

Anita Olszówka-Myalska¹

Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

WPLYW PREPARACJI CZĄSTEK Al_2O_3 NIKLEM NA WŁAŚCIWOŚCI KOMPOZYTU $Al-(Al_2O_3)_P$

Badano wpływ obecności nałożonej metodą bezprądową na cząstki Al_2O_3 powłoki niklu na właściwości kompozytu z osnową aluminiową, otrzymanego metodą jednoosiowego prasowania z udziałem fazy ciekłej. Wytworzono trzy rodzaje materiałów spiekanych: z mieszaniny proszku osnowy z cząstkami Al_2O_3 bez dodatkowej preparacji; z mieszaniny osnowy z cząstkami Al_2O_3 pokrytymi metodą chemiczną cienką warstwą niklu oraz z proszku osnowy bez zbrojenia. Proces prowadzono w próżni w prasie Degussa, stosując takie same parametry dla każdego rodzaju materiału. Wyznaczono twardość, umowną granicę plastyczności, moduł Younga oraz przeprowadzono badania ścieralności. Stwierdzono wzrost własności mechanicznych spowodowany zastosowaną preparacją cząstek ceramicznych. Obserwowano różnice odporności na ścieranie badanych kompozytów.

INFLUENCE OF ALUMINA PARTICLES PREPARATION WITH NICKEL ON ALUMINIUM MATRIX COMPOSITE PROPERTIES

The influence of a nickel coating deposited on Al_2O_3 particles on aluminium matrix composite properties was examined. For the production of the coating, an electroless method was applied. The 1 μm thick coating was characterized by good adherence to the substrate and uniform coverage, which is particularly important in places of a developed area (Fig. 1). The materials were produced in a Degussa press, as a result of uniaxial pressing in 2.6 Pa vacuum. Two sintering stages were applied - first stage under 1.5 MPa pressure, at a temperature of 400°C, for 30 minutes; second stage under 15 MPa, at a temperature of 640°C, for 50 minutes.

Two types of composite sinters with an aluminium matrix were obtained, reinforced with nickel coated Al_2O_3 particles (20% vol.) with 500 mesh granulation, without additional preparation as well as a sinter of aluminium powder without reinforcement. Hardness measurements were carried out by means of Brinell method as well as a compression test, on the basis of which a conventional yield point and Young's modulus were determined. The measuring system used at the compression test is presented in Figure 2. Table 1 shows the results obtained. A growth of the composite's mechanical properties was found, caused by particles preparation. The applied nickel coating caused both a change of the matrix-particle interface structure and a change of the chemical composition of the matrix [8].

Wear tests of the examined materials were performed by Schopper method. The results are presented in Figure 3. The condition of the materials' surfaces after the abrasion test, observed by means of SEM, is presented in Figures 4-6. Higher relative abrasive wear of the composite with nickel modified particles was found compared to the composite with non-modified particles. After the wear test, in the composite with particles modified with nickel microcracks in the matrix were found on the surface.

WPROWADZENIE

Wykorzystanie właściwości aluminium jako osnowy i cząstek ceramicznych jako zbrojenia w kompozycie uzależnione jest od wytworzonej podczas procesu technologicznego struktury połączenia metal-ceramika. Z uwagi na to, że aluminium nie zwilża swobodnie tlenku aluminium, stosuje się różne zabiegi technologiczne, pozwalające uzyskać wytrzymałe połączenie. Jedną z koncepcji sygnalizowanych w literaturze od wielu lat jest nałożenie na zbrojenie powłok np. niklu [1-4].

Badania własne dotyczące zastosowania takiego rozwiązania dla układów aluminium-cząstki Al_2O_3 w klasycznych metodach odlewniczych (wytworzenie zawiesziny i jej odlanie) wykazały, że obecność powłoki ułatwia zwilżanie, ale jest to efekt krótkotrwały. Podczas kontaktu powłoki z ciekłym metalem następuje jej rozpuszczanie zintensyfikowane mechanicznym miesza-

niem i wypływanie cząstek na powierzchnię kąpieli [5]. Podjęto zatem próby zastosowania cząstek ceramicznych pokrytych niklem w procesach metalurgii proszków. Kompozyty z osnową aluminiową zbrojone cząstkami Al_2O_3 wytwarzano metodą jednoosiowego prasowania w próżni. Wpływ temperatury spiekania (zakres 500÷640°C) na mechanizm dekohezji tych materiałów przedstawiono w pracy [6], a charakterystykę struktury połączenia cząstka-osnowa w pracach [7, 8]. Stwierdzono [6], że najkorzystniejszy przełom, transkryystaliczny ciągły w osnowie i transkryystaliczny łupliwy w cząstkach, może zapewnić proces z udziałem fazy ciekłej. Otrzymane wyniki pozwoliły wytypować, spośród dotychczas stosowanych, parametry wytwarzania materiałów do badań właściwości mechanicznych

¹ dr inż.

i ścieralności. Celem niniejszej pracy jest określenie wpływu preparacji cząstek tlenku aluminium niklem na niektóre właściwości kompozytu otrzymanego w wyniku osiowego prasowania.

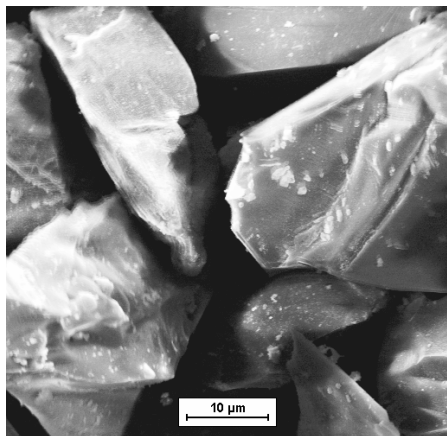
MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Do badań przygotowano trzy typy materiałów otrzymanych z następujących składników:

- proszek aluminium RAL1 (99,72% Al) o granulacji $\leq 160 \mu\text{m}$,
- proszek aluminium RAL1 i 20% obj. cząstek Al_2O_3 (Centroszlif) o granulacji $\leq 25 \mu\text{m}$ bez dodatkowej preparacji,
- proszek aluminium RAL1 i 20% obj. cząstek Al_2O_3 (Centroszlif) o granulacji $\leq 25 \mu\text{m}$ pokrytych metodą chemiczną bezprądową cienką warstwą niklu.

Do sporządzenia mieszanek stosowano agatowy młyn kulowy Fritch oraz płuczkę ultradźwiękową. Materiały wytworzono w wyniku jednoosiowego prasowania w próżni 2,6 Pa w prasie Degussa. Zastosowano dwuetapowe prasowanie - w etapie I ciśnienie 1,5 MPa, temperaturę 400°C i czas 30 min, a w etapie II ciśnienie 15 MPa, temperaturę 640°C, czas 50 min.

Powłoki niklu na cząstkach ceramicznych wytworzono metodą chemiczną bezprądową, zgodnie z procedurą zawierającą płukanie ultradźwiękowe w acetonie, mikrotrawienie w roztworach kwasów, aktywację chlorkiem palladu i osadzanie niklu z kąpeli zawierającej uwodniony chlorek niklu [4]. Zaletami wytworzonych powłok o grubości do 1 μm jest brak odwarstwień, stwierdzonych podczas prób pokrywania cząstek niklem metodą elektrolityczną [5], oraz równomierne pokrycie powierzchni cząstek (rys. 1). Drugą z wymienionych zalet jest szczególnie istotna w przypadku cząstek tlenku aluminium - ich powierzchnie są rozwinięte w wyniku charakterystycznego pęknięcia po płaszczyznach łupliwości w trakcie wytwarzania proszku.



Rys. 1. Mikrostruktura powłoki niklu nałożonej metodą bezprądową na cząstkę Al_2O_3 , SEM

Fig. 1. Microstructure of nickel coating deposited on Al_2O_3 particle by electroless method, SEM

Otrzymane materiały oznaczono jako: **SX** - *spiekany proszek aluminium*, **STO** - *kompozyt z osnową aluminiową i cząstkami Al_2O_3 (20% obj.) bez fizykochemicznej modyfikacji struktury powierzchni* oraz **STN** - *kompozyt z osnową aluminiową i cząstkami Al_2O_3 (20% obj.) pokrytymi niklem*. Wykonano pomiary twardości metodą Brinella oraz próby statycznego ściskania na maszynach wytrzymałościowych, określono moduł Younga (E_c) i umowną granicę plastyczności ($R_{C,0,2}$).

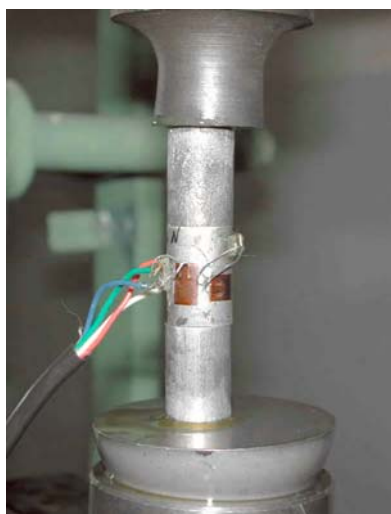
Do badań przygotowano próbki walcowe o wymiarach: $l_0 = 1,5d_0$, gdzie $d_0 = 16 \text{ mm}$. Cechy geometryczne próbek uwarunkowane były możliwościami technologicznymi (prasa Degussa). Jako pierwsze przeprowadzono statyczne próby ściskania i określono umowną granicę plastyczności ($R_{C,0,2}$). Badania przeprowadzono z użyciem maszyny wytrzymałościowej MTS-810 przy zakresie 50 kN. Skrócenie próbek Δl rejestrowano przy powiększeniu 40x. Umowną granicę plastyczności określano na podstawie zarejestrowanych wykresów. Następnie próby ściskania dla wszystkich grup materiałów prowadzono do wartości obciążenia $F_{\text{max}} = 200 \text{ kN}$. Przeprowadzono obserwacje makroskopowe próbek po procesie plastycznego płynięcia, określono przy tym wydłużenie względne próbek. Wyniki badań zamieszczono w tabeli 1.

TABELA 1. Wyniki badań właściwości mechanicznych materiałów spiekanych
TABLE 1. Results of mechanical properties of sintered materials

Ma- te- rial	Twar- dość HB	Umowna granica plastycz. $R_{C,0,2}$ MPa	Skrócenie względne (przy 200 kN) a_c %	Stan powierzchni próbek po próbie ściskania	Moduł Younga E_c MPa
SX	41,9	49	79	Brak pęknięć na walcowych powierzchniach próbek. Wysoka zdolność do odkształceń plastycznych	$0,72 \cdot 10^5$
STO	56,8	91,2	76	Brak pęknięć na walcowych powierzchniach próbek. Wysoka zdolność do odkształceń plastycznych	$0,93 \cdot 10^5$
STN	62,4	103,4	77	Obserwowano pęknięcia na walcowych powierzchniach próbek, propagujące w kierunku osi próbki	$1,06 \cdot 10^5$

W celu wyznaczenia modułu sprężystości wzdłużnej (E_c) materiałów przeprowadzono próby statycznego ściskania z dokładnym pomiarem skrócenia. Dokładny pomiar odkształceń realizowano metodami tensometrii

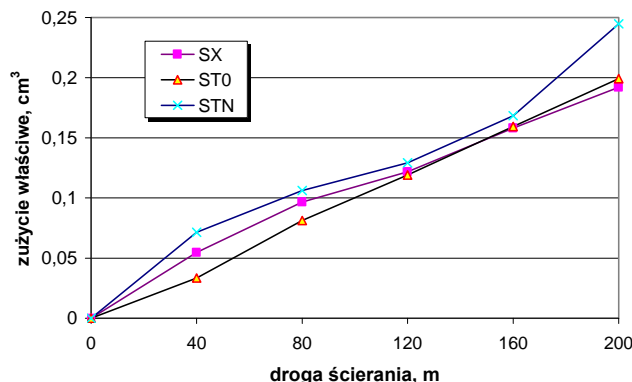
oporowej w układzie półmostkowym. Badania wykonano na maszynie wytrzymałościowej ZDM-2500 na zakresie 10 kN, przy wykorzystaniu ręcznego sposobu zadawania obciążeń. W badaniach na przeciwnych powierzchniach próbki (reprezentującej dany typ materiału) naklejono 2 elektryczne tensometry oporowe (rys. 2) typu FKY16-3-120-1K produkowane przez Instytut Lotnictwa w Warszawie. Następnie próbki wstępnie statycznie ścisano do wartości obciążenia $F = 10$ kN. Powodowało to wyeliminowanie nierówności powierzchni próbek i częściowe zmniejszenie ich porowatości. Obserwowano przy tym jednorazowe, trwałe skrócenie próbek o około 0,2%. W kolejnym, zasadniczym etapie procedury, tensometry na danej próbce łączono w pomiarowy układ mostkowy, wykorzystując w tym celu wzmacniacz tensometryczny firmy Hottinger. Następnie próbkę ścisano do założonej wartości obciążenia $F_0 = 2$ kN, przy którym „zerowano ($\varepsilon_0 = 0$)” tensometryczny układ pomiarowy. W kolejnej fazie badań zadawano 6 kolejnych wartości obciążenia wynoszących odpowiednio: $F_1 = 3$ kN, $F_2 = 4$ kN itd. do $F_6 = 8$ kN, odczytując jednocześnie odpowiadające im wartości przyrostów odkształcenia względnego $\Delta\varepsilon_i = \varepsilon_i - \varepsilon_0$. Uzyskane wyniki posłużyły do wyznaczenia modułu Younga, które przedstawiono w tabeli 1.



Rys.2. Układ pomiarowy zastosowany podczas próby ścisania
Fig. 2. Measuring system applied during the compression test

Odporność na ścieranie badanych materiałów określono metodą Schoppera. Przygotowano próbki w kształcie walców o średnicy 16 mm, a przeciwpróbkę stanowił papier ścierny o granulacji 120, nawinięty na walec o średnicy 150 mm. Walec obracał się z prędkością 40 obr/min, a próbka dodatkowo obracała się wokół własnej osi z prędkością 2,75 obrotu na drodze ścierania 40 m. Prędkość przesuwu próbki wzdłuż osi walca wynosiła 4,2 mm na jeden obrót. Krzywe przedstawiające zużycie właściwe w funkcji drogi ścierania przedstawiono na rysunku 3.

Przeprowadzono obserwacje struktury powierzchni materiałów po próbach ścierania za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego SEM Hitachi 4200. Przykłady struktury powierzchni materiałów poddanych próbom ścieralności przedstawiono na rysunkach 4-6.



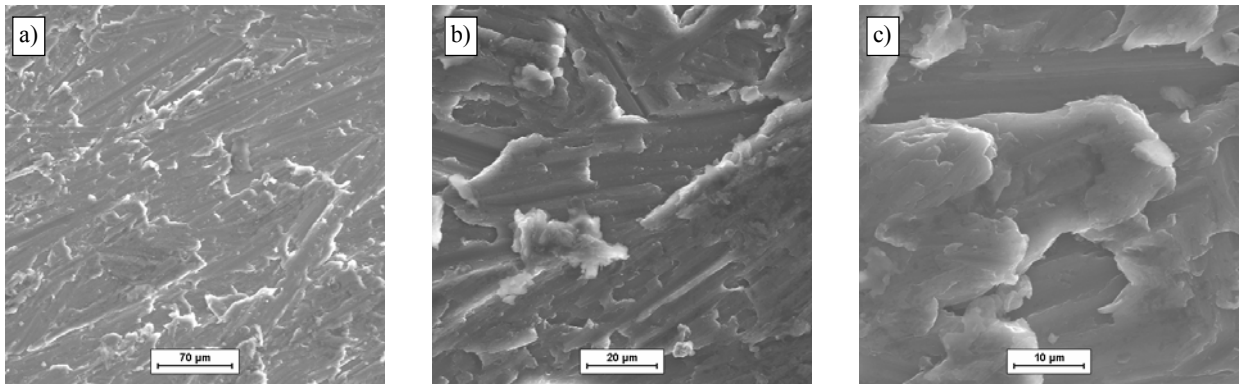
Rys. 3. Wyniki prób ścierania; zużycie właściwe (ubytek masy/gęstość) w funkcji drogi ścierania: SX - aluminium, STO - kompozyt z cząstkami bez modyfikacji powierzchniowej, STN - kompozyt z cząstkami pokrytymi niklem

Fig. 3. Results of abrasion tests; specific wear (mass decrement/density) as a function of wear distance: SX - aluminium, STO - composite with particles without surface modification, STN - composite with nickel coated particles

ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ I WNIOSKI

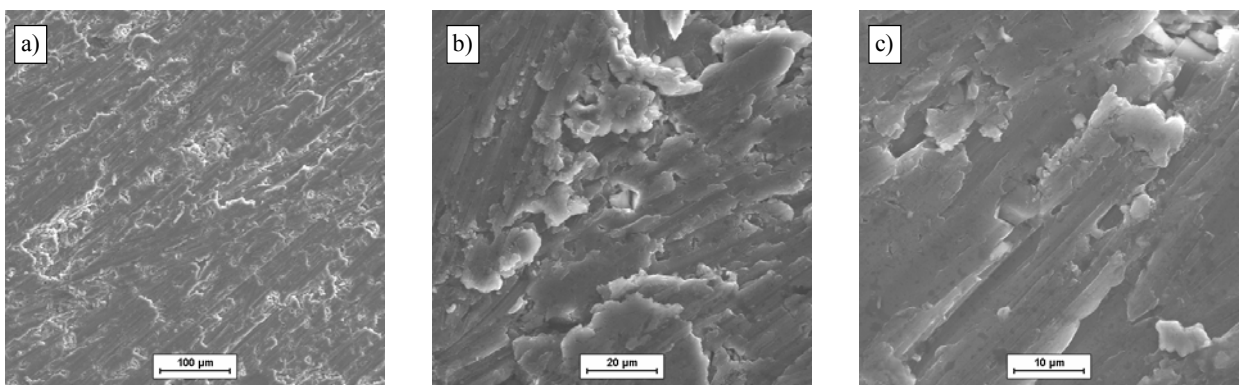
Zarówno kompozyt z cząstkami pokrytymi niklem, jak i kompozyt z cząstkami bez dodatkowej preparacji wykazały większą twardość, umowną granicę plastyczności oraz moduł Younga od spieku proszku osnowy bez dodatków (tab. 1). Świadczy to o wykorzystaniu umacniającej funkcji cząstek ceramicznych w aluminium.

Porównanie właściwości kompozytu z cząstkami bez powłoki z właściwościami kompozytu z cząstkami pokrytymi niklem wskazuje na korzystny wpływ preparacji na właściwości mechaniczne. Przedstawione w pracach [7, 8] badania struktury połączenia cząstka-osnowa metodami SEM i TEM wykazały, że w kompozycie wytworzonym w przyjętych warunkach prasowania występuje nieciągła warstwa aluminidków o grubości mniejszej od krytycznej. Można zatem przyjąć, że w analizowanym procesie, podobnie jak podczas odlewniczej technologii otrzymywania kompozytów z zawiesiny, nikiel ułatwiał zwilżanie równocześnie, ulegając częściowemu rozpuszczaniu. Ponieważ jednak proces ten przebiegał w niższej temperaturze od procesu odlewniczego i nie towarzyszyło mu mieszanie, a dodatkowo odbywał się pod ciśnieniem 15 MPa, penetracja wklęsłych mikropowierzchni cząstek ceramicznych przez metal osnowy była łatwiejsza i tym samym osiągnięto lepsze połączenie w porównaniu z materiałem zbrojonym cząstkami bez powłoki niklu.



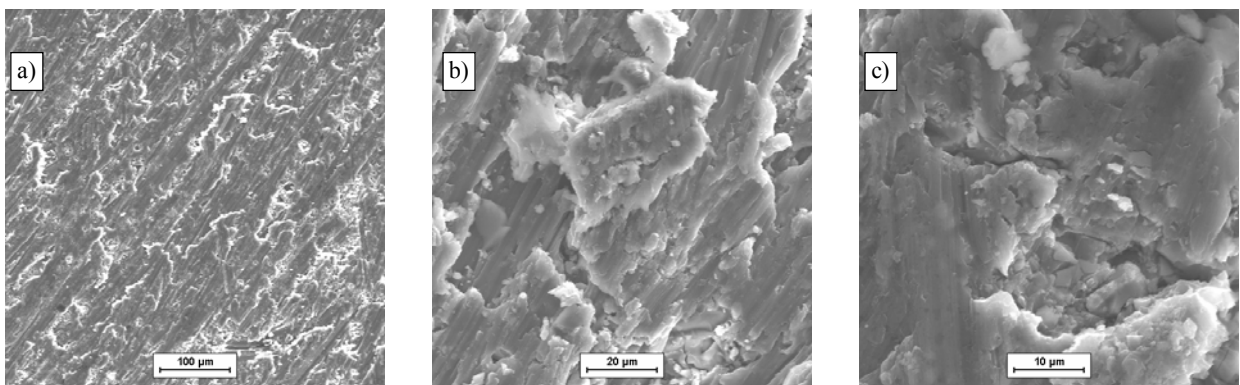
Rys. 4. Mikrostruktura powierzchni próbek po badaniach ścieralności metodą Schoppera, spiek SX-aluminium bez cząstek, SEM

Fig. 4. Surface microstructure of samples after wear tests by Schopper method, SX sinter-aluminium without particles, SEM



Rys. 5. Mikrostruktura powierzchni próbek po badaniach ścieralności metodą Schoppera, spiek kompozytowy STO Al-cząstki Al_2O_3 bez modyfikacji powierzchniowej, SEM

Fig. 5. Surface microstructure of samples after wear tests by Schopper method, STO composite sinter Al- Al_2O_3 particles without surface modification, SEM



Rys. 6. Mikrostruktura powierzchni próbek po badaniach ścieralności metodą Schoppera, spiek kompozytowy STN Al-cząstki Al_2O_3 modyfikowane niklem, widoczne mikropęknięcia, SEM

Fig. 6. Surface microstructure of samples after wear tests by Schopper method STN composite sinter Al- Al_2O_3 particles modified by nickel microcracks observed, SEM

Przebieg krzywych przedstawiających zużycie względne w funkcji drogi ścierania (rys. 3) miał podobny charakter dla wszystkich badanych materiałów, przy czym największe wartości osiągnięto dla kompozytu z cząstkami pokrytymi niklem. Na powierzchni próbek po próbie ścierania w kompozycie wytworzonym przy użyciu cząstek z powłoką stwierdzono obecność czą-

tek, które uległy fragmentacji i częściowemu wyrwaniu, ale równocześnie obecne były mikropęknięcia nierejestrowane przy tym samym powiększeniu w kompozycie otrzymanym bez dodatkowej preparacji zbrojenia (rys. 6b, c). W materiale tym stwierdzono również makropęknięcia na powierzchni walcowej próbek po próbie ściskania, które nie wystąpiły w kompozycie

umocnionym cząstkami bez preparacji (tab. 1). Obserwowane efekty mikroskopowe, jak i makroskopowe, wskazują na to, że zmiana fizykochemicznego stanu powierzchni cząstki miała wpływ nie tylko na strukturę połączenia cząstka-osnowa, ale również na właściwości osnowy.

Można zatem przyjąć, że wzrostowi wytrzymałości połączenia w wyniku oddziaływania cząstka-powłoka-osnowa, powodującemu wzrost twardości, umownej granicy plastyczności, modułu Younga kompozytu, towarzyszy zmiana składu chemicznego osnowy i tym samym jej plastyczność maleje. Jednoznaczne wyjaśnienie wpływu preparacji na mechanizm zużycia abrazyjnego kompozytu wymaga dalszych prac. Wskazane wydaje się zastosowanie również testów tribologicznych przy użyciu maszyny Amslera [10] oraz ilościowy opis profili powierzchni poddanych badaniom zużycia.

Uzyskane wyniki pozwalają sformułować następujące wnioski ogólne:

1. Przyjęte parametry procesu metalurgii proszków pozwoliły osiągnąć efekt umocnienia aluminium cząstkami ceramicznymi.
2. Zastosowanie cząstek Al_2O_3 pokrytych cienką warstwą niklu metodą chemiczną bezprądową do otrzymywania kompozytów metodą metalurgii proszków spowodowało wzrost właściwości mechanicznych kompozytu, takich jak: twardość, umowna granica plastyczności i moduł Younga.
3. Badania ścieralności metodą Schoppera wykazały większe zużycia właściwe kompozytu umocnionego cząstkami pokrytymi niklem w porównaniu z kompozytem umocnionym cząstkami bez powłoki.

Podziękowania

Autorka dziękuje dr. inż. Markowi Cieśli za przeprowadzenie badań własności mechanicznych.

Praca została wykonana dzięki finansowaniu Komitetu Badań Naukowych (grant T08C 001 16).

LITERATURA

- [1] Leon C.A., Drew R.A., Preparation of nickel-coated powders as precursors to reinforce MMCs, *Journal of Materials Science* 2000, 35, 4763-4768.
- [2] Asthana R., Rohatgi P.K., On the melt infiltration of plain and nickel coated reinforcements with aluminium alloys, *Journal of Materials Science Letters* 1993, 11, 442-445.
- [3] Ryu Y.M., Yoon E.P., Rhee M.H., The behavior of the nickel layer in an aluminium matrix composite reinforced with nickel coated carbon fiber, *Journal of Materials Science Letters* 2000, 19, 1103-1105.
- [4] Myalski J., Metoda pokrywania niklem cząstek niemetalicznych stosowanych w kompozytach, *Politechnika Śląska (w przygotowaniu)*.
- [5] Raport merytoryczny projektu KBN 7 T08C 001 16 pt. Wpływ fizykochemicznej modyfikacji powierzchni cząstek Al_2O_3 na strukturę powierzchni rozdziału, umocnienie i dekohezję kompozytu cząstki ceramiczne - stop Al, *Politechnika Śląska* 2001.
- [6] Olszówka-Myalska A., Influence of sintering temperature on decohesion of $\text{Al}-(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ composite modified with nickel, *Inżynieria Materiałowa* 2001, 5(124), 683-686.
- [7] Olszówka-Myalska A., Study of $\text{Al}-(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ composite interface modified with nickel, *Proc. of 7th European Workshop EMAS* 2001, 356.
- [8] Olszówka-Myalska A., Interface of $\text{Al}-(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ composite modified with nickel, *Microchimica Acta* 2001, Springer-Verlag (in print).
- [9] Olszówka-Myalska A., Influence of sintering temperature on decohesion of $\text{Al}-(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ composite, *Kompozyty (Composites)* 2001, 1, 1, 64-67.
- [10] Przetakiewicz W., Czujko T., Iwan T., Analiza procesu tarcia i efektów zużywania się żeliwa szarego oraz kompozytu AK7-SiC podczas bezsmarowej współpracy ze stalą, *Inżynieria Materiałowa* 2001, 6, 1036-1041.

Recenzent
Edward Fraś