



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-118-123>  
УДК 621.7.044

Поступила 28.12.2022  
Received 28.12.2022

## СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА, ПОЛУЧЕННОГО ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНЫМ ПРЕССОВАНИЕМ ИЗ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

Д. В. МИНЬКО, Белорусский национальный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, пр. Независимости, 65. E-mail: dminko@bntu.by  
Л. Н. ДЬЯЧКОВА, Т. И. ПИНЧУК, ГНУ «Институт порошковой металлургии»,  
г. Минск, Беларусь, ул. Платонова, 41. E-mail: dyachkova@tut.by

Проведены исследования по применению электроимпульсного прессования для получения композиционных материалов из диффузионно-легированных порошков железа. Показано, что добавка легкоплавкого металлического компонента (олова) оказывает положительное влияние на уплотняемость композиционного порошка железа при электроимпульсном прессовании. Плотность образцов из порошка железа Dystaloy AB с добавкой 10% олова достигает 7,3–7,5 г/см<sup>3</sup>. Получить такую плотность в процессе обычного холодного прессования при давлении 100–120 МПа невозможно. Установлено, что из-за кратковременности термического воздействия при электроимпульсном прессовании диффузионные процессы пройти не успевают и распределение легирующих элементов в железной основе неравномерное. Короткое термическое воздействие вызывает окисление поверхности частиц порошка, что также отрицательно сказывается на диффузионных процессах. Поэтому при получении легированных порошковых материалов путем электроимпульсного прессования процесс необходимо проводить в защитной атмосфере. Выявленное наличие наноразмерной субструктуры, образующейся вследствие воздействия интенсивной пластической деформации и температуры, свидетельствует об упрочнении порошкового композиционного материала при электроимпульсном прессовании. Перечисленные особенности могут быть полезны при разработке технологий, альтернативных теплому прессованию пластифицированных порошков.

**Ключевые слова.** Порошок, легирующие добавки, композит, электроимпульсное прессование, диффузия, окисление, наноразмерная субструктура.

**Для цитирования.** Минько, Д. В. Структурные особенности композиционного материала, полученного электроимпульсным прессованием из многокомпонентных порошковых смесей на основе железа / Д. В. Минько, Л. Н. Дьячкова, Т. И. Пинчук // *Литейная металлургия*. 2023. № 1. С. 118–123. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-118-123>.

## STRUCTURAL FEATURES OF A COMPOSITE MATERIAL PRODUCED BY ELECTRIC PULSED PRESSING FROM IRON-BASED MULTI-COMPONENT POWDER MIXTURES

D. V. MINKO, Belarusian National Technical University,  
Minsk, Belarus, 65, Nezavisimosti ave. E-mail: dminko@bntu.by  
L. N. DYACHKOVA, T. I. PINCHUK, SSI “Powder Metallurgy Institute”,  
Minsk, Belarus, 41, Platonova str. E-mail: dyachkova@tut.by

The study is dedicated to the electric pulse pressing use for the composite materials production from diffusion-alloyed iron powders. It is shown that the addition of a low-melting metal component, tin, has a positive effect on the compaction of the composite iron powder during electric pulse pressing. The density of samples from Dystaloy AB iron powder with the addition of 10% tin reaches 7.3–7.5 g/cm<sup>3</sup>. It is impossible to obtain such a density in the conventional cold pressing process at a pressure of 100–120 MPa. It is established that due to the short duration of thermal exposure during electric pulse pressing, diffusion processes do not have time to pass and the distribution of alloying elements in the iron base is uneven. A short thermal exposure causes oxidation of the surface of the powder particles, which also negatively affects the diffusion processes. Therefore, when obtaining alloyed powder materials by electric pulse pressing, the process must be carried out in a protective atmosphere. The revealed presence of a nanoscale substructure formed due to the effects of intense plastic deformation and temperature indicates the hardening of the powder composite material during electric pulse pressing. These features can be useful in the development of technologies alternative to the warm pressing of plasticized powders.

**Keywords.** Powder, alloying additives, composite, electric pulse pressing, diffusion, oxidation, nanoscale substructure.

**For citation.** Minko D. V., Dyachkova L. N., Pinchuk T. I. Structural features of a composite material produced by electric pulsed pressing from iron-based multi-component powder mixtures. *Foundry production and metallurgy*, 2023, no. 1, pp. 118–123. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2023-1-118-123>.

### Введение

Одним из важных направлений порошковой металлургии является производство композиционных материалов, которое включает традиционный ряд технологических операций: подготовку исходного порошка (рассев и смешивание); формование заготовок, как правило, с приложением давления; спекание и дополнительную обработку спеченных заготовок [1].

Для порошков с разными размерами и формой частиц и дисперсных порошков характерны плохая смешиваемость, склонность к расслоению при прессовании, нестабильность усадки при спекании. Вводимые пластификаторы и связующие вещества вносят посторонние примеси, ухудшающие физико-механические и эксплуатационные свойства, и значительно усложняют технологический процесс получения композиционных материалов. Разный химический состав порошковых компонентов композиционных материалов приводит к существенным различиям температуры спекания. В связи с этим актуальной является разработка технологий, учитывающих и устраняющих перечисленные недостатки.

Применение методов спекания электрическим током представляется перспективным для решения этой задачи. Существующие методы спекания прямым пропусканием электрического тока через порошок имеют ряд особенностей, позволяющих с успехом использовать их для получения порошковых материалов различной плотности [2]. Методы консолидации порошка с помощью электрического тока позволяют в некоторых случаях отказаться от использования защитных газовых сред или вакуума, а также совмещают в одной операции формование и спекание порошковых заготовок. Общим для всех этих методов является то, что консолидация частиц происходит при одновременном воздействии на них статического или динамического усилия прессования и постоянного или переменного импульсного электрического тока. При воздействии электрического тока на контактных участках между соседними частицами происходит интенсивный массоперенос в твердой фазе. Кроме того, поверхность частиц порошка в зоне контакта может расплавляться, что сопровождается ускорением процессов массопереноса. В результате происходит быстрая консолидация частиц во всем объеме прессовки. В зависимости от величины давления прессования и диапазона значений электрофизических параметров воздействия (характера, амплитуды и длительности протекания электрического тока) процесс консолидации может протекать по-разному. При этом в широких пределах изменяются структура и свойства получаемых порошковых материалов.

Среди разработанных в настоящее время технологий спекания электрическим током [2] особое место занимает одноосное двухстороннее электроимпульсное прессование (ЭИП) порошков, осуществляемое в закрытой пресс-форме при давлениях порядка  $10\text{--}10^3$  МПа с помощью высоковольтных разрядов малой длительности ( $10^{-4}\text{--}10^{-3}$  с) [3, 4]. Процесс ЭИП принципиально отличается от других методов консолидации прямым воздействием электрического тока более мощным тепловыделением за более короткий промежуток времени. Основным его преимуществом является достижение очень высоких температур ( $10^3\text{--}10^4$  К) в контактах между частицами порошка при сохранении низких температур внутри самих частиц [5].

В процессе ЭИП осевое уплотнение порошка осуществляется с помощью электродов-пуансонов, а радиальное – силами магнитного поля, возникающего при прохождении высокочастотного электрического импульса [6], что обеспечивает высокую равномерность плотности прессовки. Степень уплотнения зависит от свойств порошка и энергосиловых параметров процесса. В связи с тем что при ЭИП операции прессования и спекания порошка совмещены, отпадает необходимость применения связующих веществ и пластифицирующих добавок. С помощью высоковольтного электрического разряда можно консолидировать большинство порошков чистых металлов и сплавов, а также шихту из смеси компонентов различного химического состава с разными температурами спекания [3, 4].

Одна из областей применения ЭИП – получение композиционных материалов на основе железа, разработки которых в последние годы проводили в двух направлениях: улучшение прессуемости порошков и совершенствование технологий легирования [7]. В технологии получения диффузионно-легированных порошков используются невысокие температуры для диффузионного закрепления легирующих добавок (в основном никеля, молибдена и меди) на частицах железа [8]. Точная воспроизводимость химического состава шихты по объему прессовки обеспечивает получение высокопрочных изделий, обладающих стабильностью геометрической формы и размеров после термообработки. Однако добавки частиц графита и пластификатора не могут быть присоединены к частицам железа диффузионным методом, что приводит к их сегрегации при заполнении матрицы или при транспортировке. Органические добавки, используемые в связанных смесях, вводимые в шихту для закрепления легких компонентов и смазки [7],

препятствуют достижению теоретической плотности при прессовании, приводят к необходимости повышения давления прессования и температуры спекания.

Избавиться от перечисленных недостатков можно путем добавки в шихту легкоплавкого металлического компонента, который являлся бы смазкой в процессе ЭИП и активирующей добавкой при высокотемпературном спекании получаемого композиционного материала.

Цель исследования – изучение структурных особенностей образцов композиционного материала, полученного путем ЭИП многокомпонентных порошковых смесей на основе железа.

### Используемые материалы и методики исследования

В качестве основного компонента шихты для получения экспериментальных образцов использовали композиционный порошок Dystaloy AB фирмы Höganäs, Швеция, полученный на основе распыленного высокочистого порошка железа марки ASC100.29, в который диффузионным легированием введены 1,75 % Ni, 1,5 % Cu и 0,5 % Mo [8].

В качестве легкоплавкого металлического компонента шихты использовали порошок олова марки ПО-1 ГОСТ 9723-73, добавленный в количестве 10 мас.% в порошок Dystaloy AB путем механического легирования. Механоактивацию смеси исходных порошков Dystaloy AB и ПО-1 проводили в высокоэнергетической шаровой планетарной мельнице с водяным охлаждением в атмосфере аргона.

Экспериментальные образцы получали путем ЭИП шихты, находящейся в диэлектрической пресс-форме между электродами-пуансонами [3, 4], высоковольтного электрического разряда, синхронизированного по времени с процессом магнитно-импульсного прессования [9]. Для исследования структуры композиционного материала были изготовлены экспериментальные образцы диаметром 6 мм, высотой 5 мм. В процессе ЭИП удельная энергия импульса электрического тока составляла 3,4–3,6 кДж/г, длительность импульса – 80–100 мкс, давление прессования – 100–120 МПа.

Исследование микроструктуры исходных порошков и композиционного материала проводили на металлографическом микроскопе MEF-3 на нетравленных и травленных 3 %-ным раствором  $\text{HNO}_3$  в этиловом спирте шлифах.

Морфологию поверхности частиц порошка и структуру полученного композиционного материала изучали на сканирующих электронных микроскопах MIRA TESCAN и JEOL JSM-5600LV с микрорентгеноспектральной приставкой.

### Обсуждение результатов исследования

Электроннографические исследования частиц шихты показали, что в процессе механоактивации происходит расплющивание частиц, они приобретают форму чешуек размером 20–160 мкм и толщиной 6–10 мкм (рис. 1, а). Как показал анализ в обратно рассеянных электронах, структура частиц неоднородная (рис. 1, б). Микрорентгеноспектральный анализ позволил выявить, что в частицах железа равномерно распределены включения никеля и небольшое количество молибдена (рис. 2, а, б), а включения меди расположены неравномерно (рис. 2, в). Эти элементы вводятся при получении порошка Dystaloy AB. Частицы олова различных размеров располагаются либо на железных частицах, либо отдельно (рис. 2, г). МРСА шлифов порошка показал, что включения олова преимущественно располагаются в местах нахождения меди.

Состав исходного материала оказывает влияние на плотность и формирование структуры образцов при ЭИП. После ЭИП плотность образцов из порошка Dystaloy AB составила  $7,04 \text{ г/см}^3$ . Введение в порошок легкоплавкой добавки олова оказало положительное влияние на процесс уплотнения. Плотность образцов из механоактивированного порошка Dystaloy AB с добавкой 10 % олова достигла  $7,3\text{--}7,5 \text{ г/см}^3$ . Получить такую плотность при обычном процессе прессования невозможно.

В структуре железа наряду с беспористыми участками, в которых на границах частиц произошла рекристаллизация и образовались новые зерна, наблюдаются участки, где по границам частиц находятся поры, образующиеся вследствие наличия оксидов, возникающих в процессе нагрева при ЭИП (рис. 3, а). Исследование структуры при большом увеличении позволило выявить наличие полигональной наноразмерной субструктуры, образующейся вследствие воздействия пластической деформации и температуры (рис. 3, б). Следовательно, при ЭИП происходит упрочнение основы материала [10].

Высокая плотность образцов из механоактивированного порошка Dystaloy AB с добавкой 10 % олова объясняется образованием жидкой фазы в процессе ЭИП за счет плавления олова. В структуре наблюдаются выделения включений олова по границам частиц железной основы (рис. 4).

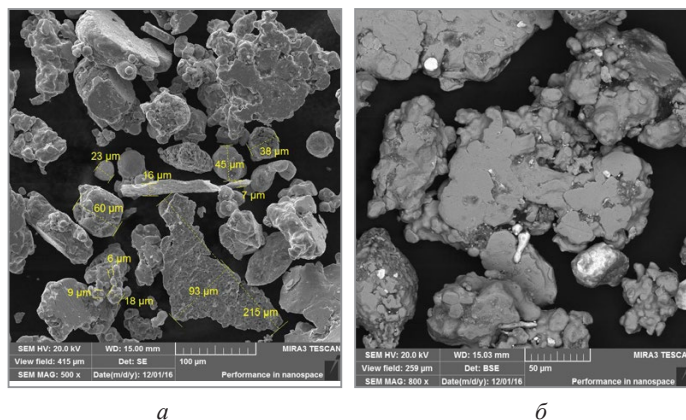


Рис. 1. Структура механоактивированного порошка Dystaloy AB + 10% Sn: *а* – в отраженных электронах; *б* – в обратно рассеянных электронах

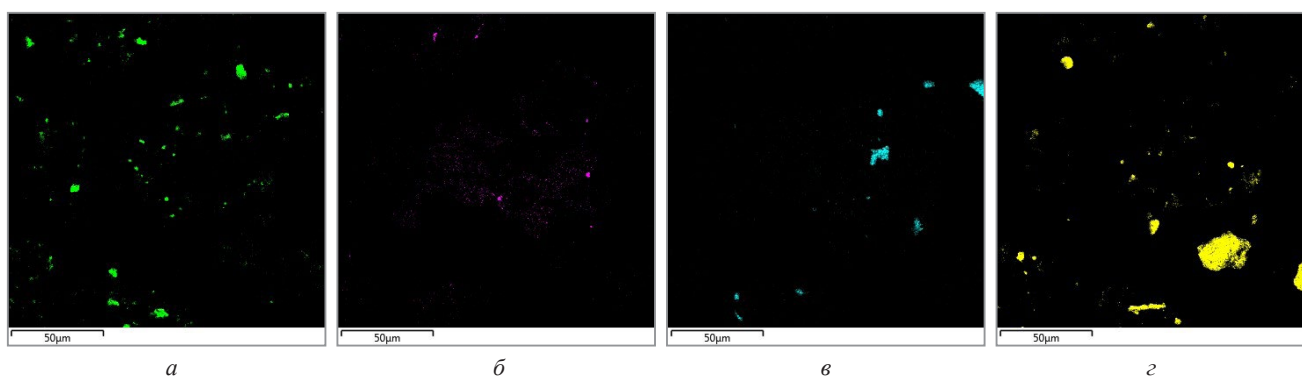


Рис. 2. Микрорентгеноспектральный анализ механоактивированного порошка Dystaloy AB + 10%Sn: *а* – Ni-излучение; *б* – Mo-излучение; *в* – Cu-излучение; *г* – Sn-излучение

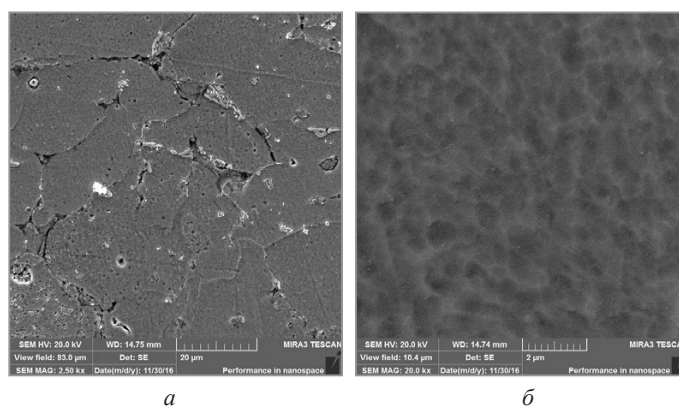


Рис. 3. Структура образца после ЭИП: *а* – х 500; *б* – х 5000

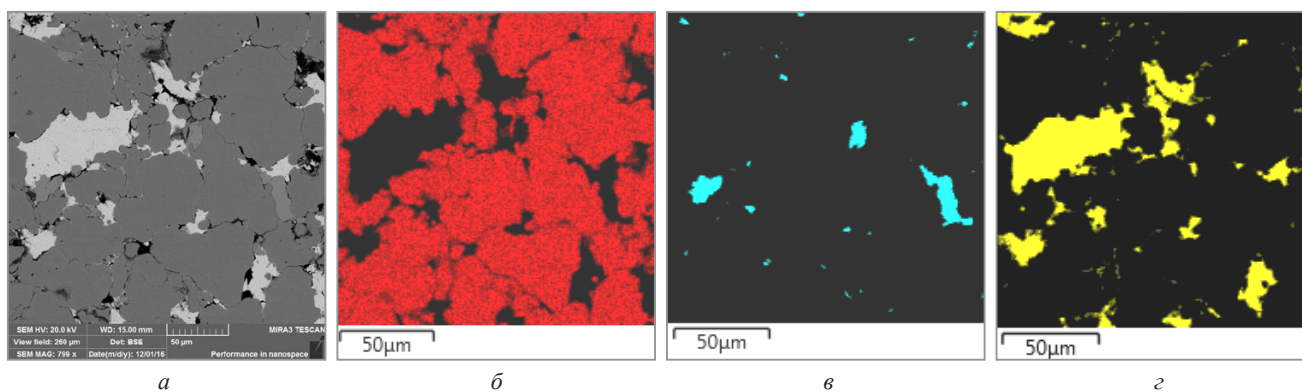


Рис. 4. Распределение железа, олова и меди в образце из механоактивированного порошка Dystaloy AB с добавкой 10% олова после ЭИП: *а* – в обратно рассеянных электронах; *б* – в Fe-излучении; *в* – Cu-излучении; *г* – Sn-излучении

Исследование распределения легирующих элементов, содержащихся в порошке Dystaloy AB, показало, что из-за кратковременности термического воздействия при ЭИП диффузионные процессы не успевают пройти, в результате в материале они расположены неравномерно (рис. 5, а, б) и это отрицательно сказывается на прочностных свойствах материала. Поэтому при получении таким способом легированных порошковых сталей необходимо проводить дополнительное печное спекание для создания однородной структуры. Печное спекание необходимо еще и потому, что в процессе ЭИП на воздухе происходит существенное окисление частиц порошка (рис. 5, в), что также снижает прочность материала.

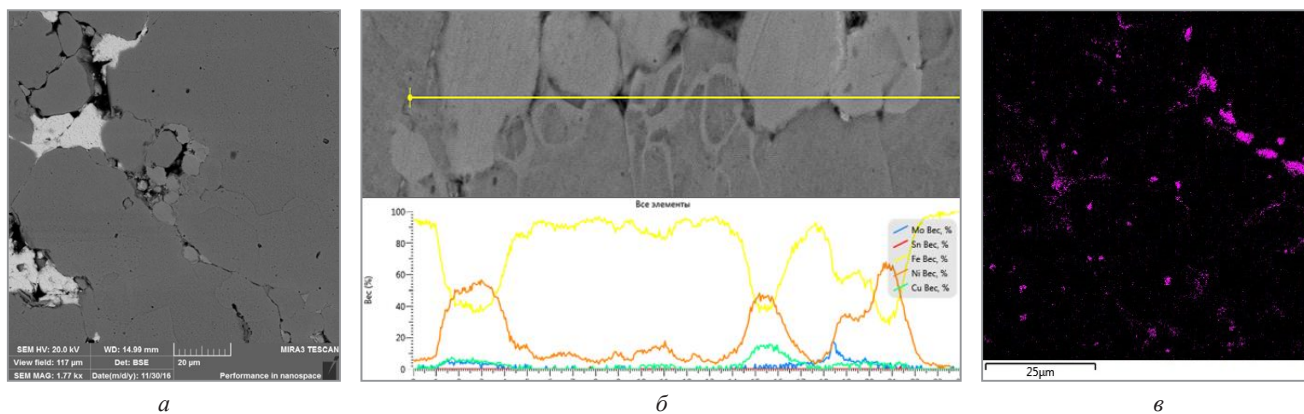


Рис. 5. Структура (а), распределение легирующих элементов (б) и кислорода (в) в образце из механоактивированного порошка Dystaloy AB с добавкой 10% олова после ЭИП

В то же время воздействие температуры и пластической деформации приводит к формированию в полученном материале наноразмерной субструктуры (см. рис. 3, б), которая характерна для упрочненного состояния.

### Выводы

Проведенные исследования показали, что добавка легкоплавкого металлического компонента (олова) оказывает положительное влияние на уплотняемость композиционного порошка железа при ЭИП. Плотность образцов из механоактивированного порошка Dystaloy AB с добавкой 10% олова достигает 7,3–7,5 г/см<sup>3</sup>. Получить такую плотность при обычном процессе холодного прессования при давлении 100–120 МПа невозможно. Повышение плотности материала с добавками олова подтверждает правильность предположения о повышении эффективности механизма массопереноса при ЭИП в условиях образования жидкой фазы.

Установлено, что из-за кратковременности термического воздействия при ЭИП диффузионные процессы пройти не успевают и распределение легирующих элементов в железной основе неравномерное. Кроме того, в процессе ЭИП происходит существенное окисление поверхности частиц порошка, что также отрицательно сказывается на диффузионных процессах. Поэтому при получении легированных порошковых материалов путем ЭИП процесс необходимо проводить в защитной атмосфере.

Выявленное наличие наноразмерной субструктуры, образующейся вследствие воздействия пластической деформации и температуры, свидетельствует об упрочнении порошкового композиционного материала при ЭИП.

Перечисленные особенности ЭИП многокомпонентных порошковых смесей на основе железа могут быть полезны при разработке технологий, альтернативных теплому прессованию пластифицированных порошков.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Powder Metallurgy / Edited by Dr. Katsuyoshi Kondoh. Intech, 2012. 124 p.
2. Grasso, S. Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008 / S. Grasso, Y. Sakka, G. Maizza // Science and Technology of Advanced Materials, 2009. No 10. P.1–24.
3. Белявин, К.Е. Теория и практика электроимпульсного спекания пористых порошковых материалов / К.Е. Белявин, В.В. Мазюк, Д.В. Минько, В.К. Шелег. Минск: ООО «Ремико», 1997. 180 с.
4. Григорьев, Е.Г. Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков. М.: Изд-во МИФИ, 2008. 52 с.
5. Kuznechik, O.O. Registration of spark plasma sintering temperature of titanium powders / O.O. Kuznechik, D.V. Minko, K.E. Beljavin // VII International Conference “Plasma Physics and Plasma Technology”. Minsk, September 17–21, 2012. Minsk, “Kovcheg”. P. 80–83.

6. **Minko, D.** Theoretical and experimental estimation of influence skin and pinch effects on spark plasma sintering process of powders / D. Minko, K. Beljavin, O. Kuznechik // VII International Conference "Plasma Physics and Plasma Technology". Contributed papers, vol. I. Minsk, Belarus, September 17–21, 2012. Minsk. "Kovcheg". P. 164–167.
7. **Витязь, П. А.** Порошковая металлургия в мире и Беларуси: 1990–2010. Состояние, проблемы, перспективы / П. А. Витязь, Ф. Ф. Ильющенко, В. В. Савич // Инженерия поверхности. Новые порошковые композиционные материалы. Сварка. В 2-х ч. Ч. 1. Минск: Институт порошковой металлургии ГНПО ПМ НАН Беларуси, 2011. С. 22–54.
8. Железные и стальные порошки Höganäs для производства порошковых деталей. Höganäs AB, 2004. 393 с.
9. **Стрижаков, Е. Л.** Разрядно-импульсная обработка материалов / Е. Л. Стрижаков, С. В. Нескоромный, Д. В. Минько. Ростов-на-Дону: Издательский центр ДГТУ, 2016. 201 с.
10. **Бернштейн, М. Л.** Структура деформированных материалов. М.: Металлургия, 1977. 431 с.

## REFERENCES

1. Powder Metallurgy / Edited by Dr. Katsuyoshi Kondoh. -Intech, 2012, 124 p.
2. **Grasso S., Sakka Y., Maizza G.** Electric current activated / assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008. Science and Technology of Advanced Materials, 2009, no.10, pp.1–24.
3. **Beljavin K. E., Mazjuk V. V., Min'ko D. V., Sheleg V. K.** *Teorija i praktika jelektoimpul'snogo spekanija poristyh poroshkovyh materialov* [Theory and practice of electropulse sintering of porous powder materials]. Minsk, ООО "Remiko" Publ., 1997, 180 p.
4. **Grigor'ev E. G.** *Jelektoimpul'snaja tehnologija formirovanija materialov iz poroshkov* [Electropulse technology for the formation of materials from powders]. Moscow, Izdatel'stvo MIFI Publ., 2008, 152 p.
5. **Kuznechik O. O., Minko D. V., Beljavin K. E.** Registration of spark plasma sintering temperature of titanium powders. VII International Conference "Plasma Physics and Plasma Technology", vol. I. Minsk, Belarus, September 17–21, 2012, Minsk, "Kovcheg", pp. 80–83.
6. **Minko D. V., Beljavin K. E., Kuznechik O. O.** Theoretical and experimental estimation of influence skin and pinch effects on spark plasma sintering process of powders. VII International Conference "Plasma Physics and Plasma Technology". Contributed papers, vol. I. Minsk, Belarus, September 17–21, 2012, Minsk, "Kovcheg", pp.164–167.
7. **Vitjaz' P. A., P'jushhenko F. F., Savich V. V.** Poroshkovaja metallurgija v mire i v Belarusi: 1990–2010. Sostojanie, problemy, perspektivy [Powder metallurgy in the world and in Belarus: 1990–2010. Status, problems, prospects]. Minsk, Institut poroshkovej metallurgii GNPO PM NAN Belarusi Publ., *Inzhenerija poverhnosti. Noveje poroshkovye kompozicionnye materialy. Svarka = Surface engineering. New powder composite materials. Welding*, V 2 ch., Ch. 1, 2011, pp. 22–54.
8. *Zheleznye i stal'nye poroshki Höganäs dlja proizvodstva poroshkovyh detalej* [Höganäs iron and steel powders for the production of powder parts]. Höganäs AV, 2004, 393 p.
9. **Strizhakov E. L., Neskormnyj S. V., Min'ko D. V.** *Razrjadno-impul'snaja obrabotka materialov* [Discharge-pulse processing of materials]. Rostov-na-Donu, Izdatel'skij centr DGTU Publ., 2016, 201 p.
10. **Bernshtejn M. L.** *Struktura deformirovannyh materialov* [Structure of deformed materials]. Moscow, Metallurgija Publ., 1977, 431 p.