

# STISLJIVOST IN SINTERABILNOST VODNOATOMIZIRANIH PRAHOV HITROREZNIH JEKEL Z DODATKOM DELCEV NbC

## COMPRESSIBILITY AND SINTERABILITY OF WATER-ATOMIZED HIGH-SPEED-STEEL-BASED POWDERS WITH NbC PARTICLE ADDITIONS

Borivoj Šustaršič<sup>1</sup>, Darja Koprivnik<sup>2</sup>, Ladislav Kosec<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenija

<sup>2</sup> NTF, Univerza v Ljubljani, Askerčeva 12, 1000 Ljubljana, Slovenija  
borivoj.sustarsic@imt.si

Prejem rokopisa - received: 2002-11-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 2002-11-25

S postopkom vodne atomizacije smo izdelali prah hitroreznega jekla vrste M3/2 po AISI. Z različnim dodatkom (masni delež od 0,5 % do 5 %) drobnih delcev NbC smo izdelali različne prašne mešanice, primerne za sintezo hitroreznega jekla z avtomatskim hladnim enosnim stiskanjem in sintranjem. Z inštrumentiranim orodjem, prigrajenim na univerzalni servo-hidravlični preizkuševalni stroj, smo določili stisljivost mešanic in vpliv dodatka NbC. Stisnjene surovce smo nato sintrali v vakuumski peči v temperaturnem območju med 1160 °C in 1280 °C in ugotavljalji sinterabilnost mešanic v odvisnosti od dodane vsebnosti NbC. Mikrostruktурne preiskave sintranih vzorcev smo izvedli z optičnim in elektronskim mikroskopom. V prispevku so podani rezultati preiskav in ugotovitve, ki nam lahko rabijo pri nadalnjem optimiziranju postopka serijske izdelave izdelkov komplikiranih oblik iz sintranih kompozitnih hitroreznih in orodnih jekel.

Ključne besede: močno legirana kompozitna hitrorezna in orodna jekla, vakuumsko sintranje, stisljivost, sinterabilnost prašnih mešanic, mikrostruktурne preiskave, mehanske preiskave

High-speed-steel-based powder of the type M3/2 AISI (America Iron and Steel Institute) was prepared by water atomization. In addition to this base steel powder a hard phase in the form of fine NbC particles in the range 0.5 to 5 mass % was used. Homogeneous mixtures were obtained by dry turbulent mixing. This type of mixture is appropriate for the P/M synthesis of high-speed steel by automatic uniaxial cold-die compaction and sintering. The compressibility of the powder mixtures and the sinterability of the powder compacts with different NbC contents were then investigated. Microstructures of vacuum-sintered composites were observed with light and scanning electron microscopes. In this article the results of the investigations are presented, as well as some suggestions that can help in the optimisation of the manufacturing of sintered near-net-shaped composite high-speed- and tool-steel-based products.

Key words: wear-resistant high-alloyed high-speed-steel-based composites, compressibility, vacuum sintering, sinterability, microstructural investigations, mechanical testing

## 1 UVOD

Sintrana visoko legirana jekla, med katere spadajo poleg nerjavnih jekel še orodna in hitrorezna (HR), so danes že popolnoma uveljavljeni materiali na mnogih področjih uporabe<sup>1</sup>. Tako se sintrana orodna in HR-jekla uporabljajo kot različna rezalna in obdelovalna orodja za kovine, les in plastiko, kot deli orodij za štance, prebijanje, stiskanje in brizganje ter drugi strojni, konstrukcijski in ležajni elementi, izpostavljeni močni obrabi. Glavna prednost sintranih izdelkov, izdelanih iz teh materialov po postopkih metalurgije prahov (P/M), pred konvencionalnimi litimi ali vroče predelanimi (kovanimi ali valjanimi) je sposobnost P/M, da omogoča ceneno, velikoserijsko izdelavo zahtevnih oblik v ozkih tolerancah. Značilnost sintranih orodnih in HR-jekel je visoka trdota, dobra termična stabilnost, odlična odpornost proti obrabi in zadovoljiva žilavost, čeprav v večini primerov le-ti po mehanskih lastnostih sicer ne dosegajo vroče izostatsko stiskane (HIP; Hot Isostatic Pressing) materiale enake kemične sestave. Sintrana orodna in

HR-jekla lahko izdelamo z zelo visoko vsebnostjo ogljika (od 1,3 % do 2,5 %) in drugih zlitinskih elementov (kot so na primer sorodna HIP-jekla vrste Isomatrix in Vanadis s svojo celotno vsebnostjo od 20 % do 30 %; do 10 % V, 11 % W, 12 % Cr in 10 % Co itd.), ki jih po konvencionalnih postopkih ne moremo izdelati zaradi kemijske in mikrostruktûre heterogenosti. Ta nastane med počasnim ohlajanjem taline v ingotu in jo ne moremo odpraviti tudi z intenzivnimi postopki vroče predelave. Vsi ti problemi pri sintranih jeklih niso tako izraziti, saj izhajamo iz kovinskega prahu oziroma drobnih delcev, ki so zaradi hitrega ohlajanja/strjevanja med izdelavo (atomizacijo) kemijsko in mikrostruktûrnno izredno homogeni. Tudi problemi vroče in hladne predelave odpadejo, saj prah v orodju hladno stisnemo v želeno končno obliko in po sintrjanju (končnem zgoščevanju z difuzijsko vezavo delcev), izdelek potrebuje le še minimum drage kasnejše mehanske obdelave.

Ena od pomembnih prednosti izdelave s P/M postopki je njena fleksibilnost, saj lahko poljubno izdelujemo mešanice iz popolnoma nezdružljivih materialov. Tako

lahko osnovnemu prahu orodnega ali HR-jekla primešamo poljubno izbrano količino trdih (karbidov, nitridov, oksidov itd.) ali mehkih (sulfidi, fluoridi itd.) delcev. Tako izdelamo specialni kompozitni ali gradientni material s "ciljanimi" lastnostmi za točno določen namen uporabe (na primer: kompozit z izboljšano odpornostjo proti obrabi s fretingom, termično stabilnostjo ali odpornostjo proti koroziji v določenem mediju, obdelovalnostjo ali samomazalnimi lastnostmi itd.)<sup>2-5</sup>.

Kompozitna orodna in HR-jekla s povečano vsebnostjo različnih trdih faz so intenzivno študirali že v preteklosti<sup>5-7</sup>. V glavnem so v jekleno matrico dodajali trde kovinske karbide z visokim tališčem, kot so na primer: HfC, NbC, TaC, TiC, VC, WC in ZrC. Kot potencialne dodatke so raziskovali tudi nitride (TiN) in boride (TiB<sub>2</sub>). Glavni namen teh raziskav je bil izdelati material, ki bi imel povečano odpornost proti obrabi pri še zadovoljivi žilavosti. Manj pa so raziskovali termodinamiko in kinetiko reakcij med dodatki trdih faz in izbrano jekleno matrico, ki potekajo med sintezo (sintranjem) takšnega kompozita. Vendar pa je že Bolton s sodelavci<sup>6</sup> ugotovil, da lahko karbidne faze razdelimo na tri skupine, in sicer tiste, ki:

- popolnoma reagirajo oziroma se raztopijo v jekleni matrici (na primer SiC in Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>)
- delno reagirajo (na primer Mo<sub>2</sub>C) ter pospešujejo sintranje in tvorbo novih karbidov
- so najbolj stabilni in praktično ne reagirajo z jekleno matrico, oziroma so v njej netopni (naprimer VC)

Ti zadnji so najprimernejši kot dodatek za sintezo kompozitnega materiala (jekla), ki v poboljšani martenzitni osnovi vsebuje drobno in enakomerno disperzijo trdih delcev. Med takšne dodatke spada tudi NbC, ki ima izredno visoko trdoto ( $HV_{0,2} \approx 2300$ ) in tališče (3873 °C). Je tudi termodinamično stabilen material, saj ima zelo veliko negativno spremembo Gibbsove tvorbene energije ( $\Delta G_f \approx -140 \text{ kJ/mol}$ )<sup>8</sup>, ki je višja celo od VC. Zato naj bi bil NbC zelo primeren dodatek za P/M-sintezo kompozitnih in gradientnih močno legiranih jekel, odpornih proti obrabi.

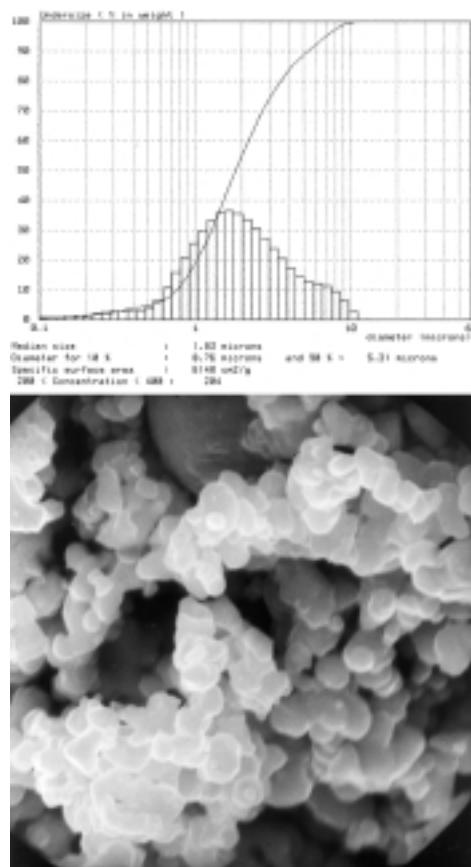
Zgoščevanje surovcev, stisnjениh iz mešanic, ki vsebujejo močno legirane prahove HR-jekel poteka s t. i. postopkom sintranja supersolidus (angl.: SLPS; Super-solidus Liquid-Phase Sintering process). Značilnost tega postopka je, da je zgoščevanje v trdnem praktično zanemarljivo. Intenzivno zgoščevanje se prične šele s pojavom prve tekoče faze (taline)<sup>9-10</sup>. Zato poteka sintranje surovcev iz močno legiranih prahov HR-jekel pri relativno visokih temperaturah (med 1250 °C in 1300 °C). Sintranje mora biti izvedeno v vakuumu ali drugi reduktivni atmosferi (H<sub>2</sub>/CO), ker so vodnoatomizirani jekleni delci površinsko oksidirani in na ta način lahko med sintranjem poteka njihova delna redukcija<sup>11-12</sup>.

V tem prispevku opisujemo način izdelave in preiskave izbranih kompozitnih HR-jekel vrste M3/2, ki smo jih poizkušali dodatno utrditi in povečati njihovo odpornost proti obrabi z dodatkom drobnih delcev NbC.

Na osnovi rezultatov mikrostrukturnih in mehanskih preiskav dajemo nekaj predlogov za izboljšanje in nadaljnje raziskovalno delo na področju sinteze te vrste kompozitnih materialov.

## 2 EKSPERIMENTALNO DELO

Hitrostrjeni močno legirani prah HR-jekla vrste M3/2 po AISI (American Iron and Steel Institute) smo izdelali po postopku vodne atomizacije<sup>12</sup>. Povprečna kemična sestava izbranega jekla je bila: 1,2 % C, 3,8 % Cr, 6,1 % W, 4,8 % Mo in 3,2 % V. Izdelani prah je vseboval tudi relativno veliko kisika (2,6 g/kg), kar je značilnost vodne atomizacije. Postopek izdelave prahu in njegovo karakterizacijo smo opisali že prej<sup>12-13</sup>. Izdelani jekleni prah je imel delce nepravilne oblike s povprečno velikostjo 26 µm. Ker je bil po atomizaciji prah odsejan na situ 63 µm so bili vsi prašni delci manjši od te velikosti. S suhim mešanjem v turbula-mešalcu smo nato pripravili različne mešanice tako, da smo osnovnemu jeklenemu prahu dodali 0,5 % grafita, 0,5 % organskega trdnega maziva (diamidna smola C<sub>wax</sub>) ter masnim deležem drobnih delcev NbC 0,5 %, 1,5 %, 3,0 % in 5,0 % (slika 1). Trdno organsko mazivo zmanjšuje trenje



Slika 1: a) Velikostna porazdelitev NbC-delcev in b) SEM posnetek NbC-delcev kroglične oblike z vidno tendenco k skepljanju

**Figure 1:** a) Particle size distribution of NbC and b) SEM micrograph of very fine NbC particles with clearly visible granular form and a tendency to agglomerate

med hladnim stiskanjem, medtem ko grafit deluje kot reducent površinsko oksidiranih jeklenih delcev in pospeševalec sintranja<sup>13</sup>.

Sintezo kompozitnega HR-jekla z različno vsebnostjo NbC smo izvedli z enoosnim oboje-stranskim hladnim stiskanjem prašnih mešanic v valjčke (premer 24 mm × 18 mm) in njihovim vakuumskim sintranjem. Valjčke smo stiskali na mehanski stiskalnici 500 kN pri tlaku cca 850 MPa na zeleno gostoto od 6,05 g/cm<sup>3</sup> do 6,15 g/cm<sup>3</sup> oziroma od 75 % do 77 % teoretične gostote (T.G.). Zeleno gostoto stisnjениh valjčkov smo določili z merjenjem njihovih dimenzijs in tehtanjem. Stisljivost prašnih mešanic smo določili z instrumentirano napravo, prizgrajeno na univerzalni preizkuševalni stroj Instron 1255<sup>14</sup>.

Preizkuse sintranja smo izvajali v pilotni vakuumski peči s hitrostjo ogrevanja 15 °C/min na temperaturo sintranja. Valjčke smo držali 5 minut na temperaturah sintranja v območju med 1160 °C in 1280 °C. Do 900 °C smo v peči vzdrževali vakuum [(10<sup>-2</sup> - 10<sup>-3</sup>) mbar]. Nad to temperaturo pa smo vzdrževali rahel podtlak (10<sup>-1</sup> mbar) s pretokom dušika. Končno hitro ohlajanje sintranih vzorcev s temperature sintranja smo izvajali z močnim tokom dušika, ki ga ustvarja v peči visokotlačna turbina (tlak N<sub>2</sub> je bil 5 barov). Po sintranju smo izmerili dimenije sintrancev, jih stehtali ter izračunali izgubo mase in sintrano gostoto. Gostoto vzorcev z zaprto poroznostjo smo določili tudi piknometrično z Mohrovo tehtnico. Trdoto sintranih vzorcev smo določili z Rockwellovim (HRc) meritnikom trdote.

Za mikrostrukturne preiskave smo s standardnim postopkom izdelali metalografske obruske. Polirane in jedkane (nital) obruske smo pregledali pod optičnim in elektronskim vrstičnim mikroskopom (SEM).

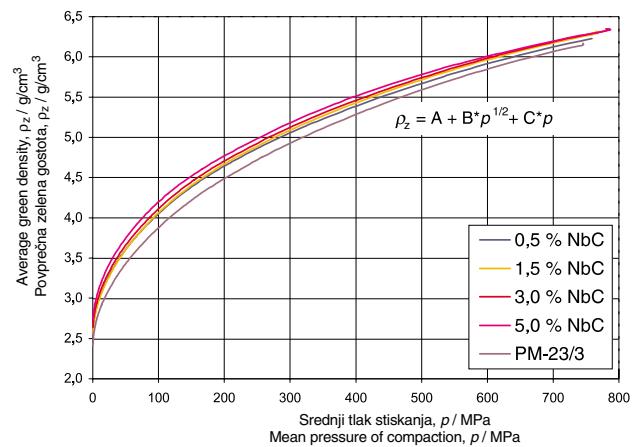
### 3 REZULTATI IN RAZPRAVA

#### 3.1 Enoosno obojestransko stiskanje

Dobljene krivulje stisljivosti imajo obliko (slika 2), značilno za stiskanje kovinskih prahov. Kovinski prašni delci se med hladnim stiskanjem plastično deformirajo in med seboj hladno zvarijo. Na površini delcev je organsko mazivo, ki zmanjšuje trenje med delci in trenje nastajajočega surovca s površino orodja. Z naraščajočo gostoto se trdno mazivo in drugi dodatki izrivajo v preostale pore. Krivulje stisljivosti lahko izrazimo z enostavno empirično polinomsko zvezo med doseženo povprečno zeleno gostoto  $\rho_z$  in uporabljenim tlakom stiskanja  $p$ , ki ima naslednjo obliko<sup>15</sup>:

$$\rho_z = A + B \cdot \sqrt{p} + C \cdot p \quad (1)$$

Čeprav so  $A$ ,  $B$  in  $C$  empirični parametri, ki smo jih z regresijsko analizo izračunali na osnovi dobljenih krivulj stisljivosti, imajo vsak svoj fizikalni pomen. Parameter  $A$  pomeni začetno nasipno gostoto prahu, ki je odvisna od morfologije (velikosti, oblike, stanja površine) delcev. V parametrih  $B$  in  $C$ , ki sicer opisujeta višino in nagib

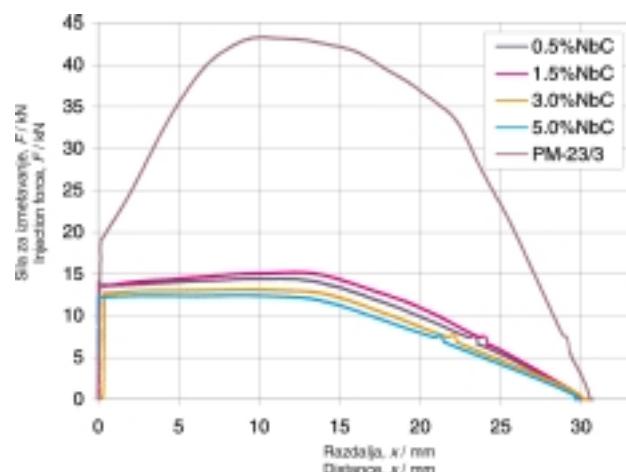


Slika 2: Krivulje stisljivosti izdelanih prašnih mešanic, dobljene med hladnim enoosnim stiskanjem

Figure 2: Compressibility curves, obtained during uniaxial cold compaction of prepared powder mixtures with different contents of NbC particles

krivulje stisljivosti pa se skrivajo notranje fizikalno-kemijske lastnosti kovinskih delcev, od katerih je odvisna njihova sposobnost za plastično preoblikovanje oziroma utrjevanje in hladno zvarjanje (trdota, napetost tečenja, preoblikovalna trdnost, duktilnost).

Najslabše se stiska čisti prah HR-jekla, ki nima dodatka trdnega maziva in delcev NbC. Na sliki 2 je prikazano, da dodatek trdih NbC-delcev rahlo poveča zeleno gostoto surovcev na celotnem področju uporabljenih tlakov enoosnega stiskanja. Teoretična gostota jeklenih delcev je nekoliko večja (cca 8,0 g/cm<sup>3</sup>) kot je le-ta za NbC (cca 7,82 g/cm<sup>3</sup>). Zato si ta pojav lahko razložimo le s tem, da precej drobnejši (cca 2 µm) NbC-delci učinkovito polnijo prazne prostore med precej večjimi (cca 25 µm) jeklenimi delci. Presenetljivo pa je to, da dodatek majhnih trdih NbC-delcev ne poveča notranjega trenja med hladnim stiskanjem in tudi ne sil



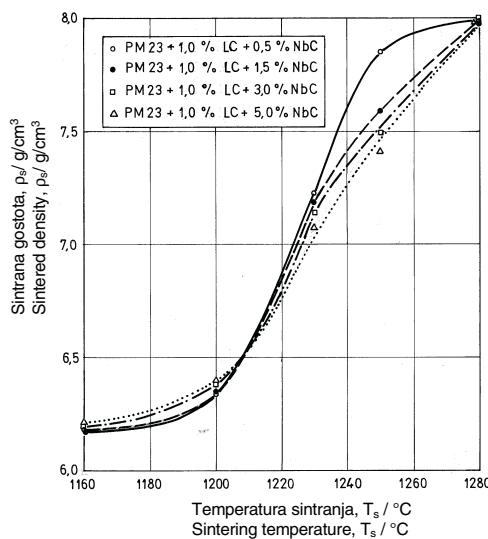
Slika 3: Krivulje izmetavanja surovcev, dobljene med hladnim enoosnim stiskanjem izdelanih mešanic

Figure 3: Injection curves, obtained during the ejection of green compacts with different contents of NbC particles

(trenja na steni z orodjem), potrebnih za izmetavanje surovcev. Sile izmetavanja se celo rahlo zmanjšujejo z naraščajočim dodatkom vsebnosti NbC-delcev (**slika 3**). Ta pojav lahko pripisemo zmanjšanju adhezije zaradi prisotnosti keramičnih delcev, ki zmanjšujejo neposredni stik kovina-kovina in lepljenje surovca na stene orodja.

### 3.2 Sintranje

Predhodne dilatometrične preiskave in preizkusi sintranja<sup>12</sup> so pokazali, da se pospešeno zgoščevanje te vrste prahov prične šele, ko je temperatura tako visoka, da nastane dovolj tekoče faze (taline). Nastanek te omogoči zgoščevanje, ki poteka z mehanizmom viskoznega tečenja<sup>9-10</sup>. Zanj je značilna hitra sekundarna preureditev delcev zaradi velikih kapilarnih tlakov taline. Takšen način zgoščevanja je značilen za materiale, ki se zadovoljivo zgoščujejo med sintranjem le ob prisotnosti tekoče faze, ki nastaja šele nad linijo solidus. Zato se takšen postopek sintranja tudi imenuje supersolidus oziroma kar okrajšano SLPS. **Slika 4** prikazuje krivulje sintranja, izdelane na osnovi praktičnih preizkusov sintranja surovcev z različno vsebnostjo NbC-delcev. Krivulje imajo obliko, ki je značilna za postopek SLPS. Iz krivulj je razvidno, da se v vseh primerih intenzivno zgoščevanje prične šele nad 1220 °C, ko je na mejah med zrni že nastalo dovolj taline in je surovec že delno izgubil svojo togost. V vseh primerih smo največjo sintrano gostoto dosegli pri najvišji uporabljeni temperaturi sintranja. Vendar lahko jasno opazimo, da dodatek NbC-delcev zavira zgoščevanje. Ugotovimo namreč lahko, da so v temperaturnem območju intenzivnega zgoščevanja (med 1220 °C in 1250 °C) sintrane gostote odvisne od vsebnosti NbC-delcev. Lepo je razvidno, da višja kot je vsebnost NbC-delcev, manjša je dosežena

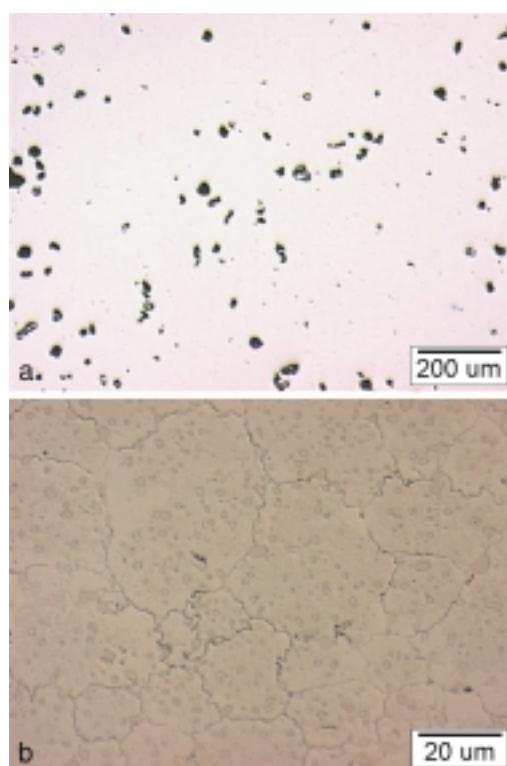


**Slika 4:** Krivulje vakuumskoga sintranja surovcev, izdelanih iz izbranih prašnih mešanic HR-jekla z različno vsebnostjo NbC-delcev  
**Figure 4:** Densification curves for vacuum sintering of green compacts made of selected HAS powder mixtures with different contents of NbC particles

gostota pri dani temperaturi sintranja. Pojav si lahko razložimo na naslednji način: pri temperaturi sintranja majhni in še trdni NbC-delci zmanjšujejo viskoznost nastajajoče taline in posredno tudi kapilarne tlake ter s tem zavirajo preurejanje delcev in zgoščevanje. Do podobnih sklepov so prišli tudi drugi raziskovalci<sup>5</sup>.

Na **slikah 5 in 6** so prikazani posnetki značilnih mikrostruktur sintranega kompozitnega HR-jekla z dodatkom 0,5 % NbC, dobljenih pri dveh najvišjih temperaturah sintranja. **Sliki 5 a in 6 a** prikazujeta posnetke poliranih mikrostruktur, ki so vidne v optičnem mikroskopu. Razločimo lahko morfologijo in delež poroznosti ter obliko vsake posamezne pore. Na **slikah 5 b in 6 b** pa so prikazani posnetki jedkanih mikrostruktur pri večjih povečavah, kjer lahko razločimo tudi druge mikrostrukturne elemente: posamezna zrna, evtekske karbide na mejah med zrni, sferične karbide vrste MC in poroznost.

Na **slikah 5a in 5b** sta prikazana posnetka mikrostruktur dobljenih pri temperaturi sintranja 1250 °C, pri kateri je zgostitev še relativno skromna (cca 95 % T.G.).

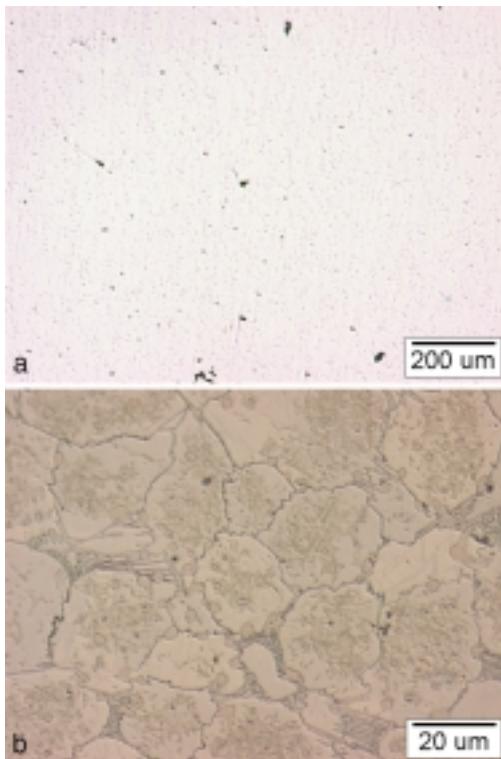


**Slika 5:** Posnetki mikrostruktur relativno slabo zgoščenega kompozitnega HR-jekla z masnim deležem 0,5 % NbC, sintranega pri 1250 °C/5 minut z dobro vidnimi mikrostrukturnimi elementi: a) morfologija in porazdelitev por (polirano, izvirna povečava 50-krat) in b) velikost in oblika zrn martenzitne osnove, primarni evtekski in kroglični MC-karbidi (jedkano z nitalom, izvirna povečava 500-krat).

**Figure 5:** LM micrographs of sintered (at 1250 °C/5 min.) composite PM-23+0.5% NbC with clearly visible microstructural elements: a) relatively poorly densified material (polished sample, original magnification, 50 times) and b) size and grain shape with martensitic steel matrix and fine spherical MC carbides (etched sample - nital, original magnification, 500 times).

Večje okrogle pore so na mejah med zrnji, nekatere pa so ostale znotraj zrn (lunker oziroma porozni prašni delci). Mikrostrukturne preiskave so pokazale, da tudi pri najvišji izbrani temperaturi sintranja nismo dosegli popolne zgostitve (**sliki 6 a in 6 b**). Pri tej temperaturi sintranja je dosežena 99,5-odstotna zgostitev, a prišlo je tudi že do nastanka prevelike količine taline, zaradi česar so med ohlajanjem nastajali po mejah zrn evtekski karbidi z značilno morfologijo ribje kosti. Ti negativno vplivajo na mehanske lastnosti sintranega jekla (predvsem na lomno žilavost). Zato lahko sklenemo, da je material pri tej temperaturi že presintran in je optimalna temperatura sintranja nekje med 1250 °C in 1280 °C.

Popolno zgostitev surovcev iz prahov HR-jekel je zelo težko doseči pri relativno nizkih temperaturah in majhni količini taline. Čim pa je temperatura sintranja le malenkost previsoka, je količina taline že prevelika ter prihaja tudi do pretirane rasti kristalnih zrn in karbidov. Zato govorimo o t. i. oknu sintranja (angl.: sintering window) in platoju sintranja, ki ponazarja območje temperatur sintranja z največjo dosegljivo gostoto. Da bi



**Slika 6:** Posnetki mikrostruktur relativno dobro zgoščenega kompozitnega HR-jekla z masnim deležem 0,5 % NbC, sintranega pri 1280 °C/5 minut z dobro vidnimi mikrostrukturnimi elementi: **a)** morfologija in porazdelitev por (polirano, izvirna povečava 50-krat) in **b)** velikost in oblika zrn martenitne osnove, primarni evtekski in kroglični MC-karbidi (jedkano z nitalom, izvirna povečava 500-krat).

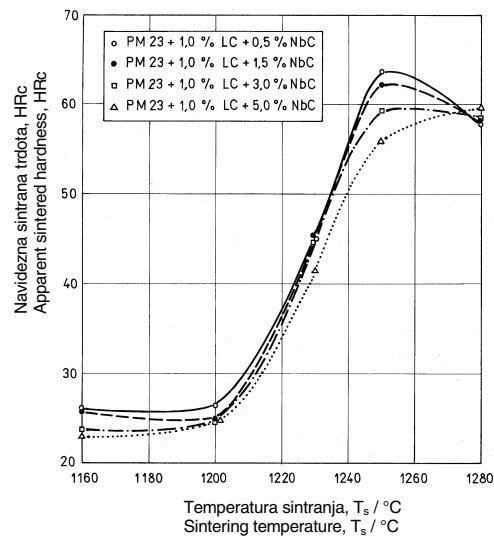
**Figure 6:** LM micrographs of sintered (at 1280 °C/5 min.) composite PM-23+0.5% NbC with clearly visible microstructural elements: **a)** pore distribution, pore size and shape (polished sample, original magnification, 50 times) and **b)** size and grain shape with martenitic steel matrix, carbide eutectic and spherical MC carbides (etched sample - nital, original magnification, 500 times).

preprečili pretirano rast kristalnih zrn in karbidov, sedaj iščemo rešitve v smeri kombinacije sintranja v vakuumu pri nižjih temperaturah do zaprte poroznosti in nato uporabe nadtlaka (do 10 MPa), ki omogoča popolno zgostitev (PAS; Pressure Assisted Sintering process in Sinter/HIP).

### 3.3 Mehanske preiskave

V okviru mehanskih preiskav kompozitov smo za zdaj izmerili samo njihovo navidezno sintrano trdoto (angl.: apparent Rockwell hardness). Navidezno jo imenujemo zato, ker so sintranci še porozni in na izmerjene vrednosti vpliva tudi ta. Krivulje izmerjene navidezne trdote naj bi bile skoraj identične oblike kot krivulje sintranja. Razlika je le v tem, da nam meritev trdote pokaže tudi to, kdaj je material presintran in se je nahajal na t. i. planoti ali platoju sintranja oziroma je bila presežena optimalna temperatura sintranja. Takrat začne trdota padati, ker se zaradi previsokih temperatur sintranja prične zopet rahlo povečevati poroznost sintrancev (sprememba topnosti, napihovanje itd.). Poleg tega z naraščajočo temperaturo pričnejo pretirano rasti kristalna zrna in karbidi. Ugotovimo torej lahko, da je merjenje trdote sintrancev učinkovita metoda, s katero določimo optimalne pogoje sintranja.

Nasprotno od krivulj sintranja nam vse krivulje dosežene navidezne trdote (**slika 7**) že kažejo plato sintranja. V vseh primerih lepo vidimo, da je za vse mešanice z dodatkom NbC 1280 °C previsoka temperatura sintranja, saj trdota močno pade. Čeprav bi pričakovali naraščanje trdote z naraščajočim deležem trdih NbC-delcev, se to ni zgodilo. Največjo trdoto po sintranju ima vzorec z najmanjšo vsebnostjo NbC, ali



**Slika 7:** Krivulje navidezne trdote po Rockwellu, podane v odvisnosti od temperaturje sintranja, izbranih kompozitnih HR-jekel z različno vsebnostjo NbC-delcev.

**Figure 7:** The apparent Rockwell hardness versus sintering temperature for selected HAS powder mixtures with different contents of NbC particles

nasprotno, najmanjšo trdoto ima vzorec z največjo vsebnostjo NbC. Vzrok za to je predhodna ugotovitev, da dodani NbC zavira zgoščevanje in pri izbrani temperaturi sintranja stopnja zgostitve pada z naraščajočo vsebnostjo NbC delcev. Dosežena navidezna trdota je relativno nizka tudi v absolutnem smislu (cca 59 HRC za mešanico z masnim deležem 5 % NbC), ne oziraje se na stopnjo zgostitve. Do podobnih ugotovitev so prišli tudi drugi raziskovalci<sup>5</sup>. Pričakovan razvoj trdote so dosegli šele po topotni obdelavi sintrancev. Po sintranju moramo ta jekla še topotno obdelati (kaliti pri 1150 °C do 1230 °C in popuščati 3-krat pri 500 °C do 550 °C). Topotna obdelava pa materialu izboljša tudi žilavost.

#### 4 SKLEPI

Raziskave stisljivosti in sinterabilnosti izbranih prašnih mešanic so pokazale:

- da se z naraščajočo vsebnostjo izbranega dodatka, stisljivost prašnih mešanic in samo izmetavanje surovcev izboljšuje.
- Izboljšanje stisljivosti z naraščajočo vsebnostjo drobnih NbC-delcev si razlagamo z mehanizmom učinkovitega polnjenga medprostorov med osnovnimi jeklenimi delci. Ti pa tudi zmanjšujejo trenje na steni orodja, ker preprečujejo adhezijo (lepljenje surovca na stene orodja) zaradi tega, ker preprečujejo neposreden kovinski stik.
- Analize rezultatov krivulj stisljivosti so pokazale, da je odvisnost med povprečno zeleno gostoto in tlakom stiskanja pri hladnem enoosnem stiskanju izbranih prašnih mešanic HR-jekel možno opisati s polinomsko enačbo, katere koeficient polinoma  $n$  je enak 0,5.
- Sintetizirali smo kompozitno HR-jeklo z različno vsebnostjo obrabno odpornih karbidov vrste MC (NbC), ki so enakomerno porazdeljeni v kovinski osnovi iz popuščenega martenzita.
- Na osnovi preizkusov vakumskega sintranja hladno stisnjениh surovcev izdelane krivulje sintranja kažejo na to, da se vse mešanice zgoščujejo s t. i. SLPS-postopkom sintranja.
- Merjenje navidezne trdote sintrancev je metoda, s katero učinkovito določimo optimalne pogoje SLPS-postopka sintranja, ker meritve pokažejo, kdaj je material presintrjan in je na planoti sintranja presežena optimalna temperatura sintranja.
- Izbrani procesni parametri nam niso omogočili doseči popolno zgoščenih kompozitov, ne da bi pri tem nastala prevelika količina taline, ki povzroča pretirano rast kristalnih zrn in karbidov.
- Krivulje sintranja prikazujejo, da dodatek NbC relativno malo vpliva na sintranje mešanic pri nižjih temperaturah, ko poteka le sintranje v trdnem. Z

začetkom tvorbe tekoče faze (nad 1220 °C) se zgoščevanje mešanic, ki vsebujejo NbC pospeši. Intenzivnost zgoščevanja je odvisna od vsebnosti NbC. Ker je največja pri mešanici z masnim deležem 0,5 % NbC lahko sklenemo, da dodatek NbC zavira zgoščevanje. To si lahko razložimo s tem, da dodatek, drobnih, na temperaturi sintranja trdnih NbC-delcev, povečuje viskoznost taline in tako zavira mehanizem viskoznega tečenja, ki kontrolira zgoščevanje z SLPS-postopkom.

#### 5 LITERATURA

- <sup>1</sup>J. Bolton: Modern developments in sintered high speed steels, Part I. and II., Metal Powder Report (MPR), 51(1996)1, 30-38 in 51(1996)2, 33-36
- <sup>2</sup>C. S. Wright, J. D. Bolton, M. M. Rebbeck, A. S. Wronski: Recent Developments in Sintered HSS: Control of Microstructure and Optimisation of Mechanical Properties, Proceedings of the First International High Speed Steel Conference, Leoben, Austria, March, 1990, 93-98
- <sup>3</sup>B. Martin, C. S. Wright, L. Vincent, A. S. Wronski: Potential of sintered HSS in antifretting applications, Powder Metallurgy, 42(1999)1, 63-69
- <sup>4</sup>R. J. Henry, P. R. Brewin: Properties and Applications of Modified PM HSS in Wear Resistant Situations, MPR, 44(1989)9, 763-767
- <sup>5</sup>J. M. Torralba, E. Gordo: Stainless steels and other high alloy steels; Particulate High Speed Steel Matrix, Proceedings of the Special Interest Seminar, Powder Metallurgy World Congress, European Powder Metallurgy Association, Granada, Španija, 1998, 47-53
- <sup>6</sup>J. D. Bolton, A. J. Gant: Phase reactions and chemical stability of ceramic carbide and solid lubricant particulate additions within sintered high speed steel matrix, Powder Metallurgy, 36(1993)4, 267-274
- <sup>7</sup>J. D. Bolton, A. J. Gant: Heat treatment response of sintered M3/2 HSS composites containing additions of MnS, NbC and TiC, Powder Metallurgy, 39(1996)1, 27-35
- <sup>8</sup>TAPP, FEB software, A database of Thermochemical and Physical, E.S. Microware Inc., Cincinnati, Ohio, ZDA, 1990
- <sup>9</sup>R. M. German: Sintering Theory and Practice, John Wiley & Sons Inc., New York, ZDA, 1994
- <sup>10</sup>R. M. German: Liquid Phase Sintering, Plenum Press, New York, ZDA, 1985
- <sup>11</sup>A. S. Wronski, C. S. Wright, I. Iturriza: Some Recent Developments in Direct Sintering of Water-Atomised HSS Powders to Full Density, PM Stainless steels and other high alloy steels, Special Interest Seminar, PM World Congress and Exhibition, oktober 1998, Granada, Španija
- <sup>12</sup>B. Šuštaršič: Kompozitno hitrorezno jeklo s trdnim mazivom, Doktorska disertacija, Oddelek za metalurgijo in materiale, Naravoslovnotehniška fakulteta, Univerza v Ljubljani, december 2000
- <sup>13</sup>B. Šuštaršič, L. Kosec, M. Jenko, V. Leskovšek: Vacuum sintering of water-atomised HSS powders with MoS<sub>2</sub> additions, Elsevier Science Ltd, Vacuum, 61(2001), 471-477
- <sup>14</sup>B. Šuštaršič, L. Kosec, T. Špan, M. Jelenko, M. Torkar: Instrumen-tirana naprava za analizo vedenja kovinskih prahov med hladnim enoosnim stiskanjem, Materiali in Tehnologije, 35(2001)6, 351-360
- <sup>15</sup>G. F. Bocchini: Principles of Metal Powders Compaction, EPMA, Powder Compaction, Lecture Proceedings of : An Intensive short course, Turin, Italija, oktober 1996, 2-20