https://doi.org/10.62753/ctp.2001.14.2.2

Józef Śleziona[1], Bolesław Formanek[2], Jakub Wieczorek[3], Anna Dolata-Grosz[4]
Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Metalurgii i Transportu, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

WYTWARZANIE KOMPOZYTÓW NA OSNOWIE STOPÓW ALUMINIUM ZBROJONYCH DROBNODYSPERSYJNYMI CZĄSTKAMI CERAMICZNYMI

W pracy przedstawiono rozwiązanie technologiczne umożliwiające wytworzenie kompozytów zbrojonych drobnodyspersyjnymi cząstkami ceramicznymi i międzymetalicznymi. Polega ono na wprowadzeniu do ciekłego metalu osnowy kompozytowych cząstek ceramicznych, otrzymanych w technologii mechanicznego stopowania. W zależności od składu chemicznego cząstek możliwe jest również wykorzystanie reakcji *in situ*, umożliwiającej uzyskanie cząstek związków międzymetalicznych. Przedstawiono wybrane wyniki prac nad realizacją tego sposobu dla kompozytów AlCu4-Al_2O_3 i AlMg3-Al_2O_3.

MANUFACTURING OF COMPOSITES ON THE ALUMINUM ALLOYS MATRIX REINFORCED WITH FINE DISPERSED CERAMIC PARTICLES

The method of manufacturing of composites on the Al alloys matrix reinforced with fine ceramic particles about 1 μm diameter has been shown. AlSi, AlMg, and AlCu aluminum alloys as a matrix have been used. The ceramic particles of SiC and Al_2O_3 diameter about 15 μm (500 mesh) applied. There particles with Al powders mixed and agglomerated in rotary vibration mill obtaining composite powder size less than 300 μm. Fig. 1 shows structure and distribution of ceramic particles in agglomerates, Fig. 2 shows morphology of composite powder.

Composite powder containing 20 or 30 vol.% of ceramic particles (SiC or Al_2O_3) size about 1 μm have been incorporated into liquid aluminum alloy at 720, 750, 780°C preheated. The structure of composite has been shown in Fig. 3 and the example of structure of composite agglomerates which does not dissolved into liquid matrix. To obtaining of the full solubility of agglomerates, the composites re-melted at 780°C and preheated during 1 hour mixing of the suspension. Structure of composite after this treatment is shown in Fig. 5. The rate of homogenization of composite after treatment is ineffective because in the structure of composite the agglomerates and pores are present.

Properties of composites obtaining during procedure above are not dissatisfied. Tensile strength of composite is low then matrix but wear resistance is high and coefficient of friction ($\mu = 0.1$) is suitable. To obtaining better properties of composite the homogenization process must be longer then 1 hour and suspension must be still stirred.

WPROWADZENIE

Stopy aluminium zbrojone drobnodyspersyjnymi cząstkami ceramicznymi cechują się wysokimi właściwościami wytrzymałościowymi. Wytrzymałość stopów kompozytowych typu SAP otrzymywanych metodami metalurgii proszków dochodzi do 480 MPa, przy odkształceniu całkowitym około 5% [1]. Wpływ temperatury na ich właściwości objawia się jedynie obniżeniem wytrzymałości na rozciąganie. Tak duże umocnienie aluminium uzyskuje się w wyniku obecności w osnowie cząstek tlenku glinu o wielkości poniżej 0,1 μm i udziale objętościowym dochodzącym do około 18%. Tak dużych efektów umocnienia nie udało się uzyskać dla kompozytów zbrojonych cząstkami dużymi, gdyż umocnienie jest wynikiem tylko częściowego przenoszenia obciążenia przez cząstki. Dlatego też uzyskuje się kompozyty o R_m zbliżonym do wytrzymałości osnowy. Łatwo wykazać, jak to przedstawiono m.in. w pracy [2], że wytrzymałość kompozytu na rozciąganie bardziej zależy od wielkości cząstek aniżeli ich ilości.

Zasadniczym problemem wiążącym się z wytwarzaniem kompozytów zbrojonych drobnodyspersyjnymi cząstkami jest ich uzyskanie i wprowadzenie do ciekłej osnowy. Łatwiejszym sposobem jest wytworzenie cząstek drobnodyspersyjnych metodami *in situ* bezpośrednio w ciekłej osnowie. Przykładem takiego rozwiązania jest przedmuchiwanie ciekłego metalu tlenem [3], przedmuchiwanie stopu Cu-Ti i Al-Ti metanem [4]. Metody te mają wiele wad, chociażby związanych z ustaleniem udziału objętościowego zbrojenia.

Innym rozwiązaniem stosowanym od dość dawna jest wykorzystanie reakcji wymiany [5] pomiędzy aluminium a wprowadzonym tlenkiem. Do tego celu wykorzystuje się np. CuO, SiO_2, $FeO{\cdot}TiO_2$, $Al_2O_3{\cdot}SiO_2$. W wyniku takiej reakcji wymiany powstają drobnodyspersyjne cząstki Al_2O_3, koherentne z osnową o wielkości poniżej 0,1 μm, z równoczesnym wzbogaceniem metalu osnowy pierwiastkami stopowymi. Udział objętościowy cząstek jest jednak nieduży i rzadko przekracza 5%.

[1] dr hab. inż., prof. PŚ., [2] dr inż., [3, 4] mgr inż.

Rozwiązanie przedstawione w pracy, a będące przedmiotem projektu badawczego KBN, łączy te dwie drogi postępowania. Oparto je na technologii wstępnego łączenia cząstek ceramicznych (biernych Al_2O_3 i SiC i aktywnych chemicznie TiO_2, SiO_2, $Al_2O_3 \cdot SiO_2$, $FeO \cdot TiO_2$) w procesie mechanicznego mielenia i aglomerowania w obecności proszku Al.

Proces mechanicznego mielenia w młynie obrotowo-wibracyjnym powoduje rozdrobnienie cząstek ceramicznych do wielkości poniżej 1 μm i umieszczenie ich w osnowie proszku aluminium [6].

Zastosowanie odpowiednich parametrów procesu, w tym prędkości mieszania, częstości drgań układu mielenia, czasu procesu prowadzi do aglomerowania produktów mielenia. Uzyskuje się w ten sposób cząstki kompozytowe o wielkości dochodzącej do 500 μm.

MATERIAŁ I TECHNOLOGIA

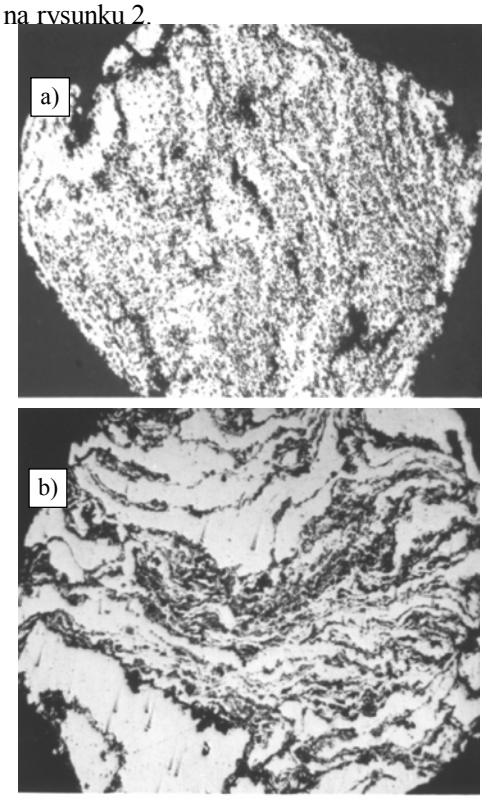
Do wytworzenia proszku kompozytowego użyto ziarnistego proszku aluminium o wielkości 100 μm oraz proszków SiC i Al_2O_3 o wielkości odpowiadającej 500 mesh (około 15 μm). Proszki te poddano mieleniu w młynie obrotowo-wibracyjnym wg technologii opisanej w pracy [6], stosując następujące parametry procesu: prędkość obrotowa 12 1/s, częstość drgań 8 Hz, udział proszku ceramicznego 20 i 30% obj., czas mielenia 4 h.

Tak przygotowane proszki przed wprowadzeniem do ciekłego metalu poddano wygrzewaniu w różnych temperaturach (do 400^{o}C) przez około 1 godz. Stwierdzono, że w temperaturze 400^{o}C rozpoczyna się już proces spiekania proszku. W celu zachowania dobrej sypkości najkorzystniej jest wygrzewać proszki kompozytowe w temperaturze 150^{o}C przez minimum 1 godzinę tak, by usunąć zaadsorbowaną wilgoć.

Jako osnowę stopu wybrano stopy AlCu4Ti, AlSi13CuNi oraz AlMg3. Proszki wprowadzano do stopów przegrzanych do temperatury 720, 750 i 780^{o}C, równocześnie mieszając je mechanicznie. Stosowano stałą prędkość mieszania wynoszącą 280 obr/min i czas mieszania wynoszący 5 minut, licząc od chwili zakończenia wprowadzania proszku. Do stopów wprowadzano stałą ilość proszku kompozytowego tak, by zapewnić udział zbrojenia ceramicznego wynoszący 10% obj. Wykonany stop kompozytowy odlewano w postaci wlewków, z których pobierano próbki do badań.

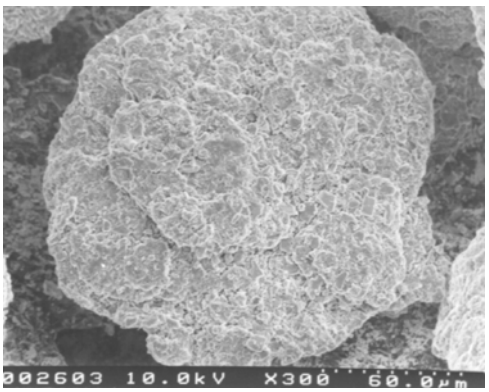
STRUKTURA I WŁAŚCIWOŚCI KOMPOZYTÓW

Jak pokazano na rysunku 1, rozmieszczenie cząstek ceramicznych w aglomeratach jest równomierne, chociaż obserwuje się w niektórych próbkach ich pasmowe ułożenie. Duże cząstki zbrojące uległy w tym procesie rozdrobnieniu (do około 1 μm) i wprowadzeniu do osnowy. Powierzchnia aglomeratów jest silnie rozbudowana, przy zachowaniu spoistości jest nierówna, poszarpana, co powinno mieć korzystny wpływ na rozpuszczenie aglomeratów w ciekłym metalu osnowy. W strukturze aglomeratów pojawiają się również pory, co jest zjawiskiem niekorzystnym, gdyż pory te o wielkości kilku mikrometrów są wprowadzane do ciekłego metalu. Morfologię proszku kompozytowego przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 1. Struktura proszku kompozytowego Al-30% Al_2O_3: a) rozmieszczenie cząstek ceramicznych w osnowie, b) przykład ułożenia pasmowego cząstek, pow. 500x

Fig. 1. Structure of the Al-30% Al_2O_3 composite powders obtained by mechanical alloying process: a) distribution of ceramic particles in Al matrix, b) layer distribution of the particles (500x)

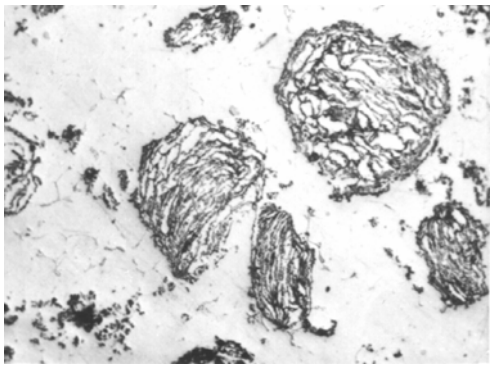


Rys. 2. Morfologia powierzchni proszku kompozytowego otrzymanego metodą MA

Fig. 2. Morphology of composite powder obtained by MA process

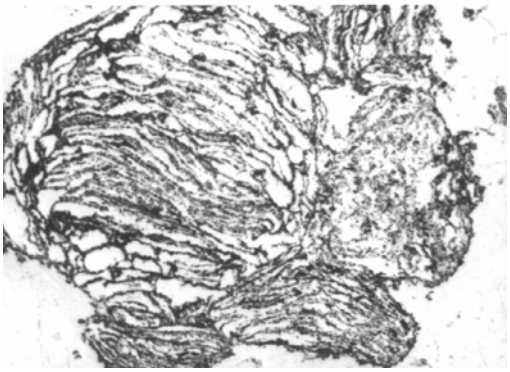
Rozmieszczenie zbrojenia ceramicznego w odlewie kompozytowym przedstawiono na rysunku 3, nato-

miast strukturę nierozpuszczonych aglomeratów na rysunku 4.



Rys. 3. Struktura kompozytu AlCu4Ti-Al_2O_3 otrzymanego w wyniku wprowadzenia do ciekłej osnowy proszku kompozytowego Al (30% Al_2O_3), pow. 120x

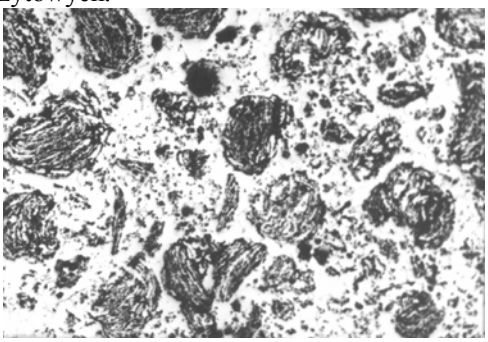
Fig. 3. Structure of AlCu4Ti-Al_2O_3 composite obtained by incorporated in liquid matrix of Al (30% Al_2O_3) composite powders (120x)



Rys. 4. Struktura aglomeratów kompozytowych w osnowie stopu Al, pow. 500x

Fig. 4. Structure of composite agglomerates in Al matrix (500x)

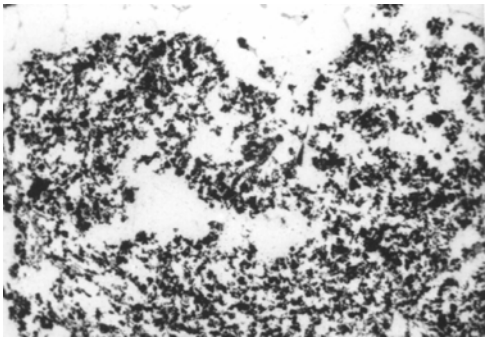
Wytworzony materiał charakteryzuje się równomiernym rozmieszczeniem zbrojenia ceramicznego, ale w większości skupionego w aglomeratach. Pomiędzy aglomeratami a osnową istnieje wyraźna granica, gdy temperatura stopu osnowy podczas wprowadzania była zbyt niska (720^{o}C). Wysoka temperatura wprowadzania, 780^{o}C, likwiduje granicę i prowadzi do częściowego rozpuszczenia aglomeratów w osnowie. W zachowanej pierwotnej strukturze aglomeratów obserwuje się również pory. Można zatem przypuszczać, że wprowadzane do ciekłej osnowy aglomeraty powinny być bezporowate. Konieczne okazało się również zweryfikowanie parametrów mieszania. Zachowując wysoką temperaturę wprowadzania, konieczne jest wydłużenia czasu mieszania. Chcąc potwierdzić przypuszczenia przetopiono kompozyty, wygrzewając je w temperaturze 780^{o}C przez 1 godzinę, okresowo mieszając w tym czasie. Strukturę takiego kompozytu pokazano na rysunku 5. Przedstawione struktury dotyczą co prawda tylko kompozytów na osnowie stopu AlCu4Ti, jednak w zastosowanych warunkach wytwarzania dla wszystkich wymienionych osnów zaobserwowano podobne struktury rozmieszczenia cząstek kompozytowych.



Rys. 5. Struktura odlewu kompozytu AlCu4Ti-Al_2O_3: a) po przetopieniu i wygrzaniu w temperaturze 780^{o}C przez 1 godzinę, pow. 100x; b) struktura kompozytu w strefie aglomeratu, pow. 500x

Fig. 5. Structure of cast composite AlCu4Ti-Al_2O_3 after remelting and heating at 780^{o}C during 1-hour: a) 100x, b) 500x

Świadczy to o istotnym wpływie na kształtowanie się struktury kompozytu struktury proszku kompozytowego. Wykorzystane w pracy proszki kompozytowe bierne chemicznie w stosunku do osnowy nie ulegają zarówno w procesie wprowadzania, jak i przetopienia pełnemu



rozpuszczeniu w ciekłej osnowie. Przyczyny takiego zachowania należy upatrywać w obecności na powierzchni aglomeratów filmu tlenkowego, który skutecznie uniemożliwia rozbicie cząstek kompozytowych. Lepsze wyniki uzyskano dla aglomeratów kompozytowych zbrojonych cząstkami SiC. Rozmieszczenie cząstek SiC w proszku kompozytowym jest równomierne bez pasmowego ułożenia. Po wprowadzeniu do ciekłej osnowy i homogenizacji łatwiej zachodzi ich rozpuszczanie w osnowie stopu. Dotychczasowe prace wskazują na konieczność wydłużenia czasu mieszania (homogenizacji) i podwyższenia temperatury stopu osnowy.

Wstępna ocena właściwości mechanicznych, wytrzymałości na rozciąganie, jak i twardości wykazała, że kompozyty na osnowie stopu AlCu4 osiągają wytrzymałość na rozciąganie na poziomie 120 MPa (R_m osnowy po odlaniu 200 MPa), twardość HB zbliżoną do osnowy HB =100 (dla osnowy 95 HB). Bardzo znacznie wzrasta odporność na ścieranie oraz obniża się współczynnik tarcia wyznaczony metodą pin on disk z 0,4 do 0,1 (żeliwo 250 - kompozyt). Niska wytrzymałość na rozciąganie jest wynikiem słabego rozpuszczenia cząstek kompozytowych w ciekłym metalu, słabego

połączenia aglomeratów z osnową oraz obecnoś-cią porów.

Ze względu na obecność w odlewach porowatości, jak również nierozbitych cząstek kompozytowych konieczna jest modyfikacja procedury technologicznej, prowadząca do pełnej homogenizacji zawiesiny (całkowitego rozpuszczenia aglomeratów kompozytowych w osnowie stopu). Ocena wpływu zbrojenia na właściwości kompozytu możliwa jest dopiero po zrealizowaniu tego celu. Badania w tym zakresie są obecnie prowadzone.

Praca zrealizowana w ramach projektu KBN 7 T08D 010 19.

LITERATURA

[1] Promyszlennyje aluminiewyje spławy, praca zbiorowa, Metałłurgija, Moskwa 1984.

[2] Śleziona J., Kształtowanie właściwości kompozytów stop Al--cząstki ceramiczne wytworzonych metodami odlewniczymi, ZN Politechniki Śląskiej, Hutnictwo 47, Gliwice 1994.

[3] Chorzępa S., Metody wytwarzania aluminiowych kompozytów odlewniczych z obcą fazą drobnodyspersyjną, Krzepniecie Metali i Stopów, 11, Kompozyty zbrojone, Ossolineum, Wrocław 1987.

[4] Fraś E., Jonas A., Kolbus A., Górny M., Synteza kompozytów in situ Al-TiC oraz Cu-TiC z wykorzystaniem gazu reak-tywnego, Inż. Mater. 2000, 2.

[5] Braszczyński J., Wybrane czynniki fizyczne i technologiczne oddziałujące na proces tworzenia odlewniczych kompozytów zbrojonych cząstkami, Krzepnięcie Metali i Stopów, Kompozyty zbrojone, 11, Ossolineum, Wrocław 1987.

[6] Formanek B., Szopiński K., Olszówka-Myalska A., Kompozytowe proszki Al-Al_2O_3 i Al-SiC otrzymywane metodą mechanical alloying MA, III Seminarium Kompozyty'98 - Teoria i praktyka, Wyd. Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 1998.

[7] Jackowski J., Bylka C., Wpływ niektórych właściwości składników na proces przygotowania zawiesin przeznaczonych na kompozyty, Archiwum Technologii Maszyn i Automatyzacji 1993, 12.

Recenzent
Władysław Włosiński