

Badania stabilności zawiesiny metalowo-ceramicznej po wielokrotnym przetopie kompozytu na bazie stopu aluminium A359 zbrojonego cząsteczkami Al_2O_3

Stability of metal-ceramic slurry after multiple re-melting of A359 aluminum alloy based composite reinforced with Al_2O_3 particles

Krystyna Pietrzak¹, Natalia Sobczak^{1,2}, Jerzy J. Sobczak², Adam Klasik³, Artur Kudyba², Paweł Darlak², Piotr Długosz², Andrzej Wojciechowski¹, Edmund Sienicki³

¹ Instytut Mechaniki Precyzyjnej, ul. Duchnicka 3, 01-796 Warszawa, Polska

² Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Polska

³ Instytut Transportu Samochodowego, ul. Jagiellońska 80, 03-301 Warszawa, Polska

¹ Institute of Precision Mechanics, ul. Duchnicka 3, 01-796 Warszawa, Poland

² Foundry Research Institute, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Poland

³ Motor Transport Institute, ul. Jagiellońska 80, 03-301 Warszawa, Poland

E-mail: krystyna.pietrzak@imp.edu.pl

Received: 10.04.2017. Accepted in revised form: 30.06.2017.

© 2017 Instytut Odlewnictwa. All rights reserved.

DOI: 10.7356/iiod.2017.07

Streszczenie

Metodę kropli leżącej zaadaptowano do badań wpływu wielokrotnego przetapiania i odlewania metalowych materiałów kompozytowych na strukturalną stabilność zawiesiny metalowo-ceramicznej. Do badań stosowano komercyjny kompozyt o osnowie stopu aluminium A359 (AlSiMg) firmy DURALCAN zawierający ok. 20% obj. cząsteczek tlenku glinu. Kompozyt poddano 10-krotnemu przetopieniu i odlewaniu, stosując dwa procesy znacznie różniące się czasem krzepnięcia zawiesiny metalowo-ceramicznej, tj. odlewanie grawitacyjne oraz prasowanie w stanie ciekłym (squeeze casting). Próbki kompozytu po każdorazowym cyklu przetopu i odlewania poddano badaniom wysokotemperaturowym na podłożu z tlenku glinu w próżni w temperaturze 850°C w ciągu 30 min. Zarówno bezpośrednia obserwacja zachowania próbek kompozytu podczas ich nagrzewania, jak i analiza strukturalna zakrzepłych próbek wykazała, że podczas topienia powstająca kropla zawiesiny metalowo-ceramicznej nie ulega rozwarstwianiu i zachowuje stabilność w badanym okresie czasowym, niezależnie od liczby przeprowadzonych przetopów i zastosowanego następnie sposobu odlewania kompozytu.

Uzyskane wyniki potwierdzają dotychczasowe badania wskazujące na możliwość wielokrotnego przetapiania i po-

Abstract

The sessile drop method was adopted to investigate the effect of multiple re-melting and casting of metal matrix composite on the structural stability of metal-ceramic slurry. Commercial aluminum matrix composite made of the A359Al alloy reinforced with about 20 vol. % Al_2O_3 particles was produced by DURALCAN and next re-melted and re-cast ten times using two casting methods, i.e. conventional gravity casting and squeeze casting. The samples taken from all composite ingots produced after every cycle of re-melting and re-casting were used for high temperature tests at a temperature of 850°C for 30 min, under vacuum conditions. Both direct observations of the behavior of composite samples placed on alumina substrates during their contact heating and at the test temperature as well as the detailed structural characterization of solidified droplets have shown high structural stability of the metal-ceramic slurry, irrespective of the number of re-melts and type of casting process used afterwards. The high stability of the originally obtained composite microstructure in each subsequent re-melting step in this study also entitles one to question the widely accepted opinion on the difficulties with re-melting of cast composites, and thus their unsuitability for recycling.

nowego odlewania kompozytów metalowych bez istotnej utraty ich właściwości użytkowych. Stwierdzona wysoka stabilność pierwotnej jednorodności zawiesiny metalowo-ceramicznej upoważnia do zakwestionowania powszechnie akceptowanej tezy o nieprzydatności odlewanych kompozytów metalowych do recyklingu.

Słowa kluczowe: kompozyty, recykling, wielokrotny przetop, stabilność zawiesiny metalowo-ceramicznej, metoda kropli leżącej

1. Wprowadzenie

Pomimo posiadania unikatowego zespołu właściwości użytkowych metalowe materiały kompozytowe stanowią grupę zaawansowanych tworzyw o niskim stopniu wdrażania do praktyki przemysłowej. Jednym z powodów tego jest powszechne przekonanie, że stanowią one tworzywa o niskim stopniu wtórnego przetwarzania na drodze recyklingu. Problem recyklingu materiałów staje się coraz bardziej istotny, ponieważ do 2050 roku powinna obowiązywać zasada „zero odpadów”, a w ramach GZO (Gospodarka Zamkniętego Obiegu) obowiązek ten nakłada się na producentów materiałów/wyrobów gotowych, co w praktyce będzie oznaczać, że to producent będzie zobowiązany do zapewnienia recyklingu zapewniającego zero odpadów [1].

Autorzy niniejszego artykułu zagadnieniu teoretycznych i praktycznych aspektów recyklingu odlewanych materiałów kompozytowych o osnowie aluminium poświęcili kilka prac [2-4]. Stosując metodę bezpośredniego przetopu i ponownego odlewania różnymi technikami, przeprowadzili badania porównawcze dla stopu A359 oraz kompozytów o osnowie tego stopu zbrojonych w całej objętości cząsteczkami SiC lub Al_2O_3 . Wykazano przy tym zalety procesu [2-4], w szczególności jeśli jest on przeprowadzany sposobem prasowania w stanie ciekłym (*squeeze casting*), który pozwala zredukować praktycznie do zera porowatość gazowo-skurczową charakterystyczną dla konwencjonalnego sposobu odlewania grawitacyjnego. Zwrócono także uwagę na konieczność spełnienia określonych warunków związanych ze zjawiskami, które potencjalnie mogą zachodzić na granicy kontaktu osnowa/zbrojenie, prowadząc w efekcie do pogorszenia charakterystyk mechanicznych kompozytu po wielokrotnych przetopach [2,3]. Badania wpływu ilości fazy zbrojącej wykazały, że takich niekorzystnych zjawisk nie obserwowano w przypadku kompozytu A359 + 20% obj. Al_2O_3 [4]. W wyniku wielokrotnego przetopu zrealizowanego konwencjonalną metodą grawitacyjną do czwartego przetopu charakterystyki mechaniczne zmieniają się niewiele, natomiast po zastosowaniu wielokrotnego przetopu metodą *squeeze casting* charakterystyki mechaniczne kompozytu są takie same jak w jego stanie wyjściowym [3,4]. Na podstawie porównawczej analizy relacji struktura-właściwości badanych kompozytów po

Keywords: metal matrix composites, recycling, multiple re-melting, stability of metal-ceramic slurry, sessile drop method

1. Introduction

Metal matrix composites (MMC), despite having a unique complex of utility properties, are not readily applied in industrial practice. One of the reasons lying behind this fact is a widespread belief that these materials have a low susceptibility to recycling and re-using. This problem has grown to be even more important, in the view of planned complete elimination of waste materials until 2050 (in the framework of the Closed Circuit Economic Initiative). In this regard, the obligation to ensure a “no waste” product lifetime is imposed on producers of ready state materials/products [1].

The problem of recycling of aluminum based metal matrix composites has been discussed by Authors of the paper in previously published works [2-4]. A comparative study has been done on A359 aluminum alloy based composites reinforced with Al_2O_3 or SiC particles and fabricated by the direct casting method combined with various re-melting techniques. It was additionally documented [2-4] that the implementation of the squeeze casting method leads to an almost complete absence of shrinkage and gaseous porosity, that in turn are commonly observed in components fabricated by conventional gravity casting techniques. Furthermore, the obtained results pointed toward a special need for fulfilling requirements related to metal/ceramic reinforcement interfacial phenomena, that may potentially deteriorate mechanical characteristics of composites fabricated in multiple re-melting assisted processes [2,3]. The evaluated effect of reinforcement fraction revealed that these adverse phenomena were not observed for A359 + 20 vol. % Al_2O_3 composite [4]. It was shown that mechanical properties of composites fabricated by the squeeze casting method are not affected by the introduction of subsequent re-melting steps, while in the case of using conventional gravity techniques some variations may be found after the 4th re-melting [3,4]. Based on the results of comparative study on a structure-properties relationship, the Authors formulated a research hypothesis that once established homogeneous metal-ceramic slurries, fabricated during manufacturing of MMC, exhibit a high structural stability determining a distribution of reinforcement, and thus a structure

wielokrotnych przetopach autorzy postawili tezę o wysokiej stabilności strukturalnej wytwarzanych zawiesin metalowo-ceramicznych, decydującej o równomiernym rozmieszczeniu fazy zbrojącej w osnowie kompozytowej, a w konsekwencji o jednorodnej strukturze i powtarzalnych właściwościach odlewu kompozytowego.

W celu weryfikacji postawionej tezy w niniejszym opracowaniu przedstawiono analizę zachowania kompozytu na bazie stopu aluminium zbrojonego cząsteczkami tlenku glinu podczas jego ponownego topienia i wygrzewania w wysokiej temperaturze.

Należy zauważyć, że w poprzednich badaniach [3] stosowano kompozyt A359-SiC, wykazujący wysoki stopień oddziaływania fizykochemicznego związanego z wysoką reaktywnością pomiędzy ciekłą osnową (stop A359) a zbrojeniem (SiC). Uznano to za jeden z czynników decydujących o stabilności zawiesiny metalowo-ceramicznej podczas wielokrotnego przetapiania odlewów kompozytowych. Natomiast w niniejszym opracowaniu, dla wyjaśnienia wpływu reaktywności i innych czynników na stabilność zawiesiny, a w konsekwencji na możliwość wielokrotnego przetwarzania odlewów kompozytowych, przeprowadzono badania porównawcze z kompozytem na bazie układu Al-Al₂O₃ powszechnie uważanego za układ niereaktywny.

2. Metodyka badań

2.1. Materiały do badań

Przedmiotem badań był komercyjny metalowy materiał kompozytowy o osnowie stopu aluminium A359 firmy DURALCAN, zbrojony cząsteczkami Al₂O₃ metodą mieszania mechanicznego zawiesiny metalowo-ceramicznej (*vortex*) i odlewania grawitacyjnego. Stop został poddany dziesięciokrotnemu przetapianiu i ponownemu dziesięciokrotnemu odlewaniu, stosując dwa odmienne procesy znacznie różniące się czasem krzepnięcia zawiesiny metalowo-ceramicznej i szczegółowo opisane w pracach [2–4]:

- 1) odlewanie grawitacyjne do formy metalowej, oznaczając próbki odpowiednio dla odlewania po pierwszym przetopie i odlewania po ostatnim przetopie jako G1 i G10;
- 2) prasowanie w stanie ciekłym (*squeeze casting*), oznaczając próbki odpowiednio dla odlewania po pierwszym przetopie i odlewania po ostatnim przetopie jako S1 i S10.

Próbki przeznaczone do badań wysokotemperaturowych pobierano w sposób losowy, który zastosowano dla wszystkich odlewanych próbek po każdym przetopie.

Stop w stanie dostawy poddano analizie składu chemicznego osnowy metalowej, stosując metodę ab-

homogeneity and related properties repeatability of final MMC castings.

In order to verify the aforementioned hypothesis, the behavior of Al₂O₃ reinforced aluminum alloy based composite, during re-melting steps and at high temperature exposition, was experimentally examined in this paper.

It should be noted that in the previous work [3], the material investigated was A359-SiC composite showing a high physicochemical interaction related to a strong reactivity between liquid matrix (A359 alloy) and ceramic reinforcement (SiC). It was recognized as one of the main features determining stability of a metal-ceramic slurry upon the multiple re-melting processing of composites. In order to clarify the role of reactivity and other factors affecting stability of a slurry, and thus to evaluate the possibility of using multiple re-melting procedures for as-cast composites, the comparative study was carried out for a composite material based on the Al/Al₂O₃ system (that is commonly recognized as a non-reactive one).

2. Methodology

2.1. Materials investigated

The material investigated was a commercially available (DURALCAN®) composite material made of A359 aluminum alloy matrix reinforced with alumina particles by mechanical stirring of metal-ceramic slurry (known also as the vortex method) combined with gravity casting.

The alloy in the as-received state was subjected to a tenfold re-melting followed by a tenfold casting by two various processes which differ in solidification times of metal-ceramic slurry (a more detailed description of these processes is shown elsewhere [2–4]):

- 1) gravity casting to metal mould – the related samples are further referred to as GX, where X denotes a number of applied re-melting steps;
- 2) casting under high external hydrostatic pressure of 200 MPa (*squeeze casting*) – the related samples are further referred to as SX, where X denotes a number of applied re-melting steps.

The samples for high temperature examinations were taken from randomly selected sites. The procedure was applied to all the investigated materials.

The aluminum alloy in the as-received state was subjected to chemical composition analysis by atomic absorption spectroscopy method. The average content of each element in the metal matrix is listed in Table 1. The fraction of alumina phase in fabricated composites was evaluated by X-ray diffraction (XRD)

sorpcyjnej spektrometrii atomowej, po uprzednim przeprowadzeniu naważek próbek do roztworu. W tabeli 1 zestawiono uzyskane wyniki analizy w postaci średnich wartości pomiarów. Zawartość Al_2O_3 w kompozycie określano metodą rentgenowskiej analizy fazowej, stosując proszkowy materiał odniesienia zawierający około 90,1% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [4]. Do analizy przyjęto natężenia względne ważone, wyznaczone z ośmiu najsilniejszych refleksów dyfrakcyjnych o wskaźnikach 012, 104, 110, 113, 024, 116, 214 i 030. Badania rentgenowskie [4] wykazały, że kompozyt A359- Al_2O_3 w stanie dostawy zawiera około 22% wag. zbrojenia (Al_2O_3) oraz ok. 3% wag. spinelu MgAl_2O_4 .

Tabela 1. Skład chemiczny osnowy metalowej kompozytu stanowiącego przedmiot badań

Table 1. Chemical composition of metal matrix of examined composite

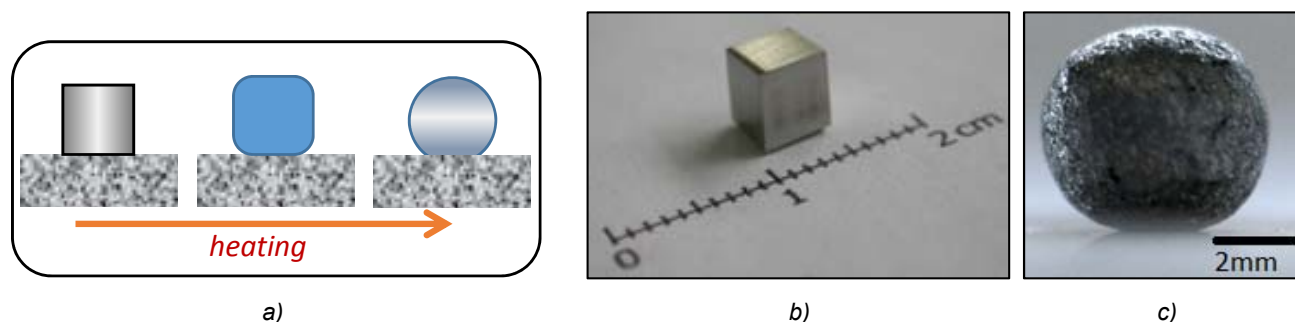
Oznaczany pierwiastek, % wag. / Element, wt. %							
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Al
8,6	0,12	0,03	0,007	0,46	0,01	0,11	reszta/Bal.

2.2. Metody badań

Do badań zachowania kompozytu A359- Al_2O_3 podczas topienia wybrano metodę kropli leżącej [5], stosując taki sam materiał podłoża, jakim jest zbrojenie kompozytu (Al_2O_3). Metoda ta pozwala na odtwarzanie realnych warunków procesów technologicznych i pomiaru kąta zwilżania – charakterystyki powierzchniowej, bardzo czułej na najmniejsze zmiany właściwości układu. W niniejszej pracy stosowano procedurę wspólnego nagrzewania (CH – *Contact Heating*) z szybkością $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Procedura CH (rys. 1a) polega na wspólnym nagrzewaniu próbki stopu (w danym przypadku kompozytu, rys. 1b) i podłoża (w danym przypadku tlenek glinu) do temperatury eksperymentu, wytrzymaniu w tej temperaturze, a następnie chłodzeniu, przy czym stop i podłoże pozostają ze sobą w stałym kontakcie podczas trwania całego cyklu.

2.2. Materials characterization

A sessile drop technique [5] was adopted to examine the melting behavior of A359- Al_2O_3 composite by using substrates made of alumina (the same as the applied reinforcement). This method allows mimicking the conditions that are specific for real technological processes, as well as for measurements of a contact angle as a measure of wettability and the surface characteristic that is very sensitive to any changes introduced to a liquid/solid system. A contact heating (CH) procedure (with a heating rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$) was selected in the present work. In the CH procedure (Fig. 1a) the material investigated (A359- Al_2O_3 composite, Fig. 1b) is placed on a substrate (Al_2O_3) and are simultaneously heated up to the testing temperature, then held for an appropriate time and finally cooled down. A sample/substrate couple remains in constant contact throughout the entire cycle.



Rys. 1. a) Schemat ilustrujący procedurę wspólnego nagrzewania (CH – *Contact Heating* [5]) próbki kompozytowej na podłożu ceramicznym z tlenku glinu; b,c) próbka kompozytu A359- Al_2O_3 wycięta z odlewu kompozytowego przed (b) i po (c) badaniach wysokotemperaturowych w 850°C metodą kropli leżącej

Fig. 1. a) A schematic drawing of contact heating (CH) procedure of a sessile drop method [5]; b,c) the A359- Al_2O_3 composite sample before (b) and after (c) the high temperature sessile drop test at 850°C

Do przeprowadzenia badań wysokotemperaturowych kompozytu zastosowano uniwersalny zestaw aparaturowy przeznaczony do kompleksowych badań ciekłych metali i stopów w wysokiej temperaturze [6]. Bezpośrednio przed włożeniem przygotowanych próbek kompozytu do komory próżniowej wyczyszczono je w izopropanolu za pomocą płuczki ultradźwiękowej. Eksperymenty przeprowadzono w próżni w temperaturze 850°C, to jest znacznie wyższej niż jest stosowane w praktyce odlewniczej do topienia wybranego kompozytu o osnowie aluminium. Zostało to zrobione celowo, aby wzmocnić potencjalny efekt utraty stabilności zawiesiny metalowo-ceramicznej na skutek jej rozwarstwiania spowodowanego opadaniem cząsteczek tlenku glinu na dno formy (jako efekt sedymentacji fazy o większej gęstości względem ciekłej osnowy metalowej).

W trakcie badań wysokotemperaturowych (od temperatury pokojowej poprzez nagrzewanie i chłodzenie po badaniach) rejestrowano:

- ciśnienie w komorze badawczej,
- temperaturę na stoliku badawczym, obok i nad nim,
- geometryczne parametry badanych próbek,
- obrazy badanego obiektu *kompozyt/podłoże*, to jest próbki kompozytu umieszczonej na wypolerowanym podłożu z tlenku glinu.

Po stopieniu próbki kompozytowej i powstawaniu z niej kropli, uzyskane obrazy *kropla/podłoże* poddano obróbce komputerowej w celu obliczenia kąta zwilżania (θ), wykorzystując oprogramowanie ASTRA, opracowane przez *CNR-Istituto per l'Energetica e le Interfasi – U.T. di Genova we Włoszech* [7,8].

Po zakończeniu badań wysokotemperaturowych krople kompozytu A359-Al₂O₃ chłodzono z szybkością 10°C/min. Zakrzepłe krople kompozytu (*rys. 1c*) poddano szczegółowym badaniom strukturalnym w przekroju poprzecznym prostopadle do powierzchni podłoża metodami mikroskopii świetlnej oraz skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) w połączeniu z lokalną analizą składu chemicznego metodą EDS.

3. Wyniki badań i dyskusja

3.1. Badania wysokotemperaturowe

Rysunki 2–7 ilustrują wybrane przykłady wyników badań wysokotemperaturowych. Obserwacje zachowania próbki kompozytowej podczas nagrzewania do temperatury 850°C oraz wygrzewania w tej temperaturze w czasie 15 min wykazały, że zarówno liczba przetopów, jak i sposób odlewania nie mają istotnego wpływu na kształt kropli zawiesiny metalowo-ceramicznej.

The high temperature tests were performed by using an experimental complex that has been designed for investigations of high temperature capillarity phenomena by various testing methods [6]. The samples were ultrasonically cleaned in isopropanol before placing them into the vacuum chamber. The tests were carried out under vacuum conditions at temperatures of 850°C, that is much higher than that normally used for melting the investigated composite material. The main purpose in using such a high temperature was to enhance a potential effect of the loss of metal-ceramic slurry's stability by sedimentation separation of phases having different densities.

The following parameters were recorded throughout the entire experiments:

- pressure inside the chamber,
- temperature of the table as well as beside and above it,
- geometrical features of the samples,
- *a composite/substrate* couple images.

After the melting of the composite sample and the droplet formation, the acquired *droplet/substrate* images were then used upon a post-processing analysis by ASTRA software (developed by *CNR-Istituto per l'Energetica e le Interfasi – U.T. di Genova, Italy*) to calculate the wetting angle (θ) values [7,8].

After the high temperature tests, the A359-Al₂O₃ couples were cooled down with a rate of 10°C/min. Solidified composite droplets (*Fig. 1c*) were then subjected to detailed structural examinations on prepared cross-sections by means of scanning electron microscopy (SEM) coupled with a chemical composition analysis by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS).

3. Results and discussion

3.1. High temperature tests

Selected results of high temperature tests are shown in *Figures 2–7*. The recorded behavior of the composite sample during heating to 850°C followed by annealing for 15 minutes revealed that both a number of re-melting operations as well as the applied casting method do not significantly affect the shape of metal-ceramic slurry droplet. On the other hand, it was found that the droplet shape strongly depends on the vacuum level (i.e. the pressure value inside the high temperature chamber). When the pressure is higher than $p > 1.5 \times 10^{-5}$ mbar, the A359-Al₂O₃ composite sample does not form a spherically shaped droplet, both after reaching

Stwierdzono natomiast, że zmienia się on znacznie w zależności od poziomu próżni, mierzonego wielkością ciśnienia w komorze wysokotemperaturowej. W przypadku gdy ciśnienie w komorze badawczej wynosi $p > 1,5 \times 10^{-5}$ mbar, to próbka kompozytu A359-Al₂O₃ nie tworzy sferycznego kształtu typowego dla kropli nie tylko po osiągnięciu temperatury topnienia osnowy materiału kompozytowego, ale również podczas dalszego wygrzewania w 850°C.

Na rysunku 2 pokazano reprezentatywne obrazy zarejestrowane podczas badań wysokotemperaturowych próbki kompozytu po pierwszym przetopie i odlewaniu sposobem *squeeze casting* (S1). Pomimo, że jest to najlepszy sposób odlewania z punktu widzenia znacznego skrócenia czasu samego procesu oraz uzyskiwanej wysokiej jakości odlewu (minimalna porowatość w porównaniu do odlewania grawitacyjnego) podczas topienia próbka ulega tylko nieznacznemu zaokrągleniu przy krawędziach, jeżeli ciśnienie w komorze badawczej wynosi $p = 3,4 \times 10^{-5}$ mbar. Ten kształt pozostaje niezmienny podczas dalszego wygrzewania przez 15 min w temperaturze 850°C (rys. 2). Poprawa próżni, a wraz z nią zmniejszenie ciśnienia w komorze do poziomu 2,2–2,5 $\times 10^{-5}$ mbar powoduje zwiększenie stopnia zaokrąglenia próbki, która przyjmuje kształt przypominający zdeformowaną kroplę (rys. 3). Jednak dopiero w warunkach, w których ciśnienie w komorze spada do poziomu $p < 1,5 \times 10^{-5}$ mbar próbka kompozytu przyjmuje kształt klasycznej kropli natychmiast po stopieniu osnowy metalowej (rys. 4–7).

Przedstawione obserwacje wpływu poziomu próżni w komorze na kształt próbki kompozytowej po przetopieniu osnowy metalowej dowodzą, że jest on związany z powstawaniem stosunkowo grubej powłoki tlenkowej kiedy $p > 2 \times 10^{-5}$ mbar. Powłoka ta tworzy się na skutek zjawiska wtórnego utleniania występującego bezpośrednio podczas badań wysokotemperaturowych [9].

Przeprowadzone pomiary kąta zwilżania wykazały, że we wszystkich badanych przypadkach występuje brak zwilżalności podłoża z tlenku glinu metalowo-ceramiczną zawieszoną utworzoną po stopieniu próbki kompozytu A359-Al₂O₃. Niezależnie od liczby wykonanych przetopów kąt zwilżania utworzony pomiędzy kroplą a podłożem wynosił $\theta = 150\text{--}160^\circ$, przy tym największe wartości θ stwierdzono dla „gorszej” próżni (większego ciśnienia w komorze badawczej). Prawdopodobnie stanowią one pozorne kąty zwilżania na skutek występowania zjawiska wtórnego utleniania próbek kompozytu podczas nagrzewania w komorze próżniowej [9]. Natomiast jednakowa i stała wartość kąta zwilżania może sugerować związek z występowaniem stabilności zawiesiny metalowo-ceramicznej zarówno podczas wielokrotnego przetapiania jak i w trakcie badań wysokotemperaturowych metodą kropli leżącej w 850°C, to jest w temperaturze znacznie wyższej w porównaniu do procesu wielokrotnego przetapiania.

the melting point of metal matrix and upon a further annealing at 850°C.

Some representative images acquired during the high temperature tests carried out on the composite sample subjected to the first re-melting operation followed by the squeeze casting (S1) are presented in Figure 2. Although the squeeze casting has been found to be the best option in terms of a prominent decrease of the process time and obtained porosity (as compared to the gravity casting method), during melting the droplet was only slightly rounded near the edges when the pressure was $p = 3.4 \times 10^{-5}$ mbar. This shape was not altered upon further annealing at 850°C for 15 minutes (Fig. 2). The decrease of pressure inside the chamber to $2.2\text{--}2.5 \times 10^{-5}$ mbar leads to a more rounded, but still deformed shape of droplet (Fig. 3). It was documented that the pressure as low as $p < 1.5 \times 10^{-5}$ mbar is needed to obtain a classical shape of molten drop (Figs. 4–7).

The documented effect of applied pressure, points towards its strong relationship with the formation of a relatively thick oxide layer under pressure of $p > 2 \times 10^{-5}$ mbar. This layer is a direct product of secondary oxidation during the high temperature tests [9].

The results of conducted analysis of contact angle show that in all investigated cases the metal-ceramic slurry exhibits non-wetting behavior with the alumina substrate. Independently on the number of re-melting steps the contact angle was within the range of 150–160°. Moreover, the highest θ values were calculated under “worse vacuum” conditions (i.e. under higher pressure in the chamber). However, the calculated contact angle values seem to be “apparent” in nature due to the aforementioned secondary oxidation effect [9]. On the other hand, a constant value of contact angle might suggest its relationship with the stability of metal-ceramic slurry both during multiple re-melting processes as well as during the sessile drop tests at a temperature of 850°C.



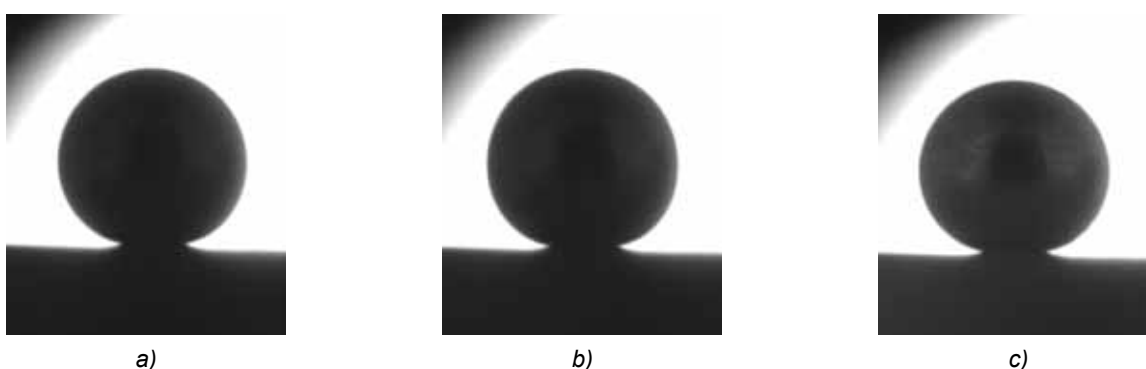
Rys. 2. Obrazy kropli próbki S1 (kompozyt po pierwszym przetopie i ponownym odlewaniu sposobem squeeze casting) na podłożu z tlenku glinu podczas badań w temperaturze 850°C: a) $t = 0$ s, $p = 3,4 \times 10^{-5}$ mbar, b) $t = 15$ min, $p = 3,2 \times 10^{-5}$ mbar

Fig. 2. Images of S1 sample (after the first re-melting operation followed by the squeeze casting) on the alumina substrate at 850°C: a) $t = 0$ s, $p = 3.4 \times 10^{-5}$ mbar, b) $t = 15$ min, $p = 3.2 \times 10^{-5}$ mbar



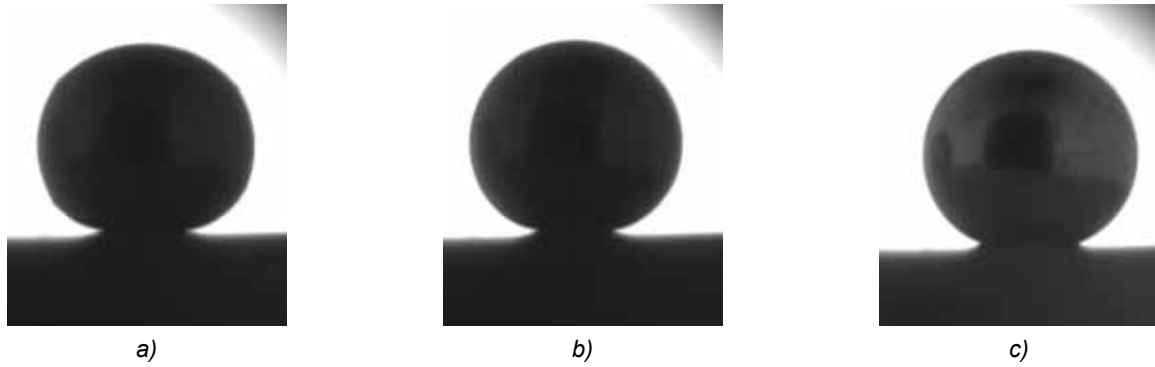
Rys. 3. Obrazy kropli próbki S10 (kompozyt po 10. przetopie i 10. odlewaniu sposobem squeeze casting) na podłożu z tlenku glinu podczas badań w temperaturze 850°C: a) $t = 0$ s, $p = 2,4 \times 10^{-5}$ mbar, b) $t = 15$ min, $p = 2,6 \times 10^{-5}$ mbar

Fig. 3. Images of S10 sample (after the 10th re-melting operation followed by the 10th squeeze casting) on the alumina substrate at 850°C: a) $t = 0$ s, $p = 2.4 \times 10^{-5}$ mbar, b) $t = 15$ min, $p = 2.6 \times 10^{-5}$ mbar



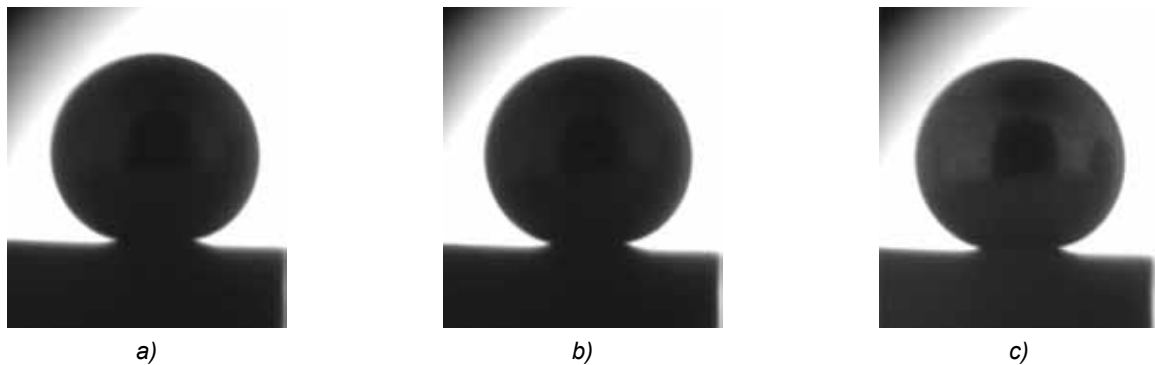
Rys. 4. Obrazy kropli próbki S10 (kompozyt po 10. przetopie i 10. odlewaniu sposobem squeeze casting) na podłożu z tlenku glinu podczas badań: a) $T = 750^\circ\text{C}$, $t = 15$ min, $p = 9 \times 10^{-6}$ mbar, b) $T = 850^\circ\text{C}$, $t = 0$ s, $p = 1 \times 10^{-5}$ mbar, c) $T = 850^\circ\text{C}$, $t = 15$ min, $p = 1,2 \times 10^{-5}$ mbar

Fig. 4. Images of S10 sample (after the 10th re-melting operation followed by the 10th squeeze casting) on the alumina substrate: a) $T = 750^\circ\text{C}$, $t = 15$ min, $p = 9 \times 10^{-6}$ mbar, b) $T = 850^\circ\text{C}$, $t = 0$ s, $p = 1 \times 10^{-5}$ mbar, c) $T = 850^\circ\text{C}$, $t = 15$ min, $p = 1.2 \times 10^{-5}$ mbar



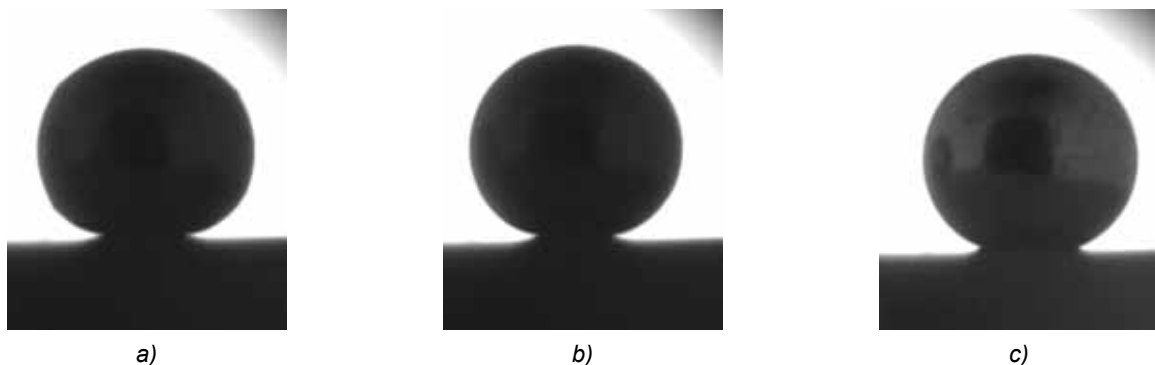
Rys. 5. Obrazy kropli próbki G10 (kompozyt po 10. przetopie i 10. odlewaniu grawitacyjnym) na podłożu z tlenku glinu podczas badań: a) $T = 750^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 9 \times 10^{-6} \text{ mbar}$, b) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 0 \text{ s}$, $p = 10^{-5} \text{ mbar}$, c) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 1,2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$

Fig. 5. Images of G10 sample (after the 10th re-melting operation followed by the 10th gravity casting) on the alumina substrate: a) $T = 750^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 9 \times 10^{-6} \text{ mbar}$, b) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 0 \text{ s}$, $p = 10^{-5} \text{ mbar}$, c) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 1.2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$



Rys. 6. Obrazy kropli próbki S1 (kompozyt po pierwszym przetopie i ponownym odlewaniu sposobem squeeze casting) na podłożu z tlenku glinu podczas badań: a) $T = 750^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 7,6 \times 10^{-6} \text{ mbar}$, b) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 0 \text{ s}$, $p = 1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$, c) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 1,1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$

Fig. 6. Images of S1 sample (after the first re-melting operation followed by the squeeze casting) on the alumina substrate: a) $T = 750^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 7.6 \times 10^{-6} \text{ mbar}$, b) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 0 \text{ s}$, $p = 1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$, c) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 1.1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$



Rys. 7. Obrazy kropli próbki G1 (kompozyt po pierwszym przetopie i ponownym odlewaniu grawitacyjnym) na podłożu z tlenku glinu podczas badań: a) $T = 750^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 7,6 \times 10^{-6} \text{ mbar}$, b) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 0 \text{ s}$, $p = 1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$, c) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 1,1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$

Fig. 7. Images of G1 sample (after the first re-melting operation followed by the gravity casting) on the alumina substrate: a) $T = 750^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 7.6 \times 10^{-6} \text{ mbar}$, b) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 0 \text{ s}$, $p = 1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$, c) $T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$, $p = 1.1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$

3.2. Badania strukturalne

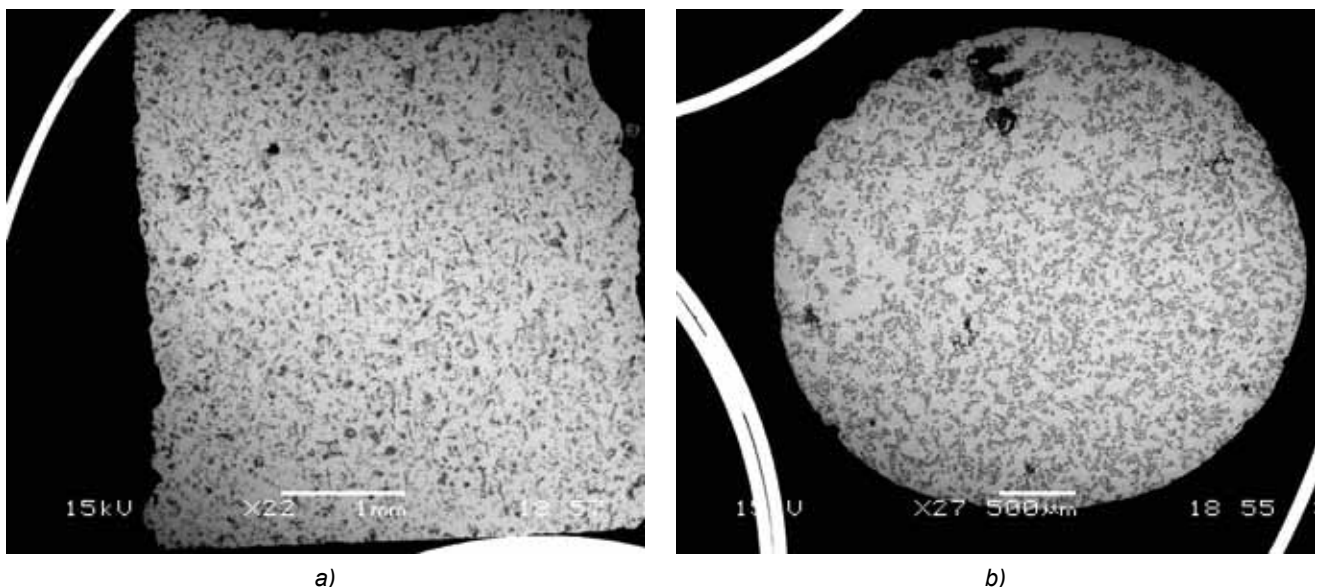
Obserwacje mikroskopowe poprzecznych przekrojów próbek po badaniach zwilżalności wykazały jednorodność rozmieszczenia fazy zbrojącej w osnowie metalowej w całym obszarze próbki kompozytu, niezależnie od liczby przetopów. Zostało to potwierdzone zarówno w badaniach przeprowadzonych na mikroskopie świetlnym, jak i skaningowym mikroskopie elektronowym (rys. 8) z uwzględnieniem analizy składu chemicznego poszczególnych składników strukturalnych, w tym również mappingiem rozkładu wybranych pierwiastków (rys. 9–11).

Stwierdzona wysoka jednorodność strukturalna zakrzepłych kropli kompozytu po badaniach wysokotemperaturowych ma istotne znaczenie jako eksperymentalny dowód stabilności metalowo-ceramicznej zawiesiny ciekły stop A359-Al₂O₃. Pomimo znacznej różnicy w gęstości stopu osnowy i zbrojenia (w temperaturze 850°C wynoszą one odpowiednio ok. 2,36 g/cm³ i 3,30–3,53 g/cm³) nie stwierdzono występowania zjawiska sedimentacji fazy zbrojącej w którejkolwiek z badanych próbek zarówno po przetopach, jak i po wysokotemperaturowych badaniach. Tymczasem liczne badania innych stopów o osnowie aluminium, takich jak stopy układu Al-Ti, zawierające dyspersyjną i równomiernie rozłożoną w osnowie fazę zbrojącą Al₃Ti o gęstość 3,30 g/cm³ porównywalnej do gęstości Al₂O₃, wykazują wyraźną tendencję do sedimentacji cząsteczek Al₃Ti i ich gromadzenia się w dolnej części kropli [10–12]. Można więc wnioskować o swego rodzaju

3.2. Structural characterization

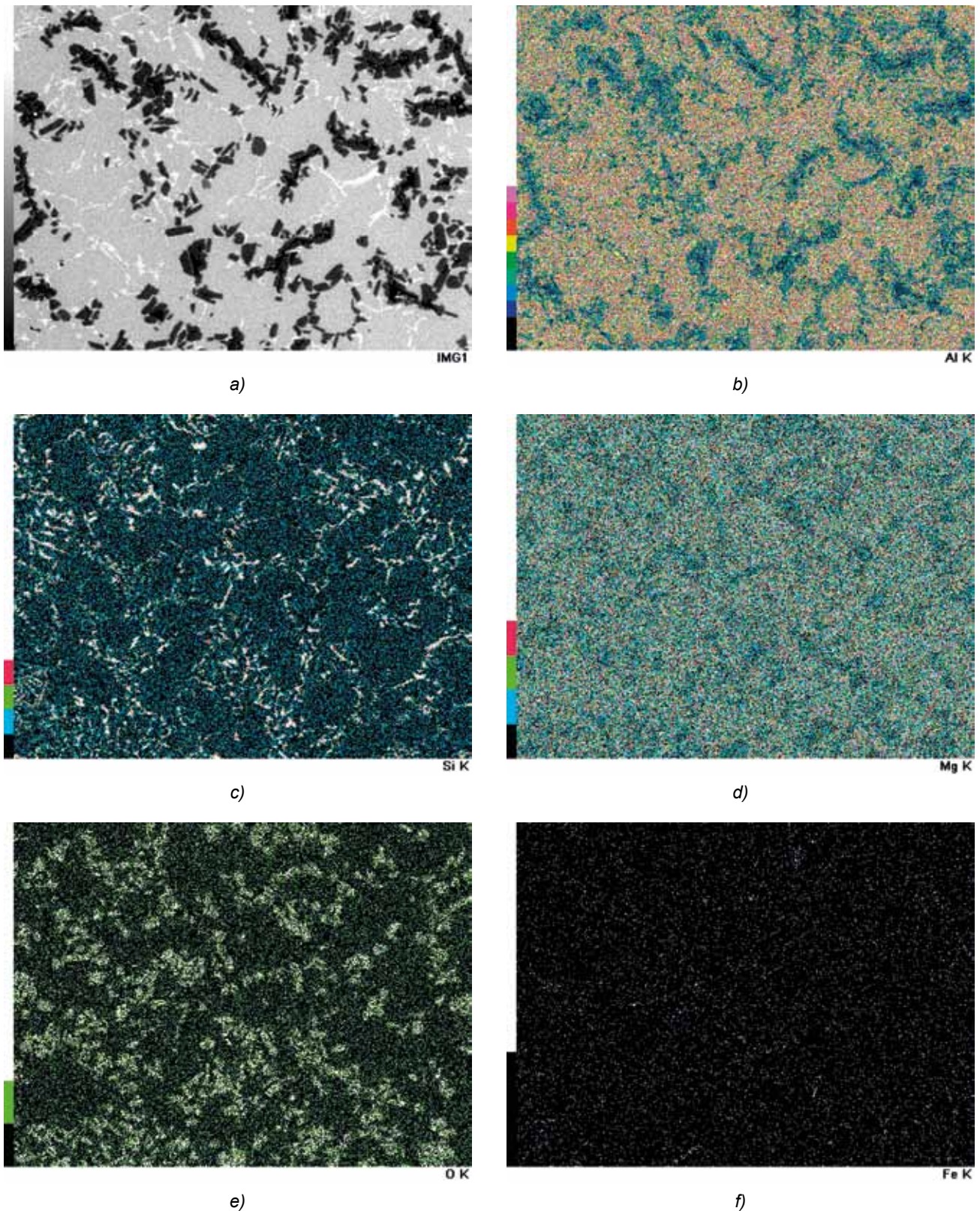
Microscopic observations of cross-sectioned samples after wettability tests revealed a homogeneous distribution of reinforcement in the whole volume of composite material, irrespective of the number of applied re-melting steps. This finding was confirmed by results of both optical microscopy and SEM (Fig. 8) evaluations, including the EDS characterization of local distribution of particular elements (Figs. 9–11).

The documented high structural homogeneity of solidified MMC droplet after high temperature tests also gives additional proof for structural stability of A359-Al₂O₃ metal-ceramic slurry. Despite a prominent difference in densities of the matrix and the reinforcement (at a temperature of 850°C densities are 2.36 g/cm³ and 3.30–3.53 g/cm³, respectively), the sedimentation phenomena was not observed in both re-melted and sessile drop samples. However, numerous reported examples on other aluminum alloys (e.g. Al-Ti alloys) having a homogeneously distributed Al₃Ti particles of a density of 3.30 g/cm³ (i.e. with a density similar to that of alumina) and showing a prominent tendency to segregation of Al₃Ti particles at the bottom of droplet [10–12]. Thus, it may be concluded that some kind of “memory” of primary uniform structure of A359-Al₂O₃ composite takes place leading to an equal distribution of particulate reinforcement after multiple re-meltings and the sessile drop experiments. A similar effect of “memory” of liquid metal treatment was reported by

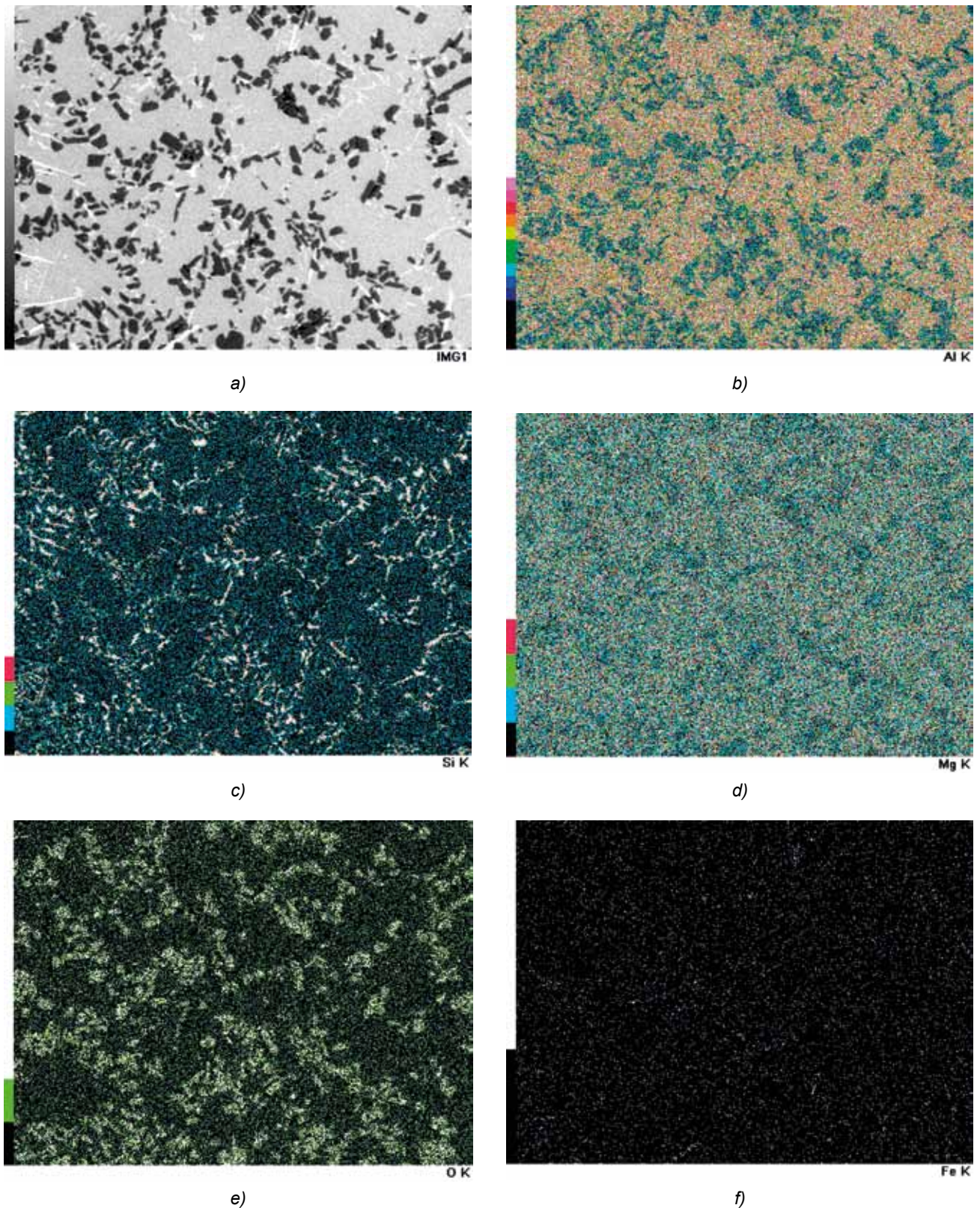


Rys. 8. Mikrostruktura SEM poprzecznego przekroju kropli kompozytu po badaniach wysokotemperaturowych ($T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$): a) S1 – kompozyt po pierwszym przetopieniu i ponownym odlewaniu sposobem squeeze casting, badania wysokotemperaturowe przy $p = 3,4\text{--}3,2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$, b) S10 – kompozyt po 10. przetopieniu i 10. odlewaniu sposobem squeeze casting, badania wysokotemperaturowe przy $p = 1\text{--}1,2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$

Fig. 8. The SEM image of cross-sectioned composite droplet after high temperature tests ($T = 850^{\circ}\text{C}$, $t = 15 \text{ min}$): a) the S1 sample (after the first re-melting operation followed by the squeeze casting) – $p = 3,4\text{--}3,2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$, b) the S10 sample – after the 10th re-melting operation followed by the 10th squeeze casting – $p = 1\text{--}1,2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$

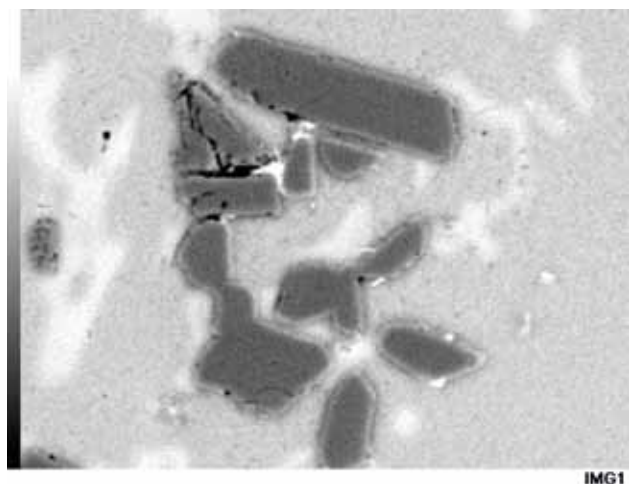


Rys. 9. Wyniki analizy SEM + EDS poprzecznego przekroju kropli kompozytu S1 (pierwszy przetop oraz ponowne odlewanie sposobem squeeze casting) po badaniach w $T = 850^{\circ}\text{C}$: a) obraz SEM, b–f) mapingi rozkładu wybranych pierwiastków
Fig. 9. The SEM + EDS evaluation on the cross-sectioned S1 sample (after the first re-melting operation followed by the squeeze casting) after sessile drop test at $T = 850^{\circ}\text{C}$: a) the SEM image, b–f) EDS maps showing a distribution of particular elements

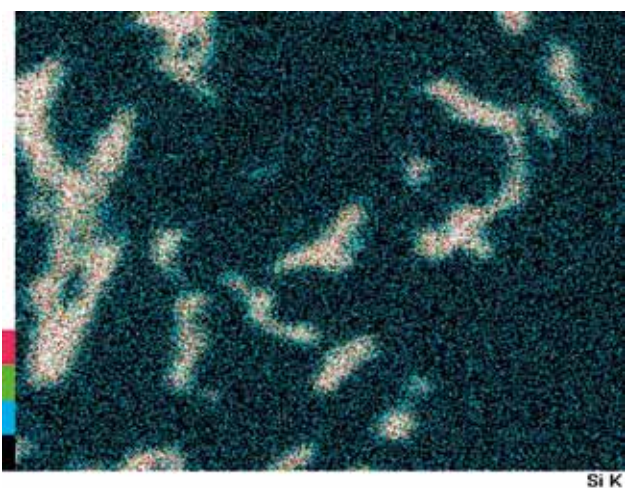


Rys. 10. Wyniki analizy SEM + EDS na poprzecznym przekroju kropli kompozytu S10 (10. przetop oraz 10. odlewanie metodą squeeze casting) po badaniach w $T = 850^{\circ}\text{C}$: a) obraz SEM, b–f) mapingi rozkładu wybranych pierwiastków

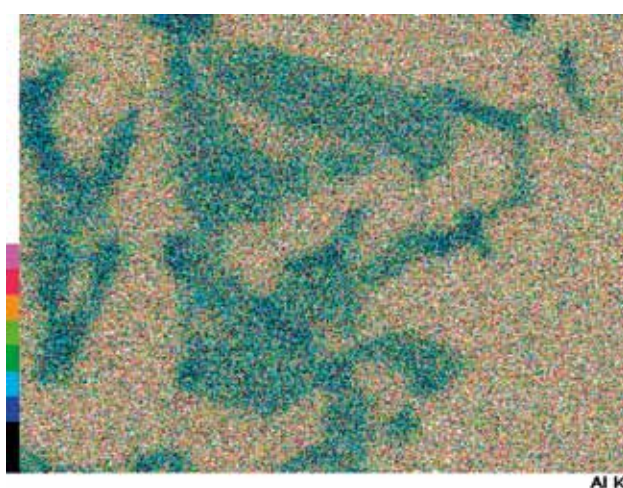
Fig. 10. The SEM+EDS evaluation on the cross-sectioned S10 sample (after the 10th re-melting operation followed by the 10th squeeze casting) after sessile drop test at $T = 850^{\circ}\text{C}$: a) the SEM image, b–f) the EDS maps showing a distribution of particular elements



a)



b)



c)



d)



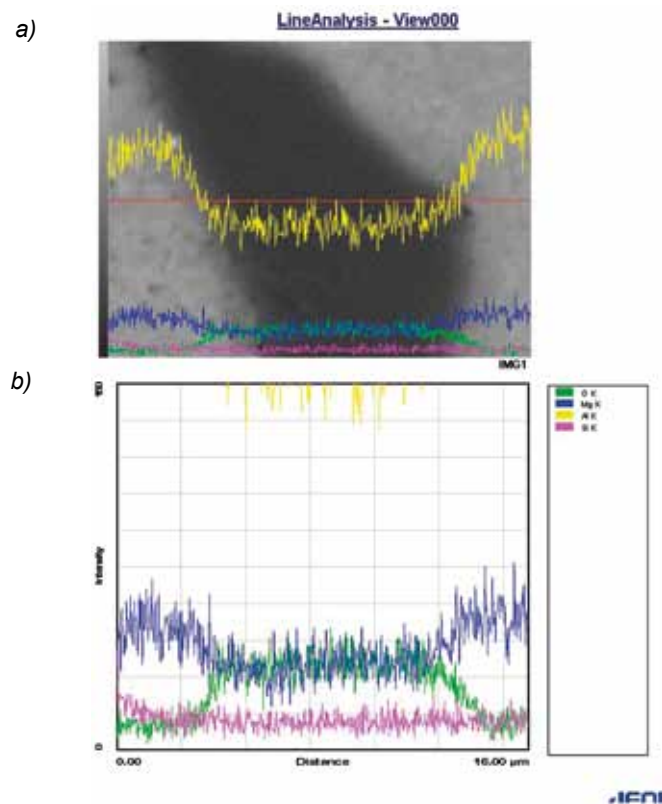
e)

Rys. 11. Analiza SEM + EDS poprzecznego przekroju kropli kompozytu S10 po badaniach w $T = 850^{\circ}\text{C}$: a) obraz SEM, b–e) mapingi rozkładu wybranych pierwiastków (wykonane przy pow. 2000 \times)

Fig. 11. The SEM + EDS evaluation on the cross-sectioned S10 sample (after the 10th re-melting operation followed by the 10th squeeze casting) after sessile drop test at $T = 850^{\circ}\text{C}$: a) the SEM image, b–f) EDS maps showing a distribution of particular elements (taken at high magnification)

„pamięci” pierwotnej struktury (kompozytu A359-Al₂O₃ pozwalającej na zachowanie równomiernego rozmieszczenia fazy zbrojącej w osnowie kompozytu zarówno po wielokrotnych przetopach, jak i w badaniach wysokotemperaturowych metodą kropli leżącej. Podobne zjawisko „pamięci” historii obróbki ciekłego metalu Lipchin i in. [13] zaobserwowali dla Zn, Sn, Cd i Bi poddanych krystalizacji pod ciśnieniem, co zostało szczegółowo opisane w pracy [14]. Lipchin i in. stwierdzili, że podczas ponownego przetapiania wymienionych metali wykazują one inną temperaturę topnienia w porównaniu do próbek odlewnych grawitacyjnie. Zaobserwowane zjawisko Lipchin i in. [13] nazwali *temperature-memory effect*. Również Shu i in. [15] badając wpływ ciśnienia oddziaływującego na ciekły bismut stwierdzili, że po takiej obróbce zakrzepły bismut wykazuje odmienne właściwości wynikające z jego „pamięci struktury” w stanie ciekłym, nazywając to zjawisko *liquid structural memory*. Innym przykładem występowania tego zjawiska jest opisane w pracy [16] zachowanie ciekłych kropli stopu AlSi22 podczas krzepnięcia po uprzednim poddaniu ich rozciąganiu, albowiem wszystkie badane krople wykazywały „pamięć kształtu” i w trakcie „swobodnego” krzepnięcia przejmowały nietypowy dla kropli kształt o wyraźnym ukierunkowaniu zgodnie z kierunkiem działania siły rozciągającej.

Lipchin et al. [13] (described in details in [14]) for Zn, Sn, Cd and Bi solidified under high pressure. During their next re-melting, all metals exhibited higher melting temperature than gravity cast samples. This phenomenon Lipchin et al. called temperature-memory effect [13]. Shu et al. [15] also reported that solid metal has “structural memory” of its liquid state. They evidenced experimentally the ability for solid Bi to remember liquid structure created under high pressure and resulting in anomalous ferromagnetism in solid bismuth. Shu et al. [15] called this effect liquid structural memory. Another example of unusual behavior of the AlSi22 drops during solidification reported in [16] might be also related to the liquid metal memory effect, i.e. all AlSi22 drops that were previously mechanically stretched took on an unusual shape during “free” solidification while their stretched shape corresponded to the direction of drop deformation.



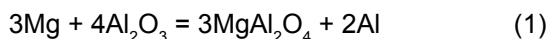
Rys. 12. Wyniki analizy SEM + EDS poprzecznego przekroju kropli kompozytu G10 po badaniach w $T = 850^{\circ}\text{C}$:
a) obraz SEM, b) liniowy rozkład wybranych pierwiastków

Fig. 12. Results of the SEM + EDS analysis on cross-sectioned G10 sample after sessile drop test at $T = 850^{\circ}\text{C}$:
a) the SEM image, b) the EDS linear distribution of particular elements

Wyniki analizy liniowej EDS otrzymane przy powiększeniu 2000× (rys. 12) wykazują specyficzny charakter rozkładu pierwiastków Al, Mg, Si i O przy powierzchni cząsteczki Al_2O_3 . Szczegółowa analiza składu chemicznego metodami SEM + EDS wykonana w charakterystycznych punktach na poprzecznych przekrojach próbek po badaniach wysokotemperaturowych przy powiększeniach 2000× potwierdziła tę obserwację, wykazując wysoką zawartość Mg w zakresie 1,36–2,36% wag. w obszarze granicy rozdziału osnowa/zbrojenie w przypadku wielokrotnie przetapianego kompozytu, zarówno dla próbki G10 (10. przetop, odlewanie grawitacyjne), jak i próbki S10 (10. przetop, odlewanie sposobem *squeeze casting*). Porównanie do pierwotnej zawartości Mg w osnowie 0,46% wag. (dane producenta) oraz do próbki G1 (0,43% wag. Mg) może sugerować obecność na powierzchni cząsteczki Al_2O_3 innej fazy bogatej w Mg, której powstawanie powoduje zmniejszenie zawartości Mg w osnowie w pobliżu jej kontaktu z cząsteczką Al_2O_3 (0,36% wag. Mg dla próbki S10 i 0,26% wag. Mg dla próbki G10).

Należy zauważyć, że rentgenowska analiza fazowa kompozytu w stanie dostawy wykazała obecność w kompozycie ok. 3% wag. spinelu MgAl_2O_4 . Porównanie do składu chemicznego kompozytu w stanie wyjściowym wykazuje, że po pierwszym przetopieniu i odlewaniu grawitacyjnym oznaczonym jako G1 zawartość Mg pozostaje w osnowie metalowej prawie niezmienną i wynosi 0,43% wag. Można więc wnioskować, że spadek zawartości Mg w osnowie po wielokrotnym przetopieniu jest związany z konsumpcją magnezu na tworzenie spinelu MgAl_2O_4 na granicy rozdziału *ciekła osnowa/zbrojenie*, a ten proces nasila się po każdym kolejnym przetopie.

Ponadto uzyskane wyniki sugerują, że oddziaływanie ciekłego stopu A359 i fazy Al_2O_3 ma charakter chemiczny. Jest to związane z reakcją zachodzącą na granicy kontaktu pomiędzy składnikiem stopu (Mg) a zbrojeniem (Al_2O_3), która prowadzi do powstawania nowej fazy (spinelu) na powierzchni cząsteczek glinu:



4. Wnioski

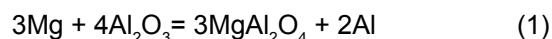
Na podstawie przeprowadzonych obserwacji zachowania się próbki kompozytu A359- Al_2O_3 podczas nagrzewania do 850°C i dalszego jej wygrzewania w tej temperaturze w czasie 15 min w połączeniu z badaniami strukturalnymi metodami SEM i EDS w mikroobszarach poprzecznych przekrojów schłodzonych próbek uzasadnione jest sformułowanie podanych dalej wniosków:

1. Wielokrotne przetopienie i odlewanie z zastosowaniem dwóch procesów odlewniczych, odlewania grawitacyjnego i metodą *squeeze casting*, nie wpły-

The results of EDS linear chemical composition analysis carried out at magnification of 2000× (Fig. 12) shows a specific distribution of elements (Al, Mg, Si and O) in a close vicinity of Al_2O_3 particles. A detailed analysis of the chemical composition by SEM + EDS method carried out on specific sites of cross-sectioned samples at magnification of 2000× confirms these observations, showing a high Mg content (1.36–2.36 wt. %) at the matrix/reinforcement interface (both for S10 and G10 samples). A comparison of the Mg content in the matrix of as-received material (0.46 wt. %) as well as that of the G1 sample (0.43 wt. %) might suggest a presence of other Mg-enriched phase on the surface of Al_2O_3 particles. The formation of this phase leads to the existence of a Mg-depletion zone in the composite's matrix, located near the Al_2O_3 particles (0.36 wt. % and 0.26 wt. % for S10 and G10 samples, respectively).

It should be noted that the conducted XRD analysis revealed a presence of ~3 wt. % of MgAl_2O_4 spinel phase in the as-received state of the composite. It was shown that the Mg content in the G1 sample (after the first re-melting followed by the gravity casting) was not altered (0.43 wt. %) as compared to the as-received material. Therefore, it is reasonable to conclude that a decrease of Mg content in the composite matrix after the multiple re-melting is associated with its consumption needed for the formation of MgAl_2O_4 spinel phase at the *liquid matrix/reinforcement interface*. Furthermore, this phenomenon is strengthened in each subsequent re-melting step.

Moreover, the obtained results point towards a chemical nature of the interaction between liquid A359 alloy and Al_2O_3 reinforcement. This behavior is related to the reaction taking place in the Mg/ Al_2O_3 contact zone and leading to the formation of new phase (spinel) according to the following formula:



4. Conclusions

Based on the observed behavior of A359- Al_2O_3 composite during its heating to 850°C followed by annealing for 15 minutes supported by the results of SEM + EDS structural characterization, the following conclusions can be drawn:

1. The multiple re-melting followed by casting using two processes (i.e. gravity casting and squeeze casting) does not affect the distribution of reinforcement in the metal matrix. The results obtained unequivocally confirm a high stability of the metal-ceramic slurry – it does not change significantly not only after the multiple re-melting steps, but also during annealing at temperatures much higher

wa na charakter rozmieszczenia cząsteczek fazy zbrojącej w osnowie metalowej, a otrzymane wyniki badań jednoznacznie potwierdziły wysoką stabilność uzyskanej pierwotnie jednorodności zawiesiny metalowo-ceramicznej. Nie ulega ona zauważalnej zmianie nie tylko po wielokrotnych przetopach, ale również podczas wygrzewania w temperaturze znacznie wyższej niż rekomendowana temperatura topienia i odlewania kompozytu A359-Al₂O₃.

2. Biorąc pod uwagę różnicę w gęstości stopu osnowy i zbrojenia (w temperaturze 850°C wynoszą one odpowiednio ok. 2,36 g/cm³ i 3,30–3,53 g/cm³) oraz brak stwierdzenia faktu występowania zjawiska sedymentacji fazy zbrojącej w którejkolwiek z badanych próbek zarówno po przetopach, jak i po wysokotemperaturowych badaniach w próżni można wnioskować o swego rodzaju „dziedziczności” pierwotnej struktury kompozytu pozwalającej na zachowanie równomiernego rozmieszczenia fazy zbrojącej w osnowie kompozytu.
3. W przypadku kiedy proces technologiczny wytwarzania zawiesiny metalowo-ceramicznej jest przeprowadzony starannie i zapewnia uzyskanie jej jednorodności, a proces odlewania zawiesiny jest odpowiednio dobrany i nie powoduje jej utraty, to taki kompozyt może być przetapiany wielokrotnie, pod warunkiem, że zarówno proces ponownego topienia, jak i ponownego odlewania jest odtwarzany w taki sam sposób i nie powoduje znaczących zmian warunków.
4. Uzyskane wyniki upoważniają do zakwestionowania powszechnie akceptowanej tezy o trudnościach z ponownym przetapianiem kompozytów odlewanych lub wręcz ich nieprzydatności do recyklingu.

than that recommended for melting and casting A359-Al₂O₃ composites.

2. By taking into account the difference in densities of the matrix and reinforcement (at 850°C: 2.36 g/cm³ and 3.30–3.53 g/cm³, respectively) and the total lack of sedimentation phenomena in samples subjected to both multiple re-meltings and high temperature sessile drop tests, it may be concluded that some kind of “succession” of the primary structure of A359-Al₂O₃ composite takes place leading to an equal distribution of reinforcement.
3. Proper regimes of technological processes allow a high homogeneity of metal-ceramic slurry that is maintained during the casting step which are needed to ensure the possibility of applying the re-melting procedure. Furthermore, the same conditions of subsequent re-melting and casting steps are also required.
4. The results of this study make questionable the widely accepted opinion on the difficulties with re-melting of cast composites, and thus their unsuitability for recycling.

Acknowledgements

A financial support from the Polish National Center of Science under Project No N507 242740 is gratefully acknowledged.

Podziękowania

Artykuł opracowano w oparciu o badania przeprowadzone w ramach projektu badawczego nr N507 242740 finansowanego przez Narodowe Centrum Nauki.

Literatura/References

1. COMMUNICATION FROM THE COMMISSION TO THE EUROPEAN PARLIAMENT, THE COUNCIL, THE EUROPEAN ECONOMIC AND SOCIAL COMMITTEE AND THE COMMITTEE OF THE REGIONS. *The role of waste-to-energy in the circular economy*. European Commission, Brussels, 26.1.2017, <http://ec.europa.eu/environment/waste/waste-to-energy.pdf>.
2. Klasik A., J. Sobczak, K. Pietrzak, N. Sobczak, A. Wojciechowski. 2012. *Influence of multiple remelting of particulate reinforced cast aluminium composites on their properties and structure*. Warszawa: Motor Transport Institute, Kraków: Foundry Research Institute.
3. Klasik A., K. Pietrzak, K. Makowska, J. Sobczak, D. Rudnik, A. Wojciechowski. 2016. „Wear resistance of aluminium matrix composites reinforced with Al₂O₃ particles after multiple remelting”. *Journal of Materials Engineering and Performance* 25 (8): 3084–3090.

4. Pietrzak K., A. Klasik, K. Makowska, J.J. Sobczak, A. Wojciechowski, D. Rudnik, E. Sienicki. 2016. „Strukturalne uwarunkowania właściwości mechanicznych kompozytów A359 + Al₂O₃ po wielokrotnym przetopie / Structural determinants of the mechanical properties of A359 + Al₂O₃ composites after multiple remelting”. *Prace Instytutu Odlewnictwa / Transactions of Foundry Research Institute* 56 (2) : 87–112.
5. Sobczak N., M. Singh, R. Asthana. 2005. „High-temperature wettability measurements in metal/ceramic systems – Some methodological issues”. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 9 (4–5) : 241–253.
6. Sobczak N., R. Nowak, W. Radziwill, J. Budzioch, A. Glenz. 2008. „Experimental complex for investigations of high temperature capillarity phenomena”. *Materials Science and Engineering A* 495 (1–2) : 43–49.
7. Liggieri L., A. Passerone. 1989. „An automatic technique for measuring the surface tension of liquid metals”. *High Temperature Technology* 7 (2) : 82–86.
8. *ASTRA Reference Book*, IENI, Report, October 2007.
9. Sobczak N., R. Asthana, W. Radziwill, R. Nowak, A. Kudyba. 2007. „The role of aluminium oxidation in the wetting-bonding relationship of Al/oxide couples”. *Archives of Metallurgy and Materials* 52 (1) : 55–64.
10. Sobczak N., Z. Gorny, M. Ksiazek, W. Radziwill, P.K. Rohatgi. 1996. „Interaction Between Porous Graphite Substrate and Liquid or Semi-Liquid Aluminium Alloys Containing Titanium”. *Materials Science Forum* 217–222 : 153–158.
11. Sobczak N. 2006. Effects of Titanium on Wettability and Interfaces in Aluminum/Ceramic Systems. W *Characterization & Control of Interfaces for High Quality Advanced Materials*, Volume 146 (eds. K. Ewsuk, K. Nogi, M. Reiterer, A. Tomsia, S. J. Glass, R. Waesche, K. Uematsu and M. Naito), John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA. doi: 10.1002/9781118406038.ch11.
12. Sobczak N., M. Ksiazek, W. Radziwill, R. Asthana, B. Mikulowski. 2004. „The effect of temperature, matrix alloying and substrate coatings on wettability and shear strength of Al/Al₂O₃ couples”. *Metallurgy and Materials Transaction A* 35 (3) : 911–923.
13. Lipchin T.N. et al. 1973. Modern methods for obtaining of ingots and materials. W *Progresivnie metodi poluchenia zagotovok i materialov*, Vol. 131, 85–90, Perm, PPI.
14. Sobczak J.J., L. Drenchev, R. Asthana. 2012. „Effect of pressure on solidification of metallic materials”. *International Journal of Cast Metals Research* 25 (1) : 1–14.
15. Shu Y., D. Yu, W. Hu, Y. Wang, G. Shen, Y. Kono, B. Xu, J. He, Z. Liu, Y. Tian. 2017. „Deep melting reveals liquid structural memory and anomalous ferromagnetism in bismuth”. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 114 (13) : 3375–3380, DOI: 10.1073/pnas.1615874114.
16. Sobczak N., J. Sobczak, R. Asthana, R. Purgert. 2011. „The mystery of molten metal”. *China Foundry* 7 (4) : 425–437.