

Struktura kompozytów Al-CF wytwarzanych metodami infiltracji

A. Dolata-Grosz ^{a,*}, M. Dyzia ^b, J. Ślezionea ^c

^{a,b,c} Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Katedra Technologii Materiałów, Politechnika Śląska,
ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice, Polska

*Kontakt korespondencyjny: e-mail: anna.dolata-grosz@polsl.pl

Otrzymano 11.04.2011; zaakceptowano do druku 26.04.2011

Streszczenie

W artykule przedstawiono strukturę kompozytów uzyskanych w procesie infiltracji ciekłym stopem Al tkanin węglowych typu 2D oraz 3D. W badaniach zastosowano stop aluminium z krzemem i manganem AlSi9Mn (trimal 37 -TR37). Jako zbrojenie wykorzystano tkaniny węglowe przygotowane z włókien, na których zastosowano bariery ochronne w postaci powłoki niklowej, powłoki z węgla krzemowego oraz węgla pyrolitycznego. Preformy węglowe wykonano w Instytucie Konstrukcji Lekkich i Przetwórstwa Tworzyw Sztucznych (ILK TU Dresden) oraz w Instytucie Technologii i Systemów Ceramicznych (Fraunhofer - IKTS). Proces infiltracji tkanin węglowych przeprowadzono z wykorzystaniem ciśnieniowo-próżniowej infiltracji na prasie Degussa oraz gazowo-ciśnieniowej infiltracji (GPI) w autoklawie zaprojektowanym i wykonanym w Katedrze Technologii Materiałów w Politechnice Śląskiej. Wytworzone kompozyty charakteryzowały się regularnym kształtem, bez powierzchniowych wad odlewniczych. Najlepsze połączenie komponentów, uzyskano w kompozycie AlSi9Mn/C_f(Ni) otrzymanym w procesie gazowo-ciśnieniowej infiltracji (GPI). Analiza mikrostruktury oraz obserwacja przełomów, nie wykazała oddzielania włókien od osnowy i ich wyciągania. Zniszczenie kompozytu następowało poprzez włókna. Przeprowadzone badania struktury nie wykazały obecności węgla aluminium na granicy włókno-osnowa, a także w osnowie, co pozwala przypuszczać, że kompozyt będą charakteryzowały dobre właściwości mechaniczne. Wymaga to jednak dalszej weryfikacji eksperymentalnej planowanej w kolejnym etapie badań, w projekcie realizowanym w ramach programu DFG: „Kompozyty o osnowie aluminiowej ze wzmocnieniem tekstylnym typu 3-D (3D-CF/Al-MMC) dla elementów podlegających złożonym obciążeniom w przemyśle samochodowym i w budowie maszyn”.

Słowa kluczowe: kompozyty odlewane, stop aluminium, tkaniny węglowe, infiltracja, struktura.

1. Wprowadzenie

Lekkie i wytrzymałe włókna węglowe to obecnie najbardziej zaawansowany technologicznie materiał konstrukcyjny XXI wieku. Cechy takie jak: niski ciężar właściwy, bardzo wysokie własności mechaniczne (R_m , E), dobre przewodnictwo elektryczne, żaroodporność, niski współczynnik rozszerzalności cieplnej, stabilność temperaturowa oraz dobre przewodnictwo ciepłe stymulują rozwój technologii kompozytów opartych na włóknach węglowych i wykorzystywanie ich w coraz to nowych gałęziach przemysłu. Kompozyty wykonane z aluminium (Al)

wzmocnionego włóknem węglowym (CF) wykazują ogromny potencjał w konstrukcjach lekkich elementów poddanych termomechanicznym obciążeniom [1,2]. Stosunkowo duża sztywność i wytrzymałość osnowy metalowej umożliwia przeniesienie niezwykle dużych obciążeń, co pozwala na znacznie lepsze wykorzystanie istniejących rozwiązań konstrukcyjnych tego materiału w porównaniu do innych materiałów kompozytowych. Odpowiedni dobór komponentów (osnowy i zbrojenia), jak i technologia ich łączenia wpływają na strukturę materiałów kompozytowych, a ta determinuje właściwości finalnego produktu. Kompozyty wykonane z aluminium i jego stopów (Al) wzmocniane tkaniną węglową (CF) mogą być

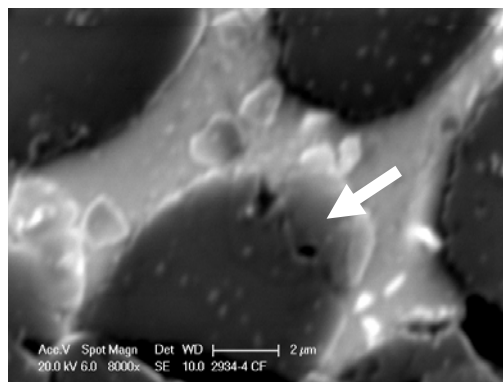
wykorzystane w projektowaniu elementów podlegających złożonym obciążeniom w wielu dziedzinach współczesnego przemysłu. Aby móc w pełni wykorzystać wysokie właściwości mechaniczne włókien węglowych (σ_w ; ϵ_w) konieczne jest, aby stop aluminium wykazywał większe odkształcenie w porównaniu do włókien węglowych ($\epsilon_w < \epsilon_o$). Z kolei biorąc pod uwagę technologie ciekłofazowe (np.: prasowanie w stanie ciekłym, infiltracja preform, odlewanie ciśnieniowe) osnowa winna charakteryzować się małą lepkością oraz odpowiednią lejnością. Ponadto główne problemy technologiczne, takie jak: brak zwilżania powierzchni włókien węglowych przez ciekłe aluminium oraz wysoka reaktywność układu Al-CF wymagają specyficznego podejścia i nowych rozwiązań materiałowo-technologicznych. W wieloetapowym podejściu do wytwarzania kompozytów Al/CF zaproponowano:

(1) odpowiedni dobór składu chemicznego stopu osnowy oraz jego modyfikację polegającą na wprowadzeniu dodatków stopowych poprawiających zwilżalność powierzchni włókien, obniżających napięcie powierzchniowe lub biorących udział w reakcjach in situ syntezy związków, mogących pełnić rolę barier dyfuzyjnych [3];

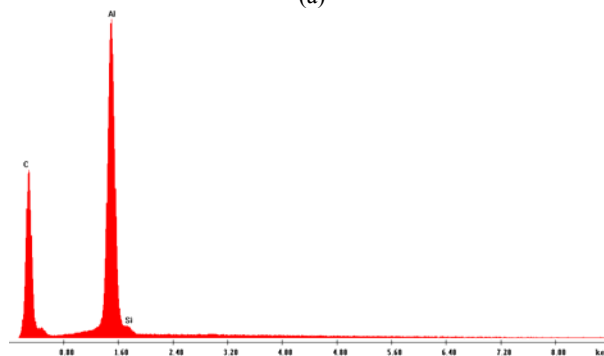
(2) modyfikację powierzchni włókien węglowych, polegającą na wytworzeniu warstw stanowiących barierę dyfuzyjną dla reakcji pomiędzy aluminium z osnowy kompozytu a zbrojeniem [2-10];

(3) właściwy dobór parametrów wytwarzania kompozytu poprzez optymalizację warunków technologicznych w kierunku obniżenia temperatury i maksymalnego skrócenia czasu procesu infiltracji włókien ciekłym stopem Al [11-16].

Potrzebę dokonania odpowiednich zabiegów technologicznych potwierdzają zarówno dane literaturowe [4-8], jak i wykonane badania własne [3, 12-16]. Na rysunku 1 pokazano strukturę kompozytu osnowie stopu aluminium z tkaniną węglową, który został wytworzony w procesie infiltracji w prasie Degussa. Przeprowadzone obserwacje struktury jednoznacznie wykazały narastanie węgla aluminium na granicy włókno-osnowa i jego dyfuzję do aluminium. Hydrofilowy i nietrwały węgiel Al_4C_3 , powstający w wyniku reakcji włókien węglowych z ciekłym aluminium, w kontakcie z parą wodną ulega destrukcji, co w konsekwencji znacznie obniża właściwości kompozytu i dyskwalifikuje uzyskany kompozyt, jako materiał konstrukcyjny [8]. Opisane aspekty to główne kierunki badań realizowanych w ramach programu DFG w projekcie badawczym: „Kompozyty o osnowie aluminiowej ze wzmocnieniem tekstylnym typu 3D (3D-CF/Al-MMC) dla elementów podlegających złożonym obciążeniom w przemyśle samochodowym i w budowie maszyn”. W artykule przedstawiono wybrane wyniki prac badawczych uzyskanych w Katedrze Technologii Materiałów w Politechnice Śląskiej.



(a)



(b)

Rys. 1. Struktura kompozytu o osnowie stopu aluminium z tkaniną węglową 3D, infiltracja w prasie Degussa.

Fig.1. Structure of aluminium matrix alloy composite with 3D carbon preform, infiltration in Degussa press.

2. Metodyka badań, założenia badawcze

Do wytwarzania kompozytów Al-CF zastosowano technologię ciśnieniowo-próżniowej infiltracji na prasie Degussa [13,14] oraz gazowo-ciśnieniową infiltrację (GPI) w autoklawie zaprojektowanym i wykonanym w Katedrze Technologii Materiałów w Politechnice Śląskiej [17]. Jako materiał zbrojenia zastosowano tkaniny węglowe 2D i 3D wytworzone z włókien, na których zastosowano różne bariery ochronne w postaci powłoki niklowej, powłoki z węgla krzemowego oraz węgla pyrolitycznego [17]. Preformy węglowe wykonano w Instytucie Konstrukcji Lekkich i Technologii Polimerowych (ILK TU Dresden) oraz w Instytucie Ceramicznych Technologii i Systemów (Fraunhofer-IKTS). Do nasycenia preform węglowych wykorzystano stop aluminium z krzemem i manganem AlSi9Mn o handlowej nazwie *trimal 37 (TR37)*. Skład chemiczny stopu aluminium przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny stopu osnowy (TR37)

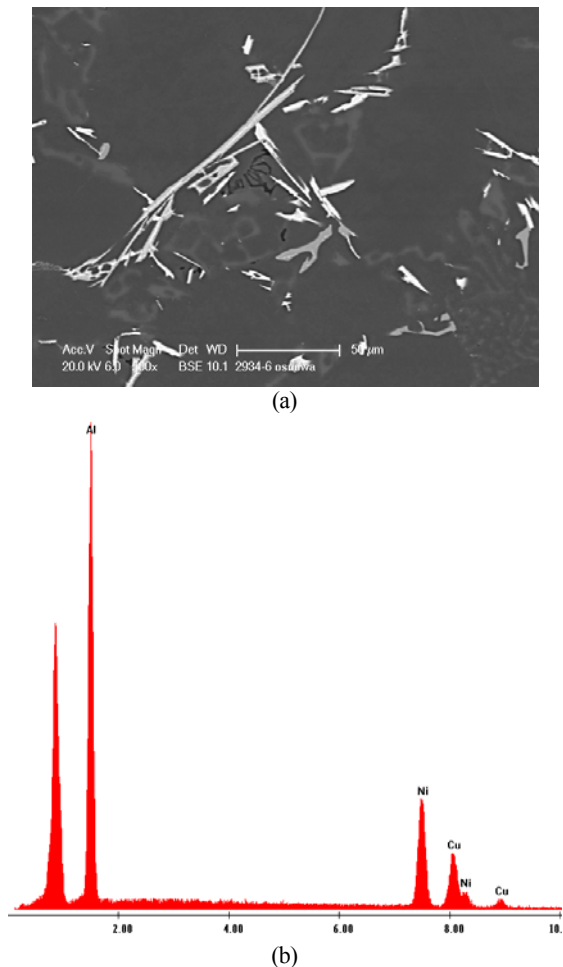
| % | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Zn | Cr | Ni | Ti | Al |
|---|------|------|------|-----|------|------|-------|-------|-------|--------|
| | 9.57 | 0.07 | 0.14 | 0.5 | 0.04 | 0.01 | 0.004 | 0.006 | 0.033 | reszta |

Doboru składu chemicznego stopu osnowy dokonano z uwzględnieniem warunków stosowanych procesów infiltracji preform oraz własności włókien węglowych, zakładając, iż ograniczenie reaktywności w układzie Al-CF możliwe jest, gdy stop osnowy zawiera minimum 7% krzemu oraz dodatki manganu i tytanu, natomiast obniżenie napięcia powierzchniowego a tym samym zmniejszenie kąta zwilżania zapewni dodatek magnezu.

3. Wyniki badań metalograficznych

Badania metalograficzne przeprowadzono we współpracy z Instytutem Metali Nieżelaznych OML w Skawinie. Obserwacje mikrostruktury prowadzono na nietrawionych zglądach kompozytowych z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej (OLYMPUS GX 71) i skaningowej mikroskopii elektronowej (PHILIPS XL30). Analizy punktowe składu chemicznego oraz rozkłady powierzchniowe pierwiastków (*mapping*) przeprowadzono za pomocą przystawki EDX (EDAX) do analizy chemicznej w mikroobszarach.

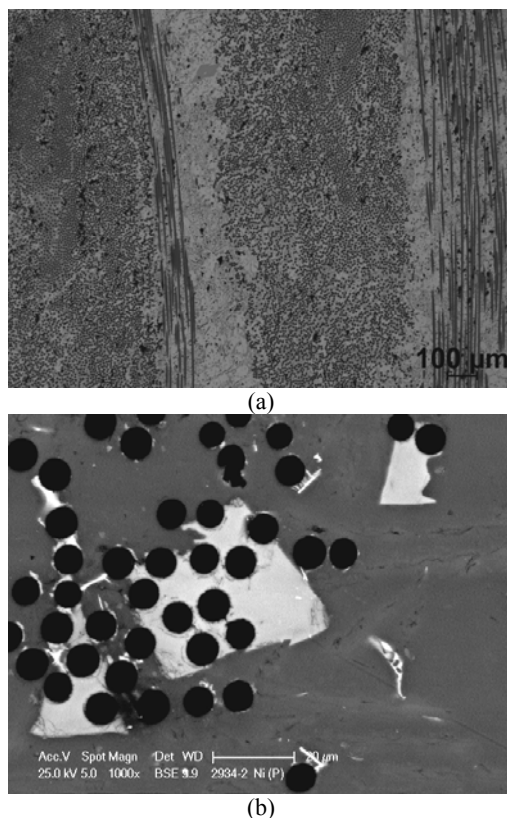
Strukturę stopu osnowy AlSi9Mn (TR37) pokazano na rysunku 2.



Rys. 2. Struktura stopu osnowy AlSi9Mn (TR37).
Fig. 2. Structure the AlSi9Mn (TR37) matrix alloy.

W analizowanym stopie aluminium zidentyfikowano fazy z układów: Al-Ni, Al-Mn, Al-Ni-Cu, fazy niklowe wzbogacone w mangan oraz związek Mg_2Si , będące konsekwencją jego składu chemicznego.

Wyniki badań struktury kompozytów otrzymanych w procesie infiltracji ciśnieniowo-próżniowej z wykorzystaniem prasy Degussa pokazano na rysunkach 3-6. Uzyskane kompozyty w postaci płytek charakteryzowały się regularnym kształtem, bez makroskopowo widocznych, powierzchniowych wad odlewniczych. W wytworzonych kompozytach obserwowano naprzemianległe ułożenie włókien, charakterystyczne dla użytego typu preform i ilości stosowanych warstw tkanin węglowych. Obserwacje zglądów próbek kompozytowych przy małych powiększeniach (OM) wykazały dobre wypełnienie stopem Al przestrzeni pomiędzy włóknami, a także równomierne rozmieszczenie zbrojenia w osnowie (rys. 3a,4a,5a). W kompozycie AlSi9Mn/C_f(Ni) zaobserwowano rozpuszczanie powłoki niklowej z powierzchni włókien węglowych. Nikiel oprócz faz wzbogaconych w mangan, skupiających się wokół włókien, występował również w osnowie tworząc fazę Al_3Ni , (rys. 3b). Powstałe kruche fazy niklowe o sporych rozmiarach, lokalnie dochodzące nawet do 200 μm, mogą prowadzić do obniżenia własności mechanicznych kompozytu.

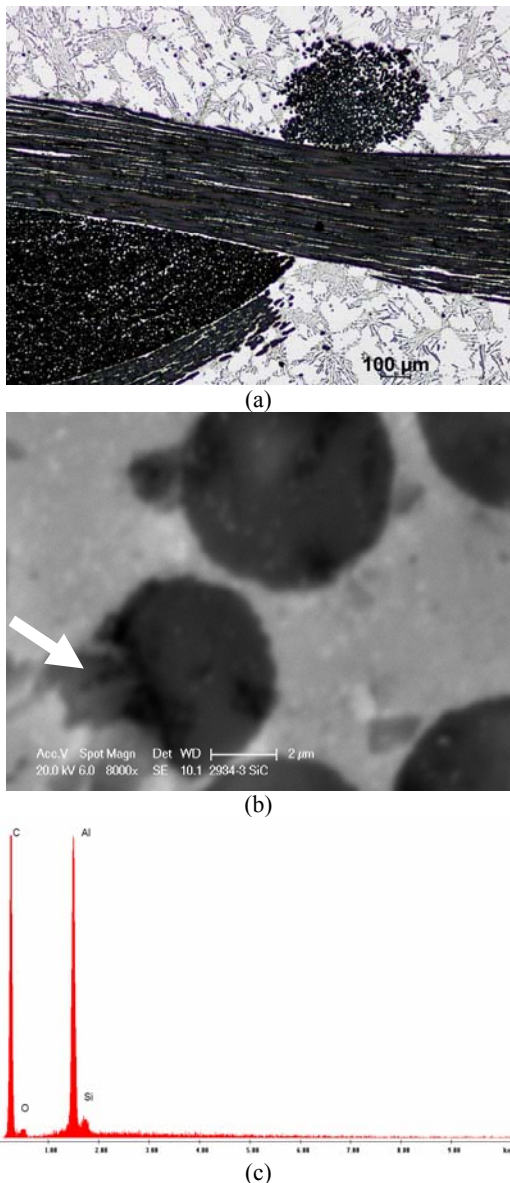


Rys. 3. Struktura kompozytu AlSi9Mn/C_f(Ni), infiltracja w prasie Degussa: a) OM; b) SEM.

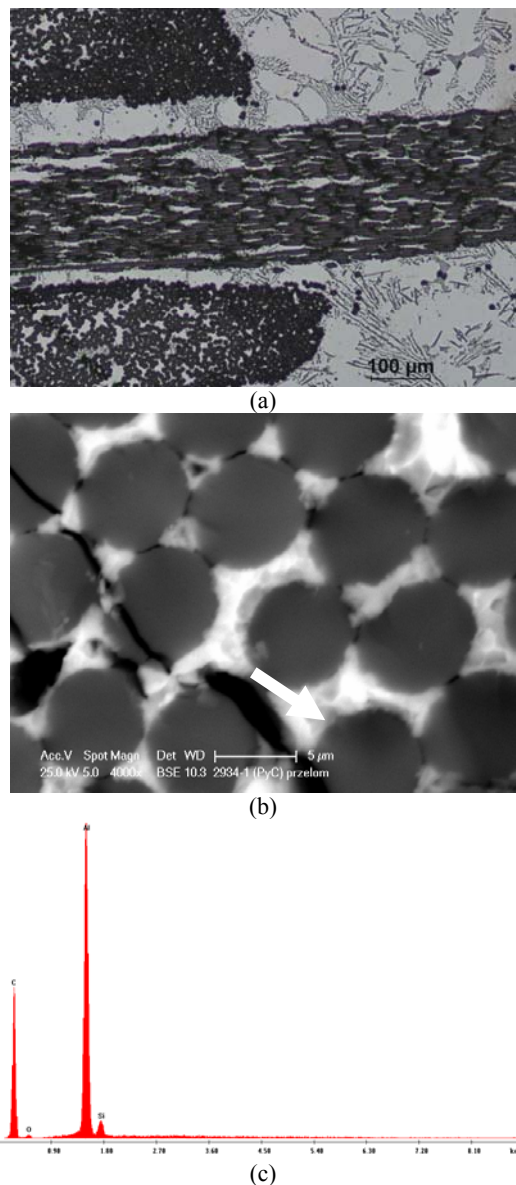
Fig. 3. Structure of AlSi9Mn/C_f(Ni), infiltration in Degussa press: a) OM; b) SEM.

Jak wykazała analiza struktury przeprowadzona dla pozostałych kompozytów, zarówno zastosowanie tkanin węglowych

z pokryciem SiC, jak i z powłoką w postaci węgla pyrolitycznego zapewnia makroskopowo pełne przesylenie przygotowanych preform węglowych w warunkach infiltracji ciśnieniowo-próżniowej, (rys. 4a,5a). Jednak lokalnie zaobserwowano nieciągłość powłok ochronnych na włóknach, co może powodować degradację włókien węglowych w mikroobszarach i narastanie kruchej fazy węglkowej (Al_4C_3) na ich powierzchni. Obserwowane niekorzystne zjawisko wykazała przeprowadzona analiza struktury na granicy rozdziału włókno węglowe-osnowa (rys. 4b, 5c), a także analizy punktowe EDX z obszaru wskazanego strzałką na rysunkach 4c i 5c.



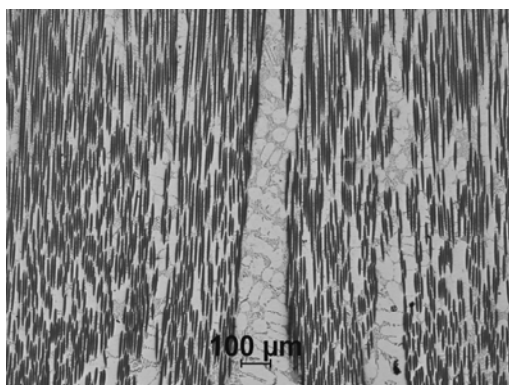
Rys. 4. Struktura kompozytu $AlSi9Mn/C_f(SiC)$, infiltracja w prasie Degussa: a) OM; b) SEM; c) EDX.
 Fig. 4. Structure of $AlSi9Mn/C_f(SiC)$, infiltration in Degussa press: a) OM; b) SEM; c) EDX.



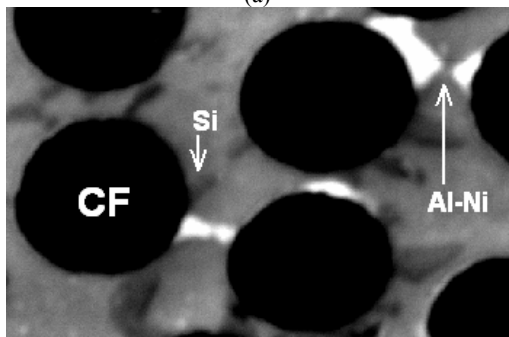
Rys. 5. Struktura kompozytu $AlSi9Mn/C_f(PyC)$, infiltracja w prasie Degussa: a) OM; b) SEM; c) EDX.
 Fig. 5. Structure of $AlSi9Mn/C_f(PyC)$, infiltration in Degussa press: a) OM; b) SEM; c) EDX.

Najlepsze połączenie komponentów, uzyskano w kompozycie $AlSi9Mn/C_f(Ni)$ otrzymanym w procesie gazowo-ciśnieniowej infiltracji - GPI, (rys. 7,8). Analiza mikrostruktury oraz obserwacja przelomów, nie wykazała oddzielania włókien od osnowy i ich wyciągania. Zniszczenie kompozytu następowało poprzez włókna. W obszarze granicznym włókno-osnowa zidentyfikowano nikiel związany w fazę z układu Al-Ni oraz krzem (rys. 7b). Przeprowadzone badania struktury nie wykazały obecności węgla aluminium na granicy włókno-osnowa (rys. 7b), a także w osnowie (rys. 8), co pozwala przypuszczać, że kompozyt będą charakteryzowały dobre właściwości

mechaniczne. Jednak w celu ostatecznego potwierdzenia uzyskanych wyników i analiz konieczne są dalsze badania strukturalne z wykorzystaniem możliwości transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), co będzie tematem dalszych publikacji dotyczących kształtowania struktury i właściwości kompozytów stop aluminium-włókno węglowe.



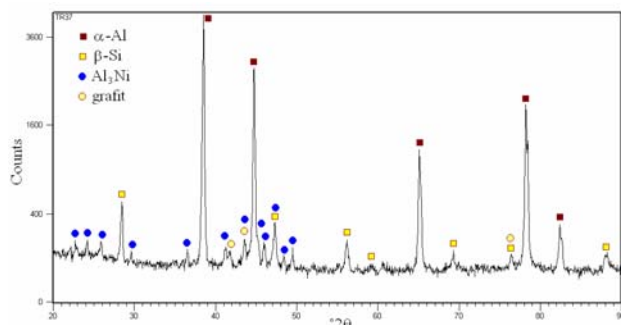
(a)



(b)

Rys. 7. Struktura kompozytu AlSi9Mn/CF(Ni), infiltracja GPI: a) OM; b) SEM, pow. 4000x.

Fig. 7. Structure of AlSi9Mn/CF(Ni), infiltration GPI: a) OM; b) SEM, mag. 4000x.



Rys. 8. Analiza fazowa XRD.

Fig. 8. XRD phase analysis.

4. Podsumowanie

Dotychczasowe rezultaty badań, potwierdziły słuszność przyjętych założeń technologicznych dotyczących konieczności

odpowiedniego doboru składu chemicznego stopu aluminium z przeznaczeniem na osnowę kompozytów zbrojonych włóknami węglowymi. Wskazany jest również właściwy dobór parametrów wytwarzania kompozytu w kierunku obniżenia temperatury i maksymalnego skrócenia czasu procesu infiltracji włókien ciekłym stopem Al. Krótszy czas kontaktu ciekłego metalu z preformą węglową zapewnia proces infiltracji gazowociśnieniowej, co jak wykazano ogranicza powstawanie kruchych faz na granicy rozdziału włókno-osnowa. Dalsze prace skoncentrują się na doborze modyfikacji stopu osnowy AlSi9Mn, w celu zapewnienia odpowiednich warunków zwilżania w układzie Al/CF i ograniczenia reaktywności pomiędzy komponentami w procesach infiltracji ciśnieniowej (*prasa Degussa, GPI*). Zaplanowane badania dotyczyć będą także doboru warunków obróbki cieplnej stopu i kompozytu, umożliwiających kształtowanie właściwości projektowanego materiału kompozytowego.

Podziękowania

Projekt międzynarodowy finansowany ze środków na naukę w latach 2010-2012 jako projekt badawczy 769/1/N-DFG/2010/0.

Literatura

- [1] D. Hull, T. W. Clyne, An introduction to composite materials, Cambridge University Press, 1996
- [2] A. Urena, J. Rams, M.D. Escalera, M. Sanchez: Characterization of interfacial mechanical properties in carbon fiber/aluminium matrix composites by the nanoindentation technique, Composites Science and Technology 65 (2005) s. 2025–2038.
- [3] A. Dolata-Grosz, M. Dyzia, J. Śleziona: Influence of modification on structure, fluidity and strength of 226D aluminium alloy, Archives of Foundry Engineering, Vol. 8, Special Issue 3/2008, s. 13-16.
- [4] A. Urena, J. Rams, M.D. Escalera, M. Sanchez: Effect of copper electroless coatings on the interaction between a molten Al-Si-Mg alloy and coated short carbon fibres, Composites: Part A 38 (2007), s. 1947–1956.
- [5] J. Rams, A. Urena, M.D. Escalera, M. Sanchez Electroless nickel coated short carbon fibres in aluminium matrix composites Composites: Part A 38 (2007), s. 566–575.
- [6] M. Brown, P. Hayes, P. Prangnell: Characterisation of thin silica films deposited on carbon fibre by an atmospheric pressure non-equilibrium plasma (APNEP), Composites: Part A 33 (2002) 1403–1408.
- [7] Z. Zarański, I. Łosik, Z. Bojar: Badania właściwości włókien węglowych po modyfikacji ich powierzchni, Kompozyty (Composites) 2(2002)5, str. 318-322.
- [8] H.-D. Steffens, B. Reznik, V. Kruzhanov W. Dudzinski, Carbide formation in aluminium-carbon fibre-reinforced composites, Journal of Materials Science 32 (1997) 5413-5417
- [9] I. Łosik, Z. Zarański, Z. Bojar: Badania granicy rozdziału w kompozytach metalicznych zbrojonych włóknami węglowymi, Kompozyty (Composites) 2(2002)5.

- [10] J. F. Silvain, J. M. Heintz, M. Lahaye, Interface analysis in Al and Al alloys/Ni/carbon, Composites, Journal of Materials Science, 35 (2000), s. 961–965
- [11] T.R. Vijayaram, S. Sulaiman, A.M.S. Hamouda, M.H.M. Ahmad: Fabrication of fiber reinforced metal matrix composites by squeeze casting technology, Journal of Materials Processing Technology 178 (2006) 34–38.
- [12] W. Hufenbach, M. Gude, A. Czulak, J. Śleziona, A. Dolata-Grosz, M. Dyzia, Development of Textile-Reinforced Carbon Fibre Aluminium Composites Manufactured with Gas Pressure Infiltration Methods, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, Vol. 35, Issues 2, 2009, p.177-183.
- [13] M. Dyzia, A. Dolata-Grosz, J. Śleziona: Aspekty technologiczne wytwarzania kompozytów stop aluminium włókno węglowe- dobór materiału osnowy, Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji, Vol. 30 nr 3, 2010, s. 19-25.
- [14] A. Dolata-Grosz, M. Dyzia, J. Śleziona: Wytwarzanie i struktura nasycanych kompozytów Al -włókno węglowe: Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji, Vol. 30 nr 3, 2010, s. 11-18.
- [15] M. Dyzia A. Dolata-Grosz, J. Śleziona W. Hufenbach, M. Gude, A. Czulak: Infiltration test of carbon fibres textile by modified AlSi9Cu(Fe), (Composites) 9:3 (2009), p. 210-213.
- [16] <http://www.wilk.mw.tu-dresden.de/PAK258> N. Sobczak – raport w ramach projektu PL2_Sobczak field
- [17] A. Dolata-Grosz, M. Dyzia, J. Śleziona: Kompozyty Al/CF wytwarzane metodami infiltracji ciśnieniowej, Kompozyty (Composites), 2011, w druku.

Structure of Al-CF composites obtained by infiltration methods

Abstract

The structure of the composites obtained in infiltration processes 2D and 3D carbon preform by liquid Al alloy have been presented in this paper. An aluminum alloy with silicon and manganese AlSi9Mn (trimal 37-TR37) was applied in the researches. As the reinforcement used carbon perform prepared with various protective barriers such as the nickel coating, the coating of silicon carbide and pyrolytic carbon coating. Carbon preforms was prepared at the Institute for Lightweight Structures and Polymer Technology (ILK TU Dresden) and at the Institute of Technology and Ceramic Systems (Fraunhofer-IKTS). The process of infiltration of carbon perform by liquid aluminium alloy was carried out using a pressure-vacuum infiltration on the Degussa press and gas-pressure infiltration (GPI) in an autoclave designed and built at the Department of Materials Technology at the Silesian University of Technology. The obtained composites were characterized by a regular shape, with no surface casting defects. The best connection of components was observed in AlSi9Mn/Cf(Ni) composite, obtained by gas-pressure infiltration method (GPI). On metallographic specimens, good interface between fibres and the aluminium matrix were observed. The obtained research results justify the application of nickel coatings on the fibres. During the failure crack propagated across fiber. There was no presence of aluminum carbide on the fiber-matrix. It can be assumed that the composite will be characterized by the good mechanical properties. However, this requires further experimental verification planned in the next stage of research, in the project realized within the DFG program: "3D textile reinforced aluminium matrix composites for complex loading situations in lightweight automobile and machine parts".