

Alumínium-oxiddal erősített szintaktikus fémhabok mikroszerkezetének vizsgálata

Microstructure properties of aluminium reinforced syntactic metal foams

PRÉMUS Karina¹, GÁBRIEL Bálint¹, MARÓTI János Endre^{1,2}, ORBULOV Imre Norbert^{1,2}

¹ 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

² 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 this research, we have successfully prepared metal matrix reinforced syntactic metal foams. Al99.7 aluminium was used as the matrix material, while Al99.7 aluminium was used as the filler material ceramic hollow sphere (CHS). The reinforcing material was used one size (0.5 mm) aluminium oxide (Al₂O₃), particles were used as matrix material compared to 5%; 10% and 15% by matrix volume. The microstructure properties were studied.

Keywords: syntactic foams, aluminium oxide, ceramic spherical shell, microstructure properties, infiltration

Kivonat

Kutatásunk során sikeresen gyártottunk mátrixanyagában erősített szintaktikus fémhabokat. Mátrixanyagként Al99,7-es alumíniumot, míg töltőanyagként Al99,7-es kerámia gömbhéjat (CHS) használtunk. Erősítőanyagként 0,5 mm átmérőjű méretű alumínium-oxid (Al₂O₃) részeket alkalmaztunk a mátrixanyaghoz képest 5%; 10% és 15 térfogatszázalékos térkitöltésben. Kutatásunk során gyártott szintaktikus fémhabok mikroszerkezetét tanulmányoztuk.

Kulcsszavak: szintaktikus fémhabok, alumínium-oxid, kerámia gömbhéj, mikroszerkezet vizsgálata, infiltráció

1. BEVEZETÉS

A 21. század mérnöki gyakorlatában egy újszerű anyagcsoport nyer egyre jobban teret, nevén nevezve, a fémhabok. A fémhabok, amelyeknek vizsgálatával cikkünk foglalkozik, olyan kompozitok, melyek felépülnek egy mátrixanyagból és egy erősítőanyagból. A mi esetünkben az alumínium (Al) mátrixunk feladata az, hogy összefogja az anyagot, védelmet nyújtson, valamint átadja a terhelést az alumínium-oxidból (Al₂O₃) álló erősítőanyagának. Ezt a terhelést az erősítőanyagának kell felvennie.

Szerkezetük alapján meg tudunk különböztetni nyílt- és zárt cellás habokat. Ahogy elnevezésük is sugallja, legnagyobb különbségük az, hogy a cellák milyen formában különülnek el egymástól. Nyílt cellásnak tekintjük azokat a fémhabokat, amelyek cellái között nem található anyaghatár, míg zárt cellások azok, amelyek üregei elkülönülnek egymástól. Kutatásunk során szintaktikus fémhabok vizsgálatával foglalkozunk, melyek zárt cellás csoportba tartoznak. Celláik teljesen elkülönülnek egymástól, üregeik kialakíthatók porózus szerkezetű anyagokkal, például kerámia gömbhéjakkal (CHS), mint ahogy mi is tettük.

Kutatásuk, gyártásuk és ezáltal felhasználásuk egyre széleskörűbbé vált az utóbbi pár évben kis sűrűségük vagy a kedvező fajlagos tulajdonságaik miatt ezért, ha körbetekintünk építőiparban, járműiparban is találkozhatunk használati példákkal.

Mivel szeretnénk ennek az anyagcsoportnak a tulajdonságát számunkra egyre kedvezőbbé tenni, tulajdonságaikat vizsgálni, ezeket fejleszteni, így az utóbbi években többféle erősítéseket, erősítési módszereket dolgoztak ki. Ezeket a kutatásokat taglaljuk röviden szakirodalmi áttekintőnkben.

2. SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS

2.1. Erősítések, erősítési módszerek

Különleges példának tudjuk bemutatni Sun és társai [1] munkáját, ahol azt kutatták, hogy a csúcshővezetési képesség növelhető, ha a habokhoz kerámia nanorészecskéket adnak. Ezt üreges és sűrű töltőanyagok esetében is nehézkes elérni a fémáramban a sűrűségkülönbségük miatt. A tanulmányban szilícium-karbid nanoszálakkal megerősített alumíniumforgácsot használtak kerámia töltőanyagok forrásaként. Ezen alapulva létrehoztak egy hibrid alumíniumáram szintaktikus habot, amelyet üveg gömbhéjakkal és szilícium-karbid nanoszálakkal is megerősítettek. Az így előállított szintaktikus hab továbbra is alacsony sűrűségű maradt, ugyanakkor jócskán megnövekedett a szilárdsága, és nagy energiaelnyelő képességű kerámia nanohúzó erősítésű alumínium kompozitot hoztak létre.

Egy másik gyártási példa lehet Jitendra Kumar és társai [2] munkája. A kutatás során sikeresen készítettek szintaktikus habkompozitokat 3D nyomtatható PETG filamentek és ipari hulladék pernye cenzúrával felhasználásával. Az eredmények azt mutatták, hogy 40%-os cenzúrával rendelkező minták nagyobb szakítószilárdságot és hajlítási szilárdságot eredményeztek.

Liyang Zhang és J. Ma [3] szén nanoszálal erősített szintaktikus fémhabokat gyártottak és vizsgálták a mechanikai tulajdonságaikat. Vizsgálatuk során zömítési-, hajlítási-, és törésszívóssági méréseket végeztek. Eredményeik szerint a nyomószilárdság nem növekedett meg, szinte állandó maradt a szálak hozzáadásával. A hajlítási szilárdság és a törési szilárdság nőtt 1,5 tf% szén nanoszál hozzáadásával és e felett a térfogatszázalék felett csökkent. Megállapították, hogy a próbatestek a kívánt tulajdonságok kombinációjával rendelkeznek, tehát könnyűek, nagy a szilárdságuk és a törési szívósságuk a kapott specifikus tulajdonságoknak megfelelően.

2.2. Alumínium-oxid erősítőanyag

A mi esetünkben fontos megvizsgálni, hogy milyen kutatások vannak alumínium-oxid erősítőanyaggal kapcsolatban. Az egyik ilyen kutatást Zamani és társai készítették [4]. A kerámia nanorészecskével erősített kompozitot porkohászati úton állították elő. Három különböző erősített mintát készítettek (10 tf%, 15 tf%, 20 tf%) és azokat vizsgálták. A kutatás során 99%-os tisztaságú, 45 mikrométer szemcse nagyságú alumíniumport keverték 100 nanométernél kisebb szemcse nagyságú erősítőanyaggal. Ezt követően hidraulikus présrel tömörítették a keveréket, majd 630 °C-on 2 órán keresztül szinterelték. Az elkészült mintákon mikroszerkezeti vizsgálatokat, Vickers mikrokeménység-mérést, szakítóvizsgálatot, illetve ütésvizsgálatot végeztek. Vizsgálataik szerint minél több térfogatszázalékú alumínium-oxiddal van ellátva a minta, annál nagyobb a mikrokeménysége a mintának. A folyáshatár, illetve szakítószilárdság vizsgálata során is növekedést mutattak a minták a tiszta alumíniumos mintához képest. Az ütésvizsgálat során azonban kiderült, hogy az anyag egyre ridegebbé válik, minél több térfogatszázalékban van benne erősítőanyag, vagyis kevesebb energiát nyel el.

Egy másik kutatás során J.A. Santa Maria és társai [5] Al-A206/Al₂O₃ üreges gömbölyű szintaktikus habok mikroszerkezetét tanulmányozták és kvázi statikus zömítésvizsgálat során három különböző tartományban (0,106-0,212 mm, 0,212-0,425 mm, 0,425-0,50 mm) és három különböző körülmény között vizsgálták. A fémhabok csúcshővezetési képessége, platószilárdsága, illetve szívóssága a falvastagság és az átmérő arányának növekedésével nőtt. Mivel a falvastagság és az átmérő aránya a gömbátmérő csökkenésével növekszik, a legkisebb üreges gömbökkel előállított habok csúcshővezetési képesség szempontjából kiemelkedő teljesítményt mutattak. Kimutatták, hogy a szintaktikus habok csúcshővezetési képessége követi az alapanyag folyáshatárát. A tanulmányban a 0,212-0,425 mm nagyságú hőkezelt szintaktikus habok a legmagasabb fajlagos platószilárdságot és a második legnagyobb fajlagos energiaelnyelést mutatták a kutatásukban közölt alumínium szintaktikus habok közül.

3. ANYAGOK ÉS MÓDSZEREK

3.1. Használt anyagok

Al99,7 kohóalumíniumot választottunk mátrixanyagként, mivel jó képlékenységi és öntési tulajdonsággal bír, továbbá kiváló korróziós tulajdonságai vannak, illetve olcsó és könnyen hozzáférhető anyagnak tekinthető. A mátrixanyag kémiai összetételét foglalja össze a következő táblázat (1. táblázat).

Mátrixanyag kémiai összetétele [6]

1. táblázat

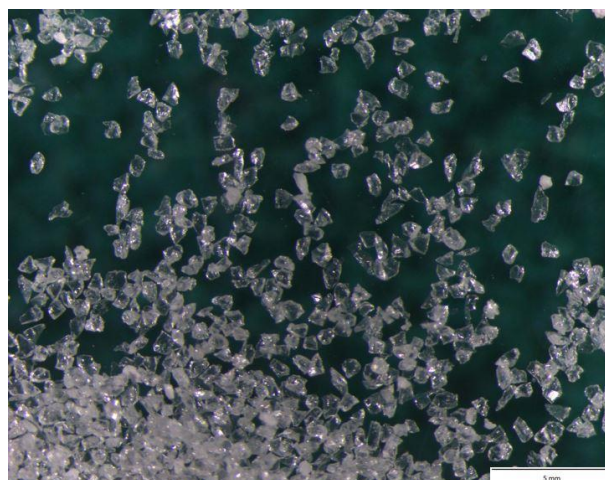
Al	Fe	Si	Ti	Cu	Mg	Zn	Mn	egyebek
min. 99,7	max. 0,25	max. 0,2	max. 0,03	max. 0,03	max. 0,03	max. 0,07	max. 0,03	egyenként 0,03

A próbatestjeink porozitását adó töltőanyag a Hollomet Gmbh által gyártott kerámia gömbhéj (CHS) volt, amelyeknek átmérője $2,31 \pm 0,12$ mm (25 véletlenszerűen kiválasztott CHS alapján), sűrűségük pedig $0,92 \pm 0,08$ gcm⁻³. A töltőanyagról készült sztereomikroszkópos kép az 1. ábra látható.



1. ábra Kutatásunk során használt térkitöltőanyag

Erősítőanyagként 0,50 mm átmérőjű alumínium-oxid (Al₂O₃) használtunk, három különböző térkitöltéssel (5%, 10% és 15%-os) a mátrixanyag térfogatához képest. Az erősítőanyag kiválasztásának szempontja a mátrixanyaggal való kompatibilitás és könnyű hozzáférhetősége volt. Az erősítőanyagról készült sztereomikroszkópos képeket a következő ábrán mutatjuk be.



2. ábra A szintaktikus fémhabokhoz használt alumínium-oxid erősítőrészek

3.2. Gyártás

Az erősített fémhabokat kisnyomásos infiltrálással gyártottuk. Elsőként a CHS-t és erősítőanyagot addig kevertük, amíg az Al_2O_3 részecskék homogénean nem oszlottak el a töltőanyag között. Ezt követően az acél öntőformákat grafitral bevontuk a próbatetek könnyebb eltávolítása érdekében (N-77 típusú, DUE-CI ELECTRONIC gyártású grafit spray). A következő lépés, hogy a keveréket az öntőformába töltöttük majd a tetejére acélhálót és alumínium-oxidból készült paplant helyeztünk. Ezt a lépés azért szükséges, hogy elkerüljük a töltő- és erősítőanyag felúszását olvadékba. Utolsó lépésként a mátrixanyagot is beletettük az öntőformában, majd a megtöltött formát behelyeztük a vákuumkemencébe.

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

Ezt követően argon gázt vezettünk a vákuumkemencébe 500 kPa nyomáson, 5 másodpercig, hogy az olvadt mátrixanyagunkat átinfiltráljuk a keveréken.

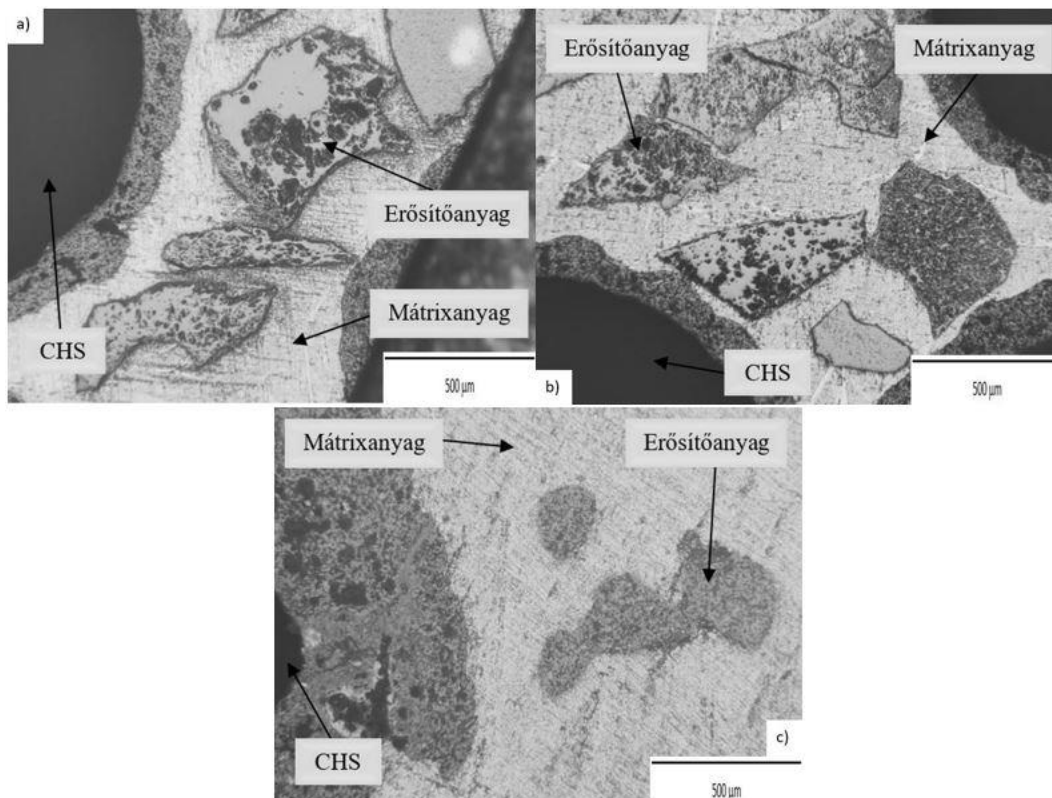
3.3. Vizsgálati módszerek

A mikroszerkezeti és mikroszkópi vizsgálatokat Olympus PMG 3 optikai-, Olympus SZX16 sztereomikroszkóppal és Zeiss EVO MA10-es pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) csináltuk.

A próbateteket a vizsgálatok előtt az öntőformából való eltávolítást követően $25 \times 25 \times 25$ mm-es darabokra munkáltunk ki. A munkadarabok előkészítése 7 lépésből állt, a különböző szemcsenagyságú csiszolópapírokat alkalmazva; P60, P120, P320, P600, P1200 és P2500, P4000. A felület megmunkálása egy-egy adott csiszolópapírral 20 N erővel 5 percen át történt.

4. EREDMÉNYEK

Ebben a fejezetben a mikroszerkezeti vizsgálatok eredményeit fogjuk bemutatni. Az optikai mikroszkóppal készített képeken (3. ábra) jelölve láthatjuk a szintaktikus fémhabok három fő összetevőjét; mátrixanyagot, erősítőanyagot és a térkitöltőanyagot (CHS).



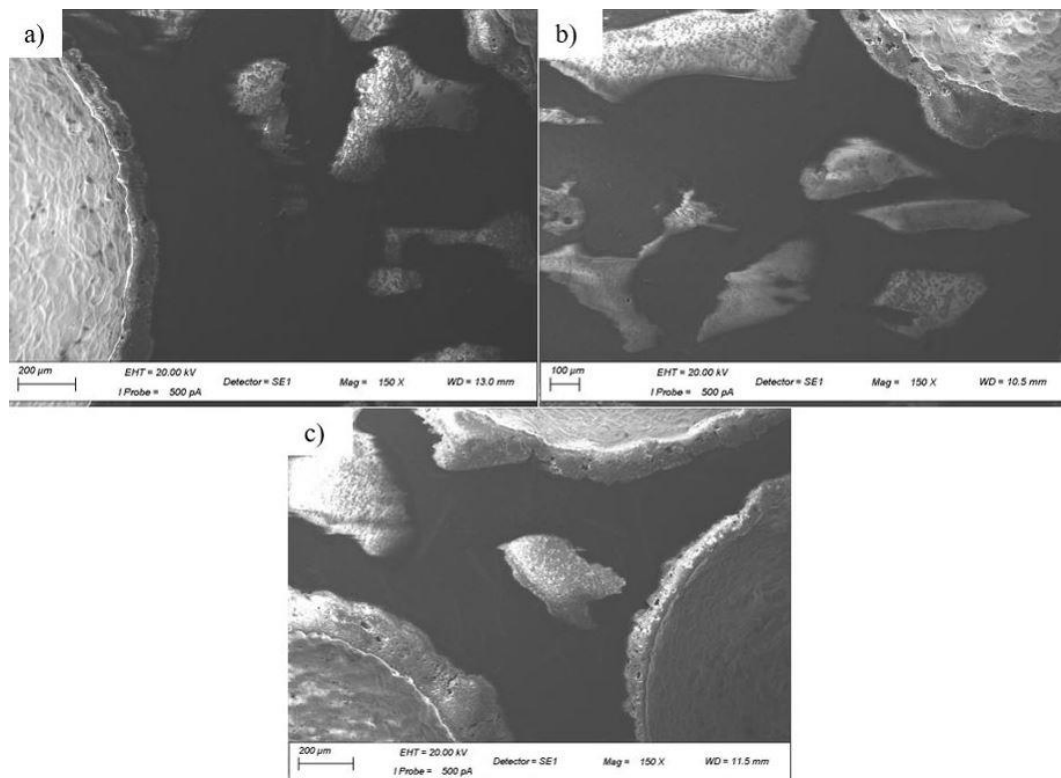
3. ábra Szintaktikus fémhabok mikroszerkezetéről készült optikai mikroszkópos képek a) 5%-os térkitöltéssel, b) 10%-os térkitöltéssel, c) 15%-os térkitöltéssel erősítéssel készült fémhabok

A gyártás jóságát a következő tulajdonságok alapján határoztuk meg:

- i) a mátrixanyaggal kitöltött gömbhéjak számának és az ép, levegővel töltött gömbhéjak számának hányadosa (a mérőszám jelölése: λ),
- ii) anyagfolytonossági hiány által elfoglalt felület és a mátrixanyag által elfoglalt felület hányadosa (a mérőszám jelölése: ζ),
- iii) a töltő- és erősítőanyag, valamint a mátrixanyag határfelületén kialakult határréteg.

Az alkotók közötti határfelület minden esetben szép, nem történt kémiai reakció. A cellák elkülönülnek egymástól, a vizsgált vágási síkokon mátrixanyaggal kitöltött gömbhéj nem tapasztalható, vagyis $\lambda = 0$. Látható, hogy jó kötés jött létre az alkotók között. A vizsgált síkokon nem kívánt porozitások nem figyelhetők meg, $\zeta = 0$.

A következő ábrán (4. ábra) a pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok eredményei láthatóak. Ezek alapján kijelenthetjük, hogy a várakozásainknak megfelelően nem kívánt kiválások és porozitások nem jöttek létre, a gyártás és kimunkálás sikeres volt. Azt is megfigyelhetjük, hogy kémiai reakció sem a mátrix-, töltő- és erősítőanyag között nem jött létre.



4. ábra A próbatestekről készült elektronmikroszkópos képek a) 5%-os térkitöltéssel, b) 10%-os térkitöltéssel, c) 15%-os térkitöltésű erősítéssel készült szintaktikus fémhabok

Ezek alapján elmondhatjuk, hogy a vákuumkemencés, kisnyomásos infiltráció alkalmas módszer erősített szintaktikus fémhabok gyártására.

5. ÖSSZEFOGLALÁS

A kutatásunkban Al_2O_3 részecskékkal erősített szintaktikus fémhabokat gyártottunk, A199,7 mátrixanyaggal és kerámia gömbhéj töltőanyaggal. Az optikai- és elektronmikroszkópos vizsgálatok alapján elmondhatjuk, az alkotók között jó kapcsolat jött létre, nem kívánt porozitások nincsenek. Az eredmények szerint a sikeresen gyártottunk erősített szintaktikus fémhabokat vákuumkemencés, kisnyomásos infiltrációval.

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Köszönettel tartozunk a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetemen működő Anyagtudomány és Technológia Tanszéknek, és az MTA-BME Lendület Nagyteljesítményű Kompozit

Fémhabok Kutatócsoportnak, hogy a szükséges labori körülményeket, anyagokat, vizsgálati- és mérőeszközöket biztosították.

Ezt a munkát a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal (NKFIH), támogatta az OTKA-FK_21138505 támogatási szerződés keretében.

IRODALMI HIVATKOZÁSOK

- [1] 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.
- [2] J. Kumar, S. Negi, és V. Mishra, „3D printed PETG/cenosphere syntactic foam composites for lightweight structural applications”, *Mater Lett*, köt. 355, o. 135493, jan. 2024, doi: 10.1016/J.MATLET.2023.135493.
- [3] L. Zhang és J. Ma, „Effect of carbon nanofiber reinforcement on mechanical properties of syntactic foam”, *Materials Science and Engineering: A*, köt. 574, o. 191–196, júl. 2013, doi: 10.1016/J.MSEA.2013.03.028.
- [4] N. A. B. N. Zamani, A. K. M. Asif Iqbal, és D. M. Nuruzzaman, „Fabrication and characterization of Al₂O₃ nanoparticle reinforced aluminium matrix composite via powder metallurgy”, *Mater Today Proc*, köt. 29, o. 190–195, jan. 2020, doi: 10.1016/J.MATPR.2020.05.541.
- [5] J. A. Santa Maria, B. F. Schultz, J. B. Ferguson, és P. K. Rohatgi, „Al–Al₂O₃ syntactic foams – Part I: Effect of matrix strength and hollow sphere size on the quasi-static properties of Al–A206/Al₂O₃ syntactic foams”, *Materials Science and Engineering: A*, köt. 582, o. 415–422, okt. 2013, doi: 10.1016/J.MSEA.2013.05.081.
- [6] Al99,7 anyagösszetétel táblázat: „https://www.steelnumber.com/en/steel_alloy_composition_eu.php?name_id=1014”. (Utolsó letöltés dátuma: 2024. 02. 21.)