

Michał Gabrylewski¹

Przedsiębiorstwo Badawczo-Wdrożeniowe Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Aparatury Badawczej i Dydaktycznej
Biuro Badań i Certyfikacji „COBRABID-BBC” sp. z o.o., ul. Łucka 13, 00-842 Warszawa

Aleksy Patejuk²

Politechnika Białostocka, Wydział Mechaniczny, ul. Wiejska 45C, 15-950 Białystok

WPLYW PARAMETRÓW SPIEKANIA POD CIŚNIENIEM NA WYBRANE WŁAŚCIWOŚCI MATERIAŁU KOMPOZYTOWEGO Al-CZĄSTKI Al₂O₃

W pracy przedstawiono wpływ temperatury spiekania na właściwości tribologiczne materiału kompozytowego (MK) typu Al-Al₂O₃. Na materiał osnowy zastosowano proszek aluminiowy o granulacji 80+100 μm. Na zbrojenie zastosowano cząstki Al₂O₃ o wielkości 20+60 μm w dwóch wariantach stanu warstwy wierzchniej - bez powłoki (oznaczone umownie - wariant I) oraz z powłoką niklową o grubości około 2 μm (oznaczone umownie - wariant II). Próbki do badań wykonane zostały metodą prasowania w podwyższonej temperaturze (tab. 1) w postaci pręta o średnicy φ 8 i długości 10+15 mm. Czas spiekania próbek dla obu wariantów był jednakowy i wynosił 15 minut. Przeprowadzone badania i analizy struktury otrzymanych próbek potwierdziły, że MK wykonany z wykorzystaniem cząstek bez powłoki niklowej charakteryzuje się typowym, dla zastosowanych materiałów, połączeniem adhezyjnym faz. Natomiast w przypadku MK wykonanego z wykorzystaniem cząstek pokrytych powłoką niklową stwierdzono, że połączenie tych cząstek z osnową jest typu dyfuzyjno-adhezyjnego (rys. 1). Przeprowadzone pomiary twardości (metodą Vickersa) otrzymanych próbek MK wykazały, że najwyższą twardością (niezależnie od analizowanego zakresu temperatury spiekania) charakteryzują się próbki spiekane przy ciśnieniu 120 MPa (rys. 2). Należy zaznaczyć, że zwiększenie ilości zbrojenia prowadzi do zwiększenia poziomu twardości badanych próbek. W kolejnym etapie badań MK przeprowadzono testy odporności na zużycie ściernie metodą *pin on disc*. Badania ścieralności realizowano, stosując obciążenie 3 MPa przy prędkości obwodowej 0,50 m/s. Przeciwpórkę wykonano ze stali 45 ulepszonej cieplnie o twardości 42 HRC. Czas trwania próby wynosił 2 godziny. Kontrolowana temperatura współpracującej pary wynosiła 25±2°C. Wyniki badań jednostkowego zużycia masowego przedstawione graficznie w funkcji czasu trwania testu (rys. 3) wskazują, że zarówno parametry spiekania, jak i ilość fazy zbrojącej w postaci cząstek Al₂O₃ znajdującej się w objętości MK, wywierają istotny wpływ na poziom zużycia tych materiałów. Analiza topografii współpracujących powierzchni i śladów zużycia wykazała, że największe nierówności powierzchni, zarówno w badanych próbkach, jak i przeciwpórkach, występują w skojarzeniach, w których próbka była wykonana z fazą zbrojącą w postaci cząstek Al₂O₃ bez powłoki niklowej. W tych próbkach MK obserwowano liczne ubytki (wykruszenia cząstek) na powierzchni współpracującej z przeciwpórką. Natomiast w przypadku badania próbek MK zawierającego 10 i 20% cząstek Al₂O₃ z powłoką niklową gładkość współpracujących powierzchni była nieco większa. Przede wszystkim nie obserwowano w tych przypadkach tak licznych wykruszeń i towarzyszących im głębokich bruzd usytuowanych równolegle do wektora sił tarcia.

Słowa kluczowe: materiały kompozytowe z metaliczną osnową, zbrojenie-cząstki Al₂O₃

INFLUENCE OF PARAMETERS OF SINTERING UNDER PRESSURE PROCESS ON SELECTED PROPERTIES OF COMPOSITE MATERIAL Al-Al₂O₃ PARTICLES

In the work, the results of researches about influence sintering temperature on tribology properties of metal-matrix composite (MMC) the type of Al-Al₂O₃ particles, has been presented. Such a matrix material aluminium powder granulation 80+100 μm has been used. Uncovered particles Al₂O₃ about size 20+60 μm (signed as I option) and particles covered by nickel layer with thickness about 2 μm (signed as II option) made reinforced material. Samples for researching was made by hot pressing method (Tab.1) using rod about diameter φ 8 and length 10+15 mm. Sintering time for every option was the same: 15 minutes. Made microscopic examination and analyses' confirmed that particles without nickel layer of MMC, characterized typical adhesive connection of phases. However, in case of covered by nickel layer particles of MMC, connection between particles and matrix has diffusion - adhesive character (Fig. 1). The hardness test of composite samples by Vickers method has been done. The results showed that samples sintered with pressure 120 MPa (independently from analysed range the temperature of sintering) have the highest hardness (Fig. 2). Increasing of volume fraction of reinforced material increases hardness of samples. In next step of researching, resistance tests of abrasive wear by *pin on disc* method has been done. For this researching of grindability, load of 3 MPa and peripheral speed of 0.50 m/s was given. Anti-sample was made from 45 heat treated steel about hardness 42 HRC. The time of test was 2 hour. The controlled temperature of co-operating steam received 25 ±2°C. The results of unitary mass decrement in function of time of test has been presented in Figure 3. They are showed, that both sintering parameters and volume of fraction of reinforced material have essential influence on level of material's wear. The analysis of topography of co-operating surfaces and traces of wear shows, that the samples and anti-samples have the largest inequalities of surface when the sample was made with Al₂O₃ reinforced material without nickel layer. In these MMC samples was observed a plenty of defects (crumbling up particles) on co-operating anti-samples' surface. However, MMC samples including 10 and 20% of covered by nickel layer Al₂O₃ particles - the quality of co-operating surfaces was higher. First of all, so much defects and accompanying furrows situated parallel to vector of strengths of friction, was not observed.

Key words: metal-matrix composite, reinforcement-Al₂O₃ particles

WSTĘP

W obecnej fazie rozwoju techniki i technologii coraz większego znaczenia nabierają materiały kompo-

zytowe, a w szczególności kompozyty z metaliczną osnową. Posiadają one zdecydowanie lepsze właściwości w stosunku do szeroko rozpowszechnionych w przemyśle tradycyjnych tworzyw konstrukcyjnych. Nadal jednak znaczącym problemem w rozpowszechnianiu tych materiałów, jako tworzywa konstrukcyjnego, są trudności związane z ich wytwarzaniem. Klasyczne metody wytwórcze są w tym przypadku niewystarczające. Pomimo licznych laboratoryjnych „sukcesów technologicznych” w dalszym ciągu nie ma możliwości szerokiej implementacji tych opracowań na grunt przemysłowej technologii wytwarzania MK. Trwające wysiłki technologiczne coraz częściej dowodzą, że metody klasyczne mogą być w pewnych sytuacjach zastąpione metodami bazującymi między innymi na metalurgii proszków [1, 2].

Potencjalnym obszarem zastosowań materiałów kompozytowych o osnowie metalicznej zbrojonych cząstkami mogłyby być np. elementy maszyn pracujące w warunkach skojarzeń tribologicznych, w szczególności ciernych [3, 4]. Obecnie coraz częściej na elementy konstrukcyjne, szczególnie narażone na tego typu zużycie, wykorzystuje się materiały kompozytowe o osnowie metalicznej. Przy czym najczęściej w tych materiałach zbrojenie stanowią cząstki stałe - tlenki, borki, węgliki itp. [5, 6].

Badania właściwości mechanicznych materiałów kompozytowych o osnowie aluminiowej zbrojonych cząstkami Al₂O₃ wykazały, że właściwości użytkowe tych materiałów zasadniczo wzrastają wraz ze wzrostem ciśnienia prasowania tylko do pewnego poziomu [7]. Dalsze zwiększanie ciśnienia przy ich spiekaniu powoduje spadek wytrzymałości materiału kompozytowego. Wynika to między innymi z inicjacji mikropęknięć w obrębie ziaren fazy zbrojącej oraz na granicy rozdziału faz - powstających najprawdopodobniej w wyniku relaksacji naprężeń podczas ostatniego etapu procesu prasowania (zdejmowania obciążenia). Przy czym należy zaznaczyć, że w przypadku pęknięć na granicy rozdziału faz wpływ ten można w pewnym stopniu ograniczyć poprzez wzmocnienie połączenia składników fazowych, np. zwiększając przyczepność adhezyjną w wyniku zastosowania warstw przejściowych [8].

METODYKA I WYNIKI BADAŃ

W niniejszej pracy przeanalizowano wpływ temperatury spiekania pod ciśnieniem na właściwości tribologiczne materiału kompozytowego o osnowie aluminiowej. Jako materiał osnowy zastosowano proszek aluminiowy o granulacji 80÷100 µm. Na zbrojenie zastosowano cząstki Al₂O₃ o wielkości 20÷60 µm w dwóch wariantach stanu warstwy wierzchniej - bez powłoki (oznaczone umownie - wariant I) oraz z powłoką niklową o grubości około 2 µm (oznaczone umownie -

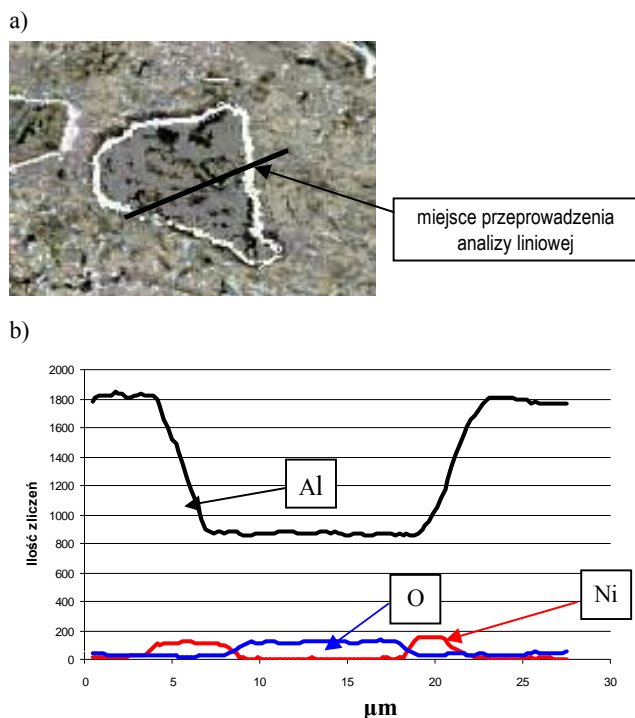
wariant II). Próbkę do badań wykonano metodą prasowania w określonej temperaturze (tab. 1).

TABELA 1. Warianty próbek użytych w badaniach
TABLE 1. Types of samples used in the research

Udział zbrojenia, %	Ciśnienie prasowania, MPa	Temperatura spiekania °C	Oznaczenie próbek	
			Wariant I	Wariant II
10	30	620	10/3/620	P10/3/620
		650	10/3/650	P10/3/650
		670	10/3/670	P10/3/670
	60	620	10/6/620	P10/6/620
		650	10/6/650	P10/6/650
		670	10/6/670	P10/6/670
	90	620	10/9/620	P10/9/620
		650	10/9/650	P10/9/650
		670	10/9/670	P10/9/670
	120	620	10/12/620	P10/12/620
		650	10/12/650	P10/12/650
		670	10/12/670	P20/12/670
20	30	620	20/2/620	P20/3/620
		650	20/3/650	P20/3/650
		670	20/3/670	P20/3/670
	60	620	20/6/620	P20/6/620
		650	20/6/650	P20/6/650
		670	20/6/670	P20/6/670
	90	620	20/9/620	P20/9/620
		650	20/9/650	P20/9/650
		670	20/9/670	P20/9/670
	120	620	20/12/620	P20/12/620
		650	20/12/650	P20/12/650
		670	20/12/670	P20/12/670

Przed procesem formowania próbek cząstki ceramiczne były dodane, w odpowiedniej proporcji wagowej, do proszku aluminium, a następnie oba składniki poddawano mechanicznemu wymieszaniu. Tak przyrządzoną mieszaninę wsypywano do przygotowanych matryc i umieszczano w piecyku, stanowiącym integralną część specjalnie w tym celu zaprojektowanego i wykonanego stanowiska badawczego. Wykorzystywany w procesie spiekania piecyk pozwalał na płynną regulację temperatury nagrzewania do 900°C. Podczas realizacji procesu spiekania dokonywano ciągłej kontroli temperatury matrycy (w bezpośrednim sąsiedztwie spiekanej próbki). Proces spiekania prowadzono bez stosowania atmosfery ochronnej. Dla każdego wariantu (tab. 1) wykonano minimum po trzy próbki w postaci pręta o średnicy ϕ 8 i długości 10÷15 mm. Do celów porównawczych wykonano również próbki tylko z materiału osnowy, czyli proszku aluminium. Czas spiekania próbek dla wszystkich wariantów był jednakowy i wynosił 15 minut.

Badania struktury i liniowej mikroanalizy, przeprowadzone na mikroskopie elektronowym Philips XL-30 LaB6, wytworzonych próbek materiału kompozytowego wykazały, że materiał kompozytowy wykonany z wykorzystaniem cząstek bez powłoki niklowej, charakteryzuje się typowym, dla zastosowanych materiałów, połączeniem adhezyjnym faz. Natomiast w przypadku materiału kompozytowego wykonanego z wykorzystaniem cząstek pokrytych powłoką niklową stwierdzono, że połączenie tych cząstek z osnową jest typu dyfuzyjno-adhezyjnego (rys. 1).

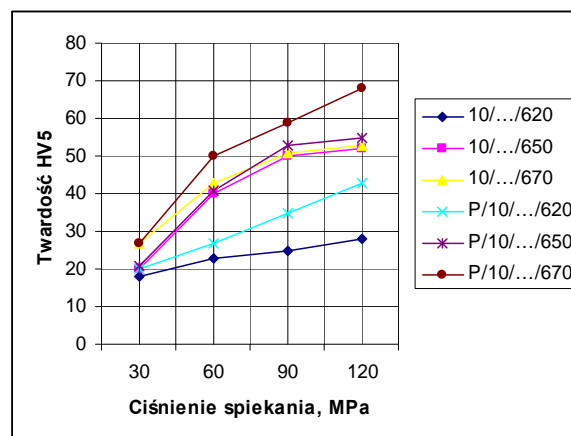


Rys. 1. Mikrostruktura (a) i wynik mikroanalizy składu chemicznego (b) materiału kompozytowego próbki P/10/12/620

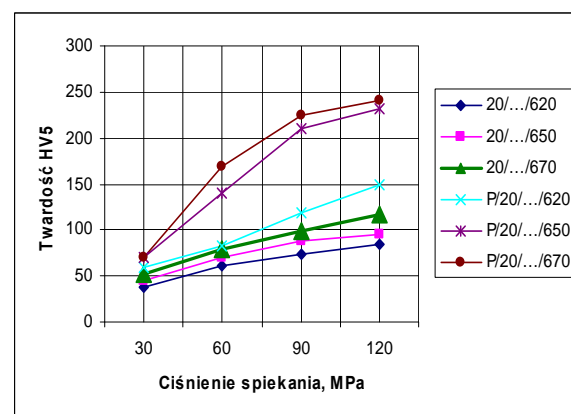
Fig. 1. Microstructure (a) and result line chemical microanalysis (b) composition material samples P/10/12/620

Przeprowadzone pomiary twardości (metodą Vickersa) otrzymanych próbek materiału kompozytowego wykazały, że najwyższą twardością (niezależnie od analizowanego zakresu temperatury spiekania) charakteryzują się próbki spiekane przy ciśnieniu 120 MPa (rys. 2). Ponadto, uzyskane wyniki badań wskazują na istotny wpływ rodzaju zastosowanego zbrojenia i wielkości ciśnienia, stosowanego podczas spiekania próbek materiału kompozytowego na poziom ich twardości. Przy czym należy zaznaczyć, że zwiększenie ilości zbrojenia prowadzi w konsekwencji również do zwiększenia twardości badanych próbek. Warto w tym miejscu zwrócić uwagę także na fakt, iż im wyższą zastosowano temperaturę spiekania, tym różnica pomiędzy poszczególnymi poziomami twardości próbek materiału kompozytowego (spiekanych w tej samej temperaturze, lecz przy różnym ciśnieniu) stawała się coraz większa.

a)



b)



Rys. 2. Wpływ ciśnienia i temperatury prasowania oraz ilości zbrojenia na twardość materiału kompozytowego: a) ilość materiału zbrojenia 10% wag., b) ilość materiału zbrojenia 20% wag. (oznaczenia próbek jak w tabeli 1)

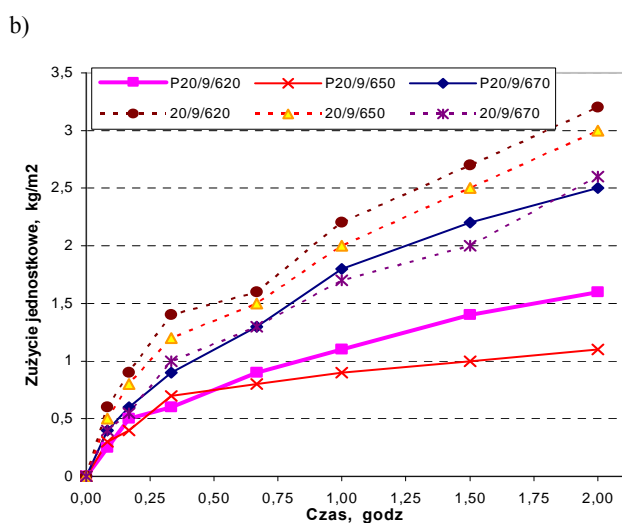
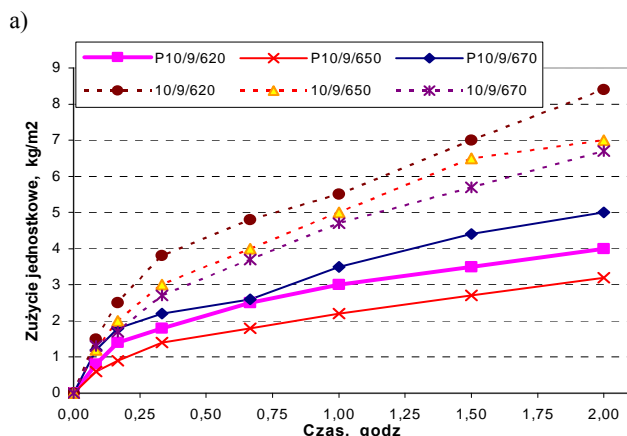
Fig. 2. The influence of pressure and temperature pressing and mass fraction of reinforce material on composite materials: a) 10% mass fraction of reinforce material, b) 20% mass fraction of reinforce material (marking samples as shown in Table 1)

W kolejnym etapie przeprowadzono zostały testy na zużycie ścierne metodą *pin on disc*. Badania ścieralności realizowano, stosując obciążenie 3 MPa przy prędkości obwodowej 0,50 m/s. Przeciwpórkę wykonano ze stali 45 ulepszonej cieplnie o twardości 42 HRC. Czas trwania próby wynosił 2 godziny. Kontrolowana temperatura współpracującej pary wynosiła $25 \pm 2^\circ\text{C}$.

Podczas testów odporności na zużycie badanych materiałów kompozytowych rejestrowano w sposób ciągły wartość zużycia liniowego. Wyniki badań jednostkowego zużycia masowego (w odniesieniu do 1 metra) w funkcji czasu trwania testu, przedstawione graficznie (rys. 3), wskazują, że zarówno parametry spiekania, jak i ilość fazy zbrojącej w postaci cząstek Al_2O_3 znajdującej się w objętości materiału kompozytowego wywierają istotny wpływ na poziom zużycia tych materiałów. Odnotowano przy tym bardzo korzystny wpływ obecności powłoki niklowej na cząstkach Al_2O_3 na obniżenie intensywności zużycia. Stwierdzono, że wraz ze wzrostem udziału fazy zbrojącej (w zakresie

udziału do 20%) w badanym materiale kompozytowym wzrasta wyraźnie jego odporność na zużycie.

szących im głębszych bruzd usytuowanych równolegle do wektora sił tarcia.



Rys. 3. Jednostkowy ubytek masowy badanych próbek materiału kompozytowego o zawartości fazy zbrojącej Al_2O_3 : a) 10% wag., b) 20% wag. (oznaczenia próbek jak w tabeli 1)

Fig. 3. Unitary mass decrement of testing samples material composites reinforced with Al_2O_3 particles: a) 10% mass fraction of reinforce material, b) 20% mass fraction of reinforce material (marking samples as shown in Table 1)

Dokonana analiza topografii współpracujących powierzchni i śladów zużycia wykazała, że największe nierówności powierzchni, zarówno w badanych próbkach, jak i przeciwpróbkach, występują w skojarzeniach, w których próbka była wykonana z fazą zbrojącą w postaci cząstek Al_2O_3 bez powłoki niklowej. Obserwowano w tych próbkach materiału kompozytowego liczne ubytki (wykruszenia cząstek) na powierzchni współpracującej z przeciwpróbką. Natomiast w przypadku badania próbek materiału kompozytowego zawierającego 10 i 20% wag. cząstek Al_2O_3 z powłoką niklową gładkość współpracujących powierzchni była nieco większa. Przede wszystkim nie obserwowano

w tych przypadkach tak licznych wykruszeń i towarzy-

WNIOSKI

Przeprowadzone badania pozwoliły na sformułowanie następujących wniosków:

1. Zarówno parametry procesu spiekania pod ciśnieniem, jak i ilość fazy umacniającej powodują wyraźne zmiany twardości badanych materiałów kompozytowych.
2. Zastosowanie cząstek Al_2O_3 z powłoką niklową powoduje poprawę jakości połączenia cząstek z aluminium osnową, w szczególności eliminuje pękanie materiału kompozytowego na granicy rozdziału faz.
3. Wraz ze wzrostem ciśnienia spiekania, ilości fazy zbrojącej i temperatury spiekania badanych materiałów kompozytowych stwierdza się wzrost ich twardości.
4. Zastosowanie powłoki niklowej na cząstkach Al_2O_3 , niezależnie od wariantu realizacji procesu spiekania, wydatnie poprawia właściwości tribologiczne badanych materiałów kompozytowych.

LITERATURA

- [1] Sobczak J., Kompozyty metalowe, Wyd. Instytut Transportu Samochodowego, Warszawa 2001.
- [2] Leżański J., Madej M., Smoleń D., Wytwarzanie i własności spiekanych kompozytów stal szybkołącząca-węgiel WC-miedź fosforowa, Kompozyty (Composites) 2002, 2, 5, 283-287.
- [3] Wojciechowski A., Sobczak J., Kompozytowe tarcze hamulcowe pojazdów drogowych, Wyd. Instytut Transportu Samochodowego, Warszawa 2001.
- [4] Zaráński Z., Patejuk A., Ocena jakości materiałów kompozytowych stosowanych w pojazdach samochodowych, IV Krajowa Kursokonferencja 1999, 55-63.
- [5] Gabrylewski M., Patejuk A., Materiały kompozytowe z osnową metaliczną, Inżynieria Materiałowa 1997, 6.
- [6] Patejuk A., Durejko T., Badanie materiałów kompozytowych na osnowie aluminium zbrojonych cząstkami SiO_2 , Archiwum Odlewnictwa 2001, 1, 544-550.
- [7] Patejuk A., The influence of nickel covering of Al_2O_3 on properties of composite material with aluminium matrix, Międzynarodowa Konferencja Progres transportnych sredstw, Wołgograd 2002, 246-250.
- [8] Patejuk A., Wpływ powłoki niklowej na pęknięcia międzyfazowe kompozytu typu Al- Al_2O_3 , II Sympozyum Mechaniki Pęknięcia 2003, 254-259.

Recenzent
Stefan Szczepanik