Edward Fraś<sup>1</sup>, Andrzej Kolbus<sup>2</sup>, Andrzej Janas<sup>3</sup> Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Odlewnictwa, ul. Reymonta 23, 30-059 Kraków

# WPŁYW RODZAJU FAZY WZMACNIAJĄCEJ NA NAPRĘŻENIE PŁYNIĘCIA PLASTYCZNEGO WYBRANYCH KOMPOZYTÓW MMCs O OSNOWIE ALUMINIOWEJ

Kompozyty z osnową aluminiową są bardzo atrakcyjnym materiałem konstrukcyjnym, który charakteryzuje się wysokimi właściwościami trybologicznymi i mechanicznymi w połączeniu z bardzo korzystnym stosunkiem wytrzymałości do gęstości. Właściwości użytkowe tych kompozytów zależą od rodzaju, wielkości i udziału objętościowego cząstek fazy wzmacniającej, a także od doboru osnowy oraz metody wytwarzania. Tradycyjną metodą otrzymuje się kompozyty MMCs w procesie ex situ przez przygotowanie w odrębnym procesie fazy zbrojącej, którą następnie wprowadza się do materiału osnowy np. metodą mieszania. W procesie in situ faza wzmacniająca powstaje w wyniku reakcji chemicznych zachodzących pomiędzy składnikami stopu w cieklej kapieli metalowej. Wybrano zmodyfikowany wariant metody SHS, tj. proces SHSB - samorzutnej egzotermicznej syntezy wewnątrz kąpieli metalowej [1, 2]. Metoda ta została zastosowana do otrzymania w procesie in situ kompozytów Al+TiC oraz Al+TiB<sub>2</sub>. Z czystych sproszkowanych materiałów - tytanu, aluminium, boru oraz węgla wykonano brykiety o stechiometrycznym składzie, zapewniającym możliwość zajścia syntezy odpowiednio TiC oraz TiB2. Brykiety te wprowadzano następnie do ciekłego stopu. Syntezę kompozytów zrealizowano w próżni, a gotowe materiały zostały odlane do stalowej kokili. W drugiej części eksperymentu przygotowano klasyczne kompozyty ex situ typu DURALCAN z cząstkami umacniającymi SiC. Z tak wykonanych odlewów kompozytów wycięto próbki do badań metalograficznych, strukturalnych i wytrzymałościowych. Wykonano badania rentgenostrukturalne oraz badania wytrzymałościowe, stosując izotermiczną próbę ściskania zarówno w temperaturze 293 K, jak i podwyższonej 623 K. Na podstawie otrzymanych wyników wykazano, że kompozyty typu Al+TiC mają wyższe właściwości wytrzymałościowe w porównaniu z kompozytami typu DURALCAN oraz Al+TiB<sub>2</sub>.

Słowa kluczowe: kompozyt *ex situ*, kompozyt *in situ*, węglik tytanu, węglik krzemu, borek tytanu, reakcja egzotermiczna, proces SHSB

## EFFECT OF THE TYPE OF REINFORCING PHASE ON THE STRESS OF PLASTIC FLOW IN ALUMINIUM-BASED MMCs

Aluminium-based metal matrix composites are a very attractive material for constructions, characterised by high tribological and mechanical properties, effectively combined with a very advantageous strength-to-density ratio. The utilisation properties of these composites depend on the type, size and volume fraction of particles of a reinforcing phase, and also on the choice of the matrix type and the method of fabrication. In a traditional way, MMCs are fabricated by an ex situ process, i.e. preparing in a separate process the reinforcing phase, which is next introduced to the composite matrix by, e.g., mixing. In the in situ process, the reinforcing phase is formed as a result of chemical reactions which proceed between the alloy constituents in metal bath. An improved variant of the SHS process has been selected, i.e. the SHSB process - self-propagating high temperature synthesis in metal bath [1, 2]. The method has been applied in fabrication of in situ Al+TiC and Al+TiB<sub>2</sub> composites. From pure powdered materials, like titanium, aluminium, boron and carbon, briquettes of stochiometric composition, ensuring the synthesis of TiC and TiB<sub>2</sub>, respectively, were prepared. The briquettes were next introduced to molten alloy. The composite synthesis was performed in vacuum; the ready materials were cast in a steel die. In the second part of the experiment, the traditional, DURALCAN type, ex situ composites reinforced by SiC particles were fabricated. From thus prepared composite castings, specimens were cut out for metallographic and structural examinations, and for mechanical testing. The structure was examined by X-raying; the mechanical properties were tested in isothermal compression test at both standard temperature of 293 K and elevated temperature of 623 K. Basing on the obtained results it has been proved that Al+TiC composites are characterised by mechanical properties higher than the DURALCAN type composites and Al+TiB<sub>2</sub> composites.

Key words: composite *ex situ*, composite *in situ*, titanium carbide, silicon carbide, titanium boride, exothermic reaction, process SHSB

#### WPROWADZENIE

W ostatnich latach obserwuje się dynamiczny rozwój badań nad metalowymi materiałami kompozytowymi, które ze względu na szereg atrakcyjnych właściwości można z powodzeniem stosować w wielu gałęziach przemysłu, np. w przemyśle motoryzacyjnym lub lotniczym [3]. Wśród MMC najszersze zastosowanie znajdują materiały kompozytowe na bazie stopów metali lekkich, takich jak: aluminium, tytan czy magnez, gwarantujących uzyskanie wysokiej wytrzymałości względnej.

Jako umocnienie stosowane są węgliki (TiC, SiC, ZrC), tlenki (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, MgO, ZrO<sub>2</sub>), azotki (BN, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, TiN, ZrN), borki (TiB<sub>2</sub>, ZrB<sub>2</sub>, SiB<sub>2</sub>), krzemki (MoSi<sub>2</sub>) czy rozdrobnione cząstki faz międzymetalicznych

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> prof. zw. dr hab. inż., <sup>2</sup> mgr inż., <sup>3</sup> dr

(Ni<sub>3</sub>Al, NiAl, Fe<sub>3</sub>Al, FeAl, Ti<sub>3</sub>Al, TiAl [1, 4]. Na skalę przemysłową kompozyty *ex situ* otrzymywane metodą mieszania produkuje m.in. amerykańska firma ALCAN ALUMINIUM CORPO-RATION [5, 6]. Są to kompozyty metalowe (pod nazwą DURAL-CAN [7]) na bazie stopów aluminium, zbrojone cząstkami SiC. W kompozytach *in situ* faza wzmacniająca powstaje w wyniku reakcji chemicznych w ciekłej osnowie, dlatego do zalet tego procesu należą:

- duża stabilność termodynamiczna oraz brak reakcji na granicy osnowa-cząstka,
- czystość powierzchni międzyfazowej (brak utlenionej powierzchni cząstek),
- dobra zwilżalność fazy umacniającej metalem osnowy,
- możliwość uzyskania mniejszych cząstek wzmacniających (wielkość cząstek 0,5÷5 µm), co w rezultacie daje lepsze efekty umocnienia.

### METODYKA I WYNIKI BADAŃ

Celem badań było porównanie struktury i przedstawienie przebiegu charakterystyk odkształcenia plastycznego ( $\sigma$ - $\varepsilon$ ) podczas próby ściskania dla kompozytów *in situ* umacnianych cząstkami TiC i TiB<sub>2</sub> oraz kompozytów *ex situ* typu DURALCAN. Kompozyty umocnione węglikami i borkami tytanu wytworzone zostały na osnowie odlewniczego stopu A206 metodą samorzutnej, egzotermicznej reakcji syntezy SHSB w sprasowanych brykietach proszkowych Ti-C-Al oraz Ti-B-Al umieszczonych na powierzchni kąpieli ciekłego stopu. Syntezę zrealizowano w próżniowym piecu firmy Balzers, przy temperaturze 1473 K, w atmosferze ochronnej czystego argonu (pod ciśnieniem P = 10<sup>4</sup> Pa). W ten sposób otrzymane zostały kompozyty Al+TiC5% obj., Al+TiC10%obj. oraz Al+TiB<sub>2</sub>5%obj.

Dla celów porównawczych wytworzono dwa rodzaje kompozytów ex situ typu DURALCAN. Pierwszy otrzymano z oryginalnego kompozytu DURALCAN20%SiC, rozcieńczając go stopem A356 (tab. 1) tak, aby uzyskać końcowy udział objętościowy SiC w ilości odpowiednio 5 oraz 10% weglika krzemu. Drugi przygotowano we własnym zakresie, stosując stop A206 (tab. 1) oraz cząstki SiC o granulacji 20÷30 µm. Próbki pobrane ze wszystkich wymienionych kompozytów poddano następnie odpowiednio badaniom rentgenostrukturalnym w celu określenia ich składu fazowego oraz przy użyciu mikroskopu skaningowego dla określenia morfologii i wielkości cząstek fazy wzmacniającej, a także badaniom metalograficznym. Przykładowe dyfraktogramy kompozytów Al+TiC5%, DURALCAN5%SiC oraz Al+TiB<sub>2</sub>5% przedstawiono na rysunkach 1a, 1b oraz 1c, a mikrostruktury badanych kompozytów na rysunkach 2a, 2b, 3a, 3b i 4. Na dyfraktogramie pokazanym na rysunku 1a widoczne są refleksy dyfrakcyjne od faz wchodzących w skład osnowy kompozytu Al+TiC oraz fazy TiC. Morfologia tej fazy przy powiększeniu 500x uwidoczniona jest na rysunkach 3a i 3b. Dyfraktogram kompozytu DURALCAN5%SiC (rys. 1b) ujawnia obecność fazy SiC, Al oraz Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>. Dyfraktogram kompozytu Al+TiB<sub>2</sub> pokazany na rysunku 1c wykazuje wyraźne refleksy od fazy TiB<sub>2</sub> oraz faz osnowy. Mikrostruktura tego kompozytu ujawnia cząstki TiB<sub>2</sub> o wielkości rzędu  $2\div5$  µm (rys. 4). Na rysunkach 5a, 5b i 6 przedstawiono obrazy skaningowe pokazujące morfologię faz wzmacniających dla badanych kompozytów. Pozwalają one porównać wymiary cząstek TiC, TiB<sub>2</sub> oraz SiC. Faza TiC podobnie jak TiB<sub>2</sub> rozmieszczona jest głównie w przestrzeniach międzydendrytycznych, tworząc siatkę drobnych wydzieleń (rząd wielkości  $1\div2$  µm).





Fig. 1. X-ray diffraction pattern of composites: a) Al+TiC5%, b) DURALCAN5%SiC, c) Al+TiB<sub>2</sub>5%



- Rys. 2. Mikrostruktura kompozytów: a) DURALCAN5%SiC, b) DURAL-CAN10%SiC, pow. 100x
- Fig. 2. Microstructure of composites: a) DURALCAN5%SiC, b) DURALCAN10%SiC, mag.100x



- Rys. 3. Mikrostruktura kompozytów: a) Al+TiC5%, b) Al+TiC10%, pow. 500x
- Fig. 3. Microstructure of composites: a) Al+TiC5%, b) Al+TiC10%, mag. 500x

TABELA 1. Skład chemiczny stopów A206 oraz A356 (% wag.) TABLE 1. Chemical compositions of A206 and A356 alloys (wt.%)

	Si	Cu	Mn	Mg	Fe	Zn	Ti	Ni	Al
A206	-	4,50	0,30	0,15	0,01	0,10	0,15	0,05	reszta
A356	7,00	0,35	0,18	1,05	0,13	0,18	0,53	0,05	reszta

Jak widać na rysunkach 2a i 2b, wydzielenia węglika krzemu w kompozytach DURALCAN5%SiC rozmieszczone są również w przestrzeniach międzydendrytycznych osnowy. Węgliki SiC występują w postaci skupisk, a pojedyncze wydzielenia są o rząd wielkości większe  $(20\div30 \ \mu\text{m})$  w porównaniu z cząstkami TiC (około 1÷2  $\mu\text{m})$  czy TiB<sub>2</sub> (2÷5  $\mu\text{m}$ ).



Rys. 4. Mikrostruktura kompozytu Al+TiB<sub>2</sub>5%, pow. 500x Fig. 4. Microstructure of composite Al+TiB<sub>2</sub>5%, mag. 500x





Rys. 5. Mikrografie skaningowe kompozytów: a) DURALCAN10%SiC, b) Al+TiC10%, pow. 2500x

Fig. 5. Scanning micrographs of the composites: a) DURALCAN10%SiC, b) Al+TiC10%, mag. 2500x

Próbki kompozytów Al+TiC5%, Al+TiB<sub>2</sub>5%, DURAL-CAN<sub>1</sub>5%SiC oraz DURALCAN<sub>2</sub>5%SiC poddano próbie ściskania, przy temperaturze 293 K oraz prędkości odkształcenia równej  $3,7 \cdot 10^{-4}$ s<sup>-1</sup>. Wyniki tych badań zamieszczono na rysunku 7. Oznaczenie na rysunkach 7 i 8 DURALCAN<sub>1</sub> dotyczy kompozytu z osnową stopu A356, natomiast DURALCAN<sub>2</sub> z osnową stopu A206. Z pokazanych zależności wynika, że w całym zakresie zastosowanych odkształceń wartość naprężenia  $\sigma$  jest o około 30% wyższa dla kompozytu Al+TiC5% w porównaniu z pozostałymi kompozytami. Podobne badania przeprowadzone dla kompozytów Al+TiC10%, Al+TiB<sub>2</sub>10%, DURALCAN<sub>1</sub>10%SiC oraz DURAL-CAN<sub>2</sub>10%SiC (rys. 8) wykazały również wyższe wartości naprężenia  $\sigma$  kompozytu Al+TiC10% w stosunku do pozostałych (średnio o 20%).



Rys. 6. Mikrografia skaningowa kompozytu Al+TiB<sub>2</sub>5%, pow. 2500x Fig. 6. Scanning micrograph of the composite Al+TiB<sub>2</sub>5%, mag. 2500x



Rys. 7. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  w funkcji stopnia odkształcenia  $\varepsilon$  dla kompozytów: Al+TiC5%, Al+TiB<sub>2</sub>5%, DURALCAN<sub>1</sub>5%SiC oraz DURALCAN<sub>2</sub>5%SiC

Fig. 7. The stress of plastic flow  $\sigma$  in function of strain rate  $\varepsilon$  for composites: Al+TiC5%, Al+TiB<sub>2</sub>5%, DURALCAN<sub>1</sub>5%SiC and DURALCAN<sub>2</sub>5%SiC



Rys. 8. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  w funkcji stopnia odkształcenia  $\varepsilon$  dla kompozytów Al+TiC10%, Al+TiB<sub>2</sub>10%, DURALCAN<sub>1</sub>10%SiC oraz DURALCAN<sub>2</sub>10%SiC

Fig. 8. Flow stress  $\sigma$  versus the deformation degree  $\varepsilon$  for composites: Al+TiC10%, Al+TiB<sub>2</sub>10%, DURALCAN<sub>1</sub>10%SiC and DURAL-CAN<sub>2</sub>10%SiC



- Rys. 9. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  w funkcji stopnia odkształcenia  $\varepsilon$  dla kompozytu Al+TiC5% (temperatura 293 oraz 623 K)
- Fig. 9. Flow stress  $\sigma$  versus the deformation degree  $\varepsilon$  for composite Al+ +TiC5% (temperature 293 and 623 K)



- Rys. 10. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  w funkcji stopnia odkształcenia  $\varepsilon$  dla kompozytu Al+TiC10% (temperatura 293 oraz 623 K)
- Fig. 10. Flow stress  $\sigma$  versus the deformation degree  $\varepsilon$  for composites: Al+TiC10% (temperature 293 and 623 K)



- Rys. 11. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  w funkcji stopnia odkształcenia  $\varepsilon$  dla kompozytu DURALCAN<sub>2</sub>5%SiC (temperatura 293 oraz 623 K)
- Fig. 11. Flow stress  $\sigma$  versus the deformation degree  $\varepsilon$  for composite DURALCAN<sub>2</sub>5%SiC (temperature 293 and 623 K)



Rys. 12. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  w funkcji stopnia odkształcenia  $\varepsilon$  dla kompozytu DURALCAN<sub>2</sub>10%SiC (temperatura 293 oraz 623 K)

Fig. 12. Flow stress  $\sigma$  versus the deformation degree  $\varepsilon$  for composite: DURALCAN<sub>2</sub>10%SiC (temperature 293 and 623 K)

Następnie próbki kompozytów typu Al+TiC oraz DURALCAN SiC poddano próbie ściskania przy podwyższonej temperaturze 623 K oraz prędkości odkształcenia  $3,7 \cdot 10^{-4}$ s<sup>-1</sup>, a otrzymane wyniki porównano z wynikami badań przy temperaturze 293 K kolejno na rysunkach 9-12. Krzywe charakteryzujące wielkości naprężenia płynięcia plastycznego w funkcji stopnia odkształcenia potwierdzają niewielki spadek właściwości wytrzymałościowych wszystkich badanych kompozytów wraz ze wzrostem temperatury. Kompozyt Al+TiC10% ma najwyższą wytrzymałość z badanych materiałów.

### WNIOSKI

- Zastosowanie metody SHSB pozwoliło wytworzyć w stopach aluminium zarówno węgliki tytanu, jak i borki tytanu, w wyniku czego powstały kompozyty *in situ* Al+TiC oraz Al+TiB<sub>2</sub>.
- W porównaniu z kompozytami *ex situ* typu DURAL-CAN wymiary cząstek wzmacniających w kompozytach *in situ* Al+TiC oraz Al+TiB<sub>2</sub> są o rząd wielkości mniejsze (1÷5 µm) od cząstek SiC (20÷30 µm).
- 3. Przebieg krzywych przedstawiających zależności naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  w funkcji stopnia odkształcenia  $\varepsilon$  ma podobny charakter dla wszystkich badanych kompozytów, przy czym największe wartości  $\sigma$  osiągnięte zostały dla kompozytu Al+TiC10%.
- 4. Porównując wartości naprężenia płynięcia plastycznego  $\sigma$  dla badanych kompozytów można stwierdzić, że kompozyty Al+TiC charakteryzują się lepszymi właściwościami wytrzymałościowymi niż klasyczne kompozyty typu DURALCAN oraz kompozyty umacniane cząstkami TiB<sub>2</sub>.
- Zwiększenie udziału objętościowego cząstek wzmacniających z 5 do 10% w badanych kompozytach

zwiększa wartości naprężeń  $\sigma$  przy danym odkształceniu.

6. Zastosowanie podwyższonej temperatury 623 K podczas próby ściskania (przy stałej prędkości odkształcenia równej  $3,7 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ ) w niewielkim stopniu zmieniło wartości naprężeń  $\sigma$  w przypadku kompozytów Al+TiC5%, Al+TiC10%, a także DURAL-CAN<sub>2</sub>5%SiC, co świadczy o dość dużej stabilności ich właściwości mechanicznych.

## LITERATURA

- Janas A., Podstawy wytwarzania kompozytu Al+TiC i ocena jego wybranych właściwości mechanicznych, Praca doktorska, Wydz. Odlewnictwa AGH, Kraków 1998.
- [2] Fraś E., Janas A., Kolbus A., Hugo Lopez, Metoda SHSB syntezy kompozytów *in situ* Al-TiC, IV Seminarium PTMK Kompozyty 2000 - Teoria i praktyka, Jaszowiec 2000, 201--207.
- [3] Sobczak J., Wojciechowski A., Kompozyty metalowe w prze-

myśle samochodowym, IV Seminarium PTMK Kompozyty 2000 - Teoria i praktyka, Jaszowiec 2000, 159-169.

- [4] Ibrahim A., Mohamed F.A., Lavernia E.J., Particulate reinforced metal matrix composites - a review, Journal of Materials Science 1997, 26, 1137-1156.
- [5] Lloyd D.J., Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites, International Materials Reviews 1994, 39, 1, 1-24.
- [6] Górny Z., Sobczak N., Metalowe materiały kompozytowe, I Polska Konferencja Naukowa Materiały Kompozytowe, Kraków 1992.
- [7] Sobczak J., Kompozyty metalowe, Garmond, Kraków-Warszawa 2001.

Recenzent Stefan Wojciechowski