

PACS: 81.40.-z, 61.46.w

В.С. Воропаев, К.О. Гогаев, Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА АСИММЕТРИЧНОЙ ПРОКАТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВОГО ПРОКАТА

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины  
ул. Кржижановского, 3, г. Киев, 03142, Украина

Статья поступила в редакцию 4 февраля 2013 года

*Проведен сравнительный анализ влияния схемы прокатки и температуры спекания на прочностные и пластические характеристики, что позволило определить оптимальные условия получения качественных полос и установить влияние температуры спекания на закономерности контактообразования в изделиях, изготовленных по разным технологиям прокатки. Схема асимметричной прокатки является, несомненно, перспективной для получения листов и полос из порошков.*

**Ключевые слова:** порошок, прокатка, качество контактов, модуль упругости

*Проведено порівняльний аналіз впливу схеми прокатки та температури спікання на міцність і пластичні характеристики, що дозволило визначити оптимальні умови одержання якісних смуг і встановити вплив температури спікання на закономірності контактоутворення у виробках, отриманих за різними технологіями прокатки. Схема асиметричної прокатки є, безсумнівно, перспективною для отримання листів і смуг з порошків.*

**Ключові слова:** порошок, прокатка, якість контактів, модуль пружності

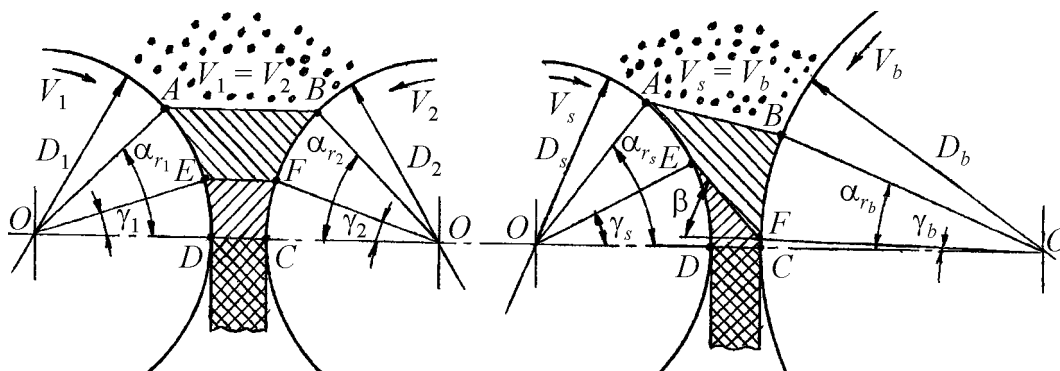
### Введение

В большинстве известных методов интенсивной пластической деформации (ИПД), таких как равноканальное угловое прессование, винтовая экструзия или торсионное кручение, особое внимание уделяется сдвиговым механизмам деформации. При этом процесс повторного нагружения, изменяющий схему деформирования, осуществляется только после полного снятия первичной нагрузки [1,2]. Варьируя направление деформирования и создавая в результате суперпозицию трансляционной и ротационной деформации, удается существенно диспергировать структуру и повысить параметры упрочнения деформированных заготовок. Однако микроструктура, возникшая при первичном нагружении, находится в релаксированном состоянии, а в формировании структуры на втором и последующих проходах участвует

лишь та небольшая часть дислокаций, которая сохранилась в кристалле после снятия нагрузки. Имеющиеся литературные данные [3,4] свидетельствуют о том, что совместное действие нескольких схем деформации позволяет получить оптимальную структуру в ходе одной технологической операции и более высокие свойства деформированного материала.

В работах [5–7] были продемонстрированы преимущества использования схем ИПД для создания полуфабрикатов и изделий порошкового генезиса. В этих работах для компактирования порошка была использована технология винтовой экструзии, разработанная в ДонФТИ НАН Украины Я.Е. Бейгельзимером с сотрудниками. Было показано, что использование этой схемы позволяет получить более плотные прессовки, обладающие повышенной прочностью в неспеченном состоянии.

В Институте проблем материаловедения НАН Украины на протяжении многих лет ведутся исследования в области разработки технологий прокатки порошков [8,9]. Интересным направлением решения этой проблемы в последние годы стали работы по изучению влияния технологических параметров асимметричной прокатки на структуру и свойства листов, полученных из порошков алюминия, железа и титана [10–12]. Преимущества асимметричной прокатки порошковых материалов иллюстрируются схемой, представленной на рис. 1.



**Рис. 1.** Очаг деформации при симметричной (а) и асимметричной (б) прокатке порошковых материалов: а:  $D_1 = D_2$ ,  $\alpha_{r1} = \alpha_{r2}$ ,  $\gamma_1 = \gamma_2$ ; б:  $D_b > D_s$ ,  $\alpha_{r_b} < \alpha_{r_s}$ ,  $\gamma_b < \gamma_s$ ; *ABFE* – зона отставания; *EFCD* – зона опережения

Благодаря существенным изменениям угловых параметров происходит поворот нейтрального сечения *EF* между зонами отставания и опережения на угол  $\beta$  к сечению *ODCO*. При таком повороте значительно активизируется сдвиговая деформация частиц порошка под давлением валков и уменьшаются растягивающие напряжения. Чем больше угол  $\beta$ , тем более активны сдвиговые деформационные процессы в очаге деформации. Направленные в противоположные стороны силы трения по дугам контакта *ED* и *BF* создают переднее и заднее натяжения и, кроме того, блокируя друг друга, уменьшают общее давление на валки.

В работе [12] с помощью точечных месдоз были измерены нормальные контактные напряжения в очаге деформации и угловые параметры. Расшифровка осциллограмм показала, что во всех случаях, независимо от прокатываемого порошкового материала, максимальное нормальное контактное усилие со стороны меньшего вала всегда больше, чем со стороны большего вала. Значение контактного напряжения при асимметричной прокатке намного меньше, чем при симметричной. Вследствие этого при сопоставимом зазоре между валами и плотности проката при асимметричной прокатке наблюдается заметное (почти в 2 раза) снижение усилия на валки. Это явление было надежно зафиксировано на порошках железа и титана [12].

Эксперименты показали, что асимметричная прокатка позволяет устранить основные виды брака, характерные для традиционной прокатки порошков: наличие трещин по ширине ленты и отклонения ленты от прямолинейных размеров (серповидность) [10–13]. Более того, благодаря наличию сдвиговой компоненты деформации уже на стадии низкотемпературной прокатки без дополнительного спекания удается создать плотную заготовку и качественный механический контакт между порошинками [11,12]. Именно на этом моменте будет сосредоточено основное внимание в данной работе.

### Материалы и методика эксперимента

Методология анализа качества контакта в порошковых материалах конструкционного назначения сформулирована нами в работах [14–16]. Для проведения сравнительного анализа были определены коэффициенты, характеризующие качество электрического  $K_\lambda$ , механического  $K_E$ ,  $K_\sigma$  и физического  $K_e$  контактов, которые вычислялись по следующим формулам:

$$K_\lambda = \left[ (\lambda_{ms} - \lambda_{gr}) / (\lambda_{th} - \lambda_{gr}) \right] \times 100\%, \quad (1)$$

$$K_E = \left[ (E_{ms} - E_{gr}) / (E_{th} - E_{gr}) \right] \times 100\%, \quad (2)$$

$$K_{\sigma_{02}} = \left[ (s_{ms} - s_{gr}) / (s_{th} - s_{gr}) \right] \times 100\%, \quad (3)$$

$$K_{e_{fr}} = \left[ (e_{rms} - e_{rgr}) / (e_{rth} - e_{rgr}) \right] \times 100\%, \quad (4)$$

где  $\lambda$ ,  $\sigma$ ,  $e_{fr}$  – соответственно электропроводность, предел текучести и деформация до разрушения; индексы означают следующее: «th» – соответствующая величина рассчитана при наличии идеального контакта, «gr» – величина измерена на образце в неспеченном состоянии, «ms» – свойства образца измерены при заданных термомеханических условиях получения материала.

Для расчета коэффициентов необходимо исследовать комплекс механических свойств порошкового проката в сыром состоянии и после соответствующих режимов спекания. Качество контактов после различных режимов деформации изучали по методикам, описанным в работе [14].

Исследовали порошок титана марки ПТЭС-1, сформованный в стандартных условиях прокатки и в условиях прокатки со сдвигом, осуществляемой между валками разного диаметра. В первом случае порошок прокатывали на двухвалковом стане традиционным способом, когда валки одного диаметра вращаются с одной и той же скоростью, диаметр валков  $\varnothing = 195$  mm (симметричная прокатка). Во втором случае порошок прокатывали между валками разного диаметра:  $\varnothing_1 = 175$  mm и  $\varnothing_2 = 218$  mm (асимметричная прокатка). Оба эксперимента осуществляли в идентичных условиях: величину исходного зазора между валками подбирали одинаковой; скорость, степень и температуру деформации в обоих экспериментах подбирали сопоставимыми. В обоих экспериментах с помощью месдоз фиксировали общее усилие прокатки. Полученные прокатанные порошковые ленты исследовали в неспеченном состоянии, а также спекали в вакуумной печи СШВЛ-01 при температурах 800, 1000 и 1200°C. Пористость лент изучали методом гидростатического взвешивания.

Механические испытания проводили на универсальной компьютеризированной машине CERAMTEST SYSTEM с автоматической записью диаграммы нагружения. Образец для испытаний на четырехточечный изгиб представлял собой прямоугольную балку размерами  $2 \times 10 \times 45$  mm. Расстояние между дальними опорами составляло 40 mm, между центральными – 20 mm. Для прецизионного измерения деформации использовали емкостный датчик с чувствительностью по перемещению 0.2  $\mu\text{m}$ , который помещали на образец между центральными опорами. Программное обеспечение позволяло измерять модуль упругости материала с точностью 1% от абсолютного значения, а остаточную деформацию – с чувствительностью  $10^{-5}$ .

Методика исследования механических свойств неспеченных заготовок путем испытания на четырехточечный изгиб подробно описана в работе [12]. При изгибе определяли такие механические свойства: модуль Юнга  $E$ , предел пропорциональности  $\sigma_{0.01}$ , предел текучести  $\sigma_{0.2}$ , предел прочности  $\sigma_b$  и деформацию в момент разрушения  $e_{fr}$ . Спеченные образцы также испытывали на одноосное растяжение. В этом случае определяли предел текучести, предел прочности и деформацию в момент разрушения, которую рассчитывали по формуле:  $e_{fr} = \ln(S_{in}/S_{fin})$  (где  $S_{in}$  и  $S_{fin}$  – соответственно начальная и конечная площади поперечного сечения образца). Эксперименты выполняли не менее чем на трех образцах для каждого структурного состояния и каждой температуры спекания. Субструктуру материала анализировали с помощью трансмиссионного микроскопа 100СХ. Характер разрушения изучали на растровом микроскопе Superprob-723.

### Результаты экспериментов и их обсуждение

Сравнительный анализ влияния схемы прокатки и температуры спекания на прочностные и пластические характеристики позволяет определить оптимальные условия получения качественных полос и установить влияние температуры спекания на закономерности контактообразования в изделиях,

изготовленных по разным технологиям прокатки. Результаты исследований физико-механических свойств неспеченных лент и спеченных при температурах 800, 1000 и 1200°C в течение 1 h приведены в табл. 1.

Измерения плотности исходных прокатанных заготовок и полос, спеченных при разных температурах, свидетельствуют о том, что асимметричная прокатка при прочих равных условиях позволяет получить более плотный исходный прокат. В процессе спекания практически теоретическая плотность образцов, изготовленных асимметричной прокаткой, достигается при температуре спекания 1000°C. В то же время материал, полученный обычной прокаткой, сохраняет остаточную пористость даже после спекания при 1200°C.

Таблица 1

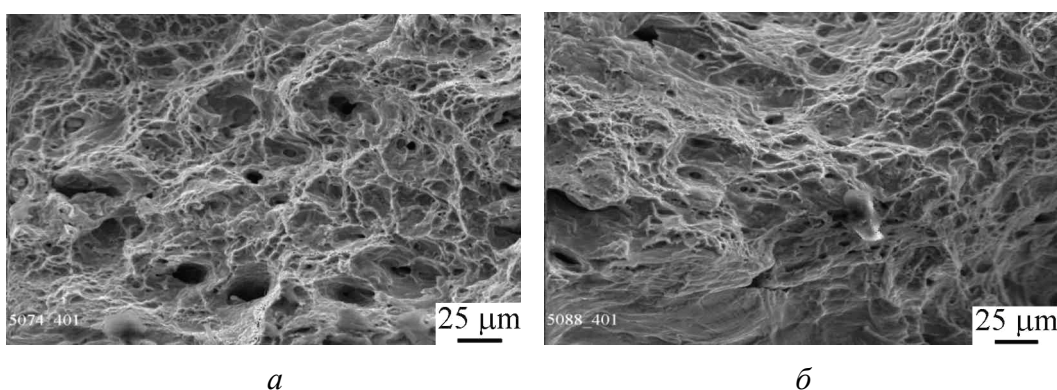
**Физико-механические свойства спеченных порошковых титановых полос**

Температура спекания, °С	Пористость, %	Модуль упругости $E$ , GPa	Предел упругости $\sigma_{001}$	Предел текучести $\sigma_{02}$	Максимальное напряжение $\sigma_v$	Относительное сужение $\Psi$ , %	Деформация	
							равномерная $\varepsilon_{fr}$ , %	до разрушения $e_{eq}$
МПа								
Симметричная прокатка								
Без спекания	8	4.5	8.8	12.8	12.9	–	–	0.0023
800	4	22.6	140	156	185	1.2	1.2	0.0012
1000	2	59	190	227	279	25	3.5	0.25
1200	2	84	285	321	371	37	7.1	0.44
Асимметричная прокатка								
Без спекания	5	44.2	109	–	116	–	–	0.0004
800	2	76.8	185.2	217	285	11,5	4,5	0.118
1000	0.5	100.1	254.2	275.2	361.2	58	21.2	0.85
1200	1	98.2	291	345	465	41.2	15.5	0.51

Обращает на себя внимание резкое увеличение прочностных свойств (модуля упругости  $E$ , предела упругости, измеренного при 0.01% деформации,  $\sigma_{001}$  и предела прочности  $\sigma_b$ ) в образцах, сформованных асимметричной прокаткой при комнатной температуре в сравнении с образцами, полученными симметричной прокаткой. Причина этого связана с сильным разогревом ленты при асимметричной прокатке вследствие сдвиговой деформации частиц под давлением.

После спекания при 800°C полосы, полученные симметричной прокаткой, демонстрируют повышение прочностных свойств (модуль упругости  $E = 22.6$  GPa, предел текучести  $\sigma_{02} = 156$  МПа) по сравнению с неспеченным материалом. После аналогичной обработки полосы, полученные асимметричной прокаткой, демонстрируют значительно более высокие свойства. Модуль упругости  $E$  достигает 76.8 GPa, что составляет примерно 75% от свойств компактного материала, предел текучести  $\sigma_{02} = 217$  МПа. Это свидетельствует о высокой степени совершенства механического контакта.

Спеченные при 1000°C полосы, полученные симметричной прокаткой, демонстрируют значительно более высокие свойства, чем аналогичные образцы, спеченные при 800°C. Модуль упругости возрастает до 59 GPa, предел текучести – до 227 МПа. Это свидетельствует о положительном влиянии температуры спекания на формирование механического контакта. В изломе появляются отдельные участки ямочного разрушения (рис. 2,б). Спекание при 1000°C полос, полученных асимметричной прокаткой, приводит к формированию практически совершенного механического и физического контактов. Модуль упругости достигает 100 GPa, предел текучести – 275 МПа, пластичность в момент разрушения составляет 0.85. Эти характеристики практически совпадают со свойствами образцов титана, полученных по традиционным технологиям.



**Рис. 2.** Поверхность разрушения полос титана, полученных: *a* – асимметричной прокаткой и спеканием при 1000°C, *б* – симметричной прокаткой и спеканием при 1200°C

Спекание полос, изготовленных симметричной прокаткой при температуре 1200°C, позволило получить хороший механический контакт, о чем свидетельствует достаточно высокий модуль упругости (84 GPa) и предел текучести (321 МПа), однако физический контакт в изготовленных полосах сформирован лишь частично. Деформация образцов в момент разрушения достигает значения  $e_{\text{fr}} = 0.44$ , тогда как у компактного титана традиционного производства эта величина составляет 0.9–1. Таким образом, повышение температуры спекания полос, полученных симметричной прокаткой, приводит к улучшению качества механического и физического контактов, однако даже при температуре 1200°C совершенный контакт сформировать не удается.

В табл. 2 представлены результаты расчетов значений коэффициентов, характеризующих качество механического и физического контактов, полученные по данным экспериментов с помощью формул (2)–(4). Теоретические значения механических свойств взяты, как у компактного титана технической чистоты традиционной технологии:  $E = 110$  GPa,  $\sigma_{02} = 340$  МПа,  $e_{\text{fr}} = 1$ . Значения для неспеченных заготовок охарактеризованы свойствами лент холоднокатаного проката стандартного производства (симметричная прокатка).

Таблица 2

**Влияние термообработки на коэффициенты, характеризующие качество контактов полос титана**

Температура спекания, °С	Пористость, %	Модуль упругости $E$ , GPa	Предел текучести $\sigma_{02}$ , МПа	Деформация до разрушения $e_{ff}$	$K_E$	$K_\sigma$	$K_e$
					%		
20 (неспеченный)	8	4.5	12.8	0.0023	0	0	0
800	4	22.6	156	0.0012	18	43	0
1000	2	59	227	0.25	52	72	25
1200	2	84	321	0.44	81	90	35
20	5	44.2	116	0.0004	38	32	0
800	2	76.8	217	0.118	73	65	10.2
1000	0.5	100.1	275.2	0.85	92	90	85
1200	1	98.2	345	0.51	91	100	50

В полном соответствии с законами контактообразования все коэффициенты, характеризующие качество контактов, увеличиваются с ростом температуры спекания. Сравнительный анализ коэффициентов показывает, что в заготовках, полученных асимметричной прокаткой, контакт формируется значительно быстрее. Представленные данные свидетельствуют о том, что в этом случае совершенный физический контакт формируется уже при 1000°С, тогда как при традиционной прокатке контакт не удастся сформировать даже при 1200°С. Об этом говорят и данные фрактографического анализа, из которых хорошо видно, что в первом случае сформирован излом со 100%-ным ямочным разрушением (рис. 2,а), а во втором – разрушение, смешанное с большим количеством неспеченных участков (рис. 2,б).

Причина резкого улучшения качества проката при асимметричной прокатке, по нашему мнению, связана не только (и не столько!) с большей плотностью заготовок, а и с лучшими условиями конструирования качественных контактов на стадии компактирования. Как видно из табл. 2, в лентах, полученных асимметричной прокаткой, механический контакт между порошинками почти наполовину формируется непосредственно в процессе деформации. По-видимому, сдвиговая деформация способствует своеобразной сварке трением между порошинками, вызывая к тому же дополнительный разогрев, который даже по измерениям на периферии оценивается величиной ~ 150°С. Естественно, непосредственно в районе контакта эта цифра заметно выше.

Таким образом, схема асимметричной прокатки является, несомненно, перспективной для получения листов и полос из порошков.

**Выводы**

1. Асимметричная прокатка при прочих равных условиях позволяет получить более плотный исходный прокат. В процессе спекания практически теоретическая плотность образцов, изготовленных асимметричной прокат-

кой, достигается при температуре спекания 1000°C. В то же время материал, полученный обычной прокаткой, сохраняет незначительную пористость даже после спекания при 1200°C.

2. Сдвиговая деформация при асимметричной прокатке улучшает способность порошинок титана формировать межчастичные контакты. Это позволяет значительно повысить механические свойства исходных титановых заготовок. Модуль упругости и прочность лент, полученных из титанового порошка асимметричной прокаткой, практически в 10 раз больше, чем при симметричной прокатке.

3. Структура контактных поверхностей, сформированных асимметричной прокаткой, значительно более совершенна, чем при традиционных схемах компактирования, и, как следствие, лучше подготовлена к формированию совершенного контакта при последующем спекании. При всех режимах спекания значения прочности и пластичности спеченных полос, полученных асимметричной прокаткой, оказываются существенно выше, чем у аналогичных образцов, полученных симметричной прокаткой.

4. Спекание при 1000°C полос, изготовленных асимметричной прокаткой, приводит к формированию практически совершенного механического и физического контактов. Характер разрушения внутрикристаллитный ямочный, что свидетельствует о полном подавлении межчастичного разрушения. Модуль упругости достигает 100 GPa, предел текучести – 320 МПа, пластичность в момент разрушения составляет 0.85. Эти характеристики практически совпадают со свойствами образцов титана, полученных по традиционным технологиям, включающим литье слитков и последующую их деформацию.

1. *V.M. Segal*, Mater. Sci. Eng. **A197**, 157 (2002).
2. *Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, D. Orlov*, in: Proc. of the Second Int. Symp., Los Alamos Nat. Lab. Edition (2002), p. 234–238.
3. *Е.Г. Пашинская*, Физико-механические основы измельчения структуры при комбинированной пластической деформации, Вебер, Донецк (2009).
4. *Ю.Н. Подрезов, Н.Д. Рудык, В.И. Даниленко, Р.Ю. Кулагин, А.В. Решетов, Я.Е. Бейгельзимер*, ФТВД **19**, № 4, 101 (2009).
5. *Я.Е. Бейгельзимер, О.В. Михайлов, А.С. Сынков, М.Б. Штерн, Е. Олевский*, ФТВД **18**, № 1, 69 (2008).
6. *Я.Е. Бейгельзимер, О.В. Михайлов, А.С. Сынков, М.Б. Штерн*, ФТВД **18**, № 3, 92 (2008).
7. *Я.Е. Бейгельзимер, М.Б. Штерн, Т.А. Епифанцева, А.С. Сынков*, ФТВД **19**, № 3, 120 (2009).
8. *Г.А. Виноградов, В.П. Каташинский*, Теория листовой прокатки металлических порошков и гранул, Металлургия, Москва (1979).
9. *Г.А. Виноградов, Ю.Н. Семенов, О.А. Катрус, В.П. Каташинский*, Прокатка металлических порошков, Металлургия, Москва (1969).



10. Патент України на винахід № 77719, Спосіб одержання листів, смуг и стрічок з металевих порошків і гранул, Г.Я. Калуцький, К.О. Гогаєв, В.С. Воропаєв (2007).
11. Г.Я. Калуцький, К.А. Гогаєв, В.С. Воропаєв, В.В. Непомнящий, Порошковая металлургия № 3/4, 115 (2007).
12. Г.Я. Калуцький, К.А. Гогаєв, В.С. Воропаєв, Перспективы развития прокатки металлических порошков и гранул, Тематич. сб. научн. тр., ДГМА, Краматорск (2007), с. 508–512.
13. В.П. Каташинский, Г.А. Виноградов, Г.Я. Калуцький, Порошковая металлургия № 12, 28 (1975).
14. Ю.М. Подрезов, В.А. Назаренко, А.В. Вдовиченко, В.И. Даниленко, О.С. Коряк, Я.И. Евич, Порошковая металлургия № 3/4, 98 (2009).
15. Ю.М. Подрезов, В.А. Назаренко, А.В. Лантев, А.И. Толочин, В.И. Даниленко, Я.И. Евич, О.С. Коряк, Порошковая металлургия № 5/6, 60 (2009).
16. К.А. Гогаєв, В.А. Назаренко, В.С. Воропаєв, Ю.Н. Подрезов, Д.Г. Вербило, О.С. Коряк, И.Ю. Окунь, Порошковая металлургия № 11/12, 51 (2009).

*V.S. Voropaev, K.O. Gogaev, Yu.N. Podrezov, V.A. Nazarenko*

## INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF ASYMMETRICAL ROLLING PARAMETERS ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF POWDER ROLLING PRODUCTS

At the Institute of Materials Science of NASU, intensive research has been carried out in the field of technology development of powder rolling. A new recent trend is the work on the study of the effect of process parameters of asymmetric rolling on the structure and the properties of the sheets obtained from powders of aluminum, iron and titanium.

Asymmetric rolling is a processing between rollers of different diameter that are rotated at the same speed.

Experiments have shown that the asymmetric rolling eliminates the main kinds of rejections typical of traditional rolling of powders: cracks on the belt width and deviations from the linear tape sizes (camber). Moreover, due to the presence of shear strain components even at the stage of low-temperature rolling without additional sintering, a dense high-quality blank and good mechanical contact between the powder particles can be formed.

For the purpose of comparative analysis, we have identified factors that characterize the quality of the electrical, mechanical and physical contact ( $K_\lambda$ ,  $K_E$ ,  $K_e$ , respectively). To calculate the coefficients, a set of mechanical properties of a powder rolled in the raw state and after the corresponding sintering should be tested.

We investigated the titanium powder brand NTES-1 molded by rolling between the rolls of the same and different diameters.

Comparative analysis of the effect of the rolling scheme and the sintering temperature on the strength and plastic properties resulted in the following conclusions:

1. Shear deformation under asymmetric rolling improves the ability of titanium powder particles to form interparticle contacts that ceteris paribus, allows obtaining of denser initial rolled products.

2. Sintering at 1000°C forms almost perfect mechanical and physical contacts in strips obtained by asymmetric rolling. The modulus of elasticity is 100 GPa, the tensile strength

is 320 МПа. These characteristics are practically identical to the properties of titanium samples prepared by conventional techniques, including casting of ingots and their subsequent deformation.

**Keywords:** powder, rolling, quality of contact, elastic modulus

**Fig. 1.** The deformation in the symmetric (*a*) and asymmetric (*b*) rolling of powder materials: *a*:  $D_1 = D_2$ ,  $\alpha_{r_1} = \alpha_{r_2}$ ,  $\gamma_1 = \gamma_2$ ; *b*:  $D_b > D_s$ ,  $\alpha_{r_b} < \alpha_{r_s}$ ,  $\gamma_b < \gamma_s$ ; *ABFE* – backward slip zone; *EFCD* – forward slip zone

**Fig. 2.** The fracture surface of titanium bands received by: *a* – asymmetric rolling and sintering at 1000°C, *b* – symmetric rolling and sintering at 1200°C