

14. Alloy Phase Diagrams, ASM Handbook, t. 3, Int. Materials Park, Ohio 1992.
15. Raghavan V.: Al-Mg-Si (Aluminium-Magnesium-Silicon). Journal of Phase Equilibria and Diffusion 2007, t. 28, nr 2, s. 189÷191.
16. Okamoto H.: Al-Mg (Aluminium-Magnesium). Journal of Phase Equilibria 1998, t. 19, nr 6, s. 598.
17. Kusiński J.: Lasery i ich zastosowanie w inżynierii materiałowej. Wydaw. Naukowe „Akapit”, Kraków 2000, s. 147.
18. Dziadoń A., Drogosz M., Mola R., Borowiecka-Jamrozek J.: Starzenie przetopionej laserem warstwy wierzchniej stopu AlSi5Cu2. Rudy Metale 2008, t. 53, nr 12, s. 795÷799.
19. Massalski T. B.: Binary Alloy Phase Diagrams. 1986, t. 1, Metals Park, Ohio, ASM.
20. Su H. L., Harmelin M., Donnadieu P., Baetzner C., Seifert H. J., Lukas H. L., Effenberg G. M., Aldinger F.: Experimental investigation of the Mg-Al phase diagram from 47 to 63 at. % Al. J. Alloys Comp., 1997, nr 247, s. 57÷65
21. Czeppe T., Zakulski W., Bielańska E.: Study of the thermal stability of phase in the Mg-Al system. Journal of Phase Equilibria 2003, t. 24, nr 3, s. 247÷254.

MICHAŁ BASISTA  
 KATARZYNA PIETRZAK  
 WITOLD WĘGLEWSKI  
 MARCIN CHMIELEWSKI

Rudy Metale R58 2013 nr 10  
 s. 556÷563

## KOMPOZYTY SPIEKANE $\text{Cr-Al}_2\text{O}_3$ Z DODATKIEM RENU

### WYTWARZANIE, WŁAŚCIWOŚCI, MODELOWANIE, ZASTOSOWANIA

Celem pracy było zbadanie wpływu dodatku renu na właściwości termomechaniczne i użytkowe kompozytów  $\text{Cr-Al}_2\text{O}_3$  wytwarzanych metodą spiekania pod ciśnieniem w prasie HP oraz metodą Spark Plasma Sintering (SPS). Uzyskano kompozyty o gęstości przekraczającej 98 % gęstości teoretycznej. Właściwości mechaniczne (*m.in.* moduł Younga, wytrzymałość na zginanie, twardość, odporność na pękanie, granica plastyczności) oraz odporność na utlenianie wytworzonych materiałów są obiecujące. Zbudowano model numeryczny do obliczeń wielkości naprężeń resztkowych obecnych w materiałach faz kompozytu po procesie spiekania oraz modułów sprężystości. Wykorzystano w tym celu obrazy rzeczywistej mikrostruktury kompozytu otrzymane z tomografii komputerowej. Uzyskano dobrą zgodność wyników modelu z wynikami pomiarów naprężeń metodą XRD. Przedstawiono ponadto porównanie wyników obliczeń numerycznych i pomiarów modułu Younga przy zastosowaniu różnych metod.

Słowa kluczowe: kompozyty MMC, metalurgia proszków, modelowanie MES, mikrotomografia komputerowa, naprężenia resztkowe

Dr hab. inż. Michał Basista prof. nzw — Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, Warszawa, dr hab. inż. Katarzyna Pietrzak prof. nzw. — Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, Warszawa, Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Warszawa, dr inż. Witold Węglewski — Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN, Warszawa, dr inż. Marcin Chmielewski — Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Warszawa.  
 e-mail: mbasista@ippt.pan.pl

# SINTERED CHROMIUM-ALUMINA COMPOSITES WITH ADDITION OF RHENIUM PROCESSING, PROPERTIES, MODELLING AND APPLICATIONS

Chromium matrix composites reinforced with alumina ceramic particles exhibit good resistance to high temperatures are thermal shocks. They have enhanced mechanical strength in elevated temperatures, high hardness, oxidation resistance and wear resistance. These exceptional properties make them good candidates for structural applications in automotive, aerospace and energy sectors, such as elements of combustion engines, coatings in aeroengines exhaust systems, or furnace linings. The objective of the present paper is to investigate the effect of rhenium addition on the thermomechanical and service properties of chromium-alumina composites manufactured by powder metallurgy methods. A working hypothesis was made that rhenium, owing to its excellent thermomechanical properties, would enhance the properties of the chromium matrix and, thus, improve the overall performance of the composite. The Cr/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Re composites were processed by hot pressing (HP) and by spark plasma sintering (SPS) techniques. Different sizes of chromium powders were used, the addition of rhenium was 2 vol % and 5 vol %. The sintering process was conducted at 1400÷1450 °C under pressure of 30÷35 MPa in inert gas atmosphere (argon). The density of the sintered composites exceeded 98 % of the theoretical density. The mechanical properties (Young's modulus, bending strength, hardness, plastic limit) are promising. For example, the compressive strength of the composite was twice as much as that of the sintered pure chromium. The oxidation and corrosion resistance of the composites were also examined and good results were reported. A numerical FE model was developed for the prediction of thermal residual stresses generated in the phase materials after cooling. The model uses micro-CT images of the real material microstructure as the input data. A good agreement of the simulation results and the measurements by X-ray diffraction method was achieved. Young's modulus of the obtained materials was measured by different methods (mechanical, resonance and ultrasonic) and compared with the developed micro-CT based numerical model. The obtained Cr/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Re composites are now being tested as demonstrators of some structural elements in automotive and energy applications.

*Keywords: metal-matrix composites, powder metallurgy, micro-CT based FEM modeling, thermal residual stresses*

## Wstęp

Kompozyty na osnowie chromu wzmacniane cząsteczkami tlenku glinu cechuje odporność na wysokie temperatury i nagłe zmiany temperatury, odporność na utlenianie, znaczna wytrzymałość mechaniczna oraz wysoka twardość i odporność na ścieranie. Z uwagi na te cenne właściwości kompozyty Cr-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mogą być stosowane w przemyśle samochodowym, lotniczym i energetyce, m.in. w elementach silników spalinowych, na pokrycia dysz silników odrzutowych, pokrycia dysz palnikowych, wykładziny pieców z atmosferami ochronnymi, ekrany termiczne itp.

Ren, stosowany głównie jako domieszka w nadstopach niklu, z uwagi na dobre własności mechaniczne i wysoką odporność termiczną znajduje zastosowanie głównie w przemyśle lotniczym i chemicznym, gdzie jest wykorzystywany przy produkcji katalizatorów [1]. W niniejszej pracy zostanie zbadany wpływ domieszki renu (2 % i 5 %) na własności mechaniczne i termiczne kompozytów Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> w celu pokazania potencjału technologicznego takich kompozytów.

Kompozyty Cr-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> są od wielu lat obecne w światowej literaturze. Wciąż jednak powstawanie naprężeń termicznych w procesie wytwarzania kompozytów stanowi poważny problem. Podstawowym powodem powstawania naprężeń termicznych w kompozytach ceramika-metal jest różnica między współczynnikami rozszerzalności cieplnej materiałów składowych kompozytu [2]. W wielu przypadkach może to prowadzić do powstawania i propagacji mikroszczelin. W pracy, oprócz wyników dotyczących wytwarzania i właściwości kompozytów Cr/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Re, przedstawiony zostanie model wyznaczania naprężeń termicznych, które

mogą wywoływać powstawanie uszkodzenia, co z kolei ma wpływ na moduł Younga kompozytu [3].

## Procesy wytwarzania

Kompozyty Cr/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Re zostały wytworzone za pomocą dwóch metod metalurgii proszków [4÷6]:

- a — spiekania pod ciśnieniem w prasie HP. Próbkę materiału zostały wykonane w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych i w Instytucie Podstawowych Problemów w Techniki PAN;
- b — spiekania metodą SPS, które zostało przeprowadzone we Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung w Dreźnie podczas stażu naukowego W. Węglewskiego.

### Spiekanie pod ciśnieniem

Do produkcji kompozytów metodą spiekania pod ciśnieniem wykorzystano proszki:

- chromu o średniej wielkości ziarna 40 μm produkcji NewMetKoch (próbki wytwarzane w ITME) i 5 μm produkcji Goodfellow (próbki wytwarzane w IPPT). Czystość proszków — powyżej 99 %,
- tlenku glinu odmiany α, o wielkości ziarna 2÷5 μm i czystości 99,99 % produkcji NewMetKoch,
- renu o średniej wielkości ziarna 80 μm i czystości 99,99 % produkcji ECOREN.

Mieszanina proszków została przygotowana w młynku planetarnym Pulverisette 5 produkcji firmy Fritsch. Zastosowano kulki mielące z węgla wolframu o średnicy 10 mm.

Mielenie odbywało się w miskach z węgla wolframu o pojemności 250 ml. Zastosowano następujące parametry mielenia:

- prędkość obrotowa  $\omega = 200$  obr./min,
  - współczynnik BPR 5:1,
  - mielenie przez ok. 4 godz. bez atmosfery ochronnej.
- Proszki były spiekane na prasie typu ASTRO produkcji Thermal Technology (ITME) i na prasie HP20-4560-FP34 produkcji Thermal Technology (IPPT). Stosowano temperaturę spiekania  $1400 \div 1450$  °C. Czas wygrzewania wynosił około 30 min, ciśnienie spiekania  $30 \div 35$  MPa, proces spiekania odbywał się w atmosferze argonu. Po wygrzewaniu następowało swobodne stygnięcie próbki wewnątrz pieca do temperatury pokojowej.

#### Spiekanie metodą SPS

Do produkcji kompozytów metodą Spark Plasma Sintering wykorzystano następujące proszki:

- chromu o średniej wielkości ziarna  $5 \mu\text{m}$  i czystości 95 % (produkcji F. W. Winter),
- tlenku glinu odmiany  $\alpha$ , o wielkości ziarna  $2 \div 5 \mu\text{m}$  i czystości 99,99 % (produkcji NewMetKoch),
- renu o średniej wielkości ziarna  $80 \mu\text{m}$  i czystości 99,99 % (produkcji ECOREN).

Mieszanina proszków została przygotowana w młynku planetarnym Fritsch-Pulverisette 5. Zastosowano stalowe kulki mielące o średnicy 10 mm. Mielenie odbywało się w miskach stalowych o pojemności 250 ml przy następujących parametrach mielenia:

- prędkość obrotowa  $\omega = 200$  obr./min,
- 100 kulek na 20 g proszku,
- mielenie przez 3 godz. w atmosferze argonu z dodatkiem izooktanu.

Proces spiekania odbywał się w prasie do spiekania metodą SPS produkcji FCT. Zastosowano następujące warunki spiekania: temperatura procesu — 1300 °C, prędkość grzania 100 °C/min, czas wygrzewania w maksymalnej temperaturze — 5 min, atmosfera ochronna — argon.

W tabelicy 1 zostały przedstawione gęstości kompozytów uzyskane w opisanych powyżej procesach.

#### Mikrostruktura i właściwości

W rozdziale zostaną przedstawione własności mechaniczne i termiczne wyprodukowanych kompozytów. Dla kompozytu wytworzonego metodą HP wyznaczono następujące własności mechaniczne: moduł Younga, wytrzymałość na ściskanie, wytrzymałość na zginanie, twardość i odporność na kruche pękanie. Badano również odporność kompozytów na zużycie ściernie w układzie kulka-powierzchnia płaska, określono przebieg wielkości zużycia. Wyznaczono zmiany współczynnika rozszerzalności cieplnej w zakresie temperatury  $20 \div 800$  °C. Określono również wartości ciepła właściwego metodą skaningowej kalorymetrii różnicowej oraz przewodności cieplnej impulsową metodą laserową.

W przypadku kompozytów spiekanych metodą SPS dokonano pomiaru modułu Younga czterema różnymi metodami i wyznaczono wytrzymałość na zginanie metodą trójpunktowego zginania.

#### Mikrostruktura kompozytów $\text{Cr}/\text{Al}_2\text{O}_3$ domieszkowanych renem

Przykładową mikrostrukturę wytworzonych kompozytów przedstawia rysunek 1.

W obu przypadkach uzyskano dobrą jednorodność mikrostruktury kompozytu. W przypadku kompozytów spiekanych metodą SPS nieco lepsza jednorodność mikrostruktury może być wynikiem zastosowaniem proszków Cr i  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o podobnej wielkości ziaren.

#### Właściwości kompozytu spiekanego metodą HP

W tabelicy 2 przedstawione są własności mechaniczne kompozytów  $\text{Cr}/25\%\text{Al}_2\text{O}_3$  z dodatkiem 2 % i 5 % renu.

Moduł Younga i wytrzymałość na zginanie podane w tabelicy 2 zostały wyznaczone w próbie trójpunktowego zginania. Twardość materiałów przedstawiona zmierzona została metodą Vickersa, a odporność na pękanie w próbie zginania belki z karbem.

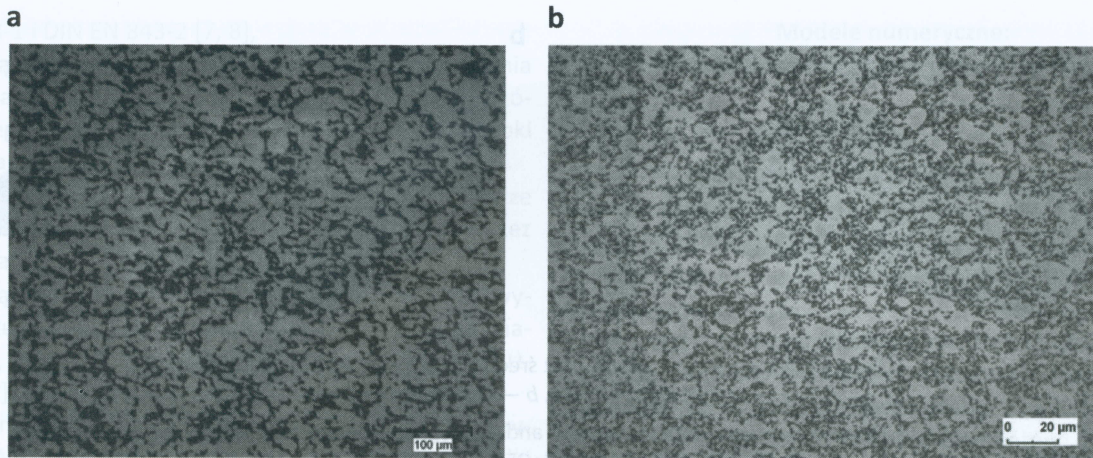
Tabela 1

Gęstości kompozytów wytworzonych w prasach HPI metodą SPS

Table 1

Densities of composites sintered by HP and SPS methods

Metoda wytwarzania	Kompozyt	Gęstość zmierzona $\text{g}/\text{cm}^3$	Gęstość teoretyczna $\text{g}/\text{cm}^3$	Gęstość względna %
HP (ITME)	$(75\%\text{Cr} + 25\%\text{Al}_2\text{O}_3) + 2\%\text{Re}$	6,54	6,67	98,0
	$(75\%\text{Cr} + 25\%\text{Al}_2\text{O}_3) + 5\%\text{Re}$	6,87	7,11	96,6
HP (IPPT)	$(75\%\text{Cr} + 25\%\text{Al}_2\text{O}_3) + 2\%\text{Re}$	6,58	6,67	98,8
	$(75\%\text{Cr} + 25\%\text{Al}_2\text{O}_3) + 5\%\text{Re}$	6,93	7,11	98,5
SPS (IFAM)	$(75\%\text{Cr} + 25\%\text{Al}_2\text{O}_3) + 2\%\text{Re}$	6,61	6,67	99,1
	$(75\%\text{Cr} + 25\%\text{Al}_2\text{O}_3) + 5\% \text{Re}$	7,04	7,11	99,2



Rys. 1. Mikrostruktura kompozytu Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2%Re spiekane *a* — w prasie HP i *b* — w prasie SPS. Kolor jasny — roztwór stały Cr+Re, kolor ciemny — ceramika z tlenku glinu [1]

Fig. 1. Microstructure of Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2%Re composite sintered *a* — by HP and *b* — SPS method. Bright part — solid solution of Cr+Re, dark part — aluminum [1]

**Właściwości mechaniczne kompozytów prasowanych na gorąco w prasie HP**

Tablica 2

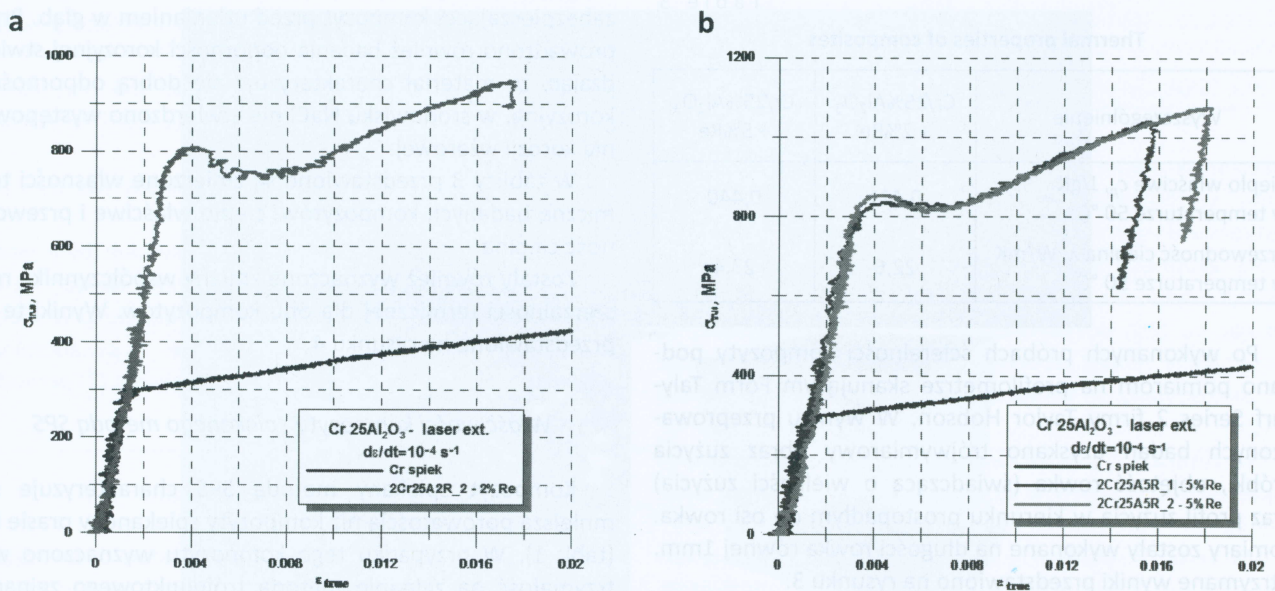
**Mechanical properties of composites sintered in HP press**

Table 2

Wyszczególnienie	Cr/25%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +2%Re	Cr/25%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +5%Re
Moduł Younga, GPa	272	278
Liczba Poissona	0,225	0,235
Wytrzymałość na zginanie, MPa	476	525
Odporność na kruche pękanie K <sub>Ic</sub> MPam <sup>1/2</sup>	12,4	13,6
Twardość HV <sub>10</sub> , GPa	4,05	4,15
Granica plastyczności σ <sub>yp</sub> dla granicy 0,2 %, MPa	786	831

Na rysunku 2 przedstawiona jest wytrzymałość na ściskanie kompozytów w porównaniu do wytrzymałości na ściskanie spieku z proszku czystego chromu.

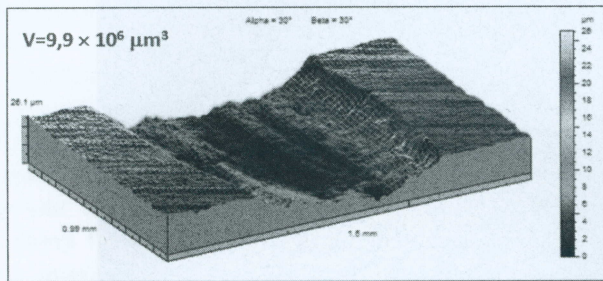
Kolejnym etapem badań były testy trybologiczne — technologiczne próby ścierania w układzie kulka-płaszczyzna. Wykonano charakteryzację mikrostruktury powierzchni oraz produktów zużycia po procesie ścierania przy użyciu mikroskopii skaningowej, oraz charakteryzację obszaru poddanego ścieraniu przy wykorzystaniu profilometru skanującego. Próby ścieralności otrzymanych materiałów kompozytowych przeprowadzono na trybo testerze firmy DUCOM. Zastosowanym materiałem przeciwpróbki była kulka szafirowa. Zastosowano następujące parametry procesu: siła obciążająca — 1 kg, czas próby — 15 min, częstotliwość zmiany kierunku ruchu — 1 Hz, amplituda przemieszczenia — 5 mm, temperatura — 20 °C.



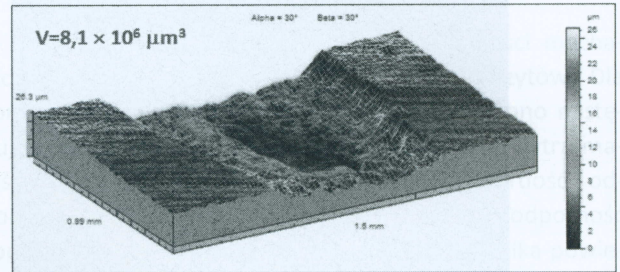
Rys. 2. Wytrzymałość na ściskanie kompozytu Cr/25Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> z dodatkiem *a* — 2 % i *b* — 5 % renu w porównaniu z odpornością na ściskanie spieku z czystego chromu

Fig. 2. The compressive strength of Cr/25Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite with *a* — 2 % and *b* — 5 % of rhenium addition as compared to the compressive strength of pure chromium

a



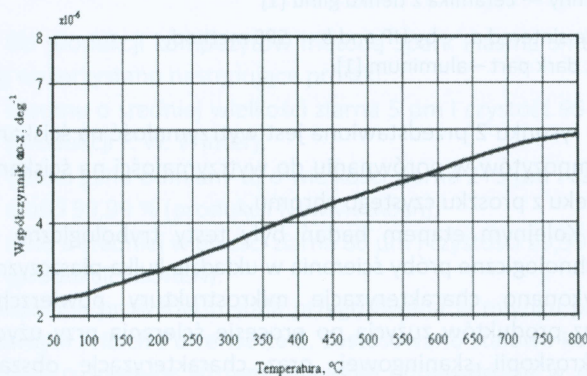
b



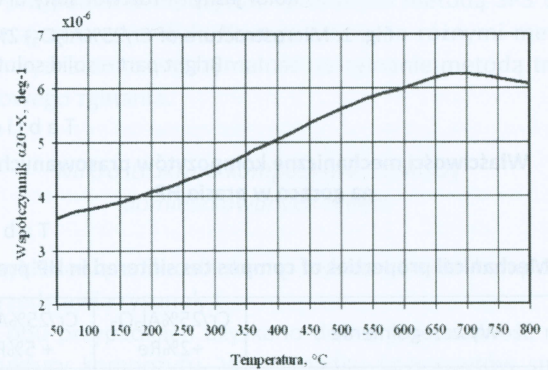
Rys. 3. Trójwymiarowe profile zużycia oraz średnia objętość rowka dla kompozytów  
a — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 2%Re, b — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%Re

Fig. 3 Three-dimensional profiles of wear and the average volume of the groove for  
a — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2%Re, b — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%Re composites

a



b



Rys. 4. Zmiany współczynnika rozszerzalności cieplnej: a — Cr-25% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 2%Re, b — Cr-25% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 5%Re  
(pomiaru wykonano na Politechnice Wrocławskiej w ramach projektu KomCerMet, POIG 1.3)

Fig. 4. Temperature dependence of thermal expansion coefficient of: a — Cr-25% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 2%Re, b — Cr-25% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 5%Re  
(measurements done in Wrocław University of Technology, in the framework of the project KomCerMet, POIG 1.3)

T a b l i c a 3

#### Własności termiczne kompozytów

T a b l e 3

#### Thermal properties of composites

Wyszczególnienie	Cr/25%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 2%Re	Cr/25%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 5%Re
Ciepło właściwe $c_p$ , J/gK w temperaturze 50 °C	0,421	0,440
Przewodność cieplna $\lambda$ , W/mK w temperaturze 50 °C	22,6	23,4

Po wykonanych próbach ścieralności kompozyty poddano pomiarom na profilometrze skanującym Form Taly-surf Series 2 firmy Taylor Hobson. W wyniku przeprowadzonych badań uzyskano trójwymiarowy obraz zużycia próbki, objętość rowka (świadcząca o wielkości zużycia) oraz profil zużycia w kierunku prostopadłym do osi rowka. Pomiaru zostały wykonane na długości rowka równej 1mm. Otrzymane wyniki przedstawiono na rysunku 3.

W wyniku przeprowadzonych pomiarów stwierdzono, że odporność na zużycie ściernie kompozytów Cr-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Re wzrasta wraz ze zwiększaniem się udziału renu w kompozy-cie.

Dodatkowo zbadano odporność na utlenianie kompozytu (w zakresie RT-1000 °C w atmosferze powietrza). Po procesie stwierdzono utworzenie cienkiej warstwy tlenku Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zabezpieczającej kompozyt przed utlenianiem w głąb. Przeprowadzono również badania odporności korozyjnej stwierdzając, że materiał charakteryzuje się dobrą odpornością korozyjną, w środowisku NaCl nie stwierdzono występowania korozji wżerowej.

W tabelicy 3 przedstawione są zmierzone własności termiczne badanych kompozytów: ciepło właściwe i przewodność cieplna.

Zostały również wyznaczone zmiany współczynnika rozszerzalności termicznej dla obu kompozytów. Wyniki te są przedstawione na rysunku 4.

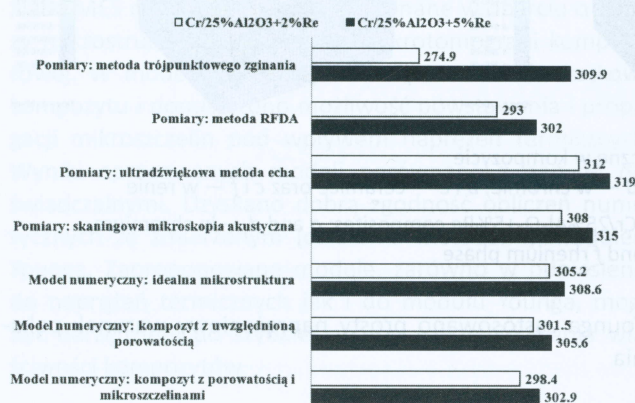
#### Właściwości kompozytu spiekanego metodą SPS

Kompozyt spiekany metodą SPS charakteryzuje się mniejszą porowatością niż kompozyty spiekane w prasie HP (tabl. 1). W przypadku tego kompozytu wyznaczono wytrzymałość na zginanie metodą trójpunktowego zginania uzyskując wartości 600 i 650 MPa odpowiednio dla kompozytu Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2%Re i Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5 %Re. Został również zmierzony moduł Younga czterema różnymi metodami: — metodą trójpunktowego zginania zgodnie z normą DIN

EN 843-1 i DIN EN 843-2 [7, 8],

- metodą analizy częstości rezonansowych i tłumienia (Resonance frequencies and damping analysis RFDA) która polega na pomiarze częstości rezonansowych próbki i pomiarze tłumienia tych częstości [9],
- ultradźwiękową metodą echa polegającą na pomiarze prędkości odbitej fali Rayleigha przechodzącej przez materiał [10],
- metodą skaningowej mikroskopii akustycznej która wykorzystuje zależność pomiędzy modułem Younga materiału, gęstością i prędkością fali poprzecznej i podłużnej [11].

Wyniki pomiarów modułu Younga przedstawione są na rysunku 5. Na rysunku 5 przedstawione są również wyniki symulacji numerycznej, która zostanie opisana w kolejnym rozdziale niniejszego artykułu.



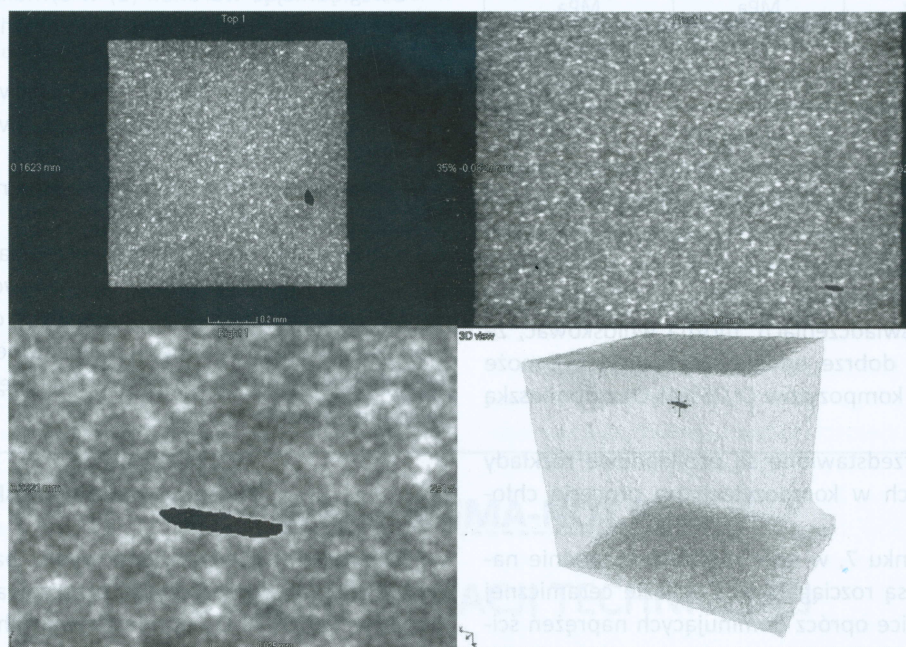
Rys. 5. Wyniki pomiarów i obliczeń numerycznych modułu Younga, GPa, kompozytu spiekane metodą SPS  
 Fig. 5. Measurement and numerical calculation of Young's modulus, GPa, of the composite sintered by the SPS method

## Modele numeryczne: moduł Younga i naprężenia termiczne

W tym rozdziale zostanie przedstawiony model numeryczny do obliczenia naprężeń termicznych powstających w procesie wytwarzania kompozytów ceramiczno-metalowych. Ponadto przedstawimy również wyniki symulacji testu prostego rozciągania w celu obliczenia modułu Younga kompozytów [2, 12].

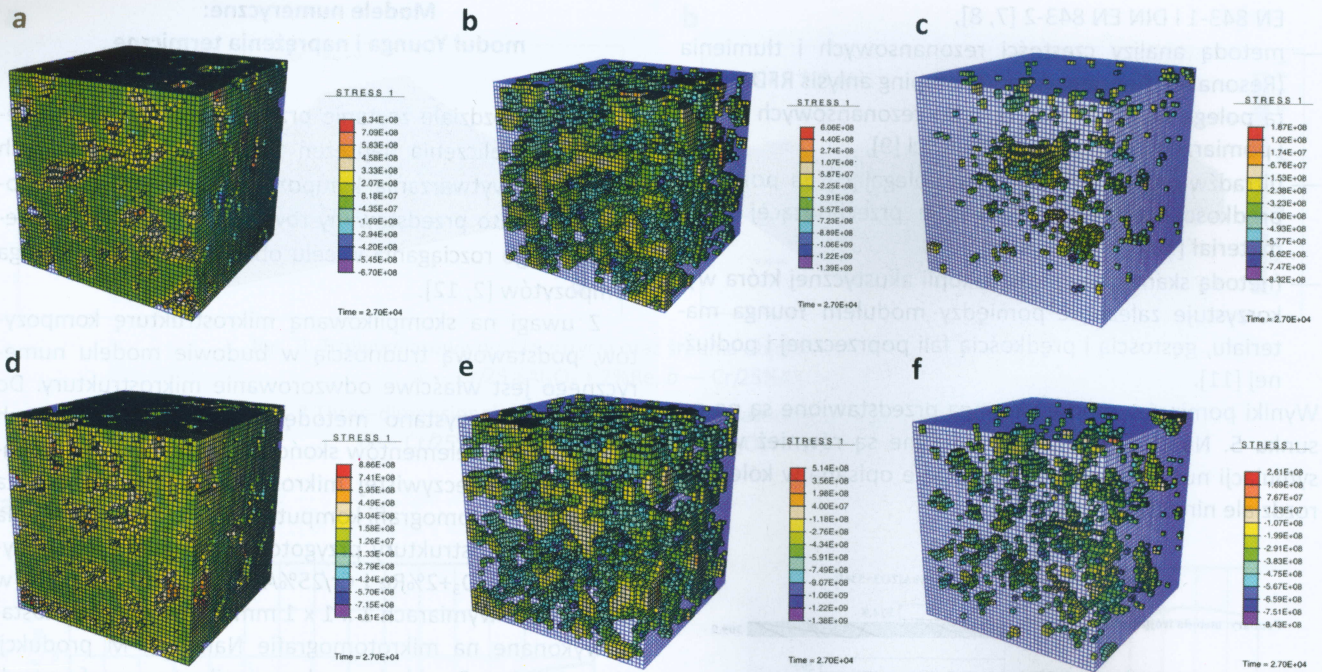
Z uwagi na skomplikowaną mikrostrukturę kompozytów, podstawową trudnością w budowie modelu numerycznego jest właściwe odwzorowanie mikrostruktury. Do obliczeń wykorzystano metodę elementów skończonych (MES), a siatkę elementów skończonych zbudowano na bazie obrazów rzeczywistej mikrostruktury otrzymanych za pomocą mikrotomografii komputerowej. W celu wykonania obrazów mikrostruktury przygotowano próbki z kompozytów Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2%Re i Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%Re spiekanych w prasie SPS o wymiarach 1 x 1 x 1 mm. Obrazy próbek zostały wykonane na mikrotomografie Nanotom M produkcji Phoenix X-Ray. Przykładowy obraz z mikrotomografu przedstawiony jest na rysunku 6. Obrazy te zostały poddane analizie przy wykorzystaniu programu ScanIP (<http://www.simpleware.com>) a siatki MES zostały zbudowane w programie ScanFE.

Zbudowane siatki MES zostały wykorzystane do symulacji generowania naprężeń termicznych podczas procesu chłodzenia kompozytu po procesie spiekania. Zastosowano następujące warunki procesu: chłodzenie swobodne z temperatury 1400 °C do temperatury 20 °C. W celu symulacji chłodzenia w formie zostały zablokowane przemieszczenia na brzegach próbki, a od góry próbka została obciążona ciśnieniem równym 30 MPa. W tabelicy 4 pokazano średnie naprężenia termiczne w fazach kompozytów. Porównanie



Rys. 6. Obraz mikrotomograficzny mikrostruktury kompozytu Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%Re

Fig. 6. Micro computed tomography scan of Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%Re composite



Rys. 7. Naprężenia termiczne w kompozycie  $a \div c$  — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2%Re i  $d \div e$  — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%Re,  $a$  i  $d$  — w chromie,  $b$  i  $e$  — ceramice oraz  $c$  i  $f$  — w renie  
 Fig. 7. Thermal stress in  $a \div c$  — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+2%Re and  $d \div e$  — Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+5%Re composites:  $a$  and  $d$  — in chromium,  $b$  and  $e$  — ceramic and  $c$  and  $f$  rhenium phase

**Obliczone średnie naprężenia termiczne w materiałach fazowych kompozytu powstałe po procesie chłodzenia**

Tablica 4

**Average thermal stress in phase materials after the cooling process of the composite — numerical results**

Table 4

Kompozyt	Średnie naprężenia termiczne w Cr MPa	Średnie naprężenia termiczne w Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> MPa
75%Cr-25%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 2%Re	278	- 434
75%Cr-25%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 5%Re	301	- 450

obliczonych numerycznie naprężeń termicznych z naprężeniami wyznaczonymi doświadczalnie metodą dyfrakcji rentgenowskiej przedstawione jest w pracy [3]. Uzyskano dobrą zgodność wyników numerycznych z danymi doświadczalnymi dla kompozytu Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i Cr/40%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Bazując na tych doświadczeniach, można wnioskować, że zastosowany model dobrze oddaje rzeczywistość i może być zastosowany do kompozytów Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> z domieszką renu.

Na rysunku 7 przedstawione są przykładowe rozkłady naprężeń termicznych w kompozytach po procesie chłodzenia.

Jak widać z rysunku 7, w fazie metalicznej średnie naprężenia termiczne są rozciągające, a w fazie ceramicznej ściskające. W ceramice oprócz dominujących naprężeń ściskających miejscowo występują duże naprężenia rozciągające, które mogą wywoływać powstawanie mikroszczelin. W celu wyznaczenia wpływu tych mikroszczelin na moduł

Younga zastosowano prosty naprężeniowy warunek pęknięcia

$$-\sigma_p \leq \sigma_i \leq \sigma_r \quad (1)$$

gdzie

$\sigma_p$  — naprężenie dopuszczalne przy ściskaniu ( $\sigma_p = 2,945$  GPa),  
 $\sigma_r$  — naprężenia dopuszczalne przy rozciąganiu ( $\sigma_r = 0,26$  GPa),  
 $\sigma_i$  — naprężenia główne obliczone dla każdego elementu.

Uwzględniając warunek (1) w symulacji testu prostego rozciągania wykonano implementację numeryczną następujących modeli:

- 1 — idealna mikrostruktura — bez porów i mikroszczelin,
- 2 — kompozyt z uwzględnieniem porowatości resztkowej (na poziomie 1 %),
- 3 — kompozyt z mikroszczelinami (spełniony warunek pęknięcia określony wzorem (1)).

Wyniki obliczeń numerycznych przedstawione były wcześniej na rysunku 5. Z analizy porównawczej danych na rysunku 5 wynika, że model numeryczny dobrze przewiduje wartości modułu Younga wyznaczone doświadczalnie. Uwzględnienie porowatości i warunku pęknięcia (1) powoduje spadek modułu Younga.

**Podsumowanie i wnioski**

W artykule przedstawiono wyniki badań doświadczalnych i obliczeń numerycznych przeprowadzonych dla kompozytów Cr/25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> domieszkowanych renem. Zastosowano dwie metody spiekania kompozytów: spiekanie pod ciśnieniem w prasie HP i spiekanie metodą SPS. Materiał otrzymany tymi dwoma metodami charakteryzuje się dużą

gęstością względną, nieznacznie wyższą w przypadku spiekania metodą SPS. Może to wynikać z zastosowania w przypadku stosowania procesu SPS proszków Cr i  $Al_2O_3$  o podobnych średnicach ziaren. Kompozyt domieszkowany renum charakteryzuje się bardzo dobrymi własnościami mechanicznymi i termicznymi w porównaniu z kompozytem bez domieszki renu (por. [3]). Wysokie wartości odporności na ścieranie i odporności korozyjnej wytworzonych kompozytów potwierdzają duży potencjał aplikacyjny tych materiałów. Mogą one być stosowane na gniazda zaworowe silników spalinowych, pokrycia dysz silników odrzutowych, pokrycia dysz palnikowych. Ponadto, dzięki dobrym właściwościom termicznym, można rozważyć wykorzystanie tych materiałów na wykładziny pieców z atmosferami ochronnymi i ekrany termiczne.

Zaprezentowano również modele numeryczne wyznaczenia termicznych naprężeń resztkowych i modułu Younga. Siatki MES do obliczeń zostały wykonane w oparciu o obrazy mikrostruktury otrzymane z mikrotomografii komputerowej. W modelach uwzględniono porowatość resztkową kompozytu i dopuszczono możliwość powstawania i propagacji mikroszczelin pod wpływem naprężeń termicznych. Wyniki opracowanych modeli porównano z danymi doświadczalnymi. Uzyskano dobrą zgodność obliczeń numerycznych ze zmierzonym (czterema metodami) modułem Younga. Zaproponowane modele, zarówno w odniesieniu do naprężeń termicznych jak i do modułu Younga, mogą być narzędziem do szybkiej analizy i przewidywania właściwości kompozytów.

#### Literatura

1. Downs J. J.: Advances in powder metallurgy of rhenium, Metal Powder Report, 2002, t. 57, s. 22÷26.
2. Węglewski W., Bochenek K., Basista M., Schubert Th., Jehring U., Litniewski J., Mackiewicz S.: Comparative assessment of Young's modulus measurements of metal-ceramic composites using mechanical and non-destructive tests and micro-CT based computational modeling, Comp. Mater. Sci., 2013, t. 77, s. 19÷30.

3. Węglewski W., Basista M., Chmielewski M., Pietrzak K.: Modeling of thermally induced damage in the processing of Cr- $Al_2O_3$  composites, Compos. Part B- Eng., 2012, t. 43, s. 255÷264.
4. Guichard J. L., Tillement O., Mocellin A.: Alumina-chromium cermets by hot-pressing of nanocomposite powders. J. Eur. Ceram. Soc. 1998, t. 18, s. 1743÷1752.
5. Shen Z., Johnsson M., Zhao Z., Nygren M.: Spark plasma sintering of Alumina. J. Am. Ceram. Soc. 2002, t. 85, s. 1921÷1927.
6. Munir Z. A., Anselmi-Tamburini U., Ohyanagi M.: The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: a review of the spark plasma sintering method. J. Mater. Sci. 2006, t. 41, s. 763÷777.
7. DIN EN 843-1 Hochleistungskeramik — Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur — Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit, 2007.
8. DIN EN 843-2 Hochleistungskeramik — Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur — Teil 2: Bestimmung des Elastizitätsmoduls, Schubmoduls und der Poissonzahl, 2007.
9. Bollen B.: MANUAL: RFDA System 23, RFDA-MF, Version 6.3.1, IMCE NV, Belgien, 2006.
10. Mackiewicz S.: Theoretical model for calculation of elastic constants of composite materials based on polycrystalline diamond and cubic boron nitride, IPPT PAN Warszawa, 2010.
11. Litniewski J.: Determination of the elasticity coefficient for a single trabecula of a cancellous bone: Scanning Acoustic Microscopy approach, Ultras. Med. Biol. 2005, t. 31, s. 1361÷1366.
12. Poniżnik Z., Salit V., Basista M., Gross D.: Effective elastic properties of interpenetrating phase composites. Comp. Mater. Sci. 2008, t. 44, s. 813÷820.

**Wyniki przedstawione w niniejszej pracy zostały uzyskane w ramach projektu Kompozyty i Nanokompozyty Ceramiczno-Metalowe dla Przemysłu Lotniczego i Samochodowego, akronim: KomCerMet (nr projektu POIG.01.03.01-00-013/08) finansowanego w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka 2007-2013. Autorzy wyrażają podziękowanie firmie KGHM ECOREN S.A. za współpracę i przekazanie renu do badań w projekcie KomCerMet.**

---

**WWW.SIGMA-NOT.PL**

**PORTAL INFORMACJI TECHNICZNEJ**

**NAJWIĘKSZA BAZA PUBLIKACJI TECHNICZNYCH ONLINE**

---