

Józef Śleziona<sup>1</sup>, Maciej Dyzia<sup>2</sup>, Bolesław Formanek<sup>3</sup>, Anna Dolata-Grosz<sup>4</sup>, Jakub Wieczorek<sup>5</sup>  
 Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Metalurgii i Transportu, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

## ZASTOSOWANIE PROSZKÓW REAKTYWNYCH Z TLENKIEM TYTANU DO WYTWARZANIA KOMPOZYTÓW O OSNOWIE ALUMINIOWEJ

Przedstawiono metodę wytwarzania kompozytów metalicznych zbrojonych drobnodispersyjnymi cząstkami ceramicznymi i międzymetalicznymi. Faza zbrojenia powstaje w wyniku reakcji *in situ* pomiędzy ciekłą osnową Al a wprowadzonym do niej metodą mechanicznego mieszania tlenkiem  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  (ilmenitem). Wykonano kompozyty, wprowadzając 5,5, 11,0 oraz 16,5% wag. tlenku  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  do ciekłego aluminium. Wstępna analiza właściwości mechanicznych potwierdza wzrost wytrzymałości na rozciąganie i twardości HB w porównaniu do materiału osnowy.

### APPLICATION OF REACTIVE POWDERS CONTAINING Fe AND Ti COMPOUNDS FOR MANUFACTURING ALUMINIUM MATRIX COMPOSITES

One of the target assign for new materials is possibility to reduce of construction mass in the same or better properties. In that conditions aluminium base composites have found many applications. Introducing to Al matrix the ceramic reinforcing particles gives material characterised by a high value of strength/density ratio. The work present preliminary research on method of manufacturing aluminium base composites reinforced with ultrafine particles and intermetallic phases. Reinforcement phase was yielded by *in situ* reaction between liquid aluminium and  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  (ilmenite) during mechanical mixing process. Three different composites were obtained by introducing 5.5, 11.0 and 16.5% wt.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  into aluminium. Solidification process recorded by K-thermocouple in self hardening phosphate mould was shown in Figure 1. Composite materials were compared with Al. Probably not all particles in composite had not reacted according to stoichiometry, so the solidification curves were not exact as Fe-Al systems. Structures of composites were presented in Figure 2 (Al and 5.5% wt.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  composite) and Figure 3 (Al and 16.5% wt.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  composite). The mechanical properties of obtained composites were shown in Table 1. As mentioned above there were preliminary researches and more structural and phase analyse investigations are required.

## WSTĘP

Jednym z zadań stawianych nowoczesnym materiałom jest możliwość obniżenia masy konstrukcji przy zachowaniu, a nawet polepszeniu właściwości użytkowych. W wielu przypadkach założenia te spełniają materiały kompozytowe o osnowie aluminium zbrojone cząstkami ceramicznymi. Wprowadzenie cząstek zbrojenia modyfikuje właściwości lekkiego i stosunkowo wytrzymałego aluminium [1].

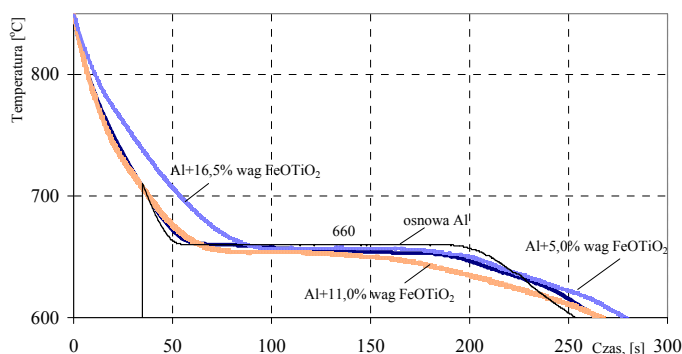
Obok tradycyjnych technologii wytwarzania kompozytów metodami *ex situ* (metody odlewnicze, metalurgia proszków, MA) coraz częściej stosowane są metody *in situ*, w których faza zbrojąca powstaje w wyniku reakcji chemicznych, zachodzących pomiędzy komponentami. Metody te zapewniają stabilność termodynamiczną układu, silne związanie zbrojenia z materiałem osnowy, jednorodny rozkład drobnodispersyjnej fazy zbrojącej w materiale osnowy [2]. Jedną z metod otrzymywania materiałów kompozytowych jest wykorzystanie reakcji wymiany zachodzących pomiędzy aluminium a wprowadzanymi reaktywnymi tlenkami metali. W wyniku oddziaływania aluminium z tlenkiem

$\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  powstają drobnodispersyjne cząsteczki  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oraz fazy międzymetaliczne  $\text{FeAl}_3$ ,  $\text{TiAl}_3$  [3, 4].

## WYTWORZONY MATERIAŁ

Do wytworzenia materiału kompozytowego wykorzystano czyste techniczne aluminium oraz tlenek  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  o wielkości 80  $\mu\text{m}$ . Tlenek wprowadzono do ciekłego aluminium w temperaturze 730°C z zastosowaniem mechanicznego mieszania z prędkością 280 obr/min, dawkując 50 g  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  w odstępach co 30 min. Wykonano kompozyty wprowadzając 5,5, 11,0 oraz 16,5% wag. tlenku  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  do aluminium. Po wprowadzeniu proszku materiał kompozytowy wygrzano, a następnie po podgrzaniu do temperatury 850°C odlano do formy z samoutwardzalnej masy fosforanowej o osnowie z piasku kwarcowego, w której zarejestrowano proces krzepnięcia, oraz do formy metalowej o kształcie umożliwiającym wykonanie próbek do badań wytrzymałościowych.

<sup>1</sup> dr hab. inż., <sup>2</sup> mgr inż., <sup>3</sup> dr inż., <sup>4</sup> mgr inż., <sup>5</sup> mgr inż.



Rys. 1. Krzywe studzenia wytworzonych kompozytów

Fig. 1. Solidification curves of obtained composites

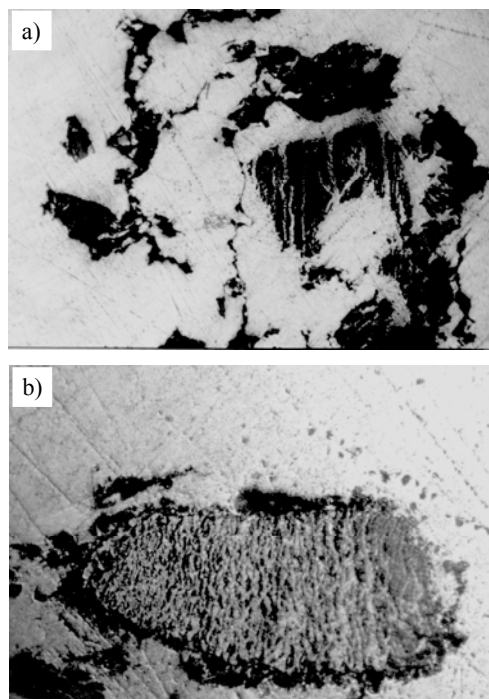
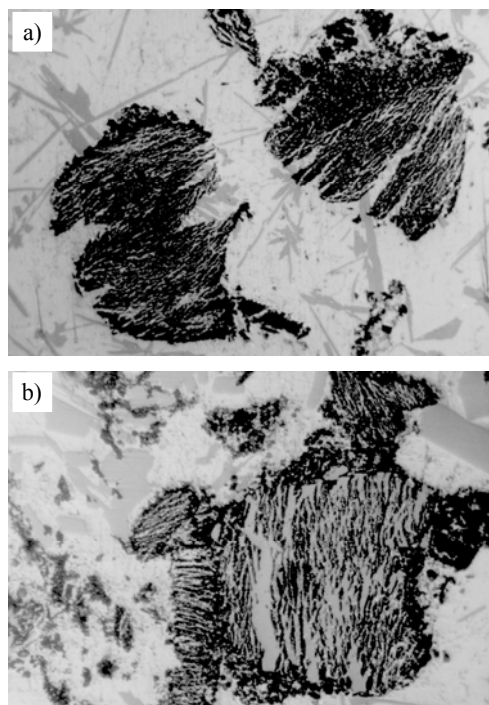
Rejestracje procesu krzepnięcia wykonano, wykorzystując moduł MC201 oraz termoparę NiCr-NiAl z odsłoniętą spoiną, umieszczoną w osi symetrii wlewka. Pomiar temperatury następował co 0,2 sekundy. Uzyskane dane pozwoliły na wykreślenie krzywych chłodzenia wytworzonych materiałów kompozytowych.

Wykres (rys. 1) przedstawia zakres krzepnięcia kompozytów oraz materiału osnowy. Jak widać, materiał uzyskany po wprowadzeniu 5,5% wag.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  krzepł w zakresie temperatur  $660^\circ\text{C} \pm 652^\circ\text{C}$ , co związane jest z powstawaniem eutektyki Al-FeAl<sub>3</sub>, przy czym w temperaturze  $660^\circ\text{C}$  rozpoczął się proces krzepnięcia osnowy, co świadczy o okołoeutektycznym składzie kompozytu. Kompozyt uzyskany w wyniku reakcji 11,0% wag.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  krzepł w temperaturze  $654^\circ\text{C}$  (eutektyka Al-FeAl<sub>3</sub> przy 2% udziale wagowym Fe powstaje w temperaturze  $655^\circ\text{C}$  [3]). Wynika z tego, że składniki kompozytu nie przereagowały dostatecznie, tak jak wynika to ze składu stechiometrycznego. W przypadku materiału kompozytowego otrzymanego po wprowadzeniu 16,5% wag. tlenku  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  zarejestrowano wolniejszy przebieg studzenia od temperatury  $790^\circ\text{C}$  i przystanek temperatury przy  $657^\circ\text{C}$ , na co może mieć wpływ obecność faz międzymetalicznych FeAl<sub>3</sub> oraz TiAl<sub>3</sub>.

## STRUKTURA I WŁAŚCIWOŚCI

Na rysunku 2 przedstawiono rozmieszczenie i strukturę fazy  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  w kompozycie po wprowadzeniu 5,5% wag. ilmenitu. Materiał charakteryzuje się równomiernym rozmieszczeniem tlenku  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$ , co zapewnia równomierne rozmieszczenie zbrojenia. Osnowa Al dobrze zwilża powierzchnie wprowadzonych cząstek reaktywnych, wypełniając mikropory powstałe w wyniku ich rozpadu oraz powstające w wyniku tych reakcji fazy zbrojenia. W materiale kompozytowym uzyskanym po wprowadzeniu 16,5% wag.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  (rys. 3) widoczne są wyraźnie cząstki żelaza (z zależności stechiometrycznej wynika, że w materiał ten powinien zawierać 6% Fe). Uzyskane struktury świadczą o

tym, że materiał należy poddać dłuższemu procesowi homogenizacji, tak aby umożliwić w pełni przereagowanie wprowadzonych cząstek z materiałem osnowy.

Rys. 2. Struktura kompozytu Al-5,5% wag.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$ : a) pow. 100x, b) 400xFig. 2. Structure of Al-5.5% wag.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  composite: a) mag. 100, b) mag. 400Rys. 3. Struktura kompozytu Al-16,5% wag.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$ : a) pow. 100x, b) 400xFig. 3. Structure of Al-16.5% wag.  $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$  composite: a) mag. 100, b) mag. 400

Wstępne badania wytrzymałościowe wykazały, że uzyskany materiał posiada wyższą wytrzymałość na rozciąganie oraz twardość w porównaniu z materiałem osnowy. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli 1.

TABELA 1. Właściwości mechaniczne uzyskanych materiałów kompozytowych

TABLE 1. Mechanical properties of obtained composites

Materiał	Twardość HB	Wytrzymałość na rozciąganie $R_m$ , MPa	Wydłużenie względne $A_5$ , %
osnowa Al	35	63	66
kompozyty			
Al-FeO · TiO <sub>2</sub> (5,5% wag.)	39	98	17
Al-FeO · TiO <sub>2</sub> (11,0% wag.)	49	92	8
Al-FeO · TiO <sub>2</sub> (16,5% wag.)	64	74	6

Wraz ze wzrostem udziału wagowego wprowadzonego tlenku FeO · TiO<sub>2</sub> wzrasta twardość kompozytu, lecz wraz ze wzrostem zawartości żelaza maleje wytrzymałość na rozciąganie i odkształcalność materiału.

Przedstawione badania są fragmentem większego projektu badawczego realizowanego w Zakładzie Kompozytów Politechniki Śląskiej w Katowicach. Potwierdzono możliwość wytworzenia kompozytów o osnowie Al zbrojonych drobnodispersyjnymi cząstkami Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oraz fazami międzymetalicznymi powstającymi w wyniku reakcji *in situ*. Uzyskano materiał o równomiernie

rozmieśczonego zbrojeniu, minimalnej porowatości i właściwościach wyższych niż materiał osnowy. W dalszej kolejności dokładniej analizowana będzie struktura uzyskanych materiałów kompozytowych, a w szczególności określone zostaną jakościowo i ilościowo cząstki fazy zbrojącej. Planowane jest również określenie czasu homogenizacji zawiesiny w celu zapewnienia całkowitego przereagowania wprowadzonego tlenku FeO · TiO<sub>2</sub>.

Pracę zrealizowano w ramach projektu KBN 7 T08D 010 19.

## LITERATURA

- [1] Lindroos V.K., Talvitie M.J., Recent advances in metal matrix composites, J. Mat. Proces. Technol. 1995, 53, 273-284.
- [2] Tjong S.C., Ma Z.Y., Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites, Mat. Sci. Eng. 2000, 29, 49-113.
- [3] Mondolfo L.F., Struktura i svojstwa aluminowych spławów, Metalurgija, Moskwa 1979.
- [4] Welham N.J., Mechanochemical reaction between ilmenite (FeTiO<sub>3</sub>) and aluminium, J. Alloys and Compounds 1998, 270.

Recenzent  
Jerzy Sobczak