

Spiekane kompozyty magnezowe typu *in situ*

Sintered *in situ* magnesium matrix composites

ANITA OLSZÓWKA-MYALSKA *

DOI: 10.17814/mechanik.2016.5-6.58

Międzynarodowa Konferencja IMT 2016

W artykule przedstawiono możliwości wykorzystania metalurgii proszków do wytwarzania kompozytów z osnową magnezową umacnianych fazami wytworzonymi *in situ* z reaktywnych komponentów. Problem zilustrowano na przykładzie mieszaniny mikroziarnistych proszków Mg-Ti-Al oraz mieszaniny mikroziarnistego proszku Mg z nanoziarnistym proszkiem SiO₂. Scharakteryzowano efekty strukturalne i umocnienie.

SŁOWA KLUCZOWE: kompozyt magnezowy *in situ*, nanoproszki, dyfuzja reaktywna

The possibilities of powder metallurgy application for fabrication of magnesium matrix composites with reinforcing phases formed in situ due to reactive components interaction were presented. As an issue illustrating the mixture of micro-sized Mg-Ti-Al powders and micro-sized Mg with nanosized SiO₂ were applied. There were characterized a structural and strengthening effects.

KEYWORDS: *in situ* magnesium matrix composite, nanopowders, reactive diffusion

Metalowe materiały kompozytowe na osnowie stopów lekkich, w których cząstki o różnej morfologii, poprawiające właściwości mechaniczne i zapewniające odpowiednie właściwości cienne i inne, powstają w trakcie procesu technologicznego, należą do grupy kompozytów typu *in situ*. To odróżnia je od kompozytów typu *ex situ* zawierających cząstki, np. SiC, Al₂O₃, wytworzone w procesach technologicznych poprzedzających ich łączenie z metalem. Podstawową zaletą kompozytów *in situ* jest pozbawiona mikro- i nano-zanieczyszczeń powierzchnia rozdziału pomiędzy metalową osnową i fazą zbrojącą [1]. Istnieje również możliwość sterowania jednorodnością, wielkością i kształtem nowych faz, które determinują dyspersja fazy reaktywnej oraz kinetyka reakcji [1÷4]. Korzystnym rozwiązaniem technologicznym w przypadku kompozytów *in situ*, w tym magnezowych zawierających cząstki, są procesy metalurgii proszków. Po przeprowadzonej analizie termodynamicznej dla konkretnego układu komponentów przygotowuje się reaktywne mieszaniny proszkowe, a następnie dobiera warunki konsolidacji komponentów i syntezy nowych faz (czas, temperaturę, ciśnienie, atmosferę). Oprócz składu fazowego mieszaniny proszków poddawanych konsolidacji kluczową rolę odgrywa sposób ich mieszania, zwłaszcza gdy jako komponent reaktywny zastosowany zostanie nanoproszek, gdyż występowanie segregacji w postaci skupisk ziaren proszków reaktywnych jest niekorzystne. Najprostszym rozwiązaniem w odniesieniu do magnezowych kompozytów *in situ* jest wykorzystanie reakcji z magnezem czystego składnika. Przykładem może być Si [6] i powstanie fazy Mg₂Si. Istnieją jednak rozwiązania bardziej złożone, w których składnik reaktywny generuje w osnowie magnezowej więcej faz, co zostało przedstawione w niniejszej pracy.

Charakterystyka komponentów i technologii

Do wytworzenia spieków zastosowano proszki mikroziarniste Mg (globularne, 25÷66 μm, 99%, Sigma Aldrich), Ti (wielościennie, 44 μm, 99,9%, Sigma Aldrich), Al (płatkowe, 25÷100 μm, 99,7%, Benda-Lutz Skawina) oraz nanoziarnisty proszek SiO₂ (5 nm, aerosol, Sigma Aldrich) [5, 7].

Przygotowano mieszaninę proszków mikroziarnistych Mg-Ti-Al, w której stosunek masowy składników wynosił odpowiednio 10,5 : 6 i 1 : 3,4, oraz mieszaninę proszków mikroziarnistego Mg i nanoziarnistego SiO₂, w których stosunek masowy komponentów wynosił 10 : 0,3 i 10 : 1 (odpowiednio 2 i 6% obj.) Zastosowano mieszanie mechaniczne połączone z ultradźwiękowym, a medium robocze stanowił alkohol etylowy. Taka procedura dla mieszanin komponentów mikroziarnistych eliminuje skupiska (klastery) proszku o tym samym składzie fazowym i zapewnia jednorodne rozmieszczenie komponentów. Natomiast w przypadku mieszaniny proszków mikro- z nano- najpierw rozbijane są skupiska proszku nanoziarnistego, a potem następuje jego kontrolowane osadzanie na powierzchni proszku mikroziarnistego, co zapewnia najbardziej korzystny front reakcji pomiędzy komponentami.

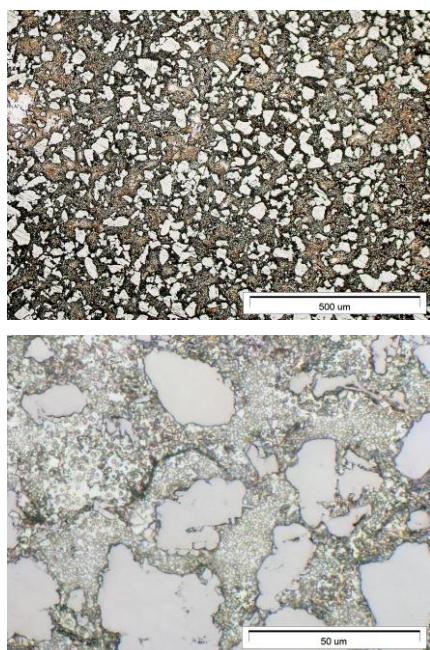
Do konsolidacji mieszanin proszków wykorzystano prasę Degussa i przeprowadzono dwustopniowe prasowanie na gorąco w próżni 2,8 Pa. Pozwoliło to wyeliminować efekty utleniania oraz powstawanie mikroporów wynikające zarówno z dyfuzji reaktywnej (efekt Kirkendalla), jak i ze skurczu metalicznej osnowy. Dla mieszaniny Mg-Ti-Al proces prowadzono w następujących warunkach: 15 MPa, 30 min, 300 °C, a następnie 8 MPa, 30 min w temperaturze 640 °C lub 650 °C lub 660 °C, co pozwoliło przeanalizować wpływ temperatury na intensywność zachodzących efektów strukturalnych, porowatość i twardość. Mieszaniny Mg z różną zawartością nanoziarnistego SiO₂ najpierw konsolidowano w warunkach 300 °C, 1,5 MPa, 10 min, a następnie 650 °C, 8 MPa, 30 min. Dobór warunków spiekania został przeprowadzony na podstawie obliczeń termodynamicznych, wyników badań kalorymetrycznych (DSC) oraz wcześniejszych prac własnych.

Kompozyt otrzymany z mieszaniny mikroziarnistych proszków Mg, Ti i Al

Mg i Ti nie tworzą nowych faz, a ich wzajemna rozpuszczalność jest pomijalnie mała. Natomiast Al rozpuszcza się w Mg i Ti oraz tworzy z nimi nowe fazy. Spiekanie mieszaniny Mg-Ti-Al pozwoliło uzyskać kompozyty zawierające α-Mg, α-Ti, Mg₁₇Al₁₂ i Al₃Ti (wyniki XRD) niezależnie od temperatury spiekania (640÷660 °C), ale różniące się mikrostrukturą i twardością (120÷143 HV_{0,05}) [5]. W osnowie magnezowej (rys. 1) obecne jest heterofazowe zbrojenie o zróżnicowanej wielkości cząstek, tj. cząstki proszku Ti (białe) o zwiększonej twardości w stosunku do stanu wyjściowego dzięki wzbogaceniu w glin oraz drobne, nieregularne (jasne) cząstki fazy Al₃Ti skumulowane w pobliżu cząstek Ti, powstałe podczas kontaktu proszków Ti z Al oraz Ti z Al rozpuszczonym w Mg. Dodatkowo występują cząstki Mg₁₇Al₁₂,

* Dr hab. inż. Anita Olszówka-Myalska, prof. PŚI. (anita.olszowka-myalska@polsl.pl) – Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Politechnika Śląska

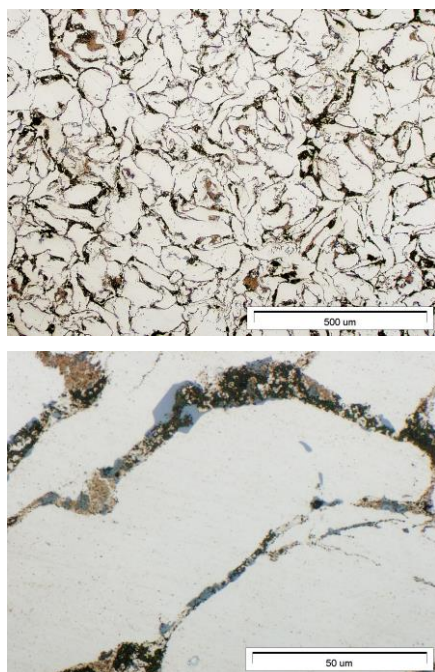
typowe dla stopów magnezu AZ, będące produktem dyfuzji reaktywnej w mieszaninie Mg–Al oraz wydzielania z roztworu α -Mg podczas chłodzenia [5].



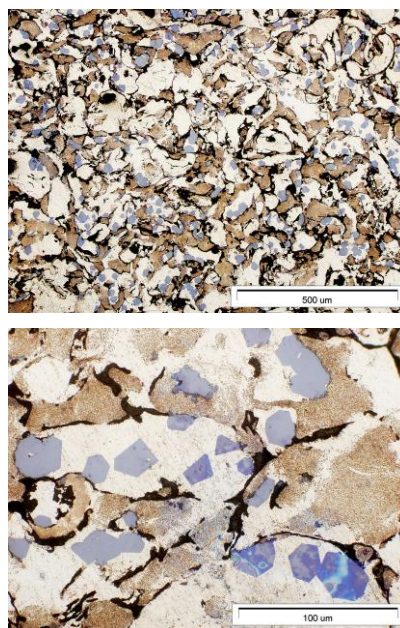
Rys. 1. Mikrostruktura spieku Mg-Ti-Al, LM

Kompozyt otrzymany z mieszaniny mikroziarnistego proszku Mg z nanoziarnistym proszkiem SiO₂

Podczas spiekania Mg z nanoziarnistym SiO₂ (rys. 2 i 3) w osnowie α -Mg (białe) powstaje Mg₂Si (regularne ziarna, błękitne) oraz MgO (skupiska drobnych, brunatnych ziaren). Rozmieszczenie faz i właściwości kompozytu zależą od składu mieszaniny. Dla kompozytu z 2% obj. n-SiO₂ (porowatość 0,09%, HB = 48) nowe fazy lokują się na granicach ziaren Mg, a dla 6% obj. n-SiO₂ (porowatość 0,32%, HB = 60) ich rozmieszczenie jest homogeniczne, ale ziarna fazy Mg₂Si są większe. Jest to konsekwencja konfiguracji komponentów na froncie reakcji. Dalsze zwiększenie udziału n-SiO₂ powoduje wzrost porowatości i obniżenie właściwości, gdyż w mieszaninie Mg–n-SiO₂ tworzą się wtórne klasterki n-SiO₂.



Rys. 2. Mikrostruktura spieku Mg-2% obj. n-SiO₂, LM



Rys. 3. Mikrostruktura spieku Mg-6% obj. n-SiO₂, LM

Podsumowanie

Przedstawione wyniki ilustrują możliwości projektowania struktury spiekanych kompozytów na osnowie magnezu z wykorzystaniem dyfuzji reaktywnej. W badanych spiekach obserwowano:

- wytworzenie nowych zdyspergowanych faz międzymetalicznych (Mg₂Si, Al₃Ti) oraz tlenkowych (MgO),
- zmianę składu osnowy magnezowej przez wygenerowanie w niej dodatkowej fazy typowej dla komercyjnych stopów magnezu (Mg₁₇Al₁₂),
- umocnienie roztworowe metalicznego komponentu zbrojącego (α -Ti).

Dobór parametrów wytwarzania spiekanych kompozytów typu *in situ* powinien najpierw obejmować skład komponentów zapewniających zakładany docelowy skład fazowy, a następnie uwzględniać ich dyspersję oraz sposób przygotowania mieszanin – determinujących warunki oddziaływania fizykochemicznego. Natomiast wstępne ustalenie parametrów konsolidacji (temperatury, czasu, ciśnienia) wymaga przeprowadzenia analiz termicznych (np. DSC [5, 7]).

LITERATURA

1. Tjong S.C., „Microstructural and mechanical characteristics of In Situ metal matrix composites”. *Materials Science and Engineering*. Vol. 29 (30) (2000): pp. 49÷113.
2. Adamiak M. „The effect of TiAl and Ti₃Al reinforcement on microstructure changes and properties of aluminium matrix composites”. *Archives of Materials Science and Engineering*. Vol. 58, No. 2 (2012): pp 55÷79.
3. Olszówka-Myalska A., Szala J., Cwajna J., „Characterization of iron aluminides formed in situ in an aluminium matrix composite”. *Materials Characterization*. Vol. 56, No. 4–5 (2006): pp. 379÷383.
4. Li H., Liu Y. „Fabrication mechanism of in-situ synthesized Al₃Ti/Mg composites by vacuum hot-pressing”. *Advanced Materials Research*. Vols. 415÷417 (2012): pp. 243÷247.
5. Olszówka-Myalska A., Przeliorz R., Rzychoń T., Misiowiec M. „Microstructure of Mg-Ti-Al composite hot pressed at different temperature”. *Solid State Phenomena*. Vol. 191 (2012): pp. 199÷207.
6. Delgado A., Cordova S., Lopez I., Nemir D., Shafirovich E. „Mechanically activated combustion synthesis and shockwave consolidation of magnesium silicide”. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 658 (2016): pp. 422÷429.
7. Olszówka-Myalska A., McDonald S.A., Withers P.J., Myalska H., Moskal G. „Microstructure of in situ Mg metal matrix composites based on silica nanoparticles”. *Solid State Phenomena*. Vol. 191 (2012): pp. 189÷198.