

**ZASTOSOWANIE MECHANICZNEGO MIELENIA DO
WYTWARZANIA MATERIAŁÓW KOMPOZYTOWYCH**M. ADAMIAK¹¹Institut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, , Politechnika Śląska,
ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice

STRESZCZENIE

W ramach pracy wykonano badania nad możliwością wytwarzania materiałów kompozytowych o osnowie stopu aluminium EN AW6061 wzmocnianych cząstkami fazy międzymetalicznej Ti_3Al w procesie mechanicznego mielenia, a następnie prasowania proszków i wyciskania na gorąco. Stwierdzono, że zmieniając czas trwania procesu mechanicznego mielenia w zasadniczy sposób oddziałuje się na morfologię materiałów proszkowych, uzyskując 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. Wytworzone materiały kompozytowe charakteryzują się równomiernym rozłożeniem rozdrobnionych cząstek wzmocniających wpływającym na podwyższenie własności mechanicznych. Mechaniczne mielenie proszków wyjściowych z utworzeniem proszków kompozytowych poprzez rozdrobnienie mikrostruktury w połączeniu z dyspersyjnym umocnieniem materiału od cząstek wzmocniających powoduje dwukrotny wzrost twardości w odniesieniu do materiału osnowy, także prowadzi do znaczącej poprawy własności mechanicznych. Materiały kompozytowe z 15% wagowym udziałem cząstek Ti_3Al osiągają wytrzymałość na rozciąganie R_m ok. 400 MPa.

Key words: aluminium matrix composites - AMCs, , mechanical milling, powder metallurgy, intermetallics, hot extrusion

1. WPROWADZENIE

¹ dr inż., marcin.adamiak@polsl.pl

Na materiałowych rynkach światowych w ostatnich latach pojawia się coraz większa gama materiałów kompozytowych, zarówno polimerowych, metalowych jak i ceramicznych. Niewątpliwie do dużego zainteresowania materiałami kompozytowymi przyczyniają się realizowane w wielu ośrodkach naukowych prace badawcze nad opracowaniem i wytwarzaniem nowych materiałów, które teoretycznie stwarzają możliwości tworzenia materiałów o zaplanowanych własnościach w szerokim ich zakresie, jakich nie uzyskują tradycyjne materiały konstrukcyjne. Specjalną grupę stanowią w tym obszarze materiały kompozytowe o osnowie Al, a wśród nich wzmacniane cząstkami nieciągłymi, 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 ostatnich latach w procesach wytwarzania materiałów kompozytowych znalazły zastosowanie procesy mechanicznego stopowania oraz mechanicznego mielenia, jakkolwiek uwaga na te procesy zwrócona została wcześniej. Procesy te stosowane przy produkcji materiałów kompozytowych wzmacnianych cząstkami, poza modyfikacją struktury w procesie mechanicznego mielenia 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 submikrokryształicznych wyraźnej poprawie ulegają własności nowo wytworzonych materiałów kompozytowych [1-8].

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

2. 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 $75\mu m$. Faza wzmacniająca Ti_3Al o wielkości cząstek nie przekraczającej $50\mu m$ wyprodukowana została przez SE-JONG Mat. Ltd (Korea), skład chemiczny zestawiono w Tabeli 2.

W celu oceny wpływu oddziaływania procesu mechanicznego mielenia proszków wyjściowych na własności badanych materiałów kompozytowych zastosowano odśrodkowy młyn kulowy Pulveriset firmy Fritsch określony jako wysokoenergetyczny.

Tabela 1. Skład chemiczny rozpylanego proszku stopu aluminium EN AW6061
 Table 1. Chemical composition of the atomised aluminium alloy powder EN AW6061

Masowe stężenie pierwiastka, %						
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 Ti3Al
 Table 2. Chemical composition of the titanium aluminide powder Ti3Al

Masowe stężenie pierwiastka, %						
Ti	Al.	V	Fe	N ₂	O ₂	H ₂
83,36	15,35	0,55	0,025	0,06	0,59	0,15

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	20mm
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 [9] zmierzono ich gęstość nasypową oraz sypkość, jak również wykonano badania morfologiczne i metalograficzne w skaningowym mikroskopie elektronowym.

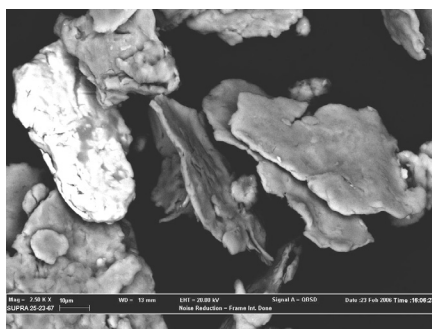
W trakcie badań przygotowano trzy zestawy próbek zawierających odpowiednio 5, 10 i 15% masowych cząstek wzmacniających mielonych z proszkiem materiału osnowy w młynie planetarnym. Proszki kompozytowe otrzymane w procesie mechanicznego mielenia były prasowane na zimno w formie o średnicy 25mm pod ciśnieniem 300MPa, a następnie wyciskane w temperaturze 500-510°C z wykorzystaniem zawiesziny grafitu

w oleju jako substancji poślizgowej bez odgazowania i koszulki osłonowej. W procesie wyciskania otrzymano pręty o średnicy 5mm i długości 250mm.

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

3. OMÓWIENIE WYNIKÓW 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 mielonych w młynie planetarnym pozwalają stwierdzić, że proces mechanicznego mielenia poprawia znakomicie rozmieszczenie cząstek wzmacniających w materiale osnowy.

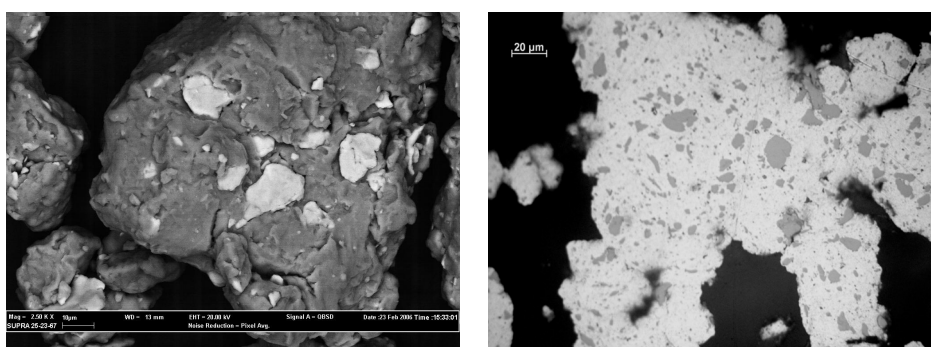


Rys. 1. Morfologia proszków kompozytowych EN AW6061+5%Ti₃Al po 10 godz. mielenia mechanicznego, SEM.

Fig. 1. Morphology of composite powders particles EN AW6061+5%Ti₃Al after 10h of mechanical milling, SEM.

Jednakże jak widać na rys. 1 przedstawiającym morfologię proszków kompozytowych po 10 godz. mechanicznego mielenia cząstki te są mocno spłaszczone. Odształcenie plastyczne obejmuje zarówno materiał osnowy jak również materiał międzymetalicznej fazy wzmacniającej. W procesie wysokoenergetycznego mechanicznego mielenia w jego początkowym okresie dominują procesy odształcenia 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 rys. 2.



Rys. 2. Morfologia (SEM) i mikrostruktura (LM) proszków kompozytowych EN AW6061+15%Ti₃Al po 18 godz. mielenia mechanicznego.

Fig. 2. Morphology (SEM) and microstructure (LM) of composite powders particles EN AW6061+15%Ti₃Al after 18h of mechanical milling.

Analizując mikrostrukturę otrzymanych proszków można stwierdzić, że wydłużenie czasu mielenia wpłynęło zarówno na poprawę rozmieszczenia cząstek wzmacniających jak również pozwala na wytworzenie proszków o cząstkach równoosiowych. Dodatkowo zauważyć można, że międzymetaliczna faza wzmacniająca uległa odkształceniu plastycznemu jak również fragmentacji.

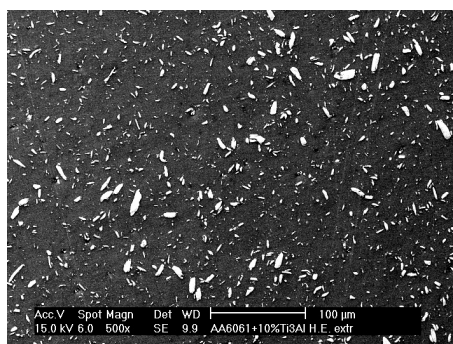
Dodatkową wielkością, która wskazuje, że proces mechanicznego mielenia osiągnął stan ustalony jest wzrost gęstości nasypowej mielonych proszków. Spłaszczone cząstki posiadają mniejszą zdolność upakowania w przeciwieństwie do cząstek równoosiowych proszków w stanie wyjściowym lub po osiągnięciu stanu 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.

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 wątpienia proces

mechanicznego mielenia pozwala na poprawę rozmieszczenia cząstek wzmacniających w materiale osnowy.

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



Rys. 3. Mikrostruktura zglądu poprzecznego wyciskanego materiału kompozytowego EN AW6061+10% Ti₃Al po 18 godz. mielenia wysokoenergetycznego, SEM.

Fig. 3. Microstructure of cross section of extruded composite EN AW6061+10% Ti₃Al after 18h of mechanical milling, SEM.

Obserwacje mikrostruktury rys. 3 materiałów kompozytowych z 10% udziałem wzmocnienia wyciskanych z proszków kompozytowych po 18 godz. mechanicznego mielenia pozwalają stwierdzić bardzo równomierne rozmieszczenie drobnych cząstek wzmacniających 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. Wyniki badań twardości i wytrzymałości na rozciąganie próbek z wytworzonych materiałów kompozytowych zestawiono w tabeli 5.

Tabela 5. Wyniki badań twardości i wytrzymałości na rozciąganie badanych próbek

Table 5. Results of hardness and ultimate tensile strength measurements for investigated samples

Rodzaj proszku	Twardość HV1	Wytrzymałość na rozciąganie R_m [MPa]
EN AW6061	49	206
EN AW6061 +5%Ti ₃ Al	103	375
EN AW6061 +10%Ti ₃ Al	112	388
EN AW6061 +15%Ti ₃ Al	120	408

Analizując wyniki badań można stwierdzić wyraźny wpływ mechanicznego mielenia na wartości mierzonych wielkości. Wprowadzenie cząstek wzmacniających w połączeniu z procesem mechanicznego mielenia powoduje ponad dwukrotny wzrost twardości oraz niemal dwukrotny wzrost wytrzymałości na rozciąganie, co niewątpliwie świadczy o dobrym połączeniu cząstek wzmacniających z materiałem osnowy

4. 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 mechanicznego mielenia rośnie ponad dwukrotnie, 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 $R_m = 400\text{MPa}$.

PODZIĘKOWANIE

Praca została częściowo wykonana w ramach grantu BW/RGH-12/RMT-0/2006 finansowanego przez JM Rektora Politechniki Śląskiej.

LITERATURA

- [1] K. Lindroos, M.J. Talvitie, *Journal of Materials Processing Technology*, 53 (1995) p. 273.
- [2] Y. B. Liu, S. C. Lim, L. Lu, M. O. Lai, *Journal of Materials Science*, 29 (1994), p 1999.
- [3] J.M. Torralba, C.E. da Costa, F. Velasco, *Journal of Materials Processing Technology*, 133 (2003) p 203.
- [4] L.A Dobrzański, A. Włodarczyk, M. Adamiak, *Journal of Materials Processing Technology*, 162 (2005) p 27.
- [5] L.A Dobrzański, A. Włodarczyk, M. Adamiak, *Journal of Materials Processing Technology*, 175 (2006) p 186.
- [6] J.M. Torralba, F. Velasco, C.E. da Costa, et all, *Composites Part A* 33 (2002) p 427.
- [7] M. Adamiak, J.B. Fogagnolo, E.M. Ruiz Navas, L.A. Dobrzański, J.M. Torralba, *Journal of Materials Processing Technology*, 155-156 (2004) p 2002.
- [8] M. Adamiak, *Kompozyty*, 6 (2006) p 70.
- [9] MPIF Standard 04, Determination of Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders Using the Hall Apparatus.

APPLICATION OF MECHANICAL MILLING TO COMPOSITES MATERIALS PRODUCTION

SUMMARY

The present work investigates the production of aluminium EN AW6061 matrix composite materials reinforced with Ti_3Al particles by mechanical milling followed by powder metallurgy techniques and hot extrusion. It was find out that mechanical milling process has a big influence on the characteristics of powder materials, changing the spherical morphology of as-received powder, during milling process to flattened one due to particle deformation, followed by welding and fracturing particles of deformed and hardened enough which allows to receive equiaxial particles morphology again. The mechanically milled and extruded composites show finer and better distribution of reinforcement particles what leads to better mechanical properties of obtained products. The hardness increases twice in case of mechanically milled and hot extruded composites. The finer microstructure increase mechanical properties of composites materials. The higher reinforcement content results in higher particles dispersion hardening. Composites reinforced with 15% of Ti_3Al reach about 400 MPa UTS.

Recenzował: prof. Leszek A. Dobrzański.