



Własności wytrzymałościowe i mikrostruktury spiekanych stali konstrukcyjnych

M. Bujnowski^a, M. Musztyfaga^b

^a Absolwent Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny,
email: marek.bujnowski@gmail.com

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zakład Technologii Procesów Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie
email: malgorzata.musztyfaga@polsl.pl

Streszczenie: Praca przedstawia badania własności wytrzymałościowych, pomiaru mikro-twardości i obserwacji struktur metalograficznych spiekanych stali konstrukcyjnych wykonanych na bazie proszków Astaloy CrL i Astaloy CrM wytworzonych w trzech seriach różniących się szybkością chłodzenia bezpośrednio po spiekaniu.

Abstract: The article concerns the research on tensile strength, microhardness and microstructures of constructional sintered steel based on Astaloy CrL and Astaloy CrM powders which were made at three different cooling rates directly after sintering.

Słowa kluczowe: metalurgia proszków, własności mechaniczne spieków

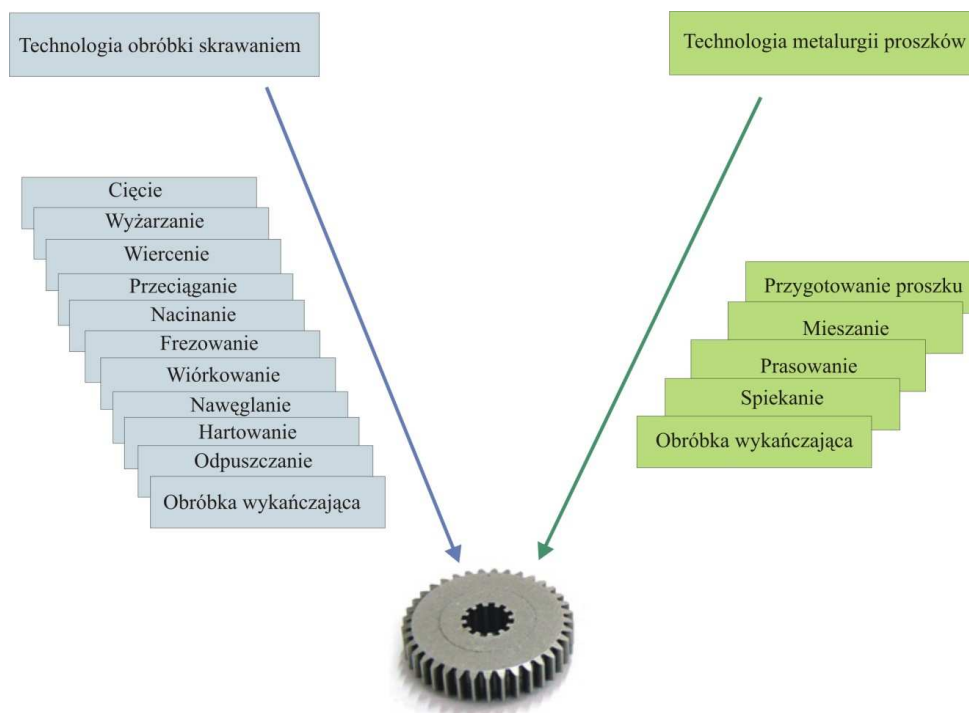
1. WSTĘP

Dynamiczny rozwój przemysłu oraz idące za nim zapotrzebowanie na niekonwencjonalne materiały o unikatowych własnościach, a także koszty wytworzenia wpływają na rozwój technologii metalurgii proszków – dziedziny techniki polegającej na wytwarzaniu proszków metali lub niemetali oraz na wytwarzaniu z tych proszków półwyrobów lub gotowych elementów [1-7]. Do głównych odbiorców wyrobów spiekanych należą: przemysł motoryzacyjny, lotniczy, maszynowy, energetyczny i elektrotechniczny. Metalurgia proszków z powodzeniem konkuruje z takimi technologiami jak: odlewanie, obróbka plastyczna czy obróbka skrawaniem, uzupełniając lub całkowicie zastępując te technologie [4,5]. Niewątpliwą zaletą technologii metalurgii proszków jest niewielka liczba operacji niezbędnych do wytworzenia danego elementu jak przedstawiono to na rysunku 1.

Technologia metalurgii proszków obejmuje najczęściej pięć etapów [1-8]:

1. przygotowanie proszków – polega na odważeniu porcji proszków i dodatków technologicznych w celu uzyskania odpowiedniego wsadu do dalszych operacji;
2. mieszanie – ma na celu uzyskanie jednolitej mieszanki składającej się z proszków oraz dodatków technologicznych;

3. prasowanie – polega na formowaniu proszku w zamkniętej matrycy pod wpływem ciśnienia w celu uzyskania odpowiedniego kształtu elementu;
4. spiekanie – polega na wygrzewaniu sprasowanego proszku w temperaturze niższej niż temperatura topnienia głównego składnika proszku w celu zespolenia go w trwałe elementy;
5. obróbka wykańczająca – stosowana jest opcjonalnie w celu uzyskania wymaganej tolerancji wyrobów lub nadania odpowiednich własności mechanicznych oraz fizycznych.



Rysunek 1. Etapy technologii obróbki skrawaniem oraz metalurgii proszków

Figure 1. Stages of technology of the machining and powder metallurgy

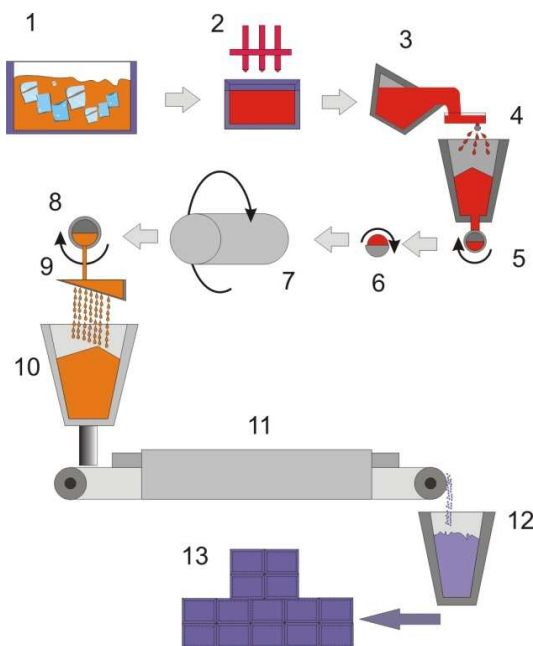
1.1. Metody wytwarzania i stopowania proszków

Wytwarzanie proszków polega na mechanicznym lub fizykochemicznym rozdrabnianiu metalu w fazie stałej bądź ciekłej albo jego kondensacji z fazy gazowej [1-7]. Najliczniejsze zastosowanie w przemyśle metalurgii proszków znalazła metoda rozpylania wodą. Metoda ta polega na rozpyleniu ciekłego metalu na drobne kropelki w dyszy rozpylającej strumieniem wody o prędkości ok. 100 m/s. Schemat rozpylania wodą wg koncepcji firmy Höganäs przedstawiono na rysunku 2. Zastosowanie tej metody pozwala na uzyskanie bardzo drobnych i kulistych cząstek.

Własności mechaniczne spieków na bazie proszków żelaza zależą przede wszystkim od ich struktury oraz rozmiaru, a także porowatości [9,13-15]. Dodatki stopowe wprowadzane są do proszku w celu osiągnięcia specjalnych własności materiału takich jak hartowność i ciągliwość. Jednak sposób jakim wykonuje się stopowanie proszków znacząco wpływa na porowatość i mikrostrukturę spieku [10,16,18]. Tym samym wyróżnia się cztery podstawowe metody stopowania proszków żelaza [9,10]:

1. domieszane stopowanie – w którym dodatki stopowe są wprowadzane do proszku żelaza w formie podstawowych proszków pierwiastków lub proszków żelazostopów;

2. częściowe stopowanie – metoda ta polega na dyfuzyjnym spajaniu proszku bazowego stali z proszkami dodatków stopowych;
3. całkowite stopowanie – w metodzie tej, dodatki stopowe, oprócz węgla są dodawane do roztopionego materiału jeszcze przed rozpyleniem;
4. hybrydowe stopowanie – polega na wstępnym stopowaniu proszków z dodatkiem molibdenu i domieszkami (np. niklu lub miedzi) w postaci proszków uzyskanych różnymi metodami.



Rysunek 2. Schemat wytwarzania proszku metodą rozpylania wody wg opracowania firmy Höganäs: 1 – zbiornik złomu, 2 – piec łukowy, 3 – kadź z ciekłym metalem, 4 – dysza rozpylająca, 5 – urządzenie odwadniające, 6 – filtr, 7 – bęben osuszający, 8 – separator magnetyczny, 9 – przesiewacz, 10 – zbiornik półproduktu, 11 – piec do redukcji w zdysocjowanym amoniaku, 12 – przesiewacz do podziału na frakcje, 13 – pakowanie [1,3]

Figure 2. Scheme of powder production by spraying water according to the development company Höganäs: 1 – waste container, 2 – electric arc furnace, 3 – molten metal ladle, 4 – spray nozzle, 5 – drainage device, 6 – filter, 7 – drum drying, 8 – magnetic separator, 9 – screening, 10 – semi-finish product tank, 11 – furnace to reduce the dissociated ammonia, 12 – screening for distribution in the fractions, 13 – packing [1,3]

2. BADANIE WŁASNOŚCI MECHANICZNYCH

Spośród własności materiałów konstrukcyjnych, cechami, które decydują o odporności metali i stopów na działanie różnych obciążeń są własności mechaniczne. Oprócz nich do grupy własności materiałów konstrukcyjnych zaliczają się także własności fizyczne i chemiczne, technologiczne (przydatność materiału do procesów technologicznych) oraz eksploatacyjne (trwałość materiału w warunkach jego użytkowania). Własności mechaniczne określają zachowanie się materiałów pod wpływem obciążenia zewnętrznego [6,11]. Do własności mechanicznych należy: wytrzymałość, twardość, udurowienie, ciągliwość, sprężystość. Wytrzymałość jest to zdolność materiałów do przenoszenia obciążeń do pewnych granicznych wartości, po przekroczeniu których materiał ulega zniszczeniu. Jeżeli materiał ulega

odkształceniu pod działaniem danego obciążenia, a po ustaniu wraca do jego pierwotnego kształtu i wymiarów, takie odkształcenie nazywa się sprężystym. Po przekroczeniu granicznego obciążenia występują w materiale odkształcenia trwałe, nie znikające po ustąpieniu działania obciążenia, taką zdolność do utrzymania odkształceń nazywa się plastycznością. Materiały plastyczne są ciągliwe, a ich przeciwieństwem są materiały kruche, które nie mają własności plastycznych. Twardość jest to odporność materiału na działanie siły skupionej w jednym punkcie. Udarność to odporność materiału na uderzenia dynamiczne. Poprzez próbę udarności określa się ciągliwość, czyli podatność na odkształcenia trwałe bez naruszenia spójności materiału [6,11,12].

2.1. Badanie wytrzymałości na rozciąganie spieków

Wytrzymałość na rozciąganie (R_m) materiałów konstrukcyjnych, jest to naprężenie odpowiadające największej sile (F_m) występującej w próbce podczas badania, po przekroczeniu wyraźnej granicy plastyczności (R_e) [6,11,12,17]. Podstawową próbą badań własności mechanicznych metali jest statyczna próba rozciągania metali zawarta w normie PN-EN 10002-1. Statyczna próba rozciągania polega na osiowym rozciąganiu próbki odpowiednio ukształtowanej na maszynie wytrzymałościowej. Przykładową maszynę przedstawiono na rysunku 3.



Rysunek 3. Uniwersalna maszyna wytrzymałościowa Instron 4505 o maksymalnej sile 100 kN [19]

Figure 3. Instron 4505 universal endurance machine about the maximum force 100 kN [19]

W wyniku statycznej próby rozciągania można wyznaczyć i obliczyć wielkości nazywane wskaźnikami plastyczności i wytrzymałości związane z własnościami wytrzymałościowymi oraz plastycznymi materiałów spiekanych. Dane pomiarowe można odczytać z zależności siły obciążającej (F) w funkcji wydłużenia próbki ΔL zarejestrowanej podczas próby. Wskaźniki wytrzymałości są ilorazami siły w określonej chwili badania do początkowej powierzchni przekroju poprzecznego (S_0) próbki. Wskaźniki plastyczności obliczane są na podstawie zmiany wymiarów próbki podczas próby, po jej zerwaniu.

2.2. Badanie przełomów

W celu ustalenia charakteru przełomu uzyskanego w wyniku rozerwania lub pęknięcia podczas statycznej próby rozciągania lub próby udarności, przeprowadza się badania mikrofraktograficzne na mikroskopie elektronowym. W ciałach stałych, w tym również w metalach wyróżnić można trzy podstawowe rodzaje przełomów [20]:

- a) przełom transkryystaliczny ciągliwy (plastyczny) – ma powierzchnię ukształtowaną w system stożkowych „wzniesień” i „wgnębień” wykazujących ślady znacznego odkształcenia plastycznego, w środku których występują zazwyczaj wtrącenia obcej fazy;
- b) przełom transkryystaliczny łupliwy – powstaje w wyniku pęknięcia wzdłuż określonych płaszczyzn krystalograficznych ziarna, tzw. płaszczyzn łupliwości. Powierzchnie przełomu wykazują charakterystyczne nieciągłości – uskoki, występujące w postaci tzw. „rzek” przecinających często całe ziarno;
- c) przełom międzykryystaliczny – typowy przełom międzykryystaliczny występuje głównie w temperaturach obniżonych. W temperaturze otoczenia charakteryzuje kruchy stan materiału, ale występuje niezwykle rzadko.

3. METODYKA BADAŃ WŁASNYCH

W pracy zrealizowano szereg badań naukowych z zakresu inżynierii materiałowej w ramach, których wykonano:

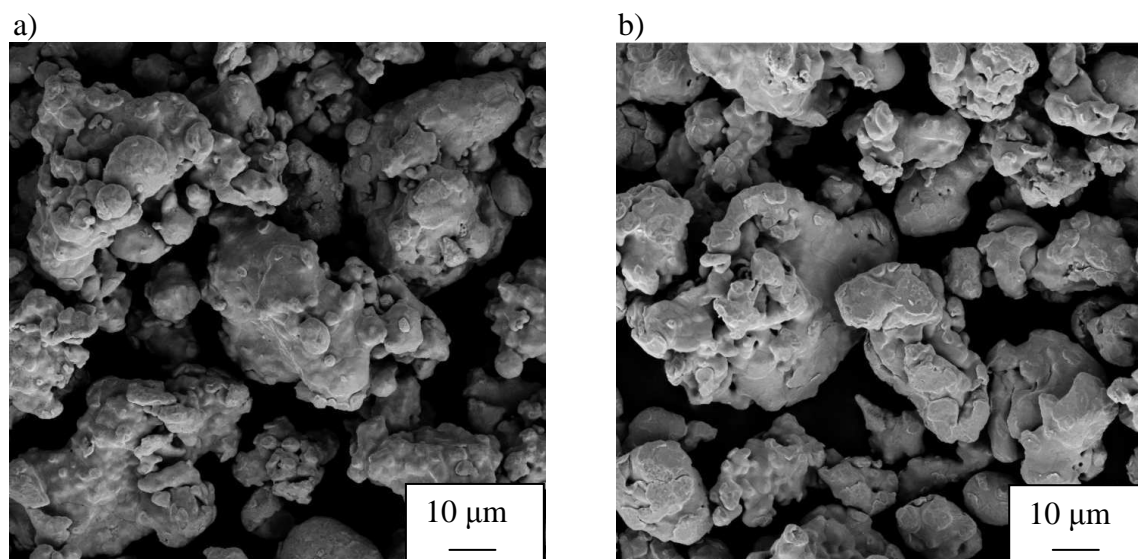
- a) obserwacje kształtów proszków przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) Zeiss Supra 25,
- b) obserwacje mikrostruktur stali spiekanej przy użyciu mikroskopu świetlnego Leica MEF4A wyposażonego w kompletny system analizy obrazu,
- c) pomiar mikrotwardości $HV_{0,1}$ stali spiekanej przy użyciu twardościomierza Vickersa Future – Tech SM – 700 z automatycznym systemem SM – ARS 900,
- d) badania wytrzymałości na rozciąganie stali spiekanej, przy użyciu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej Instron 4505,
- e) obserwacje przełomów próbek wytrzymałościowych ze stali spiekanej, za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego OPTON DSM 940.

4. PRZYGOTOWANIE MATERIAŁU DO BADAŃ

Do badań zastosowano wstępnie stopowane proszki żelaza firmy Höganäs o komercyjnej nazwie Astaloy CrL oraz Astaloy CrM. Do proszków dodano grafit w ilości 0,6% oraz środek poślizgowy w ilości 0,75%. Następnie z mieszanek zostały wytworzone próbki do badań metalograficznych oraz do badań wytrzymałości na rozciąganie. Próbki chłodzono z trzema różnymi szybkościami chłodzenia bezpośrednio z temperatury spiekania: wolnym ($0,3^{\circ}\text{C/s}$), średnim ($1,6^{\circ}\text{C/s}$) oraz szybkim (7°C/s), oraz przy dwóch różnych ciśnieniach prasowania (500 oraz 600 MPa).

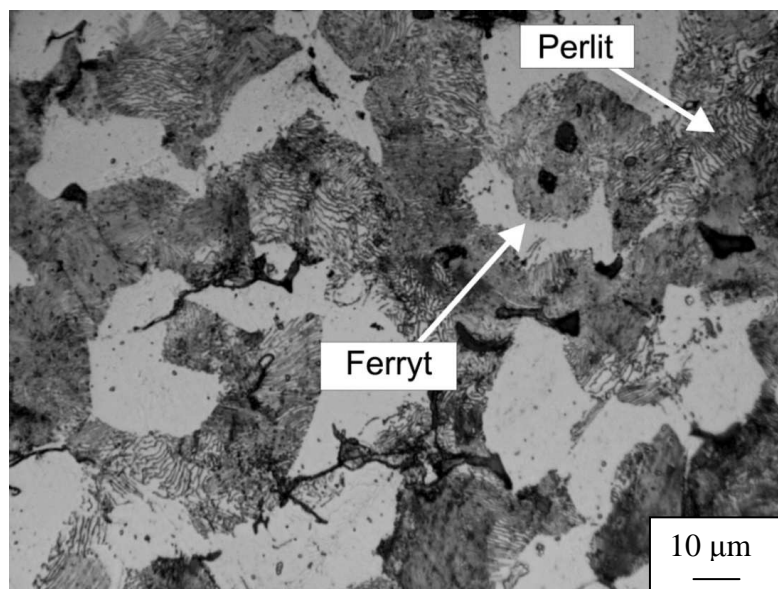
5. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

Na podstawie obserwacji przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego stwierdzono, że zarówno proszek Astaloy CrL (rys. 4a) jak i Astaloy CrM (rys. 4b) charakteryzuje się globularnym, zaokrąglonym kształtem ziarna.

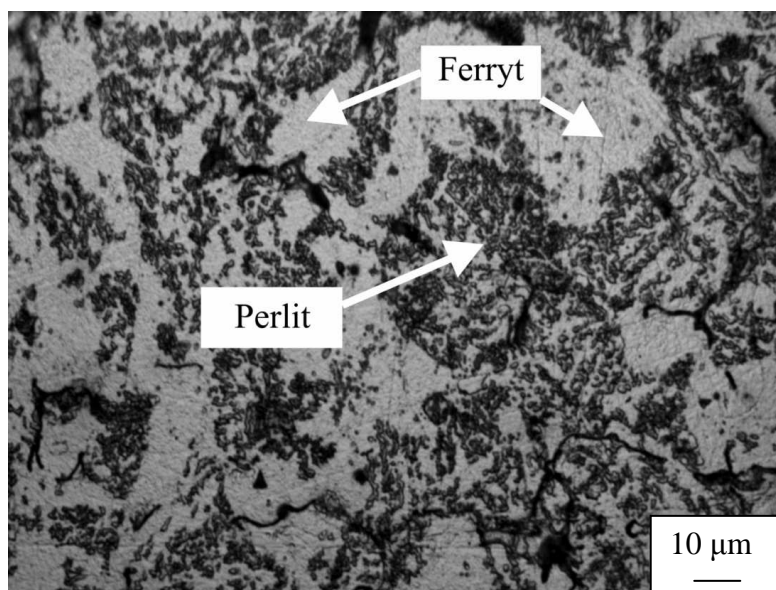


Rysunek 4. Proszek żelaza: a) Astaloy CrL, b) Astaloy CrM (SEM)
Figure 4. Powder of iron: a) Astaloy CrL, b) Astaloy CrM (SEM)

W zależności od zastosowanej szybkości chłodzenia stale wykazują różną strukturę metalograficzną. Przy chłodzeniu z szybkością $1,6^{\circ}\text{C/s}$ jest to struktura ferrytyczno-perlityczna. Na rysunkach 5 i 6 przedstawiono przykładową strukturę stali chłodzoną z szybkością $1,6^{\circ}\text{C/s}$.



Rysunek 5. Przykładowa mikrostruktura spieku wykonanego na bazie proszku Astaloy CrM prasowanego przy ciśnieniu 600 MPa, spiekanego w temperaturze 1120°C , chłodzonego z szybkością $1,6^{\circ}\text{C/s}$
Figure 5. Example of the sintered part microstructure carried out on the basis of Astaloy CrM powder pressed at a pressure of 600 MPa, sintered at 1120°C , cooled at a rate of 1.6°C/s

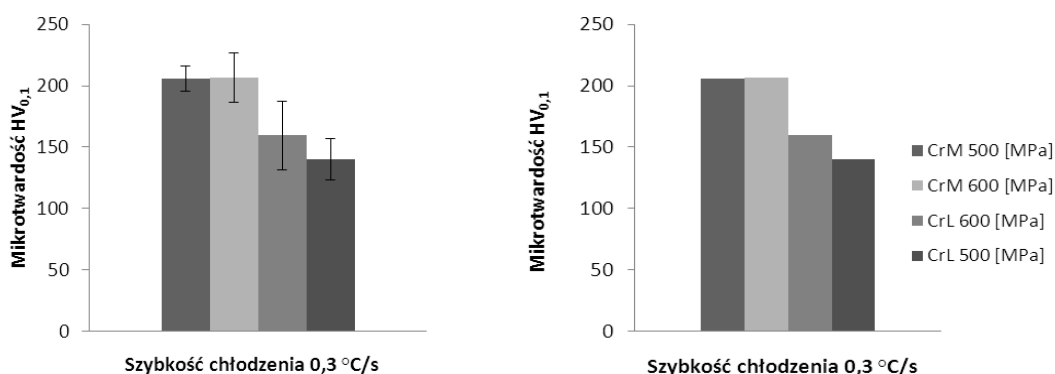


Rysunek 6. Przykładowa mikrostruktura spieku wykonanego na bazie proszku Astaloy CrL prasowanego przy ciśnieniu 500 MPa, spiekanego w temperaturze 1120°C, chłodzonego z szybkością 1,6°C/s

Figure 6. Example of the sintered part microstructure carried out on the basis of Astaloy CrL powder pressed at a pressure of 500 MPa, sintered at 1120°C, cooled at a rate of 1.6°C/s

Stale o zwiększonej zawartości chromu oraz molibdenu (na bazie proszku Astaloy CrM) wykazują strukturę o drobniejszym ziarnie perlitu z ferrytem. Najszybsze chłodzenie powoduje powstawanie struktury martenzytycznej oraz bainitycznej. W przypadku chłodzenia najwolniejszego przeważa struktura ferrytyczno-perlityczna.

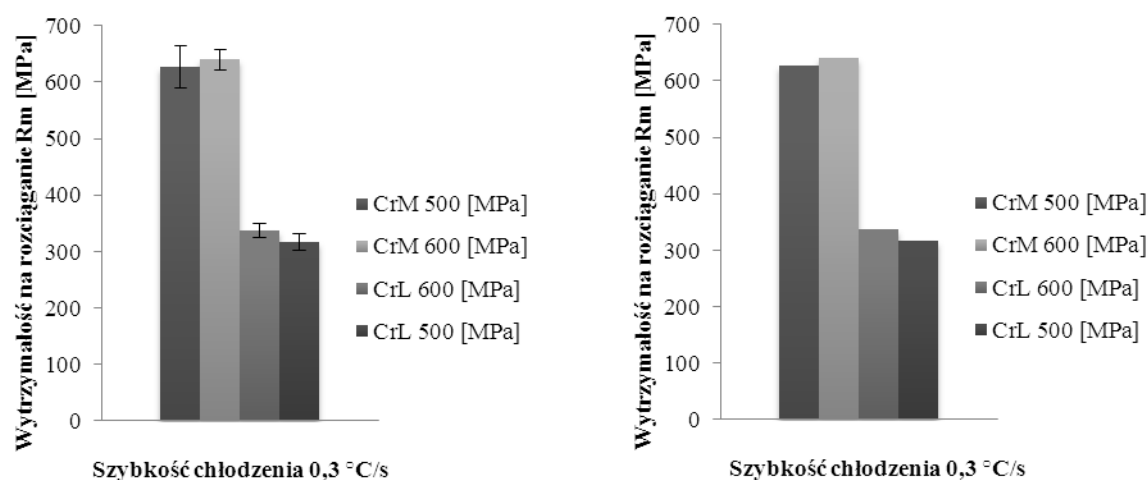
Badania mikrotwardości ($HV_{0,1}$) wykonano na zgładach próbek prostopadłościennych przy zastosowaniu twardościomierza Vickersa Future-Tech SM-700 z automatycznym systemem SM – ARS 900 metodą Vickersa. Badanie wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1 przy obciążeniu 100 g. W trakcie badań wykonano serię 8 pomiarów na próbce zgodnie z normą PN-EN ISO 4498. Wyniki przedstawiono na rysunku 7.



Rysunek 7. Przykładowe wyniki badania twardości dla prędkości chłodzenia 0,3°C/s przy założonym przedziale ufności $1-\alpha=0,95$

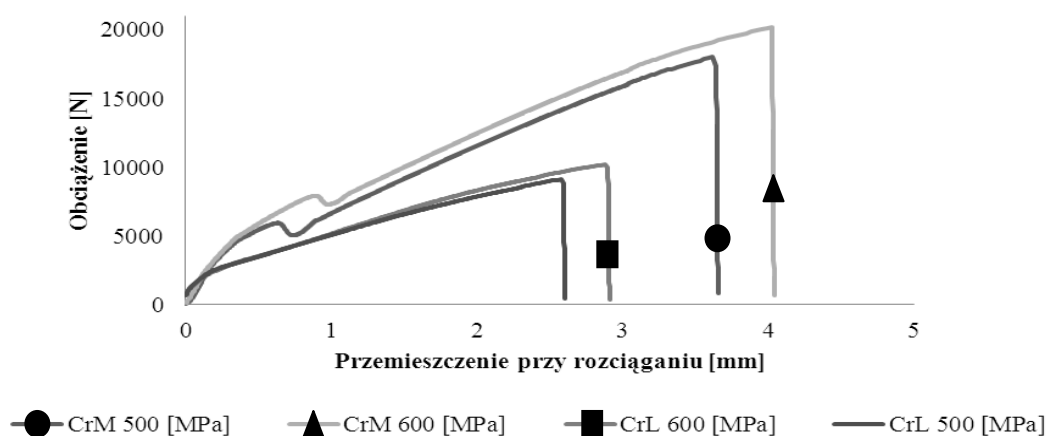
Figure 7. Example results of the examination of hardness for the cooling rate of 0.3°C/s at a confidence interval of $1-\alpha=0.95$

Badania wytrzymałości na rozciąganie przeprowadzono na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej Instron 4505 znajdującej się w Instytucie Materiałów Nieżelaznych w Gliwicach o maksymalnej sile zrywania do 100 kN. Wyniki przedstawiono na rysunku 8. Badanie statycznej próby rozciągania wykonano zgodnie z normą PN-EN 10002-1. Próbkę rozciągano z szybkością 2 mm/min. Podczas próby rejestrowana była największa siła występująca w próbce podczas badania (F_m) oraz przemieszczenie uchwytów maszyny. Kolejno obliczono wytrzymałość na rozciąganie (R_m), umowną granicę plastyczności ($R_{0,2}$) oraz wydłużenie procentowe po rozerwaniu ($A_{5,65}$). Na rysunku 9 przedstawiono przykładowy wykres ze statycznej próby rozciągania dla spieków chłodzonych z szybkością $0,3^\circ\text{C/s}$.



Rysunek 8. Przykładowe wyniki badania wytrzymałości na rozciąganie dla szybkości chłodzenia $0,3^\circ\text{C/s}$ przy założonym przedziale ufności $1-\alpha=0,95$

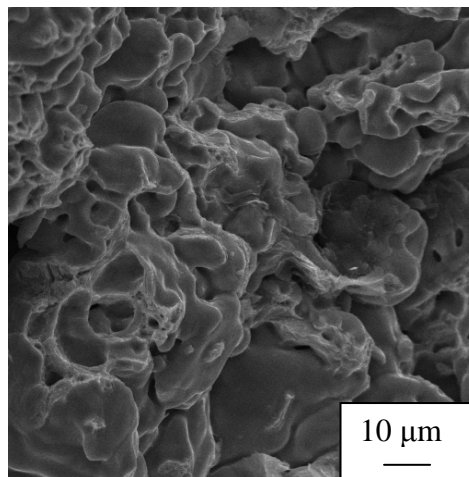
Figure 8. Example results of the examination of the tensile strength $0,3^\circ\text{C/s}$ for the cooling rate at established confidence interval $1-\alpha=0,95$



Rysunek 9. Wykres statycznej próby rozciągania dla spieków wykonanych na bazie proszków Astaloy CrM, prasowanych przy ciśnieniu prasowania 600 MPa, chłodzonych z szybkością $0,3^\circ\text{C/s}$

Figure 9. Chart for the static tensile test carried out on the basis of sintered powder Astaloy CrM, compressed at a compaction pressure of 600 MPa, cooled at a rate of $0,3^\circ\text{C/s}$

Obserwacje przełomów powstałych po zerwaniu próbek wytrzymałościowych wykonano przy użyciu elektronowego mikroskopu skaningowego Opton DSM 940. Przykładową fotografię przełomu przedstawiono na rysunku 10.



Rysunek 10. Przykładowa fotografia przełomu spieku wykonanego na bazie proszku Astaloy CrM, chłodzonego z szybkością $0,3^{\circ}\text{C/s}$

Figure 10. Photography example of the fracture of the sintered part carried out on the basis of Astaloy CrM powder, cooled with the speed 0.3°C/s

6. PODSUMOWANIE

W pracy przedstawiono najważniejsze informacje dotyczące metalurgii proszków oraz własności wytrzymałościowych spiekanych stali konstrukcyjnych. Przedstawiono także przykładowe wyniki badań mikrostruktury, mikrotwardości i wytrzymałości na rozciąganie oraz dokonano analizy powstałych z nich przełomów konstrukcyjnych spieków wykonanych w trzech systemach chłodzenia, przy dwóch różnych ciśnieniach prasowania.

Na podstawie badań stwierdzono, że na mikrostrukturę, mikrotwardość oraz wytrzymałość na rozciąganie stali ma wpływ szybkość chłodzenia spieku bezpośrednio z temperatury spiekania, ciśnienie prasowania, a przede wszystkim (w szczególności na własności wytrzymałościowe) rodzaj zastosowanej mieszanki proszkowej. Spieki na bazie proszku Astaloy CrM (o zwiększonej zawartości chromu i molibdenu) wykazują znacznie lepsze własności mechaniczne od spieków wykonanych na bazie proszku Astaloy CrL.

LITERATURA

1. J. Nowacki, Spiekane metale i kompozyty z osnową metaliczną, WNT, 2005.
2. K.S. Narasimhan, Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy, *Materials Chemistry and Physics* 67/1-3 (2001) 56-65.
3. J. Nowacki, Spieki metali w budowie maszyn, Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej, 1997.
4. S. Stolarz, Metalurgia proszków, *Rudy i Metale Nieżelazne* 9 (2005) 500-501.
5. A. Cyunczyk., Podstawy inżynierii spieków metalowych, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, 2000.
6. L.A. Dobrzański, Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo, WNT, 2005.

7. W. Rutkowski, Projektowanie właściwości wyrobów spiekanych z proszków i włókien, PWN, 1977.
8. G. Zawisza, M. Sułowski, Wpływ parametrów wytwarzania na własności i strukturę spiekanych konstrukcyjnych stali manganowych z dodatkiem chromu i molibdenu, Rudy i Metale Nieżelazne 4 (2007) 206-214.
9. W.B. James, What is sinter-hardening?, International Conference of Powder Metallurgy & Particulate Materials, Las Vegas, 1998.
10. W.B. James, High performance ferrous P/M materials for automotive applications, Metal Powder Report 46/9 (1991) 26-32.
11. L.A. Dobrzański, R. Nowosielski, Metody badań metali i stopów. Badania własności mechanicznych i fizycznych, WNT, 1987.
12. strona internetowa: www.stalnierzewna.com/index.php/informacje-o-stali-nierdzewnej/o-stali-nierdzewnej/badania-mechaniczne?tmpl=component&print=1&page
13. Ł. Igras, M. Sułowski., Wpływ temperatury spiekania i składu chemicznego atmosfery na strukturę i własności mechaniczne spiekanych stali konstrukcyjnych na bazie proszku Astaloy CrL i CrM, Rudy i Metale Nieżelazne 11 (2006) 686-694.
14. Ł. Igras, P. Kłamka, M. Sułowski, Spiekane konstrukcyjne stale manganowo-chromowo-molibdenowe, Rudy i Metale Nieżelazne 7 (2005) 402-410.
15. L.A. Dobrzański, J. Otręba, M. Actis Grande, M. Rosso, Sinter-hardening of Ni-Mo pre-alloyed powders with tungsten addition, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 20/1-2 (2007) 427-430.
16. L.A. Dobrzański, M. Musztyfaga, Effect of cooling rates on sinter-hardened steel, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 37/2 (2009) 630-638.
17. M. Sułowski, A. Ciaś, Microstructure and mechanical properties of Cr-Mn structural PM steels, Archives of Metallurgy and Materials 56/2 (2011) 293-303.
18. M. Sułowski, P. Dudek, The effect of cooling rate on the structure, porosity and mechanical properties of sinter-hardened Fe -3% Mn -0,8%C PM steel, Archives of Metallurgy and Materials 53/3 (2008) 827-837.
19. strona internetowa: www.instron.com
20. A. Maciejny, Kruchość metali, Wydawnictwo „Śląsk”, Katowice, 1973.