https://doi.org/10.62753/ctp.2004.03.1.2

Anita Olszówka-Myalska[1], **Katarzyna Konopka**[2]
Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, ul. Krasińskiego 8b, 40-019 Katowice

Roman Przeliorz[3]
Politechnika Warszawska, Wydział Inżynierii Materiałowej, ul. Wołoska 141, 02-507 Warszawa

WPŁYW TEMPERATURY PRASOWANIA NA MIKROSTRUKTURĘ I WYBRANE WŁAŚCIWOŚCI KOMPOZYTU ZAWIERAJĄCEGO ALUMINIDKI ŻELAZA

Przedstawiono wyniki badań wpływu temperatury jednoosiowego prasowania w zakresie 560÷630°C na mikrostrukturę kompozytu otrzymanego z mieszaniny proszków Al i Fe oraz takie właściwości, jak: gęstość, twardość, moduł Younga *E* oraz moduł Kirchhoffa *G*. Metodą SEM stwierdzono transformację proszku żelaza w aluminidek żelaza w wyniku prasowania na gorąco. Morfologia aluminidku żelaza była zależna od temperatury prasowania - w materiałach prasowanych w zakresie 560÷600°C cząstki charakteryzowała budowa zwarta, a w materiałach prasowanych w zakresie 620÷630°C zdyspergowana. Stwierdzono wzrost gęstości, twardości i modułów *E* i *G* w funkcji temperatury prasowania.

Słowa kluczowe: kompozyty *in situ*, aluminidki, prasowanie na gorąco

INFLUENCE OF HOT PRESSING TEMPERATURE ON MICROSTRUCTURE AND SELECTED PROPERTIES OF COMPOSITE SINTERS WITH IRON ALUMINIDES

The composite sinters obtained from aluminium powder (Fig. 1a) and iron powder (Fig. 1b) mixture as a result of hot pressing in vacuum in Degussa press at a temperature range 560÷630°C were investigated. All sintered materials were obtained from the powders mixture of composition of Al 90 vol.% and Fe 10 vol.%. The pressure 15 MPa and sintering time 30 min were used. The results of differential thermal analyse (*DTA*) of a mixture of aluminium powder and iron powder showed interaction between components (Fig. 2) below aluminium melting point. Microstructure observation of a composite samples by SEM Hitachi-4200S showed in aluminium matrix the presence of iron aluminides particles formed as a result of interaction between iron powder and matrix (Figs. 3-6). Differences of particles microstructure were noticed. In materials hot pressed at a temperature range 560÷600°C, the intermetallic particles were globular, with shape similar to the precursor iron powder, and they increased with a temperature increase. In materials hot pressed at a temperature of 620 and 630°C a new phase was disspersed. The experiment showed the possibility of *in situ* formation of iron aluminide with a different morphology in aluminium matrix composite. The increase of density, hardness, Young modulus *E* and Kirchhoff *G* modulus with hot pressing temperature was stated (Table 1).

Key words: *in situ* composites, aluminides, hot pressing

WPROWADZENIE

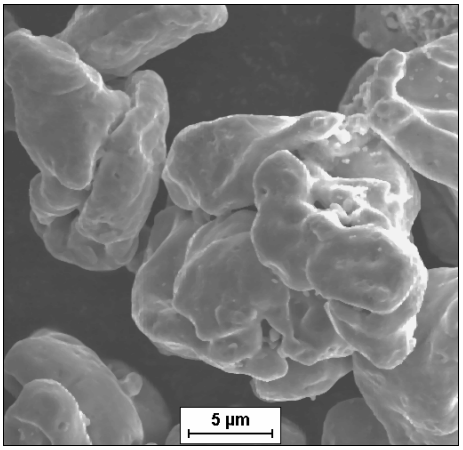
Kompozyty z osnową metalową zawierające cząstki faz międzymetalicznych stanowią przedmiot intensywnych badań ostatniej dekady [1]. Wynika to z korzystnych właściwości faz międzymetalicznych, jakimi są mała gęstość i dobre właściwości mechaniczne w podwyższonej temperaturze. Jednak istotną wadą tych faz jest kruchość i trudność formowania z nich wyrobów, jak i półproduktów o zadanej morfologii i dyspersji.

Jedną z metod kształtowania mikrostruktury faz międzymetalicznych, będących komponentem w kompozycie, są technologie *in situ*, które mogą być prowadzone na układach: ciecz-gaz [1], ciecz-ciało stałe [2-4], ciało stałe-ciało stałe [5-7]. Celem niniejszej pracy jest określenie, jak temperatura prasowania układu typu ciało stałe-ciało stałe wpływa na mikrostrukturę i niektóre właściwości kompozytu z osnową aluminiową, w którym z prekursora proszku żelaza w wyniku oddziaływania z osnową powstają cząstki nowej fazy.

MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Kompozyty wytworzono z mieszaniny zawierającej 10% obj. proszku Fe o granulacji 325 firmy Aldrich oraz 90% obj. proszku Al AGF1 Skawina. Mikrostrukturę zastosowanego proszku żelaza, będącego prekursorem cząstek aluminidku żelaza w kompozycie, przedstawiono na rysunku 1.

[1, 2, 3] dr inż.



Rys. 1. Mikrostruktura proszku żelaza użytego jako prekursora cząstek nowej fazy, SEM

Fig. 1. Microstructure of iron powder used as a precursor of a new phase particles, SEM

Mieszaninę proszków przygotowano w młynie agatowym, stosując dobrane eksperymentalnie warunki mieszania. W celu wstępnego określenia warunków prasowania przeprowadzono jej badania wstępne metodą różnicowej analizy termicznej (DTA) przy użyciu analizatora GDTD16 firmy SETARAM.

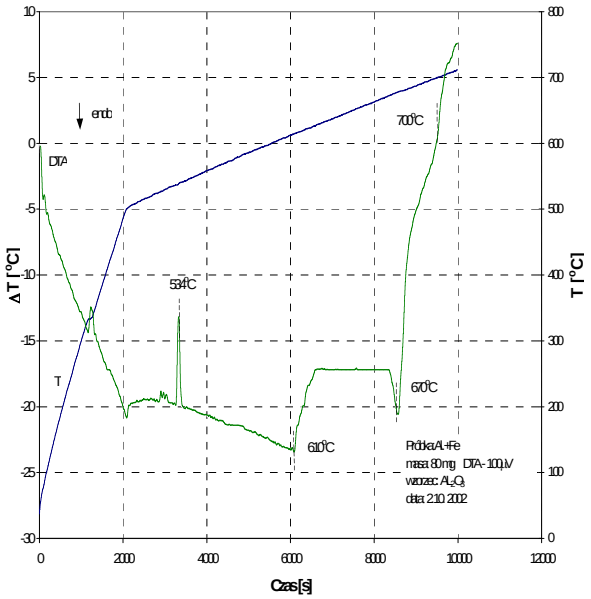
Kompozyty otrzymano w wyniku jednoosiowego prasowania w prasie Degussa w próżni 2,8 Pa pod ciśnieniem 15 MPa w ciągu 30 minut w temperaturze 560, 580, 600, 620 i 630^{o}C. Wykonano zgłady metalograficzne prostopadle do kierunku prasowania, preparaty poddano obserwacjom z użyciem elektronowego mikroskopu skaningowego Hitachi-4200S z systemem EDS Noran.

Gęstość i porowatość kompozytów wyznaczono metodą Archimedesa zgodnie z normą PN-76/6-06307. Stałe sprężystości - moduł Younga *E* oraz moduł Kirchhoffa *G* - wyznaczono, mierząc prędkość propagacji fali ultradźwiękowej w materiale. Do pomiarów wykorzystano refraktometr ultradźwiękowy wyposażony w głowicę fal o częstotliwości 10 MHz. Twardość wyznaczono metodą Brinnela.

WYNIKI I ICH OMÓWIENIE

Termiczna analiza różnicowa *DTA* wykazała (rys. 2) egzotermiczne efekty cieplne w temperaturze mniejszej od temperatury topnienia aluminium. Wskazuje to na możliwość transformacji cząstek proszku żelaza w produkty jego oddziaływania z aluminium i tym samym kształtowanie struktury kompozytu *in situ* w układzie ciało stałe-ciało stałe.

Obserwacje mikrostruktury kompozytów (rys. 3) wykazały obecność w osnowie aluminiowej cząstek o zróżnicowanej morfologii, których analiza metodą EDX ujawniła obecność żelaza i aluminium. Na tej podstawie można przyjąć, że podczas prasowania na gorąco w wyniku reakcji żelaza z aluminium powstał kompozyt z osnową aluminiową zawierający cząstki aluminidku żelaza, których jednoznaczna identyfikacja fazowa wymaga przeprowadzenia badań metodami dyfrakcji.



Rys. 2. Krzywa *DTA* określona dla mieszaniny proszków Al i Fe

Fig. 2. DTA curve of mixture of aluminium powder and iron powder

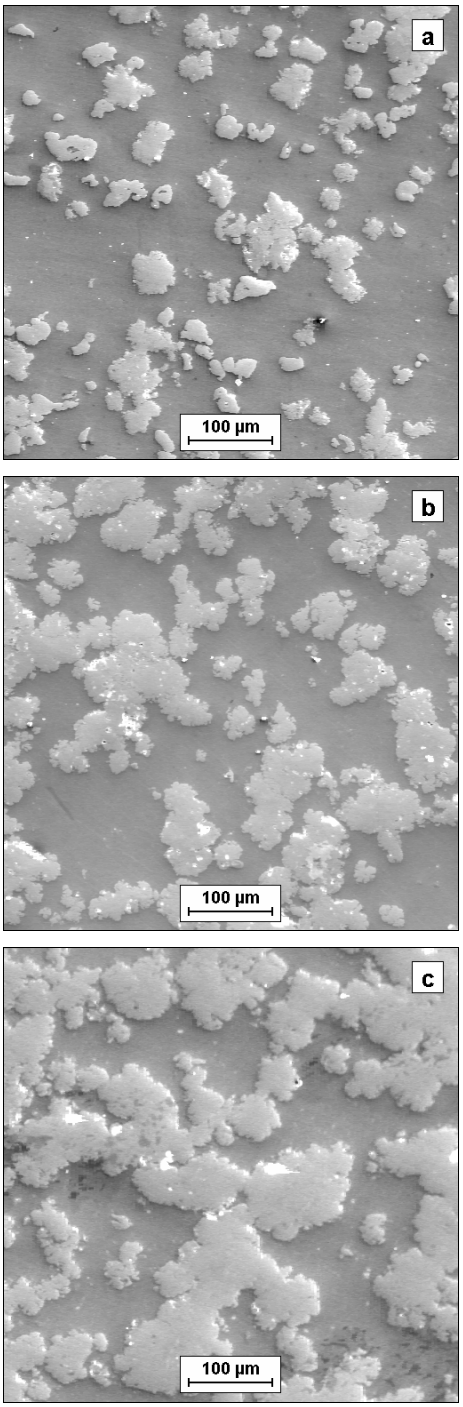
Ponadto, cechą charakterystyczną mikrostruktury badanych materiałów jest to, że początkowo fazą dominującą jest osnowa aluminiowa (materiał SAF1). Jednak jej udział maleje ze wzrostem temperatury prasowania i fazą dominującą staje się aluminidek (materiały SAF4 i SAF5). Ilościowa charakterystyka struktury kompozytu metodami automatycznej analizy obrazu została przedstawiona w pracy [8].

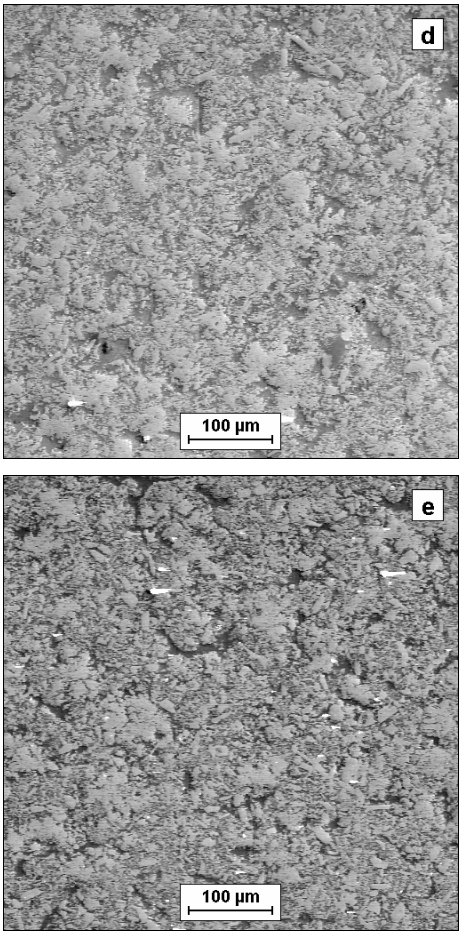
Obserwowane metodą SEM cząstki w badanych materiałach można podzielić pod względem budowy na dwie grupy. W kompozytach prasowanych w temperaturze 560, 580 i 600^{o}C nowa faza występuje w postaci zwartej i ma kształt zbliżony do ziaren proszku żelaza użytego jako prekursor, co jest efektem podobnym do obserwowanego dla układu Al-Ni przedstawionym w pracach [6, 7]. Natomiast w kompozytach prasowanych w temperaturze 620 i 630^{o}C cząstki nowej fazy mają budowę pierzastą. Takie zróżnicowanie morfologii wskazuje na zmianę mechanizmu tworzenia aluminidku żelaza wraz ze wzrostem temperatury.

Wyniki pomiarów gęstości, porowatości, twardości modułów *E* i *G* wytworzonych kompozytów przedstawiono w tabeli 1.

Gęstość badanych materiałów rośnie wraz z temperaturą prasowania, co spowodowane jest zarówno eliminacją mikroporów, jak i zmianami mikrostruktury produktów reakcji aluminium z żelazem. Podobnie zmieniają się takie właściwości, jak twardość HB oraz

moduły E i G, których wartości także rosną ze wzrostem temperatury prasowania.





Rys. 3. Mikrostruktura kompozytów prasowanych w różnej temperaturze otrzymanych z tej samej mieszaniny; osnowa aluminiowa ciemna, cząstki aluminidku jasne: a) SAF1 560°C, b) SAF2 580°C, c) SAF3 600°C, d) SAF4 620°C, e) SAF5 630°C; zgład nietrawiony; SEM-SEI

Fig. 3. Microstructure of compostes sintered in different temperature from the same powders mixture: a) SAF1 560°C, b) SAF2 580°C, c) SAF3 600°C, d) SAF4 620°C, e) SAF5 630 °C; SEM-SEI

TABELA 1. **Wyniki pomiarów właściwości kompozytów otrzymanych metodą prasowania na gorąco w różnej temperaturze**

TABLE 1. **Results of properties measurements of composites at different temperature**

Oznaczenie materiału	Temperatura prasowania °C	Gęstość g/cm^3	Porowatość otwarta %	Twardość HB	Moduł E, GPa	Moduł G, GPa
SAF1	560	2,72	0,15	25,7	61,3	20
SAF2	580	2,97	0,90	59,8	80,6	28,8
SAF3	600	3,17	0,04	83,4	97,1	39,9
SAF4	620	3,32	0,01	126,2	114	45,2
SAF5	630	3,34	0,01	128,8	138	49,6

WNIOSKI

Przedstawione wyniki eksperymentu, które stanowią fragment szerzej prowadzonych badań [8, 9], pozwalają

sformułować następujące wnioski dotyczące wpływu temperatury prasowania na strukturę, jak i właściwości kompozytu otrzymanego z mieszaniny proszków aluminium i żelaza:

1. W wyniku reakcji żelaza z aluminium podczas prasowania w zakresie temperatury 560÷630^{o}C możliwe jest otrzymanie cząstek aluminidku żelaza w osnowie aluminiowej. Udział tych cząstek zależy od temperatury prasowania i zwiększa się ze wzrostem temperatury prasowania.
2. W zależności od temperatury tworzenia cząstek aluminidków żelaza obserwuje się zróżnicowanie ich kształtu i wielkości. Wraz ze wzrostem temperatury cząstki początkowo są zwarte i zwiększają swoje rozmiary, a następnie wzrost temperatury prasowania umożliwia powstanie cząstek rozdrobnio-nych.
3. Wraz ze wzrostem temperatury prasowania badany kompozyt charakteryzuje wzrost gęstości i zmniejszenie porowatości otwartej, wzrost twardości oraz modułów Younga *E* i Kirchhoffa *G*.

Praca została wykonana w ramach projektu badawczego 7 T08C 007 22 finansowanego przez Komitet Badań Naukowych.

LITERATURA

[1] Tjong S.C., Ma Z.Y., Microstructural and mechanical chracteristics of in situ metal matrix composites, Materials Science and Enineering 2000, 29, 49-113.

[2] Fraś E., Kolbus A., Janas A., Porównanie niektórych właściwości mechanicznych kompozytó ex situ typu Duralcan z kompozytami in situ typu Al-TiC, Kompozyty (Composites) 2002, 2, 4, 176-179.

[3] Śleziona J., Olszówka-Myalska A., Formanek B., Zastosowanie ilmenitu do wytwarzania kompozytów na osnowie faz międzymetalicznych z układu Al-Fe i Al-Ti, Inżynieria Materiałowa 2003, 4-5, 188-194.

[4] Szymański W., Richert M., Kompozyt stop Al-Al_3Ti o różnej zawartości fazy zbrojącej, Inżynieria Materiałowa 2003, 4-5, 203-206.

[5] Formanek B., Maciejny A., Szymański K., Szala J., Pająk L., Przeliorz R., Wysokotemperaturowa synteza SHS kompozytowych proszków zawierających aluminidki żelaza i tytanu oraz tlenek glinu - warunki syntezy i struktura proszków, Inżynieria Materiałowa 1999, 3-4, 150-158.

[6] Olszówka-Myalska A., Microstructural study of the aluminium/nickel aluminide interface formed in hot-pressed in situ composite, Materials Chemistry and Physics nr 81, Elsevier 2003, 303-305.

[7] Olszówka-Myalska A., Nikiel jako prekursor cząstek aluminidków w kompozycie z osnową aluminiową, Archiwum Nauki o Materiałach 2002, 23, 3, 235-246.

[8] Olszówka-Myalska A., Szala J., Moskal G., Mikrostruktura cząstek aluminidku żelaza powstałych w kompozycie z osnową aluminiową, Inżynieria Materiałowa 2004 (złożone do druku).

[9] Olszówka-Myalska A., Adamiec J., Konopka K., Moskal G., Przeliorz R., Microstructure of a Hot Pressed Aluminium Matrix Composites with Iron Aluminides Particles, EUROMAT 2003, U2-701.

[10] Obraz J., Ultradźwięki w technice pomiarowej, WNT, Warszawa 1983.

Recenzent
Stefan Szczepanik