



Szintaktikus fémhabok mikroszerkezeti vizsgálata

Tudományos Diákkör dolgozat

Kun Péter

Gépészmérnök BSc hallgató

Témavezetők

Orbulov Imre Norbert, egyetemi adjunktus, PhD

Májlínger Kornél, egyetemi tanársegéd, PhD



Anyagtudomány és Technológia Tanszék

2011. november

Tartalomjegyzék

1.	BEVEZETÉS:	3
2.	SZAKIRODALMI ÁTTEKINTÉS:	4
3.	CÉLKITŰZÉS:	8
4.	A VIZSGÁLT ANYAGOK ÉS VIZSGÁLÓ BERENDEZÉSEK	9
5.	MÉRÉSI EREDMÉNYEK	14
5.1.	FÉNYMIKROSKÓPOS, SEM SE ÉS BSE KÉPEK KIÉRTÉKELÉSE	14
5.2.	SEM ENERGIADISZPERZÍV RÖNTGENANALÍZIS EREDMÉNYEI:.....	19
5.3.	XRD RÖNTGENDIFFRAKCIÓS VIZSGÁLAT EREDMÉNYEI.....	38
6.	KÖVETKEZTETÉSEK ÉS ÖSSZEFOGLALÁS	41
7.	MELLÉKLET	42
8.	FORRÁSOK	44

1. Bevezetés:

Előző TDK munkám során sikeresen állítottam elő ötvözött mátrixú (AlCu5 és AlMgSi1) szintaktikus fémhabokat a prof. Blücher József által kifejlesztett nyomásos infiltrálás módszerével. Számos zömítő próbát végeztem, amikkel meghatároztam az általam készített ötvözött mátrixú, szintaktikus fémhabok főbb mechanikai jellemzőit. Ezeket az eredményeket részletesen összehasonlítottam a korábbi tanszéki eredményekkel. A vizsgálatok során több befolyásoló tényezőt is figyelembe vettem, mint például a próbadarabok karcsúsága és a hőkezeltiségi állapota. A vizsgálatokkal, ahogy már említettem, meghatároztam a szintaktikus fémhabok főbb mechanikai jellemzőit, de nem kaptam választ egyes, a vizsgálatok alatt felmerülő jelenségekre. Ezen jelenségek feltárása miatt következő célomként a szintaktikus fémhabok mikroszerkezeti vizsgálatát tűztem ki, amely eredményeit ebben a dolgozatban foglaltam össze.

2. Szakirodalmi áttekintés:

Számos munka foglalkozik a szintaktikus fémhabok gyártásával. A gyártási technológiákon belül több módszer létezik, van egyszerű keveréses illetve nyomásos infiltráló. Mindkét módszer használható, de a keveréses módszer esetében a gömbhéjak töredezésének nagy esélye van, míg a nyomásos infiltrálás során ez a veszély nem áll fenn. Egy, ez évben (2011) megjelent cikk újabb módszerről számolt be a szintaktikus fémhabok gyártása területén. A cikk szerint orvosi célra gyártottak, titán mátrixú, kerámia gömbhéjjal töltött szintaktikus fémhabot porkohászati úton. A gyártás során a Ti térkitöltését és a zömítő erőt változtatták. A nagyobb zömítő erő, a gömbhéjak nagyobb számú roncsolódásához vezetett. A roncsolódott gömbhéjak mennyiségének megmérésére 2 módszert alkalmaztak:

- térfogat mérő módszer
- víz behatolási módszer

A különböző térkitöltésű Ti mátrixú szintaktikus fémhab próbatesteket statikus zömítő vizsgálatoknak vetették alá, ahol a 0,5 mm/s-os keresztfej sebességet tartottak. A vizsgálatok lényege a rugalmassági modulus meghatározása volt, amely orvosi szempontból a protézisek emberi szövethez való illesztéséhez szükséges információ. A cikkben a titán porról és a kerámia gömbhéjakról pásztázó elektronmikroszkópos (Scanning Electron Microscope röviden SEM) képet közöltek [1]. A SEM, energiadiszperzív röntgenanalízis funkcióját nem használták ki.

A szintaktikus fémhabok vizsgálatának egyik módja, ahogy azt már a fentiekből is láthatjuk, mechanikai vizsgálatok sorozata, mint például koptató, zömítő (kvázi-statisztikus, dinamikus), kúszás vizsgálat. Ezekben a témákban publikáltak Mondal és Nidhi Jha, Balch és Dunand, Tao és Zhao stb. [2-4]. A szakirodalom tartalmaz elméleti modellek kidolgozásáról és ellenőrzéséről [3], a véges elemes módszer alkalmazásáról szóló cikket is, ezen módszerek alkalmazása a másik megközelítési lehetősége a szintaktikus fémhabok vizsgálatának.

Tao és Zhao cikkükben arról írnak, hogy olyan alumínium mátrixú szintaktikus fémhabot sikerült gyártaniuk a nyomásos infiltrálás módszerével, amely mátrixába további alumínium részeket sikerült beágyazniuk. Az így elkészült tömböket nyomóvizsgálatoknak vetették alá, és az eredményeket összevetették egy sima szintaktikus fémhab eredményeivel. A következő eredményekre jutottak. Az anyag képlékenysége, hajlékonysága jelentősen nőtt az alumínium részek beágyazásával, illetve a nyomószilárdság értéke is 30 %-kal növekedett. A hajlékonyság és a nyomószilárdság növekedésének következtében a szintaktikus fémhabok által elnyelt energia is növekedett 80 %-kal, értéke elérte az 56 kJ/kg értéket [4].

Mondal és Nidhi Jha alumínium mátrixú szintaktikus fémhabok száraz koptató vizsgálatát végezték el. Az általuk vizsgált szintaktikus fémhab Cenosphere típusú gömbhéjjal volt erősítve, és sűrűsége 30 %-os porozitás mellett 1,9 g/cm³ volt. Vizsgálataik során egy „pin-on-disc” koptató berendezést alkalmaztak, amin a terhelést 1-5 kg között a csúszási sebességet pedig 2-4 m/s között választották meg. A kapott eredményeket egy 10 tömeg % SiC-dal erősített alumínium kompozit koptató vizsgálatának eredményeivel hasonlították össze. A szintaktikus fémhab esetében jelentősen kisebbre adódott a súrlódási tényező

értéke a SiC-dal erősített kompozithoz képest, a különbséget abban látták, hogy amíg a szintaktikus fémhab esetében a felületen lévő kráterekben felgyűlik a kopás során keletkező hulladék, addig a SiC-dal erősített kompozitnál a SiC részek kinyúlnak a felületből így nagyobb koptatási tevékenységet folytatva. A kopás aránya mindkét anyag esetében megegyezik kis terhelések mellett, Nagyobb terhelések esetében az alumínium mátrixú szintaktikus fémhabok nagyobb kopási fokot mutattak a SiC-dal erősített kompozithoz képest. A vizsgálataik során a mikroszerkezet karakterizálásához és a koptatott felület vizsgálatához pásztázó elektronmikroszkópot (Scanning Electron Microscope; SEM) alkalmaztak [2].

Balch és Dunand cikkében ötvöződik a mechanikai vizsgálatok és az elméleti modellek, a végeelemes módszer alkalmazása. Cikkükben leírják, hogy egy színalumínium és egy 7075 jelű ötvözött alumínium mátrixú tömböt gyártottak, amikbe SiO_2 -mullit összetételű gömbhéjakat ágyaztak. A szintaktikus fémhabokat különböző statikus nyomó terhelés alatt neutrodiffrakciós és szinkrotron röntgen diffrakciós méréseknek vetettek alá, a rugalmas feszültség mérésére. Erre azért volt szükség, hogy vizsgálhassák a terhelés eloszlását a szintaktikus fémhab komponensei (mátrixanyag és gömbhéjak) között. Ezek a mérések kimutatták, hogy a rugalmas terhelés átadás megvalósul a mátrix anyaga és a gömbhéj között és befolyásolja a mátrix képlékenysége. Kiszámolták az effektív feszültséget a mért rácsfeszültségekből, amiből meg tudták határozni a terheléseloszlás mértékét. Színalumínium esetében a gömbhéjak általi terhelésátvétel egy 2-es tényezővel jellemezhető, míg a merevebb ötvözött mátrix esetében az in situ kialakult Si részek úgy viselkedtek, mint a mátrixanyag megerősítése, így leterhelik valamilyen mértékben a gömbhéjakat. Ez okozza a makroszkopikus keménység 40 %-os növekedését is a színalumíniummal készített szintaktikus fémhabokhoz képest. A kompozitok mikromechanikai modellezése jó előrejelzést biztosít a szintaktikus fémhabok rugalmassági modulusának meghatározására, illetve a terhelés átadás meghatározására. Az így kapott eredmények arra utalnak, hogy jelentős mértékben javítható az anyag merevsége merev falú gömbhéjak és/vagy merev erősítő részecskék beépítésével [3].

Nyomásos infiltrálással készített szintaktikus fémhabok vizsgálatával foglalkoztak cikkükben Zhang és Zhao [5], akik négyféle gömbhéj típussal (0,25-4 mm) erősítették tiszta alumínium mátrixú kompozitjaikat. Ezek sűrűsége $1,38\text{-}1,88\text{ gcm}^{-3}$ között alakult, a bennük lévő porozitás értékek 0,31 és 0,51 közé estek. Ezek az eredmények közel állnak az általánosan vizsgált szintaktikus fémhabokra jellemző tulajdonságokhoz. A statikus és dinamikus vizsgálatok kimutatták, hogy a gömbhéjak térkitöltése nagyban befolyásolja a kompozit tulajdonságait, a nyomóvizsgálat során kialakuló plató nagyságát. A vizsgálatok során összehasonlítást végeztek a kompozit mátrixanyagából készült fémhab és a kompozitnak a tulajdonságai között, aminek eredményeként megállapították, hogy a kompozit energiaelnyelő képessége sokkal jobb, mint a mátrix anyagának magában, különösen dinamikus igénybevétel esetén.

A Daoud által közölt cikkből kiderült, hogy hőkezelt (kilágyított) alumínium mátrixú szintaktikus fémhabbal dolgozott [6]. Kutatása során ZnAl_{22} eutektoidos ötvözött alumínium

mátrixot használt, ez a mátrixanyag az én mátrixanyagaimhoz képest összetételben, nagyban különbözik, mechanikai tulajdonságaikban nagy különbségek vannak. Daoud kutatásában a változó paraméter, a gömbhéjak mennyisége, térkitöltése volt. A vizsgálat során nikkel bevonatú Xenox típusú gömbhéjakat használt. A szintaktikus fémhabot 400 °C-on, félórán át lágyította ki, majd ezt gyors hűtés követte. A kutatás fő célja volt a gömbhéjak térkitöltés hatásának, a kompozit mechanikai tulajdonságai változásának, illetve a mikroszerkezet változásának vizsgálata. 50 %-os térkitöltési tényező mellett, a kompozit sűrűsége $3,3 \text{ gcm}^{-3}$ körül alakult és a nyomásplató átlagosan 100 MPa-ra adódott 10-60 % alakváltozás mellett. A 60 % alakváltozásig elnyelt energia mennyisége $65,5 \text{ MJm}^{-3}$ -re adódott. A cikkben ír olyan irányú vizsgálatairól, amely során megvizsgálta a kompozit habok alakváltozási sebesség érzékenységét, nyomó terhelés mellett és különböző alakítási sebességek mellett.

Yuyuan Zhao, cikkében [7], a fémmátrixú szintaktikus fémhabokkal kapcsolatos kutatások összefoglalásával foglalkozik. Érinti a fémmátrixú szintaktikus fémhabok gyártását, a lehetséges mátrixanyagokat, a szintaktikus fémhabok mikroszerkezeti vizsgálatait és a mechanikai tulajdonságok vizsgálatait. A cikkből, ami a témámhoz közel áll, az a diffúziós folyamatokkal foglalkozó rész. A továbbiakban ezt a részt fogom ismertetni belőle. Számos elem van jelen az ún. „fly ash” gömbhéjakban, amik diffúzió útján ki tudnak jutni a mátrixanyagba. A diffúzió hatására szemcsefinomodás következik be. Az elemek diffúziójának mértéke, az erősítőanyag és a mátrixanyag határfelületén függ az elemek típusától, a koncentrációtól, olvadási hőmérséklettől és a feldolgozás időtartamától. Eltekintve a szemcseméret hatásaitól, a reakciók megfigyelhetők az erősítőanyag és mátrixanyag határfelületén különböző szintaktikus fémhabok esetében is. A határfelületi reakciók az alumínium mátrixban merev fázisokat hozhat létre, amik hátrányosan befolyásolhatják a szintaktikus fémhab tulajdonságait. Egy alumínium-„fly ash” rendszerben, transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálattal kimutatták a jelenlétét két, a mátrixanyagába behatoló kristályos hálózatnak. A mátrixanyag $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ erősítőszemcséket tartalmazott és folyamatos fém mátrix vette körbe.

A mátrixanyag szilícium tartalmának emelkedését figyelték meg egy A356/fly ash kompozitban, aminek okaként a gömbhéjak szilíciumdioxidja és a mátrixanyag közötti reakciót jelölték meg. Magnézium ötvözet mátrixú szintaktikus fémhabok esetében a reakció alatt keletkező fázis keresése során a MgO-ot találták. Arra jutottak, hogy a reakciót ellenőrzés alatt lehet tartani, ha megfelelő fémmel bevonatolják az erősítő szemcséket. Ellentétben a „fly ash” gömbhéjakkal, a kereskedelembe kapható üveg és kerámia gömbhéjak összetétele ellenőrzött. Ezeket a gömbhéjakat is lehet bevonatolni a jobb nedvesítő képesség elérése miatt, a megfelelő fémekkel. Alumínium mátrix esetében használtak nikkel-bevonatot. Ezen kívül nikkel-bevonatú „fly ash” gömbhéjakat is építettek be alumínium ötvözetekbe. Megfigyelték, hogy a nedvesítési karakterisztika és a gömbhéjak eloszlása javult a bevonatolás hatására, ha a bevonatot a mátrixanyag nedvesítette [7].

Az általam talált szakirodalom áttekintése után kijelenthető, hogy a szintaktikus fémhabok esetében a SEM csak, mint a mechanikai vizsgálatok kiegészítő vizsgálatát használták és arra sem túl gyakran. Nem leltem fel, olyan külföldi szakcikket, ahol a SEM

energiadiszperzív röntgenanalízis funkcióját felhasználták volna, a mikrogömbhéj és a mátrixanyag között kialakuló határréteg összetételének vizsgálatához. E témában a BME ATT tanszéken végeztek vizsgálatokat, amiről cikk is jelent meg. Ennek a vizsgálatnak a kiegészítéseképpen folytattam kutató tevékenységemet.

3. Célkitűzés:

Habár a szakirodalomban van szó a szintaktikus fémhabok gyártása során fellépő diffúziós folyamatokról és a mátrix-gömbhéj közötti átmeneti réteg kialakulásáról, ezeknek a részletes vizsgálata csak a tanszéken végzett vizsgálatok során került sor. A fent leírtak tekintetében a következő célkitűzéseket teszem:

- Az eddig, a tanszéken és általam legyártott szintaktikus fémhabok előkészítése mikroszkópi vizsgálatra,
- Az előkészített szintaktikus fémhab minták optikai mikroszkópos vizsgálata,
- Az előkészített szintaktikus fémhab minták SEM vizsgálata,
- A mikrogömbhéj és a mátrixanyag közötti határréteg EDS (vonali és felület menti energiadiszperzív röntgen spektroszkópia) vizsgálata,
- A szintaktikus fémhabok és SL150, SL300 jelű gömbhéjak előkészítése (porítása) a röntgen diffrakciós vizsgálatra,
- A szintaktikus fémhabok és a mikrogömbhéjak XRD (röntgen diffrakciós vizsgálat) vizsgálata, feltételezett kémiai reakciók bizonyítására.

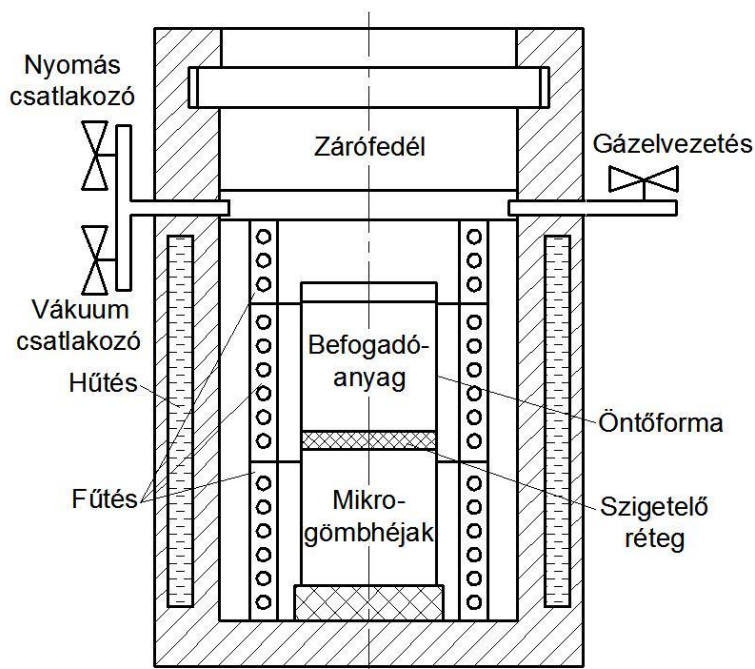
4. A vizsgált anyagok és vizsgáló berendezések

A munkám során (Al99,5, AlSi12, AlCu5, AlMgSi1) mátrixú szintaktikus fémhabokat vizsgáltam, Philips XL30 típusú pásztázó elektronmikroszkóppal. A szintaktikus fémhabok definíciójából adódik (olyan zárt cellás habok, amelyek porozitását gömbhéjak beépítésével biztosítjuk), hogy két fő alkotójuk a mátrixanyaguk és a gömbhéjuk. Mátrixanyagként a már fent jelzett anyagokat használtam. A gömbhéjaknak az Envirosphere Ltd. SL150 és SL300 jelű gömbhéjait alkalmaztam, amelyek (a gyártó által megadott) vegyi összetételét mutatja a 1. táblázat:

Mikrogömbhéj típus	Al ₂ O ₃ (t%)	SiO ₂ (t%)	TiO ₂ (t%)	Fe ₂ O ₃ (t%)
SL150, SL300	36-40	55-60	1,4-1,6	0,4-0,5

1. táblázat Gömbhéjak összetétele (a gyártó szerint, www.envirospheres.com)

Ezen alapanyagokból minden mátrixanyag-mikrogömbhéj variációra készültek szintaktikus fémhab tömbök, amik a BME-ATT Kompozit laboratóriumában lettek legyártva. A gyártást a Blücher professzor által kifejlesztett tömbi infiltrálásra alkalmas gyártóberendezéssel végeztem. Ez a nyomásos infiltrálás módszerén alapuló berendezés, ami lényegében egy vákuum és túlnyomás alá helyezhető gép. A vákuumra és a túlnyomásra azért van szükség, hogy minél nagyobb nyomáskülönbséget érhessünk el. A gyártás során a megolvadt alapanyagot ez a nyomáskülönbség fogja az erősítőszemcsék (esetünkben gömbhéjak) közé préselni [8]. Ez az egyik fő meghatározója az infiltrálás minőségének. A gyártóberendezés sematikus vázlatát a 1. ábra mutatja:



1. ábra Az infiltráló kemence elvi felépítése

A fenti berendezéssel gyártott szintaktikus fémhab tömbök mechanikus darabolás után, beágyazott mintaként lettek előkészítve egy Buehler Beta típusú automata polírozógépen. Az így előkészített felületeken készültek a szekunder elektron (Secunder Electron, továbbiakban SE), és visszaszórt elektron (Backscatter Electron, továbbiakban BSE) képek, a vonal menti és térkép EDS vizsgálatok. Vander Voort [9] tiszta alumíniumra visszaszórt elektrondiffrakciós (Electron Backscatter Diffraction, továbbiakban EBSD) mérésekre készített minta előkészítéséből indult ki a felület előkészítés [10]. Az előkészítés pontos paramétereit a 2. táblázat tartalmazza.

Abrazív anyag	Minta előkészítés időtartama (perc)	Minta leszorítás ereje (N)	Tárcsák forgási sebessége (1/min)	A minta forgás-iránya a tárcsán
P 320 SiC	1	22	220	ellen
6 μm gyémánt	15	27	150	ellen
3 μm gyémánt	6	27	150	ellen
0,05 μm SiO	3	27	125	egyen

2. táblázat Az EBSD minta előkészítés paramétereit

Utolsó lépésként Buehler Vibromet 2-es vibrációs polírozógépen políroztam a mintákat Microcloth szöveten 0,05 μm szemcseméretű SiO₂ szuszpenzióval 80 % amplitúdó mellett 1 órán keresztül 550 g-os mintatartókban. Az EBSD-vel vizsgált terület 140×140 μm -es volt 0,85 μm -es lépésköz mellett.

Munkám során a BME-ATT Philips XL30 típusú pásztázó elektronmikroszkópjával dolgoztam. Az elektronmikroszkóp egy olyan berendezés, amelyben egy fókuszált elektronnyaláb végig pásztázza a vizsgálandó munkadarab felületét. A nyaláb hatására elektronok lépnek ki a vizsgált anyag felszínéből, amiket detektálni tudunk. Általánosságban véve a SEM univerzális eszköz, mivel az elektronszonda és a tárgy között fellépő, információforrásként felhasználható kölcsönhatások száma igen nagy. Ezek közül a legjelentősebbek:

1. a szekunder elektronok emissziója
2. az elektronok reflexiója
3. karakterisztikus röntgensugárzás
4. az elektronok abszorpciója
5. elektron-lyuk párok előállítása
6. csatornahatás effektus (kristályos anyagoknál)
7. a kiváltott katódlumineszcencia-sugárzás
8. Auger-elektronok kiváltása

A pásztázó elektronmikroszkópban a képalkotás folyamata fizikai szempontból az amorf vagy kristályos szilárd testekbe behatoló primer elektronok szórási és diffúziós viselkedésén alapszik. Az alkalmazott elektronenergiák néhány száz eV (kisfeszültségű SEM) és mintegy 50 keV között mozognak. Ezen a tartományon belül a primer elektronok gerjesztési energiáját 100 eV (2 keV tartomány primer elektronok-energiák esetén), illetve 1 keV pontossággal (a 2 és 20 keV közötti energiáknál) állítják be. A felbontóképesség döntően a szilárd testnek az adott fizikai kölcsönhatásban gerjesztett térfogatától és az alkalmazott detektáló rendszer jel-zaj viszonyától függ [11].

A pásztázó elektronmikroszkóp népszerűsége leginkább a vele elérhető felbontásnak és mélységélességnek köszönhető. Az optikai mikroszkóppal összehasonlítva, amivel maximum 2000-szeres nagyítás és 1-10 μm mélységélesség érhető el, a pásztázó elektronmikroszkóp 200000-szeres nagyításra és 3-4 mm mélységélességre is képes.

A pásztázó elektronmikroszkópoknak négy fő része van:

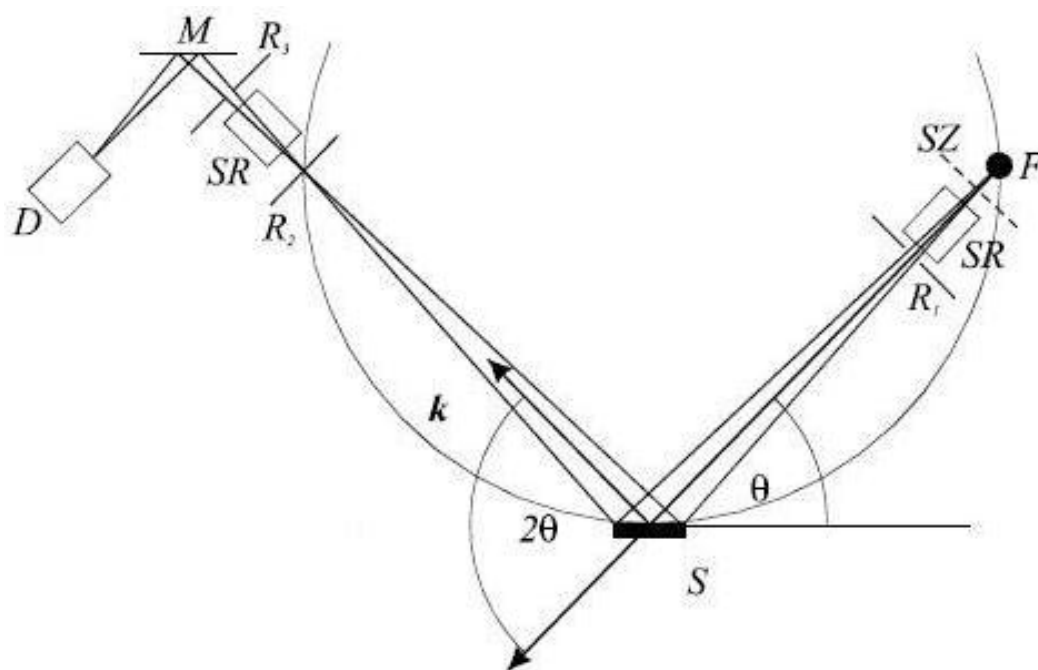
1. Vákuumrendszer
2. Elektronágyú
3. Elektromágneses lencsék
4. Detektorok

A vákuumrendszer feladata az elektronágyú zavartalan működésének és a C-krakkolódás csökkentéséhez szükséges vákuum létrehozása és fenntartása. Az elektronágyú feladata az, hogy egy keskeny, de a lehetőségekhez mérten nagy intenzitású elektronnyalábot állítson elő. Az elektronforrás többféle is lehet, két fő csoportja:

1. termikus elektronforrás (W, LaB_6 , CeB_6 stb.)
2. téremissziós katód

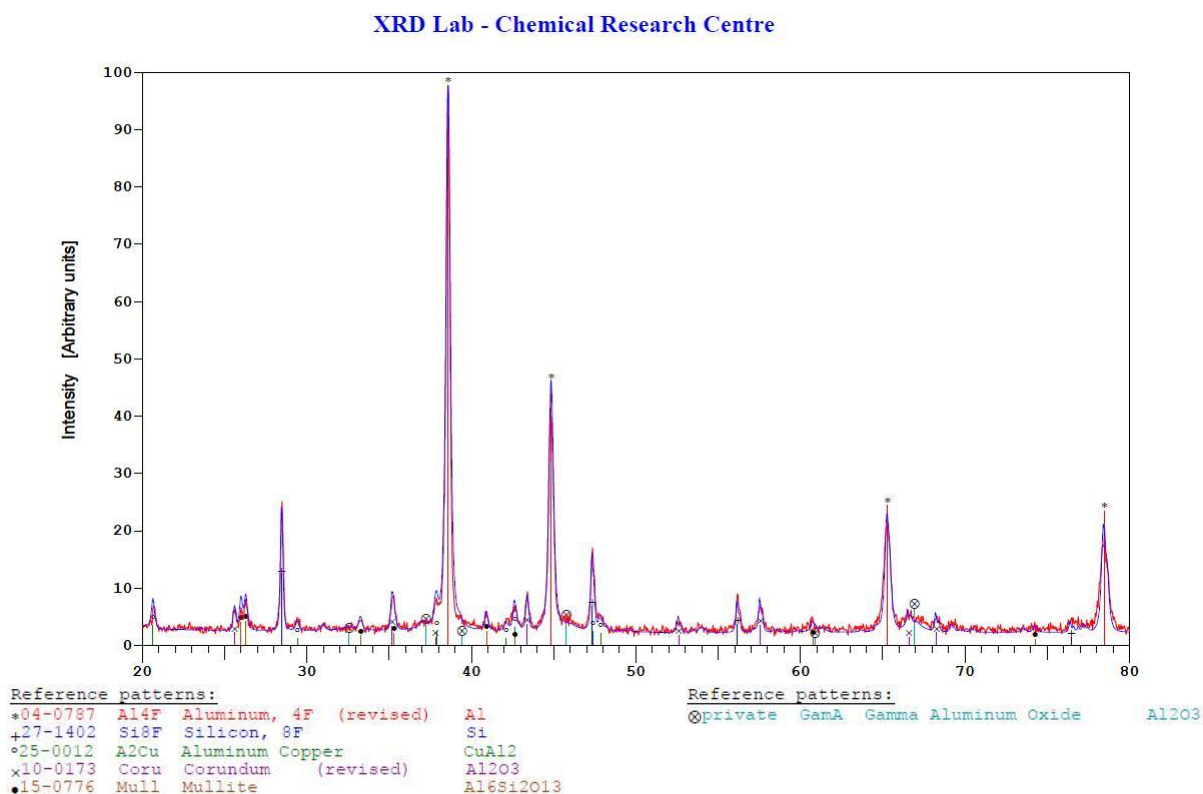
Az elektromágneses lencsék az elektronnyaláb párhuzamosítását és a mintára fókuszálását végzik. A detektorok a mintából kilépő elektronokat detektálják energiájuk és kilépési irányuk alapján [12].

A vizsgálati eszköztár következő eleme a röntgendiffrakció volt. Az elmúlt században a röntgensugárzás és a röntgendiffrakció az egyik legalapvetőbb vizsgálati eszköz és módszer az anyagtudományban. A röntgensugárzás elhajlásából kapott intenzitásmaximumok térbeli elhelyezkedéséből és a relatív erősségéből meghatározhatóvá válik teljesen ismeretlen anyagok kristályszerkezete és összetétele. Munkámban pordiffrakciós mérések eredményei szerepelnek. Pordiffrakcióról akkor beszélünk, amikor a besugárzott térfogatban nagyszámú, véletlenszerűen orientált kristályszemcse helyezkedik el. Ekkor a diffrakciós mérés eredményeként kapott diffraktogram intenzitás eloszlása nem változik a minta forgatásakor. Ezzel a módszerrel meghatározható ismeretlen anyagok vegyi összetétele. A rendszer nem csak vegyi elemeket képes meghatározni, hanem vegyületeket is. Egy pordiffraktométer berendezés felépítése a 3. ábrán látható [13].



3. ábra Prodiffraktométer felépítése: F – röntgen sugárforrás; SZ – szűrő; SR – Soller-rés;
S – minta; R_1 , R_2 , R_3 – rések, M – monokromátor, D – detektor

A röntgendiffrakciós mérések elvégzésére a Budapesti Műszaki Egyetemen belül nem volt lehetőség, ezért az általam előkészített mintákat, elvittem a Központi Kémiai Kutatóintézet (továbbiakban KKKI) Röntgendiffrakciós laborjába, ahol megvizsgálták azokat (amiért külön köszönet illeti Sajó István kollégát). A minta előkészítése a szintaktikus fémhabok kis darabjainak tömbből való kivételével kezdődött, majd kerámia mozsárban porrá őröltem a darabokat és zárható zacskókba tettem őket, így kerültek el a KKKI-ba a pordiffrakciós mérésre. Az eredményeket a 4. ábrán látható formában kaptam meg a KKKI-ból és az eredményeket táblázatba foglaltam (lásd. 3. táblázat).



[OI-1104] AICu5 SL300

	SUM	Al4F	Si8F	A2Cu	Coru	Mull	GamA
Phase%	100.00	60.00	5.00	6.00	7.00	10.00	12.00
CuO%	4.06			4.06			
SiO ₂ %	13.52		10.70			2.82	
Al ₂ O ₃ %	144.76	113.37		5.21	7.00	7.18	12.00
LOI %	[-56.64]	-53.37	n.c.	-3.27	0.00	0.00	0.00

4. ábra AICu5_SL300 jelű szintaktikus fémhab röntgendiffrakciós mérésének eredménye

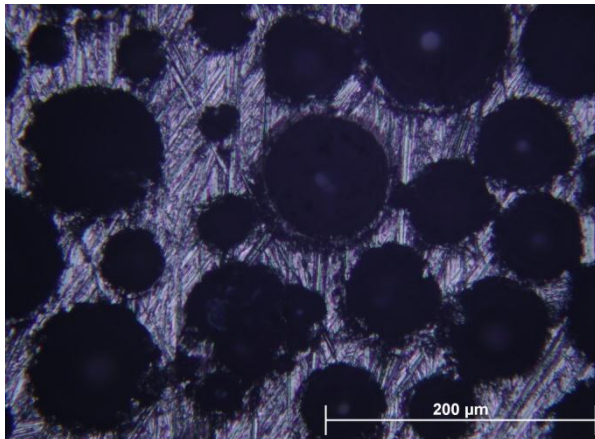
A 4. ábra felső részén a röntgendiffrakciós mérés spektruma látható, alul pedig a kimutatott vegyületek, fázisok láthatók és mennyiségük az anyagban, fázis%-ban megadva.

5. Mérési eredmények

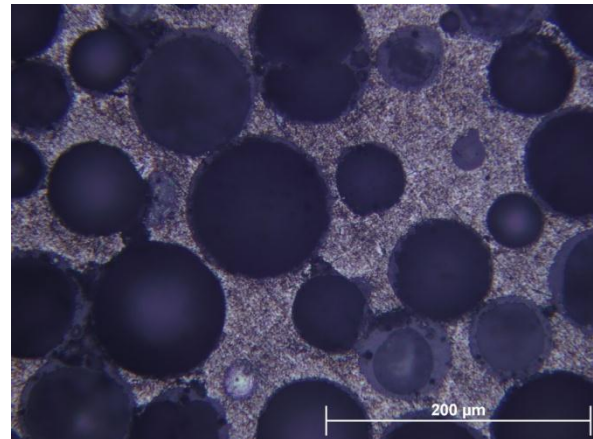
Ebben a fejezetben ismertetem a különböző mérőberendezésekkel végzett vizsgálatok eredményeit, diagram és kép formájában, amely eredményeket elemzek is.

5.1. Fénymikroszkópos, SEM SE és BSE képek kiértékelése

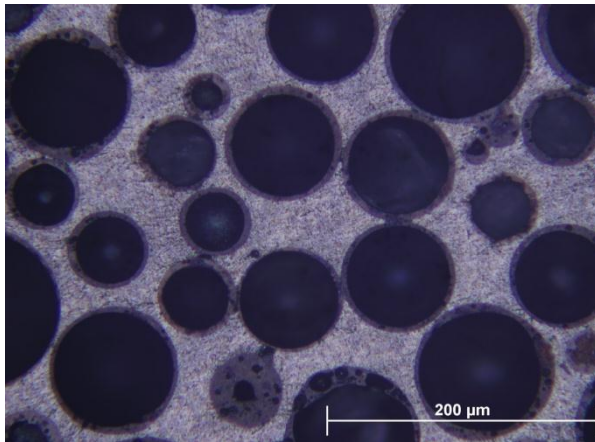
A következő képek, a minták előkészítésének egyes lépéseiben készültek egy Olympus PMG3 típusú fénymikroszkóp segítségével.



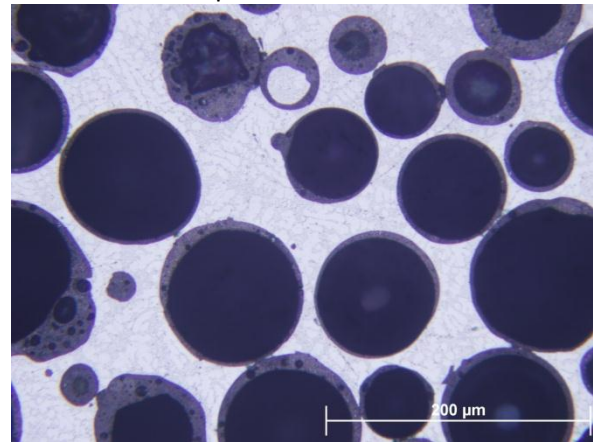
P320 SiC csiszolópapíron történő csiszolás után



6 μm-es szemcseméretű gyémánttal történő polírozás után



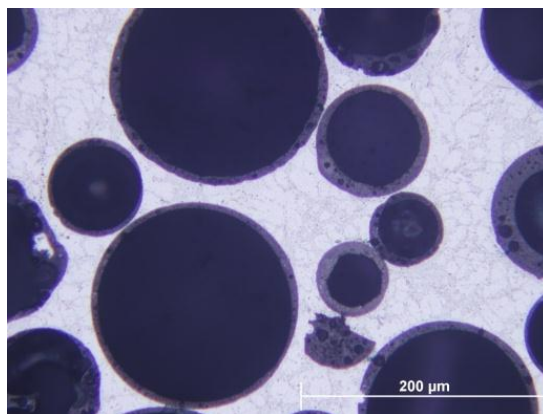
3 μm gyémánt után



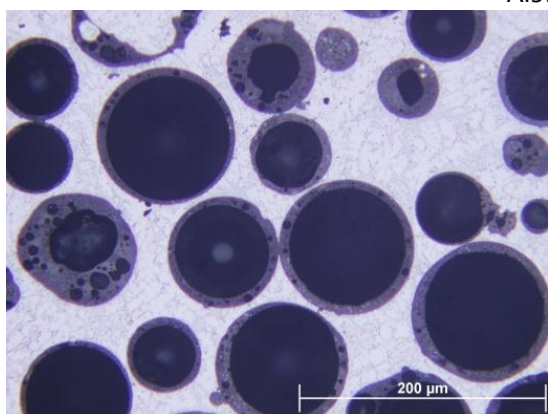
0,05 μm SiO₂ után

5. ábra Al99,5-SL150 jelű szintaktikus fémhab fénymikroszkópos képei az egyes előkészítési lépések után

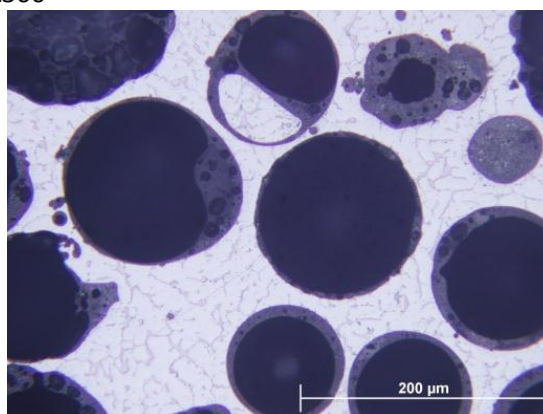
Az 5. ábrán az Al99,5-SL150 jelű szintaktikus fémhab fénymikroszkópos képeit láthatjuk, a képek alatt a használt abrazív szemcse mérete és típusa van feltüntetve. A képeket megvizsgálva láthatjuk, hogy jó az infiltráltsága az anyagnak, nem jellemző a gömbhéjak, gyártás során előforduló mátrixanyaggal való kitöltődése. Lunkerek sem jellemzőek az anyagra, tehát a gyártási technológia ezek alapján, megfelelőnek bizonyult. A vibrációs polírozás szépen láthatóvá tette az alumínium mátrix szövetszerkezetét is.



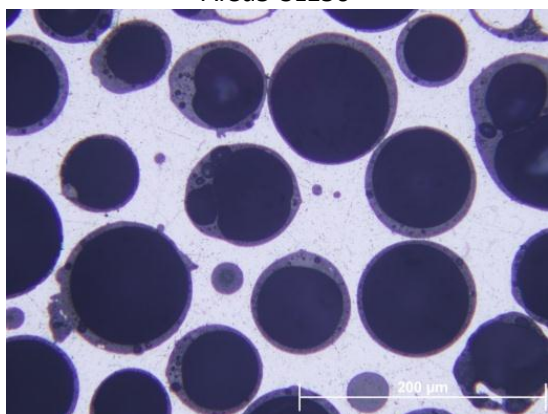
Al99,5-SL300



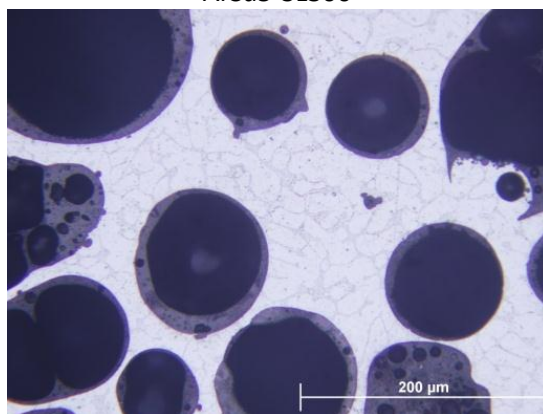
AlCu5-SL150



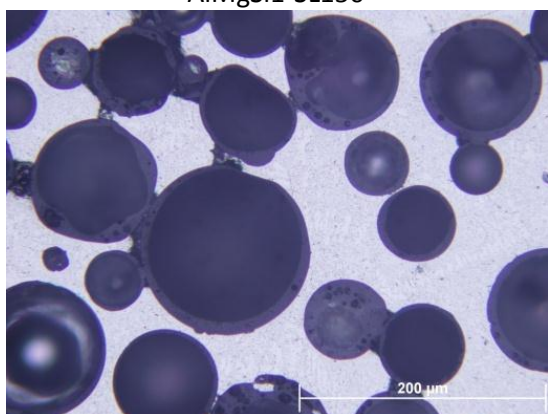
AlCu5-SL300



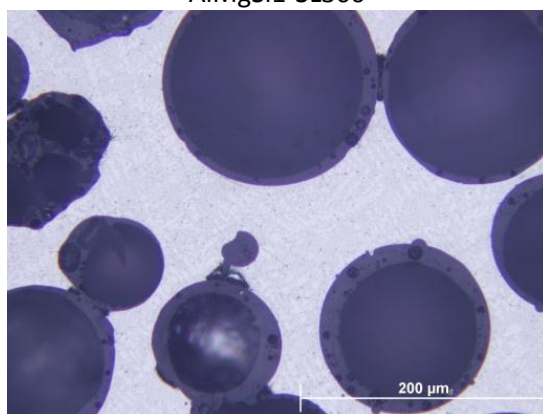
AlMgSi1-SL150



AlMgSi1-SL300



AlSi12-SL150

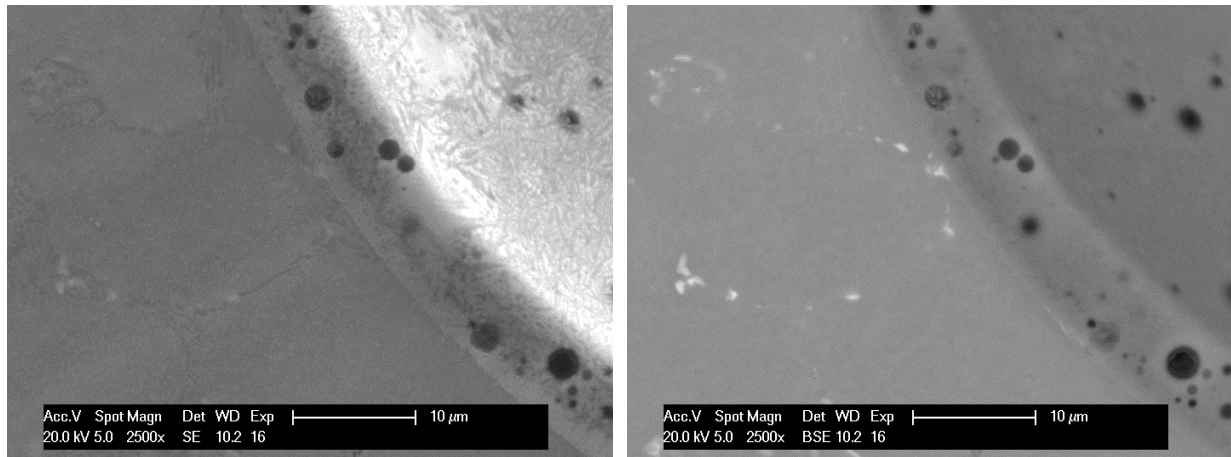


AlSi12-SL300

6. ábra A szintaktikus fémhabok fénymikroszkópos képe, a minta előkészítés utolsó lépése után

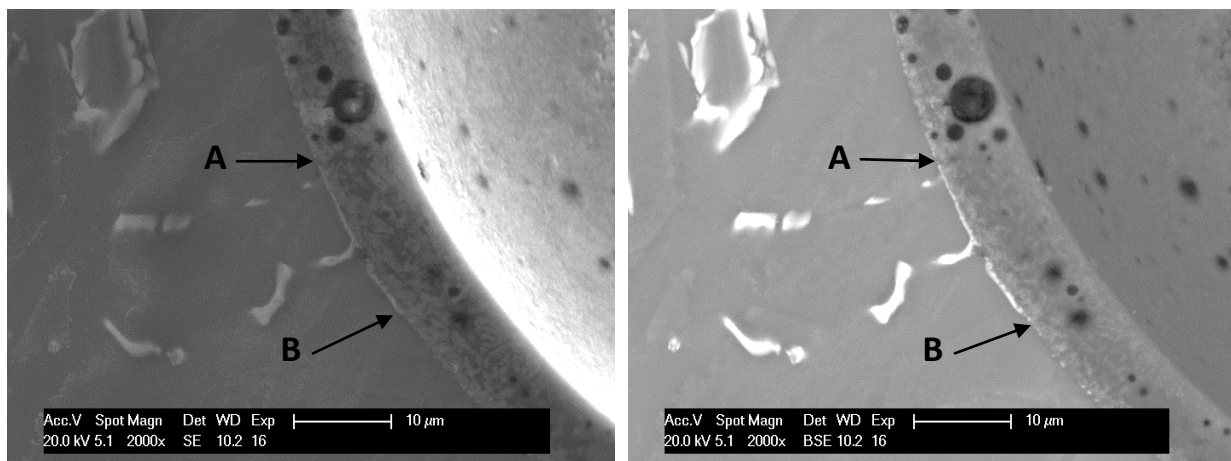
A 6. ábrán látható képek alapján mondható, hogy az összes anyag infiltráltsága megfelelő, kevés bennük a lunger és a gömbhéjak mátrixanyaggal való kitöltődése sem jellemző. Az így nyert eredmények a gyártás szempontjából hasznosak lehetnek, de mikroszerkezeti szempontból nem, mivel nem tudtam megvizsgálni a gömbhéjak és a mátrixanyag közötti átmeneti réteget. Ezért volt szükség, nagyobb nagyításra képes mikroszkóp használatára, ami esetemben a SEM volt.

Ahogy már az előzőekben kifejtettem, a pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatra azért volt szükség, hogy tanulmányozhassam a gömbhéjak és a mátrixanyag közötti átmeneti réteget. A vizsgálatok során kétféle képalkotási módra ad lehetőséget az ATT tanszéken lévő pásztázó elektronmikroszkóp: SE és BSE. SE kép alkotása során a minta felületéből kilépő szekunder elektronokat detektálja a rendszer, míg BSE kép esetén a visszaszórt elektronokat.



7. ábra Balra az AlMgSi1-SL300 szintaktikus fémhab SE képe, jobbra pedig a BSE képe látható

A 7. ábrán látható képeket megvizsgálva jól láthatóak a Si kiválásai. A gömbhéj és a mátrixanyag közötti szakaszon nagyon vékony réteg sejtethető, de nem egyértelmű, ezért a későbbiekben szükség volt a SEM energiadisziperzív röntgenanalízis funkciójára, hogy megvizsgálhassam van-e a mátrixanyag és a gömbhéj között kimutatható határréteg.



8. ábra Balra az AlCu5-SL300 szintaktikus fémhab SE képe, jobbra pedig a BSE képe látható

A 8. ábrán egy alumínium-réz ötvözet mátrixú szintaktikus fémhab képei láthatóak, amin jól megfigyelhetőek a réz kiválásai. Rezes kiválások figyelhetőek meg a mikrogömbhéj felületén is. Ez, a gömbhéj felületén lévő, rezes kiválás nem veszi körül a gömbhéjat, hanem az A és B pont közötti részre terjed csak ki. Az A és B pontok közötti szakasz hossza kb. 10 µm. Si kiválás nem volt megfigyelhető.

Az összes többi szintaktikus fémhab esetében (Al99,5 és AlSi12 mátrixú) megfigyelhetőek a Si kiválásai, de a határréteg egyik esetben sem volt jól megfigyelhető. Az

Al99,5 és AlSi12 mátrixú szintaktikus fémhabok SE és BSE képei a Mellékletben találhatóak (37.-40. ábra). Az SE és BSE képeken jól megfigyelhető a gömbhéjak porózus felépítése.

A határréteg vizsgálatához szükségessé vált a SEM EDS funkció használata. A következőekben, ezeknek a méréseknek az eredményeit fogom ismertetni.

5.2. SEM energiadiszperzív röntgenanalízis eredményei:

A vonalmenti EDS vizsgálatokat a következő paraméterek beállítása mellett végeztem:

- nagyítás: 1000x, 2000x, 3500x
- pontok száma: 100
- Dwell (ms): 15000
- gyorsító feszültség (kV): 20

A vonalmenti EDS vizsgálatok eredményinek kiértékelését a következő szempontok alapján végzem:

- gömbhéj falához képesti elemeloszlás,
- a mátrixanyag összetétele, szerkezete,
- esetleges oldódás, kiválás meghatározása.

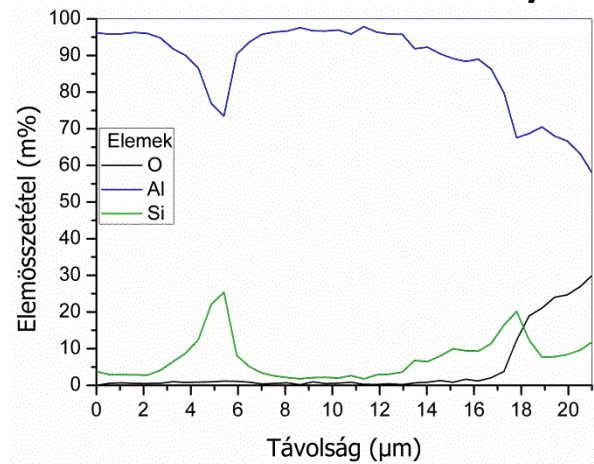
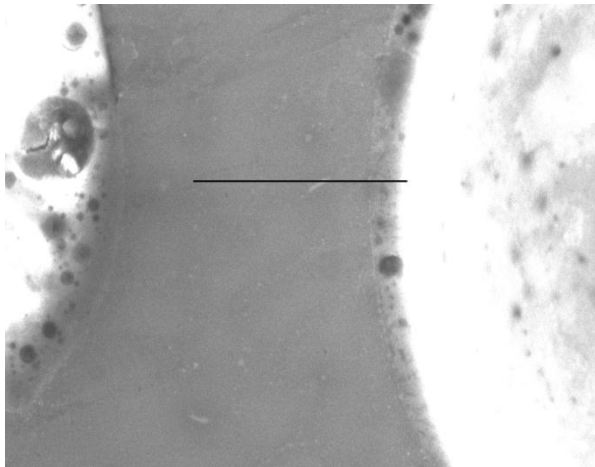
Már a kiértékelés szempontjai között látható, hogy szükséges meghatározni a spektrumokon a gömbhéjak falának kezdetét. A gömbhéjak falának kezdetét én onnan vettem, ahol az O-tartalom hirtelen elkezdett növekedni és az Al-tartalom pedig csökkenni. A mérések kiértékelése során ezt a pontot mindig meghatároztam.

Ahogy már a korábbiakban említettem, a vizsgált szintaktikus fémhabokat a következő mátrixanyagokkal állítottuk elő:

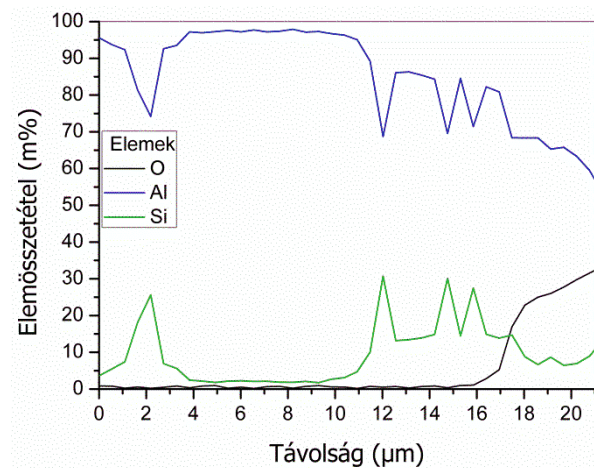
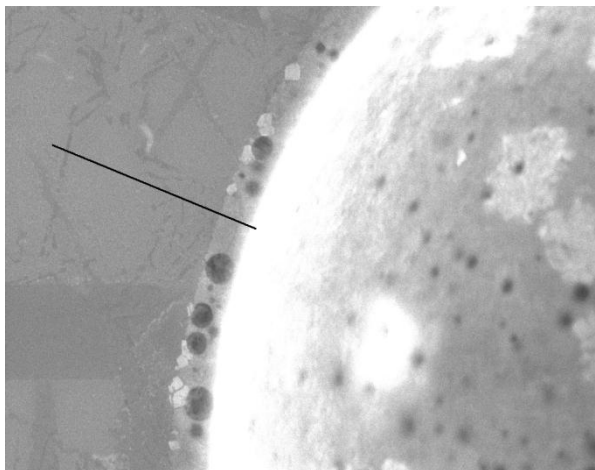
- Al99,5 (technikai tisztaságú alumínium)
- AlCu5
- AlMgSi1
- AlSi12 (szilumin)

Az eredmények kiértékelését az előbbi felsorolás szerinti sorrendben végeztem el. A mérési vonalat a gömbhéjak sugárirányába, a gömbhéj falának metszetére merőlegesen vettem fel.

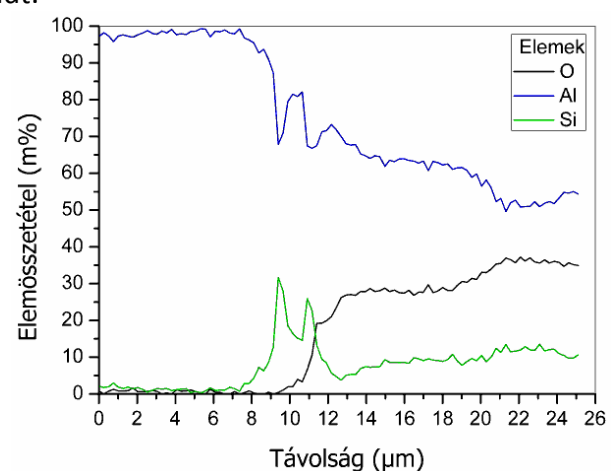
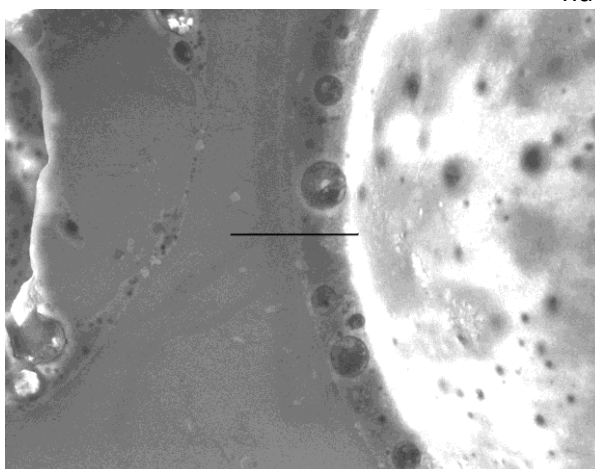
Al99,5 mátrixú szintaktikus fémhabok lineEDS mérési eredményei



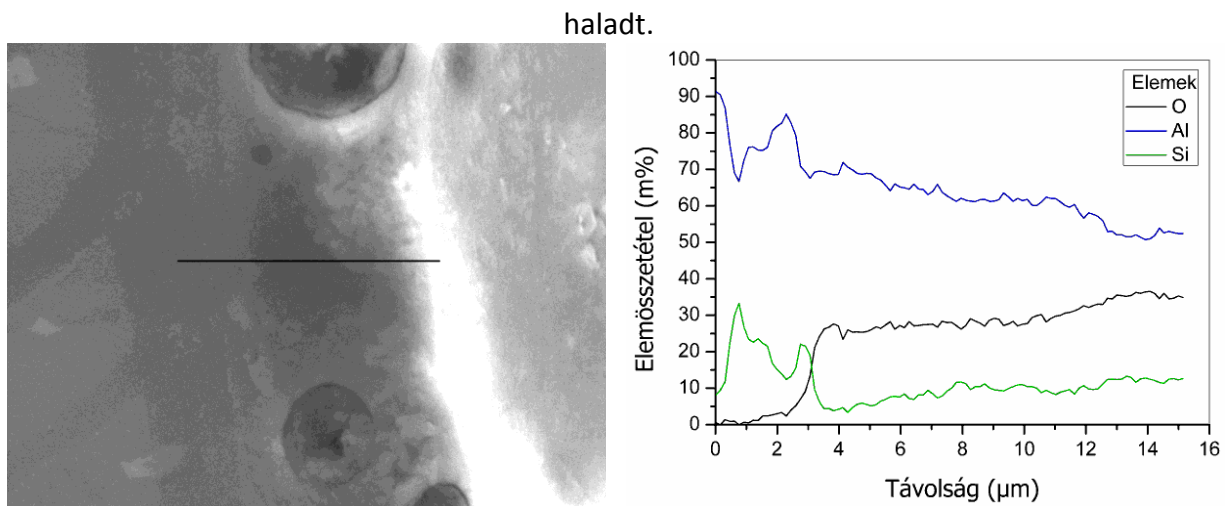
9. ábra Bal oldalon az Al99,5-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



10. ábra Bal oldalon az Al99,5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



11. ábra Bal oldalon az Al99,5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.

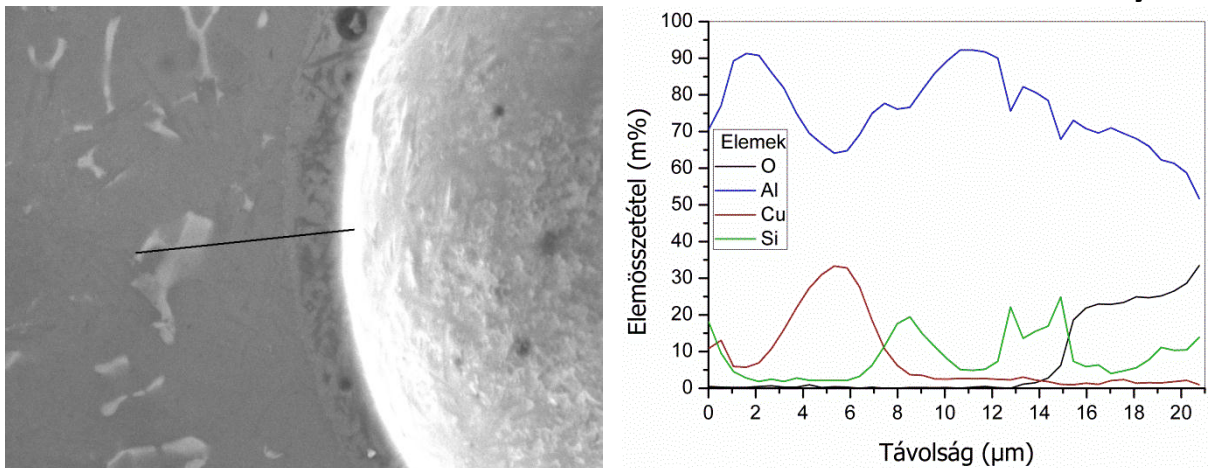


12. ábra Bal oldalon az Al99,5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.

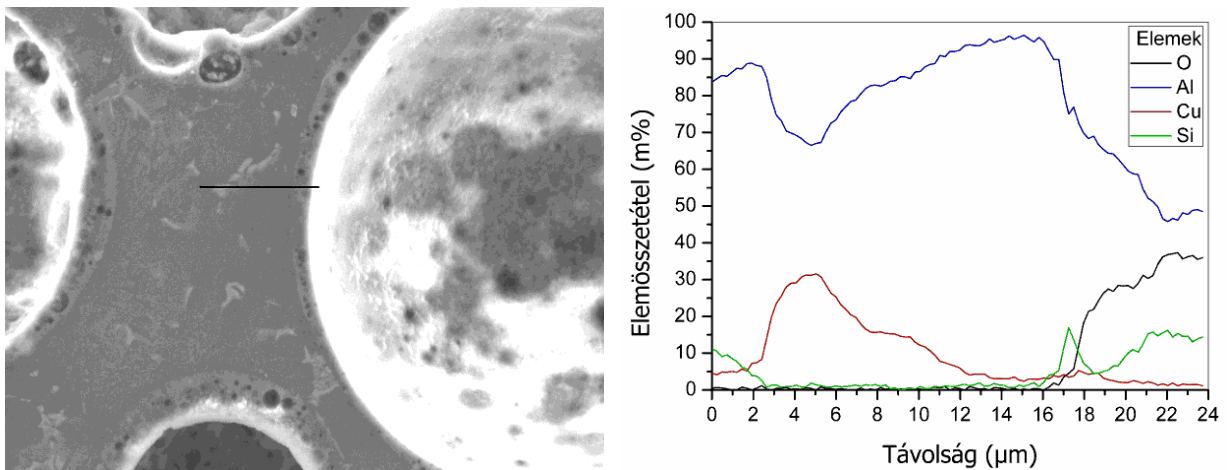
A 9. ábrán az Al99,5-SL150 jelű szintaktikus fémhab vonalmenti EDS vizsgálati eredményét láthatjuk. A mérési eredmény egy Si kiváláson való áthaladást mutat, majd a gömbhéj fala menti Si dúsulást, ami a Si gömbhéjból való kioldódásával magyarázható (1-2 μm-es vastagságban).

A 10-12. ábrákon az Al99,5-SL300 jelű szintaktikus fémhabok vonalmenti EDS vizsgálatok eredménye láthatók. A 10. ábrán megfigyelhető több Si tús kiváláson való áthaladás, illetve a Si feldúsulása a gömbhéj fala közelében. A 11. ábrán láthatunk egy félig kitöltődött mikrogömbhéjat, illetve a mérési spektrumon ismét Si dúsulás figyelhető meg a gömbhéj falának közelében. A 12. ábrán a gömbhéj falának 1-2 μm-es távolságában megint csak Si dúsulás látható.

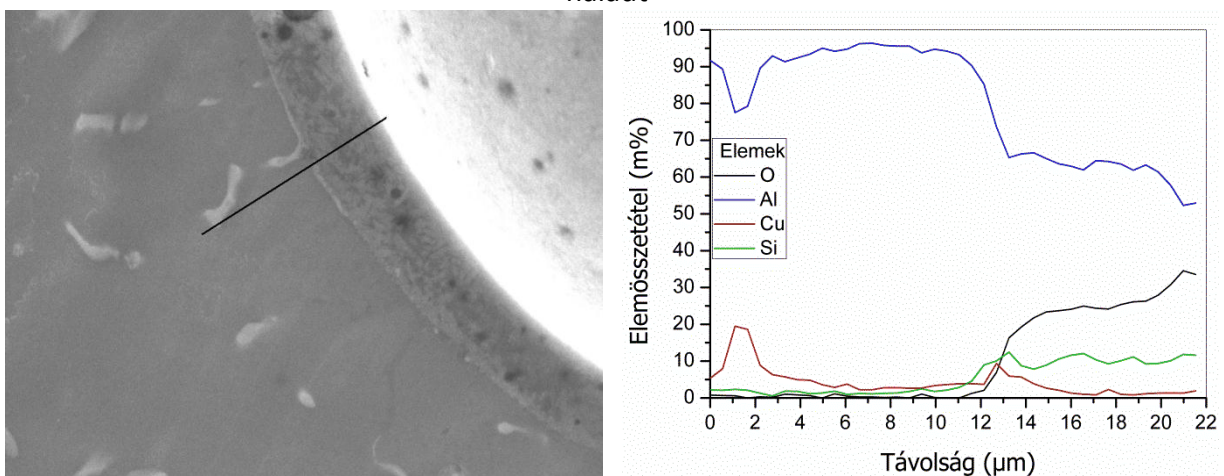
AlCu5 mátrixú szintaktikus fémhabok lineEDS mérési eredményei



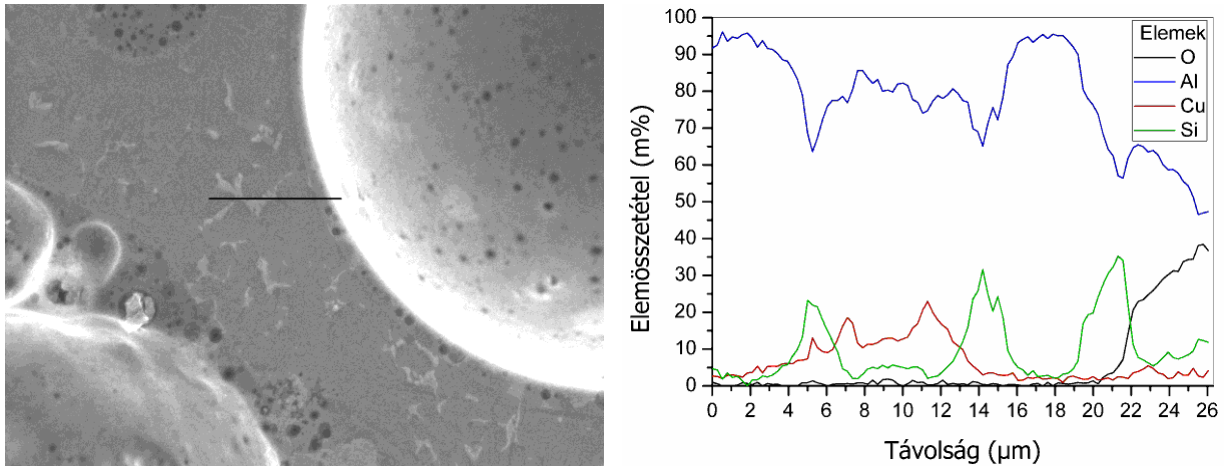
13. ábra Bal oldalon az AlCu5-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



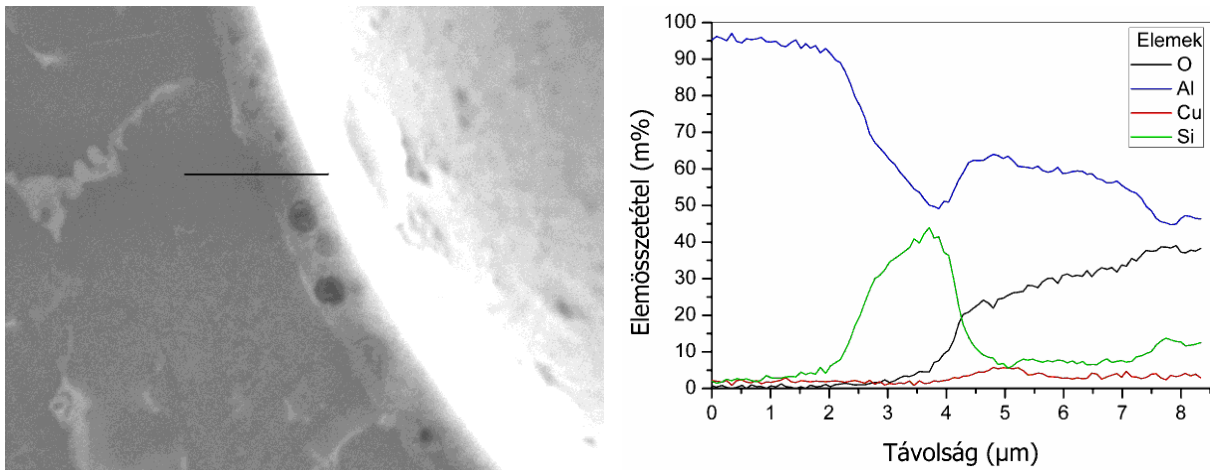
14. ábra Bal oldalon az AlCu5-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



15. ábra Bal oldalon az AlCu5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



16. ábra Bal oldalon az AlCu5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



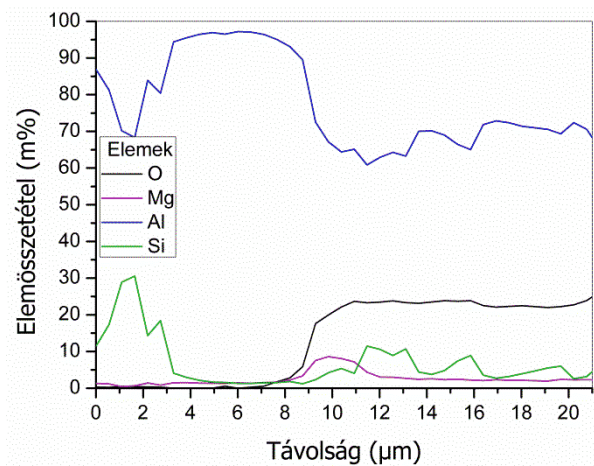
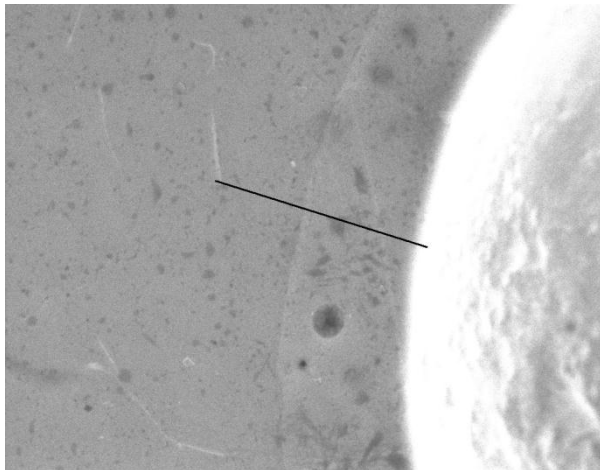
17. ábra Bal oldalon az AlCu5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt

A 13-14. ábrán az AlCu5-SL150 jelű szintaktikus fémhabok vonalmenti EDS vizsgálat eredményei láthatóak. A 13. ábrán megfigyelhetjük, ahogy a vizsgálat egy nagy rezes kiváláson halad keresztül. A rezes kiválás határain a Si dúsulása látható. A rezes kiválásban 30-35 tömeg %-ban van jelen a Cu. A gömbhéj falához közeli régióban a Si ismételt feldúsulása figyelhető meg. Cu a gömbhéj falában nem volt mérhető. A 14. ábrán ismét egy rezes kiváláson való áthaladás figyelhető meg. A Si Cu-es részek körüli dúsulása ismét megfigyelhető, illetve a gömbhéj falának közelében megint csak feldúsult a Si, ami a Si kioldódására utal.

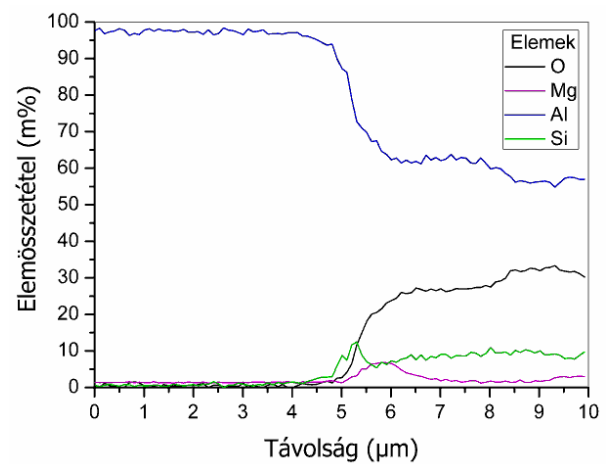
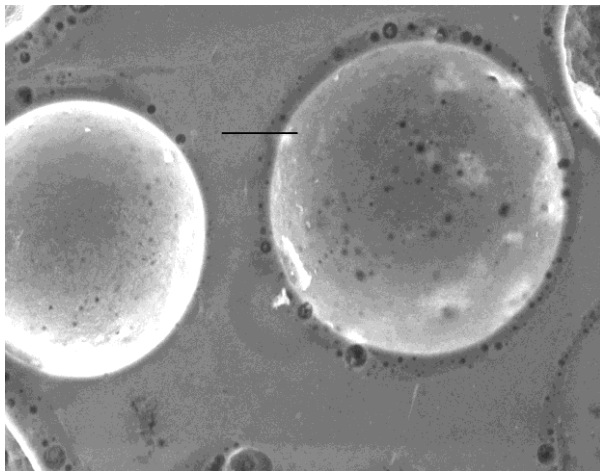
A 15-17. ábrákon az AlCu5-SL300 jelű szintaktikus fémhab vonalmenti EDS vizsgálat eredményei láthatóak. A 15. ábrán láthatjuk, ahogy a mérés vonala átmegy egy Cu-es kiváláson. A gömbhéj fala mentén Cu-es kiválás és Si dúsulás figyelhető meg. A 16. ábrán egy nagyméretű rezes kiváláson való áthaladás figyelhető meg, a kiválás szélén a Si feldúsulása látható. 17. ábrának a bal oldalán lévő SEM képen jól megfigyelhető, a gömbhéj szélén

megtapadó rezes kiválás, bár a vonal, ami mentén mértem, nem megy át egy ilyenén sem, hanem egy nagyfokú Si dúsulás figyelhető meg.

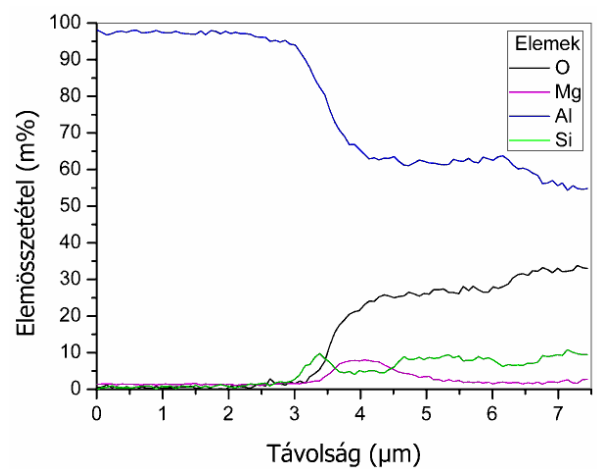
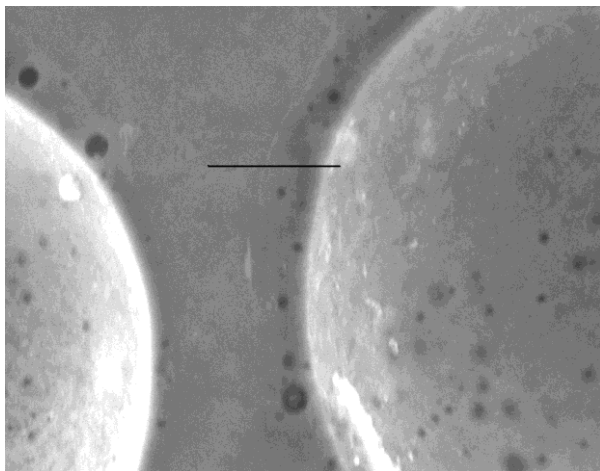
AlMgSi1 mátrixú szintaktikus fémhabok lineEDS mérési eredményei



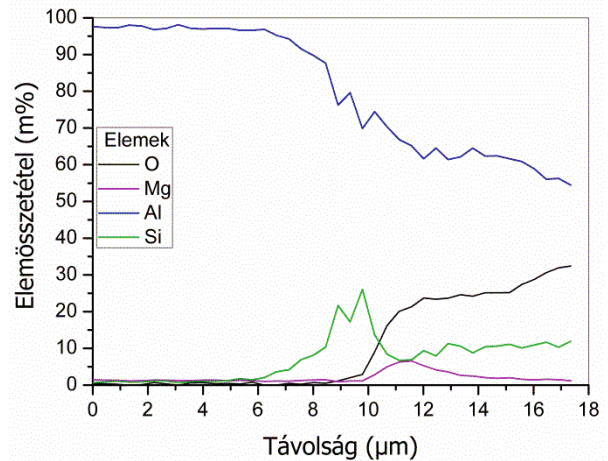
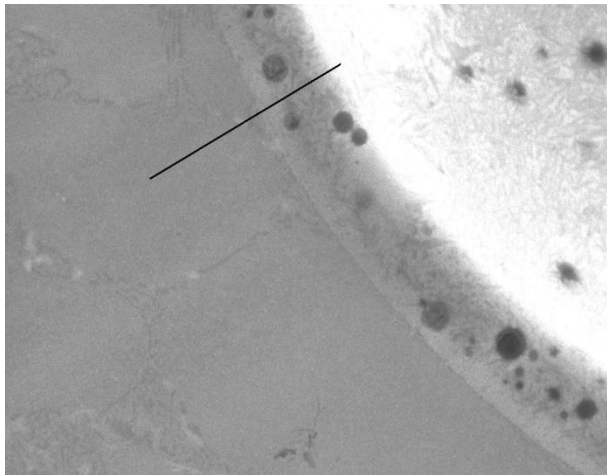
18. ábra Bal oldalon az AlMgSi1-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



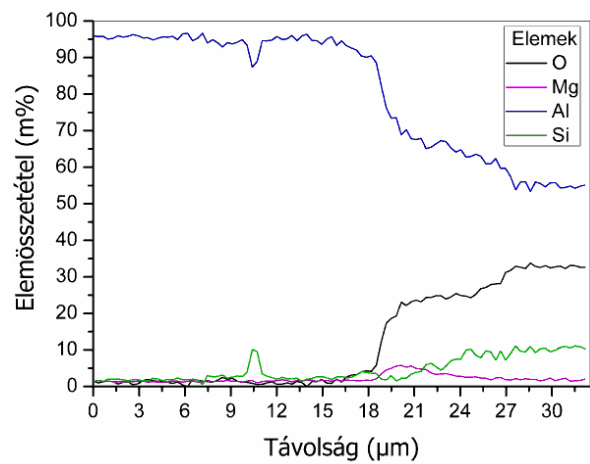
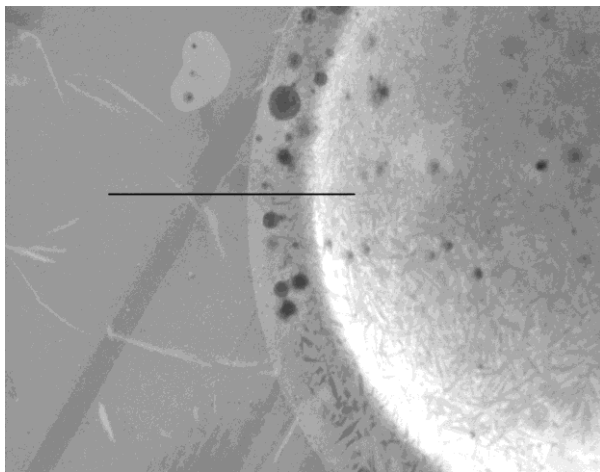
19. ábra Bal oldalon az AlMgSi1-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



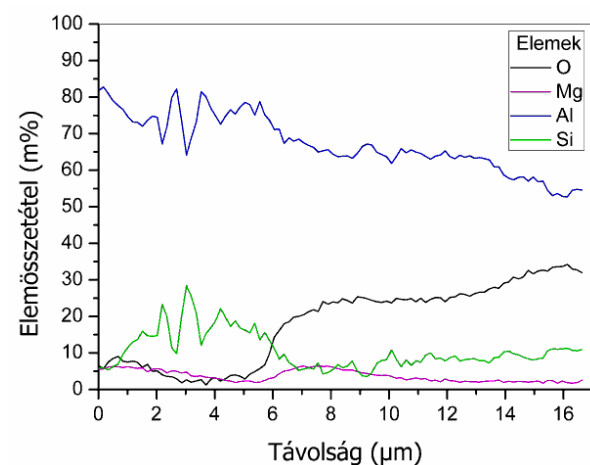
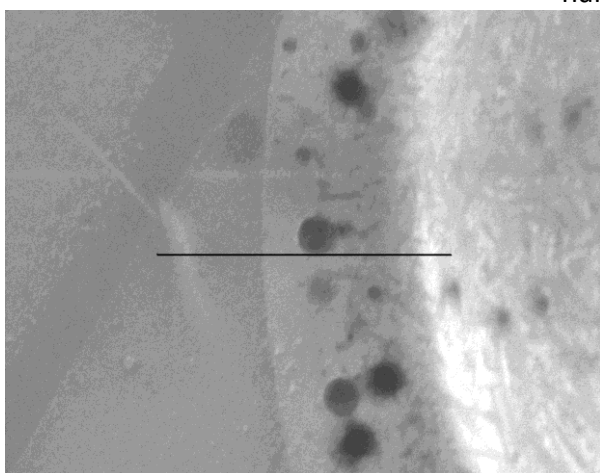
20. ábra Bal oldalon az AlMgSi1-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



21. ábra Bal oldalon az AlMgSi1-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



22. ábra Bal oldalon az AlMgSi1-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.

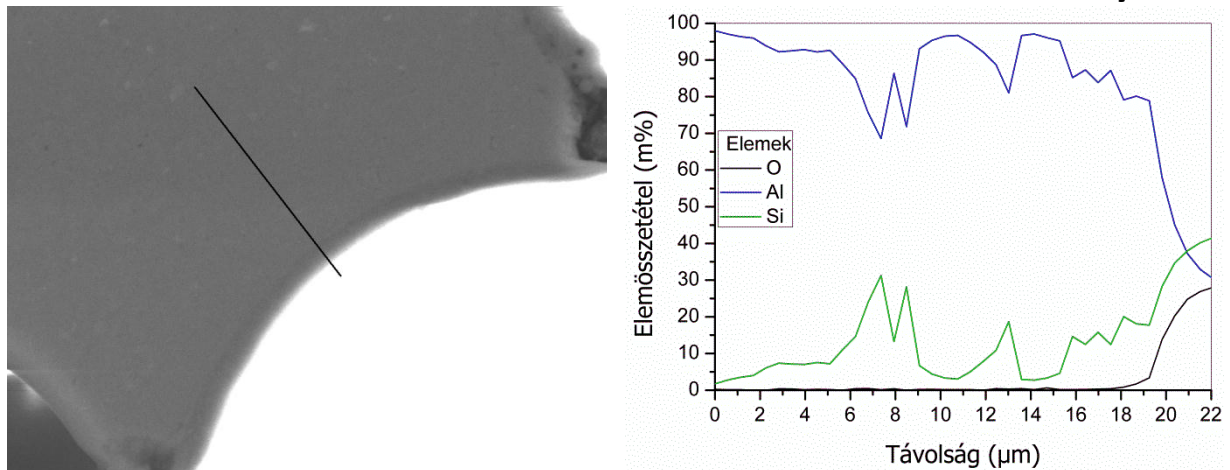


23. ábra Bal oldalon az AlMgSi1-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.

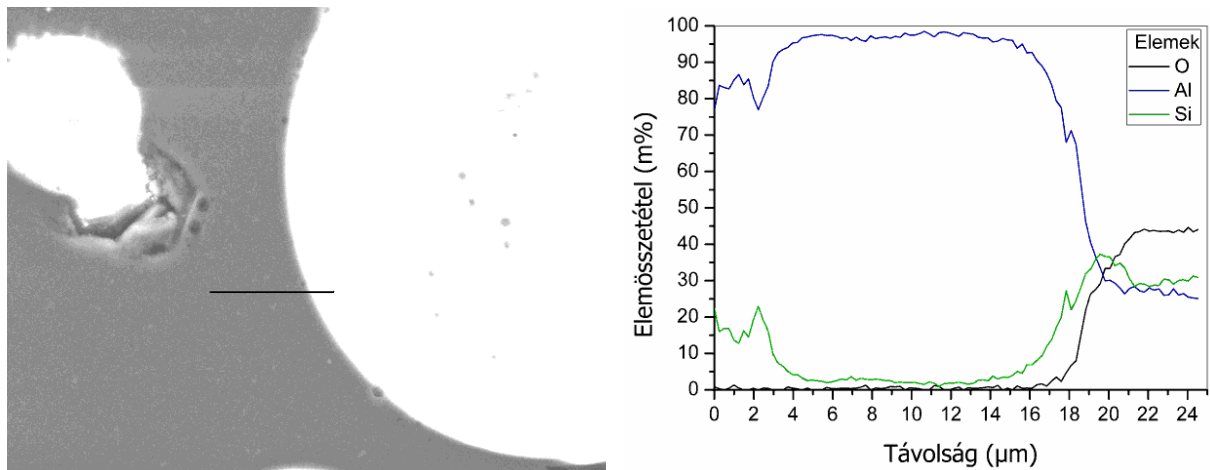
A 18-20. ábrán az AlMgSi1-SL150 jelű szintaktikus fémhab vonalmenti EDS vizsgálatának eredményei láthatóak. A 18. ábrán egy Si tűn való áthaladást figyelhetünk meg, illetve a Mg gömbhéjba való bediffundálása látható. A 19. ábrán láthatunk egy infiltrálódott gömbhéjat, a mérési eredmények pedig a gömbhéj közelében a Si dúsulását a Mg-nak pedig a gömbfalba való bediffundálását mutatják. A 20. ábráról ismét elmondható, hogy a gömbhéj közelében a Si feldúsul, a Mg pedig bediffundál a gömbhéjba.

A 21-23. ábrákon az AlMgSi1-SL300 jelű szintaktikus fémhab vonalmenti EDS vizsgálatának eredményei láthatóak. A 21. ábrán a gömbhéj fala mentén nagymértékű dúsulása figyelhető meg a Si-nak és a Mg gömbhéjfalba való bediffundálása látható. A 22. ábrán egy Si tűn való áthaladás látható, a gömbhéj fala mentén nem figyelhető meg a Si feldúsulása. A Mg gömbhéjba való bediffundálása ismét kimutatható. A 23. ábrán egy Si tűn való áthaladás látható és a Mg gömbhéjba való bediffundálása is látható.

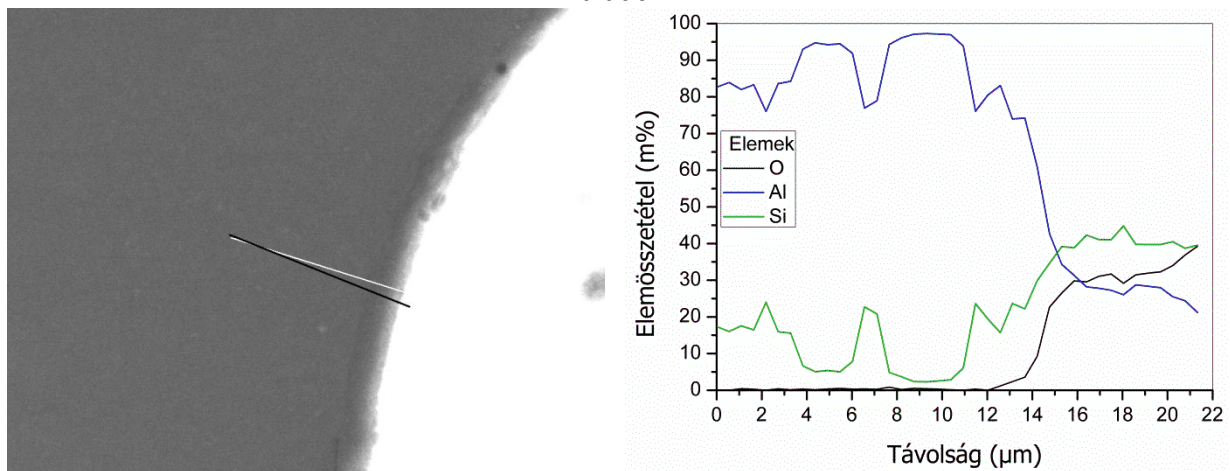
AlSi12 mátrixú szintaktikus fémhabok lineEDS mérési eredményei



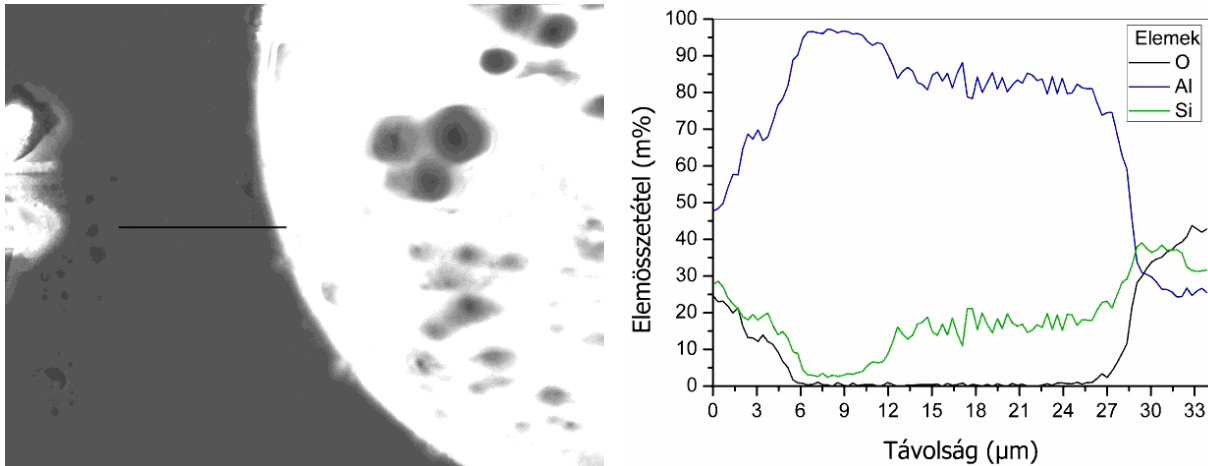
24. ábra Bal oldalon az AlSi12-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



25. ábra Bal oldalon az AlSi12-SL150 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.



26. ábra Bal oldalon az AlSi12-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.

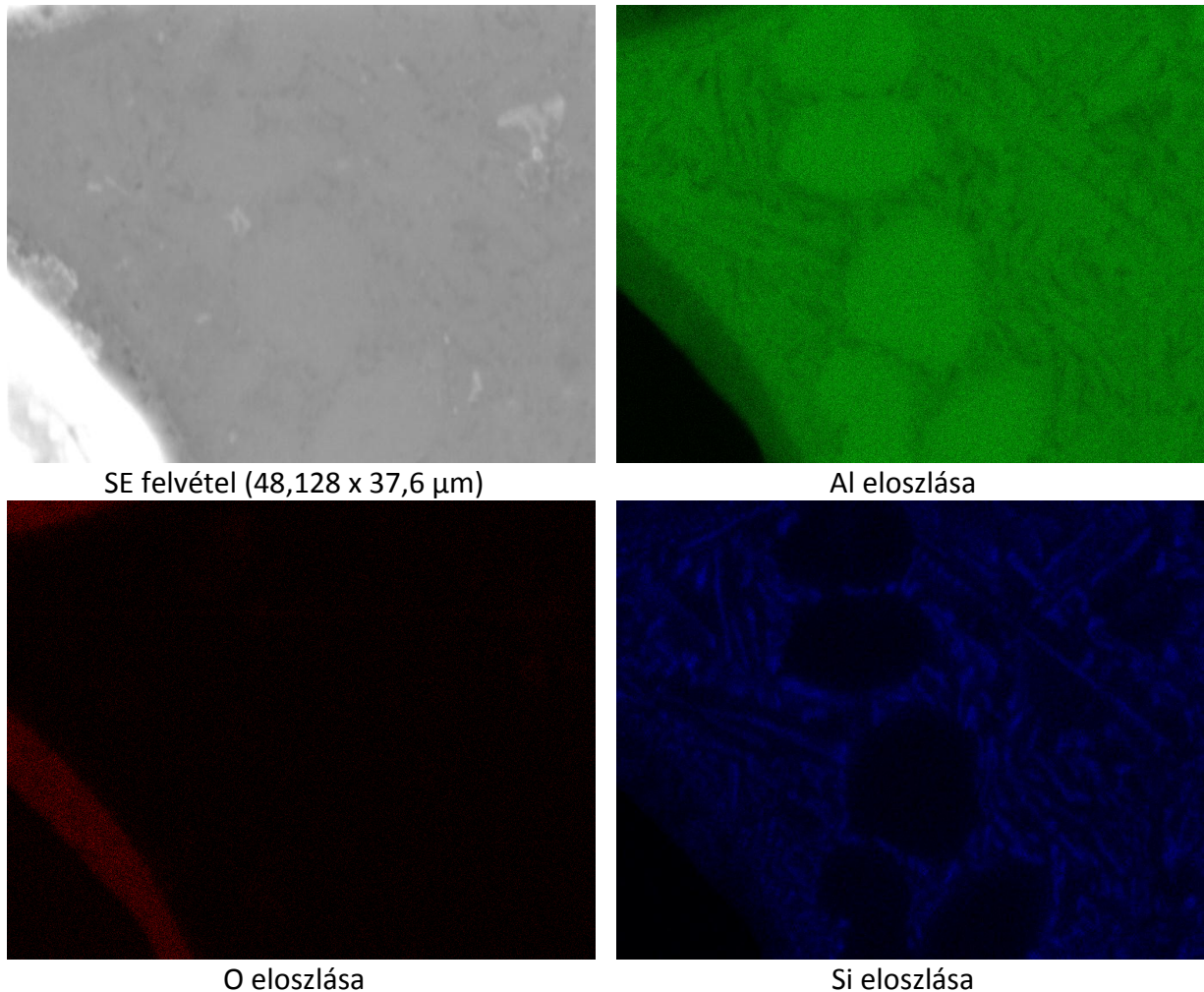


27. ábra Bal oldalon az AlSi12-SL300 jelű szintaktikus fémhab SEM képét láthatjuk, jobbra pedig a mérés spektrumát. A vizsgálat a vastag fekete vonal mentén balról jobb irányba haladt.

A 24-25. ábrán az AlSi12-SL150 jelű szintaktikus fémhab vonalmenti EDS vizsgálatának eredményei láthatóak. A 24. ábrán több Si csúcsot láthatunk, amik a Si tűs kiválásaira utalnak. A gömbhéj falánál a Si nagymértékű dúsulása figyelhető meg. A 25. ábrán láthatjuk, hogy a mérés egy Si-ban dús környezetben kezdődött, majd a gömbhéj falánál ismét a Si feldúsulása figyelhető meg.

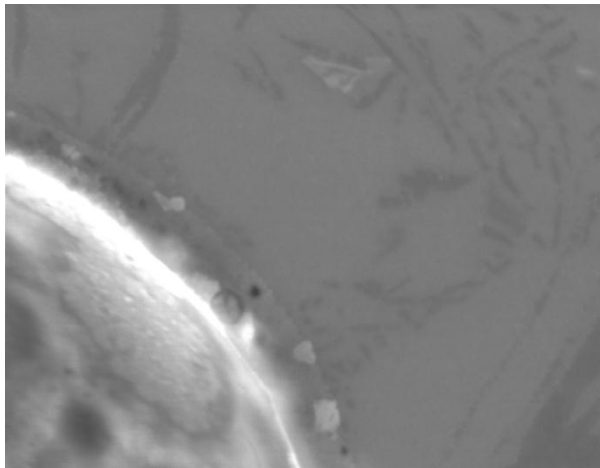
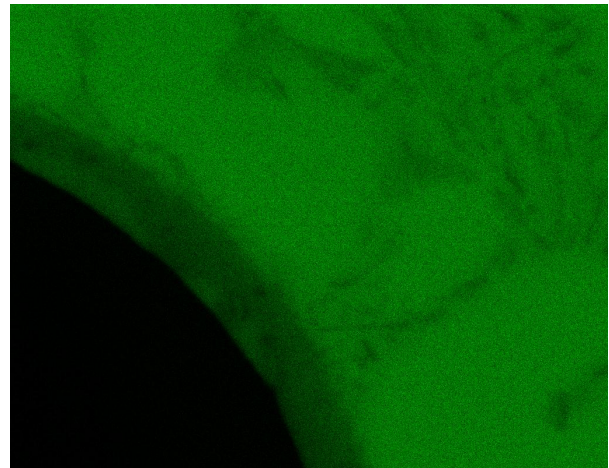
A 26-27. ábrán az AlSi12-SL300 jelű szintaktikus fémhab vonalmenti EDS vizsgálatának eredményei láthatóak. A 26. ábrán több Si csúcs látható, amik a Si tűs kiválására utalnak. A gömbhéj falánál megint csak megfigyelhető a Si feldúsulása. A 27. ábrán két gömbhéj közötti szakasz lett megvizsgálva az eredmények azt mutatják, hogy a gömbhéjak fala mentén a Si dúsult.

A vonalmenti EDS vizsgálat, ahogy a neve is utal rá, egy vonal mentén méri az elemek eloszlását. Ezen mérések értékelése során nehéz teljesen általános következtetéseket levonni a mátrixanyag-gömbhéj rendszer egészére vonatkoztatva, ezért van szükség megerősítésként a térkép jellegű EDS vizsgálatokra, ami ezen rendszer teljes egészére nézve képes vizsgálati eredményeket szolgáltatni. A térkép EDS vizsgálat eredményeit a továbbiakban látható ábrák foglalják össze (28-35. ábra). A vizsgálatok paraméterei a következők voltak: 2500-szoros nagyítás, 100 ms dwell, 4 μ s erősítési idő.

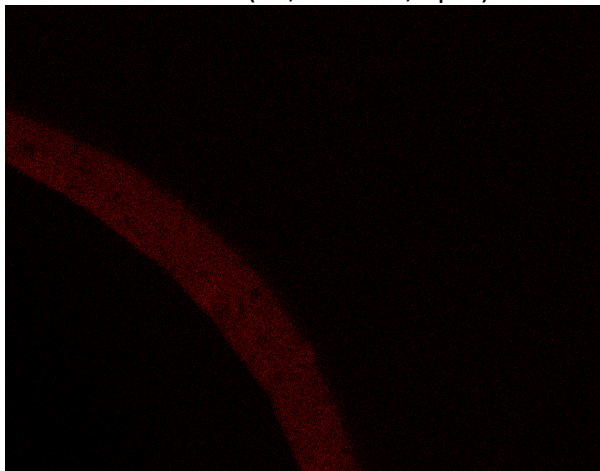


28. ábra Al99,5-SL150 SE képe és elemeloszlás térképei

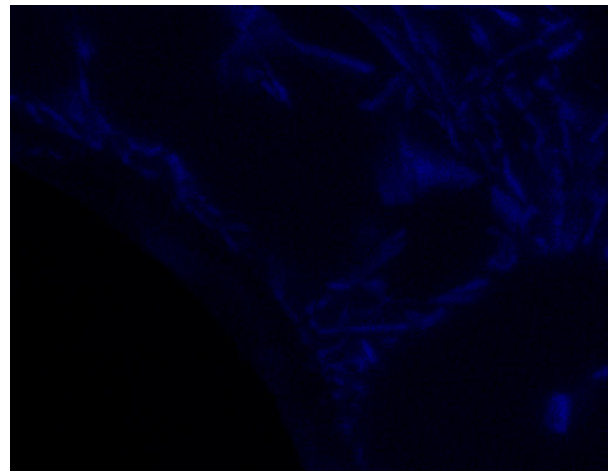
A 28. ábrán az Al99,5-SL150 jelű szintaktikus fémhab SE képe és ezen, a terület elemeloszlás térképei láthatóak. Az O térképre tekintve látható, hogy O csak a gömbhéjban található nagy mennyiségben, a mátrixanyagban nem. A Si térképet megnézve látható, hogy a Si tűszerű kiválásokban van jelen a mátrixanyagban, a gömbhéjban viszont homogén eloszlásban van jelen. Az Al eloszlás térképen láthatjuk, hogy maradtak tiszta alumínium részek a mátrixanyagban, amik nem képeztek vegyületet Si-mal. Ezeket a tiszta alumínium részeket kör illetve ellipszis kontúrral láthatjuk az Al és a Si eloszlás térképeken. A gömbhéjtól ezek a tiszta alumínium részek távolabb esnek. Al található a gömbhéjban is, de nem tiszta formában.

SE felvétel (48,128 x 37,6 μm)

Al eloszlása



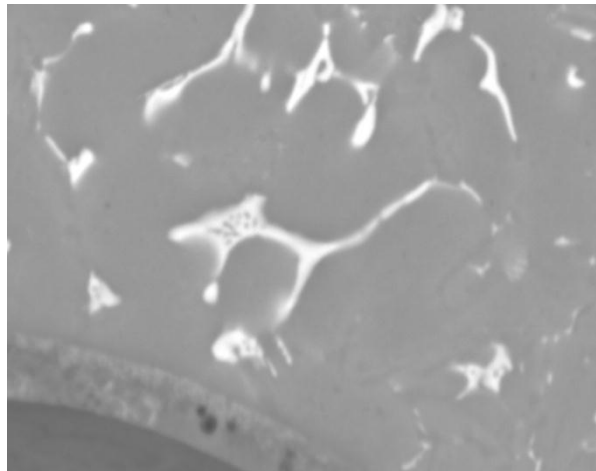
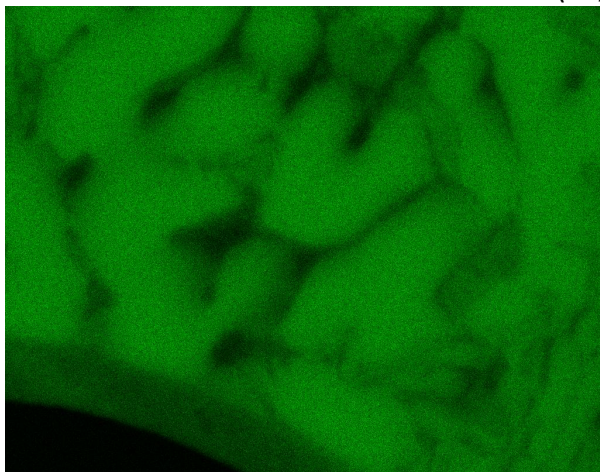
O eloszlása



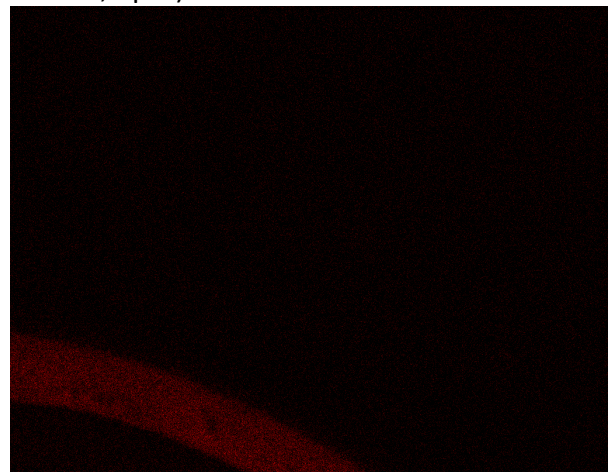
Si eloszlása

29. ábra Al99,5-SL300 elemeloszlás térképei

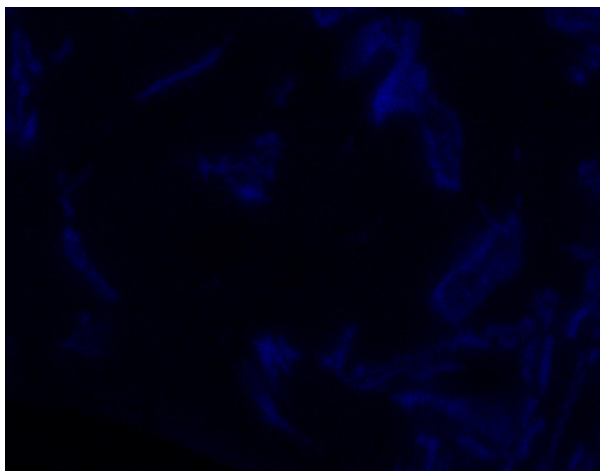
A 29. ábrán az Al99,5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SE képe és ezen, a terület elemeloszlás térképei láthatóak. Az O eloszlás térképre tekintve látható, hogy O csak a gömbhéjban van jelen nagy mennyiségben, a mátrixanyagban nem. Az Al eloszlás térképet vizsgálva megállapítható, hogy az alumínium vegyületben, illetve tisztán is jelen van a mátrixanyagban. A tiszta alumínium részek a gömbhéjhoz közel helyezkednek el, több van belőlük és nem külön részeket alkotnak, hanem nagyobb összeolvadt részeket nem úgy, mint az Al99,5-SL150 jelű szintaktikus fémhab esetében. Az alumínium ez esetben is jelen van a gömbhéjban. A Si eloszlás térképet nézve megállapítható, hogy a Si megint csak tűszerű kiválásokban van jelen, a gömbhéjban pedig a homogén eloszlása figyelhető meg.

SE felvétel (48,128 x 37,6 μm)

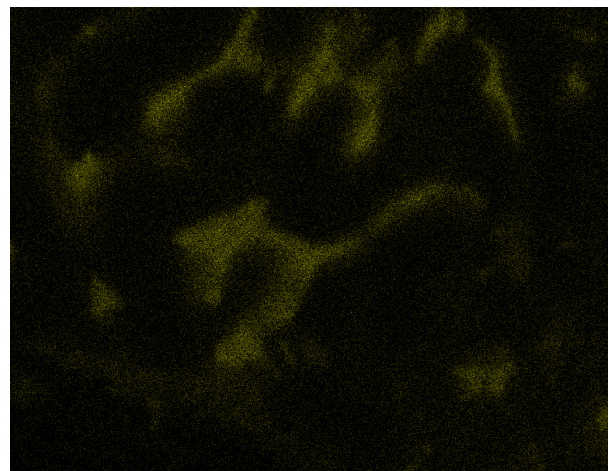
Al eloszlása



O eloszlása



Si eloszlása

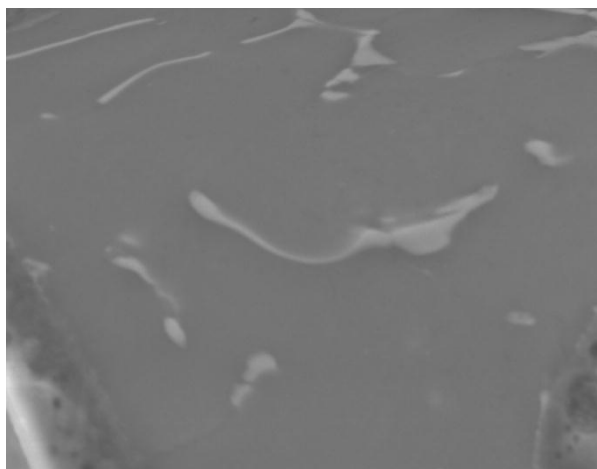


Cu eloszlása

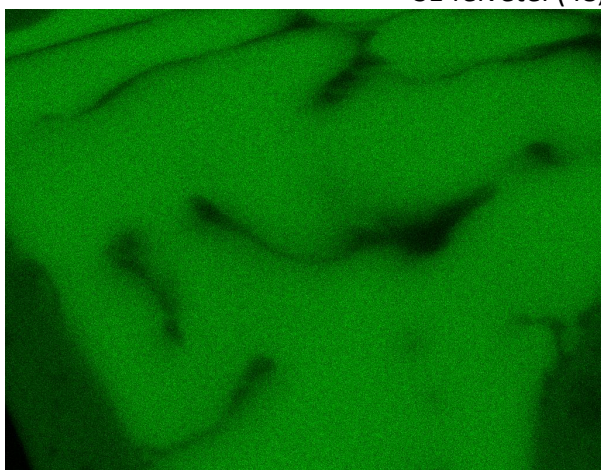
30. ábra AlCu5-SL150 elemeloszlás térképe

A 30. ábra az AlCu5-SL150 jelű szintaktikus fémhab SE képét és ezen, a terület elemeloszlás térképeit mutatja. Az O eloszlás térképre nézve ismét elmondható, hogy az O csak a gömbhéj falában van jelen nagy mennyiségben és homogén eloszlásban. A Si és a Cu eloszlás térképét összevetve, jól látható, hogy a Cu és a Si egymással semmilyen reakcióba nem lép, ezért azt láthatjuk, hogy ahol Si van ott nincs Cu és fordítva. A rezes és szilíciumos részek körbeölelik egymást, s csak az Al-mal képesek vegyületet alkotni. A Si kiválásai ezúttal

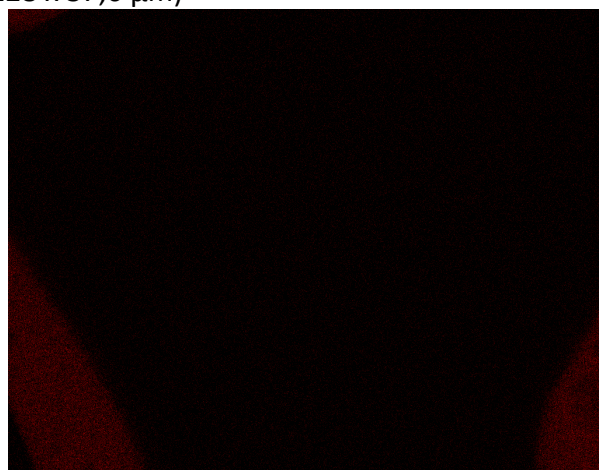
nem látványosan tűszerűek, inkább tömbszerűek. A Si jelen esetben is jelen van a gömbhéjban. A Cu eloszlás térképet megnézve láthatjuk, hogy a réz nagy kiválásokban van jelen a mátrixanyagban, de a gömbhéjban nincs jelen.



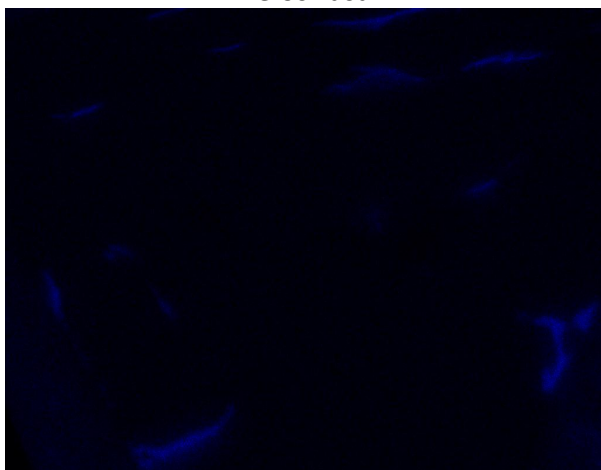
SE felvétel (48,128 x 37,6 μm)



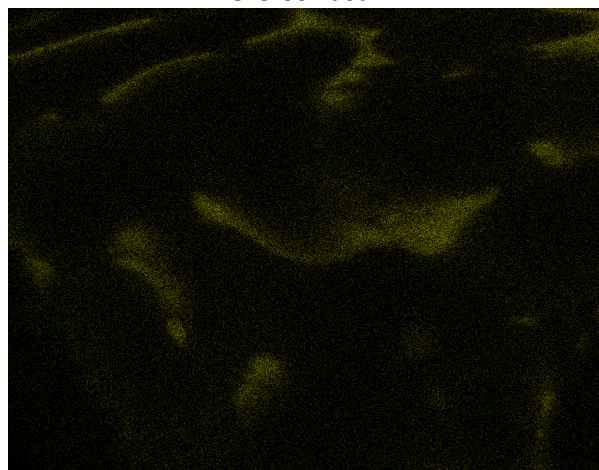
Al eloszlása



O eloszlása



Si eloszlása

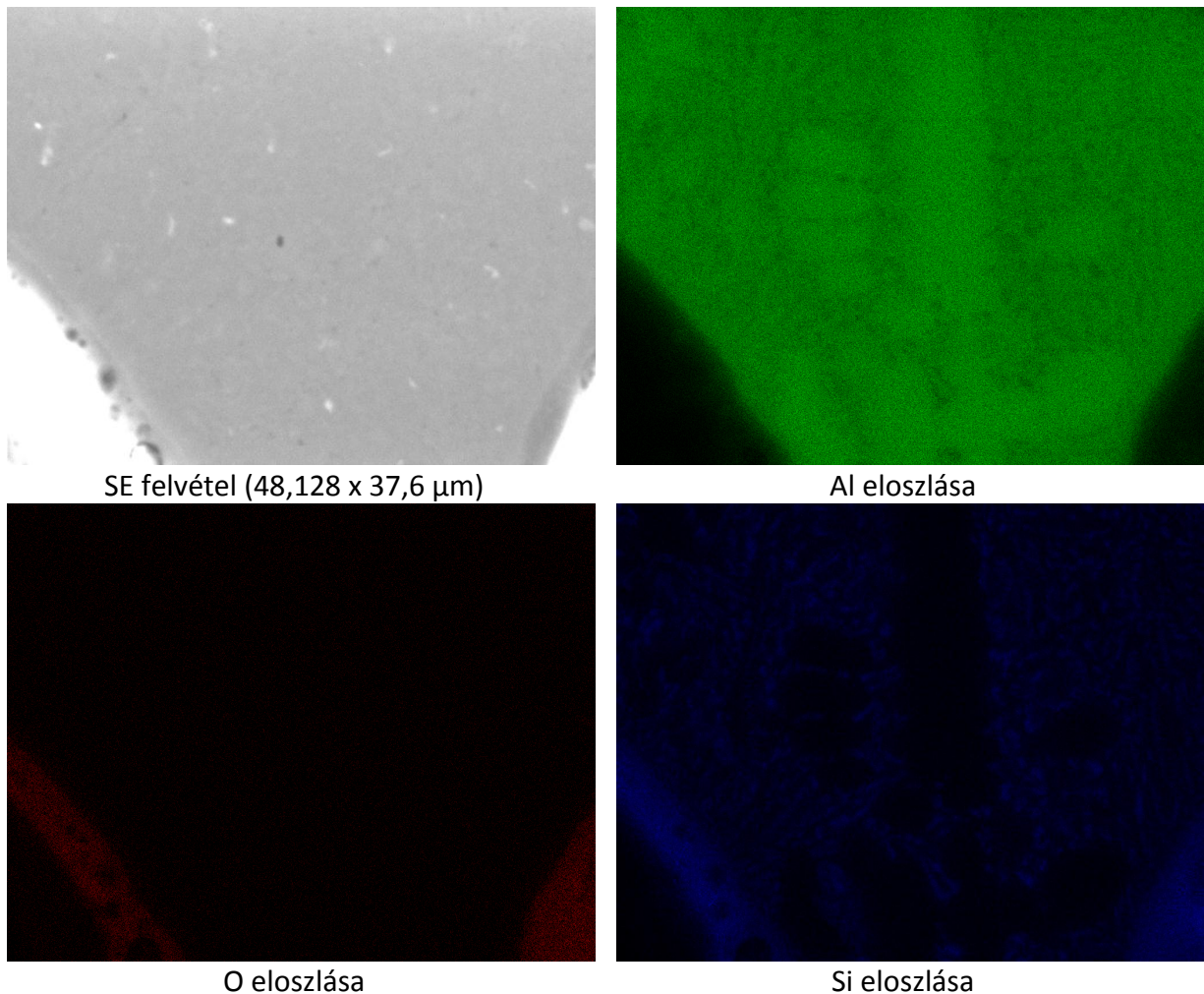


Cu eloszlása

31. ábra AlCu5-SL300 elemeloszlás térképe

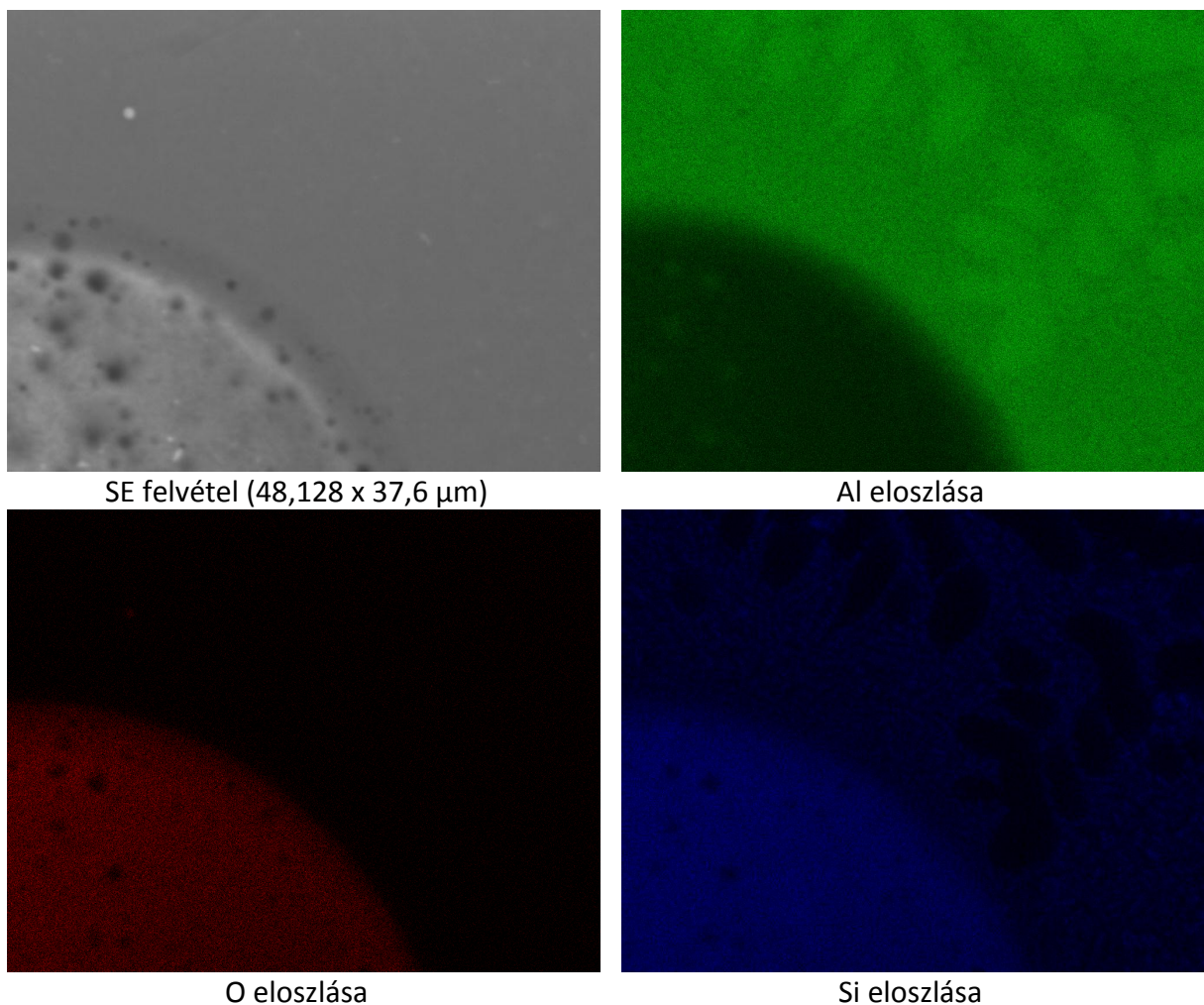
A 31. ábra az AlCu5-SL300 jelű szintaktikus fémhab SE képét és ezen, a terület elemeloszlás térképeit mutatja. Az O eloszlás térképre nézve ismét elmondható, hogy az O

csak a gömbhéj falában van jelen nagy mennyiségben és homogén eloszlásban. Az Al eloszlás térképén az látható, hogy az alumínium nagy és összefüggő tiszta részekben van jelen. Kevesebb Si kiválást lehet felfedezni a Si eloszlás térképén, az AlCu5-SL150 jelű szintaktikus fémhabhoz képest. A Si ez esetben is jelen van a gömbhéjban homogén eloszlásban. A réz eloszlástérképére tekintve kiválások figyelhetők meg.



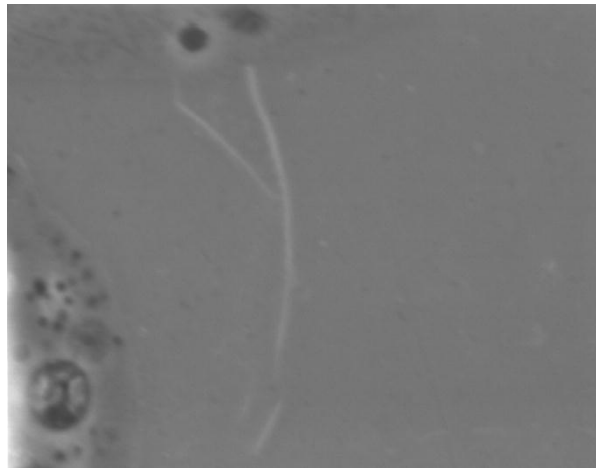
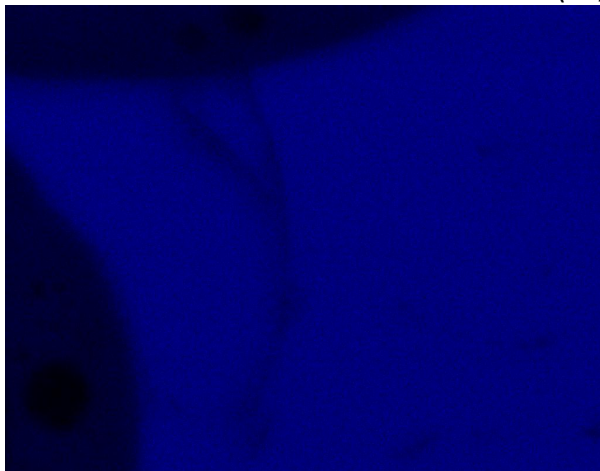
32. ábra AlSi12-SL150 elemeloszlás térképei

A 32. ábra az AlSi12-SL150 jelű szintaktikus fémhab SE képét és ezen, a terület elemeloszlás térképeit mutatja. Az O eloszlás térképre tekintve megint csak megállapítható, hogy az O csak a gömbhéj falában van jelen nagy mennyiségben, a mátrixanyagban nem. A mátrixban csak Al és Si mutatható ki. A mátrixanyagban tiszta alumínium részek figyelhetők meg, amiknek mérete elmarad az színalumínium mátrixú szintaktikus fémhabokban fellelhetőkétől. Az Al kimutatható a gömbhéjban is. A Si eloszlás térképet nézve láthatjuk, hogy a Si apró tűszerű kiválásokban van jelen a mátrixanyagban, kisebbben, mint ami az előzőekben taglalt szintaktikus fémhabok esetében volt. A gömbhéjakban ismét kimutatható a Si.

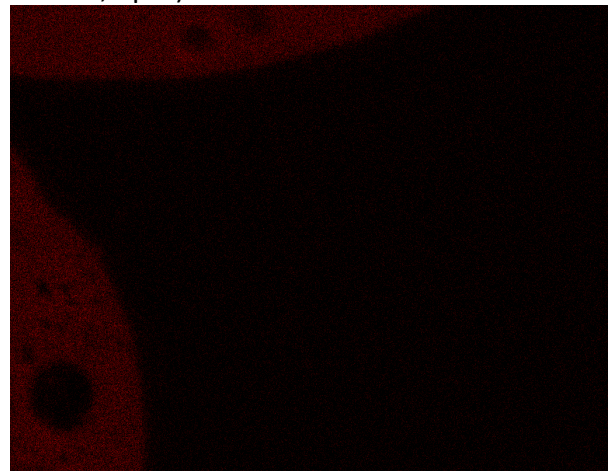


33. ábra AlSi12-SL300 elemeloszlás térképei

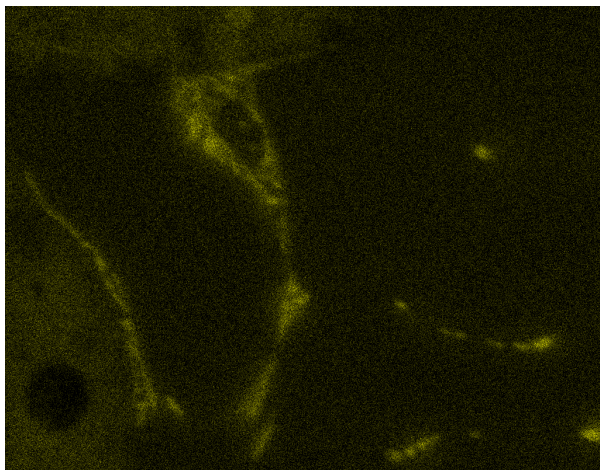
A 33. ábra az AlSi12-SL300 jelű szintaktikus fémhab SE képét és ezen, a terület elemeloszlás térképeit mutatja. Az O eloszlás térképen ismét az figyelhető meg, hogy az O csak a gömbhéjban van jelen nagy mennyiségben. A gömbhéjban az Al és a Si is kimutatható. Az Al eloszlástérképet megvizsgálva látható, hogy az AlSi12-SL150 jelű szintaktikus fémhabhoz hasonlóan jelen vannak a tiszta alumínium részek hasonló méretben és formában, ebben a szintaktikus fémhabban is. A Si eloszlástérképen ismét megfigyelhetőek a Si tűszerű kiválásai.

SE felvétel (48,128 x 37,6 μm)

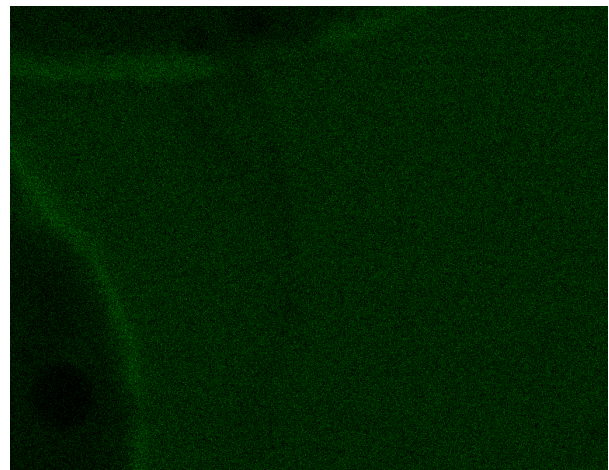
Al eloszlása



O eloszlása



Si eloszlása

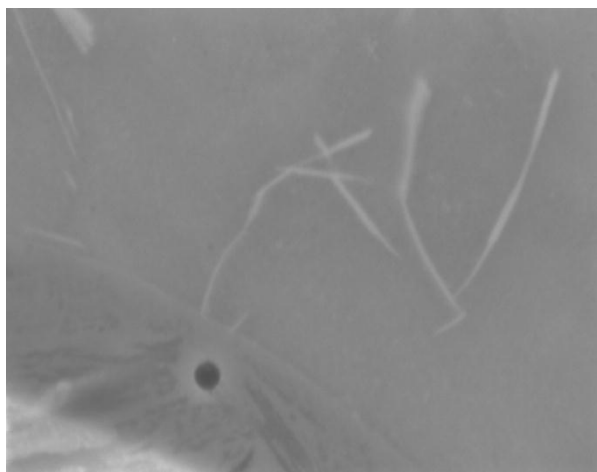


Mg eloszlása

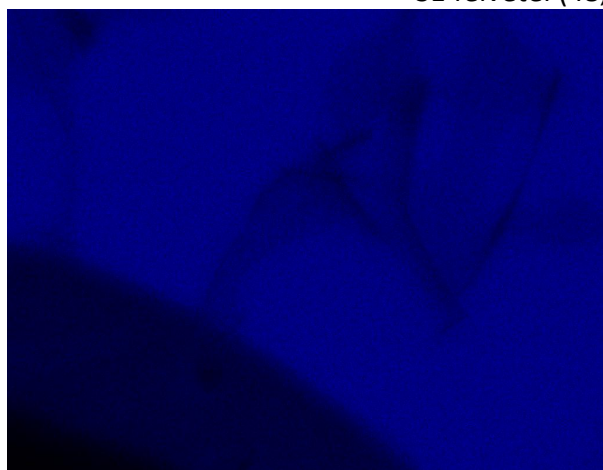
34. ábra AlMgSi1-SL150 elemeloszlás térképe

A 34. ábra az AlMgSi1-SL150 jelű szintaktikus fémhab SE képét és ezen, a terület elemeloszlás térképei láthatóak. Az oxigén eloszlás térképből ismét az derül ki, hogy az O csak a gömbhéjakban van jelen nagy mennyiségben. A Mg eloszlás térképet megvizsgálva látható, hogy homogén eloszlásban van jelen a mátrixanyagban, a gömbhéj határán pedig a feldúsulása figyelhető meg. A Si eloszlás térképre tekintve megfigyelhetők a Si kiválások,

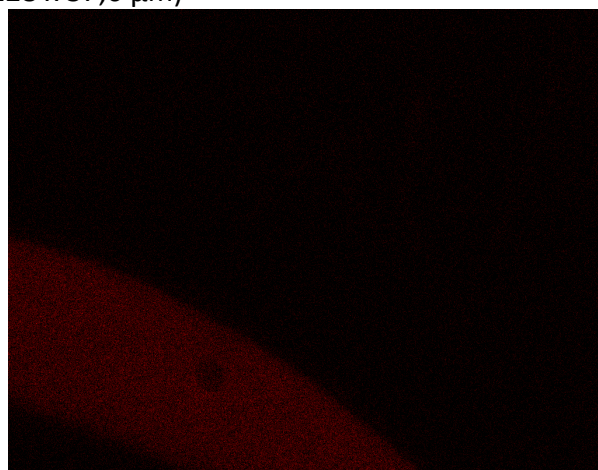
melyek részben vagy egészben a gömbhéjak falához tapadnak. Az Al eloszlása a Si kiválásoktól távoli helyen homogénnek mondható.



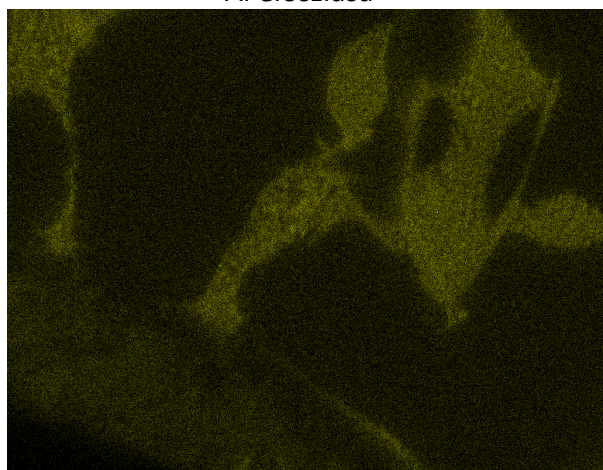
SE felvétel (48,128 x 37,6 μm)



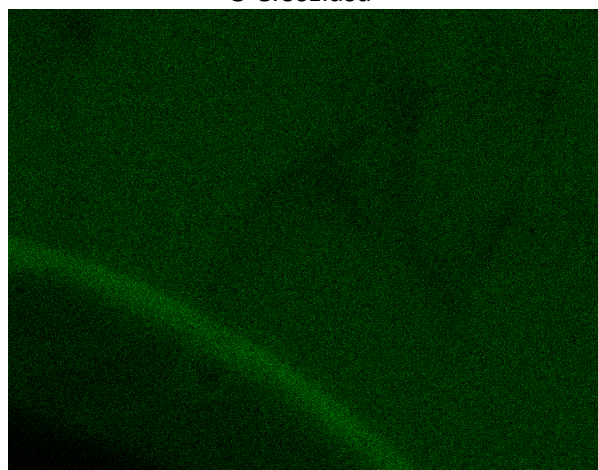
Al eloszlása



O eloszlása



Si eloszlása

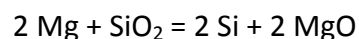


Mg eloszlása

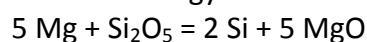
35. ábra AlMgSi1-SL300 elemeloszlás térképe

A 35. ábra az AlMgSi1-SL300 jelű szintaktikus fémhab SE képét és ezen, a terület elemeloszlás térképeit mutatja. Az O eloszlás térképre tekintve ismét arra jutunk, hogy az O csak a gömbhéjak falában van jelen nagy mennyiségben. A Si eloszlás térképet megnézve

láthatjuk, hogy a Si kiválások nagy, összefüggő kiterjedésűek és kapcsolatban vannak a gömbhéj falával. A Mg eloszlást tekintve a Mg homogén eloszlását és a gömbhéj falán a feldúsulását figyelhetjük meg. Ennek az lehet az oka, hogy a Mg oxidképződési szabadentalpiájának mértéke nagyobb, mint a Si-é [14]. A gömbhéj falában feldúsult Mg-ért a következő reakciók lehetnek felelősek:



vagy



5.3. XRD röntgendiffrakciós vizsgálat eredményei

Ahogy már a 4. fejezetben említettem, a röntgendiffrakciós mérések eredményeit táblázatba (3. táblázat) foglaltam:

Vizsgált anyagok	Vegyi összetétel								
				amorf		krist.	amorf	amorf	krist.
	Al4F	Si8F	Mull	GamA	A2Cu	Coru	Glss	GlsQ	Quar
	Al	Si	Mullit	Al ₂ O ₃	CuAl ₂	Al ₂ O ₃	Si ₂ O ₅	SiO ₂	SiO ₂
	[f%]	[f%]	[f%]	[f%]	[f%]	[f%]	[f%]	[f%]	[f%]
Al99,5-SL150	65	8	10	10	-	3	-	-	-
Al99,5-SL300	75	-	10	-	-	-	-	10	-
AlCu5-SL150	60	6	8	12	6	8	-	-	-
AlCu5-SL300	60	5	10	12	6	7	-	-	-
AlMgSi1-SL150	60	7	8	25	-	-	-	-	-
AlMgSi1-SL300	60	6	6	28	-	-	-	-	-
AlSi12-SL150	72	7	12	-	-	-	-	8	-
AlSi12-SL300	72	7	12	-	-	-	-	8	0,5
SL150 gyártó	-	-	-	36-40	-	-	-	55-60	
SL300 gyártó	-	-	-	36-40	-	-	-	55-60	
SL150	-	-	20	-	-	-	80	-	-
SL300	-	-	20	-	-	-	80	-	-

3. táblázat XRD vizsgálat eredményei [f% - fázis%]

A 3. táblázatban látható, hogy a gömbhéjak (SL150, SL300) összetétele kétszer szerepel, egyszer a gyártó által megadott, egyszer pedig a röntgendiffrakciós vizsgálat során mért eredmények. A gyártó ellenőrzése hasznosnak mutatkozott, ahogy a táblázatból látszik is. A pordiffrakciós vizsgálat a gömbhéjak Al₂O₃tartalmát mullit (3Al₂O₃2SiO₂ vagy Al₆Si₂O₁₃) formájában, míg a SiO₂ tartalmát amorf Si₂O₅ formájában azonosította. A röntgendiffrakciós mérések eredményeit a következőkben elemzem:

A gömbhéjakban lévő amorf Si₂O₅ (üveg) a gyártás során teljesen eltűnik, a mérések alapján elemi szilícium és mullit képződik belőle, bizonyos esetben szintén amorf SiO₂ marad

vissza. A Si képződésnek az oka az Al, Si-énál nagyobb oxidképződési szabadentalpiája. Ennek reakcióegyenlete: $4 \text{ Al} + 3 \text{ SiO}_2 = 3 \text{ Si} + 2 \text{ Al}_2\text{O}_3$ [15].

Al99,5-SL300 esetében például 10 fázis% amorf SiO_2 képződik. Amorf SiO_2 képződik még az AlSi12 mátrixú szintaktikus fémhabok esetében is, AlSi12-SL300 esetében pedig megjelenik az SiO_2 kristályos formában. Az Al99,5-SL300 jelű szintaktikus fémhab kivételével a Si tartalom állandó 6-8 fázis%-ot mutat, ami arra utal, hogy a gömbhéjakból származik. A mullit-tartalom is egy 10 fázis% körüli érték körül mozog az összes fémhab esetében, ennek is egy része a gömbhéjakból származhat. Az AlSi12 mátrixú szintaktikus fémhabok esetében megfigyelhető, hogy a többitől eltérően nem képződik Al_2O_3 fázis, ami miatt a tiszta alumínium részek aránya magasabb a többihez képest. A mullit tartalom a többi szintaktikus fémhabhoz képest 2-4 fázis%-kal magasabb. Ennek oka az, hogy az AlSi12 mátrix sok Si-ot tartalmaz, így a gömbhéjak üveg és mullit tartalmából nem képes a SiO_2 redukálására (a nagy Si tartalom miatt gátolt diffúziós folyamat) és ezért marad egy határozott, 10 fázis% körüli amorf üvegtartalom és nem képződik Al_2O_3 . Látható, hogy az AlCu5 mátrixú szintaktikus fémhabok esetében Al_2Cu fázisba ment az összes Cu, ezzel javítva az anyag mechanikai jellemzőit. Ennél a mátrixanyagnál megjelent az Al_2O_3 egyik kristályos fázisa (korund) is, ami növelhette szintaktikus fémhab keménységét. Korund képződött még kis mennyiségben az Al99,5-SL150 jelű szintaktikus fémhab esetében is.

A röntgendiffrakciós mérések során kimért összes vegyület tulajdonságait megpróbáltam feltérképezni, ezen munkám eredményét a következőkben mutatom be.

Mullit:

A mullit ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ vagy $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), egy alumíniumból, szilíciumból és oxigénből álló vegyület. Tekinthezünk rá úgy, mint egy fázisra, az alumínium és szilícium bináris rendszerében. A mullit egy mesterséges, kristályos alumínium-szilikát, amit ívkemencékben alumíniumból és szilíciumból gyártanak. A mullit színe általában piszkosfehér vagy sárgásbarna. A tisztaságától és sűrűségétől függően, lehetnek kiváló dielektromos és hőszigetelő tulajdonságai, illetve salakkal szembeni és a hőálló szilikát kötelékek kialakulásával szembeni ellenálló képességei. Készítenek belőle hőálló csöveket, ipari olvasztótégelyeket, dielektromos alkatrészeket és hőálló ragasztókat [16].

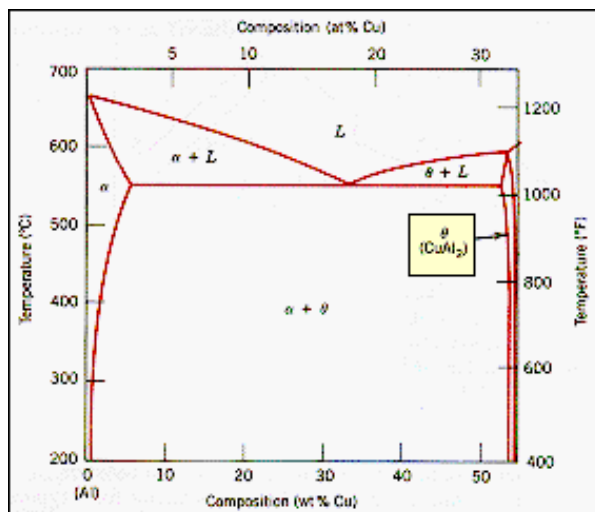
Korund:

Kristályos, kemény anyag, természetben is előfordul, bányásszák, de mesterségesen is előállítható. Természetben vas-, titán- és króm-szennyezők nyomokban megtalálhatóak benne. Egy nagyon kemény anyagról van szó (Mohs keménység=9) [17].

Al_2Cu

Az Al_2Cu egy intermetallikus vegyület. Ez a termodinamikailag stabil kiválás akkor képződik, amikor egy ötvözetet, mint például az AlCu4 ötvözetet lassan hűtenek

szobahőmérsékletre egy egyszerű szilárd oldatos alfa fázisból. A kiválasosan keményített Al-Cu ötvözeteknél az Al_2Cu az a kiválás, ami az anyag felkeményedését okozza. Az öregítés hőmérsékletével, idejével szabályozni lehet az Al_2Cu kiválások méretét és elhelyezkedését (szemcsén belül, szemcsehatárokon) Az ilyen kiválásoknak inkoherens határai vannak a mátrixanyaggal [18]. Az Al-Cu fázisdiagramja a 36. ábrán látható:



36. ábra Al-Cu fázisdiagramja [16]

Si_2O_5 :

Az üveg egy olyan, amorf állapotú szilárd anyag, aminek a tulajdonságai általában a folyadékokra jellemzőek. Más definíció szerint: az üveg egy olyan szeretlen összetételű keverékanyag, amely lehűlés közben kristályosodás nélkül jut mechanikailag szilárd állapotba. Amikor lehűl, nem a halmazállapota változik meg, hanem olyan hőmérséklettartományba kerül, ahol a viszkozitása megnő, és szilárd állapotúvá válik [19].

SiO_2 :

Egyike a természetben legbősegebben fellelhető oxid anyagoknak. Fellelhető amorf (üvegszerű) állapotban és számos kristályos variációban. Három kristályos formája ismert a SiO_2 -nek, a kvarc, a tridimit és a krisztobalit. A kvarc fizikai és mechanikai tulajdonságait a 4. táblázat mutatja [20].

Jellemzők	Mértékegység	Kvarc	Olvasztott SiO_2
sűrűség	(g/cm^3)	2,65	2,2
hővezetés	(W/mK)	1,3	1,4
nyomó szilárdság	(MPa)	2070	690-1380
olvadási pont	($^{\circ}\text{C}$)	1830	1830
Poisson tényező	(-)	0,17	0,165
Rugalmassági modulus	(GPa)	70	73
Termikus sokkállóság	(-)	kiváló	kiváló

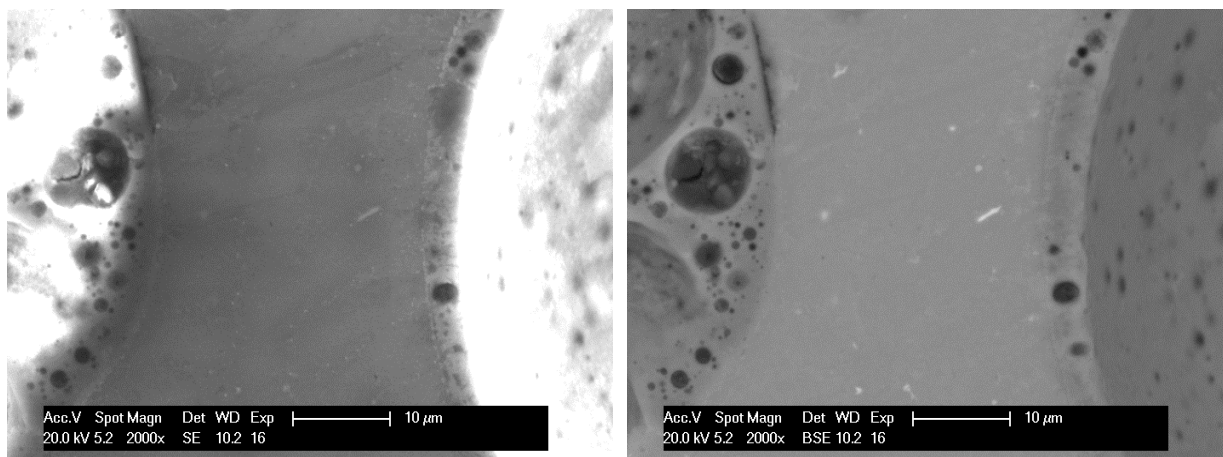
4. táblázat SiO_2 alapvető fizikai és mechanikai tulajdonságai

6. Következtetések és összefoglalás

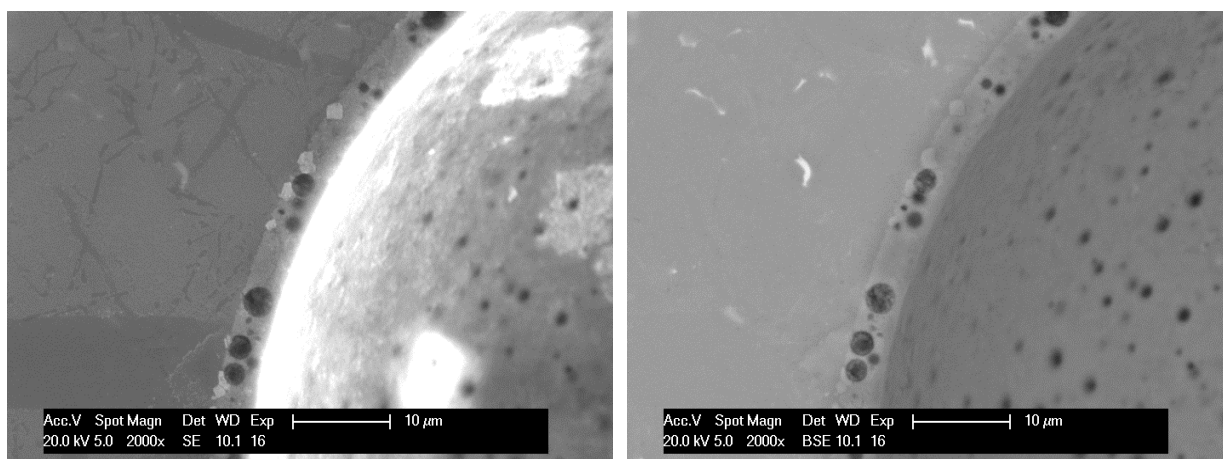
Ebben a fejezetben összefoglalom a TDK munkám során elért eredményeket és ezen eredményekből levont általános következtetéseket:

- A labor gépeinek használatát elsajátítva sikerült előkészítenem a szintaktikus fémhab tömbökből kivett mintákat mikroszkópi mérésekre és sikerült a méréseket elvégezni. A mintaelőkészítés alapot ad a próbatestek EBSD vizsgálatának előkészítésére is.
- Az előállított mintákat fénymikroszkópi, majd pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatnak vettem alá, amik során feltérképeztem a szintaktikus fémhabok mikroszerkezetét és megvizsgáltam a mátrixanyag és mikrogömbhéjak közötti átmeneti réteget.
- A részletesebb eredmények érdekében kihasználtam a pásztázó elektronmikroszkóp energiadisperzív röntgenanalízis (EDS) funkcióját, amivel a mikrogömbhéjak és a mátrixanyag közötti átmeneti réteget vizsgáltam meg részletesen.
- A fénymikroszkópos mérések alapján a szintaktikus fémhabok gyártásának minőségét tudtam megállapítani (keves lunker, kevés infiltrálódott gömbhéj).
- A SEM képek alapján a mátrixanyag mikroszerkezete vált vizsgálhatóvá, a Si tűs kiválásokban, a Mg homogénen eloszlik, a Cu pedig nagyobb kiválásokban található meg a mátrixanyagban.
- Az EDS vizsgálatok eredményei alapján, bizonyíthatóvá vált a reakció a gömbhéjak és a mátrix anyaga között. Az eredmények arra utalnak, hogy a Mg a gömbhéjak külső 1-2 μm -es vastagságába bediffundálnak, a Si pedig kidiffundál a gömbhéjból. Ez a Mg magasabb oxidációs entalpiájának köszönhető. A Cu-es kiválások mentén a Si dúsulása figyelhető meg.
- A térkép EDS vizsgálatok alapján elmondható, hogy O csak a gömbhéjban található.
- Azért, hogy a gyártás során végbemenő reakciókat jobban megértsem, a gömbhéjakból és a szintaktikus fémhabokból por mintát készítettem, megfelelő mennyiségben pordiffrakciós mérésekhez.
- A röntgendiffrakciós mérések eredménye is bizonyította a feltevést, miszerint a gyártás során a gömbhéjak és a mátrixanyag között reakció lép fel. A gömbhéjak kezdeti 80 fázis% Si_2O_5 tartalma a gyártás során teljesen eltűnik és különböző elemek, illetve vegyületek képződnek belőle: Si, SiO_2 , mullit, Al_2O_3 . Ezek a vegyületek alkotják a gömbhéj és a mátrixanyag közötti határréteget.

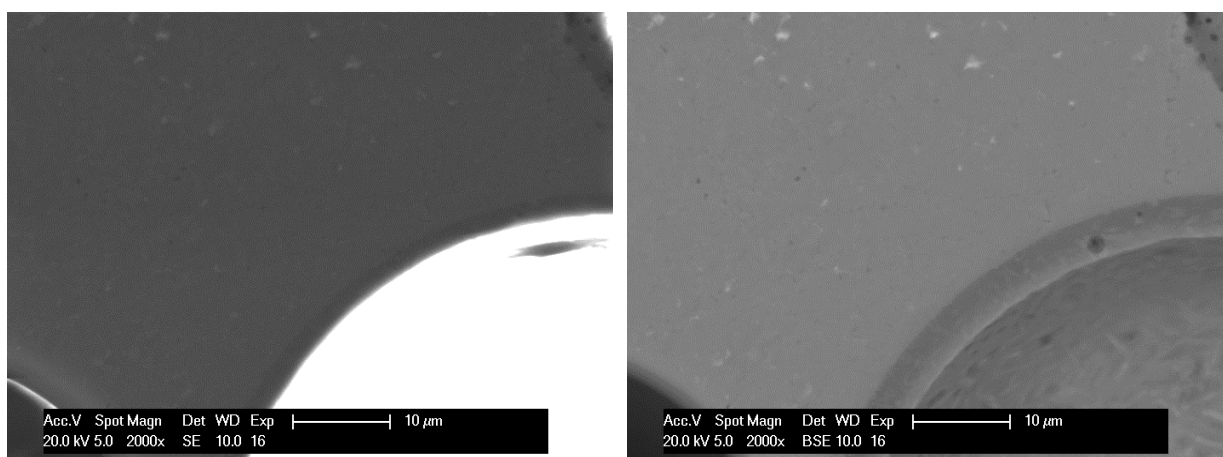
7. Melléklet



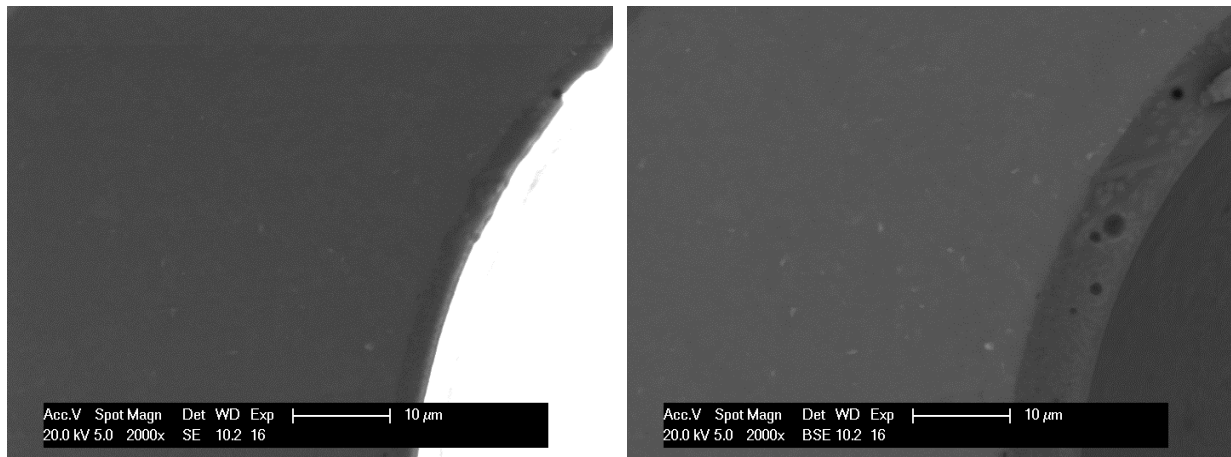
37. ábra Balra az Al99,5-SL150 szintaktikus fémhab SE képe, jobbra pedig a BSE képe látható



38. ábra Balra az Al99,5-SL300 szintaktikus fémhab SE képe, jobbra pedig a BSE képe látható



39. ábra Balra az AlSi12-SL150 szintaktikus fémhab SE képe, jobbra pedig a BSE képe látható



40. ábra Balra az AlSi12-SL300 szintaktikus fémhab SE képe, jobbra pedig a BSE képe látható

8. Források

- [1] Xiaobing Xue, Yuyuan Zhao Ti matrix syntactic Foam Fabricated by powder metallurgy: particle Breakage and Elastic modulus, JOM No.2 Vol.63 (2011)
- [2] D.P. Mondal, S. Das, Nidhi Jha Dry sliding wear behaviour of aluminum syntactic foam, Materials and Design xxx (2008) xxx–xxx
- [3] D. K. Balch, D. C. Dunand Load partitioning in aluminum syntactic foams containing ceramic microspheres, Acta Materialia 54 (2006) 1501–1511
- [4] X.F. Tao, Y.Y. Zhao Compressive behavior of Al matrix syntactic foams toughened with Al particles, Scripta Materialia 61 (2009) 461–464
- [5] Zhang L. P. and Zhao Y. Y. Infiltration Casting Mechanical Response of Al Matrix Syntactic Foams Produced by Pressure, Journal of Composite Materials 41 (2007) 2105
- [6] Daoud A. Synthesis and characterization of novel ZnAl₂₂ syntactic foam composites via casting, Materials Science and Engineering A 488 (2007) 281–295
- [7] Y. Zhao Metal Matrix Syntactic Foams: Manufacture, Matrix Material, Microstructure, Modulus and More, JOM No.2 Vol.63 (2011)
- [8] Kun P. Ötvözött mátrixú szintaktikus fémhabok gyártása és vizsgálata, TDK dolgozat 2010. november
- [9] G. Vander Voort, W. Van Geertruyden, S. Dillon and E. Manilova Metallographic Preparation for Electron Backscattered Diffraction, Microscopy and Microanalysis, 12 (Suppl. 02) (2006) 1610-1617.
- [10] Májlinger K., Orbulov I. N. Elemeloszlás és orientációs vizsgálat szintaktikus fémhabokon, OGÉT 2011 - XIX. Nemzetközi Gépészeti Találkozó, Csíksomlyó, Románia, 2011.04.28-2011.05.01. Erdélyi Magyar Műszaki Tudományos Társaság, pp. 244-247. Paper A12.
- [11] O. Brümmer, J. Heydenreich, K. H. Krebs, H. G. Schneider Szilárd testek vizsgálata elektronokkal, ionokkal és röntgensugárzással, Műszaki Könyvkiadó, 1984
- [12] Pozsgai I. A pásztázó elektronmikroszkópia és elektronsugaras mikroanalízis alapjai, ELTE kiadó, 1995
- [13] Gubicza J., Zsoldos L. Röntgendiffrakció, Szilárdtest fizika jegyzet (ELTE)
- [14] Artinger I., Csikós G., Krállics Gy., Németh Á., Palotás B. Fémek és Kerámiák Technológiája, 3-5, Műegyetemi kiadó, 1997
- [15] Orbulov I. N. Szintaktikus fémhabok, PhD-értekezés (2009)

- [16] <http://www.globalspec.com/reference/3766/mullite-3al2o3-2si02-or-al6si2o13> (2011.10.23)
- [17] Oberfrank F., Rékai J. Drágakövek, Műszaki Könyvkiadó, 1993
- [18] <http://www.princeton.edu/~maelabs/mae324/glos324/cual2.htm>
- [19] <http://hu.wikipedia.org/wiki/%C3%9Cveg> (2011.10.23)
- [20] <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1114> (2011.10.23)