

Razplinjanje prahov pred zgoščevanjem

Degassing of Metal Powders before their Consolidation

M. Bizjak¹, Oddelek za materiale in metalurgijo, NTF, Univerza v Ljubljani
A. Pregelj, IEVT Ljubljana, B. Praček, ITPO Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1997-04-21

Hitro strjevanje, konsolidacija prahov, kosmičev, trakov sta omogočila izdelavo temperaturno obstojnih aluminijevih zlitin z elementi prehodne skupine periodnega sistema in kompozitov z aluminijevo matico. Raziskovali smo postopek razplinjanja in analizirali debeline oksidne plasti na trakovih zlitin z Augerjevo elektronsko spektroskopijo. Prikazan je tudi primer napak, nastalih med ekstruzijo neevakuiranih kontejnerjev.

Ključne besede: oksidne plasti, razplinjanje, ekstrudiranje, zlitine Al-Fe-X

The application of rapid solidification technology (RST) methods for the preparation of metal powders, strips and flakes, followed by their consolidation enable the manufacturing of Al-Fe-X alloys, as well as Al based metal matrix composites (MMCs), usable at elevated temperatures. The formation of oxide layer on RST ribbons/powders, as well as degassing (evacuation) of metal containers filled with metal ribbons/powders is analysed and discussed in our work. Oxide layers formed on RST ribbons were analysed with Auger spectroscopy. An example of defects formed during hot extrusion of non-evacuated containers is also shown.

Key words: Al-Fe-X based RST alloys, oxide films, degassing, hot extrusion

1 Uvod

Dva postopka - hitro strjevanje na vrtečem se kolutu in atomizacija sta primerna za izdelavo aluminijevih zlitin z veliko koncentracijo prehodnih elementov in kompozitov z osnovo Al in armaturo iz SiC, Al₂O₃ itd. Zelo dobre uporabne lastnosti (temperaturna stabilnost, modul elastičnosti, korozijska odpornost in odpornost proti obrabi) dajejo tem materialom posebno veljavo v industriji.

Adsorbirani plini in različne oksidne plasti na površini so ovira za dobro vez med delci. Negativni vplivi različnih plasti se zmanjšajo s spremembo le-teh v krhki oksid, ki se zdrobi in enakomerno porazdeli med ekstruzijo. Naravo oksida lahko spremenimo, adsorbirane pline pa odstranimo z razplinjanjem.

2 Eksperimentalno delo

Trakove zlitin Al-Fe-X (X so prehodni elementi: Zr, V, Ni itd.) smo izdelali po postopku hitrega strjevanja na vrtečem se kolutu. Trakove neomejenih dolžin smo zdrobili v kosmiče in jih hladno izostatsko stisnili (CIP-could isostatic pressing). CIP vzorce smo vložili v kovinske vakumske posode, zavarili in jih pred vročo ekstruzijo razplinili z uporabo vakuumskega sistema (slika 1). Evakuirane CIP vzorce, segrete na temperaturo ekstruzije, smo hermetično zatesnili s posebno oblikovanimi kleščami (pinch off). Pri stiskanju je nastal hladen hermetičen zvar. Na sliki 2 so prikazane evakuirane posode s CIP vzorci.

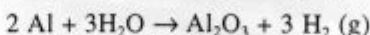
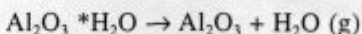
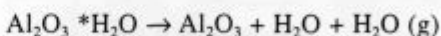
Tako pripravljene vzorce smo ekstrudirali na Tehniški univerzi v Clausthalu (Nemčija) na horizontalni 400 MN

stiskalnici pri tlaku 1100 MPa s hitrostjo 3 m/s pri temperaturah med 380 in 440°C.

Globinski profil oksidne plasti trakov smo ugotovili s spektroskopijo Augerjevih elektronov. Hitrost jedkanja z Ar⁺ ioni je bila na standardu Cr₂O₃ 4 nm/min. Okside smo identificirali z rentgensko difrakcijo.

3 Rezultati in diskusija

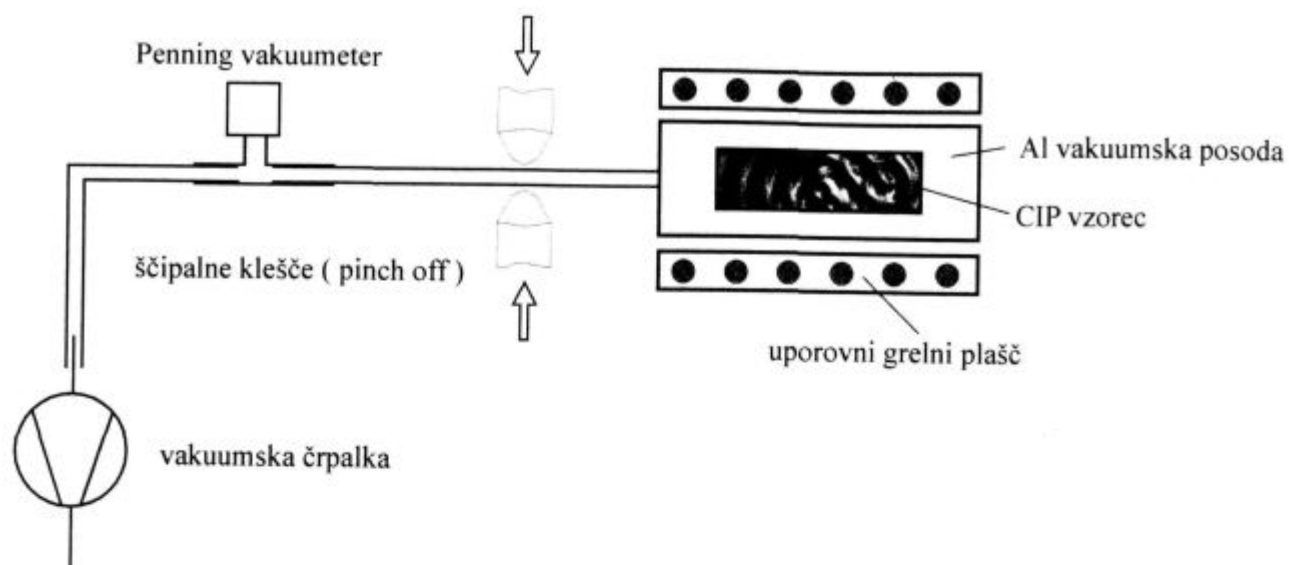
Analiza postopka evakuiranja vakuumskih posod je pokazala, da je razplinjanje odvisno od časa in temperature. Podtlak, ki je odvisen od uporabljene črpalke, smo dosegli v kratkem času. Pri temperaturi ekstruzije smo po večurnem črpanju dosegli tlak 3×10^{-5} mbar. Vzrok za dolgotrajni postopek razplinjevanja je v adsorbiranih plinih in naslednjih možnih reakcijah razpada Al-hidroksidov²:



Videz površine ekstrudiranih vzorcev je dovolj prepričljiv, da moramo za uspešno ekstrudiranje CIP vzorce predhodno razpliniti. Na sliki 3a in 3b je prikazana površina ekstrudiranega neevakuiranega in evakuiranega vzorca. Pri neevakuiranem vzorcu so pod površino ujeti plinski mehurčki, pri evakuiranih pa je površina gladka brez mehurjev.

Debeline oksidnih plasti hitro strjenih zlitin Al-Fe-X, ki smo jih ugotovili z globinsko profilno analizo, so med 2 in 15 nm in so odvisne od zlitine ter površine traku. Na površini traku, ki je bila v kontaktu s hladnim valjem so debeline oksidnih plasti manjše od površine traku, ki ni bila v kontaktu z valjem. Razlika v debelini je nastala zaradi različne hrapavosti površin traku in kontakta oksidi-

¹ Mag. Milan BIZJAK, dipl.inž.met.
OMM-NTF, Univerza v Ljubljani
Aškerčeva 12, 1000 Ljubljana



Slika 1: Shematski prikaz evakuiranja CIP vzorca v hermetično zaprti Al posodi
 Figure 1: Schematic display of evacuation the CIP samples in Al container



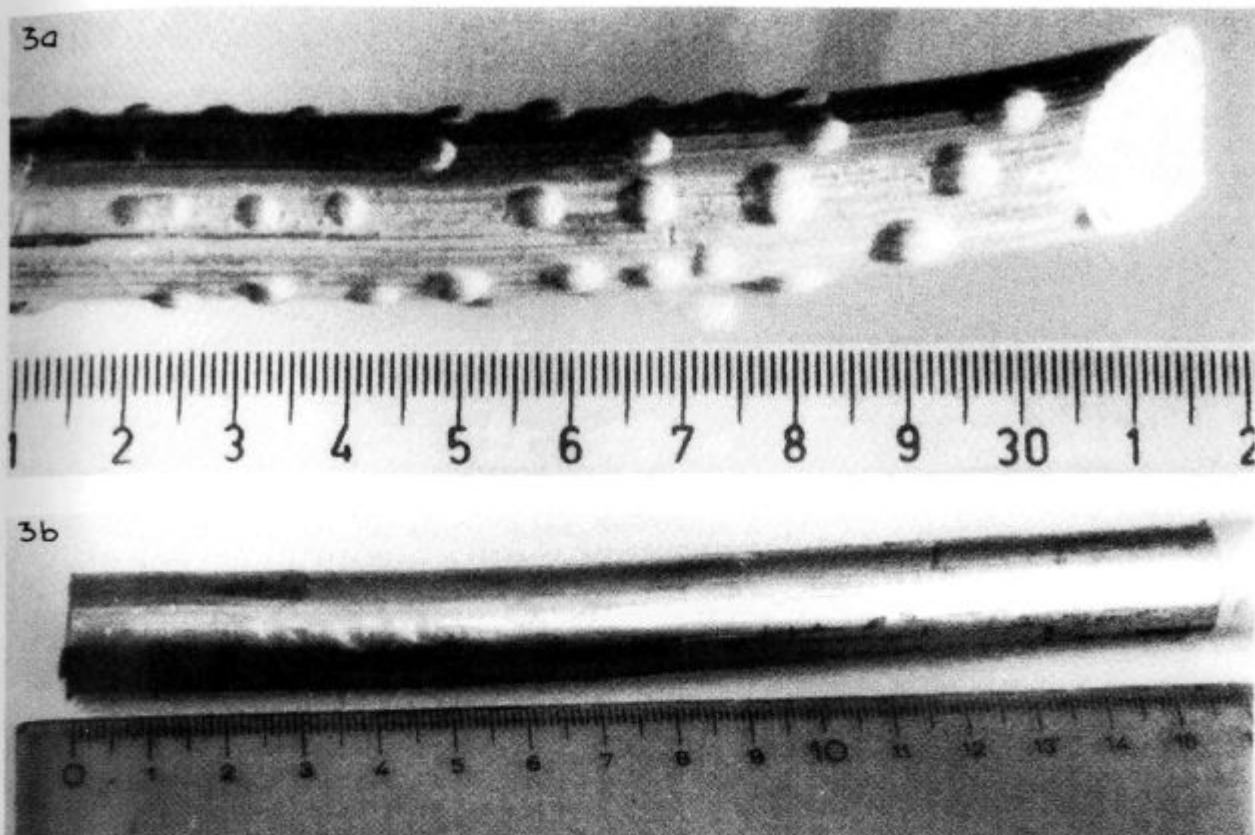
Slika 2: Evakuirane posode s CIP vzorci
 Figure 2: Evacuated container with the CIP samples

rajočega plina s površino traku. Prosta površina traku je znatno bolj hrapava od površine, ki je v kontaktu s hladilnim valjem. Debeline oksidnih plasti so podane v tabeli 1.

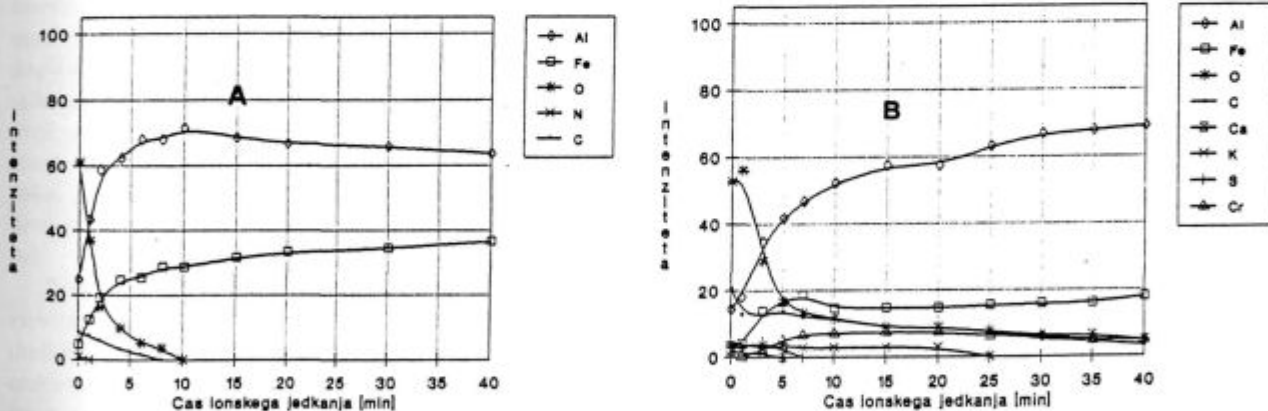
Debeline in sestava oksidnih plasti so odvisne tudi od uporabljenega postopka hitrega strjevanja. Pri vodni atomizaciji so oksidne plasti več stokrat debelejše od debe-

Tabela 1: Debeline oksidnih plasti na trakovih zlitin Al-Fe-X

Vzorec	Čas jedkanja traku (min)		Debelina oksidne plasti (nm)	
	gladka stran	groba stran	gladka stran	groba stran
Al-Fe	0,5	2,0	2	8
Al-Fe-Zr	3,7	-	15	-
Al-Fe-Zr-Si	1,0	2,0	4	8
Al-Fe-V	1,5	-	6	-



Slika 3: Površina ekstrudiranih CIP surovcev
 Figure 3: Surface after hot extrusion the CIP samples



Slika 4: Globinski profil za zlitino Al-Fe, a) zrak, b) argon
 Figure 4: AES depth profile of the oxide layers for Al-Fe alloys, a) air, b) argon

line plasti, nastalih pri strjevanju na vrtečem se kolotu. Nastali oksidi pri strjevanju na vrtečem se kolotu so Al_2O_3 in $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$, ki se pretvorijo v krhki $\gamma-Al_2O_3$. Med evakuiranjem pa smo odstranili tudi adsorbirane pline H_2O , O_2 in H_2 . Na **sliki 4** je prikazan globinski profil oksidne plasti trakov, izdelanih po postopku hitrega strjevanja na vrtečem se kolotu na zraku in v atmosferi Ar, za zlitino Al - Fe 8 m.%.

4 Sklepi

V prispevku je opisan način razplinjanja z evakuiranjem CIP vzorcev ali prašnih mešanic v vakuumski posodi. Rezultate naše raziskave lahko sklenemo takole:

1. CIP vzorce ali prašne mešanice v vakuumski posodi moramo pred ekstrudiranjem razpliniti.
2. Uporabljeni postopek razplinjevanja v vakuumskem sistemu je uspešen.

3. Razplinjevanje je odvisno od časa in temperature. Temperatura razplinjevanja je odvisna od temperature ekstrudiranja.
4. Sestava in debelina oksidnih plasti sta odvisni od uporabljenega postopka hitrega strjevanja.

Literatura

- ¹ M. J. Couper, J. W. Luster, M. Thumann: *pmi*, 23, 1991, 1
- ² K. U. Kainer: Pulvermetallurgische Herstellung von metallischen Verbundwerkstoffen, *DGM seminar*, TU Clausthal, Nemčija, 1994