

**STRUKTURA I WŁASNOŚCI POROWATYCH SZKIELETÓW
SPIEKANYCH WYTWORZONYCH NA BAZIE PROSZKU Al_2O_3**

L.A. DOBRZAŃSKI¹, M. KREMZER², A. NAGEL³, B. HUCHLER⁴
^{1,2} Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Politechnika Śląska,
ul Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice
^{3,4} Fachbereich Werkstofftechnik, Hochschule Aalen,
Beethovenstr. 1, D-73430 Aalen, Niemcy

STRESZCZENIE

W pracy przedstawiono metodę wytwarzania porowatych szkieleatów ceramicznych polegającą na spiekaniu proszku Al_2O_3 z dodatkiem formującym wewnętrzną strukturę porów i kanalików. Otrzymane półfabrykaty stosuje się jako wzmocnienie w produkcji nowoczesnych materiałów kompozytowych metodą infiltracji ciśnieniowej.

Keywords: composite materials, ceramic performs, permeability

1. WPROWADZENIE

Materiały kompozytowe o osnowie stopów metali lekkich wzmocniane włóknami i cząstkami ceramicznymi charakteryzują bardzo dobre własności mechaniczne, sztywność, twardość oraz odporność na zużycie przy stosunkowo małej gęstości. Materiały te cechuje także mniejszy współczynnik rozszerzalności cieplnej w stosunku do osnowy. Ze względu na swoje liczne zalety znalazły szerokie zastosowanie w przemyśle motoryzacyjnym, lotniczym a także do produkcji sprzętu sportowego. Z materiałów kompozytowych o osnowie metali lekkich wykonuje się zarówno elementy narażone na działanie wysokiej temperatury, części układów poddawanych

¹ dr h.c. prof. zw. dr hab. inż., leszek.dobrzanski@polsl.pl

² mgr inż., marek.kremzer@polsl.pl

³ dr inż., alwin.nagel@htw-aalen.de

⁴ mgr inż., bernd.huchler@htw-aalen.de

intensywnemu zużyciu, jak i układów napędowych zapewniających uzyskanie małego współczynnika tarcia i dużej zdolności do pochłaniania drgań.

Obecnie obserwuje się dwa główne kierunki rozwoju technologii wytwarzania metalowych materiałów kompozytowych, są nimi metalurgia proszków [1-2] i metody odlewnicze, których specyficzną odmianą jest infiltracja ciśnieniowa porowatych szkieletów ceramicznych ciekłymi stopami metali. Metoda ta jest coraz częściej stosowana w produkcji materiałów kompozytowych o osnowie metalowej i stała się przedmiotem wielu prac naukowych [3-8].

Strukturę i własności materiałów kompozytowych wytworzonych metodą infiltracji ciśnieniowej w głównym stopniu determinują szkielety ceramiczne będące ich wyjściowym półfabrykatem. Poprawnie wytworzony szkielet powinien charakteryzować się strukturą otwartych, połączonych porów umożliwiając łatwą penetrację cieczy metalicznej. Występowanie zamkniętych porów doprowadzi do powstania mikropustek w finalnym produkcie, a co za tym idzie pogorszenia jego własności.

Do najczęściej stosowanych technik wytwarzania porowatych szkieletów ceramicznych zaliczamy metodę polegającą na spiekaniu proszków ceramicznych z dodatkiem kształującym strukturę porów. Metoda ta jest bardzo elastyczna i umożliwia otrzymywanie tworzyw o zróżnicowanej strukturze i udziale fazy ceramicznej. Stopień porowatości oraz jej charakter może być regulowany za pomocą dodatków kształujących pory ulegających rozkładowi w wysokiej temperaturze, w miejscu których powstają pustki. Do najczęściej używanych substancji porotwórczych zaliczamy tworzywa o temperaturze rozkładu termicznego znacznie niższej niż temperatura spiekania (polietylen, wosk, skrobia, celuloza, włókna węglowe itd.) [9].

Celem niniejszej pracy jest opracowanie metody wytwarzania porowatych szkieletów ceramicznych na bazie proszku Al_2O_3 oraz zbadanie ich struktury i własności. Otrzymane półfabrykaty będą stanowiły szkielet materiałów kompozytowych wytwarzanych metodą infiltracji ciśnieniowej ciekłymi stopami metali.

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

2.1. Materiał

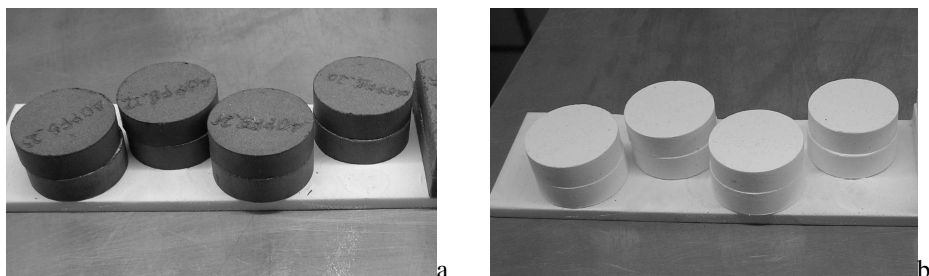
Badania wykonano na porowatych szkieletach ceramicznych wytworzonych metodą spiekania proszku Al_2O_3 Condea CL 2500 z dodatkiem formującym strukturę porów i kanalików w postaci włókien węglowych Sigrafil C10 M250 UNS firmy SGL Carbon Group. Użyte włókna charakteryzują się średnicą $8\mu m$ oraz długością $135\mu m$.

2.2. Technologia

Wytwarzanie porowatych szkieletów ceramicznych obejmowało:

- przygotowanie proszków,
- prasowanie proszków,
- spiekanie.

W pierwszej kolejności proszek Al_2O_3 Condea CL 2500 został poddany mieleniu na mokro z użyciem wody destylowanej w młynku kulowym przez 5 minut celem rozbicia cząstek skupionych w aglomeracjach. Do zawiesiny Al_2O_3 został wprowadzony dodatek czynnika zapobiegającego tworzeniu się skupisk włókien węglowych Dolapix CE 64 firmy Zschimmer und Schwarz GmbH, Germany eliminujący ich wzajemne oddziaływania elektrostatyczne. Udział masowy włókien węglowych stanowił 30, 40 oraz 50%. Celem ułatwienia późniejszego prasowania do mieszaniny dodano 1% alkoholu poliwinylowego Moviol 18-8 rozpuszczającego się w wodzie. Tak przygotowany proszek poddano suszeniu polegającym na zamrażaniu i sublimacji wody pod obniżonym ciśnieniem. Następnie mieszanina została przesiana przez sito o numerze 0,25mm. Celem aktywacji alkoholu poliwinylowego proszki zwilżono wodą destylowaną, zapakowano do worków foliowych i odstawiono na 24h. Proszki zostały poddane prasowaniu jednoosiowemu na hydraulicznej prasie laboratoryjnej „Nelke” w formie stalowej o średnicy wewnętrznej wynoszącej 30mm. Ciśnienie prasowania wynosiło odpowiednio 25, 50 oraz 100MPa a czas jego oddziaływania 15s. Spiekanie wyprasek zrealizowane zostało przy pomocy pieca rurowego w atmosferze strumienia powietrza – 20 l/min. Przebieg procesu spiekania składał się z powolnego grzania do temp 800°C (20°C/h), wytrzymania w tej temperaturze przez 10h celem wypalenia włókien węglowych, grzania do temperatury 1500°C (300°C/h), spiekania (2h) oraz chłodzenia z piecem. Na rys. 1 przedstawiono sprasowane proszki przed procesem spiekania (a) oraz gotowe porowate szkielety ceramiczne (b). Na rysunku widać iż podczas procesu spiekania doszło do całkowitej degradacji włókien węglowych co wynika z koloru próbek.



Rys. 1. Sprasowana mieszanina proszku Al_2O_3 oraz włókien węglowych (a) oraz gotowe porowate szkielety spiekane (b)

Fig. 1. Pressed mixture of Al_2O_3 powder and carbon fibers (a) and ready porous preforms (b)

Zastosowanie włókien węglowych jako czynnika formującego pory świadczy o wysokiej czystości procesu, ponieważ podczas ich degradacji jako produkt utlenienia tworzy się tylko CO_2 , gdy w przypadku użycia celulozy bądź trocin na ściankach pieca obserwujemy trudny do usunięcia nalot w postaci smoły.

2.3. Metodyka badań

Celem obliczenia objętościowego udziału fazy ceramicznej, a co za tym idzie porowatości otrzymanych szkieletów poddano je mierzeniu i ważeniu.

Pomiar przepuszczalności został wykonany na specjalnie do tego zaprojektowanym urządzeniu służącym do przepompowywania cieczy przez tworzywa porowate. Podczas próby mierzono czas przepływu 350ml wody odpowiednio pod ciśnieniem: 0,05; 0,1; 0,15 i 0,2 MPa w temperaturze pokojowej. Przepuszczalność porowatych szkieletów została wyznaczona ze wzoru:

$$D = \frac{\eta \cdot L \cdot \dot{V}}{A \cdot \Delta p} \quad (1)$$

gdzie: D – przepuszczalność, η – lepkość cieczy, L – grubość preformy, V – przepływ, A – powierzchnia preformy, Δp – przyrost ciśnienia.

Obserwację struktury przełomów szkieletów ceramicznych wytworzonych metodą spiekania proszku Al_2O_3 Condea CL 2500 wykonano w elektronowym mikroskopie skaningowym Leica Stereoscan 440.

3. OMÓWIENIE WYNIKÓW

Pomiary geometrii i masy uzyskanych szkieletów ceramicznych wytworzonych metodą spiekania proszków o udziale włókien węglowych 30, 40 i 50% prasowanych pod obciążeniem 25, 50 i 100MPa pozwoliły na obliczenie teoretycznego udziału fazy ceramicznej w objętości porowatego tworzywa, co zostało zaprezentowane w tabeli 1.

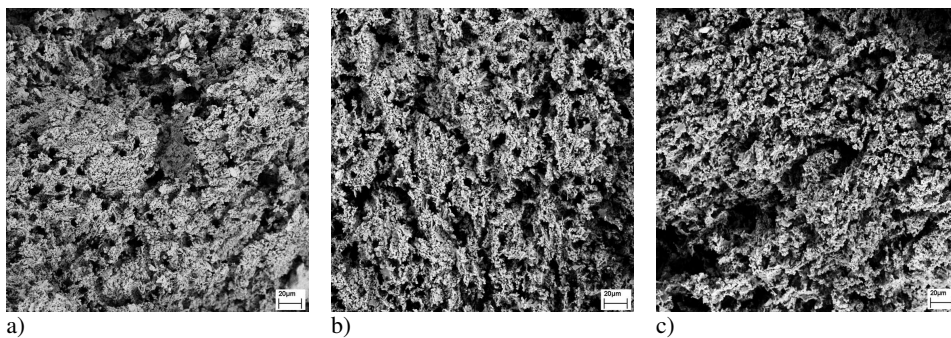
Ze względu na najlepsze własności mechaniczne do dalszych badań zostały użyte tylko materiały prasowane pod obciążeniem 100MPa.

Tabela 1. Udział fazy ceramicznej w szkieletach uzyskanych z proszków o zróżnicowanym dodatku włókien węglowych prasowanych pod różnymi naciskami
Table 1. Ceramic phase volume fraction in preforms obtained from different powders of different levels of carbon fibres addition, pressed under different pressure

Ciśnienie prasowania MPa	Udział włókien węglowych %		
	30	40	50
25	26,10	19,70	14,70
50	28,20	23,00	16,80
100	31,20	24,40	19,20

Pomiar przepuszczalności szkieletów ceramicznych wytworzonych z proszków o udziale masowym włókien węglowych 30, 40 i 50% prasowanych pod obciążeniem 100MPa wykazał jej wzrost wraz ze wzrostem porowatości i wynosi odpowiednio $2,45 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2$ dla szkieletów o porowatości 69%, $5,2 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2$ dla tworzyw o porowatości 76% oraz $1,05 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2$ dla szkieletów o porowatości 81%.

Obserwacje przełomów szkieletów wytworzonych metoda spiekania proszku Al_2O_3 Condea CL 2500 wykonane w elektronowym mikroskopie skaningowym (rys. 2) pozwalają stwierdzić dwa podstawowe typy porów. Pierwsze z nich o większych rozmiarach powstały na skutek degradacji włókien węglowych, natomiast drugie, mniejsze występują wokół pojedynczych cząstek ceramicznych i wynikają z celowego braku ich zagęszczenia (zastosowania większego nacisku podczas prasowania i wyższej temperatury spiekania). Ponadto badania dowiodły brak występowania skupisk włókien węglowych, co wynika z poprawnego działania zastosowanego dodatku preparatu Dolapix CE 64 eliminującego oddziaływania elektrostatyczne.



Rys. 2. Mikrostruktura przełomu szkieletów ceramicznych na bazie proszku Al_2O_3 z dodatkiem: a) 30%, b) 40% oraz c) 50% włókien węglowych

Fig. 2. The microstructure of ceramic preforms fracture based on Al_2O_3 powder with addition: a) 30%, b) 40% and c) 50% of carbon fibres

4. PODSUMOWANIE

Z przeprowadzonych pomiarów geometrii i mas otrzymanych tworzyw ceramicznych wynika, że istnieje możliwość wytwarzania przedstawioną metodą szkieletów o porowatości sięgającej 85% objętości materiału. Wyniki pomiarów przepuszczalności dowodzą, iż pory i mikrokanaliki w tworzywie są połączone i umożliwią łatwą penetrację ciekłym stopem metalu podczas procesu infiltracji.

Badania struktury w elektronowym mikroskopie skaningowym wykazują równomierne rozmieszczenie kanalików powstałych po utlenionych włóknach węglowych oraz występowanie mikroporów wokół cząstek ceramicznych.

Stwierdzono, że opracowana metoda otrzymywania porowatych szkieletów ceramicznych metodą spiekania proszku Al_2O_3 Condea CL 2500 z dodatkiem włókien węglowych Sigrafil C10 M250 UNS jako czynnika kształtującego pory zapewnia

wymaganą strukturę oraz własności i z tego względu może znaleźć zastosowanie praktyczne. Ponadto uzyskane materiały będą stanowiły tańszą alternatywę dla szeroko stosowanych preform na bazie włókien ceramicznych a zastosowanie włókien węglowych jako czynnika formującego pory stanowi o wysokiej czystości procesu.

PODZIĘKOWANIA

Praca realizowana jest w ramach projektu badawczego 3 T08A 041 30 finansowanego przez Ministerstwo Nauki i Informatyzacji kierowanego przez prof. L.A. Dobrzańskiego.

LITERATURA

- [1] L.A. Dobrzański, A. Włodarczyk-Fligier, M. Adamiak: *Proceedings of the 11th International Scientific Conference CAM³S 2005*, 289-294.
- [2] L.A. Dobrzański, A. Włodarczyk, M. Adamiak: *Journal of Materials Processing Technology* 162–163 (2005) 27–32.
- [3] N. Nagendra, B.S. Rao, V. Jayaram: *Materials Science and Engineering*, A269 (1999) 26-37.
- [4] W.S. Sheng, S.J. Lin: *Materials Research Bulletin* 31/12 (1996) 1437-1447.
- [5] V.M. Kevorkijan: *Composites Science and Technology* 59 (1999) 683-686.
- [6] L.A. Dobrzański, M. Kremzer, A. Nagel, B. Huchler: *Kompozyty* 4a (2005) 35-41.
- [7] G.W. Han, D. Feng, M. Yin, W.J. Ye: *Materials Science and Engineering* A225 (1997) 204-207.
- [8] Abd-Elwahed M. Assar: *Journal of Materials Processing Technology* 86 (1999) 152-158.
- [9] NM. Szafran, G. Rokicki, W. Lipiec, K. Konopka, K. Kurzydłowski: *Kompozyty* 2 (2002) 313-316.
- [10] L.A. Dobrzański, M. Kremzer, A. Nagel, B. Huchler: *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 18 2006, 71-74.

STRUCTURE AND PROPERTIES OF POROUS PREFORMS MANUFACTURED ON THE BASE OF Al₂O₃ POWDER

SUMMARY

The paper presents method of manufacturing the porous preforms by sintering of Al₂O₃ powder with addition of pore forming agent. Obtained semi-finished products are used as reinforcement in MMC's manufacturing by infiltration method.

Recenzował: prof. Jan Szajnar.