Jacek Jackowski<sup>1</sup> Politechnika Poznańska, Instytut Technologii Materiałów, ul. Piotrowo 3, 61-138 Poznań

# OKLUZJE GAZOWE W ODLEWANYCH KOMPOZYTACH NASYCANYCH

W pracy przedstawiono rozważania na temat powstawania, zachowania się i objętości okluzji w nasycanych odlewach kompozytowych. Powstawanie okluzji w procesie nasycania jest nieuniknione. Gdy na okluzje działa ciśnienie metalostatyczne równe ciśnieniu nasycania zbrojenia, objętość okluzji, zgodnie z równaniem stanu gazów, jest minimalna. W warunkach realnych mogą występować w odlewie kompozytowym wyizolowane obszary (konstrukcja odlewu, warunki jego krzepnięcia), w których ciśnienie wywierane na okluzje może być zdecydowanie niższe, co sprzyja wzrostowi ich objętości. Badania procesu nasycania glinokrzemianowego zbrojenia SIBRAL stopami niskotopliwymi (stop Wooda i stop bezbizmutowy) wykazały, że początkowa objętość okluzji, przy ciśnieniu bliskim normalnemu, wynosi ok. 30%, a porowatość próbek kompozytowych nasycanych stopem Wooda wynosi 2+4% bez względu na sposób ich nasycania. Porowatość próbek nasycanych bezbizmutowym stopem niskotopliwym była zdecydowanie większa. Zbadano rozkład porowatości materiału kompozytowego względem wysokości i średnicy próbek. Stwierdzono, że w przypadku próbek kompozytowych na osnowie stopu Wooda porowatość najbardziej zwartych fragmentów próbek jest równa lub bliska zero. W przypadku osnowy ze stopu bezbizmutowego (skurcz krzepnięcia ok. 2%) najbardziej zwarte fragmenty próbek posiadały 2% porowatość. Przebieg zmian porowatości w wybranych próbkach wskazuje, iż tworzyły się strefy izolowane (na skutek przejmowania nacisku stempla przez zakrzepłe warstwy osnowy), skutkiem czego dekompresja okluzji snowodowała lokalna porowatość materiału kompozytowego wartości 0 od kilku do kilkunastu procent. Skurcz krzepnięcia osnowy bardzo intensywnie zwiększa porowatość tych fragmentów próbek, które krzepną najpóźniej.

#### GAS OCCLUSIONS IN CASTED SATURATED COMPOSITES

Porosity is highly undesired in any casting, inclusive of composite ones. The paper presents considerations related to formation, behavior, and volume of occlusions in saturated composite castings. Formation of the occlusions during saturation process is inevitable. Assuming the occlusion is subject to metallostatic pressure equal to reinforcement saturation pressure, volume of the occlusion is minimal, in accordance with the equation of gas state. However, under real conditions, such isolated regions may arise within a composite casting (according to casting structure or solidification conditions), in which pressure exerted on the occlusion might be considerably lower (Fig. 1), that induces their volume to increase. Model research of saturation process of an aluminosilicate reinforcement SIBRAL with low melting alloys (Wood's alloy or bismuth-free alloy) has shown, that initial occlusion volume, under the pressure approximating its normal value, amounts about to 30%, while porosity of composite samples (\$40x40 mm) saturated with Wood's alloy amounts to 2÷4%, irrespective of the way of their saturation (Fig. 2). Porosity of the samples saturated with bismuth-free low melting alloy was remarkably higher (Tables 1 and 2). Distribution of porosity of composite material has been examined with regard to the height and diameter of the samples (Figs 3 and 4). It was ascertained that for composite samples with Wood's alloy matrix porosity of the most compact parts of the samples is equal to or approximates zero. In case of the matrix of bismuth-free alloy (solidification shrinkage about 2%) the most compact parts of the samples showed 2% porosity. Variations of porosity in selected samples indicate formation of isolated zones (in result of taking over the punch pressure by solidified matrix layers). In consequence, decompression of the occlusions resulted in local porosity of the material, reaching a little less than twenty per cent. Solidification shrinkage of the matrix extensively increases porosity of the parts of the samples that solidify latest of all. More careful examination of behavior of the occlusions occurring in saturated composite casting requires metallographic research methods.

#### WSTĘP

Porowatość to wysoce niepożądana cecha wszelkich odlewów, w tym także odlewów kompozytowych [1]. Technologia odlewanych kompozytów nasycanych sprawia, iż jedną z istotniejszych przyczyn obecności porów w ich strukturze są okluzje gazowe. Przepływ ciekłego metalu (osnowy) przez porowatą kształtkę zbrojenia kompozytowego powoduje zamknięcie w niej mniejszych lub większych porcji fazy gazowej. Możliwości ewakuacji uwięzionego gazu są ograniczone, a zatem obecność porów spowodowanych okluzjami jest praktycznie nieunikniona. Powstawanie, zachowanie się oraz objętość okluzji gazowych w tworzącym się odle-

wie kompozytowym nasycanym jest zatem ważnym zagadnieniem technologicznym.

## OKLUZJE GAZOWE - POWSTAWANIE, ZACHOWANIE SIĘ, OBJĘTOŚĆ

Na pęcherzyk gazu znajdujący się w strukturze nasycanego zbrojenia działa siła wyporu oraz napór strugi metalu, którego wielkość i wypadkowy kierunek są zmienne i zależą od lokalnych warunków panujących w danej chwili i danym obszarze nasycanego zbrojenia. Ruch pecherza jest silnie hamowany przez elementy zbrojenia, np. włókna, co może doprowadzić do unieruchomienia okluzji. Na uwięzioną okluzję działa ciśnienie metalostatyczne, którego wielkość rośnie do chwili osiągnięcia zadanej wartości ciśnienia nasycania. Gdy ciśnienie wywierane na ciekły metal nasycającej osnowy uzyska zadaną wartość, objętość okluzji osiąga minimum wynikające z początkowej jej objętości oraz równania stanu gazów [2]. W idealnym, ale dalekim od rzeczywistości przypadku - szybkiego, równoczesnego i bezskurczowego krzepnięcia nasycającej osnowy metalowej - objętość porów spowodowanych okluzjami byłaby minimalna. W warunkach rzeczywistych może mieć miejsce krzepnięcie części metalowej osnowy nasycającej pod ciśnieniem niższym od ciśnienia nominalnego. Przypadki takie zaprezentowano na rysunkach 1b i 1c. Schemat na rysunku 1a przedstawia przypadek krzepnięcia odlewu kompozytowego bez strefy izolowanej, dzięki czemu porowatość wynikająca z obecności okluzji jest niewielka, gdyż na okluzje działa nominalne ciśnienie nasycania. W drugim przypadku (rys. 1b) ma miejsce krzepnięcie części osnowy w warunkach strefy izolowanej cieplnie. Ciśnienie działające na okluzje oraz ich objętość wynika z wartości skurczu zasilania osnowy i objętości strefy izolowanej. W trzecim przypadku (rys. 1c) izolowanie części krzepnącego odlewu kompozytowego jest skutkiem mechanicznego ograniczenia ruchu stempla przez zakrzepniętą warstwę osnowy, co powoduje, że objętość okluzji jest wynikiem skurczu zasilania osnowy oraz objętości strefy izolowanej, pomniejszona o wartość wynikającą z odkształcenia zakrzepniętej warstwy osnowy.



Rys. 1. Krzepnięcie metalowej osnowy nasycającej w izolowanych obszarach kompozytu nasycanego

Fig. 1. Solidification of metal saturating matrix in isolated parts of composite under saturation

W przypadkach tych (rys. 1b, c) nacisk stempla prasującego jest przejmowany częściowo lub całkowicie przez zakrzepłą już osnowę, zatem działanie ciśnienia nominalnego jest nie tylko mocno zredukowane, ale może spadać nawet do wartości niższej od ciśnienia normalnego, gdyż sprzyja temu skurcz stygnącej i krzepnącej osnowy. Istnieją tym samym warunki powodujące dekompresję gazu w okluzjach znajdujących się w ciekłej jeszcze części osnowy nasycającej, a tym samym wzrost porowatości tworzącego się materiału kompozytowego. Jednocześnie krzepnący metal nie może być traktowany jako ciecz nieściśliwa.

Z powyższego wywodu wynika, że oszacowanie objętości okluzji gazowych w nasycanym materiale kompozytowym jest trudne do ilościowej oceny z powodu braku znajomości:

- początkowej objętości okluzji zamkniętych we wstępnej fazie procesu nasycania oraz
- faktycznego stanu warunków decydujących o objętości zaokludowanego gazu (głównie ciśnienia).

Badania autorów związane z nasycaniem glinokrzemianowych zbrojeń (SIBRAL) niskotopliwym stopem Wooda wykazały, że porowatość uzyskanych próbek kompozytowych (\$40x40 mm) waha się w granicach 2÷4% [3]. Wg badań francuskich [4], porowatość podobnych próbek kompozytowych, spowodowana obecnością okluzji gazowych, może osiągać wartość 20% (niestety bez podania parametrów nasycania).

Próby samonasycania próbek zbrojenia glinokrzemia- nowego (SIBRAL) cieczami o dobrej i bardzo dobrej zwilżalności, w atmosferze i temperaturze pokojowej, wykazały, że bez względu na rodzaj i właściwości cieczy nasycenie próbek osiągnęło podobną wartość ok. 88% [5]. Ok. 12% "nienasycenie", które można przypisać obecności okluzji, odniesione do warunków wytwarzania kompozytów modelowych (SIBRAL - stop Wooda) powodowałoby znikomą, trudną do zmierzenia porowatość próbek kompozytowych.

Doświadczenia polegające na nasycaniu próbek zbro- jenia (SIBRAL) stopem Wooda pod ciśnieniem nieznacznie przekraczającym wartość ciśnienia normalnego wykazały, że objętość początkowa okluzji wynosi ok. 30% objętości wszystkich porów nasycanego zbrojenia [3], co również w odniesieniu do warunków nasycania powodować winno minimalną porowatość próbek.

### BADANIA OKLUZJI GAZOWYCH W PRÓBKACH KOMPOZYTOWYCH

Badania, mające na celu wyjaśnienie zachowania się okluzji w procesie formowania się nasycanego materiału kompozytowego, wykonano, stosując glinokrzemianowe włókniste zbrojenie SIBRAL oraz stopy niskotopliwe. W pierwszej kolejności wykonano próby nasycania zbrojenia stopem Wooda. Przyrząd do realizowania procesu pozwalał na wykonanie prób wg schematów przedstawionych na rysunku 2. Próby wykonano, stosując równe ciśnienie nasycania oraz zmieniając czas uruchomienia chłodzenia liczony od momentu uzyskania zadanego ciśnienia nasycania. Pomiary każdej próbki nasycanego zbrojenia (objętość, masa) przy znanej gęstości materiału włókien glinokrzemianowych pozwalały na określenie całkowitej objętości porów zbrojenia. Znajomość gęstości osnowy nasycającej umożliwiała wyznaczenie maksymalnej (teoretycznej) gęstości każdej z próbek, co po zbadaniu jej rzeczywistej gęstości pozwalało na obliczenie porowatości.



 Rys. 2. Warunki prób nasycania zbrojeń: a) oddolne z komorą przelewową,
b) oddolne bez komory przelewowej, c) odgórne bez komory przelewowej

Fig. 2. Conditions of reinforcement saturation trials: a) from the bottom, with an overflow chamber, b) from the bottom, without overflow chamber, c) from the top, without overflow chamber

Seria wykonanych prób dowiodła, że porowatość uzyskanych próbek kompozytowych (\$\$\phi\$40x40 mm\$) wahała się w przedziale wartości 1,99÷3,68%, przy czym nie stwierdzono wpływu kierunku nasycania (oddolne, odgórne) i momentu uruchomienia chłodzenia na efekty zabiegów (tab. 1).

W celu określenia rozkładu porowatości materiału kompozytowego w próbkach wybrane próbki obrabiano skrawaniem, usuwając równe warstwy: w postaci plastrów odcinanych prostopadle do osi próbek lub na całej wysokości na ich promieniu. Uzyskano zatem rozkład porowatości względem wysokości i średnicy próbek.

Na rysunkach 3 i 4 przedstawiono liniami ciągłymi stwierdzone zmiany na przykładach próbek oznaczonych numerami 1, 5, 12, 20. Na tych samych rysunkach liniami przerywanymi pokazano zmiany porowatości materiału kompozytowego próbek 21, 23, 24 i 25 otrzymanych w drugiej serii prób. Próbki uzyskano, nasycając to samo zbrojenie (SIBRAL) bezbizmutowym stopem niskotopliwym o składzie: 51,2% Sn; 30,6% Pb i 18,2% Cd [6]. Sprawdzona doświadczalnie temperatura krzepnięcia tego stopu wynosiła 142°C, a jego skurcz krzepnięcia 2,04%. Próbki nasycano odgórnie (rys. 2c), ale bez chłodzenia dna przyrządu do nasycania. Gęstości i porowatości próbek zawiera tabela 2.

TABELA 1. Gęstość i porowatość próbek kompozytu nasycanego (SIBRAL-stop Wooda) uzyskanych przy zróżnicowanych warunkach nasycania

TABLE 1. Density and porosit	ty of the samples of the saturated composite (SIBRAL-Wood's alloy) obtained <b>1</b>	under various
saturation conditio	ns	

Schemat procesu nasycania	Nr próbki	Moment uruchomienia chłodzenia	Gęstość próbki kon teoretyczna	npozytowej, g/cm <sup>3</sup> rzeczywista	Porowatość próbki kompozytowej, %
	1	po uzysk. pn	8,77	8,51	2,73
	2	po uzysk. pn	8,77	8,45	3,36
	10	po 0,5 min	8,80	8,56	2,52
	11	po 1 min	8,78	8,48	3,15
	12	po 2 min	8,76	8,51	2,63
	13	po 3 min	8,80	8,53	2,84
B.	4 5 9 6 7 8	po uzysk. pn po uzysk. pn po 0,5 min po 1 min po 2 min po3 min	8,72 8,74 8,78 8,78 8,78 8,81 8,77	8,53 8,55 8,57 8,56 8,55 8,55 8,52	1,99 2,00 2,20 2,31 2,73 2,63
C.	14	po uzysk. pn	8,79	8,46	3,47
	16	po uzysk. pn	8,81	8,59	2,31
	17	po 0,5 min	8,79	8,52	2,84
	18	po 1 min	8,81	8,46	3,68
	19	po 2 min	8,78	8,57	2,20
	20	po 3 min	8,81	8,52	3,05



Rys. 3. Zmiany porowatości nasycanego materiału kompozytowego względem wysokości próbek. Osnowa: stop Wooda - linia ciągła, stop bezbizmutowy - linia przerywana

Fig. 3. Variations of porosity of composite material with regard to sample height; the matrix: Wood's alloy - solid line, bismuth-free alloy broken line



Rys. 4. Zmiany porowatości nasycanego materiału kompozytowego względem średnicy próbek. Osnowa: stop Wooda - linia ciągła, stop bezbizmutowy - linia przerywana

Fig. 4. Variations of porosity of composite material with regard to sample diameter; the matrix: Wood's alloy - solid line, bismuth-free alloy - broken line

TABELA 2. Gęstość i porowatość próbek kompozytu nasycanego (SIBRAL - stop bezbizmutowy)
TABLE 2. Density and porosity of the samples of the composi-

te (SIBRAL - bismuth-free alloy)								
Nr próbki	Gęstość próbk g/o	Porowatość próbki						
	teoretyczna	rzeczywista	kompozytowej %					
21	7,83	7,47	4,27					
22	7,82	7,45	4,39					
23	7,84	7,37	5,57					
24	7,84	7,24	7,12					
25	7,87	7,33	6,41					

## INTERPRETACJA WYNIKÓW BADAŃ

Najmniej porowate próbki kompozytowe na osnowie stopu Wooda posiadają porowatość ok. 2%. W przypadku drugiego stopu niskotopliwego (bezbizmutowego) porowatość najbardziej zwartych próbek przekracza 4%. Najmniej porowate fragmenty próbek kompozytowych na osnowie stopu Wooda posiadają porowatość równą lub bliską zera. W przypadku drugiego stopu porowatość najbardziej zwartych fragmentów próbek wynosi ok. 2%. W obu przypadkach różnica porowatości wynosi ok. 2%, to znaczy odpowiada różnicy skurczów krzepnięcia obu stopów osnowy.

Spostrzeżenia te pozwalają wnioskować, że objętości początkowe okluzji gazowych w przypadkach nasycania SIBRALU obydwoma stopami niskotopliwymi są podobne, a zróżnicowana porowatość próbek kompozytowych jest skutkiem zjawisk skurczowych zachodzących w krzepnącej osnowie.

Najbardziej porowate fragmenty próbek kompozytowych na osnowie stopu Wooda mają porowatość ok. 6%, a próbek o osnowie stopu bezbizmutowego - ok. 15%. Dwuipółkrotna różnica pozwala wnioskować o intensyfikującym wpływie skurczu krzepnięcia osnowy metalowej na całkowitą porowatość materiału kompozytowego.

Przebiegi zmian porowatości materiału kompozytowego względem wysokości i średnicy próbek dowodzą, że znaczna część obciążenia stempla wywołującego ciśnienie nasycania jest przejmowana przez narastającej grubości warstwę zakrzepłej osnowy. Spadek wartości rzeczywistego ciśnienia działającego na pozostałą część ciekłej osnowy umożliwia dekompresję okluzji, stąd porowatość najpóźniej krzepnących fragmentów próbek kompozytowych jest największa.

Przemieszczający się front krzepnięcia metalu osnowy kompozytowej może powodować mechaniczne przemieszczanie się okluzji, ale 2,5-krotna różnica porowatości najbardziej porowatych fragmentów uzyskanych próbek kompozytowych nakazuje duży sceptycyzm względem tej hipotezy. Definitywne jej wyjaśnienie bez dodatkowych badań (metalograficzna analiza obrazu) jest niemożliwe.

#### WNIOSKI

- Okluzje gazowe w procesie nasycania zbrojeń kompozytowych mogą być powodem znacznej (kilkunastoprocentowej) porowatości materiału kompozytowego.
- Porowatość odlewu kompozytowego nasycanego może być bardzo zróżnicowana, a o jej wartości decyduje rzeczywiste, lokalne ciśnienie metalu osnowy nasycającej wywierane na okluzję. Największa porowatość występuje w obszarach izolowanych, będą-

cych efektem konstrukcji i warunków stygnięcia odlewu kompozytowego.

 Zagadnienie zachowania się okluzji w nasycanych odlewach kompozytowych wymaga dodatkowych badań metodami metalografii ilościowej.

Praca realizowana w ramach projektu badawczego KBN nr 1317/T08/2000/18.

#### LITERATURA

 Jackowski J., Grabian J., Porosity of Metal Infiltrated Composites - an Attempt at the Problem Analysis, Metal Matrix Composites and Metallic Foams, Euromat. Vol. 5 – Wiley, VCH Verlag Gmbh, Weinheim 2000.

- [2] Staronka A., Chemia fizyczna dla metalurgów, PWN, Warszawa 1977.
- [3] Jackowski J., Szweycer M., Grabian J., Przetakiewicz W., Sprawozdanie z projektu badawczego KBN nr 1317/T08/ 200/18 za rok 2001 - niepublikowane.
- [4] Mantaux O., Danis M., Lacoste E., Microporosities distribution in a metal matrix, Fonderie - Fondeur d'aujourd'hui 2000, 192, 14-24.
- [5] Jackowski J., Szweycer M., Gawdzińska K., Grabian J., Gas porosity in the castings made of saturated metal composites, Acta Metallurgica Slovaca 2001, 7, 353-359.
- [6] Metals. Reference book, Vol. III, Butterworths, London 1967, 1139.

Recenzent Jerzy Sobczak