



## Wpływ temperatury i czasu spiekania na właściwości spieków z proszku Mg wytworzonych metodą SPS

### *Effects of sintering temperature and holding time on properties of sintered Mg powder produced by SPS*

(1) Dariusz Garbiec\*, (2) Filip Heyduk, (3) Beata Pachutko, (4) Daniel Andrzejewski  
Instytut Obróbki Plastycznej, ul. Jana Pawła II 14, 61-139 Poznań, Poland

#### Informacje o artykule

Data przyjęcia: 14.04.2016  
Data recenzji: 7.06.2016  
Data akceptacji: 30.09.2016

#### Wkład autorów

- (1) Koncepcja, założenia, metody, analiza wyników badań
- (2) Wytworzenie materiałów do badań, przeprowadzenie pomiarów gęstości, opracowanie wyników badań
- (3) Przeprowadzenie obserwacji metalograficznych oraz pomiarów twardości
- (4) Przeprowadzenie badań wytrzymałościowych

#### Streszczenie

Magnez ze względu na małą gęstość wynoszącą  $\frac{1}{4}$  gęstości stali i  $\frac{2}{3}$  gęstości aluminium znajduje coraz szersze zastosowanie jako materiał na elementy maszyn, głównie w przemyśle motoryzacyjnym i lotniczym. Do najważniejszych metod wytwarzania magnezu zalicza się metody odlewnicze i metalurgię proszków. Spośród metod metalurgii proszków za wysoce perspektywiczną uważa się metodę iskrowego spiekania plazmowego. W artykule przedstawiono wyniki badań nad wpływem temperatury i czasu spiekania na gęstość, twardość oraz wytrzymałość na rozciąganie i ściskanie spieków z proszku magnezu wytworzonych metodą iskrowego spiekania plazmowego. Spiekanie z wykorzystaniem urządzenia HP D 25-3 prowadzono w próżni w temperaturze 500 oraz 550°C w czasie 2,5, 5 i 10 min z szybkością nagrzewania wynoszącą 100°C/min i ciśnieniem prasowania wynoszącym 50 MPa. Z wytworzonych spieków wycięto za pomocą wycinania elektroerozyjnego próbki do badań, które następnie poddano pomiarom gęstości zgodnie z normą ISO 2738:2001 i twardości metodą Vickersa zgodnie z normą ISO 6507-1:2007, obserwacjom struktury za pomocą mikroskopii świetlnej oraz badaniom wytrzymałości na rozciąganie i ściskanie. Przeprowadzono także obserwacje powierzchni przelomów próbek po statycznej próbie rozciągania za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej, co pozwoliło ujawnić międzykrystaliczny charakter powstałych pęknięć. Wykazano, że najkorzystniejszymi właściwościami odznaczają się spieki z proszku magnezu wytworzone w temperaturze 550°C w czasie 5 min, charakteryzujące się gęstością względną wynoszącą 99,83% i twardością wynoszącą 53 HV<sub>0,5</sub> oraz wytrzymałością na rozciąganie wynoszącą 46 MPa i wytrzymałością na ściskanie wynoszącą 221 MPa.

**Słowa kluczowe:** magnez, metalurgia proszków, iskrowe spiekanie plazmowe, mikrostruktura, właściwości mechaniczne

#### Article info

Received: 14.04.2016  
Reviewed: 7.06.2016  
Accepted: 30.09.2016

#### Authors' contribution

- (1) Concept, assumptions, methods, analysis of test results
- (2) Preparation of samples, measurements of density, description of research results

#### Abstract

Magnesium, due to its low density of  $\frac{1}{4}$  the density of steel and  $\frac{2}{3}$  the density of aluminum, is increasingly used as a material for machine parts, mainly in the automotive and aerospace industries. The most important methods for the production of magnesium parts include casting and powder metallurgy methods. Among the powder metallurgy methods, spark plasma sintering is considered as a highly prospective method. The article presents the results of research on the influence of sintering temperature and holding time on the density, hardness, ultimate tensile strength and compressive strength of spark plasma sintered magnesium powder. Sintering using an HP D 25-3 was carried out in vacuum at 500 and 550°C for 2.5, 5 and 10 min, at a heating rate of 100°C/min and a compaction pressure of 50 MPa. Samples were cut by wire electrical discharge machining from the sintered compacts, which were then subjected to density measurements in

\* Autor do korespondencji. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: [dariusz.garbiec@inop.poznan.pl](mailto:dariusz.garbiec@inop.poznan.pl)

\* Corresponding author. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: [dariusz.garbiec@inop.poznan.pl](mailto:dariusz.garbiec@inop.poznan.pl)

(3) *Metallographic observation, measurement of hardness*  
 (4) *Strength research*

*accordance with ISO 2738:2001, Vickers hardness in accordance with ISO 6507-1:2007, observation of the structure using light microscopy, as well as tensile and compressive tests. Observations of sample fracture surfaces were also conducted after the tensile test using a scanning electron microscope, which revealed the nature of the formed intergranular cracks. It was shown that the magnesium spark plasma sintered at 550°C for 5 min demonstrates the most advantageous properties: a relative density of 99.83%, hardness of 53 HV0.5, ultimate tensile strength of 46 MPa and a compressive strength of 221 MPa.*

**Keywords:** *magnesium, powder metallurgy, spark plasma sintering, microstructure, mechanical properties*

## 1. WPROWADZENIE

Magnez (Mg) ze względu na swoje właściwości takie, jak mała gęstość (1,74 g/cm<sup>3</sup>) wynosząca 1/4 gęstości stali i 2/3 gęstości aluminium, wysoka wytrzymałość względna, dobra sztywność, lejność oraz skrawalność znajduje coraz szersze zastosowanie w motoryzacji, lotnictwie, elektronice, sporcie, a ostatnio także w medycynie jako materiał biodegradowalny przeznaczony na implanty [1, 2]. Do największych wad Mg zaliczyć można jego małą plastyczność oraz zmniejszone właściwości mechaniczne w podwyższonej temperaturze [1].

Elementy z Mg wytwarzane są zarówno metodami odlewniczymi [3], jak i metalurgii proszków [1, 2]. Mg, w odróżnieniu od np. Ti, nie tworzy roztworów stałych z tlenem, ale w kontakcie z powietrzem, podobnie jak w przypadku Al, na jego powierzchni powstaje 3–5 nm warstwa tlenku, która znacząco utrudnia jego spiekanie [2]. Stąd też poszukuje się nowych rozwiązań w tym zakresie. Jedną z możliwości jest iskrowe spiekanie plazmowe (SPS) [1].

W metodzie SPS proszek umieszczony jest w grafitowej matrycy i spiekany jest pod ciśnieniem, przy czym w odróżnieniu od innych metod spiekania, w których wypraski nagrzewane są rezystancyjnie lub indukcyjnie, w metodzie SPS do bezpośredniego nagrzewania konsolidowanego proszku wykorzystuje się periodycznie powtarzane impulsy prądu stałego. Dzięki temu energia jest dostarczana bezpośrednio do spiekane go proszku, przez co nie występują straty wynikające z grzania otoczenia, a sam proces spiekania odznacza się wysoką sprawnością i może być realizowany w niższej temperaturze (100–300°C) i w krótszym czasie (od kilku do kilkunastu minut) niż w przypadku pozostałych metod metalurgii proszków [4]. W po-

## 1. INTRODUCTION

*Magnesium (Mg), due to its characteristics such as low density (1.74 g/cm<sup>3</sup>) amounting to 1/4 the density of steel and 2/3 the density of aluminum, high relative strength, good rigidity, fluidity and machinability, is becoming more widely used in the automotive, aviation, electronics and sports industries, and recently also in medicine as a biodegradable material intended for implants [1, 2]. The biggest disadvantages of Mg can include its low ductility and reduced mechanical properties at elevated temperature [1].*

*Mg components are produced both by casting [3] and powder metallurgy methods [1, 2]. Mg, unlike e.g. Ti, does not form solid solutions with oxygen, but in contact with air, as in the case of Al, an oxide layer of 3–5 nm is formed on its surface, which significantly hinders its sintering [2]. Therefore, we are looking for new solutions in this area. One possibility is spark plasma sintering (SPS) [1].*

*In the SPS method, the powder is placed in a graphite die and sintered under pressure. In contrast with other methods of sintering compacts which are heated by resistance or induction, in the SPS method, periodically repeated DC pulses are used for direct heating of the consolidated powder. As a result, energy is supplied directly to the sintered powder so there is no loss resulting from heating the surroundings. The sintering process itself is characterized by high efficiency as it can be implemented at a lower temperature (100–300°C) and in a shorter time (from a few to several min) than in the case of the other powder metallurgy methods [4]. In the initial stage of sintering, microelectrical discharges occur between the powder particles*

czątkowym etapie spiekania pomiędzy zbliżającymi się do siebie cząstkami proszku, na skutek działającego jedno- lub dwustronnego nacisku, występują mikrowyładowania elektryczne. W efekcie tych wyładowań na powierzchni cząstek proszku następuje gwałtowny wzrost temperatury powodujący odparowanie z ich powierzchni tlenków i zaadsorbowanych gazów, odsłaniając tym samym czyste powierzchnie metaliczne, co przyczynia się do intensyfikacji procesów dyfuzyjnych, a tym samym do szybszej konsolidacji. Wraz z postępującym zagęszczeniem materiału proszkowego mikrowyładowania elektryczne ulegają stopniowemu wygaszeniu na korzyść ciepła Joule'a, które dominuje przez pozostały czas spiekania [5, 6].

Muhammad i in. [1] udowodnili, że metoda SPS może być z powodzeniem stosowana do wytwarzania spieków z proszku Mg, a maksymalna temperatura spiekania nie powinna przekraczać 585°C. Z kolei Paraskevas i in. [7] wykazali, że minimalna temperatura spiekania iskrowo-plazmowego wiórów Mg wynosi 470°C. Stąd też celem pracy było zastosowanie metody SPS do wytworzenia spieków z trudnospiekającego proszku Mg oraz określenie wpływu temperatury (powyżej 470 i poniżej 585°C) i czasu spiekania na gęstość, twardość oraz wytrzymałość na rozciąganie i ściskanie uzyskanych próbek.

## 2. MATERIAŁ I METODY BADAŃ

Proszek Mg o czystości 99,8% spiekano z wykorzystaniem urządzenia HP D 25-3 (FCT Systeme GmbH). Proszek umieszczono w matrycy wykonanej z grafitu gatunku 2333 (MERSEN d.Carbone Lorraine). Ze względu na niską temperaturę spiekania zamiast folii grafitowej naniesiono na narzędzia film grafitowy z wykorzystaniem sprayu Graphit 33 (Kontakt Chemie). Spiekanie realizowano w próżni (5 Pa) w temperaturze 500 oraz 550°C w czasie 2,5, 5 oraz 10 min. Szybkość nagrzewania wynosiła 100°C/min, a ciśnienie prasowania 50 MPa. Z wytworzonych spieków o wymiarach Ø40x10 mm za pomocą urządzenia do obróbki elektroerozyjnej (WEDM) wycięto próbki do badań.

Obserwacje morfologii cząstek proszku oraz powierzchni przelomów spieków po próbie roz-

*approaching each other, due to the operating sided or double sided axial pressing. As a result of these discharges on the powder particle surfaces, a rapid rise in temperature causes evaporation of oxides and adsorbed gas from the surface, thereby exposing clean metal surfaces, which contributes to enhancement of the diffusion processes and thus to faster consolidation. Along with progressive compaction of the powder material, the micro-electrical discharges are gradually extinguished in favor of the Joule heat, which dominates through the remaining sintering time [5, 6].*

*Muhammad et al. [1] demonstrated that the SPS method may be successfully used to produce sintered compacts from Mg powder, and the maximum sintering temperature should not exceed 585°C. On the other hand, Paraskevas et al. [7] showed that the minimum temperature for spark plasma sintering Mg chips is 470°C. Therefore, the goal of the study was to use the SPS method to produce sintered compacts from hard-to-sinter Mg powder and determine the effect of sintering temperature (above 470 and below 585°C) and holding time on the density, hardness, ultimate tensile strength and compressive strength of the obtained specimens.*

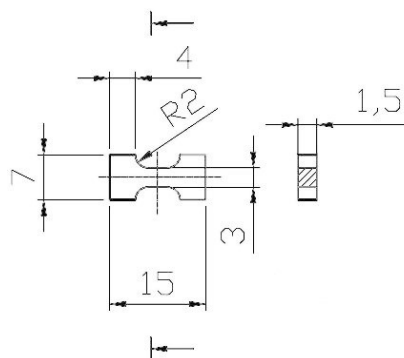
## 2. RESEARCH MATERIAL AND METHODS

*Mg powder having a purity of 99.8% was sintered using an HP D 25-3 (FCT Systeme GmbH). The powder was placed in a die made of grade 2333 graphite (MERSEN d.Carbone Lorraine). Due to the low sintering temperature, instead of a graphite foil, a graphite film was applied on the tool, using Graphit 33 spray (Kontakt Chemie). Sintering was carried out in vacuum (5 Pa) at temperatures of 500 and 550°C for 2.5, 5 and 10 min. The heating rate was 100°C/min and the compaction pressure 50 MPa. From the produced specimens of dimensions Ø40x10 mm, samples were cut for testing by means of a wire electrical discharge machining (WEDM).*

*Morphology observations of the powder particle and the fracture surface after the tensile*

ciągania przeprowadzono za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Inspect S (FEI). Analizę rozkładu wielkości cząstek przeprowadzono metodą dyfrakcji laserowej z wykorzystaniem urządzenia Mastersizer 3000 (Malvern). Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono na wzdłużnych zglądach metalograficznych trawionych nitaliem z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego Eclipse L150 (Nikon). Gęstość pozorną wyznaczono metodą Archimedesusa zgodnie z normą ISO 2738:2001. Pomiary twardości metodą Vickersa przeprowadzono zgodnie z normą ISO 6507-1:2007 przy sile obciążającej 4,903 N w czasie 15 s z wykorzystaniem twardościomierza FM-800 (Future-Tech). Wytrzymałość na rozciąganie wyznaczono w statycznej próbie rozciągania z wykorzystaniem mikrotestera MT5000HC (Gatan), z prędkością rozciągania wynoszącą 0,5 mm/min. Widok próbki przeznaczonej do badania wytrzymałości na rozciąganie przedstawiono na rys. 1. Wytrzymałość na ściskanie wyznaczono w statycznej próbie ściskania z wykorzystaniem maszyny wytrzymałościowej Instron 4483 z prędkością przemieszczenia trawersy wynoszącą 2 mm/min. Do badań stosowano próbki o wymiarach  $\text{Ø}10 \times 10$  mm.

*test were performed using an Inspect S (FEI) scanning electron microscope. Particle size distribution analysis was performed by laser diffraction using a Mastersizer 3000 (Malvern). Observations were carried out on the microstructure of longitudinal metallographic microsections etched with nital using an Eclipse L150 (Nikon) light microscope. The apparent density was determined by the Archimedes method in accordance with ISO 2738:2001. Vickers hardness measurements were carried out in accordance with ISO 6507-1:2007 at a loading force of 4.903 N for 15 s using an FM-800 hardness tester (Future-Tech). Ultimate tensile strength was determined in the static tensile test using an MT5000HC microtester (Gatan) with the tensile speed of 0.5 mm/min. A view of the sample designated for the tensile test is shown in Fig. 1. The compressive strength was determined in the static compressive test using an Instron 4483 testing machine with a crosshead displacement speed of 2 mm/min. The study used a sample measuring  $\text{Ø}10 \times 10$  mm.*



Rys. 1. Widok próbki przeznaczonej do badania wytrzymałości na rozciąganie

*Fig. 1. View of sample for tensile test*

### 3. WYNIKI BADAŃ

Na rys. 2 przedstawiono morfologię oraz rozkład wielkości cząstek proszku Mg. Przeprowadzone obserwacje SEM w kontraście elektronów wstecznie rozproszonych ujawniły kształt proszku, który jest zbliżony do globularnego. Średnia wielkość cząstek proszku ( $D_{50}$ ) wynosi 35,90

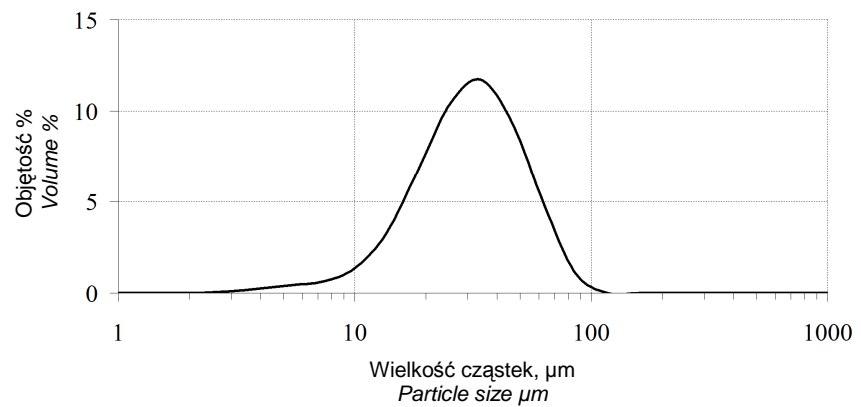
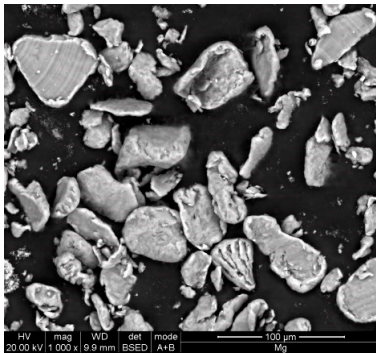
### 3. RESEARCH RESULTS

*Fig. 2 shows the morphology and particle size distribution of the Mg powder. The conducted SEM observations in backscattered electron contrast revealed a powder form which is close to globular. The average powder particle size ( $D_{50}$ ) is 35.90  $\mu\text{m}$ , while the other parameters*



$\mu\text{m}$ , natomiast pozostałe parametry wynoszą odpowiednio:  $D_{10} - 17,20 \mu\text{m}$  i  $D_{90} - 65,70 \mu\text{m}$ .

are as follows:  $D_{10} - 17.20 \mu\text{m}$ , and  $D_{90} - 65.70 \mu\text{m}$ .

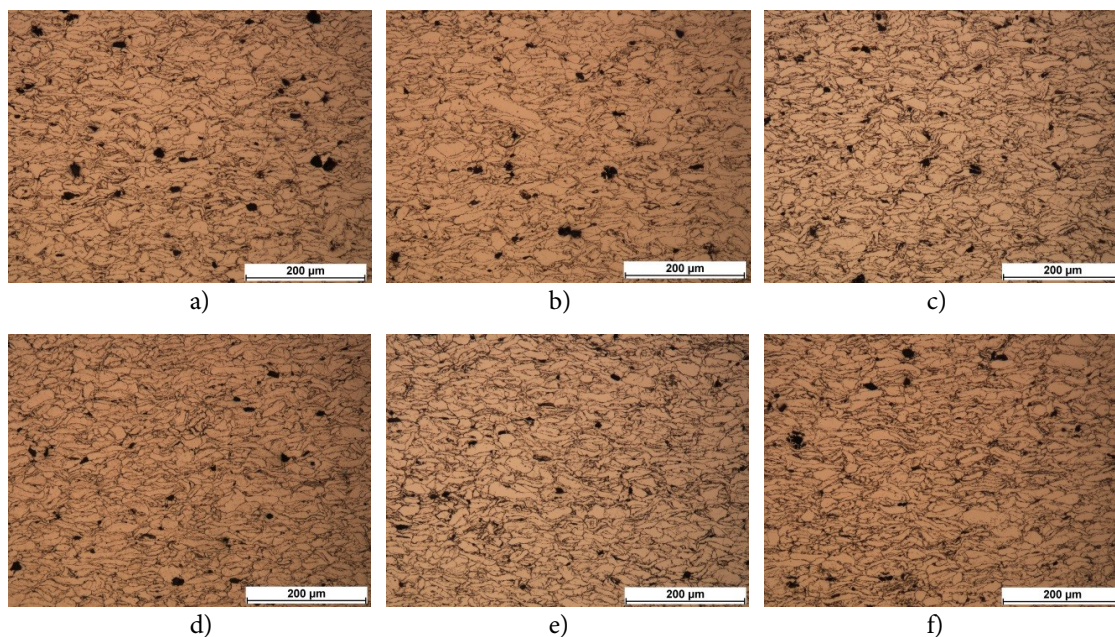


Rys. 2. Morfologia i rozkład wielkości cząstek proszku Mg

Fig. 2. Morphology and particle size distribution of Mg powder

Na rys. 3 przedstawiono mikrofotografie obrazujące mikrostrukturę spieków z proszku Mg. We wszystkich próbkach ujawniono szczątkową porowatość zlokalizowaną na granicach cząstek. Ilość oraz wielkość por zmniejszają się wraz ze wzrostem temperatury oraz czasu spiekania. Widoczne wyraźne granice pomiędzy cząstkami sugerują na dalsze występowanie tlenków na ich powierzchni. Tlenki te, pomimo charakteru procesu SPS, nie zostały całkowicie usunięte z powierzchni cząstek proszku, podobnie jak w [1], co związane jest najprawdopodobniej z niską temperaturą spiekania, a tym samym z niskimi wartościami napięcia prądu impulsowego, czego efektem jest utrudnione tworzenie mikrowyładowań elektrycznych pomiędzy zagęszczanymi cząstkami proszku. W efekcie spiekanie było mniej efektywne ze względu na utrudnione tworzenie połączeń pomiędzy cząstkami proszku wynikające z niedostatecznego odsłonięcia czystych powierzchni metalicznych. Według [1] na szybkość usuwania tlenków wpływa zarówno temperatura spiekania, jak i ciśnienie prasowania. Im wyższe są wartości tych parametrów, tym szybciej przebiega zjawisko ich kruszenia, a następnie odparowania. Zaobserwowano także, że cząstki Mg ulegały odkształceniom plastycznym na skutek przyłożonego ciśnienia prasowania, przy czym w większym stopniu, gdy spiekanie odbywało się w wyższej temperaturze.

Fig. 3 presents micrographs showing the microstructure of the sintered Mg powder. In all the samples a residual porosity located on the borders of the particles was revealed. The number and size of pores decreases with increasing sintering temperature and time. Visible clear boundaries between the particles suggest the further presence of oxides on their surface. These oxides, despite the nature of the SPS process, were not completely removed from the surface of the powder particles as in [1], which is associated most likely with the low sintering temperature, and hence with the low pulse voltage, resulting in hindered formation of micro-electrical discharges between the compacted powder particles. As a result, sintering was less effective because of the hampered formation of necks between the powder particles due to the insufficient exposure of clean metal surfaces. According to [1], both the sintering temperature and compaction pressure have an impact on the rate of oxide removal. The higher the values of these parameters, the faster the phenomenon of crushing, followed by their evaporation. It was also observed that the Mg particles underwent plastic deformation under the effect of the compaction pressure, the more when the sintering takes place at a higher temperature.



Rys. 3. Mikrostruktura spieków z proszku Mg wytworzonych w temperaturze i czasie spiekania wynoszącym: a) 500°C i 2,5min, b) 500°C i 5 min, c) 500°C i 10 min, d) 550°C i 2,5 min, e) 550°C i 5 min oraz f) 550°C i 10 min

Fig. 3. Microstructure of spark plasma sintered Mg powder produced at sintering temperature and holding time: a) 500°C and 2.5 min b) 500°C and 5 min, c) 500°C, and 10 min, d) 550°C and 2.5 min, e) 550°C and 5 min and f) 550°C and 10 min

W tab. 1 przedstawiono wyniki pomiarów gęstości i twardości oraz badań wytrzymałości na rozciąganie i ściskanie spieków z proszku Mg. Na podstawie wyników pomiarów gęstości wykazano, że gęstość względna spieków uzyskanych w temperaturze 500°C zwiększa się wraz z wydłużeniem czasu spiekania od 96,90% dla 2,5 min do 98,97% dla 10 min. Zwiększenie temperatury spiekania do 550°C wpływa na wzrost gęstości względnej spieków od 99,31% dla 2,5 min do 99,83% dla 5 min. Dalsze wydłużenie czasu spiekania z 5 do 10 min w temperaturze 550°C wpływa na nieznaczne zmniejszenie gęstości względnej spieków (o 0,35%) do wartości 99,48%. Zjawisko to może być związane z zapoczątkowanym rozrostem ziarn i powstawaniem struktury z porami znajdującymi się w ich wnętrzu.

Jak powszechnie wiadomo, wraz ze wzrostem gęstości zwiększeniu ulega twardość spieków [8], stąd najmniejszą twardością wynoszącą 50 HV0,5 odznaczają się spieki o najmniejszej gęstości wytworzone w temperaturze 500°C w czasie 2,5 min. W pozostałych przypadkach, gdy gęstość zbliżona jest do gęstości litego Mg

Tab. 1 shows the results of the density and the hardness measurements as well as the tensile and compressive tests of the spark plasma sintered Mg powder. On the basis of the density measurements, it was demonstrated that the relative density of the sintered compacts obtained at the temperature of 500°C increases with the length of holding time from 96.90% for 2.5 min to 98.97% for 10 min. Increasing the sintering temperature to 550°C results in an increase in the relative density of the sintered compacts from 99.31% for 2.5 min to 99.83% for 5 min. Further extension of the holding time from 5 to 10 min at the temperature of 550°C results in a slight reduction in the relative density of the sintered compacts (about 0.35%) to the value of 99.48%. This phenomenon may be related to the initiated grain growth and the formation of structures with pores located in the interior.

As is well known, along with a higher density, an increase in the hardness of the sintered materials occurs [8], hence the samples with the lowest density produced at 500°C for 2.5 min were characterized by the lowest hardness of 50 HV0.5. In other cases, when the density is close to the density of an Mg solid and

i zmienia się w zakresie od 98,22 do 99,83%, twardość wynosi od 52 do 54 HV0,5. W pracy [1] spieki z proszku Mg wytworzone z wykorzystaniem metody SPS w temperaturze 585°C w czasie 5 min odznaczały się twardością ok. 40 HV0,05, podobnie jak w [9], gdzie twardość spieków z proszku Mg wytworzonych z wykorzystaniem prasowania na zimno i spiekania mikrofalowego w temperaturze 500°C w czasie 10 min wynosiła ok. 45 HV0,025.

Wytworzone spieki z proszku Mg odznaczają się stosunkową małą wytrzymałością na rozciąganie. Najmniejszą wytrzymałością na rozciąganie, wynoszącą 23 MPa, odznaczają się spieki o najmniejszej gęstości, co związane jest bezpośrednio z temperaturą i czasem spiekania. Wraz z wydłużeniem czasu spiekania w temperaturze 500°C obserwuje się wzrost wytrzymałości na rozciąganie, która dla spieków wytworzonych w czasie 10 min wynosi 44 MPa. Spieki wytworzone w temperaturze 550°C charakteryzują się wytrzymałością na rozciąganie wynoszącą odpowiednio 43 i 46 MPa dla czasu spiekania 2,5 i 5 min. Z kolei spieki wytworzone w czasie 10 min odznaczają się taką samą wytrzymałością na rozciąganie jak spieki wytworzone w temperaturze 500°C i czasie 5 min. W pracy nie przedstawiono krzywych rozciągania z uwagi na ograniczenia wynikające z wymiarów próbki oraz konstrukcji mikrotestera. Inni autorzy [1] uzyskiwali spieki z proszku Mg charakteryzujące się większą wytrzymałością na rozciąganie, wynoszącą do 120 MPa. Przyczyn obniżonej wytrzymałości na rozciąganie należy doszukiwać się w strukturze spieków. Na rys. 4 przedstawiono mikrofotografie SEM powierzchni przełomów próbek po przeprowadzeniu statycznej próby rozciągania wykonane w kontraście elektronów wstecznie rozproszonych. Na przedstawionych mikrofotografiach zaobserwowano, że we wszystkich przypadkach wystąpiły międzykryształiczne pęknięcia, inicjowane na granicach cząstek, pomiędzy którymi znajdują się warstwy tlenków, będące najprawdopodobniej przyczyną obniżonej wytrzymałości na rozciąganie.

Na rys. 5 przedstawiono krzywe ściskania wytworzonych spieków. Spiekanie proszku Mg w temperaturze 500 oraz 550°C w czasie od 2,5 do 10 min nie wykazuje istotnego wpływu

*varies within the range of 98.22 to 99.83%, the hardness is from 52 to 54 HV0.5. In [1], sintered compacts from Mg powder produced by means of the SPS method at the temperature of 585°C for 5 min was characterized by a hardness of approximately 40 HV0.05, as in [9], wherein the hardness of sintered compacts prepared from Mg powder using cold pressing and microwave sintering at 500°C for 10 min amounted to approximately 45 HV0.025.*

*The produced sintered compacts from Mg powder are characterized by a relatively low ultimate tensile strength. The lowest ultimate tensile strength of 23 MPa was obtained by the sintered compacts with the lowest density, which is directly connected to the sintering temperature and holding time. Along with an extension of holding time at the temperature of 500°C, an increase in ultimate tensile strength is observed, which for the samples produced during the time of 10 min amounts to 44 MPa. The sintered compacts produced at the temperature of 550°C are characterized by a ultimate tensile strength of 43 and 46 MPa for the holding times of 2.5 and 5 min. In turn, the sintered compacts produced during 10 min have approximately the same ultimate tensile strength as the samples produced at the temperature of 500°C over 5 min. The tensile curves are not presented in the study due to the limitations resulting from the size of the sample and the design of the microtester. Other authors, [1], obtained sintered compacts from Mg powder with a higher ultimate tensile strength up to 120 MPa. The causes of reduced ultimate tensile strength are to be found in the structure of the materials. Fig. 4 shows SEM micrographs of the sample fracture surfaces after the static tensile test, taken in backscattered electron contrast. In the presented micrographs, it was observed that in all the cases intergranular cracks occurred, initiated at the particle boundaries, between which oxide layers are found and is most likely the reason for the reduced ultimate tensile strength.*

*Fig. 5 shows the compressive curves of the produced sintered compacts. Sintering Mg powder at the temperatures of 500 and 550°C for 2.5 to 10 min showed no significant effect of the sintering*



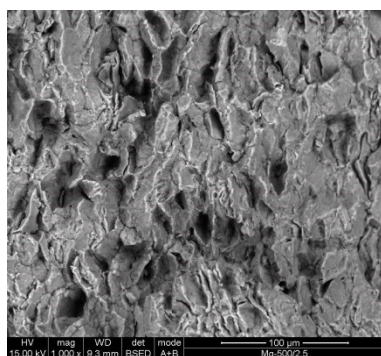
temperatury i czasu spiekania na wytrzymałość na ściskanie oraz plastyczność. We wszystkich przypadkach wytrzymałość na ściskanie wynosi ok. 220 MPa, a odkształcenie wynosi ok. 14%. Paraskevas i in. [7], spiekając z wykorzystaniem metody SPS wióry Mg w temperaturze 505°C, uzyskali spieki o wytrzymałości na ściskanie wynoszącej 183 MPa, a Xiong i in. [9], spiekając mikrofalowo wypraski z proszku Mg w temperaturze 500°C, uzyskali spieki o wytrzymałości na ściskanie wynoszącej 133 MPa.

*temperature and holding time on the compressive strength and ductility. In all the cases, the compressive strength is approximately 220 MPa, and the strain is approximately 14%. Paraskevas et al. [7] sintered Mg chips using the SPS method at temperature 505°C and obtained sintered compacts with a compressive strength of 183 MPa, and Xiong et al. [9] microwave sintered Mg powder compacts at 500°C and obtained sintered compacts with a compressive strength of 133 MPa.*

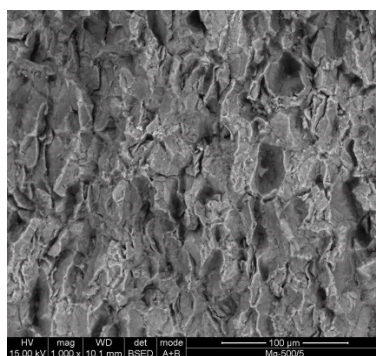
Tab. 1. Gęstość względna, twardość oraz wytrzymałość na rozciąganie i ściskanie spieków z proszku Mg

Tab. 1. Relative density, hardness, ultimate tensile strength and compressive strength of sintered compacts from Mg powder

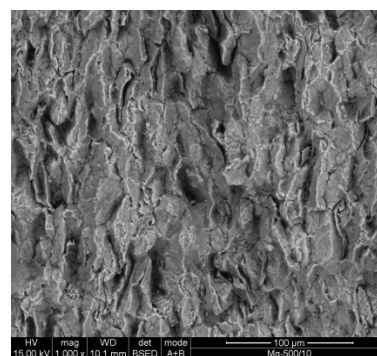
	Gęstość względna [%] Relative density [%]	Twardość [HV0,5] Hardness [HV0.5]	Wytrzymałość na rozciąganie $R_m$ [MPa] Ultimate tensile strength $R_m$ [MPa]	Wytrzymałość na ściskanie $R_c$ [MPa] Compressive strength $R_c$ [MPa]
500°C / 2,5 min	96,90	50 ± 0	23 ± 15	216 ± 3
500°C / 5 min	98,22	54 ± 2	33 ± 7	218 ± 0
500°C / 10 min	98,97	54 ± 0	44 ± 16	222 ± 1
550°C / 2,5 min	99,31	53 ± 2	43 ± 5	216 ± 1
550°C / 5 min	99,83	53 ± 2	46 ± 13	221 ± 1
550°C / 10 min	99,48	52 ± 2	33 ± 4	224 ± 2



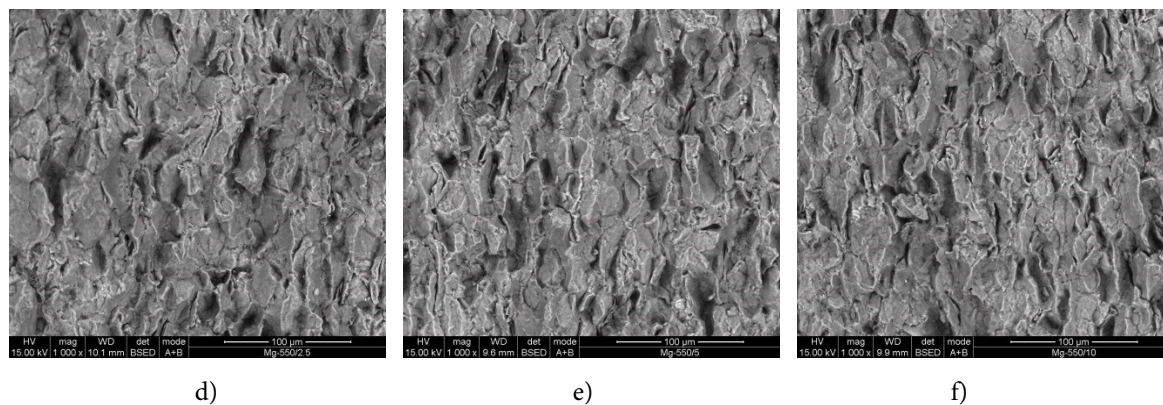
a)



b)

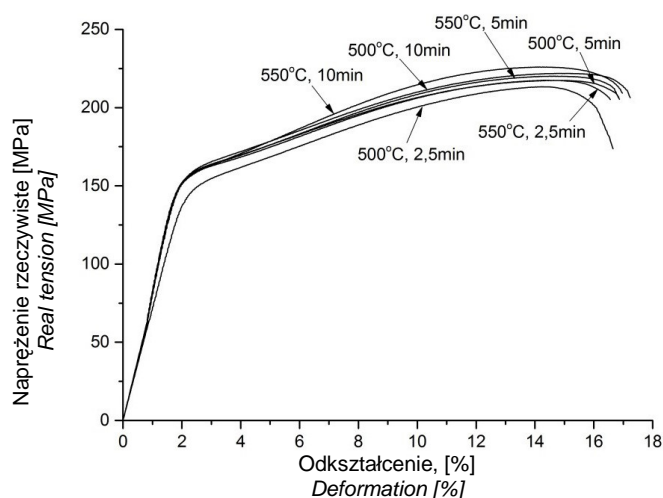


c)



Rys. 4. Morfologia powierzchni przełamów po statycznej próbie rozciągania spieków z proszku Mg wytworzonych w temperaturze i czasie spiekania wynoszącym: a) 500°C i 2,5min, b) 500°C i 5 min, c) 500°C i 10 min, d) 550°C i 2,5 min, e) 550°C i 5 min oraz f) 550°C i 10 min

*Fig. 4. Fracture surface morphology after static tensile test of sintered compacts from Mg powder produced at sintering temperature and holding time: a) 500°C and 2.5 min b) 500°C and 5 min, c) 500°C and 10 min d) 550°C and 2.5 min, e) 550°C and 5 min and f) 550°C and 10 min*



Rys. 5. Krzywe ściskania spieków z proszku Mg

*Rys. 5. Compressive curves of sintered compacts from Mg powder*

#### 4. WNIOSKI

W artykule analizowano wpływ temperatury i czasu spiekania na właściwości spieków z proszku Mg wytworzonych metodą SPS. Uzyskane wyniki badań pozwoliły na wyznaczenie optymalnych warunków procesu. Najlepszymi właściwościami odznaczają się spieki wytworzone w temperaturze 550°C i w czasie 5 min. Gęstość względna tych spieków wynosi 99,83%, twardość 53 HV0,5, wytrzymałość na rozciąganie 46 MPa, a wytrzymałość na ściskanie 221 MPa. Pomimo zastosowania metody SPS nie udało się w pełni usunąć tlenków z powierzchni cząstek proszku, co wpłynęło negatywnie na wy-

#### 4. CONCLUSIONS

*In this paper, the influence of sintering temperature and holding time on the properties of sintered compacts from Mg powder produced by the SPS method was analyzed. The obtained results allowed the authors to determine the optimum process conditions. The sintered compacts produced at 550°C for the time of 5 min possess the best properties. The relative density of these sintered compacts amounts to 99.83%, hardness 53 HV0.5, ultimate tensile strength 46 MPa and compressive strength 221 MPa. Despite the use of the SPS method, it was not possible to fully remove the oxides from the powder particle sur-*

trzymałość na rozciąganie uzyskanych spieków. Podczas rozciągania międzykrystaliczne pęknięcia inicjowane były na granicach cząstek, pomiędzy którymi znajdują się warstwy tlenkowe.

## PODZIĘKOWANIE

Badania zostały zrealizowane w ramach pracy statutowej Instytutu Obróbki Plastycznej w Poznaniu BS 901 0038 pt. „Wytwarzanie innowacyjnych materiałów technikami metalurgii proszków do zastosowań w nowoczesnych dziedzinach gospodarki”.

## LITERATURA

- [1] Muhammad W.N.A.W., Z. Sajuri, Y. Mutoh, Y. Miyashita. 2011. „Microstructure and mechanical properties of magnesium composites prepared by spark plasma sintering technology”. *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2): 6021–6029.
- [2] Wolff M., T. Ebel, M. Dahms. 2010. „Sintering of magnesium”. *Advanced Engineering Materials* 12 (9): 829–836.
- [3] Fajkiel A., A. Białobrzeski, P. Dudek, T. Reguła. 2009. „Nowoczesne stopy oraz metody odlewania magnezu w zastosowaniach motoryzacyjnych”. *Przegląd Mechaniczny* 2: 30–36.
- [4] Liu L., Z. Hou, B. Zhang, F. Ye, Z. Zhang, Y. Zhou. 2013. „A new heating route of spark plasma sintering and its effect on alumina ceramic densification”. *Materials Science and Engineering: A* 2013 (559): 462–466.
- [5] Garbiec D., T. Rybak, F. Heyduk, M. Janczak. 2011. „Nowoczesne urządzenie do iskrowego spiekania plazmowego proszków SPS HP D 25 w Instytucie Obróbki Plastycznej”. *Obróbka Plastyczna Metali XXII* (3): 221–225.
- [6] Garbiec D. 2015. „Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS). Teoria i praktyka”. *Inżynieria Materiałowa*, 204 (2): 60–64.
- [7] Paraskevas D., S. Dadbakhsh, J. Vleugels, K. Vanmeensel, W. Dewulf, J.R. Duflou. 2016. „Solid state recycling of pure Mg and AZ31 Mg machining chips via spark plasma sintering”. *Materials & Design* 109: 520–529.
- [8] Zhang Z.H., F.Ch. Wang, J. Luo, S.K. Lee, L. Wang. 2010. „Microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered Al-SiC composites containing high volume fraction of SiC”. *Materials Science and Engineering A* 527 (27–28): 7235–7240.
- [9] Xiong G., Y. Nie, D. Ji, J. Li, Ch. Li, W. Li, Y. Zhu, H. Luo, Y. Wan. 2016. „Characterization of biomedical hydroxyapatite/magnesium composites prepared by powder metallurgy assisted with microwave sintering”. *Current Applied Physics* 15 (8): 830–836.

face, which had a negative effect on the ultimate tensile strength of the obtained sintered compacts. During the tensile tests, intergranular cracks were initiated at the particle boundaries between which the oxide layers are found.

## ACKNOWLEDGEMENTS

The research was carried out in the framework of the Metal Forming Institute in Poznan statutory work BS 901 0038 entitled “Production of innovative materials with powder metallurgy techniques for use in modern sectors of the economy”.

## REFERENCES

- [1] Muhammad W.N.A.W., Z. Sajuri, Y. Mutoh, Y. Miyashita. 2011. „Microstructure and mechanical properties of magnesium composites prepared by spark plasma sintering technology”. *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2): 6021–6029.
- [2] Wolff M., T. Ebel, M. Dahms. 2010. „Sintering of magnesium”. *Advanced Engineering Materials* 12 (9): 829–836.
- [3] Fajkiel A., A. Białobrzeski, P. Dudek, T. Reguła. 2009. „Nowoczesne stopy oraz metody odlewania magnezu w zastosowaniach motoryzacyjnych”. *Przegląd Mechaniczny* 2: 30–36.
- [4] Liu L., Z. Hou, B. Zhang, F. Ye, Z. Zhang, Y. Zhou. 2013. „A new heating route of spark plasma sintering and its effect on alumina ceramic densification”. *Materials Science and Engineering: A* 2013 (559): 462–466.
- [5] Garbiec D., T. Rybak, F. Heyduk, M. Janczak. 2011. „Nowoczesne urządzenie do iskrowego spiekania plazmowego proszków SPS HP D 25 w Instytucie Obróbki Plastycznej”. *Obróbka Plastyczna Metali XXII* (3): 221–225.
- [6] Garbiec D. 2015. „Iskrowe spiekanie plazmowe (SPS). Teoria i praktyka”. *Inżynieria Materiałowa*, 204 (2): 60–64.
- [7] Paraskevas D., S. Dadbakhsh, J. Vleugels, K. Vanmeensel, W. Dewulf, J.R. Duflou. 2016. „Solid state recycling of pure Mg and AZ31 Mg machining chips via spark plasma sintering”. *Materials & Design* 109: 520–529.
- [8] Zhang Z.H., F.Ch. Wang, J. Luo, S.K. Lee, L. Wang. 2010. „Microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered Al-SiC composites containing high volume fraction of SiC”. *Materials Science and Engineering A* 527 (27–28): 7235–7240.
- [9] Xiong G., Y. Nie, D. Ji, J. Li, Ch. Li, W. Li, Y. Zhu, H. Luo, Y. Wan. 2016. „Characterization of biomedical hydroxyapatite/magnesium composites prepared by powder metallurgy assisted with microwave sintering”. *Current Applied Physics* 15 (8): 830–836.