Marcin Madej<sup>1</sup>, Jan Leżański<sup>2</sup> Akademia Górniczo-Hutnicza, Zakład Metaloznawstwa i Metalurgii Proszków, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

# KSZTAŁTOWANIE STRUKTURY I WŁASNOŚCI INFILTROWANYCH KOMPOZYTÓW M3/2-WC-Cu W WYNIKU ZMIAN ZAWARTOŚCI WC I PARAMETRÓW WYTWARZANIA

Zainteresowanie stalą szybkotnącą gatunku M3/2 wynika z wysokich własności wytrzymałościowych tego gatunku stali. Z technologicznych i ekonomicznych porównań infiltracja porowatych kształtek ze stali szybkotnącej miedzą jest technologią umożliwiającą wytwarzanie kompozytów o gęstości zbliżonej do gęstości teoretycznej, przy niższych kosztach.

Celem pracy było określenie wpływu parametrów wytwarzania i zawartości węglika wolframu na mikrostrukturę i własności infiltrowanych miedzią kompozytów na osnowie stali szybkotnącej. W pracy wykorzystano następujące mieszanki proszków: stal szybkotnącą M3/2, M3/2+10% WC, M3/2+30% WC. Kształtki poddano prasowaniu w matrycy o jednostronnym działaniu stempla pod ciśnieniem 800 MPa. Część kształtek poddano spiekaniu przez 60 minut w temperaturze 1150°C w próżni. Tak przygotowane porowate kształtki poddano infiltracji miedzią w piecu próżniowym w temperaturze 1150°C przez 15 minut.

Spiekanie kształtek w temperaturze 1150°C nie powoduje znaczących zmian gęstości. Do analizy procesu spiekania kształtek z dodatkiem 30% WC używano dylatometru. Własności otrzymanych kompozytów przedstawiono w tabeli 2. Morfologię kapilar w wypraskach i spiekach przedstawiono na rysunkach 6-8. Analiza własności (tab. 2) oraz obserwacje mikrostruktury pozwalają stwierdzić, że mikrostruktura i własności wynikają glównie z zastosowanej technologii wytwarzania oraz własności proszku stali szybkotnącej. Analiza mikrostruktury spiekanego kompozytu M3/2+30% WC za pomocą mikroskopu skaningowego pozwoliła stwierdzić, że dodatek węglika jest rozmieszczony w obszarach bogatych w stal.

Słowa kluczowe: stal szybkotnąca, infiltracja, spiekanie, infiltrowane kompozyty

# ENGINEERING THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF INFILTRATED M3/2-WC-Cu COMPOSITES DUE TO CHANGES IN CONTENTS OF WC AND PRODUCING PARAMETERS

High hardness, mechanical strength, heat resistance and wear resistance of M3/2 high speed steel (HSS) make it an attractive material. Since technological and economical considerations are equally important, infiltration of high-speed steel skeleton with liquid cooper has proved to be a suitable technique whereby fully dense material is produced at low cost.

Attempts have been made to describe the influence of the production process parameters and alloying additives, such as tungsten carbide on the microstructure and mechanical properties of copper infiltrated HSS based composites. The compositions of powder mixtures are 100% M3/2, M3/2+10%WC, M3/2+30%WC. The powders were uniaxially cold compacted in a cylindrical die at 800 MPa. The green compacts were sintered in vacuum at 1150°C for 60 minutes. Thereby obtained porous skeletons were subsequently infiltrated with copper, by gravity method, in vacuum furnace at 1150°C for 15 minutes.

The M3/2 grade HSS powder cannot be fully densified at a temperature as low as 1150°C and the as-sintered density is approximately equal to the green density. The dilatometr was used to detect some reaction in the sintering of the composition M3/2+30% WC.

The properties of the investigated composites are given in Table 2. The morphologies of capillaries in porous and assintered materials as well as microstructures of the composites are shown in Figs 6-8.

From the analysis of the obtained results (Tab. 2) and microstructural observations it may be concluded that the microstructure is mainly affected by the manufacturing route and powders characteristics (M3/2 HSS). Scanning electron microscopy (SEM) shows that in the as sintered material and copper infiltrated containing 30% tungsten carbide, the carbide phase is evenly distributed within the steel regions.

Key words: high speed steel, infiltration, sintering, infiltrated composites

#### WPROWADZENIE

Infiltracja miedzią porowatych kształtek jest jednym ze sposobów wytwarzania wyrobów o dużej gęstości na osnowie stali szybkotnącej. Zastosowanie miedzi do infiltracji porowatych kształtek ze stali szybkotnącej wynika z jej dostępności, skrajnego kąta zwilżania stali

przez miedź bliskiego zeru oraz dobrego przewodnictwa cieplnego.

Wprowadzenie węglika wolframu ma na celu podwyższenie twardości oraz odporności na ścieranie w związku z przewidywanym zastosowaniem infiltro-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> mgr inż., <sup>2</sup> dr hab. inż.

wanych kompozytów na osnowie stali szybkotnącej w węzłach tarcia maszyn.

Celem pracy jest określenie:

- wpływu dodatku proszku węglika wolframu WC do proszku stali szybkotnącej gatunku M3/2 oraz parametrów wytwarzania na morfologię kapilar w porowatych kształtkach przeznaczonych do infiltracji,
- wpływu morfologii kapilar na przebieg infiltracji i na własności infiltrowanych kompozytów.

## MATERIAŁY DO BADAŃ

Do wytwarzania porowatych kształtek stosowano: rozpylany wodą proszek stali szybkotnącej gatunku M3/2 oraz proszek węglika wolframu WC. Morfologię stosowanego proszku stali szybkotnącej oraz węglika wolframu przedstawiono na rysunku 1. Skład chemiczny proszku stali szybkotnącej przedstawiono w tabeli 1.



Rys. 1. Morfologia cząstek proszku: a) stali szybkotnącej gatunku M3/2, b) węglika wolframu

Fig. 1. Morphology of powder particles, SEM: a) high speed stels M3/2 class, b) tungsten carbides

TABELA 1. Skład chemiczny stali szybkotnącej gatunku M3/2 TABLE 1. Chemical properties of M3/2 HSS

Składnik	С	Cr	Со	Cu	Mn	Мо	Ni
% masowe	1,23	4,27	0,39	0,11	0,21	5,12	0,32
Składnik	Р	S	Si	V	W	0	
% masowe	0,02	0,02	0,18	3,10	6,22	626 ppm	

Porowate kształtki do infiltracji wytwarzano z następujących mieszanek proszków:

- 100% M3/2
- M3/2+10%WC
- M3/2+30%WC

Mieszanie proszków wykonano w mieszalniku dwustożkowym. Czas mieszania wynosił 1 godzinę. Następnie mieszanki poddano prasowaniu w matrycy o działaniu jednostronnym pod ciśnieniem 800 MPa. Część wyprasek poddano spiekaniu w piecu próżniowym w temperaturze 1150°C przez 1 godzinę. Następnie wypraski i wstępnie spiekane kształtki infiltrowano miedzią w piecu próżniowym w temperaturze 1150°C przez 15 minut. Infiltrację prowadzono metodą nakładkową. Nakładki przeznaczone do infiltracji wykonano sposobem prasowania z elektrolitycznego proszku miedzi.

# ANALIZA PROCESU SPIEKANIA

Stosowana temperatura spiekania 1150°C jest niższa od optymalnej temperatury spiekania dla stali szybkotnacej gatunku M3/2 o ok. 100°C [2, 3]. Oznacza to, że spiekanie zachodzi w stanie stałym lub z niewielkim udziałem fazy ciekłej. Dodatek weglika wolframu powoduje zwiększenie gęstości względnej w czasie spiekania. Krzywa dylatometryczna procesu spiekania kształtek z dodatkiem 30% weglika wolframu przedstawiona na rysunku 2 wykazała, że w temperaturze powyżej 1120°C występuje reakcja pomiędzy węglikiem a osno-wą ze stali szybkotnącej, powodująca przejściowe pojawienie się fazy ciekłej w spiekanej kształtce, która nie występuje w przypadku spiekania kształtek ze stali szybkotnącej. Ilość powstającej fazy ciekłej jest jednak niewystarczająca do całkowitego zagęszczenia kształtek, co pozwala na stosowanie spieków z dodatkiem 30% węglika wolframu do infiltracji. Oddziaływanie węglika z osnową stali szybkotnącej jest wykorzystywane w celu aktywacji procesu spiekania [4].



- Rys. 2. Krzywa dylatometryczna względnej zmiany długości  $dL/L_o$  i szybkości zmiany długości dL/dt podczas spiekania kształtek ze stali szybkotnącej z dodatkiem 30% WC
- Fig. 2. Dylatometric evaluation of sintered M3/2 high speed steel with additions of 30% WC



Rys. 3. Dyfraktogram rentgenowski spiekanej kształtki M3/2+30WC Fig. 3. X-ray diffractograms of the infiltrated composites M3/2+30WC

# WŁASNOŚCI POROWATYCH KSZTAŁTEK PRZEZNACZONYCH DO INFILTRACJI

## Gęstość względna porowatych kształtek przeznaczonych do infiltracji

Wyniki badań gęstości względnej wyprasek i spieków oraz zmiany wymiarów kształtek w wyniku zastosowania spiekania przedstawiono na rysunkach 4 i 5.



Rys. 4. Wpływ składu mieszanek proszków i sposobu wytwarzania na gęstość porowatych kształtek

Fig. 4. Influence of composition of powder mixes and the production process parameter on density of porous skeleton



Rys. 5. Zmiany objętości kształtek w wyniku procesu spiekania Fig. 5. Volume changes in as sintered materials

W wyniku jednostronnego prasowania mieszanek proszków pod ciśnieniem 800 MPa uzyskano wypraski o porowatości całkowitej ok. 23%. Dodatek węglika wolframu do stali szybkotnącej powoduje zmniejszenie gęstości względnej porowatych wyprasek. W przypadku kształtek z dodatkiem 10 i 30% węglika wolframu WC następuje podwyższenie gęstości względnej w wyniku procesu spiekania, równocześnie występuje znaczący skurcz kształtek. Znajomość zmian wymiarów kształtek w wyniku spiekania (rys. 5) pozwala zaprojektować odpowiednie wymiary matryc przed procesem produkcji gotowych wyrobów.

#### Morfologia kapilar

Morfologię kapilar w wypraskach i spiekach przedstawiono na rysunkach 6-8.



- Rys. 6. Morfologia kapilar na przełomach porowatych kształtek z proszku M3/2, SEM: a) przełom wypraski, b) przełom spieku
- Fig. 6. SEM microstructures of green compacts and as sintered M3/2 material: a) green compact, b) as-sintered material



Rys. 7. Morfologia kapilar na przełomach porowatych kształtek z proszku M3/2 z dodatkiem 10%WC: a) wypraska, b) spiek

Fig. 7. SEM microstructures of green compacts and as sintered M3/2 +10WC material: a) green compact, b) as-sintered material



Rys. 8. Morfologia kapilar na przełomach porowatych kształtek z proszku M3/2 z dodatkiem 30%WC: a) wypraska, b) spiek

Fig. 8. SEM microstructures of green compacts and as sintered M3/2 +30WC material: a) green compact, b) as-sintered mater

Czynnikami decydującymi o morfologii kapilar w wy-praskach są nieregularny kształt i szeroki zakres wielkości cząstek proszku stali szybkotnącej oraz ciśnienie prasowania. Cząstki proszku stali (rys. 1a) odznaczają się gładką powierzchnią w przeciwieństwie do bardzo drobnych i chropowatych cząstek proszku weglika wolframu WC (rys. 1b). Kapilary w wypraskach stanowią labirynt kanalików o złożonym kształcie oraz zmiennej geometrii przekroju na swojej długości i odznaczają się znacznym zróżnicowaniem wielkości. Dodatek weglika wolframu powoduje zmniejszenie wymiarów kapilar, wynikające z rozmieszczenia drobnoziarnistego proszku węglika w przestrzeniach między cząstkami proszku stali (rys. rys. 7a i 8a). Znacznie zwiększa się przez to chropowatość powierzchni kapilar oraz ich krętość. Kapilary są bardziej równomiernie rozmieszczone niż

w kształtkach bez dodatku węglika i charakteryzują się mniejszym zróżnicowaniem wielkości (rys. rys. 7a i 8a).

Spiekanie powoduje częściowe wygładzenie powierzchni kapilar oraz zaokrąglenie i zmiany ich wymiarów [1]. Powstaje wiele dodatkowych połączeń między cząstkami proszków w postaci szyjek. Analiza mikrofotografii przełomów pozwala stwierdzić, że zmniejsza się zróżnicowanie wymiarów kapilar. Na podstawie obserwacji mikrostruktury porowatego spieku ze stali szybkotnącej (rys. 6b) można stwierdzić, że w wyniku spiekania w temperaturze 1150°C na powierzchni cząstek następuje wydzielenie się węglików, co zwiększa chropowatość powierzchni kapilar. W przypadku porowatych spieków z dodatkiem węglika wolframu (rys. rys. 7b i 8b) zmniejsza się chropowatość powierzchni kapilar w stosunku do wyprasek oraz różnice wymiarów na przekroju porowatych spieków. Jest to konsekwencją pojawienia się przejściowej fazy ciekłej w spiekanym układzie. W spiekach z dodatkiem węglika wolframu (rys. rys. 7b i 8b) cząstki stali otoczone są w dużym stopniu warstewką węglika wolframu.

# WŁASNOŚCI KOMPOZYTÓW

# Gęstość względna oraz własności mechaniczne infiltrowanych kompozytów

Zestawienie własności infiltrowanych miedzią kompozytów na osnowie stali szybkotnącej przedstawiono w tabeli 2.

TABELA 2.	Zestawienie	własności infiltrowanych miedzi	ą
	kompozytów	v na osnowie stali szybkotnącej	

TABLE 2. Properties of cooper infiltrated M3/2 grade high speed steel based composites with additions of tungsten carbides

Skład kształtek		Stopień wy- pełnienia %	Porowatość końcowa %	Twardość HB	Wytrzymałość na zginanie MPa
M3/2	wypraska	88,4	3,7	410	2051
	spiek	81	1,9	379	1744
M3/2+ 10%WC	wypraska	82,5	2,3	471	1287
	spiek	80	1,8	464	1415
M3/2+ 30%WC	wypraska	88,5	1,7	573	1174
	spiek	89,5	1,8	562	1380

Otrzymane kompozyty odznaczają się gęstością względną zbliżoną do gęstości teoretycznej, a obliczona porowatość nie przekracza 3%. Obserwacje mikroskopowe pozwalają stwierdzić, że otrzymane kompozyty pozbawione są porowatości. W przypadku zastosowania próżni jako atmosfery w procesie infiltracji miedzi do stalowych porowatych kształtek bardzo istotnym czynnikiem jest parowanie miedzi w próżni, związane z wysoką prężnością par miedzi. Wymusza to dokładny dobór masy nakładki, gdyż w przeciwnym wypadku mogą pozostać w kształtce niewypełnione pory, co wpływa na obniżenie własności gotowych wyrobów. Na podstawie obliczonego stopnia wypełnienia kapilar można stwierdzić, że większy stopień wypełnienia kapilar osiągnięto w przypadku infiltracji wyprasek niż spieków, przy czym różnice nie sa duże. Dodatek weglika wolframu nie wpływa na obniżenie stopnia wypełnienia kapilar.

Zmiany twardości kompozytów pozwalają stwierdzić, że zarówno w przypadku kształtek z samej stali szybkotnącej, jak i tych z dodatkiem węglika wolframu wyższą twardość mają kompozyty otrzymane poprzez infiltrację wyprasek. Jest to związane z prawdopodobnym zużyciem podczas spiekania części węgla zawartego w stali do redukcji tlenków na powierzchni cząstek proszku. Dodatek 30% węglika wolframu podwyższa twardość infiltrowanych kompozytów o ponad 150 HB. Dodatek węglika wolframu powoduje obniżenie wytrzymałości na zginanie kompozytów. W przypadku kształtek z dodatkiem węglika wolframu występuje wyraźny wpływ procesu spiekania na podwyższenie wytrzymałości na zginanie w porównaniu do infiltrowanych wyprasek z dodatkiem węglika wolframu. Zastosowanie procesu wstępnego spiekania przed infiltracją wpływa na obniżenie wytrzymałości na zginanie kształtek z samej stali szybkotnącej.



Rys. 9. Odporność na ścieranie kompozytów otrzymanych poprzez infiltrację wyprasek

Fig. 9. Wear resistance of infiltrated composites

Na rysunku 9 przedstawiono wyniki badań odporności na ścieranie infiltrowanych kompozytów. Analizę odporności na ścieranie przeprowadzono za pomocą analizatora T 05 w warunkach tarcia ślizgowego, przeciwpróbkę wykonano ze stali 55 po ulepszaniu cieplnym, nacisk w czasie trwania próby wynosił 165 N, prędkość obwodowa 1,3 m/s. Próbę prowadzono przez 13 minut. Dodatek 30% węglika wolframu spowodował zwiększenie odporności na ścieranie infiltrowanych wyprasek.

#### Struktury infiltrowanych kompozytów

Struktury kompozytów po infiltracji przedstawiono na rysunkach 10-12.



at i journe of the training of

b)

b)

Rys. 10. Struktury infiltrowanych miedzią kompozytów ze stali szybkotnącej M3/2: a) infiltrowana wypraska, b) infiltrowany spiek, pow. 250x Fig. 10. Microstructures of as-infiltrated M3/2 HSS based composites: a) as-infiltrated green compact, b) sintered and infiltrated material



Rys. 11. Struktury infiltrowanych miedzią kompozytów ze stali szybkotnącej M3/2 z dodatkiem 10% WC: a) infiltrowana wypraska, b) infiltrowany spiek, pow. 250x

Fig. 11. Microstructures of as-infiltrated M3/2 HSS based composites with additions of 10% WC: a) as-infiltrated green compact, b) sintered and infiltrated material



b)

- Rys. 12. Struktury infiltrowanych miedzią kompozytów ze stali szybkotnącej M3/2 z dodatkiem 30% WC: a) infiltrowana wypraska, b) infiltrowany spiek, pow. 250x
- Fig. 12. Microstructures of as-infiltrated M3/2 HSS based composites with additions of 30% WC, a) as-infiltrated green compact, b) sintered and infiltrated materials



Rys. 13. Mikrostruktura infiltrowanego spieku z dodatkiem 30% WC oraz punktowa analiza rozkładu pierwiastków w tym kompozycie Fig. 13. Microstructure of infiltrated as sintered material with additions of 30% WC and EDS analysis

Skład mieszanek proszków oraz parametry wytwarzania determinują zarówno morfologię kapilar porowatych kształtek, jak i strukturę kompozytów po infiltracji. Na morfologię kapilar zasadniczy wpływ wywierają kształt i rozkład wielkości cząstek proszku stali szybkotnącej oraz kształt, udział i wielkość cząstek węglika wolframu [1]. Struktura kompozytów składa się z ziarn stali szybkotnącej z rozmieszczonymi w nich równomiernie węglikami oraz miedzi, która wypełniła pory. Struktura cząstek stali szybkotnącej poddanej infiltracji składa się z produktów bezdyfuzyjnej przemiany austenitu z wydzielonymi na granicach i wewnątrz ziarn stali drobnoziarnistymi weglikami typu M<sub>6</sub>C i MC. Udział miedzi w kompozycie wynika z porowatości kształtek przygotowanych do infiltracji oraz stopnia wypełnienia kapilar.

Rysunek 13 przedstawia strukturę kompozytu otrzymanego przez infiltrację spieków M3/2+30% WC oraz punktową analizę rozkładu pierwiastków w obszarze węglika, miedzi i stali.

Analiza mikrostruktury kompozytów z dodatkiem węglika wolframu za pomocą mikrosondy rentgenowskiej i mikroskopu skaningowego pozwala stwierdzić, że wstępne spiekanie przed procesem infiltracji prowadzi do uzyskania mikrostruktury złożonej z obszarów stali, obszarów węglika WC otoczonych stalą oraz obszarów miedzi. W infiltrowanych wypraskach z dodatkiem WC dodatek węglika jest rozmieszczony w miedzi. Takie rozmieszczenie węglika wpływa na twardość i wytrzymałość na zginanie infiltrowanych kompozytów.

#### WNIOSKI

- Metodą infiltracji można wytworzyć kompozyty na osnowie stali szybkotnącej z dodatkiem węglika wolframu o gęstości zbliżonej do gęstości teoretycznej.
- Na morfologię oraz wielkość kapilar wpływa kształt, wielkość cząstek stali szybkotnącej i dodatek węglika wolframu oraz proces spiekania.
- Morfologia kapilar ma istotny wpływ na przebieg infiltracji oraz na strukturę infiltrowanych kompozytów.
- Własności kompozytów otrzymanych przez infiltrację wyprasek i spieków są porównywalne, co wskazuje na możliwość wyeliminowania procesu spiekania, a co za tym idzie obniżenie kosztów wytwarzania.
- Dodatek węglika wolframu powoduje wzrost gęstości względnej kształtek w czasie spiekania. Jest to spowodowane chemicznym oddziaływaniem węglika wolframu z osnową ze stali szybkotnącej, które prowadzi do powstania fazy ciekłej. Ilość fazy ciekłej jest niewystarczająca do całkowitego zagęszczenia, co umożliwia infiltrację.
- Węglik wolframu powoduje znaczący wzrost twardości infiltrowanych kompozytów i jednocześnie obniżenie wytrzymałości na zginanie.

Praca finansowana przez KBN w ramach działalności statutowej.

#### LITERATURA

- Leżański J., Infiltracja cieczy w porowatych materiałach, Metalurgia i Odlewnictwo 1988, 118.
- [2] Greetham G., Development and performance on infiltrated and non-infiltrated valve seat insert materials and their performance, Powder Metallurgy 1990, 3, 2, 112-114.

- [3] Wright C.S., The production and application of PM high-speed steels. Powder Metallurgy 1994, 3, 937-944.
- [4] Torralba J.M. i in., Sinterability study of PM M2 and T15 HSS reinforced with tungsten and titanium carbides, 1993, 36, 55-66.

Recenzent Zbigniew Stradomski