1	-
629	600	17,0	1200	15,8	<3	1200	<1	-
650	600	8,5	1000	8,3	-	-	<1	-

Таблица 2

**Механические свойства отожженных титановых лент полученных по разным режимам**

№ сутунки	$\sigma_t$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\epsilon_{равн}$ , %	$\sigma_{ви}$ , МПа	$e_t$	$\psi$ , %
618	333,1	469,2	16,9	761,7	0,850	57,3
629-1	314,3	451,2	15,0	845,8	1,012	64,0
629-2	297,3	402,1	8,1	265,3	0,179	16,4
652	340,5	478,0	12,7	812,3	0,945	60,3
61`	340,9	485,5	13,5	725,4	0,747	52,6
63`	350,1	490,4	12,5	799,9	0,641	48,5
63 h=0,8	333,0	444,8	10,6	465,8	0,207	18,7
79	304,7	442,1	17,9	910,0	1,139	68,9

Таблица 3

**Механические свойства деформированных титановых лент полученных по разным режимам**

№ сутунки	$\sigma_t$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\epsilon_{равн}$ , %	$\sigma_{ви}$ , МПа	$e_t$	$\psi$ , %
8	754,3	815,7	1,5	1078,7	0,469	39,4
61	592,8	725,8	1,6	871,3	0,391	33,7
63 h=0,4	708,8	762,7	1,9	954,8	0,337	29,5
611	490,4	818,8	2,0	1015,2	0,346	29,3
629	637,0	711,1	1,3	1001,9	0,536	41,0
650	295,6	409,1	1,4	392,8	0,211	20,6

Таблица 4

**Механические свойства рекристаллизованного титана отожженного при разных температурах**

$T_{зв}$ , °C	$\sigma_t$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\epsilon_{равн}$ , %	$\sigma_{ви}$ , МПа	$e_t$	$\psi$ , %
Исх.	350	463	20	830	0,82	61
600	290	400	17,2	780	0,91	64
650	340	420	17,6	815	0,85	62
700	310	405	17,5	750	0,91	63

**Обсуждение результатов**

Из табл. 2 видно, что наиболее простой вариант получения ленты был осуществлен на образце 650. Лента была получена путем прокатки из сутунки без промежуточного спекания сразу до толщины 0,4 мм. Анализ данных механических свидетельствует о том, что такая схема не позволяет получить качественную ленту. Образец, прокатанный по этой схеме, имеет более низкие, чем у компактного материала значения предела текучести и равномерной деформации

и очень низкую деформацию в момент разрушения. На поверхности разрушения (рис. 1а) наблюдаются участки расслоения и фрагменты разрушения неспеченных порошинок.

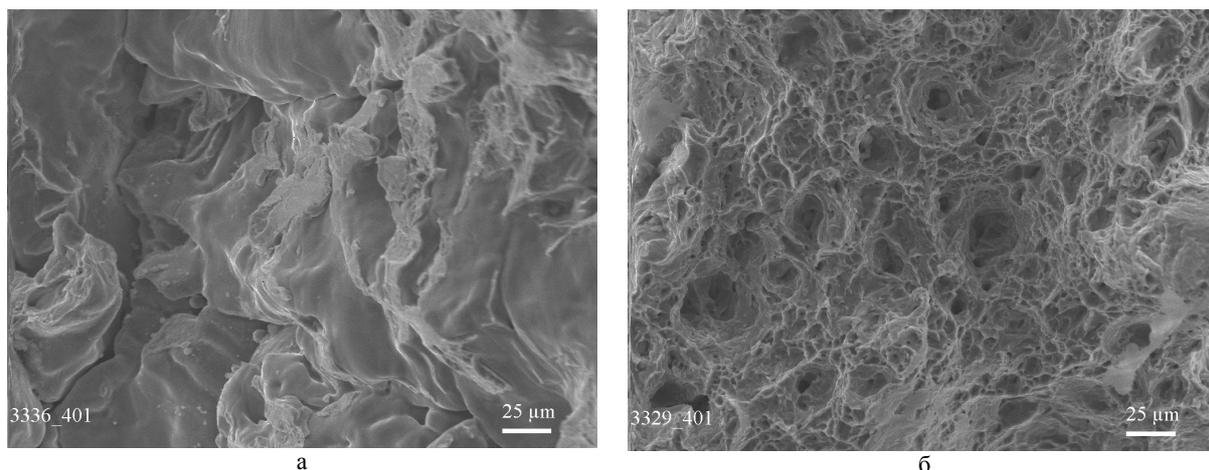


Рис. 1. Фрактография поверхностей разрушения образцов вырезанных из лент полученных по различным режимам деформирования: а – 650, б – 79

Из самой плотной заготовки (образец 79) лента была изготовлена с двумя промежуточными подкатами, после каждого из которых, был проведен низкотемпературный (650 °С) отжиг. Представленные в табл. 3 данные свидетельствуют о хорошем качестве ленты. Ее предел текучести, величина равномерной деформации и деформации до момента разрушения сопоставимы со свойствами компактного рекристаллизованного титана. Характер разрушения – ямочный внутрикристаллитный (рис. 1б).

Полученные данные о температурных режимах формирования контакта в титановых заготовках были использованы для оптимизации режимов прокатки титановой ленты. Первичное спекание заготовок необходимо проводить при температурах 1000 °С или 1200 °С, что по данным [3] соответствует температурам формирования физического контакта в титане. После спекания проводится первая уплотняющая прокатка заготовки при комнатной температуре. Уплотнение осуществлялось на вертикальном стане кварто с диаметром 160/100 мм до толщины заготовки 0,8 мм. На образцах измерялась конечная толщина и пористость. Далее образцы отжигались в течении 1 часа в вакууме при температурах, соответствующих температуре формирования физического контакта (1000 °С или 1200 °С), либо при температуре формирования механического контакта (650 °С). На последнем этапе технологического цикла проводилась окончательная уплотняющая прокатка до толщины 0,4 мм, измерение пористости полученной ленты, затем проводилась финишная термообработка – рекристаллизационный отжиг 650 °С 1 час в вакууме.

Таблица 5

Сравнительные данные по механическим и пластическим свойствам титана марки ВТ 1-0 и ленты из порошка титана, отожженные при 650 °С

Материал	$\sigma_T$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\epsilon_{\text{равн}}$ , %	$\sigma_{\text{ви}}$ , МПа	$\epsilon_T$	$\psi$ , %
629-1	314,3	451,2	15,0	845,8	1,012	64,0
ВТ 1-0	340	420	17,6	815	0,96	62

Обнаружена взаимосвязь между характером разрушения материала и механическими свойствами порошковой титановой ленты. Ямочный характер разрушения наблюдается в образцах спеченных при температурах образования физического контакта.

Установлено, что для получения качественной титановой ленты целесообразно проводить два промежуточных отжига, температура которых соответствует температуре образования физического контакта в титане. В этом случае свойства полученного изделия не уступают свойствам лент, полученных методами традиционной металлургии (см. табл.5).

#### Список литературы

1. Dube R.K. – Powder Metallurgy – 1980. – 12, No. 1. – P. 22–24.
2. Порошковая металлургия титановых сплавов. Сб. научных трудов. Под ред. Ф.Х.Фроуса и Дж. Е. Смугерески. М, «Металлургия», 1985.
3. Ложечников Е.Б. Прокатка в порошковой металлургии. М.:Металлургия. – 1987.–184 с.
4. Виноградов Г.А., Каташинский В.П. Теория листовой прокатки металлических порошков и гранул. -М. :Металлургия. – 1979. – 224 с.
5. Виноградов Г.А., Семенов Ю.Н., Катрус О.А., Каташинский В.П. Прокатка металлических порошков. М., Металлургия. – 1969. – 382 с.
6. Dube R.K. – International Materials Reviews. – 1990. – 35, No. 5. – P. 253–291.

7. Мальцев М.В., Хромов В.Г., Малышкина З.Н. Исследование получения и свойства металлокерамического электролитического титана. Труды ГПИ. Том XXVI, выпуск 15, Горький, 1970.
8. Шмелев Л.С., Сорокин В.К. Промышленное производство листового титана прокаткой порошков. «Цветные металлы». 1993. – № 10. – С. 49-50.
9. Борисовская Е.М., Назаренко В.А., Подрезов Ю.М., Коряк О.С., Евич Я.И., Вдовиченко А.В. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. II. Механическое поведение пористых титановых прессовок. Порошковая металлургия – 2008. – № 9/10. С. 45-55.
10. Подрезов Ю.М., Назаренко В.А., Евич Я.И., Вдовиченко А.В. Механические свойства порошкового титана на разных стадиях его получения. III. Влияние технологических и структурных параметров порошкового титана на закономерности контактообразования. Порошковая металлургия – 2009. – № 3-4. С. 100-113.
11. Пономарев В.А., Хозиков В.С., Гетманский Ю.С. Получение молибден-медных псевдосплавов методом прокатки порошков. В кн. Электронная техника. Сер. «Технология, организация производства и оборудования». Вып. 4. М. – 1974. – С. 128-132.
12. Пономарев В.А., Шмелев Л.С., Хозиков В.С. Освоение производства лент из молибден-медных псевдосплавов прокаткой порошка. Порошковая металлургия – 1981. – № 3. С. 101–103.
13. Баек М.А. Получение полос дисперсно-упрочненного никеля прокаткой порошков СБ. «Материалы научно-технической конференции», часть 3, Куйбышевский авиационный университет, Куйбышев, 1970.
14. Баек М.А. Исследование прокатки лент из порошков дисперсно-упрочненного никеля и меди. Расширенные тезисы докладов VI республиканского семинара по порошковой металлургии, Таллинн, 1979.
15. Мальцев М.В., Хромов В.Г., Малышкина З.Н. Исследование получения и свойства металлокерамического электролитического титана. Труды ГПИ. Том XXVI, выпуск 15, Горький, 1970.
16. Хромов В.Г. Исследование процесса прокатки порошков и термообработки при получении металлокерамической титановой ленты. Автореферат диссертации, Горький, 1964.
17. Хромов В.Г. Получение высокопластичного титана способом прокатки порошка. В сб. материалов межвузовской научно-технической конференции по порошковой металлургии. Куйбышев, 1963.
18. Ayers M.D. – Industrial Iteiting. 1974. – 41, No. 9. – P. 22–25.
19. Irving R.P. – Iron Age. 1981. – 224. – P. MP 15–mp–16.