

Marian Mitko¹

Politechnika Częstochowska, Katedra Odlewnictwa, al. Armii Krajowej 19, 42-200 Częstochowa

STRUKTURA STREFY POŁĄCZENIA CZĄSTKA ZBROJĄCA-OSNOWA METALOWA W KOMPOZYCIE STOP AK64/GRAFIT

Przedstawiono wyniki badań struktury kompozytu typu stop AK64/grafit. Kompozyt wytworzono metodą mieszania i prasowania cząstek grafitu syntetycznego ze stopem odlewniczym AK64 w stanie ciekło-stalym. Badania przeprowadzono metodami mikroskopii optycznej, mikroskopii elektronowej oraz mikroanalizy rentgenowskiej. W eutektyce stopu AK64 osadzone są globularne wydzielenia fazy α oraz cząstki grafitu (rys. 1). Przelomy próbek kompozytu wskazują, że pęknięcia przebiegają zarówno przez cząstki grafitu (rys. 2a), jak i po granicy osnowa cząstka grafitu (rys. 2b). Analiza dyfraktogramów (rys. 3) wykazała obecność tylko tych faz i składników struktury, które wprowadzono do kompozytu ze stopem osnowy i cząstkami zbrojącymi. W próbkach otrzymanych techniką preparowania cienkich folii nie zaobserwowano faz przejściowych oraz przerw ciągłości pomiędzy cząstkami grafitu a osnową metalową (rys. 4). Potwierdziły to także badania przeprowadzone metodą mikroanalizy rentgenowskiej (rys. 5-7). W czasie mieszania metalu z grafitem następuje koagulacja krzepnącej fazy α i obniżenie się temperatura stopu do ok. 610°C. Ze wzrostem ilości wykrystalizowanej fazy bogatej w Al (faza α) zmienia się skład chemiczny cieczy i wzrasta jej lepkość. Sprzyja to zwilżaniu cząstek grafitu przez ciekłą fazę i w trakcie mieszania grafit jest rozprowadzany w cieczy. Końcowa krystalizacja następuje w formie metalowej podczas prasowania. Przeprowadzone badania struktury wskazują na adhezyjny typ połączenia cząstek grafitu z osnową metalową kompozytu.

Słowa kluczowe: stopy aluminium, kompozyty, cząstki grafitu, struktura kompozytów

THE STRUCTURE OF THE ZONE OF JOINT BETWEEN THE REINFORCING PARTICLE AND THE METAL MATRIX IN AK64/GRAPHITE COMPOSITE

The paper presents the results of structural examination of AK64 alloy/graphite composite. The investigated material has been obtained by mixing AK64 cast alloy and synthetic graphite particles in the solid-liquid state and subsequent squeeze casting of the mixture. Examinations have been carried out by means of the optical and the electron microscopy, and X-ray microanalysis. The eutectic in AK64 alloy contains both globular precipitates of α phase and graphite particles (Fig. 1). Fractures of composite samples indicate that cracks propagate both across the graphite particles (Fig. 2a) and along the interface between the particle and the matrix (Fig. 2b). Diffraction pattern analysis (Fig. 3) has revealed the presence of phases and structural components which had been introduced with the matrix alloy and the reinforcing particles only. Specimens obtained by means of the thin foil technique have exhibited neither the presence of transition phases nor the lack of continuity between graphite particles and metal matrix (Fig. 4) This has been also confirmed by X-ray examinations (Figs. 5, 6, and 7). While mixing metal and graphite, the solidifying α phase coagulates and the alloy temperature drops to about 610°C. As the amount of the solidified Al-rich phase (α phase) increases, the chemical composition of the liquid phase changes and its viscosity grows. This advantageously affects the wetting of graphite by the liquid phase, which allows for distribution of graphite within the liquid phase during the mixing process. The final crystallization takes place in the metal mold under exerted pressure. The performed examinations allow for stating the adhesive type of bound between graphite particles and metal composite matrix.

Key words: aluminium alloys, composites, graphite particles, structure of the composites

WSTĘP

W kompozytach typu stop Al/grafit trudnym zadaniem technologicznym jest rozmieszczenie cząstek grafitu w osnowie metalowej. Przyczyną tego jest praktyczny brak zwilżalności grafitu przez ciekły stop aluminium. Poprawę zwilżalności można uzyskać, stosując różne zabiegi preparacji powierzchni cząstek i modyfikacji metalu. Może to spowodować utworzenie kruchych faz i związków na granicy cząstka-osnowa, co

nie-

korzystnie wpływa na właściwości kompozytu [1-3]. Do wytworzenia kompozytów metalowych typu stop Al/grafit zastosowano metodę mieszania i prasowania cząstek grafitu ze stopem będącym w stanie ciekło-stalym [4-6]. W otrzymanych tą metodą kompozytach cząstki grafitu w skali makroskopowej rozmieszczone są

¹ dr inż.

równomiernie i wykazują dobre połączenie z osnową metalową [6, 7]. Właściwości mechaniczne i trybologiczne są dobre i kompozyty te mogą być stosowane jako materiał o dobrych własnościach ślizgowych do pracy w warunkach tarcia suchego [8, 9]. Ważne pod względem poznawczym jest zbadanie charakteru połączenia grafitu z osnową oraz procesu krystalizacji w tego typu kompozytach. W tym celu podjęto badania metodami mikroskopii optycznej i rentgenowskiej strefy połączenia cząstek zbrojących z osnową metalową. Badania przeprowadzono na kompozycie typu stop odlewniczy AK64 z cząstkami grafitu syntetycznego.

WYTWARZANIE KOMPOZYTU

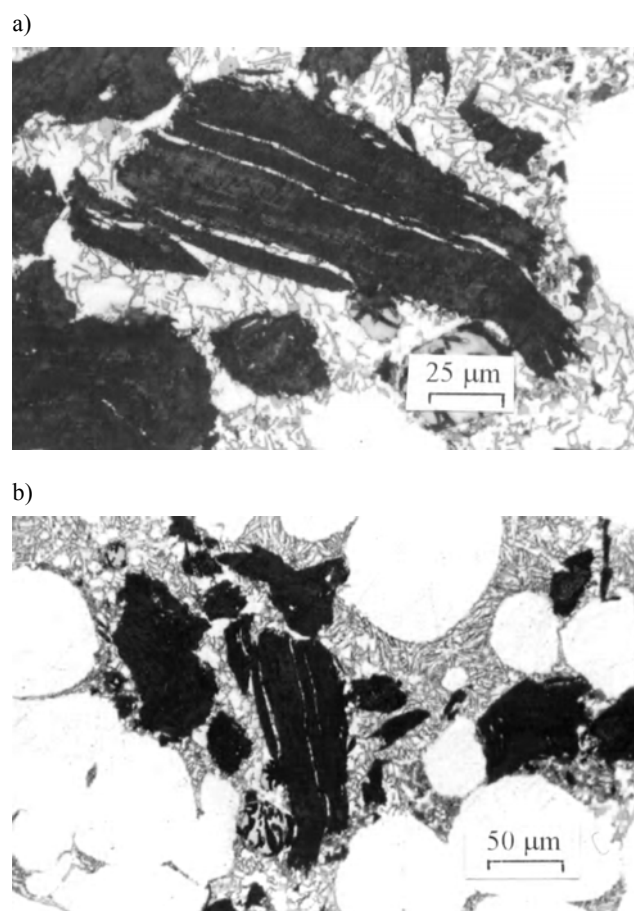
Kompozyt do badań otrzymano metodą mieszania i prasowania cząstek grafitu syntetycznego ze stopem odlewniczym AK64 (oznaczenie stopu wg PN-70/H-88027). Zastosowano grafit syntetyczny o ziarnach $71 \div 100 \mu\text{m}$ produkcji ZEW S.A. w Raciborzu. Badania rentgenowskie tego grafitu wykazały, że krystalizuje on w układzie heksagonalnym ($a = 2,4636$; $b = 2,4636$; $c = 6,734$). Obliczona w oparciu o wykres Hall-Williamsona wielkość kryształów $D = 285 \text{ nm}$ o odkształceniu sieci 0,05%. Technologia kompozytu obejmowała topienie i przegrzewanie stopu AK64 do temperatury 700°C w piecu indukcyjnym. Cząstki grafitu, uprzednio wygrzane w temperaturze 700°C , umieszczono w tyglu pieca mieszalnika, do którego przelewano przegrzany stop. Stop z grafitem mieszano mechanicznie w atmosferze argonu, utrzymując temperaturę w zakresie $605 \div 610^\circ\text{C}$. Mieszanie wprowadzono do formy metalowej i prasowano pod ciśnieniem 300 MPa, uzyskując próbki kompozytu w kształcie krążków $\phi 65 \times 30 \text{ mm}$ [6]. Udział objętościowy cząstek grafitu w kompozycie wyniósł ok. 8%.

METODYKA I WYNIKI BADAŃ

Badania struktury prowadzono metodami mikroskopii optycznej, mikroskopii elektronowej oraz mikroanalizy rentgenowskiej. Zgłady kompozytów badano na mikroskopie optycznym EIPHOT firmy Nikon. W osnowie kompozytu widać zaokrąglone wydzielenia fazy α osadzone w eutektyce ($\alpha + \beta$). Grafit rozmieszczony jest w eutektyce, a poszczególne jego cząstki są rozdzielone osnową metalową. Cząstki grafitu najczęściej otoczone są grubszą warstwą eutektyki (rys. 1a), ale niektóre cząstki fragmentami powierzchni przylegają do fazy α (rys. 1b).

Obserwacje przełomów próbek kompozytu, po próbie statycznego rozciągania, przeprowadzono na mikroskopie skaningowym Joel JSM 5400. Przełomy mają

charakter mieszany, charakterystyczny dla stopu AK64. Widoczne są krótkie płaszczyzny łupliwości oraz drobne paraboliczne dołki przełomu ciągliwego (rys. 2). Pęknięcia przebiegają zarówno przez cząstki grafitu (rys. 2a), jak i po granicy osnowa cząstka grafitu (rys. 2b).



Rys. 1. Struktura kompozytu stop AK64/grafit, trawiono 2% HF

Fig. 1. The structure of AK64/graphite composite, etched with 2% HF

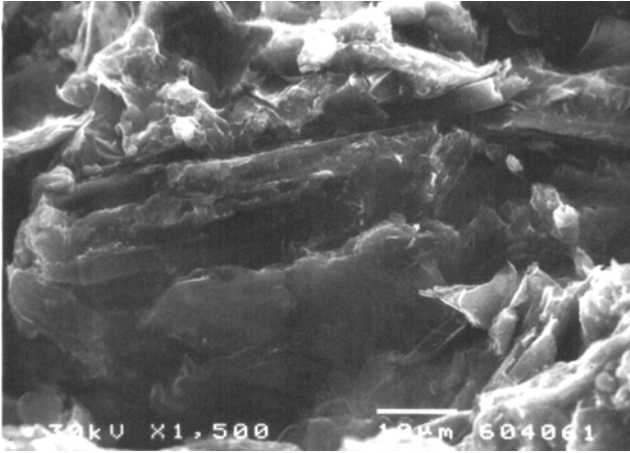
Skład fazowy kompozytu badano na dyfraktometrze Seifert XRD 3003 z lampą rentgenowskiej Cu o długości promieniowania $1,5418 \text{ \AA}$. Identyfikacji faz dokonano, porównując odległości kąta dyfrakcji 2θ i intensywności refleksów I na rentgenogramach z danymi tablicowymi w programie DHN/PDS. Analiza dyfraktogramu (rys. 3) wykazała w kompozycie obecność fazy α (aluminium), fazy β (krzemu), związku międzymetalicznego Al_2Cu oraz węgla (grafitu). Fazy te wprowadzono do kompozytu ze stopem osnowy i cząstkami zbrojącymi.

Badania mikrostruktury przeprowadzono z użyciem elektronowego mikroskopu transmisyjnego TEM firmy PHILIPS CM20, wyposażonego w analizator EDX firmy EDAX. Zdolność rozdzielcza wynosiła $2,8 \text{ \AA}$, a napięcie przyspieszające 200 kV . Z badanych próbek kompozytu preparowano cienkie folie, stosując ścieńczenie mechaniczne, polerowanie elektrolityczne i ście-

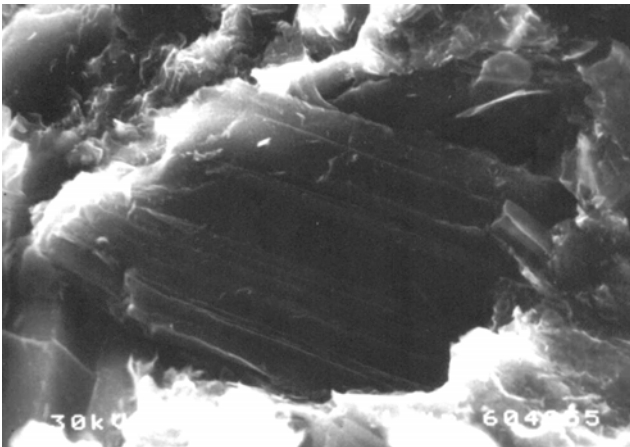
nianie jonowe. Przy powiększeniach do 40 000 nie

zaobserwowano faz przejściowych oraz przerw ciągłości pomiędzy cząstkami grafitu a osnową metalową (rys. 4).

a)

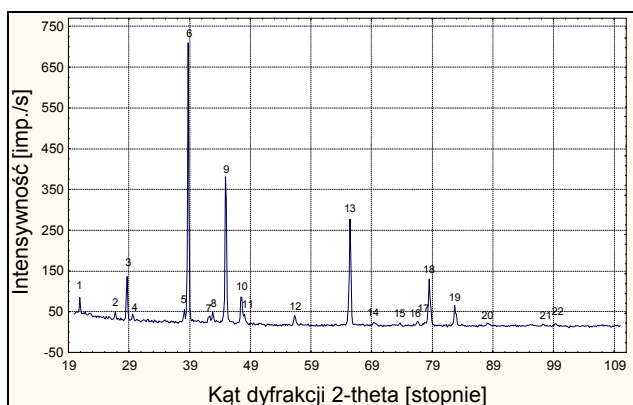


b)



Rys. 2. Mikrostruktura przelomu kompozytu AK64/grafit: a) pow. 1500x, b) pow. 2000x

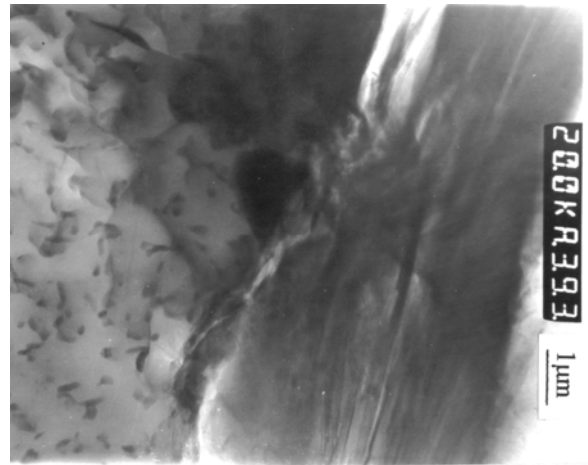
Fig. 2. Microstructure of the fracture of AK64/graphite composite: a) magn. 1500x, b) magn. 2000x



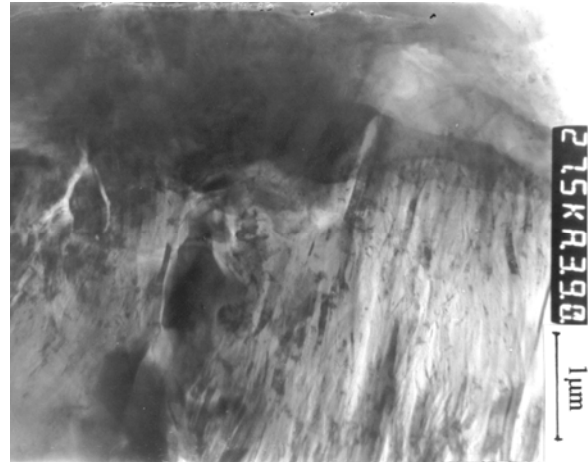
Rys. 3. Dyfraktogram kompozytu stop AK64/grafit

Fig. 3. Diffraction pattern for AK64/graphite composite

a)



b)

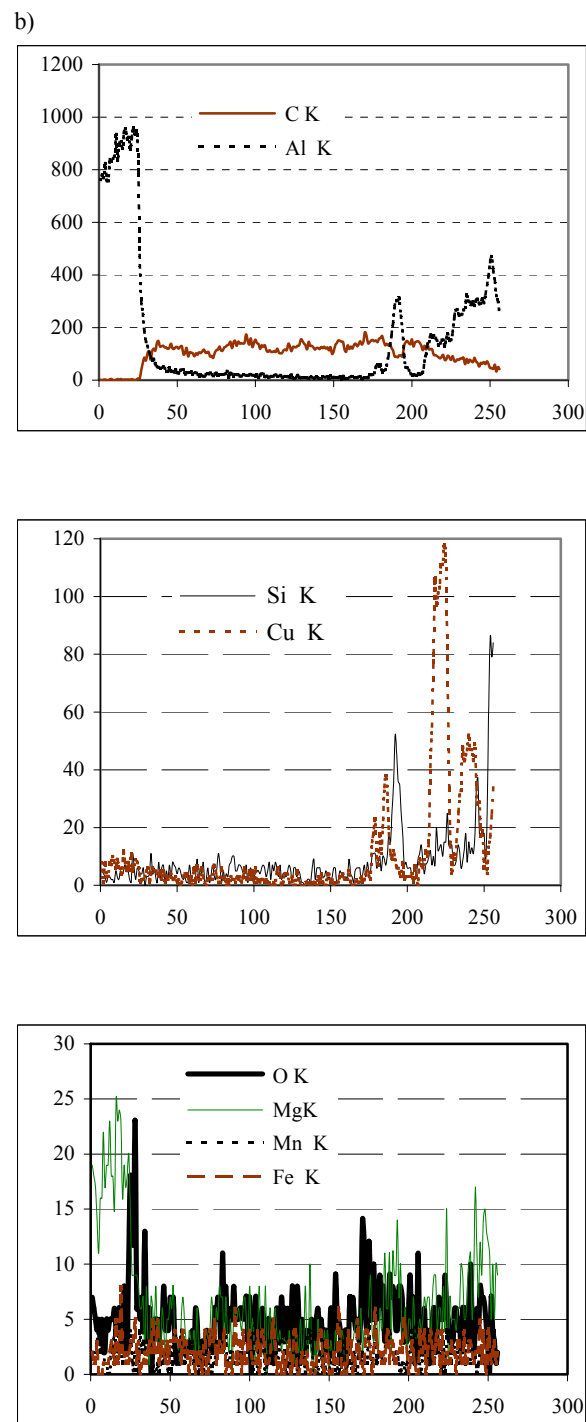
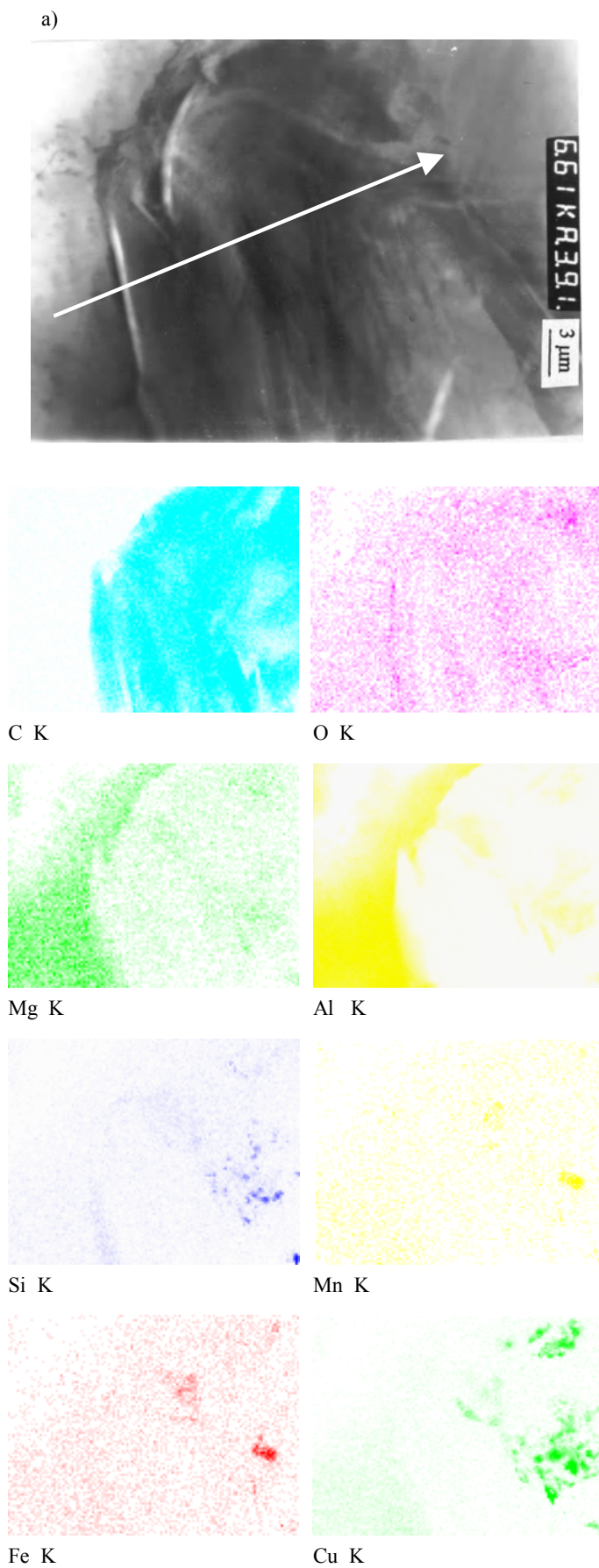


Rys. 4. Mikrostruktura strefy połączenia cząstka grafitu-osnowa metalowa w kompozycie AK64/grafit: a) pow. 20 000x (próbka A393), b) pow. 27 500x (próbka A390)

Fig. 4. Microstructure of the zone of joint between graphite particles and metal matrix in AK64/graphite composite: a) magn. 20 000x (A391 sample), b) magn. 27 500x (A390 sample)

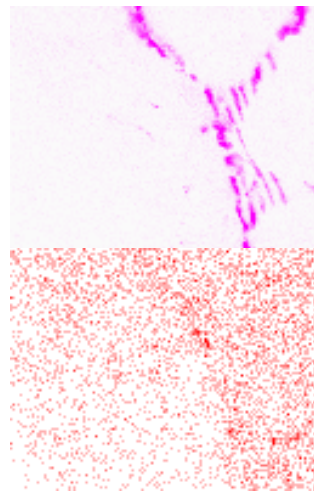
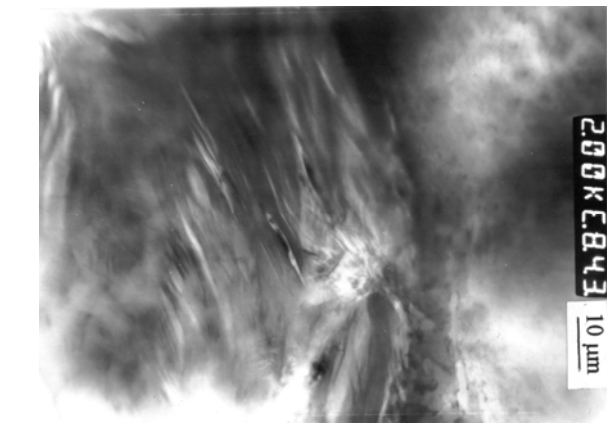
Mikroanaliza rentgenowska w strefach połączenia cząstek grafitu z osnową wskazuje, że cząstki zbrojące otoczone są eutektyką stopu AK64, o czym świadczy większy udział Si oraz Cu. Na rysunku 5 przedstawiono wyniki mikroanalizy powierzchniowej i liniowej przeprowadzonej w pobliżu obszaru pokazanego na rysunku 4b.

W przypadkach gdy niektóre powierzchnie cząstek grafitu umieszczone są blisko wydzieleni fazy α , to obserwuje się warstwę rzędu mikrometra bogatszą w Si oraz Cu (rys. 6). Analizując skład chemiczny w strefach połączenia, gdy grafit otoczony jest grubszą warstwą eutektyki, to w eutektyce można wyróżnić obszary bogatsze w Si, Cu, Mn, Fe - fazy charakterystyczne dla eutektyki stopu AK64. Wydzielenia bogatsze w Cu częściej gromadzą się przy powierzchniach cząstek grafitu niż w pozostałych obszarach eutektyki (rys. rys. 5 i 7). W badanych próbkach kompozytu nie zaobserwowano obszarów znacząco bogatszych w tlen lub magnez, a intensywność pików tych pierwiastków przy mikroanalizie liniowej mieści się w granicach szumów.



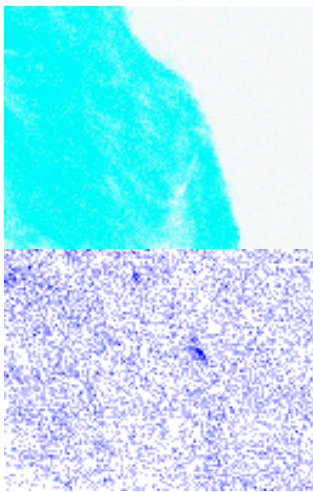
Rys. 5. Rozkład powierzchniowy i liniowy pierwiastków na granicy cząstka-osnowa w kompozycie AK64/grafit (próbka A391)

Fig. 5. Linear and surface distribution of elements at the particle/matrix interface in AK64/graphite composite (A391 sample)



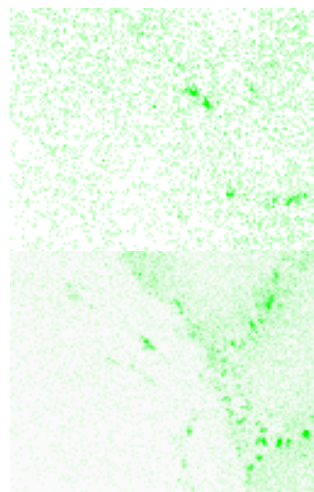
Si K

Mn K



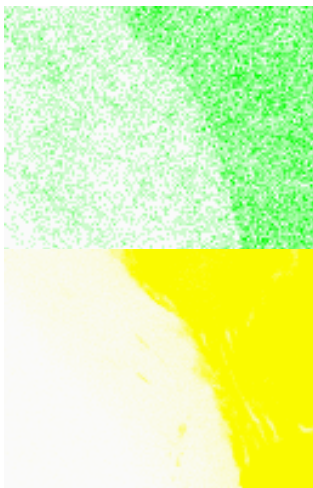
C K

O K



Fe K

Cu

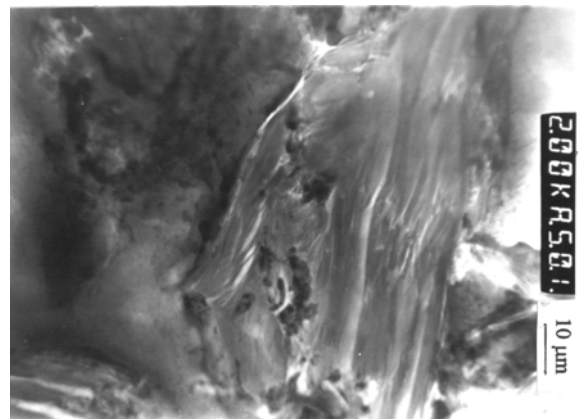


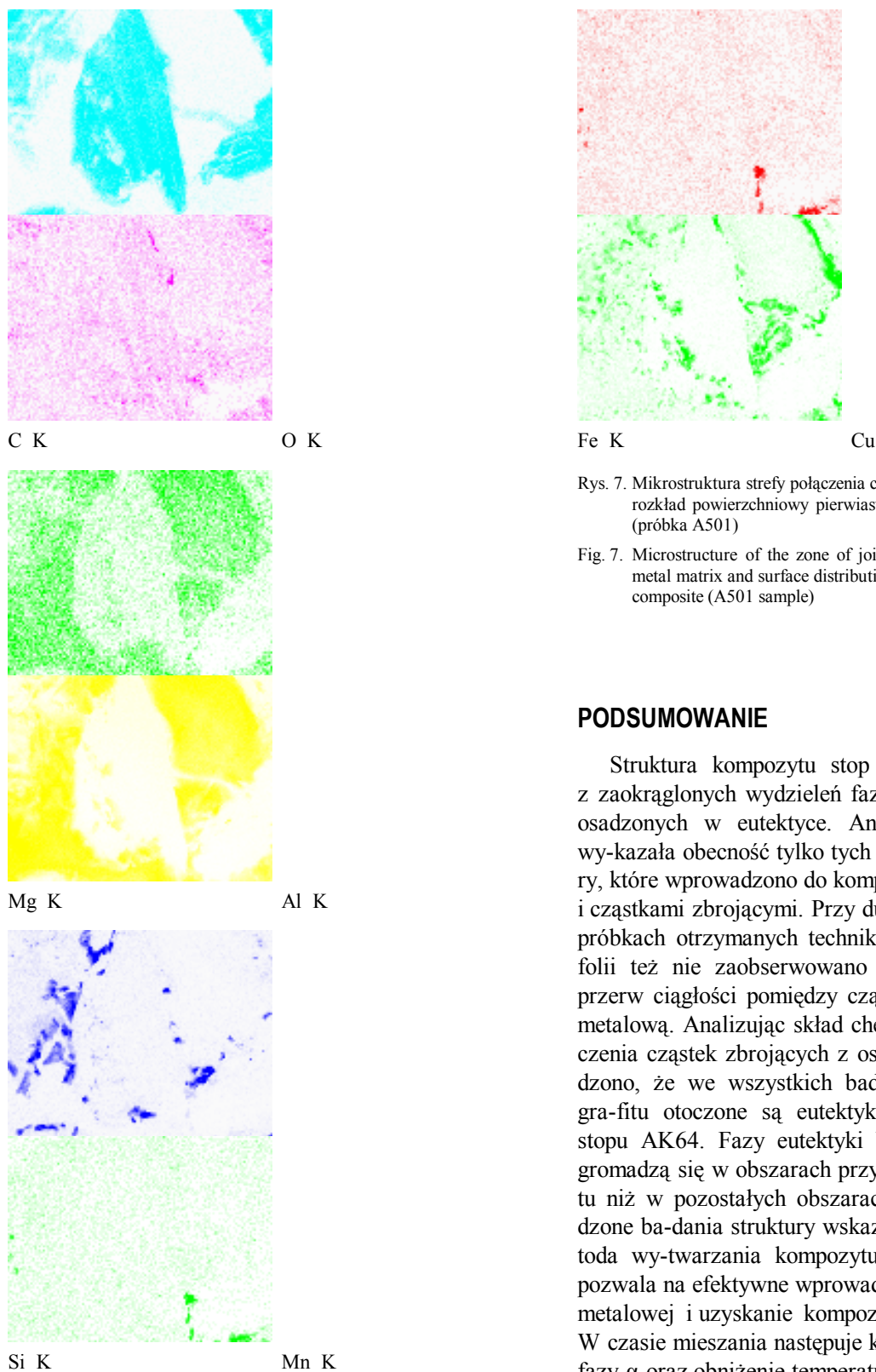
Mg K

Al K

Rys. 6. Mikrostruktura strefy połączenia cząstka grafitu-osnowa metalowa i rozkład powierzchniowy pierwiastków w kompozycie AK64/grafit (próbka E843)

Fig. 6. Microstructure of the zone of joint between graphite particle and metal matrix and surface distribution of elements in AK64/graphite composite (E843 sample)





Rys. 7. Mikrostruktura strefy połączenia cząstka grafitu-osnowa metalowa i rozkład powierzchniowy pierwiastków w kompozycie AK64/grafit (próbka A501)

Fig. 7. Microstructure of the zone of joint between graphite particle and metal matrix and surface distribution of elements in AK64/graphite composite (A501 sample)

PODSUMOWANIE

Struktura kompozytu stop AK64/grafit składa się z zaokrąglonych wydzieleni fazy α oraz cząstek grafitu osadzonych w eutektyce. Analiza dyfraktometryczna wykazała obecność tylko tych faz i składników struktury, które wprowadzono do kompozytu ze stopem osnowy i cząstkami zbrojącymi. Przy dużych powiększeniach na próbkach otrzymanych techniką preparowania cienkich folii też nie zaobserwowano faz przejściowych oraz przerw ciągłości pomiędzy cząstkami grafitu a osnową metalową. Analizując skład chemiczny w strefach połączenia cząstek zbrojących z osnową kompozytu stwierdzono, że we wszystkich badanych próbkach cząstki grafitu otoczone są eutektyką charakterystyczną dla stopu AK64. Fazy eutektyki bogatsze w Cu częściej gromadzą się w obszarach przyległych do cząstek grafitu niż w pozostałych obszarach eutektyki. Przeprowadzone badania struktury wskazują, że zastosowana metoda wytwarzania kompozytu typu stop AK64/grafit pozwala na efektywne wprowadzanie cząstek do osnowy metalowej i uzyskanie kompozytu bez zanieczyszczeń. W czasie mieszania następuje koagulacja krystalizującej fazy α oraz obniżenie temperatury stopu do $605\div 610^\circ\text{C}$. Ze wzrostem ilości wykrystalizowanej fazy bogatej w Al (faza α) zmienia się skład chemiczny cieczy i wzrasta jej lepkość. Sprzyja to zwilżaniu cząstek grafitu przez ciekłą fazą i w trakcie mieszania grafit jest rozprowadzany w cieczy. Końcowa krystalizacja następuje w formie metalowej podczas prasowania. Zastosowana metoda mieszania i prasowania cząstek grafitu z metalem w stanie ciekło-stalym nie sprzyja powstawaniu warstw przej-

ściowych z uwagi na krótki czas kontaktu oraz niską temperaturę w czasie mieszania, a przeprowadzone badania struktury wskazują na adhezyjny typ połączenia cząstek grafitu z osnową metalową kompozytu.

LITERATURA

- [1] Gawrilin I.W., Panfilow A.W., Balandin W.M., Osobienności zatwardiewania litych kompozycyjnych materiałów sztywnych Al-C_{gr}, Lit. Proizw. 1990, 6.
- [2] Sobczak N., Fizykochemiczne oddziaływanie wzajemne na granicy kontaktu różnych składników, jako czynnik kształtujący strukturę i właściwości układów makroheterogenicznych, Mat. I Polskiej Konf. nt. Metalowe materiały kompozytowe, Instytut Odlewnictwa, Kraków 1992.
- [3] Gawroński J., Cholewa M., Dyspersyjny kompozyt aluminiowo-grafitowy o korzystnych właściwościach trybologicznych, Mat. I Polskiej Konf. nt. Metalowe materiały kompozytowe, Instytut Odlewnictwa, Kraków 1992, 22-23.
- [4] Mitko M., Aluminium Alloy Matrix Composites with Natural Graphite Particles Fabricated by Squeeze Forming Method, CAST COMPOSITES'95, Comission 8.1.CIATF, Zakopane 1995, 43-46.
- [5] Braszczyński J., Tomczyński S., Mitko M., Konopka Z., Zyska A., Odlewane kompozyty metalowe, II Seminarium KOMPOZYTY'97, Teoria i praktyka, Polskie Towarzystwo Materiałów Kompozytowych, Częstochowa 1997, 85-92.
- [6] Mitko M., Tomczyński S., Morphology of the structure of AlSi6Cu4 alloy/synthetic graphite composites, 7th International Conference Technologia 2001, Volume II, Bratislava 2001, 528-531.
- [7] Mitko M., Morfologia struktury kompozytu stop AK20 - grafit naturalny, Krzepnięcie Metali i Stopów (Solidification of Metals And Alloys) 2000, 2, 42, 197-203.
- [8] Braszczyński J., Konopka Z., Mitko M., Tomczyński S., Tribological Properties of Aluminium Alloy-Graphite Composites Cast by Various Methods, Mezinarodni vedecka konference VSB, Technicka Univerzita Ostrava, Ostrava 1995, 71-76.
- [9] Tomczyński S., Mitko M., Analiza porównawcza zużycia ściernego kompozytów na bazie stopów aluminium, Acta Metallurgica Slovaca 2001, 7, 2/2, 343-347.

Recenzent
Michał Szweycer