

BADANIA EFEKTÓW CIEPLNYCH PODCZAS SPIEKANIA PROSZKÓW SAMOROZPADOWYCH ZAWIERAJĄCYCH FAZY MIĘDZYMETALICZNE

F. BINCZYK¹

Katedra Technologii Stopów Metali i Kompozytów,
Politechnika Śląska, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

STRESZCZENIE

Wobec dynamicznie rozwijających się technologii opartych na metalurgii proszków, samorzutny rozpad stopów to najbardziej ekonomiczny sposób na uruchomienie produkcji wielu rodzajów proszków stopowych, w tym związków międzymetalicznych. Dotyczy to zwłaszcza stopów układu Fe-Al-Me. Specyfika proszków zawierających fazy międzymetaliczne wymaga między innymi wyjaśnienia zjawisk zachodzących w trakcie procesu ich spiekania, prowadzących do uzyskania określonych właściwości użytkowych, a zwłaszcza porowatości, twardości i odporności na ścieranie. W pracy przedstawiono wyniki badań zjawisk cieplnych podczas spiekania w prasie wysokotemperaturowej Degussa, modyfikowanych samorozpadowych proszków układu Ni-Fe-Al.

Key words: thermal analysis, self-decomposition powders, sinter, temperature

1. WPROWADZENIE

W ostatnich latach obserwuje się duże zainteresowanie stopami, których głównymi składnikami są fazy międzymetaliczne podwójnych układów Fe-Al, Ni-Al i Ti-Al, jako nowymi materiałami do pracy w podwyższonej temperaturze [1, 2]. Wadą większości faz międzymetalicznych jest ich mała plastyczność w temperaturze pokojowej. Istnieją teoretyczne opracowania (potwierdzone eksperymentalnie) wskazujące na możliwość powiększania plastyczności faz międzymetalicznych poprzez wprowadzenie do sieci krystalicznej (w miejsce Al) określonych pierwiastków, głównie Cr, Cu, Ti i Co [3].

¹ prof. dr hab. inż., binczyk@polsl.katowice.pl

Ze względu na wysoką temperaturę topnienia oraz na silną tendencję do utleniania (np. fazy z układu Ti-Al) topienie i odlewanie wyrobów na osnowie faz międzymetalicznych jest utrudnione. Jednym ze sposobów otrzymywania wyrobów na osnowie faz międzymetalicznych jest prosta i tania technologia, bazująca na spiekaniu proszków uzyskanych w procesie samoistnego rozpadu stopów Fe-Al-X (gdzie X: Ni, Ti, Cr itp.) zawierających węglík Al_4C_3 [4÷7]. Proszki uzyskane w wyniku samorzutnego rozpadu stopów Ni-Fe-Al, poddane modyfikowaniu wybranymi pierwiastkami, a następnie spiekaniu w wysokotemperaturowej prasie Degussa, dają wyroby, które z powodzeniem mogą być stosowane w specjalnych węzłach tarcia np. pracujących w wysokiej temperaturze.

2. PRZEPROWADZENIE BADAŃ

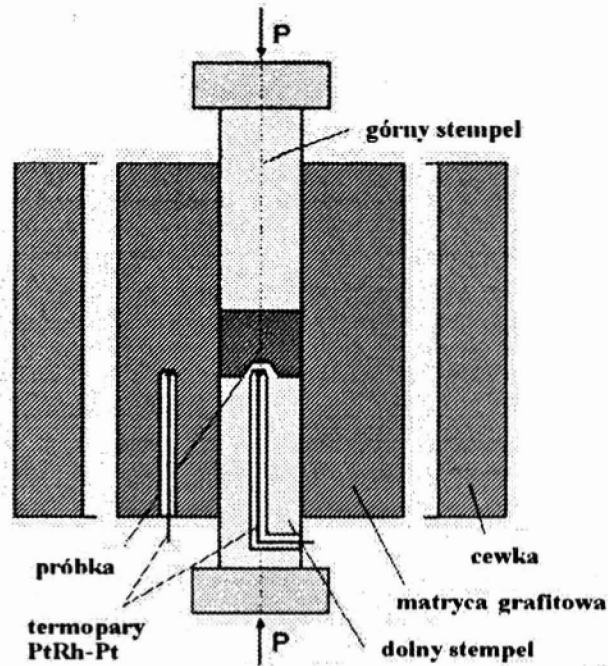
Do spiekania próbek wykorzystano bazowy proszek, który po samorzutnym rozpadzie stopu Ni-Fe-Al-C zawierał: Al-37,8%, Si-0,18%, Mn-0,12%, Ni-34,5%, Cr-0,09%, reszta Fe. Poprzez domieszkowanie proszków bazowych innymi pierwiastkami stopowymi uzyskano mieszaniny proszkowe, które po spiekaniu w wysokotemperaturowej prasie, dały wyroby o szerokim zakresie składu fazowego. Spieki na bazie proszku samorozpadowego Fe-Al, modyfikowane proszkami Cu i Cr, będą prawdopodobnie wykazywały dużą odporność na ścieranie, porównywalną z odpornością brązów aluminiowych (roztwór α +związki międzymetaliczne). Wprowadzenie do mieszaniny wyjściowej proszku żelaza wpłynie prawdopodobnie na utworzenie w spiekach fazy Fe_3Al o znacznie większej plastyczności od fazy Fe_2Al_5 , która dominuje w proszku bezpośrednio po samorzutnym rozpadzie. Użyto następujących proszków modyfikujących:

- proszek Fe, (Huygen's firm), typ100024,
- proszek Cr, o ziarnistości 40-63 μm ,
- proszek Cu, o ziarnistości 40-63 μm ,
- proszek Co, o ziarnistości 40-63 μm

Po odważeniu określonych proporcji proszków w celu ujednorodnienia poddano je dodatkowemu mieleniu (przez około 20 minut) w młynku kulowym planetarnym firmy Fritsch. Do spiekania użyto matrycy grafitowej o średnicy stempla 25 mm. Spiekanie przeprowadzono w wysokotemperaturowej prasie próżniowej firmy Degussa typu VSP 15/220. Zastosowano maksymalne ciśnienie prasowania (dla danego typu grafitu) ~ 15 MPa. Spiekanie prowadzono w próżni rzędu $2 \cdot 10^{-2}$. Schemat stanowiska badawczego przedstawiono na rys. 1.

3. ANALIZA TERMICZNA ATD i DTA PROCESU SPIEKANIA

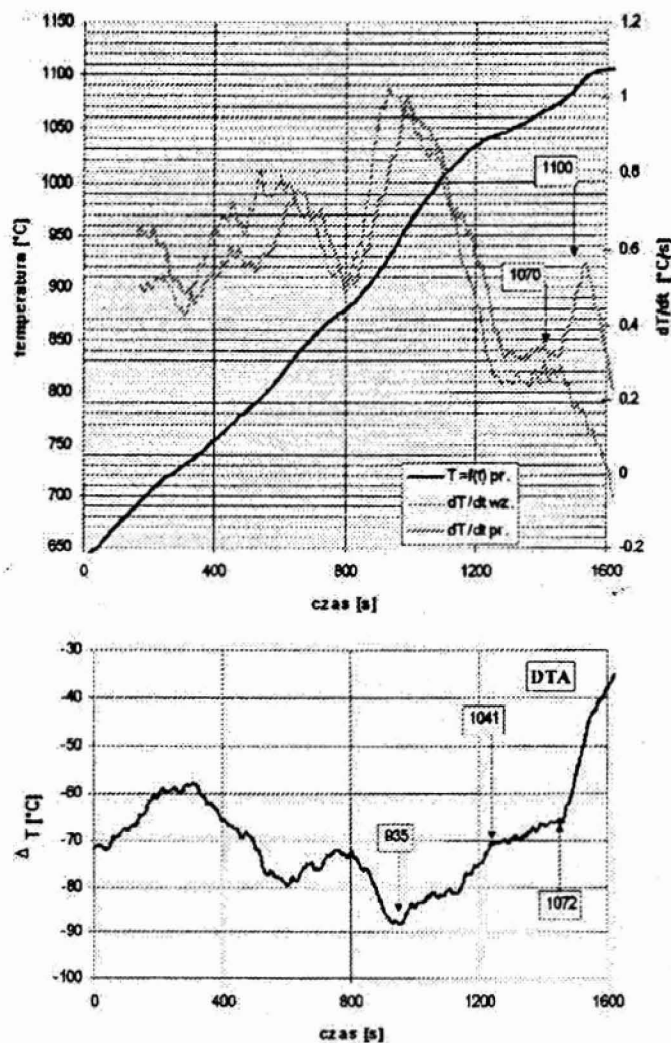
Efekty cieplne podczas spiekania rejestrowano termoelementami Pt-PtRh10. Jeden termoelement był umieszczony w dolnym stemplu prasującym (~ 2 mm pod powierzchnią), a drugi w matrycy, w odległości ~ 10 mm od powierzchni bocznej próbki.



Rys. 1. Schemat spiekania w wysokotemperaturowej prasie Degussa z rejestracją temperatury spieku i matrycy

Fig. 1. Scheme of sintering process in Deguss press with temperature of sinter and matrix registration

W ten sposób uzyskano możliwość rejestracji wykresów analizy termicznej derywacyjnej ATD i różnicowej DTA. Szybkością nagrzewania sterowano „ręcznie” mając na uwadze zachowanie w maksymalnym stopniu jej liniowego przebiegu. Czas nagrzewania to temperatury spiekania 1100°C wynosił około 25 minut, a czas spiekania w zadanej temperaturze 20 minut. Po tym czasie wyłączono grzanie i rejestrowano temperaturę podczas chłodzenia spieku. Przykładowe wykresy analizy termicznej dla mieszaniny proszkowej (eksperyment 5), rejestrowane podczas nagrzewania i właściwego spiekania przedstawiono na rys. 2, a podczas chłodzenia po spiekaniu na rys. 3. Łączna analiza wykresów ADT i DTA pozwala wnioskować, że w temperaturze około 1070°C ma miejsce efekt endotermiczny, prawdopodobnie wywołany topieniem roztworu Al w proszku Cu. Bezpośrednio po tym efekcie w spiekanej próbce zachodzi efekt egzotermiczny, spowodowany prawdopodobnie reakcją pomiędzy proszkiem samorozpadowym, zawierającym aluminium a proszkiem niklu. Faza ciekła jest w tym przypadku tylko katalizatorem tej reakcji, co potwierdza efekt egzotermiczny na wykresie ATD w zakresie 1070°C do 1085°C , spowodowany krzepnięciem fazy ciekłej, podczas chłodzenia spieku. Tak więc proszek Cu jest tylko katalizatorem reakcji egzotermicznej prowadzącej do powiększenia właściwości spieków. Wyniki analizy składu fazowego wskazują na możliwość przechodzenia Cu do roztworu [8].



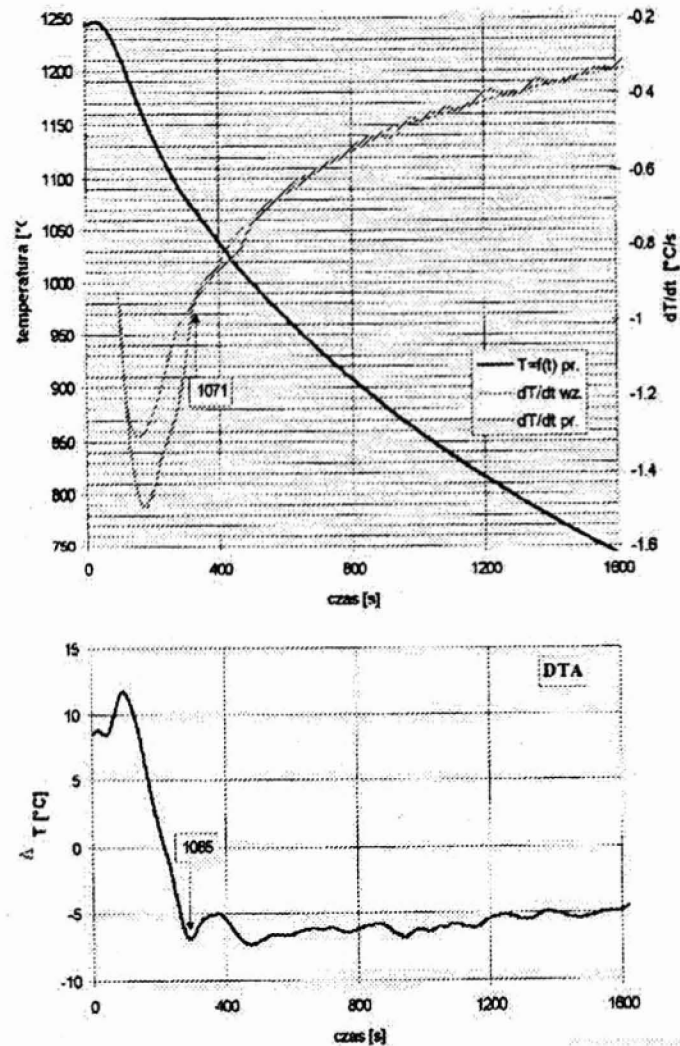
Rys. 2. Wykresy analizy termicznej ATD i różnicowej DTA podczas nagrzewania i spiekania. Próbka nr 5 (48g Ni-Fe-Al., 16g Fe, 8g Cu, 8g Ni)

Fig. 2. Thermal analysis diagrams ATD and DTA during heating and sintering. Sample no 5 (48g Ni-Fe-Al., 16g Fe, 8g Cu, 8g Ni)

4. PODSUMOWANIE

Badania prowadzone nad spiekaniem proszków samorozpadowych na bazie związków międzymetalicznych układu Ni-Fe-Al wykazały korzystny wpływ modyfikowania spieków proszkami Cu i Cr na poprawę ich właściwości [6]. Jednym ze stwierdzonych w niniejszej pracy efektów modyfikowania proszków samorozpadowych układu Ni-Fe-Al, są procesy typu SHS o charakterze egzotermicznym, przebiegające w temperaturze powyżej 1000°C. Inicjatorem tych procesów egzotermicznych jest prawdopodobnie ciekły roztwór Al w Cu (o temperaturze topnienia około 1070°C). Zjawiska te przebiegają często z małą intensywnością wydzielanego ciepła, dlatego są

trudne do interpretacji tradycyjną metodą analizy termicznej TA. Połączenie metody ATD i DTA daje w tym przypadku większe możliwości. Pewną niedoskonałością zastosowanej metody badawczej jest brak możliwości uzyskania liniowej charakterystyki temperaturowej przy nagrzewaniu próbek i stałej wartości temperatury podczas procesu spiekania. Wynika to ze sposobu indukcyjnego nagrzewania w wysokotemperaturowej prasie Degussa, bez możliwości bezpośredniej kontroli szybkości podwyższania temperatury grafitowej matrycy.



Rys. 3. Wykres analizy termicznej ATD i różnicowej DTA podczas chłodzenia spieku.

Próbka nr 5 (48g Ni-Fe-Al., 16g Fe, 8g Cu, 8g Ni)

Fig. 3. Thermal analysis diagram ATD and DTA during cooling of sinter.

Sample no 5 (48g Ni-Fe-Al., 16g Fe, 8g Cu, 8g Ni)

Podziękowanie:

Niniejsza praca została sfinansowana ze środków Komitetu Badań Naukowych w ramach Projektu PBZ-KBN-041/T08/2001

LITERATURA

1. Cottrell A.H.: Boron and carbon in nickel, iron and Ni₃Al, *Materials Science and Technology*, July (1991), vol. 7, p. 585-586.
2. Crinp M.A., Vedula K.: Effect of boron on the tensile properties of FeAl, *Materials Science and Engineering*, 78 (1986), p. 193-200.
3. Ogwua A., Dawies T.J.: Effect of the electric state, stoichiometry and ordering energy on the ductility of transition metal-based intermetallics, *Journal of Materials Science*, 28 (1993), p. 847-852.
4. Binczyk F.: Czynniki kształtujące strukturę wysokoalumiiniowych stopów układu Fe-Al-C i analiza zjawisk destrukcyjnych prowadzących do ich samorzutnego rozpadu, *Zeszyty Naukowe Pol. Śl., Hutnictwo nr40, Gliwice, 1991.*
5. Binczyk F., Skrzypek J.St., Gierek A.: „Intermetallic Fe-Al layers obtained by the powder cloth method”, *Powder Technology*, 94, 1997, pp. 259 – 263.
6. Binczyk F., Polechoński W., Skrzypek S.J.: Intensive grinding of powders in an electro-magneto-mechanical mil. *Powder Technology*, 114, 2001, p.237-243.
7. Binczyk F., Skrzypek St.J.: The intermetallic powders of Ni-Al., Cu-Al and Cr-Al. synters obtained by the self-desintegration method. *Powder Technology*, 120, 2001, p.159-163.
8. Skrzypek S.J., Binczyk F., Gierek A.: Struktura i własności spieków na bazie samorozpadowych związków międzymetalicznych układu Fe-Al, *Inżynieria Materiałowa*, 1997. nr. 1. Ss. 18.

THE STUDY OF HEAT EFFECT DURING OF SINTERING PROCESS OF INTERMETALLICS PHASES BY ATD and DTA THERMAL ANALYSIS

SUMMARY

The simultaneous application of two thermal methods i.e. DTA and ATD analysis of Ni-Fe-Al intermetallics during sintering process is presented. Powders containing intermetallic compounds were obtained by self-decomposition of Ni-Fe-Al-C alloy cast with Fe, Cu, Ni, Co and Cr additives. These powders were sintered in Degauss type vacuum press.

Recenzował prof. Edward Guzik