

ZASTOSOWANIE TRANSMISYJNEJ MIKROSKOPII ELEKTRONOWEJ W BADANIACH MATERIAŁÓW WIELOFAZOWYCH

W dniach od 10 do 13 stycznia br. odbywało się seminarium poświęcone problematyce wykorzystania technik transmisyjnej mikroskopii elektronowej w badaniach materiałów wielofazowych, zorganizowane przez członków Komisji Metalurgiczno-Odlewniczej PAN, pracujących w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN oraz na Wydz. Mat.-Fiz.-Tech. UP KEN, przy



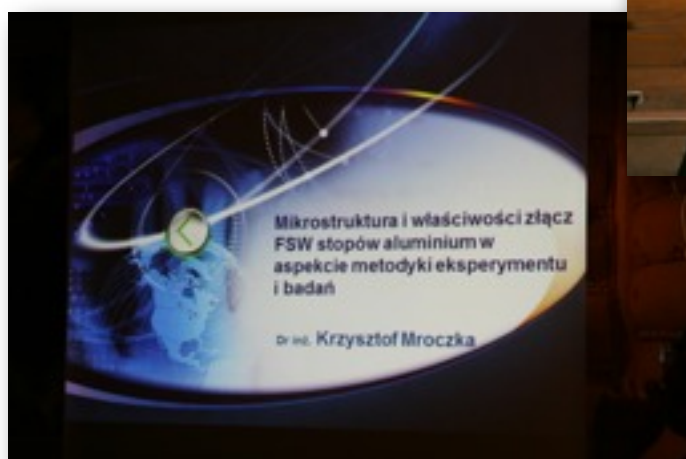
współdziałaniu organizacyjnym Polskiego Towarzystwa Stereologicznego w zimowej scenerii w pensjonacie

TOPORÓW w Białce Tatrzańskiej uczestnicy seminarium z IMIM PAN, IT UP KEN, IMN O/ML, Wydziału Odlewnictwa i Wydziału Metali Nieżelaznych AGH, mieli możliwość



wysłuchania dziewięciu wykładów, a także uczestnictwa w dyskusjach moderowanych przez profesorów Jana Dutkiewicza i Jerzego Morgiela z IMIM PAN.

Tego rodzaju seminaria stwarzają nie tylko możliwość pogłębienia wiedzy w zakresie mikroskopii elektronowej,



nowych metod badawczych oraz interpretacji wyników, ale również stanowią forum wymiany doświadczeń dla młodych pracowników z różnych placówek naukowo-badawczych i naukowo-dydaktycznych. Tematykę poszczególnych wykładów, które wzbudziły tak ogromne zainteresowanie uczestników seminarium wraz ze streszczeniami zamieszczamy, jako załącznik do niniejszej informacji.

Streszczenia wybranych referatów:

Dr inż. Krzysztof Mroczka,

Mikrostruktura i właściwości złączy FSW stopów aluminium w aspekcie metodyki eksperymentu i badań

Technologia Friction Stir Welding (FSW) umożliwia wykonywanie złączy zgrzewanych materiałów o różnym składzie chemicznym i mikrostrukturze, znacząco różniących się właściwościami fizykochemicznymi i mechanicznymi, które są w formie blach, płyt, płaskowników lub profili. Złącza FSW charakteryzują się bardzo dużą niejednorodnością mikrostruktury na przekrojach złącza oraz asymetryczną budową. Jest to wynikiem wielokierunkowego i dynamicznego płynięcia materiału, o zróżnicowanym stopniu odkształcenia plastycznego, które jest rezultatem ruchu narzędzia zgrzewającego. Kierunki i zakres odkształcenia materiału podczas zgrzewania są zależne od szeregu czynników: wielkości i kształtu poszczególnych części narzędzia FSW (trzcienia i wieńca oporowego), parametrów zgrzewania (prędkości obrotowej i liniowej narzędzia), temperatury oraz właściwości zgrzewanych materiałów. Tak znaczna ilość czynników wpływających na procesy powodujące tworzenie się złącza oraz znaczne zróżnicowanie jego budowy, wymaga określenia metodyki, zarówno w odniesieniu do przeprowadzanych eksperymentów zgrzewania, jak i prowadzonych badań mikrostruktury i właściwości. W referacie omówiono zagadnienia związane ze zgrzewaniem FSW stopów aluminium.

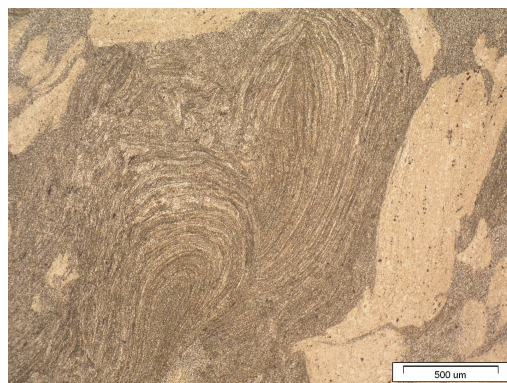
Metodyka eksperymentu dotyczy sposobu wytypowania narzędzia zgrzewającego FSW oraz parametrów i warunków zgrzewania. W pierwszej kolejności rozpatrywane powinny być najprostsze (w kształcie) trzcienie (np. walec z gwintem na powierzchni) oraz, najczęściej stosowany, wieniec oporowy ze spiralnym rowkiem. W przypadku braku uzyskania złączy dobrych jakościowo – oceniając jej makroskopowo – należy podjąć próby stosowania narzędzia typu „Triflute”. Brak wad po stronie lica zgrzeiny nie oznacza braku wad wewnątrz złącza. Tego typu wady eliminuje się najczęściej przez zmianę parametrów zgrzewania. Ze względów ekonomicznych (wydajność procesu) najczęściej zakład się duża prędkość liniową narzędzia poszukując stosownej prędkości obrotowej. Dodatkowym aspektem branym pod uwagę przy tych działaniach jest możliwość przesunięcia linii zgrzewania w kierunku jednego ze zgrzewanych materiałów (stosuje się w przypadku złączy tzw. różnoimiennych, np. 2017A/AK9 stopów Al). Przykładowe złącze FSW z dobrą



jakością lica ale z wadami wewnątrz złącza pokazano na rysunku 1.

Rys. 1. Złącze FSW stopów aluminium AK9 (AlSi9Mg) i 2017A (prawa strona) z wadą wewnątrz złącza

Sposób planowania badań złącz FSW stopów aluminium lub innych umacnianych wydzieleniowo powinien uwzględniać możliwość rozpuszczenia (podczas zgrzewania) wydzielań umacniających oraz osiągnięcie metastabilnego stanu – częściowego przesycenia. Zależnie od miejsca na przekroju złącza, temperatura może osiągnąć wartość nawet 540 oC. Mimo krótkiego czasu oddziaływania wysokiej temperatury ale przy znacznym odkształceniu plastycznym, w niektórych stopach aluminium obserwuje się wspomniany stan częściowego przesycenia po zgrzewaniu. Wniosek taki wynika z obserwacji – wzrost twardości w wyniku starzenia (naturalnego oraz sztucznego). Zatem warunki przechowywania złącz, czas ich badania oraz ewentualna obróbka cieplna muszą być brane pod uwagę. Kolejnym problemem jest znaczne zróżnicowanie mikrostruktury. Wskazują na to obserwacje makro i mikroskopowe oraz profile twardości analizowane na różnych przekrojach (wzdłużnych i poprzecznych) złącz. Podstawowy poziom twardości w poszczególnych obszarach najczęściej związany jest z wielkością ziarna, a dopiero następnie z procesami wydzielenia faz umacniających. Warunki termodynamiczne występujące w środkowej części złącza podczas zgrzewania (tzw. strefie uplastycznienia termodynamicznego, której częścią jest również, tzw. jądro zgrzeiny) umożliwiają zaistnienie procesów odnowy mikrostruktury. Większość źródeł literaturowych podaje rekrytalizację, jako podstawowy proces transformacji mikrostruktury. Jednak są również opinie wskazujące na daleko idące procesy zdrowienia (w tym poligonizacja i koalescencja podziarn, podobne jak w procesach ECAP), jako transformujące mikrostrukturę, przynajmniej w niektórych obszarach złącza. Zagadnienie to jest niezwykle trudne do badania ze względu na konieczność stosowania Transmisyjnej Mikroskopii Elektronowej (TEM) oraz techniki FIB (In-situ Focused Ion Beam) umożliwiającej precyzyjne wybranie miejsca analizy. Mimo tak zaawansowanych i kosztownych technik badania uzyskanie wniosków umożliwiających opis całej mikrostruktury złącza wydaje się być niemożliwy ze względu na wspomniane już zróżnicowanie mikrostruktury odnoszące się do obszarów nawet wielkości mikrometrów. Najczęściej w opracowaniu metodyki badań złącz FSW bierze się pod uwagę mikroskopię świetlną, elektronową skaningową (SEM) z wykorzystaniem technik EDS (Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy) oraz EBSD (Elektron Backscatter Diffraction) – co umożliwia ocenę wielkości ziaren, kątów ich dezorientacji, zróżnicowania składu chemicznego, rozkładu i wielkości wydzielań (wydzielenia umacniające muszą być badane wspomnianą już techniką TEM), jak również do oceny budowy złącz na poziomie makrostruktury. Badania mechaniczne najczęściej sprowadzają się do wykonania rozkładów mikrotwardości oraz statycznych prób rozciągania oraz zginania. Na rysunku 2 pokazano fragment złącza FSW stopów aluminium AK9/2017A obserwowany na przekroju wzdłużnym (pod powierzchnia lica złącza), jako przykład zróżnicowania mikrostruktury złącza.



Rys. 2. Mikrostruktura fragmentu złącza FSW stopów aluminium AK9(AlSi9Mg)/2017A

dr inż. Ewa Olejnik,

Warstwy i strefy kompozytowe otrzymywane in situ w stopach Fe i Ni

Generalnie materiały odporne na zużycie ściernie możemy podzielić na objętościowe i lokalnie utwardzane. Materiały objętościowe cechują się zbliżonymi właściwościami w całym przekroju. Zwykle obserwuje się tendencję, że materiał twardy jest kruchy, a miękki plastyczny i nieodporny na zużycie ściernie. W przypadku elementów lokalnie utwardzanych lub warstwowych możliwe jest uzyskanie korzystnej korelacji pomiędzy dużą twardością powierzchni roboczej, a równocześnie plastycznością rdzenia danego detalu.

Jednym ze sposobów otrzymywania twardych warstw kompozytowych w odlewach jest, wykorzystanie syntezy SHS. Umożliwia ona otrzymywanie twardych faz ceramicznych w wyniku reakcji zachodzącej pomiędzy reaktywnymi substratami wprowadzonymi do formy, a ciekłym stopem. W efekcie tego procesu dochodzi do syntezy in situ węglików w warstwie powierzchniowej odlewu lub większej jego strefie.

W ramach prezentowanej pracy przedstawiono wyniki dotyczące syntezy warstw kompozytowych otrzymywanych in situ w odlewanych na bazie stopów Fe i Ni. Omówiono metodykę ich wytwarzania w żeliwie szarym, ferrytycznego żeliwa sferoidalnym oraz w fazie Ni₃. Przedstawiono ogólne zasady projektowania procesu technologicznego podczas wytwarzania warstw oraz stref kompozytowych dla wskazanych stopów odlewniczych. Zamieszczono badania metalograficzne, strukturalne i mechaniczne wytworzonych warstw kompozytowych. Określono parametry tribologiczne wytworzonych warstw, w tym ich współczynniki tarcia oraz wskaźniki zużycia. Zweryfikowano wpływ dodawanych substratów reakcji syntezy, na przebieg procesu krystalizacji stopu bazowego w obrębie warstwy i strefy kompozytowej. Stwierdzono zmiany składu chemicznego stopu w obrębie syntetyzowanej warstwy. W przypadku żeliwa szarego analiza krzywych chłodzenia stopu, w obrębie warstwy kompozytowej, wykazała zmianę składu z podeutektycznego na eutektyczny. Grubość otrzymanej warstwy kompozytowej mieściła się w zakresie od 1×10^{-4} do 4×10^{-3} m w zależności od sposobu oraz masy wprowadzanych do formy substratów reakcji syntezy.

dr inż. Krzysztof Ziewiec

Stopy z amorficzną osnową otrzymywane z zakresu niemieszalności w stanie ciekłym

Przemiana monotektyczna $L_1 \rightarrow S + L_2$, w której jedna macierzysta faza ciekła L_1 rozkłada się jednocześnie na jedną fazę stałą i inną fazę ciekłą L_2 jest obserwowana w wielu stopach wykazujących zakres braku mieszalności w stanie ciekłym. Przemiana ta, która obejmuje jednoczesne zarodkowanie i kooperatywny wzrost dwóch lub więcej faz w jednej fazie ciekłej, przedstawia ciekawy przykład skomplikowanej przemiany fazowej w badaniach podstawowych procesów krzepnięcia. Jednocześnie, niektóre stopy monotektyczne, takie jak Cu-Pb, Al-Pb, Al-Bi, Al-In oraz Fe-Mn-S itp., są potencjalnymi materiałami na zaawansowane łożyska ślizgowe w przemyśle motoryzacyjnym. Podstawą spełnienia tego warunku jest zastosowanie przyspieszonego chłodzenia. W ostatnich dziesięcioleciach główne zainteresowanie stopami

Dla niektórych układów równowagi fazowej, takich jak Cu-Co, Cu-Fe, Cu-Cr oraz Cu-Nb itp., w cieczy występuje metastabilny podział faz. Oznacza to, że do podziału tego dochodzi, gdy stop w stanie ciekłym zostanie przechłodzony poniżej metastabilnego zakresu niemieszalności. Układy takie, charakteryzujące się prawie płaską linią likwidus

oraz dodatnim odchyleniem od prawa Raoult'a, wykazują zdecydowaną skłonność termodynamiczną do występowania niemieszalności. Aby do takiego podziału doszło, szybkości chłodzenia muszą przekraczać wartości krytyczne. Wiadomo, że obecność niskotopliwych eutektyk w stopach żelaza z krzemem i borem oraz miedzi z niklem i fosforem stwarza możliwość występowania zwiększonej podatności na amorfizację. Przypuszcza się, że wykorzystując zakres braku rozpuszczalności w stanie ciekłym oraz stosując odpowiednie domieszkowanie stopów zawierających miedź oraz żelazo można otrzymać kompozyty amorficzno-krystaliczne.

Przeprowadzone badania wskazują, że w stopach Ni-Cu-Fe-P, Fe-Ni-Cu-P-Si-B, Ag-Cu-Ti oraz Ni-Ag-P możliwe jest wytworzenie struktury kompozytowej złożonej z fazy amorficznej oraz miękkiej ciągliwej fazy krystalicznej. Ponadto w amorficzno-krystalicznych stopach Ag-Cu-Ti krystalizacja amorficznej osnowy powoduje podwyższenie twardości stopu i zwiększenie modułu Younga. W stopach Ni-Ag-P możliwa jest poprawa właściwości plastycznych stopu dzięki obecności krystalicznych wydzieliń miękkiego roztworu stałego o strukturze RSC. W stopach Fe-Ni-Cu-P-Si-B, występowanie zakresu niemieszalnych cieczy umożliwia uzyskanie różnorodnych struktur w wyniku zastosowania różnych wartości temperatur odlewania. Temperatura początku odlewania leżąca pomiędzy temperaturą topnienia a zakresem występowania jednorodnej cieczy daje mikrostrukturę zawierającą gruboziarniste, wydłużone obszary wydzieliń roztworu stałego na osnowie miedzi o strukturze RSC. Natomiast, dostatecznie wysoka temperatura początku odlewania leżąca powyżej zakresu niemieszalności umożliwia otrzymanie struktury amorficzno-krystalicznej, w której osnowa jest silnie wzbogacona w żelazo, nikiel, fosfor i bor, a faza krystaliczna na osnowie miedzi o strukturze RSC występuje w postaci bardzo drobnych równomiernie rozłożonych wydzieliń o dużej dyspersji.

Dr inż. Paweł Kurtyka

Mechanizmy odkształcania i degradacji kompozytów metalowych

Materiały kompozytowe stanowią obecnie jedną z ważniejszych grup materiałów inżynierskich, a co za tym idzie wymagają gruntownego poznania w szczególności ich szeroko rozumianych własności mechanicznych. Poznawanie kompozytów i budowanie baz parametrów charakteryzujących je jest możliwe poprzez odpowiedni dobór metod badawczych i opracowania i opisu wyników.

W prezentowanej pracy przedstawiono cykl badawczy oraz wyniki badań kompozytów na osnowie stopów aluminium wzmacnianych cząstkami ceramicznymi. W pierwszej części wystąpienia skupiono się na przedstawieniu nowych możliwości badawczych służących ocenie właściwości mechanicznych kompozytów. Zaprezentowano wyniki badań dotyczące wykorzystania prób pierścieniowych jako zamiennika testów ściskania i rozciągania. Przedstawiona koncepcja przewiduje realizację pojedynczego testu wytrzymałościowego na specjalnie zaprojektowanej próbce pierścieniowej zamiast wykonywania testu ściskania i rozciągania. W dalszej części wykładu pokazano wyniki eksperymentalne oraz przedstawiono stopień przydatności takich testów. Wykazano, że w badanych przypadkach występuje stosunkowo duża zgodność wyników testów otrzymanych z prób pierścieniowych i tradycyjnych badań ściskania i rozciągania.

W dalszej części zaprezentowano wyniki badań testów ściskania i rozciągania wybranych kompozytów oraz próbę opisu krzywych plastycznego płynięcia z wykorzystaniem podstawowych modeli Hollomona, Swift, Ludwika, Ludwigsone. Pokazano wyniki eksperymentalne otrzymane dla kompozytów na osnowie stopów aluminium oraz ich zadowalające dopasowanie do modelu teoretycznego Ludwigsone.

Ostatnim tematem poruszonym w pracy była możliwość poprawy właściwości kompozytów na osnowie stopów odlewniczych wzmacnianych cząstkami SiC przy pomocy

Friction Stir Processing. Zaprezentowano otrzymane struktury wyjściowe oraz po modyfikacji, wykazując istotną zmianę struktury po zastosowaniu procesu co skorelowano również z wynikami testów ściskania. Stwierdzono, że zastosowana metoda wpływa znacząco na dystrybucję i wielkość cząstek fazy wzmacniającej, a co za tym idzie również na właściwości przetworzonego materiału. Obserwowano wzrost wartości naprężenia plastycznego płynięcia w niektórych przypadkach o ponad 70 %.