

**Jarosław Indra, Jan Leżański\***

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej, al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Poland

e-mail: \*lezański@agh.edu.pl

Otrzymano (Received) 28.02.2007

## ANALIZA WŁAŚCIWOŚCI I MIKROSTRUKTURY KOMPOZYTU STAL SZYBKOTNĄCA-WĘGLIK WOLFRAMU

Prezentowane wyniki badań w zakresie wytwarzania i badania właściwości spiekanej kompozytu na osnowie stali szybko-tnącej z dodatkiem węgla WC. Kompozyt na osnowie stali szybko-tnącej gatunku M35 z dodatkiem 10% masowych węgla wolframu WC wytworzono metodą konwencjonalnej metalurgii proszków. Proszki stali szybko-tnącej oraz węgla wolframu miesza- no w ceramicznym ucieraku moździerzowym przez 30 minut, a następnie prasowano pod ciśnieniem 800 MPa. Kształtki spiekano w optymalnej temperaturze 1220°C przez 60 minut w próżni. Temperaturę spiekania wyzna- czono na podstawie wcześniej przeprowadzonych badań spiekalności tych mieszanek. Właściwości spieków określono na podstawie badania gęstości, mikrotwardości oraz badania mikrostruktury za pomocą mikroskopii świetlnej oraz skaningo- wej. Pomiar gęstości spiekanej kompozytu wykonano metodą wykorzystującą prawo Archimedesusa. Badanie mikrotwardości przeprowadzono z użyciem mikrotwardościomierza Hanemanna. Obserwacje mikrostruktury wykonano za pomocą mikro- skopów świetlnego LEICA DM4000 oraz skaningowego HITACHI 3500. Rentgenowską analizę fazową spiekanej kompozy- tu wykonano z pomocą dyfraktometru TUR M62 z goniometrem HZG4. Na podstawie analizy otrzymanych wyników stwier- dzono, że dodatek węgla wolframu WC pozwala na kształtowanie w szerokim zakresie właściwości oraz mikrostruktury spiekanych kompozytów.

**Słowa kluczowe:** kompozyt, stal szybko-tnąca, węgiel wolframu, prasowanie, spiekanie

## ANALYSIS OF PROPERTIES AND MICROSTRUCTURE OF HIGH SPEED STEEL-TUNGSTEN CARBIDE COMPOSITE

In this paper the manufacturing process and properties of sintered M35 high speed steel with addition of tungsten car- bide WC composite have been studied. The high speed steel M35 based composite with addition of 10 wt. % tungsten carbide WC were manufactured a conventional powder metallurgy (P/M) router: mixing, compacting and sintering. The carbide and base materials were dry mixed in ceramic mortar by 30 minutes and uniaxially compacted at 800 MPa. After this vacuum sintering was carried out at 1220°C determined as optimal sintering temperature in a previous sinterability study. Sintered materials were characterized by density and microhardness measuring. The study is completed with a microstructural ana- lysis by light microscopy and scanning electron microscopy (SEM). Density was measured on the base of Archimedes' law. For the microhardness measurement Hanemann hardness testing machine was used. For microstructure examination of sintered composite light microscope type LEICA DM4000 and SEM microscope type HITACHI 3500 were employed. Diffractometer TUR M62 with HZG4 goniometer was employed for X-ray diffraction analysis. On the base of results and microstructure observation it may be concluded that tungsten carbide content simultaneously affect the as-sintered prop- erties of the investigated composites.

**Keywords:** composite, high speed steel, tungsten carbide, pressing, sintering

### WSTĘP

Kompozyty na osnowie stali szybko-tnących należą do materiałów narzędziowych, których żywotność może być nawet do 20 razy większa niż konwencjonalnych stali narzędziowych. Do tej pory zbadano głównie wpływ dodatku węgla tytanu TiC [1, 2, 5, 6], węgla niobu NbC [3, 4], węgla wanadu VC [4], węgli-koazotku tytanu TiCN [7] oraz węgla tantalu TaC [8]. Ze względu na wysoki koszt tych materiałów są one zastępowane przez tańszy węgiel wolframu WC.

Węgiel wolframu WC jako dodatek do stali szybko-tnącej spełnia rolę fazy umacniającej oraz aktywatora procesu spiekania [2, 5, 9-14]. Zastosowanie węgla wolframu WC jako dodatku w spiekanych kompozytach na osnowie stali szybko-tnącej pozwala na obniżenie temperatury spiekania oraz osiągnięcie wysokiej gęstości i dobrych właściwości mechanicznych spieków. Obniżenie temperatury spiekania jest możliwe dzięki pojawiającej się podczas spiekania fazy ciekłej,

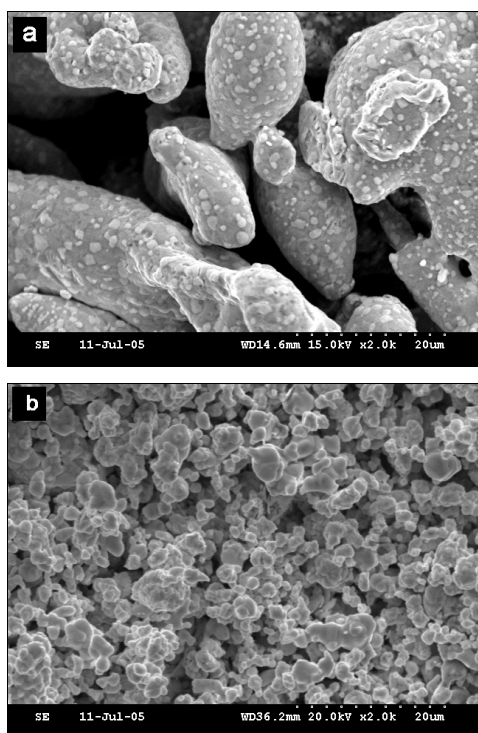
która intensyfikuje proces zagęszczania kompozytu [15-19].

Celem badań było potwierdzenie tezy, że w spiekanych kompozytach na podstawie stali szybko tnącej węglik wolframu spełnia podwójną rolę jako faza umacniająca oraz aktywator procesu spiekania.

## MATERIAŁY I METODYKA BADAŃ

### Materiały do badań

Do badań zastosowano rozpylany wodą proszek stali szybko tnącej gatunku M35 oraz spiekany reakcyjnie proszek węglika wolframu WC. Morfologię cząstek proszków przedstawiono na rysunku 1. Skład chemiczny proszku stali szybko tnącej M35 zamieszczono w tabeli 1.



Rys. 1. Morfologia cząstek proszku: a) stal szybko tnąca M35, b) węglik wolframu WC; SEM

Fig. 1. Morphology of powder particles: a) high speed steel M35, b) tungsten carbide WC; SEM

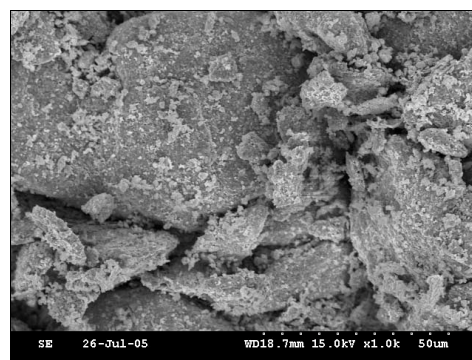
TABELA 1. Skład chemiczny proszku stali szybko tnącej M35  
TABLE 1. Chemical composition of high speed steel M35

| Zawartość składników, % masowe |      |      |      |      |      |      |       |       |      |      |      |      |                |
|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|----------------|
| C                              | Cr   | Co   | Cu   | Mn   | Mo   | Ni   | P     | S     | Si   | V    | W    | Fe   | O <sub>2</sub> |
| 0,94                           | 4,30 | 4,83 | 0,17 | 0,19 | 5,02 | 0,35 | 0,022 | 0,029 | 0,17 | 1,79 | 6,35 | 75,8 | 1293 ppm       |

### Mieszanie, prasowanie, spiekanie

Proszki stali szybko tnącej oraz węglika wolframu mieszano w ceramicznym ucieraku moździerzowym typu młynek Fritscha przez 30 minut. Morfologię mie-

szanki proszków przedstawiono na rysunku 2. Do badań przyjęto oznaczenie mieszanki M10WC, gdzie: M - stal szybko tnąca M35, 10WC oznacza dodatek 10% masowych węglika wolframu WC. Mieszanke prasowano w jednostronnie działającej matrycy pod ciśnieniem 800 MPa. Wypraski spiekano w piecu próżniowym pod ciśnieniem próżni  $10^{-2}$  Pa. Proces spiekania składał się z trzech etapów: wygrzewania w temperaturze 950°C przez 30 minut, izotermicznego spiekania w temperaturze 1220°C przez 60 minut, chłodzenia wraz z piecem. Prędkość nagrzewania do temperatury 950 oraz 1220°C wynosiła 10°C/min, natomiast prędkość chłodzenia 20°C/min.



Rys. 2. Morfologia mieszanki proszków stali szybko tnącej i węglika wolframu; SEM

Fig. 2. Morphology of mixture of high speed steel and tungsten carbide powders; SEM

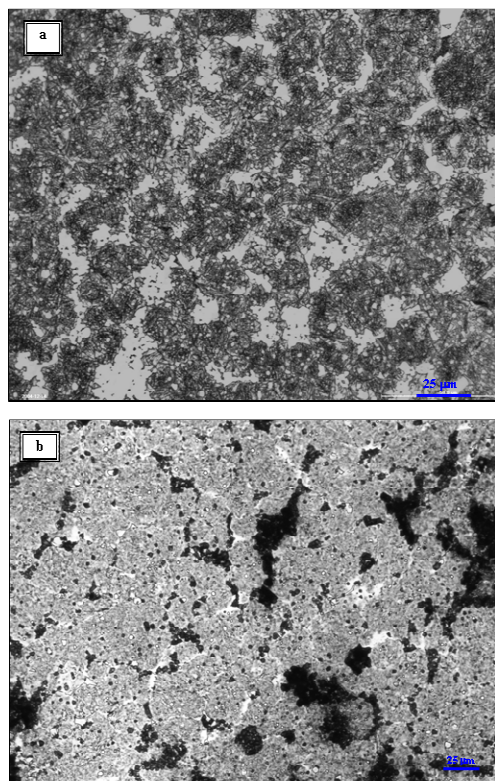
### Wyniki badań kompozytu

Spiek poddano badaniu gęstości, mikrotwardości oraz mikrostruktury. Gęstość względną spieku wyznaczono metodą Archimedes'a. Mikrostrukturę kompozytu obserwowano przy użyciu mikroskopu świetlnego Leica, stosując różne odczynniki trawiące (zgłady trawiono 5g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 2 ml HCl + 98 ml  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  - rys. 3), oraz mikroskopu skaningowego Hitachi (rys. 4-6). Badanie mikrotwardości kompozytu wykonano przy użyciu mikrotwardościomierza Hanemanna (rys. 4). W celu określenia składu fazowego kompozytu wykonano za pomocą dyfraktometru TUR M62 z goniometrem HZG4 rentgenowską analizę fazową, stosując promieniowanie lampy o anodzie kobaltowej, metodą zliczania krokowego o wielkości kroku  $\Delta 2\theta = 0,02^\circ$ , w zakresie  $2\theta = 30 \div 105^\circ$ . Czas zliczeń  $\tau = 5$  s (rys. 7).

Dodatkowo przeprowadzono przy użyciu mikroskopu skaningowego oraz analizatora EDS analizę punktową oraz mapy rozkładu pierwiastków chemicznych w mikrostrukturze badanych kompozytów (rys. rys. 5 i 6).

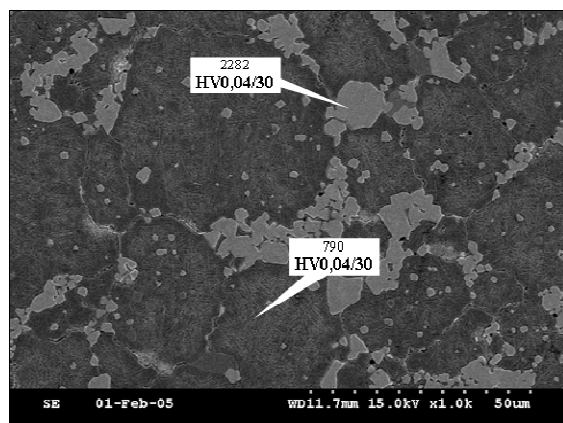
### DYSKUSJA WYNIKÓW BADAŃ

Dodatek 10% masowych węglika wolframu WC do stali szybko tnącej pozwala na uzyskanie spiekanych w temperaturze 1220°C kompozytów o gęstości 99,5%.



Rys. 3. Mikrostruktura kompozytu M10WC spiekanego w temperaturze 1220°C - mikroskop świetlny (zglądy trawiono: a) 5g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 2 ml HCl + 98 ml  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , b) zasadowy pikrynian sodu)

Fig. 3. Microstructure of composite M10WC sintered at 1220°C - light microscope (etching of microsections: a) 5g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  + 2 ml HCl + 98 ml  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , b) basic sodium picrate)

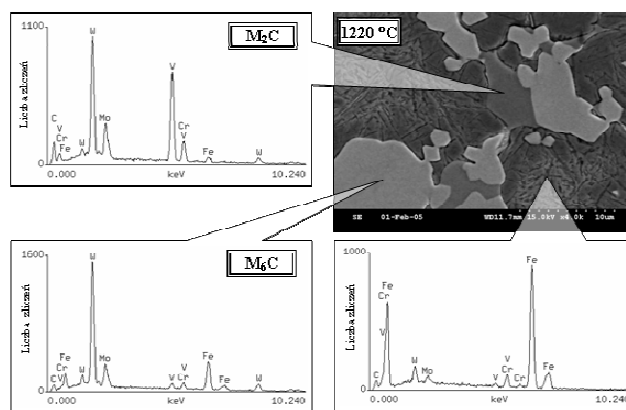


Rys. 4. Mikrostruktura oraz mikrotwardość kompozytu M10WC spiekanego w temperaturze 1220°C; SEM

Fig. 4. Microstructure and microhardness of composite M10WC sintered at 1220°C; SEM

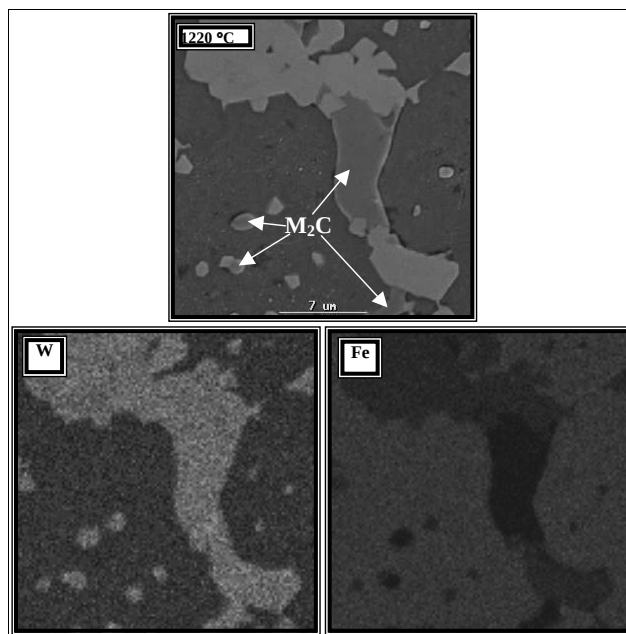
Na podstawie analizy morfologii mieszanki proszków wykonanej za pomocą mikroskopu skaningowego (rys. 2) stwierdzono, że cząstki proszku węgla wolframu rozmieszczone są równomiernie na powierzchni odkształconych plastycznie cząstek stali szybko tnącej. Wpływa to korzystnie na zwiększenie powierzchni właściwej proszków oraz powierzchni styku pomiędzy cząstkami proszków stali szybko tnącej i węglikiem wolframu, a także na równomierność rozmieszczenia

fazy umacniającej w strukturze kompozytu. Zwiększenie powierzchni styku pomiędzy cząstkami proszków stali szybko tnącej i węgla wolframu ma duże znaczenie podczas procesu spiekania. Na granicy stal szybko tnąca-węgiel wolframu w wyniku procesów dyfuzyjnych następuje zmiana składu chemicznego, skutkiem tego jest obniżenie temperatury solidus. W wyniku obniżenia temperatury solidus na granicy stal szybko tnąca-węgiel wolframu pojawia się intensyfikująca proces spiekania faza ciekła.



Rys. 5. Spektre EDS kompozytu M10WC spiekanego w temperaturze 1220°C; SEM

Fig. 5. EDS spectrum of composite M10WC sintered at 1220°C; SEM

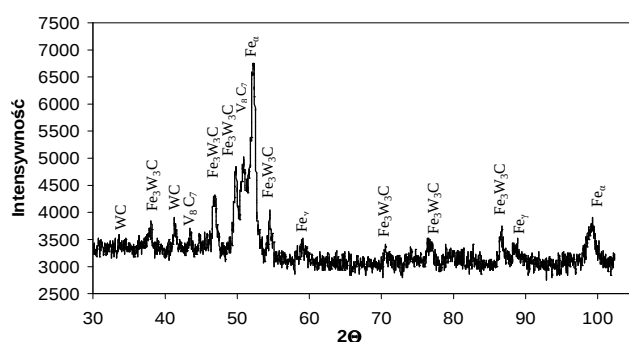


Rys. 6. Mapy rozkładu pierwiastków w mikrostrukturze kompozytu M10WC spiekanego w temperaturze 1220°C; SEM

Fig. 6. Distribution maps of elements in composite M10WC sintered at 1220°C; SEM

Zatem w celu wykazania słuszności powyższej tezy, że węgiel wolframu w spiekanych kompozytach na osnowie stali szybko tnącej spełnia podwójną rolę, jako faza umacniająca oraz aktywator procesu spiekania, przeprowadzono analizę właściwości oraz mikrostruktury spiekanych kompozytów.

Na podstawie rentgenowskiej analizy fazowej (rys. 7) stwierdzono, że osnowa otrzymanych kompozytów składa się z produktów bezdyfuzyjnej przemiany austenitu oraz niewielkiej ilości austenitu szczątkowego. Obecność w mikrostrukturze osnowy składników strukturalnych, będących wynikiem bezdyfuzyjnej przemiany austenitu, potwierdzono badaniem mikrotwardości, która wynosiła 790HV0,04, natomiast występujące w osnowie wydzielения to węgliki  $V_8C_7$ ,  $Fe_3W_3C$ , WC. Dodatkowo w strukturze kompozytu M10WC spiekanego w temperaturze 1220°C stwierdzono występowanie złożonej fazy węglikowej typu  $M_2C$ .



Rys. 7. Dyfraktogram rentgenowski kompozytu M10WC spiekanego w temperaturze 1220°C

Fig. 7. X-ray diffraction of composite M10WC sintered at 1220°C

W wyniku obserwacji mikrostruktury kompozytu M10WC za pomocą mikroskopu świetlnego stwierdzono małą nierównomierność rozmieszczenia fazy węglkowej (rys. 3a). Natomiast w wyniku zastosowania innego odczynnika trawiącego wstępnie określono rozmieszczenie różnych faz węglkowych występujących w strukturze (rys. 3b). Jedne węgliki trawiły się bardzo intensywnie na czarno, drugie praktycznie nie zostały wytrawione.

Na podstawie obserwacji za pomocą mikroskopu skaningowego mikrostruktury spiekanych kompozytów M10WC oraz przeprowadzonej analizy składu chemicznego (rys. rys. 4-6) stwierdzono, że fazę węglkową występującą na granicy węglík wolframu - stal szybkoitnącą stanowi złożony węglík typu  $M_2C$ . Różni się on od węglika typu  $M_6C$  odcieniem szarości, a także składem chemicznym (rys. rys. 5 i 6). W przypadku małych cząstek fazy węglíkowej różnice w odcieniach szarości są prawie niezauważalne, dlatego w celu okreś-

lenia rozmieszczenia poszczególnych faz węglkowych wykonano mapy rozkładu pierwiastków (rys. 6).

Powyższe badania potwierdzają tezę, że węgiel wolframu WC jako dodatek w spiekanych kompozytach na osnowie stali szybko tnącej M35 spełnia rolę fazy umacniającej oraz aktywatora procesu spiekania.

Praca finansowana przez KBN w ramach grantu promotorskiego nr 18.25.110.598.

## LITERATURA

- [1] Saha B.P., Upadhyaya G.S., Powder Metallurgy International 1992, 24.
- [2] Torralba J.M., Cambronero L.E.G., Ruiz-Prieto J.M., Das Neves M.M., Powder Metallurgy 1993, 36, 55.
- [3] Zapata W.C., Da Costa C.E., Torralba J.M., Powder Metallurgy 1994.
- [4] Talacchia S., Andonegui A., Urcola J.J., Powder Metallurgy 1994.
- [5] Saidi, Journal of Material Processing Technology 1999, 89-90, 141.
- [6] Liu Z.Y., Loh N.H., Khor K.A., Tor, S.B. Materials Science and Engineering 2001, 311, 1, 13.
- [7] Velasco F., Gordo E., Isabel R., Ruiz-Navas E.M., Bautista A., Torralba J.M., International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 2001, 19, 319.
- [8] Gordo E., Velasco F., Anton N., Torralba J.M., Wear (Elsevier Science) 2000, 239, 2, 251.
- [9] Lou D., Hellman J., Luhulima D., Liimatainen J., Lindroos V.K., Material Science and Engineering 2003, A340, 155.
- [10] Leżański J., Rudy Metale 2001, 46, 12.
- [11] Indra J., Leżański J., Kompozyty (Composites) 2003, 3, 7.
- [12] Indra J., Leżański J., XXXI Szkoła Inżynierii Materiałowej, Kraków-Krynica 7-10 X 2003, 289.
- [13] Indra J., Leżański J., Kompozyty (Composites) 2004, 4, 12, 404.
- [14] Indra J., Matusiewicz P., Leżański J., XXXII Szkoła Inżynierii Materiałowej, Kraków-Krynica 28 IX-1 X 2004, 631.
- [15] Wright C.S., Youseffi M., Wroński A.S., Ansara I., Durand-Charré M., Mascarenhas J., Oliveira M.M., Lemoisson F., Bienvenu Y., Powder Metallurgy 1999, 42, 2, 131.
- [16] Kar P.K., Upadhyaya G.S., Powder Metallurgy International 1990, 22.
- [17] Randall M., German, Part I, The International Journal of Powder Metallurgy 1990, 26, 1.
- [18] Randall M., German, Part II, Densification theory, The International Journal of Powder Metallurgy 1990, 26.
- [19] Takajo S., Nitta M., Sintering'85, Wyd. G.C. Kuczyński, D.P. Uskokovic, H. Palmour III, M.M. Ristic, Plenum Press, New York 1987.