

Edward Fraś¹, Andrzej Kolbus², Andrzej Janas³

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Odlewnictwa, ul. Reymonta 23, 30-059 Kraków

PORÓWNANIE NIEKTÓRYCH WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH KOMPOZYTÓW *EX SITU* TYPU DURALCAN Z KOMPOZYTAMI *IN SITU* TYPU Al-TiC

W pracy opisano metodę *in situ* otrzymywania kompozytów Al-TiC o udziale objętościowym TiC 5% oraz 10%, ich strukturę oraz wyniki badań rentgenograficznych i mechanicznych, które następnie porównano z analogicznymi badaniami właściwości kompozytu Duralcan, zawierającego 5 i 10% cząstek SiC.

SELECTED MECHANICAL PROPERTIES OF *IN SITU* Al-TiC COMPOSITES COMPARED WITH AN *EX SITU* DURALCAN-SiC COMPOSITES

Aluminium - based composites reinforced with particles of alien phases (MMCs) are considered products of the advanced technology. The service properties of MMCs can be controlled through changes in the type, content and dimension of reinforcing particles. In the case of MMCs based on aluminium alloys, the reinforcing particles used are most often carbides TiC, SiC, ZrC, oxides Al_2O_3 , TiO_2 , MgO, ZrO_2 , nitrides BN, TiN, Si_3N_4 and borides TiB_2 , ZrB_2 , SiB_2 . In conventional route MMCs are fabricated by the *ex situ* methods, where the reinforcing phases are introduced to the metal bath by e.g. vortex process. A new interesting method of making composites is *in situ* process, where the reinforcing phases are produced directly in liquid metal as a result of the chemical reaction proceeding therein. In the *in situ* process it is possible to create a reinforcing phase nucleating in the metal bath, which ensures an excellent contact between this phase and the matrix enhanced by the phenomenon of a wettability of that phase by liquid alloy. In this paper the SHSB method of fabrication of the *in situ* composites Al-TiC was applied. The investigation was carried out on powdered titanium, aluminium and carbon of which after making the blend homogeneous and squeezed, briquettes of stoichiometric composition ensuring proper condition for the synthesis of TiC were formed. The synthesis of the composites was performed in a Balzers vacuum furnace, under argon protective atmosphere. After the exothermic reaction had taken place in the briquette and a suspension of TiC in aluminium alloys had been formed, the material was cast into steel mould. From the obtained castings, samples were taken for metallographic, structural and mechanical tests. In the second part of the experiment the Duralcan-SiC alloys were prepared. The X-ray examinations have revealed the presence of carbides TiC and Al_3Ti in the Al-TiC alloys (Fig. 1a), and carbides SiC and Al_4C_3 in the Duralcan-SiC alloys (Fig. 1b). The structures of these two alloys are presented in Figure 2.

Finally, the mechanical tests based on the test of isothermal squeezing at temperature 293 K were performed (Figs 3 and 4). The results of this tests showed the Al-TiC MMCs have higher strenght compared with the Duralcan-SiC composites (Fig. 5).

WSTĘP

Metalowe materiały kompozytowe (MMCs) uzyskuje się poprzez wprowadzenie do metalu lub stopu drugiego komponenta (metalowego, ceramicznego lub intermetalików) w postaci cząstek - jako fazy wzmacniającej. Umocnienie to pozwala zwiększyć wytrzymałość, twardość, sztywność i odporność na zużycie cierne materiałów kompozytowych. Metalowe materiały kompozytowe można podzielić na kompozyty *ex situ* i *in situ*. W przypadku kompozytów *ex situ* fazę wzmacniającą przygotowuje się w odrębnym procesie, a następnie wprowadza do materiału osnowy. Jedną z metod otrzymywania kompozytów *ex situ* jest proces „vortex”, polegający na wymieszaniu fazy wzmacniającej z ciekłym lub stało-ciekłym stopem osnowy. Jako cząstki umacniające stosuje się: węgliki (TiC, SiC, ZrC), tlenki (Al_2O_3 , TiO_2 , MgO, ZrO_2), azotki (BN, Si_3N_4 ,

TiN, ZrN), borki (TiB_2 , ZrB_2 , SiB_2), krzemki ($MoSi_2$) czy rozdrobnione cząstki intermetalików (Ni_3Al , NiAl, Fe_3Al , FeAl, Ti_3Al , TiAl [8]. Najbardziej rozpowszechnionym tworzywem na osnowę metalową są stopy metali lekkich, takich jak aluminium, tytan czy magnez. Na skalę przemysłową kompozyty *ex situ* otrzymywane metodą mieszania produkuje między innymi amerykańska firma ALCAN ALUMINIUM CORPORATION [1]. Są to kompozyty metalowe (pod nazwą Duralcan) na bazie odlewniczych stopów aluminium, zbrojone cząstkami SiC. Kompozyty aluminiowe umocnione SiC znalazły zastosowanie w przemyśle motoryzacyjnym. Wykonuje się z nich elementy silników (tłoki, tuleje cylindrowe) czy też podzespoły układów hamulcowych, pracujących w warunkach intensywnego zużycia cierne i

¹ prof. zw. dr hab. inż., ² mgr inż., ³ dr

szoków termicznych (tarcze i bębny hamulcowe) [2]. W odróżnieniu do kompozytów *ex situ* w kompozytach *in situ* faza wzmacniająca powstaje w ciekłej osnowie kompozytu podczas procesu metalurgicznego w wyniku reakcji chemicznych zachodzących pomiędzy składnikami kompozytu.

Do zalet procesu *in situ* można zaliczyć:

- wysoką stabilność termodynamiczną a w konsekwencji brak reakcji na granicy osnowa-umocnienie),
- czystość powierzchni międzyfazowej (brak utlenionej powierzchni cząstek, co wynika z reakcji zachodzących wewnątrz kąpieli metalowej),
- dobrą zwilżalność fazy umacniającej metalem osnowy,
- możliwość uzyskania mniejszych cząstek równomiernie rozmieszczonych w całej objętości osnowy (wielkość cząstek $0,5 \div 5 \mu\text{m}$), co daje lepsze efekty umocnienia.

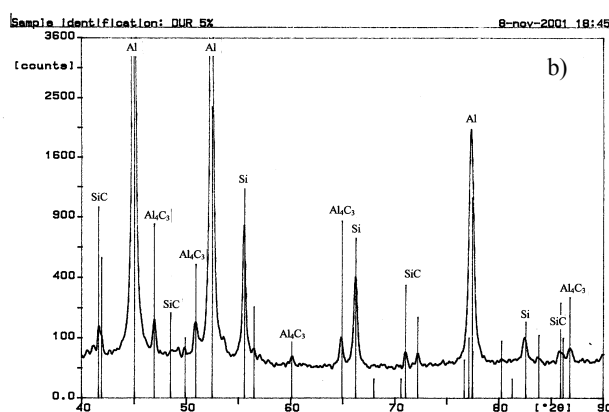
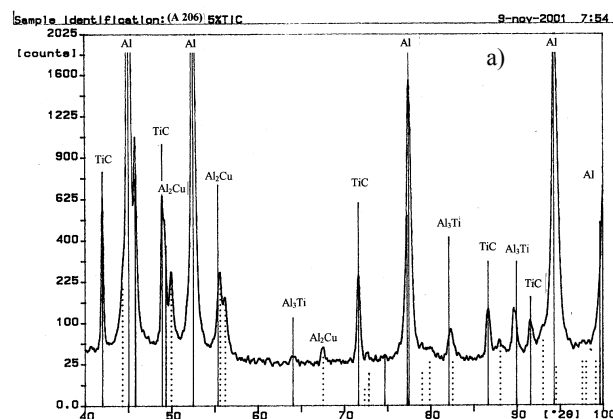
Dobierając odpowiednio skład stopu na osnowę kompozytu *in situ* można przeprowadzić syntezę takich faz umacniających, jak TiC, B_4C , Cr_2C_6 , BN, TiB_2 .

METODYKA I WYNIKI BADAŃ

Spośród różnych metod otrzymywania kompozytów *in situ* w niniejszej pracy wybrano syntezę węglików TiC drogą samorzutnej reakcji egzotermicznej w kąpieli stopów aluminium (metoda SHSB) [3, 4, 9]. W metodzie tej brykiety sporządzone z proszków metali oraz węgla umieszcza się na powierzchni lub wprowadza do ciekłego stopu znajdującego się w tyglu umieszczonym w piecu. Kąpiel metalowa spełnia tu zarówno rolę medium chłodzącego reakcję egzotermiczną, jak i rozcieńczalnika. Prowadząc syntezę w piecu indukcyjnym dodatkowo występujący proces mieszania kąpieli, spowodowany siłą elektrodynamiczną pola cewki indukcyjnej, powoduje erozję brykiety i rozproszenie produktów reakcji w całej objętości stopu. Stosując różne czasy syntezy oraz zmienne masy brykietów, można sterować wielkością cząstek fazy umacniającej oraz jej udziałem objętościowym w otrzymanym kompozycie.

Badania przeprowadzono z wykorzystaniem proszków tytanu, aluminium i węgla o wymiarze ziaren około $40 \mu\text{m}$, z których po ujednorodnieniu mieszaniny i sprasowaniu pod ciśnieniem 500 MPa utworzono brykiety o stechiometrycznym składzie chemicznym, zapewniającym możliwość zajścia reakcji TiC. Syntezę SHSB wykonano w próżniowym piecu VSG-02 firmy Balzers, w temperaturze 1473 K, w atmosferze ochronnej czystego argonu (pod ciśnieniem $p = 10^{-4} \text{ Pa}$). Po zajściu reakcji egzotermicznej w brykiecie i powstaniu węglików TiC w ciekłej osnowie (stop aluminium A 206) materiał odlewano do stalowej kokili. Z tak otrzymanych kompozytów Al-5% obj. TiC oraz Al-10% obj. TiC wykonano próbki do badań metalograficznych, strukturalnych i

wytrzymałościowych. W drugiej części eksperymentu przygotowano kompozyty Duralcan - zawierające 5 i 10% obj. SiC i podobnie jak w części pierwszej pobrano próbki do badań metalograficznych, rentgenostrukturalnych, a także do badań wytrzymałościowych. Przykładowe dyfraktogramy kompozytów: Al-5% TiC i Duralcan-5% SiC przedstawiono na rysunku 1, a mikrostruktury badanych kompozytów na rysunku 2.



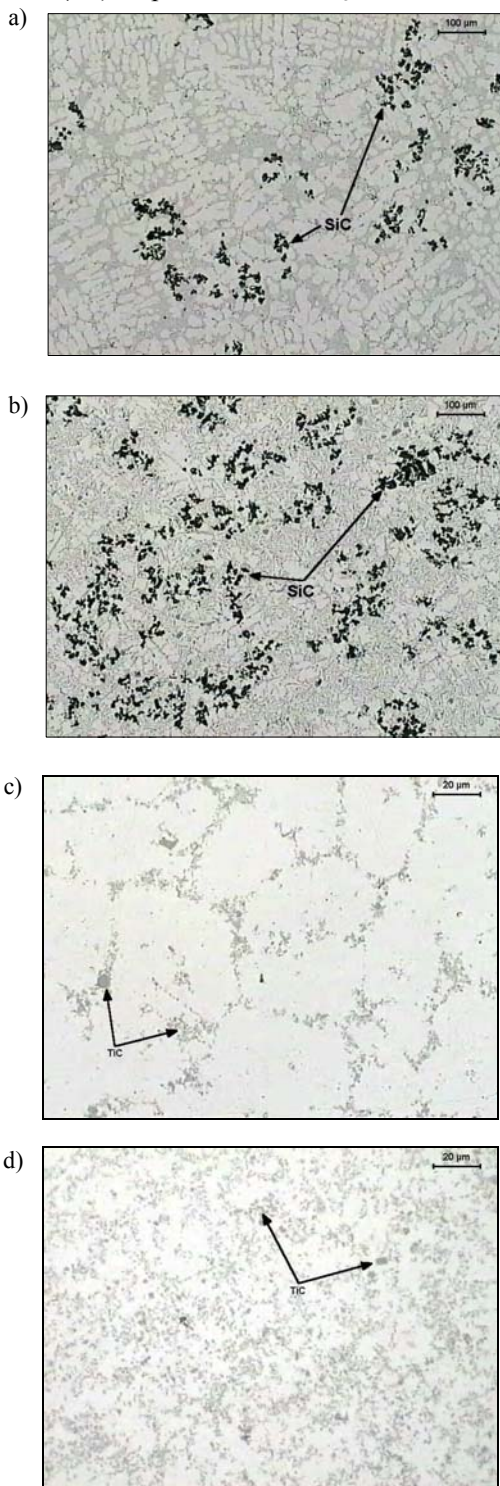
Rys. 1. Dyfraktogramy X-ray próbek kompozytów: a) Al-5% TiC, b) Duralcan-5% SiC

Fig. 1. X-ray diffraction results from composites: a) Al-5% TiC, b) Duralcan-5% SiC

Na dyfraktogramie przedstawionym na rysunku 1a widoczne są refleksy od faz wchodzących w skład osnowy stopu Al+TiC oraz od fazy wzmacniającej TiC, powstałej w wyniku syntezy SHSB. Morfologia tej fazy przy powiększeniach 100 i 500x przedstawiona jest na rysunkach 2c i 2d. Faza ta rozmieszczona jest głównie w przestrzeniach międzydendrytycznych, tworząc siatkę drobnych wydzieleni węglików TiC (rzędu wielkości $2 \div 4 \mu\text{m}$).

Dyfraktogram przedstawiony na rysunku 1b uwiadamia refleksy dyfrakcyjne próbki kompozytu Duralcan-5% SiC, wykazując również obecność niekorzystnej dla kompozytów fazy Al_4C_3 . Jak pokazano na rysunkach 2a i 2b, wydzielenia węglika krzemu rozmieszczone są w przestrzeniach międzydendrytycznych osnowy. Węgliki SiC występują w postaci kolonii,

a pojedyncze wydzielienia są o rząd wielkości większe (około 20 μm) w porównaniu z cząstkami TiC.

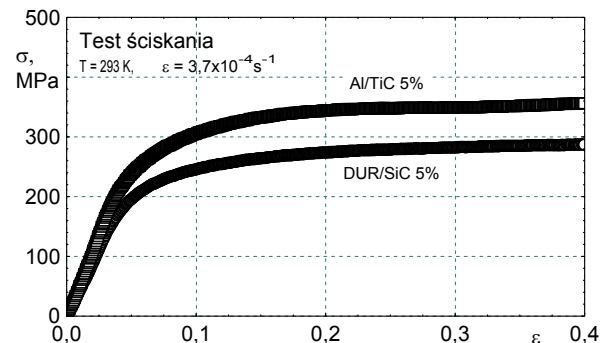


Rys. 2. Mikrostruktura kompozytów: a) Duralcan-5% SiC, pow. 100x, b) Duralcan-10% SiC, pow. 100x, c) Al-5% TiC, pow. 500x, d) Al-10% TiC, pow. 500x

Fig. 2. Microstructure of composites: a) Duralcan-5% SiC, pow. 100x, b) Duralcan-10% SiC, pow. 100x, c) Al-5% TiC, pow. 500x, d) Al-10% TiC, pow. 500x

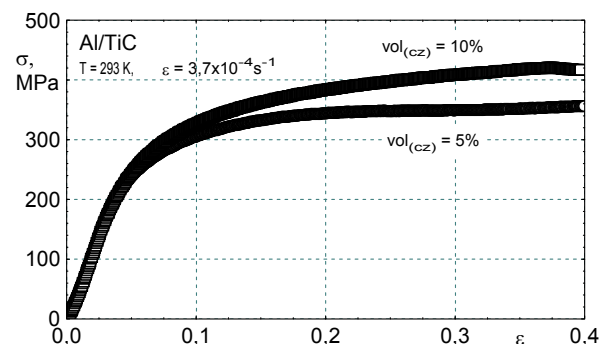
Dla kompozytów Duralcan-5% SiC oraz Al-5% TiC przeprowadzono badania wytrzymałościowe w izotermicznym teście ściskania, w temperaturze 293 K oraz

prędkości odkształcenia $3,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Wyniki tych badań przedstawiono na rysunku 3. Z ww. zależności wiadać, że w całym zakresie zastosowanych odkształceń wartość naprężenia σ jest o około 30% wyższa dla kompozytu Al-5% TiC w porównaniu z kompozytem Duralcan-5% SiC. Analogiczne badania porównawcze przeprowadzono dla kompozytów *in situ* Al-5% TiC i Al-10% TiC. Badania te potwierdziły wzrost właściwości wytrzymałościowych wraz ze wzrostem udziału objętościowego fazy wzmacniającej TiC w kompozycie typu Al-TiC (rys. 4).



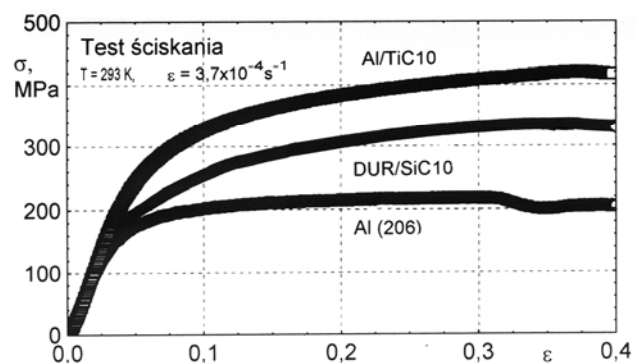
Rys. 3. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego σ w funkcji stopnia odkształcenia ε dla kompozytów: Al-5% TiC oraz Duralcan-5% SiC

Fig. 3. Values of the stress of plastic flow σ as a function of the deformation degree ε for composites: Al-5% TiC and Duralcan-5% SiC



Rys. 4. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego σ w funkcji stopnia odkształcenia ε dla kompozytów: Al-5% TiC oraz Al-10% TiC

Fig. 4. Values of the stress of plastic flow σ as a function of the deformation degree ε for composites: Al-5% TiC and Al-10% TiC



Rys. 5. Wielkości naprężenia płynięcia plastycznego σ w funkcji stopnia odkształcenia ε dla kompozytów: Al-10% TiC, Duralcan-10% SiC oraz osnowy Al (A206)

Fig. 5. Values of the stress of plastic flow σ as a function of the deformation degree ε for composites: Al-10% TiC, Duralcan-10% SiC oraz osnowy Al (A206)

Na rysunku 5 zestawiono wyniki testu ściskania kompozytów Al-10% TiC, Duralcan-10% SiC oraz stopu osnowy Al (A206).

Najkorzystniejszy rezultat uzyskano dla kompozytu Al-10% TiC.

WNIOSKI

1. Zastosowanie metody SHBB pozwoliło wytworzyć w odlewniczym stopie Al (A206) węgliki TiC, w wyniku czego powstał kompozyt *in situ* Al-TiC.
2. W porównaniu do kompozytu Duralcan wymiary cząstek wzmacniających TiC w kompozycie *in situ* Al-TiC są o rząd wielkości mniejsze od cząstek SiC.
3. Wybrane właściwości wytrzymałościowe (próba izotermicznego ściskania) wskazują na wyższą wytrzymałość kompozytu *in situ* Al-TiC w stosunku do kompozytu *ex situ* Duralcan-SiC.

LITERATURA

[1] Alcan Aluminium Corporation; US Patent 4 786467, 1988.

- [2] Górny Z., Sobczak N., Metalowe materiały kompozytowe, I Polska Konferencja Naukowa Materiały Kompozytowe, Kraków 1992.
- [3] Lloyd D.J., Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites, International Materials Reviews 1994, 39, 1, 1-24.
- [4] Sobczak J., Wojciechowski A., Kompozyty metalowe w prze- myśle samochodowym, IV Seminarium PTMK Kompozyty 2000 - Teoria i praktyka, Częstochowa-Jaszowiec 2000, 159-169.
- [5] Froyen L., In situ processing of metal matrix composites: An overview. Proceeding of the International Conference Light Alloys and Composites, Zakopane 1999, 15-29.
- [6] Fraś E., Janas A., Kolbus A., Hugo Lopez, Metoda SHSB syntezy kompozytów *in situ* Al-TiC, IV Seminarium PTMK Kompozyty 2000 - Teoria i praktyka, Częstochowa-Jaszowiec 2000, 201-207.
- [7] Lee S., Euh K., Kim W.S., Shin K., Vacuum compo-casting process of A 356 aluminium alloy composites reinforced with SiC particulates, Aluminium Transaction 1999, 1, 41-49.
- [8] Ibrahim A., Mohamed F.A., Lavernia E.J., Particulate reinforced metal matrix composites - a review, Journal of Materials Science 1997, 26, 1137-1156.
- [9] Janas A., Podstawy wytwarzania kompozytu Al-TiC i ocena jego wybranych właściwości mechanicznych, Praca doktorska, Wyd. Odlewnictwa AGH, Kraków 1998.

Recenzent
Michał Szweycer