

Aleksander Cyunczyk¹, Jan Sieniawski²

Politechnika Rzeszowska, Katedra Materiałoznawstwa, ul. Pola 2, 35-959 Rzeszów

PRÓBY TŁOCZENIA POWŁOK Z POROWATEGO KOMPOZYTU Cu-Al₂O₃

Właściwości mechaniczne, a szczególnie plastyczność porowatych metali i stopów zależy nie tylko od udziału objętościowego porów, ale również od ich geometrii (kształtu, wielkości i rozkładu porów w osnowie). Pod tym względem można dopatrywać się analogii między spiekanymi materiałami porowatymi a żeliwami, gdyż wtrącenie grafitu w żeliwie podobnie jak pory w spieku stanowią wewnętrzne karby w materiale. Na podstawie porównania właściwości mechanicznych żeliw szarych i żeliw sferoidalnych można wnioskować, że doprowadzenie do zmiany kształtu porów z nieregularnego w sferoidalny pozwoli poprawić zdolność spieków do odkształceń plastycznych na zimno. Niniejsza praca jest próbą weryfikacji tej tezy w odniesieniu do obróbki plastycznej polegającej na tłoczeniu powłok z porowatego kompozytu.

Przedmiotem badań był dyspersyjnie umocniony kompozyt Cu-Al₂O₃. Proszek kompozytu zawierający 1% obj. Al₂O₃ wytwarzano, scalając proszek miedzi z proszkiem tlenku glinu, przy wykorzystaniu techniki mechanicznego stopowania. Zastosowano niekonwencjonalny sposób mechanicznego stopowania, który polega na wielokrotnym powtórzeniu dwóch operacji: prasowania proszków w matrycy i zdzierania pilnikiem uzyskanej wypraski na proszek. Technika ta została opisana we wcześniejszej pracy [3].

Proszek kompozytu był następnie prasowany na zimno w matrycy i spiekany. Zastosowano dwa warianty spiekania, a mianowicie: spiekanie swobodne wyprasek oraz tzw. spiekanie pod ciśnieniem wewnętrznym. W tym drugim przypadku formowano wypraski o porach zamkniętych, a uwięziony w nich gaz wykorzystano podczas spiekania do aktywowania procesu i ukształtowania porów o postaci sferoidalnej. W tym zakresie wykorzystano wcześniejsze doświadczenia własne [4-6]. Przygotowano próbki o kształcie krążków o średnicy 60 mm i grubości od 1 do 2 mm. Porowatość próbek zaprojektowano w granicach od 10 do 23%. Tłoczenie spieków przeprowadzono w przyrządzie do prób misczkowania (rys. 2). Podczas prób rejestrowano przebieg siły tłoczenia (rys. 3).

Graniczna porowatość spieków, przekroczenie której w górę nie pozwala na uzyskanie prawidłowych wytłoczek, okazała się większa w przypadku próbek spiekanych pod ciśnieniem wewnętrznym niż próbek spiekanych swobodnie. Zatem sferoidyzacja porów (rys. 4), towarzysząca spiekaniu pod ciśnieniem wewnętrznym, poprawia zdolność porowatego kompozytu do odkształcenia plastycznego na zimno. W przypadku wszystkich spieków graniczna porowatość rośnie ze zmniejszeniem grubości tłoczonych próbek. Siła tłoczenia nieznacznie rośnie ze wzrostem gęstości spieków (rys. 5).

Słowa kluczowe: metalowe materiały kompozytowe, ciało porowate, kształt porów, próba misczkowania

CUPPING TESTS OF POROUS COMPOSITE Cu-Al₂O₃

It is well-known that mechanical properties, especially plasticity of porous metals and alloys is strongly dependent not only on the volume fraction of porosity but also upon a pore geometry (shape, size and distribution of pores). Sintered materials are in many respects similar to cast iron materials, since the graphite and pores constitute internal notches. It is commonly known that the notching effect is very high in grey cast iron with the graphite lamellae and mild in spheroidal cast iron with the spheroidal graphite forms. So, for the sake of the mechanical properties of porous bodies, a change from irregular to spheroidal shape of pores is desirable.

In this paper a preliminary investigation upon a cold stamping of sintered porous bodies is described. Dispersion strengthened Cu-Al₂O₃ composite was the object of an experimental. Elemental powders of copper and alumina were used as starting materials. Composite powder: copper + 1 vol.% alumina was prepared by mechanical alloying (MA). A nontraditional variant of MA which is founded in repetition of powders pressing and compact filing was applied. This technique is described in the earlier work [3].

The MA-ed powder was cold pressed and then sintered. Two conditions for sintering were applied namely free sintering and sintering under inner pressure. During sintering under inner pressure the energy of compressed gas in closed pores is utilized for activation of sintering and alteration of pore shape from irregular to spheroidal shape [4-6]. Disk samples of 60 mm diameter and 1-2 mm in thickness were obtained. Porosity of sintered samples was closed within the range of 10-23%. Samples were stamped in cupping test attachment (Fig. 2). The results are collected at Table 1. The force of stamping was recorded (Fig. 3).

A limiting porosity, above which the correct drawpiece is not obtained, is greater for samples sintered under inner pressure than for samples sintered free. So, the spheroidization of pores (Fig. 4) during sintering under inner pressure is a cause of increase the plasticity of sintered composite. In both cases this limiting porosity rises with decreasing of the sample thickness. The force of stamping slightly depends on the density of samples (Fig. 5).

Key words: metal matrix composites, porous body, shape of pores, cupping test

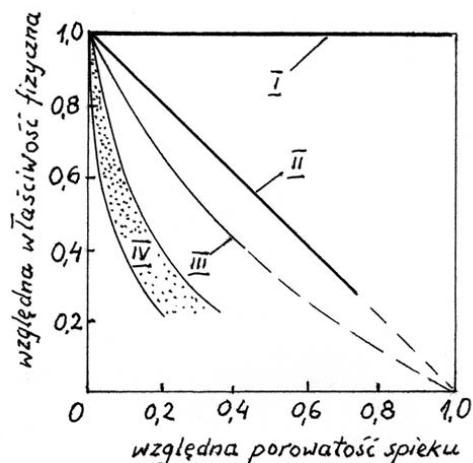
¹ doc. dr inż., ² prof. dr hab. inż.

WSTĘP

Obróbka plastyczna w technologii proszków spiekanych sprowadza się w zasadzie do procesów dogęszczania porowatego materiału i ma na celu uzyskanie wyrobu litego o wymaganym kształcie. Gotowe części maszyn i inne nieporowate detale z proszków metali, stopów i kompozytów wytwarza się na drodze kucia matrycowego na gorąco lub prasowania izostatycznego na gorąco. Z kolei nieporowate półfabrykaty (pręty, kształtowniki, rury, taśmy) otrzymuje się z proszków metodą wyciskania lub walcowania na gorąco. Znikome jest natomiast zainteresowanie możliwością obróbki plastycznej na zimno porowatych spieków przez tłoczenie, wyoblanie, gięcie itp. Zaważało w tym względzie niewątpliwie przesadne wyobrażenie o braku plastyczności i małej wytrzymałości mechanicznej materiałów porowatych, którym przyklejono etykietę „kruchość”.

Właściwości spieków porowatych, tak jak i innych tworzyw, zależą głównie od składu chemicznego i składu fazowego materiału oraz od morfologii faz tworzących materiał. Pory w spiekach można traktować jako jedną z faz materiału, chociaż występuje ona w innym stanie skupienia (faza gazowa). Zatem udział objęściowy oraz kształt porów w istotny sposób wpływają na właściwości spieku.

Wzorując się na klasyfikacji zaproponowanej przez Balszina i Huttiga [1], można właściwości fizyczne porowatego spieku podzielić na cztery grupy, biorąc za kryterium podziału czułość właściwości na zmianę porowatości spieku (rys. 1).



Rys. 1. Wykres ilustrujący podział właściwości spieków na cztery grupy ze względu na ich zależność od porowatości spieku

Fig. 1. Schematic plot representing the classification into four categories the properties of sintered compacts on the ground of their dependence on porosity

Wyróżnia się na tej podstawie:

I - właściwości niezależne od porowatości, np. temperatura topnienia, mikrotwardość, współczynnik rozszerzalności cieplnej,

II - właściwości w liniowy sposób zależne od porowatości, np. pojemność cieplna, średnia twardość,

III - właściwości nieaddytywne ze względu na stosunek objętości porów do objętości fazy stałej w spieku, o średniej czułości na zmianę porowatości, np. przewodność elektryczna, przewodność cieplna,

IV - właściwości nieaddytywne, ale o dużej czułości na zmianę porowatości, np. wytrzymałość na rozciąganie, granica plastyczności, wydłużenie, udarność.

Traktowanie właściwości spieku jako funkcji tylko porowatości całkowitej jest zawodne w odniesieniu do IV grupy właściwości, a do takich jest zaliczana plastyczność materiału. W tym przypadku trzeba uwzględnić również kształt porów. Pory stanowią bowiem wewnętrzne „karby” w materiale i w ich otoczeniu występuje koncentracja naprężeń, jeśli spiek jest poddany działaniu sił mechanicznych. Pod tym względem wpływ kształtu porów na plastyczność spieków można porównywać z wpływem postaci wtrąceń grafitu na właściwości mechaniczne żeliw szarych i sferoidalnych.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Cel i zakres badań

Na podstawie analizy literatury można stwierdzić, że istnieje luka odnośnie do badań nad płytkim i głębokim tłoczeniem powłok z porowatych blach. Prace z tego zakresu pozwoliłyby na rozszerzenie asortymentu użytkowych wyrobów wytwarzanych techniką metalurgii proszków. Celem wstępnych badań przedstawionych w niniejszym artykule było:

- doświadczenie zweryfikowanie możliwości tłoczenia powłok z porowatego kompozytu, którym jest miedź umocniona dyspersyjnie tlenkiem glinu,
- wytworzenie kompozytu w dwojakiej postaci ze względu na kształt porów, a mianowicie: spieku o porach nieregularnych i spieku o porach sferoidalnych, lecz w obu przypadkach o zbliżonej porowatości,
- określenie w obu rodzajach kompozytu górnej granicy porowatości pozwalającej jeszcze na tłoczenie prowadzące do uzyskania prawidłowych wyłoczek.

Przedmiotem badań był kompozyt Cu+1% obj. Al₂O₃ (% obj. odnoszono do objętości fazy metalowej). Wartości porowatości spiekanych kompozytów wybrane z wytypowanego do badań przedziału wynosiły: 10, 12,5, 15, 17,5, 20 i 23%. Grubość próbek (krążków) poddanych próbie tłoczenia wynosiła: 1, 1,5 i 2 mm.

Metodyka badań

Materiałami wyjściowymi do wytworzenia kompozytu były proszki: elektrolityczny proszek miedzi (Z.M. Trzebinia) o ziarnistości < 63 μm i proszek tlenku

glinu (odcz.chem.cz.) o ziarnistości $< 5 \mu\text{m}$. Proszki mieszano wstępnie w mieszalniku bębnowym.

W celu równomiernego rozprowadzenia wtrąceń ceramiki w metalowej osnowie mieszankę proszków poddano obróbce techniką MA (Mechanical Alloying), która jest szeroko stosowana w procesie wytwarzania tzw. stopów ODS (Oxide Dispersion Strengthened Alloys) [2]. Zastosowano odmianę techniki MA, która polega na wielokrotnym powtórzeniu na przemian dwóch operacji: prasowania proszku w matrycy i zdzierania pilnikiem uzyskanej wypraski na proszek. Sposób i urządzenie stosowane do tego celu opisano we wcześniejszej pracy [3]. Wstępną mieszankę proszków Cu i Al_2O_3 poddano 15-krotnemu prasowaniu-pilnikowaniu, a następnie wyżarzaniu zmiękczającemu w temperaturze 600°C w atmosferze wodorowej.

Uzyskany sposobem MA proszek kompozytowy prasowano z kolei w matrycy o średnicy 60 mm, tak dobierając odważki proszku i ciśnienie prasowania, aby po następującym później spiekaniu otrzymać krążki o grubości około 1, 1,5 lub 2 mm i o założonej porowatości. W tym przypadku posługiwano się krzywą prasowania badanego proszku (zależnością gęstości wypraski od ciśnienia prasowania) i wykresami zależności gęstości spieków od gęstości wyprasek.

W celu otrzymania porowatych kompozytów różniących się między sobą kształtem porów zastosowano dwa sposoby spiekania wyprasek, a mianowicie: spiekanie swobodne i spiekanie pod ciśnieniem wewnętrznym.

Proces, podczas którego poza grawitacją nie występują inne siły zdolne do aktywowania przebiegu spiekania, jest nazywany spiekaniem swobodnym. Jeżeli sprasowane kształtki są wykonane z proszku o nieregularnej konfiguracji powierzchni cząstek, to po spiekaniu swobodnym uzyskuje się z reguły nieregularny kształt porów w spieku.

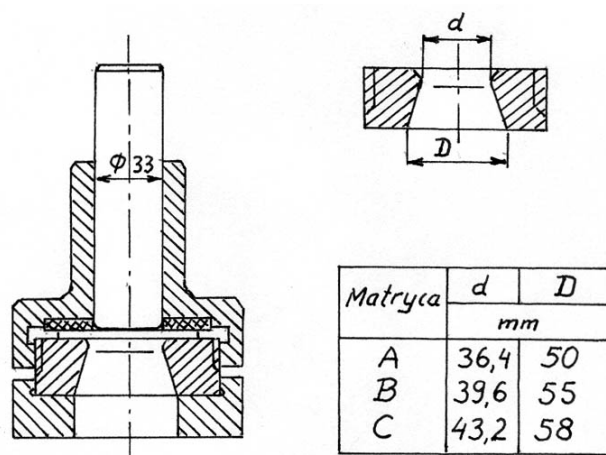
Spiekanie pod ciśnieniem wewnętrznym to sposób spiekania opracowany w Politechnice Rzeszowskiej [4-6], polegający na wykorzystaniu ciśnienia gazów zamkniętych w porach wypraski. Niezbędne w tym celu jest stosowanie podczas spiekania odpowiedniej formy ceramicznej lub metalowej, w której umieszcza się uprzednio przygotowane wypraski. Rodzaj formy i kształt jej wnętrza wynika z oczekiwanych właściwości wyrobu i założonego celu spiekania. Celem spiekania może być:

- ukształtowanie sferoidalnych porów spieku bez zmiany gęstości materiału (kształt wypraski dokładnie odpowiada kształtowi wnętrza formy do spiekania),
- kontrolowana zmiana wielkości i/lub kształtu spiekane go wyrobu, której towarzyszy zmiana gęstości materiału (wzrasta porowatość) i dodatkowo sferoidalizacja porów.

W niniejszej pracy zastosowano wariant spiekania pod ciśnieniem wewnętrznym, w którym następuje zmiana objętości spiekanej kształtki. Wypraski miały objętość mniejszą niż docelowe spieki. Założoną poro-

watość spieków uzyskiwano odpowiednio dobierając masę wypraski do objętości formy spiekalniczej. Poziomą porowatość zamkniętą w wypraskach, niezbędny do wywołania pęcznienia spiekanych kształtek, pojawiał się po zastosowaniu ciśnienia prasowania większego niż 800 MPa . Wszystkie próbki spiekano w atmosferze wodorowej, w temperaturze 1000°C przez 2 godz.

Tłoczenie wykonano w znormalizowanym przyrządzie do prób misczkowania (rys. 2), stosując trzy matryce oznaczone w dalszym tekście literami A, B i C, które miały odpowiednio następujące średnice otworów: 36,4, 39,6 i 43,2 mm. Próby przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej ZD 40 z rejestracją siły podczas tłoczenia.



Rys. 2. Przyrząd do prób misczkowania

Fig. 2. Cupping test attachment

Wyniki badań

Wyniki tłoczenia próbek z porowatych kompozytów $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$ spiekanych swobodnie oraz spiekanych pod ciśnieniem wewnętrznym zestawiono w tabeli 1.

Dla kompozytu spiekane go swobodnie granica porowatości, poniżej której uzyskano prawidłowe wytłoczki (bez pęknięć, naderwań i pofałdowań brzegów), wynosiła:

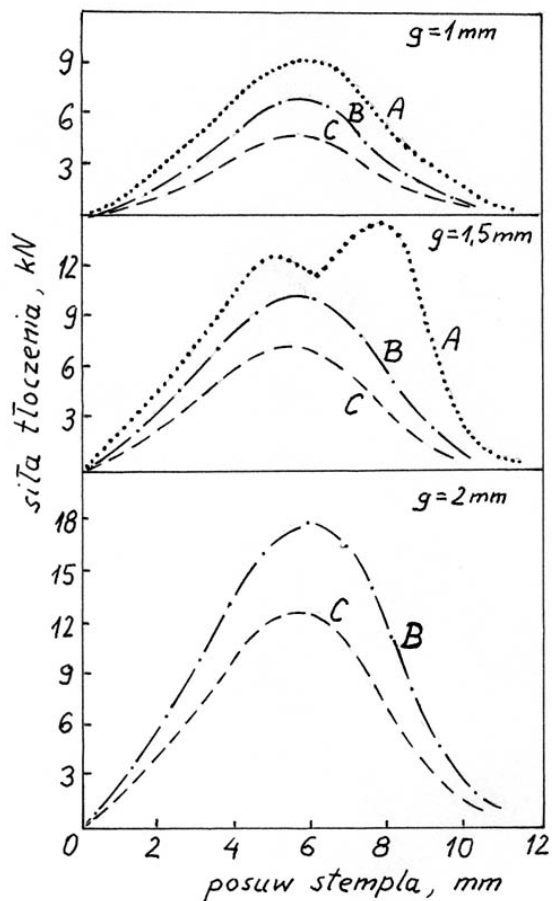
- około 17,5% dla próbek o grubości około 1 mm, przy tłoczeniu we wszystkich matrycach,
- około 15% dla próbek o grubości około 1,5 mm, przy tłoczeniu w matrycach B i C,
- około 12,5% dla próbek o grubości około 2 mm, przy tłoczeniu w matrycach B i C.

W przypadku kompozytu spiekane go pod ciśnieniem wewnętrznym graniczne wartości porowatości wynosiły:

- 20% dla próbek o grubości 1 mm, przy tłoczeniu w matrycy B i 23% w matrycy C,
- 20% dla próbek o grubości 1,5 mm, przy tłoczeniu w matrycach B i C,

- 17,5% dla próbek o grubości 2 mm, przy tłoczeniu w matrycach B i C.

Wszystkie próbki o grubości 1,5 mm podczas tłoczenia w matrycy A nie ulegały zniszczeniu, ale ich brzegi uległy pofałdowaniu. Tworzeniu się fałd na brzegach miseczki odpowiada drugie maksimum na charakterystyce siłowej procesu tłoczenia (rys. 3).



Rys. 3. Charakterystyki siłowe procesu tłoczenia kompozytu o porowatości 10% spiekane pod ciśnieniem wewnętrznym

Fig. 3. Force characteristics of stamping of composite (10% porosity) sintered under inner pressure

Zmiana nacisku dociskacza w przyrządzie do tłoczenia nie dała żadnego efektu i dlatego należy sądzić, że przyczyną fałdowania był zbyt mały luz między stemplem a otworem matrycy.

Próbki o grubości 2 mm nie tłoczono w matrycy A, gdyż szczelina między stemplem a otworem matrycy jest mniejsza od grubości spieku.

W przypadku próbek spiekanych pod ciśnieniem wewnętrznym uzyskano ich grubość i porowatość zgodnie z wcześniej założonymi wartościami. Natomiast dla próbek swobodnie spiekanych wystąpił pewien rozrzut wartości (tab. 1). Rozrzut ten okazał się na tyle mały, że kompozyty w różny sposób spiekane można było ze sobą porównać pod względem podatności

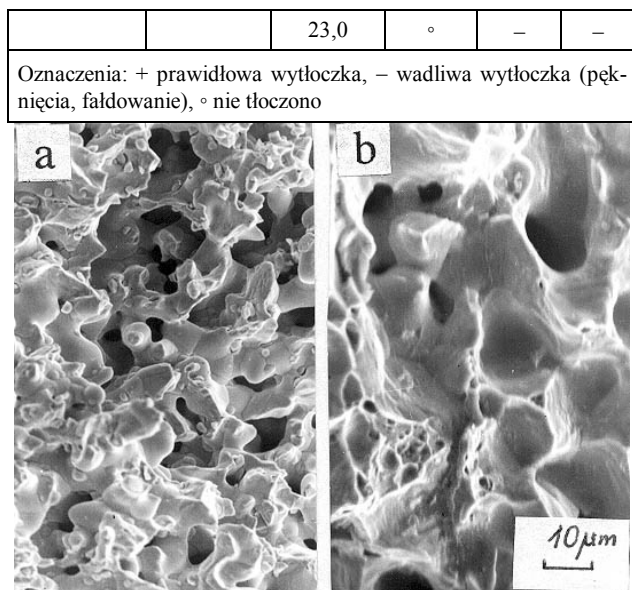
na odkształcenie plastyczne zachodzące podczas tłoczenia.

Badania strukturalne potwierdziły fakt, że spiekanie pod ciśnieniem wewnętrznym prowadzi do sferoidyzacji porów w spiekach. Przykładowe obrazy skaningowe przełomów spieków o porowatości 10% przedstawiono na rysunku 4.

TABELA 1. Wyniki prób misczkowania

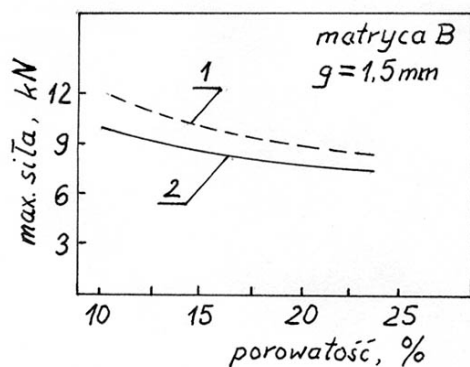
TABLE 1. Results of cupping tests

Badany spiek	Grubość krążka mm	Porowatość spieku %	Wyniki prób misczkowania w matrycy			
			A	B	C	
Cu-Al ₂ O ₃ po spiekaniu swobodnym	0,97÷1,02	9,8÷10,3	+	+	+	
		12,6÷13,0	+	+	+	
		14,8÷15,4	+	+	+	
		17,2÷17,6	+	+	+	
		19,7÷20,5	-	-	-	
		22,5÷23,2	-	-	-	
	1,48÷1,54	10,0÷10,5	-	+	+	
		12,1÷12,6	-	+	+	
		15,2÷15,8	-	+	+	
		16,7÷17,5	-	-	-	
		19,8÷20,5	-	-	-	
		22,8÷23,6	-	-	-	
	2,02÷2,08	9,7÷10,5	o	+	+	
		11,8÷12,7	o	+	+	
		15,4÷15,8	o	-	-	
		17,2÷18,0	o	-	-	
		20,2÷21,0	o	-	-	
		22,7÷23,4	o	-	-	
	Cu-Al ₂ O ₃ po spiekaniu pod ciśnieniem wewnętrznym	1,0	10,0	+	+	+
			12,5	+	+	+
15,0			+	+	+	
17,5			+	+	+	
20,0			+	+	+	
23,0			-	-	+	
1,5		10,0	-	+	+	
		12,5	-	+	+	
		15,0	-	+	+	
		17,5	-	+	+	
		20,0	-	+	+	
		23,0	-	-	-	
2,0		10,0	o	+	+	
		12,5	o	+	+	
		15,0	o	+	+	
		17,5	o	+	+	
		20,0	o	-	-	
		23,0	o	-	-	



Rys. 4. Skaningowe obrazy przełomu kompozytu: a) spiekane go swobodnie, b) spiekane go pod ciśnieniem wewnętrznym

Fig. 4. SEM micrographs of composite: a) free sintered, b) sintered under inner pressure



Rys. 5. Wpływ porowatości kompozytu na maksymalną wartość siły tłoczenia: 1 - kompozyt spiekany swobodnie, 2 - kompozyt spiekany pod ciśnieniem wewnętrznym

Fig. 5. Influence of composite porosity on the maximum stamping load: 1 - composite free sintered, 2 - composite sintered under inner pressure

Z przeprowadzonych badań wynika, że sferoidyzacja porów, wywołana spiekaniem pod ciśnieniem wewnętrznym, rozszerza zakres dopuszczalnej porowatości spieków pozwalającej na uniknięcie dekohezji materiału podczas prób tłoczenia. W wyniku sferoidyzacji porów następuje przesunięcie wartości granicznej porowatości:

- od 17,5 do 20% dla próbek o grubości 1 mm, tłoczonych w matrycach A i B, oraz do 23% dla próbek tłoczonych w matrycy C,

- od 15 do 20% dla próbek o grubości 1,5 mm, tłoczonych w matrycach B i C,
- od 12,5 do 17,5% dla próbek o grubości 2 mm, tłoczonych w matrycach B i C.

Wartość maksymalnej siły tłoczenia jest większa w przypadku spieków o nieregularnym kształcie porów (rys. 5), a więc spiekanych swobodnie. Siła konieczna do wytłoczenia spieków maleje ze wzrostem porowatości materiału, lecz w stopniu niewielkim.

PODSUMOWANIE

Przeprowadzone próby wykazały, że kompozyt w postaci porowatej miedzi dyspersyjnie umocnionej tlenkiem glinu można z powodzeniem poddać operacji tłoczenia powłok, odpowiednio dobierając porowatość spieku i parametry tłoczenia. Wykonane badania potwierdziły korzystny wpływ sferoidyzacji porów tłoczonego materiału na jego podatność do odkształcenia plastycznego na zimno. Sferoidyzację porów kompozytu można osiągnąć na drodze spiekania pod ciśnieniem wewnętrznym.

LITERATURA

- [1] Andriejewskij R.A., Swojstwa spieczonych teli, Porzokowaja Miałurgija 1982, 1, 37-42.
- [2] Formanek B., Maciejny A., Szopiński K., Olszówka-Myalska A., Kompozytowe materiały proszkowe otrzymywane metodą mechanicznego stopowania, Inżynieria Materiałowa 1999, 3-4, 137-143.
- [3] Cyunczyk A., Wytwarzanie proszku kompozytu Cu-Fe-Al₂O₃, Kompozyty (Composites) 2001, 1, 2, 151-154.
- [4] Cyunczyk A., Wolicka T., Struktura i właściwości metali spiekanych pod ciśnieniem wewnętrznym, XII Konf. Sprawozdawcza Komitetu Metalurgii PAN, Metalurgia '98, Krynica 23-26.09.1998, 577-578.
- [5] Cyunczyk A., Struktura metalu po spiekaniu kształtującym, Inżynieria Materiałowa 1990, 4, 99-102.
- [6] Cyunczyk A., Kształtowanie ciśnieniem wewnętrznym spieków z kompozytu Cu-Al₂O₃, Obróbka Plastyczna Metali 2001, 5, 35-42.

Recenzent
Jan Leżański