

Krzysztof Naplocha¹, Zdzisław Samsonowicz², Andrzej Janus³

Politechnika Wroclawska, Instytut Technologii Maszyn i Automatykacji, ul. Łukasiewicza 3/5, 50-371 Wrocław

KOMPOZYTY NA OSNOWIE STOPU ALUMINIUM UMACNIANE WŁÓKNAMI Al_2O_3 ORAZ GRAFITEM

Wytworzono materiały kompozytowe na osnowie stopu EN-AC AlSi7Mg umacniane włóknami tlenku glinu (Saffil) wraz z grafitem metodą prasowania w stanie ciekłym. Przygotowywane kształtki zawierające 7÷20% obj. włókien i 3÷15% obj. grafitu cechowały się dostateczną przepuszczalnością (rys. 1) oraz dobrą wytrzymałością umożliwiającą nasycanie ciekłym metalem. Kształtki wykazywały częściowe uporządkowanie włókien Al_2O_3 oraz płatków grafitu. Podczas wytwarzania kształtek, kiedy konieczne jest wypalanie w wysokiej temperaturze, ich masa oraz własności nie ulegały zauważalnym zmianom. Proces nasycania kształtek ciekłym stopem aluminium nie przyczyniał się do inicjowania reakcji chemicznych między grafitem a osnową. Podobne wnioski wysunięto po obserwacjach mikroskopowych próbek obrobionych cieplnie (T6). Stwierdzono dobre połączenie między osnową a umocnieniem oraz brak kruchych wydzieleni Al_4C_3 na granicy międzyfazowej. Obserwacje mikroskopowe wykazały równomierne rozmieszczenie włókien (rys. 2) i nieco gorsze grafitu. Kompozyty zawierające mniej włókien wykazywały bardziej równomierny rozkład płatków grafitu (rys. 3). Połączenie między osnową i grafitem było wolne od zanieczyszczeń, defektów, bez stref przejściowych (rys. 4). Płatki grafitu wprowadzone do kompozytu zmniejszają w niewielkim stopniu twardość HB w stosunku do kompozytów umacnianych samymi włóknami (tab. 1). Mogą stanowić kieszenie środka smarującego (rys. 5) i poprawić odporność na ścieranie. Włókna natomiast mogą przeciwdziałać nadmiernemu wrywaniu fragmentów osnowy podczas ścierania.

Słowa kluczowe: kompozyt, włókno, grafit, aluminium

ALUMINIUM MATRIX COMPOSITES REINFORCED WITH Al_2O_3 FIBRES AND GRAPHITE

Short alumina fibres with graphite flakes were incorporated into EN-AC AlSi7Mg alloy by the direct squeeze casting process. Porous preforms with about 7÷20 vol.% Al_2O_3 fibres (Saffil) and 3÷15 vol.% graphite prepared for this composites possess suitable permeability (Fig. 1) and good strength to infiltrate with molten aluminium alloy. Preforms reveal semi-oriented arrangement of fibres and graphite flakes. During production of preforms when high temperature frying process is needed preforms show stable mass and properties. Manufacturing squeeze casting operations at high temperature have not induced chemical reactions between graphite and molten aluminium alloy. Similar conclusions during microscopic observation after thermal treatment (T6) ascertained. Brittle aluminium carbides at the graphite-matrix interface were not observed. Good bonding between matrix and reinforcement were achieved. The composite microstructures exhibit regular arrangement of fibres and slightly worse of graphite flakes (Fig. 2). Composite materials reinforced with low fibre content display better arrangement of graphite flakes (Fig. 3). Interface between matrix and reinforcements is clean, free from any defect and without intermediate area (Fig. 4). Graphite flakes introduced into composite results in a slight reduction of hardness HB (Tab. 1) in relation to composite materials reinforced only with alumina fibres. Graphite flakes form pockets of lubricant agent (Fig. 5) and may consequently improve wear behaviour of this materials. Alumina fibres whereas might restrain intensive abrasion of matrix.

Key words: composite, fibre, graphite, aluminium

WPROWADZENIE

Obecność grafitu w strukturze materiałów kompozytowych na osnowie stopów aluminium powoduje przede wszystkim poprawę warunków tarcia, wzrost odporności na ścieranie oraz zacieranie [1-3], obniżenie rozszerzalności cieplnej oraz lepszą obrabialność [4]. Główne bariery w jego wykorzystaniu to słaba zwilżalność przez ciekły metal oraz skłonność do reagowania z osnową w podwyższonych temperaturach.

W metodach odlewniczych najczęściej wprowadza się cząstki grafitu do wirującej kąpieli metalowej, stosując różne metody preparacji cząstek [1, 5]. Pozwala to na zmniejszenie kąta zwilżania, który w przypadku pary

$Al-C_{gr}$ w temperaturze 800°C wynosi 157° [6]. Upowszechniły się również metody nasycania stopem kształtek (preform) wykonanych między innymi z włókien bądź cząstek grafitowych [7, 8]. Umożliwia to skrócenie czasu kontaktu grafitu z ciekłym metalem i ograniczenie w ten sposób tworzenia się związków grafitu z osnową. Ponadto zastosowane ciśnienie może zrównoważyć słabą zwilżalność grafitu. W przypadku stosowania kształtek, które przed nasycaniem należy podgrzać do wysokiej temperatury, zachodzi niebezpieczeństwo utleniania grafitu. Z tego powodu zazwyczaj obniża się temperaturę kształtki do 450°C [2, 3] lub sto-

^{1,3} dr inż., ² prof. dr hab. inż.

suje atmosferę ochronną [9]. Zastosowanie temperatury wygrzewania powyżej 650°C, kiedy to następuje powolne utlenianie grafitu, wymaga skrócenia czasu wygrzewania [7].

Znacznie poważniejszym problemem w produkcji kompozytów z osnową aluminiową jest tworzenie się na granicy kontaktu Al-C kruchych, iglastych wydzieleni Al_4C_3 , które nie tylko pogarszają własności wytrzymałościowe, ale, jak to ma miejsce w kompozytach hybrydowych, wrastając, niszczą sąsiadujące włókna [8]. Najczęściej podczas samego wytwarzania kompozytów nie obserwuje się tworzenia tych wydzieleni. Dopiero po obróbce cieplnej w wysokich temperaturach następuje rozrost tych faz uzależniony od czasu i temperatury wygrzewania oraz prędkości chłodzenia [3], jak również od postaci grafitu [10]. W takich przypadkach zazwyczaj obniża się temperaturę przesycania oraz skraca jej czas do kilku godzin.

Wśród dotychczasowych prób wykorzystania grafitu znalazły się te, w których grafit występuje w strukturze kompozytu jako dodatek pełniący funkcję środka smarującego. Optymalna pod tym względem okazała się zawartość 4÷8% obj. C_{gr} [3, 9, 11], dająca szansę na uzyskanie dobrych warunków dla tarcia suchego. Biorąc pod uwagę własne spostrzeżenia z badań materiałów kompozytowych typu AlSi9Mg-włókna Al_2O_3 [12], kiedy dochodziło do wyraźnego zużywania się żeliwnej przeciwpróbki, podjęto badania nad wykonaniem materiałów prezentowanych w tej pracy.

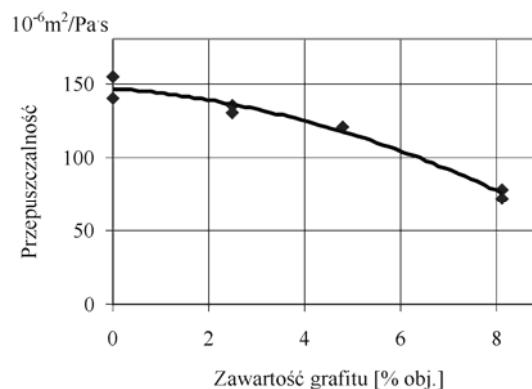
MATERIAŁ BADAWCZY

Osnowę badanych materiałów stanowił stop EN-AC AlSi7Mg, którym nasycano porowate kształtki ceramiczne metodą bezpośredniego prasowania w stanie ciekłym (direct squeeze casting). Do podgrzanej do temperatury 200÷240°C formy wkładano kształtkę i niezwłocznie zalewano ją metalem o temperaturze 760°C. Ciśnienie infiltracji użyte do wykonania wszystkich próbek było stałe i wynosiło 75 MPa. Porowate kształtki wykonano z włókien Al_2O_3 z dodatkiem grafitu w postaci płatków o grubości 3÷10 μm i długości 100÷150 μm . Przygotowane kształtki umożliwiały wytworzenie kompozytów zawierających 7÷20% obj. włókien wraz z 3÷15% obj. grafitu. Ich budowa wewnętrzna cechowała się częściowym uporządkowaniem składników kształtki, co wynikało z procesu sedymentacji. Włókna oraz płatki grafitu układały się w przeważającym stopniu w warstwach zx prostopadłych do kierunku zgodnego z wysokością kształtki. W celu nadania kształtce odpowiedniej wytrzymałości użyto spoiwa na bazie krzemionki, która przechodząc przez odpowiednie przemiany, wraz ze wzrostem temperatury, uzyskuje nieodwracalną i trwałą odmianę krystaliczną - trydymit [13]. Kształtkę po wysuszeniu wypalano w temperaturze

950°C w jak najkrótszym czasie z uwagi na zachodzące powolne utlenianie grafitu. Przeprowadzono obserwacje mikroskopowe wytworzonych materiałów kompozytowych. Badano przepuszczalność kształtek zawierających stałą ilość włókien (7,5%), natomiast zmienną zawartość grafitu (0÷8% obj.). Wykonane na ich bazie kompozyty poddano badaniom twardości HB.

WYNIKI BADAŃ

W stosunku do kształtek wykonanych tylko z włókien kształtki z dodatkiem grafitu wykazywały nieznacznie mniejszą wytrzymałość oraz wyraźnie gorszą przepuszczalność. Pomiar przepuszczalności wykonano na standardowym aparacie do badania mas formierskich wraz z odpowiednią przystawką, w której mocowano próbki o średnicy 20 mm i wysokości 5 mm. Wszystkie próbki zawierały taką samą ilość włókien, tj. 7,5% obj. Zmieniano natomiast zawartość grafitu. Jak pokazano na rysunku 1, wraz ze wzrostem zawartości grafitu dochodzi do 50% spadku przepuszczalności, z około 150 jednostek dla kształtki bez dodatku grafitu do około 75 jednostek dla kształtek zawierających 8,1% obj. grafitu. Może to oczywiście wpływać na warunki infiltracji i przyczyniać się do powstawania wad kompozytu typu porowatość, zagazowanie czy deformacja kształtki.



Rys. 1. Przepuszczalność P kształtek zawierających 7,5% obj. włókien Al_2O_3 oraz różną zawartość grafitu

Fig. 1. Permeability P of 7.5 vol. % alumina preform with graphite

Podczas badań podjęto próbę infiltracji kształtek w kierunku prostopadłym lub równoległym do powierzchni xz , na której płatki grafitu w największym stopniu zamykają wolne przestrzenie między włóknami i mogą ograniczać przepływ strugi ciekłego metalu. Na tym etapie badań nie stwierdzono istotnych różnic w przebiegu procesu nasycania kształtek z grafitem i bez niego. Zaobserwowane wady były stosunkowo niewielkie i trudne do jednoznacznego zinterpretowania. Przeprowadzone pomiary twardości HB otrzymanych kompozytów wykazały, że przy stosunkowo niewielkiej zawartości grafitu proces infiltracji kształtek przebiegał

bez zakłóceń. Wyniki pomiarów twardości zastawiono w tabeli 1, odcisk kulki wykonano w płaszczyźnie zx.

TABELA 1. Porównanie twardości osnowy z twardością kompozytów

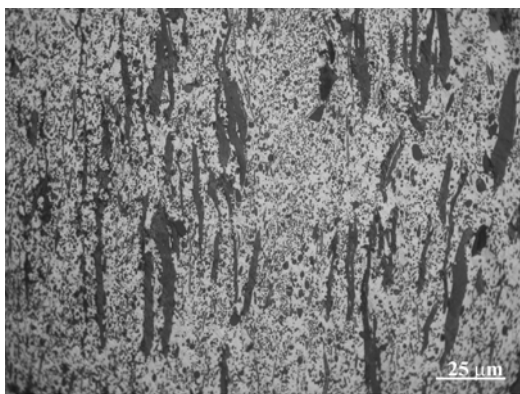
TABLE 1. Comparison of matrix and composites hardness

Materiał	Twardość HB
Osnowa EN-AC AlSi7Mg	70÷78
AlSi7Mg-8% Al_2O_3	110÷120
AlSi7Mg-8% Al_2O_3 -5%C	105÷112

Można zauważyć, że grafit w niewielkim stopniu obniżył wartość twardości, natomiast został utrzymany korzystny efekt umocnienia osnowy przez włókna. Obserwacje mikroskopowe struktury tuż pod wykonanym odciskiem pokazały, że włókna są zazwyczaj przelamywane, natomiast płatki grafitu odkształcają się wraz z osnową.

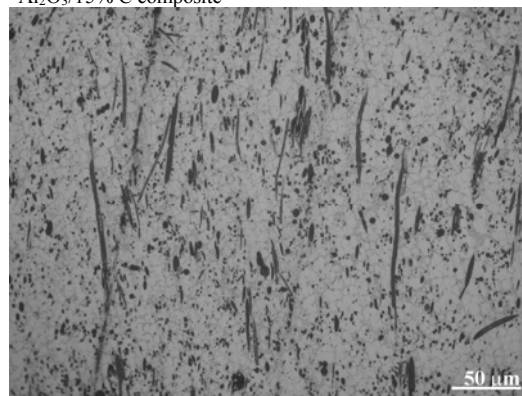
Wykonano również obserwacje struktur materiałów kompozytowych bezpośrednio po odlaniu oraz po obróbce cieplnej T6, polegającej na przesycaniu i starzeniu. Ponieważ istotny dla tych materiałów był stan grafitu i możliwość tworzenia się iglastych wydzielań Al_4C_3 , przedłużono czas przesycania w temp. $540^\circ C$ do 20 h, obserwując co 2 h postać grafitu. Nie stwierdzono degradacji grafitu czy też wchodzenia grafitu w reakcje z osnową. W tym zakresie konieczne będą dalsze dokładniejsze badania strukturalne.

Obserwacje próbek w stanie po odlaniu wykazały równomierne rozmieszczenie włókien w osnowie oraz częściowo zróżnicowane rozłożenie grafitu (rys. 2). Przyczyną tego mogą być kłopoty z uzyskaniem równomiernego wymieszania włókien z grafitem oraz różne tempo ich sedimentacji podczas wytwarzania kształtek. Zauważono, że przy większym udziale grafitu występują trudności z uzyskaniem równomiernego rozmieszczenia płatków grafitu w kompozycie. Wprowadzone w kolejnych etapach prac zmiany w sposobie przygotowania kształtek pozwoliły na częściowe ograniczenie tego zjawiska (rys. 3).



Rys. 2. Rozmieszczenie grafitu w kompozycie EN-AC AlSi7Mg/20% Al_2O_3 /15% C w stanie po odlaniu

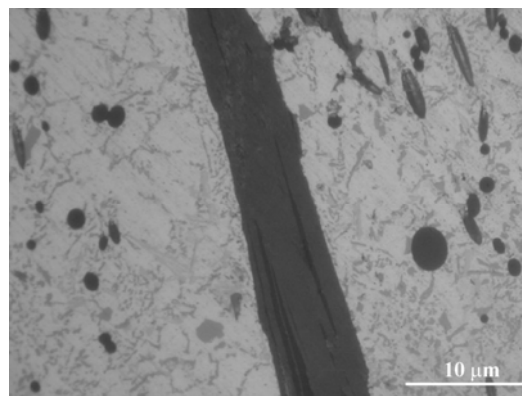
Fig. 2. Distribution of graphite in the as-cast EN-AC AlSi7Mg/20% Al_2O_3 /15% C composite



Rys. 3. Mikrostruktura kompozytu EN-AC AlSi7Mg/10% Al_2O_3 /8% C w stanie po odlaniu

Fig. 3. Microstructure of the as-cast EN-AC AlSi7Mg/10% Al_2O_3 /8% C composite

Podczas obserwacji mikroskopowych przy powiększeniu 1000x granicy rozdziału grafitu z osnową aluminiową w próbkach niepoddanych obróbce cieplnej nie stwierdzono porowatości, produktów reakcji chemicznych czy też tworzenia się stref przejściowych (rys. 4). Granica rozdziału między grafitem i osnową jest podobna do granicy rozdziału między włóknem i osnową. W przypadku poddania tego typu materiałów procesowi tarcia suchego będzie stanowić kieszenie środka smarującego, ale również działać jak karb. Ze względu na jego anizotropowe własności może przenosić naprężenia w bardzo nierównomierny sposób.

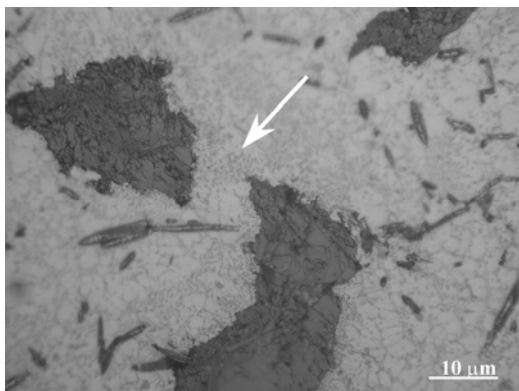


Rys. 4. Widok połączenia grafitu z osnową w kompozycie w stanie po odlaniu

Fig. 4. View of matrix-graphite interface in the as-cast composite

Na rysunku 5 przedstawiono strukturę próbki w płaszczyźnie zx, tj. w największym stopniu zgodnej z orientacją powierzchni płatków grafitu. Można zaobserwować charakterystyczną dla grafitu technicznego strukturę zbudowaną z monokryształów. Każdy z nich jest utworzony z warstw powiązanych słabymi siłami Van der Waalsa zdolnych do łatwego przesuwania się względem siebie i jednocześnie wysoce odpornych na ściskanie. Wskazany na rysunku strzałką obszar jest

cienną warstwą osnowy umiejscowionej nad pofałdowaną powierzchnią pojedynczego płatka grafitu. W przypadku ścierania tych materiałów cienkie fragmenty osnowy mogą być wrywane i dostawać się pomiędzy parę trącą. Można przypuszczać, że w tym przypadku włókna będą przeciwdziałały temu procesowi i ograniczą plastyczne odkształcanie osnowy, wskazywane często jako przyczyna nadmiernego zużycia [1].



Rys. 5. Mikrostruktura kompozytu w płaszczyźnie xz z widocznym płatkami grafitu

Fig. 5. Microstructure of composite in xz surface with visible graphite flake

PODSUMOWANIE

Materiały kompozytowe na osnowie stopu aluminium umacniano włóknami Al_2O_3 wraz z grafitem metodą prasowania w stanie ciekłym. Użyte do produkcji tych materiałów kształtki poddawały się nasycaniu ciekłym metalem pomimo gorszej przepuszczalności, spowodowanej obecnością grafitu. Nie zauważono, aby w trakcie procesu wytwarzania kształtek oraz odlewania kompozytów grafity wystawiony na działanie wysokich temperatur zmieniały swoją postać. Stwierdzono, że wprowadzenie grafitu w ilości nieprzekraczającej 8% obj. nie spowodowało wyraźnego obniżenia twardości kompozytu. Zastosowana metoda wytwarzania pozwala kontrolować rozmieszczenie grafitu w osnowie i uzyskiwać w miarę jednorodną strukturę kompozytu. Grafity w próbkach w stanie po odlaniu jest dobrze zachowane, nie wchodzi w reakcję z osnową, tworzy z nią bezpośrednie, wolne od wad połączenie. Obróbka cieplna polegająca na przesycaniu może prowadzić do degradacji grafitu. Ocena stopnia tego zjawiska wymaga przeprowadzenia dodatkowych badań, podobnie jak konieczne jest wykonanie badań trybologicznych potwierdzających celowość zastosowania grafitu.

LITERATURA

- [1] Yang J.B., Lin C.B., Wang T.C., Chu H.Y., The tribological characteristics of A356.2al. alloy/Gr composites, *Wear* 2004, 257, 941-952.
- [2] Song J.I., Han K.S., Effect of volume fraction of carbon fibres on wear behavior of Al/ Al_2O_3 /C hybrid metal matrix composites, *Composite Structures* 1997, 39, 309-318.
- [3] Du Jun, Liu Yao-hui, Yu Si-rong, Li Wen-fang, Dry sliding friction and wear properties of Al_2O_3 and carbon short fibres reinforced Al-12Si alloy hybrid composites, *Wear* 2004, 257, 930-940.
- [4] Lim S.C., Gupta M., Ng W.B., Friction and wear characteristics of Al.-Cu/C composites synthesised using partial liquid phase casting process, *Materials and Designs* 1997, 18, 161-166.
- [5] Seah K.H.W., Sharma S.C., Girish B.M., Mechanical properties of cast ZA-27/graphite particulate composites, *Materials and Design* 1995, 16, 271-275.
- [6] Kennedy A.R., Karantzalis A.E., The incorporation of ceramic particles in molten aluminium and the relationship to contact angle data, *Materials Science and Engineering* 1998, A264, 122-129.
- [7] Etter T., Kuebler J., Frey T., Schulz P., Löffler J.F., Uggowitzer P.J., Strength and fracture toughness of interpenetrating graphite/aluminium composites produced by the indirect squeeze casting process, *Materials Science and Engineering* 2004, A386, 61-67.
- [8] Vidal-Setif M.H., Lancin M., Marhic C., Valle R., Raviart J.L., On the role of brittle interfacial phases on the mechanical properties of carbon fibre reinforced Al-based matrix composites, *Materials Science and Engineering* 1999, A272, 321-333.
- [9] Liu Yao-hui, Du Jun, Liu Yao-hui, Yu Si-rong, Wang Wei, High temperature friction and wear behaviour of Al_2O_3 and/or carbon short fibre reinforced Al-12Si alloy composites.
- [10] Etter T., Papakyriacou M., Schulz P., Uggowitzer P.J., Physical properties of graphite/aluminium composites produced by gas pressure infiltration method, *Carbon* 2003, 41, 1017-1024.
- [11] Yilmaz O., Buytoz S., Abrasive wear of Al_2O_3 -reinforced aluminium-based MMCs, *Composites Science and Technology* 2001, 61, 2381-2392.
- [12] Naplocha K., Samsonowicz Z., Właściwości trybologiczne materiałów kompozytowych na osnowie stopu AK9 umacnianych włóknami ceramicznymi Saffil, KBM PAN Oddział w Poznaniu, vol. 18, Wrocław 1998, 233-242.
- [13] Janiec M., Materiały ogniotrwale, Warszawa 1984.

Recenzent
Zbigniew Konopka