

Tomasz Durejko*, Zbigniew Zarański, Stanisław Sulej

Wojskowa Akademia Techniczna, Wydział Nowych Technologii i Chemii, Katedra Zaawansowanych Materiałów i Technologii
ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa, Poland, e-mail: * tdurejko@wat.edu.pl

Otrzymano (Received) 09.02.2007

ANALIZA STRUKTURY GEOMETRYCZNEJ POWIERZCHNI SPIEKÓW ODS FeAl+Al₂O₃

Spieki ODS otrzymano, spiekając dwuetapowo mieszaninę czystych technicznie proszków żelaza i aluminium z jednoprotentowym objętościowo dodatkiem nanometrycznego α -Al₂O₃. W pierwszym etapie przygotowano wsad proszkowy prasowano/spiekano w dwóch wariantach technologicznych, różniących się rodzajem ciśnienia prasowania (statyczne i cyklicznie zmienne). Niejednorodnie strukturalnie wypraski spiekano następnie swobodnie w osłonie argonu. Otrzymane spieki, o strukturze kompozytowej, scharakteryzowano, wyznaczając ich gęstość oraz strukturę geometryczną powierzchni (SGP) bezpośrednio po procesie technologicznym. Na podstawie uzyskanych profili chropowatości 2D opracowano krzywą nośności i określono parametry ilościowe pozwalające między innymi na wnioskowanie o odporności na zużycie ściernie badanych spieków. Dodatkowo dla każdej z próbek zarejestrowano przestrzenny profil chropowatości 3D. Weryfikację uzyskanych wyników parametrów krzywej nośności przeprowadzono na podstawie rezultatów testu odporności na zużycie ściernie metodą pin-on-disc. Dla każdego z badanych spieków określono stopień zużycia liniowego oraz ubytek masowy. Stwierdzono, że gęstość spieków zależy od zastosowanego rodzaju obciążenia podczas spiekania wstępnego. Otrzymano gęstość rzędu 91 i 94% gęstości teoretycznej, odpowiednio dla wypraski spiekanej statycznie (ODS 0 Hz) i pod obciążeniem cyklicznie zmiennym (ODS 40 Hz). Badania struktury geometrycznej powierzchni wyprasek wykazały mniejszą chropowatość i większą odporność na zużycie ściernie dla próbek po spiekaniu wstępnym z udziałem obciążenia o częstotliwości 40 Hz. Uzyskane wyniki potwierdziła próba zużyciowa, na podstawie której zarejestrowano ponad 2-krotnie mniejszy ubytek masy i zużycia liniowego dla materiałów dogęszczanych (spiekanych) podczas prasowania jednoosiowego w podwyższonej temperaturze z wymuszeniem mechanicznym w postaci obciążenia cyklicznie zmiennego.

Słowa kluczowe: spieki ODS (oxide dispersion-strengthened), struktura geometryczna powierzchni (SGP), krzywa nośności, odporność na zużycie ściernie

ANALYSIS OF SURFACE TEXTURE OF FeAl+Al₂O₃ OXIDE DISPERSION-STRENGTHENED SINTERS

The oxide dispersion-strengthened (ODS) sinters were obtained via two-stage sintering of technically pure iron and aluminum powders with a 1% volumetric addition of nanometric α -Al₂O₃. In the first stage of a processing, a powder charge was compacted/sintered in two technological variants differing in compacting pressure (static or cyclically variable one). Structurally inhomogeneous powder compacts were then loosely sintered in argon envelope. The obtained sinters with composite structures were characterized through their density and surface texture (ST) immediately after technological process. On the base of measured roughness profiles a load capacity curve and quantitative parameters determining abrasive wear resistance of investigated sinters were found. Additionally, a 3D spatial roughness profile was registered for each sample. Experimental verification of the results obtained from load capacity curves was carried out in abrasive wear resistance tests using pin-on-disc method. A linear wear degree and a mass decrement were determined for each sinter. It was found that sinter density depends on a load type applied during initial sintering. Densities in the order of 91 and 94% of the theoretical value were obtained for statically sintered compact and for that under cyclically variable load, respectively. Tests of compacts' surface texture showed lower roughness and higher abrasive wear resistance for samples after initial sintering with 40 Hz load. The obtained results were confirmed by a wear test in which more than twice as low drop of mass decrement and linear wear were measured for sintered materials during uniaxial compaction in elevated temperature with mechanical force of the cyclically variable load type.

Keywords: oxide dispersion-strengthened (ODS) sinters, surface texture (ST), load capacity curve, abrasive wear resistance

WSTĘP

W ostatnim czasie w grupie zaawansowanych materiałów pojawiły się nowe tworzywa konstrukcyjne do

zastosowań wysokotemperaturowych, na podstawie faz międzymetalicznych, umacniane nanocząstkami cera-

miki tlenkowej. Ze względu na mechanizm umocnienia oraz rodzaj stosowanych cząstek stopy tego typu nazwano ODS (oxide dispersion-strengthened) [1]. Stwierdzono, że nanometryczne cząstki tlenków (Al_2O_3 , Y_2O_3 , ZrO_2) wpływają korzystnie na stabilność strukturalną, odporność na pełzanie oraz podwyższają temperaturę pracy badanych materiałów. Efekty te są szczególnie widoczne w przypadku stopów na osnowie fazy FeAl [2]. Prowadzone od kilku lat w Katedrze Zaawansowanych Materiałów i Technologii badania nad spiekaniem proszków metalicznych (głównie żelaza i aluminium) dowodzą, że dobre jakościowo tego typu stopy można uzyskać, stosując zmodyfikowany proces spiekania mieszaniny czystych technicznie proszków żelaza i aluminium z dodatkiem nanoceramiki tlenkowej [3, 4]. Struktura otrzymanych materiałów składa się z intermetalicznej osnowy Fe40Al oraz mikrometrycznych tlenków Al_2O_3 (wynik utlenienia cząstek proszku aluminium) rozmieszczonych na granicach ziaren FeAl i cząstek nanometrycznej ceramiki Al_2O_3 umiejscowionej w objętości ziaren. W przedmiotowej literaturze wiele uwagi poświęca się badaniom strukturalnym materiałów ODS [5, 6], zaniedbując aspekty użytkowe, takie jak odporność na zużycie czy odporność na szoki cieplne. Szczególnie istotnym parametrem pod względem aplikacyjnym jest odporność na zużycie ścierne, zależna między innymi od ukształtowania struktury geometrycznej powierzchni SGP gotowego elementu.

Niniejsza praca stanowi studium porównawcze wyników analizy SGP uzyskanych spieków (po pełnym cyklu obróbki cieplnej) przed i po próbie zużycia (metoda pin-on-disc). Utylitarnym efektem prowadzonych prac jest możliwość przewidywania odporności na zużycie ścierne, zdolności do przetrzymywania środka smarowego w objętości materiału oraz chropowatości rdzenia spiekanych materiałów na osnowie fazy FeAl+nano Al_2O_3 na podstawie analizy krzywej nośności [7, 8].

Nośność SGP określa się stosunkiem powierzchni nośnej do powierzchni resztkowej. Graficznym zobrazowaniem tej zależności jest krzywa nośności (krzywa Abbotta-Firestone'a-AFC), której przebieg zależy przede wszystkim od kształtu nierówności w kierunku prostopadłym (normalnym) do powierzchni odniesienia [8].

MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiał do badań otrzymano w dwuetapowym procesie spiekania mieszaniny technicznie czystych proszków żelaza (99,7%) i aluminium (99,5%), w proporcji 60 do 40% at., z domieszką 1% objętościowo nanometrycznego Al_2O_3 (80 nm). Uzyskaną kompozycję proszkową homogenizowano w młynie kulowym Uni Ball 5. Spiekanie wstępne zrealizowano na maszynie wytrzymałościowej INSTRON 8802 pod ciśnieniem statycznym (0 Hz) i cyklicznie zmiennym o częstotliwości

40 Hz. W obu przypadkach założono średni poziom ciśnienia prasowania na poziomie 300 MPa (wyznaczony na podstawie charakterystyki zagęszczalności użytej mieszaniny proszkowej). Następnie wypraski spiekano swobodnie w atmosferze argonu w ciągu jednej godziny.

Po spiekaniu zasadniczym dla wyprasek otrzymanych według obu wariantów technologicznych wyznaczono gęstość, wykorzystując w tym celu hydrostatyczną metodę ważenia. Gęstość teoretyczną określono na podstawie obliczeń średniej ważonej udziałów poszczególnych składników strukturalnych. Uzyskane wyniki posłużyły do wyznaczenia względnego stopnia zagęszczenia badanych wyprasek.

Stan SGP otrzymanych spieków analizowano na podstawie badań stykowych, wykonanych za pomocą profilografometru PGM-1C. Dla powierzchni wyprasek bezpośrednio po procesie technologicznym (uzyskana powierzchnia była traktowana jako powierzchnia eksploatacyjna) wyznaczono profil chropowatości i na jego podstawie określono podstawowe parametry wysokościowe. W celu wyznaczenia w sposób ilościowy parametrów SGP, decydujących o odporności na zużycie ścierne, wykreślono krzywe nośności, wykorzystując profil badanej powierzchni. Dodatkowo dla każdej z próbek zarejestrowano przestrzenny profil chropowatości 3D.

Weryfikację obliczonych parametrów świadczących o odporności na zużycie ścierne badanych materiałów przeprowadzono, opierając się na wynikach uzyskanych w teście pin on disc, przeprowadzonym z wykorzystaniem testera SPG-11. W tym celu z uzyskanych spieków wycięto elektroerozyjnie próbki w kształcie walca o wymiarach $\phi 4 \times 10$ mm (minimum 3 próbki na każdy stan). Podczas prób stosowano stałą wartość nacisków jednostkowych, wynoszącą 3 MPa oraz prędkość obwodową, równą $v = 0,55$ m/s. Przeciwpórkę wykonano ze stali narzędziowej do pracy na zimno NC10 ulepszonej do twardości 45 HRC. Całkowity czas próby wyniósł 2 h (odliczając początkowy 20-minutowy okres ustalania się warunków współpracy w węźle ciernym). Dla każdego z badanych spieków określono stopień zużycia liniowego oraz ubytek masowy.

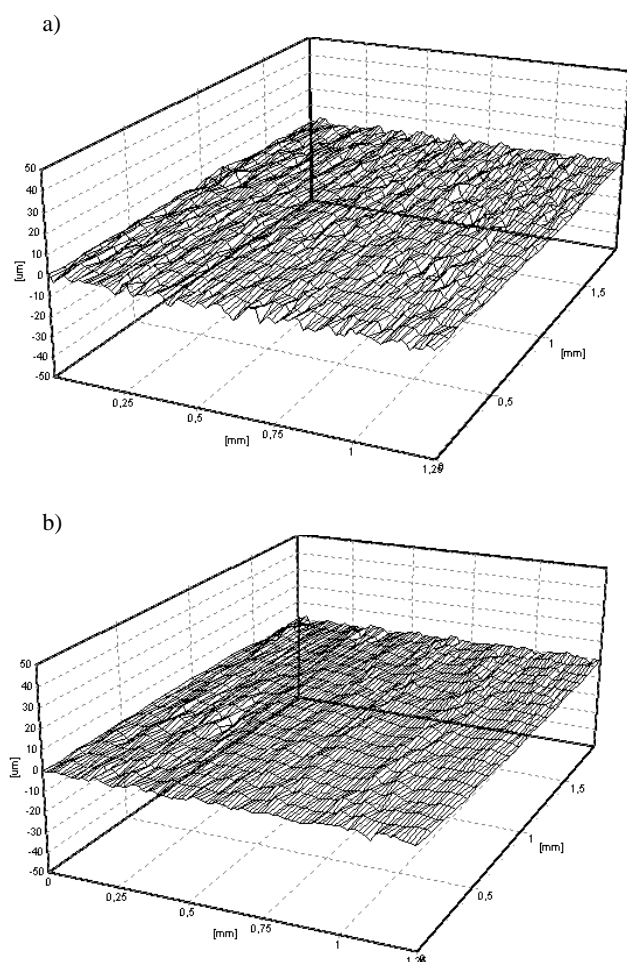
ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ

Wcześniejsze badania strukturalne wykazały, że uzyskane próbki według założonego procesu technologicznego charakteryzują się jednorodną chemicznie osnową w postaci fazy FeAl oraz mikrometrycznymi tlenkami Al_2O_3 rozmieszczonymi na granicach ziaren osnowy. Jednorodność rozmieszczenia i wielkość cząstek fazy tlenkowej zależą od częstotliwości zmian ciśnienia prasowania podczas spiekania wstępnego [9]. Najlepsze rezultaty strukturalne uzyskano dla spieków otrzymanych podczas dogęszczania (spiekania) pod obciążeniem cyklicznie zmiennym o częstotliwości 40 Hz. Nanometryczne cząstki tlenków Al_2O_3 zarówno

w wariacie „statycznym”, jak i „cyklicznie zmiennym” rozmieszczone są w objętości ziaren intermetalicznej osnowy [3, 10].

Przeprowadzone pomiary gęstości otrzymanych wyprasek wykazały, że zmiana rodzaju obciążenia wpływa korzystnie na stopień dogęszczenia mieszaniny proszkowej. Wyznaczone metodą hydrostatycznego ważenia wartości gęstości spieków odniesione do gęstości teoretycznej (91% dla wariantu „0 Hz” i 94% dla wariantu „40 Hz”) wykazały 3% wzrost stopnia zagęszczenia dla próbek spiekanych z udziałem obciążenia cyklicznie zmiennego.

Powierzchnię wypraski należy traktować jako nieobrabaną ubytkowo, czyli niepoddaną obróbce mechanicznej, fizycznej, chemicznej lub ciepłno-chemicznej. Niemniej jednak powierzchnia wypraski odzwierciedla występujące na przeciwpowierzchniach matrycy ślady jej wcześniejszej obróbki.



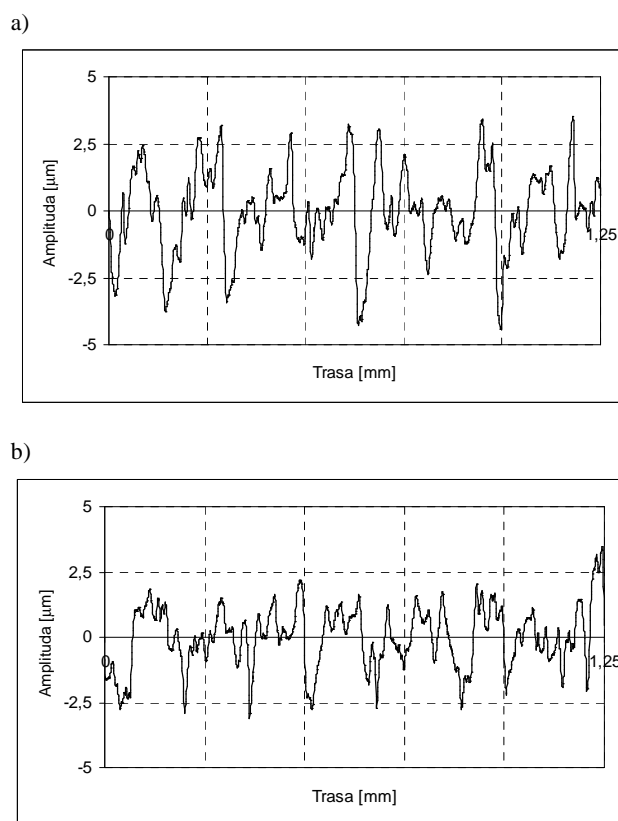
Rys. 1. Profil chropowatości 3D powierzchni spieku ODS 40 Hz: a) przed próbą, b) po próbie zużycia ściernego

Fig. 1. 3D roughness profile of 40 Hz ODS sinter surface: a) before test, b) after abrasive wear test

SGP badanych spieków ODS ma ogólnie rzecz biorąc charakter izotropowy, czyli wykazuje te same właściwości geometryczne we wszystkich kierunkach. Potwierdzeniem tego są uzyskane profile 3D dla tych

powierzchni. Przykładowo na rysunku 1 przedstawiono widoki izometryczne powierzchni spieku ODS 40 Hz przed i po próbie badania odporności na zużycie ściernie. Można zaobserwować, że w wyniku współpracy spieku z przeciwpróbką w czasie testu pin-on-disc nastąpiło wyraźne wygładzenie jego powierzchni. Starciu uległy wierzchołki wzniesień, będące efektem procesu technologicznego prasowania.

Na rysunku 2 przedstawiono profile chropowatości powierzchni analizowanych spieków, na których można zaobserwować, że wariant technologiczny spiekania nie ma znacznego wpływu na kształt nierówności. Widoczna jest natomiast różnica w ich wysokości, co potwierdza również analiza wartości podstawowych parametrów chropowatości mierzonych w kierunku prostopadłym do linii średniej. Przykładowo dla spieku ODS 0 Hz średnie arytmetyczne odchylenie profilu chropowatości jest większe o około 30% niż dla spieku ODS 40 Hz. Wartości pozostałych parametrów wysokościowych dla analizowanych powierzchni zostały przedstawione w tabeli 1.



Rys. 2. Profil chropowatości powierzchni spieków ODS: a) 0 Hz, b) 40 Hz

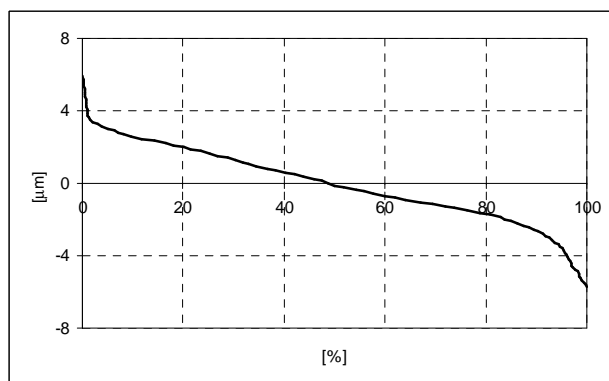
Fig. 2. Roughness profile of ODS sinters surface: a) 0 Hz, b) 40 Hz

Na rysunku 3 zamieszczono krzywe nośności uzyskane dla profili z rysunku 1. Na ich podstawie obliczono zredukowaną wysokość wzniesień Rpk i wgłębień Rvk, wysokość chropowatości rdzenia Rk oraz udziały nośne wierzchołków Mr1 i wgłębień Mr2. Wartości parametrów krzywych nośności analizowanych spieków przedstawiono w tabeli 2.

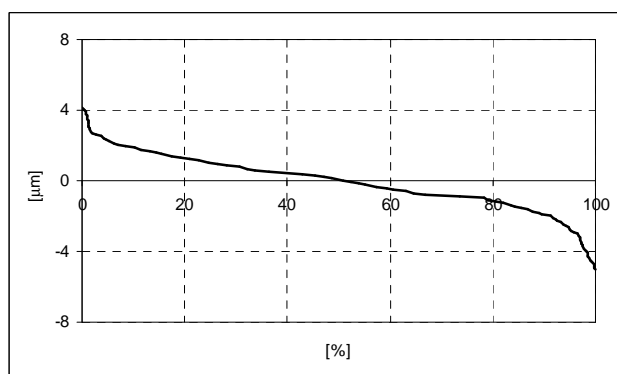
TABELA 1. Podstawowe parametry wysokościowe chropowatości powierzchni badanych spieków ODS
TABLE 1. Main height roughness parameters of investigated surface of ODS sinters

Próbka	Parametr chropowatości, μm					
	Rp	Rv	Rz	Ra	Rq	Rz10p
Spiek ODS 0 Hz	3,15	3,80	6,96	1,19	1,54	7,11
Spiek ODS 40 Hz	1,91	2,96	4,87	0,90	1,08	5,13

a)



b)



Rys. 3. Krzywe nośności spieków ODS dla profili z rysunku 1: a) 0 Hz, b) 40 Hz

Fig. 3. Load capacity curve of ODS sinters for profiles from figure 1: a) 0 Hz, b) 40 Hz

TABELA 2. Podstawowe parametry krzywej nośności i wyniki testu odporności na zużycie ścierne spieków ODS
TABLE 2. Main parameters of load capacity curve and results of abrasive wear test for ODS sinters

Próbka	Parametr nośności					Zużycie	
	Rpk μm	Rvk μm	Rk μm	Mr1 %	Mr2 %	Linijowe mm	Masowe g
Spiek ODS 0 Hz	2,63	2,50	6,25	4,2	92,5	0,712	0,212
Spiek ODS 40 Hz	2,31	2,87	4,25	6,5	91,9	0,324	0,082

Krzywe nośności dla badanych spieków mają kształt litery S (rys. 3), typowy dla powierzchni o losowo rozmieszczonych nierównościach. Można wyróżnić w nich trzy charakterystyczne odcinki: pierwszy, w którym krzywa gwałtownie opada (szczególnie dla spieku ODS

0 Hz - rys. 2a), drugi o łagodnym spadku liniowym i trzeci o przebiegu podobnym do pierwszego.

Zredukowana wysokość wzniesień Rpk charakteryzuje część powierzchni, która zostaje starta w czasie docierania, czyli w początkowym okresie współpracy powierzchni. Można więc traktować ten parametr jako miarę odporności na zużycie ścierne. Zdecydowanie mniejsza (o około 35%) wartość parametru Rpk dla spieku ODS 40 Hz w porównaniu do spieku ODS 0 Hz wskazuje na jego większą odporność na zużycie ścierne, co koreluje z wynikami testu pin-on-disc (tab. 2).

Wysokość chropowatości rdzenia profilu Rk informuje o wysokości nierówności powierzchni po okresie docierania. Jej wartość jest niezależna od wysokości wzniesień i głębokości wgłębień profilu. Analizując uzyskane wartości Rk dla badanych spieków, można wywnioskować, że nośność powierzchni spieku ODS 40 Hz po okresie docierania będzie większa niż dla spieku ODS 0 Hz. O wysokiej nośności powierzchni spieków po okresie docierania świadczą duże różnice pomiędzy udziałami nośnymi wierzchołków Mr1 i wgłębień Mr2.

Zredukowana głębokość wgłębień Rvk jest miarą zdolności powierzchni do utrzymywania w ukształtowanych wgłębeniach czynnika smarującego. Dla obu analizowanych spieków wartość tego parametru jest porównywalna.

PODSUMOWANIE

Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że parametry wyznaczone na podstawie krzywej nośności mogą świadczyć o odporności na zużycie ścierne materiałów otrzymywanych drogą metalurgii proszków. Różnica zredukowanej wysokości wierzchołków Rpk dla spieków wykonanych według wariantów „0 Hz” i „40 Hz” wynosi około 35%, co przekłada się na ponad 2-krotną różnicę w zużyciu liniowym i masowym badanych próbek. Należy zauważyć, że w przypadku materiałów kompozytowych o tej samej osnowie odporność na zużycie nie wynika tylko z ukształtowania powierzchni eksploatacyjnej, ale również z wielkości i jednorodności rozmieszczenia fazy tlenkowej Al_2O_3 . Dla spieków ODS dogęszczanych ciśnieniem cyklicznie zmiennym wielkość cząstek fazy tlenkowej jest około 20% mniejsza, a jednorodność rozmieszczenia Al_2O_3 około 30% większa od wariantu „statycznego”. Ilościowa analiza krzywej nośności i powiązanie jej z odpornością na zużycie uświadamia, jak ważną rolę w procesach tribologicznych odgrywa struktura geometryczna warstwy wierzchniej. Kolejne prace badawcze powinny więc dotyczyć zagadnień związanych z kształtowaniem geometrii warstwy wierzchniej (eksploatacyjnej) różnymi metodami (kalibrowanie, obróbka skrawaniem, obróbka elektroerozyjna) oraz czynnikami technologicznymi (granulacja wsadu proszkowego, jakość powierzchni

matrycy i stempli), mającymi bezpośredni wpływ na SGP materiałów spiekanych na osnowie fazy FeAl.

LITERATURA

- [1] Arzt E. et al., Dispersion strengthening of intermetallics, *Materials Science & Engineering* 1997, A234-236, 22-29.
- [2] Moris D.G., Possibilities for high-temperature strengthening in iron aluminides, *Intermetallics* 1998, 6, 753-758.
- [3] Durejko T., Zarański Z., Bojar Z., Investigation of ODS Fe40Al Materials Obtained by Sintering, *European Congress on Advanced Materials and Processes EUROMAT 2005^{FEMS}*, 2005.
- [4] Durejko T., Zarański Z., Sulej S., Badania właściwości spieków ODS o osnowie Fe40Al, *Kompozyty (Composites)* 2005, 5, 2, 39-42.
- [5] Wright R.N. et al., Microstructure and properties of an oxide dispersion strengthened iron aluminide, *Materials Science & Engineering* 1998, A258, 285-290.
- [6] Garcia Oca C. et al., High temperature structural coarsening of an ODS FeAl intermetallic, *Intermetallics* 2003, 11, 425-434.
- [7] Tomasik J., Biało D., Zastosowanie parametrów krzywej udziału nośnego do opisu mikrogeometrii powierzchni porowatych, *Mechanik* 2003, 1, 26-28.
- [8] Oczóś K.E., Liubimov V., Struktura geometryczna powierzchni, *Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów* 2003.
- [9] Durejko T., Wpływ parametrów spiekania na morfologię fazy zbrojącej Al₂O₃ w spiekach na osnowie fazy FeAl, *XXXII Szkoła Inżynierii Materiałowej*, 2004, 465-470.
- [10] Durejko T., Sulej S., Zarański Z., Struktura spieków o osnowie Fe40Al zbrojonych nanocząstkami Al₂O₃, *Inżynieria Materiałowa* 2006, 3, 588-590.