

**Marek WOLSZCZAK, Zbigniew PAWELEC, Jarosław MOLENDĄ,
Małgorzata WRONA**
Instytut Technologii Eksploatacji – PIB, Radom

WPLYW PARAMETRÓW GEOMETRYCZNYCH NAPEŁNIACZY METALICZNYCH NA WŁAŚCIWOŚCI WYTRZYMAŁOŚCIOWE KOMPOZYTÓW NA OSNOWIE ŻYWICY CHEMOUTWARDZALNEJ

Słowa kluczowe

Kompozyty metalożywicze, napełniacze metaliczne, właściwości mechaniczne, analiza obrazu, parametry geometryczne.

Streszczenie

W artykule przeprowadzono analizę wpływu rodzaju i parametrów geometrycznych proszkowych napełniaczy metalicznych na twardość, udarność i wytrzymałość na ściskanie materiałów kompozytowych. Na podstawie zdjęć mikroskopowych ziaren poszczególnych proszków i algorytmów analizy obrazu wyznaczono: współczynnik wydłużenia, współczynnik wydłużenia według Fere-ta i współczynnik kształtu, charakteryzujące geometrię ziaren napełniaczy.

Zbadano wpływ wyznaczonych parametrów geometrycznych napełniaczy metalicznych na twardość. Wyniki badań wskazują, że lepszymi właściwościami wytrzymałościowymi charakteryzują się kompozyty, zawierające napełniacze o stosunkowo dużych, wydłużonych i wielościennych ziarnach niż napełniacze o ziarnach małych i kulistych.

Wprowadzenie

Tworzywa kompozytowe otworzyły nowe możliwości i perspektywy przed inżynierią materiałową. Szczególnym obszarem aplikacyjnym, w którym materiały takie znajdują zastosowanie, jest regeneracja ruchomych elementów maszyn i urządzeń, wykonanych z metalu. Do tego celu wykorzystywane są kompozyty epoksydowe z odpowiednimi materiałami napełniającymi i komponentami uszlachetniającymi, które utwardza się głównie aminami. Możliwość zastosowania tego typu kompozytów jako materiałów regeneracyjnych jest determinowana odpowiednimi parametrami wytrzymałościowymi, które uzależnione są od zastosowanych napełniaczy, mających znaczący udział ilościowy w masie wytwarzanego kompozytu [1–4]. Najczęściej stosowanymi napełniaczami są w takich kompozytach proszki metali, zawierające w swym składzie m.in. żelazo, mangan, cynę, nikiel, chrom, a także miedź. Napełniacze te są zróżnicowane pod względem geometrycznym (są to głównie nieregularne bryły wielościenne lub kule) [5–7]. W związku z powyższym występują istotne różnice w wielkości całkowitej powierzchni kontaktu napełniacza z osnową polimerową, co w istotny sposób może wpływać na wypadkowy efekt wytrzymałości mechanicznej finalnego kompozytu [8].

Celem badań było określenie wpływu parametrów geometrycznych podstawowego napełniacza metalicznego na właściwości wytrzymałościowe kompozytów regeneracyjnych na osnowie żywicy epoksydowej.

1. Obiekty badań oraz sposób przygotowania kompozytów

Obiektem badań były kompozyty metalopolimerowe, przygotowane z żywicy epoksydowej oraz napełniaczy metalicznych o zróżnicowanych parametrach geometrycznych.

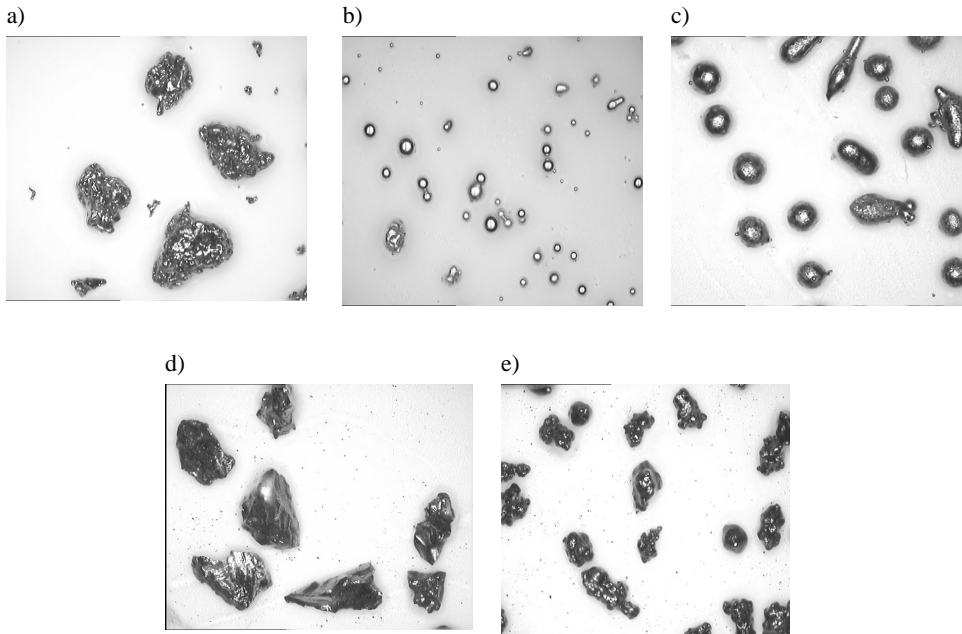
Jako napełniacze kompozytów zastosowano komercyjnie dostępne proszki:

- żelazo Fe (typ typ NC 100.24), prod. „Höganäs” Szwecja,
- stop Sn–Cu, prod. „LUT–SPAW” Polska,
- stop NiCrFe (Colmony 69 SC), prod. Wall Colmonoy Corporation,
- stop Fe–Mn, prod. „Alloys” Polska,
- żelazo Fe (typ MT-212), prod. „Alloys” Polska.

Wygląd ziaren poszczególnych typów napełniaczy przedstawiono na zdjęciach mikroskopowych zaprezentowanych na rys. 1.

Napełniacze te zastosowano do przygotowania kompozytów metalożywiczych o następującym składzie:

- żywica epoksydowa Epidian 5 – 100 cz. wag.,
- metaliczny napełniacz proszkowy – 300 cz. wag.,
- napełniacz włóknisty – 2 cz. wag.,
- grafit – 5 cz. wag.



Rys. 1. Obraz mikroskopowy metalicznych napełniaczy proszkowych: a) żelazo, b) stop Sn-Cu, c) stop NiCrFe, d) stop Fe-Mn, e) żelazo (typ MT-212)

Kompozyty przygotowywano w mieszalniku zetowym, wprowadzając do umieszczonej w nim żywicy epoksydowej napełniacz metaliczny, a następnie grafit oraz napełniacz włóknisty. Dozowanie poszczególnych składników prowadzono przy ciągłym mieszaniu, które kontynuowano jeszcze przez pół godziny od chwili zadozowania ostatniego komponentu. Proces mieszania pozwolił na ujednorodnienie materiału, a tym samym statystyczne rozłożenie poszczególnych składników w całej objętości kompozytu. Próbkę przygotowanego kompozytu utwardzono w temperaturze pokojowej za pomocą trietylenotetraaminy (w ilości 13,2 cz. wag.) i równolegle formowano kształtki, które po usieciowaniu poddano badaniom wytrzymałościowym.

2. Metody badania właściwości wytrzymałościowych kompozytów

Zbadano właściwości wytrzymałościowe utwardzonych próbek kompozytowych, w tym: twardość Brinella (wg PN-EN ISO 2039-1:2004), udarność (wg PN-EN ISO 179-1:2004), wytrzymałość na ściskanie (wg PN-EN ISO 604:2004). Oznaczenia twardości wykonano za pomocą twardościomierza Brinella (prod. Zwick, Niemcy), udarność mierzono młotem Charp'ego (prod. Zwick, Niemcy), natomiast wytrzymałość na ściskanie wyznaczano za pomocą maszyny wytrzymałościowej (prod. Instron, USA).

3. Metoda wyznaczania parametrów geometrycznych cząstek napełniaczy

Napełniacze poddano badaniom mikroskopowym i za pomocą algorytmów analizy obrazu wyznaczono parametry geometryczne, tj.: pole powierzchni binarnego obrazu cząstki, jego obwód, długość, szerokość oraz średnicę Fereta. Na podstawie zmierzonych wartości obliczono parametry złożone, takie jak: współczynnik wydłużenia, współczynnik kształtu oraz współczynnik wydłużenia wg Fereta.

Obrazy cząstek napełniaczy otrzymano za pomocą komputerowego systemu przetwarzania i analizy obrazu prod. *Computer Scanning Systems* (CSS). Obrazy mikroskopowe cząstek napełniaczy rejestrowano z wykorzystaniem funkcji EFI (ang. *Extended Focal Imaging*), umożliwiającej wybieranie ostrych fragmentów z wielu obrazów, pobieranych z różnych płaszczyzn głębi ostrości (składanie obrazów w osi Z). Analizę obrazów poprzedzono etapem przetwarzania, który obejmował: zwiększenie kontrastu, binaryzację oraz przekształcenia morfologiczne.

Do wyznaczenia poszczególnych parametrów wykorzystano wyniki pomiarów dziesięciu losowo wybranych ziaren napełniacza, spośród partii proszku, poddanej obserwacji mikroskopowej.

4. Wyniki badań i ich analiza

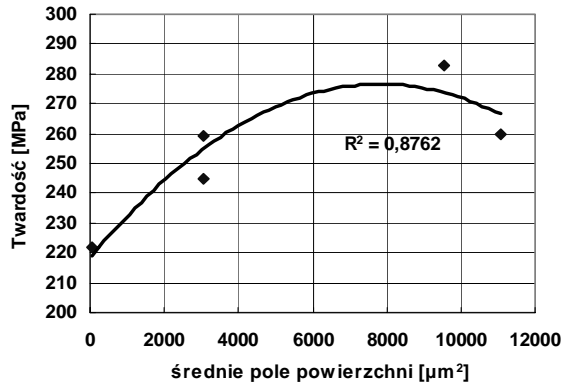
Wytypowane napełniacze metaliczne różniły się rozmiarami ziaren, co bezpośrednio wpływało na wielkość średniego pola powierzchni binarnego obrazu ziarna, uzyskanego podczas analizy jego obrazu mikroskopowego. Zestawienie wartości wyznaczonych pól powierzchni ziaren napełniaczy metalicznych przedstawiono w tab. 1. Zawierały się one w przedziale od $62 \mu\text{m}^2$ dla proszku stopowego SnCu do $11077 \mu\text{m}^2$ dla proszku FeMn.

Tabela 1. Zestawienie wartości średnich pól powierzchni binarnych obrazów ziaren napełniaczy metalicznych

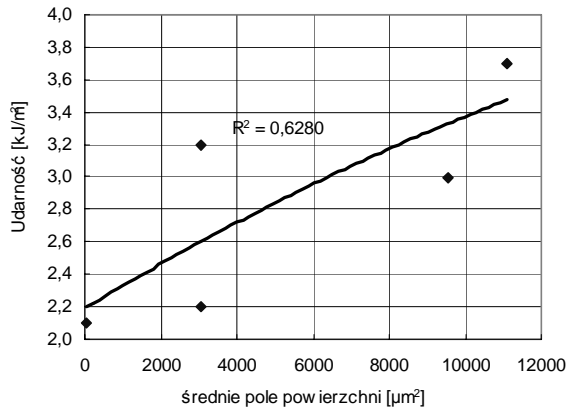
Lp.	Rodzaj napełniacza	Pole powierzchni [μm^2]
1	NiCrFe	3 043
2	FeMn	11 077
3	SnCu	62
4	Fe typ MT 212	3 044
5	Fe typ NC 100.24	9 527

Skorelowanie wyznaczonych wartości pól powierzchni binarnych obrazów ziaren napełniacza z parametrami, opisującymi właściwości wytrzymałościowe kompozytów wskazują, że istotne zależności występują jedynie pomiędzy polem powierzchni napełniacza metalicznego a twardością oraz udarnością kompozytu utwardzonego. Wyznaczone zależności przedstawiono na rys. 2 i 3. Uzyskane wyniki wskazują, że istnieje górna granica wielkości pola powierzchni ziarna napełniacza, przy której obserwuje się maksymalną twardość kompozytu meta-

lopolimerowego. Wartość ta kształtuje się na poziomie $8\ 000\ \mu\text{m}^2$. Należy również zauważyć, iż ze wzrostem wielkości pola powierzchni binarnego obrazu ziarna napełniacza wzrasta uduarność utwardzonego kompozytu.



Rys. 2. Zależność twardości kompozytów od średniego pola powierzchni napełniaczy



Rys. 3. Zależność uduarności kompozytów od średniego pola powierzchni napełniaczy

W przypadku pozostałych zbadanych parametrów, tj. wytrzymałości na ściskanie oraz odrywanie, nie stwierdzono ich istotnej korelacji z wartościami pól powierzchni binarnych obrazów ziaren napełniacza.

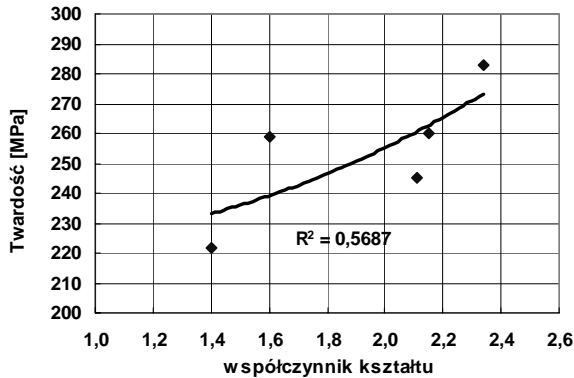
Zbadano także wpływ kształtu ziaren zastosowanych napełniaczy metalicznych na właściwości wytrzymałościowe utwardzonych kompozytów metalopolimerowych. Wartości wyznaczonych współczynników, opisujących cechy geometryczne ziaren napełniaczy przedstawiono w tab. 2.

Tabela 2. Zestawienie wartości średnich współczynników opisujących parametry geometryczne cząstek napełniaczy

Rodzaj napełniacza	Współczynnik		
	kształtu	wydłużenia	wydłużenia (wg Fereta)
NiCrFe	1,60	1,29	1,21
FeMn	2,15	1,51	1,38
SnCu	1,40	1,25	1,11
Fe typ MT 212	2,11	1,55	1,28
Fe typ NC 100.24	2,34	1,46	1,30

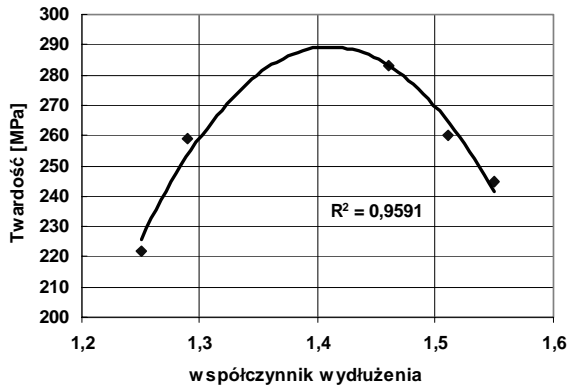
Analiza obliczonych parametrów opisujących geometrię ziaren wskazuje, że napełniacze NiCrFe oraz stop SnCu posiadają ziarna o kształcie kulistym, co jest uwidocznione wartościami współczynnika kształtu zbliżonymi do jedności, a ziarna pozostałych napełniaczy są wielościanami, na co wskazują współczynniki kształtu o wartości przekraczającej dwa.

Podjęto próbę korelacji wskaźników, opisujących właściwości mechaniczne kompozytów ze współczynnikami, charakteryzującymi cechy geometryczne napełniaczy, wykorzystanych do sporządzenia materiałów kompozytowych. Uzyskane zależności twardości kompozytu od poszczególnych parametrów geometrycznych napełniaczy przedstawiono na rys 4÷6.

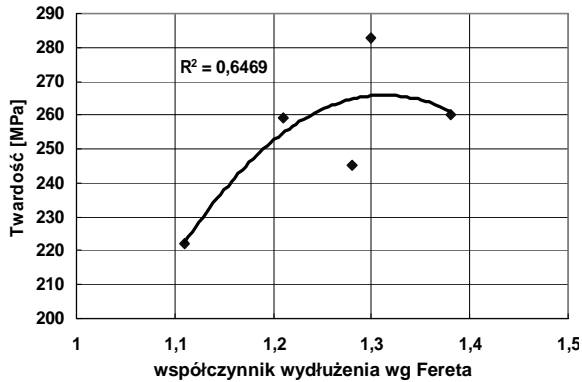


Rys. 4. Zależność twardości kompozytów od współczynnika kształtu napełniaczy

Analizując otrzymane rezultaty badań można stwierdzić, że twardość sporządzonych kompozytów chemoutwardzalnych istotnie zależy od kształtu zastosowanych napełniaczy. Najlepsze dopasowanie liniowe uzyskano w przypadku korelacji twardości i współczynnika wydłużenia (rys. 5). Stwierdzono występowanie optymalnej wartości tego współczynnika, która wynosi 1,4 i pozwala na uzyskanie najwyższej twardości kompozytu.



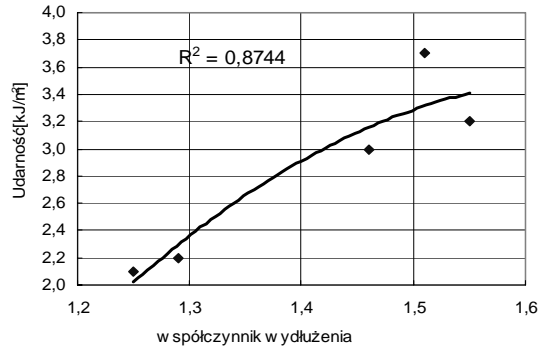
Rys. 5. Zależność twardości kompozytów od współczynnika wydłużenia napętniaczy



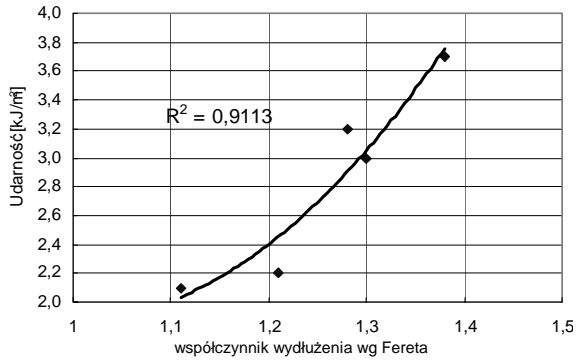
Rys. 6. Zależność twardości kompozytów od współczynnika wydłużenia wg Fereta

Zbadano wpływ parametrów geometrycznych ziaren napętniacza na udarność kompozytów, zawierających zbadane proszki metaliczne. Zaobserwowano stosunkowo istotną zależność udarność kompozytów od parametrów geometrycznych wprowadzonych napętniaczy, a w szczególności współczynnika wydłużenia i współczynnika wydłużenia obliczanego wg Fereta. Uzyskane zależności przedstawiono na rys. 7 i 8.

Analiza przedstawionych na rys. 7 i 8 zależności wskazuje, że w obu przypadkach udarność kompozytów rośnie wraz ze wzrostem współczynnika wydłużenia i współczynnika wg Fereta. Istnieje również korelacja pomiędzy udarnością a współczynnikiem kształtu stosowanych napętniaczy, którą przedstawiono na rys. 9.



Rys. 7. Zależność udarności kompozytów od współczynnika wydłużenia napełniacza

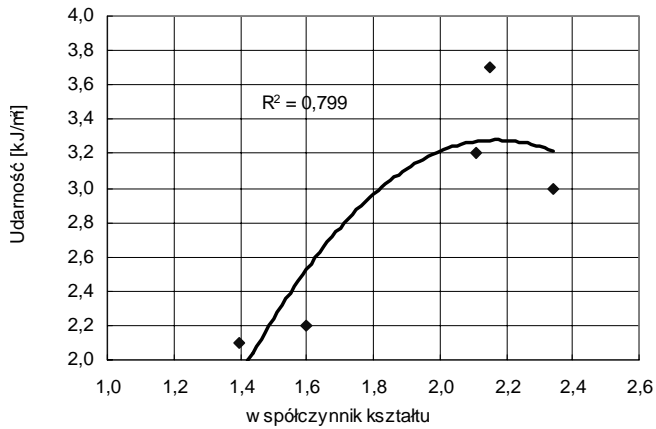


Rys. 8. Zależność udarności kompozytów od współczynnika wydłużenia wg Fereta

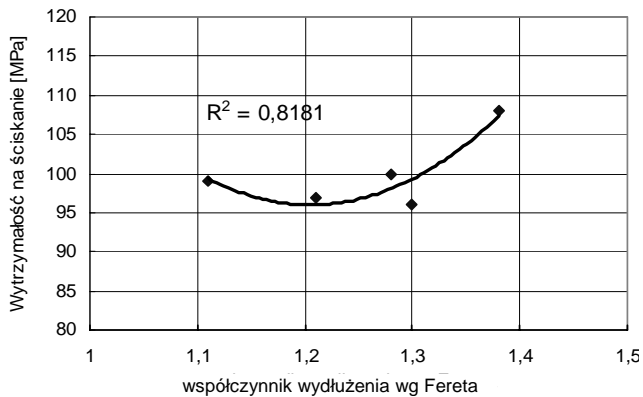
Otrzymane wyniki wskazują, że maksymalną udarność uzyskuje się dla kompozytów zawierających proszki o ziarnach w kształcie wielościanów, które charakteryzują się współczynnikami kształtu o wartościach powyżej 2.

Analizując natomiast wpływ parametrów geometrycznych cząstek napełniacza na wytrzymałość kompozytów na ściskanie (rys. 10) można zaobserwować, że zależy ona głównie od współczynnika wydłużenia, obliczonego wg Fereta.

Uzyskana zależność wskazuje, iż wytrzymałość na ściskanie rośnie dla wartości współczynnika wydłużenia wg Fereta większej niż 1,2. Nie zaobserwowano natomiast istotnej korelacji pomiędzy wytrzymałością na ściskanie a innymi ocenianymi współczynnikami, opisującymi cechy geometryczne ziaren napełniacza.



Rys. 9. Zależność udarności kompozytów od współczynnika kształtu napelniaczy



Rys. 10. Zależność wytrzymałości na ściskanie kompozytów od współczynnika wydłużenia wg Fereta

Podsumowanie

Na podstawie otrzymanych wyników badań można wnioskować, że czynnikami, wpływającym na właściwości mechaniczne materiałów kompozytowych, są cechy geometryczne napelniacza metalicznego, a w szczególności ich wielkość i kształt. Badane właściwości wytrzymałościowe uzależnione są w dużym stopniu od parametrów, opisujących kształt ziaren napelniaczy proszkowych. Stwierdzono, że twardość i udarność badanych kompozytów z udziałem proszkowych napelniaczy metalicznych jest uzależniona głównie od współczynników

wydłużenia oraz wielkości pola powierzchni binarnego obrazu ziarna napełniacza. Natomiast wytrzymałość na ściskanie badanych kompozytów jest w dużym stopniu uzależniona od współczynnika wydłużenia wg Fereta.

Podsumowując przeprowadzone badania można stwierdzić, że lepsze właściwości wytrzymałościowe kompozytów metalopolimerowych na podstawie żywicy epoksydowej daje stosowanie napełniaczy o wyższych współczynnikach kształtu i wydłużenia, charakterystycznych dla ziaren o kształcie wielościanów (proszek Fe i FeMn) niż napełniaczy, których ziarna mają kształt zbliżony do kulistego (proszek stopowy Ni-Fe-Cr).

Bibliografia

1. Zieliński J.: Blendy i kompozyty polimerowe. *Polimery*, 2002, 5, 305–309.
2. Sikora J.: Tworzywa epoksydowe jako materiały tribologiczne. Wybrane problemy tribologii. PWN, Warszawa 1990.
3. Capanidis D., Wieleba W., Ziemiański K.: Polimerowe łożyska ślizgowe z tworzyw termoplastycznych. *Poradnik Tribologii i Tribotechniki. Tribologia*, 1995, 6.
4. Leda M.: Problemy technologii wykonywania kompozytów polimerowych. Szkoła Kompozytów. Wyd. Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2003.
5. Janecki J., Dasiewicz J., Pawelec Z.: Wpływ składu chemicznego i granulometrycznego wybranych proszków Fe na właściwości użytkowe kompozytu. *Tribologia*, 2000, 3, 351–363.
6. Gunor A.: Mechanical properties of iron powder filled high density polyethylene composites. *Materials and Design*, 2007, 28, 1027–1030.
7. Blom P.D., Baikerikar K. G., Andereg J. W., Sheares V.: Fabrication and wear resistance of Al.-Cu-Fe quasierystal – epoxy composite materials. *Materials and Engineering*, A 360 (230), 46–57.
8. Gądek A., Kuciel S., Wojnar L., Dziadur W.: Zastosowanie komputerowej analizy obrazu do oceny struktur polimerów wzmacnianych. *Polimery*, 2006, 51, 3, 206–211.

Recenzent:
Ludomir ŚLUSARSKI

The influence of the geometrical parameters of metallic fillers on the strength properties of composites on the basis of chemical cured resin

Key words

Metal resinous composites, metallic fillers, mechanical properties, image analysis, geometrical parameters.

Summary

In the article, the analysis of the influence of the type and the geometrical parameters of metallic powder fillers on the hardness, impactness, and compression strength of composite materials was carried out. Based on microscope photograms of grains in each one of powders and image analysis algorithms the elongation coefficient, elongation coefficient by Feret and shape coefficient for characterization of geometry of fillers grains, were determined. The influence of determined geometrical parameters of metallic fillers on the hardness was investigated. The research results show that composites containing fillers with relatively large, elongation and polihedron grains are characterised by better strength properties than composites with small and spherical grains.

