

**БЕЛОРУССКАЯ ГОСУДАРСТВЕННАЯ ПОЛИТЕХНИЧЕСКАЯ
АКАДЕМИЯ**

УДК 621. 762. 55. 669. 71. 017

РОМАНЕНКОВ Владимир Евгеньевич

**РАЗРАБОТКА ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ПРОНИЦАЕМЫХ
МАТЕРИАЛОВ ИЗ ПОРОШКОВ АЛЮМИНИЯ НА ОСНОВЕ
СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОВЕРХНОСТНОЙ
ОКСИДНОЙ ПЛЕНКЕ**

05.02.01 – Материаловедение в машиностроении

05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные материалы

**Автореферат диссертации на соискание ученой
степени кандидата технических наук**

Минск 1996

Работа выполнена в Белорусском государственном научно - производственном концерне порошковой металлургии и в Межотраслевом институте повышения квалификации при Белорусской государственной политехнической академии.

Научный руководитель - доктор технических наук, профессор
БОГИНСКИЙ Л.С.

Научный консультант - кандидат технических наук РЕУТ О.П.

Официальные оппоненты: доктор технических наук, профессор
ГОРДИЕНКО А.И.,

кандидат технических наук
ПИЛИНЕВИЧ Л.П.

Оппонирующая организация: НИИ прикладных физических проблем
при Белгосуниверситете (г. Минск).

Защита состоится "25" сентября 1996 г. в 14 часов
на заседании Совета Д.02.05.06 по защите диссертаций в Бело-
русской государственной политехнической академии по адресу:
220027, г.Минск, проспект Фр. Скорины, 85, корп.1, ауд.202.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Белорус-
ской государственной политехнической академии.

Автореферат разослан "25" сентября 1996 г.

Ученый секретарь Совета по защите
диссертаций Д.02.05.06, кандидат
технических наук, доцент

 Б.М. НЕМЕНЕНОК

© Романенков В.Е., 1996

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы диссертации. Порошковая металлургия как одна из важных отраслей современной техники позволяет получать пористые проницаемые материалы (ППМ), которые находят широкое применение в качестве фильтров, азараторов, глушителей шума, смесителей, катализаторов, капиллярных структур в различных теплопередающих устройствах. В настоящее время разработаны и производятся ППМ из порошков титана, нержавеющей стали, бронзы, меди, никеля, керамики. Производство перечисленных порошков и изделий из них, как правило, требует высоких энергозатрат, а некоторые из них стали труднодоступными, так как не производятся промышленностью Республики Беларусь. Вследствие трудностей, испытываемых экономикой нашей республики, значительный интерес представляет разработка новых наукоемких энерго- и ресурсосберегающих процессов, в частности технологии получения ППМ из алюминия. Доступность сырья, технологичность процесса распыления порошков, низкая плотность, высокие тепло- и электропроводность, коррозионная стойкость, низкие энергосиловые затраты при получении конечной продукции определяют экономическую целесообразность разработки и применения алюминиевых ППМ, которые в ряде случаев способны заменить дорогостоящие и энергоемкие материалы и процессы. Однако широкое изготовление алюминиевых ППМ сдерживается значительными технологическими трудностями, обусловленными природой алюминия, наличием на частицах порошка невосстанавливаемой прочной поверхностной оксидной пленки (ПОКП), препятствующей спеканию. Особенности прессования и спекания алюминиевых ППМ изучены недостаточно, практически отсутствуют теоретические и экспериментальные работы, рассматривающие влияние микроструктуры ПОКП на механизмы твердофазного спекания порошков алюминия.

В связи с вышеизложенным разработка процесса получения ППМ из алюминия - задача актуальная. Успешное ее решение возможно при комплексном обосновании проблемы, выработке приемлемой научной гипотезы, проведении аналитических и экспериментальных исследований основных закономерностей структурообразования пористого алюминиевого тела и разработке новых эффективных приемов активации твердофазного спекания порошков алюминия.

Связь работы с крупными научными программами. Настоящая работа выполнена в Белорусском государственном научно - производственном концерне порошковой металлургии, а также на кафедре "Лазерная техника и новые материалы" МИПК при БГУПА в соответствии с тематическими планами ГВ НИР: "Разработать энергосберегающие технологические процессы и оборудование для изготовления проницаемых порошковых материалов широкого целевого назначения" на 1994-1995 г.г. и "Создать теоретические основы структурообразования пористого алюминиевого тела и разработать новые технологические процессы изготовления алюминиевых порошковых проницаемых материалов широкого целевого назначения" на 1996 - 1998 г.г., утвержденными Министерством образования и науки РБ.

Цель работы и задачи исследования. Целью работы является решение проблемы энерго- и ресурсосбережения за счет разработки процесса получения ППМ и изделий из порошков алюминия.

Для достижения поставленной цели были сформулированы и решены следующие задачи.

1. Определить критерии подхода к преодолению пассивирующего влияния ПОКП на основании анализа существующих способов формирования микроструктуры пористого алюминиевого тела.

2. Аналитически обосновать возможность активации процесса спекания путем формирования несплошностей в ПОКП при термообработке порошков алюминия.

3. Исследовать кинетику полиморфных превращений в ПОКП, определить влияние микроструктуры ПОКП на механизмы диффузии при твердофазном спекании свободно насыпанных порошков алюминия.

4. Исследовать процесс формирования микроструктуры ППМ при сухом радиально - изостатическом прессовании порошков алюминия и последующем спекании, разработать опытно - промышленную установку и прессовую оснастку для получения изделий сложной формы.

5. На основании проведенных исследований разработать новую технологию получения ППМ и изделий из порошков алюминия.

Научная новизна. Работа содержит новые научно обоснованные результаты аналитических и экспериментальных исследований в области формования и спекания порошков алюминия, совокупность которых имеет существенное значение для развития известных и создания новых процессов получения ППМ из металлических порошков. Научная новизна полученных результатов заключается в следующем.

1. Исследовано влияние микроструктуры ПОКП на процессы формирования структуры и свойств ШПМ при твердофазном спекании в вакууме свободно насыпанных и спрессованных высокочистого и технически чистого порошков алюминия.

2. Исследована кинетика кристаллизации ПОКП аморфного строения при термообработке порошка алюминия в окислительной и нейтральной средах. Установлена возможность формирования несплошностей в ПОКП в виде сквозных каналов в процессе изменения ее микроструктуры.

3. Аналитически обоснован механизм активации диффузионного массопереноса при твердофазном спекании порошков алюминия, основанный на формировании несплошностей в ПОКП и плакировании частиц порошка алюминиевой пленкой.

4. Исследован и разработан новый способ активации твердофазного спекания, основанный на формировании несплошностей в ПОКП в процессе ее полиморфных превращений при термообработке порошков алюминия в вакууме, вытеснении алюминия через несплошности на поверхность частиц и плакировании частиц порошка пленкой алюминия. Установлено, что структура ПОКП определяет способность порошка алюминия к спеканию. Макродефекты в виде сквозных каналов присутствуют в ПОКП кристаллического или аморфно - кристаллического строения и полностью отсутствуют в ПОКП аморфного строения, вследствие чего спеканию частиц алюминия с ПОКП аморфного строения предшествует период времени, в течение которого происходит кристаллизация ПОКП и образование в ней несплошностей.

5. Исследовано формирование структуры и свойств ШПМ в процессе сухого радиально-изостатического прессования порошков алюминия и последующего спекания в вакууме. Установлено, что механизмы спекания спрессованных порошков также определяются микроструктурой ПОКП на поверхности частиц.

Практическая и экономическая значимость результатов работы.
На основании проведенных исследований разработана новая технология получения алюминиевых ШПМ различного назначения, включающая сухое радиально - изостатическое прессование порошков алюминия и последующее спекание в вакууме. Разработана и изготовлена опытно-промышленная установка для сухого изостатического прессования порошковых материалов. На кафедре "Лазерная техника и новые материалы" МИПК при БГУА организован опытный участок по изготовлению

алюминиевых ППМ.

Разработанные ППМ из порошков алюминия нашли применение в АНК "Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова" АНБ в качестве капиллярной структуры тепловых труб и в научно-исследовательском центре "НТ-БИКТ" Белорусской инженерно-технологической академии в качестве капиллярной структуры теплообменного аппарата, используемого в конструкции калориметра по определению энергосодержания природного газа и органических веществ.

Основные положения, выносимые на защиту.

1. Результаты исследования кинетики полиморфных превращений ПОКП при термообработке порошков алюминия в окислительной и нейтральных средах, в процессе которых в ПОКП формируются несплошности в виде сквозных каналов.

2. Результаты аналитических и экспериментальных исследований влияния микроструктуры ПОКП на механизмы диффузионного массопереноса при твердофазном спекании порошков алюминия, новый способ активации спекания, основанный на плакировании исходных частиц порошка алюминиевой пленкой.

3. Результаты экспериментальных исследований формирования структуры и свойств ППМ в процессе сухого радиально-изостатического прессования порошков алюминия и последующего спекания в вакууме.

4. Разработанные новые технологии и оборудование для получения алюминиевых ППМ различного назначения.

Личный вклад соискателя. Автором диссертации разработаны основные положения работы, рассматривающие влияние микроструктуры и свойств ПОКП на механизмы спекания порошков алюминия. Исследована кинетика полиморфных превращений в ПОКП при термообработке порошков алюминия в окислительной и нейтральных средах. Разработана научная гипотеза о возможности активации спекания порошков алюминия за счет формирования несплошностей в ПОКП в виде сквозных каналов при термическом вакуумировании порошков алюминия. Проведены аналитические и экспериментальные исследования процесса спекания и установлено, что механизмы спекания порошков алюминия определяются структурой ПОКП и наличием в ней несплошностей в виде сквозных каналов. Разработана опытно-промышленная установка и исследован процесс формирования структуры и свойств ППМ в процессе сухого радиально-изостатического прессования порошков алюминия и

последующего спекания в вакууме.

Соавторы научных публикаций и изобретений, результаты которых вошли в диссертацию, осуществляли общее научное руководство работой, проводили электронномикроскопические, термоаналитические и микроструктурные исследования на различных этапах изучения процесса формирования алюминиевых ППМ, принимали участие в обсуждении результатов исследований.

Апробация результатов работы. Основные результаты работы доложены и обсуждены на:

VI Всесоюзной научно-технической конференции "Горячее прессование в порошковой металлургии", июнь 1985 г., г. Новочеркасск;

IV Всесоюзном симпозиуме "Свойства малых частиц и островковых металлических пленок", октябрь 1985 г., г. Сумы;

Международной научной конференции "Проблемы промышленной экологии и комплексная утилизация отходов производства", октябрь 1995 г., г. Витебск;

II конференции "НОМАТЕХ - 96 " "Материалы, технологии, инструмент", 15 - 17 мая 1996 г., г. Минск;

I белорусско-германском семинаре "Передовые технологии производства материалов и восстановления изношенных деталей", 12 - 13 апреля 1996 г., г. Минск.

Публикации. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 6 статьях в научно-технических журналах, в том числе 1 международном, 5 тезисах докладов научно-технической конференции, в том числе 1 международном, и защищены 3 авторскими свидетельствами.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, общей характеристики работы; пяти глав, общих выводов и приложения. Она изложена на 86 страницах машинописного текста, содержит 47 иллюстраций, 10 таблиц, приложение на 2 страницах и список использованных источников в количестве 122 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении представлена оценка современного состояния решаемой проблемы, обоснована актуальность темы, показана теоретическая и практическая значимость работы.

В общей характеристике работы показаны актуальность темы диссертации, связь работы с крупными научными программами, сформулированы цель и задачи исследования, научная новизна, практическая и экономическая значимость результатов работы, основные положения, выносимые на защиту, личный вклад соискателя, апробация и опубликованность результатов работы, структура и объем диссертации.

В первой главе приведен анализ существующих способов получения алюминиевых ППМ. Показано, что процесс спекания порошков алюминия существенно затруднен вследствие наличия на частицах тугоплавкой, невосстанавливаемой ПОКП, препятствующей формированию металлических контактов между частицами. В связи с этим большинство существующих способов получения алюминиевых ППМ предусматривает механическое разрушение ПОКП в процессе прессования порошков или диспергирование ПОКП жидкой фазой при спекании эвтектических сплавов алюминия. Процесс прессования порошков алюминия в жесткой матрице связан с рядом технологических трудностей, обусловленных образованием мостиков холодной сварки частиц порошка с прессовым инструментом и поверхностным закрытием пор прессовки. Жидкофазное спекание требует поддержания температуры в узком диапазоне, что вызывает определенные сложности при использовании серийного печного оборудования.

Анализ литературных данных показывает, что, несмотря на определенные успехи в области создания алюминиевых ППМ, пока не существует достаточно простой и дешевой промышленной технологии их получения. Большинство рекомендаций носит эмпирический характер, не разработаны простые и эффективные способы преодоления пассивирующего влияния ПОКП при твердофазном спекании порошков алюминия. Среди значительного количества публикаций, посвященных изучению структуры и свойств ПОКП на порошках алюминия, практически отсутствуют работы, рассматривающие взаимосвязь состояния поверхности частиц алюминия с механизмами спекания. На этом основании сделан вывод о необходимости исследования влияния структуры ПОКП на механизмы твердофазного спекания порошков алюминия и разработке на этой основе новой технологии получения алюминиевых ППМ. В качестве наиболее приемлемого способа прессования порошков алюминия выбран способ сухого радиально-изостатического прессования. Для активации процесса твердофазного спекания выбран наиболее эф-

фективный, но ранее не изученный процесс изменения микроструктуры ПОКП при термообработке порошков алюминия.

Объектом исследований в настоящей работе являются высококачественный и технически чистый порошок алюминия с частицами сферической формы, полученные распылением расплава инертным газом. Выбор порошков обусловлен, во-первых, технологичностью способа их получения, во-вторых, относительно высокой химической чистотой, предполагающей отсутствие влияния примесей на микроструктуру ПОКП и механизмы спекания порошков, и, в-третьих, сферической формой частиц, которая наиболее удобна для постановки модельных экспериментов по изучению механизмов спекания.

Во второй главе приводится обоснование и выбор оборудования и методик для исследования микроструктуры и свойств исходных порошков алюминия и ПОКП, кинетики полиморфных превращений ПОКП, структуры и свойств алюминиевых ППМ. Дается характеристика приборов и оборудования, используемых для получения ППМ и проведения экспериментов.

В работе использовались современные высокоэффективные методы исследования. Химический состав порошков определяли на атомно-адсорбционном спектрофотометре модели 503 ("Перкин - Эльмер", Швейцария). Исследование топографии поверхности и микроструктуры порошков и ППМ проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа "Нанолаб- 7" ("Оптон", ФРГ) и на металлсграфическом микроскопе модели MeF- 2 ("Рейхерт", Австрия). Гранулометрический состав порошков определяли на автоматическом анализаторе частиц модели ТА ("Кульtronикс", Франция) и с помощью телевизионного микроскопа "Квантимет- 720" ("Метал Рисеч", Англия). Удельную поверхность порошков определяли методом БЭТ на приборе модели 2100 D ("Микрометрикс", США). Технологические свойства исходных порошков алюминия исследовали по ГОСТ 20899- 75, ГОСТ 19440- 74 и ГОСТ 25279- 82.

Содержание кислорода в порошках определяли с помощью анализатора модели O2A2002 ("Лейболд- Гереус", ФРГ). По содержанию кислорода и величине удельной поверхности рассчитывали толщину ПОКП на частицах алюминия. Термические эффекты, возникающие при термообработке порошков алюминия на воздухе и зависящие от строения ПОКП, исследовали термоаналитическим методом с помощью прибора модели 5100 D ("Паулик", Венгрия). Исследование микрострук-

туры ПОКП осуществляли методом просвечивающей электронной микроскопии на приборе модели УЭМЗ - 100 В с использованием углеродных реплик и усовершенствованной методики препарирования ПОКП.

Прессование порошков алюминия проводили на специально разработанной экспериментальной установке для сухого радиально - изостатического прессования. Спекание свободно насыпанных порошков и спрессованных изделий проводили в вакуумной печи модели СВМЛ, З. 1/12-ИИ. Исследование структуры ППМ осуществляли с помощью микрошлифов, получаемых по известным методикам.

Статическую прочность ППМ на изгиб определяли на универсальной испытательной машине модели 1195 ("Инстрон", Англия) по ГОСТ 18228- 72. Косвенную оценку качества спекания осуществляли путем измерения электропроводности ППМ методом вихревых токов на приборе ВЭ- 21Н. Пористость, максимальный и средний размер пор, коэффициент проницаемости ППМ определяли по ГОСТ 25281- 82 и ГОСТ 25283- 82. Результаты исследований обрабатывались методами математической статистики.

В третьей главе изложены результаты исследования исходных порошков и микроструктуры ПОКП, основные свойства которых приведены в таблице. Различия в содержании O_2 , толщине и структуре ПОКП обусловлены разными скоростями охлаждения частиц при получении порошков. Высокая скорость охлаждения мелкодисперсных час-

Свойства исходных порошков алюминия и ПОКП

Марка порошка	Размер частиц, мкм	Размер зерна, мкм	Удельн. поверх. m^2/g	Содерж. O_2 , мас. %/г	Содерж. O_2 , мас. %/ m^2	Толщина ПОКП, нм	Структура ПОКП
ПА-ВЧ-1	-0,03- +0,01	6,4	0,1451	0,29	2,3	9,6	аморф.
A-8	-0,315- +0,2	18,9	0,0096	0,095	3,8	23,8	τ - Al2O3

тиц обуславливает формирование ПОКП аморфного строения, более низкое содержание кислорода в единице поверхности порошка и меньшую толщину ПОКП на частицах порошка ПА - ВЧ - 1 по сравнению с

крупнодисперсным порошком А - 8.

Оксид аморфного строения термодинамически неустойчив и при термообработке порошка ПА - ВЧ - 1 превращается в кристаллический γ - Al_2O_3 . В процессе полиморфного превращения происходит уменьшение площади оксидной оболочки, а при термообработке на воздухе окисление обнажившихся участков металлического ядра частицы. Окисление алюминия сопровождается выделением тепла, о чем свидетельствует наличие экзотермического пика на кривой ДТА, и скачкообразным увеличением массы порошка в интервале температур 520-550 °С (рис.1). Экзотермический пик и увеличение массы отсутствуют, если ПОКП имеет кристаллическое строение. Термообработка порошка в вакууме позволяет зафиксировать несплошности, образующиеся в ПОКП в процессе ее кристаллизации. Термический анализ процесса окисления порошка алюминия на воздухе позволил установить уменьшение площади экзотермического пика на кривых ДТА с увеличением времени предварительной термообработки в вакууме при температуре

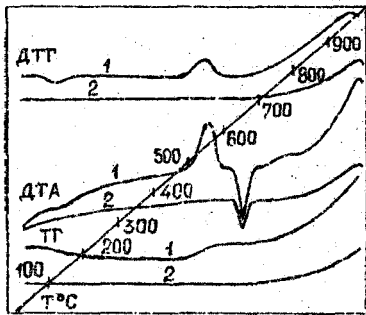


Рис.1. Дериватограмма процесса окисления на воздухе порошков ПА-ВЧ-1 (1) и А-8 (2).

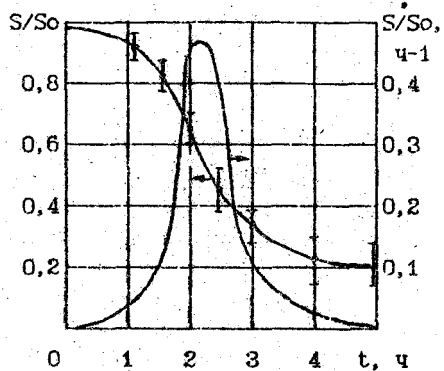


Рис.2. Кинетика кристаллизации аморфной ПОКП при термообработке порошка ПА-ВЧ-1

580 °С и полуколичественно определить взаимосвязь между длительностью термообработки в вакууме и содержанием образующейся при этом кристаллической фазы путем построения зависимости $S / So = f(t)$, где S - площадь экзотермического пика, образовавшегося при окислении порошка, предварительно термообработанного в вакууме в

течение t часов, S_0 - площадь экзотермического пика исходного порошка (рис. 2). Полученная графическая зависимость имеет экспоненциальный характер, что свидетельствует о диффузионном механизме процесса кристаллизации аморфной ПОКП при термообработке порошка в вакууме,

В четвертой главе предложена схема формирования несплошностей в ПОКП в виде сквозных каналов при термообработке порошков алюминия. Показана возможность вытеснения алюминия на поверхность частицы порошка через несплошности в ПОКП под действием термических напряжений, и рассчитана толщина плакирующей частицу металлической пленки. В результате плакирования двухфазная система $Al - Al_2O_3$ - Al , представляющая исходный единичный контакт между соприкасающимися частицами порошка алюминия, трансформируется в однофазную $Al - Al$, для которой была рассчитана кинетика роста межчастичного контакта по известным уравнениям диффузионного спекания при контролируемых механизмах поверхностной и объемной диффузии для порошков различной дисперсности.

Результаты аналитических исследований процессов твердофазного спекания порошков алюминия подтверждены экспериментальными данными. Вытеснение алюминия на поверхность частиц через несплошности в ПОКП, расположенные на границах между аморфной и кристаллической фазами или на границе между кристаллитами $\gamma - Al_2O_3$ в зависимости от структуры ПОКП, обеспечило необходимые условия для плакирования частиц алюминия металлической пленкой и формирования качественных межчастичных контактов при спекании (рис. 3 а, б).

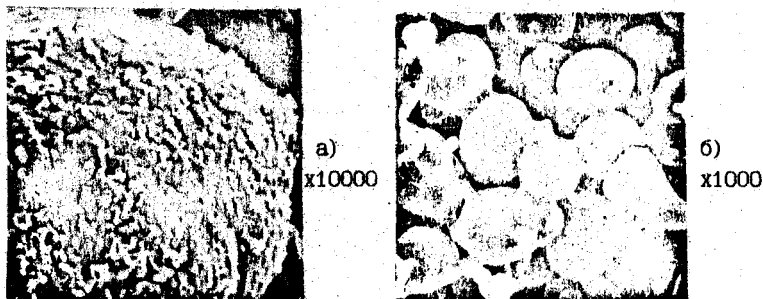


Рис. 3. Микроструктура поверхности частиц порошка ПА - ВЧ - 1, спеченного в вакууме при температуре 600 °С в течение 2 ч (а) и 3,5 ч (б)

Сравнение расчетного и экспериментального результатов исследования кинетики спекания порошка ПА - ВЧ - 1 при 600 °С показало, что экспериментальные данные отстают от расчетных на 2 - 2,2 ч (рис. 4). Обнаруженное отставание обусловлено тем, что в течение указанного промежутка времени происходит кристаллизация ПОКП аморфного строения, не имеющей макродефектов, и формирование в ней несплошностей в виде сквозных каналов. Начало формирования контактов между частицами порошка совпадает по времени с максимальной скоростью кристаллизации аморфной ПОКП (рис. 2) и соответствует превращению половины объема исходного аморфного оксида.

Отсутствие несплошностей в ПОКП аморфного строения обусловило отставание по времени при формировании прочностных свойств ППМ из порошка ПА-ВЧ-1 (рис. 5) в отличие от порошка А - 8, частицы

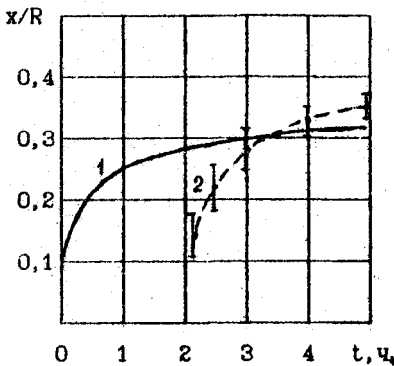


Рис. 4. Расчетный (1) и экспериментальный (2) результаты исследования кинетики спекания порошка ПА-ВЧ-1

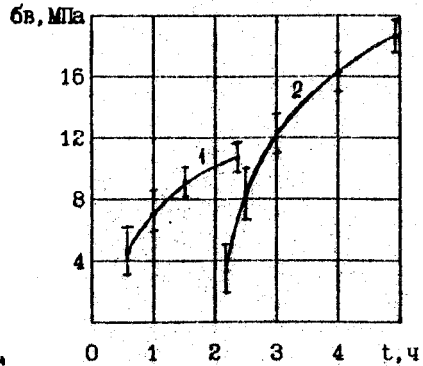


Рис. 5. Зависимость бв ППМ из порошков А-8 (1) и ПА- ВЧ- 1 (2) от времени спекания

которого покрыты ПОКП кристаллического строения, несплошности в которой образуются на границах между кристаллитами γ - Al_2O_3 непосредственно на стадии получения порошка.

ППМ, полученные спеканием свободно насыпанных порошков алюминия, имеют высокую пористость и, следовательно, высокую проницаемость для жидкостей и газов. Однако для спекания свободно насыпанного порошка необходимо применять оснастку из материалов, не

реагирующих с алюминием, что не всегда технологически выгодно. Более рациональной является технология, включающая сухое радиально - изостатическое прессование порошка и последующее спекание в вакууме. Исследование формирования свойств ППМ, полученных в процессе сухого радиально-изостатического прессования и последующего спекания в вакууме, показало, что физико - механические и гидравлические свойства ППМ в зависимости от давления прессования и гранулометрического состава порошка могут изменяться в достаточно широких пределах. Механизмы спекания спрессованных ППМ, как и свободно насыпанных порошков, определяются структурой ПОКП, образованием в ней несплошностей при термообработке, поскольку ПОКП обладает определенной пластичностью, вследствие чего невозможно ее интенсивное механическое разрушение за счет пластического деформирования частиц алюминия при прессовании проницаемых изделий.

В пятой главе приведены результаты разработки технологии получения ППМ из порошков алюминия, рассмотрены вопросы внедрения разработанных материалов и изделий в промышленность, проведен сравнительный анализ характеристик ППМ из алюминия и материалов, широко используемых при получении ППМ, показаны перспективы развития энерго- и ресурсосберегающих технологий получения ППМ из порошков алюминия.

Для реализации процесса сухого радиально - изостатического прессования была спроектирована и изготовлена опытно-промышленная установка и прессовая оснастка для прессования изделий сложной формы. В отличие от экспериментальной опытно-промышленной установки является полуавтоматической и позволяет получать изделия больших габаритов и сложной формы.

Разработана технология получения алюминиевых ППМ, включающая сухое радиально - изостатическое прессование порошков алюминия и последующее спекание изделий в вакууме. Применение разработанной технологии для получения капиллярной структуры тепловых труб, которые использованы в конструкции калориметра по определению энергосодержания природного газа и органических веществ, позволило заменить ранее используемую капиллярную структуру из порошка меди, увеличить величину капиллярного напора, уменьшить массу тепловой трубы и снизить ее себестоимость. Разработанные алюминиевые ППМ внедрены в АНК " Институт тепло- и массообмена им А. В. Лыкова" АНБ и в научно - исследовательском центре "НТ- ВИКТ" Бело-

русской инженерно - технологической академии.

Проведен сравнительный анализ свойств алюминиевых ППМ, полученных по разработанной технологии, и ППМ из порошков титана, бронзы, меди, нержавеющей стали, никеля. Показано, что алюминиевые ППМ по ряду своих свойств не уступают перечисленным материалам и требуют более низкие энергосиловые затраты на различных стадиях технологического процесса их получения.

Определены перспективы развития энерго- и ресурсосберегающей технологии получения алюминиевых ППМ, которые могут быть осуществлены по следующим направлениям: разработка и реализация схемы уплотнения порошка на матрицу, позволяющая снизить энергосиловые затраты на сжатие рабочей жидкости и эластичных оболочек при сухом радиально- изостатическом прессовании; разработка технологии спекания алюминиевых ППМ, позволяющей отказаться от использования дорогостоящих защитных сред.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. На основании проведенного обзора процессов получения алюминиевых ППМ показана их перспективность в условиях Республики Беларусь с точки зрения энерго- и ресурсосбережения. Установлено, что наиболее предпочтительным способом прессования порошков алюминия, обеспечивающим максимальное число положительных технологических факторов, является сухое радиально - изостатическое прессование, позволяющее получать ППМ с равномерной пористостью, избежать поверхностного закрытия пор и обеспечивающее высокую культуру производства. Наиболее рациональными способами преодоления пассивирующего влияния ПОКП при твердофазном спекании порошков алюминия являются способы, включающие термическое воздействие на порошок, в процессе которого ПОКП претерпевает структурные превращения с одновременным образованием в ней несплошностей.

2. Усовершенствована методика препарирования ПОКП для исследования ее микроструктуры методом просвечивающей электронной микроскопии, включающая нанесение на частицу порошка углеродной пленки в качестве матрицы - носителя и последующее растворение металлического ядра химическим путем. Разработана методика исследования кинетики полиморфных превращений ПОКП при термообработке порошков алюминия в окислительной и нейтральных средах на основе

термоаналитического метода определения величины термических эффектов в зависимости от содержания в ПОКП кристаллической фазы.

2. Исследованы микроструктура частиц исходных порошков алюминия и ПОКП, показано что микроструктура и толщина ПОКП зависят от размера частицы и определяются условиями ее охлаждения в процессе распыления порошка. Исследованы структурные превращения ПОКП при термообработке порошков алюминия в окислительной и нейтральных средах, установлена принципиальная возможность формирования несплошностей в ПОКП в процессе полиморфных превращений.

4. Изучена кинетика кристаллизации аморфной ПОКП при термообработке порошка в вакууме, показано, что рост кристаллитов γ - Al_2O_3 контролируется диффузионным механизмом. Термообработка порошков в вакууме позволяет зафиксировать образующиеся несплошности в ПОКП и обеспечить необходимые условия для протекания диффузионных процессов при спекании порошков.

5. Разработана схема формирования несплошностей в ПОКП при термообработке порошков алюминия. Показана возможность вытеснения алюминия на поверхность частицы под действием термических напряжений, и рассчитана толщина плакирующей частицу металлической пленки при температуре 600 °С. Рассчитана кинетика роста межчастичных контактов при контролирующем механизме поверхностной и объемной диффузии для частиц алюминия различной дисперсности.

6. Экспериментально подтверждены проведенные аналитические исследования, разработан принципиально новый способ активации спекания порошков алюминия, основанный на формировании несплошностей в ПОКП при термообработке порошков в вакууме, вытеснении алюминия на поверхность частицы и плакировании частицы металлической пленкой. Установлено, что процессу спекания частиц алюминия, покрытых ПОКП аморфного строения, предшествует период времени, длительность которого составляет 2...2,2 ч и соответствует времени кристаллизации половины исходного объема аморфного оксида.

7. Исследовано формирование структуры и свойств алюминиевых ППМ в процессе сухого радиально-изостатического прессования и последующего спекания в вакууме. Установлено, что механизм формирования межчастичных контактов, как и при спекании свободно насыпанного порошка, определяется структурой ПОКП. Определены физико-механические и гидравлические свойства ППМ в зависимости от

давления прессования и пористости.

8. Разработана технология получения алюминиевых ППМ, включающая сухое радиально-изостатическое прессование порошков и последующее спекание в вакууме. Полученные ППМ нашли применение в качестве капиллярной структуры тепловых труб различного назначения и могут быть использованы для фильтрации жидкостей и газов. Определены направления развития энергс- и ресурсосберегающих технологий получения ППМ.

Основные научные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Смирнова Т. А., Романенков В. Е. Активирующий эффект термического вакуумирования процесса консолидации алюминиевых порошковых материалов // Сб. Порошковая металлургия. - Мн: Выш. школа, 1978, вып. 2. - С. 113-116.

2. А. с. 933252 СССР, МК В 22 F 3/10. Способ изготовления спеченных пористых изделий из алюминиевых порошков / П. А. Витязь, В. К. Шелег, В. Е. Романенков, В. Н. Анашкин, А. И. Трохимец, Л. К. Гудин, М. Д. Резников, Э. Д. Яковлев (СССР). - № 2958229/22-02; Заявлено 11.07.80; Опубл. 07.06.82, Бюл. № 21. - 3 с.

3. Витязь П. А., Романенков В. Е., Смирнова Т. А. Взаимосвязь условий консолидации алюминиевых порошков со структурой межчастичных контактов в спеченных материалах // Сб. Порошковая металлургия. - Мн: Выш. школа, 1985, вып. 9. - С. 86-90.

4. Ananin V. N., Vityaz P. A., Glukhova N. P., Romanenkov V. E., Smirnova T. A., Trokhimetz A. I. Influence of the properties of an oxide film on the oxidation of aluminium powders // React. Kinet. Catal. Lett. - 1985. - Vol. 27, № 2. - P. 393-397.

5. А. с. 1282417 СССР. Способ получения пористого материала из алюминиевого порошка / В. К. Шелег, В. Е. Романенков, Г. П. Пименова, В. И. Обчинников, Т. А. Смирнова, В. М. Капцевич (СССР). - 1985. - Не подлежит опубл. в открытой печати.

6. Витязь П. А., Романенков В. Е., Смирнова Т. А., Шелег В. К. Особенности формирования структуры и свойства алюминиевых порошковых материалов при горячем прессовании // Горячее прессование в порошковой металлургии: Тез. докл. VI Всесоюз. научно-технической конференции. - г. Новочеркасск, июль 1985. - С. 100-101.

7. Витязь П. А., Романенков В. Е., Анашкин В. Н., Смирнова Т. А., Трохимец А. И., Шелег В. К., Обчинников В. И. Особенности строения

поверхностных оксидных пленок на частицах алюминия различной дисперсности // Свойства малых частиц и островковых металлических пленок: Тез. докл. IV Всесоюз. симпозиума. - г. Сумы, октябрь 1985. - С. 42- 43.

8. Витязь П. А., Шелег В. К., Ананьин В. Н., Пименова Г. П., Романенков В. Е., Глухова Н. П., Орчинников В. И., Смирнова Т. А. Кристаллизация оксидной пленки при термообработке алюминиевых порошков // Доклады АН БССР. Сер. химия. - 1986. - Т. XXX, №3. - С. 240-242.

9. А. с. 1429442 СССР. Способ получения пористых изделий из порошка алюминия / В. Е. Романенков, В. Н. Ананьин, С. М. Азаров, В. Г. Смирнов, Т. А. Смирнова (СССР). - 1988. - Не подлежит опубли. в открытой печати.

10. Витязь П. А., Капцевич В. М., Романенков В. Е., Смирнова Т. А., Сорокина А. Н. Свойства пористых порошковых материалов из алюминия // Сб. Порошковая металлургия. - Мн: Выш. школа, 1986, вып. 10. - С. 106- 109.

11. Ананьин В. Н., Романенков В. Е., Смирнова Т. А. Механизм спекания порошкообразного алюминия // Доклады АН БССР. - 1987. - Т. XXXI, №9. - С. 818- 820.

12. Богинский Л. С., Петюшик Е. Е., Реут О. П., Котковец С. Л., Романенков В. Е. Разработка эффективных фильтрующих устройств для доочистки питьевой воды с использованием порошковых проницаемых материалов // Проблемы промышленной экологии и комплексная утилизация отходов производства: Тез. докл. Международной науч. конф. - г. Витебск, октябрь 1995. - С. 54- 55.

13. Богинский Л. С., Романенков В. Е., Петюшик Е. Е., Реут О. П. Особенности формирования проницаемых материалов из порошков алюминия // Материалы, технологии, инструмент: Тез. докл. 2-ой конференции "НОМАТЕХ - 96". - г. Минск, 15 - 17 мая 1996 г. - С. 38.

14. Богинский Л. С., Реут О. П., Петюшик Е. Е., Романенков В. Е. Новые технологии изготовления порошковых материалов и покрытий // Передовые технологии производства материалов и восстановления изношенных покрытий: Сб. докл. I белорусско - германского семинара. - г. Минск, апрель 1996 г.

РЕЗЮМЕ

Романенков Владимир Евгеньевич "РАЗРАБОТКА ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ПРОНИЦАЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ПОРОШКОВ АЛЮМИНИЯ НА ОСНОВЕ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПОВЕРХНОСТНОЙ ОКСИДНОЙ ПЛЕНКЕ"

Ключевые слова: порошок алюминия, поверхностная оксидная пленка (ПОКП), микроструктура, полиморфные превращения, кинетика спекания, плакирование, механизмы диффузии, сухое радиально-изостатическое прессование, пористые проникаемые материалы (ППМ), технологический процесс.

Исследован процесс структурообразования ППМ при формировании и спекании порошков алюминия. Цель- разработка энерго- и ресурсосберегающей технологии получения ППМ для фильтрации жидкостей и газов, капиллярного транспорта. Методами термического анализа и электронной микроскопии исследованы микроструктура и кинетика полиморфных превращений ПОКП при термообработке порошков алюминия в окислительной и нейтральной средах. Проведены аналитические и экспериментальные исследования влияния микроструктуры ПОКП на механизмы спекания порошков алюминия. Разработан принципиально новый способ активации спекания, основанный на структурных превращениях ПОКП, формировании несплошностей в ПОКП и плакировании частиц порошка алюминиевой пленкой. Исследован процесс, и усовершенствовано оборудование для сухого радиально-изостатического прессования алюминиевых ППМ и изделий. Разработана новая технология получения ППМ из порошков алюминия.

РЕЗЮМЕ

Романенкаў Уладзімір Яўгенявіч "РАСПРАЦОЎКА ПРАЦЭСА АТРИМАННЯ ПРАЇКАЛЬНЫХ МАТЭРЫЯЛАЎ З ПАРАШКОЎ АЛЮМІНІЮ НА АСНОВЕ СТРУКТУРНЫХ ПЕРАТВАРЭННЯЎ НА ПАВЕРХНЕВАЯ АКСІДНАЯ ПЛЕНКА"

Ключавыя словы: парашок алюмінію, паверхневая аксідная пленка (ПАКП), мікраструктура, паліморфныя ператварэнні, кінетыка спякання, плакіраванне, механізмы масапераносу, сухое радыяльна-ізаастатычнае прасаванне, порыстыя праікальныя матэрыялы (ППМ), тэхналагічны працэс.

Доследаваны працэс структураўтварэння ППМ пры фармаванні і спяканні парашкоў алюмінію. Мета - распрацоўка энерга- і рэсурсаберагальнай тэхналогіі атрымання ППМ для фільтрацыі вадкасцяў і газаў, капілярнага транспарту. Метадамі тэрмічнага аналізу і электроннай мікраскапіі доследаваны мікраструктура і кінетыка паліморфных ператварэнняў ПАКП пры тэрмаапрацоўцы парашкоў алюмінію ў акісляльных і нейтральных асяродках. Праведзены аналітычныя і эксперыментальныя доследаванні ўплыву мікраструктуры ПАКП на механізмы спякання парашкоў алюмінію. Распрацаваны прынцыповы новы спосаб актывацыі спякання, заснаваны на структурных ператварэннях ПАКП, фарміраванні нясуцэльнасцяў у ПАКП і плакіраванні часцінак алюмініёвай плёнкай. Доследаваны працэс, і ўдасканалена абсталяванне для сухога радыяльна - ізастатычнага прэсавання алюмініевых ППМ і вырабаў. Распрацавана новая тэхналогія атрымання ППМ з парашкоў алюмінію.

SUMMARY

Romanenkov Vladimir Evgenjevitch "The Development of process to produce penetrated materials of aluminium powder on the basis of structural transformings in the surface oxid film"

Key words: aluminium powder, surface oxide film (SOF), microstructure, polymorphical transformations, kinetics of sintering, cladding, diffusion mechanisms, dry radial - isostatic pressing, porous permeable materials (PPM), technological process.

The process of PPM structure formation, when forming and sintering, is investigated. The aim is the development of energy and resources saving technology when obtaining PPM for filtration of liquids, gasses and capillary transport. Microstructure and kinetics of SOF polymorphical transformations at thermal treatment of aluminium powders in oxidizing and neutral mediums are investigated by the methods of thermal analysis and electronic microscopy. Analytical and experimental investigations concerning the influence of SOF microstructure upon mechanisms of aluminium powders sintering are carried out. Basically new method of sintering activation founded on SOF structural transformations, on forming of non - continuities in SOF and on cladding of powder

particles by aluminium film is worked out. The process is investigated and the equipment is improved for dry radial - isostatic pressing of aluminium PPM and products. A new technology of PPM production of aluminium powders is worked out.

РОМАНЕНКОВ Владимир Евгеньевич

РАЗРАБОТКА ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ПРОНИЦАЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ
ИЗ ПОРОШКОВ АЛЮМИНИЯ НА ОСНОВЕ СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ
В ПОВЕРХНОСТНОЙ ОКСИДНОЙ ПЛЕНКЕ

05.02.01 - Материаловедение в машиностроении
05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные
материалы

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Редактор Т. Н. Микулик

Подписано в печать 19.09.96.

Формат 60x84 1/16. Бумага тип. №2. Offset. печать.

Усл. печ. л. 1;2. Уч. - изд. л. 0,9. Тираж 70. Зак. 616.

Издатель и полиграфическое исполнение:

Белорусская государственная политехническая академия.

Лицензия ЛВ №1049. 220027, пр. Ф. Скорины, 65.