



Marek Konieczny*, Renata Mola

*Politechnika Świętokrzyska, Katedra Metaloznawstwa i Technologii Materiałowych, al. 1000-lecia PP 7, 25-314 Kielce, Poland, e-mail: *mkon@interia.pl*

Otrzymano (Received) 19.01.2007

SPIEKANE KOMPOZYTY NA OSNOWIE MIEDZI ZAWIERAJĄCE FAZY MIĘDZYMETALICZNE ALUMINIOWO-ŻELAZOWE

Opisano sposób formowania i własności spiekanych kompozytów na osnowie miedzi zawierających fazy międzymetaliczne aluminium-żelazowe. Wykonano dwa rodzaje kompozytów: zawierające fazę międzymetaliczną AlFe, którą uzyskiwano wcześniej na drodze syntezy i dodawano w postaci proszku oraz zawierające fazy AlFe_3 i α (roztwór stały aluminium i miedzi w żelazie), powstałe w czasie spiekania kompozytu z połączonych dyfuzyjnie cząstek aluminium i żelaza. Spiekanie uformowanych wyprasek przeprowadzono w temperaturze 900°C w czasie 20 minut w próżni. Uzyskane kompozyty badano pod kątem określenia mikrostruktury, składu chemicznego, twardości oraz przewodności elektrycznej. Stwierdzono, że kompozyty zawierające fazę AlFe charakteryzują się wysoką przewodnością elektryczną (49 MS/m - tylko o 20% niższą od miedzi) i wysoką twardością faz (724 HV_{0,065}). Ich wadą jest jednak brak dyfuzyjnego połączenia faz z osnową kompozytu. Kompozyt, w którym fazy międzymetaliczne formowane są w czasie spiekania, charakteryzuje się przewodnością elektryczną o 35% niższą od miedzi (38 MS/m), co wynika z faktu głębszego wdyfundowania aluminium do miedzianej osnowy i nieco mniejszą twardością faz międzymetalicznych (642 HV_{0,065}). Ich zaletą jest jednak dyfuzyjne połączenie uzyskanych faz z osnową kompozytu.

Słowa kluczowe: spiekany kompozyt, fazy międzymetaliczne

SINTERED COPPER MATRIX COMPOSITES CONTAINING ALUMINIUM-FERRIC INTERMETALLIC PHASES

This article is devoted to formation and examination of the structure and properties of sintered copper matrix composites containing aluminium-ferric intermetallic phases. Two kinds of composites were made: containing AlFe phase, earlier extracted from pure iron and aluminium powders, that were added to mixture as a powder and containing phases $\text{AlFe}_3 + \alpha$ (solid solution aluminium and copper in iron) formed during process of sintering of the composite from aluminium and iron powders, that were solid diffusion jointed. Sintering of formed stamping was conducted at a temperature of 900°C for 20 minutes in vacuum furnace. Microstructure, chemical composition of phases, microhardness and electrical conductivity of composites were investigated. Composites containing AlFe phase have high electrical conductivity (49 MS/m) and also high microhardness of intermetallic phases (724 HV_{0.065}). But their disadvantage is a lack of diffusion joint between intermetallic phases particles and copper matrix. Composites containing intermetallic phases formed during sintering have about 35% lower electrical conductivity than copper (38 MS/m), what is an effect of deeper diffusion of aluminium to copper matrix. Intermetallic phases formed during sintering (AlFe_3 and α) have also lower average microhardness in comparison with AlFe (642 HV_{0.065}). But on the other hand their advantage is a diffusion joint between particles and matrix.

Keywords: sintered composite, intermetallic phases

WPROWADZENIE

Często stosowanymi we współczesnej technice materiałami są kompozyty metal-fazy międzymetaliczne. Jednym ze sposobów ich otrzymywania jest proces syntezy faz na drodze reakcji między proszkami metali [1-8]. Powszechnie stosowanym w elektronice i elektrotechnice bardzo dobrym przewodnikiem prądu jest miedź. Jej przewodność elektryczna uwarunkowana jest jednak zachowaniem wysokiej czystości [9]. Często stosowanym sposobem zwiększenia odporności miedzi na ścieranie bez znacznej utraty jej własności elek-

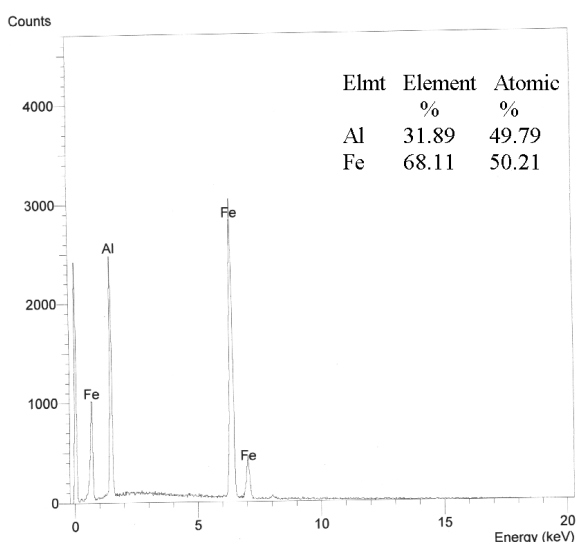
trycznych jest wytwarzanie kompozytów zawierających twarde, odporne na ścieranie fazy [7, 8].

W niniejszej pracy podjęto próbę wykonania spiekanych kompozytów z miedzi zawierających fazy międzymetaliczne aluminium-żelazowe oraz miedziowo-aluminiowo-żelazowe. Fazy międzymetaliczne aluminium-żelazowe były formowane na drodze wysokotemperaturowej syntezy w stanie ciekłym, natomiast fazy miedziowo-aluminiowo-żelazowe były formowane dwuetapowo w stanie stałym i ciekłym. Głównym ce-

lem niniejszej pracy było zbadanie struktury oraz własności otrzymanych kompozytów.

METODYKA BADAŃ

Materiałami użytymi do badań były komercyjne proszki: miedzi (zaw. 99,5% Cu, średnia wielkość cząstek 30 μm), żelaza (zaw. 99,6% Fe, średnia wielkość cząstek 40 μm) oraz aluminium (zaw. 99,95% Al, średnia wielkość cząstek 20 μm). Wytwarzano dwa rodzaje kompozytów: zawierające fazy międzymetaliczne z układu Al-Fe oraz zawierające fazy Cu-Al-Fe. Fazy międzymetaliczne z układu Al-Fe uzyskiwano poprzez wyżarzanie w piecu próżniowym wymieszanych ze sobą proszków żelaza i aluminium (68% wag. Fe + 32% wag. Al). Temperatura wyżarzania wynosiła 700°C, czas 10 godzin. Synteza faz następowała z udziałem fazy ciekłej. Wyniki mikroanalizy rentgenowskiej przeprowadzone dla otrzymanego proszku (rys. 1) oraz analiza układu równowagi fazowej Al-Fe (rys. 2) pozwoliły stwierdzić, że uzyskano fazę AlFe.



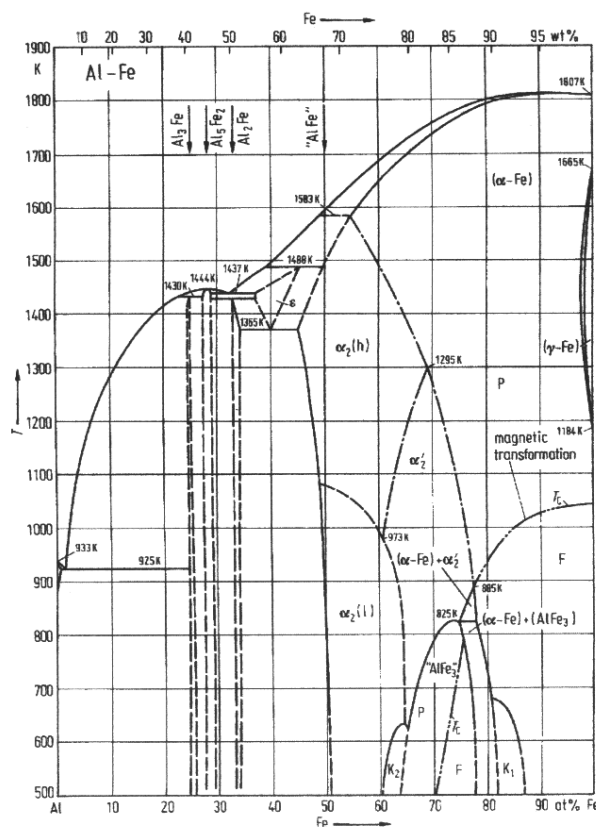
Rys. 1. Wyniki mikroanalizy rentgenowskiej dla produktów reakcji między proszkami żelaza i aluminium

Fig. 1. X-ray spectrum for products of reaction between iron and aluminium powders

Po rozdrobieniu uzyskanego proszku wykonano mieszaninę zawierającą miedź (Cu + 5% proszku zawierającego fazę AlFe). Drugą mieszaninę przygotowano dwuetapowo. W pierwszym z nich przeprowadzono wyżarzanie w piecu próżniowym w temperaturze 550°C i w czasie 5 godzin wymieszanych ze sobą proszków żelaza i aluminium (68% wag. Fe + 32% wag. Al). Miało ono na celu dyfuzyjne, zachodzące w stanie stałym, połączenie cząstek żelaza i aluminium.

Po rozdrobieniu uzyskanego proszku wykonano mieszaninę zawierającą miedź (Cu + 5% wag. proszku Fe+Al). Otrzymane mieszaniny homogenizowano w mechanicznym mieszalniku. W następnym etapie formo-

wano poprzez prasowanie cylindryczne próbki o średnicy 20 mm i wysokości 10 mm (ciśnienie prasowania wynosiło 620 MPa). Próbkę były spiekane w temperaturze 900°C przez 20 minut w próżni i następnie chłodzone razem z piecem. Uzyskane kompozyty badano pod kątem określenia mikrostruktury, składu chemicznego, twardości oraz przewodności elektrycznej. Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono przy użyciu mikroskopów skaningowego JMS 500 i optycznego NEOPHOT 2. Skład chemiczny badano, posługując się mikroanalizatorem rentgenowskim ISIS 300 Oxford Instruments, będącym przystawką do mikroskopu skaningowego JMS 500. Napięcie przyspieszające wynosiło 20 keV. Pomiary twardości Vickersa (HV0,065) wykonano przy użyciu mikrotwardościomierza Hanemanna zainstalowanego na mikroskopie NEOPHOT 2. Przewodność elektryczną kompozytów wyznaczono przy użyciu mostka Thomsona.



Rys. 2. Układ równowagi Al-Fe [10]

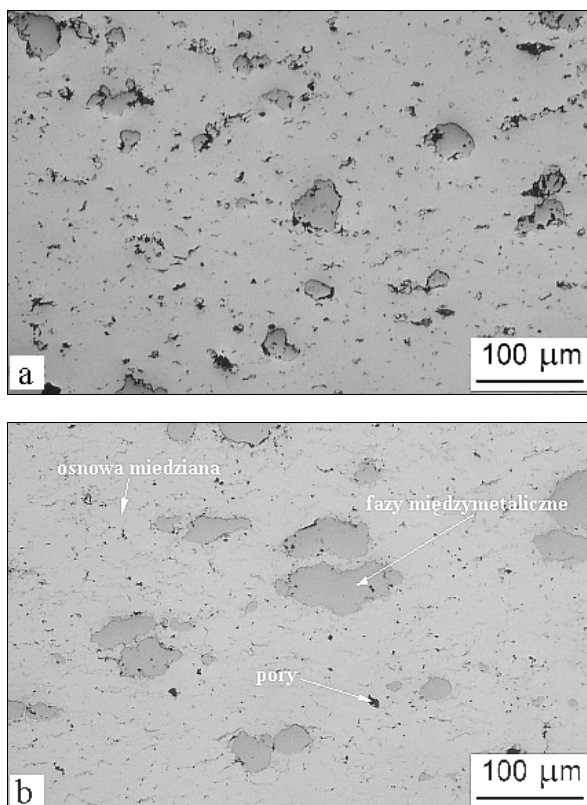
Fig. 2. Al-Fe binary phase diagram [10]

WYNIKI I ICH ANALIZA

W wyniku opisanych powyżej czynności uzyskano materiały kompozytowe, których mikrostruktury przedstawiono na rysunku 3.

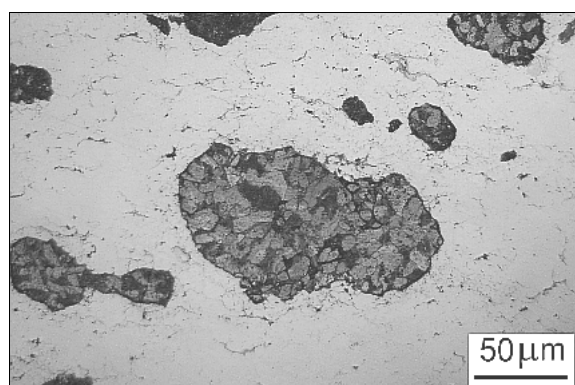
W celu ujawnienia mikrostruktury osnowy i faz międzymetalicznych stosowano podwójne trawienie: rozcieńczonym odczynnikiem chromowym (w wyniku którego ujawniła się mikrostruktura miedzi, lecz nie

ujawniła się mikrostruktura faz międzymetalicznych) oraz 5% roztworem HF, które ujawniło strukturę faz (rys. 4).



Rys. 3. Mikrostruktura nietrawionych spiekanych kompozytów: a) Cu + faza AlFe, b) Cu + fazy Cu-Al-Fe

Fig. 3. Microstructure of sintered composites without etching: a) Cu + AlFe, b) Cu + Cu-Al-Fe-phases

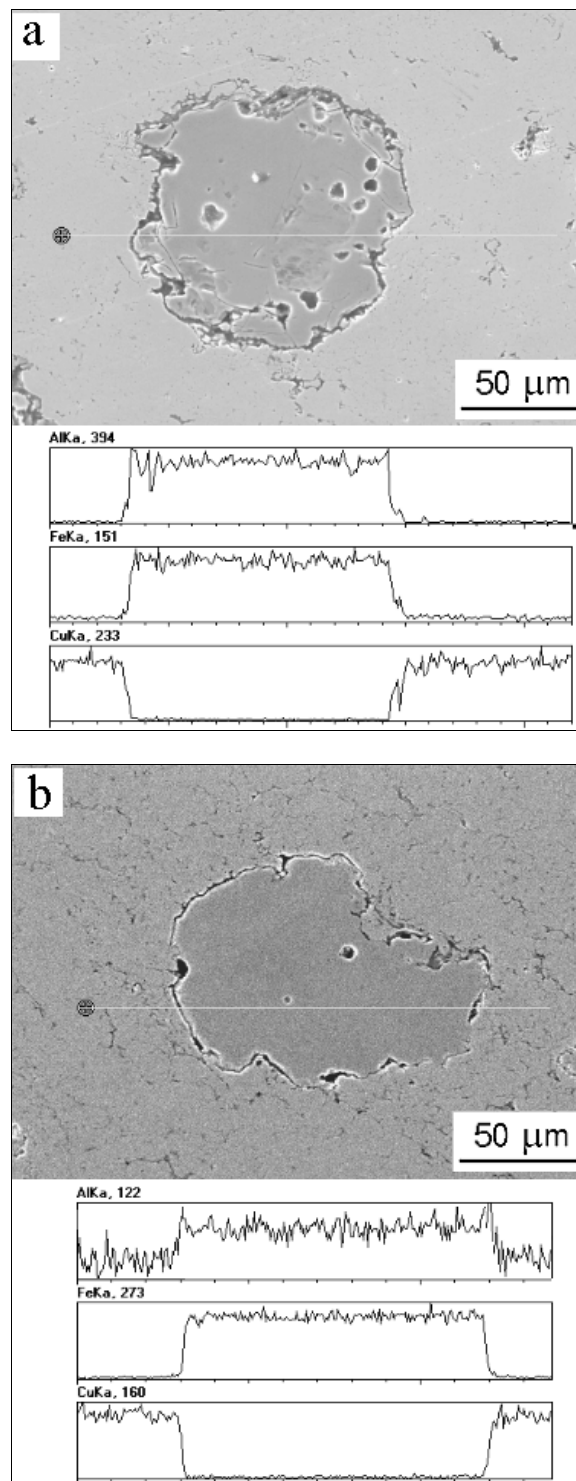


Rys. 4. Mikrostruktura kompozytu Cu + fazy Cu-Al-Fe po trawieniu odczynnikami chromowym i HF

Fig. 4. Microstructure of Cu+Cu-Al-Fe-phases composite after double etching

Podkreślając, że wiodącym celem przyświecającym niniejszej pracy było uzyskanie materiału charakteryzującego się wysoką przewodnością elektryczną i odpornością na ścieranie, należało zwrócić szczególną uwagę na zachowanie wysokiej czystości miedzi. Dlatego głównymi celami badań przy wykorzystaniu mikroskopu skaningowego i mikroanalizatora rentgenowskiego

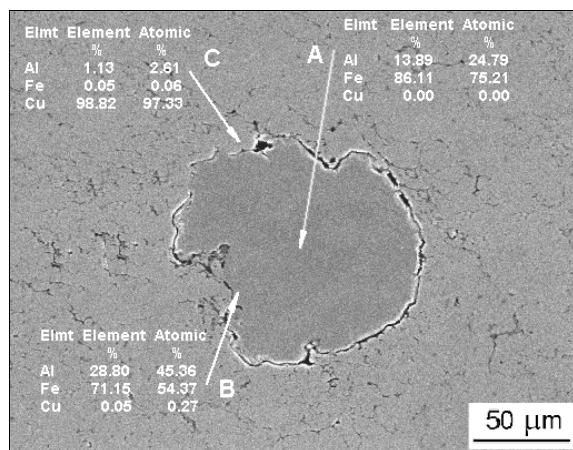
była identyfikacja uzyskanych w wyniku syntezy faz oraz sprawdzenie głębokości dyfuzji atomów tytanu i aluminium w głąb miedzi. Na rysunku 5 pokazany jest na tle struktury rozkład liniowy miedzi, tytanu i aluminium na granicy miedz-fazy międzymetaliczne dla obu wykonanych kompozytów.



Rys. 5. Mikrostruktura oraz rozkład liniowy miedzi, żelaza i aluminium na granicy miedz-strefa faz międzymetalicznych dla kompozytów: a) Cu + faza AlFe, b) Cu + fazy Cu-Al-Fe

Fig. 5. Microstructure and concentration of Cu, Fe and Al profile across the interface copper-intermetallic phases for composites: a) Cu + AlFe, b) Cu + Cu-Al-Fe-phases

Wynik mikroanalizy (rys. 5a) wskazuje, że w kompozytach zawierających fazę AlFe nastąpiła bardzo nieznaczna dyfuzja żelaza i aluminium do miedzi. W przypadku kompozytu, w którym formowanie faz międzymetalicznych zachodziło w czasie spiekania (rys. 5b), nastąpiło głębsze wdyfundowanie aluminium do miedzi i dyfuzyjne połączenie cząstek z osnową. Wyniki mikroanalizy rentgenowskiej dla produktów reakcji między proszkami żelaza, aluminium i miedzi (rys. 6) pokazują, że w wyniku syntezy powstała struktura wielofazowa.



Rys. 6. Wyniki mikroanalizy rentgenowskiej dla produktów reakcji między proszkami żelaza, aluminium i miedzi na tle struktury kompozytu

Fig. 6. Microstructure of sintered composite with marked X-ray spectrum results for products of reaction between iron, aluminium and copper powders

W obszarze oznaczonym literą A (rys. 6) stwierdzono 24,79% at. Al i 75,21% at. Fe. Zgodnie z układem równowagi Al-Fe (rys. 2) odpowiada to fazie AlFe₃. W obszarze B stwierdzono 45,06% at. Al, 54,37% at. Fe i 0,27% at. Cu. Skład tej fazy sugeruje, iż jest to roztwór stały aluminium i miedzi w żelazie (α). Stwierdzono, że w obu wytworzonych kompozytach w miedzianej osnowie znajduje się pewna ilość aluminium i żelaza. Aby określić ich stężenie, wykonano mikroanalizę miedzi w odległości 5 μm (obszar C na rysunku 6), 10 μm i 15 μm od obszarów faz międzymetalicznych. Uzyskane rezultaty przedstawiono w tabeli 1.

TABELA 1. Koncentracja żelaza i aluminium w miedzi poza strefą faz międzymetalicznych

TABLE 1. Iron and aluminium segregation in copper at the copper-intermetallic phases boundary

Kompozyt	Cu + faza AlFe		Cu + fazy AlFe ₃ i α	
	Udział żelaza % at.	Udział aluminium % at.	Udział żelaza % at.	Udział aluminium % at.
Odległość od faz μm				
5	0,11	0,09	0,06	2,61
10	0,02	0,03	0,02	1,23
15	0	0	0	0,85

Powyższe wyniki badań pozwalają zauważyć, że dzięki wstępnemu dyfuzyjnemu połączeniu cząstek żelaza i aluminium oraz dużej szybkości procesu syntezy faz międzymetalicznych dyfuzja żelaza i aluminium do miedzi w obu wykonanych kompozytach zachodzi na niewielką głębokość. W tabeli 2 przedstawiono wyniki pomiarów mikrotwardości miedzi i faz w kompozytach.

TABELA 2. Wyniki pomiarów mikrotwardości miedzi i faz w kompozytach

TABLE 2. Results of microhardness measurements for copper and intermetallic phases in composites

Kompozyt	Mikrotwardość, HV0,065	
	Cu + faza AlFe	Cu + fazy AlFe ₃ i α
Miedź	72	72
Fazy międzymetaliczne	724	642

W tabeli 3 przedstawiono wyniki pomiarów przewodności elektrycznej kompozytów. Dla porównania przewodność elektryczna miedzi wynosi 58,8 MS/m, a brązów aluminiumowych około 10 MS/m [9].

TABELA 3. Wyniki pomiarów przewodności elektrycznej kompozytów

TABLE 3. Results of electrical conductivity measurements for composites

Kompozyt	Przewodność elektryczna, MS/m
Cu + faza AlFe	49
Cu + fazy AlFe ₃ i α	38

Przewodność elektryczna kompozytów jest uzależniona od głębokości, na jaką wdyfundowało aluminium w głąb osnowy. Dla kompozytów zawierających fazę AlFe jest ona o około 20% niższa niż dla miedzi. Dla kompozytów, w których fazy międzymetaliczne były formowane w czasie spiekania, przewodność elektryczna jest o 35% niższa niż dla miedzi. Wynika to z faktu głębszego wdyfundowania aluminium do miedzianej osnowy (tab. 1).

PODSUMOWANIE

Przedstawione wyniki badań pozwalają sformułować następujące wnioski:

1. Kompozyty zawierające fazę AlFe charakteryzują się wysoką przewodnością elektryczną (tylko o 20% niższą od miedzi) i wysoką twardością faz. Jego wadą jest brak dyfuzyjnego połączenia faz z osnową kompozytu.
2. Kompozyt, w którym fazy międzymetaliczne formowane są w czasie spiekania, charakteryzuje się przewodnością elektryczną o 35% niższą od miedzi (lecz prawie 4-krotnie wyższą od brązu aluminiumowego) i nieco mniejszą twardością faz międzymetalicznych.

nych. Jego zaletą jest jednak dyfuzyjne połączenie uzyskanych faz z osnową kompozytu.

LITERATURA

- [1] McCauley J.W., A historical and technical perspective of SHS, *Ceram. Eng. Proc.* 1990, 11, 1137-1181.
- [2] Merzhanov A.G., Combustion processes that synthesize materials, *J. Mater. Process. Technol.* 1996, 56, 222-241.
- [3] Barzykin V.V., High-temperature synthesis in a thermal explosion regime, *Int. J. of SHS* 1993, 2, 390-405.
- [4] Subrahmanyam J., Vijayakumar M., Self-propagating high-temperature synthesis, *J. Mater. Sci.* 1992, 27, 6249-6273.
- [5] Munir Z.A., Anselmi-Tamburini U., Self-propagating exothermic reactions: the synthesis of high-temperature materials by combustion, *Mater. Sci. Reports* 1989, 3, 277-365.
- [6] Skrzypek S., Bińczyk F., Gierek A., Struktura i właściwości spieków na bazie samorozpadowych związków międzymetalicznych układu Fe-Al, *Inżynieria Materiałowa* 1997, 1, 18-21.
- [7] Konieczny M., Dziadoń A., Mola R., Structure of copper-intermetallics composite sintered from copper and titanium powders, 2-nd International Conference Engineering and Education, Białka Tatrzańska 2006, 89-94.
- [8] Kostecki M., Bochniak W., Olszyna A., Otrzymywanie kompozytów Cu/Al₂O₃ metodą współbieżnego wyciskania KOB, *Kompozyty (Composites)* 2006, 6, 4, 29-34.
- [9] Kurski K., *Miedź i jej stopy*, Wyd. Śląsk, Katowice 1967.
- [10] Alloy Phase Diagrams, *ASM Handbook*, Ed. ASM International, 1992, 3.