

Józef Śleziona<sup>1</sup>, Maciej Dyzia<sup>2</sup>, Jerzy Myalski<sup>3</sup>, Jakub Wieczorek<sup>4</sup>

Politechnika Śląska, Katedra Technologii Stopów Metali i Kompozytów, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

## STRUKTURA KOMPOZYTÓW WYTWARZANYCH METODĄ PRASOWANIA PROSZKÓW Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>3</sub>Fe-Al<sub>3</sub>Ti

Przedstawiono wyniki badań dotyczące oceny struktury kompozytów o złożonym składzie heterofazowym Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>3</sub>Fe-Al<sub>3</sub>Ti. Proszki kompozytowe otrzymano w procesie kontrolowanej reakcji ilmenitu z ciekłym aluminium w temperaturze powyżej 720°C. Uzyskany proszek poddano separacji, a następnie mieleniu w młynie kulowym. Otrzymano proszek o zróżnicowanej wielkości, którego skład granulometryczny podano w tabeli 1, a skład fazowy na rysunku 1. Do wytworzenia kompozytów użyto proszku o wielkości 45+80 i 80+120 µm. Materiały do badań wykonano dwoma metodami: metodą prasowania na zimno z następnym spiekaniem oraz metodą prasowania i spiekania na gorąco (prasa Degussa). Zastosowano różne warianty prasowania. W pracy przedstawiono tylko niektóre. Strukturę otrzymanych kompozytów po prasowaniu na zimno (300 MPa) i spiekaniu (800°C/1 h) przedstawiono na rysunku 3. Rysunek 4 pokazuje strukturę tego samego kompozytu, ale otrzymanego metodą prasowania na gorąco (15 MPa/800°C/15 min). Wykazano, że optymalne warunki prasowania proszków kompozytowych to: prasowanie na gorąco w próżni 1000°C/10 MPa/15 min, ale po uprzednim zagęszczeniu w temperaturze 800°C/15 MPa i wygrzaniu bez działania cieniienia w temperaturze 1100°C. Skład fazowy kompozytu otrzymanego wg tej procedury, określony metodą XRD, pokazano na rysunku 2, a jego strukturę na rysunku 5. Wykazano, że opracowana technologia umożliwia wytwarzanie kompozytów zbrojonych fazami międzymetalicznymi z układu Al-Fe-Ti o twardości powyżej 1000 HV.

Słowa kluczowe: proszki kompozytowe, fazy międzymetaliczne, prasowanie na zimno i gorąco, struktura kompozytów

## STRUCTURE OF COMPOSITES OBTAINED WITH Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>3</sub>Fe-Al<sub>3</sub>Ti COMPOSITE POWDERS

In this work the results of investigation concern to the examination of composite structures with complex phase composition Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>3</sub>Fe-Al<sub>3</sub>Ti have been presented. The composite powders have been manufactured in controlled reaction process between ilmenite powders and liquid aluminum at temperature above 720°C. The obtained powders have been selected and reduced their size in ball mill. Results of particle analysis of powders have been presented at Table 1, and phase composition in Figure 1. Powders of 45+80 and 80+120 µm have been used to production of composite samples. Composites have been made by two methods: cold compaction (300 MPa) and sintering (800°C/1 h), hot pressing at Degussa press. The different parameters of compaction have been used. Structure of composites obtained by cold compaction and sintering shows Figure 3. Figure 4 shows structure of that same composite but obtained after hot pressing at 800°C/15 MPa/15 min. The best compaction parameters of composite powders are: hot pressing in vacuum at 1000°C/10 MPa/15 min, but composite powders must be early consolidated at 800°C/15 MPa and heated at 1100°C. Phase composition of composite obtained according to that procedure (XRD analysis) has been shown in Figure 2. Structure of that composite shows Figure 5. It has been confirmed that elaborated technique used to the manufactured of composite led to obtain of composite reinforced with intermetallic Al-Fe-Ti system with the hardness above 1000 HV.

Key words: composite powders, intermetallic phases, cold compaction, hot pressing, structure of composite

## WPROWADZENIE

Coraz szersze znaczenie w technologiach wytwarzania kompozytów zbrojonych cząstkami zajmują technologie *in situ*. Polegają one na wytworzeniu w ciekłym stopie cząstek ceramicznych lub faz międzymetalicznych, np. TiB<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>3</sub>Ti w wyniku reakcji chemicznej pomiędzy aluminium a wprowadzoną substancją [1, 2]. Postać reagenta może być gazowa (np. CH<sub>4</sub>), stała (TiO<sub>2</sub>, CuO), ciekła (stopione żużle B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>) [3, 4]. Zachodzące reakcje chemiczne należą do grupy reakcji aluminotermicznych silnie egzotermicznych, trudnych do kontroli. Kinetyka tych reakcji zależy bowiem zarówno od warunków tempera-

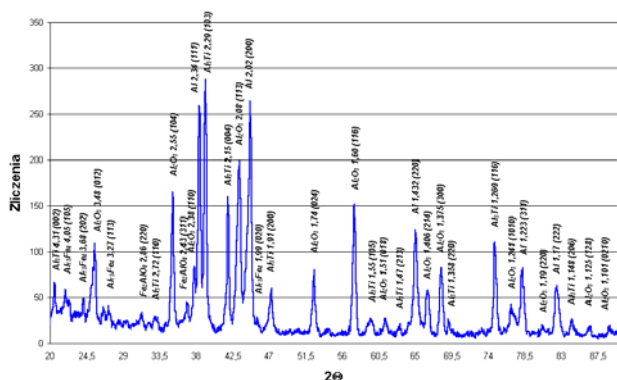
turowych, jak i składu mieszaniny reakcyjnej. W procesach wytwarzania kompozytów metodą mechanicznego mieszania do ciekłego aluminium można praktycznie wprowadzić uprzednio przygotowane dowolne cząstki ceramiczne [5, 6].

Reakcja aluminotermiczna zachodząca pomiędzy aluminium a ilmenitem FeO·TiO<sub>2</sub> wykorzystywana jest do wytwarzania żelazo-tytanu [7]. Ilmenit w postaci proszku został zastosowany do wytwarzania kompozytów zbrojonych cząstkami ceramicznymi i fazami międzymetalicznymi w projekcie zamawianym KBN, doty-

<sup>1</sup> dr hab. inż., prof. nadzw. PŚI., <sup>2</sup> mgr inż., <sup>3,4</sup> dr inż.



o maksymalnej sile nacisku 600 MN, otrzymując wypraski w kształcie walców o średnicy 30 mm i wysokości 15 mm. Zastosowano zmienne ciśnienia prasowania 150, 300, 500 MPa. Spiekanie przeprowadzono w atmosferze argonu w temperaturze 1000°C/2 h. Zastosowany sposób spiekania okazał się niezadowolający. Nie tylko nastąpiło utlenienie próbek, ale również deformacja próbek z częściowym ich spienieniem. Ten sposób realizacji procesu wytwarzania kompozytów należy uznać za niewłaściwy. Spiekanie kompozytów w temperaturze poniżej 1000°C pozwala uzyskać jakościowo dobry materiał. Twardość kompozytu jest jednak porównywalna z kompozytami odlewanyymi i nie przekracza 200 HB. Strukturę wytworzonych kompozytów po prasowaniu na zimno i spiekaniu w temperaturze 800°C pokazano na rysunku 3. W strukturze kompozytu można zauważyć fragmenty cząstek ilmenitu, które uległy reakcji. W celu uniknięcia utleniania wyprasek podczas spiekania konieczne jest stosowanie atmosfery redukcyjnej. Z kolei dla uniknięcia spieniania wyprasek konieczne jest spiekanie pod ciśnieniem. Warunki takie spełnia proces prasowania i spiekania na prasie Degussa.

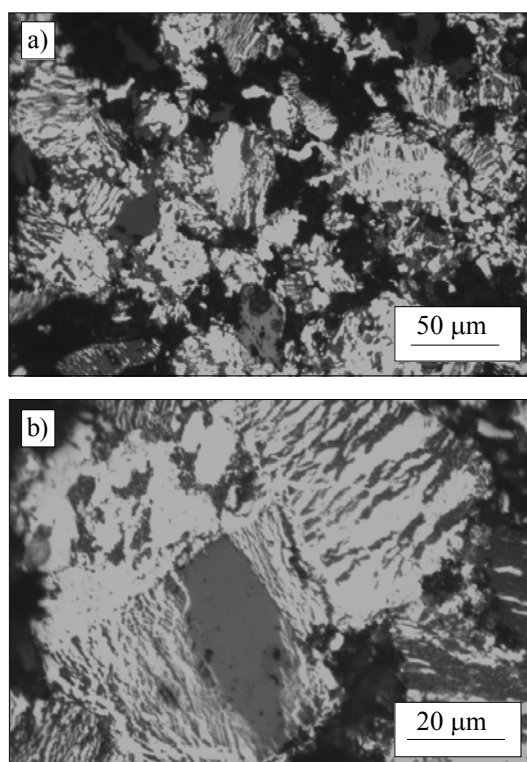


Rys. 2. Skład fazowy kompozytu otrzymanego po prasowaniu proszku kompozytowego na prasie Degussa w próżni w temperaturze 1100°C/10 MPa/15 min

Fig. 2. Phase composition of composite after producing from composite powders on Degussa press in vacuum at 1100°C/10 MPa/15 min

Prasowanie i spiekanie na gorąco z wykorzystaniem prasy Degussa przeprowadzono w formach grafitowych pokrytych węglikiem boru. Brak tego pokrycia prowadził do dodatkowej reakcji proszku kompozytowego z węglem. Zrealizowano kilka wariantów prasowania i spiekania, polegających przede wszystkim na doborze temperatury prasowania. Prasowanie przeprowadzono w temperaturze: 800, 1000 i 1100°C, stosując każdorazowo ciśnienie 15 MPa i czas prasowania 15 minut. Przeprowadzone testy wykazały, że prasowanie w temperaturze 800 i 1000°C pozwala uzyskać spiek, ale o niskiej twardości porównywalnej z kompozytem odlewany, przy czym działające ciśnienie każdorazowo powoduje usunięcie ze spieku fazy ciekłej (stop Al

z żelazem i tytanem). Strukturę takiego materiału pokazano na rysunku 4. Z kolei zastosowanie temperatury prasowania 1100°C inicjowało proces dodatkowej syntezy kompozytu, wyzwalającej w matrycy gwałtowny wzrost temperatury i ciśnienia. Utrzymanie ciśnienia prasowania 15 MPa w tej temperaturze prowadziło każdorazowo do rozerwania formy. Jest to spowodowane prawdopodobnie zarówno intensywnym wydzielaniem się tlenu, jak i gwałtownym wzrostem temperatury. W strukturze kompozytu otrzymanego po prasowaniu na zimno i spiekaniu w temperaturze 800°C stwierdzono obecność cząstek ilmenitu, które nie uległy reakcji, co w warunkach prasowania na gorąco (1000°C) umożliwia zakończenie reakcji egzotermicznej.



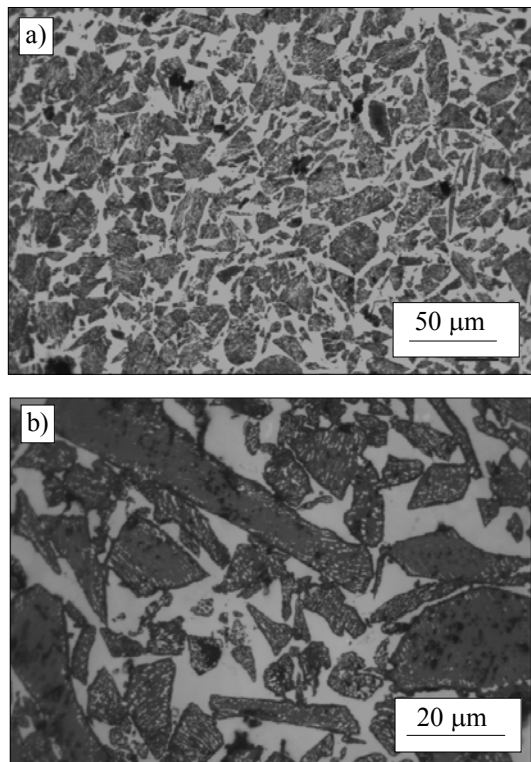
Rys. 3. Struktura kompozytu otrzymanego metodą prasowania na zimno proszku kompozytowego, po spiekaniu w temperaturze 800°C/1 h (ciśnienie prasowania 300 MPa) (a), widoczny fragment nie przereagowanego ilmenitu (b)

Fig. 3. Structure of composite obtained by cold compaction of powders (compaction pressure 300 MPa), after sintering at 800°C/1 h (a), particle of ilmenite (b)

Przeprowadzone pomiary twardości otrzymanego kompozytów wykazały, że wraz ze wzrostem temperatury procesu twardość kompozytu rośnie i dla materiału uzyskanego po prasowaniu i spiekaniu na prasie Degussa twardość przekracza 1000 HV.

Optymalny wariant procesu pozwalający otrzymać materiał o twardości powyżej 1000 HV to: ogrzanie proszku kompozytowego do temperatury 800°C, prasowanie pod ciśnieniem 15 MPa, odprężenie wypraski, wygrzanie następnie do temperatury 1100°C (zachodzi

reakcja egzotermiczna), wychłodzenie wypraski do temperatury 1000°C i następne prasowanie ciśnieniem 10 MPa przez 15 minut. Otrzymany kompozyt ma strukturę heterofazową, składającą się z cząstek Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, faz międzymetalicznych typu Al<sub>3</sub>Fe i Al<sub>3</sub>Ti oraz Al (rys. rys. 2 i 5).



Rys. 4. Struktura kompozytu otrzymanego po prasowaniu na gorąco w temperaturze 800°C (prasa Degussa 15 MPa/15 min)

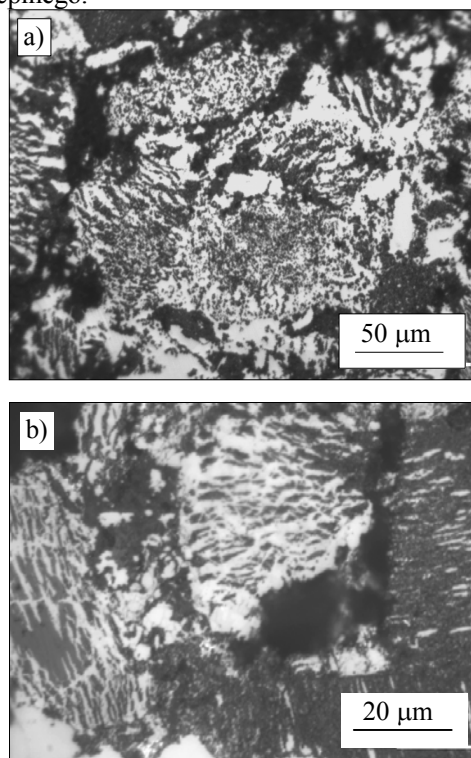
Fig. 4. Structure of composite obtained by hot compaction at 800°C (Degussa press 15 MPa/15 min)

## PODSUMOWANIE

Zastosowana technologia wytwarzania kompozytów z proszków kompozytowych daje obiecujące wyniki. Wymaga dopracowania w zakresie wytwarzania proszku kompozytowego, a w szczególności doboru temperatury ciekłego metalu, szybkości dozowania proszku ilmenitu i prędkości mieszania. Wiąże się to z problemem przeprowadzenia reakcji *in situ* pomiędzy ciekłym aluminium i wprowadzanym do niego proszkiem ilmenitu. Proces ten musi spowodować całkowite przereagowanie ilmenitu z aluminium, tak by na etapie prasowania i spiekania otrzymanego proszku zachodziły tylko procesy związane z uzyskaniem stanu równowagowego faz międzymetalicznych.

Struktura, jak i skład fazowy wytworzonych kompozytów świadczą o poprawnym doborze parametrów procesu prasowania i spiekania. Analiza danych literaturowych, jak i dotychczasowe doświadczenia wskazują, że proszki kompozytowe o heterofazowym składzie (Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>3</sub>Ti-Al<sub>3</sub>Fe) stanowić mogą materiał do produk-

cji części maszyn odpornych na ścieranie, jak i do wytwarzania powłok ochronnych metodami natrysku cieplnego.



Rys. 5. Struktura kompozytu otrzymanego po prasowaniu na gorąco w temperaturze 1100°C (prasa Degussa 800°C/15 MPa/15 min, odciążenie, wygrzanie w temperaturze 1100°C, dodatkowe prasowanie po wychłodzeniu do temperatury 1000°C i prasowanie pod ciśnieniem 10 MPa/15 min)

Fig. 5. Structure of composite obtained by hot compaction of powders at 1100°C (Degussa press 800°C/15 MPa/15 min, unloading, heating at 1100°C, additional pressing after cool down at 1000°C and pressing 10 MPa/15 min)

*Praca zrealizowana w ramach projektu zamawianego KBN PBZ-KBN-041/T08/08-10.*

## LITERATURA

- [1] Froyen L., In situ processing of MMCs: an overview, Proceedings of the Int. Conf. Light Metals and Composites, Zakopane 1999, 15.
- [2] Froyen L., In situ processing of MMCs end of the wetting problems? Transactions of Japan Welding Research Institute 2001, 30, 391-401, Special Issue, Proceedings of HTC-2000.
- [3] Fraś E., Jonas A., Kolbus A., Górny M., Synteza kompozytów *in situ* Al-TiC oraz Cu-TiC z wykorzystaniem gazu reaktywnego, Inżynieria Materiałowa 2000, 2.
- [4] Fraś E., Jonas A., Wierziński S., Kolbus A., Synthesis of aluminium composites reinforced with titanium carbides particles, Proceedings of the Int. Conf. Light Metals and Composites, Zakopane 1999, 323.
- [5] Gupta M., Surappa M.K., Processing microstructure mechanical properties of Al base metal matrix composites synthetised using casting route, Rev. Engineering Materials 1995, 104-107, 1, 259-274.

- [6] Śleziona J., Dyzia M., Wiczorek J., Wykorzystanie metody zawiesinowej w procesie wytwarzania kompozytów in situ w układzie aluminium tlenek żelazo-tytanu, *Archiwum Odlewnictwa* 2003, 3, 10, 163-169.
- [7] Ljakishlew N.P., Pliner Ju. L., Ignatenko G.F., Lappo S.I., *Aluminotermia, Metallurgia*, Moskwa 1978.
- [8] Focunga H., New trends of metal matrix composites, *Journal of the Soc. of Metals*, 13, 487, 372- 381.
- [9] Liddiard P.D., Grant P.S., Aluminum powder metallurgy in perspective, *Powder Metallurgy* 1994, 27, 4, 193-200.
- [10] Tan M.J., Zhang X., Powder metal matrix composites selection and processing, *Materials Science and Eng. A.*, 244, 1, 80-85.
- [11] Barbier F., Ambroise M.H., In situ process for producing aluminum matrix composites containing intermetallic materials, *Journal of Materials Science Letters* 1995, 14, 457-459.

Recenzent  
Jacek W. Kaczmar