

ZASTOSOWANIE URZĄDZENIA *HIP* FIRMY *AIP* DO SYNTEZY MATERIAŁÓW KOMPOZYTOWYCH

THE APPLICATION OF THE *HIP* DEVICE PRODUCED BY *AIP* COMPANY FOR SYNTHESIS OF COMPOSITE MATERIALS

Andrzej PIECZARA¹, Tadeusz PIOTROWSKI¹, Wojciech LEŚNIEWSKI²,
Marek WAWRYLAK², Piotr WIELICZKO²

Streszczenie: W artykule przedstawiono technikę wytwarzania materiałów metalowo-ceramicznych przy wykorzystaniu obróbki cieplno-ciśnieniowej (*HIP*). Badania rozpoczęto od określenia parametrów fizykochemicznych jedenastu, zaproponowanych przez technologów firmy GONAR BIS sp. z o.o., kompozycji proszków opartych na bazie węgla wolframu i kobaltu. Stosując technikę mikrofluorescencji rentgenowskiej określono ich skład chemiczny. Wykorzystując różne techniki badawcze określono skład ziarnowy. Otrzymane wyniki ułatwiły wytypowanie mieszanek przeznaczonych do uzyskania techniką *HIP* materiałów na elementy robocze narzędzi przeznaczonych dla geotechniki. Opracowany proces *HIP* wykorzystuje nadplastyczność stopu tytanu Ti6Al4V. Wykonane z niego szczelne kapsuły pozwalają doprasować umieszczony w nich proszek w temperaturze wybranej z przedziału 725–1450°C, co pozwala na opracowanie przemysłowego procesu technologicznego w warunkach laboratoryjnych. Uzyskane zdjęcia struktur metalograficznych umożliwiły przeprowadzenie weryfikacji badań składu ziarnowego. Następnym etapem prac prowadzonych w warunkach przemysłowych doprowadził do wykonania doświadczalnych serii kształtek z wytypowanych materiałów. Prostopadłościennymi kształtkami pozwolono na określenie wytrzymałości mechanicznej doświadczalnych połączeń: materiał metalowo-ceramiczny–lutowie–podłoże stalowe.

Słowa kluczowe: kompozyt metalowo-ceramiczny, izostatyczne prasowanie na gorąco, synteza kompozytów, skład ziarnowy, skład chemiczny, wytrzymałość mechaniczna, narzędzia geotechniczne

Abstract: The paper presents the technique of producing metal-ceramic materials using hot isostatic pressing (*HIP*). The study began by determining the physico-chemical parameters of eleven powder compositions based on tungsten carbide and cobalt proposed by the technologists of the GONAR BIS Ltd. company. Using the technique of X-ray microfluorescence their chemical composition was determined. Using a variety of research

¹ Gonar Bis sp. z o.o., ul. Obroki 109, 40-833 Katowice

² Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków

techniques the grain composition has been identified. The obtained results facilitated predicting blends for HIP technique to obtain construction materials for parts of cutting tools for geotechnics. Developed HIP process uses superplasticity of titanium alloy Ti6Al4V. The sealed capsules made from this alloy allow to press the powder contained in them at a temperature selected from the range of 725°C to 1450°C which allows for the development of an industrial process in the laboratory. The resulting images of metallographic structures allowed the verification of tests of grain composition. The next stage of the work carried out in industrial conditions led to the implementation of the experimental series of profiles of the selected materials. Rectangular shapes allowed us to determine the mechanical strength of experimental connections: metal-ceramic material–solder–steel substrate.

Keywords: metal ceramic composite material, hot isostatic pressing (HIP), synthesis of composite materials, grain composition, chemical composition, mechanical strength, tool for geotechnics

1. WPROWADZENIE

W ramach pracy opracowano w warunkach laboratoryjnych parametry przemysłowego procesu technologicznego, który umożliwił wykonywanie materiałów typu WC–Co przeznaczonych na elementy robocze narzędzi dla geotechniki. Określono parametry mechaniczne połączeń typu kształtka metalowo-ceramiczna–lutowie twarde–podłoże stalowe.

2. PRZYGOTOWANIE MATERIAŁÓW DO BADAŃ

Dostępne handlowo mieszanki typu WC–Co są mieszankami technologicznymi z zawartością ok. 2% parafiny, pełniącej rolę środka poślizgowego, umożliwiającego formowanie kształtek surowych w stalowej matrycy ciśnieniowej [1,2]. Badania rozpoczęto od przygotowania materiału badawczego zgodnie z poniższym zestawieniem:

1. mieszanka produkcji Sandvik – wg PN-H-89500:1988 – B2;
2. mieszanka produkcji Ceratizit – wg PN-H-89500:1988 – B65;
3. mieszanka produkcji chińskiej – wg PN-H89500:1988 – G10;
4. mieszanka produkcji chińskiej – wg PN-H89500:1988 – B23G;
5. mieszanka produkcji chińskiej – wg PN-H-89500:1988 – B40;
6. mieszanka produkcji chińskiej – wg PN-H-89500:1988 – brak zamiennika;
7. mieszanka produkcji Element Six – wg PN-H-89500:1988 – B40;
8. mieszanka produkcji Element Six – wg PN-H-89500:1988 – G10;
9. mieszanka produkcji Element Six – wg PN-H-89500:1988 – B2;
10. mieszanka produkcji Element Six – wg PN-H-89500:1988 – B45;
11. mieszanka produkcji Element Six – wg PN-H-89500:1988 – H20.

Oprócz mieszanek wykorzystano do określenia rozpuszczalności parafinę uzyskaną podczas przemysłowego procesu HIP w trakcie odparafinowania kształtek WC–Co. Podstawowe parametry mieszanek WC–Co, takie jak skład chemiczny poszczególnych frakcji oraz ich wielkość ziaren, określane są często według odmiennych norm wynikających, w najprostszym przypadku, ze stosowania różnych jednostek miar. Przeprowadzenie zaplanowanych badań wielkości ziaren i składu chemicznego wymagało usunięcia parafiny z mieszanek. Najlepszym rozpuszczalnikiem, zgodnie z danymi literaturowymi [3,4], okazał się ksylen (mieszanina izomerów), pozwalający na uzyskanie 15% klarownego roztworu parafiny. W dalszych etapach

oczyszczania mieszanin stosowano kolejno benzynę ekstrakcyjną, a następnie aceton z uwagi na jego wysoką lotność. Z każdego gatunku mieszanek odważono na wadze analitycznej w probówkach z zakrętką po cztery próbki, każda o masie 15,11 (± 0.01) g. Następnie nalewano do probówek rozpuszczalnik organiczny do objętości ok. 15 ml, tak aby zachować jednakowe masy czterech probówek z naważkami. Probówki umieszczano w komorze termostatycznej i podgrzewano do temperatury 70°C w celu zwiększenia rozpuszczalności parafiny i przyspieszenia procesu jej usuwania.

W kolejnym etapie próbówki umieszczano w komorach ręcznej wirówki, której wirnik rozkręcano następnie do prędkości ok. 1900 rpm, co pozwalało uzyskać w dolnej części próbówki przyspieszenie 400 g. Wirowanie przez okres około 60 s pozwalało na rozdzielenie rozpuszczalnika oraz proszku. Po zakończeniu procesu wirowania rozpuszczalnik ostrożnie zlewano znad osadzonego proszku. Duża różnica gęstości rozpuszczalnika i proszku pozwalała na dokładne rozdzielenie obu substancji. Powyższą procedurę powtarzano czterokrotnie z wykorzystaniem ksyłenu, następnie dwukrotnie używając benzyny ekstrakcyjnej oraz dwukrotnie z użyciem acetonu, przy czym próbek przepłukiwanych acetonem nie podgrzewano. Suszenie odparafinowanego proszku przeprowadzano najpierw w probówkach przez okres 24 h w temperaturze pokojowej, a następnie, po przesypaniu do szklanych zlewek, w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 50°C przez 24 h.

3. POMIAR SKŁADU CHEMICZNEGO

Głównymi składnikami proszków WC-Co są: węgiel wolframu o wielkości ziaren dobieranej do planowanego zastosowania produktu oraz kobalt, w ilości koniecznej do otrzymania zwartej, nieporowatej struktury. Pozostałe pierwiastki mogą stanowić pozostałość procesu produkcyjnego. Wyniki pomiaru ich zawartości klasycznymi metodami chemii analitycznej mogą być obciążone dużym błędem. Szybką i dokładną metodą jest analiza techniką mikrofluorescencji rentgenowskiej. Analizator NITON XL3t 900S GOLDD pozwala na określanie składu pierwiastkowego próbek proszków, ceramiki oraz stopów metali. Podczas wyznaczania składu pierwiastkowego proszków badaną próbkę umieszcza się w torebce z cienkiej folii polietylenowej. Pomiar przeprowadzano trzykrotnie, uśrednienie wyników wykonuje program analizatora, podając równocześnie błąd pomiaru. Wyniki dla jedenastu mieszanek zestawiono w tabeli 1.

Pierwiastki lekkie, takie jak wodór oraz węgiel, nie generują linii widmowych w zakresie spektralnym detektora pomiarowego. Uzyskane wyniki przeliczono, zakładając że cały węgiel w próbce zawarty jest w węglu wolframu, związku o wzorze WC. Wyniki przedstawiono w tabeli 2.

Metoda analizy mikrofluorescencji rentgenowskiej pozwala na wykonywanie szybkich pomiarów składu pierwiastkowego różnego rodzaju materiałów. Pomiar składu wykonywany jest na podstawie promieniowania wtórnego emitowanego z obszaru o średnicy ok. 8 mm wzbudzanego z powierzchni materiału.

Tabela 1. Uśrednione wyniki wagowego składu pierwiastkowego wyznaczone analizatorem NITON XL3t 900S GOLDD bez uwzględnienia zawartości węgla

	Numer mieszanki. Zawartość pierwiastków w % wagowych											Błąd pom.[%]
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
W	85,7 6	78,1 6	90,3 6	85,0 1	83,1 5	93,0 8	83,3 4	89,9 1	87,3 8	81,9 2	90,2 9	±0,45
Co	13,0 4	17,3 6	8,39	13,8 2	15,5 6	5,60	15,2 6	8,75	11,4 3	16,5 7	8,41	±0,07
Fe	0,08 1	0,10 7	0,07 4	0,09 7	0,15 1	0,07 0	0,11 4	0,08 6	0,05 9	0,05 6	0,04 4	±0,017
Ti	0,05 1	0,11 9	0,05 5	0,04 5	0,04 7	0,04 9	0,05 7	0,05 1	0,04 4	0,04 4	0,04 7	±0,007
Mo	0	0,01 3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	±0,003
Nb	0,01 8	0,05 5	0,01 3	0,01 4	0,01 8	0	0,02 2	0,00 9	0,01 6	0,01 8	0,01 1	±0,003
Ni	0,12 7	2,88 3	0,09 1	0,08 7	0,14 2	0	0,25 6	0,20 7	0,11 2	0,48 0	0,15 5	±0,035
Cr	0,32 5	0,73 9	0,39 4	0,32 2	0,35 5	0,50 5	0,38 1	0,38 8	0,34 9	0,35 3	0,40 0	±0,015
V	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,02 3	±0,010

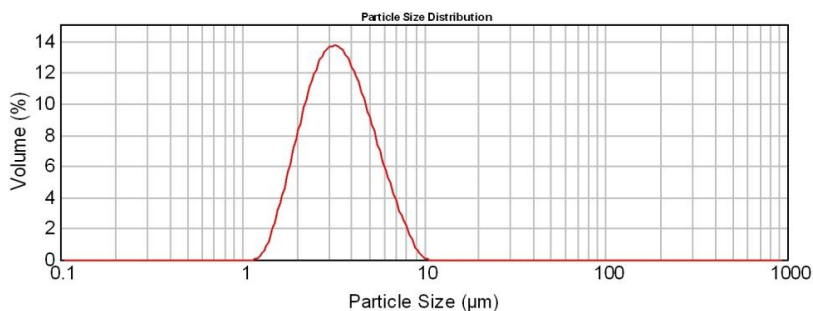
Tabela 2. Uśrednione wyniki wagowego składu pierwiastkowego wyznaczone analizatorem NITON XL3t 900S GOLDD przeliczone z uwzględnieniem zawartości węgla

	Numer mieszanki. Zawartość pierwiastków w % wagowych										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
WC	86,49	79,20	90,87	85,77	83,99	93,44	84,18	90,44	88,03	82,81	90,80
Co	12,34	16,51	7,92	13,09	14,75	5,28	14,47	8,26	10,81	15,72	7,94
Fe	0,077	0,102	0,070	0,092	0,143	0,066	0,108	0,081	0,056	0,053	0,042
Ti	0,048	0,113	0,052	0,043	0,045	0,046	0,054	0,048	0,042	0,042	0,044
Mo	0	0,012	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Nb	0,017	0,052	0,012	0,013	0,017	0,000	0,021	0,008	0,015	0,017	0,010
Ni	0,120	2,742	0,086	0,082	0,135	0,000	0,243	0,195	0,106	0,455	0,146
Cr	0,308	0,703	0,372	0,305	0,337	0,476	0,361	0,366	0,330	0,335	0,378
V	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,022

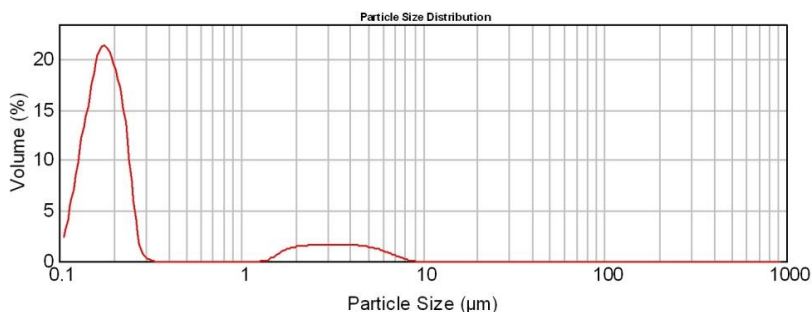
4. POMIAR WIELKOŚCI ZIAREN METODĄ DYFRAKCJI LASEROWEJ

Pomiar rozkładu objętościowego mieszanek przeprowadzono dla proszków wytypowanych przez firmę GONAR BIS: nr 1 – B2, nr 4 – B23G oraz nr 10 – B45. Wybrano mieszanki o zawartości 12–16% kobaltu oraz o podobnej zawartości niklu. Pomiar wielkości ziaren wytypowanych mieszanin WC–Co przeprowadzono na dwóch niezależnych analizatorach. W pierwszej metodzie posłużono się aparatem Mastersizer 2000 firmy Malvern Instruments. Metoda pomiaru wykorzystuje zjawiska dyfrakcji i interferencji wiązki światła laserowego przechodzącego przez zawieszinę cząstek w cieczy lub gazie. Rozmiar cząstek jest obliczany zgodnie z modelem dyfrakcji Fraunhofera z wyników uzyskanych przez zespół kilkudziesięciu czujników rozmieszczonych pod różnymi kątami względem wiązki lasera. Zakres pomiarowy analizatora Mastersizer 2000 mieści się w przedziale od 0,02 μm do 2000 μm . Z uwagi na

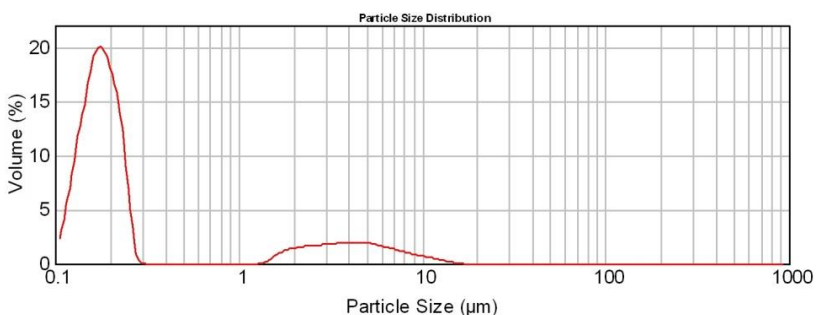
wysoką gęstość proszku pierwotnie zaplanowanych pomiarów w gazie (powietrzu) nie udało się wykonać. Badania przeprowadzono w roztworze wodnym, nie stosując żadnych dodatkowych środków powierzchniowo czynnych. Podczas pomiarów przyjęto wartość współczynnika refrakcji równą 1,334 (Refraktometr PTR). Wyniki pomiarów dla mieszanek B2, B23G oraz B45 przedstawiono na rysunkach 1–3.



Rys. 1. Rozkład udziału objętościowego cząstek w funkcji rozmiaru ziaren dla mieszanki B2



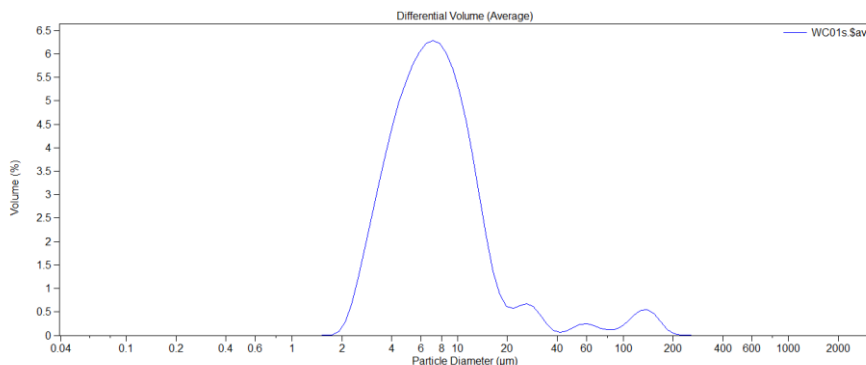
Rys. 2. Rozkład udziału objętościowego cząstek w funkcji rozmiaru ziaren dla mieszanki B23G



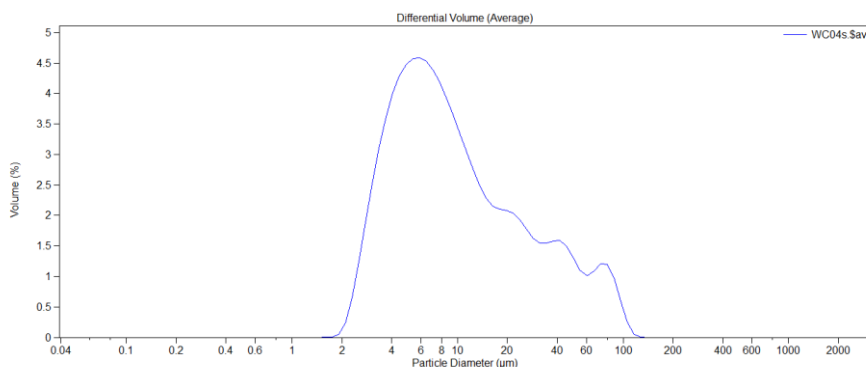
Rys. 3. Rozkład udziału objętościowego cząstek w funkcji rozmiaru ziaren dla mieszanki B45

W drugiej serii pomiarów wykorzystano dyfraktometr laserowy Beckman Coulter LS 13 320 laser Diffraction Particle Sizer. Aparat ten posiada zakres pomiarowy 40–2000 μm. Naważkę 10–15 mg każdej z mieszanek zawieszono w 0,5 cm³ roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu

10^{-4} mol/dm³. Tak otrzymaną zawiesinę poddawano działaniu ultradźwięków w łaźni przez okres 2 minut. Otrzymana próbka zużywana była na jeden pomiar. Charakterystykę mieszanek po objętości cząstek przedstawiono na rysunkach 4–6.



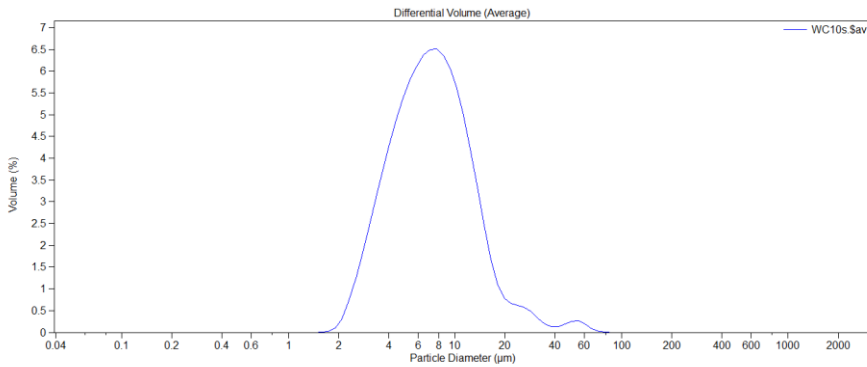
Rys. 4. Rozkład udziału objętościowego cząstek w funkcji rozmiaru ziaren dla mieszanki B2



Rys. 5. Rozkład udziału objętościowego cząstek w funkcji rozmiaru ziaren dla mieszanki B23G

Wyniki uzyskane z wykorzystaniem obu technik badawczych wykazują wyraźne różnice. Należy podkreślić, że określenie składu ziarnowego badanych mieszanek, z uwagi na dużą gęstość WC ($15,6$ g/cm³) oraz wyraźną tendencję do tworzenia aglomeratów, nie jest proste. Wyniki uzyskane przy wykorzystaniu analizatora Beckman Coulter wskazują na pewien udział cząstek powyżej 40 µm, zwłaszcza w mieszance B23G. Mieszanekę tę przepuszczono przez sito pomiarowe o wielkości oczek 40 µm. W końcowym etapie przesiewania wykorzystano czysty pędzel do przetarcia pozostałości znajdujących się na sicie. Cała objętość wykorzystanego proszku przeszła przez sito, co świadczy, że wyniki uzyskane przy wykorzystaniu dyfraktometru laserowego są obciążone błędem wynikającym z niedostatecznego rozdzielenia ziaren badanej mieszaniny.

W warunkach przemysłowych mieszanki są dostarczane z atestem, który wprawdzie zawiera skład chemiczny, ale brak jest w nim rozkładu wielkości cząstek.



Rys. 6. Rozkład udziału objętościowego cząstek w funkcji rozmiaru ziaren dla mieszanki B45

5. WYKONANIE DOŚWIADCZALNYCH KSZTAŁTEK TECHNIKĄ HIP

Stanowisko do wysokociśnieniowego wysokotemperaturowego izostaticznego doprasowania firmy American Isostatic Presses (Rys. 7) zostało zakupione przez Instytut Odlewnictwa w ramach projektu strukturalnego POIG 2007–2013 MCITiM do zagęszczania odlewów wykonanych ze stopów tytanu. Parametry techniczne urządzenia pozwalają na likwidację zamkniętych porowatości odlewniczych. Wykorzystanie szczelnych pojemników-kapsuł umożliwia jego zastosowanie do doprasowania materiałów proszkowych, pozwalając tym samym otrzymać materiały kompozytowe o różnorodnym składzie chemicznym. Przed przystąpieniem do procesu należy starannie sprawdzić, czy użyte materiały kapsuły oraz zamkniętych w niej proszków nie charakteryzuje temperatura związana z eutektyką poniżej maksymalnej planowanej temperatury procesu. Przykładem takiego układu jest miedź i tytan, charakteryzujący się temperaturą eutektyki układu podwójnego równą 875°C [5]. Konstrukcja zbiornika ciśnieniowego umożliwia uzyskanie ciśnienia roboczego równego 200 MPa oraz temperatury 1450°C w przypadku zastosowania grzałek molibdenowych. Z uwagi na trwałość elementów grzejnych nie zaleca się przekraczania temperatury 1400°C . Podczas prowadzenia procesu powyżej tej temperatury można zastosować grzałki grafitowe, pozwalające na wielokrotne prowadzenie procesów izostaticznego wysokociśnieniowego doprasowania w temperaturze do 1600°C .

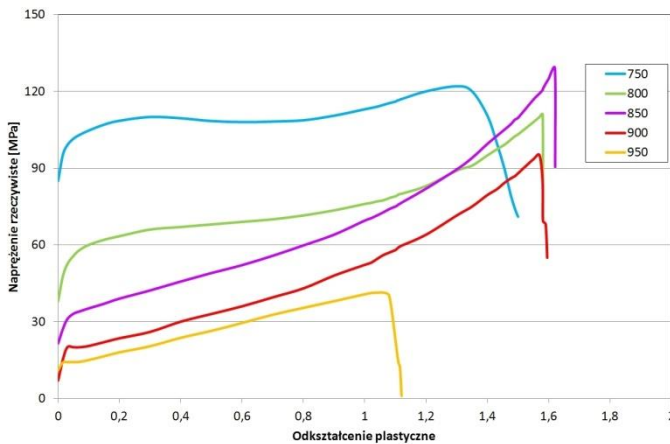


Rys. 7. Stanowisko HIP typu AIP10-30H oraz molibdenowe i grafitowe elementy grzejne

Podstawowe dane techniczne urządzenia AIP10-30H:

- wymiary komory roboczej: średnica 150 mm, wysokość 300 mm
- temperatura maksymalna: 1450°C
- maksymalna szybkość zmian temp.: ±20 K/min
- jednorodność temperatury: ±10 K
- gaz w normalnym procesie: argon
- maksymalne ciśnienie robocze: 207 MPa (ok. 2000 bar ≈ 30 000 psi)
- kompresor: dwustopniowy elektrohydrauliczny, 5 KM
- maksymalny wsad pieca: 50 kg

Na materiał kapsuł, w których doprasowano mieszanki metalowo-ceramiczne, wybrano nadplastyczny stop tytanu Ti6Al4V [6], którego charakterystyki wytrzymałościowe w podwyższonej temperaturze przedstawiono na rysunku 8.



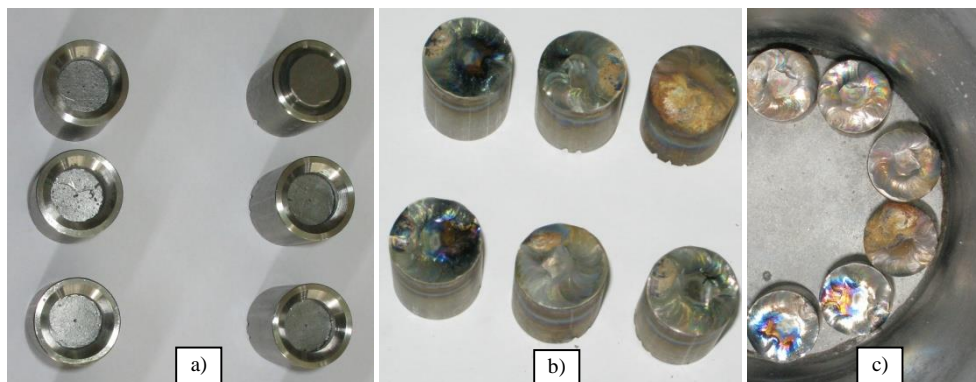
Rys. 8. Wykres wartości naprężeń w próbkach stopu Ti6Al4V w funkcji odkształcenia dla wybranych temperatur

Nadplastyczność stopu Ti6Al4V jest wykorzystywana w urządzeniu HIP po przekroczeniu temperatury 750°C. Zachodzi wówczas – po przekroczeniu ciśnienia 120 MPa – zgniecenie kapsuł, a razem z nimi sprasowanie umieszczonego w nich materiału.

Stop ten w podwyższonych temperaturach wykazuje silne powinowactwo do tlenu, azotu oraz dwutlenku węgla, dzięki czemu podczas procesu HIP, po przekroczeniu temperatury około 400°C, materiał kapsuł zaczyna pochłaniać zamknięte w kapsule śladowe ilości gazów. Wybrane mieszanki ceramiczne B2, B23G oraz B45 umieszczono w kapsułach wytoczonych z wálka stopu tytanu o średnicy zewnętrznej $\phi = 25$ mm. Średnica wytoczonego otworu wynosiła $\phi = 16$ mm. Przygotowano również wálce o takiej samej średnicy umożliwiające zamknięcie kapsuł. Wnętrze kapsuły wyłożono elastyczną folią grafitową. Wybrany proszek stopniowo nasypywano do przygotowanej kapsuły oraz ubijano trzonkiem o średnicy znacznie mniejszej od średnicy otworu kapsuły. Taki sposób napełnienia pozwalał uzyskać maksymalne wypełnienie kapsuły. Proszek WC–Co nakrywano krążkiem folii grafitowej, po czym zamykano przygotowanym wálcem. Całość doprasowano z siłą 10 kN. Szczelinę pomiędzy kapsułą a wieczkiem zaspawano na urządzeniu TIG, stosując argon jako gaz osłonowy. Proces spawania prowadzono w kilku etapach, aby uniknąć przegrzania mieszanki metalowo-ceramicznej wypełniającej kapsułę.

Zaspawane kapsuły umieszczono w komorze roboczej urządzenia HIP, stosując jako element pośredni talerzyk molibdenowy wysypany, zgodnie z zaleceniem producenta HIP, piaskiem alundowym o wielkości ziaren 0,5–1 mm, co przedstawiono na rysunku 9.

Proces poprowadzono zgodnie z kartą technologiczną firmy GONAR BIS w temperaturze 1400°C, stosując maksymalne ciśnienie argonu (200 MPa).

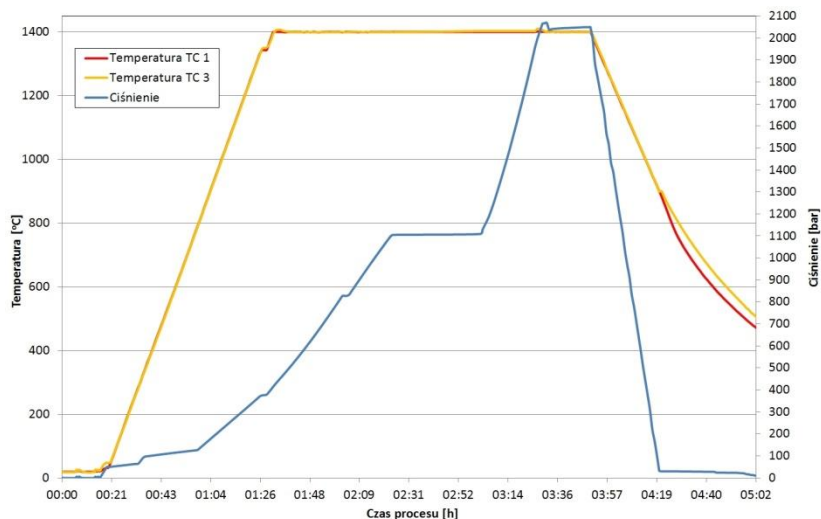


Rys. 9. Kolejne etapy przygotowania procesu HIP: a) kapsuły przygotowane do zamknięcia, b) kapsuły zaspawane, c) kapsuły umieszczone w komorze pieca HIP

Zaplanowany przebieg procesu wymagał zaprogramowania dwudziestu etapów programu. Właściwy proces doprasowania rozpoczynany był w kroku 12. Wcześniejsze kroki umożliwiły przeprowadzenie procesu oczyszczenia komory z powietrza atmosferycznego. Proces ten prowadzony był przez kilkakrotne wypompowanie zawartości komory pieca, a następnie wypełnianie jej argonem o czystości 5.8. Podczas prowadzenia procesu wykorzystano trzy butle argonu o pojemności 50 litrów i ciśnieniu 200 barów.

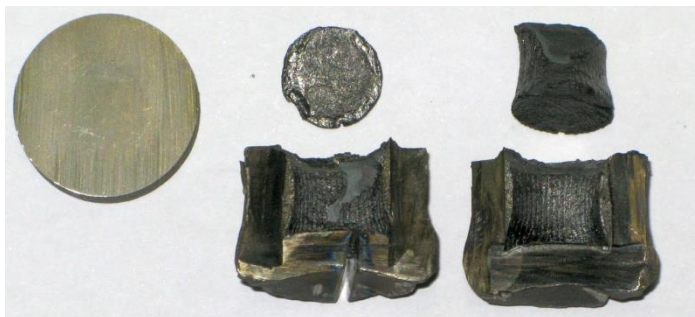
Program sterujący procesem HIP rejestruje w plikach .xls parametry prowadzonego procesu,

w tym: ciśnienie w komorze, temperaturę w obu strefach pieca oraz czas procesorowy, co umożliwia graficzne zobrazowanie procesu, przedstawione na rysunku 10.



Rys. 10. Zarejestrowany proces doprasowania HIP kapsuł tytanowych wypełnionych mieszanką WC-Co

Po wystudzeniu pieca doprasowane kapsuły rozcięto w celu wyjęcia sprasowanego materiału. Rozciętą kapsułę przedstawiono na rysunku 11.

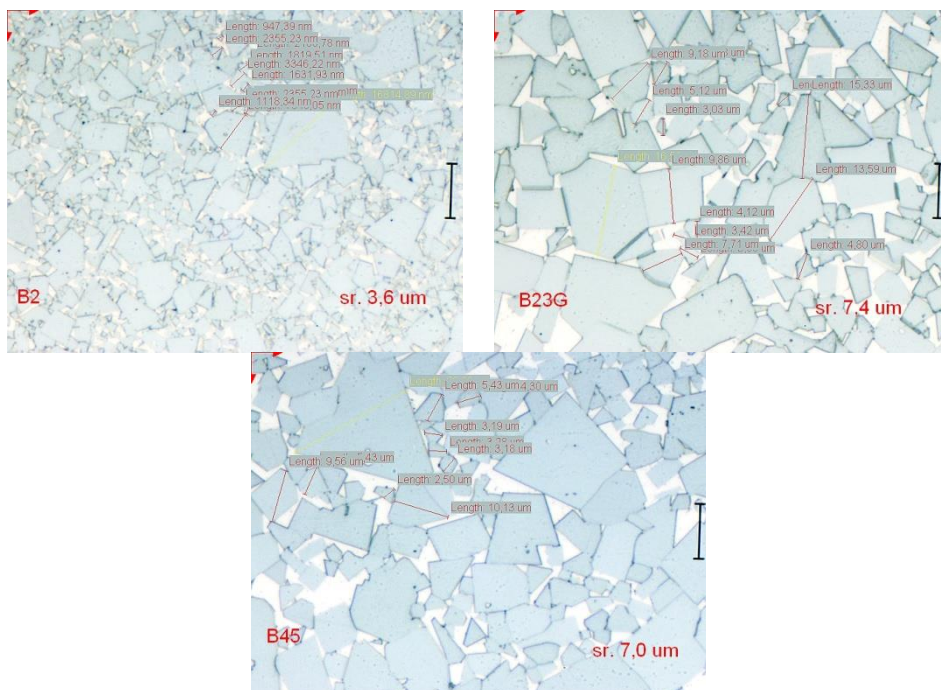


Rys. 11. Kształtka metalowo ceramiczna otrzymana po rozcięciu kapsuły

Uzyskane w ten sposób próbki metalowo-ceramiczne pozwoliły na otrzymanie zdjęć struktur metalograficznych wykonanych w firmie GONAR BIS, prezentowanych na rysunku 12. Wykorzystując zdjęcia metalograficzne uzyskane z kształtek wykonanych z materiału B2, B23G oraz B45, wyznaczono średnią wielkość ziarna charakteryzującą badaną mieszankę WC-Co. W przypadku mieszanki B2 uzyskana wielkość jest zgodna z oznaczeniem wykonanym na urządzeniu Mastersizer 2000. Pozostałe dwie są z kolei zgodne z oznaczeniami wykonanymi na aparacie Beckman Coulter LS 13 320.

Przedstawione na rysunku 12 zdjęcia struktur metalograficznych wykonano z wykorzystaniem

mikroskopu OLYMPUS GX 71 z kamerą DP70 oraz wykorzystano oprogramowanie analizySIS w firmie GONAR BIS.



Rys. 12. Zdjęcia struktur metalograficznych materiałów wykonanych z wykorzystaniem urządzenia HIP Instytutu Odlewnictwa

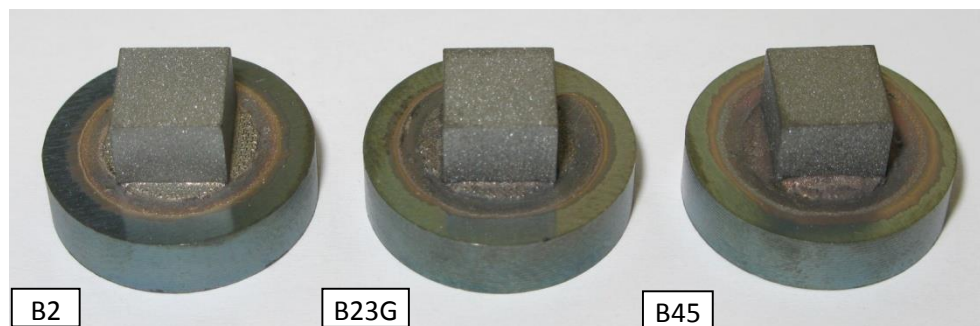
6. WYKONANIE DOŚWIADCZALNYCH ELEMENTÓW METALOWO-CERAMICZNYCH W FIRMIE GONAR BIS

Przedstawione rezultaty badań pozwoliły na podjęcie decyzji o kontynuacji prac związanych z mieszankami metalowo-ceramicznymi B2, B23G oraz B45. Firma GONAR BIS wykonała z powyższych mieszanek prostopadłościenne kształtki metalowo-ceramiczne o wymiarach $7 \times 7 \times 5$ mm. Przygotowano również próbki ze stali 40HM o wymiarach $\phi = 17$ mm i wysokości 4,5 mm (Rys. 13).



Rys. 13. Kształtki WC-Co oraz podłoża stalowe wykonane w firmie GONAR BIS

Wykorzystując próbki stalowe (podłoża), prostopadłościennie kształtki z trzech wybranych mieszanek WC–Co oraz lutowie Cu87Mn10Co3, wykonano doświadczalne połączenia lutowane. Wymiary wykonanych próbek umożliwiły, po wykonaniu połączenia, otrzymanie elementów przedstawionych na rysunku 14, których geometria pozwala na określenie wytrzymałości wykonanego połączenia na obciążenia ścinające.



Rys. 14. Doświadczalne połączenia lutowane: podłoże stalowe 40HM, lut Cu87Mn10Co3 oraz kształtki WC–Co

Tabela 3. Wyniki pomiaru wytrzymałości wykonanych połączeń na obciążenia ścinające

Lp	Temperatura lutowania	B2		B23G		B45	
		Siła ścinająca	Naprężenie ścinające	Siła ścinająca	Naprężenie ścinające	Siła ścinająca	Naprężenie ścinające
	[°C]	[kN]	[MPa]	[kN]	[MPa]	[kN]	[MPa]
1	1060	16,2	330,60	15,60	318,33	18,60	379,55
2	1060	14,8	302,05	16,20	330,60	15,30	312,25
3	1060	12,4	253,10	15,70	320,39	18,70	381,61
4	1060	17,6	359,14	13,00	265,26	18,50	377,59
Wartość średnia		15,25	311,22	15,13	308,65	17,78	362,75

Rezultaty przedstawione w tabeli 3 wskazują na osiągnięcie poprawnych wartości wytrzymałości połączeń lutowanych. We wszystkich badanych połączeniach zniszczenie próbki następowało w płaszczyźnie lutowia bez śladów ubytków na powierzchni stali lub kształtki.

7. PODSUMOWANIE

Artykuł przedstawia rezultaty realizacji projektu nr POIG 01.04.00-24-121/12.

Wyniki badań składu ziarnowego przeprowadzone trzema technikami wskazują na różniące się od siebie średnie wielkości ziaren. Występowania w mieszance B23G oraz B45 frakcji ziaren o wielkości nanometrycznej 100–200 nm będzie można potwierdzić podczas realizacji następnych zadań projektu, wykorzystując mikroskop SEM. Możliwe będzie zarówno dokładniejsze określenie wielkości ziaren występujących w doprasowanym materiale, jak i zbadanie ilości niekorzystnych wydzieleni fazowych wpływających na parametry użytkowe. Zdjęcia struktur metalograficznych doświadczalnych kształtek WC–Co wykonanych z wykorzystaniem urządzenia HIP Instytutu Odlewnictwa wskazują na brak porowatości oraz

prawidłową strukturę uzyskanego materiału.

Przeprowadzone badania wykonanych połączeń lutowanych wskazują, że spoina osiąga najwyższą wartość wytrzymałości po przekroczeniu temperatury elementów lutowanych o 70–90 K powyżej temperatury topienia lutownia.

LITERATURA

- [1] MIRSKI Z., *Spajanie węglików spiekanych ze stalą*, Wrocław, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, 2011, 18–23.
- [2] MATULA G., DOBRZAŃSKI L. A., DOŁŻAŃSKA B., *Structure and properties of TGM manufactured on the basis of cobalt*, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, Vol. 20, Issues 1–2, January-February 2007, 151–154.
- [3] RUDD E., KAKUMANU S., PALMER A., KHOJA H., DURIN G., LAUGHARN J., *Active paraffin removal from FFPE tissues with Adaptive Focused Acoustics*, Covaris, Inc., October 2013.
- [4] PINIEWSKA D., WOJTAS M., POLAŃSKA N., STAWOWIAK A., KONIECZNA-WAŚKOWSKA M., CZEPIEC M., SANAK M., *The Comparison of Paraffin Dewaxing Using Methyl Tert-Butyl Ether and Xylene in DNA Extraction from Autopsy Specimens*, J Forensic Res, Vol. 3, Issue 10, 2012.
- [5] ŁOSKIEWICZ W., ORMAN M., *Układy równowagi podwójnej*, Warszawa, PWN, 1956, Wydanie pierwsze.
- [6] VANDERHASTEN M., RABET L., VERLINDEN B., *Ame high temperature deformation of Ti6Al4V at low strain rate*, Metalurgija – Journal of Metallurgy Association of Metallurgical Engineers Serbia and Montenegro, Scientific paper UDC:669.280'5'11'292-152.5=20.