

# A kisnyomásos infiltráció, mint az erősített szintaktikus fémhabok gyártási eljárás jóságának vizsgálata az $Al_2O_3$ erősítőrészcskék méretének függvényében

## Testing the goodness of low-pressure infiltration as a manufacturing process for reinforced syntactic metal foams as a function of $Al_2O_3$ reinforcement particle size

GÁBRIEL Bálint<sup>1</sup>, PRÉMUS Karina<sup>1</sup>, MARÓTI János Endre<sup>1,2</sup>, ORBULOV Imre Norbert<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, 1111 Budapest Műegyetem rakpart 3., +36 1 463-1111, +36 1 463-1110, info@bme.hu, www.bme.hu

<sup>2</sup> MTA-BME Lendület Nagyteljesítményű Kompozit Fémhabok Kutatócsoport, 1111 Budapest Bertalan Lajos utca 7., +36 1 463-2386, orbulov.imre.norbert@gpk.bme.hu, www.att.bme.hu/en/rdi/lendulet-2/

### Abstract

*In our study, we examined syntactic metal foams reinforced in their matrix material, the matrix material was Al99.7 aluminium, and the filler material was ceramic spherical shells (CHS). Aluminium oxide ( $Al_2O_3$ ) particles of various diameters were used as reinforcing material with different volume percentages of space filling. We examined the microstructure and the conformity of production with visual inspection and microscopes.*

**Keywords:** Al foams, reinforcement, silicon carbide, microstructure, infiltration

### Kivonat

*Tanulmányunkban mátrixanyagában erősített szintaktikus fémhabokat vizsgáltunk, a mátrixanyag Al99,7-es alumínium, a töltőanyag kerámia gömbhéjak (CHS) volt. Erősítőanyagként többféle átmérőjű alumínium-oxid ( $Al_2O_3$ ) részecskéket alkalmaztunk többféle térfogatszázalékos térkitöltéssel. Vizsgáltuk a mikroszerkezetet és a gyártás megfelelőségét szemrevételezéssel és mikroszkópokkal is.*

**Kulcsszavak:** fémhabok, erősítés, szilícium-karbid, mikroszerkezet, infiltráció

## 1. BEVEZETÉS

A fémhaboknak 2 főbb fajtáját különböztethetjük meg szerkezeti kialakításukat tekintve, a nyílt cellásokat, illetve a zárt cellásokat. Nevükből eredően, előbbinél egy egybefüggő pórusrendszer van, tehát cellái nyíltak, egymásba érnek, míg utóbbinál ez nem teljesül, itt minden cella önálló egységet alkot, nem érnek egymásba, a cellák zártak.

Jelen cikkben a szintaktikus fémhabokkal foglalkozunk, amelyek olyan zárt cellás fémhabok, melyek fémes mátrixanyagából és a cellás szerkezetet biztosító gömbhéjakból állnak. Kiemelendő, hogy ezeknek az anyagoknak alacsony sűrűsége, illetve kedvezőek a fajlagos mechanikai tulajdonságaik, különösen fontos a fajlagos energia elnyelésük. A mechanikai tulajdonságok tovább javíthatók a mátrixanyagban elhelyezett erősítőszervezetekkel, szálakkal, illetve részecskékkel. Tanulmányunkban, ez utóbbival foglalkozunk, hogy hogyan gyárthatunk helyesen kisnyomásos infiltrálással ilyen fémhabokat.

## 2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

### 2.1. Erősítések, erősítési módszerek

Az irodalomkutatás során többféle erősítési módszerre találtunk példát, ezek nem csak anyagukban, de formájukban is gyakran eltértek. De szeretnénk kiemelni ezek közül pár erősítési módszert a szintaktikus fémhabok esetében: alumínium cső, acél háló, szilícium-karbid nanoszálak, részecskék.

T. Fiedler és munkatársai [1] kutatásuk során alumínium csöveket integráltak fém szintaktikai habba, hogy hosszirányban teljesen üreges hab szerkezeteket hozzanak létre. A minták elkészítéséhez 6060-T5 alumínium csövet használtak belső magként, míg mátrix anyagként ZA-27 cink-alumínium ötvözetet alkalmaztak. A pásztázó elektron mikroszkóp (SEM) képén jól látható, hogy a fémhab és a cső között kiváló kötés alakult ki. A mechanikai tulajdonságokat kvázi-statisztikus, egytengelyű zömítővizsgálattal határozták meg. Az eredmények szerint az alumínium csövek beágyazása nem növelte a sűrűséget, de a nyomóterhelésre adott deformációs válaszban növekedés mutatkozott. A tönkremenetel a minta középpontjából kiindulva a cső egyenes hordósodásával kezdődött. Az alumínium hab oldalirányú támasztásának köszönhetően a cső nem csak egyirányba hajlott ki, hanem tengelyszimmetrikusan jelentek meg a gyűrődések. Ezen stabilizált alakváltozás miatt a cső maggal rendelkező minták szilárdsága és energiaelnyelése jelentősen meghaladta azokat az értékeket, amelyeket a cső mag nélküli referenciadarabokon mértek.

Yang és kollégái [2] kutatásuk során fémrács erősítésű alumíniumhab hajlító tulajdonságait vizsgálták. A 304 (X6CrNi18-10) anyagminőségű rozsdamentes acélból készült kis hálókat négyyszög alakúra hajtogattak, majd azt hosszirányban behelyezték az öntőtégelyekbe, amelyekben a fémhabokat készítették.

A kísérlet során kvázi-statisztikus hárompontos hajlítási vizsgálatokat végeztek a létrehozott fémhabokon. Az eredmények azt mutatják, hogy a ráccsal erősített szerkezet tönkremenetel módja egyetlen szakítószilárdságból átalakult a húzási és nyomási tönkremenetel kombinációjává. Az acélrács jelenléte nemcsak a folyáshatárt növelte, hanem jelentősen javította az energiaelnyelő képességet is. A ráccsal erősített minták energiaelnyelése 12-18-szorosára emelkedett a referenciamintához képest, és a fajlagos energiaelnyelés is kiemelkedő volt 25 mm-es lehajlás mellett.

### 2.2. Erősítőanyag használata

Sun és társai [3] cikkükben rámutattak, hogy a csúcshőfeszültség növelhető, ha a habokat erősítik kerámia nanorészecskékkel erősítik.

Munkájukban SiC nanohuzalokkal megerősített alumíniumforgácsot használtak, és hibrid alumíniummátrix szintaktikai habot készítettek, amelyhez üveg cenoszférákat (gömbhéjakat) alkalmaztak térkitöltőanyagként. Az így kapott szintaktikai hab továbbra is kis sűrűségű volt, ugyanakkor jelentősen növekedett a szilárdsága és energiaelnyelő képessége is, így egy kerámia nanorészecske erősítésű alumínium hab jött létre.

Mondal és társai [4] porózus cenoszférákkal és 10 tömegszázalékos szilícium-karbid részecskékkel megerősített alumínium mátrixú habokat készítettek és csúszó koptató hatásnak tették ki a próbatestjeiket. A megfelelő nyomást egy 3 kilogrammos súllyal érték el, illetve a kísérleteik során megkülönböztettek kenéses és kenés nélküli eseteket. Vizsgálták a tribológiai válaszokat, mint a kopási sebességet, súrlódási együtthatót és a súrlódás által termelt hőt. Eredményeikként azt publikálták, hogy a porózus cenoszférák térkitöltő mivoltukból könnyen finom szemcsékre zúzódnak, nem okoznak karcosításokat a felületeken, sőt az apró finom szemcsék gurulnak a súrlódó felületek között csökkentve a súrlódási együtthatót és a kopási sebességet. A fémhab felületén található üregek egyfajta tározóként szolgáltak, ahol a kopási törmelék felhalmozódott, amennyiben egy ilyen üreg megtelik, a törmelék elkezd zömülni ezáltal ez képes lesz úgy energiát elnyelni, mint a felszín alatti cenoszférák. Azonban kenéses esetben ezek a felszíni üregek kenőanyag tárolóként tudnak funkcionálni, tehát folyamatosan kenőanyaggal tudják ellátni a felületeket, így csökkentve a súrlódási együtthatót, a koptatást és a termelődő hőt. Az erősítő SiC szemcsék azonban képesek voltak behatolni a felületbe, karcosítva azt, azonban ez nem volt jelentős az alacsony térfogathányada miatt. Továbbá megállapították még, hogyha nem alkalmaznak SiC erősítő szemcséket, akkor kevesebb súrlódási hő keletkezik, kevésbé kopnak a felületek.

### 3. ANYAGOK ÉS MÓDSZEREK

#### 3.1. Használt anyagok

Mátrixanyagként Al99.7 anyagminőségű kohóalumíniumot választottunk, mert jó képlékenységi és öntési tulajdonsággal bír, továbbá kiváló korróziós tulajdonságai vannak. Mindezek mellett olcsó és könnyen hozzáférhető anyagnak mondható. A következő táblázat (1. táblázat) a mátrixanyag kémiai összetételét mutatja be.

Mátrixanyag kémiai összetétele (a mennyiségek térfogatszázalékban értendők) [5]

1. táblázat

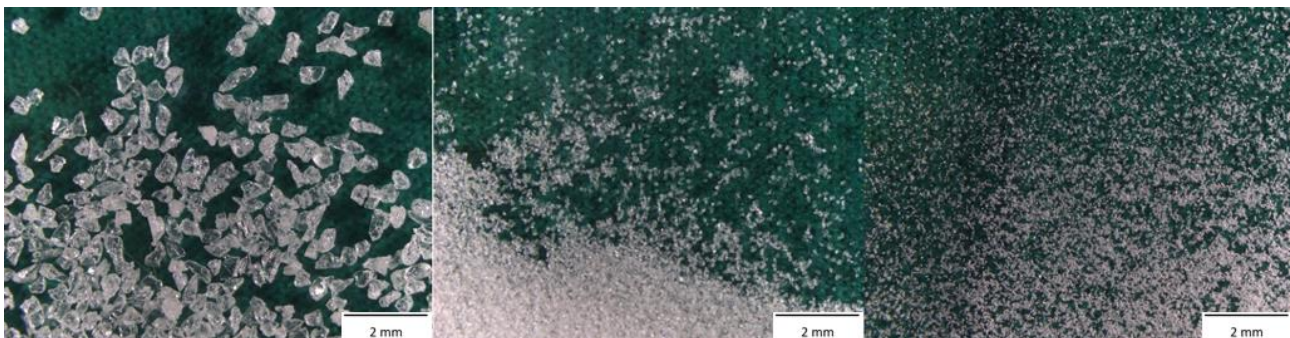
Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Mg	Ti	egyéb	Al
<0,20	<0,25	<0,03	<0,03	<0,07	<0,03	<0,03	<0,03	min. 99,70

Térkitöltőanyag, amely a próbatestjeink porozitását adja a Hollomet GmbH által gyártott kerámia gömbhéj (CHS) volt, amelyeknek átmérője  $2,31 \pm 0,12$  mm (25 darab véletlenszerűen kiválasztott CHS alapján), sűrűségük pedig  $0,92 \pm 0,8$  gcm<sup>-3</sup>. A térkitöltőanyagról készült sztereómikroszkópos képek a következő ábrákon tekinthetők meg.



1. ábra A gyártás során használt kerámia gömbhéjak

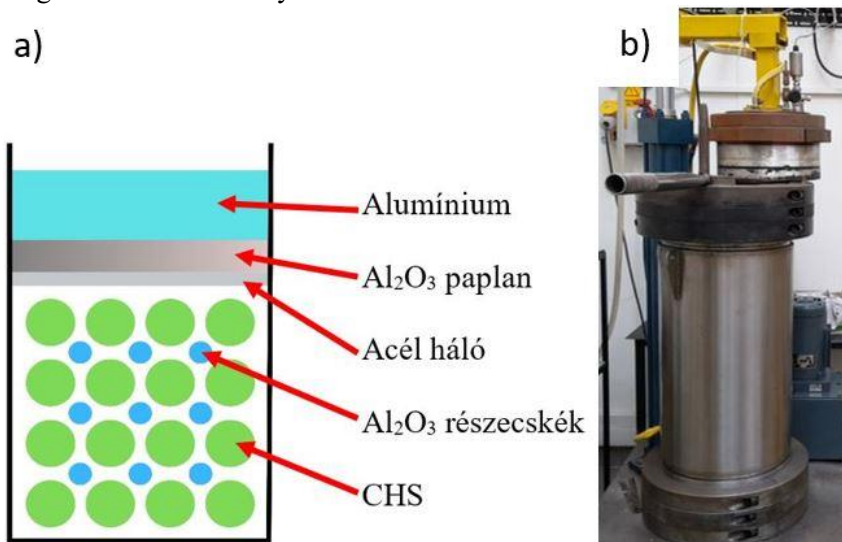
Erősítőanyagként alumínium-oxid szemcséket (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) használtunk, három különböző méretben 0,25 mm, 0,5 mm és 0,1 mm átmérőjűeket 30%-os térkitöltéssel a mátrixanyaghoz képest. Az erősítőanyag kiválasztásának szempontja a mátrixanyaggal való kompatibilitás, illetve a könnyű hozzáférhetőség volt. Az erősítőanyagról készült sztereómikroszkópos képek a következő ábrákon tekinthetők meg.



2. ábra A gyártás során használt különböző, a) 0,5 mm, b) 0,25 és c) 0,1 mm átmérőjű Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> erősítőanyagok

### 3.2. Gyártás

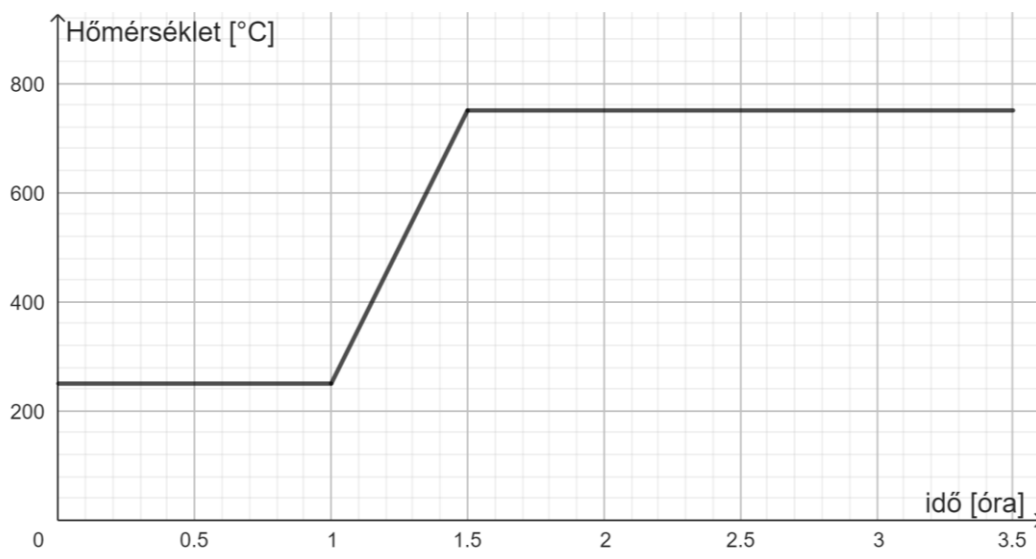
A próbatestjeinket kisnyomásos infiltrálással gyártottuk. Először is az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  részecskéket és a CHS-t addig elegyítettük, kézi kevertük, amíg az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  részecskék homogén eloszlást nem mutattak a töltőanyag között. Az öntőtégely S235JR szerkezeti acélból készült, mert ez csak egyszer használható fel, így az alapanyag olcsó beszerezhetősége kritérium volt. Ezt követően az öntőtégelyeket grafittal bevontuk a próbatestek könnyebb eltávolítása érdekében (N-77 típusú, DUE-CI ELECTRONIC gyártású grafit spray). A következő lépésként a keveréket az öntőformába töltöttük majd a tetejére egy 1.4301 (X5CrNi18-10) anyagminőségű acélhálót és alumínium-oxidból készült paplant helyeztünk el. Ez a lépés kiemelten szükséges, az acélháló felel azért, hogy elkerüljük a töltő- és erősítőanyag felúszását olvadékba, vagyis, hogy ne lépjen fel nem kívánatos inhomogenitás. Az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  paplan feladata, hogy a mátrixanyagra még szilárd formában esetlegesen rátapadó szennyeződések (kosz, olaj) kiszűrje. Végezetül, a mátrixanyagot is beletettük az öntőtégelybe, majd a megtöltött formát behelyeztük a vákuumkemencébe.



3. ábra a) Az általunk használt tégely összeállítási modellje, b) a gyártások során használt vákuumkemence

A vákuumkemencében  $250\text{ }^\circ\text{C}$ -ot állítottunk be, egészen ameddig el nem értük a kívánt  $10^{-2}\text{ Pa}$  nyomást, ekkor már biztosak lehetünk, hogy a töltő- és erősítőanyagok között nincs számottevő levegő. Ezt követően  $750\text{ }^\circ\text{C}$ -on két órán át ezen a hőmérsékleten hőn tartottuk.

Végezetül argon gázt vezettünk a vákuumkemencébe  $500\text{ kPa}$  nyomáson, 5 másodpercig, hogy az olvadt mátrixanyagunkat átinfiltráljuk a keveréken.



4. ábra A vákuumkemence idő-hőmérséklet diagrammja



### 3.3. Vizsgálatok, vizsgálati módszerek

A próbatesteket a vizsgálatok előtt az öntőformából való eltávolítást követően 25x25x25 mm-es darabokra munkáltunk ki. A munkadarabok felületének előkészítése 7 lépésből állt. A lépések során különböző szemcsenagyságú csiszolópapírokat használtunk (P60, P120, P320, P600, P1200 és P2500, P4000). A felület csiszolása egy adott szemcsenagyságú csiszolópapíron legalább 5 percen, 20 N erővel.

A mikroszkópi és a mikroszerkezeti vizsgálatokat Olympus PMG 3 optikai-, Olympus SZX16 típusú sztereomikroszkópokkal és Zeiss EVO MA10 típusú pásztázó elektronmikroszkóppal végeztük el, melyeket a következő ábrák mutatják.

## 4. EREDMÉNYEK

Ebben a fejezetben vizsgáljuk, az azonos körülmények között és azonos, 30%-os térkitöltéssel gyártott fémhabok gyártási jóságát. A gyártás jóságát, három mérőszám, elv szerint néztük meg:

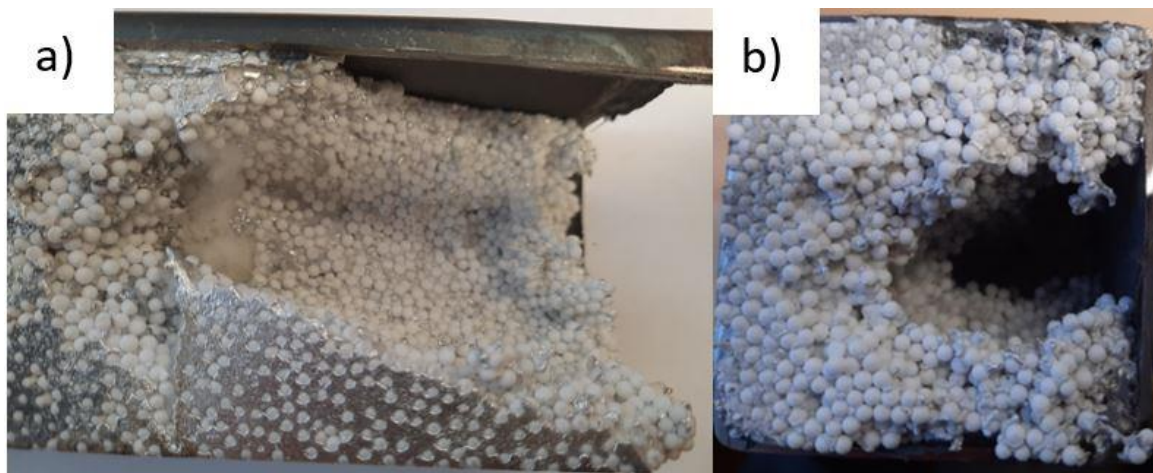
i) a mátrixanyaggal kitöltött gömbhéjak számának és az ép, levegővel töltött gömbhéjak számának hányadosa (a mérőszám jelölése:  $\lambda$ ),

ii) anyagfolytonossági hiány által elfoglalt felület és a mátrixanyag által elfoglalt felület hányadosa (a mérőszám jelölése:  $\zeta$ ),

iii) a töltő- és erősítőanyag, valamint a mátrixanyag határfelületén kialakult határreteg.

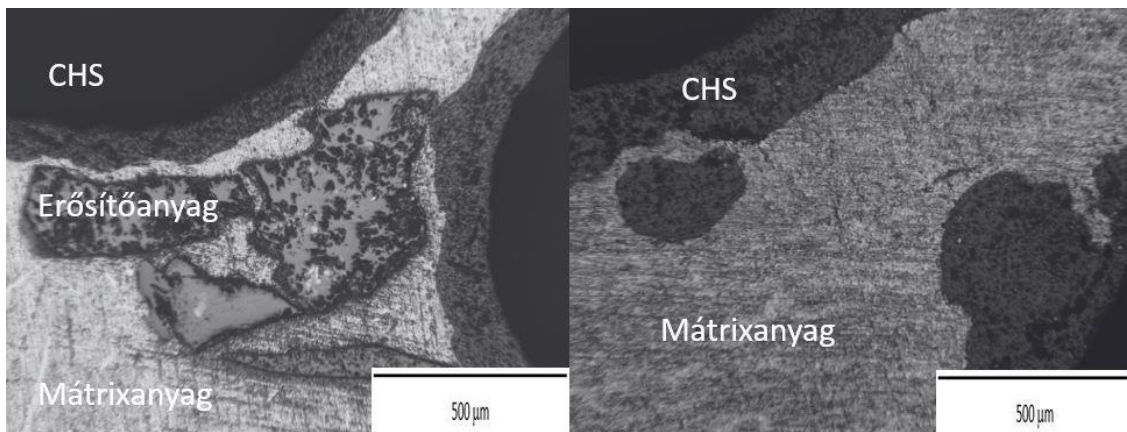
Először vizsgáljuk meg, hogy a vákuumkemencés, kisnyomásos infiltrálás alkalmas gyártási eljárás-e az erősített, szintaktikus fémhabok esetén. Elsőként a 0,25 mm és 0,1 mm átmérőjű  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kristályokkal, 30%-os térkitöltéssel gyártott fémhabokat.

A következő ábrán (5. ábra) jól láthatjuk, hogy a gyártás nem sikerült. A mátrixanyag nem tudott a töltő- és erősítőanyag közé infiltrálódni, így a gyártás jóságát meghatározó mérőszámokat sem tudjuk meghatározni. Ez azért lehetséges, mivel az erősítő részecskék mérete nagyságrenddel kisebb a töltőanyagénál, vagyis az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kristályok az ömledék nyomásának hatására egy helyre tudnak tömörülni, így már a mátrixanyag nem jut közéjük.



5. ábra Nem sikerült öntések a) 0,25 mm, b) 0,1 mm átmérőjű erősítőanyagok esetén

Ezt követően vizsgáljuk meg a 0,5 mm átmérőjű erősítőanyag esetén, hogyan sikerült a gyártás. A következő optikai mikroszkópi ábrákon (6. ábra) jól látható, hogy a gyártás sikeresnek mondható. A vizsgált síkokban nem kívánt porozitások nem találhatóak, tehát  $\zeta = 0$ , és alumíniummal kitöltött töltőanyag sem látható ( $\lambda = 0$ ). Az alkotók között jó kapcsolat alakult ki, kémiai reakció lejátszódása nem figyelhető meg.



6. ábra Fénymikroszkóppal készült felvételek a sikeresen gyártott próbatestekről

A látottak alapján elmondható, hogy az gyártás sikeressége nagyban függ az erősítőanyag mérete és térkitöltési tényezőjétől. Az általunk gyártott szintaktikus fémhabok esetén azonos 30%-os térkitöltés esetén csak a 0,5 mm átmérőjű alumínium-oxid erősítőrezecskék esetén tudtunk előállítani fémhabokat.

## 5. ÖSSZEFOGLALÁS

Kutatásunk során azt vizsgáltuk, hogyan függ a gyártás jósága az erősítőrezecskék méretétől, azonos 30%-os térkitöltés esetén.

A mikroszkópi mérések alapján, azt állapíthattunk meg, hogy 0,25 mm és 0,1 mm-es átmérő esetén nem sikerült a gyártás. Ez a töltő- és erősítőanyag közötti nagy méretkülönbségből adódott- Az  $Al_2O_3$  rezecskék könnyen elmozdulhattak a CHS-ek között és a mátrixanyag nyomásából adódóan a tégely aljára tömörültek, így az ömledék nem tudta kitölteni a közöttük lévő helyet.

Azonban 0,5 mm átmérőjű alumínium-oxid használata esetén jól sikerült a gyártás. Nem kívánt porozításokat és mátrixanyaggal kitöltött gömbhéjakat nem tapasztaltunk.

## KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Ezúton szeretnénk megköszönni az Anyagtudomány és Technológia Tanszéknek a rendelkezésünkre bocsátott eszközöket és a kollégáknak a segítséget. A jelen cikk az MTA-BME Lendület Nagyteljesítményű Kompozit Fémhabok Kutatócsoport keretében valósult meg.

Ezt a munkát a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal (NKFIH), támogatta az OTKA-FK\_21138505 támogatási szerződés keretében.

## IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] N. Movahedi, G. E. Murch, I. V. Belova, és T. Fiedler, „Manufacturing and compressive properties of tube-filled metal syntactic foams”, *J Alloys Compd*, köt. 822, o. 153465, máj. 2020, doi: 10.1016/J.JALLCOM.2019.153465.
- [2] Y. An, S. Yang, E. Zhao, és Z. Wang, „Characterization of metal grid-structure reinforced aluminum foam under quasi-static bending loads”, *Compos Struct*, köt. 178, o. 288–296, okt. 2017, doi: 10.1016/J.COMPSTRUCT.2017.07.031.
- [3] K. Sun és mtsai., „Preparation and quasi-static compression properties of hybrid aluminum matrix syntactic foam reinforced with glass cenospheres and silicon carbide nanowires”, *Mater Charact*, köt. 195, o. 112496, jan. 2023, doi: 10.1016/J.MATCHAR.2022.112496.
- [4] N. Jha, A. Badkul, D. P. Mondal, S. Das, és M. Singh, „Sliding wear behaviour of aluminum syntactic foam: A comparison with Al–10 wt% SiC composites”, *Tribol Int*, köt. 44, sz. 3, o. 220–231, márc. 2011, doi: 10.1016/J.TRIBOINT.2010.10.004.
- [5] Al99,7 anyagösszetétel táblázat: „[https://www.steelnumber.com/en/steel\\_alloy\\_composition\\_eu.php?name\\_id=1014](https://www.steelnumber.com/en/steel_alloy_composition_eu.php?name_id=1014)”. (Utolsó letöltés dátuma: 2024. 02. 21.)