

Marcin Adamiak¹

Politechnika Śląska, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

e-mail: marcin.adamiak@polsl.pl

STRUKTURA I WYBRANE WŁASNOŚCI MATERIAŁÓW KOMPOZYTOWYCH O OSNOWIE STOPU EN AW6061 WZMACNIANYCH CZĄSTKAMI FAZ MIĘDZYMETALICZNYCH Ti₃Al

Przedstawiono wyniki badań nad możliwością wytwarzania materiałów kompozytowych o osnowie stopu aluminium EN AW6061 wzmocnionych cząstkami fazy międzymetalicznej Ti₃Al w procesach metalurgii proszków i wyciskania na gorąco. Stwierdzono, że proces mechanicznego mielenia w zasadniczy sposób oddziałuje na własności materiałów proszkowych poprzez zmianę ich morfologii ze sferycznej, charakterystycznej dla stanu wyjściowego, w odkształconą plastycznie - płatkową, która następnie w powtarzających się procesach zgrzewania i pęknięcia materiału umocnionego ponownie przyjmuje postać cząstek równoosiowych. Wykonane badania pozwoliły stwierdzić ponadto, że cząstki fazy międzymetalicznej odkształcają się plastycznie podobnie jak cząstki materiału osnowy, a zatem cząstki fazy międzymetalicznej Ti₃Al w przeciwieństwie do cząstek ceramicznych nie wpływają na przyspieszenie procesu mechanicznego mielenia. Wytworzone materiały kompozytowe charakteryzują się równomiernym rozłożeniem rozdrobnionych cząstek wzmocniających, wpływającym na podwyższenie własności mechanicznych. W porównaniu do materiałów kompozytowych wytworzonych przez wyciskanie zmieszanych proszków materiałów wyjściowych, dla których dodatek cząstek wzmocniających powoduje wzrost twardości o 20÷25 HV₁, mechaniczne mielenie tych samych proszków z utworzeniem proszków kompozytowych powoduje dwukrotny wzrost twardości w odniesieniu do materiału osnowy. Rozdrobnienie mikrostruktury w połączeniu z dyspersyjnym umocnieniem materiału od cząstek wzmocniających prowadzi do znaczącej poprawy własności mechanicznych. Materiały kompozytowe z 15% wagowym udziałem cząstek Ti₃Al osiągają wytrzymałość na rozciąganie *R_m* ok. 400 MPa.

Słowa kluczowe: materiały kompozytowe o osnowie aluminium - AMCs, fazy międzymetaliczne, mechaniczne mielenie, wyciskanie na gorąco

THE STRUCTURE AND SELECTED PROPERTIES OF THE EN AW6061 ALUMINIUM ALLOY BASE COMPOSITES REINFORCED WITH Ti₃Al INTERMETALLIC PARTICLES

The present work investigates the production of aluminium EN AW6061 matrix composite materials reinforced with Ti₃Al particles by powder metallurgy techniques and hot extrusion. The introduction of new reinforcements such as intermetallics to aluminium alloys continues to be investigated in order to improve final behaviour of AMCs as well as to avoid some drawbacks of using ceramics as aluminium alloys reinforcements. The milling process has a big influence on the characteristics of powder materials, changing the spherical morphology of as-received powder (Fig. 1), during milling process to flattened one due to particle deformation (Fig. 2), followed by welding and fracturing particles of deformed and hardened enough which allows to receive equiaxial particles morphology again (Fig. 3). The investigation shows that so called brittle intermetallic particles yields to plastic deformation as good as ductile aluminium alloy particles. That indicates that in contrary to ceramics particle, the Ti₃Al intermetallic powder can not play a role of the accelerator during mechanical milling. The mechanically milled and extruded composites show finer and better distribution of reinforcement particles what leads to better mechanical properties of obtained products (Fig. 5). The hardness increases twice in case of mechanically milled and only 20÷25 HV₁ for low energy mixed and hot extruded composites (Fig. 6). The finer microstructure increase mechanical properties of composites materials. The higher reinforcement content results in higher particles dispersion hardening (Fig. 7). Composites reinforced with 15% of Ti₃Al reach about 400 MPa UTS.

Keywords: aluminium matrix composites - AMCs, intermetallics, mechanical milling, hot extrusion

WSTĘP

Prace badawcze nad opracowaniem i wytwarzaniem nowych materiałów o szczególnych własnościach, jakich nie uzyskują tradycyjne materiały konstrukcyjne, przyczyniły się do dużego zainteresowania materiałami kompozytowymi, które teoretycznie stwarzają możliwości tworzenia materiałów o zaplanowanych własnościach w szerokim ich zakresie. Przyczyniło się to do zintensyfi-

kowania badań, w wyniku których na materiałowych rynkach światowych pojawia się coraz większa gama materiałów kompozytowych zarówno polimerowych, metalowych, jak i ceramicznych. Specjalną grupę stanowią w tym obszarze materiały kompozytowe o osnowie Al, a wśród nich wzmocniane cząstkami nieciągłymi,

¹ dr inż.

uzyskujące wyższy poziom własności w porównaniu do stopów bez cząstek wzmacniających, dodatkowo materiały kompozytowe wzmacniane dyspersyjnymi cząstkami wykazują wyższą stabilność temperaturową oraz lepszą odporność na zużycie.

W przypadku materiałów kompozytowych o osnowie aluminiowej do chwili obecnej najwięcej badań zostało zrealizowanych i opisanych w literaturze dla ceramicznych faz wzmacniających, głównie Al_2O_3 , Si_3N_4 i SiC . Wykorzystanie nowych faz wzmacniających ma na celu przede wszystkim uniknięcie niedomagań występujących w tych materiałach w przypadku zastosowania ceramicznych faz wzmacniających, jak również poprawę własności użytkowych nowo opracowanych materiałów kompozytowych. Zastosowanie cząstek faz międzymetalicznych jako odpowiedniego materiału wzmacniającego w stopach aluminium zaproponowali w latach 80. XX wieku Yamada i Unakoshi. W ostatnich latach w procesach wytwarzania materiałów kompozytowych znalazły zastosowanie procesy mechanicznego stopowania oraz mechanicznego mielenia, jakkolwiek uwaga na te procesy zwrócona została wcześniej, ze względu na możliwość wytwarzania w nich faz międzymetalicznych, przesyconych roztworów stałych, materiałów amorficznych lub nanokrystalicznych. Procesy te stosowane w produkcji materiałów kompozytowych wzmacnianych cząstkami, poza modyfikacją struktury w procesie mechanicznej syntezy i dyspersyjnym utwardzaniem materiałów poprzez wprowadzenie cząstek wzmacniających, zapewniają najlepszy rozkład cząstek wzmacniających w osnowie oraz ich dobre z nią połączenie. Dzięki możliwości uzyskania struktury amorficznej w trakcie procesu mechanicznego stopowania lub otrzymywania materiałów nanokrystalicznych lub submikrokrystalicznych wyraźnej poprawie ulegają własności nowo wytworzonych materiałów kompozytowych [1-7].

Celem niniejszej pracy było zbadanie możliwości wytwarzania materiałów kompozytowych o osnowie stopu EN AW6061 wzmacnianych cząstkami fazy międzymetalicznej Ti_3Al w procesach metalurgii proszków połączonych z mechanicznym mieleniem i wyciskania na gorąco.

METODYKA BADAŃ

Badane materiały kompozytowe wytworzone zostały z proszków stopu EN AW6061 stanowiącego materiał osnowy oraz proszku fazy międzymetalicznej Ti_3Al stanowiącego wzmocnienie kompozytu. Skład chemiczny stopu EN AW6061 wyprodukowanego przez The Aluminium Powder Co. Ltd (Wielka Brytania) zestawiono w tabeli 1, wielkość cząstek proszku nie przekraczała 75 μm . Faza wzmacniająca Ti_3Al o wielkości cząstek nieprzekraczającej 50 μm wyprodukowana została przez

SE-JONG Mat. Ltd (Korea), skład chemiczny podano w tabeli 2.

TABELA 1. Skład chemiczny rozpylanego proszku stopu aluminium EN AW6061

TABLE 1. Chemical composition of the atomised aluminium alloy powder EN AW6061

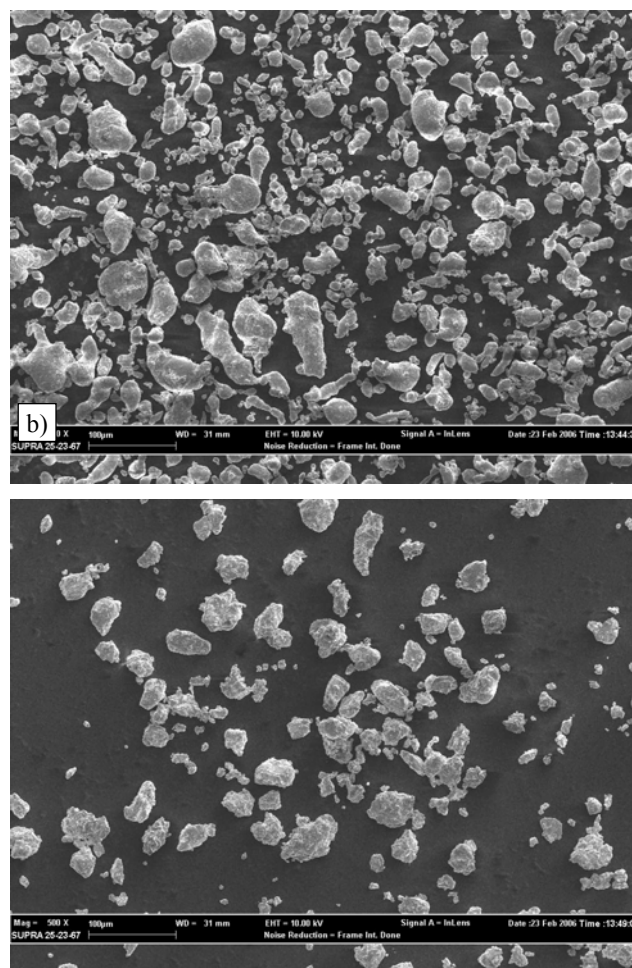
Stężenie pierwiastka, % masowe						
Fe	Si	Cu	Mg	Cr	Inne	Al
0,03	0,63	0,24	0,97	0,24	<0,3	reszta

TABELA 2. Skład chemiczny proszku fazy międzymetalicznej Ti_3Al

TABLE 2. Chemical composition of the titanium aluminide powder Ti_3Al

Stężenie pierwiastka, % masowe						
Ti	Al	V	Fe	N_2	O_2	H_2
83,36	15,35	0,55	0,025	0,06	0,59	0,15

Morfologię użytych w badaniach proszków określono z wykorzystaniem elektronowego mikroskopu skaningowego, a typowe obrazy przedstawiono na rysunku



Rys. 1. Morfologia proszków w stanie wyjściowym: a) stop aluminium EN AW 6061, b) faza międzymetaliczna Ti_3Al , SEM

Fig. 1. Morphology of as received powder particles: a) EN AW6061 alloy, b) Ti_3Al intermetallic, SEM

W celu oceny wpływu oddziaływania procesu mechanicznego mielenia proszków wyjściowych na własności badanych materiałów kompozytowych w porównaniu do procesu mieszania tych samych proszków zastosowano dwa rodzaje młynów kulowych:

- młyn kulowy poziomy, określony jako niskoenergetyczny (proces mieszania) oraz
- odśrodkowy młyn kulowy Pulveriset firmy Fritsch, określony jako wysokoenergetyczny (proces mechanicznego mielenia).

Młyn wysokoenergetyczny został wykorzystany do wytworzenia proszków kompozytowych - rozdrobnionych i trwale połączonych proszków aluminium i fazy międzymetalicznej. Parametry procesu wytwarzania proszków kompozytowych w młynku wysokoenergetycznym zestawiono w tabeli 3.

TABELA 3. Parametry procesu mechanicznego mielenia
TABLE 3. Mechanical milling process parameters

Stosunek - masa kul/masa proszku	6:1
Średnica kul	20 mm
Materiał kul	Stal AISI 420
Czas mielenia	10 i 18 godz.
PCA	Microwax (1%)
Zawartość fazy wzmacniającej	5, 10, 15% masowo

W celu oceny własności technologicznych proszków kompozytowych zgodnie z normą MPIF [8] zmierzono ich gęstość nasypową oraz sypkość, jak również wykonano badania morfologiczne i metalograficzne w skaningowym mikroskopie elektronowym.

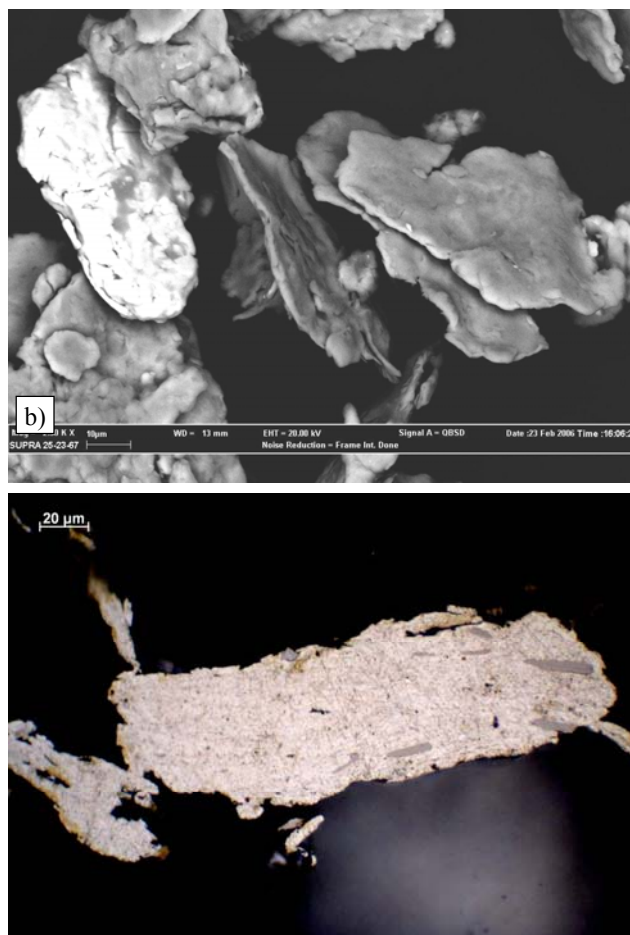
W trakcie badań przygotowano trzy zestawy próbek zawierających odpowiednio 5, 10 i 15% masowych cząstek wzmacniających mieszanych z proszkiem materiału osnowy oraz mielonych w młynie planetarnym. Mieszanka proszków wyjściowych, jak również proszki kompozytowe otrzymane w procesie mechanicznego mielenia były prasowane na zimno w formie o średnicy 25 mm pod ciśnieniem 300 MPa, a następnie wyciskane w temperaturze $500 \pm 510^\circ C$ z wykorzystaniem zawiesziny grafitu w oleju jako substancji poślizgowej bez odgazowania i koszulki osłonowej. W procesie wyciskania otrzymano pręty o średnicy 5 mm i długości 250 mm.

W celu określenia własności mechanicznych, w tym wytrzymałości na rozciąganie, wykonano statyczną próbę rozciągania próbek (nieobrabianych mechanicznie prętów) o długości pomiarowej 50 mm. Metodą Vickersa zmierzono twardość wytworzonych materiałów kompozytowych na zglądach poprzecznych do kierunku wyciskania. Badania mikrostruktury wykonano

z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego i skaningowego mikroskopu elektronowego.

WYNIKI BADAŃ

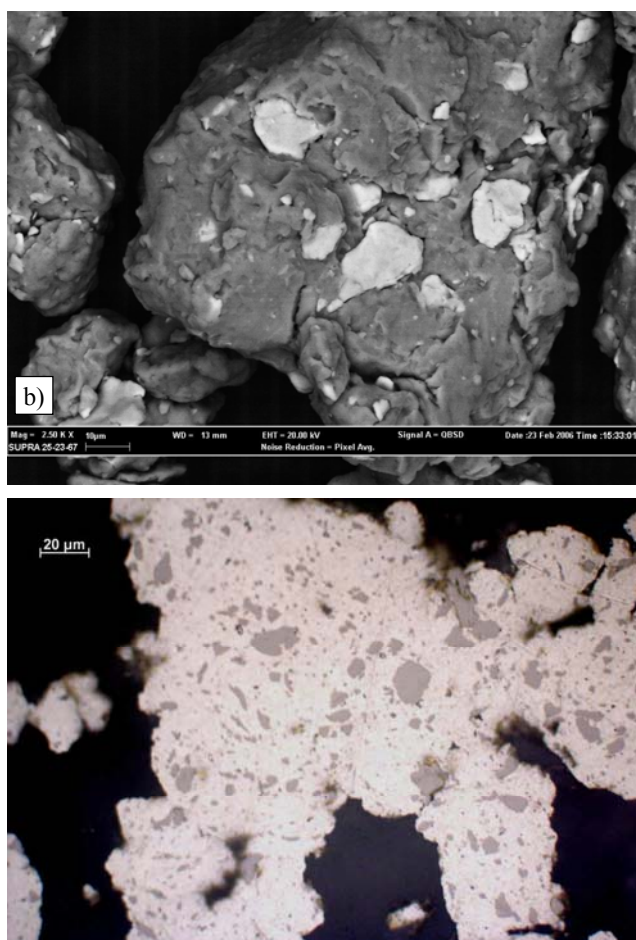
W odróżnieniu od procesów odlewniczych zastosowanie procesów metalurgii proszków PM umożliwia wytwarzanie materiałów kompozytowych o szerokim zakresie zawartości cząstek wzmacniających bez konieczności stosowania dodatkowych zabiegów i bez typowej dla tych pierwszych segregacji. Badania morfologii proszków mieszanych w młynie horyzontalnym pozwalają stwierdzić, że proces ten nie zmienia morfologii proszków, pozwala na bardziej równomierne rozmieszczenie cząstek wzmacniających w materiale osnowy, ale nie jest w stanie całkowicie wyeliminować aglomeracji cząstek wzmacniających. Proces mechanicznego mielenia poprawia znakomicie rozmieszczenie cząstek wzmacniających w materiale osnowy.



Rys. 2. Morfologia (a - SEM) i mikrostruktura (b - LM) proszków kompozytowych EN AW6061+5% Ti_3Al po 10 godz. mielenia mechanicznego

Fig. 2. Morphology (a - SEM) and microstructure (b - LM) of composite powders particles EN AW6061+5% Ti_3Al after 10 h of mechanical milling

Jednakże, jak widać na rysunku 2, przedstawiającym odpowiednio morfologię oraz mikrostrukturę proszków kompozytowych po 10 godz. mechanicznego mielenia, cząstki te są mocno spłaszczone. Odkształcenie plastyczne obejmuje zarówno materiał osnowy, jak również materiał międzymetalicznej fazy wzmacniającej. W procesie wysokoenergetycznego mechanicznego mielenia w jego początkowym okresie dominują procesy odkształcenia plastycznego proszków, podczas gdy w drugiej fazie dominujący jest proces zgrzewania i ich pękania. Można zatem stwierdzić, że po 10 godz. proces jest w początkowym stadium. Ilekroć cząstki wzmacniające znajdują się pomiędzy cząstkami stopu aluminium podczas zderzeń z mielnikami bądź ścianą młynka, dochodzi do ich połączenia w wyniku zgrzewania i tworzenia proszków kompozytowych. W wyniku umocnienia zgniotowego cząstki zaczynają łamać się, a następnie ponownie zgrzewać się. Równowaga pomiędzy procesem pękania cząstek i ich zgrzewania prowadzi do tworzenia się cząstek równoosiowych. Morfologię i mikrostrukturę proszków kompozytowych z 15% udziałem fazy wzmacniającej po 18 godz. mechanicznego mielenia przedstawia rysunek 3.



Rys. 3. Morfologia (a - SEM) i mikrostruktura (b - LM) proszków kompozytowych EN AW6061+15%Ti₃Al po 18 godz. mielenia mechanicznego

Fig. 3. Morphology (a - SEM) and microstructure (b - LM) of composite powders particles EN AW6061+15%Ti₃Al after 18 h of mechanical milling

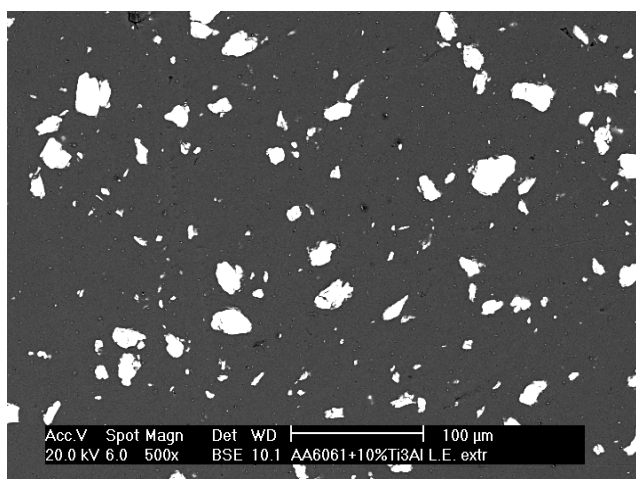
Analizując mikrostrukturę otrzymanych proszków, można stwierdzić, że wydłużenie czasu mielenia wpłynęło zarówno na poprawę rozmieszczenia cząstek wzmacniających, jaki również pozwala na wytworzenie proszków o cząstkach równoosiowych. Dodatkowo można zauważyć, że międzymetaliczna faza wzmacniająca uległa odkształceniu plastycznemu, jak również fragmentacji, co nie jest możliwe do osiągnięcia w procesie niskoenergetycznym.

Dodatkową wielkością, która wskazuje, że proces mechanicznego mielenia osiągnął stan ustalony, jest wzrost gęstości nasypowej mielonych proszków. Spłaszczone cząstki posiadają mniejszą zdolność upakowania w przeciwieństwie do cząstek równoosiowych proszków w stanie wyjściowym lub po osiągnięciu stanu ustalonego po mechanicznym mieleniu. W tabeli 4 zestawiono wartości gęstości nasypowej i sypkości dla proszku stopu aluminium w stanie wyjściowym i proszków kompozytowych po 18 godz. mechanicznego mielenia.

TABELA 4. Gęstość nasypowa i sypkość proszków
TABLE 4. Apparent density and flow rate

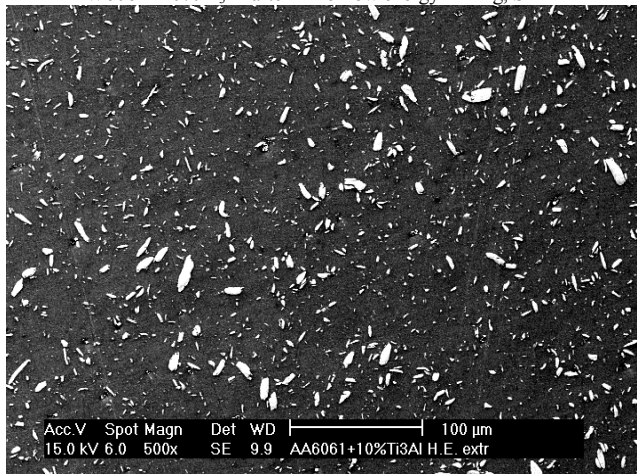
Rodzaj proszku	Gęstość nasypowa g/cm ³	Sypkość s
EN AW6061	1,16	nie przesypuje się
EN AW6061+5%Ti ₃ Al	1,18	4,13
EN AW6061+10%Ti ₃ Al	1,20	4,02
EN AW6061+15%Ti ₃ Al	1,22	3,96

W zależności od wielkości cząstek wzmacniających i ich kształtu, rodzaju materiału i różnic w gęstości w materiałach kompozytowych mogą tworzyć się aglomeracje cząstek wzmacniających. Jakkolwiek proces wyciskania częściowo eliminuje ten problem, występowanie aglomeracji cząstek wzmacniających jest najczęstszą przyczyną utraty własności w grupie tych materiałów. Bez wątplenia proces mechanicznego mielenia pozwala na poprawę rozmieszczenia cząstek wzmacniających w materiale osnowy.



Rys. 4. Mikrostruktura zglądu poprzecznego wyciskanego materiału kompozytowego EN AW6061+10%Ti₃Al po 2 godz. mieszania niskoenergetycznego, SEM

Fig. 4. Microstructure of cross section of extruded composite EN AW6061+10%Ti₃Al after 2 h of low energy mixing, SEM

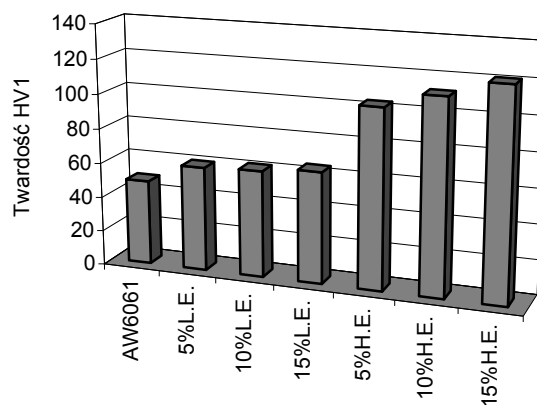


Rys. 5. Mikrostruktura zglądu poprzecznego wyciskanego materiału kompozytowego EN AW6061+10%Ti₃Al po 18 godz. mielenia wysokoenergetycznego, SEM

Fig. 5. Microstructure of cross section of extruded composite EN AW6061+10%Ti₃Al after 18 h of mechanical milling, SEM

Obserwacje mikrostruktury (rys. rys. 4 i 5) materiałów kompozytowych z 10% udziałem wzmocnienia wyciskanych z proszków wyjściowych po mieszanii i proszków kompozytowych po 18 godz. mechanicznego mielenia pozwalają stwierdzić dużą różnicę zarówno wielkości cząstek, jak i ich rozmieszczenia w materiale osnowy. W przypadku materiałów kompozytowych przygotowanych z udziałem mechanicznego mielenia widoczne jest bardziej równomierne rozmieszczenie drobnych cząstek wzmocniających w materiale osnowy.

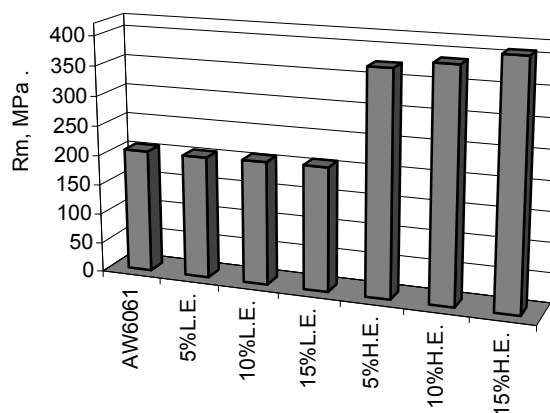
Mechaniczne mielenie poprzez wysoki stopień odkształcenia plastycznego, rozdrobnienie mikrostruktury, jak również umocnienie dyspersyjne cząstkami faz metalicznych oraz tlenków powoduje wyraźny wzrost twardości i wytrzymałości na rozciąganie.



Rys. 6. Twardość badanych materiałów kompozytowych (L.E. - proces niskoenergetyczny, H.E. - proces wysokoenergetyczny)

Fig. 6. Hardness of the investigated composites (L.E. - low energy process, H.E. - high energy process)

Wyniki badań twardości i wytrzymałości na rozciąganie próbek z wytworzonych materiałów kompozytowych zestawiono na rysunkach 6 i 7. Analizując wyniki badań, można stwierdzić wyraźny wpływ mechanicznego mielenia na wartości mierzonych wielkości. Na przedstawianych wykresach zamieszczono dla porównania wyniki pomiarów tych wartości dla materiału osnowy wyciskanego w tych samych warunkach, oznaczenia L.E. i H.E. odnoszą się odpowiednio do procesu niskoenergetycznego mieszania w młynie horyzontalnym oraz wysokoenergetycznego mielenia w młynie planetarnym. Można zauważyć, że wprowadzenie cząstek wzmocniających w niewielkim stopniu zwiększyło twardość i wytrzymałość na rozciąganie wytworzonych w ten sposób materiałów kompozytowych, podczas gdy połączenie tego procesu z mechanicznym mieleniem powoduje ponad 2-krotny wzrost twardości oraz nie-mal 2-krotny wzrost wytrzymałości na rozciąganie, co niewątpliwie świadczy o dobrym połączeniu cząstek wzmocniających z materiałem osnowy.



Rys. 7. Wytrzymałość na rozciąganie badanych materiałów kompozytowych (L.E. - proces niskoenergetyczny, H.E. - proces wysokoenergetyczny)

Fig. 7. Ultimate tensile strength of the investigated composites (L.E. - low energy process, H.E. - high energy process)

WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, że w procesie mechanicznego mielenia można otrzymać proszki kompozytowe o jednorodnym rozłożeniu rozdrobnionej fazy wzmacniającej. Materiały kompozytowe otrzymane z proszków kompozytowych po mechanicznym mieleniu posiadają mikrostrukturę równomiernie rozłożonych rozdrobnionych cząstek fazy międzymetalicznej w materiale osnowy, sprzyjającą osiągnięciu lepszych własności wytrzymałościowych. Twardość materiałów kompozytowych otrzymanych z wykorzystaniem procesu wysokoenergetycznego mielenia rośnie ponad 2-krotnie, podczas gdy twardość materiałów kompozytowych otrzymanych w procesie niskoenergetycznego mieszania wzrasta o $20 \div 25$ HV₁ w stosunku do twardości materiału osnowy. Rozdrobnienie mikrostruktury połączone z dyspersyjnym umocnieniem cząstkami międzymetalicznymi wpływa na wzrost wytrzymałości na rozciąganie, materiały kompozytowe z 15% udziałem fazy wzmacniającej osiągają wytrzymałość na rozciąganie $R_m = 400$ MPa. Wprowadzenie cząstek fazy wzmacniającej w niewiel-

kim stopniu oddziałuje na wytrzymałość na rozciąganie stopów po niskoenergetycznym mieszaniu.

LITERATURA

- [1] Lindroos K., Talvitie M.J., Journal of Materials Processing Technology 1995, 53, 273.
- [2] Yamada M., Unakoshi Y., Intermetallic Compounds, Nikkan Kogyo Press, Tokyo 1983.
- [3] Liu Y.B., Lim S.C., Lu L., Lai M.O., Journal of Materials Science 1994, 29, 1999.
- [4] Torralba J.M., da Costa C.E., Velasco F., Journal of Materials Processing Technology 2003, 133, 203.
- [5] Dobrzański L.A., Włodarczyk A., Adamiak M., Journal of Materials Processing Technology 2005, 162, 27.
- [6] Torralba J.M., Velasco F., da Costa C.E., et al, Composites Part A 2002, 33, 427.
- [7] Adamiak M., Fogagnolo J.B., Ruiz Navas E.M., Dobrzański L.A., Torralba J.M., Journal of Materials Processing Technology 2004, 155-156, 2002.
- [8] MPIF Standard 04, Determination of Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders Using the Hall Apparatus.

Recenzent
Mikołaj Szafran