

**Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák
Doktori Iskola**

**Al-SiC és Al-SiC(Cu) porkohászati kompozitok
előállítása és összehasonlító vizsgálata**

Ph.D. értekezés tézisei



Tomolya Kinga
okleveles anyagmérnök

Tudományos vezető: **Dr. Gácsi Zoltán**, egyetemi tanár

Miskolc
2007

1. Bevezetés, célkitűzések

A jövőnk egyik perspektivikus szerkezeti és funkcionális anyagai a kompozitok. A mikroelektronikában a teljesítmény növelése, az autóiparban a tömegcsökkentés, a környezetvédelmi szempontok, az optimális üzemanyag felhasználás vagy a világegyetem felfedezése újabb és újabb, egyre kiválóbb tulajdonságú anyagok előállítására ösztönöz minket. Általánosságban elmondható, hogy a kompozitok olyan összetett anyagok, amelyekben a második fázis egyenletesen oszlik el a folyamatos alapmátrixban. A kompozitok tulajdonságait a második fázis és a mátrix tulajdonságai, morfológiája, szerkezete és a létrejövő határfelület együttesen határozza meg.

A fémmátrixú kompozitok egyik leggyakrabban alkalmazott mátrixa az alumínium, illetve az alumínium ötvözetek, amelyek erősítő anyagaként általában kerámiát (SiC) alkalmaznak. Az alumínium mátrixú kompozitokat nagyobb szilárdság, kisebb sűrűség (tömeg), előre tervezhető hőtágulási együttható, kopásállóság növekedés, hővezetési képesség javulás, jobb rezgéscsillapító képesség jellemzi a nem erősített anyaghoz képest. A kemény fázis jelenléte, amely lehet szemcse, szál vagy whisker, jó tribológiai tulajdonságokat kölcsönöz a kompozitnak. E tulajdonságok azonban csak akkor érvényesülhetnek, ha a mátrix és a második fázis közötti határfelület kielégítő tulajdonságokkal rendelkezik. A határfelület tulajdonságait a fázisok között szükségszerűen lejátszódó kémiai reakciók eredménye határozza meg.

A kísérletek során SiC szemcsékkel erősített alumínium mátrixú kompozit előállításával, és tulajdonságainak vizsgálatával foglalkoztam, amelyeknél porkohászati előállítási módszert alkalmaztam. Két sorozat kompozitot készítettem. Első esetben az alumínium és a SiC szemcsék

közvetlenül érintkeztek egymással, a második esetben pedig a SiC szemcsék felületét rézzel vontam be.

A dolgozat kezdeti munkálatai során többféle kérdés merült fel: Lehetséges-e az alumínium és a SiC nemkívánatos határfelületi reakcióinak megakadályozása? Elkerülhető-e a kedvezőtlen tulajdonságú karbidos fázis képződése, esetleg módosítható-e a határfelületen lévő reakció, és ezáltal létre jöhet-e hasznos, kedvező tulajdonságú fázis? Milyen módszerek állnak rendelkezésre, és ezek közül melyek megvalósíthatók? A bevonással létrehozható-e egy folyamatos határfelület a fázisok között? A megfelelő módszer kiválasztását, majd alkalmazását követően, milyen pozitív hatások tapasztalhatók a határfelületen, illetve a pórusok mennyiségében, eloszlásában?

Összegezve: A kísérletek célja:

- 1. rézzel bevont SiC szemcséket tartalmazó alumínium mátrixú kompozitok porkohászati előállítása laboratóriumi körülmények között,*
- 2. a SiC szemcsék felületén kialakított rézréteg jellemzése, illetve e réteg hatásának vizsgálata a határfelületi vegyületek képződésére,*
- 3. az Al-SiC és Al-SiC(Cu) szinterelés közben lezajló folyamatainak jellemzése és összehasonlítása.*

2. Az elvégzett kutatás rövid összefoglalása

A cél olyan alumínium mátrixú kompozitok szerkezetének jellemzése, amelyek rézzel bevont SiC szemcséket tartalmaznak, majd összehasonlítása a "hagyományos", nem bevont SiC szemcséket tartalmazó darabokéval. Ehhez első lépésben a szemcsék rézzel történő *bevonását* valósítottam meg. Tanulmányozva a különböző bevonási technikákat, a kémiai redukciós módszer bizonyult alkalmasnak a feladatra. A bevonási paraméterek kikísérletezését követően a szemcsék felületének ~40%-át sikerül bevonni, a réz szigetszerűen található meg a SiC szemcsék felületén. E réteg erősen tapad a szemcsék felületére, amely hosszabb idő után (3-5 hónap) sem válik le róla.

Két sorozat próbadarab készült porkohászati technológia segítségével. Az egyik sorozat nem bevont szemcséket (Al-SiC), míg a másik sorozat bevont szemcséket (Al-SiC(Cu)) tartalmaz 5%, 10%, 15%, 25% és 50% (tömegszázalék) mennyiségben. A por alapanyagokból egyoldalú hidegsajtolással 400 MPa nyomással, majd 640 °C-on, N₂ védőatmoszféra alatti hőmérsékleten való szintereléssel készültek a kísérleti sorozatok. A darabok vizsgálatát az előállítás különböző lépéseiben, így préselt állapotban, szinterelés közben, illetve szinterelést követően végeztem el.

A *préslés után képelemző berendezéssel* elemeztem a darabok szerkezetét, tömörségét. Ez alapján megállapítottam, hogy mind a rézzel bevont, mind a nem bevont darabok igen tömörek, a bennük lévő porozitás kis mértékű (6,2 - 8,2%). Míg a ≤15% erősítésű Al-SiC darabok közel ugyanolyan mennyiségű pórusokat tartalmaznak, addig az ugyanolyan SiC tartalmú Al-SiC(Cu) kompozitok ~2%-kal nagyobb mértékű porozitással

rendelkeznek, és a SiC tartalom növekedésével csökken a porozitás mértéke.

A *szinterelés közbeni* vizsgálatok a dilatométeres- és a DSC méréseket foglalja magába. A **dilatométeres vizsgálatok** a szinterelés közbeni viselkedésre adnak információt, míg DSC mérésekkel a végbemenő folyamatok kimutatása lehetséges. A $\leq 15\%$ SiC tartalmú darabok dilatométeres görbéje hasonló, szinterelés során egyenletes, folyamatos a zsugorodás. Az erősítés hatását tekintve elmondható, hogy az 5% és 10% nem bevont SiC tartalmú darabok setében az erősítés mennyiségének növelésével csökken a zsugorodás mértéke, míg bevont esetben pedig növekszik. Végiggondolva a szinterelés közben lezajló folyamatokat a tendencia érthető. A hőmérséklet emelkedésének hatására a diffúziós folyamatok révén a szemcsék közötti üregek mérete és száma csökken az alumínium szinterelődése során. Így minél több SiC-ot helyezünk el a darabban, annál kevésbé képes erre a folyamatra. Az 5%- és 10% bevont SiC-ot tartalmazó darabok esetében azonban más a helyzet. Feltételezve, hogy a réz bevitelével részben olvadék fázisú szinterelés zajlik le, minél több SiC szemcsét helyezünk el a kompozitban, annál több rézet is bejuttatunk vele, és így az Al-Cu olvadék kitölti a SiC-ok közötti üregeket. A 25% és 50% esetében a görbe lefutása megváltozik. A szinterelés kezdetén hirtelen, nagyobb mértékű zsugorodás tapasztalható, amely pár perc elteltével csekély mértékűvé válik. Mindkét esetben a 25% erősítés kiugró eredménynek bizonyult. Már bevonás nélkül is igen nagy mértékű ezen darabok zsugorodása, amely a rézzel történő bevonás segítségével fokozható, és így eléri az alumínium zsugorodását. 50% erősítés esetében a zsugorodás mértéke a többi darabéhoz hasonló. A **DSC vizsgálatok** alapján elmondható, hogy mind az Al-SiC, mind az Al-SiC(Cu) darabokban összetett folyamatok játszódnak le. Az alumíniumban

végbemenő folyamatokat (újrakristályosodás) nem befolyásolja a SiC jelenléte sem hevítéskor, sem hűtéskor. Az Al-SiC darabokban végbemennek egyrészt olyan folyamatok, amelyek a tiszta alumíniumban is lezajlanak, másrészt olyan folyamatok, amelyek az Al-SiC határfelületén jönnek létre. A réztartalmú darabokban egy eltérő folyamat zajlik le a hevítés során, amely valószínűleg a bevonási technika melléktermékeként, sókiválások következménye. A likvidusz hőmérséklet folyamatos csökkenése a rézrétegű SiC mennyiségének emelkedésével, bizonyíték arra, hogy növekszik a bevitt réz mennyisége, és ott helyi olvadás következtében lejátsszódik egy oldódási folyamat. A határfelületen keletkező fázisok magasabb hőmérséklet tartományban ($>580^{\circ}\text{C}$) keletkeznek. A DSC görbén ezek a folyamatok nem különíthetők el egymástól.

A szinterelést követő vizsgálatok a képelemzővel való szerkezet elemzést, a fajlagos felület mérést, a röntgendiffrakciós elemzést és a pásztázó elektronmikroszkóppal való szerkezetvizsgálatot foglalja magába. A mikroszkópos vizsgálatok alapján megállapítható, hogy szinterelés hatására csökken a darabok porozitásának mértéke a préselt állapothoz képest. A tiszta alumíniumhoz a SiC szemcséket adagolva változik a porozitás mértéke. A darabok bizonyos mértékű inhomogenitása miatt nem lehet tendenciát találni a SiC mennyisége és a porozitás mértéke között, csupán annyi szögezhető le, hogy mind a bevont, mind a nem bevont esetben a SiC mennyiségének növekedésével növekszik a porozitás mértéke. A fajlagos felület mérési eredményei alapján elmondható, hogy a SiC tartalom növekedésével előbb megnő, majd csökken a fajlagos felület, amely egy kritikus értéket elérve ismét növekedni kezd. E görbe alapján megállapítható, hogy Al-SiC esetében ~20 tömeg% SiC tartalom esetében a legkisebb a fajlagos felület, míg Al-SiC(Cu) kompozitoknál ez

a határ 27 tömeg%. **Röntgendiffrakciós módszerrel** a határfelületen lévő fázisok azonosításával megállapítható, hogy az Al-SiC esetében, amikor a mátrix és a SiC közvetlenül érintkezik egymással, $\text{Al}_4\text{Si}_2\text{C}_5$ fázis keletkezik. Amikor réz is található a határfelületen nem keletkezik ez a karbidos fázis (vagy olyan kis mennyiségben keletkezik, amely röntgendiffrakciós technikával már nem mutatható ki), hanem Al_2Cu és Al_4Cu_9 keletkezik. Így elmondható, hogy a rézzel történő bevonással elkerülhető az alumínium tartalmú karbidos fázis képződése. A **pásztázó elektronmikroszkópos felvételek** alapján megállapítható, hogy a kétféle kompozit szövetszerkezete rendkívül hasonló. Mindkét sorozatban megtalálhatók a pórusok, töredezett szemcsék (a nagy préselési nyomás miatt keletkezett), kapcsolódási pontok, nyakak. A töretfelületük azonban másképp néz ki. Al-SiC darabok esetében a SiC szemcsék kiperegtek a mátrixból, és a SiC határa mentén ment végbe a törés. Ezzel szemben Al-SiC(Cu) darabokban olyan erős volt a kötés a SiC és az alumínium között, hogy a SiC szemcsék kettéhasadtak.

3. Új tudományos eredmények (az értekezés tézisei)

1. *A dilatométeres mérések alapján megállapítottam, hogy a SiC mennyiségének változásával a szinterelés közben lejátszódó folyamatok jellege is változik:*
 - 1.1 *A $\leq 15\%$ SiC tartalmú darabok zsugorodása a szinterelés során egyenletes, folyamatos mind Al-SiC, mind Al-SiC(Cu) esetben.*
 - 1.2 *A 25% és 50% SiC esetében a zsugorodás lefutása a szinterelés kezdetén hirtelen nagy mértékű, amely pár perc elteltével csekély mértékűvé válik.*
 - 1.3 *A 25% erősítésű daraboknak a többi darabhoz képest kiemelkedően nagy mértékű a zsugorodása, amely a rézzel történő bevonás segítségével fokozható, és így eléri az alumínium zsugorodását.*
2. *A szinterelés után végzett fajlagos felület mérési eredményei alapján megállapítottam, hogy a SiC tartalom növekedésével a fajlagos felület egy minimumos görbét követ. E görbe alapján megállapítható, hogy Al-SiC esetében ~ 20 tömeg% (17 térf%) SiC tartalom esetében a legkisebb a fajlagos felület, míg Al-SiC(Cu) kompozitoknál ez a határ 27 tömeg% (23 térf%).*
3. *A röntgenes mérések alapján a következőket bizonyítottam:*
 - 3.1 *Az Al-SiC darabokban a hőkezelés hatására $\text{Al}_4\text{Si}_2\text{C}_5$ fázis keletkezik, amely egy $\text{Al}_4\text{C}_3 \cdot 2\text{SiC}$ összetett karbidos fázis.*

3.2 Az $Al_4Si_2C_5$ fázis nem mutatható ki az Al-SiC(Cu) darabok esetében, tehát a rezes bevonás megakadályozza (vagy minimalizálja) e fázis létrejöttét.

3.3 Az Al-SiC(Cu) darabok esetében az Al_2Cu és Al_4Cu_9 réztartalmú fázis jön létre. E fázis akadályozza meg az Al-SiC darabokban létrejövő karbidos fázis keletkezését.

4. A DSC mérések alapján bizonyítottam a rézrétegű SiC mennyiségének emelkedésével a likvidusz hőmérséklet folyamatos csökkenését. Ez, bizonyíték arra, hogy növekszik a bevitt réz mennyisége, és ott helyi olvadás következtében lejátszódik egy oldódási folyamat.

5. Töretfelület vizsgálatok alapján megállapítottam, hogy a kétféle kompozit eltérően viselkedik a mechanikai igénybevétel hatására:

5.1 Al-SiC esetében a SiC határa mentén ment végbe a törés,

5.2 Al-SiC(Cu) darabokban olyan erős volt a kötés a SiC és az alumínium között, hogy a SiC szemcsék kettéhasadtak a darab törésekor.

4. A tudományos eredmények hasznosítási lehetőségei

Az alumínium és ötvözetek mind a kutatások, mind az ipari alkalmazások területén vezető szerepet töltek be. Ennek legfontosabb oka az alumínium kis sűrűségében és olcsóságában rejlik. Az alumíniumhoz képest kissé nagyobb sűrűségű SiC-ot kedvező ára, és előnyös jellemzői miatt alkalmazzák erősítő fázisként. A szilícium-karbid szemcsékkel erősített alumínium az anyag- és gyártási költségek, valamint a szabályozható tulajdonságok (például hőtágulási együttható) kitűnő kombinációit kínálja. E kompozit hővezetőképessége igen magas, illetve hőtágulási együtthatója is kedvező. A SiC erősítéssel növekszik a szakító szilárdság és a folyáshatár is. Az Al/SiC kompozitok hővezetési értékei hasonlóak a fém alumíniuméhoz. Az Al/SiC rugalmassági modulusa háromszor nagyobb a fém alumíniuménál, és kétszer a rézénél. A kopásállóság az erősítő szemcsék térfogathányadának függvénye. Ha az erősítő szemcsék és a mátrix közötti kötés kiváló minőségű, akkor a kopásállóság egyenes arányban növekszik az erősítéssel. Ezért a határfelület minősége és a kompozit tömörsége rendkívüli jelentőséggel bír a kedvező tulajdonságok kialakulásában. Az előállításnál számolni kell a határfelületen keletkező különböző fázisokkal (általában rideg alumínium-karbid), amelyek befolyásolják a kompozit tulajdonságait. A karbidos fázis keletkezése megakadályozható a SiC szemcsék felületének módosításával, azaz az általam alkalmazott technika segítségével, amely által egy új határfelület jön létre. Megállapítást nyert a porkohászati Al-SiC kompozitoknál a SiC optimális mennyisége, azaz az a maximális SiC mennyiség, amelynél a kompozit tömörsége a legnagyobb. Al-SiC(Cu) esetében az optimális SiC mennyiség magasabb.

4. Tudományos közlemények

Tudományos folyóirat cikkek

1. Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán: Alumínium alapú kompozit csiszolat előkészítési módszerének optimalizálása, **A Miskolci Egyetem Közleményei, Anyag- és Kohómérnöki Tudományok**, Miskolc, 30. kötet (2002) pp. 23-31
2. Kinga Tomolya, Zoltán Gácsi, Tadeus Pieczonka: Porosity Shrinkage in the Al/SiC Composite, **Materials Science Forum** Vols. 414-415 (2003) pp. 153-158 [IF= 0,602, HIV=0]
3. Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Kovács Árpád: SiC kémiai redukciós bevonása rézzel, alumínium mátrixú kompozitokhoz, **A Miskolci Egyetem Közleményei, Anyag- és Kohómérnöki Tudományok**, Miskolc, 31. kötet (2003) pp. 95-103
4. Dr. Lukács János, Csomós Zília, Dr. Gácsi Zoltán, Karcagi Rita, Magyar Anita, Tomolya Kinga: Fáradásos repedésterjedés különböző típusú kompozitokban, **Anyagvizsgálók lapja** (2004/4) pp. 122-129.
5. Kinga Tomolya, Zoltán Gácsi, Árpád Kovács: Copper coating by electroless process for aluminium matrix composite, **Materials Science Forum**, Vols. 473-474 (2005) pp. 159-164 [IF=0,498 (2004-es adat), HIV=0]

Tudományos konferencia kiadványok

1. Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Tadeus Pieczonka: Szilícium-karbid szemcsékkel erősített alumínium mátrixú kompozit porkohászati előállítása és vizsgálata, **Doktoranduszok Fóruma** (2001) pp. 52-57
2. Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Egri Attila: Felületkezelt SiC szemcsékkel erősített alumínium mátrixú kompozitok előállítása, **MicroCAD International Scientific Conference**, Univerity of Miskolc, Hungary (2002) pp. 99-105

3. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Tadeusz Pieczonka*: Szilícium-karbid szemcsékkel erősített alumínium mátrixú kompozit porkohászati előállítása és vizsgálata, **Anyagok világa elektronikus folyóirat** (2002) pp. 1-6
4. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán*: SiC szemcsék bevonása, **VII. Fiatal Műszakiak Tudományos Ülésszaka**, Kolozsvár (2003) pp. 305-311
5. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Kovács Árpád*: Kerámiarészecskék bevonatának jellemzése elektronmikroszkópos kép feldolgozásával, **Képfeldolgozók és Alakfelismerők IV. konferenciája**, Miskolc-Tapolca (2004) pp. 291-296
6. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Janovszky Dóra*: Al/SiC_p kompozitok vizsgálata, **XII. Hőkezelő és Anyagtudomány a Gépgyártásban Országos Konferencia Külföldi Résztevőkkel**, Dunaújváros, (2004) pp. 169-174
7. *K. Tomolya, Z. Gacsi, T. Pieczonka*: Production of copper coated SiC particles reinforced aluminium matrix composite. **4th International Powder Metallurgy Conference**, Sakarya University, Turkey (2005) Conference Proceedings pp. 109-117.

Tudományos előadások tudományos konferenciákon

1. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán*: Production of Ceramic Particle Reinforced Composites, **A Miskolci Egyetem Anyag- és Kohómérnöki Karának Tudományos Ülésszaka**, MAB-Székház, 2001. szeptember 11-12.
2. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán*: Kerámiarészecskékkel erősített kompozit előállítása, **III. Országos Anyagtudományi, Anyagvizsgálati és Anyaginformatikai Konferencia és Kiállítás**, Balatonfüred, 2001. október 14-17.
3. *Tomolya Kinga*: Kerámiarészecskékkel erősített kompozitok előállítása, **Doktoranduszok Fóruma**, Miskolci Egyetem, 2001. november 6.

4. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Egri Attila*: Felületkezelt SiC szemcsékkel erősített alumínium mátrixú kompozitok előállítása, **MicroCAD'2002, International Scientific Conference, Section C: Materials Science**, University of Miskolc, 7-8. March 2002
5. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán*: SiC szemcsék felületkezelése és alkalmazásuk Al/SiC kompozitokban, **Tavaszi Szél 2002, Fialtal Magyar Tudományos Kutatók és Doktoranduszok Hatodik Világtalálkozója**, 2002. április 12-14.
6. *Kinga Tomolya, Zoltán Gácsi*: Local porosity of inhomogeneity in Al/SiC composites, **Junior Euromat 2002**, Lausanne, Svájc, 2002. szeptember 2-5.
7. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán*: Pórusok lokális inhomogenitása porkohászati Al/SiC kompozitokban, **Ph.D. hallgatók anyagtudományi napja (II)**, Veszprém, 2002. szeptember 16.
8. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán*: Alumínium alapanyagú kompozit csiszolat előkészítési módszerének optimalizálása, **Doktoranduszok Fóruma**, Miskolci Egyetem, 2002. november 5-6.
9. *Tomolya Kinga, Dr. Gácsi Zoltán*: SiC szemcsék bevonása, **VIII. Fialtal Műszakiak Tudományos Ülésszaka**, Erdélyi Múzeum Egyesület, Kolozsvár, 2003. március 21-22.
10. *Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán*: Rézzel bevont SiC szemcsékkel erősített Al/SiC kompozitok előállítása, **A Miskolci Egyetem Anyag-és Kohómérnöki Karának Tudományos Ülésszaka**, ME-MAB Székház, Miskolc, 2003. szeptember 4-5.
11. *Kinga Tomolya, Zoltán Gácsi*: Production of copper coated SiC particle reinforced Al/SiC composites, **IV. Országos Anyagtudományi, Anyagvizsgálati és Anyaginformatikai Konferencia és Kiállítás**, Balatonfüred, 2003. október 12-14.
12. *Tomolya Kinga*: Felületkezelt SiC szemcsékkel erősített fémmátrixú kompozitok, **Doktoranduszok Fóruma**, Miskolci Egyetem, 2003. november 6.

13. Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Kovács Árpád: Kerámiarészecskék bevonatának jellemzése elektronmikroszkópos kép feldolgozásával, **Képfeldolgozók és Alakfelismerők IV. konferenciája**, Miskolc-Tapolca, 2004. január 28-30.

14. Lukács János, Csomós Zília, Gácsi Zoltán, Karcagi Rita, Magyar Anita, Tomolya Kinga: Fáradásos repedésterjedés különböző típusú kompozitokban, **VIII. Országos Törésmechanikai Szeminárium**, Miskolc-Tapolca, 2004. április 26-29.

15. Tomolya Kinga, Gácsi Zoltán, Janovszky Dóra: Al/SiC_p kompozitok vizsgálata, **XII. Hőkezelő és Anyagtudomány a Gépgyártásban Országos Konferencia Külföldi Résztevőkkel**, Dunaújváros, 2004. október 13-15.

16. K. Tomolya, Z. Gacsi, T. Pieczonka: Production of copper coated SiC particles reinforced aluminium matrix composite, **4th International Powder Metallurgy Conference**, Sakarya University, Turkey, 18-22 May, 2005.

Kutatási jelentések

Dr. Lukács János, Csomós Zília, Dr. Gácsi Zoltán, Karcagi Rita, Dr. Magyar Anita, Dr. Nagy Gyula, Tomolya Kinga: Fáradásos repedésterjedés nagyszilárdságú acélokban és különböző kompozitokban, **OTKA T037437**, Témavezető: Dr. Tisza Miklós, 2006, pp. 1-46.