

## Mikrostruktura materiałów kompozytowych na osnowie stopu EN AW-2024 umacnianych cząstkami $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### The microstructure of composite materials in the EN AW-2024 alloy matrix reinforced by $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles

Adam Kurzawa<sup>1\*</sup> , Jacek W. Kaczmar<sup>1</sup> 

<sup>1</sup>Politechnika Wrocławska, Wydział Mechaniczny, Katedra Odlewnictwa, Tworzyw Sztucznych i Automatyki, ul. Smoluchowskiego 25, 50-372 Wrocław, Polska

<sup>1</sup>Wrocław University of Technology, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Foundry Engineering, Polymers and Automation, Smoluchowskiego 25, 50-372 Wrocław, Poland

\*Corresponding author: adam.kurzawa@pwr.edu.pl

Received: 11.01.2019. Accepted in revised form: 31.05.2019.

© 2019 ŁUKASIEWICZ – Instytut Odlewnictwa. All rights reserved.

DOI: 10.7356/iod.2019.01

#### Streszczenie

W pracy zostały przedstawione wyniki badań mikrostruktur materiałów kompozytowych wytwarzanych metodą infiltracji ciśnieniowej preform z cząstek ceramicznych  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> stopem aluminium EN AW-2024. W badaniach mikroskopowych w szczególności oceniano jakość połączeń na granicach międzyfazowych osnowa-cząstki ceramiczne. Stwierdzono, że krzemionka (SiO<sub>2</sub>) stosowana do łączenia cząstek tlenku glinu w preformie powoduje wzbogacenie osnowy w krzem (Si), w części dyfundujący do stopu aluminium, który jednak pozostaje w osnowie w postaci skupisk SiO<sub>2</sub>, szczególnie w obrębie cząstek ceramicznych o dużym stopniu aglomeracji. Infiltracja porów otwartych preformy ceramicznej stopem EN AW-2024 o ograniczonej rzadkości utrudnia proces infiltracji, pozostawiając lokalnie występującą porowatość. Propagacja pęknięć w materiale kompozytowym po badaniach właściwości mechanicznych następuje głównie po granicach międzyfazowych osnowa-cząstka, szczególnie w miejscach o zwiększonej ilości rezydualnej krzemionki (SiO<sub>2</sub>) w osnowie. Na powierzchniach przełomów obserwuje się cząstki ceramiczne umocnienia  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o mocnym adhezyjnym połączeniu z osnową, które podczas tworzenia złomu ulegają pęknięciom.

**Słowa kluczowe:** materiały kompozytowe, infiltracja ciśnieniowa, preforma ceramiczna

#### Abstract

The paper presents the results of investigations into the microstructures of composite materials produced by pressure infiltration of preforms of ceramic  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles with aluminium alloy EN AW-2024. In particular, the quality of the bonds at the interphase boundaries of matrix-ceramic particles was evaluated using microscopy investigations. It was found that silica (SiO<sub>2</sub>) used for bonding alumina particles in the preform causes an enrichment of the matrix in silicon (Si), which partly diffuses to aluminium alloy, yet remains in the matrix in the form of SiO<sub>2</sub> concentrations, especially within ceramic particles with a high degree of agglomeration. The infiltration of open pores of ceramic preforms with EN AW-2024 alloy of limited flowing power hinders the infiltration process, resulting in local porosity. The propagation of cracks in the composite material after tests for mechanical properties occurs mainly along the interphase boundaries of the matrix-particle, especially in places with an increased residual amount of silica (SiO<sub>2</sub>) in the matrix. On the surfaces of the fractures ceramic particles of the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforcement are observed, they form a strong adhesive bond with the matrix and crack during the formation of scrap metal.

**Keywords:** composite materials, pressure infiltration, ceramic preform

## 1. Wstęp

Metoda prasowania w stanie ciekłym (*squeeze casting*) jest jedną z zaawansowanych metod odlewania nowoczesnych elementów maszyn i urządzeń z materiałów kompozytowych na osnowach metalowych. W technologii tej następuje połączenie zalet wynikających z zastosowania wysokiego ciśnienia odlewania elementów oraz prasowania w czasie procesu ich krzepnięcia [1]. Wymiernymi zaletami metody jest możliwość uzyskania jednorodnej drobnoziarnistej struktury odlewu, znacznego ograniczenia porowatości oraz zapewnienia wysokich właściwości mechanicznych odlewów [2,3]. W przypadku wytwarzania elementów z materiałów kompozytowych dodatkową zaletą tej metody jest możliwość strefowego umacniania odlewów poprzez umieszczenie porowatych szkieletów (preform) ceramicznych w wybranym miejscu formy odlewniczej, w miejscach działania największych obciążeń mechanicznych podczas eksploatacji elementu. Integralnym elementem procesu wytwarzania materiałów kompozytowych jest porowata preforma, która powinna charakteryzować się przede wszystkim porowatością otwartą umożliwiającą z jednej strony nasycanie jej ciekłym stopem osnowy, a z drugiej zapewnienie swobodnego odpływu gazów z jej wnętrza podczas procesu infiltracji ciśnieniowej. Ponadto ze względu na powstające w czasie infiltracji siły związane z oddziaływaniem strugi ciekłego metalu na ściany preformy oraz wzrost ciśnienia w jej wnętrzu w czasie infiltracji, powinna charakteryzować się ona odpowiednio wysokimi właściwościami mechanicznymi, przede wszystkim dobrą wytrzymałością na ściskanie oraz zginanie [4].

Jednym z podstawowych czynników warunkujących wysokie właściwości mechaniczne materiałów umacnianych cząstkami jest dobra jakość połączenia na granicy międzyfazowej osnowa-umocnienie [5]. Poprawę zwilżalności elementów ceramicznych przez ciekłe stopy aluminium, co wpływa na polepszenie wytrzymałości połączenia na granicy osnowa Al – umocnienie  $Al_2O_3$  można osiągnąć między innymi poprzez zwiększenie w osnowie stopu pierwiastków, takich jak Mg czy Cu lub poprzez odpowiednią preparatykę powierzchni elementów umacniających [6]. Z drugiej jednak strony przy sprzyjających warunkach termicznych oraz przy obecności w stopie tych pierwiastków istnieje ryzyko powstania niepożądanych reakcji z umocnieniem  $Al_2O_3$ , której produkty w postaci np. kruchości spinelu  $CuAl_2O_4$  lub  $MgAl_2O_4$  mogą obniżać własności połączenia na granicach fazowych [7–9].

Z kolei w pracy [10] autorzy wykazali wzrost własności mechanicznych materiałów wytworzonych na osnowie stopu 2024 umacnianego nanocząsteczkami  $Al_2O_3$  przy obecności faz, takich jak  $Al_2CuMg$  czy  $Al_2Cu$  powstałych podczas naturalnego starzenia materiałów.

W pracy podjęto tematykę wpływu umocnienia stopu AW-2024 preformami z cząstek ceramicznych  $\alpha-Al_2O_3$

## 1. Introduction

Squeeze casting is one of the advanced methods of casting the modern elements of machines and equipment made from composite materials on metal matrices. This technology combines the advantages of using the high pressure casting of elements and pressing during the process of their solidification [1]. The measurable advantages of this method are the possibility of obtaining a homogeneous fine-grain structure of the casting, a significant reduction of porosity and ensuring the high level of the mechanical properties of castings [2,3]. In the case of the manufacturing elements of composite materials, an additional advantage of this method is the possibility of the area strengthening of castings by placing porous ceramic frames (preforms) in a selected part of the casting mould, in places where the greatest mechanical loads are applied during the operation of the element. An integral element of the composite material manufacturing process is a porous preform, which should be characterised primarily by its open porosity allowing for, on one hand, its saturation with a liquid matrix alloy and, on the other hand, ensuring the free flow of gases from its interior during the pressure infiltration process. Moreover, due to the forces arising during infiltration which are associated with the interaction of the liquid metal stream on the preform walls and the increase in pressure inside the preform during infiltration, it should be characterised by an appropriately high level of mechanical properties, in particular, good compressive and bending strength [4].

One of the basic factors determining the high level of mechanical properties of materials reinforced with particles is the good quality of the bonding at the interphase boundary matrix - reinforcement [5]. The increase in the wettability of ceramic elements by liquid aluminium alloys, which improves the strength of bonding at the Al matrix –  $Al_2O_3$  reinforcement border may be achieved, inter alia, by increasing the concentration of elements such as Mg or Cu in the alloy matrix or by the appropriate preparation of the surface of the strengthening elements [6]. On the other hand, however, under favourable thermal conditions and when these elements are present in the alloy, there is a risk of undesirable reactions with the reinforcement of  $Al_2O_3$ , whose products in the form of e.g. brittle spinel  $CuAl_2O_4$  or  $MgAl_2O_4$  may reduce the strength of bonding at phase boundaries [7–9].

Nevertheless, in the paper [10] the authors showed that an increase in the level of the mechanical properties of materials produced on the matrix of 2024 alloy reinforced with  $Al_2O_3$  nanoparticles in the presence of phases, such as  $Al_2CuMg$  or  $Al_2Cu$ , formed during the natural ageing of materials.

The paper discusses the influence of the reinforcement of AW-2024 alloy with preforms of ceramic particles  $\alpha-Al_2O_3$  on the microstructure. In particular, attention was focused on the comparison of grain size in the ma-

na mikrostrukturę. W szczególności uwagę skupiono na porównaniu wielkości ziarn w materiale osnowy występującym w obszarze preformy i poza nią. Ponadto opisowi i analizie poddano mechanikę tworzenia złomu i propagacji pęknięć w badanych materiałach kompozytowych.

## 2. Materiały i metodyka badań

Proces infiltracji preform ciekłym stopem osnowy EN AW-2024 został przeprowadzony z zastosowaniem prasy hydraulicznej PHM-63. Przed infiltracją preformy zostały nagrzewane do temperatury 500°C w zewnętrznym piecu oporowym, po czym przenoszone i montowane w stalowej formie zainstalowanej na prasie. Następnie do formy wlewano ciekły stop o temperaturze 720°C i przeprowadzono prasowanie, pod ciśnieniem stempla prasującego o wartości 90–100 MPa. W trakcie procesu prasowania w stanie ciekłym stopu następowała infiltracja porowatych preform ceramicznych. Ciśnienie prasowania utrzymywano przez ok. 20–30 s do czasu zakrzepnięcia odlewu kompozytowego.

Materiały kompozytowe wytworzono metodą infiltracji pod ciśnieniem (*squeeze casting*) preform otrzymanych z cząstek ceramicznych  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Do infiltracji został wybrany stop aluminium EN AW-2024 należący do grupy stopów, które mogą być umacniane wydzieleniowo z ogólnym przeznaczeniem do procesów kształtowania plastycznego. W celu potwierdzenia zgodności składu chemicznego z normą EN 573-1 dostarczonych stopów w postaci prętów, przeprowadzono badania spektrometryczne. Analizy zostały wykonane na spektrometrze z wyładowaniem iskrowym S1 MiniLab 150 firmy GNR INDIA. Wyniki analiz (wartość średnia z pięciu oznaczeń) przedstawiono w tabeli 1.

trix material occurring in the preform area and beyond. Moreover, the mechanics of scrap formation and crack propagation in the studied composite materials were described and analysed.

## 2. Research materials and methodology

The process of the infiltration of preforms with liquid matrix alloy EN AW-2024 was carried out with the use of a hydraulic press PHM-63. Before infiltration, the preforms were heated up to 500°C in an external resistance furnace and then transported and assembled in a steel mould installed on the press. Then a liquid alloy with a temperature of 720°C was poured into the mould and pressing was carried out under the pressure of a press stamp with 90–100 MPa. During the pressing process of the alloy in the liquid state, the infiltration of porous ceramic preforms took place. The pressing pressure was maintained for about 20–30 seconds until the composite casting solidified.

Composite materials were produced by infiltration during the squeeze casting of preforms obtained from ceramic particles  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Aluminium alloy EN AW-2024 was selected for infiltration. It belongs to a group of alloys which can be strengthened by precipitation for the general purpose of plastic forming processes.

Spectrometric tests were carried out in order to confirm that the chemical composition complies with the EN 573-1 standard of the alloys supplied in the form of rods. The analyses were carried out using the spark discharge spectrometer S1 MiniLab 150 from GNR INDIA. The results of the analyses (mean value of five determinations) are presented in Table 1.

Tabela 1. Skład chemiczny stopu osnowy EN AW-2024  
Table 1. The chemical composition of EN AW-2024 matrix alloy

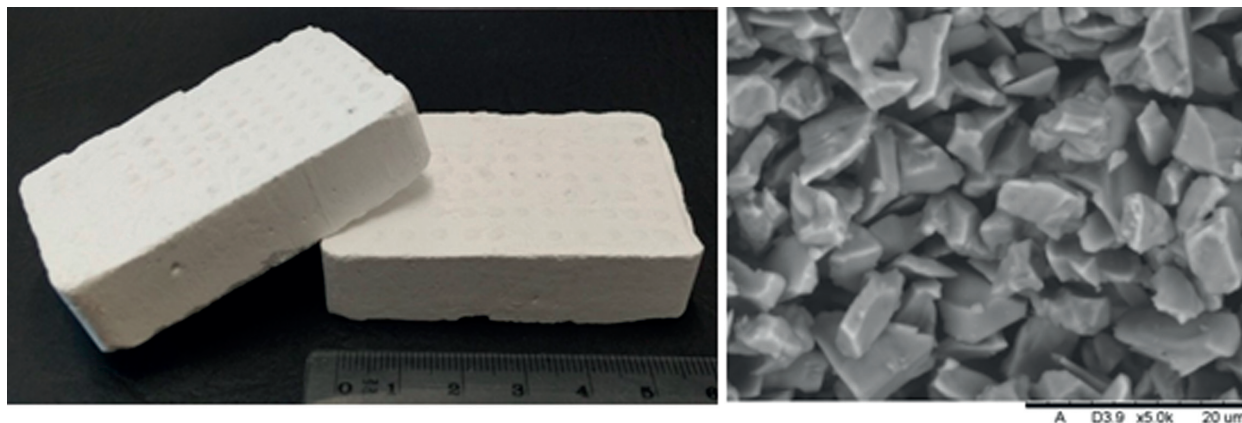
Stop Alloy	Udział wagowy, % Percentage by weight, %								
	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Mg	Cr	Ti	Al
EN AW-2024 EN 573-1	0,5 max.	0,5 max.	3,8–4,9	0,3–0,9	0,25	1,2–1,8	0,10	0,15 max.	reszta rest
Analiza MiniLab MiniLab analysis	0,48	0,39	4,18	0,52	0,17	1,36	0,08	0,09	reszta rest

Umocnienie materiałów kompozytowych stanowiły preformy ceramiczne wykonane z cząstek  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o wielkości od 1 do 6  $\mu$ m (rys. 1). Zostały one wykonane w seriach zawierających odpowiednio: 10, 20, 30 i 40% objętości cząstek, a zatem o porowatościach otwartych 90, 80, 70 i 60%. Do wytworzenia preform wykorzystano spoiwo w postaci wodnego roztworu krzemianu sodu

The composite materials were reinforced by ceramic preforms made from  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles ranging in size from 1 to 6  $\mu$ m (Fig. 1). They were made in series containing respectively: 10, 20, 30 and 40% of the volume of the particles, i.e. of open porosities 90, 80, 70 and 60%. A binder in the form of an aqueous solution of sodium silicate binding ceramic particles in the curing

łącącego cząstki ceramiczne w procesie utwardzania prowadzonego w polu mikrofalowym. Skład chemiczny oraz wybrane właściwości fizyczne stosowanych cząstek  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  zamieszczono w tabeli 2.

process carried out in a microwave field was used to produce preforms. The chemical composition and selected physical properties of the applied  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  particles are presented in Table 2.



Rys. 1. Widok ogólny oraz struktura przełomu preform z 30% obj. cząstek  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
 Fig. 1. A general view and the structure of the fracture of preforms with a 30% vol. of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles

Tabela 2. Wybrane właściwości fizyczne i skład chemiczny cząstek  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$   
 Table 2. Selected physical properties and chemical composition of  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  particles

	$\text{Al}_2\text{O}_3$ : >99%					
<b>Skład chemiczny, % wag.</b> <b>Chemical composition</b> <b>% by weight</b>	$\text{SiO}_2$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{CaO}$	$\text{TiO}_2$	$\text{K}_2\text{O}$
	<0,03	<0,04	<0,19	<0,01	<0,01	< 0,01
Gęstość: 3,95 g/cm <sup>3</sup> ; Wielkość cząstek: 3–6 $\mu\text{m}$ ; Twardość Mohsa: > 9; Kształt cząstek: ostrokrawędziowy Density: 3.95 g/cm <sup>3</sup> ; Particle size: 3–6 $\mu\text{m}$ ; Mohs hardness: > 9; Particle shape: sharp-edged						

### 3. Wyniki badań i dyskusja

Proces topienia, a następnie prasowania w stanie ciekłym, zmienia zasadniczo strukturę stopu EN AW-2024 bez umocnienia z pasmowej z odkształconymi plastycznie kryształami w gruboziarnistą o wielkości ziarna od 40  $\mu\text{m}$  do 80  $\mu\text{m}$ . Z uwagi na obniżenie właściwości mechanicznych stopu w porównaniu do stanu początkowego (stan dostawy) została przeprowadzona obróbka cieplna T6, dla której parametry ustalono w pracy [11]. Odlewy poddano przesycaaniu, wygrzewając w temperaturze 493°C przez 1,5 godz., a następnie przesycając w wodzie o temperaturze 20°C. Po przesycaaniu próbki zostały poddane sztucznemu starzeniu przez 8 h w temperaturze 200°C. Przykładową strukturę osnowy nieuzbrojonej cząstkami tlenku glinu po obróbce cieplnej T6 zamieszczono na rysunku 2.

Przeprowadzone badania twardości wykazały, że obróbka cieplna spowodowała wzrost twardości HBW 2,5/625N o ok. 30 jednostek dla nieumocnionej osno-

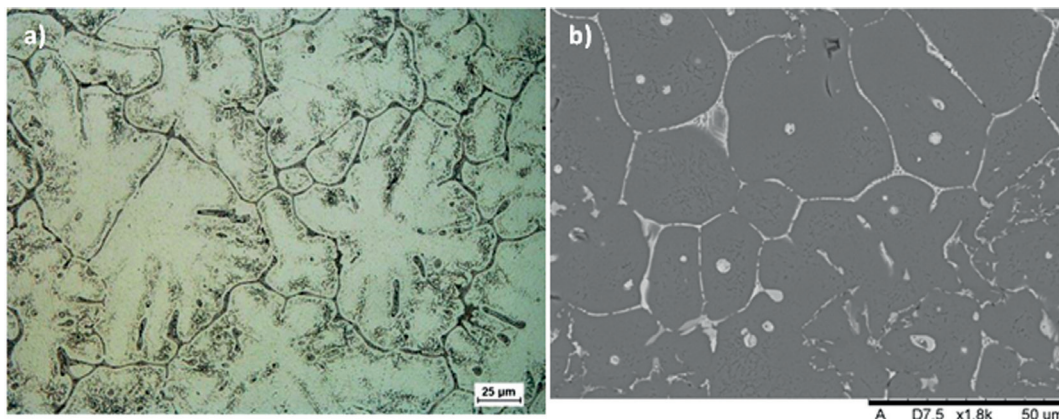
### 3. Research results and discussion

The process of melting and then pressing in the liquid state fundamentally changes the structure of the EN AW-2024 alloy without reinforcement from the band structure, with plastically deformed crystals, to coarse-grained ones with grain sizes ranging from 40  $\mu\text{m}$  to 80  $\mu\text{m}$ . Due to the reduced levels of the mechanical properties of the alloy in comparison to the initial state (delivery state), heat treatment T6 was carried out, for which the parameters were determined in the paper [11]. The castings were subjected to oversaturation, heated at 493°C for 1.5 hours and then oversaturated in water at 20°C. After oversaturation, the samples were artificially aged for 8 hours at 200°C. An example of the structure of a matrix not reinforced with alumina particles after heat treatment T6 is shown in Figure 2.

The hardness tests showed that heat treatment increased the hardness of HBW 2.5/625N by about 30 units for the unreinforced matrix. For materials with

wy. Dla materiałów z cząstkami ceramicznymi wartości te są zależne również od ich ilości i zostały podane w tabeli 3 [11].

ceramic particles these values also depend on their amount and are given in Table 3 [11].



Rys. 2. Mikrostruktura nieuzbrojonego stopu EN AW-2024 po przetopieniu, prasowaniu ze stanu ciekłego pod ciśnieniem  $P = 100$  MPa: a) próbka trawiona 1% HF, b) SEM

Fig. 2. The microstructure of an unreinforced EN AW-2024 alloy after melting, pressing from the liquid state under pressure  $P = 100$  MPa: a) etched sample 1% HF, b) SEM

Tabela 3. Wyniki badań twardości HBW 2,5/625N odlewów kompozytowych EN AW 2024 + cząstki  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
Table 3. Results of hardness tests HBW 2.5/625N of composite castings EN AW 2024 +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles

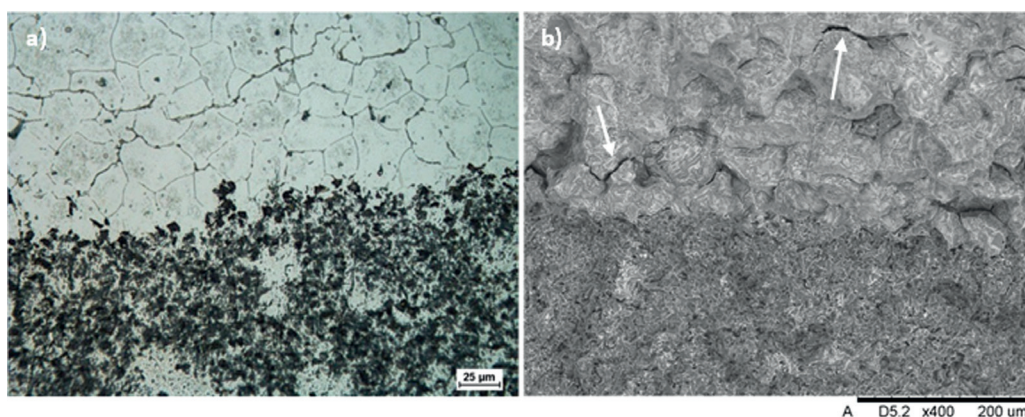
Osnowa EN AW-2024 Matrix EN AW-2024	Udział cząstek $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , % obj. Particle share $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , % vol.				
	0	10	20	30	40
Twardość HBW 2,5/625N Hardness HBW 2.5/625N	120	136	144	174	226

Struktura osnowy w obrębie preform ceramicznych ulega znacznemu rozdrobnieniu w porównaniu do struktury poza strefą umocnienia. Wewnątrz preform zarodkowanie oraz rozrost ziaren osnowy w czasie krzepnięcia uwarunkowane jest w dużej mierze przez odległości między cząstkami  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , stanowiącymi przeszkody dla rozrostu ziaren. Zasadniczy wpływ na strukturę osnowy ma również temperatura preform. Ze względów technologicznych zazwyczaj jest ona niższa od temperatury osnowy w stanie zalewania (w tym przypadku  $500^\circ\text{C}$ ). Ochładzany przez powierzchnię preform stop osnowy może wykazywać zwiększoną prędkość zarodkowania. W wyniku tego następuje znaczne, zależne również od porowatości preform, zmniejszenie wielkości ziaren osnowy. Pomimo stwierdzenia nieznacznego wpływu przechłodzenia osnowy na zmianę struktury w obszarach graniczących z preformą, to jednak nie zaobserwowano wad w postaci braku adhezji na granicy międzyfazowej czy też powstawania rozwarstwień osnowy na granicy ze ścianami preform (rys. 3a). W przypadku natomiast obserwacji SEM przełamów

The matrix structure within the ceramic preforms undergoes significant fragmentation compared to the structure outside the reinforcement area. Inside the preforms, the nucleation and growth of the matrix grains during solidification is largely determined by the distances between the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles, which are obstacles to the growth of the grains. The temperature of the preforms also has a major influence on the structure of the matrix. For technological reasons, it is usually lower than the temperature of the matrix in the state of pouring (in this case  $500^\circ\text{C}$ ). The matrix alloy cooled by the surface of the preforms may show an increased nucleation rate. As a result, there is a significant decrease in the size of the matrix grains, this phenomena also depends on the porosity of the preforms. In spite of the slight effect of the overcooling of the matrix on changes in the structure in the areas bordering with the preform, no defects were observed in the form of a lack of adhesion on the interphase boundary or the formation of matrix delamination on the boundary with the walls of the preforms (Fig. 3a). However, in the case of the SEM observations

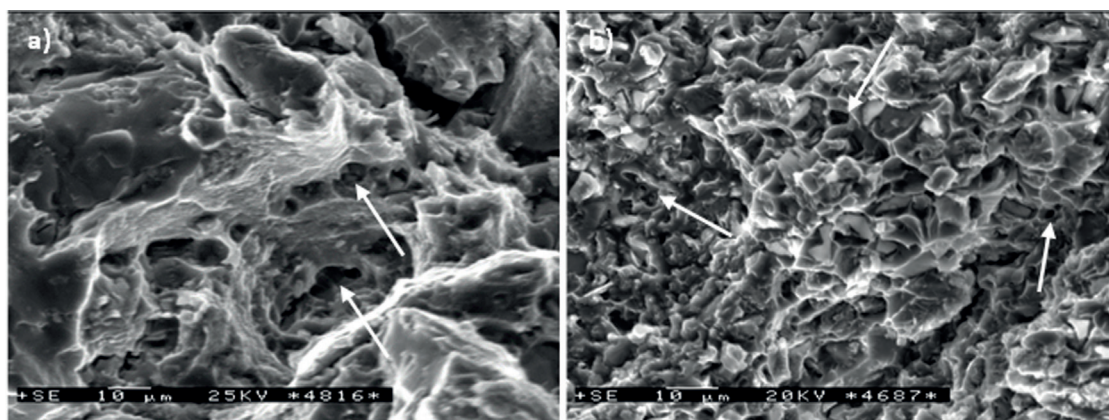
materiałów kompozytowych uzyskanych podczas prób udarowych stwierdzono w obszarach materiału osnowy w pobliżu krawędzi z preformą pęknięcia przebiegające po granicach ziarn (rys. 3b). Powstanie tych pęknięć tłumaczy się obecnością naprężeń wygenerowanych podczas krzepnięcia odlewów, na skutek różnic w wartości współczynnika rozszerzalności cieplnej osnowy i materiału kompozytowego.

of fractures of composite materials obtained during impact tests, cracks running along grain boundaries were found in the areas of the matrix material near the edges with preform cracking (Fig. 3b). The formation of these cracks is explained by the presence of stresses generated during the solidification of castings as a result of differences in the thermal expansion coefficient of the matrix and the composite material.



Rys. 3. Granica rozdziła strefy umocnionej i nieumocnionej cząstkami w odlewach wytworzonych na osnowie stopu EN AW-2024: a) mikroskopia świetlna, b) SEM: przelom. Umocnienie: 30% obj. cząstek  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Fig. 3. The separation boundary of the area reinforced and not reinforced with particles in castings produced with the base of EN AW-2024 alloy: a) light microscopy, b) SEM: fracture. Reinforcement: 30% vol. of  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  particles



Rys. 4. Mikrostruktura przelomu: a) nieumocnionej osnowy EN AW-2024, b) kompozytu z 30% obj. cząstek  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Fig. 4. The microstructure of a fracture: a) not reinforced matrix EN AW-2024, b) composite with 30% vol. of  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  particles

Ograniczona rzadkopolynność stopu EN AW-2024 w odniesieniu do odlewniczych stopów z grupy AlCu stanowi pewne utrudnienie w infiltracji wąskich przestrzeni pomiędzy cząstkami ceramicznymi w preformach, szczególnie przy większym udziale objętościowym cząstek ceramicznych. Analiza przeprowadzona za pomocą mikroskopii skaningowej wykazuje, że skutkuje to wzrostem lokalnej porowatości szczątkowej wynikającej z niepełnej infiltracji w obrębie preformy oraz występowaniem mikroporowatości w obszarach międzydendry-

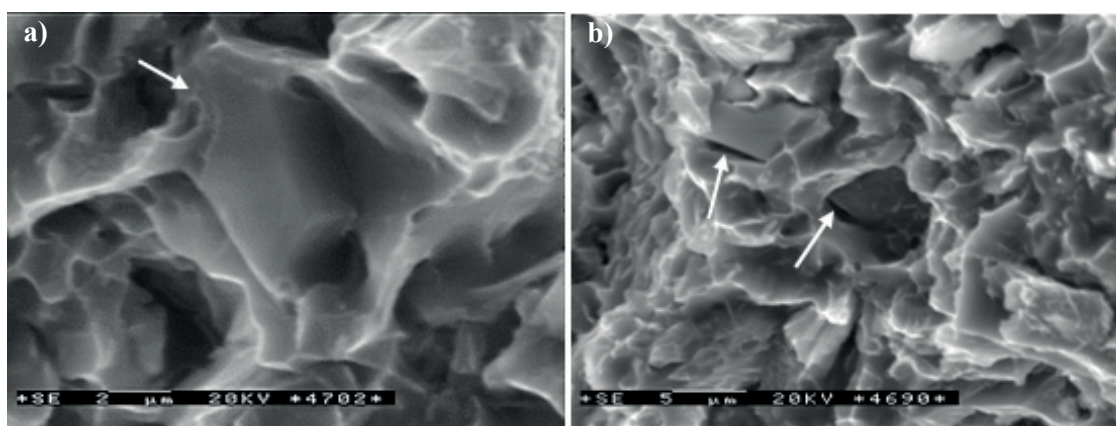
Limited flow power of the EN AW-2024 alloy in relation to foundry alloys from the AlCu group is due to a certain difficulty in the infiltration of narrow spaces between ceramic particles in preforms, especially those with a higher volume share of ceramic particles. The analysis carried out using scanning microscopy shows that this results in an increase in local residual porosity resulting from incomplete infiltration within the preform and the occurrence of microporosity in the interdendritic areas of the matrix. The local porosity also contributes

tycznych osnowy (rys. 4). Lokalna porowatość przyczynia się również do obniżenia jakości połączenia na granicach międzyfazowych cząstka-osnowa.

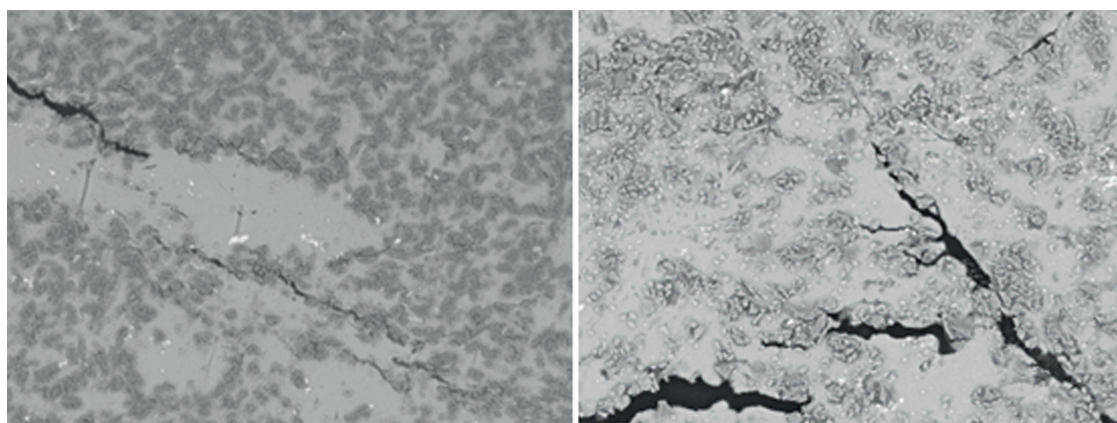
Na obserwowanych przełamach widoczne są tylko nieliczne pojedyncze cząstki umocnienia mechanicznie zakotwiczone w materiale osnowy, lecz nie mające z nią połączenia adhezyjnego (rys. 4). Większość cząstek wykazuje dobre jakościowo połączenie z osnową (rys. 5a). W tym przypadku wygenerowane w próbach wytrzymałościowych naprężenia powodują niejednokrotnie ich pękanie. W przypadku słabego wiązania na granicy międzyfazowej obserwuje się odspojenia osnowy od powierzchni cząstek (rys. 5b).

to a decrease in the quality of the bonds formed at the interphase boundaries of the particle-matrix.

At the observed fractures only a few single particles of the reinforcement mechanically anchored in the matrix material are visible, but not having an adhesive bonding with it (Fig. 4). Most of the particles show good quality bonding with the matrix (Fig. 5a). However, in this case, the stresses generated in the strength tests often cause their cracking. In the case of weak bonding at the interphase boundary, the separation of the matrix from the surface of the particles is observed (Fig. 5b).



Rys. 5. Mikrostruktura przełamów: a) nieumocnionej osnowy AW-2024, b) kompozytu z 30% obj. cząstek  $\alpha$ - $Al_2O_3$   
 Fig. 5. The microstructure of a fracture: a) unreinforced matrix AW-2024, b) composite with a 30% vol. of  $\alpha$ - $Al_2O_3$  particles



Rys. 6. Pęknięcia próbek materiałów kompozytowych w odlewach wytworzonych na osnowie stopu AW-2024. Umocnienie 20% obj. cząstek  $\alpha$ - $Al_2O_3$

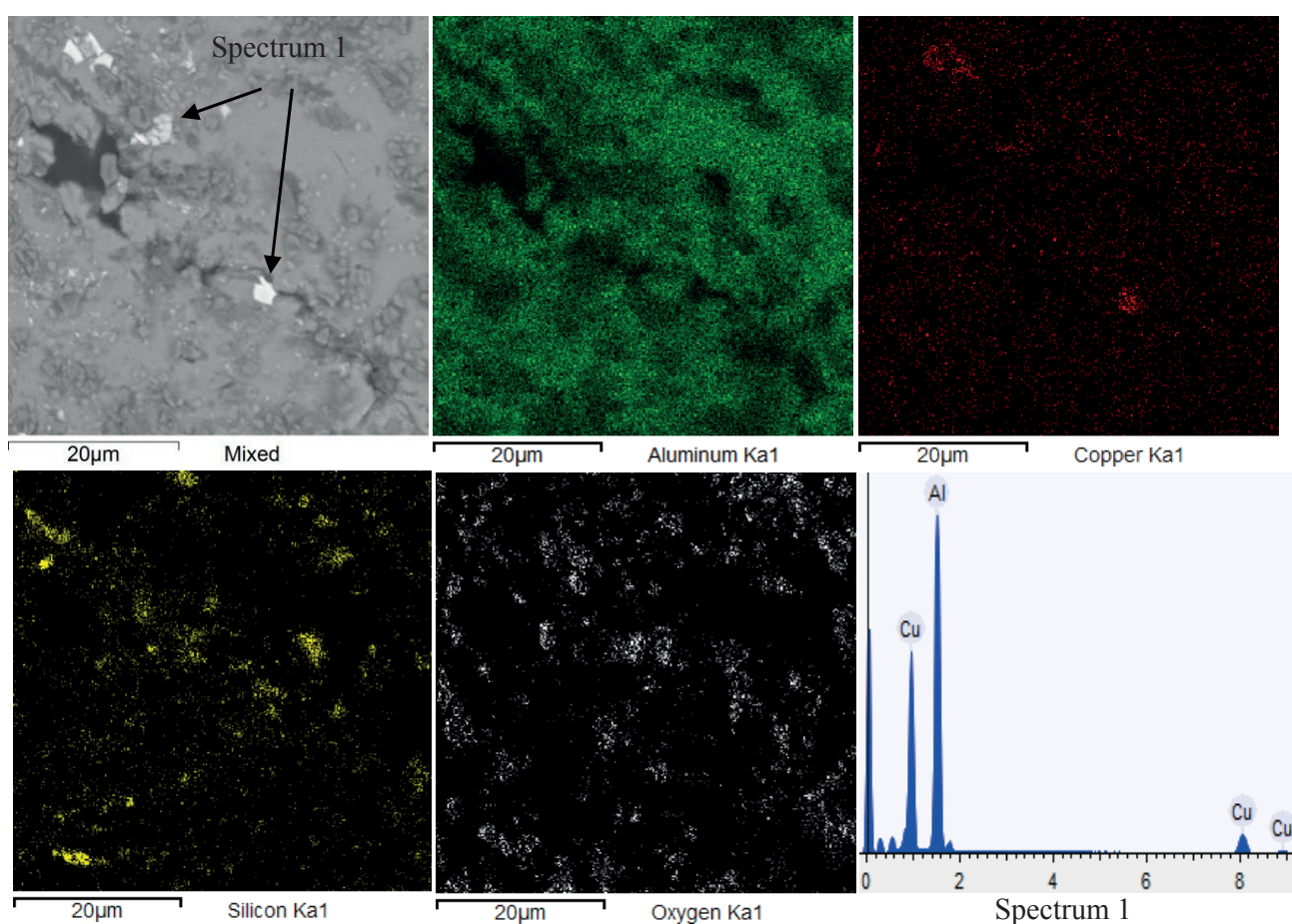
Fig. 6. Cracks in composite material samples in castings produced with the alloy base AW-2024. Reinforcement 20% vol. of  $\alpha$ - $Al_2O_3$  particles

Próbki z materiałów kompozytowych zawierających 10 i 20% obj. cząstek umacniających pękały krucho z widocznymi niewielkimi odkształceniami plastycznymi osnowy w obrębie pęknięcia. Odkształcenia plastyczne osnowy szczególnie widoczne są w relatywnie dużych

Samples from composite materials containing a 10 and 20% vol. of reinforcing particles became brittle and broke with slight plastic deformations of the matrix within the crack. Plastic deformations of the matrix are particularly visible in relatively large areas filled with

obszarach wypełnionych osnową, pozostałych po śród-  
ku porotwórczym stosowanym w procesie wytwórczym  
preform ceramicznych. W mechanizmie zniszczenia  
kompozytu dominuje propagacja pęknięć po granicach  
międzyfazowych cząstek z osnową, jak również po ob-  
szarach ze zwiększoną aglomeracją cząstek. Na skutek  
klinowania się cząstek w obrębie spiętrzenia naprężeń  
i wzrostu stopnia odkształcenia następuje również liczna  
fragmentacja cząstek. Spotykane na ścieżkach pęknię-  
cia obszary wypełnione osnową niezawierającą cząstek  
umacniających zostają zazwyczaj omijane przez czoło  
pęknięcia, a propagacja następuje wówczas po ich gra-  
nicy z obszarami wypełnionymi cząstkami ceramicznymi  
(rys. 6).

the matrix remaining after the blowing agent is used  
in the production process of ceramic preforms. The  
mechanism of composite destruction is dominated by  
the propagation of cracks at the interphase boundaries  
of particles with the matrix, as well as in areas with  
an increased agglomeration of particles. As a result of  
the wedging of particles within the stress build-up area  
and an increase in the degree of deformation, there is  
also a large scale fragmentation of particles. Areas filled  
with the matrix without reinforcing particles found on the  
crack paths are usually bypassed by the crack front and  
propagation takes place along their border with areas  
filled with ceramic particles (Fig. 6).



Rys. 7. Rozkład pierwiastków w materiale kompozytowym AW-2024 + 20% obj. cząstek  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$   
Fig. 7. The distribution of elements in the composite material AW-2024 + 20% vol. of  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  particles

Przeprowadzona analiza EDS rozkładu pierwiast-  
ków potwierdza, że w całej objętości odlewów wy-  
stępuje podwyższona zawartość  $\text{SiO}_2$  pochodzącego  
z krzemionki użytej do łączenia cząstek ceramicznych  
w preformach. Zwiększoną koncentrację  $\text{SiO}_2$  obser-  
wuje się zazwyczaj w obrębie występujących w kompozy-  
cie aglomeratów cząstek  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Analiza potwierdza, że  
obecność w strukturze spoiwa  $\text{SiO}_2$  zasadniczo wpływa

The EDS analysis of elemental decomposition con-  
firms that in the whole volume of castings there is  
an increased content of  $\text{SiO}_2$  derived from the silica  
used to join ceramic particles in preforms. An increased  
concentration of  $\text{SiO}_2$  is usually observed within the ag-  
glomerates of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles present in the composite.  
The analysis confirms that the presence of  $\text{SiO}_2$  binder  
in the structure fundamentally influences the cracking



na mechanizm pęknięcia kompozytów. Propagacja pęknięcia materiału w próbie statycznego ściskania przedstawiona na [rysunku 7](#) przebiega po linii o zwiększonej koncentracji Si.

Występujące szczątkowo po przesycaniu pierwotne wydzielone CuAl<sub>2</sub> występujące w obrębie propagacji pęknięć również ulegają fragmentacji, bezpośrednio biorąc udział w przenoszeniu naprężeń.

#### 4. Wnioski

W pracy scharakteryzowano mikrostrukturę, granicę rozdzielania osnowa-umocnienie oraz na przykładzie próby ściskania przedstawiono mechanikę pęknięcia materiałów kompozytowych z aluminiową osnową EN AW-2024 umocnioną cząstkami  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

1. Mikrostruktura osnowy rezydującej w obszarze preform charakteryzuje się znacznym rozdrobnieniem w porównaniu do struktury stopu nie umocnionego cząstkami. W obrębie preform wielkość ziarna osnowy ulega nawet kilkukrotnemu zmniejszeniu w porównaniu do obszarów poza strefą umocnienia.
2. Ograniczona rzadkość stopu EN AW-2024 utrudnia infiltrację ciekłym metalem małych porów otwartych, szczególnie w preformach o porowatości otwartej 70% i 60%. Powoduje to wzrost lokalnej porowatości występującej najczęściej w miejscach występowania aglomeratów cząstek ceramicznych.
3. Badania powierzchni międzyfazowych cząstki-osnowa wykazują dobre adhezyjne związanie komponentów kompozytów, przy czym w miejscach o zwiększonej ilości krzemionki (SiO<sub>2</sub>), następuje osłabienie połączenia skutkujące odpajaniem osnowy od powierzchni cząstek.
4. Wyniki badań potwierdziły zależność wpływu objętościowej zawartości cząstek umacniających  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na mechanikę zniszczenia kompozytów. W kompozytach z objętością cząstek do 20% objętościowo obserwuje się przełomy typu mieszanego ze znacznymi odkształceniami osnowy w okolicy pęknięcia. W kompozytach z zawartościami 30 i 40% obj. cząstek kompozyty pękają krucho zazwyczaj transkryształicznie, natomiast w czystej osnowie EN AW-2024 występują pęknięcia międzykryształicznie. Propagacja pęknięć w materiałach kompozytowych silnie zależy od ilości krzemionki (SiO<sub>2</sub>). Zwiększona koncentracja SiO<sub>2</sub> występująca głównie w aglomeratach cząstek wyznacza kierunek pęknięcia.

mechanism of the composites. The crack propagation of the material in the static compression test, as shown in [Figure 7](#), follows a line with increased concentration of Si.

The primary CuAl<sub>2</sub> precipitations that occur within the crack propagation after oversaturation are also fragmented, directly taking part in the transmission of stresses.

#### 4. Conclusions

The paper describes the microstructure, the matrix-reinforcement separation boundary and, concerning the example of the compression test, the mechanics of the cracking of composite materials are presented with the EN AW-2024 aluminium matrix reinforced with  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

1. The microstructure of the matrix present in the area of the preforms is characterised by significant fragmentation in comparison with the structure of the alloy not reinforced with particles. Within the preforms, the grain size of the matrix decreases even several times in comparison to the areas outside the reinforcement area.
2. The limited flow power of the EN AW-2024 alloy hinders infiltration with the liquid metal of the small open pores, especially in preforms with an open porosity of 70% and 60%. This results in an increase in local porosity, which occurs most frequently in locations where agglomerations of ceramic particles occur.
3. Investigations of the interphase surfaces of particles show good adhesion bonding of the composite components, however, in locations with an increased amount of silica (SiO<sub>2</sub>), there is a weakening in the bond strength resulting in a separation of the matrix from the surface of the particles.
4. The results of the research confirmed the dependence of the volumetric influence of the content of reinforcing  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles on the mechanics of composite destruction. In composites with a volume of particles of up to 20% by volume, fractures of a mixed type with significant matrix deformations are observed in the area of the cracks. In composites with a content of 30 and 40% vol. of particles, composites become brittle and break, usually transcrystalline, while in the pure EN AW-2024 matrix, intercrystalline cracks occur. The propagation of cracks in composite materials is closely dependant on the amount of silica (SiO<sub>2</sub>). An increased concentration of SiO<sub>2</sub> occurring mainly in particle agglomerates determines the direction of cracking.

5. W strukturze materiałów obserwuje się obecność pierwotnych wydzieleni  $\text{CuAl}_2$ . Biorą one bezpośredni udział w przenoszeniu naprężeń ulegając przemieszczeniom bądź fragmentacji w strefie deformacji osnowy występującej wokół pęknięć.

W kolejnych pracach zostaną zaprezentowane wyniki badań wykonanych na prezentowanych materiałach poddanych kształtowaniu plastycznemu, mającemu na celu eliminację wad występujących po procesie odlewania, jak również nadaniu materiałom ostatecznych właściwości. Dzięki połączeniu zalet technologii odlewniczej pozwalającej na wprowadzenie umocnienia (cząstek) do stopu AW-2024 z zaletami przeróbki plastycznej przewiduje się dalszy wzrost ich właściwości. Na tym etapie badań zostaną również wytypowane najkorzystniejsze proporcje osnowa/umocnienie.

## Podziękowania

Badania zostały wsparte finansowo z dotacji na działalność statutową nr 0401/0015/18 Politechniki Wrocławskiej.

5. In the structure of the materials the presence of primary  $\text{CuAl}_2$  precipitations is observed. They are directly involved in stress transfer, and subject to displacement or fragmentation in the matrix deformation area around cracks.

The following works will present the results of tests performed on the presented materials subjected to plastic shaping aimed at the elimination of defects occurring after the casting process, as well as producing the final properties of the material. Due to the combination of the advantages of casting technology allowing for the introduction of reinforcement (particles) into the AW-2024 alloy with the advantages of plastic processing, a further increase in their beneficial properties is expected. At this stage of the research, the most advantageous proportions of the matrix/reinforcement will also be selected.

## Acknowledgements

The research was financially supported by grants for statutory activity No. 0401/0015/18 of the Wrocław University of Technology.

## Literatura/References

1. Dudek P. 2017. „Application of squeeze casting technology to obtain aluminum alloy castings”. *Transactions of the Foundry Research Institute* 57 (3) : 211–224.
2. Reguła T., J. Sobczak, J. Morgiel, P. Dudek, P. Długosz. 2011. „Effect of squeeze pressure on microstructural characteristic of the AlSi7Mg alloy”. *Prace Instytutu Odlewnictwa* 51 (1) : 5–14.
3. Hajjari E., M. Divandari. 2008. „An investigation on the microstructure and tensile properties of direct squeeze cast and gravity die cast 2024 wrought Al alloy”. *Materials and Design* 29 : 1685–1689. DOI: 10.1016/j.matdes.2008.04.012.
4. Dobrzański L.A., M. Kremzer, A. Nagel. 2009. „Structure and properties of ceramic preforms based on  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles”. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 35 (1) : 7–13.
5. Xue C., J.K. Yu. 2014. „Enhanced thermal transfer and bending strength of SiC/Al composite with controlled interfacial reaction”. *Materials and Design* 53 (January 2014) : 74–78.
6. Tang S.W., C. Liu, Y.C. Yu, J. Hu, L.C. Kong. 2015. „The microstructure and tensile properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -coated  $\text{Al}_{18}\text{B}_4\text{O}_{33}$  whisker reinforced AA2024 aluminum composite”. *Materials Chemistry and Physics* 149–150 (15 January 2015) : 282–287. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2014.10.018.
7. Kaczmar J.W., K. Naplocha, J. Morgiel. 2014. „Microstructure and strength of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and carbon fiber reinforced 2024 aluminum alloy composites”. *Journal of Materials Engineering and Performance* 23 (8) : 2801–2808. DOI: 10.1007/s11665-014-1036-2.
8. Wang S., H.J. Dudek. 1996. „Fiber-matrix interaction in the delta- $\text{Al}_2\text{O}_3$  fiber reinforced aluminium piston alloy”. *Materials Science and Engineering A205* : 180–186.
9. Hu W., F. Donat, S.A. Scott, J.S. Dennis. 2016. „The interaction between CuO and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and the reactivity of copper aluminates below 1000°C and their implication on the use of the Cu–Al–O system for oxygen storage and production”. *The Royal Society of Chemistry* 6 : 113016–113024.

10. Jiang J., G. Xiao, C. Che, Y. Wang. 2018. „Microstructure, mechanical properties and wear behavior of the rheoformed 2024 aluminum matrix composite component reinforced by Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles”. *Metals* 8 (6) : 460. DOI:10.3390/met8060460.
11. Kurzawa A., J.W. Kaczmar, K. Naplocha. 2018. „Właściwości materiałów kompozytowych na osnowie stopu aluminium EN AW-2024 i miedzi”. *Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej* 298, *Mechanika* 90, 35 (90) : 335–344. DOI: 10.7862/rm.2018.28.

