Zbigniew Konopka¹, Małgorzata Cisowska², Agnieszka Rachwalik³ Politechnika Częstochowska, Katedra Odlewnictwa, al. Armii Krajowej 19, 42-200 Częstochowa

ROZSZERZALNOŚĆ CIEPLNA KOMPOZYTÓW NA OSNOWIE STOPU AIMg10 Z CZĄSTKAMI SiC I Cgr

Przedstawiono wyniki badań rozszerzalności cieplnej kompozytów na osnowie stopu AlMg10 z cząstkami SiC i grafitu. Suspensję kompozytową wytworzono metodą mieszania mechanicznego z zastosowaniem mieszadła śmigłowego przy ustalonej temperaturze ciekłego metalu, czasie i prędkości mieszania. Po wymieszaniu ciekłą suspensję kompozytową zasysano do rurek kwarcowych, wykonując w ten sposób próbki walcowe o średnicy 3 mm do badań rozszerzalności. Zmiany długości próbki w funkcji temperatury rejestrowano za pomocą dylatometru optycznego LS-4. Na podstawie krzywych dylatometrycznych określono wpływ cząstek zbrojenia na współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej oraz na stabilizację wymiarową badanych materiałów, której miarą jest skrócenie próbki podczas cyklu nagrzewania i chłodzenia. Stwierdzono obniżenie współczynnika liniowej rozszerzalności i mniejsze skrócenie próbek dla kompozytów w porównaniu ze stopem osnowy. Ze wzrostem udziału objętościowego cząstek wartość współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej spadała jednak w niewielkim stopniu. Obserwacje struktury kompozytów ujawniły równomierne rozmieszczenie cząstek w osnowie bez skupisk i porowatości, co pozwala stwierdzić, że zastosowana metoda wytwarzania jest efektywna, a równomiernie rozmieszczona faza zbrojąca gwarantuje optymalne własności kompozytu.

THERMAL EXPANSION OF THE AIMg10 MATRIX COMPOSITES WITH SIC AND GRAPHITE PARTICLES

The thermal expansion investigations of the AlMg10 matrix composite with SiC and graphite particles were presented. Composite suspension was prepared by stirring method where the propeller stirrer was used and temperature of liquid metal, time of mixing and mixer velocity were fixed during this process. The cylindrical samples of composites and AlMg10 were prepared by suction of melt into 3 mm diameter quartz pipe. These composite samples were used in thermal expansion investigations. Expansion of examined materials as a temperature function was measured by using optical dilatometer LS-4. Different composites containing 10, 20 and 30 volume percent of solid particles were examined where voluminal ratio SiC/graphite was 8/2, 15/5 and 20/10. Changes of sample linear dimensions during heating and cooling for composites and AlMg10 comperative were registrated and presented in this paper (Figs 1-4). The coefficient of linear thermal expansion was calculated and diagram of this coefficient as a temperature function was presented in Figure 6. Example of composite structure showing uniform distribution of SiC and graphite particles was presented in Figure 5.

On the ground of obtained results we can conclude that coefficient of linear thermal expansion for composites was lower in comparison with AlMg10 alloy. After heating-cooling cycle the final contraction of samples was observed. The contraction of composite samples was smaller than for AlMg10 alloy composite matrix. This result shows that dimensional stabilization of composites was improved because of SiC and graphite particles.

WPROWADZENIE

Technologia kompozytów na osnowie stopów metali z cząstkami ceramicznymi jest złożona i najczęściej składa się z kilku etapów, takich jak: przygotowanie ciekłego metalu (rafinacja, modyfikacja), preparacja powierzchni cząstek ceramicznych, wytworzenie suspensji kompozytowej (mieszanie) oraz odlewanie [1]. Cząstki ceramiczne są z reguły niezwilżane przez ciekły metal, co w połączeniu z różnicą gęstości komponentów i oddziaływaniem frontu krystalizacji na cząstki fazy umacniającej stwarza niebezpieczeństwo nierównomiernego ich rozłożenia w osnowie, dlatego też tak ważne jest dobranie odpowiednich parametrów wytwarzania metalowych materiałów kompozytowych.

Metale i ich stopy zwiększają przeważnie swoje wymiary wraz ze wzrostem temperatury. Zmiany wymiarów powodowane wpływem temperatury są niepożądane, ponieważ mogą być przyczyną powstawania naprężeń wewnętrznych, a nawet zniszczenia materiału. Miarą rozszerzalności cieplnej są współczynniki liniowej i objętościowej rozszerzalności cieplnej. Wartość współczynników rozszerzalności zależy istotnie od temperatury i dlatego przeważnie podaje się ich średnie wartości dla określonych przedziałów temperatury [2, 3]. Rozszerzalność cieplną kompozytów zbrojonych cząstkami, wyrażoną przez współczynnik liniowej rozszerzalności cieplnej, można obliczyć z wielu zależności teoretycznych, prawdziwych jednak dla określonych założeń dotyczących kształtu faz zbrojących i rodzaju ich połączenia z osnową [4, 5]. Komponowanie różnych składników, często o diametralnie różnych własnościach,

¹ dr hab. inż., ² mgr inż., ³ mgr inż.

daje szerokie możliwości sterowania własnościami kompozytów, w tym także rozszerzalnością cieplną. Z badań wielu autorów wynika, że wraz ze wzrostem udziału objętościowego cząstek w osnowie stopu aluminium współczynnik liniowej rozszerzalności ciep-lnej zmniejsza się, co wynika z niskich wartości współczynnika liniowej rozszerzalności, powszechnie stosowanych jako zbrojenia materiałów ceramicznych w po-równaniu z metalami [4].

METODYKA BADAŃ

Przedmiotem badań były kompozyty hybrydowe wytworzone na osnowie stopu aluminium AG10 o składzie chemicznym: 0,3% Si, 10% Mg, 0,1% Cu, 0,2% Fe, 0,1% Zn z mieszaniną dwóch rodzajów cząstek ceramicznych: SiC (średnia wielkość ziarna - 100 µm) i C_{gr} (średnia wielkość ziarna - 100 µm). Wytworzono różne kompozyty o sumarycznym udziale objętościowym: 10, 20, 30%, przy czym ustalono następujące wzajemne stosunki udziałów cząstek SiC/Cgr na poziomie: 8/2, 15/5, 20/10. Cząstki wprowadzano do ciekłego stopu osnowy w temperaturze 973 K i poddawano intensywnemu mieszaniu mieszadłem śmigłowym. Wykonano z kompozytów i stopu osnowy próbki walcowe o średnicy 3 mm metodą zasysania suspensji do rurek kwarcowych. Następnie tak przygotowane próbki zostały poddane badaniom dylatometrycznym. Odlane próbki poddano obserwacjom na mikroskopie świetlnym w celu struktury rozmieszczenia oceny i cząstek w osnowie kompozytu. Badania rozszerzalności zostały przeprowadzone za pomocą dylatometru optycznego LS-4. W celu określenia stabilności wymiarowej każdą z próbek poddano procesowi nagrzewania i chłodzenia. Umieszczone w dylatometrze próbki nagrzewano z temperatury otoczenia do temperatury 460°C, a następnie chłodzono do temperatury otoczenia. Szybkość nagrzewania i chłodzenia wynosiła 180°C/h. Na podstawie krzywych dylatometrycznych określono zmiany w wymiarach poszczególnych próbek po cyklu nagrzewania i chłodzenia. Wartości współczynników liniowej rozszerzalności cieplnej zostały określone ze wzoru

$$\alpha_{\Delta T} = \frac{\Delta l}{l_0 \cdot \Delta T} \tag{1}$$

gdzie:

- $\alpha_{\Delta T}$ współczynnik rozszerzalności liniowej,
- Δl wydłużenie bezwzględne,
- l_0 długość początkowa próbki,

 ΔT - różnica temperatury.

WYNIKI BADAŃ

Wyniki badań rozszerzalności cieplnej przedstawiono w postaci wykresów bezwzględnego wydłużenia próbek w funkcji temperatury. Krzywe dylatometryczne badanych materiałów przedstawiono na rysunkach 1-4.



Rys. 1. Dylatogram osnowy AG10

Fig. 1. Thermal expansion curve for AG10 alloy



Rys. 2. Dylatogram kompozytu AG10/8%SiC+2%Cgr

Fig. 2. Thermal expansion curve for composite AG10/8%SiC+2%Cgr



Rys. 3. Dylatogram kompozytu AG10/15%SiC+5%Cgr





Rys. 4. Dylatogram kompozytu AG10/20%SiC+10%Cgr Fig. 4. Thermal expansion curve for AG10/20%SiC+10Cgr composite

Z przedstawionych powyżej krzywych dylatometrycznych obliczono współczynniki liniowej rozszerzalności cieplnej α oraz określono skrócenia próbek *s* po cyklu nagrzewania i chłodzenia. Wartości wydłużeń bezwzględnych współczynników liniowych, skrócenia próbek, a także długości początkowe l_0 przedstawiono

w tabeli 1. ANALIZA WYNIKÓW

Zastosowana technologia mieszania i zasysania pozwoliła wytworzyć kompozyty charakteryzujące się równomiernym rozmieszczeniem cząstek SiC i grafitu w osnowie. Zaobserwowano dobre zwilżanie ceramicznych cząstek metalem osnowy dzięki obecności magnezu, co poprawia warunki wytworzenia suspensji. Nie stwierdzono w odlewach żadnych wad typu porowatość gazowa i skurczowa oraz zanieczyszczeń tlenkami, co wiąże się prawdopodobnie z zasysaniem metalu z wnętrza kąpieli i szybkim krzepnięciem w cienkiej rurce kwarcowej. Przykładową mikrostrukturę kompozytu hybrydowego przedstawiono na rysunku 5.



Rys. 5. Mikrostruktura kompozytu AG10/15% SiC+5% $\rm C_{gr},$ pow. 100x

Fig. 5. Microstructure of the AG10/15% SiC+5% $\rm C_{graf}$ composite, magn. 100x

Analiza dylatogramów badanych materiałów kompozytowych w zakresie temperatury 25÷325°C, wykazywała liniowy charakter wzrostu wydłużenia bezwzględnego próbek w funkcji temperatury. Na tej podstawie można stwierdzić, że w tym przedziale temperatur nie zachodziły przemiany fazowe. Po przekroczeniu temperatury 325°C następuje zmiana zależności z liniowej na nieliniową. Oznacza to również zmianę wartości współczynnika liniowej rozszerzalności ciepl-

TABELA 1. Dane pomiarowe i obliczeniowe rozszerzalności cieplnej TABLE 1. List of measured and calculated values from thermal expansion curves

T °C	AG10				AG10/8%SiC+2%Cgr				AG10/15%SiC+5%Cgr				AG10/20%SiC+10%Cgr			
	$\Delta l \ \mathrm{mm}$	$\frac{\alpha \cdot 10^{-5}}{1/^{\circ}\mathrm{C}}$	⁻⁵ <i>l</i> ₀		Δl mm	$\frac{\alpha \cdot 10^{-5}}{1/^{\circ}C}$	l ₀ s mm		Δl mm	$\frac{\alpha \cdot 10^{-5}}{1/^{\circ}\mathrm{C}}$	l ₀ m	s m	Δl mm	$\frac{\alpha \cdot 10^{-5}}{1/^{\circ}C}$	l_0 s mm	
50	0,0140	2,331	30,025		0,0119	1,990	29,950		0,0117	1,954	29,925		0,0113	1,888	29,925	
100	0,0487	2,317			0,0439	2,098		0,033	0,0429	2,047		0,033	0,0417	1,990		
150	0,0852	2,365		0,077	0,0812	2,259			0,0782	2,177			0,0747	2,080		
200	0,1243	2,435			0,1214	2,385			0,1165	2,290			0,1093	2,148		ŝ
250	0,1671	2,529			0,1640	2,488			0,1547	2,349			0,1448	2,199		,03
300	0,2080	2,566			0,2027	2,507			0,1923	2,380			0,1802	2,230		
350	0,2475	2,576			0,2415	2,519			0,2285	2,386			0,2164	2,259]	
400	0,2800	2,521			0,2737	2,469			0,2616	2,363		-	0,2515	2,272		
450	0,3114	2,469			0,2981	2,369			0,2928	2,335			0,2871	2,285		

nej. Może to być spowodowane tym, że powyżej tej temperatury zachodzą przemiany fazowe. W przypadku dylatogramu przedstawiającego krzywe nagrzewania i chłodzenia dla stopu osnowy (rys. 1) temperatura przemiany była wyższa niż w przypadku kompozytów i wynosiła 375°C, co potwierdza układ równowagi Al-Mg. Dla stopu AG10 w temperaturze 375°C przebiega linia granicznej rozpuszczalności magnezu w aluminium i zaczyna się rozpuszczanie fazy β .

Po zakończeniu połączonego cyklu nagrzewania i chłodzenia wszystkie próbki uległy skróceniu. Największym skróceniem charakteryzowała się próbka wykonana z czystego stopu AG10, jej trwałe skrócenie wyniosło 0,077 mm. Zjawisko to może być spowodowane powstawaniem tzw. naprężeń strukturalnych, do których ten stop ma dużą skłonność. Naprężenia te wywołane są przemianami fazowymi, co jest związane ze zmianami objętości właściwej faz. Dodanie cząstek ceramicznych do materiału osnowy spowodowało przesuniecie temperatury przemiany z 375 na 325°C oraz wydłużenie czasu jej trwania. Prawdopodobnie to było przyczyną stabilizacji wymiarowej kompozytów. Trwałe skrócenia próbek kompozytów miały wartości średnio o połowę mniejsze niż w przypadku próbek z osnowy i wynosiły one 0,033 mm. Dylatogram dla stopu osnowy charakteryzował się największą powierzchnią pętli histerezy oraz największym kątem nachylenia krzywych nagrzewania i chłodzenia. Doprowadziło to do tego, że próbka z nieuzbrojonej osnowy uległa największemu skróceniu oraz wykazała największe wartości dla współczynników rozszerzalności cieplnej. Dużo mniejszą pętlą histerezy charakteryzowały się próbki kompozvtów. Na tej podstawie można wnioskować, że obecność zbrojenia w postaci cząstek w osnowie kompozytu poprawia jego stabilność wymiarowa oraz prawdopodobnie cząstki wpływają na mechanizm i kinetykę rozpuszczania fazy β . Ustalenie takiego wpływu wymaga jednak dalszych badań.

Otrzymane dylatogramy pozwoliły na obliczenie war- tości współczynników liniowej rozszerzalności cieplnej (równanie (1)). Największymi wartościami tych współczynników charakteryzował się nieumocniony stop AG10. Nieco niższe wartości odnotowano dla kompozytu zawierającego 8%SiC+2%C_{er}. Dla pozostałych próbek kompozytowych odnotowano spadek współczynników rozszerzalności cieplnej wraz ze wzrostem ilości zbrojenia w kompozycie średnio o 10%. Wartości współczynników liniowej rozszerzalności cieplnej badanych materiałów w poszczególnych temperaturach zostały zilustrowane na wykresie przedstawionym na rysunku 6. Jak widać z rysunku, zmiany współczynników liniowej rozszerzalności cieplnej w funkcji temperatury charakteryzują się niewielkim wzrostem wartości w zakresie temperatur 30÷200°C, następnie do temperatury 350°C następuje stabilizacja i tylko w nie-wielkim stopniu zależą one od temperatury. W tem-peraturze powyżej 350°C następuje powolny spadek wartości współczynników rozszerzalności cieplnej, wy-nikający prawdopodobnie z wpływu procesu rozpusz-czania.



Rys. 6. Wartości współczynnika rozszerzalności cieplnej badanych materiałów

Fig. 6. Coefficient of linear thermal expansion for examined materials

Przedstawione wyniki badań pokazały, że metoda zasysania daje możliwość wykonania kompozytów metalowych zbrojonych cząstkami ceramicznymi o równomiernie rozłożonym zbrojeniu w całej objętości osnowy. Badania rozszerzalności cieplnej potwierdziły, że ze wzrostem ilości zbrojenia w postaci cząstek ceramicznych zmniejsza się współczynnik rozszerzalności cieplnej, a cząstki te nawet w niewielkich ilościach powodują stabilizację wymiarową odlewów.

LITERATURA

- Górny Z., Odlewnicze stopy metali nieżelaznych, WNT, Warszawa 1993.
- [2] Kaliński D., Pietrzak K., Włosiński W., Analiza właściwości termofizycznych wybranych materiałów kompozytowych przeznaczonych na odbiorniki ciepła w mikroelektronice, IV Seminarium Kompozyty 2000 - Teoria i praktyka, Wyd. Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2000, 90-96.
- [3] Kurzawa A., Kaczmar J.W., Janus A., Rozszerzalność cieplna materiałów kompozytowych na osnowie Al w podwyższonych temperaturach, Kompozyty (Composites) 2001, 1, 2, 167-170.
- [4] Śleziona J., Kształtowanie własności kompozytów stop Alcząstki ceramiczne wytworzonych metodami odlewniczymi, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice 1994.
- [5] Richardson M.O.W., Polymer Enginieering Composites, Applied Science Publishers Ltd. London, wydawnictwo rosyjskie, Chimija, Moskwa 1980.

Recenzent Józef Śleziona