

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ім. І.М. ФРАНЦЕВИЧА

**ПРИСТАШ МИКОЛА СЕРГІЙОВИЧ**



УДК 621.762.53: 621.762.3: 537.7

**ЗАКОНОМІРНОСТІ ФАЗО- ТА СТРУКТУРОУТВОРЕННЯ  
МАТЕРІАЛІВ СИСТЕМ Fe–Ti–C ТА Fe–Ti–C–B  
В УМОВАХ ІСКРО-ПЛАЗМОВОГО СПІКАННЯ**

Спеціальність 05.16.06 – «Порошкова металургія та композиційні матеріали»

**АВТОРЕФЕРАТ**  
дисертації на здобуття наукового ступеня  
кандидата технічних наук

**Київ – 2017**

Дисертацією є рукопис.

Роботу виконано в Інституті імпульсних процесів і технологій НАН України, м. Миколаїв.

Науковий керівник: доктор технічних наук, старший науковий співробітник,  
**Сизоненко Ольга Миколаївна**,  
Інститут імпульсних процесів і технологій НАН України,  
м. Миколаїв, провідний науковий співробітник

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, старший науковий співробітник,  
**Максименко Андрій Леонідович**,  
Інститут проблем матеріалознавства  
ім. І.М. Францевича НАН України, м. Київ, провідний  
науковий співробітник

кандидат технічних наук, старший науковий співробітник,  
**Кулич Віталій Григорович**,  
Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля  
НАН України, м. Київ, старший науковий співробітник

Захист відбудеться **26 вересня** 2017 р. о **14-00** годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 26.207.03 Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України за адресою: вул. Кржижанівського, 3, м. Київ – 142, 03680.

Із дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України за адресою: вул. Кржижанівського, 3, м. Київ – 142, 03680.

Автореферат розіслано **25 серпня** 2017 р.

Вчений секретар спеціалізованої  
вченої ради Д 26.207.03  
кандидат технічних наук



**Хоменко О.В.**

## ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

### Актуальність теми дослідження

Одним із ключових напрямів сучасного матеріалознавства є створення та вдосконалення існуючих методів отримання нових конструкційних матеріалів із підвищеними функціональними та фізико-механічними властивостями. Актуальність цього напрямку досліджень з кожним роком підвищується у зв'язку з дефіцитом сировини для синтезу основних легуючих елементів для зносостійких матеріалів (вольфрам, молібден, кобальт та ін.), а також відсутністю в Україні розроблювальних родовищ цих стратегічних матеріалів та їх висока вартість на зовнішньому ринку.

Значний внесок у пошук шляхів і принципів створення матеріалів із підвищеними функціональними властивостями зробили вітчизняні та закордонні вчені: Г.А. Скороход, М.С. Ковальченко, М.Б. Штерн, О.І. Райченко, В.В. Баглюк, В.А. Маслюк, А.В. Рагуля, О.П. Уманський, Г.Г. Сердюк, В.Д. Рудь, А.Л. Максименко, Ю.Г. Гуревич, І.Д. Биков, В.О. Потапенко, В.С. Поліщук, С.С. Кіпарісов, Є.Г. Григор'єв, Б.А. Калінін, М. Tokita, D.Y Kim, A.C.F Cocks и J Ma.

Аналіз робіт показав, що використання металоматричних композиційних матеріалів (ММК) на основі заліза (класу карбідосталей) із рівномірно розподіленими тугоплавкими частинками ультрадисперсного діапазону дає змогу отримати матеріали з високими функціональними властивостями. При цьому їх собівартість менша, ніж собівартість матеріалів на основі високолегованих сталей.

Для збереження ультрадисперсних структур у металоматричних композитах все ширше використовуються технологічні процеси обробки матеріалів електричним струмом високої щільності. Вони дозволяють забезпечити високі швидкості нагрівання, зменшити час витримки при максимальній температурі та отримувати компакти з більшою відносною щільністю та більш тонкою структурою, ніж при використанні традиційних методів консолідації, таких, як гаряче та ізостатичне пресування. До таких методів впливу відноситься метод іскро-плазмового спікання (ІПС), який дає змогу отримати матеріали високої щільності за короткий проміжок часу та при незначному (до 60 МПа) механічному тиску. Однак, в існуючій літературі не достатньо даних, які б дозволили керувати процесом створення ММК систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B в умовах ІПС.

Тому створення ММК систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B із високими фізико-механічними властивостями за рахунок керування процесами фазо- та структуроутворення в матеріалі в умовах іскро-плазмового спікання є актуальною задачею як у науковому, так і в прикладному застосуванні.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Робота є частиною досліджень, що виконувалися в Інституті імпульсних процесів та технологій (ІПТ) НАН України в рамках державних науково-дослідних робіт

за темами: «Розробка нового методу електророзрядного синтезу композиційних порошків, що мають у своєму складі вуглець та метали, та макетів обладнання для їх іскро-плазмового спікання» (№ ДР 0110U002560), «Розробка методології диспергування, активації надтвердих та вуглецевмісних порошків та синтезу композиційних ультрадисперсних порошків карбідів і боридів заліза і титану висококонцентрованими потоками енергії» (№ ДР 0113U000625), «Розробка фізико-технологічних засад отримання високотносостійких металоматричних композитів на основі сплавів алюмінію, титану та заліза з використанням високовольтної електророзрядної обробки та іскро-плазмового спікання» (№ ДР 0116U003206), «Розробка імпульсних технологій отримання високотносостійких дисперснозміцнених металоматричних композиційних матеріалів на основі сплавів алюмінію, титану та заліза» (№ ДР 0116U002969).

**Мета і завдання дослідження.** Метою даної роботи є розробка фізико-технологічних засад отримання металоматричних композитів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B з високими фізико-механічними характеристиками в умовах іскро-плазмового спікання.

Для досягнення поставленої мети вирішувались наступні завдання:

1. Дослідити вплив гармонійного складу струму під час консолідації на структуру та фізико-механічні властивості зразків систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B.

2. Вивчити вплив складу шихти на фізико-механічні властивості консолідованих матеріалів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B.

3. Теоретично та експериментально встановити закономірності впливу швидкості нагрівання під час ПС на кінетику ущільнення, структуроутворення та фізико-механічні властивості металоматричних композитів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B;

4. Розробити технологічні прийоми створення металоматричних композитів на основі систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B методом ПС з високими показниками твердості та стійкості до абразивного зношування.

**Об'єкт дослідження** – процеси фазо- та структуроутворення, що протікають у системах Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B в умовах іскро-плазмового спікання.

**Предмет дослідження** – порошкові металоматричні композиційні матеріали систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B та їх фізико-механічні властивості.

**Методи дослідження:** математичне моделювання, рентгенофазовий аналіз, оптична та електронна мікроскопія, визначення фізико-механічних властивостей матеріалів (міцність на вигин, твердість), триботехнічні випробування в умовах тертя без мастильного матеріалу на повітрі. Для обробки результатів досліджень використовувалось сучасне програмне забезпечення.

Експериментальну частину досліджень реалізовано на сучасному науково-дослідному устаткуванні Інституту імпульсних процесів і технологій

НАН України, Національного університету кораблебудування ім. адмірала Макарова, м. Миколаїв, Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України та Національного технічного університету «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського», м. Київ.

#### **Наукова новизна одержаних результатів.**

1. При узагальненні результатів теоретичних та експериментальних досліджень вперше встановлено зв'язок між збільшенням введеної потужності з 1,3 кДж/с до 4 кДж/с шляхом зміни гармонійного складу струму при електрострумівій консолідації, із змінами структури та фізико-механічних властивостей ММК класу карбідосталей систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B, що дало змогу збільшити щільність консолідованих матеріалів з ~80 % до 98 % від теоретичної, твердість з ~35 HRC до ~50 – 60 HRC, та підвищити стійкість проти абразивного зношування у 7 разів у порівнянні із швидкоріжучими сталями.

2. На основі розрахунків континуальної теорії спікання доведено та експериментально підтверджено, що збільшення швидкості нагрівання під час ПС порошку заліза з 10 °C/с до 20 °C/с дозволяє зменшити час ущільнення з 60 с до 40 с, збільшити капілярний тиск з 0,5 МПа до ~2 МПа, та збільшити твердість з ~60 HRB до ~85 HRB за рахунок отримання більш дрібнозеренної структури.

3. Вперше встановлено, що зміна швидкості нагрівання з 10 °C/с до 20 °C/с при ПС консолідації композитів системи Fe–Ti–C–B із введеною потужністю 4 кДж/с за рахунок інтенсифікації процесів боридоутворення дозволяє підвищити їх щільність до 98 % від теоретичної та твердість до ~60 HRC.

#### **Практичне значення отриманих результатів.**

1. Металоматричний композит системи Fe–Ti–C–B, виготовлений за рекомендаціями, представленими в дисертаційній роботі, було використано в ролі пластин для різання полімерної ізоляції та пробійників титанової фольги на державному підприємстві «Експериментальне виробництво Інституту імпульсних процесів і технологій» (Акт застосування від 14 червня 2017). За результатами випробувань стійкість представленого композиту була на рівні інструментальної сталі Р6М5, але за рахунок того, що вартість матеріалу системи Fe–Ti–C–B менша, це дозволить значно збільшити прибуток виробництва з економічної точки зору.

2. Отримані здобувачем науково-практичні результати використовуються під час підготовки фахівців за спеціальністю «Композиційні та порошкові матеріали, покриття» на кафедрі матеріалознавства та технології металів Інституту комп'ютерних та інженерно-технологічних наук Національного університету кораблебудування у лекційному курсі дисциплін «Особливості виробництва порошкових матеріалів і композитів», «Обладнання підприємств порошкової металургії» (Акт застосування від 16 червня 2017).

3. Результати роботи з обробки порошкових сумішей висококонцентрованими потоками енергії використовуються в учбовому процесі під час підготовки фахівців за спеціальністю «Техніка та електрофізика високих напруг» на кафедрі Імпульсних процесів і технологій Інституту автоматики та електротехніки НУК у лекційному курсі дисциплін «Розрядно-імпульсні технології» (Акт застосування від 16 червня 2017).

**Особистий внесок здобувача.** У дисертаційну роботу увійшли наукові результати, отримані особисто автором. Автору належить вибір об'єктів, розробка методик досліджень, теоретичне обґрунтування режимів консолідації, проведення експериментальних досліджень, узагальнення результатів, формулювання практичних рекомендацій для впровадження розроблених матеріалів у виробництво. Постановка мети, задач досліджень, обговорення отриманих результатів та формулювання загальних висновків виконано спільно з науковим керівником. Рентгенофазові дослідження порошкових та консолідованих матеріалів, а також визначення міцності на згин, зносостійкості та електронну мікроскопію було виконано спільно з фахівцями Національного університету кораблебудування ім. адм. Макарова, м. Миколаїв, Національного технічного університету «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського» та Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, м. Київ.

#### **Апробація результатів дисертації**

Роботу виконано в Інституті імпульсних процесів і технологій НАН України. Основні наукові положення дисертації доповідались на науково-технічних конференціях: XVI Міжнародна наукова конференція «Фізика імпульсних розрядів у конденсованих середовищах» (м. Миколаїв, 2013), X Міжнародна наукова конференція «Імпульсні процеси в механіці суцільних середовищ» (м. Миколаїв, 2013), Міжнародна конференція «High Mat Tech» (м. Київ, 2013), X Міжнародний конгрес «Машини. Технології. Матеріали» (м. Варна, 2013), Міжнародна конференція «Порошкова металургія. Сучасний стан та майбутнє» (м. Київ, 2014), IV Міжнародна Самсонівська конференція «Матеріалознавство тугоплавких сполук» (м. Київ, 2014), 6-та Міжнародна науково-практична конференція «Сучасні енергетичні установки на транспорті і технології та обладнання для їх обслуговування» (м. Херсон, 2015, 2016), Міжнародна наукова конференція «Матеріалознавство. Нерівноважні фазові перетворення» (м. Варна, 2015, 2016).

**Публікації.** За матеріалами дисертації опубліковано 10 статей у наукових фахових виданнях, що входять до переліку наукових фахових видань України, затвердженому МОН України та до міжнародних наукометричних баз даних Scopus, Google Scholar, РИНЦ. Отримано два патенти України на корисну модель та два патенти України на винахід, опубліковано вісім тез доповідей до наукових конференцій.

**Об'єм і структура дисертації.** Дисертаційна робота складається зі вступу, п'яти розділів, загальних висновків, додатків та списку використаних

джерел. Викладена на 6,5 авторських сторінках (4,6 основного тексту), включає 74 рисунки, 8 таблиць, 3 додатки, список використаних джерел із 156 найменувань.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі обґрунтовано актуальність, сформульовано мету, основні завдання, методи досліджень, викладено наукову новизну та практичне значення дисертаційної роботи, наведено інформацію щодо апробації та публікації основних результатів роботи.

У першому розділі здійснено огляд науково-технічної літератури про сучасний стан методів консолідації порошкових металоматричних композитів електричним струмом високої щільності. Показано, що технології електророзрядного спікання з використанням високовольтного електричного розряду, струму промислової частоти та низьковольтного електричного розряду (або іскро-плазмове спікання) дозволяють зберігати у складі металоматричних композитів ультрадисперсні структури за рахунок високих швидкостей нагрівання. Також висвітлено перспективність використання методу ПС для консолідації таких важкоущільнюваних матеріалів, як карбіди та бориди металів.

На основі літературного огляду зроблено висновки щодо актуальності роботи, сформульовано мету і задачі досліджень.

У другому розділі представлено основні методики досліджень. Наведено дані про вихідні компоненти, які використовувались для створення композитів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B: Fe (ГОСТ 9849-86) середнім розміром ~60 мкм, Ti (ТУ У 14-10-26-98) розміром ~60 мкм, B<sub>4</sub>C (М7, ГОСТ 5744-85) розміром від 5 до 7 мкм, та TiC (ТУ 6-09-4704-86) розміром від 2 мкм до 5 мкм та їх сумішей складу 75 % Fe – 25 % Ti, 50 % Fe – 50 % Ti, 25 % Fe – 75 % Ti, 75 % Fe – 20 % Ti – 5% B<sub>4</sub>C, 75 % Fe – 25 % TiC.

Наноструктуровану шихту отримано шляхом ВЕР обробки сумішей порошків вихідного складу 75 % Fe – 25 % Ti, 50 % Fe – 50 % Ti, 25 % Fe – 75 % Ti та 75 % Fe – 20 % Ti – 5 % B<sub>4</sub>C у гасі згідно з умовами карбідизації титану та режимів із питомою енергією в діапазоні від 6,25 МДж/кг до 18,75 МДж/кг відповідно складу суміші. Склад отриманих сумішей наведено в таблиці 1.

Для оцінки морфології частинок порошків та мікроструктури консолідованих зразків використовували оптичний мікроскоп БЮЛАМ-І з максимальним збільшенням ×1350 та оптичний інвертований мікроскоп Axiovert 40 MAT (Carl Zeiss) із максимальним збільшенням ×1000. Проби порошку для досліджень відбиралися згідно з ГОСТ 23402-78. Для вивчення наноструктур використовували растровий електронний мікроскоп РЕММА-102 з діапазоном збільшень від ×10 до ×250000 та растровий електронний мікроскоп із високою роздільною здатністю EVO-50 (Carl Zeiss) з діапазоном збільшень від ×1 до ×1000000.

Таблиця 1 - Склад сумішей після ВЕР обробки згідно методики RIR.

№ Шихти	Fe, %	Ti, %	B <sub>4</sub> C, %	TiC, %	Fe <sub>3</sub> C, Fe <sub>2</sub> Ti, TiN %
Ш1	70	5	-	20	5
Ш2	45	6	-	40	8
Ш3	17	8	-	65	10
Ш4	70	5	5	14	6

Дослідження фазового складу шихти та консолюдованих зразків виконували за допомогою дифрактометра загального призначення ДРОН-3 (Cu<sub>Kα</sub>) та багатоцільового дифрактометра Rigaku Ultima IV (Cu<sub>Kα</sub>). Кількісний елементний склад сумішей та консолюдованих зразків визначали на Rigaku Ultima IV (Cu<sub>Kα</sub>) за методикою RIR.

Консолюдацію порошкових матеріалів здійснювали у захисному середовищі (вакуум 10<sup>-4</sup> МПа) на універсальному експериментальному комплексі «ГЕФЕСТ», що розрахований на використання двох джерел струму, потужністю до 10 кВт кожне. Перше джерело електричного струму засновано на пропусканні суперпозиції постійного та імпульсного струму з частотою 10 кГц за робочої напруги  $U = 2$  В (метод ПС), а друге – змінного струму промислової частоти 50 Гц за напруги  $U = 10$  В (метод Field Activated Pressure Assisted Synthesis або FAPAS). Керування процесом спікання, вимірювання температури, сили струму та напруги проводилось за допомогою спеціально створеного програмного забезпечення. Термопару для вимірювання температури встановлено в поверхню графітової матриці (МПГ-6) та відтаровано відносно температури зразка. Для дослідження впливу струму різного гармонічного складу використано дані щодо консолюдації обраних сумішей на обладнанні «ЕРАН 2/1» (постійним струмом або кондуктивне спікання (КС)) та «Імпульс БМ» (високовольним розрядом або ВЕС).

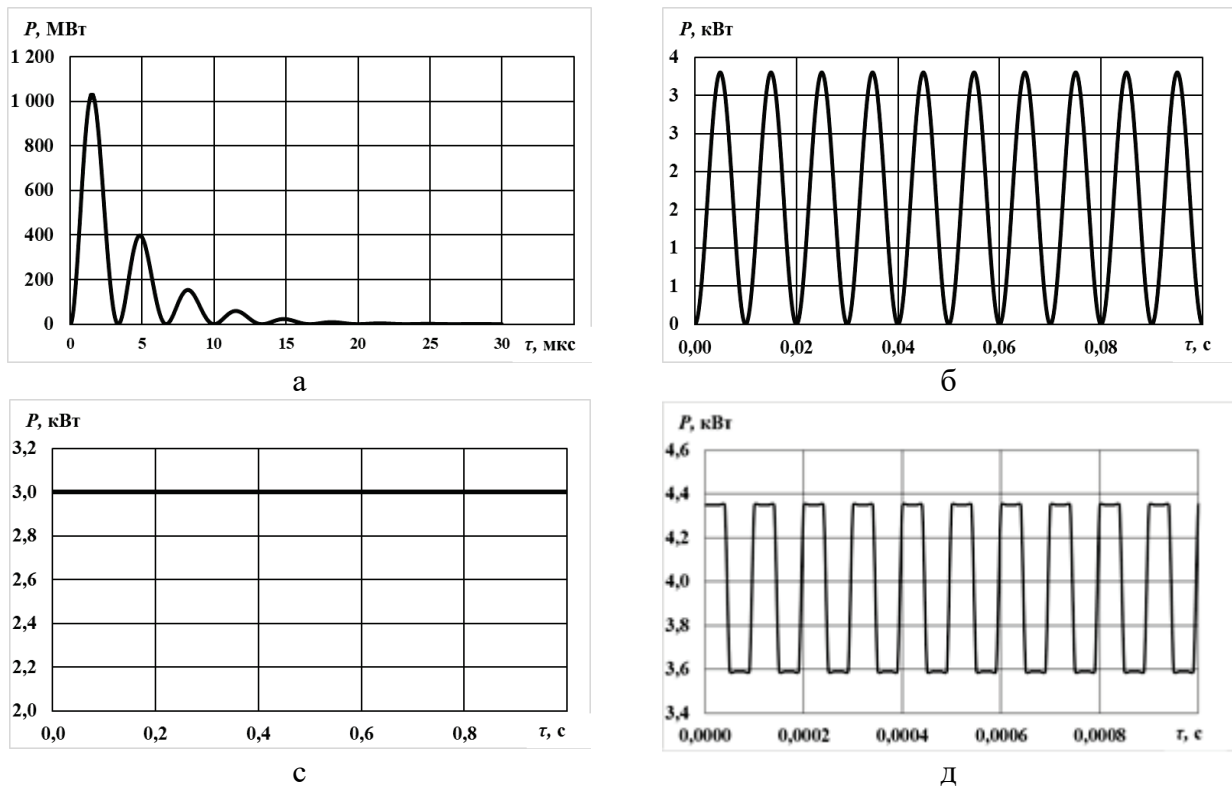
Для визначення енергетичних характеристик процесу консолюдації за допомогою запам'ятовуючого осцилографу Tektronix виконувався запис осцилограм струму та напруги при використанні струму різного гармонічного складу. Отримані осцилограми оброблювались у програмі National Instruments Signal Express: Tektronix Edition та імпортувались у програму MathCAD. Це дало змогу отримати криву електричної потужності спікання.

Стійкість до абразивного зношування консолюдованих зразків визначалася ваговим методом на машині тертя СМЦ-2 згідно з ГОСТ 30480-97 за схемою «ролик-колодка». Як ролик (контртіло) використовували рухливий алмазний круг 1A1 із зернистістю АС4 80/63. Визначення межі міцності отриманих зразків на згин виконували за методом визначення TRS на дослідній машині Р - 5 (ГОСТ 7855-74), твердість за Роквеллом визначалась на ТР - 5006 згідно з ДСТУ ISO 6508-1:2013, пористість зразків згідно з ГОСТ 18898-89.

У третьому розділі досліджено особливості впливу струму різного гармонічного складу на властивості консолюдованих циліндричних зразків



діаметром 10 мм із сумішшю Ш1 та Ш4 (див. табл. 1). Дослідження виконувались шляхом пропускання крізь порошкову засипку постійного струму (КС) та імпульсними методами впливу: ПС, ВЕС та FAPAS. Консолідація в режимах КС, ПС та FAPAS проводилась за температури 1100 °С (згідно з діаграмою стану залізо-титан) протягом 180 с під тиском у 60 МПа зі швидкістю нагрівання 10 °С/с. Для методу ВЕС компактування відбувалось протягом 30 мкс при температурі 1100 °С та одночасного впливу на зразки тиску до 600 МПа у керамічній матриці. В результаті отримано криві залежності (точність апроксимації ~50 %) пористості, твердості, втрати ваги при абразивному зношуванні та міцності на згин консолидованих зразків від введеної потужності спікання, яка чисельно дорівнює інтегральній потужності процесу спікання за 1 с (див. рис. 1) та становить для методу ВЕС - 1,3 кДж/с, FAPAS – 1,65 Дж/с, КС – 3 кДж/с, а для методу ПС – 4 кДж/с.

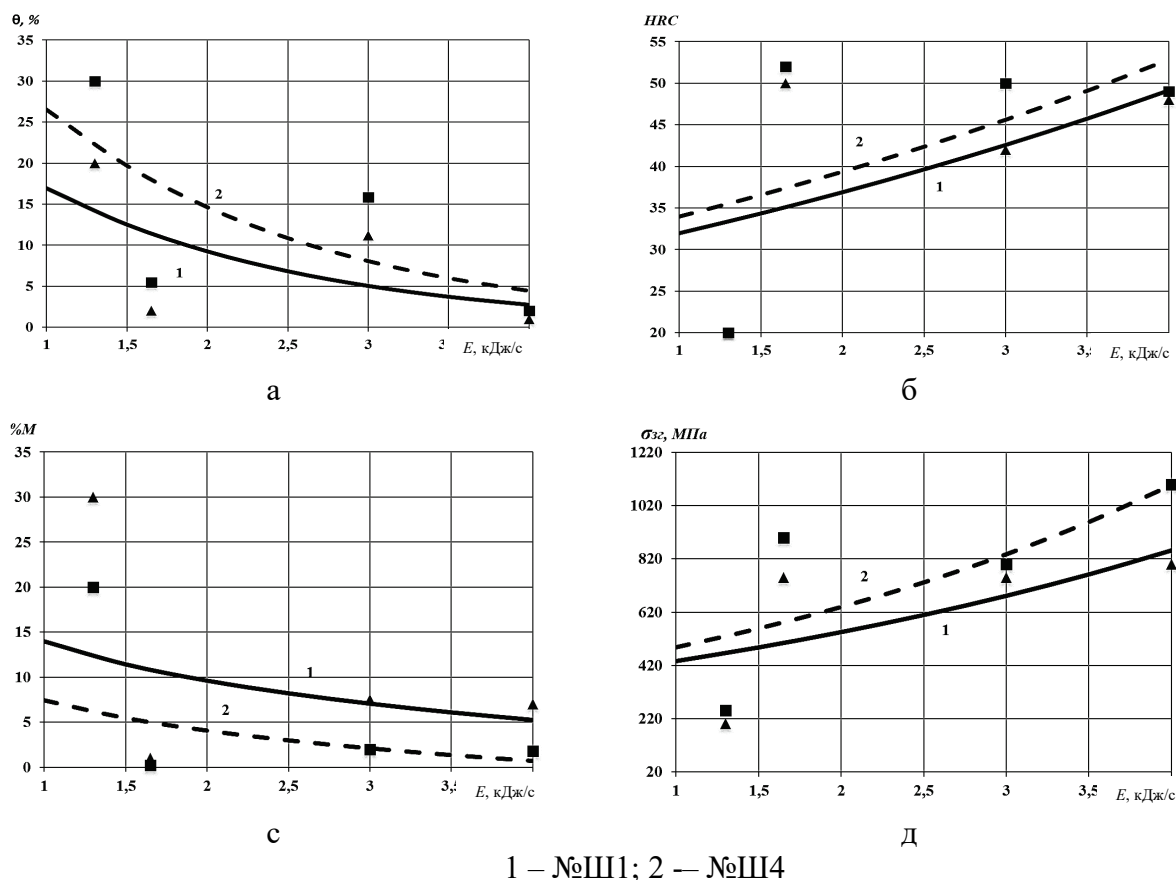


а – ВЕС; б – FAPAS; c – КС; д – ПС  
Рисунок 1 – Характерні криві електричної потужності

Встановлено, що збільшення введеної потужності спікання з 1,3 кДж/с до 4 кДж/с за рахунок змінення гармонійного складу струму зменшується пористість зразків системи Fe–Ti–C з ~20 % до 2 % (див. рис. 2), а зразків системи Fe–Ti–C–B з ~25 % до 5 % за рахунок процесів переносу рідкого металу між частинками шихти. Збільшення щільності консолидованих зразків дозволило збільшити значення їх твердості з ~35 HRC до 50 HRC, зменшити втрату ваги при абразивному зношуванні з 15 % маси до 5 % для системи Fe–Ti–C та з 10 % маси до 1 % для системи Fe–Ti–C–B, а також підвищити

міцність на згин зразків системи Fe–Ti–C з ~400 МПа до ~820 МПа, а для системи Fe–Ti–C–В з ~400 МПа до ~1100 МПа.

Отримані дані експериментально підтвердили перспективність використання методу ІПС для отримання ММК на основі заліза, зміцнених тугоплавкими компонентами, з високими показниками твердості та стійкості до абразивного зношування.



1 – №III1; 2 – №III4

Рисунок 2 – Залежність пористості (а), твердості (б), втрати ваги (в) та міцності на згин (д) консолідованих сумішей залежно від введеної потужності процесу спікання

У четвертому розділі експериментально досліджено вплив дисперсності, фазового складу та кількості тугоплавких компонентів у складі шихти на фізико-механічні властивості консолідованих матеріалів, отриманих в умовах ІПС. Розглянуто шляхи підвищення фізико-механічних властивостей ММК на основі заліза, консолідованих в умовах ІПС.

Для дослідження впливу дисперсності, фазового складу та кількості тугоплавких компонентів у складі шихти на властивості отриманих ММК використовувались суміші порошків вихідного складу 75 % Fe – 25 % TiC із середнім розміром частинок заліза 60 мкм і розміром тугоплавких компонентів TiC від 2 до 5 мкм, і суміші з різним вмістом тугоплавких компонентів, які отримані в результаті ВЕР обробки вихідних порошків (див. таблицю 1).

Режим ПС обраної шихти полягав у нагріві до 1100 °С зі швидкістю 10 °С/с і подальшій ізотермічній витримці під дією механічного тиску в 60 МПа до повного ущільнення протягом 3 хв.

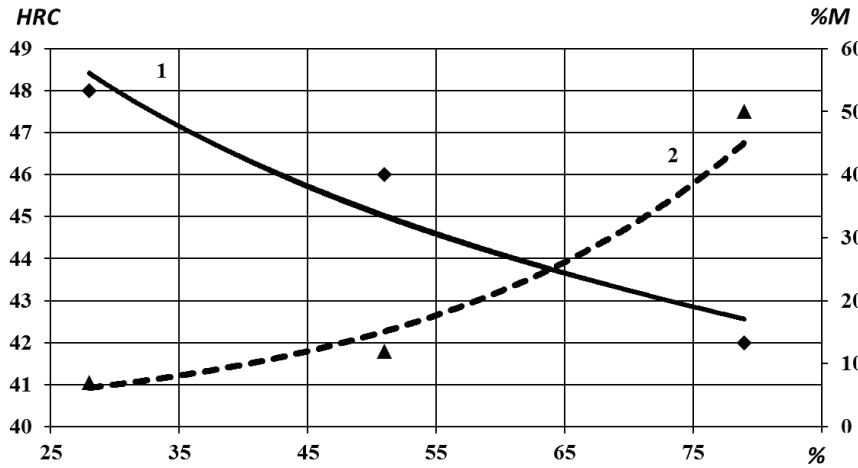
Вплив розміру та складу дисперсної фази на фізико-механічні властивості матеріалу встановлювався шляхом консолідації зразків системи вихідних порошків 75 % Fe – 25 % TiC, зміцнених частинками розміром від 2 до 5 мкм, та зразків суміші Ш1, яка складалася з 70 % Fe зміцненого 20 % TiC та 2% Fe<sub>3</sub>C розміром від 100 нм до 600 нм (див. табл. 1). Результати досліджень показали, що дисперсність та склад зміцнюючої фази в досліджуваному діапазоні суттєво впливає на показники твердості (збільшення з ~23 HRC до ~48 HRC). Гідрид титану, який був присутній у шихті суміші Ш1 після ВЕР обробки, повністю розклався в процесі ПС (див. табл. 2, №1).

Таблиця 2 - Відсотковий склад зразків після ПС згідно методики RIR

№ ММК	Fe, %	Ti, %	B <sub>4</sub> C, %	TiC, %	Fe <sub>3</sub> C, Fe <sub>2</sub> Ti %	Ti <sub>2</sub> B, FeB,%
1	70	6	-	20	< 5	-
2	45	8	-	40	6	-
3	17	12	-	65	6	-
4	68	< 5	< 5	16	5	5
5	75	-		25	-	-

Встановлено, що кількість синтезованих при ВЕР обробці порошків тугоплавких компонентів не змінюється для системи Fe–Ti–C в процесі ПС (див. табл. 2, №1 - №3). Збільшення кількості тугоплавких компонентів у консолідованих зразках з 24 % (№1) до 71% (№3) призводить до падіння значень твердості з ~48 HRC до ~15 HRC та зносостійкості (втрата ваги при абразивному зношуванні збільшилась у ~10 разів) (див. рис. 3), що може бути пов'язано з нестачею заліза для забезпечення повного зв'язування карбідів та відсутністю додаткових легуючих компонентів типу хром, нікель, молібден і кобальт, що впливають на крайовий кут змочування та дозволяють отримати ММК на основі легованих сталей з вмістом тугоплавких компонентів більше 30 %.

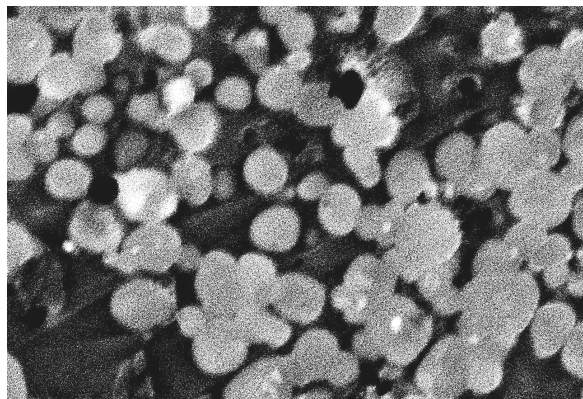
Введення 5 % B<sub>4</sub>C у систему Fe – Ti (див. табл. 1, №Ш4) призвело до його часткової деструкції під час ПС (див. табл. 2, №4) з виділенням додаткового тепла (після виходу на режим зафіксовано миттєве підвищення температури з 1100 °С до ~1500 °С) та утворенням карбідів і боридів вихідних компонентів, що дозволило підвищити механічні властивості консолідованих зразків, твердість яких склала ~49 HRC, а втрата ваги при абразивному зношуванні ~1,8 %.



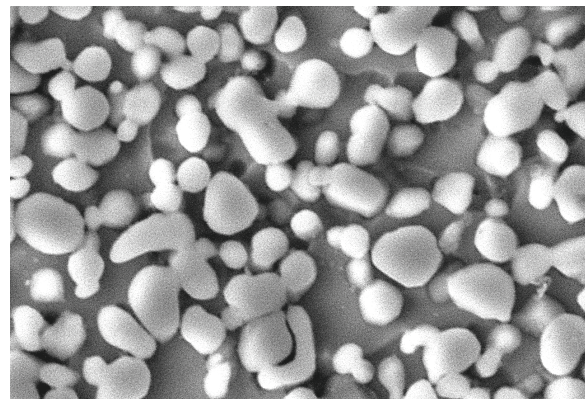
1 – зміна твердості 2 – втрата ваги

Рисунок 3 – Зміна твердості та втрати ваги при зношуванні зразків системи Fe–Ti–C залежно від вмісту тугоплавких компонентів

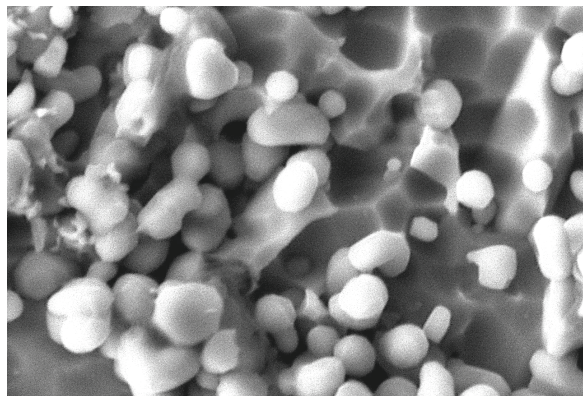
Електронні мікрофотографії консолідованих зразків (див. рис. 4) підтвердили відсутність взаємодії між залізною матрицею та тугоплавкими включеннями у зразках №2, №3 та №5 (див. табл. 2).



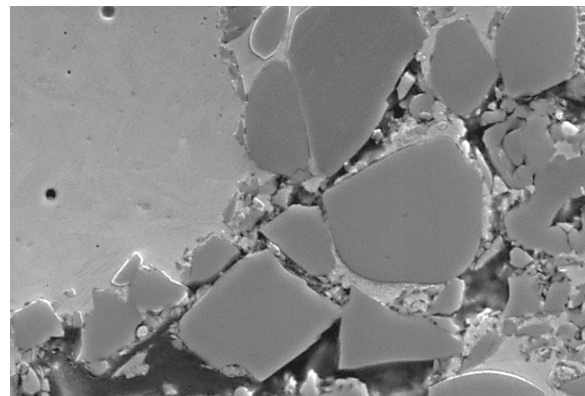
WD=16.4mm 20.00kV x5.00k 10µm  
а



WD=16.4mm 20.00kV x5.00k 10µm  
б



WD=16.4mm 20.00kV x5.00k 10µm  
с



WD=16.4mm 20.00kV x5.00k 10µm  
д

а – №1; б – №2; с – №3; д – №5

Рисунок 4 – Електронні мікрофотографії консолідованих зразків, збільшення x5000

Виходячи з отриманих результатів, було обрано склад порошків систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B після ВЕР обробки для створення металоматричних композитів на основі заліза, це відповідно №Ш1 та №Ш4 (див. табл. 1). Однак, не дивлячись на те, що отримані ПС матеріали цих систем мали показники стійкості до абразивного зношування на рівні сталі Р6М5 (~1,5 % маси), значення твердості в них були на рівні ~50 HRC, що на ~20 % нижче, ніж твердість Р6М5 (~60 HRC). Тому на базі теоретичних та експериментальних досліджень розглянуто можливість підвищення фізико-механічних характеристик дисперснозміцнених металоматричних композитів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B за рахунок впливу на кінетику ущільнення та розмір зерна в матриці консолідованих зразків швидкості нагрівання під час ПС.

Для цього розглянуто існуючу модель спікання, яка заснована на уявленнях теорії спікання континууму та описує макроскопічне поведіння пористого тіла протягом спікання, пов'язуючи зовнішній тиск із компонентами тензора швидкостей деформації. Вона складається із системи диференціальних рівнянь (1), що описує зміну розміру зерна і пористості зразків під час ПС залежно від швидкості їх нагрівання.

$$\left\{ \begin{array}{l} G' = \begin{cases} 6,67 \times 10^{-4} \omega \cdot \ln \frac{235}{\omega} \cdot G_0 \cdot \left(\frac{G_0}{G}\right)^3 \cdot \theta^{-1,34}, & \text{якщо } T > 733 \text{ К;} \\ 0, & \text{якщо } T \leq 733 \text{ К} \end{cases} \\ \theta' = (1 - \theta) \cdot \left\{ \left(\frac{3 \cdot \theta}{2}\right)^{\frac{m+1}{2}} \cdot \frac{3 \cdot \alpha \cdot (1 - \theta) - \bar{\sigma}_x}{A_0 \cdot \exp\left(\frac{Q_{cr}}{R \cdot T}\right) (1 - \theta)^{\frac{m+3}{2}}} \right\}^{\frac{1}{m}} \end{array} \right. \quad (1)$$

$G'$  – зміна розміру зерна,  $G_0$  – початковий розмір зерна,  $\omega$  – швидкість нагрівання,  $\theta'$  – зміна пористості,  $\alpha$  – поверхневий натяг,  $\bar{\sigma}_x$  – зовнішні напруження,  $A_0$ ,  $m$  – константи закону повзучості,  $Q_{cr}$  – енергія активації переповзання дислокації,  $R$  – універсальна газова стала,  $T$  – температура.

Для отримання можливості прогнозувати поведінку порошку на основі заліза під час ПС експериментально знайдено коефіцієнти  $A_0$ ,  $m$  для випадку консолідації порошку в присутності рідкої фази ( $m \rightarrow 1$ ). Для цього проведено комплекс експериментів з визначення зміни пористості  $\theta$  та розміру зерна  $G$  у консолідованих зразках вихідного порошку чистого заліза. Консолідація зразків проводилася з кроком у 15 с у діапазоні швидкостей нагрівання з 10 °С/с до 20 °С/с методом ПС до досягнення температури ізотермічної витримки 1100 °С (відповідно до температури отримання металоматричних композитів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B). Тиск при консолідації лишився незмінним і становив 30 МПа.

Встановлено, що збільшення швидкості нагрівання з 10 °С/с до 20 °С/с дає можливість зменшити час ущільнення з 60 с до 40 с (див. рис. 5, а), а використання швидкостей нагрівання, вищих за 20 °С/с, без подальшої

ізотермічної витримки призводить до руйнування отриманих зразків. Встановлено, що за швидкості  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{c}$  середній розмір зерна заліза збільшується з 2,4 мкм до 16 мкм, а використання швидкості нагрівання  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{c}$  зменшує цей показник майже у 2 рази (середній розмір зерна заліза становить  $\sim 10$  мкм) (див. рис. 5, б) та призводить до збільшення твердості зразків з 60 HRB до 85 HRB.

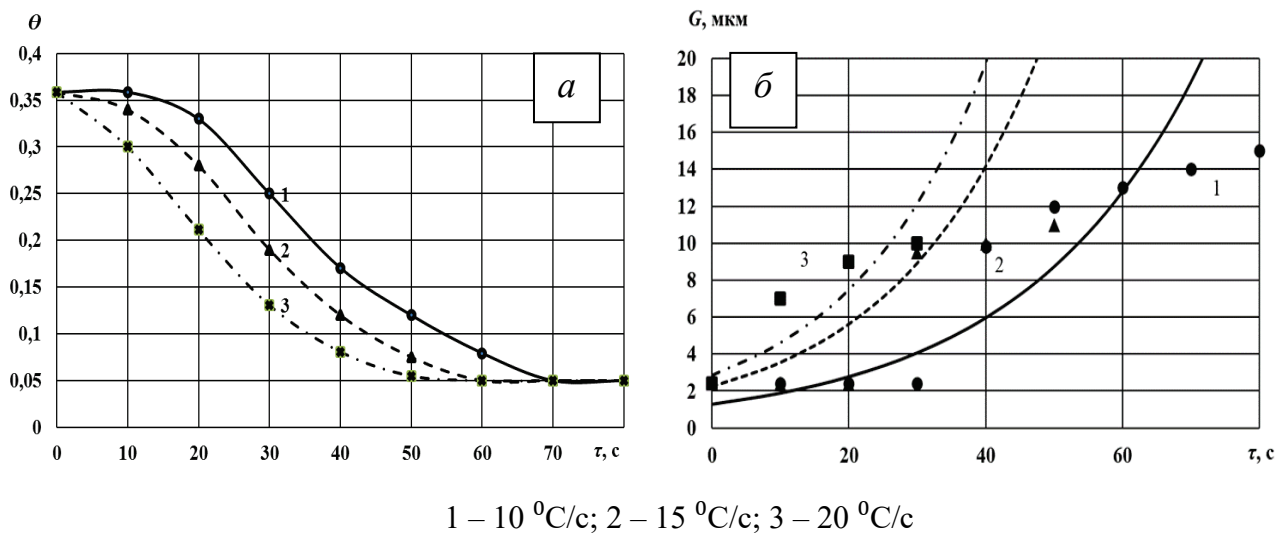


Рисунок 5 – Експериментальні дані зміни пористості (а) та середнього розміру зерна (з кривими апроксимації) (б) у порошку заліза під час ПС при різних швидкостях нагрівання

Отримані експериментальні дані було з точністю  $\sim 80\%$  апроксимовано експоненціальними кривими для уникнення від'ємних значень. Це дало змогу визначити коефіцієнти  $A_0$  та  $m$  для рівняння (1) у випадку присутності рідкої фази ( $m \rightarrow 1$ ):  $A_0 = 240\text{ МПа}\cdot\text{с}$ ,  $m = 0,9$  та розв'язати систему диференціальних рівнянь (1) з точністю  $\sim 80\%$ , описавши поведінку пористості та розміру зерна у порошку заліза під час ПС з різними швидкостями нагрівання (див. рис. 6).

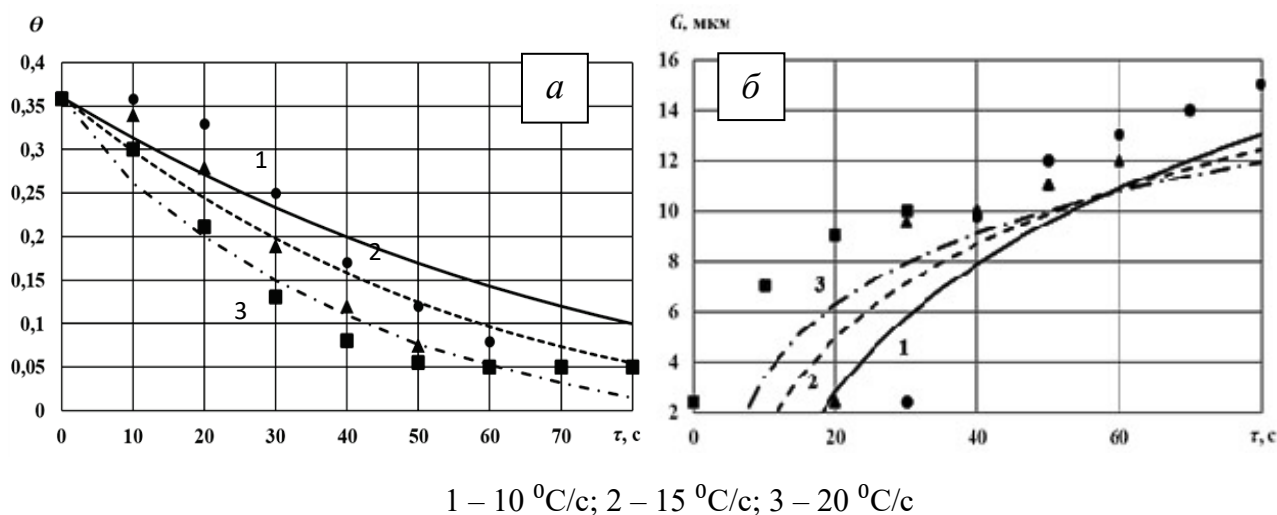


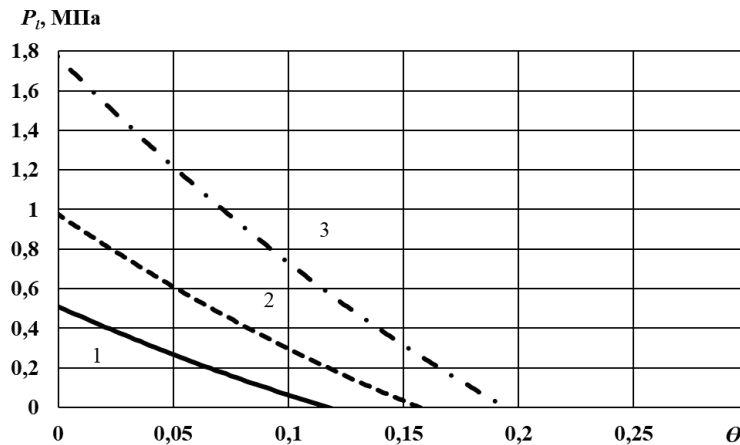
Рисунок 6 – Теоретичні криві та експериментальні значення пористості (а) та середнього розміру зерна (б) у порошку заліза під час ПС при різних швидкостях нагрівання

Отримані залежності зміни пористості та середнього розміру зерна заліза у часі протягом ППС з різними швидкостями нагрівання дали змогу теоретично, на основі теорії спікання континууму, визначити залежність зміни капілярного тиску між частинками порошку заліза від щільності зразків. Для цього було розглянуто модель ущільнення циліндричного зразка в жорсткій матриці під дією зовнішнього осьового тиску 30 МПа. Сам матеріал розглядався таким, що має пори та лінійно в'язку безпористу фазу. Цю модель описано за допомогою рівняння (2):

$$\sigma_z = 2\eta \left( e_z - \frac{1}{3} e \right) + \zeta e + P_l, \quad (2)$$

де  $\eta$  і  $\zeta$  – коефіцієнти зсувної та об'ємної в'язкості,  $P_l$  – капілярний тиск, МПа,  $e$  – швидкість зміни об'єму, м/с.

В результаті отримано залежності зміни капілярного тиску від зміни пористості під час процесу ППС зі швидкостями нагрівання 10 °С/с, 15 °С/с та 20 °С/с (див. рис. 7). Встановлено, що капілярний тиск під час консолідації порошку заліза починає впливати на процес ущільнення, коли загальна щільність зразків перевищує 80 %. Отримане значення залежить від швидкості нагрівання і становить для 10 °С/с – 0,5 МПа, а для 20 °С/с – 2 МПа, що пов'язано з утворенням рідкої фази та швидкістю зменшення розміру пор.

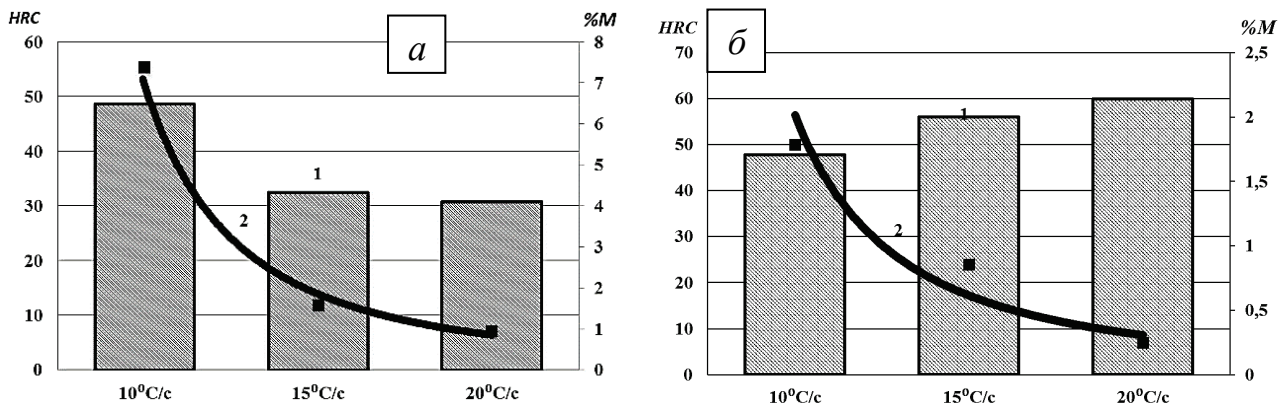


1 – 10 °С/с; 2 – 15 °С/с; 3 – 20 °С/с

Рисунок 7 – Теоретичні криві зміни капілярного тиску в залежності від зміни пористості консолідованих зразків заліза при ППС

У п'ятому розділі зміну швидкостей нагрівання в діапазоні від 10 °С/с до 20 °С/с було застосовано для ППС сумішей складу №Ш1 та №Ш4 (див. табл. 1), що дозволило отримати зразки із середнім розміром зерна в залізній матриці ~2,4 мкм та ~1,5 мкм відповідно складу.

Однак, збільшення швидкості нагрівання до  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$  призвело до уповільнення перебігу дифузійних процесів під час ІПС та появи неоднорідності розподілу тугоплавких компонентів за об'ємом консолидованих зразків, що вплинуло на механічні властивості консолидованих компактів (див. рис. 8). Для системи Fe–Ti–C утворення неоднорідності в розподілі карбідів призвело до різкого падіння твердості з 50 HRC до 30 HRC і міцності на згин з 800 МПа до 400 МПа через утворення областей без зміцнюючої фази. У той же час абразивна стійкість зразків підвищилася, втрата маси при контакті з алмазним кругом склала всього 1%, що характерно при використанні в ролі матриці в'язкого заліза. Однак, для зразків системи Fe–Ti–C–B спостерігається зворотний ефект. Збільшення швидкості нагрівання призвело до збільшення твердості з 48 HRC до 60 HRC, міцності на згин з 1100 МПа до 1500 МПа та зносостійкості, що, як зазначалось у розділі 4, пов'язано з розкладанням карбиду бору з миттєвим підвищенням температури на  $\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$  та утворенням карбідів та боридів вихідних металів.



1 – гістограми зміни твердості; 2 – крива втрати ваги  
Рисунок 8 – Зміна твердості та втрати ваги консолидованих зразків систем Fe–Ti–C (а) и Fe–Ti–C–B (б) залежно від швидкості нагрівання за постійної ізотермічної витримки при  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  протягом 3 хв

Втрата маси при абразивному зношуванні для зразків, консолидованих зі швидкістю нагрівання  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ , становила 0,2 %, що в 7 разів нижче, ніж у зразків сталі Р6М5 (1,5 % маси).

Високі фізико-механічні властивості зразків ММК, консолидованих шляхом ІПС шихти №Ш4 зі швидкістю нагрівання  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ , свідчать, що процес виділення додаткового тепла під час карбідо- і боридоутворення у процесі нагрівання дає змогу забезпечити міцні зв'язки між частинками в компактi. Однак, не дослідженими залишились процеси, що відбуваються під час ізотермічної витримки зразків за температури  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  протягом 3 хв. Для їх дослідження було проведено комплекс експериментів із консолидації порошкової шихти системи Fe–Ti–C–B зі швидкістю нагрівання  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$  до досягнення температури  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  без ізотермічної витримки, та зі збільшенням



часу витримки з кроком 60 с до 3 хв. Аналіз експериментальних даних та фазового складу показав, що зі збільшенням часу витримки збільшується вміст боридних фаз вихідних металів у складі зразка, що призводить до підвищення твердості і зносостійкості (див. рис. 9). Склад суміші після консолідації згідно з методикою RIR становить приблизно 65 % Fe – 17 % TiC – 8% ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{Fe}_2\text{Ti}$ ) – 10 % ( $\text{Ti}_2\text{B}$ , FeB).

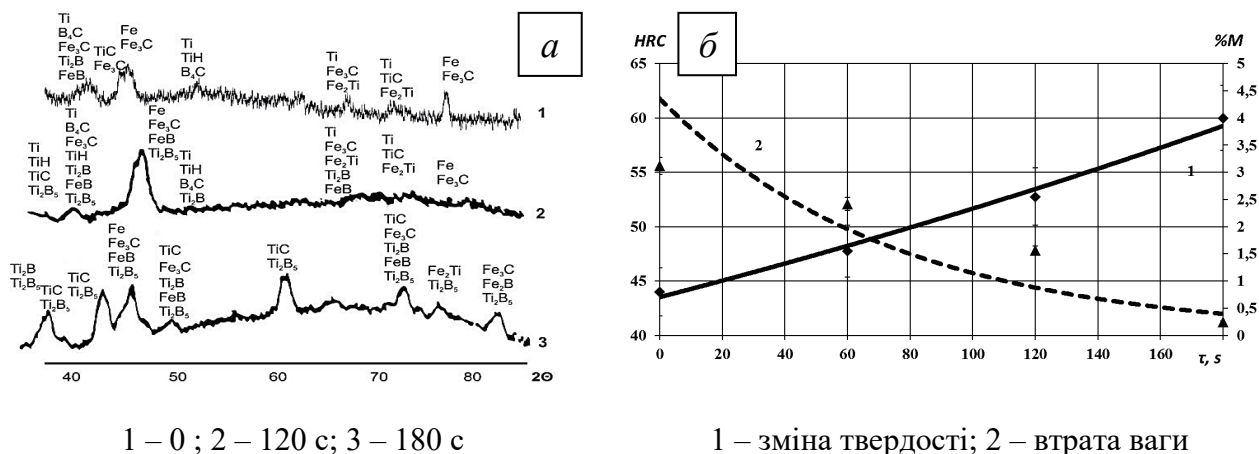


Рисунок 9 – Рентгенограми зразків (а), зміна твердості та втрати ваги при зношуванні (б) системи Fe–Ti–C–B, консолідованих із різним часом витримки за швидкості нагрівання  $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{c}$

Оскільки шихту для виготовлення систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B було синтезовано під час ВЕР обробки сумішей, що мають у своєму складі 70 % заліза, у гасі відбувається її часткове легування вуглецем. Це дозволило провести для таких ММК термічну обробку згідно з діаграмою стану залізо-вуглець, та розробити загальні рекомендації щодо створення ММК обраних систем, зміцнених тугоплавкими компонентами, що мають високі показники твердості та стійкості до абразивного зношування, а саме:

– для отримання ММК системи Fe–Ti–C рекомендовано використовувати шихту, яку було отримано шляхом ВЕР обробки вихідної суміші складу 75 % Fe – 25 % Ti у гасі з питомою енергією 6,25 МДж/кг. ППС обраної шихти при осьовому тиску 60 МПа, швидкості нагрівання  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{c}$  з витримкою при  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  протягом 180 с та подальшою термообробкою, яка, згідно з літературними даними, полягає в гартуванні у воду при нагріванні до температури  $830\text{ }^{\circ}\text{C}$  та низькотемпературному відпуску при  $220\text{ }^{\circ}\text{C}$  протягом 120 с. Це дозволить отримати матеріал, зміцнений карбідами, щільністю  $\sim 98\%$ , твердістю 53 HRC та зносостійкістю на рівні сталі Р6М5;

– для отримання ММК на основі системи Fe – Ti – C – B рекомендовано використовувати шихту, яку було отримано шляхом ВЕР обробки вихідної суміші складу 75 % Fe – 20 % Ti – 5%  $\text{B}_4\text{C}$  у гасі з питомою енергією 5 МДж/кг. ППС обраної шихти при осьовому тиску 60 МПа, швидкості нагрівання  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{c}$  з витримкою при  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$  протягом 180 с і подальшою термообробкою, відповідною системі Fe–Ti–C. Це дозволить отримати

матеріал, що має високу (~98 %) щільність, твердість до 65 HRC, міцність на згин ~1500 МПа та втрату ваги при абразивному зношуванні ~0,2 % маси (що в 7 разів вище, ніж у сталі Р6М5).

Для встановлення можливості практичного використання результатів досліджень запропоновано виготовлення пластин ріжучого інструменту для полімерних ізоляційних матеріалів (поліамід, поліетилен) (див. рис. 10 а) та пробійників для титанової фольги (див. рис. 10 б) на основі металоматричного композиту системи Fe–Ti–C–V. Для цього, згідно з наданими рекомендаціями, було виготовлено зразки зовнішнім діаметром 10 мм і 20 мм, із яких отримано ріжучі пластини, пробійники та матриці пробійників.

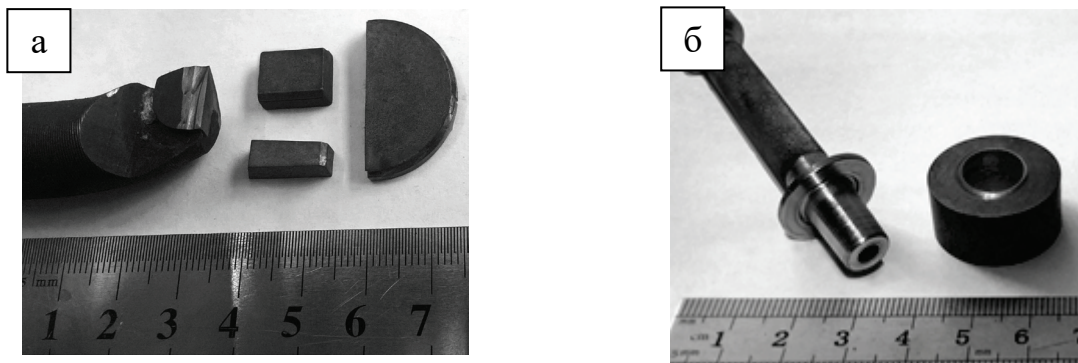


Рисунок 10 – Пластини ріжучого інструменту (а) та пробійник (б), виготовлені з шихти системи Fe–Ti–C–V

Отримані вироби показали свою ефективність при виготовленні ізоляції та перфорації фольги на рівні інструментальних сталей Р6М5 і Р6, що дозволило ДП «Експериментальне виробництво» Інституту імпульсних процесів і технологій відмовитись від закупівлі витратних елементів обладнання.

## ВИСНОВКИ

Дисертаційну роботу присвячено вирішенню важливої науково-технічної задачі отримання металоматричних композитів на основі систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–V із підвищеними фізико-механічними характеристиками в умовах іскро-плазмового спікання, за рахунок впливу на фазо- та структуроутворення в матеріалі введеної потужності спікання, швидкості нагрівання та часу витримки.

1. Встановлено, що збільшення введеної потужності при консолідації шихти системи Fe–Ti–C з 1,3 кДж/с до 4 кДж/с за рахунок зміни гармонійного складу струму дозволяє інтенсифікувати процеси іонної дифузії і перенесення рідкого металу та підвищити щільність консолідованих зразків з ~80 % до 98 %, твердість з ~20 HRC до ~50 HRC, зменшити втрату ваги при абразивному зношуванні з 30 % маси до 7 %, а для системи Fe–Ti–C–V

збільшити щільність з 70 % до 98 %, твердість з ~20 HRC ~50 HRC та зменшити втрату ваги з 20 % маси до 1,8 % маси.

2. Теоретично обґрунтовано та експериментально встановлено, що збільшення швидкості нагрівання при ПС шихти систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–V з 10 °C/с до 20 °C/с при введень потужності 4 кДж/с дозволяє зменшити час ущільнення на 20 с та отримати середній розмір зерна в залізній матриці ~ 2,4 мкм та ~1,5 мкм відповідно до складу суміші.

3. Експериментально встановлено, що ПС із введеною потужністю 4 кДж/с в режимі зі швидкістю нагрівання 20 °C/с із тиском 60 МПа та ізотермічною витримкою 1100 °C протягом 180 с дозволяє за рахунок збільшення кількості боридів Ti<sub>2</sub>B та FeB з 5 % до 10 % отримати ММК системи Fe–Ti–C–V твердістю ~60 HRC та зносостійкістю при абразивному зношуванні у 7 разів вищою, ніж у вольфрамовмісної сталі Р6М5.

4. Розроблено технологічні прийоми створення ММК на основі системи Fe–Ti–C–V шляхом пропускання суперпозиції постійного та змінного струму частотою 10 кГц у вакуумі при осьовому тиску 60 МПа, швидкості нагрівання 20 °C/с та ізотермічною витримкою при 1100 °C протягом 180 с з подальшою термічною обробкою, які впроваджено на державному підприємстві «Експериментальне виробництво» Інституту імпульсних процесів і технологій НАН України для одержання пластин різання полімерної ізоляції і пробійників титанової фольги.

Фізико-технологічні засади отримання металоматричних композитів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–V дають змогу одержувати матеріал, який можливо використовувати як інструмент, що працює в умовах абразивного зношування.

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗДОБУВАЧА ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

### Публікації у наукових фахових виданнях:

1. Sizonenko, O., Baglyuk, G., Taftai, É., Zaichenko, A., Lipyay, E., Zhdanov, A., Torpakov, A., **Pristash, N.** (2013). Dispersion and Carburization of Titanium Powders by Electric Discharge. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, [online] 52(5), pp.247-253. Available at: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11106-013-9520-z> [Accessed 15 Oct. 2013]. (**Журнал входить у міжнародну наукометричну базу Scopus**)

*Здобувач проводив аналіз дисперсності та морфології частинок порошку титану до та після ВЕР обробки, та брав участь у дослідженні впливу ВЕР обробки на процес карбідизації титану.*

2. Sizonenko, O., Grigoriev, E., Zaichenko, A., Lipyay, E., **Pristash, N.** and Tregub, V. (2013). High voltage electric discharge in liquid as a method of preparation of blend for carbide steels. *International virtual journal for science, technics and innovations for the industry*, [online] (10/2013), pp.19 – 22. Available

at: [http://mech-ing.com/journal/Archive/2013/10/16\\_Sizonenko.pdf](http://mech-ing.com/journal/Archive/2013/10/16_Sizonenko.pdf). **(Журнал входить у міжнародні наукометричні бази РИНЦ та Google Scholar)**

*Здобувачем підготовлено суміші вихідних порошків, досліджено їх властивості, а також властивості після впливу високовольтним електричним розрядом.*

3. Сизоненко, О., Григор'єв, Є., Зайченко, А., Торпаков, А., Липян, Є., **Присташ, М.** Трегуб, В. (2013). Отримання карбідосталей системи Fe-Ti-B-C з використанням високовольтного розряду в рідині для підготовки шихти. *Наукові нотатки. Міжвузівський збірник*, №42, с.254 – 261. **(Журнал входить до переліку наукових фахових видань України, затвердженому МОН України, та у міжнародну наукометричну базу РИНЦ)**

*Здобувачем проведено дослідження структури частинок порошків системи Fe-Ti-B-C до і після ВЕР обробки. Встановлено зв'язок між енергією ВЕР обробки, складом отриманої шихти та властивостями консолідованих зразків.*

4. Сизоненко, О., Тафтай, Э., **Присташ, Н.**, Зайченко, А., Торпаков, Е., Жданов, А. (2013). Особенности электроразрядной обработки смесей на основе порошков Fe и Ti различного массового состава. *Вісник Українського матеріалознавчого товариства*, №6, с. 104 – 111. **(Журнал входить до переліку наукових фахових видань України, затвердженому МОН України, та у міжнародну наукометричну базу РИНЦ)**

*Здобувачем обрано режими ВЕР обробки, досліджено зміну дисперсності і фактору форми та встановлено взаємозв'язок морфологічних і геометричних характеристик порошку різного масового складу від режимів ВЕР обробки.*

5. Зайченко, А., Сизоненко, О., Тафтай, Э., **Присташ, Н.**, Торпаков, А. (2014). Влияние высоковольтной обработки порошковых композиций состава Fe-Ti-C и Fe-Ti-B-C на изменение их электрического сопротивления. *Труды Института проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины. Серия "Композиционные, слоистые и градиентные материалы и покрытия". Электрические контакты и электроды*, с. 129 – 133. **(Журнал входить до переліку наукових фахових видань України, затвердженому МОН України, та у міжнародну наукометричну базу РИНЦ)**

*Здобувач безпосередньо брав участь у створенні експериментального стенду та вимірюванні електричного опору порошкової шихти. Він встановив зв'язок між опором порошкових композицій Fe—Ti—C та Fe—Ti—B—C та параметрами ВЕР обробки.*

6. Sizonenko, O., Torpakov, A., Zaichenko, A., Tregub, V., **Pristash, N.** (2015). Plasma technologies for obtainment of composite materials dispersion hardened by nanostructured particles. *International virtual journal for science, technics and innovations for the industry*, [online] (1/2015), pp. 32 – 35. Available at: <http://stumejournals.com/mtm/Archive/2015/1-2015.pdf>. **(Журнал входить у міжнародні наукометричні бази РИНЦ та Google Scholar)**

*Здобувачем встановлено зв'язок між структурою та фізико-механічними властивостями консолюдованих зразків карбідосталей.*

7. Sizonenko, O., Grigoryev, E., **Pristash, N.**, Zaichenko, A., Torpakov, A., Lylian, Y., Tregub, V., Zholnin, A., Yudin, A. and Kovalenk, A. (2016). Plasma Methods of Obtainment of Multifunctional Composite Materials, Dispersion-Hardened by Nanoparticles. *High Temperature Materials and Processes*. [online] Available at: <https://www.degruyter.com/view/j/htmp.ahead-of-print/htmp-2016-0049/htmp-2016-0049.xml> [Accessed 20 Dec. 2016]. **(Журнал входить у міжнародну наукометричну базу Scopus)**

*Здобувачем досліджено вплив кількості тугоплавких компонентів у складі сумішей системи Fe-Ti-C на фізичні та морфологічні характеристики шихти, отриманої шляхом ВЕР обробки. Безпосередньо автором обрано режими та проведено консолюдацію отриманої шихти.*

8. Sizonenko, O., Zaichenko, A., **Pristash, N.**, Torpakov, A. (2016). The influence of the heating rate in the process of spark-plasma sintering on the kinetics of compaction, structure formation and properties of the materials of Fe-Ti-C-B system. *Materials science. Non-equilibrium phase transformations*. Publisher: scientific technical union of mechanical engineering, [online] (4/2016), pp.3-5. Available at: <http://stumejournals.com/ms/archive/2016/4-2016.pdf>. **(Журнал входить у міжнародні наукометричні бази РИНЦ та Google Scholar)**

*Здобувачем досліджено особливості іскро-плазмової консолюдації порошків системи Fe-Ti-C-B із різною швидкістю нагрівання та витримки.*

9. **Присташ, Н.**, Сизоненко О., Коваленко А. (2016). Влияние скорости нагрева в процессе искро-плазменного спекания на кинетику уплотнения и структурообразование порошка железа. *Наукові нотатки Міжвузівський збірник*, 53, с. 126 – 129. **(Журнал входить до переліку наукових фахових видань України, затвердженому МОН України, та у міжнародну наукометричну базу РИНЦ)**

*Здобувачем теоретично та експериментально досліджено вплив швидкості нагрівання під час іскро-плазмового спікання на кінетику ущільнення та структуроутворення порошку заліза.*

10. **Присташ, Н.**, Сизоненко, О., Зайченко, А. (2016). Влияние скорости нагрева в процессе искро-плазменного спекания на кинетику уплотнения, структурообразование и свойства материалов системы Fe-Ti-C-(B). *Вестник Украинского материаловедческого общества*, №9, с. 19-26. **(Журнал входить до переліку наукових фахових видань України, затвердженому МОН України, та у міжнародну наукометричну базу РИНЦ)**

*Здобувачем експериментально досліджено вплив швидкості нагрівання під час іскро-плазмового спікання на структуру і властивості карбідосталей системи Fe-Ti-C-(B).*

### Патенти України:

11. Сизоненко, О., Зайченко, А., Торпаков, А., Липян, Є., **Присташ, М.**, Трегуб, В. (2015). Спосіб одержання карбідів металів перехідної групи: *Патент України на корисну модель №95795*, Бюл. №1.

*Здобувач займався теоретичним та експериментальним дослідженням зв'язку між параметрами ВЕР обробки та кількістю карбіду титану, що утворився.*

12. Сизоненко, О., Зайченко, А., Торпаков, А., Липян, Є., **Присташ, М.**, Трегуб, В. (2015). Спосіб одержання металоматричних композиційних матеріалів: *Патент України на корисну модель №97319*, Бюл. №5.

*Здобувач обґрунтував режими консолідації та досліджував фізико-механічних властивостей консолідованих зразків.*

13. Сизоненко, О., Зайченко, А., Торпаков, А., Липян, Є., **Присташ, М.**, Трегуб, В. (2016). Спосіб одержання карбідів металів перехідної групи: *Патент України на винахід №111396*, Бюл. №8.

*Здобувач займався теоретичним та експериментальним дослідженням зв'язку між параметрами ВЕР обробки та кількістю карбіду титану, що утворився.*

14. Сизоненко, О., Зайченко, А., Торпаков, А., Липян, Є., **Присташ, М.**, Трегуб, В. (2016). Спосіб одержання металоматричних композиційних матеріалів: *Патент України на винахід №111411*, Бюл. №8.

*Здобувач обґрунтував режими консолідації та досліджував фізико-механічних властивостей консолідованих зразків.*

### Апробація результатів дисертації:

15. Сизоненко, О., Григорьев, Е., Тафтай, Э., Липян, Е., Зайченко, А., **Присташ, Н.**, Жданов, А. (2013). Синтез композиционных металл-углеродных порошков при высоковольтных электрических разрядах. *Материалы XVI междунар. научной конференции «Физика импульсных разрядов в конденсированных средах»*. Николаев, с. 164 – 167. (Форма участі - очна)

16. Сизоненко, О., Григорьев, Е., Баглюк, Г., Зайченко, А., Липян, Е., Торпаков, А., **Присташ, Н.**, Трегуб, В. (2013). Получение карбидосталей системы Fe–Ti–В–С с использованием высоковольтного разряда в жидкости для подготовки шихты. *Материалы X междунар. научной конференции «Импульсные процессы в механике сплошных сред»*. Николаев, с. 142 – 145. (Форма участі - очна)

17. Сизоненко, О., Тафтай, Э., Торпаков, А., Зайченко, А., **Присташ, Н.**, Липян, Е., Жданов, А. (2013). Особенности электроразрядного измельчения и изменения фазового состава смесей порошков на основе железа и титана. *Материалы X междунар. научной конференции «Импульсные процессы в механике сплошных сред»*. Николаев, с. 128 – 131. (Форма участі - очна)

18. Сизоненко О., Григорьев, Е., Зайченко, А., Липян, Е., Торпаков, А., **Присташ, Н.** (2013). Влияние подготовки порошков высоковольтными

электрическими разрядами к консолидации на свойства карбидостали. *Международная конференция High Mat Tech. Тезисы докладов. Киев, С.135.* (Форма участі - заочна)

19. Сизоненко, О., Григорьев, Е., Зайченко, А., Торпаков, А., Юрлова, М., **Пришаш, Н.** (2014). Искро-плазменное спекание порошковых металломатричных композитов. *Международная конференция «Порошковая металлургия: Современное состояние и будущее». Тезисы докладов. Киев, с. 43.* (Форма участі - очна)

20. Сизоненко, О., Григорьев, Е., Зайченко, А., Липян, Е., Торпаков, А., Юрлова, М., **Пришаш, Н.** (2014). Карбидостали, дисперсноупрочненные тугоплавкими соединениями TiC, TiB, TiB<sub>2</sub>. *IV Международная Самсоновская конференция «Материаловедение тугоплавких соединений» Труды конференции. Киев, с. 86.* (Форма участі - очна)

21. Трегуб, В., Сизоненко, О., **Пришаш, Н.** (2015). Применение высококонцентрированных потоков энергии для получения износостойких материалов на основе Fe и Ti. *Сучасні енергетичні установки на транспорті і технології та обладнання для їх обслуговування: матеріали 6 Міжнародної науково-практичної конференції. Херсон, с. 217.* (Форма участі - очна)

22. **Пришаш Н.**, Зайченко А., Коваленко, А. (2016). Влияние скорости нагрева в процессе искро-плазменного спекания на твердость и износостойкость борсодержащих карбидосталей. *Сучасні енергетичні установки на транспорті і технології та обладнання для їх обслуговування: матеріали 7 Міжнародної науково-практичної конференції. Херсон, с. 198.* (Форма участі - очна)

## АНОТАЦІЯ

Пришаш М.С. «Закономірності фазо- та структуроутворення матеріалів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B в умовах іскро-плазмового спікання». – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.16.06 «Порошкова металурія і композиційні матеріали» (132 Матеріалознавство). Підготовка наукової праці відбувалась в Інституті імпульсних процесів і технологій Національної академії наук України, м. Миколаїв. Подається для захисту в Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича Національної академії наук України, м. Київ, 2017.

Дисертацію присвячено вивченню закономірностей фазо- та структуроутворення матеріалів систем Fe–Ti–C та Fe–Ti–C–B в умовах іскро-плазмового спікання та отриманню матеріалів із підвищеними фізико-механічними властивостями.

У роботі експериментально встановлено, що збільшення введеної потужності при консолідації шихти системи Fe–Ti–C з 1,3 кДж/с до 4 кДж/с при зміні гармонійного складу струму дозволяє інтенсифікувати процеси іонної дифузії і перенесення рідкого металу та збільшити щільність

консолідованих зразків з ~80 % до 98 %, твердість з ~20 HRC до ~50 HRC, зменшити втрату ваги при абразивному зношуванні з 30 % маси до 7 %, а для системи Fe–Ti–C–V збільшити щільність з 70 % до 98 %, твердість з ~20 HRC до ~50 HRC, та зменшити втрату ваги з 20 % маси до 1,8 % маси.

Автором теоретично обґрунтовано та експериментально встановлено, що збільшення швидкості нагріву з 10 °C /с до 20 °C/с дає можливість зменшити час ущільнення компактів на основі заліза з 60 с до 40 с і отримати в їх структурі середній розмір зерна на рівні 10 мкм, що призвело до збільшення твердості зразків з 60 HRB до 85 HRB.

Отримані залежності дали змогу експериментально встановити, що ПС системи Fe–Ti–C–V із введеною потужністю 4 кДж/с в режимі зі швидкістю нагрівання 20 °C /с із тиском 60 МПа та ізотермічною витримкою 1100 °C протягом 180 с дозволяє за рахунок збільшення кількості боридів Ti<sub>2</sub>B і FeV з 5 % до 10 % отримати ММК системи Fe–Ti–C–V твердістю ~60 HRC та зносостійкістю при абразивному зносі у 7 разів вищою, ніж у вольфрамівмісної сталі Р6М5.

Композиційний матеріал системи Fe–Ti–C–V, виготовлений за наведеними у роботі рекомендаціями, було використано в ролі пластин для різання полімерної ізоляції та пробійників титанової фольги на державному підприємстві «Експериментальне виробництво Інституту імпульсних процесів і технологій». За результатами випробувань стійкість представленого матеріалу була на рівні інструментальної сталі Р6М5, але за рахунок того, що вартість матеріалу системи Fe–Ti–C–V менша, з економічної точки зору це дозволить значно збільшити прибуток виробництва.

**Ключові слова:** металоматричні композиційні матеріали, ультрадисперсні тугоплавкі частинки, струм високої щільності, іскро-плазмове спікання, гармонійний склад струму, введена потужність спікання, швидкість нагрівання, капілярний тиск.

## АННОТАЦІЯ

Присташ Н.С. «Закономерности фазо- и структурообразования материалов систем Fe–Ti–C и Fe–Ti–C–V в условиях искро-плазменного спекания». – Квалификационная научная работа на правах рукописи.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 «Порошковая металлургия и композиционные материалы» (132 Материаловедение). Подготовка работы проходила в Институте импульсных процессов и технологий Национальной академии наук Украины, г. Николаев. Подается к защите в Институт проблем материаловедения им. И.М. Францевича Национальной академии наук Украины, г. Киев, 2017.

Диссертация посвящена изучению закономерностей фазо- и структурообразования материалов систем Fe–Ti–C и Fe–Ti–C–V в условиях



искро-плазменного спекания и получению материалов с повышенными физико-механическими свойствами.

В работе экспериментально установлено, что увеличение введенной мощности при консолидации шихты системы Fe–Ti–C с 1,3 кДж/с до 4 кДж/с за счет изменения гармонического состава тока позволяет интенсифицировать процессы ионной диффузии и переноса жидкого металла и увеличить плотность консолидированных образцов с ~80 % до 98 %, твердость с ~ 20 HRC до ~ 50 HRC, уменьшить потерю массы при абразивном износе с 30 % массы до 7 %, а для системы Fe–Ti–C–B увеличить плотность с 70 % до 98 %, твердость с ~ 20 HRC до ~ 50 HRC и уменьшить потерю массы с 20 % массы до 1,8 % массы.

Автором теоретически обосновано и экспериментально установлено, что увеличение скорости нагрева с 10 °C /с до 20 °C/с позволяет уменьшить время уплотнения железных компактов с 60 с до 40 с и получить средний размер зерна в их структуре на уровне 10 мкм, что привело к увеличению твердости образцов с 60 HRB до 85 HRB.

Полученные зависимости позволили экспериментально установить, что ИПС системы Fe–Ti–C–B с введенной мощностью 4 кДж/с в режиме со скоростью нагрева 20 °C /с, давлением ~60 МПа и изотермической выдержкой при 1100 °C в течение 180 с позволяет за счет увеличения количества боридов Ti<sub>2</sub>B и FeB с 5 % до 10 % получить ММК системы Fe–Ti–C–B твердостью 60 HRC и стойкостью к абразивному износу в 7 раз выше, чем у вольфрамсодержащей стали Р6М5.

Композиционный материал системы Fe–Ti–C–B, изготовленный согласно приведенным в работе рекомендациям, был использован в качестве пластин для резания полимерной изоляции и пробойников титановой фольги на государственном предприятии «Экспериментальное производство» Института импульсных процессов и технологий». Согласно результатам испытаний стойкость представленного материала была на уровне инструментальной стали Р6М5, однако, за счет того, что себестоимость материала системы Fe–Ti–C–B меньше, с экономической точки зрения это позволит предприятию значительно увеличить прибыль.

**Ключевые слова:** металлматричные композиционные материалы, ультрадисперсные тугоплавкие частицы, ток высокой плотности, искро-плазменное спекание, гармонический состав тока, введенная мощность спекания, скорость нагревания, капиллярное давление.

### SUMMARY (ABSTRACT)

Prystash M. S. “Regularities of phase- and structure formation of Fe–Ti–C and Fe–Ti–C–B materials in conditions of spark-plasma sintering” – Qualification scientific work with the rights of manuscript.

Thesis for qualification for PhD in Engineering science majoring in 05.1.06 “Powder metallurgy and composite materials” (132 Materials science). Work was

performed at Institute of Pulse Processes and Technologies of National Academy of Sciences of Ukraine. Submitted for defense at I. M. Frantsevich Institute of Problems of Materials Science of National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, 2017.

Thesis focuses on studying regularities of phase- and structure formation of Fe–Ti–C and Fe–Ti–C–B materials in conditions of spark-plasma sintering and on the creation of materials with improved physico-mechanical properties.

It is experimentally found out in present work, that an increase of input power during sintering of powder mixture of Fe–Ti–C system from 1.3 kJ/s to 4 kJ/s by changing current harmonic composition allows intensification of processes of ion diffusion and transmission of liquid metal and increasing density of consolidated specimens from ~80 % to 98 %, hardness from ~20 HRC to ~50 HRC, decrease loss of mass during abrasive wear from 30 % of mass to 7 %, and for Fe–Ti–C–B system – increase density from 70 % to 98 %, hardness from ~20 % HRC to ~50 HRC and decrease loss of mass from 20 % of mass to 1.8 % of mass.

Author have theoretically justified and experimentally determined that increase of heating rate from 10 °C/s to 20 °C/s allows decreasing time of compacts densification based on Ferrum from 60 s to 40 s and obtain mean grain size on the level of 10 μm in their structure, which leads to an increase of their hardness from 60 HRB to 85 HRB.

Obtained regularities allowed experimental determination of the fact that SPS of Fe–Ti–C–B with input power of 4 kJ/s in the mode with heating rate of 20 °C/s, pressure of 60 MPa and isothermal holding of 1100 °C during 180 s allows obtaining MMC of Fe–Ti–C–B system with hardness of 60 HRC and wear resistance during abrasive wear 7 times higher than wear resistance of HSS M2 tungsten-containing steel due to increase of Ti<sub>2</sub>B and FeB borides content from 5 % to 10 %.

Composite material of Fe–Ti–C–B, produced according to recommendations, issued in work, was used as plates for cutting polymer isolation and punches for titanium foil on the state enterprise “Experimental Production” of Institute of Pulse Processes and Technologies. According to tests results, durability of proposed material was on the level of HSS M2 instrumental steel, but due to the fact that cost of Fe–Ti–C–B system materials is lower, from economical point of view it allows significant increase of enterprise profit.

**Key words:** metal matrix composite materials, ultrafine refractory particles, high density current, spark-plasma sintering, current harmonic composition, input sintering power, heating rate, capillary pressure.