


**LABORATORIA  
APARATURA  
BADANIA**

ISSN-1427-5619

**LAB**

**4 / 2018**

**DWUMIESIĘCZNIK**



**Pomiar wielkości  
i rozkładu cząstek**

**Metody badań proszków**



# Technologie infiltracji

Marek Kremzer, Błażej Tomiczek, Grzegorz Matula\*

Technologie wytwarzania materiałów kompozytowych są jedną z najprężniej rozwijających się dziedzin inżynierii materiałowej, co wiąże się przede wszystkim z tempem zmian, jakie przechodzi przemysł lotniczy, motoryzacyjny i elektroniczny oraz dość specyficzne jego gałęzie, do których należy zaliczyć przemysł wojskowy, kosmiczny oraz produkcji profesjonalnego sprzętu sportowego gdzie czynnik ekonomiczny odgrywa drugoplanową rolę i nie stanowi głównej przesłanki do wprowadzenia danej technologii. Biorąc pod uwagę fakt, że trzy ostatnie gałęzie przemysłu – ze względu na swoją specyfikę – nie są nastawione na produkcję masową, ich udział w światowym rynku jest mniejszy od choćby najprężniej rozwijającej się branży motoryzacyjnej. Z powyższych przesłanek wynika, że projektując nowy materiał należy skupić się nie tylko na polepszeniu wskaźników konstrukcyjnych i eksploatacyjnych, ale także na obniżeniu kosztów produkcji, co jest możliwe między innymi dzięki zastosowaniu technologii infiltracji porowatych szkieletów stopami metali. Zróżnicowane zastosowanie materiałów kompozytowych o osnowie metalowej (głównie metali lekkich) wynika przede wszystkim ze składu chemicznego, fazowego, udziału oraz kształtu zastosowanego wzmocnienia.

Metalowe materiały kompozytowe stanowią obecnie jedną z najprężniej rozwijających się i intensywnie badanych grup materiałów inżynierskich, co potwierdzają wyniki badań materiałów o osnowie stopów aluminium wzmocnianych cząstkami ceramicznymi, fazami międzymetalicznymi, a także nanorurkami węglowymi. Wszystkie z wyżej wymienionych materiałów wzmocniających wymagają wcześniejszego odpowiedniego przygotowania, bardzo często w skomplikowanych i energochłonnych procesach technologicznych – co znacznie podnosi cenę finalnego materiału. Przykładem są nanorurki węglowe, których cena za kilogram kształtuje się w okolicach 1000 USD. W ostatnich latach obserwuje się próby wykorzystania jako wzmocnienia kompozytów materiałów pochodzenia kopalnego do których można zaliczyć haloizyt oraz materiałów odpadowych takich jak popioły lotne oraz żużle, tj. pozostałości po spalaniu węgla w elektrowniach. Połączenie tego typu wzmocnienia z materiałami osnowy pochodzącymi z recyklingu zapewnia uzyskanie ekonomicznie atrakcyjnego produktu, a zastosowanie odpowiednio jego wytwarzania gwarantuje korzystne własności konstrukcyjne i eksploatacyjne.

Od lat obserwuje się kilka trendów rozwoju technologii wytwarzania materiałów kompozytowych o osnowie metalowej. Najogólniej wśród tych tendencji można wyróżnić udoskonalanie metod obróbki plastycznej, metod odlewniczych, metalurgii proszków oraz infiltracji ciśnieniowej porowatych szkieletów ceramicznych. Ostatnia z nich stanowi hybrydową technologię wykorzystującą metalurgię proszków do wytworzenia porowatego szkieletu oraz odlewanie ciśnieniowe w celu nasączenia go ciekłym stopem metalu. Infiltracja ciśnieniowa porowatych szkieletów ceramicznych ciekłymi stopami metali jest nowoczesną i wysoko opłacalną technologią wytwarzania materiału, do zalet której należy przede wszystkim zaliczyć:

- możliwość wytwarzania elementów o wysokiej jakości powierzchni i kształcie zbliżonym do finalnego (ang. near net shape);
- zdolność adaptacji procesu do masowej skali produkcji;
- możliwość zastosowania dowolnej fazy wzmocniającej i materiału osnowy;
- wysoką wydajności procesu w odniesieniu do kosztów wytwarzania;
- możliwość lokalnego wzmocnienia produktu.

Bazą materiałów kompozytowych wytwarzanych metodą infiltracji są ich fazy wzac-

nijające w postaci porowatych szkieletów, które w głównej mierze wpływają na strukturę i własności finalnego produktu. Ceramiczne szkielety porowate, często zwane preformami mogą być wytwarzane wieloma metodami, do których zaliczyć należy:

- metodę usuwanych dodatków, polegającą na mieszanii ceramicznego materiału proszkowego i lepiszcza z substancją porotwórczą, a następnie wypalaniu uformowanej kształtki w określonej temperaturze. Substancja porotwórcza w wysokiej temperaturze ulega degradacji, a w jej miejscu powstają puste przestrzenie, czyli otwarte pory;
- metodę spiekanych proszków monofrakcyjnych z dodatkiem lepiszcza, polegającą na formowaniu mieszaniny proszków z lepiszczem nadającym wytrzymałość w stanie surowym i degradacji termicznej tego lepiszcza;
- metodę odwzorowania porowatej matrycy, polegającą na kopiowaniu budowy innych materiałów porowatych przy użyciu materiału ceramicznego, przy czym najczęściej odwzorowuje się porowate matryce organiczne. Na uprzednio przygotowanej matrycy, którą stanowi liuretanaowa, osadza się masy ceramiczne, a następnie je wypala. W procesie wypalania

gąbka ulega rozkładowi pod wpływem temperatury, a ceramiczny szkielet powstały w obszarach odpowiadających ścianom gąbki – spieka się;

- metodę spieniania polegającą na wprowadzeniu do gęstwy ceramicznej dodatków wywołujących reakcję z wydzielaniem produktów gazowych, powodujących powstanie porów;

- metodę zamrażania masy lejnej i sublimacji rozpuszczalnika, pozwalającą na otrzymanie porowatej struktury ceramicznej przez usunięcie rozpuszczalnika (najczęściej wody) i sublimację lodu pod obniżonym ciśnieniem. Struktura kształtowana jest przez udział objętościowy rozpuszczalnika w ceramicznej masie lejnej oraz szybkość zamrażania i sublimacji lodu.

Proces infiltracji ciśnieniowej może być traktowany jako hydrauliczny przepływ cieczy metalowej pod wpły-

wem ciśnienia zewnętrznego przez znajdujące się w stanie stałym nieciągłe w skali makro- i mikroskopowej medium, w połączeniu z kinetyką krzepnięcia metalu w stanie płynięcia, jak również po wypełnieniu nieciągłości strukturalnych porowatego szkieletu, uwzględniając przy tym specyfikę wpływu parametrów zewnętrznych na układ metal-ceramika. Procesem infiltracji ciśnieniowej sterować można przez dobór odpowiednich warunków, tj.:

- początkowej temperatury szkieletu oraz ciekłego metalu;

- udziału objętościowego materiału wzmacniającego;

- wartości stosowanego ciśnienia;

- szybkości procesu infiltracji. W zależności od czynnika wywołującego infiltrację proces ten można podzielić na:

- infiltrację próżniową (ang. vacuum infiltration), w trakcie której porowaty szkielet

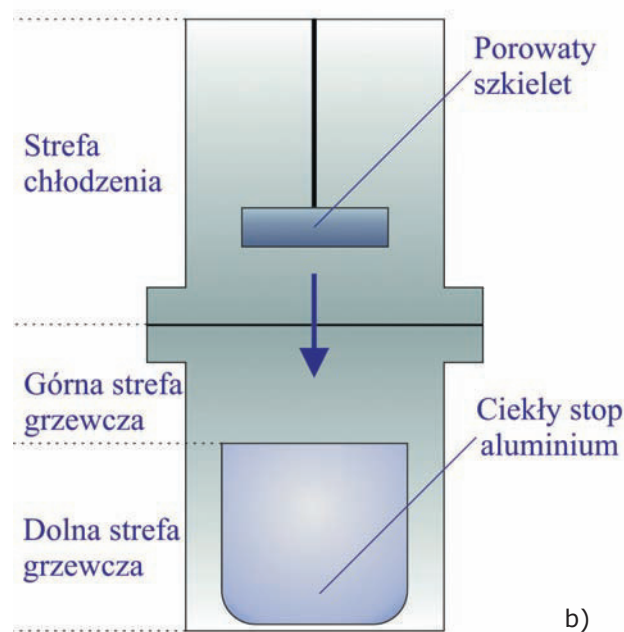
znajduje się w warunkach obniżonego – w stosunku do atmosferycznego – ciśnienia gazowego, a czynnikiem wywołującym infiltrację jest dodatnie ciśnienie ciekłego metalu;

- infiltrację niskociśnieniową, która polega na wywieraniu ciśnienia około kilku-kilkudziesięciu Pa na gaz znajdujący się nad lustrem ciekłego metalu; jej odmianą może być infiltracja bezciśnieniowa (ang. pressureless infiltration) w przypadku której penetracja szkieletu wywołana jest jedynie ciśnieniem hydrostatycznym i siłami kapilarnymi;

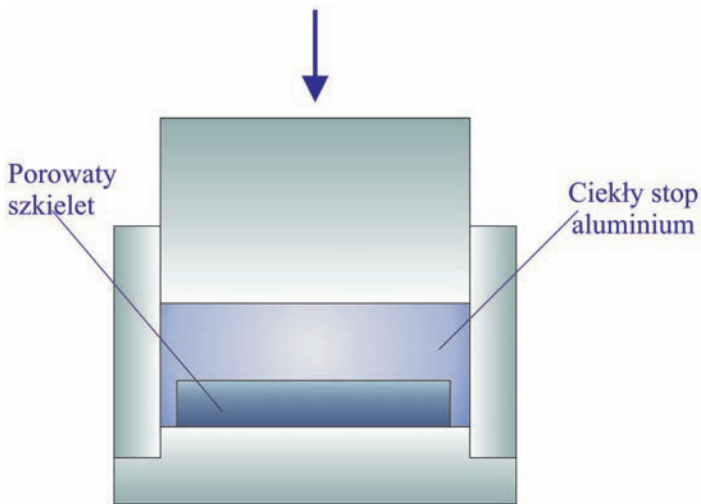
- infiltrację wysokociśnieniową (ang. pressure/squeeze infiltration), w której metal pod ciśnieniem od kilkudziesięciu do kilkuset MPa wpływa i krzepnie w porach szkieletu; ciśnienie to może być wywołane przez gaz znajdujący się nad lustrem metalu, stempel formy umieszczonej w prasie lub siły odśrodkowe;

- infiltrację gazowo-próżniową, która jest połączeniem infiltracji próżniowej (szkielet ceramiczny przed wprowadzeniem do ciekłego metalu znajduje się w warunkach obniżonego ciśnienia) oraz ciśnieniowej (wywierane jest ciśnienie na gaz znajdujący się nad lustrem ciekłego metalu).

Najkorzystniejszym rodzajem infiltracji pod kątem technologicznym jest infiltracja gazowo-próżniowa, gdyż podczas procesu zarówno porowaty szkielet ceramiczny, jak i stop wykorzystywany do jego penetracji znajdują się w atmosferze ochronnej (próżnia podczas topienia stopu oraz gaz obojętny po wprowadzeniu szkieletu do ciekłego metalu). Ponadto wspomaganą próżnią infiltracja pozwala na obniżenie ciśnienia wywieranego na ciekły metal, gdyż jej rzeczywiste ciśnienie należy odnieść do wcześniej wytworzonej próżni, a nie do ciśnienia atmosferycznego, jak w przypadku konwencjonalnej infiltracji ciśnieniowej. Jest to bardzo istotne z uwagi na fakt, że ciśnienie stopu nie może przekroczyć granicznej wartości, jaką wyznacza wytrzymałość szkieletu ceramicznego. Bardzo istotną korzyścią płynącą z zastosowania metody gazowo-próżniowej jest niska porowatość finalnego materiału kompozytowego, wynikająca z faktu, że podczas penetracji ciekłym stopem nie występuje zjawisko migracji na zewnątrz szkieletu gazu znajdującego się w kanałach oraz jego sprężania w „ślepych” porach, co może być bezpośrednią przyczyną mikropustek



Rys. 1. Urządzenie do infiltracji gazowo-próżniowej: a) zdjęcie, b) schemat



Rys. 2. Schemat infiltracji ciśnieniowej w matrycy

w materiale kompozytowym. Schemat oraz zdjęcie urządzenia do infiltracji gazowo-próżniowej przedstawiono na rys. 1. Metoda ta jednak, w porównaniu do infiltracji ciśnieniowej realizowanej w matrycy (rys. 2.) obarczona jest sporym ograniczeniem: nie daje możliwości wytwarzania lokalnie wzmacnianych elementów. W przypadku infiltracji gazowo-próżniowej proces realizo-

wany jest przez umieszczenie tygla ze stopem metalu w dolnej strefie grzewczej, porowatego szkielec ceramicznego w górnej strefie grzewczej i podgrzania obu stref powyżej temperatury topnienia zastosowanego stopu. Nagrzewanie odbywa się w próżni, a po osiągnięciu zadanej temperatury następuje opuszczenie szkielec do ciekłego stopu i wprowadzenie do autoklawu gazu obojętnego w celu wywarcia

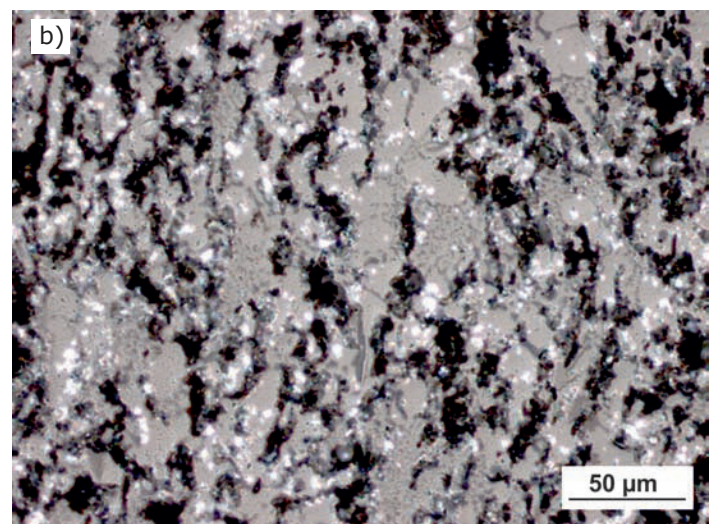
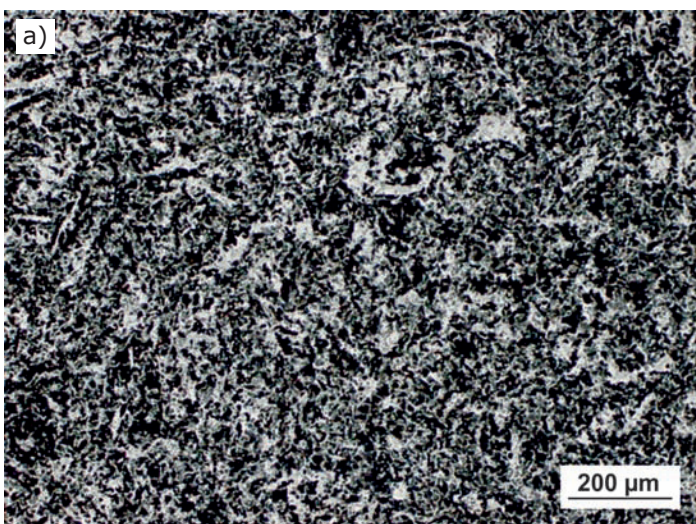
ciśnienia na lustro metalu, w wyniku czego penetruje on porowaty szkielec. Po nasyceniu ciekłym metalem szkielec zostaje podniesiony do strefy chłodzenia.

Infiltracja w matrycy polega na jednoosiowym prasowaniu porowatego szkielec oraz ciekłego stopu w specjalnie do tego przygotowanej formie umieszczonej w płytowej prasie hydraulicznej. Porowate szkielec ceramiczne oraz infiltrujący je metal są wstępnie podgrzewane powyżej temperatury topnienia zastosowanego stopu.

Na rysunku 3 przedstawiono strukturę materiału kompozytowego zarejestrowaną na mikroskopie świetlnym. Materiał ten wytworzono metodą infiltracji próżniowo-ciśnieniowej w temperaturze 800°C pod ciśnieniem azotu 30 bar. Osnowę materiału stanowi okołoeutektyczny odlewniczy stop aluminium EN AC-ALSi12, natomiast jako wzmocnienia użyto porowatych szkielec ceramicznych wytworzonych na drodze prasowania i spie-

kania proszku  $Al_2O_3$  z 40% dodatkami kształtującym pory w postaci grafitu. Temperaturowy przebieg procesu spiekania (rys. 4) dobrano tak, aby zapewniał całkowitą degradację termiczną grafitu, która – jak wynika z analizy TGA – następuje w temperaturze do 800°C. Na rysunku 5 przedstawiono zdjęcia wyprasek (przed spiekaniem, rys. a) oraz porowatych szkielec (po spiekaniu, rys. b), których biały kolor świadczy o całkowitej degradacji termicznej grafitu.

Na podstawie obserwacji w mikroskopie świetlnym (rys. 3) stwierdzono równomierny rozkład fazy wzmacniającej w aluminiowej osnowie opracowanego materiału, a ponadto nie stwierdzono występowania dużych porów oraz pęknięć porowatego szkielec powstałych w czasie infiltracji. Wytworzone materiały kompozytowe charakteryzują się ponad dwukrotnie większą twardością oraz odpornością na zużycie ścierne wyrażone



Rys. 3. Struktura materiału kompozytowego AlSi12- $Al_2O_3$ : a) pow. 100x, b) pow. 500x

ubytkiem objętości, zbadane w badaniach trybologicznych pin-on-disc.

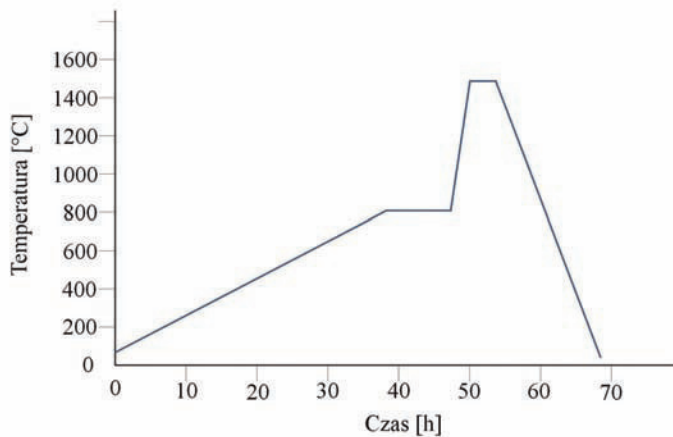
Na rysunku 6 przedstawiono strukturę materiału zarejestro-

waną na mikroskopie świetlnym. Materiał kompozytowy wytworzono metodą infiltracji ciśnieniowej w matrycy o wymiarach 45×65 mm o nastę-

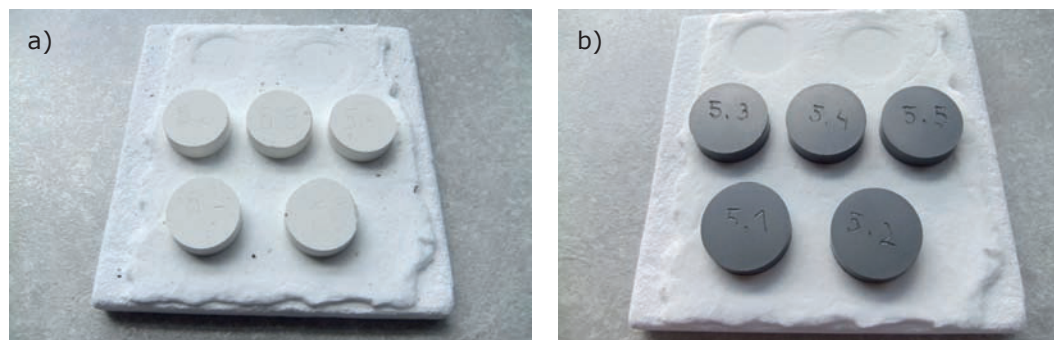
pującym przebiegu: przygotowane szkielety ceramiczne nagrzano w piecu do temperatury 800°C. Do pokrytej grafitem formy o temperaturze 450°C (maksymalna temperatura płyt prasy), wprowadzono spiekany szkielet ceramiczny oraz ciekły stop aluminium o temperaturze 800°C. Całość przykryto stemplem i umieszczono w płytowej prasie hydraulicznej. Szybkość prasowania wynosiła 17 mm/s, a maksymalny nacisk prasy 100 MPa. Po upływie 120 s zdjęto obciążenie, a próbki wyjęte z formy chłodzono strumieniem sprężonego powietrza. Osnowę materiału

podobnie jak w poprzednim przykładzie stanowi około-eutektyczny odlewniczy stop aluminium EN AC-ALSi12, natomiast jako wzmocnienia użyto porowatych szkieletów ceramicznych wytworzonych na drodze prasowania i spiekania proszku  $Al_2O_3$  z 40% dodatkiem kształtującym pory w postaci włókien węglowych Sigrafil C10 M250 UNS firmy SGL Carbon Group. Przebieg temperatury podczas procesu spiekania był taki sam jak w poprzednim przykładzie (rys. 4).

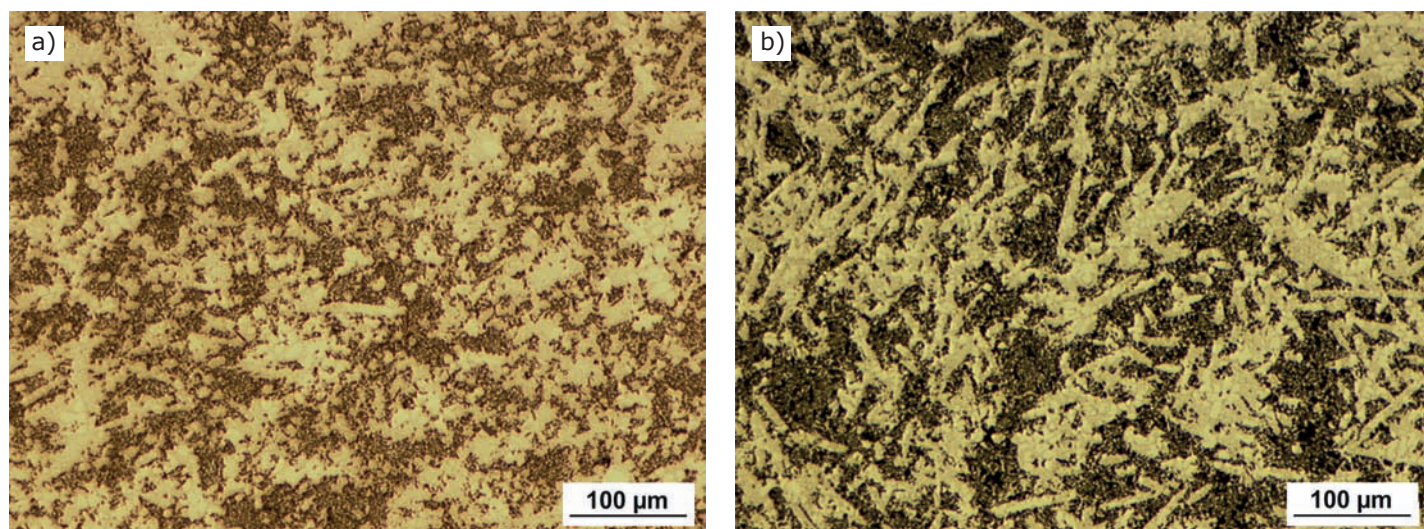
Obserwacje metalograficzne otrzymanych materiałów kompozytowych pozwoliły stwierdzić równomierny rozkład fazy wzmacniającej w osnowie. Dodatkowo stwierdzono, że struktura materiałów kompozytowych wzmacnianych szkieletami wytworzonymi z cząstek  $Al_2O_3$  z dodatkiem kształtującym pory w postaci włókien węglowych różni się w zależności od płaszczyzny wykonania zglądu. Włókna te podczas prasowania szkieletów układają się bowiem



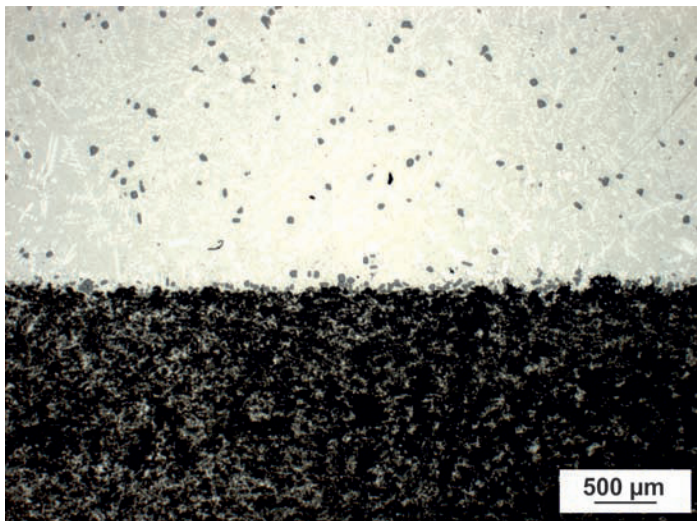
Rys. 4. Temperaturowy przebieg procesu spiekania



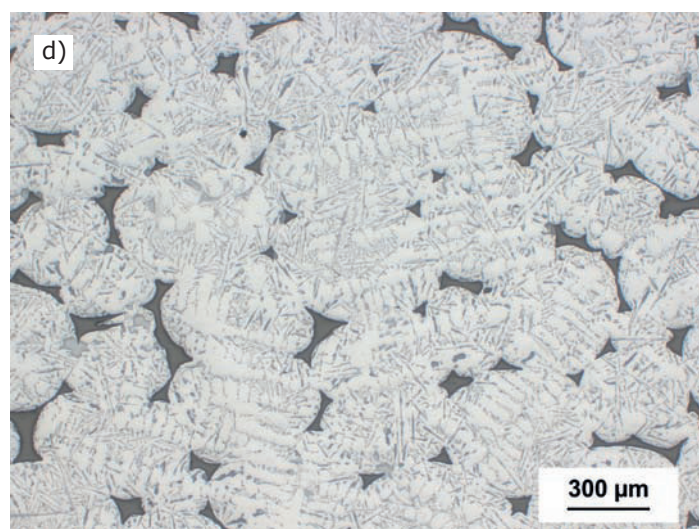
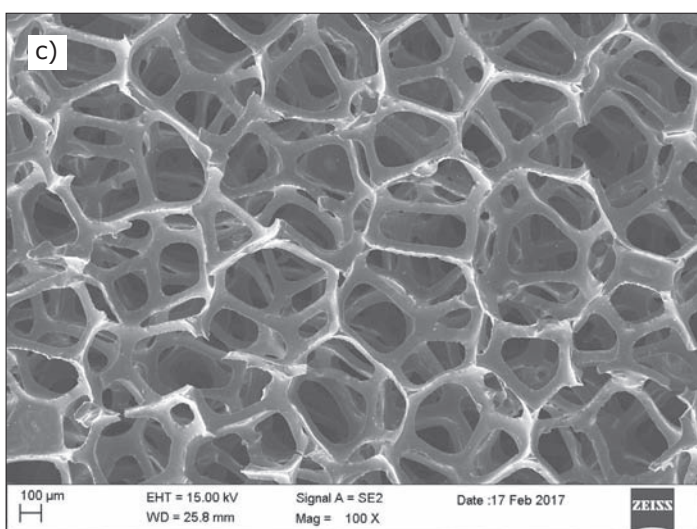
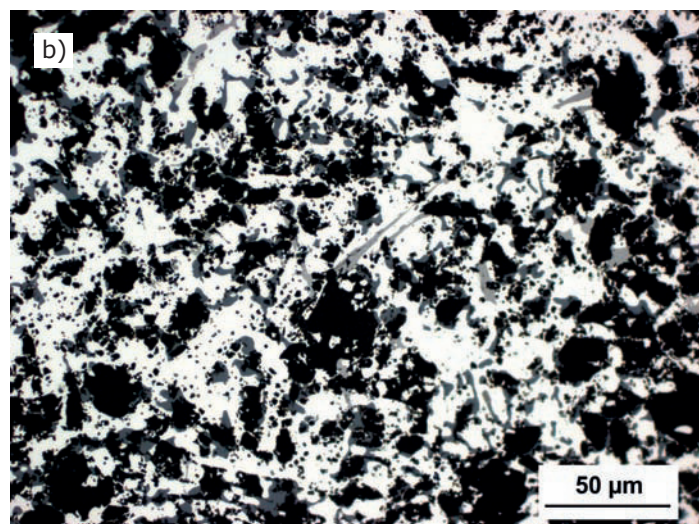
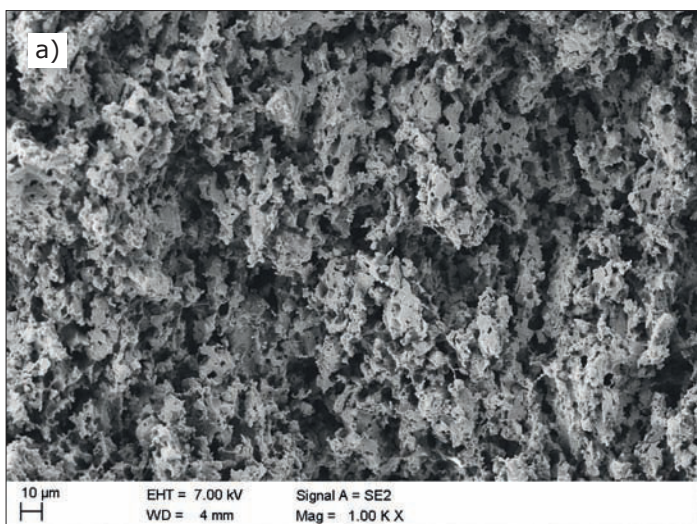
Rys. 5. a) Wypraski mieszaniny  $Al_2O_3$  z grafitem, b) porowate szkielety ceramiczne



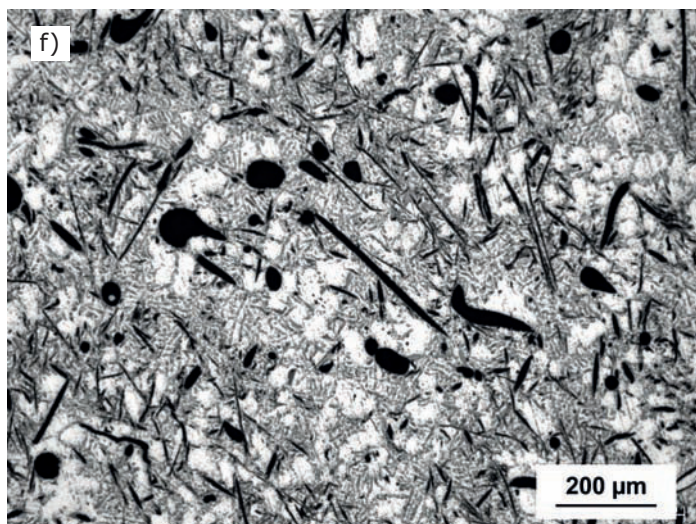
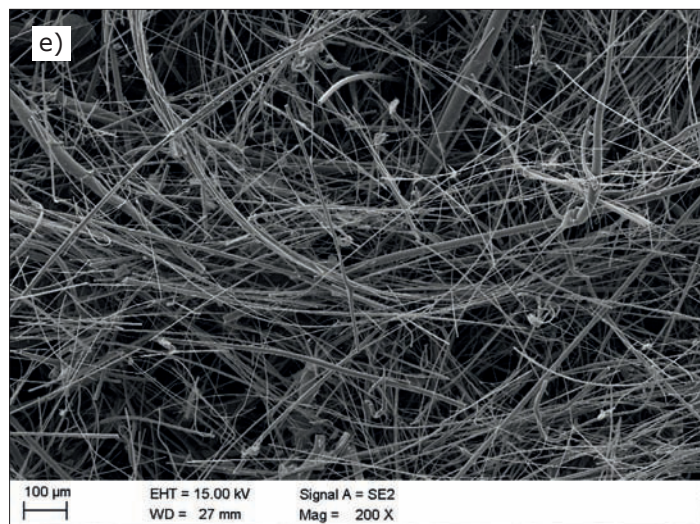
Rys. 6. Struktura materiału kompozytowego  $AlSi12-Al_2O_3$  pow. 100x: a) równoległe do kierunku prasowania szkieletu, b) prostopadłe do kierunku prasowania szkieletu



Rys. 7. Lokalnie wzmocniany szkieletem  $Al_2O_3$  odlewu ze stopu EN AC- $AlSi12$



Rys. 8. Przykłady struktur porowatych szkieletów wzmocniających przed (lewa kolumna) oraz po infiltracji ciśnieniowej (prawa kolumna) ciekłym stopem  $AlSi12$ : a) morfologia spiekane go szkieletu haloizytowego; b) struktura materiału kompozytowego wzmocnianego haloizytem; c) morfologia włókien korundowych; d) struktura materiału kompozytowego wzmocnianego korundem



Rys. 8. Przykłady struktur porowatych szkieletów wzmacniających przed (lewa kolumna) oraz po infiltracji ciśnieniowej (prawa kolumna) ciekłym stopem AlSi12: e) morfologia pianki z węgla szklistego; f) struktura materiału kompozytowego wzmacnianego węglem szklistym

prostopadle do kierunku przyłożonego obciążenia, stąd na płaszczyźnie zglądu do niego równoległej obserwuje się osnowę wypełniającą pory o przewadze kształtu kołowego odpowiadającego przekroju poprzecznemu włókien, natomiast w płaszczyźnie prostopadłej do kierunku prasowania osnowa ma kształt włókien, których wymiary odpowiadają zdegradowanym włóknom węglowym.

Obie zaprezentowane technologie wytwarzania materiałów kompozytowych polegające na infiltracji ciśnieniowej porowatych szkieletów ceramicznych zapewniają wyma-

ganą strukturę, tj. równomierny rozkład fazy wzmacniającej i brak występowania porów oraz lepsze – w stosunku do ich osnowy – własności: ponad dwukrotnie większą twardość i odporność na zużycie ścierne. Ponadto – w przypadku infiltracji gazowo-próżniowej – ze względu na stosowaną atmosferę ochronną mogą być wykorzystane jako osnowa materiały podatne na utlenianie, natomiast w przypadku infiltracji w matrycy istnieje możliwość lokalnego wzmacniania elementu, co przedstawiono na rysunku 7. Technologie infiltracji mogą być stosowane do wytwa-

rzania wielu rodzajów materiałów kompozytowych, co zilustrowano strukturami zestawionymi na rys. 8.

#### Literatura

- [1] J. Sobczak, A. Wojciechowski, D. Rudnik: Infiltracja ciśnieniowa w wytwarzaniu materiałów kompozytowych, Instytut Transportu Samochodowego 2008.
- [2] M. Kremzer, M. Dziekońska, M. Sroka, B. Tomiczek, Abrasive wear of AlSi12-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite materials manufactured by pressure infiltration, Archives of Metallurgy and Materials 61/3 (2016), 1255-1260.

- [3] B. Tomiczek, M. Kujawa, G. Matula, M. Kremzer, T. Tański, L.A. Dobrzański: Aluminium AlSi12 alloy matrix composites reinforced by mullite porous preforms, Materialwissenschaft Werkstofftechnik 46/4-5 (2015) 368-376.

- [4] G. Matula, J. Krzysteczko: Porous material produced by ceramic injection molding, Journal of Achievements in Materials Manufacturing and Engineering 71/1 (2015) 14-21.

\* Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska w Gliwicach