https://doi.org/10.62753/ctp.2001.15.1.1

Anita Olszówka-Myalska[1]
Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Metalurgii i Transportu, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

WPŁYW TEMPERATURY SPIEKANIA NA MECHANIZM DEKOHEZJI KOMPOZYTU Al-$(Al_2O_3)_p$

Badano materiały kompozytowe typu osnowa aluminiowa-cząstki Al_2O_3, otrzymane w wyniku osiowego dwustopniowego prasowania w różnej temperaturze. Przeprowadzono obserwacje struktury metodami SEM, pomiary gęstości i twardości. W kompozycie stwierdzono występowanie trzech różnych mechanizmów dekohezji w zależności od temperatury procesu.

INFLUENCE OF SINTERING TEMPERATURE ON DECOHESION MECHANISM OF Al-$(Al_2O_3)_p$ COMPOSITE

A composite of an aluminum matrix reinforced with alumina particles of 500 mesh granulation was obtained by powder metallurgy methods. A mixture of aluminum powder (Fig. 1) and alumina powder (Fig. 2) was axially pressed in Degussa press in vacuum. Two stages of pressing were applied. At the first one, pressure of 15 MPa, temperature of 400ºC and time 30 minutes were applied and at the second, pressure was applied of 150 MPa, temperatures of 500, 550, 600 and 640ºC and time of 50 minutes.

The composites density determined by Archimedes method and the hardness determined by Brinell method were changing with the pressing temperature (Table 1). Structure examinations of the obtained composites were performed on polished samples and fractures by means of a scanning electron microscope FE Hitachi 4200 with EDX Noran System 3500. The results are presented in Table 2 and Figures 3-6.

At temperature of 500 and 550ºC between the aluminum powder particles a bonding was formed containing micropores and decohesion occurred on grain boundaries. The matrix ductile fracture throughout the volume was observed in the sintered material at a temperature of 600ºC and higher. Differences were found in the bonding structure: aluminium oxide particle-aluminium matrix. In composites sintered at 500ºC a typical mechanical bonding occurs, which undergoes changes with a growing temperature and at 640ºC has a diffusive character.

Three basic decohesion mechanisms of the sintered composite Al-$(Al_2O_3)_p$ were identified:
- **intergranular, in matrix and along the boundaries matrix - alumina particle;**
- **transcrystalline ductile in the matrix and along the boundries: matrix - particle;**
- **transcrystalline ductile in the matrix and transcrystalline brittle in particles.**

The results obtained allowed to define initial conditions of sintering the Al-$(Al_2O_3)_p$ composite which contains intermetallic phases.

WSTĘP

Kompozyty typu osnowa aluminiowa-cząstki ceramiczne należą do materiałów konstrukcyjnych o interesujących właściwościach, jednak czynnik ekonomiczny stanowi podstawową barierę ich szerokiej aplikacji. W Polsce poszukiwania badawcze dotyczą zarówno zagadnień związanych z doskonaleniem procesów technologicznych, umożliwiających uzyskanie zadanej struktury, tj. składu fazowego, rozmieszczenia cząstek, charakteru i stabilności połączenia, jak i obniżenia kosztów wytwarzania.

Celem niniejszej pracy było przeprowadzenie badań modelowych powstawania połączenia aluminium-cząstka ceramiczna pod ciśnieniem w temperaturze niższej od temperatury topnienia aluminium oraz wpływ tego połączenia na charakter przełomu kompozytu przy założeniu, że surowcem będą materiały techniczne krajowego pochodzenia. Praca stanowi element programu badań dotyczących kształtowania i stabilności połączenia w kompozytach typu aluminiowa osnowa-cząstki ceramiczne [1, 2].

BADANIA WŁASNE

Materiał, technologia i właściwości

Do badań użyto komercyjnego proszku Al_2O_3 o granulacji 500 mesh produkcji firmy Centroszlif, którego strukturę przedstawia rysunek 1, oraz proszku aluminium RAL1 o czystości 99,72 produkcji Benda-Lutz Skawina, którego strukturę prezentuje rysunek 2.

Proszek Al_2O_3 wymyty w alkoholu etylowym i wysuszony zmieszano z proszkiem aluminium w młynie kulowym Fritch, stosując kapsułę i kule agatowe. Skład mieszaniny stanowiło 20% obj. Al_2O_3 oraz 80% obj. Al.

[1] dr inż.

Mieszaninę poddano prasowaniu jednoosiowemu w matrycy grafitowej, w prasie Degussa.

Rys. 1. Struktura proszku Al, SEI, pow. 500x

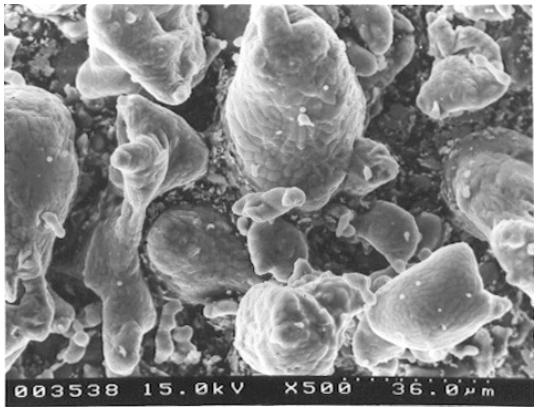


Fig. 1. Structure of aluminium powder, SEI, mag. 500x

Rys. 2. Struktura proszku tlenku aluminium, SEI, pow. 100x

Fig. 2. Structure of alumina powder, SEI, mag. 100x

Zrealizowano pięć wariantów procesu, który przebiegał w próżni 2,6 Pa w dwóch etapach:

- prasowanie wstępne, 30 min, pod ciśnieniem 15 MPa, w temperaturze 400°C;
- prasowanie zasadnicze, 50 min, pod ciśnieniem 150 MPa, w temperaturze 500, 550, 600 i 640°C.

TABELA 1. **Właściwości otrzymanych materiałów spiekanych**
TABLE 1. **Properties of composite sinters**

Oznaczenie	Skład mieszaniny % obj.	Temperatura spiekania °C	Twardość HB 5/250	Gęstość g/cm^3
SX	100 Al	620	41,9	2,67
ST1	80 Al, 20 Al_2O_3	500	47,5	2,64
ST2	80 Al, 20 Al_2O_3	550	47,5	2,80
ST3	80 Al, 20 Al_2O_3	600	51,9	2,93
ST4*	80 Al, 20 Al_2O_3	640	56,8	3,10
* W tych warunkach obserwowano niewielkie wypływanie aluminium z matrycy, a tym samym zwiększenie udziału objętościowego cząstek				

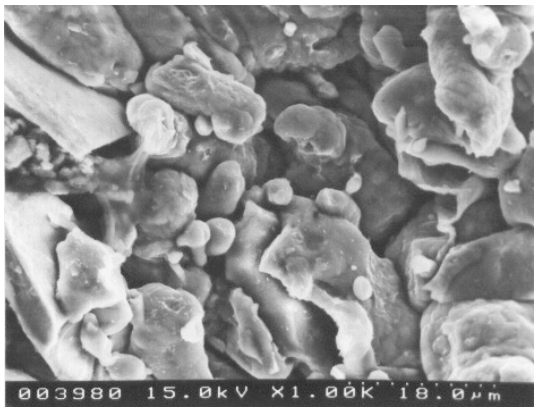
Porównawczo wykonano spiek z proszku aluminium stanowiącego osnowę w pozostałych materiałach. Otrzymano próbki w kształcie walca o średnicy ϕ = = 16 mm i wysokości h = 22 mm. Gęstość wytworzonych materiałów wyznaczoną metodą Archimedesa i twardość określoną metodą Brinella podano w tabeli 1.

Metodyka i wyniki badań

Ocenę struktury poszczególnych kompozytów przeprowadzono na zgładach wykonanych na papierach ściernych i pastach diamentowych (kończąc na granulacji 1 µm) oraz na przełomach po próbie zginania. Preparaty napylano warstwą przewodzącą. Do obserwacji wykorzystano elektronowy mikroskop skaningowy z zimną katodą Hitachi 4200, wyposażony w detek-tor rentgenowskiego promieniowania charakterystycznego EDX (system Voyager 3500). Na zgładach analizowano obecność porów i ich lokalizację. Na przełomach oceniano stan osnowy, stan cząstek tlenku aluminium oraz charakter połączenia pomiędzy komponentami. Wyniki obserwacji zestawiono w tabeli 2, a przykłady struktury przedstawiono na rysunkach 3-6.

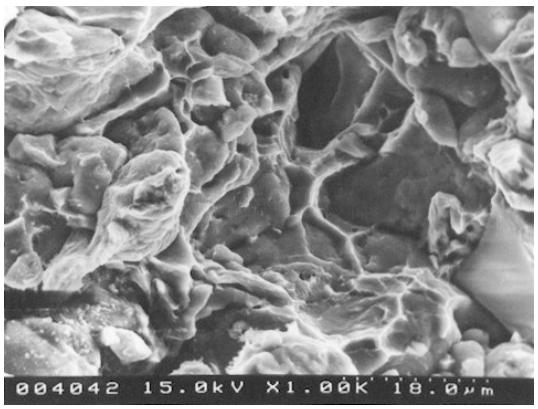
TABELA 2. **Charakterystyka mikrostruktury struktury spieków kompozytowych**
TABLE 2. **Description of composite's microstructure**

Materiał	Zgład	Przełom
SX	Obecne drobnodysper-syjne tlenki aluminium; porów nie obserwowano.	Typowy przełom ciągliwy.
ST1	Mikropory obecne w osno-wie aluminiowej oraz na granicach osnowa-cząstki Al_2O_3.	Przełom w osnowie prze-bie-ga pomiędzy ziarnami pier- wotnych po proszku Al lo-kalnie odkształco-nymi plas-tycznie. Cząstki Al_2O_3 od-słonięte ze śla-dami osnowy.
ST2	Mikropory obecne na gra- nicach osnowa-cząstki Al_2O_3; w osnowie mikropory pojedyncze, rejes-trowane przy du-żych po-większeniach.	Przełom w osnowie ma cha-rakter mieszany, jest ciągli-wy oraz lokalnie przebiega pomiędzy ziar-nami proszku aluminium. Cząstki Al_2O_3 wyrwane lub odsłonięte ze śladami osnowy.
ST3	Mikropory obecne mię-dzy osnową a narożni-kami cząstek Al_2O_3 głównie wąskokątowymi; w osno-wie mikropory pojedyncze, rejestrowane przy dużych powiększe-niach.	Osnowa odkształcona plas-tycznie. Przełom przebiega przez cząstki Al_2O_3 oraz na granicy cząstka-osnowa.
ST4	Mikropory pojedyncze, re-jestrowane przy dużych	Osnowa odkształcona plas-tycznie. Przełom przebiega



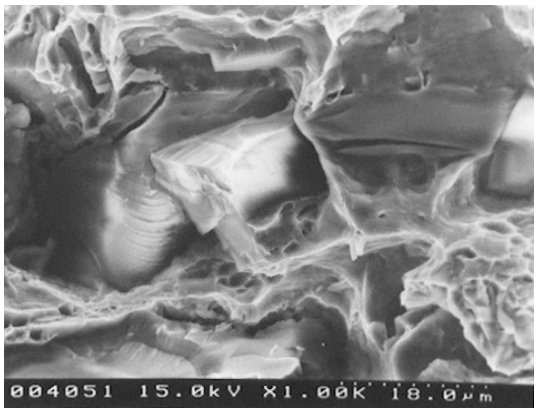
Rys. 3. Mikrostruktura kompozytu Al-$(Al_2O_3)_p$ ST1 spiekanego w temp. 500ºC, przełom, SEI, pow. 1000x

Fig. 3. Microstructure of Al-$(Al_2O_3)_p$ composite ST1 sintered at 500ºC, fracture, SEI, mag. 1000x



Rys. 4. Mikrostruktura kompozytu Al-$(Al_2O_3)_p$ ST2 spiekanego w temp. 550ºC, przełom, SEI, pow. 1000x

Fig. 4. Microstructure of Al-$(Al_2O_3)_p$ composite ST2 sintered at 550ºC, fracture, SEI, mag. 1000x

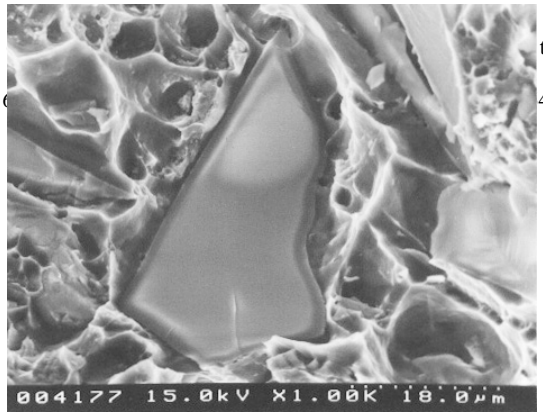


Rys. 5. Mikrostruktura kompozytu Al-$(Al_2O_3)_p$ ST3 spiekanego w temp. 600ºC, przełom, SEI, pow. 1000x

Fig. 5. Microstructure of Al-$(Al_2O_3)_p$ composite ST3 sintered at 600ºC, fracture, SEI, mag. 1000x

Rys. temp.

Fig. 40ºC,



	powiększeniach.	przez cząstki i w ograniczonym zakresie lokalnie po granicy cząstka-osnowa. Obecne pęknięcia wtórne w cząstkach Al_2O_3.

DYSKUSJA WYNIKÓW I WNIOSKI

W zastosowanym procesie technologicznym stwierdzono wpływ temperatury spiekania na właściwości kompozytu Al-Al_2O_3, co jest zgodne z danymi literaturowymi dotyczącymi spiekania pod ciśnieniem układów wieloskładnikowych [4, 5]. Gęstość kompozytów rosła wraz ze wzrostem temperatury prasowania pod ciśnieniem. Natomiast istotny wzrost twardości zaobserwowano dopiero w materiale prasowanym w temperaturze 640^{o}C. Obserwacje metodami SEM wykazały, że temperatura prasowania istotnie wpływa na strukturę otrzymywanego materiału.

W spieku ST1 pomiędzy ziarnami proszku aluminium stanowiącego osnowę występują liczne, niekorzystne dla tego typu materiału konstrukcyjnego, mikropory. Przełom w osnowie następuje po granicach ziaren proszku aluminium powierzchniowo wzbogaconych w tlen, które tylko lokalnie odkształcają się plastycznie. Podobnie na granicy aluminium-cząstki Al_2O_3 występują liczne mikropory. Zatem podczas dekohezji (rys. 3) mechanicznie zakleszczone w osnowie cząstki są wyrywane lub odsłaniane na powierzchni przełomu z zachowaniem lokalnych śladów osnowy, świadczącym o wczesnym stadium tworzenia się bardziej wytrzymałego połączenia. Istotną mikroporowatość tego kompozytu potwierdza jego gęstość - mniejsza od spieku SX bez cząstek. Taka struktura świadczy o tym, że przy zastosowanych dla spieku ST1 parametrach prasowania zagęszczenie mechaniczne mieszaniny proszków jest zbyt małe, a dyfuzja niewystarczająca. Tym samym nie uzyskuje się odpowiedniego połączenia zarówno pomiędzy

cząstkami aluminium, jak i pomiędzy osnową aluminiową a cząstkami ceramicznymi.

W spiekach ST2 i ST3 porowatość maleje, a gęstość i twardość w porównaniu ze spiekiem S1 rosną. Wynika to ze zjawisk zachodzących w tej temperaturze zarówno pomiędzy cząstkami proszku aluminium, jak i na granicach cząstki metalu-cząstki ceramiczne. Następuje zmiana struktury osnowy, której porowatość maleje, a przełom z międzyziarnowego przechodzi w ciągliwy (rys. 4). Jest to efektem odkształcenia plastycznego aluminium i dyfuzji międzyziarnowej. Równocześnie zmniejsza się porowatość połączenia aluminium-cząstki ceramiczne.

W kompozycie ST3 mikropory obserwowano głównie na wąskokątowych granicach cząstek tlenku aluminium z osnową, a w pozostałych częściach powstało złącze aluminium-cząstka ceramiczna i możliwość dyfuzji. Taki efekt strukturalny wynika ze zwiększenia temperatury prasowania zasadniczego i tym samym możliwości swobodnego poślizgu pomiędzy krystalitami odkształcanego plastycznie aluminium, blokowanego w niższej temperaturze przez twarde cząstki ceramiczne [5]. Na przełomach tego materiału (rys. 5) obserwowano dekohezję po granicach cząstka-osnowa, jak i przez cząstki.

W procesie, gdzie prasowanie zasadnicze prowadzone było w jeszcze wyższej temperaturze, tj. 640ºC (spiek ST4), gęstość i twardość nadal rosły. Biorąc pod uwagę wpływ ciśnienia (obserwowano wypływanie aluminium z matrycy) proces był spiekaniem z udziałem fazy ciekłej. Osnowa w kompozycie ST4 (rys. 6) podobnie jak w ST3 pęka ciągliwie, a przełom następuje przez cząstki i tylko lokalnie po granicy cząstka-osnowa. Analizując na przełomach układ szczelin w osnowie, w pobliżu cząstek i biorąc pod uwagę dane zawarte w pracach [6, 7], można sądzić, że w zależności od relacji naprężenie w pobliżu cząstki ceramicznej - położenie płaszczyzny łupliwości w cząstce, przełom przechodzi przez cząstkę z rozwinięciem pęknięć wtórnych lub, zdecydowanie rzadziej, przebiega po granicy cząstka-osnowa.

Przeprowadzone badania strukturalne potwierdzone przez zmiany gęstości i twardości pozwalają wyróżnić występowanie trzech podstawowych mechanizmów dekohezji w spieku kompozytowym Al-$(Al_2O_3)_p$:

1) międzyziarnowy w osnowie i po granicach osnowa-cząstka ceramiczna;
2) transkrystaliczny ciągliwy w osnowie i po granicach osnowa-cząstka;
3) transkrystaliczny ciągliwy w osnowie i transkrystaliczny kruchy w cząstkach.

W zależności od przyjętej temperatury procesu w tym samym kompozycie wytworzonym metodami metalurgii proszków mogą występować równocześnie różne mechanizmy dekohezji. Jest to związane z możliwością równoczesnego występowania w materiale, otrzymanym z technicznych proszków o nieregularnej budowie i określonym rozkładzie ziarnowym komponentów, różnych typów połączenia pomiędzy cząstkami metalicznej osnowy, jak i połączenia pomiędzy metaliczną osnową a cząstkami ceramicznymi. Biorąc pod uwagę zjawiska zachodzące podczas prasowania w pod- wyższonej temperaturze i efekty wywołane jej zmianami [4, 5], można sądzić, że podobny jakościowo wpływ na charakter połączenia pomiędzy komponentami, a tym samym mechanizm dekohezji, będą miały zmiany ciśnienia i czasu prasowania w odpowiednio dobranych zakresach.

Otrzymane wyniki badań stanowiły podstawę do określenia warunków wstępnych spiekania kompozytów Al-$(Al_2O_3)_p$ zawierających komponenty reaktywne. Wyniki badań dla układu z niklem zaprezentowano w pracach [1, 8].

Pracę wykonano dzięki dofinansowaniu przez Komitet Badań Naukowych (projekt KBN 7 T08C 001 16).

LITERATURA

[1] Olszówka-Myalska A., Formanek B., Maciejny A., Szopiński K., Microstructure of Sinters Produced from Al-Ni-Al_2O_3 Composite Powders, Proc. EUROMAT'99 Monachium, 12, 95-98.

[2] Olszówka-Myalska A., Degradation of interface in SiC_p/AlMg and Al_2O_3/AlMg composites in elevated temperature, Proc. EUROMAT'99, Monachium, 5, 302-307.

[3] Olszówka-Myalska A., Struktura połączenia ceramika-metal w wybranych kompozytach z osnową aluminiową, Inżynieria Materiałowa 1999, 3-4 (110-111), 144-149.

[4] Lis J., Pampuch R., Spiekanie, Uczelniane Wydawnictwo Dydaktyczne, Kraków 2000.

[5] Rutkowski W., Projektowanie właściwości wyrobów spiekanych z proszków i włókien, PWN, Warszawa 1977.

[6] Wyrzykowski J.W., Pleszakow E., Sieniawski J., Odkształcanie i pękanie metali, WNT, Warszawa 1999.

[7] Hull D., Fractography observing, measuring and interpreting fracture surface topography, University Press, Cambridge 1999.

[8] Olszówka-Myalska A., Aluminidki niklu w kompozytach z osnową aluminiową, Inżynieria Materiałowa 2001, 1, 57-61.

Recenzent
Edward Fraś