

І.Я. Петрик

## Вплив режиму спікання зразків на структуру і фазовий склад системи Fe-Ti

*Прикарпатський національний університет ім. Василя Стефаника, вул. Шевченка, 57, Івано-Франківськ, 76000, Україна, E-mail ivan.petryk@rambler.ru, тел.: +(03422) 59-60-75*

Розглянуто механізми спікання порошків заліза і титану: термоциклування та ізотермічна витримка. Показано, що при термоциклуванні в області температур, яка охоплює температуру поліморфного перетворення заліза і титану (850 - 950°C), процес спікання відбувається інтенсивніше, при цьому утворюються інтерметаліди заліза.

**Ключові слова:** спікання, термоциклування, природні поліморфні перетворення, дифузія, інтерметаліди заліза.

*Стаття поступила до редакції 07.02.2007; прийнята до друку 15.06.2007.*

### Вступ

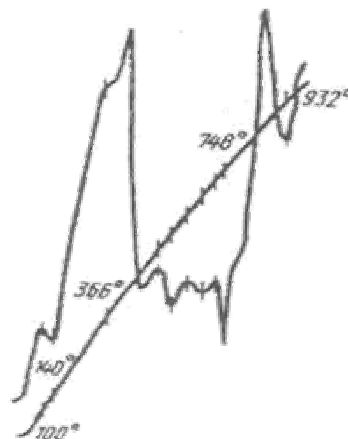
Система Fe-Ti привертає увагу дослідників, в першу чергу, можливістю формування структури спечених сталей з підвищеними характеристиками, за рахунок утворення в них твердих розчинів, що не вдається забезпечити шляхом їх сплавлення. Вироби з порошків не поступаються за механічними та хімічними властивостями литим аналогам, а в багатьох випадках їх перевершують. Крім того, вироби порошкової металургії є більш економічно вигідними. Подальший розвиток порошкової металургії залежить від розробок та впровадження нових технологій формування виробів і їх спікання. Так, цікавим є дослідження впливу циклічності режимів спікання на формування структури та фазового складу виробу із порошків металів, яким притаманні природні поліморфні перетворення. Відповідно в цій роботі піддавалась дослідженню порошкова система залізо-титан.

### І. Прилади і матеріали

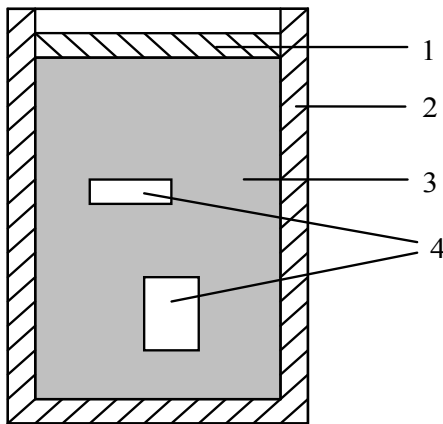
Об'єктом дослідження служили порошки металічного заліза і титану. Спікання проводили методом твердофазового синтезу із порошків дрібних (<5 мкм) фракцій. Механічну суміш порошків, у масовому співвідношенні 1:1, пресували при різних навантаженнях. Спікання проводили у двох режимах: ізотермічної витримки та термоциклування. Ізотермічну витримку проводили при температурі 1150°C, що відповідає класичному правилу спікання чистих порошків чистих металів при температурі

0,6 - 0,7 Тпл, який визнано, як найбільш оптимальний процес стосовно фазоутворення. Спікання відбувалося впродовж 5 год. Термоциклування проводили в інтервалі температур від 850°C до 950°C при різній кількості циклів з однаковою швидкістю нагрівання і охолодження. Даний інтервал температур був вибраний з аналізу термогравіметричних досліджень (рис. 1). Як видно з рисунка, саме в даному інтервалі температур знаходяться піки термоэффектів, що відповідають як природним поліморфним перетворенням, так і найбільш інтенсивній взаємодії між компонентами. Охолодження проводилося разом з пічкою.

Для запобігання окислення зразків, спікання відбувалося в закритому контейнері, який



**Рис. 1.** Термограма порошкової суміші Fe-Ti, взятих у співвідношенні 1:1 за масою. Тиск пресування складав 0,23 ГПа



**Рис. 2.** Схема розміщення зразка в контейнері. 1 кришка, 2 контейнер, 3 чавунна стружка, 4 зразки.

зображений на рис. 2. Інертним середовищем служила чавунна стружка.

Металографічні дослідження проводилися на металомікроскопі ММР-2Р. Твердість міряли на мікротвердомірі ПМТ-3, рентгенофазовий аналіз проводили на ДРОН-3.0 у випромінюванні  $\lambda$   $K\alpha$ -Fe. Термогравіметричні криві одержали на дериватографі системи PAULIK.

## II. Результати експериментів та їх обговорення

Вважається, що спікання сумішей починається з того, що в міжчастинкових контактах протікають дифузійні процеси. В роботі [1] запропоновано схему процесу спікання пресовок із порошків титану і заліза, суть якої полягає в тому, що рідка фаза евтектичного складу, яка виникає на границі частинок металу внаслідок контактного плавлення, добре розтікається по поверхні титану. На границях між частинками заліза і титану внаслідок інтенсивної контактної взаємодії, що веде до утворення інтерметалідів, процес розтікання рідкої фази гальмується і швидко припиняється, через що рідина остаточно закристалізовується в інтерметалідну фазу. В результаті, утворюється локально-неоднорідний розподіл рідкої фази, при якому втрачається можливість її доступу до інших частинок заліза. При цьому не спостерігалось затікання рідини в стики частинок, наповнення нею пор і відкритих капілярів. Отже, створюються умови несприятливі для протікання окремих стадій рідкофазного спікання, таких як перегрупування частинок і процесів розчинення, які необхідні для реалізації процесу ущільнення пресовок. Крім того, анізотропний ріст кристалів сприяє виникненню локальних деформацій і стискаючих чи розпираючих залишкових напружень.

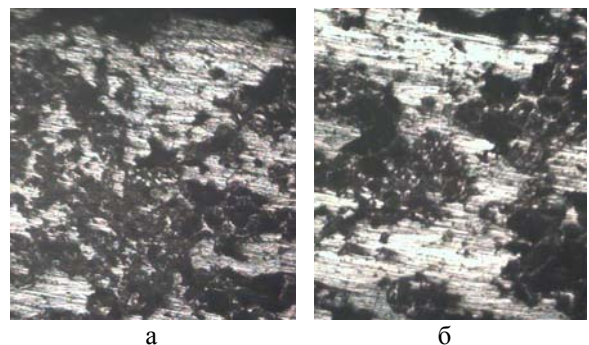
Поряд з дифузійними процесами, внаслідок пластичної плинності твердої фази в твердо-рідкій Fe-Ti системі, може відбуватися локальне ущільнення структури. Інший механізм спікання при наявності рідкої фази запропонований авторами роботи [2]. Внаслідок локального розчинення

контактуючих частинок в розплав і дифузійного масопереносу вздовж прошарків рідкої фази відбувається акомодация форми твердих частинок і їх взаємне переміщення, що приводить одночасно до формування окремих ділянок підвищеної щільності та утворенню пор в інших ділянках, на місці бувших частинок заліза і титану.

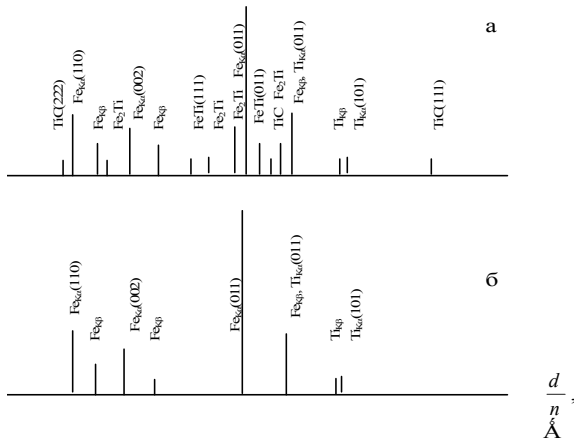
Флуктуації густини при спіканні є спонтанні і не контрольовані. В процесі ущільнення вони стабілізуються, утворюючи зародки майбутніх мезоелементів [3]. Сукупність мезоелементів призводить до формування мезоструктури. Мезоелементи можна розглядати, як кластери складної будови: ущільнене «ядро» та розпушена оболонка. Подальше спікання спричиняє ріст «ядер» за рахунок розпушеної оболонки. В місцях оболонки, де контактують «ядра» суміжних мезоелементів з'являються «дірки». А.М. Ніколенко [3] стверджує, що мезоструктура в процесі ущільнення не зникає. Одержання бездефектних матеріалів методом порошкової металургії є неможливим, оскільки внаслідок ущільнення матеріалу утворюються пори та деформується кристалічна ґратка.

Мікроструктура зразків спечених методом термоцикування (рис. 3, а) показує, що вони краще спечені завдяки багаторазовій перебудові кристалічної ґратки. Пористість зразка може бути наслідком двох причин: погано спечений зразок та формування мезоструктури [3].

Легування та структура зерен суттєво залежить від їх розміру [4]. У великих зернах спостерігаються області, які не леговані титаном, тоді, як в малих зернах легування відбувається по всьому об'єму. При термоцикуванні області однакових фаз дрібні та рівномірно розподілені по об'єму зразка (рис. 3, а). Легування таких зерен відбувається по всьому об'єму. При досягненні концентрації однакових фаз критичного значення, формуються інтерметаліди  $Fe_2Ti$  та  $FeTi$ , які в подальшому приводять до формування дрібної зеренної структури з нових фаз, що підтверджується результатами рентгенофазового аналізу (рис. 4). При ізотермічній витримці площа фази, яка формує структуру спеченого матеріалу, є значно обширнішою (рис. 3. б), ніж при режимі термоцикування. Це слід пояснити більш інтенсивною рухливістю атомів в режимі термоцикування. Існування таких обширних



**Рис. 3.** Мікроструктура зразків спечених методом термоцикування (а) та ізотермічної витримки (б). Чорні області відповідають Ti. x200.



**Рис. 4.** Дифрактограми якісного рентгенівського аналізу зразків: а – термоцикування; б – ізотермічне спікання.

областей перешкоджає легуванню їх по глибині, що призводить до відсутності інтерметалідних фаз.

Така різниця в структурі, на нашу думку, пов'язана з тим, що при термоцикуванні інтенсивніше відбувається взаємодія в системі Fe–Ti. До інтенсифікації процесу спікання призводять природні поліморфні перетворення. При термоцикуванні обидва компоненти і залізо, і титан зазнають багаторазових фазових перетворень, внаслідок чого періодично відбувається перебудова кристалічної ґратки титану з гексагональної ( $\alpha$ -Ti) у гранецентровану ( $\beta$ -Ti) та заліза об'ємноцентрованої ( $\alpha$ -Fe) у гранецентровану ( $\gamma$ -Fe) і навпаки. При цьому момент перетворення слід розглядати як квазірідкий стан речовини, коли кристалічної ґратки практично не існує. Це в свою чергу сприяє активній взаємодії між собою атомів заліза і титану. Отже, природні поліморфні перетворення, за рахунок перебудови кристалічної ґратки, забезпечують активність спікання, а також утворення титанідів заліза і виступають в ролі інтенсифікатора дифузійних

процесів.

Якісний рентгенофазовий аналіз показав, що на дифрактограмах (рис. 4), які спікалися при термоцикуванні в інтервалі температур поліморфних перетворень заліза та титану є в наявності лінії, які відповідають FeTi (лінія [111]). Крім цього, виявлено TiC (лінія [110]) та лінії  $\alpha$ -Fe і  $\alpha$ -Ti, що, очевидно, пов'язано з науглецюванням із захисного середовища. В зразках, які піддавалися спіканню в режимі ізотермічної витримки при 1150°C впродовж 5 годин, інтерметаліди не утворювалися. Рентгенофазовий аналіз на цих зразках виявив тільки лінії  $\alpha$ -Fe і  $\alpha$ -Ti.

При дослідженні мікротвердості було зафіксовано області, які сильно відрізняються між собою за значенням твердості. Отримані результати частково співпадають з результатами приведеними в роботі [4]. Область, мікротвердість якої коливається в межах  $1,176 - 1,568 \times 10^{12}$  Па, очевидно, відповідає твердому розчину титану в залізі і заліза в титані;  $5,88 - 6,86 \times 10^{12}$  Па – інтерметалідам, а твердість  $10,78 - 11,76 \times 10^{12}$  Па – карбиду титану, що добре узгоджується з результатами рентгенофазового аналізу

### Висновок

Інтенсивність процесу взаємодії двокомпонентної системи Fe–Ti залежить від режиму спікання. Інтенсивніше взаємодія відбувається при термоцикуванні в області температур, яка охоплює температуру поліморфного перетворення компонент. Саме, при термоцикуванні кількість пор незначна і імовірно пов'язана з формування мезоструктури. На відміну від ізотермічної витримки, при термоцикуванні утворюються інтерметаліди Fe<sub>2</sub>Ti та FeTi.

**Петрик І.Я.** – аспірант кафедри матеріалознавства і новітніх технологій.

- [1] Л.И. Зарубицкая, Ю.В. Коробка. Структура и некоторые свойства электролитических порошков интерметаллидов титана с железом // *Порошковая металлургия*, (3), сс.1-3 (1991).
- [2] Л.И. Кивало, Н.Ф. Григоренко, В.В. Скороход. Контактное взаимодействие между жидкой и твердой фазами в дисперсной системе титан-железо // *Порошковая металлургия*, (9), сс.25-28 (1988).
- [3] А.М. Ніколенко. *Концепція ієрархічної структури металів*. Видавничо-дизайнерський відділ ЦІТ, Івано-Франківськ, 40 с. (2007).
- [4] П.І. Мельник, Б.К. Остафійчук, С.І. Сидоренко. *Дифузійні процеси та твердофазні перетворення в металах і сплавах*. Плай, Івано-Франківськ, 220 с. (1999).

I.Ya Petryk

## The Influence of Sintering Conditions on Structure and Phase Composition of Fe-Ti System

*Precarpathion National University named after V. Stefanyk, Shevchenko Str., 57, Ivano-Frankivsk, 76000, Ukraine, e-mail: [ivan.petryk@rambler.ru](mailto:ivan.petryk@rambler.ru), phone: (03422) 59-60-75*

The mechanisms of powder Fe-Ti composite material sintering (thermocycling and isothermal annealing) are studied. The fact of Fe and Ti polymorphous transformations intensification in temperature ranges 850-950 °C with the appearance of iron intermetallic compounds are detected.