

Tomasz Durejko¹, Zbigniew Zarański², Stanisław Sulej³

Wojskowa Akademia Techniczna, Wydział Mechaniczny, Instytut Materiałoznawstwa i Mechaniki Technicznej, ul. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa

BADANIA WŁAŚCIWOŚCI SPIEKÓW ODS O OSNOWIE Fe40Al

Materiał do badań uzyskano, wykorzystując autorski proces technologiczny, nawiązujący do metalurgii proszków. Mieszanie proszków żelaza i aluminium z jednoprocetowym wagowo dodatkiem nanometrycznego Al_2O_3 prasowano/spiekano wstępnie pod obciążeniem statycznym i cyklicznie zmiennym, a następnie spiekano swobodnie w celu uzyskania jednorodnej struktury Fe-Al. Wsad przed spiekaniem homogenizowano w młynie kulowym.

W prezentowanym opracowaniu przeanalizowano wpływ granulacji wsadu wejściowego i rodzaju obciążenia (statyczne i cyklicznie zmienne) na właściwości wytrzymałościowe spieków. Wraz ze wzrastającą szerokością przedziału wymiarowego wsadu wzrasta granica wytrzymałości na ściskanie badanych spieków. Zmiany parametru R_c wynikające ze zmiany rodzaju ciśnienia prasowania są w tym przypadku statystycznie nieistotne. Obserwuje się natomiast jego wyraźny wpływ na wartość odkształcenia względnego A_c . Odkształcenie próbek, wykonanych z proszków o tej samej granulacji, spiekanych z udziałem obciążenia statycznego jest około 10% wyższe niż dla dogęszczanych ciśnieniem cyklicznie zmiennym. Poszerzenie przedziału wymiarowego - wsad poniżej $38 \mu m$ - umożliwia odkształcanie spieków do poziomu 42% przy wartości 37% dla frakcji $40+38 \mu m$. Dla próbek wykonanych z proszków z przedziału $53+38 \mu m$ zaobserwowano spadek plastyczności do wartości 34%.

Optimum wytrzymałościowe uzyskano dla spieków wykonanych z proszków o frakcji poniżej $38 \mu m$ spiekanych z udziałem obciążenia statycznego. Dla tego przypadku zarejestrowano poziom naprężeń niszczących równy 2482 MPa przy odkształceniu względnym 42%.

Słowa kluczowe: faza międzymetaliczna Fe40Al, spieki ODS (oxide dispersion-strengthened), statyczna próba ściskania

INVESTIGATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF ODS Fe40Al SINTERS

The iron aluminides FeAl have been among the most widely investigated intermetallics. For example, they have relatively low density, high stiffness, and excellent resistance to oxidation and corrosion at elevated temperature. Their major disadvantages is the susceptibility to environmental embrittlement at room temperature, very poor strength and creep resistance above $600^\circ C$. This problem can be partially solved by microalloying and oxide dispersion strengthening (ODS).

Oxide dispersion strengthening (ODS) iron aluminides alloys based on FeAl have been formed by two stages sintering process. The elemental iron and aluminum powders with addition of nanometer size Al_2O_3 (1 wt.%) were mixed together to give a composition of Fe-40 at.% Al by ball milling. Three variants of powders mixture size: $40+38$, $53+38$, $< 38 \mu m$ were used. The initial stage of manufacturing was mechanical forming of prepared mixture by pressing at elevated temperature. Two value of cyclic pressure frequency was used - static version (0 Hz) and 40 Hz. Second stage of manufacturing led to change of chemically and structurally heterogeneous pre-sintered materials into homogeneous Fe40Al-based intermetallics.

Changes in mechanical properties of sintered materials were studied. The essential strength parameters of intermetallic sinters were calculated on the base of stress-strain compression curves. Influence of mixture powders size on compression strength and equivalent strain was analysed.

It was stated that size of powders influence on sinters compression strength. With increase powders dimensionally range increase value of R_c too. Samples obtained from $< 38 \mu m$ powders, consolidated by static pressure have the highest strength of the order of 2482 MPa at 42% strain. Kind of used loading has a negligible effect on sinter strength. However, cyclic loading decrease in plastic deformation. Decrease about ten percent in equivalent strain was observed for all variants.

Key words: Fe40Al intermetallics phase, ODS (oxide dispersion-strengthened) sinters, compression test

WSTĘP

Materiały na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl są postrzegane jako zamienniki dla obecnie stosowanych stopów żaroodpornych i żarowytrzymałych [1-4]. O ich atrakcyjności decyduje zespół korzystnych właściwości fizykomechanicznych, takich jak: relatywnie niska gęstość ($\sim 6 \text{ g/cm}^3$), wysoka wytrzymałość, odporność na utlenianie, nawęglanie i korozję w podwyższonej temperaturze. Potencjalne aplikacje tego typu stopów ograniczają: skłonność do kruchego pęknięcia w temperaturze otoczenia oraz niska odporność na pełzanie powyżej

$600^\circ C$. Na podstawie wyników prowadzonych badań

stwierdzono, że problemy te można rozwiązać na etapie wytwarzania intermetali, domieszkując je nanocząstkami ceramiki tlenkowej (Al_2O_3 , Y_2O_3 , ZrO_2) [5, 6]. Tradycyjne metody topienia i odlewania wymagają połączenia ze skomplikowaną obróbką cieplno-plastyczną, co znacznie wydłuża i podraża proces technologiczny.

Dobre efekty w tym przypadku dają metody wytwarzania z obszaru metalurgii proszków. W niniejszej pracy zaproponowano dwuetapowy proces technologiczny

¹ mgr inż., ^{2,3} dr inż.

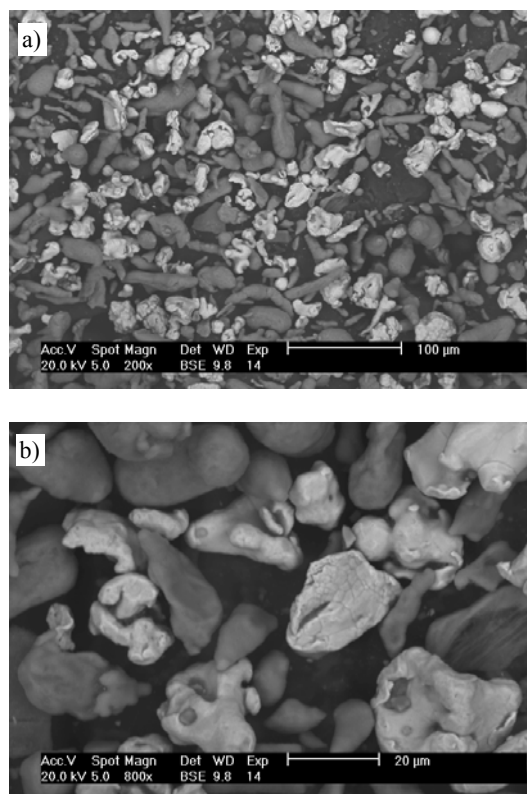
ny. Pierwszy etap polegał na jednoosiowym prasowaniu odpowiednio przygotowanej kompozycji proszkowej w podwyższonej temperaturze z udziałem obciążenia statycznego i cyklicznie zmiennego [7] - dwa warianty technologiczne. Następnie uzyskane wypraski wstępnie spiekano swobodnie w piecu komorowym w osłonie gazu ochronnego - etap drugi. Struktura spieku po pełnym cyklu obróbki cieplnej składa się z intermetalicznej osnowy Fe40Al wzmocnionej mikrometrycznymi cząstkami tlenku aluminium, rozmieszczonymi po granicach ziaren [8], oraz nanometryczną fazą tlenkową Al_2O_3 , równomiernie rozmieszczoną w objętości ziaren. Zastosowanie obciążenia cyklicznie zmiennego w pierwszym etapie procesu technologicznego umożliwia fragmentację warstw tlenkowych i ich równomierne rozmieszczenie w objętości spieku. Intensywne procesy dyfuzyjne towarzyszące przemianom fazowym podczas spiekania swobodnego pozwalają natomiast na równomierną dystrybucję nanocząstek Al_2O_3 w objętości ziaren osnowy.

MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiał do badań otrzymano w dwuetapowym procesie spiekania. Jako wsadu użyto czystych technicznie proszków żelaza i aluminium zmieszanych w proporcji odpowiednio 60 do 40% z jednoprocenową wagowo domieszką nanometrycznego Al_2O_3 (80 nm). Do spiekania wyselekcjonowano trzy kompozycje granulometryczne wsadu wejściowego: $40 \div 38$, $53 \div 38$ i poniżej $38 \mu m$. Przygotowane mieszaniny proszkowe homogenizowano w młynie kulowym, wykorzystując niskoenergetyczne mielenie LSM (low shearing mode) (rys. 1).

Etap pierwszy (spiekanie wstępne) zrealizowano w dwóch wariantach technologicznych, stosując technikę prasowania jednoosiowego pod obciążeniem statycznym (0 Hz) i cyklicznie zmiennym (40 Hz). Uzyskane niejednorodne strukturalnie wypraski spiekano swobodnie w temperaturze $1250^\circ C$ i atmosferze ochronnej argonu (spiekanie zasadnicze). Do badań wytrzymałościowych, ze spieków po pełnym cyklu obróbki cieplnej, wycięto metodą elektroerozyjną próbki (po trzy dla każdego wariantu technologicznego) w kształcie walca o stosunku L/H równym 1.4. Czoła próbek szlifowano zgrubnie na szlifierce płaszczyznowej, a następnie wraz z powierzchnią boczną szlifowano dokładnie w uchwycie czteroszczękowym papierami SiC o gradacji od 600 do 1200. Statyczną próbę ściskania zrealizowano na maszynie wytrzymałościowej Instron z prędkością przemieszczania się trawersy równą $0,5 \text{ mm/min}$ w temperaturze otoczenia. Odkształcenie próbek rejestrowano za pomocą ekstensometru. Dla każdego wariantu technologicznego wyznaczono pełną charakterystykę ściskania, podstawowe parametry wytrzymałościowe, takie jak R_c i A_c , oraz wstępnie oszacowano wartość

modułu sprężystości wzdłużnej. Przeanalizowano związek granulacji wsadu wejściowego i rodzaju obciążenia z wytrzymałością na ściskanie i plastycznością uzyskanych spieków. Otrzymane wyniki przedstawiono w formie graficznej, wykorzystując pakiet oprogramowania Microsoft Office.



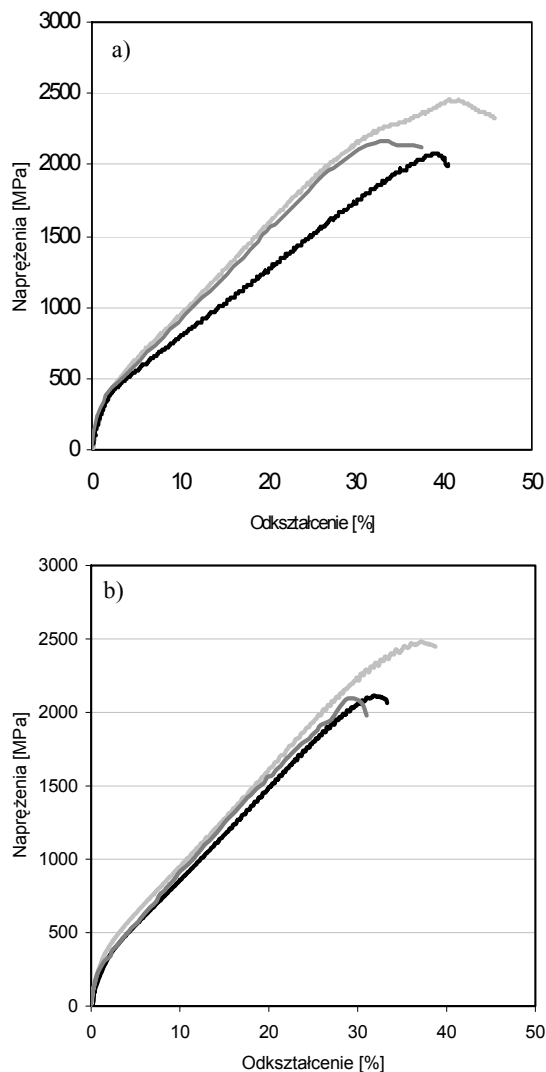
Rys. 1. Mieszanina proszków o granulacji poniżej $38 \mu m$ po niskoenergetycznym mieleniu LSM w młynie kulowym: a) powiększenie 200x, b) powiększenie 800x

Fig. 1. Mixture of powders below $38 \mu m$ size after low shearing mode LSM: a) zoom 200x, b) zoom 800x

BADANIA WYTRZYMAŁOŚCIOWE

Z wcześniej przeprowadzonych badań wynika, że materiały na osnowie fazy FeAl, uzyskane drogą dwuetapowego spiekania, posiadają dobre właściwości wytrzymałościowe w temperaturze otoczenia [9]. Istotny wpływ na doraźną granicę wytrzymałości ma rodzaj zastosowanego obciążenia w pierwszym etapie procesu technologicznego (spiekanie wstępne). Dla spieków uzyskanych z udziałem obciążenia cyklicznie zmiennego o częstotliwości 20 Hz odnotowano doraźną granicę wytrzymałości równą 1363 MPa . Dalszy wzrost częstotliwości zmian ciśnienia prasowania przyczynia się do liniowego spadku wytrzymałości próbek do poziomu 850 MPa dla częstotliwości 80 Hz. Dodatek nanometrycznego Al_2O_3 powoduje wzrost doraźnej granicy wytrzymałości o około 20%. Niezależnie od zastosowanego rodzaju obciążenia parametr R_c kształtuje się powyżej 2000 MPa (rys. 2). Istotny wpływ w tym przypadku

na właściwości wytrzymałościowe ma szerokość przedziału wymiarowego frakcji proszku wykorzystanego w procesie spiekania. Poziom naprężen niszczących dla wariantów 40÷38 i 53÷38 μm kształtuje się na poziomie 2200 MPa (rys. 3a). Poszerzenie przedziału wymiarowego proszku (frakcja poniżej 38 μm) powoduje wzrost wartości R_c do 2500 MPa.

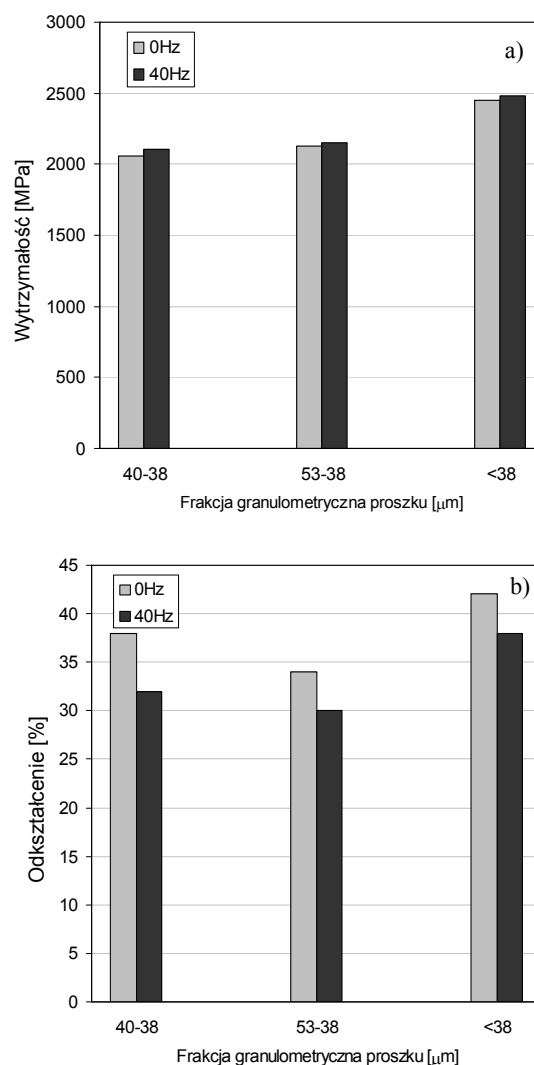


Rys. 2. Krzywe ściskania dla materiałów ODS o osnowie Fe40Al spiekanych z udziałem obciążenia: a) statycznego, b) cyklicznie zmiennego

Fig. 2. Stress-strain curves in compression of ODS Fe40Al materials sintered under: a) static loading, b) cyclic loading

Na uwagę zasługują zmiany stopnia odkształcenia w zależności od wariantu technologicznego. Okazuje się, że największe odkształcenie osiągają próbki spiekane z proszków o granulacji poniżej 38 μm , dogęszczane ciśnieniem statycznym (rys. 3b). W tym przypadku odnotowano odkształcenie równe 42%. Interesujący jest fakt, że dla spieków wykonanych z proszku o frakcji 40÷38 μm odkształcenie jest wyższe niż dla wyprasek, gdzie wsad zawierał się w przedziale wymiarowym 53÷38 μm . Zjawisko to występowało zarówno dla kom-

pozytów spiekanych z udziałem obciążenia statycznego, jak i cyklicznie zmiennego. Wprowadzenie obciążenia o częstotliwości zmian 40 Hz powoduje spadek stopnia odkształcenia uzyskanego materiału. Dla każdego wariantu technologicznego zaobserwowano kilkuprocentowy spadek jego wartości (rys. 3b). Dodatkowo dla uzyskanych spieków oszacowano wartość modułu sprężystości wzdłużnej. Niezależnie od wariantu technologicznego wynosi on 200 ± 10 MPa.



Rys. 3. Wpływ granulacji wsadu wejściowego na doraźną granicę wytrzymałości (a) i odkształcenie względne (b) spieków ODS-Fe40Al

Fig. 3. Influence of particle size of mixture Fe and Al powders on compression strength (a) and equivalent strain (b) of ODS-Fe40Al sinters

PODSUMOWANIE

Domieszkowanie spieków na osnowie fazy FeAl nanometrycznym proszkiem $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ może być skuteczną metodą poprawienia ich właściwości wytrzymałościowych w temperaturze otoczenia. Przeprowadzone próby wytrzymałościowe wykazały około 20% wzrost wartości

R_c dla materiałów ODS w stosunku do spieków bez dodatku nanometrycznego tlenku aluminium. Wraz ze wzrastającą szerokością przedziału wymiarowego wsadu wejściowego wzrasta granica wytrzymałości na ściskanie badanych spieków. Zmiany parametru R_c , wynikające ze zmiany rodzaju ciśnienia prasowania, są w tym przypadku statystycznie nieistotne. Obserwuje się natomiast ich wyraźny wpływ na wartość odkształcenia względnego A_c . Odkształcenie próbek, wykonanych z proszków o tej samej granulacji, spiekanych z udziałem obciążenia statycznego jest około 10% wyższe niż dla dogęszczanych ciśnieniem cyklicznie zmiennym. Poszerzenie przedziału wymiarowego wsadu poniżej 38 μm umożliwia odkształcanie spieków do poziomu 42% przy wartości 37% dla frakcji 40÷38 μm . Dla próbek wykonanych z proszków z przedziału 53÷38 μm zaobserwowano spadek wartości A_c do 34%.

Najlepsze właściwości wytrzymałościowe uzyskano dla spieków wykonanych z proszków o frakcji poniżej 38 μm spiekanych z udziałem obciążenia statycznego. Dla tego przypadku zarejestrowano poziom naprężeń niszczących równy 2482 MPa przy odkształceniu względnym 42%.

LITERATURA

- [1] Bystrzycki J., Varin R. A., Iron aluminide (FeAl) intermetallics for power generation industries, 9th CIMTEC, Symposium VII - Innovative Materials in Advanced Energy Technologies, ed. P. Vincenzini, Florence, Italy, Techna Srl, 1999, 267-272.
- [2] Maziasz P.J., Alexander D.J., Wright J.L., Processing and alloying effects on tensile and impact properties of FeAl alloys, *Mater. Sci. Eng.* 1998, A258, 276-284.
- [3] Liu C.T., Stringer J., Mundy J.N., Norton L.L., Angelini P., Ordered intermetallic alloys: an assessment, *Intermetallics* 1997, 5, 579-595.
- [4] Bystrzycki J., Varin R.A., Environmental sensitivity and mechanical behavior of boron-doped Fe45at.% Al intermetallic in the temperature range from 77 to 1000 K, *Mater. Sci. Eng.* 1999, A270, 151-161.
- [5] Garcia Oca C., Munoz-Morris M.A., Morris D.G., High temperature structural coarsening of an ODS FeAl intermetallic, *Intermetallics* 2003, 11, 425-434.
- [6] Wolski K., Thevenot T., Le Coze J., Effect of nanometric oxide dispersion on creep resistance of ODS-FeAl prepared by mechanical alloying, *Intermetallics* 1996, 4, 299-307.
- [7] Durejko T., Bojar Z., FeAl-based intermetallics materials obtained by modified method of pressing at elevated temperature, *Kompozyty (Composites)* 2002, 2, 5, 323-327.
- [8] Durejko T., Wpływ parametrów spiekania na morfologię fazy zbrojącej Al_2O_3 w spiekach na osnowie fazy FeAl, XXXII Szkoła Inżynierii Materiałowej, Kraków-Krynica, 28 września-1 października 2004, 465-470.
- [9] Przetakiewicz W., Durejko T., Bojar Z., Bystrzycki J., Sintering of Fe-Al elemental powders under cyclic loading, *Mass and Charge Transport in Inorganic Materials* 2003, 341-348.

Recenzent
Wojciech Przetakiewicz