ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ 1980

Seria: HUTNICTWO z. 20 Nr kol. 636

Izabella HYLA, Jerzy MYALSKI,
Józef ŚLĘZIONA

Politechnika Śląska - Gliwice

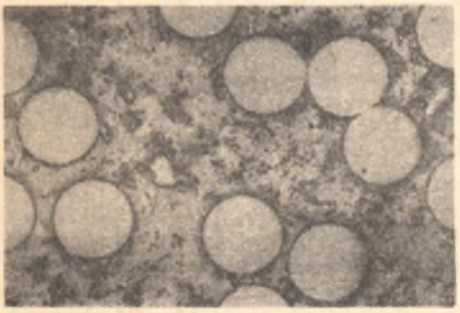
Instytut Inżynierii Materiałowej - Katowice

WPŁYW PARAMETRÓW TECHNOLOGICZNYCH NA WYTRZYMAŁOŚĆ KOMPOZYTU OTRZYMANEGO METODĄ METALURGII PROSZKÓW

Streszczenie. Na własności mechaniczne materiałów duży wpływ wywiera technologia ich wytwarzania. Uwidacznia się to szczególnie wyraźnie w przypadku materiałów kompozytowych. W przedstawionej pracy przeanalizowano wpływ podstawowych parametrów technologicznych, takich jak: ciśnienie prasowania, czas i temperatura spiekania na wytrzymałość określonych kompozytów włóknistych wytwarzanych metodą metalurgii proszków.

1. WSTĘP

Jedną z technologii wykorzystywanych przy wytwarzaniu materiałów kompozytowych jest metalurgia proszków [1,2]. Pozwala ona na otrzymanie materiału kompozytowego bez kłopotliwego topienia metalu osnowy, stwarzając równocześnie duże możliwości w procesie projektowania własności materiału finalnego oraz zachowania stabilności składu chemicznego tworzywa od początku do końca procesu. Przy zbrojeniu włóknami ciągłymi metoda ta umożliwia również zachowanie prawidłowego i równomiernego rozkładu włókien w osnowie (rys. 1).



Rys. 1. Rozkład drutów zbrojących na przekroju wypraski (pow. 50 x)

Oprócz tych niewątpliwych zalet metoda metalurgii proszków stosowana w odniesieniu do materiałów kompozytowych włóknistych stwarza jednak szereg problemów wymagających każdorazowo indywidualnego rozwiązania. Dotyczy to przede wszystkim optymalizacji podstawowych parametrów procesu, do których zaliczyć należy ciśnienie prasowania oraz temperaturę i czas spiekania.

W przypadku materiałów kompozytowych właściwy dobór parametrów procesu utrudnia fakt łączenia ze sobą materiałów o zróżnicowanych charakterystykach mechanicznych, mogących ponadto oddziaływać wzajemnie na siebie wzdłuż granicy rozdziału. Przyjęte ciśnienie prasowania musi zapewnić nie tylko dobre zagęszczenie osnowy w całym przekroju prasowanego elementu, ale także umożliwić zachowanie nieodkształconego i niezniszczonego komponentu zbrojącego.

Ponadto parametry termiczno-czasowe procesu muszą zapewnić z jednej strony dobre połączenia komponentów ze sobą, ale z drugiej strony muszą być tak dobrane, aby nie doprowadzać do zbytniego rozbudowywania się warstw granicznych. Ponieważ ustalenie wzajemnych powiązań wpływu poszczególnych parametrów dla określonej pary komponentów wymagałoby przebadania bardzo dużej ilości próbek, autorzy pracy podczas jej realizacji skorzystali z metody planowania eksperymentu.

2. BADANIA WŁASNE

2.1. Materiał przyjęty do badań

Do wykonania próbek użyto proszku o składzie procentowym odpowiadającym składowi stali H 23 N 18. Do wykonania mieszanki użyto proszków Distaloy SA, FeCr 250 oraz proszku niklu. Proszki mieszano mechanicznie w specjalnym mieszalniku. O poprawności wymieszania wnioskowano na podstawie pomiarów mikrotwardości, prowadzonych na przekroju próbnych wyprasek niezbrojonych [5].

Zbrojenie stanowił drut wolframowy oraz molibdenowy o średnicy Ø = 0,2 mm. Własności mechaniczne drutów podano w tablicy 1. Wytrzymałość wypraski niezbrojonej, otrzymanej w cyklu technologicznym analogicznym jak dla próbek zbrojonych, wynosiła w temperaturze otoczenia 178 MPa.

Tablica 1

Własności mechaniczne drutów zbrojących

Oznaczenie drutów	Wytrzymałość R_m (MPa)	Wydłużenie A (%)
MoP	2000	1,3
W P	2300	0,2

Próbki o kształcie i wymiarach zgodnych z normą PN-75/H-04937 wykonano metodą prasowania jednostronnego na zimno, stosując ciśnienie prasownicze 600, 700 i 800 MPa. Przyjęto trzy udziały objętościowe drutów zbrojących: V_w = 2%, 6% i 10%.

2.2. Cykl technologiczny oraz metodyka badań

Jak wspomniano uprzednio, próbki do badań wytrzymałościowych określonego kompozytu otrzymano metodą prasowania jednostronnego na zimno, a następnie spiekania w próżni. Na pełny cykl technologiczny złożyły się następujące operacje składowe:

- zasypywanie uprzednio przygotowanego i odważonego proszku do formy zawierającej drut zbrojący w określonej ilości i o odpowiednio przygotowanej powierzchni,
- prasowanie jednostronne na zimno przy stosowaniu ciśnień 600, 700 i 800 MPa,
- spiekanie w próżni sprasowanych uprzednio próbek, stosując czasy spiekania 2, 2,5 i 3 godziny oraz trzy temperatury spiekania: 1100°C, 1150°C i 1200°C,
- prasowanie zagęszczające przy gniotach kolejno 10% i 5%, rozdzielone wyżarzaniem odprężającym w temperaturze $T = 1000°C$ i w czasie $\tau = 1$ h.

Warunki procesu technologicznego ustalono wykorzystując metodę planowania eksperymentu. Przyjęto planowanie eksperymentu czynnikowe rzędu pierwszego 2^{4-2}. Tego typu planowanie pozwala bowiem na wyznaczenie gradientu zmian i doboru optymalnych zestawów parametrów badanego obiektu. Przyjęte przedziały zmienności parametrów procesu technologicznego i oznaczenia kodowe przedstawiono w tablicy 2. Na jej podstawie sporządzono macierz planowania, którą wraz z otrzymanymi wynikami doraźnej wytrzymałości na rozciąganie badanych próbek przedstawiono w tablicy 3. Wartości parametrów procesu technologicznego skorelowano do wartości + 1 i -1 [3]. Wyliczone równania regresji potwierdziły poprawność przyjętego w analizie liniowego modelu zależności [4].

Tablica 2

Wartości parametrów procesu technologicznego

	czas spiekania X_1 [h]	temperatura spiekania X_2 [°C]	Udział obj. X_3 [%]	Ciśnienie Prasowania X_4 [MPa]
Poziom zerowy $X_i = 0$	2,5	1150	6	700
Przedział zmian b_i	0,5	50	4	100
Poziom górny $X_i = +1$	3	1200	10	800
Poziom dolny $X_i = -1$	2	1100	2	600

Tablica 3

Macierz planowania i wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie

Numer doświadczenia	X_1	X_2	X_3	X_4	Wytrzymałość na rozciąganie R_m [MPa]	
					zbrojenie wolfram.	zbrojenie molibden.
1	+	-	-	-	218,4	200,7
2	-	+	-	-	263,8	198,8
3	-	-	+	-	235,9	217,8
4	+	+	+	-	271,9	196,4
5	-	-	-	+	163,9	246,4
6	+	+	-	+	201,6	253,2
7	+	-	+	+	161,6	199,2
8	-	+	+	+	204,6	249,7

3. ANALIZA WYNIKÓW

Jako kryterium oceny własności otrzymanego materiału kompozytowego przyjęto doraźną wytrzymałość na rozciąganie dogniatanych spieków, wyznaczoną w statycznej próbie rozciągania. Funkcje regresji dla przyjętych do badań kompozytów wyrazić można zatem następującymi równaniami:

- dla kompozytu H23 N 18 + drut Mo

$$R_m = 220,28 - 7,9\ X_1 + 4,25\ X_2 - 4,5\ X_3 + 16,85\ X_4$$

- dla kompozytu H23 N 18 + drut W

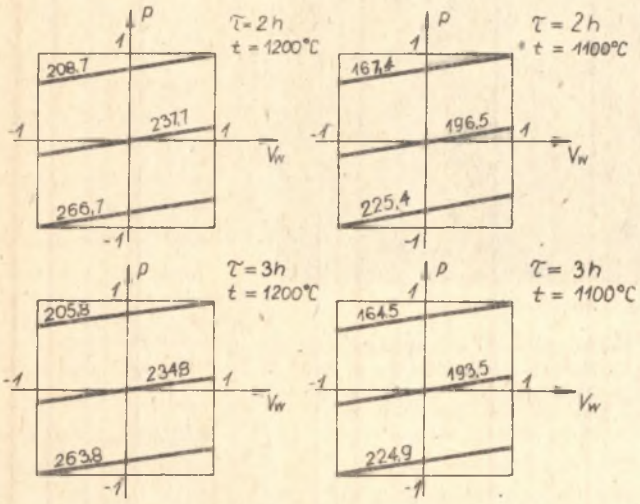
$$R_m = 215,59 - 1,46\ X_1 + 20,64\ X_2 + 2,91\ X_3 - 31,91\ X_4$$

Postać ogólna tych równań przedstawia pewien obszar w przestrzeni czterowymiarowej, a zatem dla uproszczenia analizy rozpatrywanego zagadnienia sporządzono wykresy zależności pomiędzy poszczególnymi parami czynników technologicznych. Prześledzono zależności:

$$R_m = f(X_1, X_3); \quad R_m = f(X_1, X_2); \quad R_m = f(X_2, X_1),$$

które dostarczyły interesujących informacji o wpływie poszczególnych parametrów procesu technologicznego, takich jak: ciśnienie prasowania, temperatura i czas spiekania, przy odpowiednich udziałach objętościowych komponentu zbrojącego, na wytrzymałość wypraski.

Na rys. 2 przedstawiono przykładowo cztery zestawy wykresów, za pomocą których możliwe było prześledzenie wpływu dwóch parametrów technologicznych na wytrzymałość określonej pary komponentów. Jak widać z przytoczonych wykresów, obrazujących wpływ czasu i temperatury spiekania, dla jednakowych ciśnień prasowania i udziałów objętościowych zbrojenia najwyższe własności wytrzymałościowe osiąga kompozyt spiekany w temp. 1200°C przez okres 2 godziny.



Rys. 2. Wpływ temperatury i czasu spiekania na wytrzymałość kompozytu H23 N18 + drut W

Przedstawione wykresy stanowią jedynie fragment pełnej dokumentacji uzyskanej w czasie badań, która pozwala na przeprowadzenie analogicznej analizy również dla pozostałych parametrów technologicznych i w ujęciu całościowym określenia ich optymalnych wartości w przyjętym obszarze zmian. Z uwagi na dużą ilość materiału dokumentacyjnego zdecydowano się do przedstawienia jedynie przykładu w postaci wykresów na rys. 2. Pełny zestaw opracowanych zależności dla kompozytu H23 N 18 + drut W i H23 N 18 + drut Mo pozwolił ustalić wielkości parametrów technologicznych procesu zapewniające dla danych komponentów najwyższe własności wytrzymałościowe.

Jak wykazały pomiary, przy stosowaniu zbrojenia w postaci twardych i kruchych włókien wolframowych najwyższą wytrzymałość osiągnięto przy największym przyjętym udziale objętościowym (V_w = 10%) i najniższym przyjętym w badaniach ciśnieniu prasowania - 600 MPa. Przy obniżaniu udziału objętościowego zbrojenia i zachowaniu ciśnienia prasowania 600 MPa, podobnie jak przy zachowaniu udziału objętościowego zbrojenia V_w = 10% i podwyższaniu ciśnienia prasowania wytrzymałość kompozytu malała. Wiąże się to

z faktem dużej twardości i kruchości drutów zbrojących. Przy małym udziale objętościowym takiego zbrojenia efekt umocnienia nie jest zbyt duży, a równocześnie stosunkowo niezbyt wysokie ciśnienie prasowania nie jest w stanie zapewnić bardzo dobrego zagęszczenia osnowy, której ciągłość dodatkowo zakłócają twarde włókna wolframu.

Rys. 3. Przełom próbki materiału kompozytowego H23 N 18 + drut W (V_w = 10%) z widocznymi wgłębieniami po wyciągniętych drutach zbrojących (pow. x 100)

Rys. 4. Deformacja włókien molibdenowych wywołana wysokim ciśnieniem prasowania (P = 800 MPa) (pow. x 250)

Przy podwyższeniu ciśnienia prasowania dochodzi do pękania drutów zbrojących i dlatego nawet znaczny ich udział objętościowy nie daje pełnego efektu umocnienia - wytrzymałość kompozytu spada. Pęknięte druty wolframowe również znacznie szybciej tracą połączenie z osnową i w płaszczyźnie przełomu zaobserwować można puste miejsca po wyciągniętych drutach (rys. 3), świadczących o utracie połączenia pomiędzy komponentami.

Przy użyciu do zbrojenia drutów molibdenowych o lepszych własnościach plastycznych stwierdzono, że najwyższą wytrzymałość wyprasek można osiągnąć przy niskim udziale objętościowym zbrojenia, ale najwyższym z przyjętych do badań ciśnieniu prasowania. Wysokie ciśnienie prasowania zapewniło dobre zagęszczenie osnowy, nie wywołując zniszczenia drutów zbrojących, a jedynie ich lekką deformację (rys. 4) i dawało w efekcie dobre własności wytrzymałościowe wyprasek. Zwiększenie udziału objętościowego drutów zbrojących zakłócało jednak warunki dobrego zagęszczenia osnowy i powodowało konieczność znacznego zwiększenia ciśnienia prasowania, przekraczającego przyjęty zakres zmian, co z kolei z ekonomicznego punktu widzenia byłoby niecelowe. Dla uzyskania wytrzymałości wypraski na analogicznym poziomie jak przy zbrojeniu drutem wolframowym wystarczył niewielki udział objętościowy zbrojenia (V_W = 2%) i najwyższe ciśnienie prasowania (800 MPa).

Analiza wpływu warunków termiczno-czasowych procesu spiekania na wytrzymałość wytwarzanych kompozytów wykazała, że zarówno przy zbrojeniu drutem molibdenowym jak i wolframowym jako najkorzystniejsze z punktu widzenia wytrzymałości kompozytu można uznać temperaturę spiekania T = 1200 °C oraz czas spiekania τ = 2 h. Wprawdzie badania metalograficzne wskazują na większą skłonność drutów molibdenowych do tworzenia warstw dyfuzyjnych na granicy rozdziału w porównaniu z drutami wolframowymi (rys. 5 i 6), jednakże można wnioskować, że pomimo tej skłonności w przyjętych warunkach termiczno-czasowych grubości wytworzonych warstw nie przekroczyły jeszcze wartości granicznej i nie powodowały w związku z tym spadku wytrzymałości kompozytu.

Rys. 5. Warstwa dyfuzyjna tworząca się na granicy włókno-osnowa w kompozycie H23 N 18 + drut W przy warunkach spiekania: T = 1200°C i τ = 3h (pow. x 400)

Rys. 6. Drut molibdenowy z wyraźnie zarysowaną warstwą dyfuzyjną; warunki spiekania T = 1200°C i τ = 2h (pow. x 400)

Przeprowadzone badania i analiza wpływu poszczególnych czynników technologicznych na własności wytrzymałościowe kompozytu umożliwiły ustalenie takich parametrów cyklu technologicznego, które zabezpieczyły najlepsze własności wytrzymałościowe wytwarzanych materiałów. Ostatecznie uzyskana najwyższa wytrzymałość kompozytu H23 N18 + drut W przy V_w = = 10%, ciśnieniu prasowania 600 MPa i warunkach spiekania T = = 1200°C i τ = 2 h wynosiła w temperaturze otoczenia 273 MPa, a dla kompozytu H 23 N18 + drut Mo, przy V_w = 2% ciśnieniu prasowania 800 MPa i analogicznych warunkach spiekania - 254 MPa.

W porównaniu z wytrzymałością osnowy niezbrojonej, wynoszącą 178 MPa, określoną na próbkach wykonanych w identycznym cyklu technologicznym, przy najwyższym przyjętym w badaniach ciśnieniu prasowania (800 MPa) wzrost wytrzymałości próbek zbrojonych, badanych w temperaturze otoczenia, wyniósł 40 - 55%.

Efekt umocnienia włóknami spotęgował się jeszcze bardziej podczas pracy materiału kompozytowego w podwyższonych temperaturach. Wytrzymałość badanych materiałów kompozytowych w temperaturze 800°C wynosiła bowiem 170 MPa, a zatem prawie tyle, ile posiadała osnowa niezbrojona w temperaturze otoczenia. Oznacza to niewielki, bo ~ 40% spadek wytrzymałości przy bardzo znacznym wzroście temperatury. Wskazuje to na przydatność tych materiałów do pracy w podwyższonych temperaturach.

Ogólnie na podstawie przeprowadzonych badań można wnioskować, że wykorzystując technologię metalurgii proszków do otrzymywania materiałów kompozytowych włóknistych należy stosować duże udziały objętościowe i stosunkowo niskie ciśnienia prasowania przy zbrojeniu włóknami twardymi i kruchymi oraz mniejsze udziały objętościowe zbrojenia, ale stosunkowo wysokie ciśnienia prasowania przy włóknach wysokowytrzymałych, ale zdolnych do odkształceń plastycznych.

Dobór parametrów termiczno-czasowych winien natomiast uwzględniać również ich wpływ na charakter połączenia pomiędzy komponentami, co ma istotne znaczenie dla własności wytrzymałościowych materiału finalnego.

LITERATURA

[1] Praca zbiorowa - Kompozicjonnyje matieriały wołoknistogo strojenija, Naukowa Dumka, Moskwa 1966.

[2] Brautman A., Krock J. - Sowriemiennyje, kompozicjonnyje matieriały wołoknistogo strojenija. Mir, Moskwa 1969.

[3] Mańczak K.- Technika planowania eksperymentu. WNT, Warszawa 1975.

[4] Winarskij N., Lure M. - Płanirowanije ekspierimientow w tiechnołogiczeskich issliedowanijach, Tiechnika, Kijew 1975.

[5] Hyla i inni - Nowe materiały kompozytowe - spraw. z NB 1978 r. (praca niepublikowana).

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА ПРОЧНОСТЬ КОМПОЗИТА ПОЛУЧЕНОГО МЕТАЛЛУРГЕЙ ПОРОШКОВ

Р е з ю м е

На механические свойства материалов большое влияние имеет технология получения. Это является более очевидно в случае композиционных материалов. В предложеной работе анализовано влияние основных технологических параметров таких как давление прессования, температура и время спекания на прочность определённых волокнистых материалов полученых металургией порошков.

THE INFLUENCE OF TECHNOLOGY PARAMETERS
ON MECHANICAL STRENGTH OF COMPOSITE MANUFACTURED
BY POWDER METALLURGY METHOD

S u m m a r y

Technology was very important influence on mechanical properties of materials. It is particulary cleary observed for composites materials. The influence of press pressure, bonding time and bonding temperature was analized in the presented paper on mechanical properties of fibers composites manufactured by powder metallurgy method.