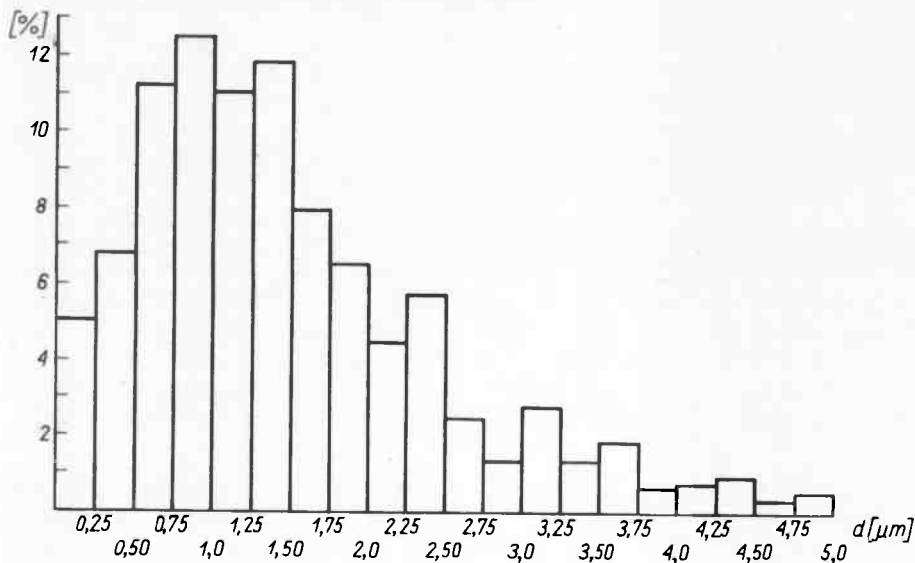


## Badanie wpływu ziarnistości proszku wolframu i ciśnienia prasowania na skurcz i gęstość spieku WNi1 i WCu2ONi3

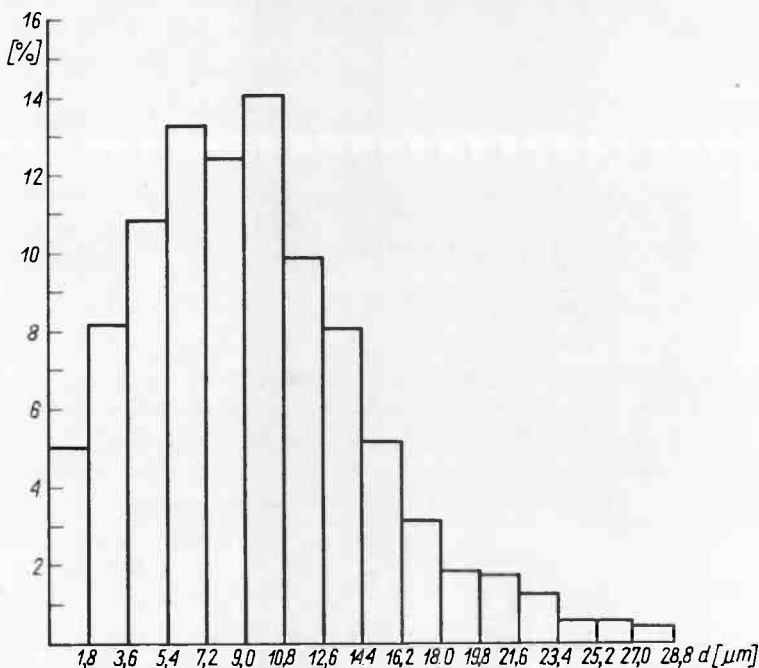
W przemyśle elektronicznym i elektrotechnicznym często stosuje się materiały, w których podstawowym składnikiem jest wolfram z różną zawartością miedzi. Z danych literaturowych [1,2,4,5,6] wiadomo, że wielkość ziaren proszków metali używanych jako materiał wyjściowy ma bardzo duży wpływ na przebieg procesu spiekania, a także na własności fizykomechaniczne gotowego wyrobu. Jednakże dane te odnoszą się najczęściej do spieków jednoskładnikowych i mają charakter ogólny. J. Avery [6] podaje, że przy zastosowaniu drobnoziarnistego proszku wolframu otrzymuje się wyższą gęstość spieku w porównaniu z proszkiem średnioziarnistym. Wyniki tych badań odnoszą się jedynie do czystego wolframu. Autor nie podaje konkretnych wartości zarówno wielkości ziarna proszku, jak i gęstości spieków.

W niniejszej pracy badano wpływ wielkości ziarna<sup>1/</sup> materiału podstawowego, jakim w tym przypadku jest wolfram, oraz różnego ciśnienia prasowania na wielkość skurczu i gęstość spieku WNi1 i WCu2ONi3.



Rys. 1. Rozkład wielkości ziarn proszku wolframu - I frakcja

<sup>1/</sup> Autor pracy pod ogólnie stosowanym określeniem "wielkość ziarno proszku" rozumie "wielkość cząstki proszku", ponieważ na ogół nie można mieć całkowitej pewności, że mierzone są pojedyncze ziarna, a nie ich konglomeraty.



Rys. 2. Rozkład wielkości ziarn proszku wolframu - II funkcja

Do badań użyto następujących proszków metalicznych:

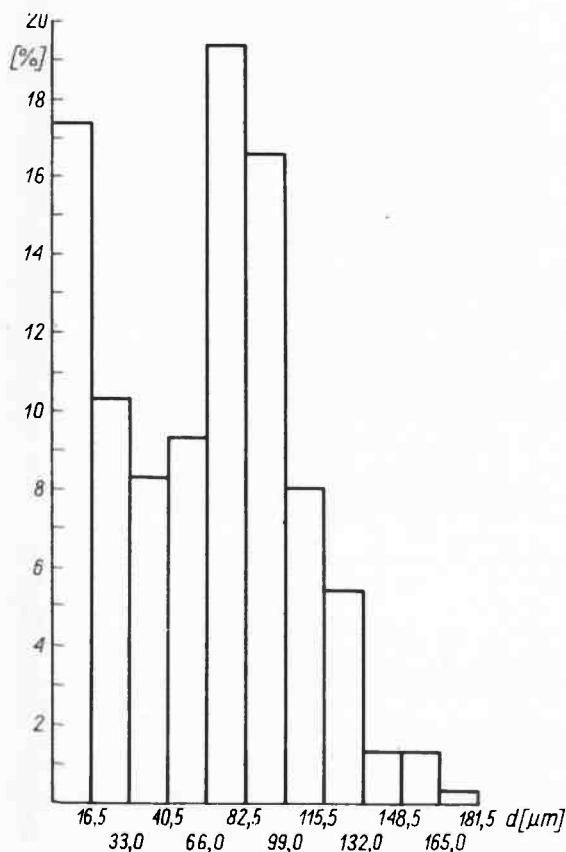
- wolframu o trzech różnych frakcjach przedstawionych na rys. 1,2,3 i o gęstości usypowej odpowiednio:  $0,90 \text{ g/cm}^3$ ,  $4,63 \text{ g/cm}^3$ ,  $5,20 \text{ g/cm}^3$ ;
- niklu o rozkładzie wielkości ziarn przedstawionym no rys. 4 i gęstości usypowej  $1,94 \text{ g/cm}^3$ ;
- miedzi o ziarnistości przedstawionej na rys. 5 i o gęstości usypowej  $1,08 \text{ g/cm}^3$ .

Badanie rozkładu wielkości ziarn proszków prowadzono na urządzeniu typu Quantimet 720 o zdolności rozdzielczej  $0,1 \mu\text{m}$  przy maksymalnym powiększeniu 1000x. Przy określaniu wartości średniej błąd pomiaru na tym urządzeniu wynosi około 8%. Przed pomiarem wielkości ziarn proszków proszki te rozseparowywano metodą fleshingu opracowaną w ONPMP przez R. Izbanera [10] i następnie наносzono na płytkę szklaną. Tak przygotowany preparat badano na urządzeniu typu Quantimet 720.

Jak widać z wykresów /rys. 1 - 5/ proszek niklu i miedzi ma zbliżoną wielkość ziaren, natomiast poszczególne frakcje wolframu różnią się między sobą dość wyraźnie. W I frakcji największy udział procentowy mają ziarna w zakresie od  $0,5 \mu\text{m}$  do  $1,5 \mu\text{m}$ , w II frakcji - od około  $4 \mu\text{m}$  do  $13 \mu\text{m}$ , w III frakcji - od  $66 \mu\text{m}$  do  $100 \mu\text{m}$ . W dalszej części pracy używane będzie określenie proszku wolframu odpowiednio: I, II i III frakcja.

Praca prowadzona była w dwóch etapach. W pierwszym etapie badań stosowano mieszaninę proszku wolframu /trzy różne frakcje/ z niklem metalicznym /1% wagowo/ dodawanym w celu aktywowania procesu spiekania [8, 9]. Dokładnie wymieszane

proszki prasowano na precyzyjnej prasie mechanicznej pod ciśnieniem od  $0,98 \text{ GN/m}^2$  /  $1 \text{ T/cm}^2$  / do  $4,90 \text{ GN/m}^2$  /  $5 \text{ T/cm}^2$  /. Proszki prasowano dwustronnie w matrycach stalowych [12].



Rys. 3. Rozkład wielkości ziarn proszku wolframu - III frakcja

$Q_2$  - masa badanego spieku w cieczy w g,  
 $d_p$  - gęstość powietrza w określonej temperaturze i ciśnieniu w  $\text{g/cm}^3$ ,  
 $d_c$  - gęstość cieczy w określonej temperaturze i ciśnieniu powietrza w  $\text{g/cm}^3$

Jak widać z rysunków 6 i 7, wpływ ciśnienia prasowania na gęstość spieku WNiI jest tym wyraźniejszy, im większe są ziarna wolframu /rys. 6/. Skurcz podczas spiekania, w miarę zwiększania ciśnienia prasowania, jest tym mniejszy, im większe są ziarna wolframu /rys. 7/. Spieki z drobnoziarnistego wolframu /I frakcja/ mają gęstość rzędu 96% gęstości teoretycznej, przy czym wpływ ciśnienia prasowania jest mniejszy /różnica gęstości 1,5% między ciśnieniem  $0,98 \text{ GN/m}^2$  i  $4,90 \text{ GN/m}^2$  / w porównaniu ze spiekami z gruboziarnistego wolframu. Przy użyciu gruboziarnistego wolframu /III frakcja/ gęstość zmienia się od 51% gęstości teoretycznej - przy ciśnieniu prasowania

Sprasowane tabletki o wymiarach  $\phi 18 \times 10 \text{ mm}$  poddawano procesowi spiekania w atmosferze czystego i suchego wodoru w temperaturze około  $1870\text{K}$  w przeciągu 1 godziny. Temperaturę i czas spiekania dobrano korzystając z pracy [3]. Wyniki pomiaru stosunku gęstości spieku  $/d_s/$  do gęstości teoretycznej  $/d_t/$ ,

$$K = \frac{d_s}{d_t} \cdot 100\% \quad /1/$$

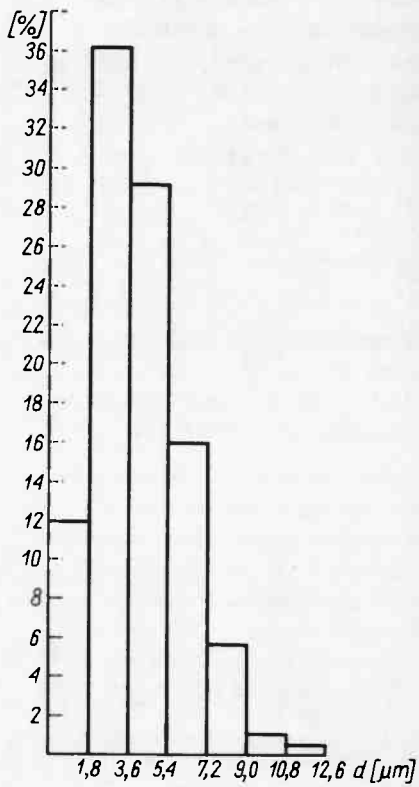
oraz wartość skurczu promieniowego  $E_r$  w zależności od ciśnienia prasowania i wielkości ziarn wolframu przedstawiono na rys. 6 i 7.

Wartość skurczu promieniowego  $E_r$  po przeprowadzonym procesie spiekania określano geometrycznie [3]. Natomiast gęstość spieków określano metodą hydrostatyczną na wadze hydrostatycznej typ 2400 firmy Sartorius, prowadząc obliczenia według wzoru 2 [11]:

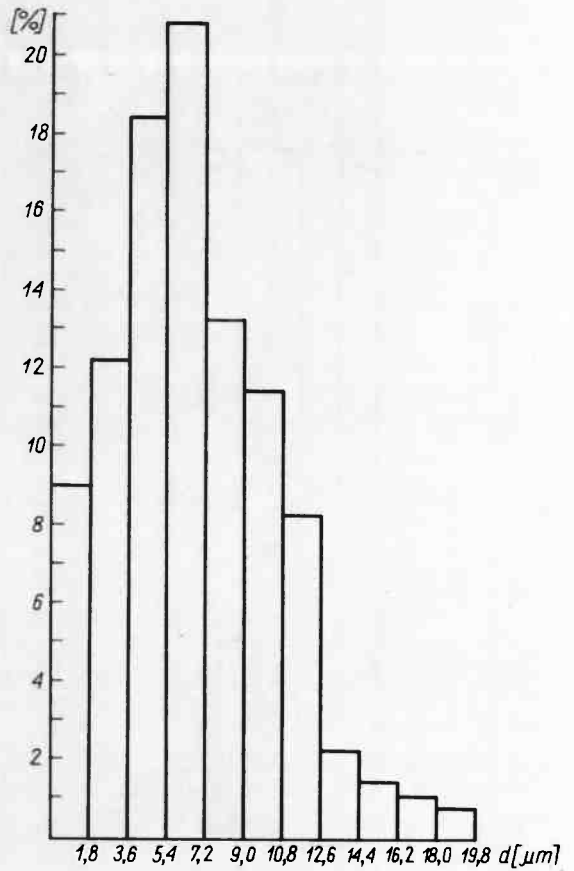
$$d_s = \frac{Q_1 d_c - Q_2 d_p}{Q_1 - Q_2} \quad /2/$$

gdzie:  $d_s$  - gęstość badanego spieku w  $\text{g/cm}^3$ ,

$Q_1$  - masa badanego spieku w powietrzu w g,

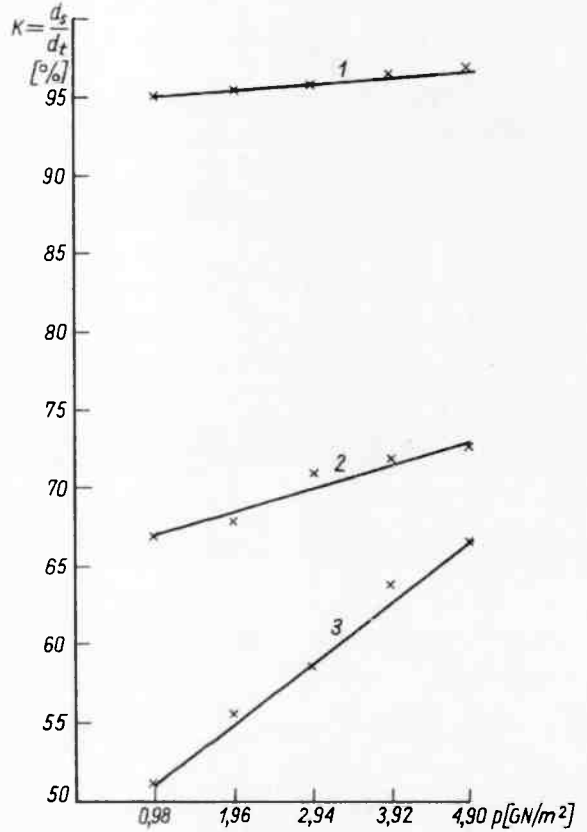


Rys. 4. Rozkład wielkości ziaren proszku niklu

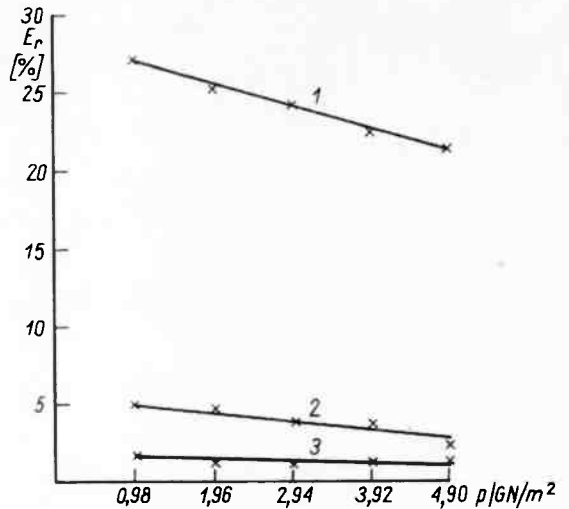


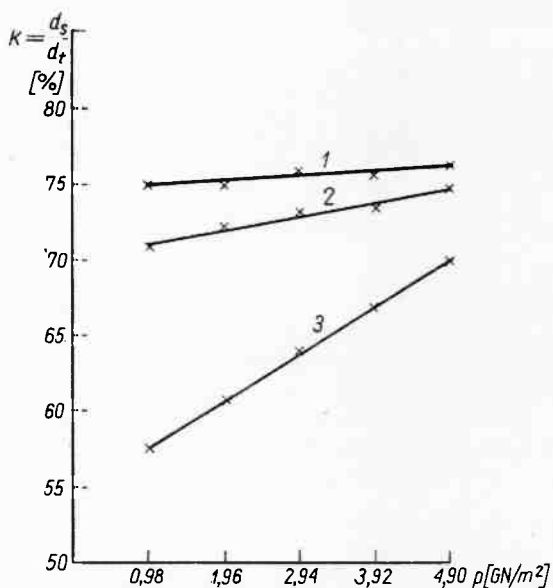
Rys. 5. Rozkład wielkości ziaren proszku miedzi

Rys. 6. Wpływ ciśnienia prasowania na stosunek  $K$ , przy różnej wielkości ziaren proszku wolframu, po spiekaniu WNi1 w temperaturze 1870°K - 1 godz., 1 - I frakcja wolframu, 2 - II frakcja wolframu, 3 - III frakcja wolframu

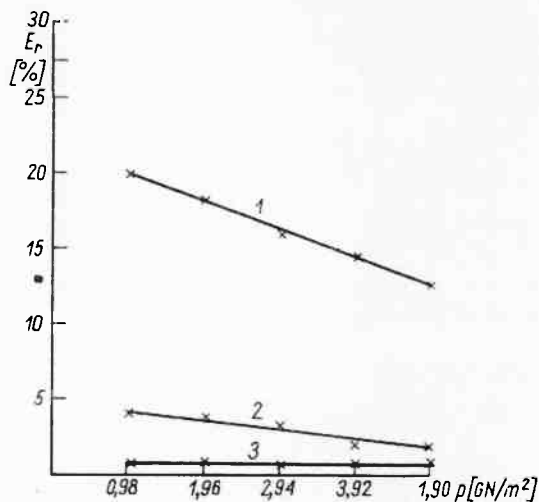


Rys. 7. Wpływ ciśnienia prasowania na wielkość skurczu promieniowego  $E_r$ , przy różnej wielkości ziaren proszku wolframu, po spiekaniu WNi1 w temperaturze 1870°K - 1 godz., 1 - I frakcja wolframu, 2 - II frakcja wolframu, 3 - III frakcja wolframu





Rys. 8. Wpływ ciśnienia prasowania na stosunek  $K$ , przy różnej wielkości ziaren proszku wolframu, po spiekaniu  $WCu20Ni1$  w temperaturze  $1870^{\circ}K$  - 1 godz. 1 - I frakcja wolframu, 2 - II frakcja wolframu, 3 - III frakcja wolframu



Rys. 9. Wpływ ciśnienia prasowania na wielkość skurczu promieniowego  $E_r$ , przy różnej wielkości ziaren proszku wolframu, po spiekaniu  $WCu20Ni1$  w temperaturze  $1870^{\circ}K$  - 1 godz. 1 - I frakcja wolframu, 2 - II frakcja wolframu, 3 - III frakcja wolframu

$0,98 \text{ GN/m}^2$  - do około 67% - przy ciśnieniu prasowania  $4,90 \text{ GN/m}^2$ . Różnica wielkości skurczu natomiast, w zależności od ciśnienia prasowania, przy spiekach z drobnoziarnistego wolframu jest większa /około 6%/ niż przy spiekach z gruboziarnistego wolframu /około 0,5%/.

W drugim etapie badań obserwowano wpływ ziarnistości proszku wolframu i ciśnienia prasowania na wartość K i skurcz promieniowy w spiekach - oznaczonych w pracy  $\text{WCu2ONi1}$  - o następującym składzie chemicznym określonym wagowo:

Cu - 20%,  
Ni - 1%,  
W - reszta.

Parametry technologiczne otrzymywania spieków  $\text{WCu2ONi1}$  zachowano takie same jak w przypadku spieków  $\text{WNi1}$ .

Wyniki pomiarów wartości K i skurczu po przeprowadzonym procesie spiekania przedstawiono na rys. 8 i 9.

Jak widać z wykresów, także w przypadku dodania 20% wag. Cu do mieszaniny proszków  $\text{WNi1}$  można zaobserwować wpływ ciśnienia prasowania i ziarnistości wolframu na zmianę gęstości i skurczu spieków. Charakter i układ prostych jest podobny do prostych otrzymanych po spiekaniu  $\text{WNi1}$ .

Przy spiekaniu tabletek  $\text{WCu2ONi1}$  gęstość ich jest mniejsza niż w przypadku tabletek  $\text{WNi1}$  /około 96% - rys. 6/ i wynosi około 76% gęstości teoretycznej przy użyciu drobnoziarnistego proszku wolframu /rys. 8/. Natomiast przy użyciu gruboziarnistego proszku wolframu gęstość spieków  $\text{WCu2ONi1}$  jest większa niż dla składu  $\text{WNi1}$  i mieści się w granicach od 57% /przy ciśnieniu prasowania  $0,98 \text{ GN/m}^2$ / do 70% /przy ciśnieniu  $4,90 \text{ GN/m}^2$ / gęstości teoretycznej /rys. 8/. Tak więc spieki z gruboziarnistego proszku wolframu osiągają wyższą gęstość w przypadku dodania do nich 20% wag. Cu.

Rozpatrując zmianę skurczu promieniowego  $E_r$  wyprasek podczas procesu spiekania łatwo jest zauważyć, że tabletki wykonane z drobnoziarnistego proszku wolframu o składzie  $\text{WCu2ONi1}$  kurczą się w znacznie mniejszym stopniu w porównaniu z tabletkami  $\text{WNi1}$ . Skurcz ten jest uzależniony od ciśnienia prasowania i przy ciśnieniu  $0,98 \text{ GN/m}^2$  wynosi 20%, a przy ciśnieniu  $4,90 \text{ GN/m}^2$  - 12,5%, podczas gdy dla składu  $\text{WNi1}$  odpowiednio wynosi 27% i 21%. Przy zastosowaniu gruboziarnistego proszku wolframu różnica wielkości skurczu pomiędzy składem  $\text{WCu2ONi1}$  i  $\text{WNi1}$  jest bardzo mała i praktycznie nie obserwuje się wpływu ciśnienia prasowania na zmianę  $E_r$ .

## WNIOSKI

Przeprowadzone badania nad określeniem wpływu wielkości ziarna proszku wolframu i ciśnienia prasowania na skurcz i gęstość spieków  $\text{WNi1}$  i  $\text{WCu2ONi1}$  pozwoliły ustalić konkretne wartości tych zależności. Stwierdzono, że:

- wzrost gęstości, w miarę wzrostu ciśnienia prasowania od  $0,98 \text{ GN/m}^2$  do  $4,90 \text{ GN/m}^2$ , w spiekach wykonanych z drobnoziarnistego wolframu /I frakcja/ wynosi od 95% gęstości teoretycznej do około 96,5%, tj. 1,5%, a w przypadku gruboziarnistego wolframu /III frakcja/ od 51% do około 67%, tj. 16% /rys. 6/. Różnica wielkości skurczu promieniowego, w zależności od ciśnienia prasowania, w spiekach z drobnoziarnistego wolframu jest większa /około 6%/ niż w spiekach z gruboziarnistego wolframu /około 0,5%/ - rys. 7;

- skurcz promieniowy wyprasek o składzie  $WCu20Ni$  wykonanych z drobnoziarnistego wolframu przy ciśnieniu prasowania  $0,98 \text{ GN/m}^2$  wynosi 20%, a przy ciśnieniu  $4,90 \text{ GN/m}^2$  - 12,5%. Przy zastosowaniu gruboziarnistego wolframu wartość skurczu promieniowego wynosi około 1% i praktycznie nie obserwuje się wpływu ciśnienia prasowania na zmianę  $E_T$  /rys. 9/;

- dodatek miedzi w ilości 20% wag do  $WNi$  powoduje obniżenie gęstości spieków wykonanych z drobnoziarnistego wolframu i podwyższenie gęstości spieków wykonanych z gruboziarnistego proszku wolframu /rys. 8/ w porównaniu z tymi wielkościami otrzymanymi po spiekaniu  $WNi$  /rys. 6/.

#### Literatura

1. Rutkowski W.: Metalurgia proszków w nowoczesnej technice, Wyd. Śląsk, 1963.
2. Stolarz S., Rutkowski W.: Wolfram i molibden, PWT, Warszawa 1961.
3. Lejbrandt M., Kaliszuk K.: Badania nad otrzymaniem szkieletu wolframowego przeznaczonego do nasycania, Mat. Elektroniczne, 2, 1973.
4. Agte C., Vacek J.: Wolfram a molibden, Praha 1954.
5. Jones W.D.: Fundamental Principles of Powder Metallurgy, London 1960.
6. Avery J.W., Smithells C.J., Pitkin W.R.: Grain Growth in Compressed Metal Powder. K.Inst. Metals, 38, 85-97, 1927.
7. Izbaner R.: Informacja koleżeńska.
8. Adamczak Sz., Aleksanderek Fr.: Wytwarzanie części maszyn z proszków metali, WNT, Warszawa 1964.
9. Герузин Я.Е.: Физика спекания, Наука, Москва 1967.
10. Самсонов Г.В., Яковлев В.И.: Активированное спекание вольфрама с присадками никеля, Порошковая металлургия, 8, 1967.
11. Папичкина В.В.: Об активированном спекании вольфрама с малыми добавками никеля, Порошковая металлургия, 2, 1967.
12. Яковлев Б., Калишук К., Лейбрандт М.: Исследование активированного спекания вольфрамового порошка с целью получения пористых структур, II Национальная конференция на тему металлокерамических конструкционных изделий.  
Materiały konferencyjne, Varna 1972.