

Razvoj postopkov izdelave Al/SiC kompozitov

The Development of Manufacturing Procedures of Al/SiC Composites

B. Šuštaršič¹, IMT Ljubljana
V. Kevorkijan, Tehniška fakulteta Maribor
J. Lamut, Naravoslovno tehniška fakulteta Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1995-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-01-22

Al/SiC kompoziti predstavljajo sodobne materiale, katerih bodočnost je nesporna, zaradi mnogih dobrih lastnosti, ki so primerljive tudi z nekaterimi Ti zlitinami. Trenutno je njihova uporaba še vedno omejena na letalsko industrijo in vojaške tehnologije. Pričakuje pa se, da bo v nekaj letih razvoj in komercializacija teh materialov napredovala do te mere, da bodo pričeli ti materiali prodirati tudi na druga področja. Tu imamo v mislih vse vrste transportnih vozil in predvsem avtomobilsko industrijo. Izdelava Al/SiC kompozitov je možna na več načinov: z umešavanjem relativno grobih delcev ojačitvene faze (SiC) v raztaljeno osnovo (talino Al zlitine), z infiltracijo keramičnih predoblikovancev in postopki metalurgije prahov. V okviru temeljnega projekta, ki ga financira MZT Republike Slovenije, smo v preteklem letu pričeli spoznavati to vrsto materialov in osvajati postopke njihove izdelave. Izdelali smo reaktor za umešavanje delcev v talino in pričeli praktične preizkuse izdelave kompozitov. Za primerjavo tega postopka in dosegljivih lastnosti smo izdelali tudi kompozite s postopkom metalurgije prahov. Predstavljeno je opravljeno razvojno raziskovalno delo s poudarkom na doseženih rezultatih in opisu težav, na katere smo naleteli pri reševanju povečanja omočljivosti ojačitvene faze, doseganju njene enakomerne porazdelitve v kovinski osnovi ter zmanjšanju neželenih reakcij med delci in matriksom.

Ključne besede: kompoziti s kovinsko osnovo, diskontinuirno ojačani Al/SiC kompoziti, postopki izdelave, lastnosti

Continuously and discontinuously reinforced Al/SiC metal matrix composites (MMCs) are promising modern materials because of their excellent properties, which can be compared with some Ti alloys. Currently, the applicability of MMCs is still limited to the military and the aerospace industry. However, in the near future, penetration of these materials can be expected in the field of civilian applications, such as: the auto industry, parts production for domestic appliances and computers, as well as sports and leisure equipment. There are several ways of manufacturing of discontinuously reinforced (DR) MMCs: with a direct incorporation of the reinforcement (SiC particles, platelets or whiskers) into the molten metal (Al alloy), by the infiltration of ceramic preforms or with powder metallurgy procedures. Although Slovenia is a small country, it has a relatively large primary and secondary production of Al and Al alloys, as well as a long tradition in the manufacturing of semi-finished products for the auto industry. There is, consequently, strong interest in any new materials which would increase the competitiveness of Slovene manufacturers. This has been an important factor for the recent decision of IMT, Ljubljana and the University of Maribor, supported by the local Al industry and the Slovenian government, to start developing their own technologies for the preparation of Al-based MMCs. These technologies combine "conventional" melting procedures (liquid-state processes: melt stirring, infiltration techniques, etc.) and powder metallurgy routes. This article gives an outline of our preliminary work in the preparation of Al/SiC MMCs, in particular, the obtained results, as well as a description of the problems relating to poor wettability of reinforcement, non-uniform distribution of reinforcement and phase reactions at the interface reinforcement/metal matrix.

Key words: metal matrix composites, discontinuously reinforced Al/SiC MMCs, preparation procedures, properties

1 Uvod

Razvoj kontinuirno in diskontinuirno ojačnih kompozitov s kovinsko (predvsem Al, Mg in Ti) osnovo (angl.: MMCs - Metallic Matrix Composites) je v zadnjem času precej napredoval. Zato so se poleg že tradicionalnih uporabnikov MMCs (letalska industrija, vojska) pojavili novi potencialni uporabniki. Možnosti za uporabo teh vrst materialov so predvsem v avtomobilski industriji¹, industriji računalnikov, beli tehniki in industriji športnih rekvizitov (teniški loparji, palice za golf, ogrodja in platišča gorskih koles itd.)²⁻⁴. Vzrok za povečano zanimanje za te vrste materialov na omenjenih področjih je sprememba pogojev gospodarjenja (zmanjšanje vojaških arsenalov, odpiranje Vzhodnega bloka, svobodno tržišče) in zato usmerjanje proizvajalcev teh materialov k netradicionalnim uporabnikom. Izdeleževalci kompozitov zato v zadnjem času vse bolj seznanjajo potencialne uporabnike z najnovejšimi dosežki,

novimi kompozitnimi materiali in možnostmi njihove uporabe v civilne namene. Dodaten zagon pomeni tudi spoznanje, da so možnosti za bistveno izboljšanje lastnosti konvencionalnih kovinskih materialov (zlitin) že precej omejene. Postopki izdelave MMCs so bili do nedavnega zelo zahtevni in zato zelo dragi. Z razvojem novih, boljših ter enostavnejših in zato cenejših postopkov izdelave keramičnih materialov, ki rabijo kot ojačitvena faza (predvsem kratkih in dolgih vlaken)⁵, kakor tudi postopkov izdelave samih kompozitov z za civilne uporabnike zanimivimi lastnostmi pa se prodor njihove uporabe še pospešuje. S povečanjem uporabe kompozitov lahko seveda pričakujemo še nadaljnje izboljšanje obstoječih postopkov izdelave kompozitov, razvoj novih postopkov in materialov ter tako še nadaljnje znižanje cen kompozitov, kakor tudi povečanje obsega njihove uporabe.

Kontinuirno ojačani (z dolgimi vlakni, angl.: long fibres or filaments and multifilaments) kompoziti imajo v primerjavi z diskontinuirno ojačanimi boljše, vendar anizotropne lastnosti. Diskontinuirno ojačani kompoziti pa so cenovno ugodnejši, saj so surovine za njihovo izde-

¹ Mag. Božidar Šuštaršič, dipl.inž.
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije
1000 Ljubljana, Lepi pot 11

lavo cenejše in tudi postopki izdelave kompozitov so enostavnejši. Ker so predmet našega dela predvsem diskontinuirno ojačani Al/SiC kompoziti (DR Al/SiC MMCs), se bomo v nadaljevanju omejili le nanje. Ojačanje kovinske osnove s keramičnimi delci prispeva k zmanjšanju toplotnega razteznostnega koeficienta, povečanju modula elastičnosti, povečanju kemijske in toplotne stabilnosti ter odpornosti proti obrabi. Prednost teh materialov je tudi v tem, da so lahki (tistih s kovinsko osnovo izdelano iz Mg, Al in Ti zlitin) in da lahko s pravilno izbiro tako kovinske osnove, kot tudi vrste in deleža ojačitvene faze oblikujemo material po željah kupca oziroma uporabnika. Kljub vsemu moramo poudariti, da Al/SiC MMCs niso idealen material. Imajo še vrsto pomanjkljivosti (slaba duktilnost in žilavost, težave z recikliranjem). Vendar lahko upravičeno pričakujemo, da bodo te pomanjkljivosti z nadaljnjim razvojem postopkov izdelave zmanjšane na najmanjšo možno mero. Najpogostejše tudi komercialno dostopni DR MMCs z Al osnovo so kompoziti, ki so ojačani z oksidi (predvsem Al_2O_3 delci, ploščicami ali kratkimi vlakni oziroma kosmiči - angl.: whiskers). Pri nas pa smo se odločili osvojiti, na osnovi lastnega in preko tuje literature dostopnega znanja, tehnologijo izdelave DR Al/SiC MMCs, ojačanih z različnim deležem in vrstami SiC (delci, ploščice, vlakna), ter pretehtati možnosti njihove uporabe. Zanima nas tudi, ali je možno dražje vrste SiC (kratka vlakna) vsaj delno nadomestiti s cenenimi SiC delci in ugotoviti kakšne so lastnosti kompozitov, ki imajo vgrajene različne deleže in kombinacije ojačitvene faze z različno morfologijo.

DR MMCs se lahko izdeluje na več načinov^{1,4,6,7}. Najaktualnejši je vsekakor postopek neposrednega umešavanja ojačitvene faze v kovinsko talino (angl.: melt stirring). Na ta način izdelane ingote kompozita je možno ponovno staliti in jih na konvencionalnih tlačnih strojih za litje Al, ob modificiranem postopku, ulivati velikoserijsko v izdelke zahtevnih oblik. Vendar se pri tem postopku srečamo s številnimi, zaenkrat še ne v celoti rešenimi problemi, kot so: slaba omočljivost keramike s tekočo kovino, reakcije na fazni meji, neenakomerna porazdelitev ojačitvene faze v kovinski osnovi in omejene možnosti glede vnosa zadostnega deleža čim manjših delcev ojačitvene faze. Omočljivost, na primer, lahko sicer povečamo na različne načine⁸: z dodatki v kovinsko osnovo (Mg, Si, Ti, Pb, Bi itd.), z zaščitno atmosfero oziroma vakuumom in dvigom temperature v reaktorski posodi, specialno konstruiranimi mešali, oplasčenjem ojačitvene faze (Ni, Cu itd.), kar pa vse oteži in predvsem podraži postopek in zmanjša njegovo konkurenčno sposobnost. Do sedaj, razen ameriškega podjetja Duralcan (Div. Alcan Aluminium Corp., San Diego, Calif.)⁹⁻¹³, še nihče ni razvil komercialnega postopka te vrste. Tudi ta postopek omogoča zaenkrat izdelavo kompozitov z največjo vsebnostjo do 20 vol. %, relativno grobih (cca 20 μm) in neenakomerno porazdeljenih SiC delcev v kovinski osnovi (zlitine Al-Si s 7 do 10 % Si, na primer zlitine tipa A356,

A357, A380). Postopek, ki naj bi omogočal vmešavanje večje količine delcev ojačitvene faze (do 25 vol. %) je takoimenovani compocasting (v literaturi znan tudi kot rheocasting) postopek⁴. Tu vmešavajo delce ojačitvene faze v kovino, ki se nahaja v testastem stanju. Mnogo bolj obetavni so postopki infiltracije (pod tlakom, v vakuumu, tudi angl.: squeeze casting) raztaljene kovine v keramični predoblikovanec (angl.: preform). Postopki so primerni za izdelavo kompozitov z visokim deležem ojačitvene faze (do 50 vol. % Al_2O_3 ali SiC kratkih vlaken). Postopek te vrste je že uporabljen za izdelavo visoko obremenjenih delov avtomobilskega dieselskega motorja (ojnice, obroči, bati)^{1,4,14}. Kljub vsemu se zdi, da so še najbolj široko uporabni in univerzalni postopki za izdelavo kompozitov postopki metalurgije prahov. Tu se ne srečujemo s problemom omočljivosti, izbiramo lahko skoraj poljubni delež, vrsto in velikost ojačitvene faze ter kovinske osnove. Zaradi tega, ker potekajo PM postopki pod temperaturo tališča kovinske osnove, tudi niso tako močno prisotni problemi reakcij na faznih mejah. Vendar se tudi tu srečujemo z nekaterimi problemi in omejitvami (aglomeracija drobnih submikronskih SiC delcev ali kratkih vlaken, komplicirane oblike - težka predelovalnost in obdelovalnost kompozitov, poškodbe vlaken med vročo deformacijo, zagotovitev kontakta med oksidiranimi delci kovinskega prahu in vlakni itd.)^{15,16}.

Kljub svoji majhnosti ima Slovenija močno primarno proizvodnjo čistega, kakor tudi predelovalno industrijo Al in Al zlitin ob istočasno tradicionalni in razvijajoči se industriji avtomobilskih delov za zahtevna tuja (predvsem zahodnoevropska) tržišča. Zato se tudi pri nas vse več razmišlja o osvajanju novih vrst materialov in povečanju konkurenčne sposobnosti naših proizvajalcev. Na IMT Ljubljana smo zato ob sodelovanju drugih RR organizacij (Univerzi v Ljubljani in Mariboru, IJS), podpori industrije in MZT pričeli osvajati tehnologije izdelave Al/SiC kompozitov, tako po postopkih talilniške metalurgije (umešavanje ojačitvene faze v raztaljeno kovino, infiltracija keramičnih predoblik), kot tudi po postopkih metalurgije prahov. Za začetek smo se v okviru temeljnega projekta MZT z naslovom: Priprava in študij lastnosti diskontinuirno ojačanih Al/SiC kompozitov s kovinsko osnovo, dodobra teoretično in praktično spoznali z zahtevnostmi priprave in lastnostmi teh materialov. Pripravljen pa je tudi že projekt aplikativnega raziskovanja z naslovom: Razvoj postopka izdelave profilov iz Al/SiC kompozitov z vročo ekstruzijo, ki naj bi predstavljal nadgradnjo temeljnega projekta. Ta bi omogočal zainteresiranemu porabniku (Impol, Slovenska Bistrica) počasno osvajanje izdelave teh materialov in prenos pridobljenega znanja v prakso.

V pričujočem prispevku je predstavljeno opravljeno začetno delo pri pripravi DR Al/SiC kompozitov. Delo predstavlja predvsem opis priprave kompozitov s postopki talilniške metalurgije in pripravo PM surovcev z različno vsebnostjo in morfologijo SiC, primernih za popolno zgostitev z vročim stiskanjem ali vročo ekstruzijo. Poudarek je na doseženih rezultatih in opisu težav,

na katere smo naleteli pri reševanju povečanja omočljivosti ojačitvene faze, doseganju njene enakomerne porazdelitve v kovinski osnovi ter zmanjšanju neželenih reakcij med delci in matriksom.

2 Eksperimentalno delo

2.1 Priprava DR PM Al/SiC MMCs

DR PM Al/SiC MMCs smo pripravljali iz treh vrst Al prahov: zračno atomiziranega (Al 99,5%, Exoterm Kranj), atomiziranega v zaščitnem (Ar) plinu (Al zlitina ASTM 6061, Imperial College, Anglija) in vodno atomiziranega prahu (Al zlitina ASTM 6061, IMT Ljubljana). Sledilo je 30 minutno suho mešanje izbranih vrst Al prahov z različnim deležem (10 do 30 vol.%) in različno velikostjo ter morfologijo SiC delcev (kratka vlakna, ploščice, delci). O osnovnih lastnostih SiC, ki je bil izbran kot ojačitvena faza, smo že poročali⁷.

Vse izbrane in uporabljene Al prahove, kakor tudi SiC materiale smo pregledali na optičnem in vrstičnem elektronskem mikroskopu (SEM). Izdelali smo standardne sejalne analize, kakor tudi analize velikostne porazdelitve delcev z laserskim granulometrom (Silas Alcatel granulometer HR 850) Al prahov. Tako smo lahko določili velikostne porazdelitve delcev, povprečne velikosti delcev in specifične površine uporabljenih materialov. Ti parametri so osnovni pokazatelji uporabnosti izbranih materialov za izdelavo kompozitov.

Konsolidacijo oziroma zgoščevanje mešanic smo izvedli s hladnim izostatskim stiskanjem (CIP) v gumijastih modelih dveh velikosti (ϕ 35 x 120 mm, primernih za nadaljnje zgoščevanje z vročim stiskanjem in ϕ 70 x 120 mm, primernih za nadaljnje zgoščevanje z vročim ekstrudiranjem). Manjše surovce smo pripravljali v dveh fazah (na 100 t hidravlični stiskalnici, IJS pri tlakih 350 MPa in 750 MPa). Na manjših surovcih smo že tudi pričeli s preliminarimi preizkusi vročega stiskanja v grafitnem orodju pri temperaturah 10-50°C pod tališčem Al osnove (30 minut pri tlaku max. 50 MPa). Večje surovce smo pripravljali pri tlaku = 370 MPa na CIP stiskalnici Autoclave Engineers tip IP-4-22-60(S). Enakomerno nasutje pred CIP stiskanjem smo dosegli z rahlim stresanjem gumijastih modelov, napolnjenih s pripravljenimi mešanicami Al prahov in SiC.

Pri pripravi kompozitov so se pojavljale težave (slaba trdnost surovcev), predvsem pri pripravi vzorcev z večjo vsebnostjo ojačitvene faze (30 vol.% vlaken) in pri plinsko atomiziranem prahu (delci kroglične oblike - slaba stisljivost).

Izdelane CIP surovce in prve vroče stisnjene PM Al/SiC smo pregledali na optičnem in SEM mikroskopu. V teku je končna priprava večjih CIP surovcev za zgoščevanje z vročo ekstruzijo (priprava Al kontejnerjev, ki preprečujejo preveliko obrabo ekstruzijskega orodja). Rezultati zgoščevanja z vročo ekstruzijo in dosežene lastnosti kompozitov bodo zato objavljeni kasneje.

Pripravljeni kompoziti bodo po vročem zgoščevanju tudi osnova za študij dogajanj na fazni meji keramika/kovinska osnova v povezavi z lastnostmi izdelanih kompozitov ter v odvisnosti od izbrane morfologije ojačitvene faze in vrste kovinske osnove. Teoretična gostota Al/SiC kompozitov je v povprečju 2,76 g/cm³ (odvisno od vrste zlitine in deleža ojačitvene faze). S CIP postopkom smo dosegli od 80 do 95% zgostitev, kar je zadovoljivo za to vrsto postopka.

2.2 Priprava DR Al/SiC MMCs s postopki umešavanja ojačitvene faze

V okviru priprave Al/SiC kompozitov z umešavanjem ojačitvene faze v raztaljeno kovinsko osnovo smo izdelali eksperimentalni reaktor. Na obstoječi induktivni talilni sistem smo dogradili mešalo z zvezno regulacijo vrtiljavev. Preiskuse umešavanja smo izvajali z dvema geometrijama mešal: paličastim mešalom (kot pri atritorskem mlinu) in dvojnimi zaprtim mešalom (kot mešalo za smetano - mikser). Mešala so bila izdelana iz nerjavečega jekla in prevlečena z grafitno mastjo. Ugotovili smo, da bo v prihodnosti potrebno izdelati SiC, ali pa s tanko plastjo keramike (Al₂O₃, MgO) prevlečena mešala, saj se pri daljšem delu z mešalom pri delovnih temperaturah med 700 in 1000°C, mešalo raztaplja v raztaljeni kovini. Doziranje ojačitvene faze smo zaenkrat izvajali ročno v vrtinec taline. Izvedli smo tudi preizkus z direktnim vpihovanjem SiC delcev v talino, vendar je zaradi majhne količine taline ($\approx$ 3 kg) oziroma majhne višine (globine) $\approx$ 25 cm visoke kopeli brizganje taline preko grafitnega lonca preveliko in zato, kljub zaščiti, prenevarno. Pri tlakih, ki so potrebni za te vrste preizkusov bi zato potrebovali mnogo globlji talilni lonec. Preiskuse smo izvajali neposredno na zraku in pri prepihanju taline z zaščitnim plinom. Pokazalo se je, da bi bilo potrebno imeti zaprto izvedbo reaktorja za delo v zaščitni atmosferi ali še bolje v vakuumu, saj že najmanjša prisotnost nastalih oksidov drastično zmanjšuje kot omakanja med Al in SiC ter tako zavre skoraj v celoti vnos ojačitvene faze v kovinsko kopel. Moti tudi turbulenca, ki je posledica induktivnega ogrevanja. Tako mislimo, da bi bil za takšno delo primernejši električni uporovni ogrevalni sistem, pri katerem je lažji tudi nadzor in vzdrževanje konstantne temperature kovinske kopeli.

V reaktorju smo izvajali tako preiskuse vmešavanja nad tališčem zlitin, kot tudi v tako imenovanem testastem stanju, ki pa ni uspelo, verjetno zaradi težav z vzdrževanjem konstantne temperature v ozkem temperaturnem intervalu.

Za preizkuse smo izbrali tehnično čisti Al, Al-12Si (silumin), Al-Mg-Si-Cu-Cr (ASTM 6061), Al-Fe (5-10 mas.%) in Al, ki smo mu v talino dodajali Cu, Mg oziroma Si. Še najbolj zadovoljive rezultate je dalo vmešavanje 60 μ m ploščic in delno tudi drobnih ($\approx$ 1 in 5-10 μ m) delcev SiC v silumin. S postopkom umešavanja v tekočem stanju smo pripravili tako že prve materiale.

Izvedena je osnovna mikrostrukturalna karakterizacija pripravljenih kompozitov na optičnem in SEM mikroskopu ter določena porazdelitev osnovnih kemičnih elementov na elektronskem mikroanalizatorju.

3 Rezultati in diskusija

3.1 DR Al/SiC kompoziti, pripravljeni po postopkih metalurgije prahov

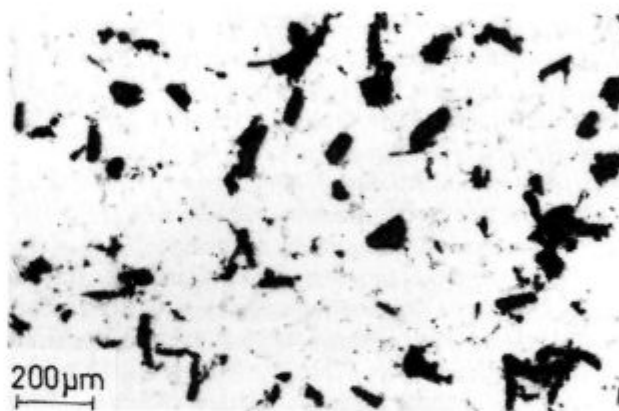
Preiskave na optičnem in SEM mikroskopu so pokazale, da ima plinsko atomizirani prah Al zlitine Al 6061 pravilno oblikovane kroglične delce, ki so na površini le rahlo oksidirani ($\leq 0,05\%$ O₂). Sejalna analiza tega prahu je pokazala, da ima prah dvogrbo (bimodalno) velikostno porazdelitev delcev ($D_{50} \approx 32 \mu\text{m}$ in $S \approx 0,1 \text{ m}^2/\text{g}$). Zaradi pravilne oblike delcev je stisljivost tega prahu zelo slaba. Tako se je pokazalo, da je ta prah manj primeren za zgoščevanje s CIP. Vodno atomizirani prah Al zlitine 6061 ima nepravilno oblikovane, na površini močno oksidirane delce ($\geq 1\%$ O₂). Velikostna porazdelitev delcev tega prahu je tudi bimodalna. Za zgoščevanje s CIP smo uporabili samo frakcije prahu pod $125 \mu\text{m}$ ($D_{50} \approx 40 \mu\text{m}$). Zaradi značilne morfologije, ki jo ima vodno atomizirani prah, je le ta primeren za zgoščevanje s CIP in izdelani CIP surovci imajo dobro zeleno (surovo) trdnost. Vendar pa se pri površinsko oksidiranih prahovih vedno pojavi problem trdnega (intimnega kovinskega) stika med posameznimi delci zaradi česar so lahko tudi končne lastnosti izdelanega kompozita slabe. Zračno atomiziran prah 99,5% Al ima nepravilno oblikovane (kapljičaste/vlaknaste), na površini srednje oksidirane delce ($\leq 0,2\%$ O₂). Za pripravo CIP surovcev smo uporabili samo frakcije pod $150 \mu\text{m}$ ($D_{50} = 85 \mu\text{m}$). CIP surovci, izdelani iz tega prahu, imajo zadovoljivo trdnost, vendar samo pri vsebnosti SiC delcev do 20 vol.%.

Pri metalografskem pregledu prahu β SiC, uporabljenem za pripravo kompozitov, smo opazili prisotnost skupkov (aglomeratov), drobnih ($\leq 0,5 \mu\text{m}$) delcev. Podobno je metalografski pregled heksagonalnih ploščic α SiC pokazal neko vsebnost nepravilno oblikovanih ploščic, kakor tudi manjših delcev. Podobno smo pri uporabljenih viskerjih β SiC opazili neko vsebnost aglomeratov, ki lahko drastično poslabšajo končne lastnosti kompozita⁵. Dobro je namreč znano, da so mehanske lastnosti kompozita pri dani morfologiji in vsebnosti ojačitvene faze predvsem odvisne od velikosti delcev ojačitvene faze. Zato izbrane ploščice in grobi SiC prah, izdelan v tovarni dušika Ruše, nista najprimernejša materiala za izdelavo visoko kakovostnih Al/SiC kompozitov.

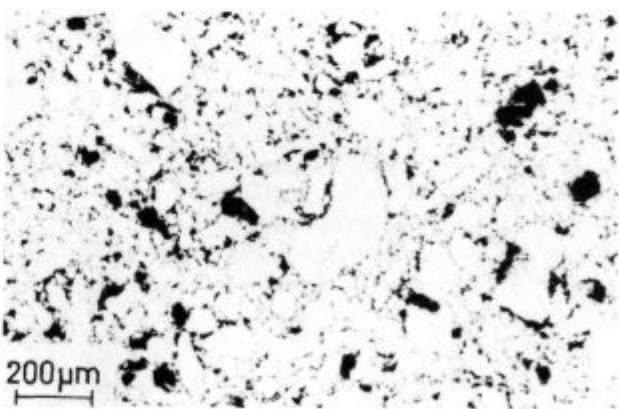
Metaloografske preiskave CIP surovcev in vzorcev, zgoščenih z vročim stiskanjem, kažejo, da smo relativno enakomerno porazdelitev ojačitvene faze dosegli samo pri mešanica, ki so vsebovale večje SiC ploščice (glej sliko 1) in večje SiC delce. Pri mešanica, kjer smo uporabili finejše prahove ali viskerje pa smo ugotovili

neenakomerno porazdelitev ojačitvene faze v kovinski osnovi z velikimi aglomerati. Zato lahko ocenjujemo, da je suho mešanje za pripravo takšnih mešanic oziroma MMCs neprimeren postopek, saj je osnovna zahteva za dober kompozit enakomerna porazdelitev čim finejše ojačitvene faze v kovinski osnovi. Možni razlogi za aglomeracijo SiC so geometrijske narave (velikostne razlike med Al in SiC delci - *slika 2*) in elektrostatični naboji delcev. V prihodnosti bomo morali zato za pripravo te vrste kompozitov uporabiti posebne deaglomeracijske metode (uporaba polarnih topil, itd.)¹⁵⁻¹⁷, kakor tudi poskrbeti za čim ožjo velikostno porazdelitev drobnega Al prahu in SiC (moko mešanje/mletje).

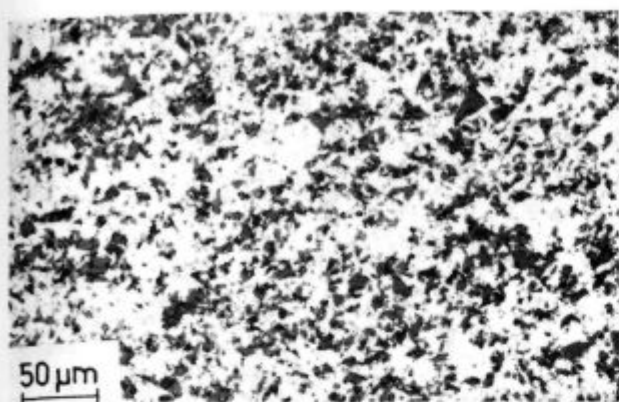
V okviru sodelovanja z inštitutom za materiale (Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik) pri Tehniški univerzi v Clausthalu, Nemčija smo pridobili tudi dragocen vzorec pri njih ekstrudiranega PM Al/SiC kompozita s približno 20 vol.% SiC (Al zlitina AA2014+T6), ki nam bo rabil za primerjavo z našimi materiali. Vzorec smo pregledali na metalografskem in vrstičnem elektronskem mikroskopu ter analizirali z elektronskim



Slika 1: Posnetek na optičnem mikroskopu vroče stisnjenega PM Al/SiC MMCs, ki vsebuje 20 vol.% SiC ploščic
Figure 1: Optical micrograph of hot pressed PM Al/SiC MMCs containing 20 vol.% of SiC platelets

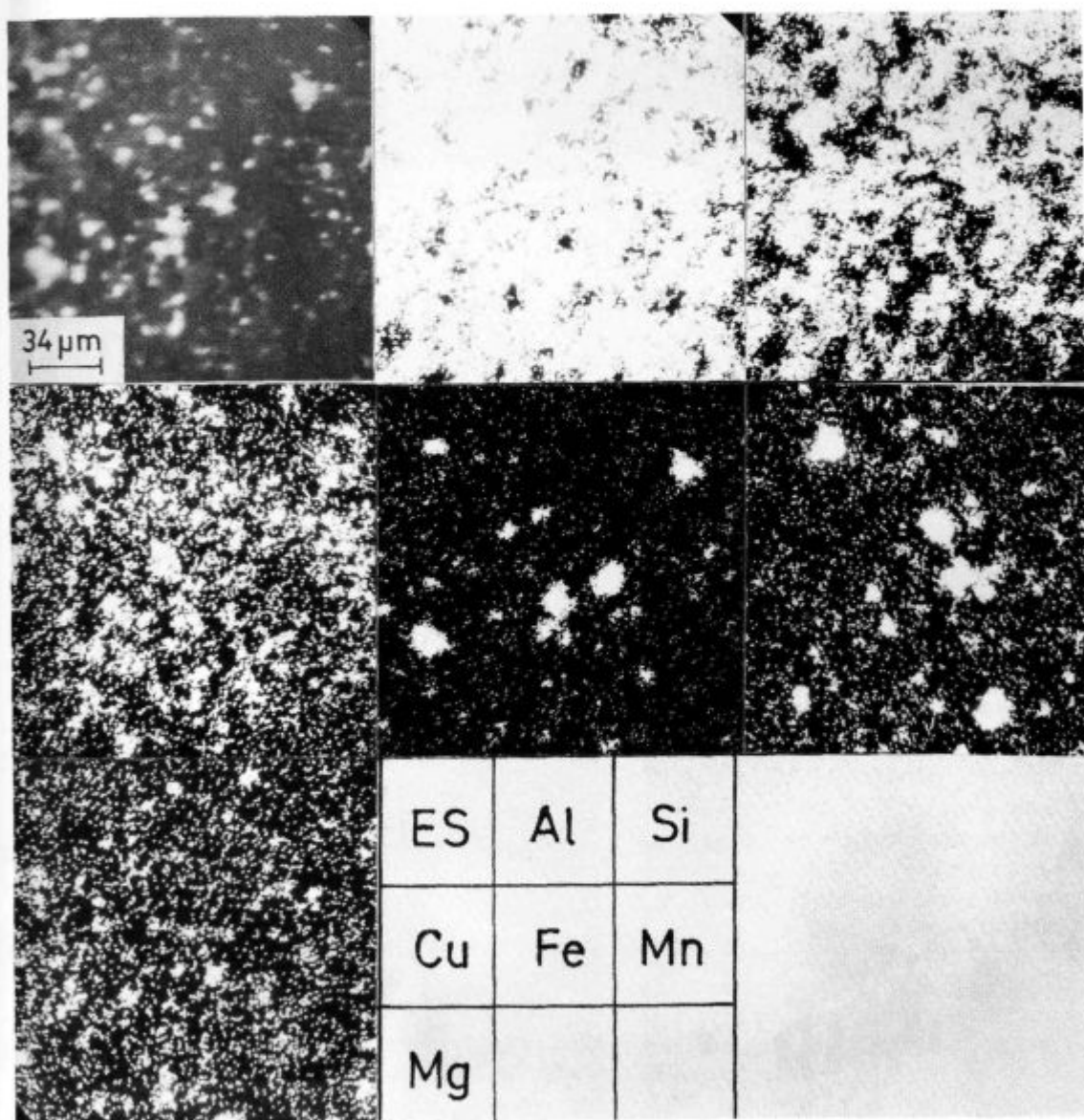


Slika 2: Posnetek na optičnem mikroskopu CIP vzorca Al/SiC MMCs z 20 vol.% SiC delcev. Opazne so velikostne razlike med Al in SiC delci ter njihova aglomeracija
Figure 2: Optical micrograph of CIP sample of Al/SiC MMCs containing 20 vol.% of SiC particles. Size differences of Al and SiC particles and agglomeration are evident



Slika 3: Metalografski posnetek mikrostrukture tujega vzorca PM Al/SiC kompozita s ~ 20 vol.% SiC delcev; pravokotno na smer vroče predelave (ekstruzije)

Figure 3: Optical micrograph of the typical microstructure of the foreign hot extruded sample of Al/SiC MMCs containing approximately 20 vol.% of SiC particles



Slika 4: Porazdelitev posameznih elementov po preseku tujega vzorca PM Al/SiC kompozita s ~ 20 vol.% SiC delcev, izdelana z elektronskim mikroanalizatorjem

Figure 4: Elements distribution in the cross section of the foreign hot extruded sample of Al/SiC MMCs containing approximately 20 vol.% of SiC particles obtained by micro probe analyzer

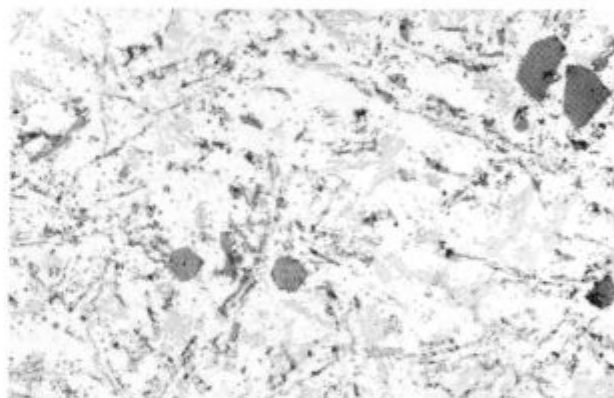
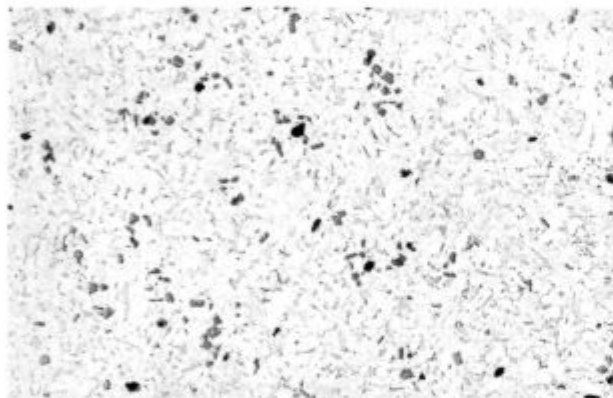
mikroanalizatorjem. Določene so bile tudi njegove osnovne mehanske lastnosti. Značilnost tega vzorca je, kot pri večini kompozitov te vrste, relativno neenakomerna porazdelitev, neenakomernih, relativno velikih (tudi do 20 μm), ostrorobnih delcev ojačitvene faze (SiC) v kovinski osnovi (glej **sliko 3**). Analiza z elektronskim mikroanalizatorjem pa je pokazala, da je med vročo ekstruzijo najbolj aktiven element Mg, ki difundira na mejne površine Al/SiC (glej **sliko 4**).

3.2 DR Al/SiC kompoziti, pripravljani z umešavanjem ojačitvene faze v kovinsko talino

Metalografske analize DR Al/SiC kompozitov, pripravljenih z umešavanjem ojačitvene faze v kovinsko talino, kažejo, da nam je uspelo izdelati prve kompozite, katerih značilnost je še nezadovoljiv vnos (majhen delež, neenakomerna porazdelitev) ojačitvene faze (glej **slike 5 a in b ter 6a in b**). Na **slikah 5a in b** je prikazana mikrostruktura izdelanega kompozita Al-Si12/SiC s pod 5 vol.% SiC delcev s povprečno velikostjo pod 10 μm . Opazna je količinsko nezadostna in neenakomerna porazdelitev ojačitvene faze. Na **slikah 6a in b** lahko opa-

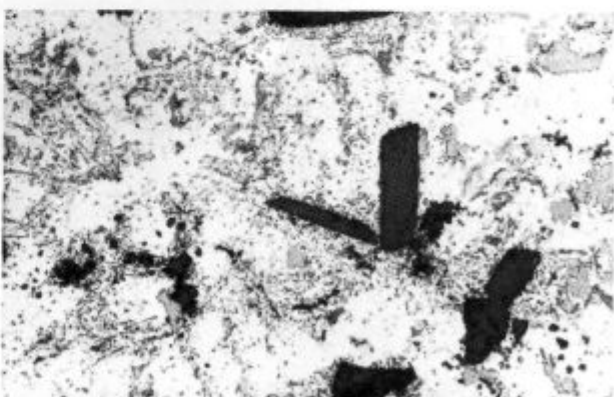
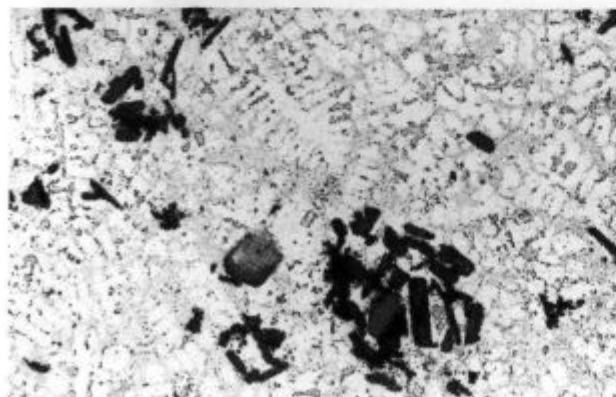
zimo podobne pojave tudi pri kompozitih z umešanimi ploščicami SiC. Analize z elektronskim mikroanalizatorjem pa so pokazale, da potekajo na fazni meji Al/SiC intenzivne reakcije. Predvsem poteka osiromašenje taline z Mg in njegova difuzija na fazne meje, tako da so delci praktično popolnoma obdani s tanko plastjo Mg (glej **sliko 7**). Zaradi reakcij na faznih mejah so opazne tudi poškodbe SiC ploščic.

Poleg že zgoraj nakazanih rešitev, ki bi izboljšale in poenostavile delovanje reaktorja, pa je za uspešno pripravo kompozitov po teh postopkih potrebno rešiti osnovni problem - drastično povečati omočljivost SiC z Al osnovo. To je tudi problem vseh drugih raziskovalcev. Rešitve bomo iskali v dodatkih, ki povečujejo omočljivost, z uporabo metaliziranih SiC delcev, z vpihovanjem posebnih plinov (SiF_6), z uporabo zaščitnih soli in drugih možnosti (med projektom porajajočih se idej). Zato smo tudi že pričeli odpravljati pomanjkljivosti izdelanega reaktorja za vmešavanje delcev SiC. Izdelana je konstrukcija, ki bo omogočala hitrejše izlivanje taline po vmešavanju. Spremenili smo tudi konstrukcijo mešal (lopaticice pod kotom). S tem pričakujemo učinkovitejše umešavanje. Mešala smo prevlekli s tanko plastjo



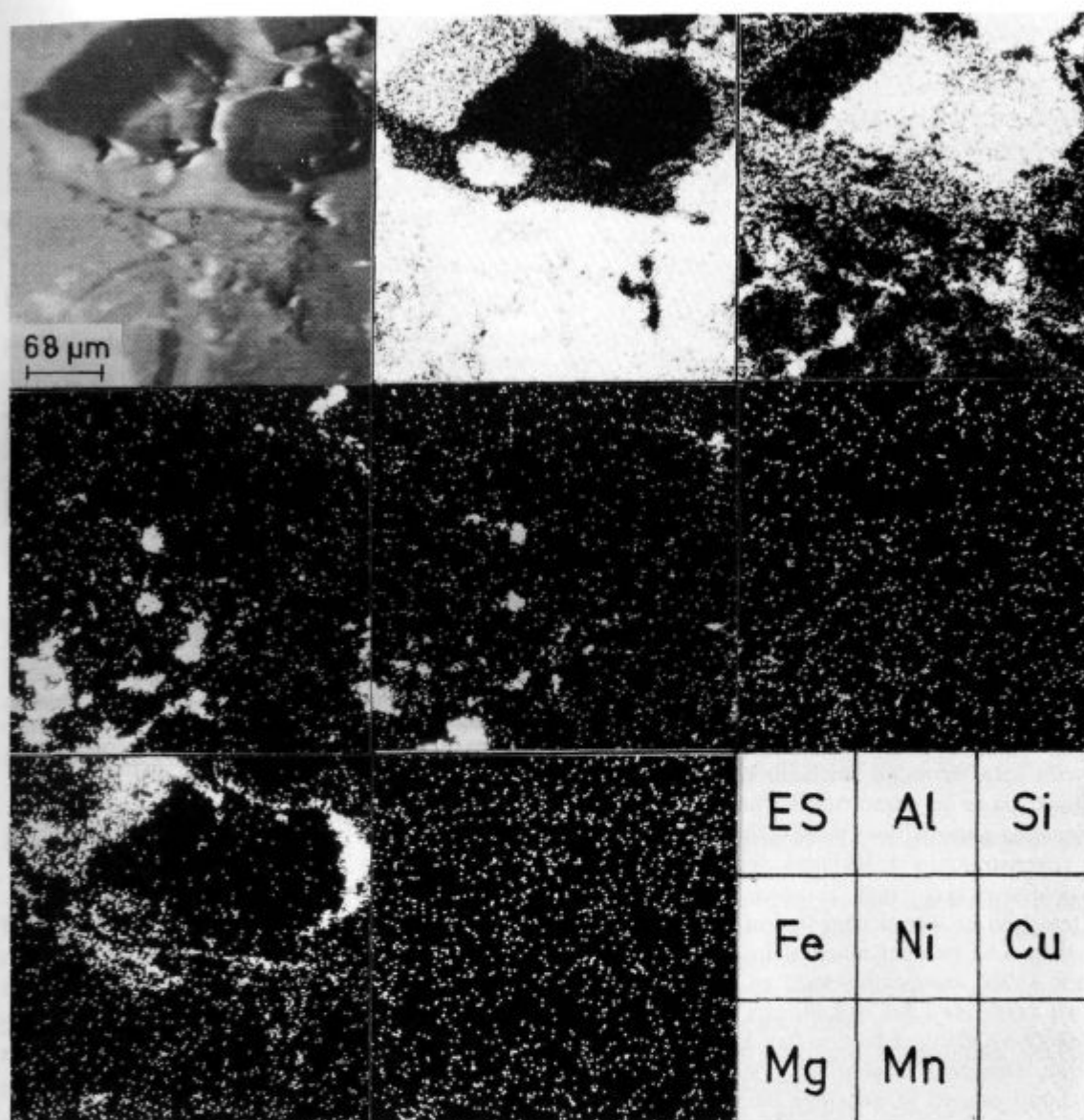
Slika 5: Metalografski posnetek mikrostrukture vzorca Al-Si12/SiC kompozita, izdelanega na IMT Ljubljana s postopkom umešavanja SiC delcev: a) pri 50 x in b) 200 x povečavi

Figure 5: Optical micrograph of the typical microstructure of MMCs with Al-Si12 metal matrix and SiC particles as reinforcement, manufactured at IMT Ljubljana with melt stirring procedure; magnification: a) 50 x and b) 200 x



Slika 6: Metalografski posnetek mikrostrukture vzorca Al-Si12/SiC kompozita, izdelanega na IMT Ljubljana s postopkom umešavanja SiC ploščic: a) pri 50 x in b) 200 x povečavi

Figure 6: Optical micrograph of the typical microstructure of MMCs with Al-Si12 metal matrix and SiC platelets as reinforcement, manufactured at IMT Ljubljana with melt stirring procedure; magnification: a) 50 x and b) 200 x



Slika 7: Porazdelitev posameznih elementov po preseku vzorca Al-Si12/SiC kompozita, izdelanega na IMT Ljubljana s postopkom umešavanja SiC ploščic, dobljena z elektronskim mikroanalizatorjem

Figure 7: Elements distribution in the cross section of the MMCs prepared at IMT Ljubljana with the incorporation of SiC platelets into the molten metal-alloy Al-Si12 obtained by micro probe analyzer

keramike (Al_2O_3 , MgO), kar naj bi povečalo njihovo obstojnost. V pripravi pa je tudi izdelava naprave, ki bo omogočala delo v zaščitni atmosferi in vakuumu.

Teoretične analize¹⁸ so pokazale, da bi bilo možno izboljšati omočljivost ojačitvene faze tudi na tak način, da bi v prvi fazi umešavanja imeli talino izredno bogato s Si, ki bi jo kasneje razredčili z Al. Vendar pa je v tem primeru pričakovati velike težave zaradi visokega tališča Si (visokofrekvenčna indukcijska talilna peč, problemi z mešali, raztapljanje SiC delcev) in njegove velike afinitete do kisika (kakovostna zaščitna atmosfera ali visoki vakuum), tako da so te vrste preizkusi zelo zahtevni in tudi praktično težko izvedljivi. Istočasno pa je vprašljiva ekonomičnost tega postopka.

Študij tuje strokovne literature¹⁹ po drugi strani kaže, da se vedno več raziskovalcev usmerja na razvoj kompozitov, ki imajo za kovinsko osnovo Mg (Mg-Al zlitine), zaradi izrednih problemov, ki nastopajo pri zagotavljanju omočljivosti SiC v Al zlitinah. Tega problema namreč pri Mg zlitinah ni, kar kažejo tudi naši eksperimenti (Al zlitine z dodatkom Mg). Seveda pa je potrebno upoštevati pri Mg/SiC kompozitih zaradi njihove specifičnosti nastopanje drugih problemov (korozijska obstojnost).

4 Sklepi

Čeprav se zdi, da so za pripravo kakovostnih DR Al/SiC MMCs najprimernejši postopki metalurgije pra-

hov, izdelava te vrste kompozitov po postopkih PM le ni tako enostavna, kot bi se to zdelo na prvi pogled. Samo pravilna izbira osnovnih surovin (ojačitvene faze in kovinske osnove) ob pravilno izbranem PM postopku lahko na osnovi predhodnih morfoloških/mikrostrukturnih raziskav omogoči izdelavo kompozita z zahtevanimi lastnostmi. Najbolj pomembna faza priprave MMCs je začetna priprava homogene suhe/mokre mešanice, ki mora vsebovati enakomerno porazdelitev ojačitvene faze v kovinski osnovi - prahu.

Naše raziskave so pokazale, da je suho mešanje postopek, ki je primeren samo za pripravo MMCs, ki vsebujejo do 20 vol.% ojačitvene faze, sestavljene iz velikih neaglomeriranih SiC delcev in Al prahov z delci nepravilne oblike. Za pripravo visoko kvalitetnih DR PM Al/SiC MMCs, ki vsebujejo zelo drobne SiC delce ($\leq 10 \mu\text{m}$) ali viskerje, kakor tudi trde Al prahove (predzlitine) s pravilno oblikovanimi delci pa je potrebno v postopek uvesti posebne deaglomeracijske postopke in mokro mešanje, ali celo intenzivno mletje. Za takšne mešanice bo potrebno pretehtati tudi uporabnost postopka direktnega vročega ekstrudiranja nasute prašne mešanice v evakuiranem kontejnerju.

Na področju priprave Al/SiC kompozitov z umešavanjem ojačitvene faze v raztaljeno kovinsko osnovo smo izvedli karakterizacijo izdelanih kompozitov, katerih značilnost pa je še nezadovoljiv vnos (majhen delež, neenakomerna porazdelitev) ojačitvene faze. Zato smo pričeli rekonstrukcijo izdelanega reaktorja za umešavanje delcev, kakor tudi priprave na nove preiskuse, ki temeljijo na teoretičnem študiju procesa in dosedaj opravljenem eksperimentalnem delu. Karakterizacija izdelanih Al/SiC kompozitov kaže na intenzivno reakcijo Mg na fazni meji SiC - kovinska osnova in površinske poškodbe ojačitvene faze, nastale med njenim vnosom v talino. Doseženi rezultati so pričakovani in predstavljajo dobro osnovo za nadaljnje delo pri osvajanju tehnologije izdelave DR Al/SiC MMCs, izdelanih s postopki umešavanja (talilniške metalurgije).

Literatura

¹ W. Henning: Herstellung, Eigenschaften und Anwendung von kurzfaserverstärkten Aluminiumlegierungen, Metallische Verbundwerkstoffe, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1994, K. U. Kainer:

- EVF der DGM (Erweiterte Vortragstexte eines Fortbildungsseminars der DGM, herausgegeben von dr. K. U. Kainer), 169-191
- ² METALBA S.p.A.: The use of composites in sports articles, commercial catalogue Metalba S.p.A., Bassano del Grappa, Italy
- ³ S. Pickering: Bicycle industry takes MMC for a ride, *Metal Powder Report*, 50, 1995, 6, 30-33
- ⁴ B. Terry, G. Jones: Metal Matrix Composites, Elsevier Advanced Technology, Elsevier Science Publishers Ltd., Oxford, UK, 1990
- ⁵ K. U. Kainer: Partikel, Fasern und Kurzfasern zur Verstärkung von metallischen Werkstoffen, Metallische Verbundwerkstoffe, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1994, K. U. Kainer: EVF der DGM, 43-64
- ⁶ H. P. Degisher: Schmelzmetallurgische Herstellung von Metalmatrix-Verbundwerkstoffen, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1994, K. U. Kainer: EVF der DGM, 139-168
- ⁷ B. Šuštaršič, V. Kevorkijan: Processing and Properties of PM Aluminium Composites Reinforced by SiC Particles, Whiskers and Platelets, *Proceedings of European Conference on Advanced PM Materials EURO PM'95*, Birmingham, UK, 23.-25. October 1995, 252-259
- ⁸ F. Delannay, L. Froyen, A. Deruyttere: The wetting of solids by molten metals and its relation to the preparation of MMCs, *Journal of Mat. Sci.*, 22, 1987, 1-16
- ⁹ D. O. Kennedy: SiC Particles Beef Up Investment-Cast Aluminium, *Advanced Materials & Processes*, 6/91, 42-46
- ¹⁰ M. D. Skibo et al.: Process for production of metal matrix composites by casting and composite therefrom, *United States Patent* 4, 759, 995, 1988
- ¹¹ M. D. Skibo et al.: Process for preparation of composite materials containing nonmetallic particles in a metallic matrix, and composite materials made thereby, *United States Patent* 4, 786, 467, 1988
- ¹² H. Kaufmann, E. Neuwirth: Giesstechnologische Untersuchungen an der SiC-teilchenverstärkten Legierung vom Typ AlSi7Mg, *Giesserei Rundschau*, 38, 1991, 7/8, 8-12
- ¹³ A. M. Samuel, H. Liu, F. H. Samuel: On the castability of Al/SiC particle reinforced MMCs - Factors affecting fluidity and soundness, *Composites Science and Technology*, 49, 1993, 1-12
- ¹⁴ M. D. Röhrle: Kurzfaserverstärkte Aluminiumkolben, *Aluminium*, 69, 1993, 9, 793-794
- ¹⁵ V. V. Bhanuprasad et al.: P/M Processing of Al-SiC Composites, *Int. J. of PM*, 27, 3, 227-235
- ¹⁶ E. Nyberg et al.: Processing and properties of Al-SiC_w composites by ultrasonic wet blending, *Material & Manufacturing Processes*, 7, 2, 1992, 211-225
- ¹⁷ V. Kevorkijan, M. Komac, D. Kolar: Low-temperature synthesis of sinterable SiC powders by carbothermal reduction of colloidal SiO₂, *Journal of Mat. Sci.*, 27, 10, 1992, 2705
- ¹⁸ V. M. Kevorkijan, B. Šuštaršič: The Introduction of Fine SiC Particles into a Molten Al Alloy Matrix: Application to MMCs Preparation via a Foundry Route, *Proceedings of American Society for Composites - 10th Technical Conference 1995*, 569-577
- ¹⁹ K. U. Kainer: Herstellung und Eigenschaften von faserverstärkten Magnesiumverbundwerkstoffen, Metallische Verbundwerkstoffe, DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1994, K. U. Kainer: EVF der DGM, 219-244