

**Strukturalne uwarunkowania właściwości mechanicznych kompozytów A359 + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> po wielokrotnym przetopie**

**Structural determinants of the mechanical properties of A359 + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites after multiple remelting**

Krystyna Pietrzak<sup>1</sup>, Adam Klasik<sup>2</sup>, Katarzyna Makowska<sup>2</sup>, Jerzy J. Sobczak<sup>3</sup>, Andrzej Wojciechowski<sup>1</sup>,  
Dariusz Rudnik<sup>2</sup>, Edmund Sienicki<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Instytut Mechaniki Precyzyjnej, ul. Duchnicka 3, 01-796 Warszawa

<sup>2</sup> Instytut Transportu Samochodowego, ul. Jagiellońska 80, 03-301 Warszawa

<sup>3</sup> Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków

<sup>1</sup> Institute of Precision Mechanics, ul. Duchnicka 3, 01-796 Warszawa, Poland

<sup>2</sup> Motor Transport Institute, ul. Jagiellońska 80, 03-301 Warszawa, Poland

<sup>3</sup> Foundry Research Institute, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Poland

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

Received: 6.04.2016. Accepted in revised form: 30.06.2016.

© 2016 Instytut Odlewnictwa. All rights reserved.

DOI: 10.7356/iod.2016.08

**Streszczenie**

**Abstract**

W artykule przedstawiono możliwości zastosowania bezpośredniego wielokrotnego przetopu, jako łatwej oraz uzasadnionej merytorycznie i ekonomicznie metody recyklingu kompozytu o osnowie stopu A359 zbrojonego cząsteczkami Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Bezpośredni przetop przeprowadzono w połączeniu z dwiema metodami odlewania, stosując odlewanie grawitacyjne oraz prasowanie w stanie ciekłym (squeeze casting). Skuteczność proponowanej metody zweryfikowano w oparciu o wybrane badania materiałowe. Wykazano, że w wyniku odlewania grawitacyjnego parametry mechaniczne, wynikające ze statycznej próby rozciągania, do piątego przetopu pogarszają się o 15%, co wynika z pojawiającej się przy tej technice odlewania porowatości gazowo-skurczowej. Wykazano również, że w przypadku zastosowania metody prasowania w stanie ciekłym parametry mechaniczne oraz parametry geometryczne mikrostruktury pozostają aż do dziesiątego przetopu praktycznie na takim samym poziomie jak w stanie wyjściowym. Uzyskane wyniki potwierdziły możliwość stosowania bezpośredniego przetopu, jako alternatywnej metody dla innych kosztownych metod recyklingu.

The article discusses the possibilities of applying direct multiple remelting as an easy as well as substantially and economically justified method of recycling composites with an A359 alloy matrix reinforced with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles. Direct remelting was performed in connection with two casting procedures, i.e. with the use of gravity casting and squeeze casting. The effectiveness of the proposed methods was verified based on the selected material tests. It was demonstrated that, as a result of gravity casting, the mechanical parameters resulting from the static tensile test, up to the fifth remelting, worsen by 15%, which is a consequence of the gas-contraction porosity occurring in the case of this casting technique. It was also proved that, in the case of the use of squeeze casting, the mechanical and geometrical parameters of the microstructure, up to the tenth remelting, remain practically at the same level as in the initial state. The obtained results confirmed the possibility of using direct remelting as an alternative method for other costly recycling methods.

**Słowa kluczowe:** kompozyty, recykling, właściwości mechaniczne, wielokrotny przetop

**Keywords:** composites, recycling, mechanical properties, multiple remelting

## 1. Wprowadzenie

Kompozyty o osnowie metalowej, w tym odlewane, od lat stanowią grupę nowoczesnych materiałów konstrukcyjnych, które ze względu na atrakcyjne właściwości użytkowe stanowią przedmiot intensywnych badań wielu ośrodków na świecie i były zaliczane do preferowanych kierunków badań naukowych i rozwojowych, z uwagi na ich szerokie możliwości aplikacyjne [1]. Sam proces wytwarzania to jedno zagadnienie, a drugie, nie mniej istotne, to drastycznie zwiększająca się ilość odpadów, powstająca zarówno w trakcie odlewania, jak i po wycofaniu materiałów/wyrobów z eksploatacji. Dlatego też, tak wiele uwagi poświęca się recyklingowi różnych materiałów kompozytowych. W tym obszarze również obserwuje się dynamiczny rozwój. Są to na ogół procesy złożone z kilku (co najmniej dwóch) etapów technologicznych, co w zależności od rodzaju kompozytów może być dość skomplikowane i wymaga ponoszenia wysokich kosztów. Metoda wielokrotnego przetopu, którą proponuje się w danym rozwiązaniu, wychodzi naprzeciw zapotrzebowaniu utylizacji odpadów, a co za tym idzie – ochronie środowiska. Jednocześnie należy podkreślić, że może ona stanowić alternatywny, w odniesieniu do stosowanych w kraju i na świecie metod, sposób odzysku materiałów/produktów po zakończeniu ich eksploatacji.

Kompozyty o osnowie metalowej uzyskuje się poprzez wprowadzanie do stopu metalu drugiego komponentu (metalowego, intermetalowego lub ceramicznego), zwanego fazą zbrojącą. Taka operacja świadomej zmiany struktury i właściwości stopu określana jest mianem zbrojenia. Celem zbrojenia osnowy metalowej jest uzyskanie lepszych właściwości użytkowych, nieosiągalnych tradycyjnymi metodami zmiany struktury wyrobów monolitycznych. W zależności od przeznaczenia, wymaga się od kompozytu o osnowie metalowej podwyższonej wytrzymałości, twardości i sztywności, odporności na zużycie i innych charakterystyk tribologicznych (obniżonego współczynnika tarcia łącznie z „samosmarownością”) [2], zmniejszonej rozszerzalności i przewodności cieplnej, wysokiej odporności na szoki cieplne i procesy zmęczeniowe, podwyższonej odporności na korozję.

Często uwzględnia się przy tym możliwość jednoczesnego osiągnięcia zmniejszenia masy właściwej gotowego wyrobu kompozytowego, z zachowaniem ekonomicznej racjonalności parametrów procesu wytwarzania, co jest szczególnie aktualne w przypadku poszukiwań nowych rozwiązań materiałowo-konstrukcyjnych w różnych dziedzinach gospodarki w tym motoryzacji. Zgodnie z ogólnosiątkowymi trendami pierwszoplanowym obszarem zastosowania kompozytów o osnowie metalowej, spełniających wymienione oczekiwania, mogą być części mechanizmu napędowego, w tym silnika, układu hamulcowego oraz układu zawieszenia. Zwykle wymienia się w tym miejscu takie

## 1. Introduction

For many years, metal matrix composites, including the cast ones, have been in the group of modern construction materials which, owing to their attractive functional properties, constitute the subject of intensive research at centres all over the world and have been included in the preferred directions of research and development investigations because of their wide application possibilities [1]. The production process itself is one issue, whereas another one, just as important, is the drastically increasing amount of waste created both at the casting stage and after the materials/products have been removed from the functional use. That is why so much attention is devoted to the recycling of various composite materials. In this field, dynamic progress is being observed as well. These are, usually, processes consisting of several (at least two) technological stages, which, depending on the composite type, can be quite complicated and are connected with high expenses. The multiple remelting method, which is proposed in the given solution, is an answer to the demand for waste management, and so, also, environment protection. At the same time, it should be emphasized that it can constitute an alternative technique of material/product recovery after the end of the functional use, in respect to other methods applied locally and globally.

Metal matrix composites are obtained by way of introducing another component into the metal alloy (metal, intermetal or ceramic), called the reinforcing phase. Such an operation of a conscious change in the structure and properties of the alloy is referred to as reinforcement. The aim of reinforcing the metal matrix is to obtain better functional properties, unachievable by the traditional methods of changing the structure of monolithic products. Depending on the purpose, the metal matrix composite is required to exhibit an elevated strength, hardness and rigidity, wear resistance as well as other tribological characteristics (lowered coefficient of friction including self-lubricity) [2], a reduced thermal expansion and conductivity, a high resistance to thermal shocks and fatigue processes, as well as an elevated corrosion resistance.

Often, it is decided to consider the possibility of a simultaneous achievement of mass density reduction of the ready composite product and preservation of the economical rationality of the production process parameters, which is especially up-to-date in the case of the search for new material and construction solutions in different branches of the economy, including, the automotive industry. According to global trends, the front area of applying metal matrix composites which fulfil the mentioned requirements are parts of the driving gear, including engine, braking system and suspension system. Usually, they include such elements as: drive shafts, slide bearings, cylinder blocks, connecting rods, pistons, brake disks and drums, gear wheels

elementy, jak: wały napędowe, łożyska ślizgowe, bloki silników, korbowody, tłoki, tarcze i bębny hamulcowe, koła zębate i koła pasowe. Wynika to z interesujących z punktu widzenia konstruktorów pojazdów właściwości materiałów kompozytowych, do których należą: niska gęstość, temperaturowe charakterystyki właściwości mechanicznych (szczególnie charakterystyki zmęczeniowe), sztywność, właściwości tribologiczne (w tym odporność na zatarcie i zużycie), zdolność do tłumienia drgań i wiele innych [3].

Prace badawcze nad otrzymywaniem takich materiałów metodami odlewniczymi rozpoczęto jeszcze w połowie lat sześćdziesiątych ubiegłego stulecia na przykładzie kompozytów o osnowie metalowej zbrojonych dyspersyjnie, wprowadzając w strumieniu argonu niklowane cząsteczki grafitu do ciekłego stopu aluminium [1, 3, 4]. Następny krok stanowiły próby otrzymywania kompozytu aluminium – tlenek glinu metodą mechanicznego mieszania cieczy metalowej. U podłoża procesu wytwarzania odlewanych materiałów kompozytowych leży zjawisko trwałego łączenia składników kompozytu, stanowiące przedmiot intensywnej badań w wielu laboratoriach naukowych. Zdolność do powstawania takiego połączenia określa się terminem zdolności fizykochemicznej: termodynamicznej lub kinetycznej.

W praktyce tylko nieliczne układy typu osnowa metalowa – faza zbrojąca stanowią układy zgodne termodynamicznie. Stąd też zrozumiałe jest dążenie do stworzenia takich warunków temperaturowo-ciśnieniowo-czasowych, które odpowiadają zgodności kinetycznej, mającej miejsce w trakcie procesu wytwarzania [5]. W tym aspekcie, ciśnienie zewnętrzne może być nie tylko niezwykle efektywnym czynnikiem prowadzącym do zmiany struktury i właściwości samego metalu osnowy, ale również istotnym stymulatorem generowania pożądanego oddziaływania wzajemnego pomiędzy ciekłą (ciekło-stałą) osnową a stałą fazą zbrojącą w kompozytach odlewanych. Dlatego też, spośród odlewniczych sposobów wytwarzania największe uznanie znajduje technologia prasowania w stanie ciekłym (*squeeze casting*) [1, 6–9]. Zapewnia ona otrzymanie zwartych odlewów charakteryzujących się brakiem nieciągłości strukturalnych, zwłaszcza w postaci porowatości gazowo-skurczowej charakterystycznej dla klasycznego odlewania grawitacyjnego [4, 7, 10–13]. Podkreślenia wymaga fakt, że w porównaniu do materiałów monolitycznych, w kompozytach zdecydowanie większą rolę odgrywają powierzchnie rozdziału poszczególnych faz/składników. Na kształtowanie właściwości końcowego wyrobu bezpośredni wpływ mają: struktura i właściwości powierzchni rozdziału typu faza zbrojąca - osnowa metalowa, które w sposób bezpośredni są zależne od parametrów technologicznych wytwarzania i warunków eksploatacji. Do badania zmian zachodzących na granicy rozdziału fazy zbrojącej i osnowy metalowej niezbędne jest posiadanie specjalistycznej aparatury badawczej. Rozwój metod wytwarzania i możliwości potencjalnych zastosowań materiałów kompozytowych

and pulleys. This results from the interesting mechanical properties of composite materials, from the point of view of vehicle constructors, which include: low density, temperature characteristics of mechanical properties (especially fatigue characteristics), rigidity, tribological properties (including seizure and wear resistance), ability for vibration damping and many others [3].

The research which aims at obtaining such materials by means of casting methods began already in the mid-sixties of the last century, for example metal matrix composites reinforced by way of dispersion, by introducing nickeled graphite particles in an argon stream into the liquid aluminium alloy [1, 3, 4]. The following step was constituted by attempts at obtaining an aluminium-alumina composite by the method of mechanical mixing of the liquid metal. The basis of the process of producing cast composite materials is the phenomenon of permanent joining of the composite elements, which constitutes the subject of intensive research at many scientific laboratories. The ability to form this kind of connection is referred to as the physico-chemical ability: thermodynamic or kinetic.

In practice, only few metal matrix-reinforcing phase systems are thermodynamically compatible. And so, it is justified to aim at creating such temperature-pressure-time conditions which correspond to the kinetic compatibility occurring during the production process [5]. In this aspect, external pressure can be not only a highly effective factor leading to a change in the structure and properties of the matrix material, but also an important stimulator of generating the desired interaction between the liquid (liquid-solid) matrix and the solid reinforcing phase in the cast composites. That is why, among the casting production methods, the squeeze casting technology is the most highly acknowledged [1, 6–9]. It ensures obtaining compact casts characterizing no structural discontinuities, especially in the form of gas-contraction porosity characteristic to the classic gravity casting [4, 7, 10–13]. It should be pointed out that, compared to monolithic materials, in composites; a much more significant role is played by the interphase and inter-component boundaries. The modelling of the properties of the end product is influenced by the structure and properties of the interface of the reinforcing phase-metal matrix type, which directly depend on the technological production parameters and the operation conditions. For the examination of the changes occurring at the reinforcing phase-metal matrix interface, it is necessary to have access to specialized research equipment. The development of production methods and possibilities of potential applications of composite materials in different technical fields has contributed in the elaboration of numerous monographs and research and development works constituting a compendium of knowledge in the area of technical data as well as structural and functional characteristics of composite materials, as well as waste management [14–16].



w różnych obszarach technicznych przyczynił się do opracowania licznych monografii i prac naukowo-badawczych, stanowiących kompendium wiedzy w zakresie danych technologicznych, charakterystyk strukturalnych i użytkowych materiałów kompozytowych czy utylizacji odpadów [14–16].

Z jednej strony rozwój nowoczesnych technologii sprzyja dynamicznemu postępowi technicznemu, z drugiej natomiast stanowi poważne zagrożenie dla środowiska naturalnego z powodu podkreślonej już, dramatycznie zwiększającej się ilości odpadów poprodukcyjnych, a także wynikających z systematycznego wycofywania wyrobów gotowych z eksploatacji. Ich składowanie nie dość, że wymaga przewidywania możliwie bezpiecznych miejsc, to jest dodatkowo nieracjonalne ekonomicznie. Stąd też tak wiele miejsca poświęca się rozwojowi metod utylizacji, upatrując w tym zarówno korzyści ekonomiczne, jak i istotny wkład naukowy i użyteczny w ochronę środowiska.

Szczegółowe studia literaturowe w zakresie obecnie stosowanych metod recyklingu kompozytów o osnowie metalowej wskazują na to, że jedną z bardziej rozpowszechnionych metod stanowi postępowanie dwuetapowe. Proces polega na tym, że w pierwszym etapie dokonuje się rozdzielania fazy zbrojącej i osnowy metalowej. Przeprowadza się to w różny sposób w zależności od rodzaju kompozytu i następnie (w drugim etapie) oba rozdzielone składniki wykorzystuje się do ponownego otrzymania nowego, pełnowartościowego kompozytu [17, 18].

Niekiedy stosuje się również *disintegrated melt deposition technique* [19, 20], która wymaga zachowania dużej ostrożności z uwagi na możliwość występowania niekorzystnych, z punktu widzenia właściwości finalnych wyrobów, reakcji na granicy rozdziału zbrojenie / osnowa metalowa. Stąd też szczególną uwagę powinno się poświęcać wyjaśnianiu fizykochemicznych aspektów występowania zjawiska reaktywności w wybranych układach metalowo-ceramicznych.

Odrębny problem stanowi oddzielanie fazy zbrojącej od osnowy metalowej w kompozytach wytwarzanych techniką infiltracji ciśnieniowej porowatych kształtek (preform). Intensywne prace w zakresie metod separacji zbrojenia od osnowy metalowej w kompozytach prowadzono również w Polsce [21–27]. W procesach recyklingu materiałów kompozytowych wytwarzanych techniką infiltracji ciśnieniowej preform ceramicznych, podstawowe problemy to zwilżalność na granicy rozdziału zbrojenie / osnowa metalowa, rodzaj ośrodka, w jakim przebiega proces recyklingu, a także parametry struktury preformy [21–27].

Dodatkowy problem, którego rozwiązanie jest bardzo istotne dla praktyki, stanowi recykling materiałów odpadowych pochodzących z procesu wytwarzania odlewów kompozytowych, takich jak układy wlewowe i nadlewowe, odlewy wadliwe, wióry pochodzące z obróbki ubytkowej odlewów, które mogą stanowić osnowę

On the one hand, the development of modern technologies favours a dynamic technical progress, and on the other hand, it constitutes a serious threat to the natural environment due to the, already mentioned, dramatically increasing amount of post-production waste, as well as the systematic removal of ready products from service. The latter's storage requires providing possibly secured locations, but it is also economically non-rational. And so, much attention is being devoted to the development of utilization methods, which is justified both economically-wise and as an important scientific and utilitarian contribution to environment protection.

The detailed literature studies in the field of the currently applied recycling methods for metal matrix composites point to the fact that one of the most popularized techniques is a two-stage procedure. The first stage of the process consists in separating the reinforcing phase from the metal matrix. This is performed in various ways, depending on the composite type. Next, at the second stage, both separated components are used to obtain a new, full-quality, composite [17, 18].

Sometimes, the disintegrated melt deposition technique is applied [19, 20], which requires great care, due to the possibility of the occurrence of disadvantageous, from the point of view of the final products, reactions at the reinforcement/metal matrix boundary. And so, special attention should be devoted to explaining the physico-chemical aspects of the occurrence of the reactivity phenomenon in the selected metal-ceramic systems.

A separate problem is constituted by the separation of the reinforcing phase from the metal matrix in composites produced by the technique of pressure infiltration of porous preforms. Intensive research of the methods of separating the reinforcement from the metal matrix is conducted in Poland as well [21–27]. In the processes of recycling composite materials produced by the ceramic preform pressure infiltration technique, the basic problems are: wettability at the reinforcement/metal matrix boundary, the type of the medium in which the recycling process takes place, as well as the preform structure parameters [21–27].

An additional problem, the solution to which is very important from the practical perspective, is the recycling of waste materials coming from the production processes of composite casts, such as gating and riser head systems, defective casts and chips coming from cast subtractive manufacturing, which can constitute the metal matrix of the composite materials produced afterwards. In the case of waste recycling of fine aluminium scrap, e.g. coming from cast machining, which is strongly refined and often contaminated, it is difficult to obtain a high quality metal constituting a material for further casts. This requires applying further technological procedures in order to obtain a full-quality material for further processing [28]. Attempts are also made at recycling chips coming from machining, but, in this case,

metalową wytwarzanych później materiałów kompozytowych. W przypadku recyklingu odpadowego drobnego złomu aluminiowego, pochodzącego na przykład z obróbki skrawaniem odlewów, silnie rozdrobnionego i często zanieczyszczonego, trudno jest otrzymać wysokiej jakości metal stanowiący surowiec na ponowne odlewy. Wymaga to stosowania następujących zabiegów technologicznych w celu uzyskania pełnowartościowego materiału do dalszego przetwarzania [28]. Próbuje się również poddawać recyklingowi wióry pochodzące z obróbki skrawaniem, ale wówczas także, tak jak w przypadku innych odpadów, występuje potrzeba zastosowania kilku etapów technologicznych [29].

W przypadku kompozytów aluminiowych zbrojonych SiC jeden z nowszych sposobów stanowią metoda wypychania osnowy metalowej ze stopionego kompozytu pod określonym ciśnieniem argonu przez odpowiednią dyszę. W procesie tym podstawowe znaczenie ma kąt rozwarcia końcówek wylotowych dyszy [30].

Ze wszystkich wrywkowo przedstawionych uwarunkowań (bardziej szczegółowe dane zamieszczono w monografii [31]) wynika jednak konieczność stosowania kilku (co najmniej dwóch) etapów technologicznych, co komplikuje i podraża proces recyklingu. Najlepsze rozwiązanie stanowi wielokrotny bezpośredni przetop, który dla każdego przypadku materiałowego powinien być oddzielnie rozpatrywany. Autorzy [31] zdobyli już doświadczenie w zakresie wielokrotnego bezpośredniego przetopu aluminiowych kompozytów zbrojonych w całej objętości cząsteczkami SiC o zróżnicowanej (10, 20 i 30% obj.) zawartości.

W monografii [31] zajmowano się tematyką wielokrotnego przetwarzania, wyjaśniając między innymi teoretyczne (inspirowane wynikami pracy [32]) i praktyczne (wynikające z techniki odlewniczej) ograniczenia proponowanej metody. Przy uwzględnieniu wymienionych w pracy [31] ograniczeń można było, po wielokrotnym przetopie, otrzymać kompozyt o charakterystykach użytkowych zbliżonych do właściwości kompozytu wyjściowego. Bez uwzględnienia tych ograniczeń, przy stosowaniu wielokrotnego przetopu występuje znaczne pogorszenie charakterystyk użytkowych [33].

W oparciu o uzyskane z dotychczasowych badań wyniki uznano, że uzasadniona jest teza stanowiąca o tym, iż podobny sposób można zastosować również w przypadku innych kompozytów metalowych zbrojonych dyspersyjnie w całej objętości. W celu jej zweryfikowania zaplanowano zatem przeprowadzenie podobnych badań w odniesieniu do komercyjnych materiałów kompozytowych o osnowie stopów aluminium zbrojonych w całej objętości cząsteczkami tlenku glinu ( $Al_2O_3$ ). Postanowiono przy tym, kierując się wynikami zamieszczonymi w pracy [31], zwrócić szczególną uwagę na zdefiniowanie ograniczeń teoretycznych i praktycznych, potencjalnie warunkujących pozyskiwanie tą metodą pełnowartościowego materiału wtórnego, nadającego się do dalszych zastosowań w różnych obszarach techniki.

similarly to other types of waste, there is the necessity of applying a few technological stages [29].

In the case of aluminium composites reinforced with SiC, one of the techniques is the method of pushing the metal matrix from the melted composite under a specific argon pressure by the proper nozzle. In this process, the angle of the flare of the nozzle is of basic importance [30].

However, from all the discussed determinants (more detailed data is included in the monograph [31]), one can infer the necessity of applying several (at least two) technological stages, which complicates and makes more expensive the recycling process. The best solution is direct multiple remelting, which should be separately considered for every material case. The Authors [31] have already gained experience in the field of direct multiple remelting of composites reinforced in the whole volume by SiC particles, of a diversified content (10, 20 and 30% vol.).

The monograph [31] discusses the process of multiple remelting, explaining the theoretical (inspired by the results from the work [32]) and practical (resulting from the casting technique) limitations of the proposed method. Considering the limitations mentioned in the work [31], it was possible, after multiple remelting, to obtain a composite with the functional characteristics close to the properties of the initial composite. If these limitations are not taken into account, the application of multiple remelting causes a significant worsening of the functional characteristics [33].

Based on the results obtained in the research conducted so far, it was established that the thesis saying that a similar technique can also be used for other metal matrix composites reinforced by dispersion in the whole volume is justified. With the aim of its verification, similar tests were scheduled for commercial metal matrix composites with an aluminium alloy matrix reinforced with alumina particles ( $Al_2O_3$ ) in the whole volume. A decision was also made, based on the results included in the work [31], to devote special attention to defining the theoretical and practical limitations which potentially condition the obtaining of a full-quality secondary material with the use of this method, which would be suitable for further applications in various areas of technology.

## 2. Metodyka i wyniki badań

### 2.1. Analiza składu chemicznego

W celu potwierdzenia składu chemicznego kompozytu komercyjnego o nazwie handlowej Comral wytwarzanego przez firmę Duralcan, w którym osnowę metalową miał stanowić stop A359, a fazę zbrojącą cząsteczki tlenku glinu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) rozmieszczone w całej objętości kompozytu przeprowadzono kontrolne analizy składu chemicznego. Analizę składu chemicznego materiału osnowy metalowej wykonano metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej (AAS), po uprzednim przeprowadzeniu naważek próbek do roztworu, a uzyskane wyniki oznaczeń (jako ich wartości średnie) zestawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny osnowy metalowej kompozytu stanowiącego przedmiot badań, % wag.

Table 1. Chemical composition of the metal matrix of the examined composite, wt. %

Oznaczany pierwiastek							
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Al
8,6	0,12	0,03	0,007	0,46	0,01	0,11	reszta/residue

Natomiast metodą rentgenowskiej analizy fazowej określono zawartość  $\text{Al}_2\text{O}_3$  w kompozycie. Do wyznaczenia koncentracji tlenku glinu przyjęto proszkowy materiał odniesienia zawierający około 90,1%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [34]. Do analizy przyjęto natężenia względne ważone, wyznaczone z ośmiu najsilniejszych refleksów dyfrakcyjnych o wskaźnikach 012, 104, 110, 113, 024, 116, 214 i 030. Koncentrację  $\text{Al}_2\text{O}_3$  w kompozycie oznaczono zgodnie z metodyką i obliczeniami podanymi w [35]. W wyniku przeprowadzonej rentgenowskiej analizy fazowej stwierdzono, że kompozyt A359 +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zawiera około 22% wag. zbrojenia ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [36, 37] oraz ok. 3% wag. spinelu  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ .

### 2.2. Wielokrotny przetop

Wielokrotny bezpośredni przetop, jako symulację recyklingu, komercyjnych kompozytów zbrojonych tlenkiem glinu o zawartości 20 (obj. %) wykonano w Instytucie Odlewnictwa w połączeniu z dwiema metodami odlewania: klasycznym odlewaniem grawitacyjnym oraz w celu zminimalizowania wad pochodzenia odlewniczego prasowaniem w stanie ciekłym (*squeeze casting*) (rys. 1). Drugi z wymienionych sposobów zapewnia uzyskiwanie zwartych odlewów charakteryzujących się brakiem nieciągłości strukturalnych, zwłaszcza w postaci porowatości gazowo-skurczowej.

## 2. Methodology and test results

### 2.1. Chemical composition analysis

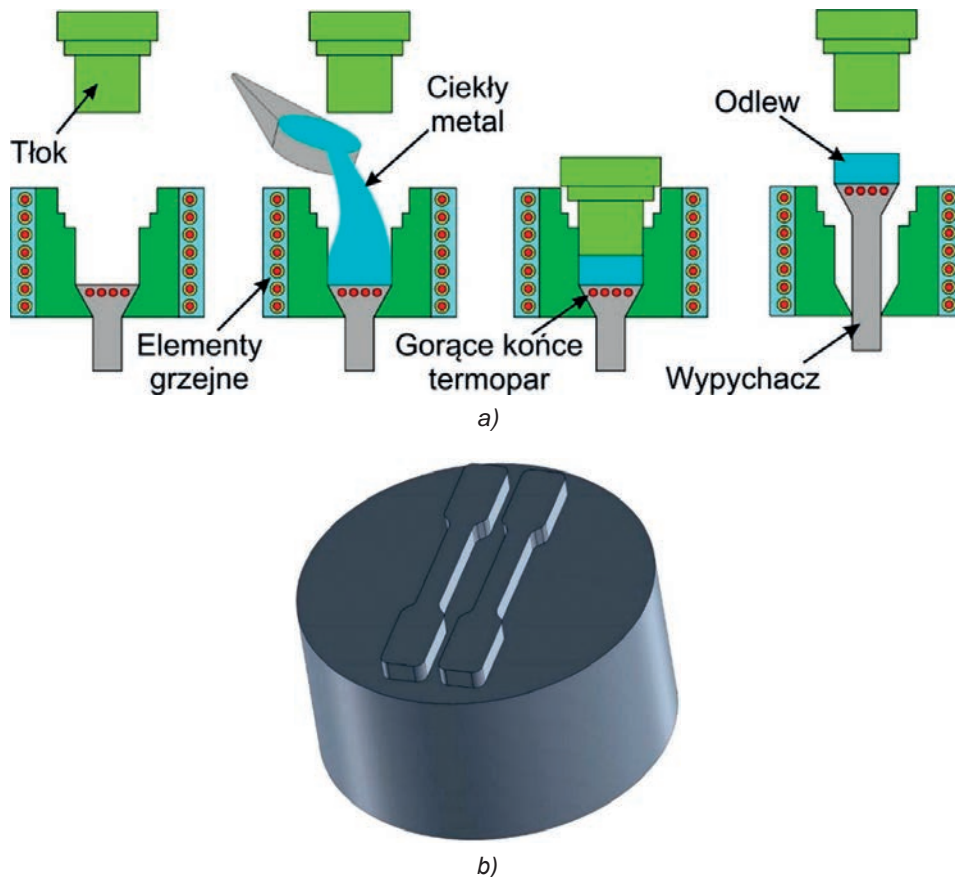
In order to confirm the chemical composition of the commercial composite with the brand name Comral, produced by Duralcan, in which the metal matrix is constituted by the A359 alloy and the reinforcing phase – by alumina particles ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) distributed in the whole composite volume, control analyses of the chemical compositions were performed. The analysis of the chemical composition of the metal matrix material was conducted by way of atomic absorption spectrometry (AAS), after analytical samples for the solution were created, and the obtained determination results (as their mean values) are compiled in Table 1.

The X-ray phase analysis method was used to determine the content of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in the composite. For the determination of the concentration of alumina, a powder reference material was used, containing about 90.1%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [34]. For the analysis, the weighted relative intensities were assumed, determined from the eight strongest diffraction reflexes, with the markers 012, 104, 110, 113, 024, 116, 214 and 030. The concentration of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in the composite was determined according to the methodology and calculations in [35]. As a result of the performed X-ray phase analysis, it was established that the A359 +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite contains about 22% wt. of reinforcement ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [36, 37] and about 3% wt. of  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel.

### 2.2. Multiple remelting

Direct multiple remelting as a simulation of recycling commercial composites reinforced with alumina, content 20 (vol. %), was performed at the Foundry Research Institute and the next two cast methods were used: classic gravity casting and squeeze casting (to minimize casting defects) (Fig. 1). The latter ensures obtaining casts characterizing no structural discontinuities, especially in the form of gas-contraction porosity.





Rys. 1. a) Schemat prasowania w stanie ciekłym oraz b) wizualizacja gotowego odlewu prasowanego  
 Fig. 1. a) Scheme of squeeze casting and b) visualization of a ready pressed cast

### 2.3. Rentgenowska analiza fazowa

W celu stwierdzenia, czy liczba przetopów wpływa w sposób istotny na zmiany w zakresie zawartości zarówno cząsteczek  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , jak i spinelu  $\text{AlMg}_2\text{O}_4$  przeprowadzono rentgenowską analizę fazową dla pierwszego, piątego i dziesiątego przetopu.

Do wyznaczenia koncentracji  $\text{Al}_2\text{O}_3$  przyjęto proszkowy materiał odniesienia zawierający około 90,1%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [35]. Do analizy przyjęto natężenia względne ważone, wyznaczone z ośmiu najsilniejszych refleksów dyfrakcyjnych o wskaźnikach 012, 104, 110, 113, 024, 116, 214 i 030.

Na podstawie przeprowadzonej analizy stwierdzono, że po wymienionych przetopach kompozyty stanowią dalej zawiesinę cząsteczek ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) i spinelu ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) w osnowie stopu A359.

Stwierdzono również, że w badanym zakresie przetopów ich liczba nie ma większego znaczenia, bowiem po pierwszym przetopie kompozyt zawiera około 22%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , po piątym 21,9%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , a po dziesiątym 24,1%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [36,37]. Z uwagi na fakt, że w kompozytach stwierdzono także obecność spinelu  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  przeanalizowano również i jego zawartość w kontekście wykonanych przetopów. Rentgenowską analizę fazową wykonano, podobnie jak w przypadku cząsteczek

### 2.3. X-ray phase analysis

In order to determine whether the number of remeltings has a significant effect on the changes in the content of both the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles and the  $\text{AlMg}_2\text{O}_4$  spinel, an X-ray phase analysis was performed for the first, fifth and tenth remelting.

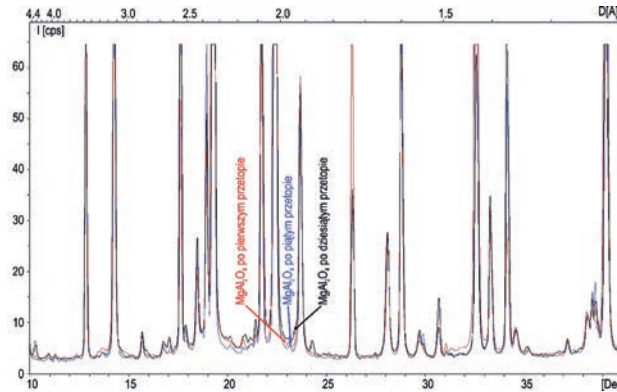
To determine the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  concentration, a powder reference material was used, containing about 90.1%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [35]. For the analysis, weighted relative intensities were applied, determined from the eight strongest diffraction reflexes, with the markers 012, 104, 110, 113, 024, 116, 214 and 030.

Based on the performed analysis, it was established that, after the mentioned number of remeltings, the composites still constituted a suspension of particles ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and spinel ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) in the matrix of the A359 alloy.

It was also concluded that, in the examined range of remeltings, the number of the latter is of no significant importance, as, after the first remelting, the composite contains about 22%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , after the fifth one – 21.9%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , and after the tenth one – 24.1%  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [36,37]. Due to the fact that the presence of the  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel was also established in the composites, its content was analyzed as well in the context of the performed remeltings. The X-ray phase analysis was made, similarly to

czek  $Al_2O_3$ , po pierwszym piątym i dziesiątym przetopie, a podczas analiz posługiwano się wzorcem  $MgAl_2O_4$ . W wyniku przeprowadzonej analizy stwierdzono, że wobec zawartości spinelu  $MgAl_2O_4$  po pierwszym przetopie wynoszącej 3,7% wag., po piątym wynoszącej 5,2% wag., a po dziesiątym wynoszącej 5,4% wag. (rys. 2) można uznać, że w badanym zakresie wpływ liczby przetopów można uznać za pomijalny.

the case of the  $Al_2O_3$  particles, after the first, fifth and tenth remelting, and during the analyses, the  $MgAl_2O_4$  standard was applied. As a result of the performed analysis, it was established that, in reference to the  $MgAl_2O_4$  content, which after the first remelting equaled 3.7% wt., after the fifth – 5.2% wt., and after the tenth – 5.4% wt. (Fig. 2), one can regard the effect of the number of remeltings in the examined range as negligible.



Rys. 2. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej dotyczące spinelu  $MgAl_2O_4$ : — po pierwszym, — piątym i — dziesiątym przetopie kompozytu A359 zbrojonego cząsteczkami  $Al_2O_3$

Fig. 2. Results of the X-ray phase analysis concerning the  $MgAl_2O_4$  spinel after: — the first, — fifth and — tenth remelting of composite A359 reinforced with  $Al_2O_3$  particles

## 2.4. Właściwości wytrzymałościowe

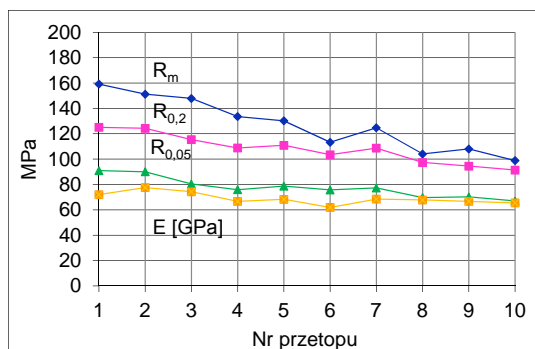
Badania podstawowych właściwości wytrzymałościowych, po wielokrotnym przetopie, przeprowadzono podczas statycznej próby rozciągania wg ISO 6892:20, na maszynie wytrzymałościowej INSTRON 8874 używając tensometru INSTRON CAT N: 2620-604. Dla każdego przetopu wykonano pięć próbek wytrzymałościowych.

Uzyskane wyniki badań odniesione do odlewów otrzymanych metodą odlewania grawitacyjnego i metodą squeeze casting przedstawiono na rysunku 3.

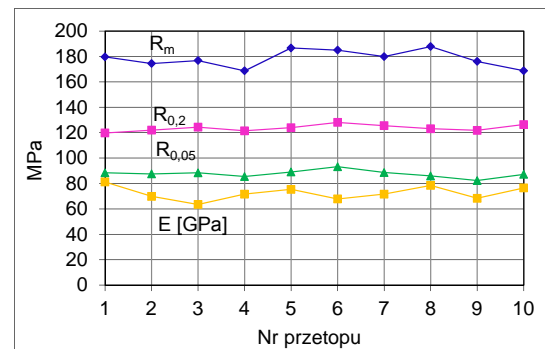
## 2.4. Strength properties

Investigations of the basic strength properties, after multiple remelting, were conducted during static tensile tests according to ISO 6892:2011, on the testing machine INSTRON 8874 using the extensometer INSTRON CAT N: 2620-604. For each remelting, five strength samples were created.

The test results, referred to the casts obtained by the gravity casting and squeeze casting method, are presented in Figure 3.



a)



b)

Rys. 3. Zmiany podstawowych właściwości mechanicznych badanych kompozytów w zależności od liczby przetopów i technologii odlewania: a) odlewanie grawitacyjne, b) odlewanie metodą squeeze casting; — doraźna wytrzymałość na rozciąganie ( $R_m$ ), — umowna granica plastyczności ( $R_{0.2}$ ), — umowna granica sprężystości ( $R_{0.05}$ ), — moduł Younga ( $E$ )

Fig. 3. Changes of the basic mechanical properties of the examined composites versus the remelting number and the casting procedure: a) gravity casting, b) squeeze casting; — tensile strength (UTS), — yield point ( $R_{0.2}$ ), — elastic limit ( $R_{0.05}$ ), — Young's modulus ( $E$ )

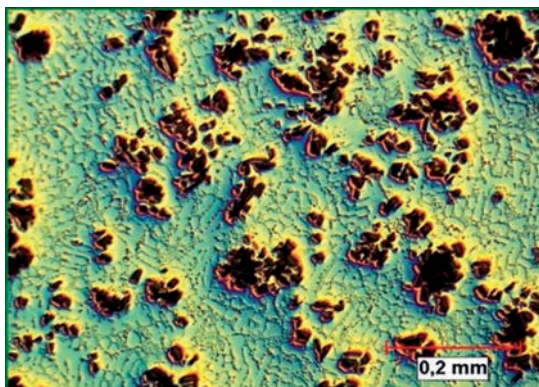


Na podstawie przebiegu wykresu przedstawionego na [rysunku 3a](#) można stwierdzić, że w przypadku dziesięciokrotnego przetopu realizowanego metodą odlewania grawitacyjnego, począwszy od pierwszego przetopu aż do dziesiątego, obserwuje się stopniowe pogarszanie parametrów mechanicznych wyznaczonych w statycznej próbie rozciągania (jednak do piątego przetopu pogarszają się one jedynie o kilkanaście procent). Tendencję tę należy wiązać z występowaniem porowatości gazowo-skurczowej, która w mniejszym lub większym stopniu występuje przy tej technice odlewania. Udokumentowano ją w dalszej części, w której przedstawiono wyniki jakościowych i ilościowych badań metalograficznych wykonanych w zakresie mikroskopii świetlnej.

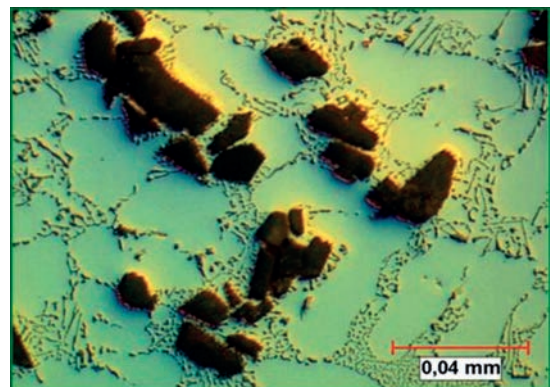
Znacznie lepsze efekty uzyskano natomiast w przypadku metody *squeeze casting*. Świadczy o tym przebieg wykresu przedstawiony na [rysunku 3b](#), który dowodzi, że wszystkie wyznaczone w statycznej próbie rozciągania parametry mechaniczne pozostają od pierwszego aż do dziesiątego przetopu praktycznie na tym samym poziomie.

## 2.5. Mikrostruktura po wielokrotnym przetopie kompozytów A359-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ujęcie jakościowe i ilościowe

Szczegółowe badania mikrostruktury kompozytów, po wielokrotnym przetopie połączonym z obiema technikami odlewniczymi, tj. metodą odlewania grawitacyjnego i metodą *squeeze casting*, przeprowadzono w zakresie mikroskopii świetlnej. Obejmowały one zarówno obserwacje jakościowe, jak i analizy wykonane metodami metalografii ilościowej.



a) pierwszy przetop / the first remelting



b) pierwszy przetop / the first remelting

Rys. 4. Mikrostruktura kompozytu po pierwszym przetopie i odlewaniu grawitacyjnym

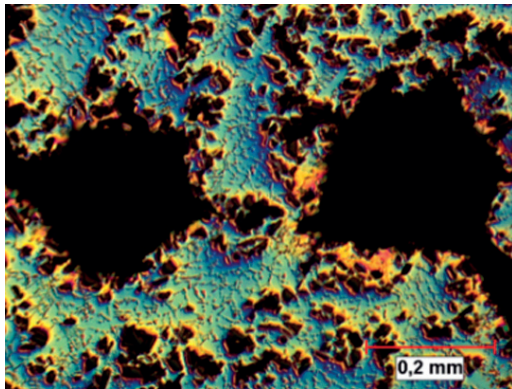
Fig. 4. Composite microstructure after the first remelting and next gravity casting

Based on the slope of the diagram presented in [Figure 3a](#), in the case of the ten-fold remelting realized next by gravity casting, beginning from the first up to the tenth remelting, we can observe a gradual worsening of the mechanical parameters determined in the static tensile test (however, up to the fifth remelting, they worsen only by a dozen or so percent). This tendency should be connected with the occurrence of gas-contraction porosity, which, to a greater or lesser extent, is present in the case of this casting technique. This was documented in the further section of the article, which presents the results of the qualitative and quantitative metallographic tests performed in the field of light microscopy.

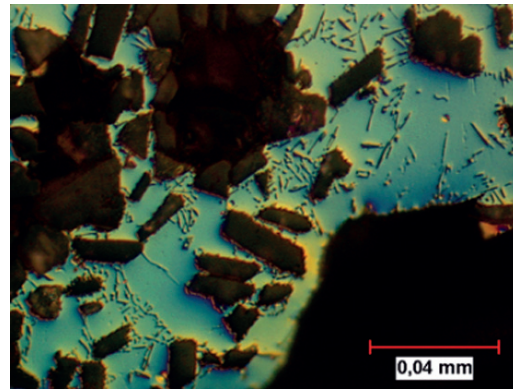
Much better effects were, in turn, obtained in the case of the squeeze casting method. This can be inferred from the slope of the diagram presented in [Figure 3b](#), which proves that all the mechanical parameters determined in the static tensile test remain practically at the same level, from the first to the tenth remelting.

## 2.5. Microstructure after multiple remelting of A359-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites – qualitative and quantitative context

Detailed examinations of the composite microstructure after multiple remelting connected with both casting techniques, i.e. gravity casting and squeeze casting, were performed in the field of light microscopy. They included both qualitative observations and analyses made by quantitative metallography methods.



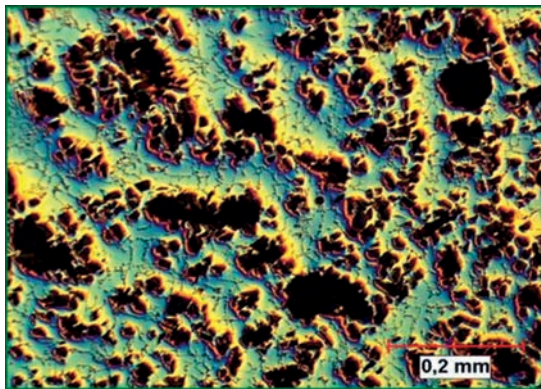
a) piąty przetop / the fifth remelting



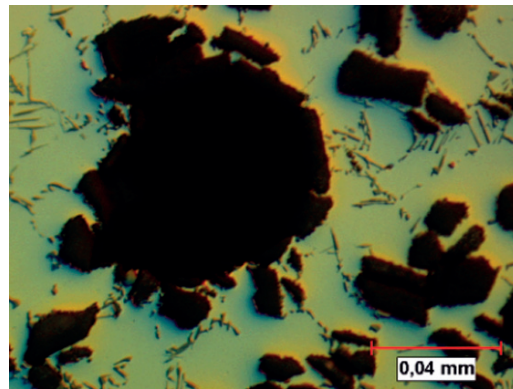
a) piąty przetop / the fifth remelting

Rys. 5. Mikrostruktura kompozytu po piątym przetopie i odlewaniu grawitacyjnym

Fig. 5. Composite microstructure after the fifth remelting and next gravity casting



a) dziesiąty przetop / the tenth remelting



a) dziesiąty przetop / the tenth remelting

Rys. 6. Mikrostruktura kompozytu po dziesiątym przetopie i odlewaniu grawitacyjnym

Fig. 6. Composite microstructure after the tenth remelting and next gravity casting

Przedstawione fotografie mikrostruktur kompozytów wykonane po pierwszym (rys. 4), piątym (rys. 5) i dziesiątym przetopie (rys. 6) uwidoczniają występującą porowatość gazowo-skurczową. Na rysunkach 7–9 udokumentowano mikrostruktury kompozytów podobnie po pierwszym (rys. 7), piątym (rys. 8) i dziesiątym przetopie (rys. 9), uzyskane w procesie odlewania metodą prasowania w stanie ciekłym.

Przedstawione fotografie mikrostruktur (rys. 7–9) ilustrują uzyskany znacząco lepszy efekt przetopów z następnym odlewaniem metodą *squeeze casting*, bowiem w tym przypadku odnotowano całkowity brak w strukturze porowatości gazowo-skurczowej.

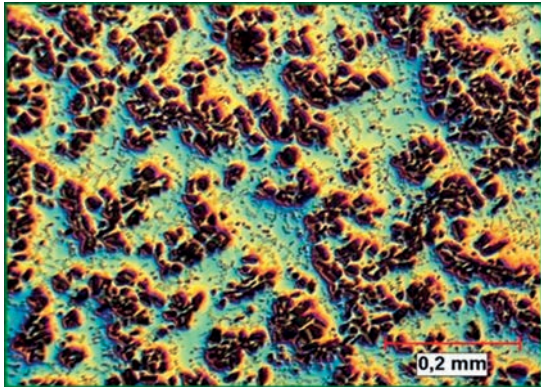
Należy jednak podkreślić, że przedstawione fotografie dotyczące zarówno odlewania grawitacyjnego, jak i metody *squeeze casting* stanowią jedynie walor ilustracyjny i w żadnym przypadku nie można ich interpretować ilościowo. Dodatkowo w odniesieniu na przykład do porowatości gazowo-skurczowej, która wystąpiła przy odlewaniu grawitacyjnym zastosowano przy dokumentowaniu mikrostruktury kryterium maksimum (najgorsze pole widzenia, tym bardziej uniemożliwiające interpretacje ilościowe). Dla wykazania słuszno-

The presented images of the composite microstructures taken after the first (Fig. 4), fifth (Fig. 5) and tenth remelting (Fig. 6) illustrate the occurrence of gas-contraction porosity. Figures 7–9 document the composite microstructures, similarly, after the first (Fig. 7), fifth (Fig. 8) and tenth remelting (Fig. 9), obtained in the process of squeeze casting.

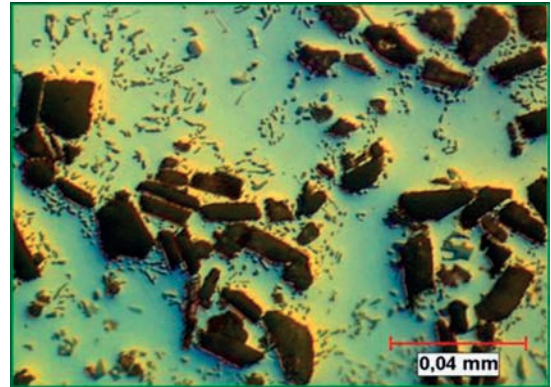
The presented images of the microstructures (Fig. 7–9) illustrate the obtained, significantly better, effect of the remeltings with further use of the squeeze casting method, as, in this case, a complete lack of gas-contraction porosity was recorded.

It should, however, be emphasized that the presented images concerning both gravity casting and squeeze casting constitute only an illustrative value and in no case can they be interpreted quantitatively. In addition, in reference to e.g. gas-contraction porosity, which occurred in gravity casting, the maximum criterion was applied in the documenting of the microstructure (the worst visual field, all the more making quantitative interpretations impossible). For the confirmation of the suggested qualitative diagnosis, as it was mentioned before, also a quantitative evaluation of the microstructure





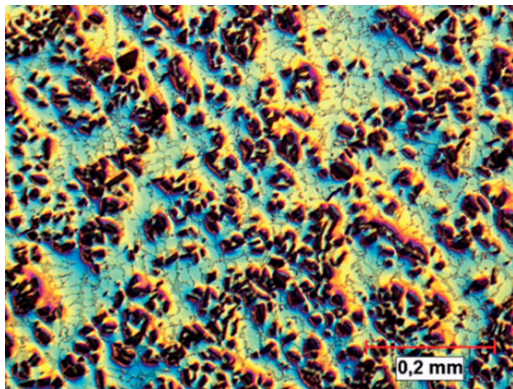
a) pierwszy przetop / the first remelting



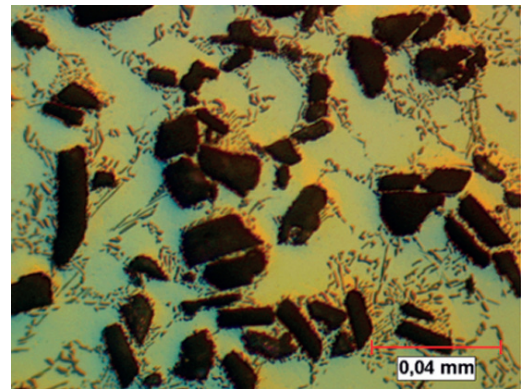
b) pierwszy przetop / the first remelting

Rys. 7. Mikrostruktura kompozytu po pierwszym przetopie i odlewaniu metodą squeeze casting

Fig. 7. Composite microstructure after the first remelting and next squeeze casting



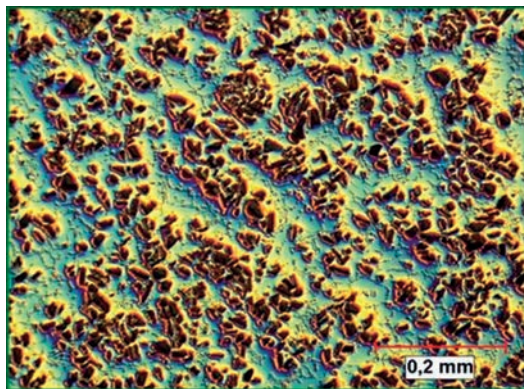
a) piąty przetop / the fifth remelting



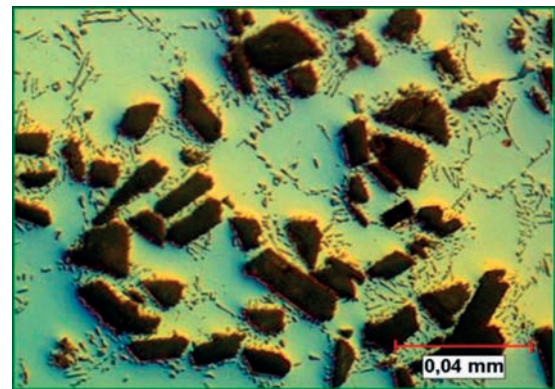
b) piąty przetop / the fifth remelting

Rys. 8. Mikrostruktura kompozytu po piątym przetopie i odlewaniu metodą squeeze casting

Fig. 8. Composite microstructure after the fifth remelting and next squeeze casting



a) dziesiąty przetop / the tenth remelting



b) dziesiąty przetop / the tenth remelting

Rys. 9. Mikrostruktura kompozytu po dziesiątym przetopie i odlewaniu metodą squeeze casting

Fig. 9. Composite microstructure after the tenth remelting and next squeeze casting

ści wskazanej diagnozy jakościowej przeprowadzono, jak wspomniano, także ilościową ocenę mikrostruktury badanych kompozytów dla obu metod odlewania (grawitacyjnego i *squeeze casting*). Wykonano je na komputerowym analizatorze obrazu sprzężonym on-line z mikroskopem świetlnym, a przy wykonywaniu analiz

of the examined composites for both casting methods (gravity casting and *squeeze casting*) was made. It was performed by means of a computer image analyzer coupled on-line with a light microscope, and the best effort was made to perform all the quantitative measurements under the same measurement conditions. The



ilościowych starano się wszystkie pomiary wykonywać w takich samych warunkach pomiarowych. Fazę zbrojącą i porowatość oceniano przy pow. 200×, natomiast wydzielania występujące w osnowie metalowej kompozytu przy pow. 500×. Ten sposób postępowania zastosowano zarówno dla odlewania grawitacyjnego, jak i metody *squeeze casting*. W oparciu o przeprowadzone pomiary określono następujące parametry geometryczne:

$A_A = V_V$ , % – udział objętościowy cząsteczek zbrojenia,

$N_{L||}$  i  $N_{L\perp}$  – estymatory powierzchni względnej cząsteczek zbrojenia w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach,

$\Omega$  – współczynnik anizotropii mikrostrukturalnej,

$l_{||}$  i  $l_{\perp}$  – średnie cięciwy cząsteczek zbrojenia w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach,

$F_{sr}$  – średnią średnicę Fereta skupisk zbrojenia.

Wymienione parametry określono także w odniesieniu do wydzielen występujących w osnowie metalowej, a także dla porów, określonych tylko dla odlewania grawitacyjnego, ponieważ, jak już stwierdzono, w wyniku przetopów wykonywanych metodą *squeeze casting* uzyskano odlewy całkowicie pozbawione porów.

### 2.5.1. Kompozyty poddane wielokrotnemu przetopowi przeprowadzonemu w połączeniu z metodą odlewania grawitacyjnego

Wyznaczone parametry geometryczne fazy zbrojącej (cząsteczki  $Al_2O_3$ ), porów i wydzielen w osnowie metalowej w kompozytach poddanych wielokrotnemu przetopowi a następnie odlewaniu grawitacyjnemu zestawiono w tabelach 2–4. W tabeli 2 podano wyznaczone parametry geometryczne cząsteczek zbrojenia ( $Al_2O_3$ ) w kompozytach po wielokrotnym przetopie i następnie odlewaniu grawitacyjnym.

Dane zawarte w tabeli 2 potwierdzają przede wszystkim zadeklarowaną zawartość cząsteczek zbrojenia ( $V_V = 20\%$  obj.) stabilną dla wszystkich przeprowadzonych przetopów.

Ponadto stwierdzono niewielki rozrzut rozmiarów cząsteczek zbrojenia ( $F_{sr} = 16\text{--}20\ \mu\text{m}$ ), niewielki rozrzut liczby cząsteczek zbrojenia przypadających na  $1\ \text{mm}^2$  zglądu metalograficznego ( $N_A = 865\text{--}980$ ) oraz niewielką anizotropię mikrostrukturalną opisaną parametrami  $N_L$  i  $\Omega$ . Dla lepszego uwidocznienia uzyskanych efektów przedstawiono je także, dla niektórych parametrów geometrycznych, w postaci graficznej (rys. 10).

reinforcing phase and porosity were evaluated with the magn. 200×, whereas precipitates were present in the composite metal matrix – with the magn. above 500×. This manner of proceeding was applied both for the gravity casting and the squeeze casting method. Based on the performed measurements, the following geometrical parameters were determined:

$A_A = V_V$ , % – volume fraction of the reinforcement particles,

$N_{L||}$  and  $N_{L\perp}$  – estimators of the relative area of the reinforcement particles in two mutually perpendicular directions,

$\Omega$  – microstructural anisotropy factor,

$l_{||}$  and  $l_{\perp}$  – mean chords of the reinforcement particles in two mutually perpendicular directions,

$F_{sr}$  – mean Feret diameter of the reinforcement.

The listed parameters were also determined in reference to the precipitates present in the metal matrix, as well as to the pores determined only for gravity casting, as, which was mentioned before, the application of squeeze casting provided casts completely devoid of pores.

### 2.5.1. Composites multiply remelted in connection with the gravity casting

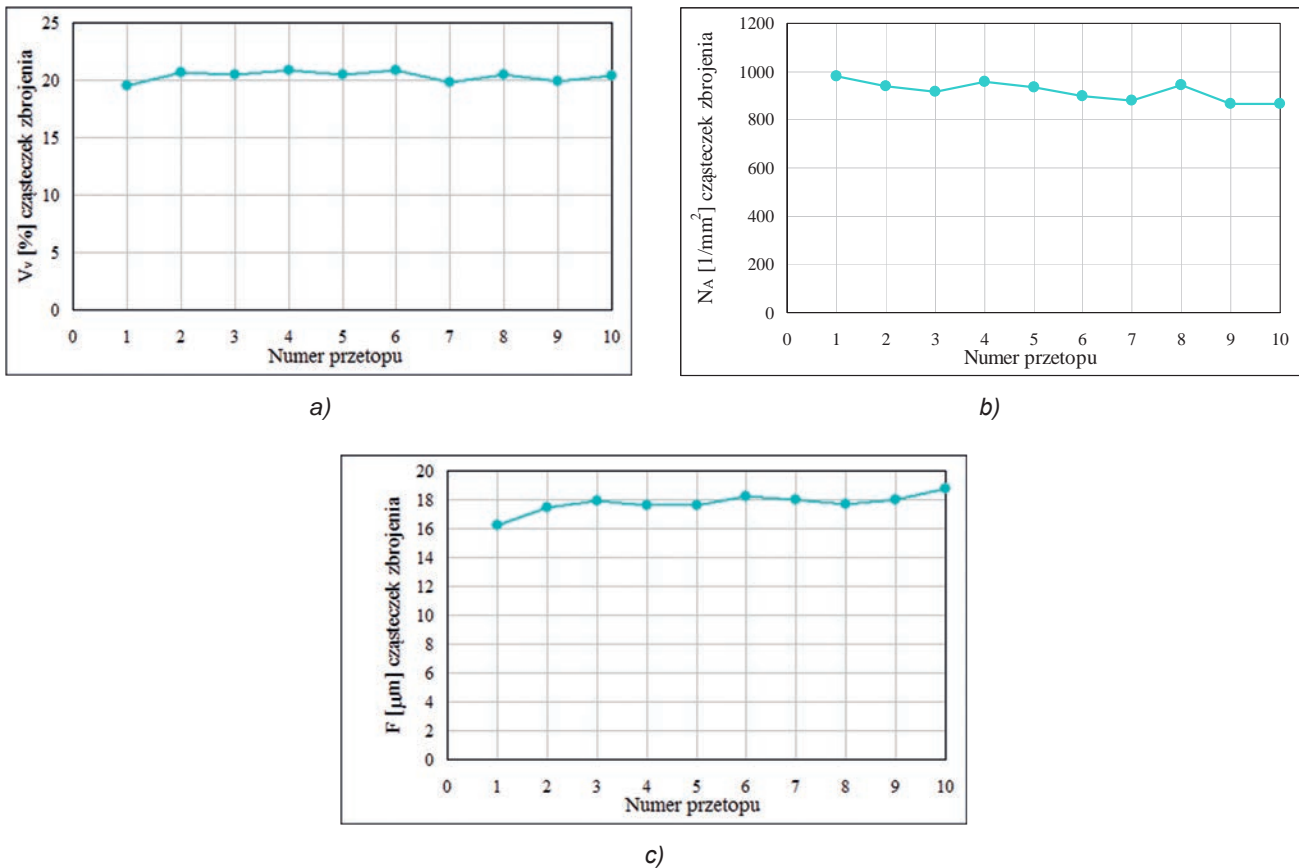
The determined geometrical parameters of the reinforcing phase ( $Al_2O_3$  particles) of the pores and precipitates in the metal matrix of the composites after multiple remelting with further gravity casting technology are compiled in Tables 2–4.

Table 2 gives the determined geometrical parameters of the reinforcement particles ( $Al_2O_3$ ) in the composites after multiple remelting and then with further use of the gravity casting method.

The data included in Table 2 confirms mainly the declared content of reinforcement particles ( $V_V = 20\%$  vol.), stable for all the performed remeltings. What is more, the authors established a slight scatter of the reinforcement particles size ( $F_{sr} = 16\text{--}20\ \mu\text{m}$ ) and the number of reinforcement particles corresponding to  $1\ \text{mm}^2$  of microsection ( $N_A = 865\text{--}980$ ) as well as a slight structural anisotropy described by parameters  $N_L$  and  $\Omega$ . For a better representation of the obtained effects, they were also presented, for some of the geometrical parameters, in graphic from (Fig. 10).

Tabela 2. Parametry geometryczne cząstek zbrojenia  $Al_2O_3$  w kompozytach po wielokrotnym przetopie przeprowadzonym w połączeniu z odlewaniem grawitacyjnymTable 2. Geometrical parameters of the  $Al_2O_3$  reinforcement particles in the composites after multiple remelting carried out in connection with the gravity casting

Nr przetopu / Remelting no.	Wielkość statystyczna / Statistical value	$V_v$ , %	$N_{LII}$ , 1/mm	$N_{LL}$ , 1/mm	$N_A$ , 1/mm <sup>2</sup>	$\Omega$	$l_p$ , $\mu m$	$l_L$ , $\mu m$	F, $\mu m$
1	wartość średnia / mean value	19,52	124,93	125,31	980	0,99	8,1	8,1	16,2
	odchylenie standardowe / standard deviation	3,57	13,02	12,51	136	0,03	0,8	0,8	15,2
2	wartość średnia / mean value	20,67	123,99	126,54	941	0,98	8,1	7,9	17,5
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,52	6,96	6,87	118	0,03	0,4	0,4	17,3
3	wartość średnia / mean value	20,45	127,56	134,78	915	0,95	7,9	7,5	17,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,46	8,70	10,36	111	0,04	0,5	0,5	18,1
4	wartość średnia / mean value	20,83	125,09	130,65	956	0,96	8,0	7,7	17,6
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,37	5,27	6,18	123	0,03	0,3	0,4	16,9
5	wartość średnia / mean value	20,51	126,02	130,98	936	0,96	7,9	7,7	17,6
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,41	6,43	7,85	118	0,03	0,4	0,5	17,5
6	wartość średnia / mean value	20,84	123,94	133,41	896	0,93	0,1	7,5	18,2
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,19	6,47	8,64	103	0,03	0,4	0,5	18,2
7	wartość średnia / mean value	19,79	128,12	137,54	880	0,93	7,8	7,3	18,0
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,84	8,73	10,99	129	0,04	0,5	0,6	18,0
8	wartość średnia / mean value	20,44	128,06	132,56	944	0,97	7,8	7,6	17,7
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,93	7,38	8,59	154	0,03	0,5	0,5	17,3
9	wartość średnia / mean value	19,95	119,90	126,80	865	0,95	8,4	7,9	18,0
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,54	8,38	12,44	161	0,04	0,6	0,7	17,5
10	wartość średnia / mean value	20,40	134,20	151,37	867	0,89	7,5	6,7	18,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,14	9,62	16,88	100	0,05	0,5	0,7	19,8



Rys. 10. Wybrane parametry geometryczne cząstek zbrojenia ( $Al_2O_3$ ) w zależności od liczby przetopów przeprowadzonych w połączeniu z odlewaniem grawitacyjnym: a) udział objętościowy cząstek zbrojenia, b) liczba cząstek zbrojenia przypadająca na  $1\text{ mm}^2$  zglądu metalograficznego, c) średnia średnica cząstek zbrojenia

Fig. 10. Selected geometrical parameters of the reinforcing particles ( $Al_2O_3$ ) versus the remelting number carried out in connection with the gravity casting: a) the volume fraction of the reinforcement particles, b) the number of reinforcement particles per  $1\text{ mm}^2$  of the cross section, c) the average diameter of the reinforcement particles

W tabeli 3 zestawiono wyznaczone parametry geometryczne porów zidentyfikowanych w kompozytach po wielokrotnym przetopie połączonym z odlewaniem grawitacyjnym. Dane liczbowe zawarte w tabeli 3 ilustrują przede wszystkim wzrost zawartości porów w kompozytach wraz z liczbą wykonanych przetopów w połączeniu z odlewaniem grawitacyjnym. Po pierwszym przetopie jest ona niewielka ( $V_v = 0,77\%$  obj.), natomiast dla dziesiątego przetopu jest już znacząca ( $V_v = 7,59\%$  obj.). Rozmiary tych porów także wykazują tendencję wzrostową wraz z liczbą przeprowadzonych przetopów, bowiem po pierwszym przetopie średni rozmiar porów wynosi  $19,7\text{ }\mu\text{m}$  (parametr  $F_{sr}$  – tabela 3), natomiast po dziesiątym przetopie jest to już  $31,6\text{ }\mu\text{m}$  (parametr  $F_{sr}$  – tabela 3). Istotnej zmianie w funkcji liczby przetopów ulega również liczba porów przypadająca na  $1\text{ mm}^2$  zglądu, która po pierwszym przetopie wynosi 44 pory przypadające na  $1\text{ mm}^2$  zglądu (parametr  $N_A$  – tabela 3), natomiast po dziesiątym przetopie liczba porów jest prawie czterokrotnie większa (parametr  $N_A = 151$  – tabela 3).

Table 3 compiles the determined geometrical parameters of the pores identified in the composites after multiple remelting performed in connection with gravity casting. The numerical data included in Table 3 illustrates mainly the increase in the content of pores in the composites together with the number of remeltings made using the next gravity casting. After the first remelting, the number is low ( $V_v = 0.77\%$  vol.), whereas, for the tenth remelting, it is already significant ( $V_v = 7.59\%$  vol.). The sizes of the pores also exhibit an upward trend together with the number of the performed remeltings, as, after the first remelting, the mean size of the pores equals  $19.7\text{ }\mu\text{m}$  (parameter  $F_{sr}$  – Table 3), while, after the tenth remelting, this value reaches  $31.6\text{ }\mu\text{m}$  (parameter  $F_{sr}$  – Table 3). A significant change in the function of the remelting number is also demonstrated by the number of pores corresponding to  $1\text{ mm}^2$  of microsection, which, after the first remelting, equals 44 pores per  $1\text{ mm}^2$  microsection (parameter  $N_A$  – Table 3), whereas, after the tenth remelting, the number of pores is almost four times as high (parameter  $N_A = 151$  – Table 3).



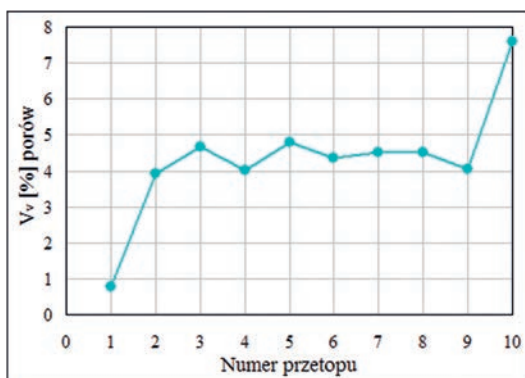
Tabela 3. Parametry geometryczne porów w kompozytach po wielokrotnym przetopie przeprowadzonym w połączeniu z odlewaniem grawitacyjnym

Table 3. Geometrical parameters of the pores in the composites after multiple remelting carried out in connection with the gravity casting

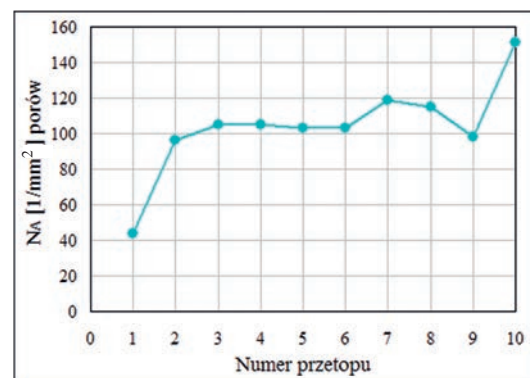
Nr przetopu / Remelting no.	Wielkość statystyczna / Statistical value	$V_v$ , %	$N_{LII}$ , 1/mm	$N_{LL}$ , 1/mm	$N_A$ , 1/mm <sup>2</sup>	$\Omega$	$l_{II}$ , $\mu\text{m}$	$l_L$ , $\mu\text{m}$	$F$ , $\mu\text{m}$
1	wartość średnia / mean value	0,77	205,09	248,48	44	0,83	5,2	4,4	19,7
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,61	58,28	79,59	23	0,15	2,0	2,0	8,5
2	wartość średnia / mean value	3,93	124,02	153,15	96	0,81	8,6	6,9	30,5
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,08	26,26	30,51	23	0,05	2,7	2,1	19,4
3	wartość średnia / mean value	4,68	117,47	153,59	105	0,77	8,9	6,8	32,1
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,45	22,29	29,65	27	0,05	2,1	1,7	21,9
4	wartość średnia / mean value	4,01	123,93	161,26	105	0,77	8,3	6,4	30,2
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,49	22,33	29,15	24	0,05	1,6	1,2	18,4
5	wartość średnia / mean value	4,78	112,40	26,95	103	0,78	9,5	7,4	32,2
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,24	26,95	33,82	25	0,04	2,8	2,3	21,6
6	wartość średnia / mean value	4,36	120,44	167,33	103	0,72	8,6	6,2	31,2
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,87	23,32	30,60	28	0,04	1,8	1,3	19,1
7	wartość średnia / mean value	4,50	120,99	162,68	119	0,75	8,6	6,4	27,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,97	22,26	31,24	37	0,07	1,9	1,5	16,2
8	wartość średnia / mean value	4,52	114,72	142,09	115	0,81	9,2	7,4	27,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,00	23,17	27,56	33	0,05	2,4	1,9	15,8
9	wartość średnia / mean value	4,06	137,42	183,14	98	0,71	8,6	6,4	27,6
	odchylenie standardowe / standard deviation	5,29	37,94	51,41	31	0,06	6,8	4,5	21,7
10	wartość średnia / mean value	7,59	104,25	153,18	151	0,68	9,9	6,8	31,6
	odchylenie standardowe / standard deviation	3,48	17,24	27,84	39	0,05	2,1	1,6	20,9

Stwierdzono też niewielką anizotropię mikrostrukturalną opisaną parametrami  $N_L$  i  $\Omega$ . Dla lepszego zobrazowania stwierdzonych tendencji, przedstawiono je również, dla niektórych parametrów geometrycznych, w postaci graficznej (rys. 11). Przebieg uwidocznionych krzywych (rys. 11a) wskazuje na to, że wraz ze wzrostem liczby przetopów przeprowadzonych w połączeniu z metodą odlewania grawitacyjnego, już po drugim przetopie wzrasta czterokrotnie udział objętościowy porów (do ok. 5% obj.) w mikrostrukturze kompozytu. Następnie, aż do 9. przetopu utrzymuje się on praktycznie na tym samym poziomie, po czym w wyniku 10. przetopu znowu przyjmuje czterokrotnie większą wartość (7,6% obj.).

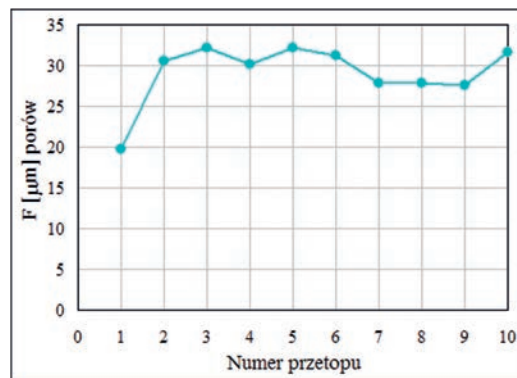
A slight microstructural anisotropy described by parameters  $N_L$  and  $\Omega$  was also observed. For a better illustration of the established trends, the latter were also presented, for some of the geometrical parameters, in a graphic form (Fig. 11). The slope of the presented curves (Fig. 11a) points to the fact that, together with the increase of the number of remeltings performed with further gravity casting, already after the second remelting, the volume fraction of the pores increases four times (up to about 5% vol.) in the composite microstructure. Next, up to the ninth remelting, it remains practically at the same level, after which, as a result of the tenth remelting, it assumes a four times higher value again (7.6% vol.).



a)



b)



c)

Rys. 11. Wybrane parametry geometryczne porów w zależności od liczby przetopów przeprowadzonych w połączeniu z odlewaniem grawitacyjnym: a) udział objętościowy porów, b) liczba porów przypadająca na 1 mm<sup>2</sup> zglądu metalograficznego, c) średnia średnica porów

Fig. 11. Selected geometrical parameters of the pores versus the remelting number carried out in connection with the gravity casting: a) the volume fraction of the pores, b) the number of the pores per 1 mm<sup>2</sup> of the cross section, c) the average diameter of the pores

Podobny kierunek zmian odnotowano również w przypadku na przykład liczby porów przypadającej na 1 mm<sup>2</sup> zglądu metalograficznego (rys. 11b) około dwukrotny wzrost czy też ich rozmiarów (rys. 11c) – około półtora raza.

Zmiany odnotowane w zakresie wyznaczonych parametrów geometrycznych porów dowodzą zatem, że

A similar direction of changes was recorded in the case of e.g. the number of pores corresponding to 1 mm<sup>2</sup> of microsection (Fig. 11b) – about two-fold increase, as well as their sizes (Fig. 11c) – about 1.5 times.

And so, the changes recorded in the range of the determined geometrical parameters of the pores prove that, together with the proceeding number of remeltings,

Tabela 4. Parametry geometryczne wydzieli występujących w osnowie metalowej kompozytów po wielokrotnym przetopie połączonym z odlewaniem grawitacyjnym

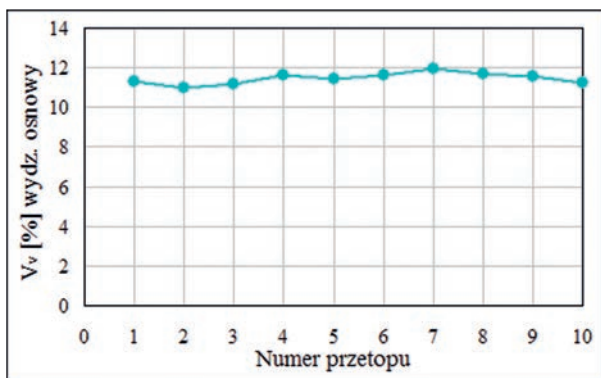
Table 4. Geometrical parameters of the precipitates occurring in the metal matrix composite after multiple remelting carried out with further gravity casting

Nr przetopu / Remelting no.	Wielkość statystyczna / Statistical value	$V_v$ , %	$N_{LII}$ , 1/mm	$N_{LII}$ , 1/mm	$\Omega$	$\lambda_{II}$ , $\mu\text{m}$	$\lambda_L$ , $\mu\text{m}$	F, $\mu\text{m}$
1	wartość średnia / mean value	11,31	1343,59	1859,86	0,72	0,8	0,5	0,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,53	133,66	183,76	0,75	0,1	0,1	1,9
2	wartość średnia / mean value	11,01	1345,42	1288,80	1,00	0,8	0,8	1,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,91	170,20	153,99	0,03	0,1	0,1	2,8
3	wartość średnia / mean value	11,19	1084,86	1556,57	0,70	0,9	0,7	2,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,57	100,74	152,23	0,03	0,1	0,1	4,1
4	wartość średnia / mean value	11,61	1112,15	1578,49	0,71	0,9	0,6	2,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,95	109,04	143,03	0,03	0,1	0,1	4,1
5	wartość średnia / mean value	11,46	1109,45	1517,89	0,73	0,9	0,7	3,1
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,91	84,09	86,88	0,03	0,1	0,1	4,5
6	wartość średnia / mean value	11,63	1074,81	1481,54	0,73	0,9	0,7	3,1
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,60	133,36	157,62	0,03	0,1	0,1	5,1
7	wartość średnia / mean value	11,94	1005,56	1467,71	0,68	1,0	0,7	3,0
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,19	102,40	129,41	0,02	0,1	0,1	5,4
8	wartość średnia / mean value	11,67	1075,17	1525,63	0,71	0,9	0,7	2,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,97	52,73	69,17	0,02	0,1	0,7	3,9
9	wartość średnia / mean value	11,57	1043,10	1501,97	0,69	0,9	0,7	2,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,39	101,55	131,22	0,03	0,1	0,1	4,8
10	wartość średnia / mean value	11,25	1130,40	1576,68	0,72	0,9	0,6	2,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,91	104,59	111,47	0,03	0,1	0,1	4,8

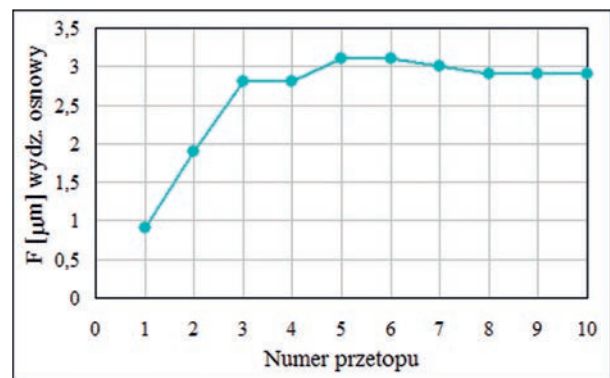


wraz z liczbą przetopów zwiększa się zawartość porów, ich liczba oraz następuje także zwiększenie się ich rozmiarów. W tabeli 4 zestawiono wyznaczone parametry geometryczne wydzieli występujących w osnowie metalowej kompozytów po wielokrotnym przetopie przeprowadzonym w połączeniu z metodą odlewania grawitacyjnego. Dane liczbowe zestawione w tabeli 4 dowodzą dużej stabilności zawartości wydzieli występujących w osnowie metalowej kompozytów po wielokrotnym przetopie połączonym z odlewaniem grawitacyjnym ( $V_v = 11-12\%$  obj. – tabela 4), pewnego rozrzutu rozmiarów (parametr  $F_{sr} = 0,9-3,1 \mu m$ ) charakteryzujących się zarazem niewielkim wzrostem wraz z liczbą przetopów. Stwierdzono także niewielką anizotropię mikrostrukturalną, o której świadczą wartości parametrów  $N_L$  i  $\Omega$ .

W celu lepszego zobrazowania stwierdzonych tendencji przedstawiono je również w postaci graficznej (rys. 12) dla dwóch wybranych parametrów – udziału objętościowego uwidocznionego na rysunku 12a i rozmiarów uwidocznionych na rysunku 12b.



a)



b)

Rys. 12. Wybrane parametry geometryczne wydzieli występujących w osnowie w zależności od liczby przetopów przeprowadzonych w połączeniu z odlewaniem grawitacyjnym: a) udział objętościowy wydzieli, b) średnia średnica wydzieli

Fig. 12. Selected geometrical parameters of the precipitates occurring in the composite metal matrix after multiple remelting carried out with further gravity casting: a) the volume fraction of the precipitates, b) the average diameter of the precipitates

Przebieg krzywej (rys. 12a) świadczy o tym, że łączna zawartość wydzieli występujących w osnowie metalowej kompozytu utrzymuje się na stałym poziomie aż do dziesiątego przetopu. Stwierdzono natomiast, że do trzeciego przetopu następuje zwiększanie się rozmiarów tych wydzieli, po czym ich wielkość stabilizuje się i aż do dziesiątego przetopu pozostaje taka sama (rys. 12b).

### 2.5.2. Kompozyty poddane wielokrotnemu przetopowi przeprowadzonemu w połączeniu z odlewaniem metodą *squeeze casting*

Z uwagi na to, że w wyniku odlewania metodą *squeeze casting* otrzymano bezporowate mikrostruktury przed-

the pores' content, number and size increase. Table 4 compiles the determined geometrical parameters of the precipitates present in the metal matrix composite after multiple remelting performed with further gravity casting. The numerical data compiled in Table 4 proves a high stability of the content of precipitates present in the composite metal matrix after multiple remelting performed with further gravity casting ( $V_v = 11-12\%$  vol. – Table 4) as well as a certain scatter of sizes (parameter  $F_{sr} = 0.9-3.1 \mu m$ ), at the same time, characterizing a slight increase together with the remelting number. The authors also established a slight microstructural anisotropy, confirmed by the values of parameters  $N_L$  and  $\Omega$ .

With the purpose of a better illustration of the observed trends, the latter were also presented in a graphic form (Fig. 12) for two selected parameters – volume fraction shown in Figure 12a and sizes presented in Figure 12b.

The slope of the curve (Fig. 12a) proves a constant level of the total content of the precipitates present in the composite metal matrix, up to the tenth remelting. It was, however, established that, up to the third remelting, these precipitates increase their sizes, followed by their stabilization and eventually a constant level up to the tenth remelting (Fig. 12b).

### 2.5.2. Composites multiply remelted in connection with the *squeeze casting*

Considering the fact that, as a result of *squeeze casting*, the authors obtained non-porous microstructures,

miotem analiz ilościowych była jedynie faza zbrojąca i osnowa metalowa.

Wyznaczone parametry geometryczne fazy zbrojącej (cząsteczki  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) i wydzielen w osnowie metalowej w kompozytach poddanych wielokrotnemu przetopowi przeprowadzonemu w połączeniu z odlewaniem metodą *squeeze casting* zestawiono w tabelach 5 i 6.

W tabeli 5 podano wyznaczone parametry geometryczne cząsteczek zbrojenia ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) w kompozytach po wielokrotnym przetopie przeprowadzonym w połączeniu z odlewaniem metodą *squeeze casting*.

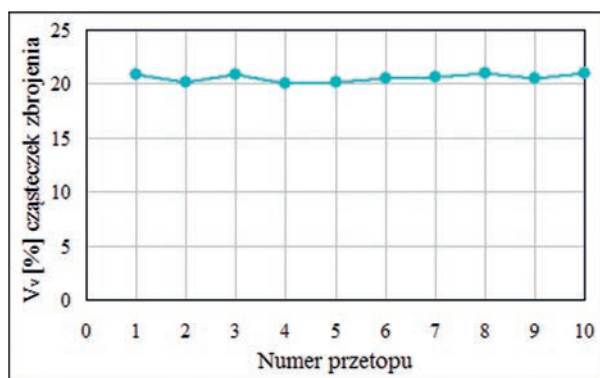
Dla wybranych parametrów geometrycznych występujące nieznaczne zróżnicowanie ich wartości przedstawiono również graficznie (rys. 13).

the quantitative analyses were only performed on the reinforcing phase and the metal matrix.

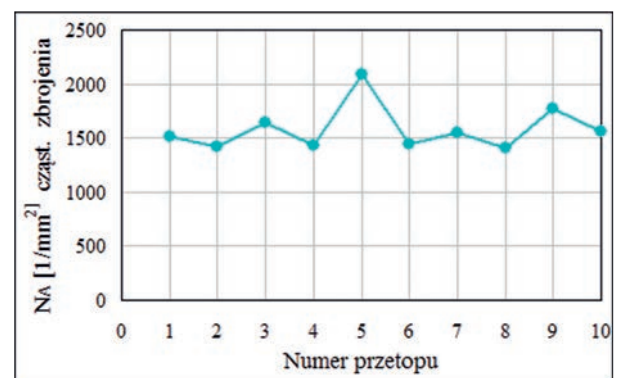
The determined geometrical parameters of the reinforcing phase ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  particles) and the precipitates in the metal matrix composite after multiple remelting with further squeeze casting are compiled in Tables 5 and 6.

Table 5 gives the determined geometrical parameters of the reinforcement particles ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) in the composites after multiple remelting with further squeeze casting.

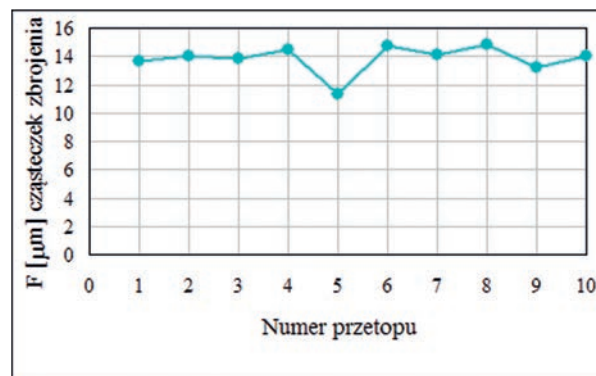
For selected geometrical parameters, the occurring slight diversity of their values is also presented graphically (Fig. 13).



a)



b)



c)

Rys. 13. Wybrane parametry geometryczne cząsteczek zbrojenia ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) w zależności od liczby przetopów przeprowadzonych w połączeniu z odlewaniem metodą *squeeze casting*: a) udział objętościowy cząsteczek zbrojenia, b) liczba cząsteczek zbrojenia przypadająca na  $1 \text{ mm}^2$  zglądu metalograficznego, c) średnia średnica cząsteczek zbrojenia

Fig. 13. Selected geometrical parameters of the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  reinforcement particles in the composites after multiple remelting carried out in connection with *squeeze casting*: a) the volume fraction of the reinforcement particles, b) the number of reinforcement particles per  $1 \text{ mm}^2$  of the cross section, c) the average diameter of the reinforcement particles

Przedstawione przebiegi krzywych, otrzymane dla przetopów przeprowadzonych w połączeniu z odlewaniem metodą *squeeze casting*, dowodzą możliwości uzyskania znacznie lepszych efektów w zakresie zwartości struktury, w porównaniu z odlewaniem grawitacyjnym, wynikających głównie z braku porowatości. W wyniku wielokrotnego przetopu zaobserwowano jedy-

The presented slope of the curves, obtained for the remeltings made with further squeeze casting, proves the possibility to obtain much better results of the structure content, as compared to gravity casting, which is mainly the consequence of the lack of pores. As a result of multiple remelting, only a slight deviation of some of the morphological characteristics of the rein-

Tabela 5. Parametry geometryczne cząsteczek zbrojenia  $Al_2O_3$  w kompozytach po wielokrotnym przetopie przeprowadzonym w połączeniu z odlewaniem metodą squeeze castingTable 5. Geometrical parameters of the  $Al_2O_3$  reinforcement particles in the composites after multiple remelting carried out in connection with squeeze casting

Nr przetopu / Remelting no.	Wielkość statystyczna / Statistical value	$V_V$ , %	$N_{LII}$ , 1/mm	$N_{LL}$ , 1/mm	$N_A$ , 1/mm <sup>2</sup>	$\Omega$	$l_{II}$ , $\mu m$	$l_L$ , $\mu m$	$F$ , $\mu m$
1	wartość średnia / mean value	20,89	138,400	138,92	1517	0,99	7,30	7,3	13,7
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,22	12,720	14,42	223	0,03	0,70	0,7	11,6
2	wartość średnia / mean value	20,13	132,940	133,51	1425	0,99	7,60	7,5	14,0
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,12	11,080	9,36	161	0,04	0,63	0,5	10,9
3	wartość średnia / mean value	20,91	137,260	136,89	1638	1,00	7,30	7,3	13,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,31	10,780	8,97	177	0,02	0,60	0,5	9,8
4	wartość średnia / mean value	20,00	136,600	136,01	1427	1,00	7,40	7,4	14,5
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,36	11,640	11,31	171	0,03	0,60	0,6	10,3
5	wartość średnia / mean value	20,21	157,250	153,73	2094	1,02	6,40	6,5	11,3
	odchylenie standardowe / standard deviation	3,00	10,990	9,77	235	0,03	0,50	0,4	9,4
6	wartość średnia / mean value	20,46	135,810	135,63	1442	1,00	7,40	7,4	14,7
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,31	10,020	8,98	110	0,026	0,60	0,5	10,3
7	wartość średnia / mean value	20,68	133,700	136,76	1548	0,98	7,50	7,3	14,1
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,01	7,500	8,04	205	0,04	0,40	0,4	9,7
8	wartość średnia / mean value	20,98	135,140	135,86	1411,	0,99	7,40	7,4	14,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	2,74	10,660	12,24	110	0,03	0,50	0,6	11,1
9	wartość średnia / mean value	20,48	139,090	142,06	1773	0,98	7,20	7,1	13,2
	odchylenie standardowe / standard deviation	3,26	9,540	10,21	187	0,03	0,50	0,5	9,8
10	wartość średnia / mean value	20,97	136,150	135,60	1563	1,01	7,40	7,4	14,0
	odchylenie standardowe / standard deviation	4,34	10,931	12,73	154	0,03	0,50	0,7	10,1



Tabela 6. Parametry geometryczne wydzielań występujących w osnowie metalowej kompozytów po wielokrotnym przetopie połączonym z odlewaniem metodą squeeze casting

Table 6. Geometrical parameters of the precipitates occurring in the composite metal matrix after multiple remelting carried out in connection with squeeze casting

Nr przetopu / Remelting no.	Wielkość statystyczna / Statistical value	$V_V$ , %	$N_{LII}$ , 1/mm	$N_{LL}$ , 1/mm	$N_A$ , 1/mm <sup>2</sup>	$\Omega$	$\lambda_{II}$ , $\mu\text{m}$	$\lambda_L$ , $\mu\text{m}$	$F$ , $\mu\text{m}$
1	wartość średnia / mean value	11,36	1154,200	1783,20	59644	0,65	0,9	0,6	1,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,07	66,680	92,90	18349	0,04	0,1	0,1	2,1
2	wartość średnia / mean value	11,87	1341,880	1893,75	97857	0,71	0,7	0,5	1,4
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,09	45,070	114,04	9728	0,02	0,1	0,1	1,2
3	wartość średnia / mean value	11,50	1170,150	1901,89	67902	0,62	0,9	0,5	1,7
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,892	23,040	130,59	5141	0,03	0,1	0,1	1,9
4	wartość średnia / mean value	11,49	978,570	1485,85	38770	0,66	1,0	0,7	2,1
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,09	39,600	207,24	12261	0,02	0,2	0,1	3,1
5	wartość średnia / mean value	11,88	1272,660	1865,91	87281	0,68	0,8	0,5	1,6
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,24	33,220	140,77	5556	0,04	0,1	0,1	1,3
6	wartość średnia / mean value	11,94	1220,210	1734,46	78656	0,70	0,8	0,6	1,6
	odchylenie standardowe / standard deviation	1,18	76,910	123,96	6627	0,02	0,1	0,1	1,5
7	wartość średnia / mean value	11,73	112,780	1645,18	52437	0,69	0,9	0,6	2,0
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,96	34,650	121,53	15135	0,04	0,1	0,1	2,4
8	wartość średnia / mean value	11,52	1209,330	1771,77	58707	0,68	0,8	0,6	1,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,50	50,256	116,14	6325	0,04	0,1	0,1	2,2
9	wartość średnia / mean value	11,64	1167,250	1733,68	66217	0,67	0,9	0,6	1,8
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,81	39,750	93,86	9173	0,02	0,1	0,1	1,8
10	wartość średnia / mean value	11,49	1204,120	1802,72	60948	0,67	0,8	0,6	1,9
	odchylenie standardowe / standard deviation	0,44	33,690	129,78	5545	0,03	0,1	0,1	2,2

nie niewielkie odchylenie niektórych cech morfologicznych cząsteczek zbrojenia (przetop piąty – rys. 13b,c) od stabilnego poziomu stwierdzonego dla pozostałych przetopów.

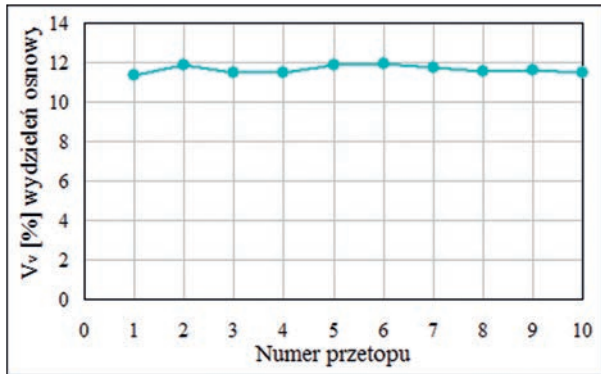
W tabeli 6 natomiast przedstawiono wyniki wyznaczonej parametrów geometrycznych wydzieli występujących w osnowie metalowej.

Dla wybranych parametrów geometrycznych występujące zróżnicowanie ich wartości przedstawiono również graficznie (rys. 14).

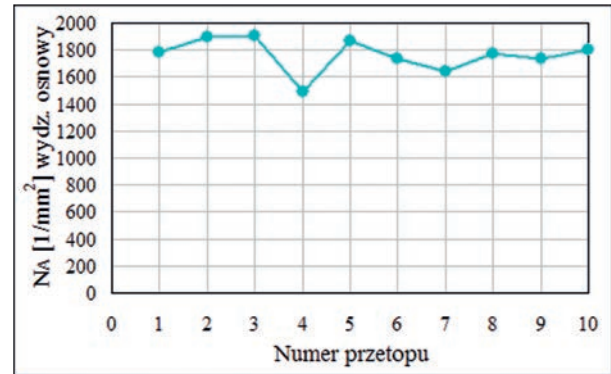
forcement particles was observed (the fifth remelting – Fig. 13b,c) from the stable level recorded for the remaining remeltings.

Table 6 shows the results of the determined geometrical parameters of the precipitates present in the metal matrix.

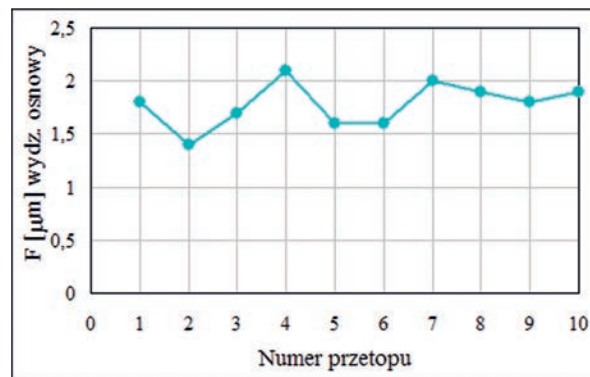
For selected geometrical parameters, the occurring diversity of their values is also presented graphically (Fig. 14).



a)



b)



c)

Rys. 14. Wybrane parametry geometryczne wydzieli występujących w osnowie w zależności od liczby przetopów przeprowadzonych w połączeniu z odlewaniem metodą squeeze casting: a) udział objętościowy wydzieli, b) liczba wydzieli przypadająca na 1 mm<sup>2</sup> zglądu metalograficznego, c) średnia średnica wydzieli

Fig. 14. Selected geometrical parameters of the precipitates occurring in the composite metal matrix after multiple remelting carried out with further squeeze-casting: a) the volume fraction of the precipitates, b) the number of reinforcement particles per 1 mm<sup>2</sup> of the cross section c) the average diameter of the precipitates

Przedstawione na wykresach przebiegi krzywych dotyczące wydzieli występujących w osnowie metalowej badanych kompozytów dowodzą dużej stabilności ich udziału objętościowego, natomiast odnotowano jedynie niewielkie różnice dotyczące liczby tych wydzieli przypadającej na 1 mm<sup>2</sup> zglądu metalograficznego i ich rozmiarów.

The slopes of the curves presented in the diagrams referring to the precipitates occurring in the metal matrix of the examined composites prove a high stability of their volume fraction, while only slight differences were recorded in the case of the number of these precipitates corresponding to 1 mm<sup>2</sup> of microsection as well as their sizes.

### 3. Podsumowanie wyników badań

Uzyskane przez autorów niniejszego artykułu wcześniejsze wyniki badań własnych dotyczących podobnej metody odzysku materiałowego, ale w odniesieniu do stopów aluminium zbrojonych w całej objętości cząsteczkami SiC stanowiły przesłanki podjętej próby zastosowania podobnych procesów dla kompozytów zbrojonych w całej objętości cząsteczkami  $Al_2O_3$ . Przeprowadzone wybrane badania materiałowe komercyjnych kompozytów o osnowie stopu aluminium A359 zbrojonych w całej objętości cząsteczkami  $Al_2O_3$ , poddanych wielokrotnemu bezpośredniemu przetopowi w połączeniu z dwiema technikami odlewniczymi metodą odlewania grawitacyjnego oraz metodą prasowania w stanie ciekłym (*squeeze casting*) stanowią zdaniem autorów, źródło istotnych danych.

Przedstawiony charakter zależności w funkcji liczby przetopów stanowił warunek przyjęcia proponowanej metody wielokrotnego przetopu, jako właściwego z merytorycznego i ekonomicznego punktu widzenia, sposobu pozyskiwania pełnowartościowego materiału wtórnego. Wynika z nich co następuje:

1. Kompozyty stanowiące przedmiot badań, po wielokrotnym przetopieniu i odlewaniu z zastosowaniem obu procesów odlewniczych, odlewania grawitacyjnego i metodą *squeeze casting* zachowują wysoką stabilność uzyskanej pierwotnie struktury kompozytu przy każdym kolejnym topieniu, za wyjątkiem pojawiającej się porowatości gazowo-skurczowej, charakterystycznej dla odlewania grawitacyjnego.
2. Jeżeli proces technologiczny wytwarzania zawiesiny metalowo-ceramicznej jest przeprowadzony starannie i zapewnia uzyskanie jej jednorodności, natomiast proces odlewania zawiesiny jest odpowiednio dobrany i nie powoduje jej utraty, to taki kompozyt może być przetwarzany wielokrotnie, pod warunkiem, że zarówno proces ponownego topienia, jak i ponownego odlewania jest odtwarzany w taki sam sposób i nie powoduje znaczących zmian warunków.
3. Występujące różnicowanie parametrów geometrycznych mikrostruktury kompozytów otrzymanych w wyniku wielokrotnego przetopu przeprowadzonego metodą odlewania grawitacyjnego wynika z występującej w kompozycie porowatości gazowo-skurczowej.
4. Otrzymane charakterystyki mikrostruktury ujęte w kategoriach ilościowych (wyznaczony zespół parametrów geometrycznych) zwłaszcza dla przetopów wykonanych w połączeniu z odlewaniem metodą *squeeze casting* są zbliżone do stanu po pierwszym przetopie, co wynika przede wszystkim z faktu, że uzyskany w ten sposób materiał jest

### 3. Conclusions

The obtained earlier results of the authors' own studies concerning a similar method of material recovery but in reference to aluminium alloys reinforced in the whole volume by SiC particles constituted the premises for an attempt at applying similar processes for composites reinforced in the whole volume with  $Al_2O_3$  particles. The performed selected material tests of commercial metal composite materials with the A359 aluminium alloy matrix reinforced with  $Al_2O_3$  particles, which underwent direct multiple remelting in connection with two casting techniques, i.e. the gravity casting method and the squeeze casting method, constitute the source of important data.

The presented character of relations in the function of the number of remeltings constituted the condition for assuming the proposed multiple remelting method as the proper way of obtaining a full-value secondary material, both from the substantial and the economical point of view. From them it can be inferred as follows:

1. With composites being the subject of the investigations, after multiple remelting and casting with the use of both casting processes, i.e. gravity casting and squeeze casting, preserve a high stability of the originally obtained composite structure at every consecutive remelting, with the exception of the occurring gas-contraction porosity, characteristic to gravity casting.
2. If the technological process of producing the metal-ceramic suspension is performed carefully and it ensures its homogeneity, whereas the process of casting the suspension is properly selected and does not cause its loss, such a composite can be remelted multiple times, providing that the process of both remelting and re-casting is repeated in the same way and does not cause significant conditional changes.
3. The occurring diversity of the geometrical parameters of the microstructure of the composites obtained after multiple remelting performed in connection with the gravity casting method results from gas-contraction porosity occurring in the composite.
4. The obtained microstructure characteristics considered quantitatively (the determined set of geometrical parameters), especially for the remeltings performed with further squeeze casting, are close to the state after the first remelting, which results mostly from the fact that the material obtained in



całkowicie pozbawiony porowatości gazowo-skurczowej.

this way is completely devoid of gas-contraction porosity.

5. Wymienione czynniki skutkowały uzyskaniem dla badanych kompozytów większości badanych charakterystyk na zadowalającym poziomie nawet w przypadku odlewania grawitacyjnego.
5. The discussed factors resulted in obtaining most of the examined characteristics at a satisfactory level for the investigated composites, even in the case of gravity casting.
6. Znacznie lepsze wyniki odnotowano dla wielokrotnego przetopu z wykorzystaniem odlewania metodą *squeeze casting*, dzięki której w wyniku między innymi braku porowatości gazowo-skurczowej uzyskano, nawet po dziesiątym przetopie, parametry wytrzymałościowe i mikrostruktury (ujętej w kategoriach ilościowych) praktycznie takie same jak w stanie początkowym.
6. Much better results were recorded for the multiple remelting next subjected to the squeeze casting method, whereby as a result of, inter alia, the lack of gas-contraction porosity, even after the tenth remelting, the obtained strength and microstructure (considered quantitatively) parameters were practically the same as in the initial state.
7. Osiągnięte pozytywne rezultaty wynikają także z braku występowania niekorzystnych reakcji na granicy fazowej osnowa metalowa / zbrojenie, o czym świadczy quasi stała zawartość spinelu  $MgAl_2O_4$ , identyfikowana po wszystkich przetopach kompozytów.
7. The achieved positive results are also a consequence of the lack of the occurrence of disadvantageous reactions at the metal matrix/reinforcement phase boundary, which is proved by the quasi-constant content of the  $MgAl_2O_4$  spinel, identified after each composite remelting.
8. Uzyskane wyniki upoważniają do zakwestionowania powszechnie akceptowanej tezy o trudnościach z ponownym przetapianiem kompozytów odlewanych lub wręcz ich nieprzydatności do recyklingu.
8. The obtained results justify questioning the commonly accepted thesis about difficulties faced in the remelting process of cast composites or even the latter's uselessness for recycling.
9. Należy podkreślić, że dla innych składów osnowy metalowej i innych rodzajów zbrojenia powinno się opisać badania przeprowadzić oddzielnie dla uzyskania pewności o możliwościach zastosowania proponowanej metody recyklingu.
9. It should be emphasized that, for other contents of the metal matrix and other types of reinforcement, the discussed investigations should be performed separately in order to achieve assurances about the possibilities of applying the proposed recycling method.

## Podziękowania

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

## Acknowledgements

The article was developed based on research conducted within the own project no. N507 242740 financed by the National Science Centre.

## Literatura/References

1. *Preferowane kierunki badań naukowych i prac rozwojowych dla zwiększenia innowacyjności polskiej gospodarki: uzupełnienie do „Założeń polityki naukowej i naukowo-technicznej państwa”*. 1996. Warszawa: KBN.
2. Májlinger K., B. Bozóki, G. Kalácska, R. Keresztes, L. Zsidai. 2016. „Tribological properties of hybrid aluminium matrix syntactic foams”. *Tribology International* 99 : 211–223.
3. Sobczak J., A. Wojciechowski. 1999. Tendencje rozwojowe metalowych materiałów kompozytowych w budowie samochodu. W *Materiały Forum Technicznego „Nowe materiały i technologie w przemyśle samochodowym – nadzieje i oczekiwania” 30 czerwca 1999*, 26. Warszawa: Instytut Transportu Samochodowego.
4. Górny Z., N. Sobczak. 1992. Metalowe materiały kompozytowe. Aktualny stan i perspektywy zastosowania. W *Materiały I Polskiej Konferencji „Metalowe Materiały Kompozytowe” 22–23 X 1992*. Kraków: Instytut Odlewnictwa, Stowarzyszenie Techniczne Odlewników Polskich.
5. Ray S. 1993. “Synthesis of Cast Metal Matrix Particulate Composites”. *Journal of Materials Science* 28 : 5397–5413.

6. Brown S.B., M.C. Flemings (eds.). 1992. *Proceedings of the Second International Conference – Processing of Semi-Solid Alloys and Composites June 10–12, 1992*. Cambridge, Massachusetts: MIT.
7. Górny Z., J. Sobczak. 1995. „Metal Matrix Composites Fabricated by the Squeeze Casting Process”. *Transactions of the Foundry Research Institute* 45 (42), 1–99.
8. Prewo K.M. 1978. *Fabrication and Evaluation of Low Cost Alumina Fiber Reinforced Metal Matrices*. UTRC/78-912245-5, 1–51. East Hartford, CT: United Technologies Research Center.
9. Hack J.E., G.C. Strempek. 1980. *Fabrication and Evaluation of Low Fiber Content Alumina Fiber/Aluminum Composites*. NASA-CR-159517, 1–72. Washington, D.C.: NASA.
10. Sobczak J., N. Sobczak. 1994. Prasowanie w stanie ciekłym (*squeeze casting*) – uniwersalny sposób wytwarzania układów heterogenicznych. W *Materiały Konferencji „Nowoczesne Technologie Stosowane w Odlewnictwie Metali”*, referat nr 17. Kraków: Instytut Odlewnictwa.
11. Lloyd D.J. 1994. „Particle Reinforced Aluminum and Magnesium Matrix Composites”. *International Materials Reviews* 39 (1) : 1–21.
12. Cornie J.A., H.K. Moon, M.C. Flemings. 1990. A Review of Semi-Solid Slurry Processing of Al-Matrix Composites. W *Proceedings of International Conference on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Composites*. Montreal, Quebec, Canada.
13. Sobczak J. 1994. „Metalowe materiały kompozytowe na bazie stopów aluminium (wybrane aspekty zastosowania w środkach transportu)”. *Journal of KONES* 1 (1) : 580.
14. Miracle D.B., S.L. Donaldson. 2001. *ASM Handbook. Volume 21: Composites*. Materials Park, OH: ASM International.
15. Sobczak J. 2001. *Kompozyty metalowe*. Kraków: Instytut Odlewnictwa, Warszawa: Instytut Transportu Samochodowego.
16. Kainer K.U. 2006. *Metal Matrix Composites. Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering*. Weinheim: Wiley-VCH GmbH, KGaA.
17. Ravi K.R., R.M. Pillai, B.C. Pai, M. Chakraborty. 2007. „Separation of matrix alloy and reinforcement from aluminum metal matrix composites scrap by salt flux addition”. *Bulletin of Materials Science* 30 (4) : 393–398.
18. Nishida Y., N. Izawa, Y. Kuramasu, Y. Sakai. 1999. „Recycling of aluminum matrix composites”. *Metallurgical and Materials Transactions A* 30 (3) : 839–844.
19. Ling P.S., M. Gupta. 2001. „Synthesis and recyclability of Al/SiC and Mg/SiC composites using an innovative disintegrated melt deposition technique”. *Journal of Materials Science Letters* 20 (4) : 323–326.
20. Tham L.M., M. Gupta, S.G. Pandalai. 2001. „Recycling of metal-based composites: A review”. *Recent Research Developments in Metallurgical & Materials Sciences* 5 : 49–67.
21. Szweyzer M., J. Jackowski, D. Nagolska. 2006. *Sposób recyklingu odlewów z metalowego kompozytu nasycanego*. Patent PL 192 812 B1. Departament Wydawnictw UP RP.
22. Szweyzer M. 2000. „Theoretical basis of recycling of metal-matrix cast composites”. *Advances in Manufacturing Science and Technology* 24 (1) : 113–122.
23. Nagolska D., M. Szweyzer, J. Jackowski. 2001. „Analiza mechanizmu recyklingu metalowych kompozytów nasycanych”. *Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji* 21 (nr spec.) : 145–151.
24. Nagolska D., M. Szweyzer, P. Szymański. 2004. „Recykling odlewów z kompozytu o osnowie ze stopu AlSi11 zbrojonych włóknem węglowym”. *Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji* 24 (nr spec. 1) : 173–180.
25. Nagolska D., M. Szweyzer. 2002. „Kinetyka recyklingu odlewów z nasycanych kompozytów metalowych”. *Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji* 22 (1) : 109–115.
26. Nagolska D., M. Szweyzer. 2003. „Dobór ośrodka do recyklingu odlewów z metalowych kompozytów nasycanych”. *Kompozyty* 3 (6) : 101–105.
27. Nagolska D., P. Szymański, Z. Pędzich. 2006. „Rola parametrów struktury kształtki zbrojącej w procesie recyklingu metalowych kompozytów z nasycanym zbrojeniem”. *Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji* 26 (1) : 77–86.
28. Jackowski J., A. Modrzyński, M. Szweyzer. 2007. „Wybrane problemy recyklingu w odlewniach”. *Zeszyty Naukowe Politechniki Poznańskiej – Budowa Maszyn i Zarządzanie Produkcją* (6) : 59–68.
29. Gronostajski J. 1998. *Wytwarzanie kompozytów z dodatkową fazą umacniającą w procesie recyklingu wiórów aluminium i jego stopów*. Projekt badawczy 7 T08D 028 09.
30. Mizumoto M., T. Ohgai, A. Agawa. 2009. „Separation of PRMMC into Matrix Alloy and Reinforcements by Nozzle Filtering Method”. *Journal of Material Processing Technology* 209 (9) : 4264–4267.
31. 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.

32. Atef Labib. 1993. *L'effet des niveaux de refroidissement (température de du moule) et des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et sur la microstructure des deux alliages composites Al-Si-Mg/SiC/10p*. Université du Québec à Chicoutimi, Québecs.
33. Tomczyński Sz., M. Mitko, J. Braszczyński. 2003. *Wtórny przerób kompozytów metalowych z cząstkami stałymi*. Politechnika Częstochowska, Wydział Inżynierii Procesowej, Materiałowej i Fizyki Stosowanej, Katedra Odlewnictwa.
34. Żelechowski J. 2000. *Dobór metody rentgenowskiej ilościowej analizy fazowej do oznaczania  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*. Katowice: Uniwersytet Śląski.
35. Cullity B.D., S.R. Stock. 2001. *Elements of X-ray Diffraction*. Prentice Hall, Third Edition.
36. Alexander L.E., H.P. Klug. 1948. „Basic Aspects of X-Ray Absorption. In Quantitative Diffraction Analysis of Powder Mixtures“. *Analytical Chemistry* 20 (10) : 886–889.
37. Bojarski Z. 1971. *Mikroanalizator rentgenowski. Metoda analizy chemicznej w mikroobszarach*. Katowice: Wydawnictwo Śląsk.