

Stefan Szczepanik¹

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Metalurgii i Inżynierii Materiałowej, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

Elżbieta Godlewska²

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

MATERIAŁY NA OSNOWIE FAZY MIĘDZYMETALICZNEJ FeAl Z DODATKIEM 2 I 10% OBJ. Al_2O_3

Przedstawiono wstępne wyniki badań materiałów kompozytowych na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl (40% at. Al) zawierających cząstki Al_2O_3 , otrzymanych z proszków metodą samorozwijającej się syntezy wysokotemperaturowej (SHS) i poddanych odkształcaniu na gorąco w procesie kucia. Wypraski uzyskano z ujednoliconej mieszanki proszków żelaza, aluminium oraz Al_2O_3 . Tlenek glinu wprowadzono w ilości 2 i 10% obj. Materiały kompozytowe na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl po procesie SHS są plastyczne podczas odkształcania w procesie kucia w temperaturze 1080°C. Badania wykazały korzystny wpływ przeróbki plastycznej na gorąco nie tylko na zagęszczenie otrzymanych tworzyw, ale także na kształtowanie ich własności mechanicznych. Wielkość odkształcenia ma wpływ na ich wytrzymałość na zginanie i twardość. Własności otrzymanych materiałów kompozytowych w zależności od ich składu chemicznego i wielkości odkształcenia zestawiono w tabelach 1 i 2, ich strukturę pokazano na rysunkach 3 i 4 oraz na rysunkach 5-10. Znajdujące się w kompozycie cząstki tlenku glinu w ilości 2 i 10% obj. mają wpływ na własności mechaniczne tych materiałów określone w temperaturze otoczenia. Przełom materiału odkształconego z gniosem 72% ma strukturę włóknistą.

Słowa kluczowe: faza międzymetaliczna FeAl, kompozyt, cząstki Al_2O_3 , kucie na gorąco

FeAl INTERMETALLIC WITH ADDITION OF 2 AND 10 VOL.% Al_2O_3

The paper presents the results of preliminary studies on composites with an FeAl (40 at% Al) matrix and Al_2O_3 dispersions obtained by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) and hot forging. Compact blocks were obtained from homogeneous mixtures of iron, aluminium and Al_2O_3 powders. The Al_2O_3 powder was added in the amount of 2 or 10% by volume. The influence of deformation on density and mechanical properties (bending strength) has been determined. The composites with the FeAl matrix, obtained from powder substrates, have a good formability upon hot forging. The investigations have shown an advantageous effect of hot forging on density of the SHS products and their mechanical properties. The amount of the dispersed phase and deformation parameters, both influence the density, mechanical properties (Tables 1 and 2) and structure (Figs. 3-4, 5-8). Al_2O_3 added in the amount of 2 or 10 vol.% occurs in the form of fine particles and strongly affects the mechanical properties of the obtained materials at room temperature. Destruction surface of deformed material with height reduction of 72% has a fibre structure.

Key words: FeAl intermetallics, composites, oxide dispersions, hot forging

WPROWADZENIE

Dla uzyskania stopów z fazami międzymetalicznymi stosuje się procesy metalurgiczne lub technologie metalurgii proszków. Badane są głównie materiały otrzymywane tradycyjnymi metodami metalurgicznymi [1]. Ze względu na dużą różnicę temperatur topnienia głównych składników faz międzymetalicznych oraz uporządkowanie dalekiego zasięgu trudno otrzymać materiały o odtwarzalnym składzie i strukturze. Prowadzone są również prace nad otrzymywaniem fazy międzymetalicznej FeAl oraz kompozytów na jej osnowie umocnionych cząstkami Al_2O_3 metodą mechanicznej syntezy proszków [2]. Zawansowaną techniką wytwarzania faz międzymetalicznych jest samorozwijająca się wysokotemperaturowa synteza SHS ujednoliconiej mieszanki proszków [3]. Zgodnie z wcześ-

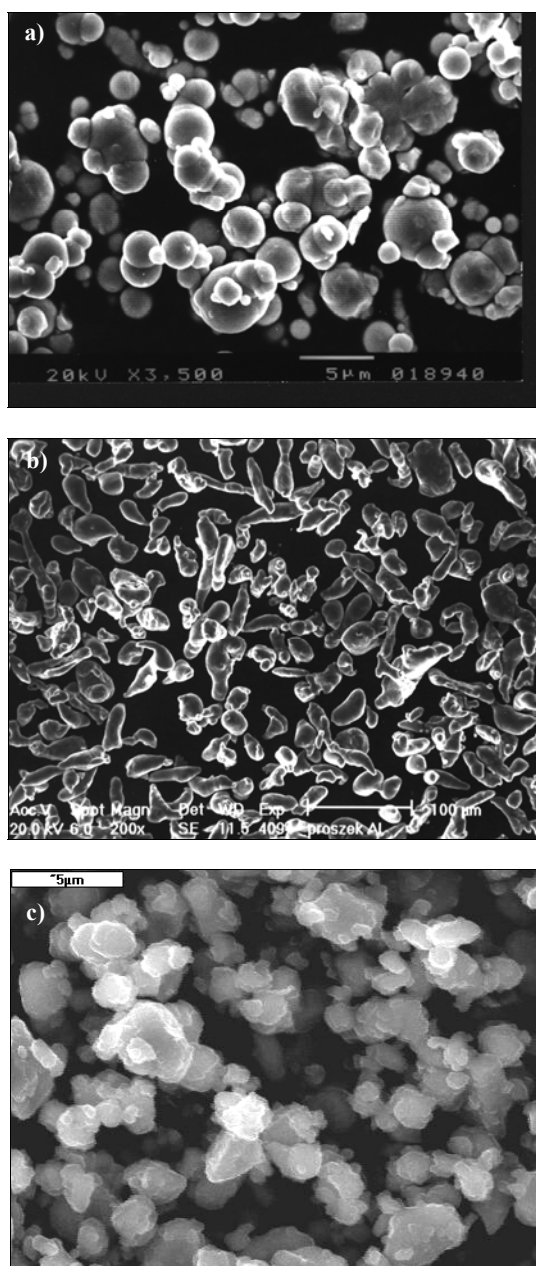
niejszymi badaniami własnymi [4, 5], fazy międzymetaliczne Fe-Al otrzymane z proszków w procesie SHS, w połączeniu z przetwórstwem na gorąco, wykazują dobrą odporność na korozję wysokotemperaturową oraz zadowalające własności mechaniczne, które jednak silnie zależą od warunków odkształcania. Własności eksploatacyjne elementów konstrukcyjnych wytwarzanych z faz międzymetalicznych można kształtować dodatkowo przez wprowadzenie do osnowy cząstek dyspersyjnych, np. Al_2O_3 . W pracy przedstawiono wyniki wstępnych badań, które miały na celu wytworzenie metodą SHS materiałów kompozytowych na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl z Al_2O_3 oraz ocenę ich własności. Badano wpływ warunków odkształcania

^{1,2} dr hab. inż.

i obróbki cieplnej na ich strukturę oraz wybrane własności fizyczne i mechaniczne.

BADANIA WŁASNE

Do badań wykonano wypraski z mieszanki proszków żelaza i aluminium z dodatkiem Al_2O_3 , w ilości 2 lub 10% obj. Na rysunku 1 pokazano kształt cząstek proszków żelaza, aluminium i Al_2O_3 . Wypraski nagrzewano w atmosferze argonu z wodorem do temperatury około 660°C , tj. do zapoczątkowania syntezy SHS. Opis otrzymywania materiałów z zastosowaniem procesu SHS podany jest szczegółowo w pracach [3, 5].



Rys. 1. Cząstki proszków obserwowane na skaningowym mikroskopie elektronowym: Fe (a), Al (b) oraz Al_2O_3 (c)

Fig. 1. SEM microphotographs of metal powders: Fe (a), Al (b) and Al_2O_3 (c)

Odształcanie wyprasek z materiałów kompozytowych przeprowadzano w temperaturze 1080°C z gnio-tami do 80%, co pozwoliło uzyskać informacje o podatności tych materiałów do odkształceń plastycznych oraz oszacować wpływ odkształcania na własności uzyskanych wyrobów. Badano skład chemiczny i fazowy (dyfrakcja promieni X oraz mikroanaliza rentgenowska), gęstość materiałów, strukturę (skaningowa mikroskopia elektronowa), twardość HV oraz wytrzymałość na zginanie.

Własności materiałów kompozytowych

Własności otrzymanych materiałów kompozytowych na osnowie fazy FeAl po odkształceniu w temperaturze 1080°C podano w tabelach 1 i 2.

W wyniku odkształcania w temperaturze 1080°C następuje zagęszczenie materiału, które zależy od wielkości odkształcenia. Wypraski FeAl -2% obj. Al_2O_3 po procesie SHS mają gęstości od $3,08$ do $3,21 \text{ g/cm}^3$, co stanowi 51 do 53% gęstości teoretycznej. Po ich odkształceniu z gnio-tiem 59% ich gęstość wynosi $5,64 \text{ g/cm}^3$, czyli 93,8% gęstości teoretycznej, a po odkształceniu z gnio-tiem 72% zwiększa się do $5,79 \text{ g/cm}^3$, tj. do 96% gęstości teoretycznej. Podobnie ulega zmianie gęstość materiału FeAl -10%obj. Al_2O_3 : z $2,75 \text{ g/cm}^3$ (47% gęstości teoretycznej) dla wyprasek po procesie SHS na $5,47 \text{ g/cm}^3$ (93,5% gęstości teoretycznej) po odkształceniu wynoszącym 63% oraz na $5,59 \text{ g/cm}^3$ po odkształceniu 77%, która odpowiada 95,6% gęstości teoretycznej.

Zmiany gęstości mają wpływ na własności mechaniczne otrzymanych tworzyw. Ich wytrzymałość na zginanie zależy od gęstości, wielkości odkształcenia oraz zastosowanej obróbki cieplnej. Materiał FeAl -2%obj. Al_2O_3 po odkształceniu wynoszącym 73% ma średnią wytrzymałość na zginanie 673 MPa . Wyżarzanie w temperaturze 950°C w czasie 5 godz. i chłodzenie z piecem powoduje jej zwiększenie do 1055 MPa . Średnia wytrzymałość na zginanie materiału FeAl -10%obj. Al_2O_3 wynosi 515 MPa po wyżarzaniu i chłodzeniu z piecem. Wyżarzanie wpływa korzystnie na własności mechaniczne badanych materiałów kompozytowych, powodując wzmocnienie połączeń na powierzchniach kontaktów cząstek materiału osnowy i prawdopodobnie w ich obrębie, pomiędzy ziarnami. Faza ceramiczna Al_2O_3 , znajdującą się na powierzchni cząstek fazy międzymetalicznej FeAl , obniża jednak spójność materiałów kompozytowych. Pięciokrotny wzrost udziału objętościowego Al_2O_3 w osnowie kompozytu powoduje prawie dwukrotne obniżenie wytrzymałości na zginanie zarówno dla materiałów po kuciu, jak i poddanych obróbce cieplnej. Materiały kompozytowe mają w temperaturze otoczenia znacznie gorsze własności w porównaniu z materiałem osnowy FeAl , którego wytrzymałość na zginanie po odkształcaniu

z gniotem 83% w temperaturze 1080°C wynosi 1967 MPa [6]. Wyjaśnienie tych zależności wymaga przeprowadzenia dalszych badań.

TABELA 1. Własności kompozytów FeAl-2%obj. Al_2O_3
TABLE 1. Properties of FeAl-2 vol.% Al_2O_3 composites

Nr	Gęstość po SHS g/cm^3	Gniot ε %	Gęstość po kuciu g/cm^3	Wytrzymałość na zginanie MPa	Twardość HV5
0	3,19	-	-	-	45
1	3,20	59	5,64		
2	3,21	72	5,79	1063 1052 1050	320
3	3,08	73	5,77	769 647 604	340

0 - materiał po SHS
1 - materiał po kuciu wyżarzony w temperaturze 950°C w czasie 5 godz. i chłodzony na powietrzu
2 - materiał po kuciu wyżarzony w temperaturze 950°C w czasie 5 godz. i chłodzony z piecem
3 - materiał po kuciu bez obróbki cieplnej

TABELA 2. Własności kompozytów FeAl-10%obj. Al_2O_3
TABLE 2. Properties of FeAl-10 vol.% Al_2O_3 composites

Nr	Gęstość po SHS g/cm^3	Gniot ε %	Gęstość po kuciu g/cm^3	Wytrzymałość na zginanie MPa	Twardość HV5
0	2,80	-	-	-	25
1	2,82	73	5,57	-	-
2	2,75	63	5,47	336 399	313
3	2,53	77	5,59	473 536 536	329

0 - materiał po SHS
1, 2 - materiał po kuciu, bez obróbki cieplnej
3 - materiał po kuciu wyżarzony w temperaturze 950°C w czasie 5 godz. i chłodzony z piecem

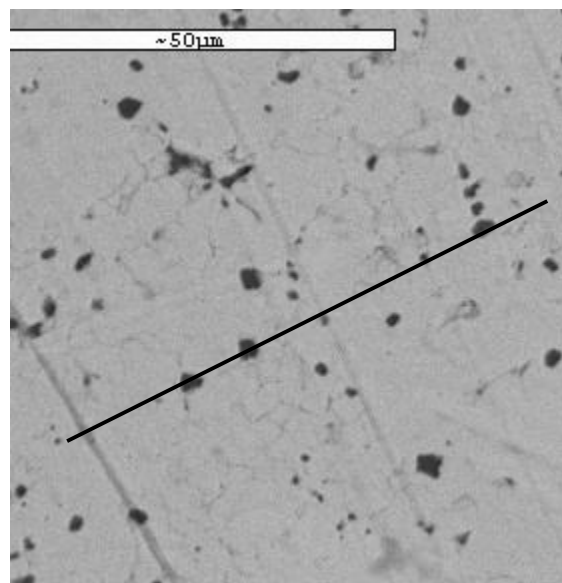
Twardość materiałów kompozytowych zależy od ich zagęszczenia oraz od uzyskanego stopnia przerobu podczas kucia. Materiał FeAl-2%obj. Al_2O_3 otrzymany w procesie SHS ma twardość 45 HV5, a po jego odkształceniu twardość wynosi 340 HV5. Podobnie zmienia się twardość materiału FeAl-10%obj. Al_2O_3 , dla którego wynosi 25 HV5 po procesie SHS. Po kuciu twardość tego materiału wynosi 313 HV5. Materiał osnowy odkształcony w zbliżonych warunkach posiada twardość 296 HV5 [6].

Struktura

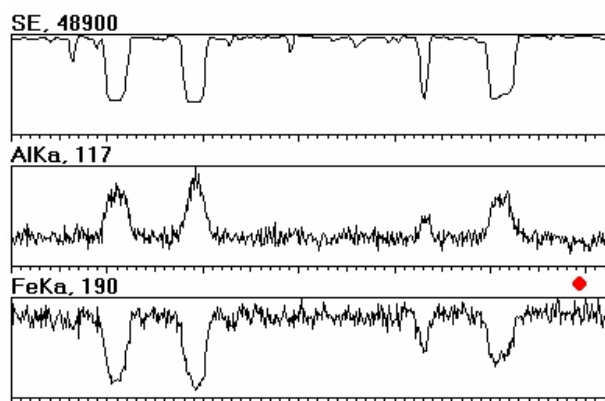
Badania struktury objęły analizę nietrawionych zgładów materiałów kompozytowych po procesie SHS (rys. rys. 2 i 3) i po odkształceniu (rys. rys. 4 i 5) oraz po-

wierzchni przełomów (rys. rys. 6-8) na skaningowym mikroskopie elektronowym.

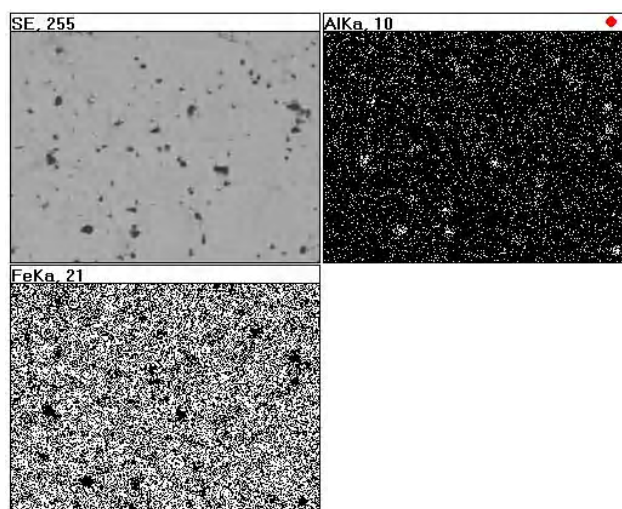
a)



b)



c)



Rys. 2. Struktura materiału FeAl-2%obj. Al_2O_3 po SHS obserwowana na skaningowym mikroskopie elektronowym: a) na zgładzie nietrawionym, b) rozkład pierwiastków wzdłuż linii zaznaczonej na rys. 2a, c) rozkład pierwiastków w kompozycie na powierzchni

Fig. 2. SEM image of a non-etched microsection of a FeAl-2vol.% Al_2O_3 sample after SHS (a), concentration profiles of elements along the marked line (b) and surface distribution of elements (c)

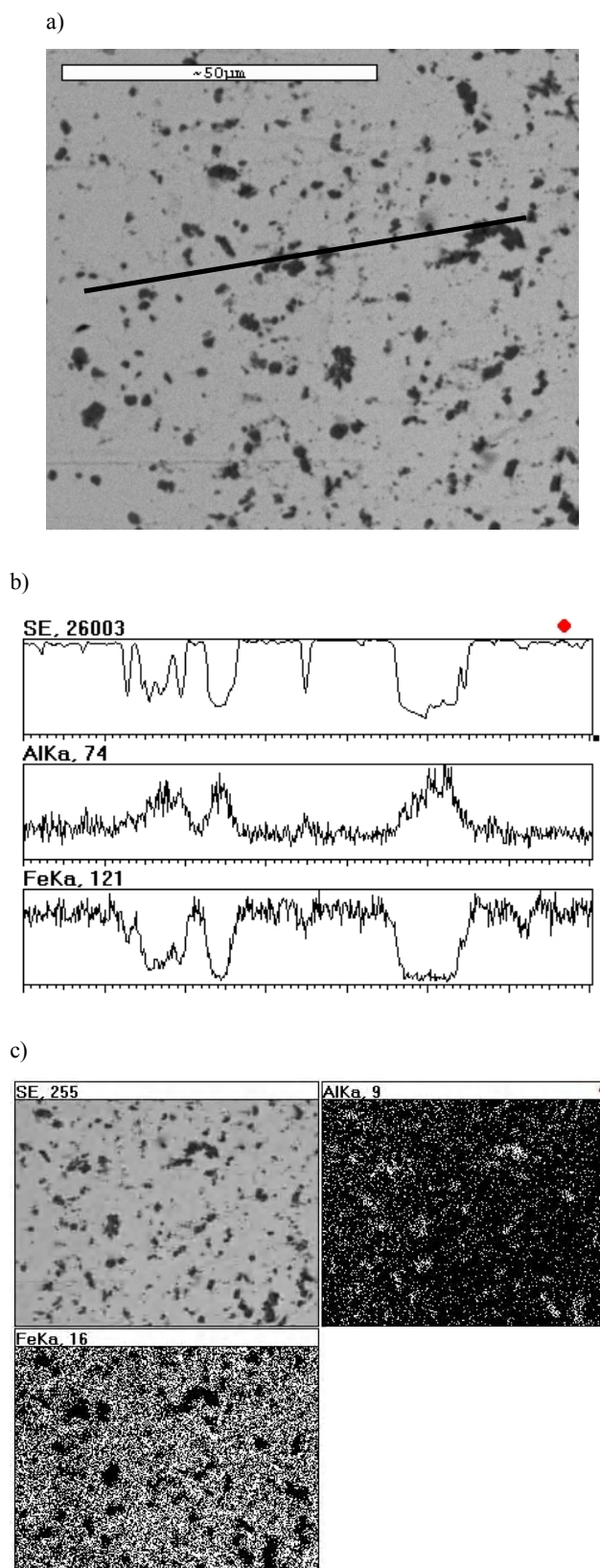
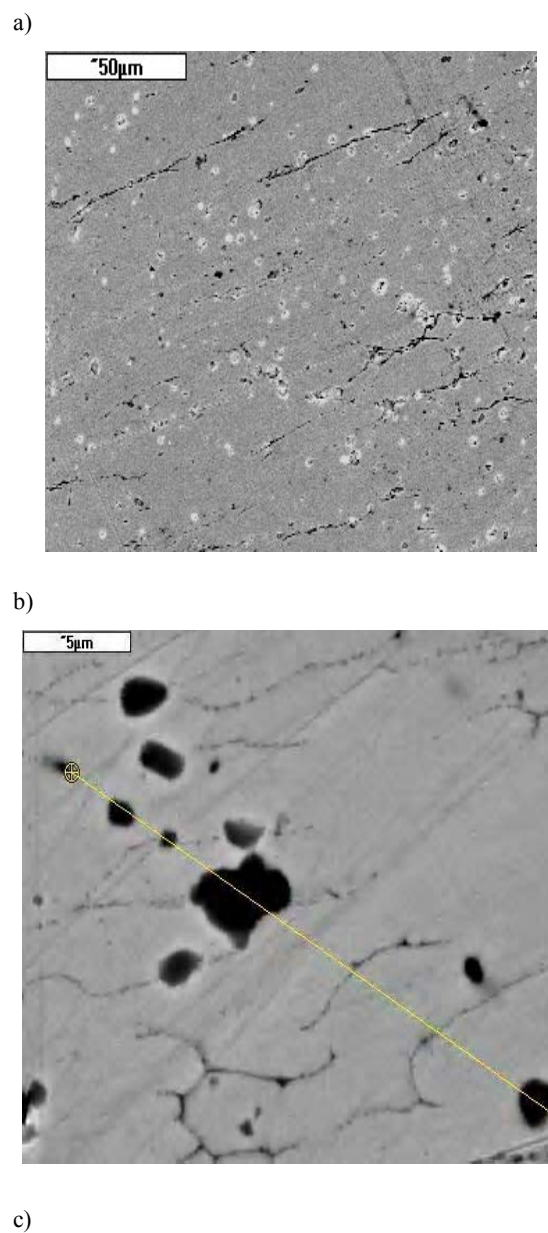
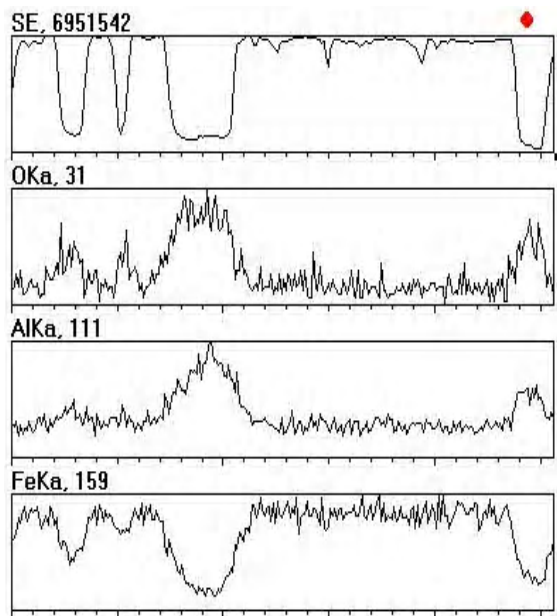


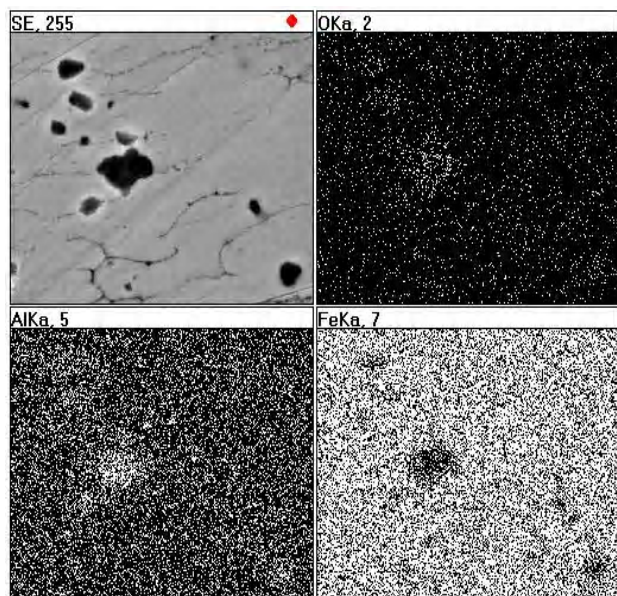
Fig. 3. SEM image of a non-etched microsection of a FeAl-10vol.% Al_2O_3 sample after SHS (a), concentration profiles of elements along the marked line (b) and surface distribution of elements (c)



Rys. 3. Struktura materiału FeAl-10%obj. Al_2O_3 po SHS obserwowana na skaningowym mikroskopie elektronowym: a) na zglądzie nietrawionym, b) rozkład pierwiastków wzdłuż linii zaznaczonej na rys. 3a, c) rozkład pierwiastków w kompozycji na powierzchni



d)



Rys. 4. Struktura materiału kompozytowego FeAl-2%obj. Al_2O_3 , otrzymanego w wyniku odkształcania wyprasek po procesie SHS z gniotem $\varepsilon = 72\%$ w temperaturze 1080°C , obserwowana na skaningowym mikroskopie elektronowym: a, b) na nietrawionym zglądzie wzdłużnym, c) rozkład pierwiastków wzdłuż linii zaznaczonej na rys. 4b, d) rozkład pierwiastków na powierzchni kompozytu

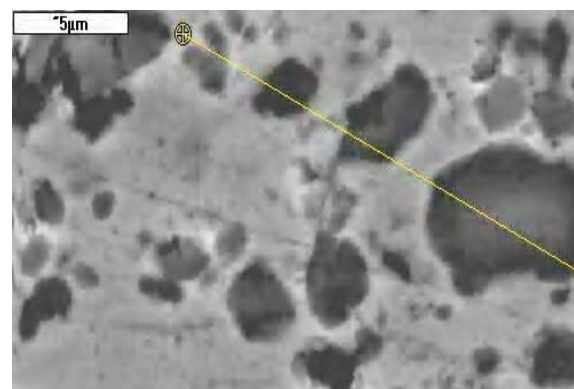
Fig. 4. SEM image of a non-etched microsection of an FeAl-2vol.% Al_2O_3 sample after SHS and forging with the deformation of 72% at 1080°C a), b) concentration profiles of elements along the marked line c) and surface distribution of elements d)

równomierne (rys. rys. 2c i 3c). Granice ziaren są słabo widoczne.

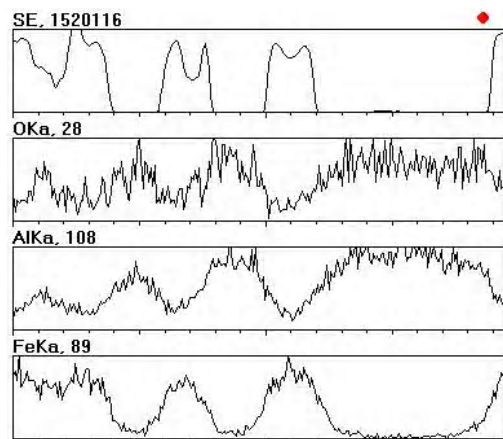
Materiały kompozytowe FeAl z dodatkiem 2 lub 10% obj. Al_2O_3 po kuciu są silnie zagęszczone (rys. rys. 4a i b oraz 5a). Ciemne obszary na powierzchni zglądów nietrawionych - jak wykazała mikroanaliza rentgenowska - stanowią cząstki Al_2O_3 . Widoczne są wyraźne granice ziaren. Rozkład pierwiastków w kompozycie FeAl-2%obj. Al_2O_3 (rys. 4d) jest równomierny. Tylko w miejscach występowania cząstek Al_2O_3 stężenie glinu wzrasta. Podobne zależności występują w strukturze odkształconego kompozytu FeAl-10%obj. Al_2O_3 (rys. 5).

Przełomy materiałów kompozytowych na osnowie faz międzymetalicznych FeAl z dodatkiem Al_2O_3 są drobnoziarniste. Kompozyt FeAl-10%obj. Al_2O_3 , po odkształceniu wynoszącym 63% w temperaturze 1080°C , ma przełom o zbliżonym do regularnego kształcie ziaren (rys. 6).

a)



b)



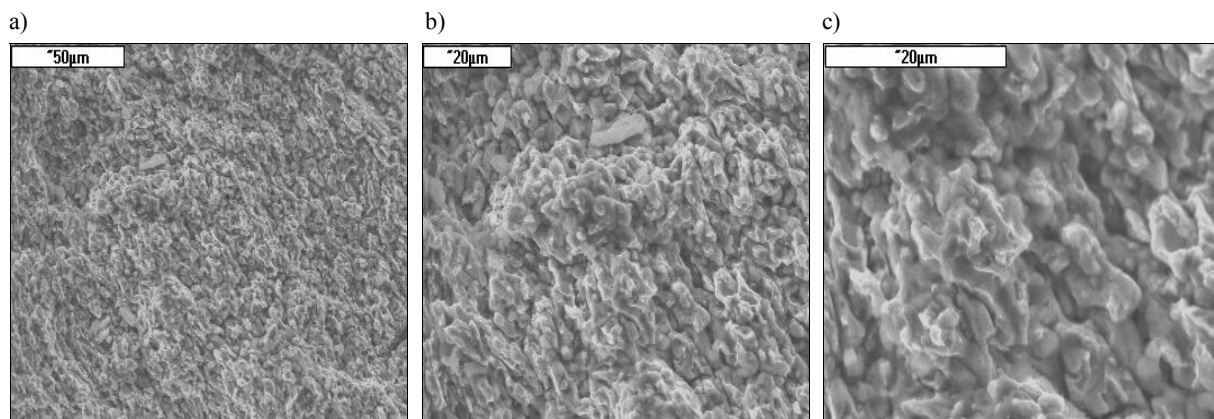
c)

Na zglądach nietrawionych kompozytu po procesie SHS (rys. rys. 2a i 3a) widoczne są ciemne obszary, które mają podwyższoną zawartość glinu w stosunku do osnowy. Jak wykazała analiza składu chemicznego, wzdłuż zaznaczonej linii (rys. rys. 2b i 3b) są to bardzo drobne cząstki Al_2O_3 . Rozłożenie pierwiastków w pozostałych obszarach analizowanego obrazu jest bardzo

Rys. 5. Struktura materiału kompozytowego FeAl-10%obj. Al_2O_3 , otrzymanego w wyniku odkształcania wyprasek po procesie SHS z gniotem $\varepsilon = 77\%$ w temperaturze 1080°C , obserwowana na skaningowym mikroskopie elektronowym: a) na nietrawionym zgładzie wzdłużnym, b) rozkład pierwiastków wzdłuż linii zaznaczonej na rys. 5a, c) rozkład pierwiastków na powierzchni kompozytu

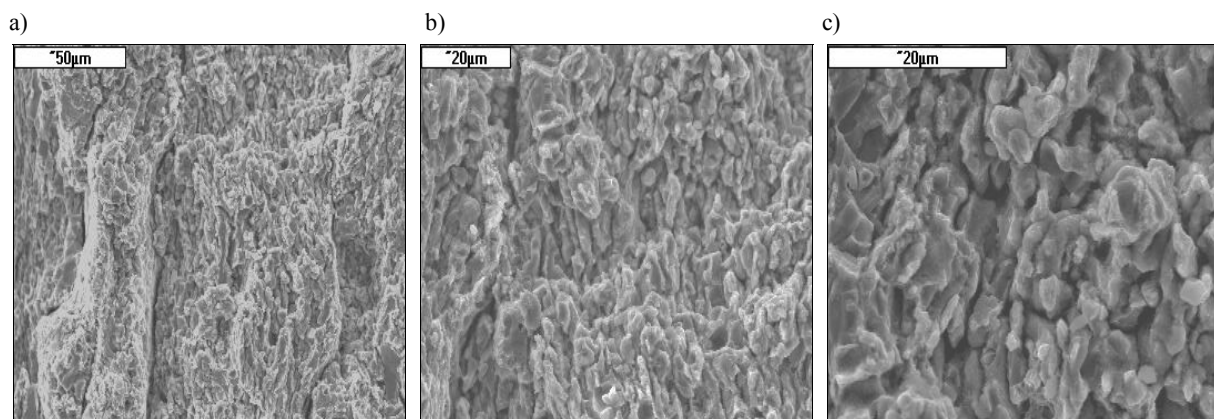
Fig. 5. SEM image of a non-etched microsection of an FeAl-10vol.% Al_2O_3 sample after SHS and forging with the deformation of 77% at 1080°C a), concentration profiles of elements along the marked line b) and surface distribution of elements c)

W materiale poddanym większym odkształceniom



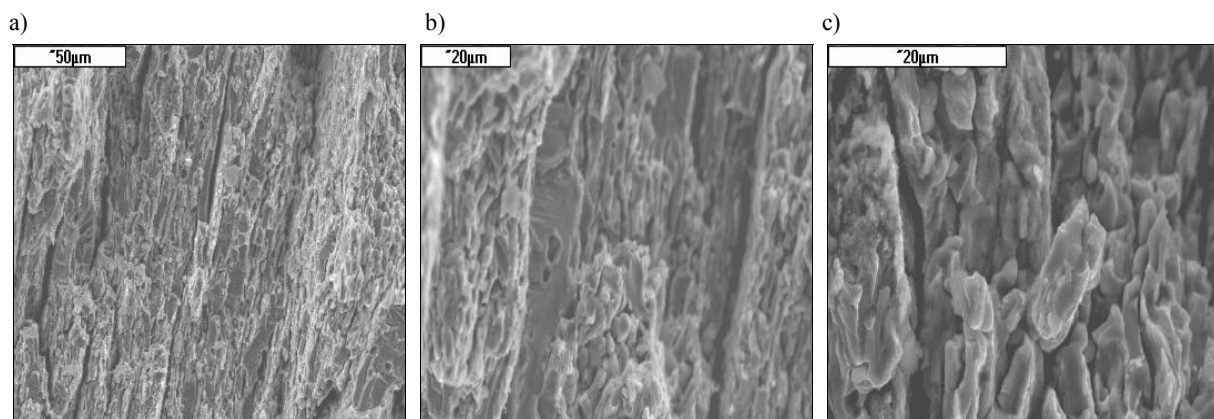
Rys. 6. Przelomy materiału kompozytowego FeAl-10%obj. Al_2O_3 otrzymanego z wyprasek po procesie SHS odkształconych z gniotem $\varepsilon = 63\%$ w temperaturze 1080°C . Obserwacje na mikroskopie skaningowym

Fig. 6. SEM images of fractures of the FeAl-10vol.% Al_2O_3 material obtained by SHS followed by forging at 1080°C with the deformation $\varepsilon = 63\%$



Rys. 7. Przelomy materiału kompozytowego FeAl-2%obj. Al_2O_3 otrzymanego z wyprasek po procesie SHS odkształconych z gniotem $\varepsilon = 72\%$ w temperaturze 1080°C . Obserwacje na mikroskopie skaningowym

Fig. 7. SEM images of fractures of the FeAl-2 vol.% Al_2O_3 material obtained by SHS followed by forging at 1080°C with the deformation $\varepsilon = 72\%$



Rys. 8. Przelomy materiału kompozytowego FeAl-2%obj. Al_2O_3 otrzymanego z wyprasek po procesie SHS odkształconych z gniotem $\varepsilon = 72\%$ w temperaturze 1080°C i poddanych obróbce cieplnej. Obserwacje na mikroskopie skaningowym

Fig. 8. SEM images of fractures of the FeAl-2 vol.% Al_2O_3 material obtained by SHS followed by forging at 1080°C with the deformation $\varepsilon = 72\%$ and heat treatment

przełom ma strukturę włóknistą (rys. rys. 7a, b i 8a, b). Taką strukturę obserwuje się, gdy odkształcenie przekracza 70%. Na przełomie widoczne są mikroszczeliny, które występują prawdopodobnie na pierwotnych granicach aglomeratów, utworzonych podczas procesu SHS. Przy dużych powiększeniach obok drobnego ziarna fazy międzymetalicznej można rozróżnić również dyspersyjne cząstki Al_2O_3 (rys. rys. 6b, c; 7b, c; 8b, c).

PODSUMOWANIE

Przeprowadzone wstępne badania otrzymywania materiałów kompozytowych faza międzymetaliczna FeAl-cząstki Al_2O_3 wykazały możliwość wytwarzania tworzyw konstrukcyjnych o dużym zagęszczeniu przez kucie na gorąco porowatych półwyrobów po procesie SHS. Po kuciu gęstości wynoszą odpowiednio 98% dla materiału FeAl-2%obj. Al_2O_3 i 97% dla materiału FeAl-10%obj. Al_2O_3 . Własności zależą od ilości wprowadzonej fazy Al_2O_3 oraz od wielkości odkształcenia i od obróbki cieplnej, po której następuje wzrost wytrzymałości na zginanie do 50%. Materiały otrzymane po odkształceniu wynoszącym ok. 63% posiadają strukturę drobnoziarnistą, o kształcie ziaren zbliżonym do regularnego. Po odkształceniu przekraczającym 70% powstaje ukierunkowana struktura, z wydłużonymi ziarnami.

Prezentowane wyniki uzyskano w ramach badań statutowych realizowanych w 2003 roku na Wydziale Ce-

ramiki i Inżynierii Materiałowej w zakresie wytwarzania materiałów kompozytowych metodą SHS oraz na Wydziale Metalurgii i Inżynierii Materiałowej, w zakresie ich przetwórstwa na gorąco.

LITERATURA

- [1] Barcik J., Cebulski J., Intermetallic Compound Based Fe-40%Al as Cast Alloy-Chemical Composition, Microstructure and Properties, Inżynieria Materiałowa 1998, 4, 105, 901-904.
- [2] Oleszak D., Proszki kompozytowe FeAl- Al_2O_3 i NiAl- Al_2O_3 otrzymywane metodą mechanicznej syntezy, Kompozyty 2001, 1, 1, 76-78.
- [3] Godlewska E., Mania R., Szczepanik S., Koziński S., Krawiarz J., Some Useful Properties of Fe-Al Intermetallics Obtained by Self Propagating High Temperature Synthesis, Inżynieria Materiałowa 2000, 4, 23, 354-357.
- [4] Szczepanik S., Godlewska E., Mania R., Influence of Hot Forming on the Properties of Fe-Al Intermetallics, Proc. of the 8th Inter. Conf. on Metal Forming - Metal Forming 2000, ed. Pietrzyk et al., Balkema, Rotterdam 2000, 477-484.
- [5] Godlewska E., Mania R., Szczepanik S., Selected Properties of Fe-Al Intermetallics Prepared by Various Processing Routes, Proc. Int. Conf. Environmental Degradation of Engineering Materials, Gdańsk - Jurata 1999, 347-352.
- [6] Szczepanik S., Godlewska E., Mania R., Materiały Fe-Al otrzymane z proszków, Kompozyty 2002, 2, 4, 242-247.

Recenzent
Jacek Kaczmar