

А. И. РАЙЧЕНКО, д-р техн. наук, гл. науч. сотр., ИПМ НАН Украины, Киев;

О. Н. СИЗОНЕНКО, д-р техн. наук, вед. науч. сотр., ИИПТ НАН Украины, Николаев;

А. В. ДЕРЕВЯНКО, науч. сотр., ИПМ НАН Украины, Киев;

В. Г. КОЛЕСНИЧЕНКО, науч. сотр., ИПМ НАН Украины, Киев;

Е. Г. ГРИГОРЬЕВ, канд. физ.-мат. наук, доцент, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия;

А. И. ИВЛИЕВ, канд. техн. наук, доцент, Национальный университет кораблестроения им. адм. Макарова, Николаев

ОСОБЕННОСТИ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО РАЗРЯДА В ПРОЦЕССЕ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВ

Приведены результаты экспериментальных данных изменения состояния порошковых композиций при электроразрядном воздействии. Предложены механизмы образования в веществе физических дефектов при воздействии электрического разряда с целью консолидации порошковых тел.

Ключевые слова: электрический разряд, порошок, консолидация, керамика.

Введение. В настоящее время в лабораторной и в промышленной практике все шире используются технологические процессы, в которых для достижения требуемых свойств на смесь порошков воздействуют электрическим током большой плотности. Воздействие электрического тока большой плотности на частицы может приводить как к залечиванию микротрещин и пор, измельчению зерна и увеличению прочности материала, так и к накоплению дефектов и к диспергированию материала. Процессы электроконсолидации порошковых сред под давлением по своей природе особенно чувствительны к изменению площади зеренных границ консолидируемых порошков.

Способы спекания порошковых материалов с использованием электрического тока имеют общие черты с обычным и активированным спеканием, горячим прессованием, а на уровне элементарных актов – с микроэлектросваркой [1]. Воздействие импульсов электрического тока на металлические порошки и другие дисперсные материалы порождает в них ряд специфических явлений. На контактных участках между соседними частицами под влиянием тока происходит интенсивный массоперенос в твердой фазе.

Кроме этого, часть материала может расплавляться и испаряться, что сопровождается еще более интенсивным массопереносом. В результате в однокомпонентных порошковых прессовках идет процесс быстрого спекания. Для поликомпонентных порошковых систем характерно интенсивное сплавообразование или возникновение новых фаз, не входящих в исходную ком-

позицию («реакционное спекание»). В зависимости от параметров процесса (давление на порошковую среду, амплитуда и длительность импульсов электрического тока) процесс спекания может протекать по-разному. В связи с этим в широких пределах изменяются структура и свойства спеченных материалов. С помощью методов электроспекания порошков можно получать материалы, обладающие неоспоримыми преимуществами перед аналогичными порошковыми материалами, изготовленными без пропуска электрического тока. Примерами служат материалы для алмазных инструментов, конструкционного и антифрикционного назначения из сплавов на основе алюминия и алюминиевой бронзы, детали из бериллия, титана и титановых сплавов, композиции типа металл-диэлектрик и ряд других. Методы спекания с использованием электрического тока позволяют во многих случаях совмещать в одной операции формование и спекание порошковых заготовок. Широкий диапазон изменения электрофизических параметров воздействия на порошок обуславливает многочисленность этих методов. К ним относятся: электро-разрядное спекание (ЭРС), электроимпульсное спекание под давлением (ЭИСД), электроимпульсное спекание (ЭИ), электроимпульсное прессование, Field assisted sintering technique (FAST), Plasma Assisted Sintering (PAS), Spark Plasma Sintering (SPS), Pulse Plasma Sintering (PPS), Electroconsolidation, High Energy High Rate Processing (HEHR), Electric Discharge Compaction (EDC) [2, 3].

Важную роль в процессе формирования структуры материала, спекаемого в условиях высоких давлений и температур, играют варианты прохождения электрического тока. Информация о состоянии поверхности частиц, о степени их деформации в местах контакта в зависимости от размера частиц и скорости нагружения представляет большой научный и практический интерес для разработки технологий получения материалов с заданными свойствами. Однако процессы уплотнения порошков в условиях высоких давлений еще недостаточно изучены.

Целью данной работы является изучение процесса консолидации порошков при различных вариантах прохождения электрического тока в предположении, что изначальный порошковый материал может содержать неоднородности структуры.

Методика исследований. Анализ работы [4] приводит к заключению о возможном возникновении эффекта, связанного с вторичным порообразованием при реализации процесса электроразрядного спекания металлического порошка (например, Al) [4]. Причиной возникновения такого явления в порошковых телах с имеющимися в структуре дефектами связывают возможное действие электромеханических сил, которые в некоторых местах порошкового образца генерируют механические растягивающие напряжения [5, 6].

Электрический ток, проходя через металлический порошковый проводник, благодаря взаимовлиянию вместе с возникающими механическими воз-

действиями может оказаться первопричиной возникновения совокупности дефектов в матричной структуре изделия. Так, оказывающиеся в проводнике кластеры дефектов, например, на основе конгломератов, обладают отличительными свойствами материала с иной само- и гетеродиффузией. Для выяснения особенностей влияния совокупностей неоднородностей в структуре оказываются полезными эксперименты с искусственно созданными условиями, которые способствуют возникновению дефектов в виде линии из череды микропор или трещин [7].

В этой связи были предприняты шаги по изучению влияния преград для прохождения электрического тока сквозь прессовку при температурах выше 1200 °С. С этой целью использовали обычный процесс консолидации керамики на основе TiN:

- **в первом случае** спекали при непосредственном прохождении электрического тока через прессовку, что является обычным подходом для использования метода консолидации;

- **во втором случае** использовали способ, предотвращающий непосредственное прохождение электрического тока сквозь прессовку: сверху и снизу проложили прокладки из BN. Это позволяло фактически косвенно нагревать прессовку во время спекания.

В данной ситуации комплексное воздействие, состоящее из электрического тока (инициация Джоулевого нагрева) и магнитного поля, возникающего от прохождения электрического тока, было заменено на косвенный нагрев [5, 8]. Представление прохождения электрического тока во время симулирования процессов относительно условий задачи экспериментов показано на рис. 1.

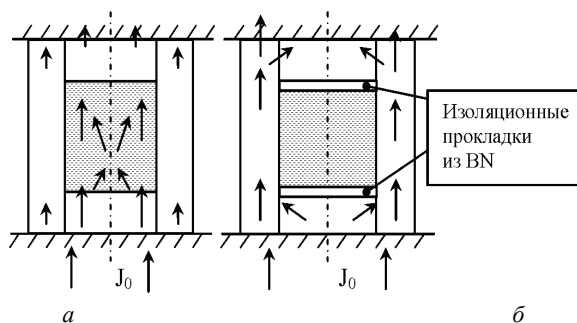


Рисунок 1 – Схема проведения экспериментов: а – вариант непосредственного прохождения электрического тока, б – без непосредственного прохождения электрического тока

С целью реализации и проведения экспериментов задействовали исследовательское оборудование для изучения электроспекания ЭРАН 2/1 (рис. 2) [7].

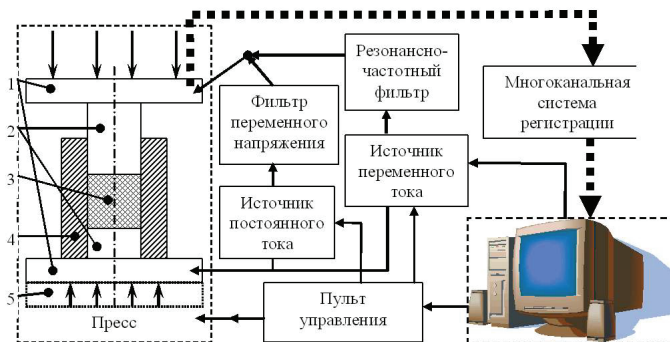


Рисунок 2 – Схематическое представление оборудования ЭРАН 2/1 [7]: 1 – токоподводные плиты гидравлического пресса; 2 – электрод-пуансоны (графит МПГ-6); 3 – обрабатываемый объект; 4 – матрица (графит МПГ-6); 5 – блок дополнительной подпрессовки

Результаты исследований. В процессе исследований наблюдались различные варианты разогрева пресс-формы. В первом случае разогрев пресс-формы происходил равномерно. Во втором - разогрев начинался при прохождении электрического тока в средней части пресс-формы. В случае непосредственного прохождения электрического тока через прессовку (см. рис. 1, *a*) в некоторых случаях при выпрессовке готового изделия происходило его расслоение по горизонтальным плоскостям (рис. 3, *a, б*).

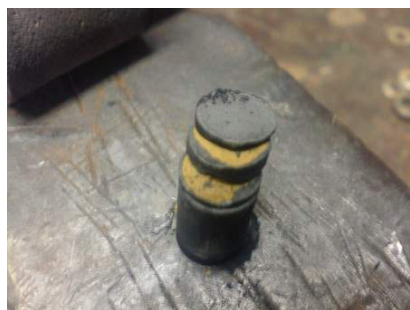
Такое «поведение» образцов говорит о повышенной их хрупкости в определенном направлении, что и приводило к таким последствиям. Идея предотвращения прохождения электрического тока должна была указать на степень воздействия сил электрической природы при формировании структуры керамического материала в условиях комплексного воздействия, такого, как рост температуры и градиент температурного поля. Сама продолжительность воздействия для обоих случаев была около 3 минут. Но характер скорости роста температуры при одинаковом стартовом токе 370 А (переменная составляющая воздействия на частоте 5кГц составляла 250-300 А и была неизменной) сравнительно отличался.

Более крутой рост температуры должен был бы привести к большему сдвигу в сторону формирования череды разрушений в материале, но на практике оказалось немного иначе. Отсутствие непосредственного воздействия проходящего электрического тока на консолидируемый материал при более крутом росте температуры (см. рис. 1, *б*) не оказалось положительным (рис. 4) [7]. В таблице сведены некоторые свойства полученных материалов.

Независимо от имеющегося количества пор в материале для случая без непосредственного прохождения электрического тока (см. рис. 4, *б*) не наблюдается расслоение тела материала.

Опираясь на работы [4, 5, 8], в которых говорится о превалирующем

эффекте электрического тока на формирование поля температуры, массоперенос вещества и возникающее под их действием перемещение различного рода включений (твердые частицы или же это могут быть поры) внутри объема материала, можно предположить следующее развитие процесса формирования материала керамики. Сам изначальный порошковый материал может содержать неоднородности структуры в форме слипшихся порошковых частиц (агломераты). Это может быть основной первопричиной формирования областей дефектов и несплошностей структуры изделия (рис. 5).



a



б



в

Рисунок 3 – Образцы после выпрессовки: *a, б* – расслоение образцов в случае непосредственного прохождения электрического тока, *в* – отсутствие расслоения для случая косвенного нагрева.

Свойства керамики на основе TiN

Номер подхода	Описание исходных компонентов	Твердость, ГПа	Трещиностойкость, МПа·м ^{-1/2}
1	BN(прокладка)-TiN-BN(прокладка)	16,5	4,0
2	TiN	15,6	4,0

Рассмотрим вероятную случайную упаковку агломератов из наночастиц как разветвленную электрическую цепь. Тогда следует предположить случай неоднородного по характеру распределения локальных проходящих токов и

возникающих температурных перекосов. Из-за случайной упаковки агломератов и частиц сила тока через некоторые контактирующие зоны будет велика и достаточна для разогрева малой площади зоны контакта до температуры «размягчения» вещества. Такое формирование пути прохождения электрического тока в объеме пористого тела приводит к образованию включений сферической формы (рис. 6).

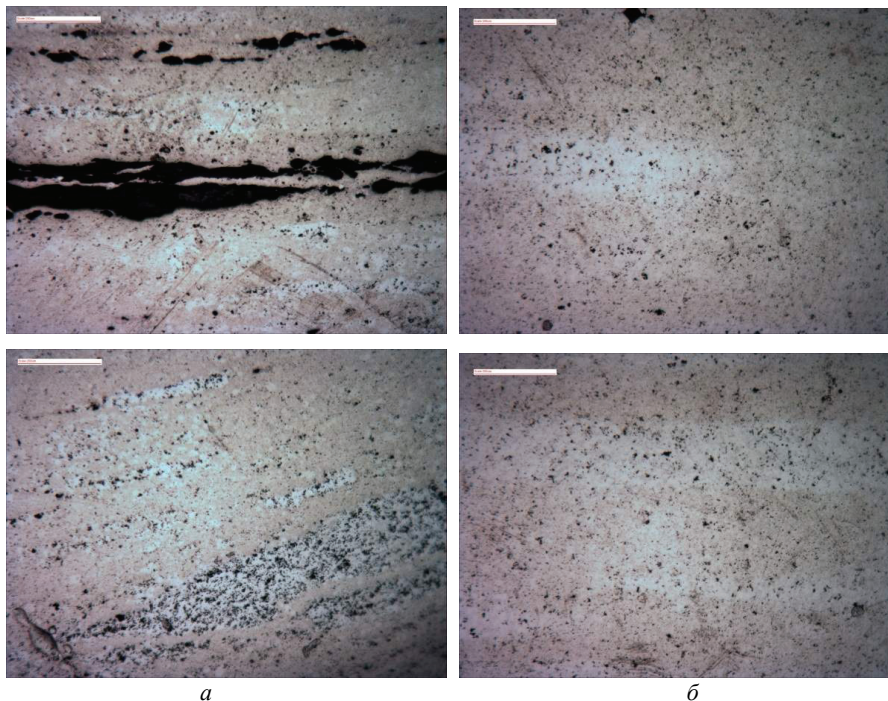


Рисунок 4 – Примеры структур на основе керамики TiN, $\times 100$: *a* – вариант непосредственного прохождения электрического тока, *б* – без непосредственного прохождения электрического тока.

Из распределения удельного объема пор прессовки при 840 °С (давление прессования около 80 МПа) видно, что на первом этапе электроспекания происходит формирование пор размером 14-20 нм, которые соизмеримы с размерами отдельных частиц порошка (рис. 6, *a*). При последующем нагревании до 1050 °С (рис. 6, *б*) количество приоритетных пор (14-20 нм) уменьшается на фоне общего уменьшения объема пор, и их объем сравнивается с объемом пор 30-40 нм. При достижении 1300 °С поры с размерами от 3 до 300 нм практически отсутствуют (рис. 6, *в*), а при достижении температуры 1400 °С заканчивается спекание внутри агрегатов (рис. 6, *г*).

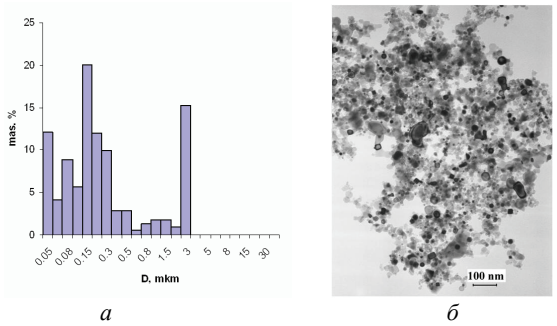


Рисунок 5 – Структурные составляющие нанопорошка: *а* – распределение частиц нанопорошка в засыпке, *б* – агломерат на основе TiN.

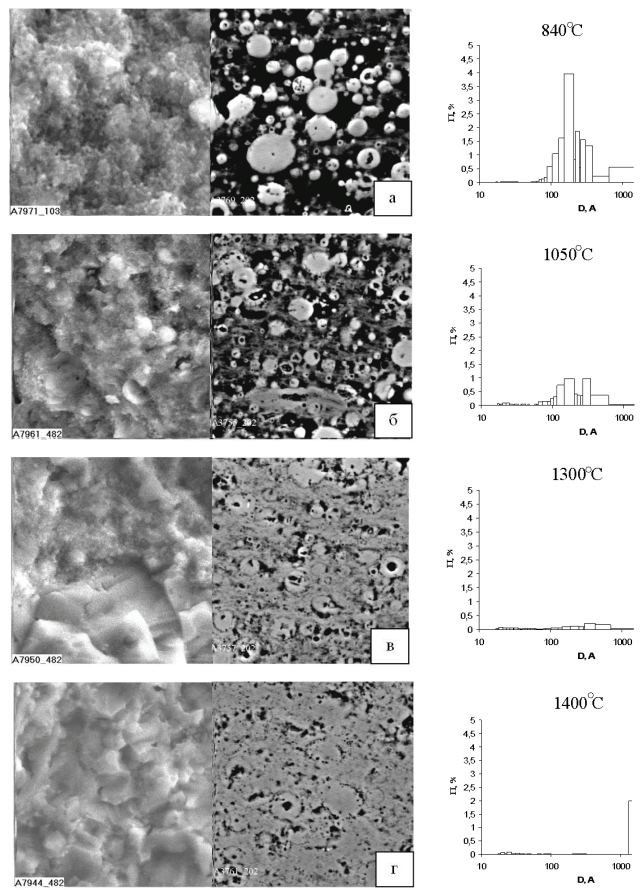


Рисунок 6 – Эволюция образования пор и дальнейшее формирование структуры от 840 °С до 1500 °С

В конце процесса консолидации в керамике остаются области с закрытыми порами, что и есть возможной причиной, приводящей к началу процессов растрескиваний по объему. Такие уровни перекосов температуры при косвенном нагреве (см. рис. 1, б) не достигаются в процессе формирования керамики, так как поле градиента температуры формируется только за счет теплопроводности материала пресс-формы и компонентов керамического материала, в результате чего керамический материал имеет более однородную структуру (см. рис. 4, б).

Выводы. Изучены особенности процесса консолидации керамики TiN при различных вариантах прохождения электрического тока. Показано, что улучшение сплошности структуры керамики связано с согласованием последствия температурных эффектов и минимизирования их в областях с уже сформированным керамическим материалом за счет динамического изменения количества подводимой энергии к системе. Установлена зависимость плотности консолидированных образцов от амплитуды высоковольтного импульса тока.

Работа выполнена при частичной поддержке Гранта № 05-08-12 НАН Украины согласно результатам конкурса НАН Украины – РФФИ 2012 года.

Список литературы. 1. Райченко А.И. Основы процесса спекания порошков пропусканием электрического тока / А.И. Райченко. – М.: Металлургия, 1987. – 128 с. 2. Григорьев Е.Г. Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков: учебное пособие / Е.Г. Григорьев, Б.А. Калинин. – М.: МИФИ, 2008. – 152 с. 3. Рагуля А.В. Консолидированные наноструктурные материалы / А.В. Рагуля, В.В. Скороход. – К.: Наукова думка, 2007. – 374 с. 4. Райченко А.И. Возникновение вторичного порообразования и его влияние на усадку при электроразрядном спекании порошков / А.И. Райченко, О.Н. Сизоненко, А.В. Деревянко // *Материалы и покрытия в экстремальных условиях: Тез. докл. 6-й Межд. конф.*, 20-24 сент. 2010 г., Понизовка, Автономная республика Крым, Украина – 2010. – С. 292. 5. Zamula M.V. Electric-discharge sintering of TiN-AlN nanocomposites / M.V. Zamula, A.V. Derevyanko, V.G. Kolesnichenko; A. V. Samelyuk; O. B. Zgalat-Lozinskii; A. V. Ragulya. // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. – 2007. – Vol. 46, № 7-8. – P. 325-331. 6. Williams M.L. On the Stress Distribution at the Base at the Stationary of Crack / Williams M.L. // *J. Appl. Mech.* – 1957. – Vol. 24. – P. 109-114. 7. Колесниченко В.Г. Особенности разогрева прессовки для разных условий прохождения электрического тока по пресс-форме при спекании керамического материала / В.Г. Колесниченко, А.В. Деревянко, О.Б. Залат-Лозинский, М.В. Замула // *Тези докл. 3 Міжнародної конференції HighMatTech*. – Київ, Україна, 3-7 жовтня 2011 р. – К.: 2011. – С. 302. 8. Raichenko A.I. Alloy Formation in a Heterogeneous System under the Action of an Electric Current / Raichenko A.I., Derevyanko A.V., Popov V.P. // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. – 2003. – Vol. 42, № 5-6. – P.230-234.

Поступила в редколлегию 08.10.2012

УДК 621.793.8:621.762.5:537.528

Особенности воздействия электрического разряда в процессе консолидации порошков // А.И.Райченко, О.Н.Сизоненко, А.В.Деревянко, В.Г.Колесниченко, Е.Г.Григорьев, А.И.Ивлиев // *Вісник НТУ «ХП»*. Серія: Техніка та електрофізика високих напруг. – Х.: НТУ «ХП», 2012. – № 52 (958). – С. 146-154. – Бібліогр.: 8 назв.

Наведено результати експериментальних даних зміни стану порошкових композицій при електророзрядному впливі. Запропоновано механізми утворення у речовині фізичних дефектів при впливі електричного розряду з метою консолідації порошкових тіл.

Ключові слова: електричний розряд, порошок, консолідація, кераміка.

The results of experimental data of powder compositions state changes during electric discharge impact are given. The mechanisms of physical defects formation in matter during electric discharge impact with the purpose of powder bodies' consolidation are proposed

Keywords: electric discharge, powder, consolidation, ceramics.