



Kompozyty na osnowie stali szybko tnącej wytwarzane metodą SPS

High speed steel matrix composites fabricated by spark plasma sintering

(1) Marcin Madej¹ (2) Beata Leszczyńska-Madej² (3) Dariusz Garbiec^{3*}

¹ AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej, ul. Czarnowiejska 66, 30-054 Kraków, Poland

² AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Wydział Metali Nieżelaznych, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Poland

³ Sieć Badawcza Łukasiewicz – Instytut Obróbki Plastycznej, ul. Jana Pawła II 14, 61-139 Poznań, Poland

Informacje o artykule

Zgłoszenie: 20.11.2018

Recenzja: 17.01.2019

Akceptacja: 30.06.2019

Wkład autorów

- (1) Koncepcja, założenia, metodyka, badania właściwości fizycznych i mechanicznych, analiza, opracowanie i podsumowanie wyników badań
- (2) Metodyka, badania metalograficzne
- (3) Metodyka, spiekanie iskrowo-plazmowe (SPS)

ORCID iD

- (1) <https://orcid.org/0000-0003-2180-078X>
- (2) <https://orcid.org/0000-0003-0232-9080>
- (3) <https://orcid.org/0000-0003-1114-6323>

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań wpływu temperatury spiekania w zakresie 900–1000°C na mikrostrukturę i wybrane właściwości kompozytów na osnowie stali szybko tnącej M3/2 z 50% dodatkiem wagowym żelaza wytworzonych metodą spiekania iskrowo-plazmowego. Proszek stali szybko tnącej gatunku M3/2 oraz proszek żelaza gatunku NC 100.24 mieszano w mieszalniku Turbula T2F. Przygotowane mieszaniny proszków spiekano z wykorzystaniem urządzenia HP D 25–3. W efekcie spiekania metodą SPS uzyskano kompozyty M3/2–Fe. W mikrostrukturze tych kompozytów występują zarówno ziarna żelaza, jak i ziarna stali szybko tnącej z charakterystycznymi wydzieleniami węglików typu MC i M₆C. Osnowa stali szybko tnącej to prawdopodobnie ferryt i bainit. W mikrostrukturze widoczne są także małe pory, w miarę równomiernie rozmieszczone, co świadczy o tym, że temperatura spiekania wynosząca 1000°C jest nieznacznie niższa od optymalnej temperatury spiekania kompozytów M3/2–Fe metodą SPS. Na podstawie wykonanych pomiarów gęstości wykazano, że gęstość względna uzyskanych kompozytów wynosi od 92 do 98% i wzrasta wraz ze wzrostem temperatury spiekania. Ponadto wykazano, że od gęstości względnej zależy twardość oraz wytrzymałość na zginanie. Wraz ze zwiększeniem gęstości względnej od 92 do 98%, uzyskano wzrost twardości od 237 do 367 HBW 2,5/187,5 oraz wytrzymałości na zginanie od 956 do 1107 MPa. Najlepszą relacją gęstość–twardość–wytrzymałość na zginanie odznacza się kompozyt M3/2–Fe uzyskany w temperaturze 1000°C, którego gęstość względna wynosi 98%, twardość wynosi 367 HBW 2,5/187,5, a wytrzymałość na zginanie wynosi 1107 MPa.

Słowa kluczowe: kompozyt, stal szybko tnąca, żelazo, spiekanie iskrowo-plazmowe

Article info

Received: 20.11.2018

Reviewed: 17.01.2019

Accepted: 30.06.2019

Authors' contribution

- (1) Concept, assumptions, methodology, physical and mechanical properties' testing; analysis, interpretation and summary of results

Abstract

The paper presents the results of investigations on the influence of sintering temperature in the range of 900–1000°C on the microstructure and selected properties of composites on an M3/2 high speed steel matrix with a 50 wt% addition of iron produced by spark plasma sintering. M3/2 high speed steel powder and NC 100.24 iron powder were mixed in a Turbula T2F shaker/mixer. The prepared powder mixtures were sintered using an HP D 25–3 furnace. As a result of spark plasma sintering, M3/2–Fe composites were obtained. The microstructure of these composites includes both iron grains and high speed steel grains with characteristic precipitates of MC and M₆C carbides. The high speed steel matrix is probably ferrite and bainite. Small evenly spaced pores are also visible in the microstructure,

* Autor do korespondencji. Tel.: +48 61 657 05 55; e-mail: dariusz.garbiec@inop.poznan.pl

* Corresponding author. Tel.: +48 61 657 05 55; e-mail: dariusz.garbiec@inop.poznan.pl

- (2) *Methodology, metallographic testing*
(3) *Methodology, SPS testing*

ORCID iDs

- (1) <https://orcid.org/0000-0003-2180-078X>
(2) <https://orcid.org/0000-0003-0232-9080>
(3) <https://orcid.org/0000-0003-1114-6323>

which indicates that the sintering temperature of 1000°C is slightly lower than the optimal sintering temperature of M3/2–Fe composites using the spark plasma sintering. Based on the performed density measurements, it was shown that the relative density of the obtained composites is from 92 to 98% and grows with increasing the sintering temperature. In addition, it was shown that the relative hardness and bending strength depend on the relative density. Together with the rise in the relative density from 92 to 98%, increases in the hardness from 237 to 367 HBW 2.5/187.5 and the bending strength from 956 to 1107 MPa were obtained. The M3/2–Fe composite obtained at the temperature of 1000°C is characterized by the best density–hardness–bending strength relation, which amounts a relative density of 98%, hardness of 367 HB 2.5/187.5, and bending strength of 1107 MPa.

Keywords: *composite, high speed steel, iron, spark plasma sintering*

1. WPROWADZENIE

Nowoczesne metody wytwarzania różnych gatunków stali szybko tnących i kompozytów na ich osnowie oparte są na procesach metalurgii proszków. Kompozyty na osnowie stali szybko tnących to materiały odznaczające się dużą odpornością na zużycie ściernie, wynikającą w głównej mierze z odporności na zużycie ściernie własnie stali szybko tnącej, która tworzy osnowę w tych kompozytach. Poprzez regulację ilości i udziału poszczególnych składników oraz przez wybór sposobu i parametrów wytwarzania, można kształtować mikrostrukturę i właściwości kompozytów, celem uzyskania materiałów o regulowanych i zróżnicowanych właściwościach, w szczególności o wysokiej odporności na zużycie ściernie, niskim współczynniku tarcia i wysokich właściwościach wytrzymałościowych [1–6].

Spiekanie jest krytycznym etapem produkcji wyrobów ze stali szybko tnących z wykorzystaniem procesów metalurgii proszków (spiekanie w próżni lub atmosferach redukujących). Powodem tego jest konieczność przeniesienia drobnoziarnistej, jednorodnej mikrostruktury cząstek proszku stali na cały materiał spiekany oraz doprowadzenie do uzyskania gęstości końcowej spieku zbliżonej bądź równej gęstości materiału litego. Spełnienie tych warunków jest bardzo trudne, gdyż konieczne jest bardzo precyzyjne dobranie parametrów technologicznych procesu spiekania. Temperatura spiekania tradycyjnymi metodami zależy od składu chemicznego stali i mieści się w zakresie 1150–1350°C [1–2]. Precyzyjne określenie temperatury solidus jest możliwe przy dokładnej znajomości składu chemicznego oraz pseudopodwójnego układu równowagi faz konkretnej stali. Temperatura ta mieści

1. INTRODUCTION

Advanced methods of producing various types of high speed steels and composites on their matrix are based on powder metallurgy processes. Composites based on high speed steels are materials characterized by high resistance to abrasive wear, resulting mainly from the abrasion resistance of the high speed steel that forms the matrix in these composites. By regulating the amount and proportion of individual components and by choosing the manufacturing method and parameters, the microstructure and properties of the composites can be shaped to obtain materials with adjustable and varied properties, in particular high abrasive resistance, a low coefficient of friction and high strength properties [1–6].

Sintering is a critical stage in the production of high speed steel products using powder metallurgy processes (sintering in vacuum or reducing atmospheres). The reason for this is the need to transfer the fine-grained, homogeneous microstructure of the steel powder particles to the whole sintered material and to achieve the density of the final sintered compacts close to or equal to the density of a solid material. Meeting these conditions is very difficult as it is necessary to select the technological parameters of the sintering process very precisely. The sintering temperature of traditional methods depends on the chemical composition of the steel and is in the range of 1150–1350 °C [1–2]. With thorough knowledge of the chemical composition and pseudo-dual phase balance of the specific steel, it is possible to precisely determine the solidus temperature. This temperature falls in the so-called sintering

się w tzw. oknie spiekania. Spiekanie tuż powyżej temperatury solidus określane jest jako spiekanie supersolidus. Spiekanie stali szybko-tnących wykonuje się najczęściej w piecach próżniowych, zapewniających najkorzystniejsze warunki do zagęszczania wyprasek, jakkolwiek możliwe jest także spiekanie w atmosferze redukującej. Szerokość okna spiekania wynosi najczęściej od kilku do najwyżej kilkunastu stopni Celsjusza [5], ponieważ niewielkie zmiany temperatury mogą powodować znaczące zmiany w ilości fazy ciekłej w stosunku do objętości fazy stałej. Górna granica okna spiekania jest obserwowana w momencie pojawienia się zniekształceń (dystorsji) spiekanego elementu, czego pierwszym objawem są zaokrąglenia na krawędziach. Mikrostruktura stali spiekanych w temperaturze zbliżonej do górnej granicy okna spiekania zawiera duże wydzielienia węglików pierwotnych oraz siatkę węglików na granicach ziaren i pierwotnych cząstek proszku stali, tzw. film węglkowy. Są to czynniki mikrostrukturalne powodujące obniżenie właściwości mechanicznych stali, a niejednokrotnie wykluczające możliwość zastosowania takiej stali. Okno spiekania stali szybko-tnącej z gatunku M3/2 odznacza się dość szerokim zakresem wynoszącym ok. 10°C i mieści się w zakresie temperatury 1245–1255°C [4–5]. W temperaturze 1270°C na granicach ziaren stali szybko-tnącej tworzy się ciągły film fazy ciekłej skutkujący pojawieniem się eutektycznych węglików typu M_2C , natomiast w temperaturze 1280°C rozpoczyna się deformacja wyprasek.

Jedną z możliwości, jakie oferuje współczesna inżynieria materiałowa, jest zastosowanie do wytwarzania kompozytów na osnowie stali szybko-tnących metody spiekania iskrowo-plazmowego (SPS) [7]. SPS to jedna z najnowocześniejszych metod służących do konsolidacji praktycznie wszystkich materiałów proszkowych, w tym: metali, ceramiki, polimerów, kompozytów czy materiałów gradientowych [8]. Najogólniej ujmując, w metodzie SPS prasowanie i spiekanie proszku realizowane jest jednocześnie, a co istotne, do nagrzewania konsolidowanego proszku nie stosuje się zewnętrznych źródeł ciepła. W przypadku tej metody mamy do czynienia z grzaniem bezpośrednim, co znacznie zmniejsza energochłonność całego procesu [9]. Ponadto metoda ta, dzięki swoim unikalnym cechom ta-

window. Sintering just above the solidus temperature is referred to as supersolidus sintering. Sintering high speed steel is usually carried out in vacuum furnaces, providing the most favorable conditions for densifying compacts, although sintering in a reducing atmosphere is also possible. The sintering window width is usually from a few to a maximum a dozen degrees Celsius [5], because small changes in temperature can cause significant changes in the amount of liquid phase relative to the solid phase volume. The upper boundary of the sintering window is observed at the moment distortion of the sintered element appears, the first symptom being rounded edges. The microstructure of steel sintered at a temperature close to the upper limit of the sintering window contains large precipitations of primary carbides and a mesh of carbides on the grain boundaries and primary particles of steel powder, a so-called carbide film. They are microstructural factors lowering the mechanical properties of steel, and often excluding the possibility of using such steel. The sintering window of M3/2 high speed steel has a fairly wide range of approx. 10 °C and is located in the temperature range 1245–1255 °C [4–5]. At 1270 °C a continuous film of the liquid phase is formed on the grain boundaries of the high speed steel, resulting in the appearance of M_2C eutectic carbides, while at the temperature of 1280 °C deformation of the compact begins.

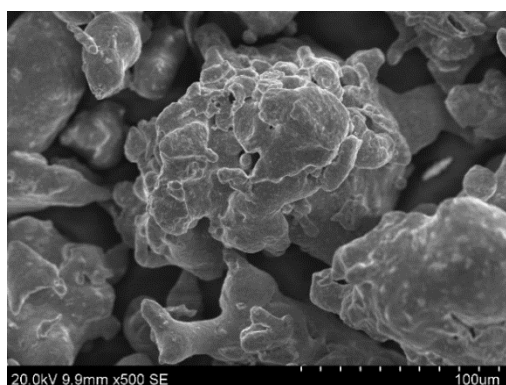
One of the possibilities offered by modern material engineering is the use of spark plasma sintering (SPS) to produce the high speed steel matrix composites [7]. SPS is one of the most advanced methods used to consolidate all powder materials, including: metals, ceramics, polymers, composites and gradient materials [8]. Generally, in the SPS method compacting and sintering of the powder is carried out simultaneously, and what is important, no external heat sources are used to heat the consolidated powder. In the case of this method, direct heating is applied, which significantly reduces the energy consumption of the entire process [9]. In addition, this method, thanks to its unique features such as the short holding time or high heating rate, allows materials to be produced without grain growth, which is particularly important when sintering

kim, jak np. krótki czas spiekania czy duża szybkość nagrzewania, pozwala na wytwarzanie materiałów bez niepożądanego rozrostu ziaren, co ma szczególne znaczenie podczas spiekania nanomateriałów. Co więcej, technika SPS umożliwia wytwarzanie z proszków praktycznie litych materiałów [8]. Porównując technologię SPS z tradycyjnymi metodami, szczególnie ze spiekaniem swobodnym w piecach z atmosferami, temperatura spiekania może być obniżona nawet o 300°C [10]. Spiekanie stali szybko tnących metodą SPS przeprowadza się w niższej temperaturze, jednak lokalnie na granicach kontaktowych może występować wyższa temperatura, co może mieć wpływ na ich mikrostrukturę.

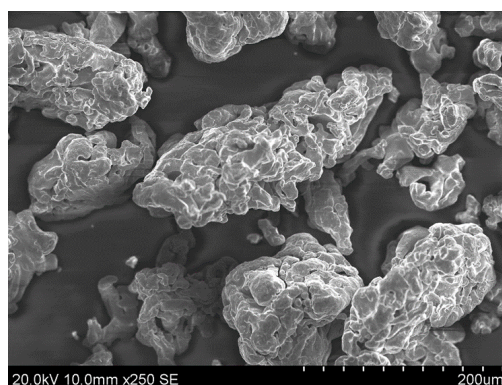
W niniejszej pracy przedstawiono wstępne wyniki badań dotyczących zastosowania metody SPS do wytwarzania kompozytów ze stali szybko tnących z dodatkiem żelaza celem obniżenia kosztów wytwarzania, ze względu na jego zdecydowanie niższą cenę.

2. MATERIAŁY I METODY

Do wytwarzania kompozytów zastosowano rozpylany wodą proszek stali szybko tnącej gatunku M3/2 produkcji firmy Powdrex oraz zredukowany proszek żelaza gatunku NC 100.24 produkcji firmy Höganäs. Morfologię cząstek proszków przedstawiono na rys. 1, natomiast właściwości fizyczne proszków przedstawiono w tab. 1.



a)



b)

Rys. 1. Morfologia cząstek proszku: a) stali szybko tnącej M3/2, b) żelaza NC100.24

Fig. 1. Morphology of powder particles of: a) HSS M3/2, b) iron NC 100.24

nanomaterials. What is more, the SPS method allows solid materials to be produced from powders [8]. Comparing SPS technology with traditional methods, especially with free sintering in furnaces with atmospheres, the sintering temperature can be reduced by up to 300°C [10]. Sintering high speed steels by SPS is carried out at a lower temperature, however, a higher temperature may occur locally at the contact borders, which may affect their microstructure.

This paper presents the preliminary results of research on application of the SPS method to produce high speed steel composites with an addition of iron in order to reduce manufacturing costs due to its decidedly lower price.

2. MATERIALS AND METHODS

Water atomized powder of M3/2 high speed steel produced by Powdrex and NC 100.24 iron reduced powder produced by Höganäs were used to produce the composites. The morphology of the powder particles is shown in Fig. 1, while the physical properties of the powders are shown in Tab. 1.

Tab. 1. Właściwości fizyczne proszku M3/2 oraz NC 100.24
 Tab. 1. Physical properties of of M3/2 and NC 100.24 powders

Proszek Powder	Zakres wielkości cząstek proszku, Size range of powder particles, μm	Gęstość nasypowa, Bulk density, g/cm^3	Gęstość nasypowa z usadem. Tap density, g/cm^3	Sypkość, Flowability, s	Powierzchnia właściwa S_x (wg Fishera), Specific surface area S_x (according to Fisher), cm^2/g
M3/2	0–200	2,26	3,13	38,5	1280
NC100.24	0–160	2,00	2,45	31,0	1495

Mieszanki proszków o składzie 50% wag. stali szybko tnącej gatunku M3/2 i 50% wag. żelaza gatunku NC 100.24 przygotowano w mieszalniku typu Turbula T2F – czas mieszania wynosił 30 min. Proces spiekania przeprowadzono za pomocą urządzenia HP D 25–3 (FCT Systeme). Wykorzystano w tym celu narzędzia wykonane z grafitu gatunku 2333 (Mersen). Komorę zasypową w zespole narzędzi grafitowych wypełniono mieszaniną proszkową. Pomiędzy mieszaniną proszkową, a matrycą i stemplami, z powodów technologicznych, umieszczono folię grafitową Papyex N998 (Mersen). Tak przygotowane narzędzia umieszczono w komorze spiekania urządzenia HP D 25–3 celem przeprowadzenia procesu spiekania, który realizowano w próżni, w temperaturze spiekania wynoszącej odpowiednio: 900, 950 i 1000°C, przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa. Szybkość nagrzewania wynosiła 100°C/min, a czas spiekania 2,5 min. Czas trwania pojedynczego impulsu prądowego wynosił 125 ms, natomiast czas przerwy pomiędzy impulsami wynosił 5 ms. Wytworzono kompozyty w kształcie walca o średnicy 40 mm i wysokości 10 mm.

Obserwacje mikroskopowe oraz mikroanalizy składu chemicznego metodą spektroskopii dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (EDS) przeprowadzono z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) SU 70 (Hitachi) wyposażonego w spektrometr EDS na zgładach nietrawionych. Pomiar gęstości wykonano metodą Archimedesusa zgodnie z normą PN-EN ISO 2738:2001. Pomiar twardości wykonano metodą Brinella zgodnie z normą PN-EN ISO 6506-1:2014. Zastosowano kulkę z węgla spiekane o średnicy 2,5 mm oraz obciążenie 187,5 kGf. Wytrzymałość na zginanie wyznaczono podczas próby trójpunktowego zgi-

Mixtures of powders composed of 50 wt% M3/2 high speed steel and 50 wt% NC 100.24 iron were prepared in a Turbula T2F shaker/mixer – the mixing time was 30 min. The sintering process was carried out by means of an HP D 25–3 (FCT Systeme) furnace. Tools made of graphite 2333 (Mersen) were used for this purpose. The powder chamber in the graphite tool set was filled with the powder mixture. Graphite foil Papyex N998 (Mersen) was placed between the powder mixture and the die and punches for technological reasons. The tools prepared in this way were placed in the sintering chamber of the HP D 25–3 device in order to conduct the sintering process, which was carried out in a vacuum at sintering temperatures of 900, 950 and 1000°C respectively at the compaction pressure of 50 MPa. The heating rate was 100°C/min, and the holding time was 2.5 min. The pulse time (on:off) was 125:5 ms. Cylindrical specimens with a diameter of 40 mm and a height of 10 mm were made.

Microscopic observations and microanalysis of the chemical composition by X-ray energy dispersion spectroscopy (EDS) were carried out using a scanning electron microscope (SEM) SU 70 (Hitachi) equipped with an EDS spectrometer on non-etched samples. Density measurements were made using the Archimedes method in accordance with the PN-EN ISO 2738:2001 standard. Hardness measurements were performed using the Brinell method in accordance with the PN-EN ISO 6506-1:2014 standard. A ball of cemented carbide with a diameter of 2.5 mm and a load of 187 kGf were used. The flexural strength was determined during a three-point bending test

niania, stosując próbkę o wymiarach 4 x 4 x 20 mm, z wykorzystaniem prasy mechanicznej typu ZIM.

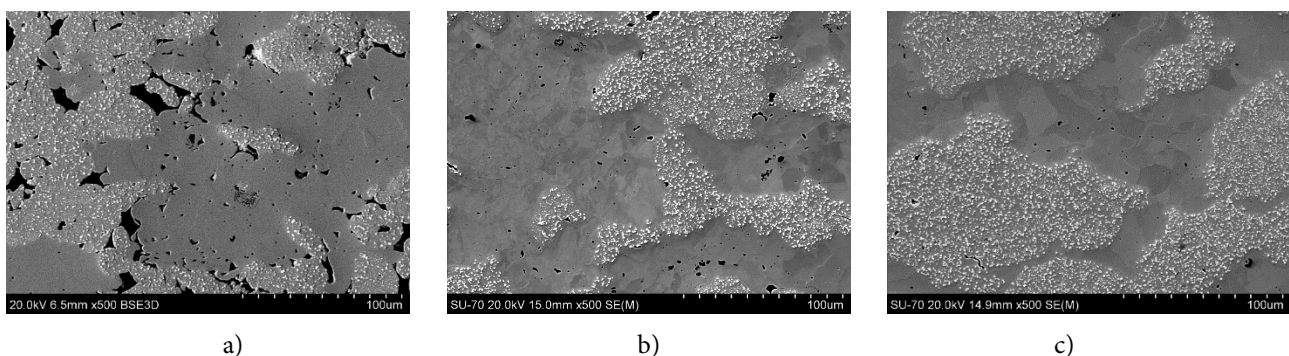
using a 4 x 4 x 20 mm sample using a ZIM type mechanical press.

3. WYNIKI BADAŃ

Na rys. 2 przedstawiono mikrostruktury uzyskanych kompozytów. Jak wykazano, kompozyty spiekane w różnej temperaturze różnią się ilością i wielkością porów. Ich ilość oraz wielkość zmniejsza się wraz ze wzrostem temperatury spiekania. Ziarna stali szybko tnącej składają się z osnowy (prawdopodobnie ferrytyczno-bainitycznej) i wydzielen węglików, natomiast cząstki żelaza składają się z dużych ziaren ferrytu, porowatości pierwotnej (charakterystycznej dla proszku zredukowanego z rudy żelaza) oraz pojedynczych wtrąceń żużlowych, co również jest charakterystyczne dla proszku gatunku NC 100.24.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Fig. 2 shows the microstructures of obtained composites. As shown, the composites sintered at different temperatures differ in the number and size of pores. The quantity and size of the pores decrease with increasing the sintering temperature. The matrix consists of high speed steel grains (probably ferritic-bainitic) and carbide precipitates, while the iron particles consist of large ferrite grains, primary porosity (characteristic of iron reduced powder) and single slag inclusions, which is also characteristic of NC 100.24 powder.

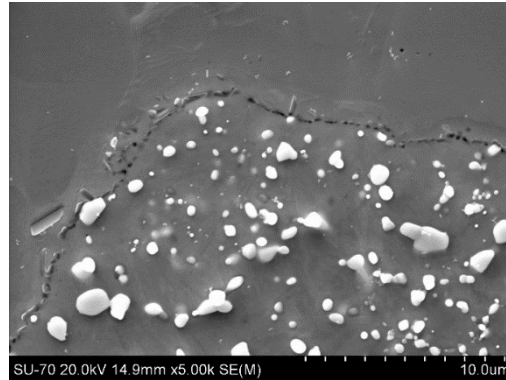


Rys. 2. Mikrostruktura kompozytu M3/2–Fe uzyskanego w temperaturze: a) 900°C, b) 950°C, c) 1000°C

Fig. 2. Microstructure of M3/2–Fe composite spark plasma sintered at: a) 900°C, b) 950°C, c) 1000°C

Przeprowadzone obserwacje granic kontaktowych na styku stali szybko tnącej i żelaza wykazały obecność siatki drobnodispersyjnych porów, co przedstawiono na rys. 3. Porowatość występuje niezależnie od zastosowanej temperatury spiekania i trudno jednoznacznie stwierdzić, że jej udział maleje wraz ze wzrostem temperatury spiekania. Zjawisko to może być spowodowane znacznym udziałem tlenu w proszku stali szybko tnącej. Powstałe w wyniku np. redukcji węglem ze stali tlenki zostają zamknięte, a krótki czas spiekania uniemożliwia ich dyfuzję na zewnątrz spieku. Dokładna analiza obserwowanej granicy wykazała także obecność przetopień po stronie żelaza, co może świadczyć o występowaniu w trakcie spiekania zanikającej fazy ciekłej.

Observations of the contact boundaries at the high speed steel and iron interface showed the presence of a finely dispersive pore network, as shown in Fig. 3. This porosity occurs independent of the employed sintering temperature and it is difficult to conclusively state that its proportion decreases with increasing the sintering temperature. This phenomenon may be caused by a significant proportion of oxygen in the high speed steel powder. The oxides formed as a result of, for example, carbon steel reduction, are closed, and the short sintering time prevents their diffusion outside the sintered compact. Precise analysis of the observed border also showed the presence of iron remelting, which may indicate the occurrence of a disappearing liquid phase during sintering.

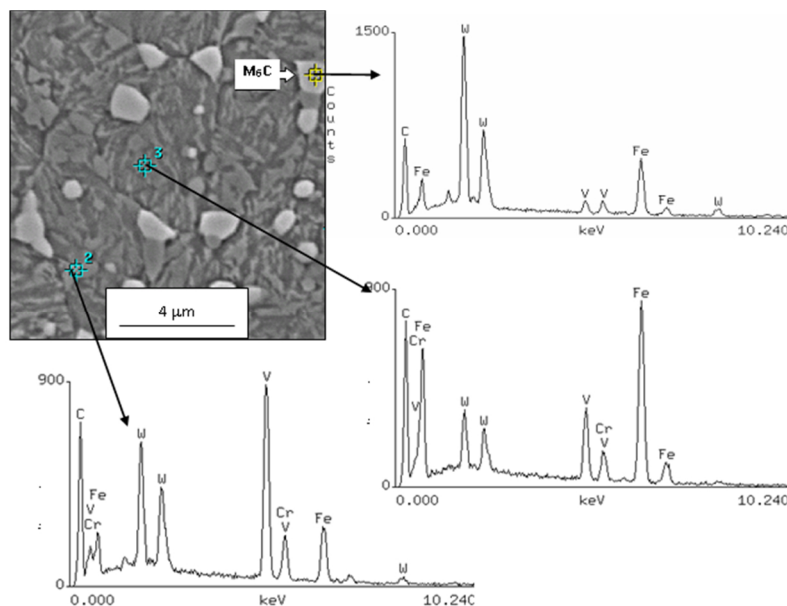


Rys. 3. Mikrostruktura granicy międzyfazowej kompozytu M3/2-Fe uzyskanego w temperaturze 1000°C

Fig. 3. Microstructure of boundary interface of M3/2-Fe composite spark plasma sintered at 1000°C

Celem dokładnej identyfikacji składników mikrostruktury uzyskanych kompozytów, wykonano badania składu chemicznego w mikroobszarach. Wyniki analiz przedstawiono na rys. 4. W mikrostrukturze kompozytu uzyskanego w temperaturze 1000°C (rys. 2c i 4) występują ziarna żelaza i ziarna stali szybko tnącej z charakterystycznymi wydzieleniami węglików typu MC i M_6C (rys. 4). Osnowa stali szybko tnącej to prawdopodobnie ferryt i bainit. Widoczne są także małe pory, w miarę równomiernie rozmieszczone w mikrostrukturze, co świadczy o tym, że temperatura spiekania wynosząca 1000°C jest zbliżona do optymalnej temperatury spiekania kompozytów M3/2-Fe metodą SPS.

In order to accurately identify the components of the microstructure of the obtained composites, chemical composition tests were carried out in micro-areas. The results of the analyses are presented in Fig. 4. In the microstructure of the composite obtained at 1000°C (Fig. 2c and 4) there are iron grains and high speed steel grains with characteristic MC and M_6C carbide precipitates (Fig. 4). The matrix of high speed steel is probably ferrite and bainite. Small pores evenly distributed in the microstructure are also visible, which indicates that the sintering temperature of 1000°C is close to the optimal sintering temperature of the M3/2-Fe composites using the SPS method.

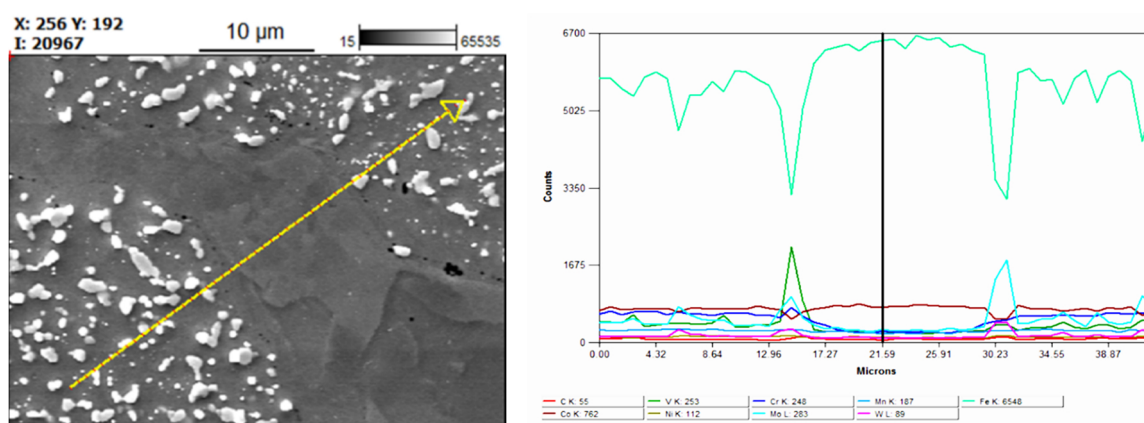


Rys. 4. Mikrostruktura obszaru stali szybko tnącej kompozytu M3/2-Fe uzyskanego w temperaturze 1000°C oraz wyniki punktowej analizy składu chemicznego

Fig. 4. Microstructure of HSS matrix of M3/2-Fe composite spark plasma sintered at 1000°C and point analysis results

Analizując jedynie mikrostruktury obserwowane za pomocą SEM, bez analizy składu chemicznego w obszarach granicznych, trudno jednoznacznie stwierdzić, czy przy przyjętych parametrach spiekania zachodzi zjawisko dyfuzji pierwiastków stopowych do żelaza. Źródło pierwiastków, które mogą dyfundować do żelaza mogą stanowić węgliki typu M_6C , zlokalizowane w pobliżu granicy stal-żelazo. Celem dokładnej analizy możliwej dyfuzji pierwiastków stopowych przy granicy kontaktowej pomiędzy stalą szybko tnącą i żelazem, wykonano liniową analizę rozkładu pierwiastków w obszarze granicznym. Wyniki tej analizy przedstawiono na rys. 5. Wykazano, że istnieje niewielkie prawdopodobieństwo dyfuzji tych pierwiastków do żelaza. Obserwując obszary stali szybko tnącej wzdłuż granicy kontaktowej z żelazem, widać wyraźne wydzielenia węglików, bardzo stabilnych zarówno MC, jak i M_6C . Osnowa stali szybko tnących jest silnie zubożona w pierwiastki stopowe, które w większości są rozpuszczone w złożonych węglkach. Jedyną możliwością wystąpienia zjawiska dyfuzji to rozpuszczanie węglików typu M_6C , jednakże ma to miejsce w temperaturze powyżej 1150°C [4, 6, 11]. Zaobserwowany brak dyfuzji wskazuje, że wewnątrz cząstek stali szybko tnącej temperatura nie przekroczyła tej wartości. Węgliki pozostały stabilne, ponadto nie zaobserwowano ich koagulacji.

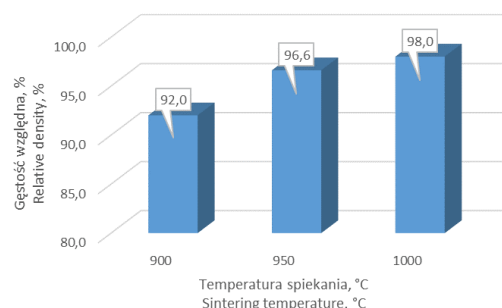
By analyzing only the microstructures observed by SEM, without analyzing the chemical composition in the boundary areas, it is difficult to determine unequivocally whether the phenomenon of diffusion of the alloying elements into the iron takes place with the adopted sintering parameters. The source of elements that can diffuse into iron can be M_6C type carbides, located near the steel-iron boundary. In order to accurately analyze the possible diffusion of alloying elements at the contact point between the high speed steel and iron, linear analysis of the distribution of elements in the boundary region was performed. The results of this analysis are presented in Fig. 5. It shows that there is a small probability of diffusion of these elements into the iron. Observing the areas of high speed steel along the contact border with iron, we can clearly distinguish carbides, very stable MCs as well as M_6Cs . The high speed steel matrix is heavily depleted of alloying elements, most of which are dissolved in complex carbides. The only possibility of the phenomenon of diffusion is the dissolution of M_6C carbides, however, this takes place at temperatures above 1150°C [4, 6, 11]. The observed lack of diffusion indicates that inside the high speed steel particles the temperature did not exceed this value. The carbides remained stable and no coagulation of them was observed.



Rys. 5. Mikrostruktura granicy międzyfazowej kompozytu M3/2-Fe uzyskanego w temperaturze 1000°C oraz wyniki liniowej analizy składu chemicznego

Fig. 5. Microstructure of boundary interface of M3/2-Fe composite spark plasma sintered at 1000°C and line profile analysis results

Na rys. 6 przedstawiono wyniki pomiarów gęstości uzyskanych kompozytów. Jak wykazano, w efekcie spiekania metodą SPS, uzyskano kompozyty o gęstości względnej od 92% do 98% (prawie lity materiał). Czynnikiem decydującym o gęstości jest temperatura spiekania i zjawiska wynikające z zastosowanej metody wytwarzania. Stale szybkoznaczące są materiałami wyjątkowo czułymi na temperaturę spiekania w związku z wąskim oknem spiekania, co powoduje trudności w doborze temperatury spiekania w metodzie SPS. Złożone zjawiska na granicy ziaren proszków, wynikające z przepływu prądu impulsowego podczas spiekania metodą SPS, powodują możliwość wystąpienia fazy ciekłej, lecz bez typowych zjawisk związanych ze spiekaniem supersolidus. Na podstawie uzyskanych wyników pomiarów potwierdzono, że temperatura spiekania wynosząca 1000°C jest zbliżona do optymalnej temperatury spiekania kompozytów M3/2-Fe metodą SPS, gdyż średnia gęstość względna wynosi 98%. Temperatura ta jest niższa o około 220°C od optymalnej temperatury spiekania dla stali szybkoznaczącej gatunku M3/2, mieszczącej się w zakresie 1245–1255°C [4, 5].



Rys. 6. Gęstość względna kompozytów M3/2-Fe
Fig. 6. The relative density of M3/2-Fe composites

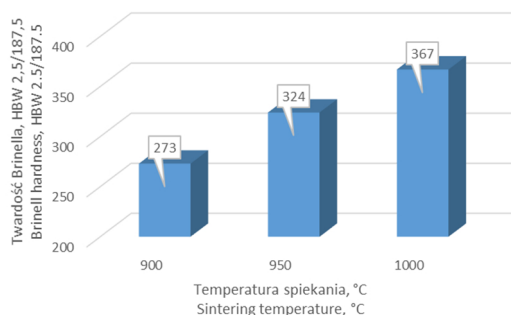
Na rys. 7 przedstawiono wyniki pomiarów twardości uzyskanych kompozytów. Jak wykazano, twardość badanych kompozytów zależy od ich gęstości względnej. Wraz z jej zwiększeniem od 92% do 98%, zwiększa się twardość kompozytów od 273 do 367 HBW 2,5/187,5. Kompozyty wytworzone metodą SPS charakteryzują się zbliżoną twardością do tych uzyskanych w wyniku spiekania swobodnego i infiltrowania – ich twardość wynosi 363 HB [11–13]. Związane jest to prawdopodobnie z krótszym cza-

Fig. 6 presents the results of density measurements of the obtained composites. As shown, composites with a relative density of 92% to 98% (almost a solid material) were obtained as a result of SPS sintering. The decisive factor in the density is the sintering temperature and phenomena resulting from the employed manufacturing method. High speed steels are materials extremely sensitive to the sintering temperature, due to the narrow sintering window, which makes it difficult to select the sintering temperature in the SPS method. Complex phenomena at the grain boundary of the powders, resulting from the flow of pulsed current during SPS, give rise to the possibility of a liquid phase, but without the typical phenomena associated with the sintering of supersolidus. Based on the obtained results, it was confirmed that the sintering temperature of 1000°C is close to the optimal sintering temperature of the M3/2-Fe composites using the SPS method, as the average relative density is 98%. This temperature is about 220°C lower than the optimal sintering temperature for M3/2 high speed steel, in the range of 1245–1255°C [4–5].

Fig. 7 presents the results of hardness measurements of the obtained composites. As is shown, the hardness of the tested composites depends on their relative density. With its growth from 92 to 98%, the hardness of composites rises from 273 to 367 HBW 2,5/187,5. Composites made by SPS have a similar hardness to those obtained by free sintering and infiltration – their hardness is 363 HBW [11–13]. This is probably due to the shorter sintering time, and thus the limited effect of temperature on the consolidated powder mate-

sem spiekania, a tym samym ograniczonym oddziaływaniem temperatury na konsolidowany materiał proszkowy. Efektem tego może być mniejsza efektywność dyfuzji pierwiastków stopowych ze stali do żelaza. Z kolei twardość żelaza ma znaczący wpływ na twardość całego kompozytu.

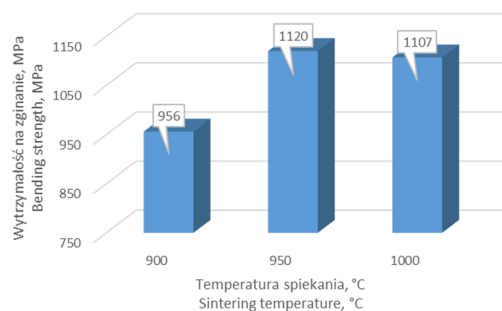
rial. The effect of this may be a lower efficiency of diffusion of the alloying elements from the steel into the iron. In turn, the hardness of iron has a significant impact on the hardness of the entire composite.



Rys. 7. Twardość Brinella kompozytów M3/2-Fe
Fig. 7. The Brinell hardness of M3/2-Fe composites

Na rys. 8 przedstawiono wyniki badań wytrzymałości na zginanie uzyskanych kompozytów. Jak wykazano, tak jak w przypadku twardości, wytrzymałość na zginanie również zależy głównie od gęstości względnej: wraz z jej zwiększeniem zwiększa się wytrzymałość na zginanie. W przypadku kompozytów uzyskanych zarówno w temperaturze 950, jak i 1000°C, otrzymano zbliżone wartości wytrzymałości na zginanie wynoszące powyżej 1100 MPa. W materiałach spiekanych porowatość większa niż 5% jest graniczna i krytyczna dla ich właściwości plastycznych. W badanym przypadku obydwa materiały charakteryzują się gęstością względną powyżej 95%, w związku z czym ich wytrzymałość na zginanie jest porównywalna.

Fig. 8 presents the results of bending strength tests of the obtained composites. As is shown, as with the hardness, the bending strength also depends mainly on the relative density. With its increase, the bending strength rises. In the case of composites obtained at both 950 and 1000°C, similar values of bending strength of over 1100 MPa were obtained. In the sintered materials, a porosity higher than 5% is limitative and critical for their plastic properties. In the case under study, both materials have a relative density of more than 95%, hence their bending strength is comparable.



Rys. 8. Wytrzymałość na zginanie kompozytów M3/2-Fe
Fig. 8. The bending strength of M3/2-Fe composites

4. PODSUMOWANIE

Uzyskane w wyniku spiekania metodą SPS w temperaturze 900, 950 i 1000°C kompozyty na osnowie stali szybko tnącej gatunku M3/2 z 50% dodatkiem żelaza charakteryzują się gęstością względną do 98%, przy czym gęstość ta wzrasta wraz ze zwiększeniem temperatury spiekania. Twardość i wytrzymałość na zginanie zależą od gęstości względnej. Najlepszą relacją gęstość–twardość–wytrzymałość na zginanie odznacza się kompozyt M3/2–Fe uzyskany w temperaturze 1000°C, którego gęstość względna wynosi 98%, twardość wynosi 367 HBW 2,5/187,5; a wytrzymałość na zginanie wynosi 1107 MPa. Mikrostruktura uzyskanych kompozytów jest typowa dla materiałów na osnowie stali szybko tnącej – zawiera charakterystyczne ziarna stali szybko tnącej z bardzo drobnymi wydzieleniami węglików typu MC oraz M₆C na tle ferrytycznej (lub ferrytyczno-bainitycznej) osnowy oraz ziaren żelaza. Charakterystycznymi cechami wytworzonych materiałów, występującą niezależnie od zastosowanej temperatury spiekania, są bardzo drobna siatka porów po pierwotnych powierzchniach zewnętrznych cząstek proszków oraz brak wystąpienia zjawiska dyfuzji pierwiastków stopowych ze stali do żelaza.

PODZIĘKOWANIE

Badania wykonane w ramach Subwencji Badawczej, nr umowy 16.16.110.663.

LITERATURA

- [1] Greetham G. 1989. „Mechanically locked sintered valve seat inserts”. *Met. Powder Rep.* 44: 110–111.
- [2] Greetham G. 1990. „Development and performance of infiltrated and non-infiltrated valve seat insert materials and their performance”. *Powder Metall.* 33: 112–114.
- [3] Palma R.H. 2001. „Tempering response of copper alloy-infiltrated T15 high-speed steel.” *International Journal of Powder Metallurgy* 37: 29–36.
- [4] Igharo M., J.V. Wood. 1990. „Effects of Consolidation Parameters on Properties of Sintered High Speed Steels”. *Powder Metall.* 33: 70–76.

4. CONCLUSIONS

Composites on a matrix of M3/2 high speed steel with a 50% iron addition obtained by SPS sintering at 900, 950 and 1000°C have a relative density of up to 98%, wherein the density grows with increasing the sintering temperature. The hardness and bending strength depend on the relative density. The M3/2–Fe composite obtained at the temperature of 1000°C has the best density–hardness–bending strength relation, the relative density of which is 98%, the hardness is 367 HB, and the bending strength is 1107 MPa. The microstructure of the obtained composites is typical of materials with a high speed steel matrix – it contains characteristic high speed steel grains with very fine precipitates of MC and M₆C carbides in a ferritic (or ferritic–bainitic) matrix and iron grains. A characteristic feature of the produced materials, occurring independent of the used sintering temperature, is the very fine pore network on the original external surfaces of the powder particles and the absence of the phenomenon of diffusion of the alloying elements from the steel to the iron.

ACKNOWLEDGEMENTS

Research carried out as part of Research Subsidies, agreement No. 16.16.110.663.

REFERENCES

- [1] Greetham G. 1989. “Mechanically locked sintered valve seat inserts”. *Met. Powder Rep.* 44: 110–111.
- [2] Greetham G. 1990. “Development and performance of infiltrated and non-infiltrated valve seat insert materials and their performance”. *Powder Metall.* 33: 112–114.
- [3] Palma R.H. 2001. “Tempering response of copper alloy-infiltrated T15 high-speed steel.” *International Journal of Powder Metallurgy* 37: 29–36.
- [4] Igharo M., J.V. Wood. 1990. “Effects of Consolidation Parameters on Properties of Sintered High Speed Steels”. *Powder Metall.* 33: 70–76.

- [5] Greetham G. 1990. „High density high speed steels”. *International Conference on Powder Metallurgy*, 206–216. London: The Institute of Metals.
- [6] Bolton J.D., A.J. Gant. 1993. „Phase reactions and chemical stability of ceramic carbide and solid lubricant particulate additions within sintered high speed steel matrix”. *Powder Metall.* 36: 267–274.
- [7] Madej M., D. Garbiec. 2015. „Stale szybko tnące spiekane metodą SPS”. *Rudy i Metale Nieżelazne* 60: 379–385.
- [8] Garbiec D. 2015. „Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS): teoria i praktyka”. *Inżynieria Materiałowa* 36 (2): 60–64.
- [9] Garbiec D. 2018. „SPS: Spiekanie iskrowo-plazmowe”. *Projektowanie i Konstrukcje Inżynierskie* 133: 22–26.
- [10] Liu L., Z. Hou, B. Zhang, F. Ye, Z. Zhang, Y. Zhou. 2013. „A new heating route of spark plasma sintering and its effect on alumina ceramic densification”. *Mat. Sci. Eng. A-Struct* 559: 462–466.
- [11] Madej M. 2015. „Some aspects of infiltration of high speed steel based composites with iron addition”. *Arch. Metall. Mater.* 60: 1017–1021.
- [12] Madej M. 2009. „Własności i struktura infiltrowanych kompozytów stal szybko tnąca–żelazo–miedź: Część II”. *Rudy i Metale Nieżelazne* 54: 625–635.
- [13] Madej M. 2009. „Własności i struktura infiltrowanych kompozytów stal szybko tnąca–żelazo–miedź: Część I”. *Rudy i Metale Nieżelazne* 54: 572–579.
- [5] Greetham G. 1990. “High density high speed steels”. *International Conference on Powder Metallurgy*, 206–216. London: The Institute of Metals.
- [6] Bolton J.D., A.J. Gant. 1993. “Phase reactions and chemical stability of ceramic carbide and solid lubricant particulate additions within sintered high speed steel matrix”. *Powder Metall.* 36: 267–274.
- [7] Madej M., D. Garbiec. 2015. “Stale szybko tnące spiekane metodą SPS”. *Rudy i Metale Nieżelazne* 60: 379–385.
- [8] Garbiec D. 2015. “Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS): teoria i praktyka”. *Inżynieria Materiałowa* 36 (2): 60–64.
- [9] Garbiec D. 2018. “SPS: Spiekanie iskrowo-plazmowe”. *Projektowanie i Konstrukcje Inżynierskie* 133: 22–26.
- [10] Liu L., Z. Hou, B. Zhang, F. Ye, Z. Zhang, Y. Zhou. 2013. “A new heating route of spark plasma sintering and its effect on alumina ceramic densification”. *Mat. Sci. Eng. A-Struct* 559: 462–466.
- [11] Madej M. 2015. “Some aspects of infiltration of high speed steel based composites with iron addition”. *Arch. Metall. Mater.* 60: 1017–1021.
- [12] Madej M. 2009. “Własności i struktura infiltrowanych kompozytów stal szybko tnąca–żelazo–miedź: Część II”. *Rudy i Metale Nieżelazne* 54: 625–635.
- [13] Madej M. 2009. “Własności i struktura infiltrowanych kompozytów stal szybko tnąca–żelazo–miedź: Część I”. *Rudy i Metale Nieżelazne* 54: 572–579.