

Anita Olszówka-Myalska¹

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

WPŁYW TEMPERATURY SPIEKANIA NA MECHANIZM DEKOHEZJI KOMPOZYTU Al-(Al₂O₃)_p

Badano materiały kompozytowe typu osnowa aluminiowa-cząstki Al₂O₃, otrzymane w wyniku osiowego dwustopniowego prasowania w różnej temperaturze. Przeprowadzono obserwacje struktury metodami SEM, pomiary gęstości i twardości. W kompozycie stwierdzono występowanie trzech różnych mechanizmów dekohezji w zależności od temperatury procesu.

INFLUENCE OF SINTERING TEMPERATURE ON DECOHESION MECHANISM OF Al-(Al₂O₃)_p COMPOSITE

A composite of an aluminum matrix reinforced with alumina particles of 500 mesh granulation was obtained by powder metallurgy methods. A mixture of aluminum powder (Fig. 1) and alumina powder (Fig. 2) was axially pressed in Degussa press in vacuum. Two stages of pressing were applied. At the first one, pressure of 15 MPa, temperature of 400°C and time 30 minutes were applied and at the second, pressure was applied of 150 MPa, temperatures of 500, 550, 600 and 640°C and time of 50 minutes.

The composites density determined by Archimedes method and the hardness determined by Brinell method were changing with the pressing temperature (Table 1). Structure examinations of the obtained composites were performed on polished samples and fractures by means of a scanning electron microscope FE Hitachi 4200 with EDX Noran System 3500. The results are presented in Table 2 and Figures 3-6.

At temperature of 500 and 550°C between the aluminum powder particles a bonding was formed containing micropores and decohesion occurred on grain boundaries. The matrix ductile fracture throughout the volume was observed in the sintered material at a temperature of 600°C and higher. Differences were found in the bonding structure: aluminium oxide particle-aluminium matrix. In composites sintered at 500°C a typical mechanical bonding occurs, which undergoes changes with a growing temperature and at 640°C has a diffusive character.

Three basic decohesion mechanisms of the sintered composite Al-(Al₂O₃)_p were identified:

- intergranular, in matrix and along the boundaries matrix - alumina particle;
- transcrystalline ductile in the matrix and along the boundaries: matrix - particle;
- transcrystalline ductile in the matrix and transcrystalline brittle in particles.

The results obtained allowed to define initial conditions of sintering the Al-(Al₂O₃)_p composite which contains intermetallic phases.

WSTĘP

Kompozyty typu osnowa aluminiowa-cząstki ceramiczne należą do materiałów konstrukcyjnych o interesujących właściwościach, jednak czynnik ekonomiczny stanowi podstawową barierę ich szerokiej aplikacji. W Polsce poszukiwania badawcze dotyczą zarówno zagadnień związanych z doskonaleniem procesów technologicznych, umożliwiających uzyskanie zadanej struktury, tj. składu fazowego, rozmieszczenia cząstek, charakteru i stabilności połączenia, jak i obniżenia kosztów wytwarzania.

Celem niniejszej pracy było przeprowadzenie badań modelowych powstawania połączenia aluminium-cząstka ceramiczna pod ciśnieniem w temperaturze niższej od temperatury topnienia aluminium oraz wpływ tego połączenia na charakter przełomu kompozytu przy założeniu, że surowcem będą materiały techniczne krajowego pochodzenia. Praca stanowi element programu

badan dotyczących kształtowania i stabilności połączenia w kompozytach typu aluminiowa osnowa-cząstki ceramiczne [1, 2].

BADANIA WŁASNE

Materiał, technologia i właściwości

Do badań użyto komercyjnego proszku Al₂O₃ o granulacji 500 mesh produkcji firmy Centroszlif, którego strukturę przedstawia rysunek 1, oraz proszku aluminium RAL1 o czystości 99,72 produkcji Benda-Lutz Skawina, którego strukturę prezentuje rysunek 2.

Proszek Al₂O₃ wmyty w alkoholu etylowym i wysuszony zmieszano z proszkiem aluminium w młynie kulowym Fritch, stosując kapsułę i kule agatowe. Skład mieszaniny stanowiło 20% obj. Al₂O₃ oraz 80% obj. Al.

¹ dr inż.

Mieszaninę poddano prasowaniu jednoosiowemu w matrycy grafitowej, w prasie Degussa.

Rys. 1. Struktura proszku Al, SEI, pow. 500x

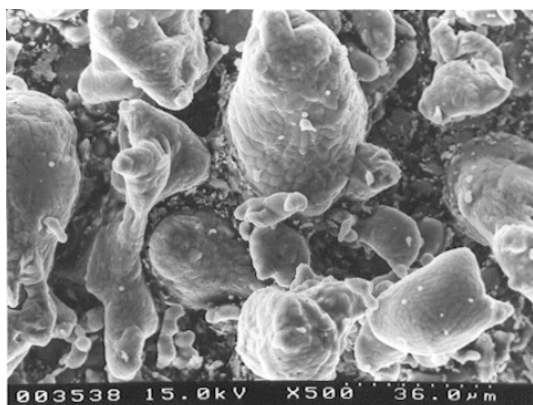


Fig. 1. Structure of aluminium powder, SEI, mag. 500x

Rys. 2. Struktura proszku tlenku aluminium, SEI, pow. 100x



Fig. 2. Structure of alumina powder, SEI, mag. 100x

Zrealizowano pięć wariantów procesu, który przebiegał w próżni 2,6 Pa w dwóch etapach:

- prasowanie wstępne, 30 min, pod ciśnieniem 15 MPa, w temperaturze 400°C;
- prasowanie zasadnicze, 50 min, pod ciśnieniem 150 MPa, w temperaturze 500, 550, 600 i 640°C.

TABELA 1. Właściwości otrzymanych materiałów spiekanych
TABLE 1. Properties of composite sinters

Oznaczenie	Skład mieszaniny % obj.	Temperatura spiekania °C	Twardość HB 5/250	Gęstość g/cm ³
SX	100 Al	620	41,9	2,67
ST1	80 Al, 20 Al ₂ O ₃	500	47,5	2,64
ST2	80 Al, 20 Al ₂ O ₃	550	47,5	2,80
ST3	80 Al, 20 Al ₂ O ₃	600	51,9	2,93
ST4*	80 Al, 20 Al ₂ O ₃	640	56,8	3,10

* W tych warunkach obserwowano niewielkie wypływanie aluminium z matrycy, a tym samym zwiększenie udziału objętościowego cząstek

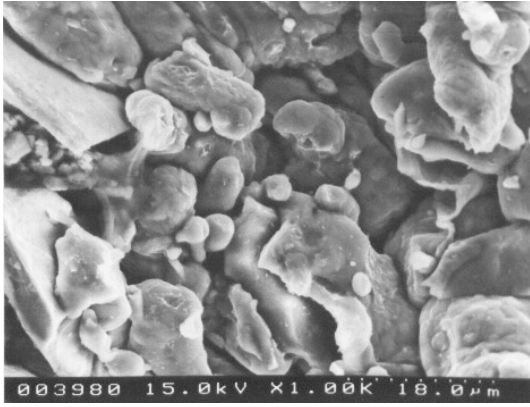
Porównawczo wykonano spiek z proszku aluminium stanowiącego osnowę w pozostałych materiałach. Otrzymano próbki w kształcie walca o średnicy $\phi = 16$ mm i wysokości $h = 22$ mm. Gęstość wytworzonych materiałów wyznaczoną metodą Archimidesa i twardość określoną metodą Brinella podano w tabeli 1.

Metodyka i wyniki badań

Ocenę struktury poszczególnych kompozytów przeprowadzono na zglądach wykonanych na papierach ściernych i pastach diamentowych (kończąc na granulacji 1 μ m) oraz na przełomach po próbie zginania. Preparaty napyłano warstwą przewodzącą. Do obserwacji wykorzystano elektronowy mikroskop skaningowy z zimną katodą Hitachi 4200, wyposażony w detektor rentgenowskiego promieniowania charakterystycznego EDX (system Voyager 3500). Na zglądach analizowano obecność porów i ich lokalizację. Na przełomach oceniano stan osnowy, stan cząstek tlenku aluminium oraz charakter połączenia pomiędzy komponentami. Wyniki obserwacji zestawiono w tabeli 2, a przykłady struktury przedstawiono na rysunkach 3-6.

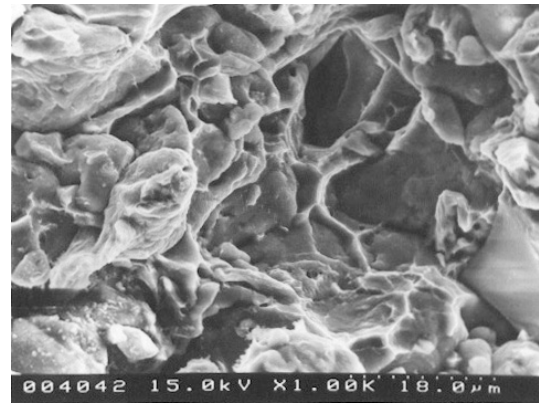
TABELA 2. Charakterystyka mikrostruktury struktury spieków kompozytowych
TABLE 2. Description of composite's microstructure

Materiał	Zgląd	Przełom
SX	Obecne drobnodyspersyjne tlenki aluminium; porów nie obserwowano.	Typowy przełom ciągły.
ST1	Mikropory obecne w osnowie aluminiowej oraz na granicach osnowa-cząstki Al ₂ O ₃ .	Przełom w osnowie przebiega pomiędzy ziarnami pierwotnymi po proszku Al lokalnie odkształconymi plastycznie. Cząstki Al ₂ O ₃ odsłonięte ze śladami osnowy.
ST2	Mikropory obecne na granicach osnowa-cząstki Al ₂ O ₃ ; w osnowie mikropory pojedyncze, rejestrowane przy dużych powiększeniach.	Przełom w osnowie ma charakter mieszany, jest ciągły-wy oraz lokalnie przebiega pomiędzy ziarnami proszku aluminium. Cząstki Al ₂ O ₃ wyrwane lub odsłonięte ze śladami osnowy.
ST3	Mikropory obecne między osnową a narożnikami cząstek Al ₂ O ₃ ; w osnowie mikropory pojedyncze, rejestrowane przy dużych powiększeniach.	Osnowa odkształcona plastycznie. Przełom przebiega przez cząstki Al ₂ O ₃ oraz na granicy cząstka-osnowa.
ST4	Mikropory pojedyncze, rejestrowane przy dużych	Osnowa odkształcona plastycznie. Przełom przebiega



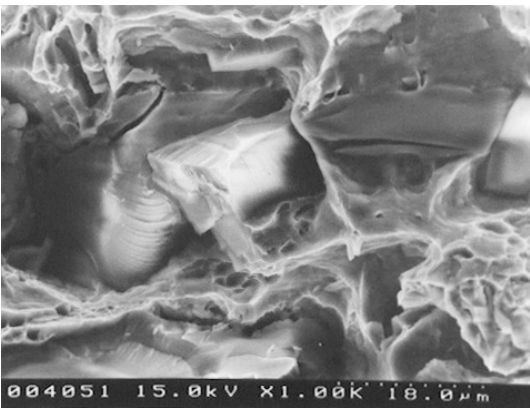
Rys. 3. Mikrostruktura kompozytu Al-(Al₂O₃)_p ST1 spiekanego w temp. 500°C, przełom, SEI, pow. 1000x

Fig. 3. Microstructure of Al-(Al₂O₃)_p composite ST1 sintered at 500°C, fracture, SEI, mag. 1000x



Rys. 4. Mikrostruktura kompozytu Al-(Al₂O₃)_p ST2 spiekanego w temp. 550°C, przełom, SEI, pow. 1000x

Fig. 4. Microstructure of Al-(Al₂O₃)_p composite ST2 sintered at 550°C, fracture, SEI, mag. 1000x

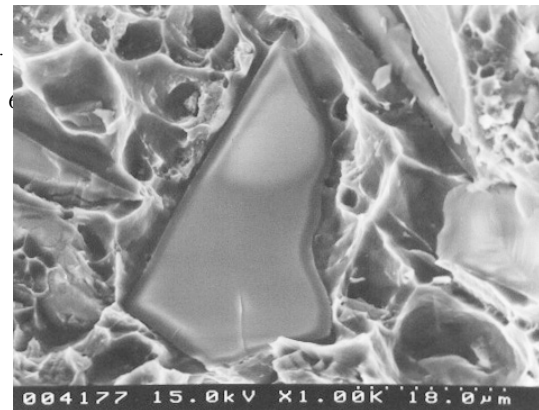


Rys. 5. Mikrostruktura kompozytu Al-(Al₂O₃)_p ST3 spiekanego w temp. 600°C, przełom, SEI, pow. 1000x

Fig. 5. Microstructure of Al-(Al₂O₃)_p composite ST3 sintered at 600°C, fracture, SEI, mag. 1000x

Rys. 6. Mikrostruktura kompozytu Al-(Al₂O₃)_p ST4 spiekanego w temp. 640°C, przełom, SEI, pow. 1000x

Fig. 6. Microstructure of Al-(Al₂O₃)_p composite ST4 sintered at 640°C, fracture, SEI, mag. 1000x



	powiększeniach.	przez cząstki i w ograniczonym zakresie lokalnie po granicy cząstka-osnowa. Obecne pęknięcia wtórne w cząstkach Al ₂ O ₃ .
--	-----------------	--

DYSKUSJA WYNIKÓW I WNIOSKI

W zastosowanym procesie technologicznym stwierdzono wpływ temperatury spiekania na właściwości kompozytu Al-Al₂O₃, co jest zgodne z danymi literaturowymi dotyczącymi spiekania pod ciśnieniem układów wieloskładnikowych [4, 5]. Gęstość kompozytów rosła wraz ze wzrostem temperatury prasowania pod ciśnieniem. Natomiast istotny wzrost twardości zaobserwowano dopiero w materiale prasowanym w temperaturze 640°C. Obserwacje metodami SEM wykazały, że temperatura prasowania istotnie wpływa na strukturę otrzymywanego materiału.

W spieku ST1 pomiędzy ziarnami proszku aluminium stanowiącego osnowę występują liczne, niekorzystne dla tego typu materiału konstrukcyjnego, mikropory. Przełom w osnowie następuje po granicach ziaren

proszku aluminium powierzchniowo wzbogaconych w tlen, które tylko lokalnie odkształcają się plastycznie. Podobnie na granicy aluminium-cząstki Al₂O₃ występują liczne mikropory. Zatem podczas dekohezji (rys. 3) mechanicznie zakleszczone w osnowie cząstki są wrywane lub odsłaniane na powierzchni przełomu z zachowaniem lokalnych śladów osnowy, świadczącym o wczesnym stadium tworzenia się bardziej wytrzymałego połączenia. Istotną mikroporowatość tego kompozytu potwierdza jego gęstość - mniejsza od spieku SX bez cząstek. Taka struktura świadczy o tym, że przy zastosowanych dla spieku ST1 parametrach prasowania zagęszczenie mechaniczne mieszaniny proszków jest zbyt małe, a dyfuzja niewystarczająca. Tym samym nie uzyskuje się odpowiedniego połączenia zarówno pomiędzy

cząstkami aluminium, jak i pomiędzy osnową aluminiową a cząstkami ceramicznymi.

W spiekach ST2 i ST3 porowatość maleje, a gęstość i twardość w porównaniu ze spiekami S1 rosną. Wynika to ze zjawisk zachodzących w tej temperaturze zarówno pomiędzy cząstkami proszku aluminium, jak i na granicach cząstki metalu-cząstki ceramiczne. Następuje zmiana struktury osnowy, której porowatość maleje, a przelom z międzyziarnowego przechodzi w ciągły (rys. 4). Jest to efektem odkształcenia plastycznego aluminium i dyfuzji międzyziarnowej. Równocześnie zmniejsza się porowatość połączenia aluminium-cząstki ceramiczne.

W kompozycie ST3 mikropory obserwowano głównie na wąskokątowych granicach cząstek tlenku aluminium z osnową, a w pozostałych częściach powstało złącze aluminium-cząstka ceramiczna i możliwość dyfuzji. Taki efekt strukturalny wynika ze zwiększenia temperatury prasowania zasadniczego i tym samym możliwości swobodnego poślizgu pomiędzy krystalitami odkształcanego plastycznie aluminium, blokowanego w niższej temperaturze przez twarde cząstki ceramiczne [5]. Na przelomach tego materiału (rys. 5) obserwowano dekohezję po granicach cząstka-osnowa, jak i przez cząstki.

W procesie, gdzie prasowanie zasadnicze prowadzone było w jeszcze wyższej temperaturze, tj. 640°C (spiek ST4), gęstość i twardość nadal rosły. Biorąc pod uwagę wpływ ciśnienia (obserwowano wypływanie aluminium z matrycy) proces był spiekaniem z udziałem fazy ciekłej. Osnowa w kompozycie ST4 (rys. 6) podobnie jak w ST3 pęka ciągliwie, a przelom następuje przez cząstki i tylko lokalnie po granicy cząstka-osnowa. Analizując na przelomach układ szczelin w osnowie, w pobliżu cząstek i biorąc pod uwagę dane zawarte w pracach [6, 7], można sądzić, że w zależności od relacji naprężenie w pobliżu cząstki ceramicznej - położenie płaszczyzny łupliwości w cząstce, przelom przechodzi przez cząstkę z rozwinięciem pęknięć wtórnych lub, zdecydowanie rzadziej, przebiega po granicy cząstka-osnowa.

Przeprowadzone badania strukturalne potwierdzone przez zmiany gęstości i twardości pozwalają wyróżnić występowanie trzech podstawowych mechanizmów dekohezji w spieku kompozytowym Al-(Al₂O₃)_p:

- 1) międzyziarnowy w osnowie i po granicach osnowa-cząstka ceramiczna;
- 2) transkrystaliczny ciągły w osnowie i po granicach osnowa-cząstka;
- 3) transkrystaliczny ciągły w osnowie i transkrystaliczny kruchy w cząstkach.

W zależności od przyjętej temperatury procesu w tym samym kompozycie wytworzonym metodami metalurgii proszków mogą występować równocześnie różne mechanizmy dekohezji. Jest to związane z możliwością równoczesnego występowania w materiale, otrzymanym z technicznych proszków o nieregularnej budowie i określonym rozkładzie ziarnowym komponentów, różnych typów połączenia pomiędzy cząstkami metalicznej osnowy, jak i połączenia pomiędzy metaliczną osnową a cząstkami ceramicznymi. Biorąc pod uwagę zjawiska zachodzące podczas prasowania w podwyższonej temperaturze i efekty wywołane jej zmianami [4, 5], można sądzić, że podobny jakościowo wpływ na charakter połączenia pomiędzy komponentami, a tym samym mechanizm dekohezji, będą miały zmiany ciśnienia i czasu prasowania w odpowiednio dobranych zakresach.

Otrzymane wyniki badań stanowiły podstawę do określenia warunków wstępnych spiekania kompozytów Al-(Al₂O₃)_p zawierających komponenty reaktywne. Wyniki badań dla układu z niklem zaprezentowano w pracach [1, 8].

Pracę wykonano dzięki dofinansowaniu przez Komitet Badań Naukowych (projekt KBN 7 T08C 001 16).

LITERATURA

- [1] Olszówka-Myalska A., Formanek B., Maciejny A., Szopiński K., Microstructure of Sinters Produced from Al-Ni-Al₂O₃ Composite Powders, Proc. EUROMAT'99 Monachium, 12, 95-98.
- [2] Olszówka-Myalska A., Degradation of interface in SiC_p/AlMg and Al₂O₃/AlMg composites in elevated temperature, Proc. EUROMAT'99, Monachium, 5, 302-307.
- [3] Olszówka-Myalska A., Struktura połączenia ceramika-metal w wybranych kompozytach z osnową aluminiową, Inżynieria Materiałowa 1999, 3-4 (110-111), 144-149.
- [4] Lis J., Pampuch R., Spiekanie, Uczelniane Wydawnictwo Dydaktyczne, Kraków 2000.
- [5] Rutkowski W., Projektowanie właściwości wyrobów spiekanych z proszków i włókien, PWN, Warszawa 1977.
- [6] Wyrzykowski J.W., Pleszakow E., Sieniawski J., Odkształcanie i pękanie metali, WNT, Warszawa 1999.
- [7] Hull D., Fractography observing, measuring and interpreting fracture surface topography, University Press, Cambridge 1999.
- [8] Olszówka-Myalska A., Aluminidki niklu w kompozytach z osnową aluminiową, Inżynieria Materiałowa 2001, 1, 57-61.

Recenzent
Edward Fraś