



**Katarzyna Samsel<sup>1\*</sup>, Halina Garbacz<sup>2</sup>, Krzysztof J. Kurzydłowski<sup>3</sup>, Mariusz Kulczyk<sup>4</sup>**

<sup>1-3</sup> Wydział Inżynierii Materiałowej, Politechnika Warszawska, ul. Wołoska 141, 02-507 Warszawa, Poland

<sup>4</sup> Instytut Wysokich Ciśnień PAN, ul. Sokołowska 29/37, 01-142 Warszawa, Poland

e-mail: \* ksamsel@inmat.pw.edu.pl

Otrzymano (Received) 09.02.2007

## ZASTOSOWANIE WYCISKANIA HYDROSTATYCZNEGO DO ZAGĘSZCZANIA KOMPOZYTÓW NA OSNOWIE FAZY MIĘDZYMETALICZNEJ Ti<sub>3</sub>Al

Metoda wyciskania hydrostatycznego została zastosowana do konsolidacji kompozytów na osnowie fazy międzymetalicznej Ti<sub>3</sub>Al. Badane proszki Ti<sub>3</sub>Al i Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wyciskano w miedzianych kapsułach przy użyciu wysokiego ciśnienia. Kapsuły wyciskano z początkowej średnicy 10 na 4 mm. Po wyciskaniu strawiono materiał kapsuł w stężonym kwasie azotowym. Przeprowadzono obserwacje mikrostruktury wyprasek przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego. Przy powierzchni próbek widoczne były obszary skonsolidowanego proszku. Obserwacje odcisków powstałych podczas pomiarów mikrotwardości wykazały, że proszek w tych obszarach nie uległ spieczeniu. Przeprowadzono pomiary mikrotwardości próbek po wyciskaniu hydrostatycznym. Otrzymane wyniki wskazują, że mikrotwardość wyprasek wzrasta wraz ze wzrostem stopnia redukcji. W celu zbadania wpływu zastosowania miedzianych kapsuł wykonano analizę składu chemicznego przy użyciu przystawki Energy Dispersion Spectroscopy. W trakcie badań opracowano metodę zapobiegającą powstawaniu pęknięć na powierzchni wyprasek po usuwaniu materiału kapsuł.

Słowa kluczowe: fazy międzymetaliczne, kompozyty, wyciskanie hydrostatyczne

## APPLICATIONS OF HYDROSTATIC EXTRUSION FOR COMPACTING COMPOSITES OF Ti<sub>3</sub>Al INTERMETALLIC POWDERS

A hydrostatic extrusion method was used to compact Ti<sub>3</sub>Al intermetallic powders. The powders (Ti<sub>3</sub>Al and Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wt. %) were encapsulated in copper blanks and subjected to the hydrostatic extrusion under high pressure. The diameter of copper encapsulates was reduced from 10 to 4 mm. The extruded samples were etched in concentrated nitric acid to remove the copper containers. The microstructure of compacts was examined using scanning electron microscopy. On edge of compacts the layer of consolidated Ti<sub>3</sub>Al powder was observed. Microstructure observation after micro-hardness measurement have shown that that layer wasn't sintered. The mechanical properties of the materials in the initial state and after hydrostatic extrusion were characterized by HV0.2 micro-hardness measurements. The examinations have shown that micro-hardness of the samples increases with increasing extrusion ratio. The influence of using copper capsules was investigated by Energy Dispersion Spectroscopy. The results are discussed in terms of the optimizing microstructure and properties of the composites in question. As result of investigations the cracking prevention method of compacts was developed.

Keywords: intermetallic phases, composites, hydrostatic extrusion

### WPROWADZENIE

Materiały na osnowie faz międzymetalicznych należą do nowej generacji metalicznych tworzyw funkcjonalnych i konstrukcyjnych charakteryzujących się unikalnymi właściwościami fizycznymi i chemicznymi pośrednimi między metalami a ceramiką [1, 2]. Stopy te ze względu na małą gęstość oraz stabilność właściwości w szerokim zakresie temperatury są atrakcyjnymi materiałami konstrukcyjnymi dla zastosowań w przemyśle energetycznym, motoryzacyjnym oraz lotniczym. Szczególną grupę tworzyw stanowią kompozyty na

osnowie faz międzymetalicznych umocnionych ceramiką. Wprowadzenie fazy ceramicznej powoduje wzrost odporności na zużycie ścierne oraz utlenianie. Natomiast faza międzymetaliczna w kompozytach o osnowie ceramicznej zwiększa ich odporność na kruche pękanie oraz zakres temperatury zastosowania.

W przedstawionej pracy do otrzymywania kompozytów faza międzymetaliczna-ceramika została zastosowana metoda wyciskania hydrostatycznego. Wyciskanie hydrostatyczne należy do metod dużego odkształcenia

z powodzeniem stosowanych do otrzymywania nanomateriałów metalicznych, charakteryzujących się wysokimi właściwościami mechanicznymi [3, 4]. Materiały podczas wyciskania hydrostatycznego w strefie odkształcenia poddawane są trójosiowemu ścisnaniu, co w znacznym stopniu hamuje powstawanie i propagację mikropęknięć. Ma to szczególne znaczenie w przypadku materiałów kruchych, do jakich należą fazy międzymetaliczne z układu Ti-Al [5]. Wyciskanie hydrostatyczne, zastosowane na etapie prasowania proszków zawierających fazę międzymetaliczną i ceramiczną, umożliwia uzyskanie kompozytów o małej porowatości i dobrych właściwościach mechanicznych. Zmniejszenie porowatości jest jednym z podstawowych kryteriów doboru parametrów procesu technologicznego przy wytwarzaniu kompozytów metodą metalurgii proszków. Zastosowanie wyciskania hydrostatycznego na etapie formowania faz międzymetalicznych jest próbą opra-

zostały przeprowadzone przy użyciu mikrotwardościomierza Zwick przy obciążeniu 0,2 kg (HV0,2).

Wypraski wygrzewano w piecu Heraeus REF 1.1 w temperaturze 200 i 350°C w atmosferze argonu.

## WYCISKANIE HYDROSTATYCZNE

Parametry poszczególnych etapów wyciskania hydrostatycznego wstępnie zagęszczonych proszków w miedzianych kapsułach wraz z obliczonymi współczynnikami redukcji przekrojów przedstawiono w tabeli 1. Próbkę wyciskano ze średnicy 10 na 6 mm, co w dalszej części pracy w celu uproszczenia będzie oznaczane 10→6. Fragmenty próbek Ti<sub>3</sub>Al i Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o średnicy 6 mm przeznaczono do badań właściwości, natomiast pozostałą część poddano wyciskaniu hydrostatycznemu na średnicę 4 mm (co odpowiednio będzie oznaczane 6→4).

TABELA 1. Zestawienie parametrów wyciskania hydrostatycznego

TABLE 1. Parameters of hydrostatic extrusion

Materiał	Ti <sub>3</sub> Al				Ti <sub>3</sub> Al+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
	kapsuła		rdzeń Ti <sub>3</sub> Al		kapsuła		rdzeń Ti <sub>3</sub> Al+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
oznaczenie procesu	10→6	6→4	10→6	6→4	10→6	6→4	10→6	6→4
φ początkowe, mm	9,85	6,09	6	3	9,86	6,09	6	2,95
φ końcowe, mm	6,09	3,95	3	1,9	6,09	3,94	2,95	1,95
współczynnik redukcji przekroju $R = \frac{S_0}{S_K}$	2,6	2,4	4	2,5	2,6	2,4	4,14	2,29
całkowita redukcja przekroju	6,2		9,97		6,3		9,47	

S<sub>0</sub> - przekrój początkowy; S<sub>K</sub> - przekrój po wyciskaniu

cowania nowej technologii otrzymywania litych materiałów trudno odkształcalnych.

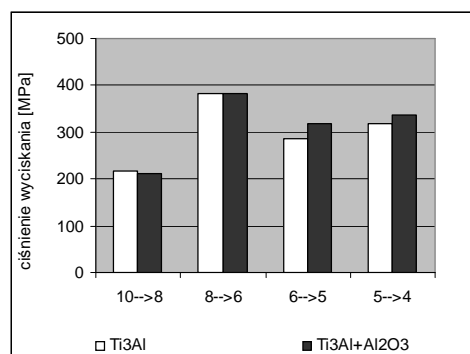
## MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

W pracy do otrzymywania kompozytów na osnowie fazy międzymetalicznej zastosowano następujące proszki firmy Alfa Aesar: proszek Ti<sub>3</sub>Al oraz jako składnik ceramiczny - proszek Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Wyciskanie hydrostatyczne zastosowano do zagęszczenia proszku Ti<sub>3</sub>Al oraz mieszaniny Ti<sub>3</sub>Al i 5,28% obj. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Przygotowane proszki zostały zasypane do miedzianych kapsuł o zewnętrznej średnicy 10 mm na utrząsarce wibracyjnej, spawane próżniowo i wyciskane hydrostatycznie. Produktem takiego wyciskania był pręt o rdzeniu zbudowanym z zasypanych proszków otoczony miedzianą otuliną. Po jej roztrawieniu w 65% kwasie azotowym otrzymano gotowe wypraski.

Obserwacje mikrostruktury wyprasek przeprowadzono na mikroskopie skaningowym firmy Hitachi wyposażonym w przystawkę EDS (Energy Dispersion Spectroscopy firmy Noran). Pomiary mikrotwardości

Redukcja przekroju rdzenia w przypadku obydwóch materiałów była większa od redukcji przekroju miedzianych kapsuł. Wynika z tego, że podczas wyciskania nastąpiło przede wszystkim zagęszczenie proszków. Potwierdzają to wartości maksymalnego ciśnienia wyciskania wahające się pomiędzy 200 a 400 MPa (rys. 1).

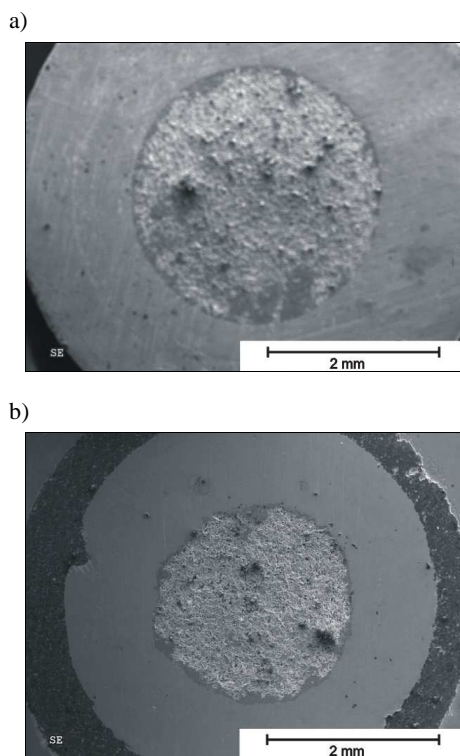


Rys. 1. Maksymalne ciśnienie podczas wyciskania hydrostatycznego proszków Ti<sub>3</sub>Al i Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

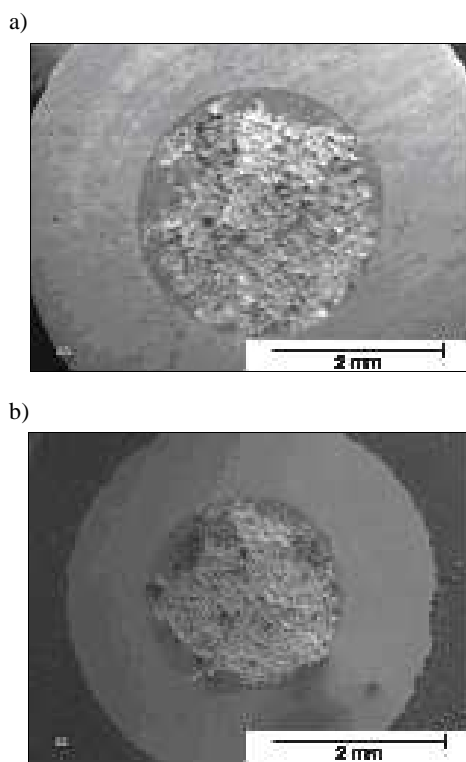
Fig. 1. Maximal values of extrusion pressure of powders Ti<sub>3</sub>Al and Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

## OBSERWACJE MIKROSTRUKTURY WYPRASEK

Na rysunkach 2 i 3 przedstawiono przekroje poprzeczne wyprasek w miedzianych kapsułach po wyciskaniu hydrostatycznym.

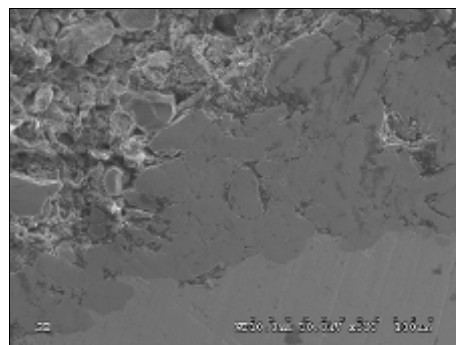


Rys. 2. Obraz przekroju próbki  $Ti_3Al$  po wyciskaniu: a)  $10 \rightarrow 6$ , b)  $6 \rightarrow 4$   
Fig. 2. Image of sample  $Ti_3Al$  after hydrostatic extrusion: a)  $10 \rightarrow 6$ , b)  $6 \rightarrow 4$



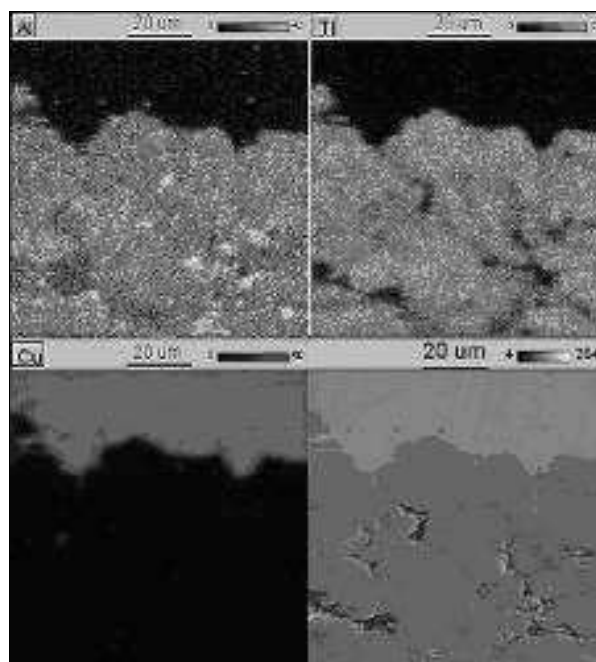
Rys. 3. Obraz przekroju próbki  $Ti_3Al+Al_2O_3$  po wyciskaniu: a)  $10 \rightarrow 6$ , b)  $6 \rightarrow 4$   
Fig. 3. Image of sample  $Ti_3Al+Al_2O_3$  after hydrostatic extrusion: a)  $10 \rightarrow 6$ , b)  $6 \rightarrow 4$

Badania ujawniły obecność przy powierzchni próbek obszarów o większej gęstości. Warstwa powstała przy powierzchni próbki mogła ulec spieczeniu podczas wyciskania hydrostatycznego na skutek lokalnego wzrostu temperatury lub też może być wynikiem dobrze zagęszczenia proszku. Jej obecność zaobserwowano zarówno na przekroju wypraski  $Ti_3Al$ , jak i  $Ti_3Al$  z dodatkiem ceramiki. Rysunek 4 przedstawia przekrój warstwy powstałej w wyprasce proszku  $Ti_3Al$ .



Rys. 4. Warstwa skonsolidowanego proszku  $Ti_3Al$  na obrzeżu próbki  
Fig. 4. The layer of consolidated  $Ti_3Al$  powder on edge of sample

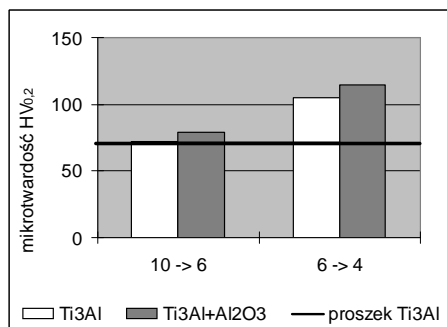
W celu zbadania składu warstwy wykonano analizę przy użyciu przystawki Energy Dispersion Spectroscopy. Otrzymane wyniki wykazują obecność w warstwie przypowierzchniowej tytanu i aluminium. Nie zaobserwowano natomiast udziału miedzi pochodzącej z kapsuły (rys. 5). Wynik ten świadczy o tym, że zastosowanie otuliny z Cu nie wpływa na skład chemiczny wyciskanych wyprasek.



Rys. 5. Analiza chemicznego składu próbki  $Ti_3Al+Al_2O_3$  po wyciskaniu w miedzianej kapsule  
Fig. 5. The analysis of chemical composition of sample  $Ti_3Al+Al_2O_3$  in copper encapsulates

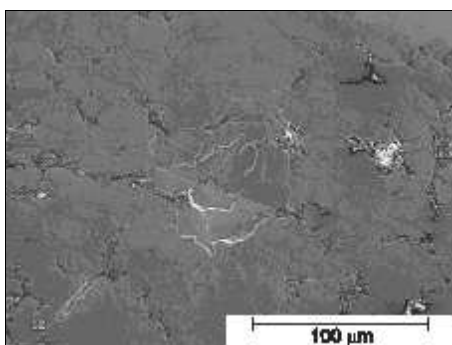
## MIKROTWARDOŚĆ WYPRASEK

Otrzymane wyniki mikrotwardości wyprasek potwierdzają lepsze zagęszczenie materiału w próbkach o większym stopniu redukcji średnicy wyciskanych materiałów (rys. 6), przy czym mikrotwardość wyprasek otrzymanych w wyniku wyciskania na średnicę 6 mm jest porównywalna z mikrotwardością proszku Ti<sub>3</sub>Al.



Rys. 6. Wykres zależności mikrotwardości od średnicy redukcji  
Fig. 6. Dependence of microhardness from diameter of reduction

Obserwacje odcisków powstałych podczas pomiarów mikrotwardości wykazały, że proszek w obszarach o większej gęstości (na obwodzie wyprasek) nie uległ spieczeniu, czego dowodem są granice cząstek ujawniające się pod wpływem oddziaływania węgelnika Vickersa (rys. 7).



Rys. 7. Odcisk węgelnika Vickersa na powierzchni próbki Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> po wyciskaniu 6→4

Fig. 7. Surface of sample Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> after micro-hardness measures (HE 6→4)

## TRAWIENIE ORAZ OBSERWACJE POWIERZCHNI WYPRASEK

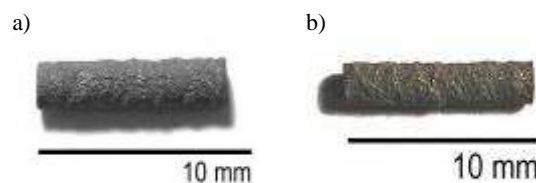
Po trawieniu materiału kapsuł otrzymano wypraski, na powierzchni których widoczne były charakterystyczne wzdłużne pęknięcia. Na rysunku 8 pokazano przykładowe pęknięcie powstałe na powierzchni wypraski Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Przyczyną pojawiania się pęknięć są naprężenia powstające w wyprasce podczas kilkuetapowego wyciskania hydrostatycznego. Zastosowano więc wyżarzanie

odprężające w atmosferze argonu. Próbki Ti<sub>3</sub>Al oraz Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> w miedzianych kapsułach, otrzymane w wyniku wyciskania hydrostatycznego ze średnicy 6→4, wygrzewano w temperaturze 200°C przez 2 godziny. Po wyżarzaniu trawiono materiał kapsuł w stężonym kwasie azotowym. Na powierzchni wyżarzonych wyprasek zaobserwowano pęknięcia (rys. 9a), jednak były one dużo mniejsze niż w przypadku próbek bez obróbki termicznej. Dlatego też w dalszej obróbce zastosowano temperaturę wyżarzania 350°C. Po 2 godzinach wyżarzania i strawieniu materiału kapsuł otrzymano próbki o powierzchni bez widocznych pęknięć (rys. 9b).



Rys. 8. Wypraska Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> po wyciskaniu 6→4  
Fig. 8. Powder metallurgy compact of Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (HE 6→4)



Rys. 9. Wypraski Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> po wyciskaniu 6→4: a) wyżarzona w 200°C, b) wyżarzona w 350°C

Fig. 9. Powder metallurgy compacts Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (HE 6→4): a) annealed in 200°C, b) in 350°C

## WNIOSKI

- Mikrotwardość wyprasek wzrasta wraz ze wzrostem stopnia odkształcenia wsadów.
- Ujawnianie się granic cząstek pod wpływem oddziaływania węgelnika Vickersa świadczy o tym, że materiał nie uległ spieczeniu. Ciśnienie podczas procesu wyciskania było zbyt małe, by spowodować znaczny wzrost temperatury do poziomu umożliwiającego spieczenie intermetalicznego proszku.
- Wyżarzanie odprężające w temperaturze 350°C, przed trawieniem materiału kapsuł, umożliwiło wyeliminowanie naprężeń, powstałych podczas wyciskania hydrostatycznego, powodujących pęknięcie wyprasek.
- Wyciskanie hydrostatyczne może być stosowane do otrzymywania wyprasek z faz międzymetalicznych i kompozytów Ti<sub>3</sub>Al+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

*Praca została wykonana w ramach projektu PBZ-KBN-102/T08/2003.*

**LITERATURA**

- [1] Stoloff N.S., Liu C.T., Deevi S.C., *Intermetallics* 2000, 8, 1313.
- [2] Bystrzycki J., Varin R.A., Bojar Z., Postępy w badaniach stopów na bazie uporządkowanych faz międzymetalicznych z udziałem aluminium, *Inżynieria Materiałowa* 1996, 5, 137-149.
- [3] Garbacz H., Lewandowska M., Pachla W., Kurzydłowski K.J., Structural and mechanical properties of nanocrystalline titanium and 316LVM steel processed by hydrostatic extrusion, *Journal of Microscopy* 2006, 223, 272-274.
- [4] Kurzydłowski K.J., Physical, chemical, and mechanical properties of nanostructured materials, *Materials Science* 2006, 42, 1.
- [5] Valiev R.Z., Mukherjee A.K., Nanostructures and unique properties in intermetallics, subjected to severe plastic deformation, *Scripta Mater.* 2000, 44, 1747-1750.