Polskie Towarzystwo Materiałów Kompozytowych
Polish Society of Composite Materials

Kompozyty 10: 3 (2010) 235-239

KOMPOZYTY
COMPOSITES

Grzegorz Skorulski[1]*, Jan Piwnik[2], Piotr Baranowski[3]

[1,2] Politechnika Białostocka, Wydział Mechaniczny, ul. Wiejska 45C, 15-351 Białystok, Poland
[3] Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Aparatury Badawczej i Dydaktycznej, ul. Łucka 15, 00-842 Warszawa, Poland
** Corresponding author. E-mail: g.skorulski@pb.edu.pl*

Otrzymano (Received) 08.01.2010

ZJAWISKA SEGREGACJI W PROCESIE KSZTAŁTOWANIA STRUKTURY KOMPOZYTÓW METODĄ OBRÓBKI PLASTYCZNEJ

Tiksotropia jest cechą charakterystyczną płynów, wykazujących podczas odkształcania zmianę lepkości w czasie trwania procesu. Ogólnie właściwość ta polega na tym, że podczas wzrostu naprężeń ścinających zmniejsza się lepkość płynu. Bardzo istotnym problemem w procesie kształtowania materiału o właściwościach tiksotropowych jest zapobieganie zjawisku segregacji cząstek stałych w objętości płynu. Ma to miejsce zwłaszcza podczas kształtowania struktury materiałów kompozytowych metodami obróbki plastycznej. Zwłaszcza podczas kształtowania struktur eutektycznych zjawiska segregacji mają istotny wpływ na strukturę wyrobu finalnego, dodatkowo najczęściej są to procesy niepożądane. Wypływ materiału przez kanały matrycy, realizowany z różnymi parametrami, takimi jak: geometria matrycy, siła wyciskania, jest przedmiotem badań różnych autorów. Ma to szczególne znaczenie przy zastosowaniu matryc mostkowych, w których następuje rozdzielenie, a następnie spajanie uprzednio rozdzielonych strug plastycznych, w przypadku produkcji skomplikowanych profili. Proces spajania jest weryfikowany za pomocą kryteriów spajania wzdłużnego. Dodatkowo ważne mogą być zjawiska związane ze spajaniem poprzecznym. Oba rodzaje kryteriów powinny być sprawdzone za pomocą badań eksperymentalnych.

Aby produkować wyroby o określonym standardzie, trzeba mieć wiedzę o naprężeniach, kinematyce plastycznego płynięcia oraz wpływie temperatury na proces. Poza tym należy dobrać parametry technologiczne, takie jak: prędkość tłoka, temperatura pojemnika i wstępniaka. Zjawiska segregacji i tworzenia się aglomeratów mają zasadniczy wpływ na uzyskiwaną strukturę wyrobów kształtowanych technologią wyciskania w stanie półciekłym, w tym również kompozytów. Głównym celem pracy jest analiza niekorzystnego zjawiska segregacji cząstek stałych w procesie wyciskania z wykorzystaniem materiałów modelowych. Materiały te zarówno symulują zachowanie się cieczy o właściwościach tiksotropowych, jak też pozwalają na obserwację ruchu cząstek stałych. W niniejszej pracy badano zjawiska segregacji w warstwie przyściennej oraz procesy tworzenia się aglomeratów ze szczególnym uwzględnieniem rozkładu cząstek stałych w objętości materiału po zakończeniu procesu wyciskania.

Słowa kluczowe: **segregacja, struktura kompozytów, wyciskanie w stanie półciekłym**

THE SEGREGATION PHENOMENA IN STRUCTURE FORMING PROCESS OF COMPOSITES BY PLASTIC WORKING

Thixotrophy is a property shear-thinning fluids have to show a time-dependent change in viscosity, the longer the fluid undergoes shear stress, the lower its viscosity. The most important problem regarding the thixoforming process is the prevention of the liquid segregation phenomena during deformation. So, it is take place during forming process of composities by plastic working. Since the liquid is of eutectic composition in materials, the liquid segregation will result in significant or undesirable situation. In this work, thus, the thixoforming experiments with a die designed to modelling extrusion process using substitute materials were carried out successfully. The die filling patterns of semisolid materials by varying the process parameters, such as geometry of the die and pressing force, have been investigated. During hot extrusion of complex profiles the billet is split into separate metal streams by the bridges of the die. Behind the bridges the metal streams join and are welded together to form the required profile. Welds formed this way lie along the product length and are referred as longitudinal welds. Since the majority of profiles are produced in continuous length, the extrusion products apart from longitudinal welds contain also transversal welds representing pints between successive billets.

To produce a successful extrusion it is necessary to assure stress, flow and temperature conditions such that sound welds can be obtained. In general the weld quality is considerably influenced many factors relating to the die design, billet material and extrusion conditions (ram velocity, billet and die temperature).The segregation phenomena and formation of agglomerate have the basic influence on structure of the final product. The aim of this work is analyzing the phenomena of segregation in semi-solid extrusion process, using several kind of substitute materials, which can simulate the thixotrophic fluid behavior and displacement of solid particles. The experimental researches are made to investigation of segregation in the near-wall layers and the formation of agglomerate. Especially, the distribution of the solid particles at the end of extrusion process have been taken into consideration.

Keywords: **segregation, structure of composities, semi-solid extrusion**

WPROWADZENIE

Ogólnie uważa się, że na właściwości kompozytu mają wpływ materiały, z których go wytworzono. Są więc brane pod uwagę: materiał osnowy i materiał fazy zbrojącej. Na właściwości otrzymanego kompozytu ma również wpływ wzajemny stosunek procentowy: osnowa-faza zbrojąca. Należy jednak mieć na uwadze, że duży wpływ na właściwości kompozytów mają również techniki ich wytwarzania [1].

Zasadniczo rozkład fazy zbrojącej, produkty reakcji chemicznych zachodzących w układzie zbrojenie - - osnowa, różne współczynniki rozszerzalności cieplnej obu komponentów czy też wady wynikające z niedoskonałości procesów technologicznych mają znaczący wpływ na charakterystyki kompozytu, takie jak: odporność na utlenianie i korozję, odporność na pełzanie, wrażliwość na skutki obróbki cieplnej i odporność na kruche pękanie oraz stabilność cieplną [2].

Powierzchnia rozdziału zbrojenie-osnowa wywiera wpływ na jakość połączenia fazy zbrojącej z osnową, tłumienie drgań oraz pękanie kompozytu jako całości bądź pękanie samej osnowy. Właściwości kompozytu zależą też od rozkładu fazy zbrojącej i odległości międzycząsteczkowych lub międzywłóknowych. Zmiany tych odległości mogą powodować występowanie dużych naprężeń lokalnych i stref naprężeń ścinających. W niektórych przypadkach, gdy dochodzi do kontaktu faz zbrojenia, obserwuje się mikropęknięcia. Są one rezultatem szczątkowych naprężeń cieplnych i tworzą się również w wyniku wyeliminowania metalu osnowy z układu: zbrojenie-osnowa [2].

Segregacja składników w procesie wyciskania w stanie semi-solid, jako procesie kształtowania struktury kompozytowej, jest zjawiskiem bardzo złożonym i jak dotąd nie istnieją szczegółowe opracowania na ten temat [3]. Technologia ta jest jeszcze bardzo młoda i ciągle w fazie badań, a wyniki eksperymentów często objęte są tajemnicą. Materiały takie posiadają często własności tiksotropowe. Terminem tiksotropia określa się każdy proces odwracalny, w którym na skutek ścinania (niszczenia wewnętrznej struktury układu) następuje izotermiczne zmniejszenie sił tarcia wewnętrznego płynu z upływem czasu ścinania, a następnie odbudowa pierwotnej konsystencji płynu w czasie spoczynku. Tiksotropią można więc nazwać odwracalny proces zmian lepkości cieczy wywołany jej ścinaniem. Naprężenia ścinające w cieczach tiksotropowych zależą zarówno od przebiegu ścinania w okresie poprzedzającym rozpatrywaną chwilę czasu (czyli od historii ścinania), jak też od aktualnej szybkości ścinania. Lepkość pozorna płynów tiksotropowych zależy natomiast od aktualnej wartości naprężenia stycznego (lub utrzymywanej szybkości ścinania) oraz od czasu ścinania. Płyny te zasadniczo występują w postaci struktur koagulacyjnych, biopolimerów, polielektrolitów i różnego rodzaju układów dyspersyjnych [4]. Płyny rzeczywiste mogą wykazywać własności tiksotropowe z różnym nasileniem. Spadek naprężeń ścinających w czasie ścinania może być np. mało zauważalny, ale może stanowić kilkadziesiąt procent pierwotnej wartości.

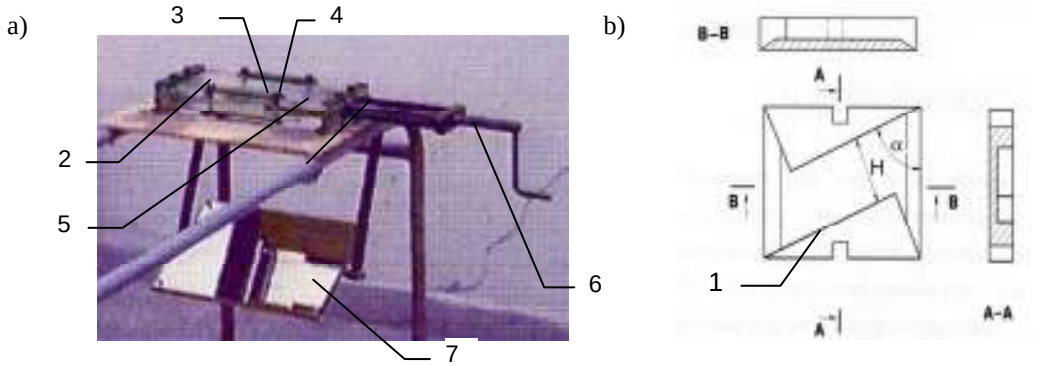
Rozpatrywany problem stanowi zatem specyficzne powiązanie zagadnień opisanych powyżej. W celu analizy zjawisk zachodzących w procesach wyciskania, odnośnie do segregacji twardych cząstek w osnowie aluminium, zaprojektowano i wykonano specjalne stanowisko badawcze. Możliwości jego wykorzystania przedstawiono poniżej.

METODOLOGIA BADAŃ

Głównym celem badań było wykonanie doświadczeń modelowych procesu segregacji w ciekłym aluminium. Pomocą w realizacji badań służyło specjalnie do tego celu zaprojektowane stanowisko. Metoda badań, polegająca na ciągłej obserwacji zachowania się badanego medium w trakcie wyciskania, sprecyzowała założenia, jakie musi w takim przypadku spełniać stanowisko badawcze [5, 6]. Są one następujące:

- możliwość realizacji badań na materiałach płynnych,
- doświadczenia realizowane są w stałej, niezmiennej objętości,
- musi istnieć możliwość rejestracji wyników.

Stanowisko to przedstawiono na rysunku 1a. W jego skład wchodzi: korpus, pojemnik, zestaw tłoków, elementy napędowe oraz lustro obserwacyjne.



Rys. 1. Stanowisko badawcze i konstrukcja tłoka kanałowego: a) 2 - recypient, 3 - wspornik, 4 - śruba, 5 - przezroczysta płyta z plexiglasu, 6 - elementy napędowe, 7 - lustro obserwacyjne; b) konstrukcja tłoka kanałowego: 1 - tłok kanałowy, H - szerokość kanału, α - kąt pochylenia kanału

Fig. 1. Experimental stand: a) 2 - container, 3 - bracket, 4 - bolts, 5 - transparent plate of plexiglass, 6 - driving gear, 7 - observing mirror; b) construction of channel ram: 1 - channel ram, H - width of the channel, α - angle of the channel

Konstrukcję tłoka kanałowego pokazano na rysunku 1b. Tłoki te posiadały kanał skośny o różnej szerokości H oraz kącie pochylenia kanału α. Na powierzchniach bocznych wykonano wycięcia i otwory do napędu i mocowania. Tłoki, podobnie jak płyty czołowe, wykonano z PMM. Ogólnie można stwierdzić, że zjawiska segregacji w warstwie przyściennej można by modelować jednostronnym, trójkątnym tłokiem, który spełniałby rolę przeszkody (załamania). Tłok kanałowy wykorzystano w celu intensyfikacji badanego zjawiska. Dodatkową cechą zaprojektowanego stanowiska jest możliwość analizy procesu z wykorzystaniem ruchu tłoka w przód i w tył, co przy niezmiennej objętości materiału osnowy nie stanowi problemu.

PRZYGOTOWANIE PRÓBEK I WYKONANIE BADAŃ

Głównym kryterium przy doborze substancji modelującej zjawiska segregacji jest konieczność posiadania przez nią właściwości tiksotropowych. Materiał modelujący cząstki stałe powinien mieć właściwości lepkosprężyste. Do badań, jako podstawowy materiał modelujący ciecz, wykorzystano płynne mydło. W tym przypadku cząstki stałe modelowane były kulkami mydła w stanie stałym, specjalnie do tego celu spreparowanymi. Innym materiałem modelowym używanym w badaniach był wodny roztwór żelatyny spożywczej. Cząstki były modelowane ziarnami pieprzu, gorczycy lub ziela angielskiego. Ziarna te wykorzystano również w próbach z płynnym mydłem. Założono, a także potwierdzono w trakcie obserwacji (w czasie zmian materiałów modelowych), że powierzchnia cząstek stałych po nawilżeniu była jednakowa.

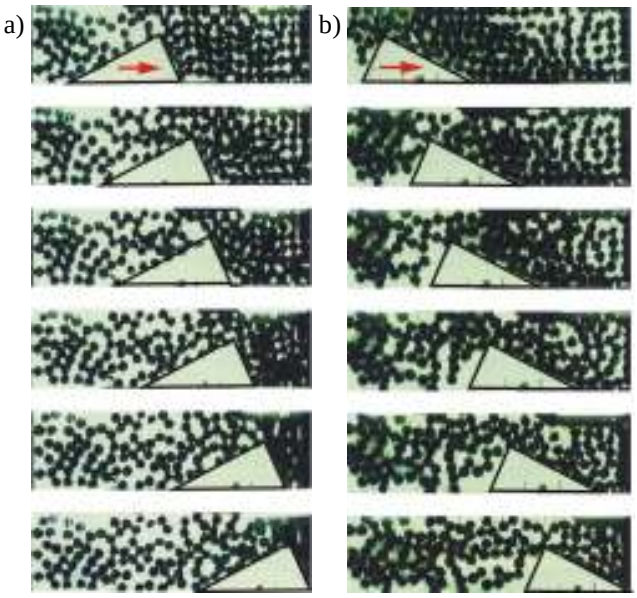
W sumie wykonano i przebadano około trzydziestu próbek, wykorzystując wszystkie możliwe kombinacje tłoków. Jako parametr opisujący modelowany układ: zbrojenie-osnowa zastosowano w opisie stosunek gęstości fazy zbrojącej do fazy osnowy (ρ/ρ_o) oraz procentową objętość cząstek stałych w całkowitej objętości cieczy. Całkowita objętość pojemnika jest znana i wynika wprost z konstrukcji stanowiska. Procentowa zawartość cząstek stałych była trudna do precyzyjnego oszacowania, niemniej jednak można stwierdzić, że stanowiła w poszczególnych próbach ok. 30÷40% całkowitej objętości przygotowanej próbki. Stosunek ρ/ρ_o dla wykorzystywanych w badaniach materiałów modelowych przedstawiał się następująco:

a) kulki mydlane - płynne mydło: 1,37,
b) pieprz - płynne mydło: $8{,}461e^{-4}$,
c) ziele angielskie - płynne mydło: $7{,}361e^{-4}$,
d) gorczyca - płynne mydło: $9{,}095e^{-4}$.

W przypadku próbek z gorczycą średni wymiar ziarna $d_{śr}$ można przyjąć jako 2,1 mm, w pozostałych przypadkach: ziele angielskie - 6,5 mm, pieprz - 4,8 mm, kulki mydlane - 5 mm. Prędkość tłoka podczas prób wyciskania badanych mediów była stała i wynosiła 2 mm/s.

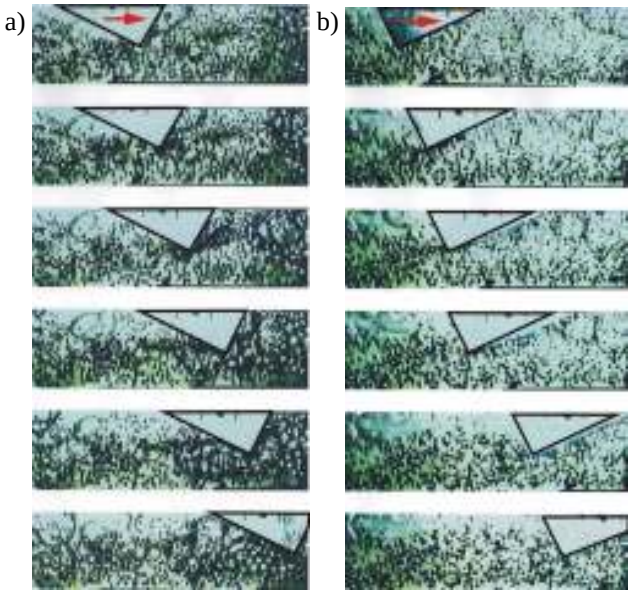
WYNIKI BADAŃ

Wyniki badań przedstawiono w postaci zdjęć z kolejnych etapów procesu wyciskania układu materiałów modelowych. Zdjęcia te wykonano w równych odstępach czasu. Poniżej przedstawiono wyniki przykładowe. Można podzielić je na dwie grupy. Pierwsza dotyczy procesu segregacji w warstwach przyściennych (rys. rys. 2 i 3). Druga grupa przedstawia proces tworzenia się aglomeracji cząstek podczas deformacji w kanale skośnym (rys. rys. 4 i 5).



Rys. 2. Segregacja w warstwie przyściennej w kolejnych etapach procesu wyciskania: $d_{śr}$ = 5 mm, ρ/ρ_o = 1,37: a) tłok ½ 75°, b) tłok ½ 75° - ruch wstecz

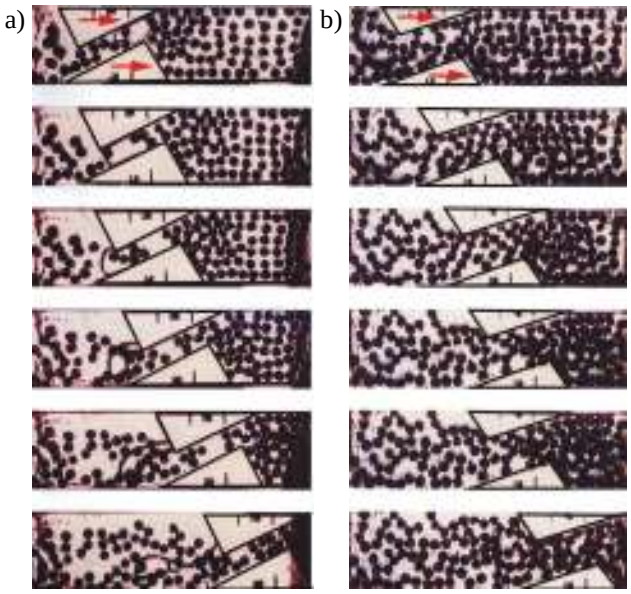
Fig. 2. The segregation phenomena in near-wall layers as the steps of deformation: d_m = 5 mm, ρ/ρ_o = 1.37: a) ram ½ 75°, b) ram ½ 75° - backwards



Rys. 3. Segregacja w warstwie przyściennej w kolejnych etapach procesu wyciskania: $d_{śr}$ = 4,8 mm, ρ/ρ_o = $8{,}461e^{-4}$: a) tłok ½ 75°, b) tłok ½ 75° - ruch wstecz

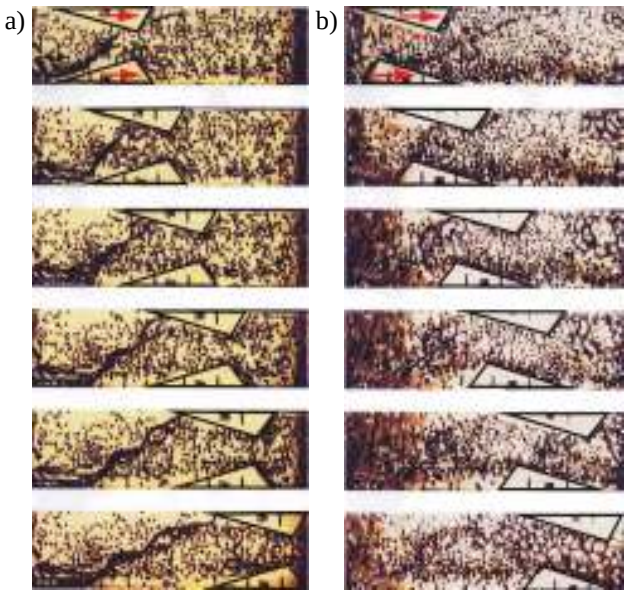
Fig. 3. The segregation phenomena in near-wall layers as the steps of deformation: d_m = 4.8 mm, ρ/ρ_o = $8.461e^{-4}$: a) ram ½ 75°, b) ram ½ 75° - backwards

 All rights reserved



Rys. 4. Proces tworzenia się aglomeratów: $d_{śr}$ = 5 mm, ρ/ρ_o = 1,37: a) tłok kanałowy 75°, b) tłok kanałowy 65°

Fig. 4. Formations of agglomerate: d_m = 5 mm, ρ/ρ_o = 1.37: a) channel ram 75°, b) channel ram 65°



Rys. 5. Proces tworzenia się aglomeratów: $d_{śr}$ = 4,8 mm, ρ/ρ_o = 8,461e^{-4}: a) tłok kanałowy 2x75° z kanałem stożkowym, b) tłok kanałowy 65°

Fig. 5. Formations of agglomerate: d_m = 4.8 mm, ρ/ρ_o = 8.461e^{-4}: a) ram 2x75° with cone channel, b) channel ram 65°

ANALIZA WYNIKÓW

Na podstawie otrzymanych wyników z rejestracji procesu wyciskania, dotyczących segregacji cząstek stałych w warstwie przyściennej, stwierdzono, że:

- przy zetknięciu z przeszkodą cząstki grupują się wzdłuż linii przeszkody,
- przy dużym kącie natarcia (rys. 2a) cząstki poruszają się wraz z tłokiem, dopiero później z niego spływają,
- przy małym kącie natarcia (rys. rys. 2b, 3b) zsuwanie cząstek z tłoka następuje prawie natychmiast,
- grupowanie się cząstek w aglomeraty zaobserwowano wyraźnie dla próbek z kulkami mydlanymi i dużym przewężeniem (rys. 2a i b), a także dla próbek z pieprzem przy intensywnym ścinaniu (rys. 3a),
- układ cząstek w postaci wzrastającej gęstości w kierunku od ścianki do wewnątrz zaobserwowano we wszystkich próbkach z pieprzem i gorczycą (rys. 3a),
- równomierne spływanie cząstek z przeszkody, a zarazem najbardziej równomierny rozkład cząstek w objętości płynu zachodzi dla linii spływu o kącie 45°,
- większe kąty spływu powodują powstawanie luki zapełnianej przez fazę ciekłą (rys. 2b),
- dla przeszkód długich (w stosunku do wymiarów cząstek) graniczny kąt linii spływu, przy którym cząstki jeszcze się poruszają, jest znacznie mniejszy,
- we wszystkich przypadkach zaobserwowano nieliniowy tor ruchu w trakcie omijania przeszkody i obrót cząstek (szczególnie w odniesieniu do skupisk).

W stosunku do badań dotyczących tworzenia się aglomeratów można sformułować następujące wnioski:

- zjawisko to było najbardziej widoczne przy dużych względnych przewężeniach kanału deformującego (rys. 4a), szczególnie dla próbek z kulkami mydlanymi,
- gromadzenie się cząstek obserwowano na czole kanału, następnie łączenie się i odrywanie skupiska. Niektóre skupiska po przejściu przez kanał się rozrywały, niektóre pozostawały w całości, do niektórych dołączały nowe cząstki; powodem takiego stanu wydają się być różne trajektorie ruchu pojedynczych cząstek w stosunku do skupisk.

Przy większym stosunku wielkości kanału do wielkości cząstek potwierdzono zjawiska zaobserwowane podczas ścinania w warstwie przyściennej, tj.:

- zmniejszenie gęstości w kierunku ścianki (rys. 5b),
- gromadzenie się cząstek na czole tłoka (rys. 5a).

WNIOSKI

Przedstawiona powyżej analiza i jej wyniki nie w pełni wyjaśniają badane zagadnienie. Użyta metoda jest znana, jednak zastosowanie jej do analizy opisywanego problemu jest pomysłem nowatorskim. Podstawowy materiał modelowy w postaci płynnego mydła również wykorzystano po raz pierwszy. Użycie mydlanych kulek w celu zobrazowania oddziaływania pomiędzy cząstkami stałymi okazało się trafne. W celu poprawnej interpretacji wyników należałoby przeprowadzić dokładne badania właściwości tiksotropowych używanego płynnego mydła, np. za pomocą reometru rotacyjnego. Przedstawione wyniki badań mogą być jednak cenną wskazówką przy modelowaniu zjawisk segregacji innymi materiałami zastępczymi. Istnieje również możliwość jakościowej oceny stanu jednorodności rozkładu cząstek stałych (najczęściej węglików)

 All rights reserved

w wyrobie finalnym, otrzymanym w procesie wyciskania.

Należy zaznaczyć, że metody, dzięki którym materiały wyjściowe są łączone, często mogą się zmieniać, a właściwości kompozytów są tym lepsze, im procedury wytwórcze bliższe są przemysłowym procesom technologicznym. Równomierny rozkład zbrojenia jest problemem, który występuje w każdej technice wytwarzania. Stąd wynika celowość badań zjawiska segregacji, nawet wykonana na materiałach zastępczych. Niejednorodność struktury kompozytu otrzymanego metodą obróbki plastycznej ma zasadniczy wpływ na jego właściwości mechaniczne i eksploatacyjne. Stąd postuluje się przeprowadzenie dodatkowych badań, co niestety wiąże się z dodatkowymi kosztami. Wykorzystanie zastępczych materiałów modelowych może ten koszt zmniejszyć, a przedstawione w pracy rezultaty eksperymentów można przenieść bezpośrednio do strefy produkcji materiałów kompozytowych, stosując teorię podobieństwa. Wyniki badań modelowych na materiałach zastępczych stanowić mogą cenną informację, w prezentowanym przypadku odnośnie do segregacji cząstek zbrojenia w objętości kompozytu, co wiąże się bezpośrednio z jego właściwościami i funkcjonalnością w układzie przyszłego zespołu maszynowego.

LITERATURA

[1] Hyla I., Podstawy procesów fizykochemicznych w wybranych technologiach wytwarzania kompozytów metalowych, Wydawnictwa Politechniki Śląskiej, Gliwice 1993.

[2] Śleziona J., Podstawy technologii kompozytów, Wydawnictwa Politechniki Śląskiej, Gliwice 1998.

[3] Piwnik J., Modelowanie procesów plastycznego płynięcia, Wydawnictwa Politechniki Białostockiej, Białystok 1992.

[4] Szymański W., Richert M., Aluminium alloy matrix - Al3Ti particles reinforced composite extruded in semi-solid state, Inżynieria Materiałowa 2007, 28, 3, 4224-4227.

[5] Wilczyński K., Polimery i kompozyty konstrukcyjne - modelowanie morfologii mieszanin, WNT, Warszawa 1993.

[6] Piwnik J., Mechanika procesów wyciskania metali, Wydawnictwa Politechniki Białostockiej, Białystok 1991.

 All rights reserved