

# Właściwości spieków otrzymanych techniką prasowania na gorąco z proszków Fe, Cu i Ni

Properties of sinters obtained by Fe, Cu and Ni powders hot-pressing

JOANNA BOROWIECKA-JAMROZEK  
JAN LACHOWSKI\*

DOI: <https://doi.org/10.17814/mechanik.2017.11.182>  
English version available on: [www.mechanik.media.pl](http://www.mechanik.media.pl)

Prezentowane wyniki badań własności spieków otrzymanych z mieszanek elementarnych proszków żelaza, miedzi i niklu, poddanych mieleniu w młynie kulowym przez 60 h. Spieki wykonano techniką prasowania na gorąco w grafitowej matrycy. Ich badania obejmowały pomiar gęstości i twardości oraz statyczną próbę rozciągania. Obserwowano również – za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego – mikrostrukturę i przełomy zerwanych próbek. Badania miały na celu określenie przydatności wytworzonych kompozytów do produkcji narzędzi metaliczno-diaamentowych. Ich własności porównano z własnościami spieku wyprodukowanego z komercyjnej mieszanki proszków.

**SŁOWA KLUCZOWE:** narzędzia diamentowe, mieszanka proszków, spiek, osnowa

*The results of studies upon properties of sinter obtained from elementary mixtures of iron, copper and nickel powders have been subjected to grinding in a ball mill for 60 hrs. The sinters have been made by hot-pressing technique in graphite matrix. Their studies included density and hardness measurements and static stretch test. Electron microscope has been also applied to observe the microstructure and breakthroughs of broken samples. The research has been aimed at determining the suitability of manufactured composites for the production of metallic-diamond tools. Their properties have been compared with those of sinter produced from a commercial blend of powders.*

**KEYWORDS:** diamond tools, powder mixture, sinter, matrix

Postęp w dziedzinie produkcji narzędzi do cięcia, wiercenia i obróbki materiałów zależy od rozwoju technologii metalurgii proszków oraz opracowania produkcji diamentu syntetycznego na skalę przemysłową. W wyborze narzędzia należy wziąć pod uwagę właściwości obrabianego materiału oraz warunki obróbki. Elementy robocze pił, wiertel, frezów czy tarcz szlifierskich to spieki diamentu z kobaltem.

Z technologicznego punktu widzenia kobalt ma wiele zalet [1–4]. Spiekane stopy kobaltu charakteryzują się wysoką wytrzymałością i dobrą plastycznością. Osnowa kobaltowa wykazuje bardzo dobre właściwości retencyjne [5, 6]. Wadą kobaltu jest natomiast wysoka i niestabilna cena. Z tego powodu wytwórcy narzędzi poszukują tańszych materiałów na osnowę, które mogłyby zastąpić kobalt [7, 8].

Do produkcji narzędzi metaliczno-diaamentowych zaczęto stosować mieszanki tańszych proszków elemen-

tarnych, proszku żelaza karbonylkowego albo żelaza zredukowanego z dodatkiem miedzi lub brązu. Badania wykazały, że wytworzone spieki cechują się gruboziarnistą i niejednorodną strukturą, co wpływa na pogorszenie ich właściwości wytrzymałościowych [5]. Warunkiem uzyskania drobnoziarnistej mikrostruktury spieków jest drobnokrystaliczna struktura cząstek proszku, powstrzymująca rozrost ziarna materiału podczas spiekania [9].

Głównym celem pracy było zbadanie przydatności mieszanki proszków Fe, Cu i Ni, poddanej mieleniu w młynie kulowym, do wytwarzania spiekanych kompozytów metaliczno-diaamentowych. Zbadano wpływ parametrów procesu wytwarzania na mikrostrukturę i własności mechaniczne spieków. Własności te porównano z własnościami spieku wyprodukowanego z komercyjnej mieszanki proszków.

## Metodyka i wyniki badań

Do badań zastosowano spieki otrzymane w wyniku prasowania na gorąco mieszanki elementarnych proszków żelaza, miedzi i niklu, poddanych mieleniu w młynie kulowym przez 60 h. Do wykonania mieszanki wykorzystano:

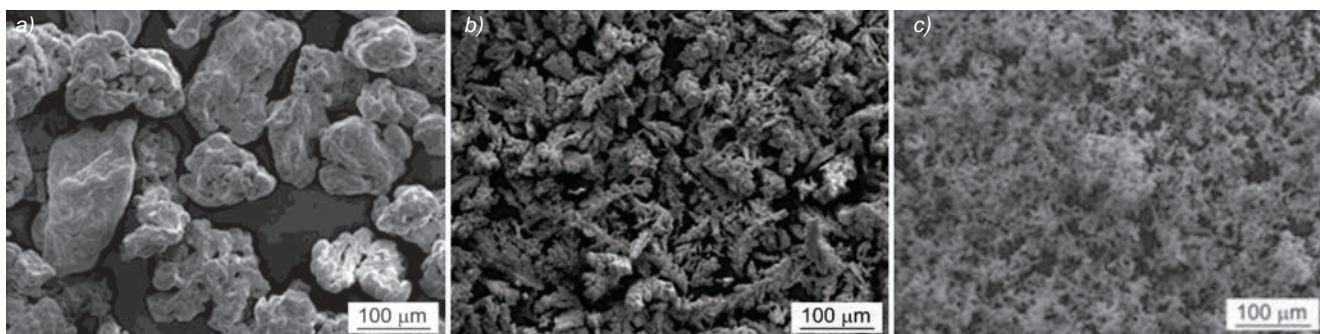
- zredukowany proszek żelaza NC 100.24 (Höganäs) o wielkości cząstek  $20 \div 180 \mu\text{m}$ ,
- elektrolityczny proszek miedzi CH-L 10 (ECKA) o wielkości cząstek  $< 45 \mu\text{m}$ ,
- karbonylkowy proszek niklu T255 (Vale) o średnicy zastępczej Fishera  $2,4 \mu\text{m}$ .

Kształt i układ cząstek proszków użytych do badań przedstawiono na rys. 1a–c.

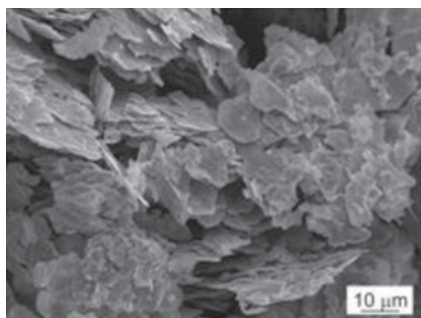
Przed procesem konsolidacji proszki w odpowiednich proporcjach wstępnie mieszano przez 30 min w mieszalniku typu Turbula. Udziały masowe poszczególnych proszków wynosiły: 60% Fe, 28% Cu i 12% Ni. Następnie przeprowadzono mielenie proszków w młynie kulowym RJM-102 firmy EnviSense, w atmosferze powietrza, w pojemniku wypełnionym w 50% objętości kulami o średnicy 12 mm, wykonanymi ze stali 100Cr6. Stosunek masy kul do masy mielonego proszku wynosił 10:1. Prędkość obrotowa bębna stanowiła ok. 70% prędkości krytycznej. Kształt i wielkość cząstek proszków po mieleniu przedstawiono na rys. 2.

Proces prasowania na gorąco przeprowadzono w składanej matrycy grafitowej w atmosferze azotu, wykorzystano prasopiec CAR1001 włoskiej firmy ARGAs. Temperaturę prasowania dobrano tak, aby otrzymać spieki o porowatości nie większej niż 5%. Proszek wytrzymał przez 3 min w maksymalnej temperaturze  $900^\circ\text{C}$  i pod maksymalnym ciśnieniem 35 MPa.

\* Dr inż. Joanna Borowiecka-Jamrozek ([jamrozek@tu.kielce.pl](mailto:jamrozek@tu.kielce.pl)) – Wydział Mechatroniki i Budowy Maszyn Politechniki Świętokrzyskiej; dr Jan Lachowski ([jlach@tu.kielce.pl](mailto:jlach@tu.kielce.pl)) – Wydział Zarządzania i Modelowania Komputerowego Politechniki Świętokrzyskiej



Rys. 1. Zdjęcia proszków użytych do badań: a) Fe, b) Cu, c) Ni



Rys. 2. Mieszanka Fe, Cu i Ni po miele- niu przez 60 h

Do celów porównawczych wytworzono spiek z komercyjnej mieszanki proszków o składzie: 33% Fe, 33% Cu i 33% Ni. Prasowanie odbywało się w temperaturze 850°C, a pozostałe parametry były takie same jak dla spieku 60% Fe, 28% Cu i 12% Ni. Zastosowano parametry prasowania na gorąco zasugerowane przez producenta.

Otrzymane spieki poddano pomiarom gęstości za pomocą wagi hydrostatycznej typu WPA120 – zgodnie z normą PN-EN ISO 2738:2001. Na podstawie pomiarów gęstości wyznaczono porowatość badanych spieków (tabl. I).

Badania wytrzymałościowe przeprowadzono na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej typu INSTRON 4502. Prędkość przesuwu trawersy ustalono na 0,5 mm/min. Średnica w części pomiarowej wynosiła 3,5 mm, a wydłużenie próbek rejestrowano za pomocą ekstensometru o długości pomiarowej 10 mm. Na podstawie zarejestrowanych danych obliczono: umowną granicę plastyczności  $R_{0,2}$ , wytrzymałość na rozciąganie  $R_m$  i względne wydłużenie  $\epsilon$ . Wyniki statycznej próby rozciągania oraz krzywe rozciągania badanych spieków przedstawiono w tabl. II i na rys. 3.

Następnie przeprowadzono pomiary stałych sprężystości metodą akustyczną i wyznaczono twardość spieków metodą Vickersa przy obciążeniu 10 kG. Wyniki pomiarów przedstawiono w tabl. III.

Własności retencyjne osnowy są bezpośrednio związane z jej rozszerzalnością cieplną. Znajomość współczynnika rozszerzalności cieplnej osnowy jest potrzebna m.in. do symulacji retencji cząstki diamentu w osnowie [5,6]. Zależność tego współczynnika od temperatury (w zakresie charakterystycznym dla prasowania na gorąco) wyznaczono metodą dylatometryczną za pomocą dylatometru firmy Netzsch. Krzywą dylatometryczną spieku 60Fe28Cu12Ni przedstawiono na rys. 4.

Z krzywej dylatometrycznej wyznaczono współczynnik rozszerzalności cieplnej  $\alpha$  (rys. 5). Porównanie współczynników dla obu spieków zawiera tabl. IV.

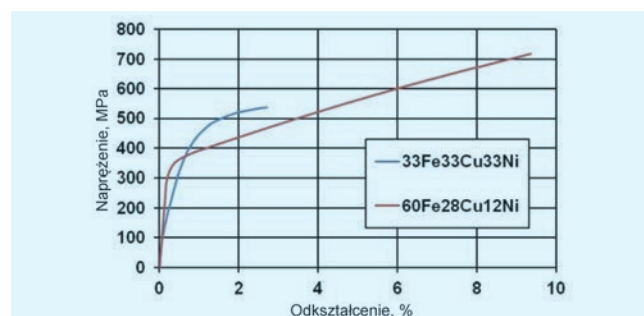
Następnie rozciągane próbki poddano badaniom fraktograficznym i strukturalnym – zastosowano do tego elektronowy mikroskop skaningowy JSM-7100F, zintegrowany z systemem do mikroanalizy rentgenowskiej EDS z serii X-Max-AZtec firmy Oxford Instruments.

TABLICA I. Gęstość i porowatość badanych spieków

Spiek	Gęstość, g/cm <sup>3</sup>	Gęstość teoretyczna, g/cm <sup>3</sup>	Porowatość, %
60Fe28Cu12Ni	8,07 ± 0,03	8,25	2,18 ± 0,35
33Fe33Cu33Ni	8,18 ± 0,02	8,55	4,33 ± 0,23

TABLICA II. Parametry wytrzymałościowe spieków

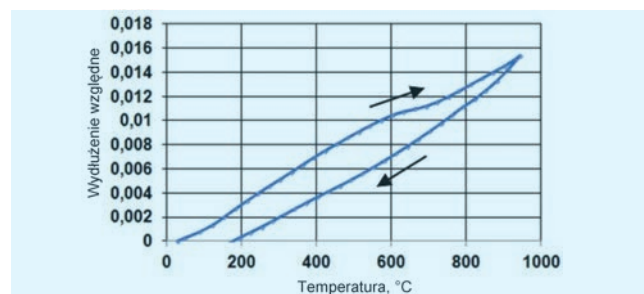
Spiek	Umowna granica plastyczności $R_{0,2}$ , MPa	Wytrzymałość na rozciąganie $R_m$ , MPa	Wydłużenie względne $\epsilon$ , %
60Fe28Cu12Ni	355 ± 15	716,6 ± 16,7	9,35 ± 0,45
33Fe33Cu33Ni	223 ± 25	539,4 ± 4,5	2,68 ± 0,08



Rys. 3. Krzywe rozciągania badanych spieków

TABLICA III. Parametry sprężyste i twardość

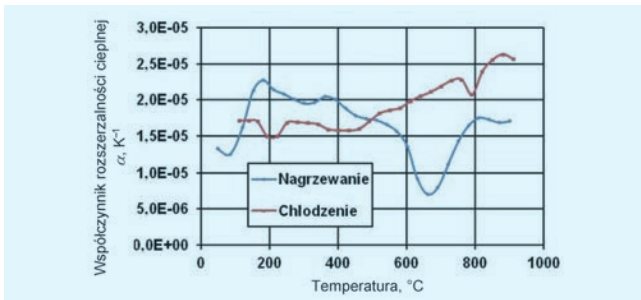
Spiek	Moduł sprężystości $E$ , GPa	Liczba Poissona $\nu$	Twardość HV10
60Fe28Cu12Ni	163	0,32	290,5 ± 9,3



Rys. 4. Krzywa dylatometryczna spieku 60Fe28Cu12Ni

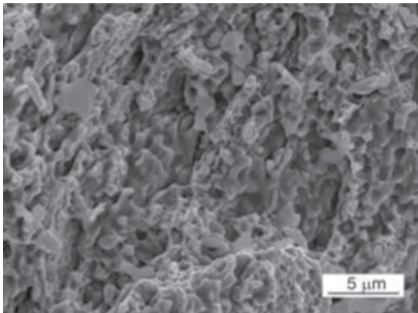
TABLICA IV. Porównanie współczynników rozszerzalności cieplnej

Spiek	Temperatura	Współczynnik rozszerzalności cieplnej $\alpha$ , K <sup>-1</sup>
60Fe28Cu12Ni	średnia dla 900–100°C	19,78 · 10 <sup>-6</sup>
	100°C	17,10 · 10 <sup>-6</sup>
33Fe33Cu33Ni	średnia dla 850–100°C	15,54 · 10 <sup>-6</sup>
	100°C	13,95 · 10 <sup>-6</sup>

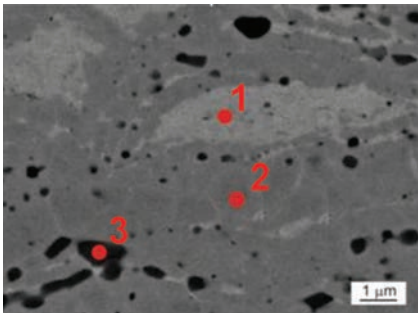


Rys. 5. Współczynnik rozszerzalności cieplnej spieku 60Fe28Cu12Ni

Reprezentatywny przełom o wyraźnie ciągliwym charakterze przedstawiono na rys. 6, a mikrostrukturę z oznaczeniem faz spieku – na rys. 7. Skład chemiczny zaznaczonych faz spieku podano w tabl. V.



Rys. 6. Przełom spieku 60Fe28Cu12Ni



Rys. 7. Mikrostruktura spieku 60Fe28Cu12Ni

TABLICA V. Skład chemiczny faz w spieku 60Fe28Cu12Ni

Faza spieku*	Skład chemiczny, % wag.			
	O	Fe	Cu	Ni
1		11,66	84,25	4,08
2		91,59	3,78	4,63
3	17,48	75,53	4,08	2,91

\* Według oznaczeń na rys. 7

## Dyskusja wyników i wnioski

W prezentowanej pracy prowadzono badania mające na celu wytworzenie spieków z niedrogich proszków bazujących na żelazie, a także ocenę możliwości ich wykorzystania do produkcji spiekanych narzędzi diamentowych. Przyjęte parametry prasowania na gorąco umożliwiły uzyskanie spieków o wysokiej gęstości, zbliżonej do gęstości teoretycznej (tabl. I).

Wykazano, że zmielone proszki można skonsolidować do stanu niemal pozbawionego porów przez prasowanie na gorąco w temperaturze 900°C. Gęstość spieków wahała się między 8,05 g/cm<sup>3</sup> a 8,11 g/cm<sup>3</sup>. Jak pokazano w tabl. III, stop Fe-Ni-Cu ma wysoką: twardość (290,5 HV10), wytrzymałość na rozciąganie (716,6 MPa) i umowną granicę plastyczności (355 ± 15 MPa) przy wydłużeniu maksymalnym 9,35% (tabl. II).

Badania fraktograficzne wykazały, że przełomy wszystkich rozciąganych próbek mają charakter dołeczkowy, ciągliwy. Analiza składu chemicznego EDS, przeprowadzona na zgładach metalograficznych wykonanych na spiekach wytworzonych z proszków poddanych mieleniu, ujawniła złożoną, wielofazową mikrostrukturę spieków. Potwierdziła obecność: Fe – 42÷52% wag., Cu – 48÷53% wag., Ni – 2÷3% wag. Jak widać na zdjęciu mikrostruktury (rys. 6), stop składa się z: roztworu (α-Fe), roztworu miedzi (Cu) – który jest roztworem stałym Fe i Ni w Cu – oraz mieszaniny tlenków (ciemne pola na zdjęciu).

## Podsumowanie

Materiał uzyskany z proszku mielonego przez 60 h bardzo dobrze się spieka w temperaturze 900°C. Charakteryzuje się drobnoziarnistą mikrostrukturą o małej niejednorodności składu chemicznego oraz wysoką twardością i wytrzymałością na rozciąganie. Dodanie do stopu 12% wag. niklu wyraźnie poprawiło twardość i wytrzymałość stopu kosztem jego plastyczności. Właściwości stopu mogą być modyfikowane przez zmianę składu chemicznego i czasu mielenia.

Badany spiek 60Fe28Cu12Ni ma lepsze własności mechaniczne w porównaniu ze spiekami 33Fe33Cu33Ni (tabl. II i III) oraz innymi spiekami na bazie żelaza, zawierającymi Cu [5], natomiast wypada gorzej od spieków kobaltu [6].

Spiek 60Fe28Cu12Ni jest godny uwagi ze względu na przystępną cenę, łatwość konsolidacji na drodze prasowania na gorąco oraz możliwość zmiany – w bardzo szerokim zakresie – własności wytrzymałościowych i plastycznych. Materiał ten charakteryzuje się wysokim współczynnikiem rozszerzalności cieplnej (tabl. IV), dzięki czemu ma dobre własności retencyjne, tj. dobrze utrzymuje cząstki diamentu na powierzchni roboczej segmentu metaliczno-diaamentowego.

Współczynnik rozszerzalności cieplnej spieku 60Fe28Cu12Ni jest wyraźnie większy od współczynnika dla spieku 33Fe33Cu33Ni (tabl. IV) oraz większy od współczynnika rozszerzalności kobaltu [6], który ma dobre własności retencyjne. Ta cecha pozwala na rozważenie badanego materiału jako osnowy w produkcji narzędzi metaliczno-diaamentowych.

## LITERATURA

1. Konstanty J. "Powder Metallurgy Diamond Tools". Oxford: Elsevier, 2005.
2. Romański A. „Rozwój materiałów osnowy w narzędziowych spiekach metaliczno-diaamentowych”. Kraków: AGH-UWND, 2015.
3. Konstanty J. "Sintered diamond tools: trends, challenges and prospects". *Powder Metallurgy*. 56 (2013): s. 184–190.
4. Konstanty J., Bunsch A. "Hot pressing of cobalt powders". *Powder Metallurgy*. 34, 3 (1991): s. 195–198.
5. Borowiecka-Jamrozek J., Lachowski J. "Modelling of the mechanical state of a diamond particle in the metallic matrix". *Advanced Materials Research*. 874 (2014): s. 127–132.
6. Borowiecka-Jamrozek J., Lachowski J. "Numerical modelling of stress/strain field arising in diamond-impregnated cobalt". *Archives of Metallurgy and Materials*. 59, 2 (2014): s. 443–446.
7. Mechnik V.A. "Production of diamond-(Fe-Cu-Ni-Sn) composites with high wear resistance". *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 52, 9–10 (2014): s. 577–587.
8. Konstanty J., Tyrła D., Radziszewska A. "Iron-base materials manufactured from premixed powders by the hot press process". *Archives of Metallurgy and Materials*. 54, 4 (2009): s. 1051–1058.
9. Borowiecka-Jamrozek J., Konstanty J. "Microstructure and mechanical properties a new iron-base material used for the fabrication of sintered diamond tools". *Advanced Materials Research*. 1052 (2014): s. 520–523.