

Katarzyna Pietrzak¹, Marcin Chmielewski²

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919, Warszawa

SPIEKANE KOMPOZYTY Cr-Al₂O₃

W pracy przedstawiono wyniki prób spiekania, otrzymanych techniką stopowania mechanicznego (ang. mechanical alloying), proszków kompozytowych Cr-Al₂O₃. Zamieszczono wyniki badań mikrotwardości, gęstości względnej, mikrostruktury oraz analizę składu chemicznego otrzymanych spieków. Badania prowadzono dla proszków o różnym uziarnieniu.

SINTERED COMPOSITE MATERIALS Cr-Al₂O₃

Among the oxide-metal composites, Al₂O₃-Fe, Al₂O₃-Cr, Al₂O₃-W and Al₂O₃-Ni are of a great technical importance. Recently, because of the situation on the world raw material market and due to the needs of the industry, Al₂O₃-Cr composites have become a subject of special interest. This very hard material, having high mechanical strength, resistant to sudden changes of temperature within the range from 25 to 1300°C, can work at temperatures up to 1000°C. It is also resistant to oxidation at temperatures up to 1500°C. The composite in question can be used to make tools and constructional elements (parts of jet engines, nozzles, crucibles, thermal screens, etc.).

This paper presents the results of investigations concerning the sintering of (obtaining by mechanical alloying technique) Cr-Al₂O₃ composite powders. Different sintering temperature and different grain size powders (40÷56 μm - powder 1, 63÷71 μm - powder 2 and 100÷160 μm - powder 3) were examined. The presented paper includes the results:

- microstructural investigations (Fig. 2),
- diffraction patterns of sintered composites (Fig. 3),
- measurements of specific density of sintered composites as the function of the sintering temperature and the grain size of powders (Table 2 and Fig. 4),
- measurements of microhardness of composites as the function the sintering temperature and the grain size of powders (Table 3 and Fig. 5).

WPROWADZENIE

Kompozyty Cr-Al₂O₃ ze względu na swoje właściwości, takie jak: duża odporność na nagłe zmiany temperatury, odporność na utlenianie w wysokich temperaturach (żaroodporność) i podwyższona wytrzymałość mechaniczna w wysokich temperaturach, znajdują szereg zastosowań. Przykładowe z nich to: pokrycia dysz silników odrzutowych, dysz palnikowych, wykładziny pieców z atmosferami ochronnymi. Ponieważ jednym z podstawowych problemów przy spajaniu żaroodpornych stopów z ceramiką typu Al₂O₃ są generujące się w trakcie procesu łączenia znaczne naprężenia własne powstające przede wszystkim w wyniku znacznej różnicy współczynników rozszerzalności cieplnej α tych materiałów, wydaje się, że możliwe jest ich łączenie z wykorzystaniem spiekanych warstw Cr-Al₂O₃ [2-4].

Dotychczasowe próby spiekania kompozytów Cr-Al₂O₃ prowadzono jednak w bardzo wysokich temperaturach - około 1700÷1800°C w atmosferze wilgotnego wodoru [2]. W przedstawionej pracy założono, że zastosowanie do spiekania proszków otrzymanych techniką stopowania mechanicznego pozwoli na znaczne obniżenie temperatury procesu przy jednoczesnym utrzymaniu

jednorodnej struktury i wysokiego stopnia spiekania kompozytów.

Przedstawione wyniki prac potwierdzają to przypuszczenie. Badania przeprowadzono na proszkach o różnym uziarnieniu, od ziaren o wielkości od 40 μm do ziaren o wielkości do 160 μm.

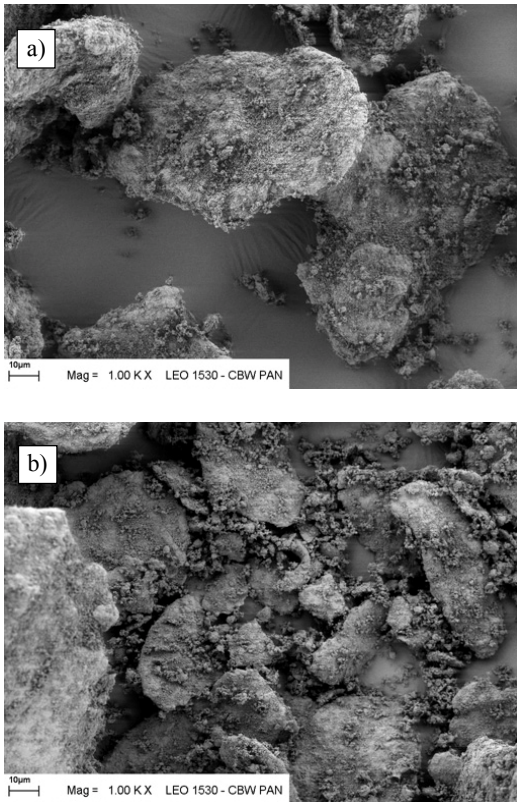
BADANIA WŁASNE

Do badań zastosowano proszki Cr-Al₂O₃ o składzie 70% obj. Cr i 30% obj. Al₂O₃, o ziarnistości: 40÷56 μm (proszek 1), 63÷71 μm (proszek 2) i 100÷160 μm (proszek 3). Proszki zostały wykonane w Katedrze Nauki o Materiałach Politechniki Śląskiej przez dra inż. B. Formanka.

Morfologię proszków Cr-Al₂O₃ wytwarzanych techniką stopowania mechanicznego i wykorzystanych do badań przedstawiono na rysunku 1.

Próby spiekania przeprowadzono w urządzeniu do zgrzewania dyfuzyjnego. Proszek zasypywano do szablonów grafitowych i po wstępnym zagęszczaniu spiekano, docisk na próbkę był przenoszony poprzez stemple ceramiczne.

¹ dr hab. inż., ² mgr inż.



Rys. 1. Morfologia proszków kompozytowych Cr-Al₂O₃ wytwarzanych techniką stopowania mechanicznego: a) proszek o ziarnistości 40±56 μm, pow. ×1000, b) proszek o ziarnistości 100±160 μm, pow. ×1000

Fig. 1. Morphology Cr-Al₂O₃ composite powders obtaining by mechanical alloying technique: a) grain size 40±56 μm, mag. ×1000, b) grain size 100±160 μm, mag. ×1000

Próby spiekania rozpoczęto od temperatury 1000°C, jednak okazała się ona być zbyt niska i próbka nie spiekła się. Warunki procesu spiekania kolejnych prób przedstawiono w tabeli 1. Wszystkie próby odbywały się w próżni 5·10⁻³ Pa.

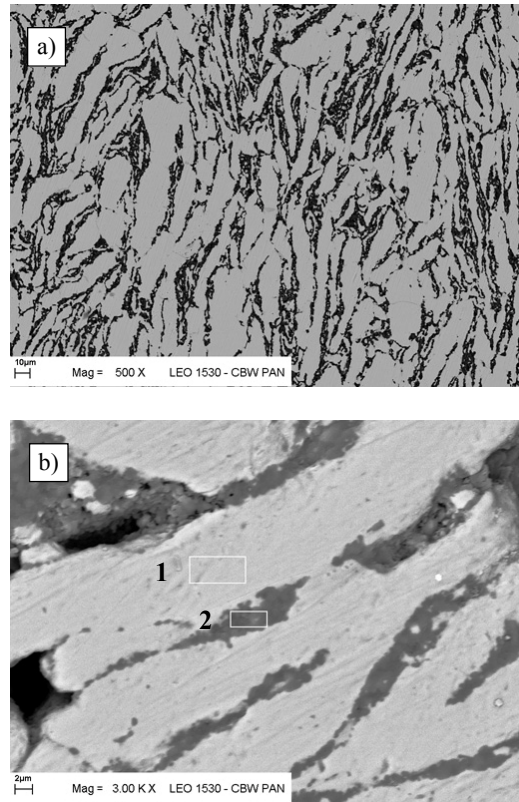
TABELA 1. Warunki spiekania kompozytów Cr-Al₂O₃ (× - próba przeprowadzona)

TABLE 1. Conditions of sintering of Cr-Al₂O₃ composites

Temperatura, °C	1300	1400	1475	1550	1400
Docisk, MPa	0,5				0,05
Czas spiekania, min	40				
Proszek 1	×	×	×	×	-
Proszek 2	-	×	-	×	×
Proszek 3	×	×	×	-	-

W celu oceny otrzymanych spieków poddano je badaniom mikroskopowym, wykonano analizę składu chemicznego, zmierzono ich mikrotwardość oraz oceniono gęstość względną (stosunek gęstości rzeczywistej do teoretycznej).

Na rysunku 2 przedstawiono typowe struktury spieczonych próbek. Charakteryzowały się one jednorodną strukturą. Ziarna układały się prostopadle do kierunku działania docisku.



Rys. 2. Mikrostruktura spieków Cr-Al₂O₃ o ziarnistości 100±160 μm, a) pow. ×500, b) pow. ×3000, obszary analizy pierwiastków: 1 - ziarno chromu, 2 - ceramiki

Fig. 2. Microstructure Cr-Al₂O₃ composite, grain size 100±160 μm, a) mag. ×500, b) mag. ×3000 with area of element distribution: 1 - grain of Cr, 2 - area of Al₂O₃

W strukturze wyróżniono dwa obszary, które w celu identyfikacji poddano analizie składu pierwiastków na elektronowym mikroskopie skaningowym LEO 1530 GEMINI z systemem mikroanalizy ISIS. Przykładowe wyniki analizy przedstawiono na rysunku 3.

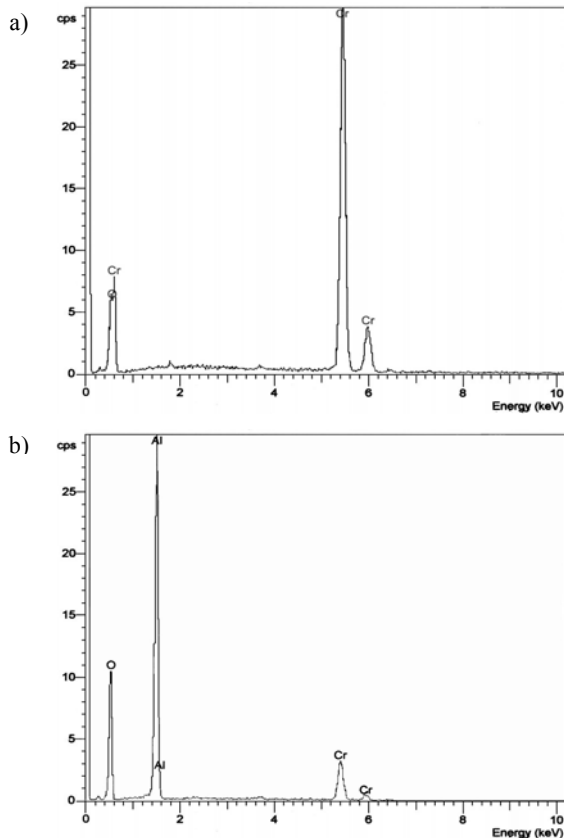
W tabeli 2 przedstawiono wyniki przeprowadzonych badań gęstości otrzymanych próbek, mierzonej metodą wypartej cieczy.

TABELA 2. Gęstość spieków Cr-Al₂O₃, g/cm³

TABLE 2. The density of Cr-Al₂O₃ composites, g/cm³

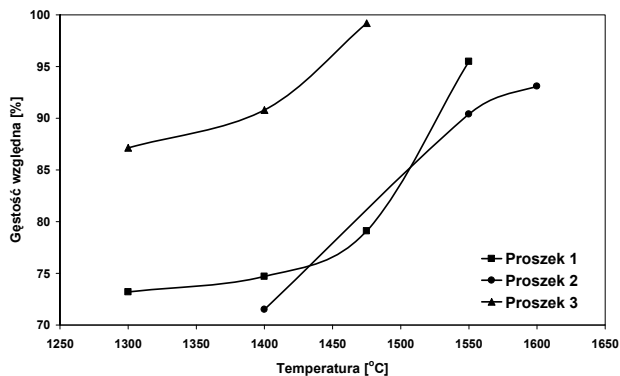
Temp., °C	Proszek 1	Proszek 2	Proszek 3
1300	4,55	-	5,42
1400	4,65	4,45	5,65
1475	4,92	-	6,17
1550	5,94	5,62	-
1600	-	5,79	-

Gęstość względną próbek w zależności od temperatury przedstawia rysunek 4. Przyjęta gęstość teoretyczna kompozytu 70%Cr+30%Al₂O₃ wynosiła $\rho_{teor.} = 6,22$ g/cm³.



Rys. 3. Dyfraktogram kompozytu Cr-Al₂O₃ spiekane go w temperaturze 1475°C: a) ziarno chromu, b) ceramika

Fig. 3. Diffraction patterns of sintered (temperature 1475°C) composite Cr-Al₂O₃: a) grain of Cr, b) area of Al₂O₃



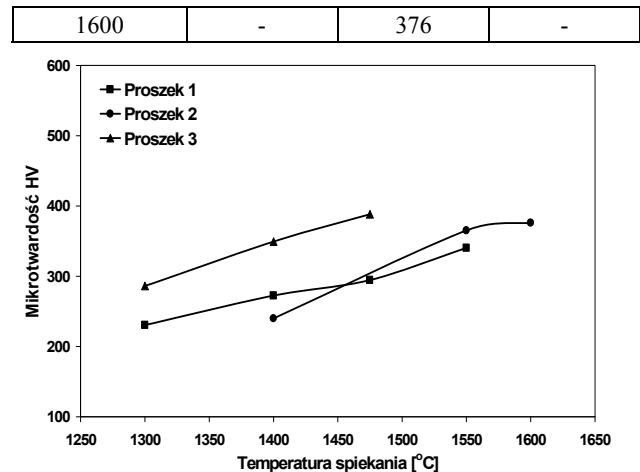
Rys. 4. Gęstość względna kompozytów Cr-Al₂O₃

Fig. 4. Specific density of Cr-Al₂O₃ composites

Przeprowadzono też pomiary mikrotwardości, wyniki tych pomiarów przedstawia tabela 3 i rysunek 5.

TABELA 3. Średnia mikrotwardość spieków Cr-Al₂O₃
TABLE 3. Average microhardness of Cr-Al₂O₃ composites

Temp. spiekania, °C	Proszek 1	Proszek 2	Proszek 3
1300	230,5	-	286,1
1400	272,3	240,5	349,2
1475	294,5	-	388,2
1550	340,3	365,1	-



Rys. 5. Mikrotwardość spieków Cr-Al₂O₃

Fig. 5. Microhardness of Cr-Al₂O₃ composites

WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych prób i badań stwierdzono, że:

- ⇒ zastosowane, otrzymane techniką stopowania mechanicznego, proszki spiekają się w stosunkowo niskich temperaturach,
- ⇒ gęstość właściwa uzyskanych spieków, a także ich mikrotwardość są zależne od uziarnienia proszków,
- ⇒ przebieg krzywych ilustrujących zależność mikrotwardości uzyskanych spieków od temperatury procesu dla wszystkich uziarnień proszków jest podobny,
- ⇒ przebieg krzywych obrazujących zależność gęstości właściwej od temperatury procesu dla proszków o uziarnieniu: 40÷56, 63÷71 i 100÷160 μm jest podobny.

LITERATURA

- [1] Lis J., Pampuch R., Spiekanie, AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków 2000.
- [2] Włosiński W., Al₂O₃-Cr and Al₂O₃-Cu composite technology and properties, Materials Science Monographs 25, ed. G.S. Updhayaya, Amsterdam 1984, 483-504.
- [3] Pietrzak K., Formowanie się warstw pośrednich w kompozytach metalowo-ceramicznych i ich złączach, Oficyna Wydawnicza PW, Warszawa 1998.
- [4] Barlak M., Żarowytrzymałe gradientowe kompozyty Al₂O₃-Cr, IV Seminarium Kompozyty 2000 - Teoria i praktyka, Częstochowa 2000, 105-113.
- [5] Formanek B., Szala J., Szopiński K., Struktura i odporność na ścieranie natryskiwanych plazmowo powłok z kompozytowych proszków aluminium z fazami dyspersyjnymi, Inż. Mater. 2000, 6(119), XXI, 274-279.

Recenzent
Roman Pampuch