



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
im. Aleksandra Krupkowskiego
Polskiej Akademii Nauk

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



Nanokompozyty na podstawie ze stopu aluminium zbrojone cząstkami AlN

Doktorant: Marta Gajewska

Promotor: Prof. Jerzy Morgiel

Interdyscyplinarne studia doktoranckie z zakresu inżynierii
materiałowej z wykładowym językiem angielskim

Plan prezentacji

1. Wprowadzenie:

- kompozyty o osnowie metalowej (Metal Matrix Composites - MMCs)
- dobór materiałów (osnowa, zbrojenie)
- wybór metody wytwarzania (metalurgia proszków)

2. Wytwarzanie kompozytów:

- materiały wyjściowe
- wysokoenergetyczne mielenie/prasowanie na gorąco

3. Porównawcze badania wstępne:

- zbrojenie AlN vs Al₂O₃
- stop osnowy vs kompozyt



4. Charakterystyka kompozytów:

- badania mielonych proszków kompozytowych (XRD, MŚ, SEM, testy mikrotwardości)
- badania wyprasek kompozytowych (SEM, TEM, twardość/mikrotwardość,, testy wytrzymałości na ściskanie)

5. Zastosowanie obróbki cieplnej:

- przesycanie + starzenie
- starzenie

6. Podsumowanie

Kompozyty na osnowie metalowej (Metal Matrix Composites)



PRZYKŁAD:
Kompozyt na osnowie aluminium zbrojony włóknami Nextel (3M, Al₂O₃/SiO₂)
wytrzymałość na rozciąganie - **1.5 GPa**
wytrzymałość na ściskanie - **3 GPa**
gęstość ~ **3 g/cm³**



Kompozyty na osnowie Al /stop Al zbrojone dyspersyjnie

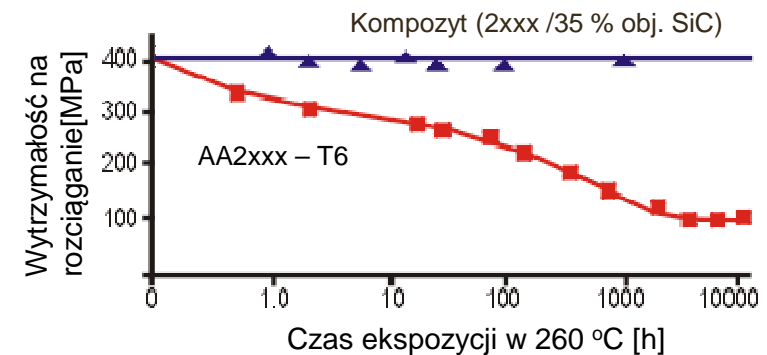
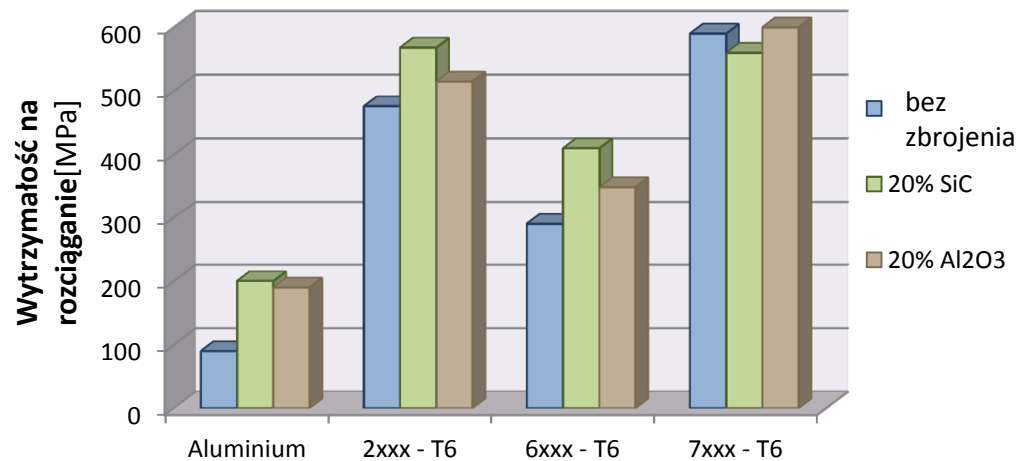
- wysoki stosunek wytrzymałość/waga
- podwyższona odporność na zużycie
- wyższy moduł elastyczności
- podwyższona odporność na pękanie
- wyższy temperaturowy zakres zastosowania

www.sae.org



Materiał: **stop żelaza**
Waga: **32.2 kg**

Materiał: **kompozyt Al**
Waga: **17.5 kg**



Dobór materiałów

OSNOWA → stop Al 7475

Właściwości:

- wysoka **wytrzymałość**
- wysoka odporność na pękanie
- odporność zmęczeniowa

Zastosowania:

- Części kadłubów samolotowych
- Elementy skrzydeł samolotowych



ZBROJENIE → AlN

Właściwości:

- dobre właściwości mechaniczne
- niski współczynnik rozszerzalności cieplnej
- stabilność wysokotemperaturowa
- **niska reaktywność** (nie oddziałuje z Al i jego pierwiastkami stopowymi)

Zastosowania:

- Wymienniki ciepła
- Obudowy urządzeń mikrofalowych
- Warstwy dielektryczne



Wybór metody wytwarzania

Wysokoenergetyczne mielenie → Mechaniczna synteza

mieszanie → odkształcanie plastyczne → pękanie & spajanie

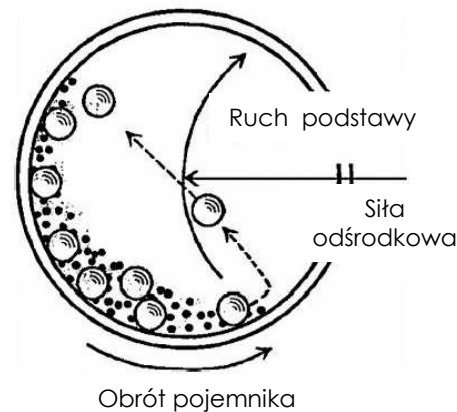
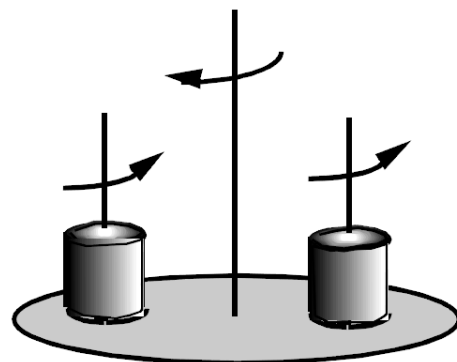
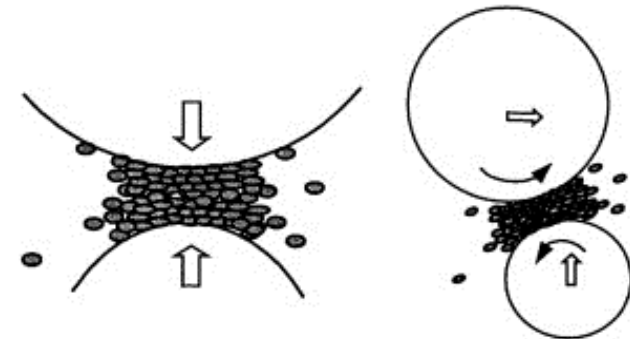
(spłaszczenie ziaren proszku)

(cząstki kompozytowe o strukturze warstwowej)

→ przewaga procesu spajania → równowaga pękania & spajania

(tworzenie ziaren równoosiowych)

(umocnione odkształceniowo równoosiowe ziarna o stałym średnim rozmiarze)



ZALETY:

- znaczne rozdrobnienie struktury
- podwyższona rozpuszczalność
- możliwość wytworzenia różnych rodzajów stopów, kwazikryształów, faz międzymetalicznych

W kompozytach:

Jednorodne rozproszczenie cząstek zbrojących

C. Suryanarayanan, Progress in Materials Science 46 (2001) 1±184

Materiały wyjściowe

Kompozyty

Proszek stopowy Al 7475 (% wag.)

(5.7% Zn, 2.2% Mg, 0.7% Fe, 1.6% Cu, 0.1% Mn, 0.5% Zr, rest Al)



osnowa

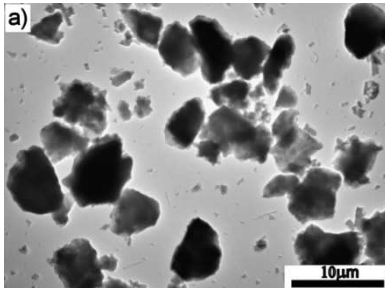


Proszki AlN:

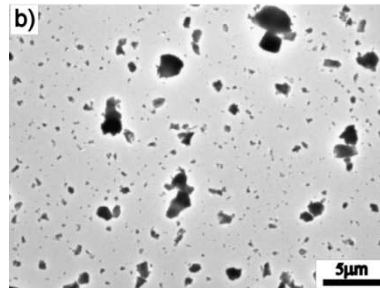


zbrojenie

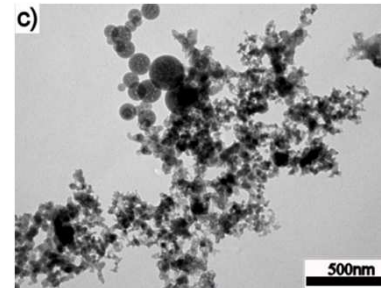
a) <math>< 40 \mu\text{m}</math> (-325 mesh)



b) $\sim 1 \mu\text{m}$



c) $< 1 \mu\text{m}$



Materiały odniesienia

- mielony/prasowany stop Al 7475
- stop 7475 zbrojony Al_2O_3

Metoda wytwarzania

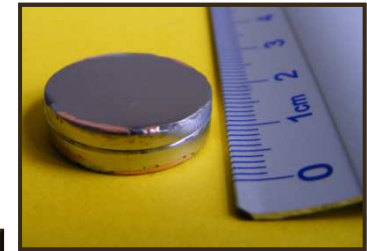
Wysokoenergetyczne mielenie:

- 5%, 10, 20% fazy ceramicznej
- czas mielenia (40h)
- atmosfera (Ar)
- kwas stearynowy (PCA - process control agent)
- kule ze stali łożyskowej
- pojemniki ze stali narzędziowej
- stosunek wag. kule/proszek 10:1
- prędkość obrotów: 200 rpm



Prasowanie na gorąco:

- temperatura (380 °C)
- czas (10 min)
- próżnia ($\sim 10^{-2}$ bar)
- ciśnienie 600 MPa
- pojemniki miedziane
- stalowa matryca



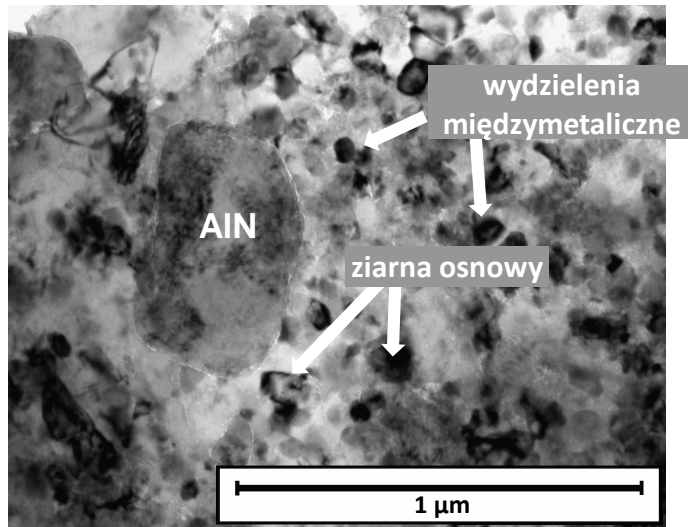
Młynek planetarny
Fritsch Pulverisette 5

Prasa hydrauliczna VEB40
(grzanie generatorem
wysokiej częstotliwości)

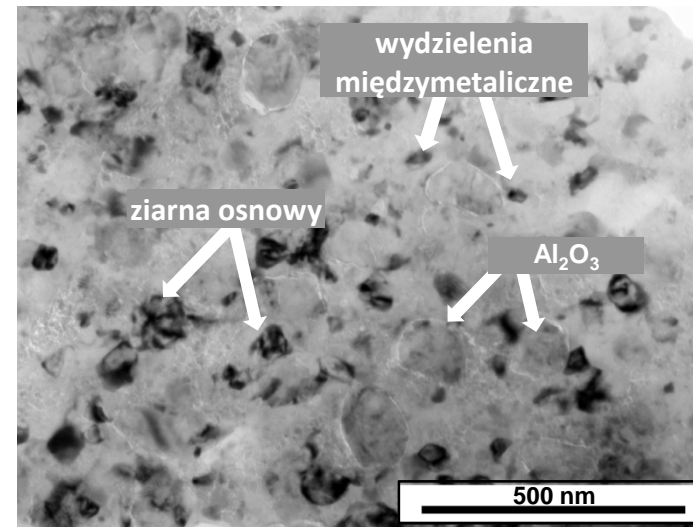


Badania wstępne: AlN vs Al₂O₃

Mikrostruktura TEM mielonego/prasowanego kompozytu AA7475/AlN_{10%}



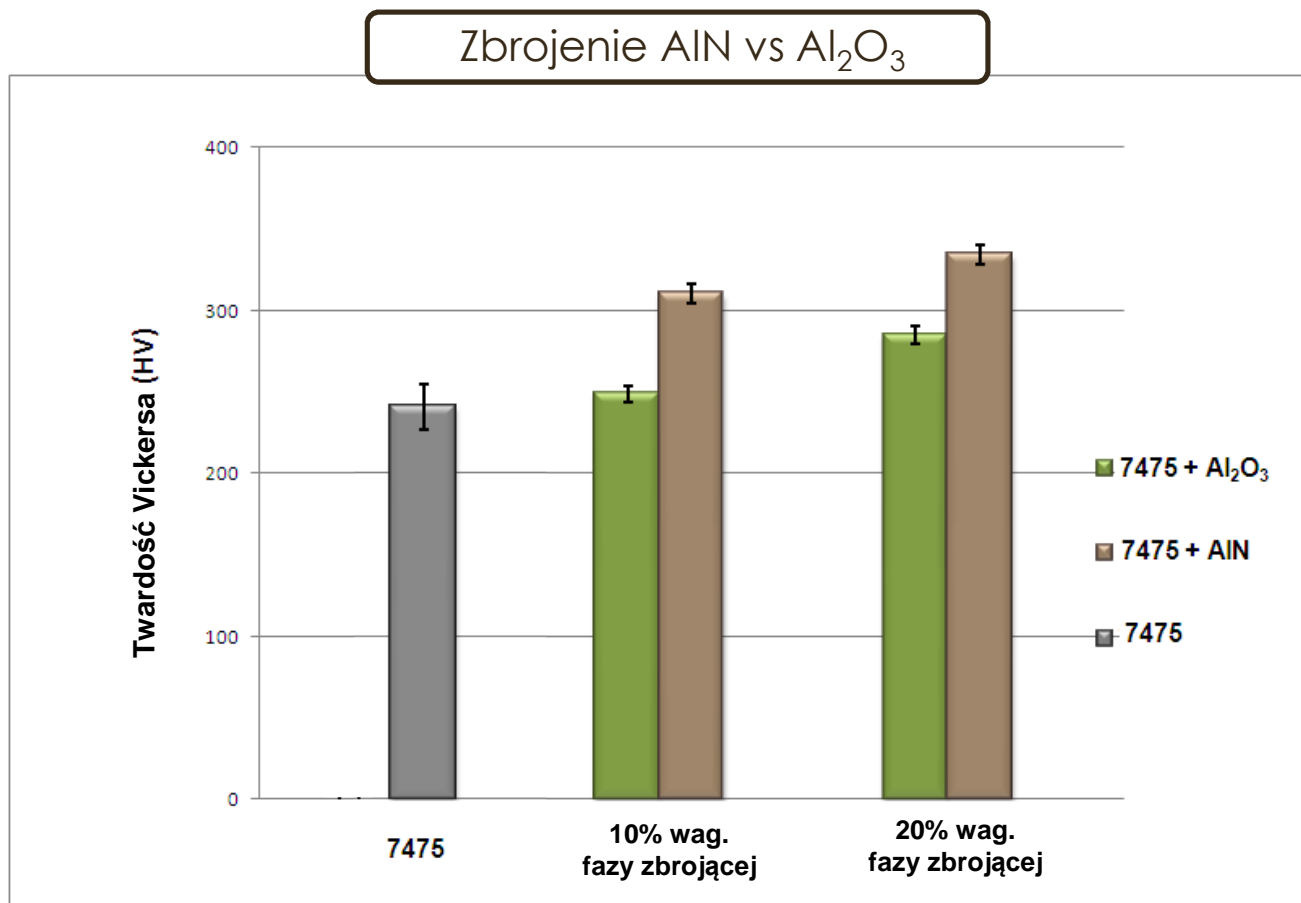
Mikrostruktura TEM mielonego/prasowanego kompozytu AA7475/ Al₂O₃ /10%



- mielenie/prasowanie na gorąco stopu Al 7475 z cząstkami AlN/Al₂O₃ pozwoliło na wytworzenie kompozytu o nanokrystalicznej osnowie
- kompozyty charakteryzowały się **jednorodnym rozmieszczeniem cząstek w osnowie** (lokalnie widoczne były aglomeraty nano-cząstek Al₂O₃)

„ TEM investigation of metal/ceramic interfaces in AA7475/AlN or Al₂O₃ nano-composites ”,
M. Gajewska, J. Dutkiewicz, L. Lityńska-Dobrzyńska, J. Morgiel, Solid State Phenomena, Vol. 186 (2012) pp 202-205

Badania wstępne (cd.)



Większe wzmocnienie osnowy osiągnięto poprzez dodatek cząstek AlN

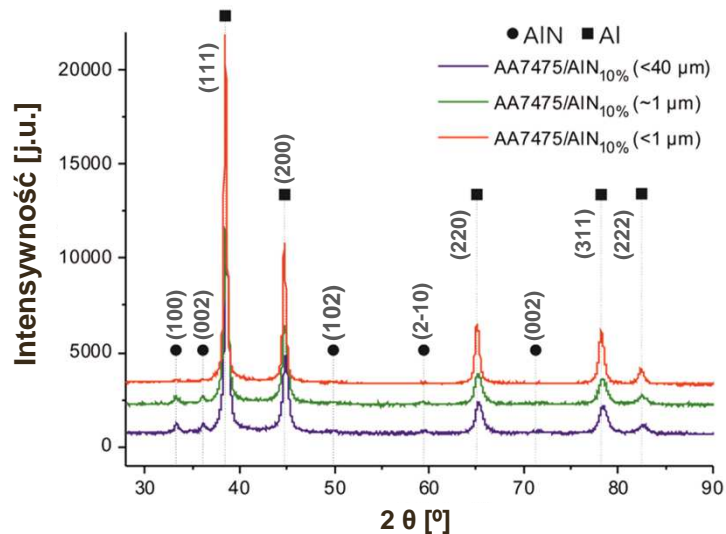
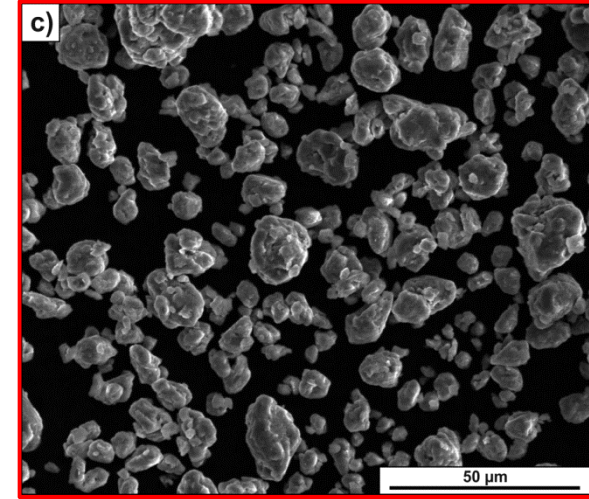
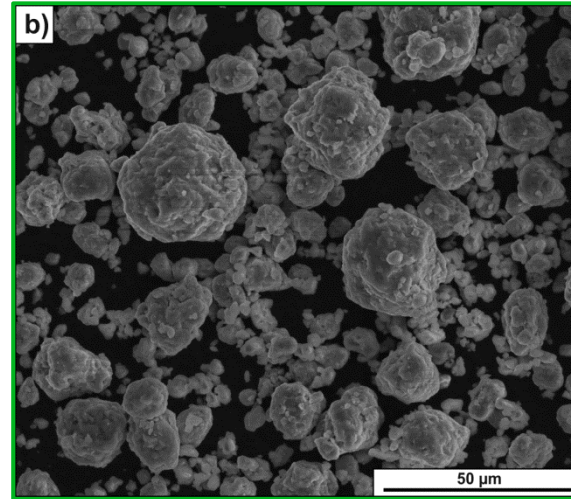
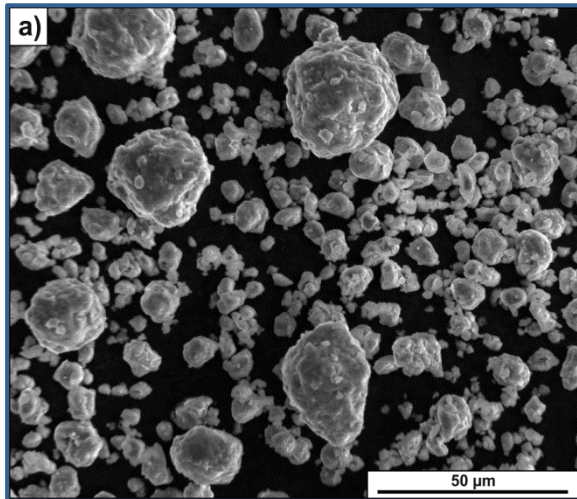
„Microstructure and properties of 7475 aluminum alloy matrix nano-composites with 10-20% of Al₂O₃ or AlN additions”,
M. Gajewska, J. Dutkiewicz, L. Lityńska-Dobrzyńska, J. Morgiel, Kompozyty 11:2 (2011) 142-146

Badania docelowe: Charakterystyka proszków kompozytowych

7475 z 10% wag. AlN (<40 μm)

7475 z 10% wag. AlN ($\sim 1 \mu\text{m}$)

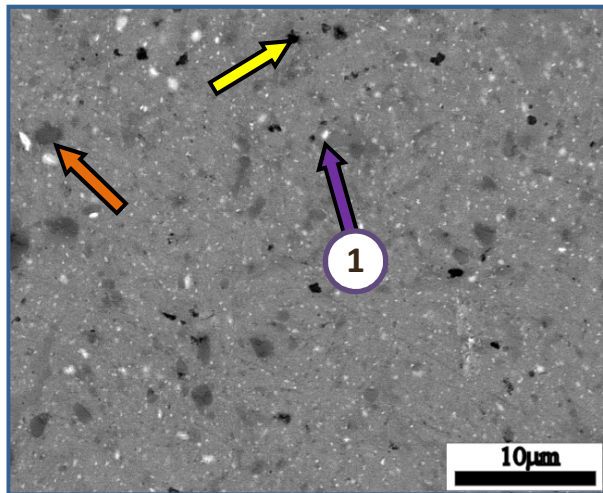
7475 z 10% wag. AlN (<1 μm)



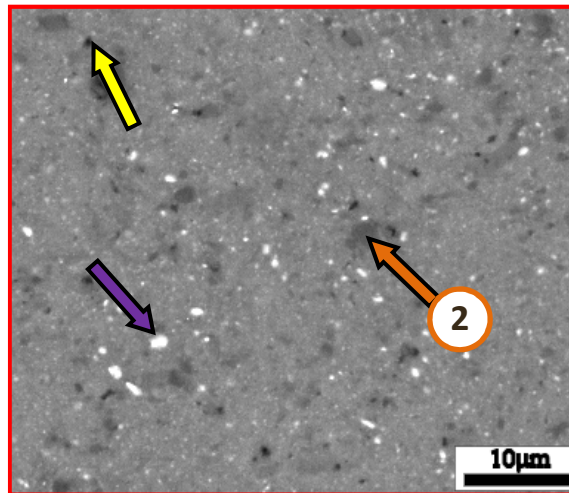
Proszek:	7475/<40 μm AlN	7475/ $\sim 1 \mu\text{m}$ AlN	7475/>1 μm AlN
Rozmiar krystalitów	$\sim 22 \text{ nm}$	$\sim 24 \text{ nm}$	$\sim 45 \text{ nm}$
Mikrotwardość	$(260 \pm 8) \text{ HV}$	$(310 \pm 11) \text{ HV}$	$(235 \pm 13) \text{ HV}$

Mikrostruktura SEM (BSE) wyprasek kompozytowych

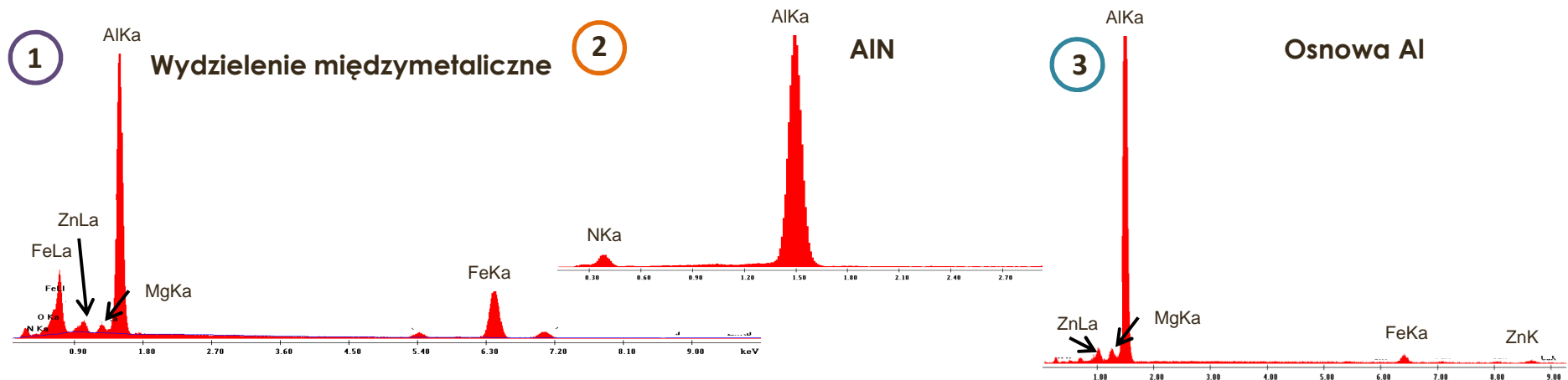
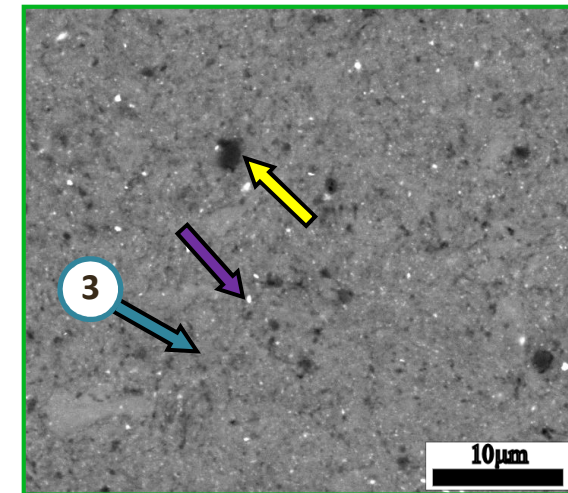
7475 z 10% wag. AlN (<40 μm)



7475 z 10% wag. AlN (~1 μm)



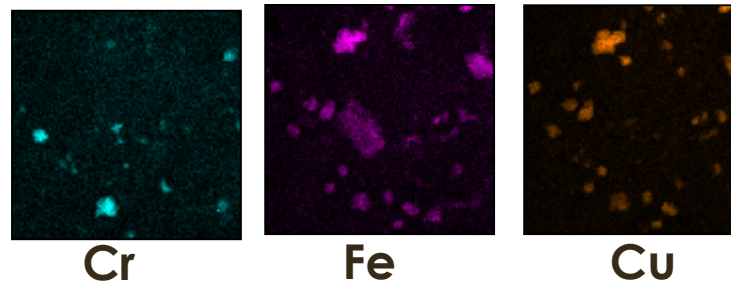
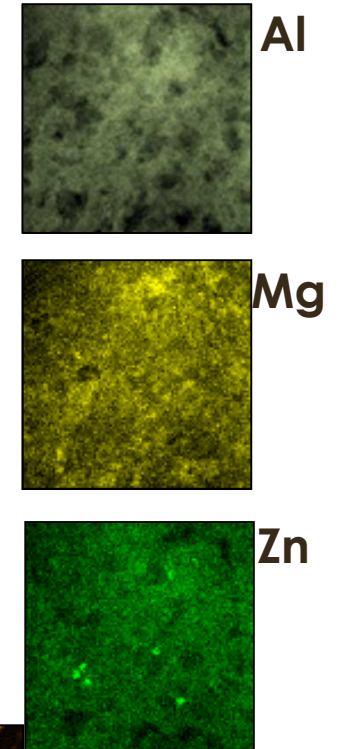
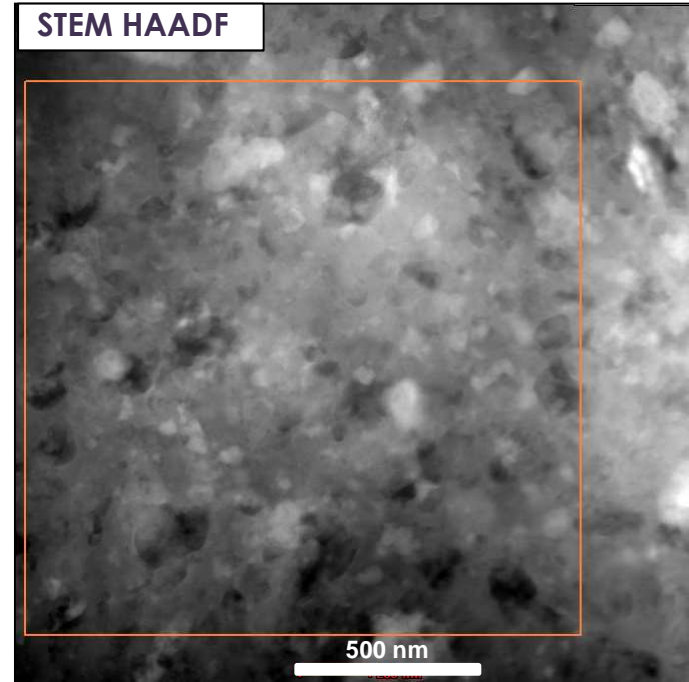
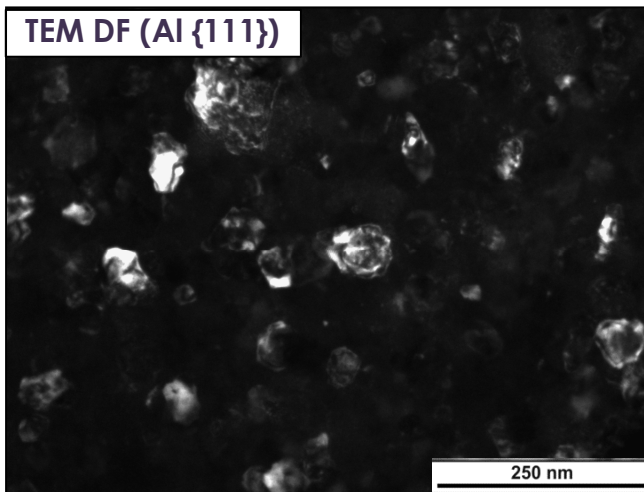
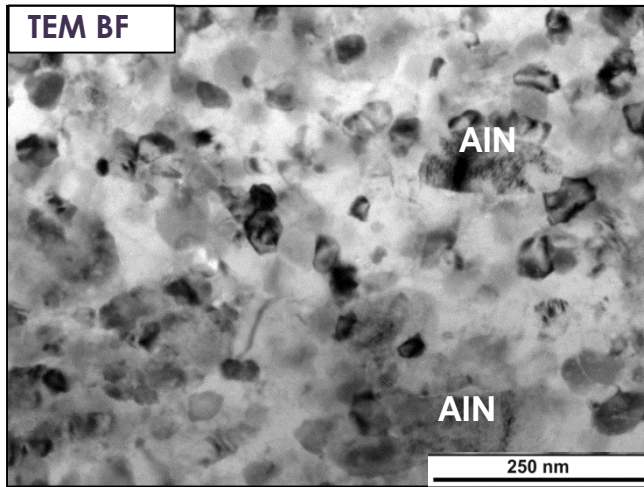
7475 z 10% wag. AlN (<1 μm)



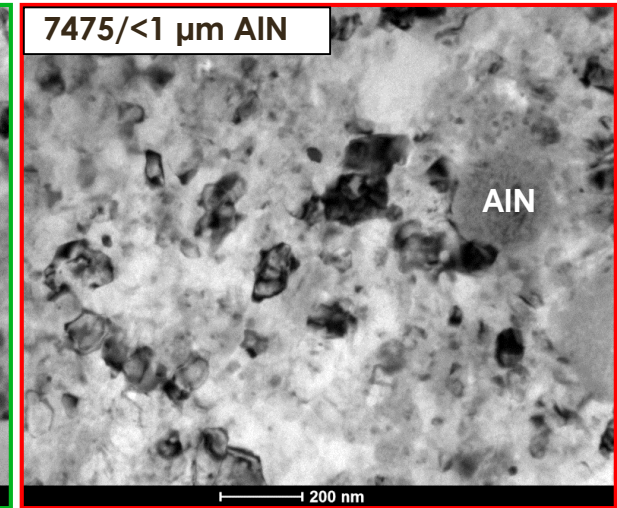
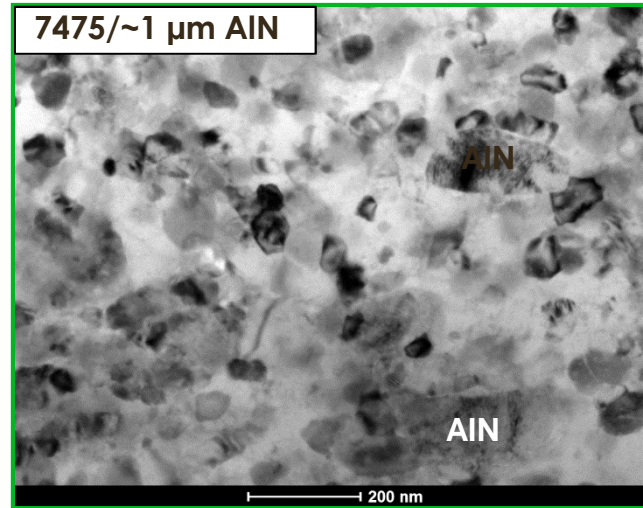
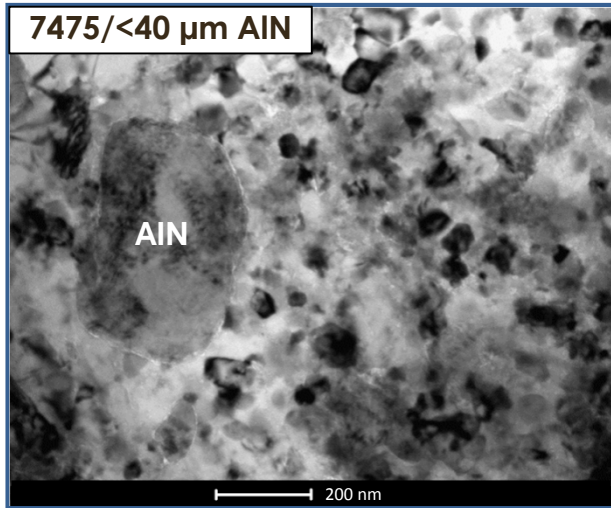
→ AlN
 → pustki
 → wydzielenia międzymetaliczne

Mikrostruktura TEM wyprasek kompozytowych

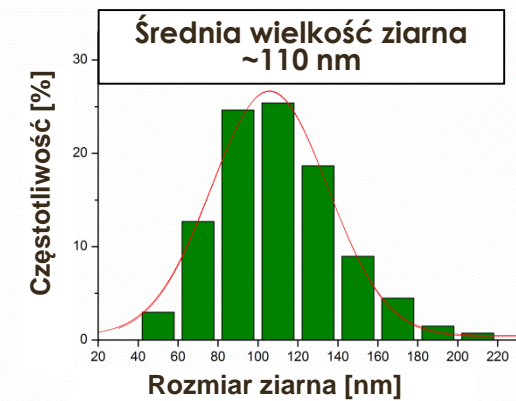
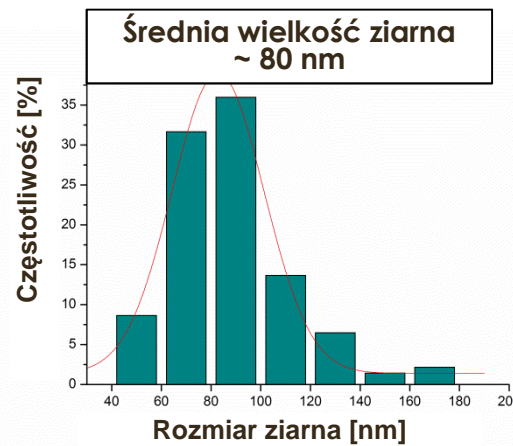
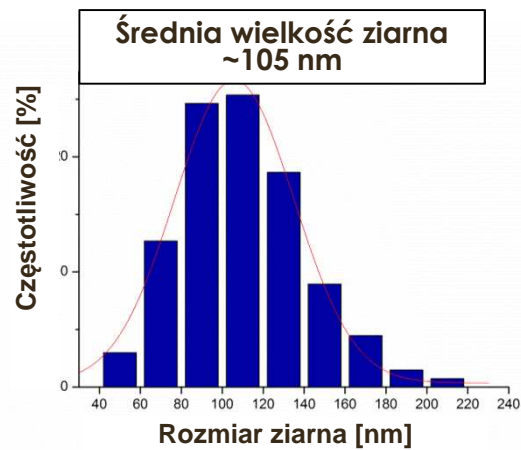
PRZYKŁAD: 7475/~1 μm AlN 10%



Mikrostruktura TEM wyprasek kompozytowych (cd.)



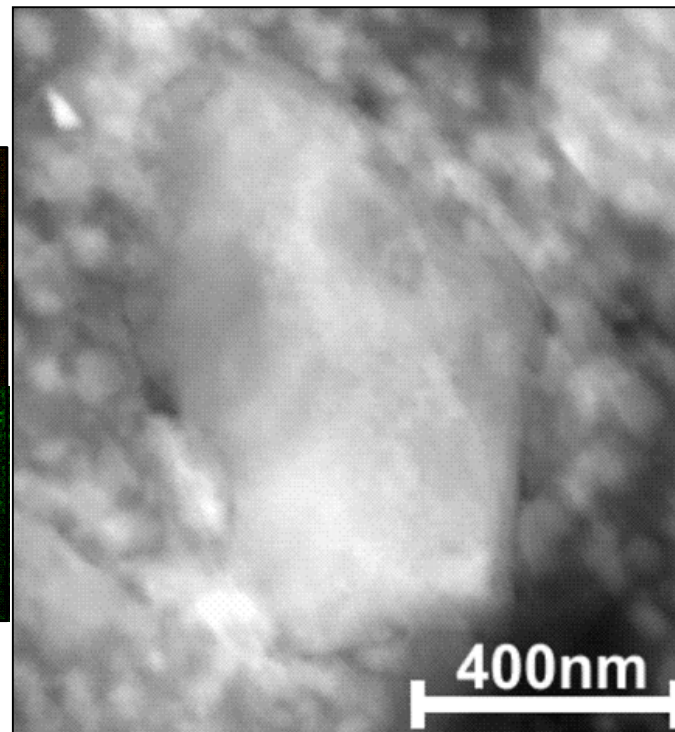
Rozkład wielkości ziaren osnowy:



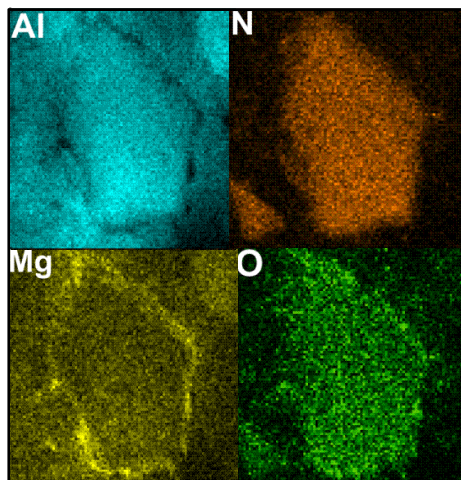
Badania TEM granicy międzyfazowej Al/AlN

PRZYKŁAD: 7475/~1 μm AlN 10%

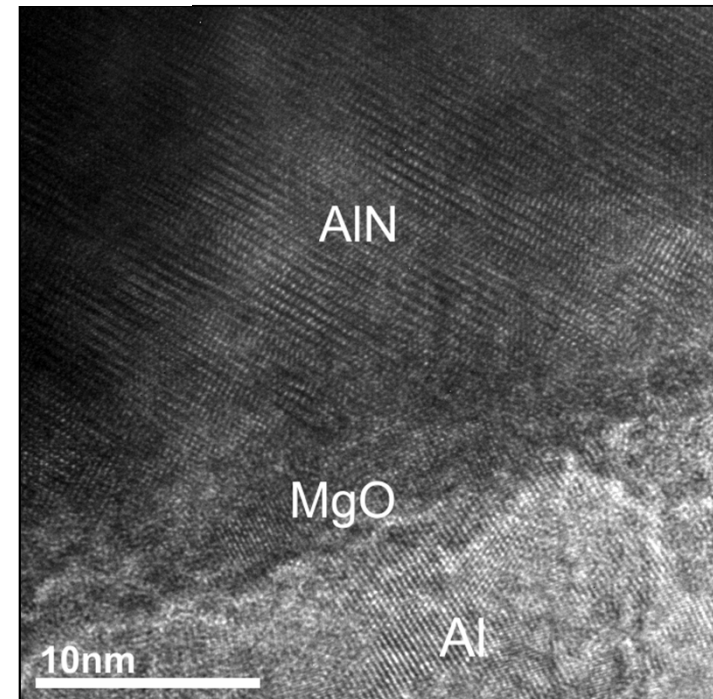
STEM HAADF



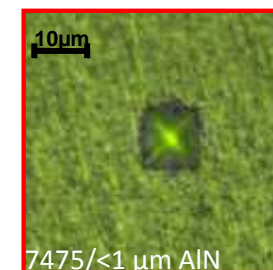
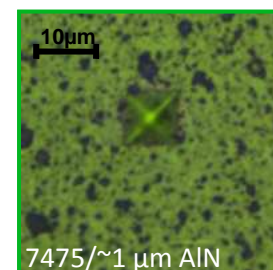
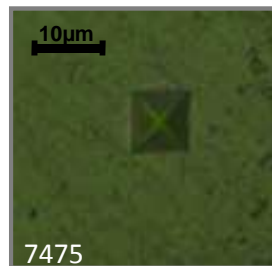
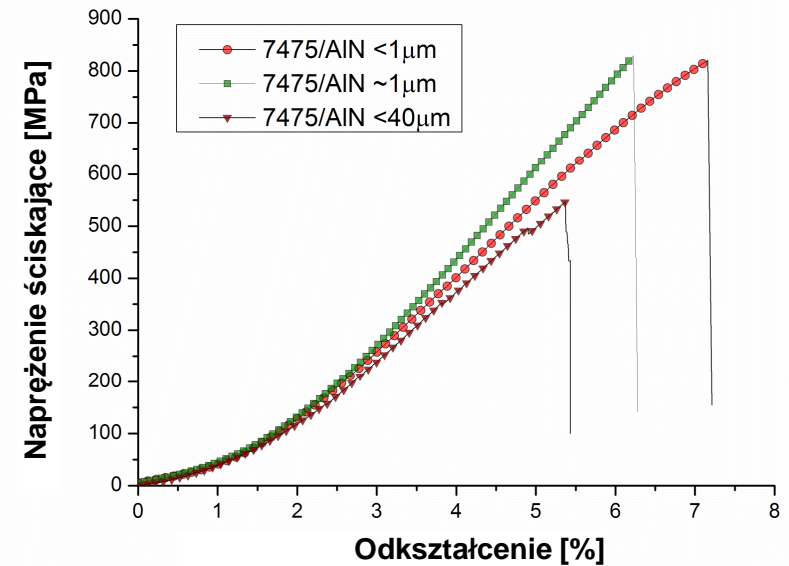
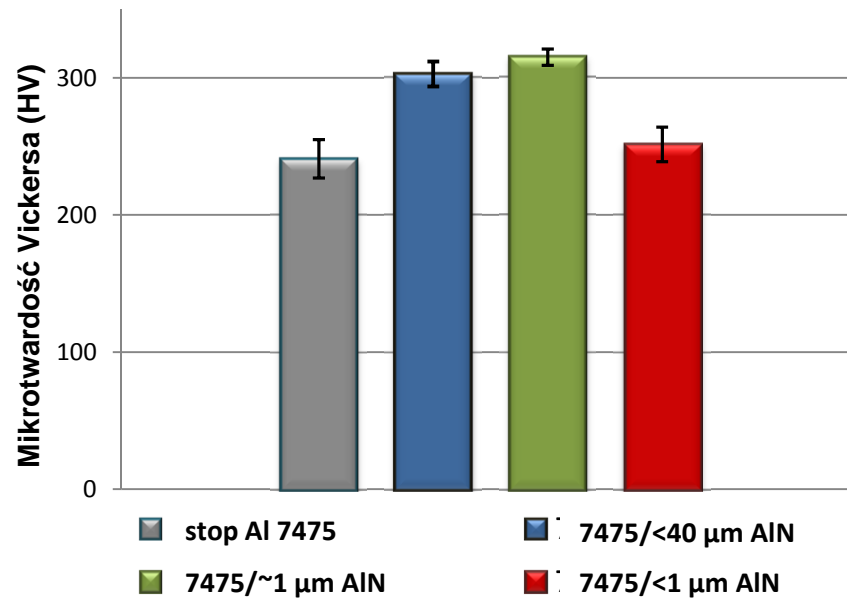
EDS



HRTEM



Właściwości mechaniczne wyprasek kompozytowych



„Effect of reinforcement particle size on microstructure and mechanical behavior of AlZnMgCu/AlN nano-composites produced using mechanical alloying” M. Gajewska, J. Dutkiewicz, J. Morgiel, w druku w Journal of Alloys and Compounds

Zastosowanie obróbki cieplnej (T6)

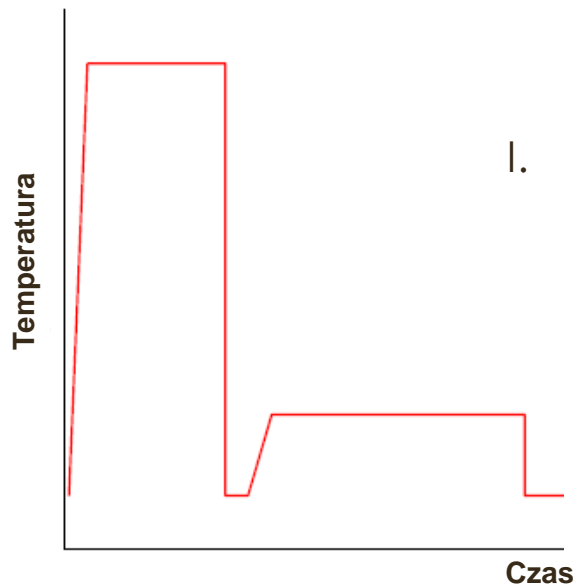
Ogólna sekwencja powstawania wydzieleni w stopie Al 7475:

Roztwór stały \rightarrow strefy GP \rightarrow η' (MgZn) \rightarrow η (MgZn₂)



Przesycanie
450-480 °C / 0.5-1 h

Starzenie
120 °C – 170 °C / do 24 h



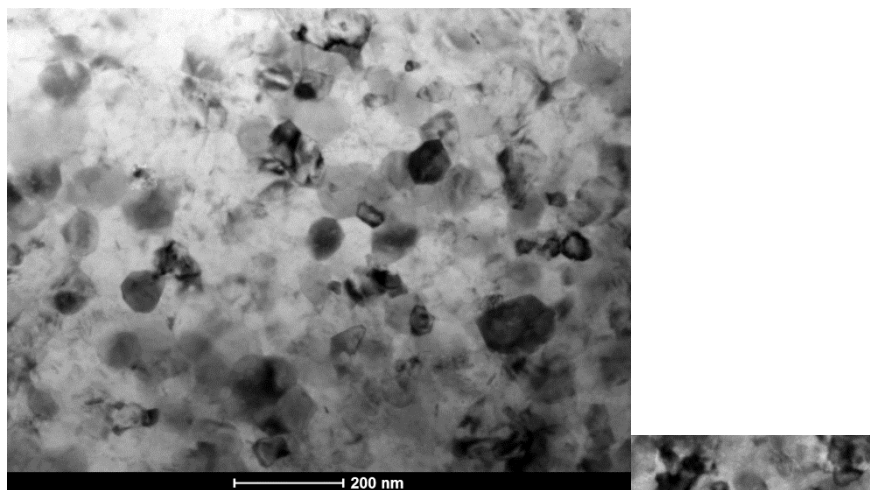
I. Wytworzenie (W) + Przesycanie (P) + Starzenie (A)
40 min, 460 °C 120 °C, 24 h

II. Wytworzenie (W) + Starzenie (A)
120 °C, 24 h

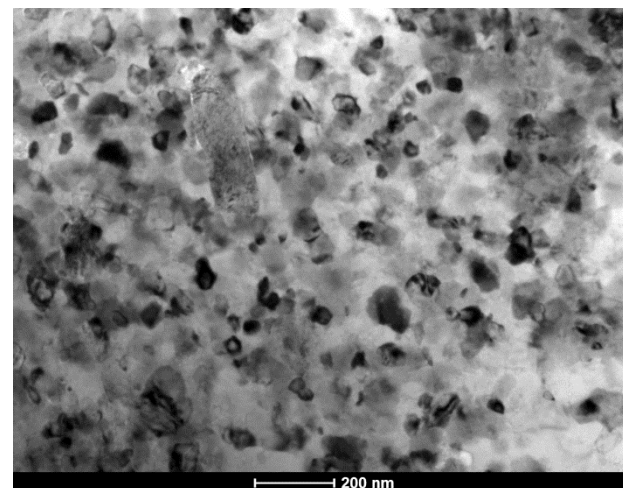
Zastosowanie obróbki cieplnej (T6)

Al 7475/ $\sim 1 \mu\text{m}$ AlN_{20%} (W) \rightarrow (348 \pm 14) HV

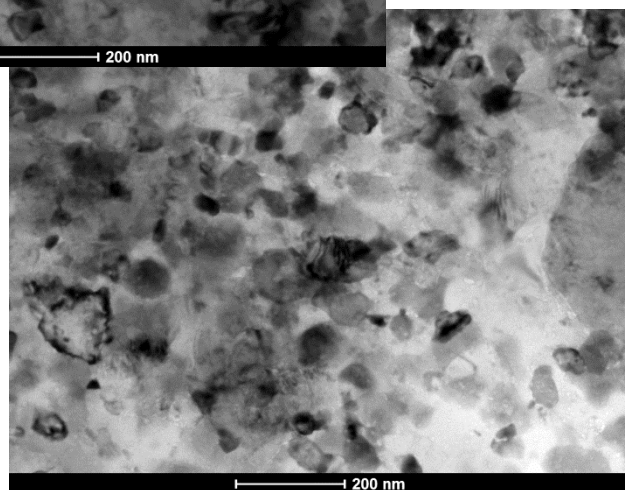
W + P \rightarrow (271 \pm 12) HV



W + S \rightarrow (390 \pm 11) HV



W + P + S
 \downarrow
(297 \pm 18) HV



Zastosowana obróbka starzeniowa spowodowała **wzrost twardości materiału o 15 %**

Podsumowanie

- mielenie przez proszku stopowego Al 7475 z cząstkami AlN pozwoliło na zredukowanie wielkości kryształitów osnowy do ok. 20 nm
- w wyniku prasowania na gorąco otrzymanych proszków otrzymano dobrej jakości wypraski kompozytowe z zachowaną nano-kryształiczną osnową
- kompozyty z dodatkiem cząstek AlN o wielkości do 1 μm charakteryzowały się **jednorodnym rozmieszczeniem cząstek w osnowie**
- analiza składu chemicznego EDS wskazała na obecność MgO w granicy Al/AlN
- najlepsze właściwości mechaniczne - **40% wzrost twardości i 30% wzrost wytrzymałości na ściskanie** w odniesieniu do materiału osnowy - uzyskano dzięki dodatkowi zbrojenia AlN o wielkości $\sim 1 \mu\text{m}$

Podziękowania

Przedstawione wyniki badań uzyskano w ramach
Interdyscyplinarnych studiów doktoranckich z zakresu
inżynierii materiałowej z wykładowym językiem angielskim
Projekt Nr POKL.04.01.01-00-004/10,
współfinansowany ze środków Unii Europejskiej w ramach
Europejskiego Funduszu Społecznego



KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



INSTYTUT METALURGII
I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
im. Aleksandra Krupkowskiego
Polskiej Akademii Nauk

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY

