



Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Gépészmérnöki Kar

Anyagtudomány és Technológia Tanszék

Kerámia gömbhéjak infiltrálhatóságának vizsgálata

Készítette:

Budai Lajos (gépészmérnöki bsc, 4.évf.)

Iványicki Tamás (gépészmérnöki bsc, 4.évf.)

Tóth Levente Ferenc (gépészmérnöki bsc, 4.évf.)

Konzulens:

dr. Orbulov Imre Norbert, egyetemi adjunktus



OTDK 2013

A dolgozat bemutatását a TÁMOP 4.2.2.B-10/1—2010-0009 „Új tehetséggondozó programok és kutatások a Műegyetem tudományos műhelyeiben” című program támogatta.

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés.....	3
2. Szakirodalmi összefoglaló	5
2.1. A kapilláris áramlás dinamikája hengerszerű pórusok esetében	5
2.2. Fémolvadékok infiltrációs foka félkörívű, hengeres kapillárisokban	6
2.3. Fémmátrixú kompozitok infiltrációs folyamata	8
2.4. Alumínium infiltrációjának modellezése porózus titán karbidba.....	11
2.5. Alumínium - szénpernye kompozit nyomásos infiltrálása	14
2.6. Nem-hengeres porozitásba történő spontán infiltráció	18
2.7. Fémfolyadékok nyomásos infiltrálása kerámia részecskék közé.....	21
2.8. A szemcseméret hatása az infiltrációra	22
2.9. Fémfolyadék infiltrációjának modellezése porózus kerámiába.....	22
3. Célkitűzés	25
4. Előzmények	26
4.1. A korábbi tanszéki eszköz bemutatása	26
4.2. Eszközünk megtervezése.....	28
4.3. Felhasznált anyagok	34
4.4. Előkísérletek.....	36
4.5. Az eszköz fejlesztése	37
5. Módosítások, előkészületek, utómunkálatok	38
5.1. Módosítások.....	38
5.2. Előkészületek	38
5.3. Utómunkálatok	40
6. Mérési eredmények	41
7. Mikroszerkezeti elemzés	44
8. További fejlesztési terveink.....	47
8.1. Előforma öntés	47
8.2. Ciklusidő csökkentés	48
9. Összefoglalás, perspektívák.....	49
10. Felhasznált irodalom.....	50

1. Bevezetés

Az anyagoknak három csoportját különböztetjük meg: a fémeket, a polimereket, és a kerámiákat. Ezeknek a jellemzői, például mechanikai, termikus és elektromos tulajdonságai nagymértékben eltérnek egymástól még azonos csoportban levő típusok esetében is.

Egy-egy anyagfajta jellemzőit sokféleképpen megváltoztathatjuk, javíthatjuk, ennek egyik módja, ha társítjuk őket, mellyel az előnyös tulajdonságaikat egyesíthetjük. A két vagy több különböző anyagból felépülő, többfázisú, összetett anyagokat kompozitoknak nevezzük. Népszerűségük folyamatosan növekszik, mivel az alkotóik előnyös jellemzői megmaradnak, a hátrányos tulajdonságaik viszont csökkennek.

A kompozitok alkotórészei a mátrix illetve az erősítőanyag, az utóbbi lehet szál vagy részecske (gömb és korong) formájú. A mátrix az alapanyag, ami egyben tartja az erősítőfázist és eloszlatja a terhelést. Az alkotók közötti jó adhéziós kapcsolat elengedhetetlen ahhoz, hogy az elvárásoknak megfelelően, a kompozitra jellemző megengedhető feszültségnél kisebb terhelést alkalmazva, ne történhessen szálkihúzódnás vagy rétegelválás. Érdemes továbbá megemlíteni, hogy ezeknek az összetett anyagoknak olyan fizikai tulajdonságuk is lehet, amivel külön-külön egyik alkotójuk sem rendelkezik.

Ha egy fémeket vagy egy ötvözetet kerámia részecskékkel vagy szálakkal erősítünk meg, akkor egy olyan anyagot fogunk kapni, amiben megjelenik a fémek szívóssága, jó elektromos és hővezető képessége, valamint a kerámiák szilárdsága, merevsége, keménysége és kopásállósága.

Megállapítható, hogy a legtöbb alkalmazás szempontjából a legjobb mechanikai jellemzők kombinációjával a folyamatos szálerősítésű fémmátrixú kompozit rendelkezik, de a részecske erősítésű változatának nagy előnye, hogy mechanikai tulajdonságaik izotrópok, illetve könnyebben alakíthatóak.

A fémhabok a cellás, „üreges” anyagok közé sorolhatóak, lehetnek zárt vagy nyílt cellásak is. Nagy előnyük a hagyományos tömör anyagokhoz képest, hogy a porozitásuk miatt kicsi a sűrűségük, és ennek ellenére is jó mechanikai jellemzőkkel és kitűnő fajlagos tulajdonságokkal rendelkeznek.

A szintaktikus fémhabok is a cellás anyagok közé tartoznak, de az ezekben található üregek formája és egymáshoz viszonyított elhelyezkedése bizonyos szintű rendezettséget mutat. Mivel a szintaktikus fémhabokban a porozitást az erősítőanyagként használt, belül üreges gömbhéjak okozzák, valamint mert a mátrix és a gömbhéjak között átmeneti réteg van jelen, így ezeket a részecskeerősítésű kompozitok közé sorolhatjuk. Ezen kívül a zárt cellás porózus szerkezeti anyagok leírásának is megfelelnek, mivel a fémhabok porozitását a gömbhéjak falával elhatárolt zárt üregek adják. A szintaktikus fémhaboknak jók a fajlagos mechanikai tulajdonságai, melyek az egyéb cellás vagy porózus szerkezeti anyagoktól eltérően izotrópok. Mivel pórusaikat zárt cellák alkotják, ezért gáz- és vízzáróak, továbbá jó a mechanikai csillapítóképeségük is, valamint tűz- és hőállóak.

A fémmátrixú kompozitok jelentőségét az iparban is felismerték, már az 1960-as évektől gyártanak ilyen társított anyagot tartalmazó termékeket olvasztásos eljárások segítségével. Korábban, az előállításuk igen nagy költségekkel járt, így elterjedésük főleg az űrtechnológia és a hadiipar területén volt jelentős. Ez az időszak 1983-ig tartott, amikor a Toyota Motor Company kompozit dieselmotor dugattyúk gyártásába fogott bele. Ez a versenytársak figyelmét is felkeltette, rövidesen a Honda átvette a technológiát és acélerősítésű kompozit hajtókarokat tervezett. A továbbiakban sok gépjárműveket gyártó vállalat kísérelte meg kompozitból előállítani többek között a dugattyús szelepeket, hengereket, motorblokkokat és a felfüggesztés egyes részeit. A kompozitokkal kapcsolatban manapság is az az elsődleges cél, hogy kis gyártási költségek mellett a hagyományos monolitikus anyagoknál nagyobb szilárdságot és merevséget lehessen elérni.

A fémhabok Magyarországon is felkeltették a kutatók érdeklődését, alumínium mátrixú változatainak vizsgálatával az 1990-es évektől foglalkoznak. Ebben természetesen a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem is részt vesz, az Anyagtudomány és Technológia Tanszék nagyrészt Németh Árpádnak és Détári Péternek köszönhetően a porózus szerkezeti anyagokkal kapcsolatban végez kutatásokat 1997 óta. Más intézmények is foglalkoznak ezzel a témával, a Miskolci Egyetem gépészkara, illetve a Bay Zoltán alapítvány fémhabok különféle jellemzőit vizsgálják. Előnyös tulajdonságait kutatják az Eötvös Lóránd Tudományegyetem és a Debreceni Egyetem fizikusai is.

Látható, hogy a szintaktikus fémhabok sok újdonságot és lehetőséget mutató anyagok, amelyek kutatása és fejlesztése még korántsem zárult le. Sokféle alkotót lehet az elkészítéséhez választani, ugyanahhoz a mátrixanyaghoz többféle erősítőanyagot is lehet párosítani, és fordítva. A fémhabok minőségét, alapanyagukon és a közöttük levő kapcsolaton kívül, nagyban befolyásolja a gyártásának körülményei. Az elkészült fémhab jellemzői több fizikai és kémiai paramétertől függnek, melyeknek még nem minden hatása egyértelmű, ezért vizsgálatuk indokolt.

2. Szakirodalmi összefoglaló

Az eddigi szakirodalomban már több kutató is publikált az infiltráció folyamatáról, a fémhabokról, ezen belül a szintaktikus fémhabokról, és előállításukról. Az infiltrálással kapcsolatban vizsgálták a folyadékok porózus testben történő áramlási törvényszerűségeit, és az ezekre hatással levő paramétereket, majd felhasználásukkal matematikai modelleket alkottak.

Az elkészített fémhabokon mikroszerkezeti kutatásokat is végeztek, hogy minősíthessék a mátrix- és az erősítőanyag között kialakuló kötést, a kitöltetlen üregek és a folyamat során sérült gömbhéjak mennyiségét.

TDK munkánk megvalósításához, tehát a kerámia mikrogömbhéjak infiltrálhatóságának vizsgálatához, szükségünk volt a fenti törvényszerűségek megértésére, ehhez fontosnak tartottuk a következő publikációk megismerését és lényegük leírását. Azért, hogy a megalkotott modellek fejlődése jól követhető legyen, érdemesnek találtuk a feldolgozott cikkeket a publikálásuk időrendje szerint bemutatni.

2.1. A kapilláris áramlás dinamikája hengerszerű pórusok esetében

Washburn szerint folyadékok infiltrációját porózus testekbe a víz talajban vagy homokban történő mozgásához lehet hasonlítani. Vizsgálatai folyamán a porózus testeket kisméretű hengeres kapillárisokkal helyettesítette, és ezeket különböző összetételű folyadékokkal itatta át [1].

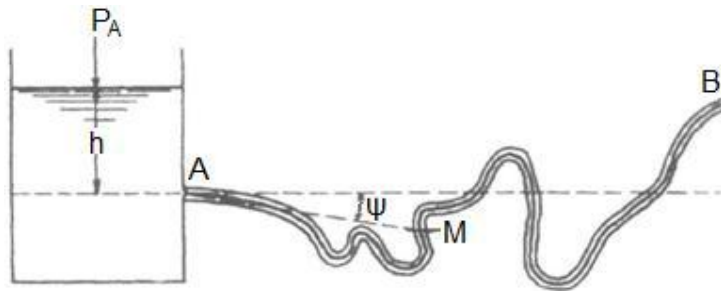
Az 1. ábrán látható modellben „A” és „B” végpontú r sugarú kör keresztmetszetű kapilláris látható. Az „A” pont közvetlen kapcsolatban van a folyadékkal h mélységben. A „B” pont nyitott, így a kapillárisban légköri nyomás van jelen, melyet a későbbiekben belépő folyadék kiszorít. A kapillárisban való áramlás teljes egészében Poiseuille típusú. Tehát a Poiseuille-törvény szerint, melyet a következő egyenlet mutat be, az áramlás Q térfogatáramát a folyadék η dinamikai viszkozitása, a csőben fellépő Δp nyomáscsökkenés valamint a cső $2R$ átmérője és l hosszúsága határozza meg (vékony csövekben áramló folyadékok esetében).

$$Q = \frac{\pi \cdot \Delta p \cdot R^4}{8 \cdot l \cdot \eta} \quad (1)$$

Nulla időpillanatban a folyadék „A” pontban lesz. A meniszkusz t_0 idő elteltével l_0 távolságba fog hatolni, ahol a folyadék sebessége olyan értékre fog lecsökkeni, amelynél az áramlás körülményei megfelelnek a Poiseuille-törvény feltételeinek (a folyadék sebessége az „A” pontban a legnagyobb). l_0 kis sugarú hajszálcsövek esetében elhanyagolható. A folyadék t idő múlva l távolságra lesz a hajszálcsőben, és a meniszkusz M pontba érkezik, ahol sebessége:

$$\frac{dl}{dt} = \frac{r \gamma_{LV} \cos \theta}{4 \eta l} \quad (2)$$

A fenti összefüggésben r a kapilláris sugara, l a folyadék által eddig megtett út hossza, η a folyadék dinamikai viszkozitása, γ_{LV} a felületi feszültség, θ pedig a folyadék és a kapilláris anyagra jellemző nedvesítési szög.



1. ábra: Kör keresztmetszetű kapilláris [1]

Az összefüggés integrálása után megkapjuk az infiltráció hosszát az idő függvényében, ha a levegő ellenállását és a gravitációs hatást elhanyagoljuk, valamint, ha a sűrűlódási együtthatót nullának tekintjük:

$$l^2 = \left(\frac{r \gamma_{LV} \cos \theta}{2\eta} \right) t \quad (3)$$

Az egyenlet szerint az infiltrált hossz négyzetgyökösen arányos az infiltrálás idejével. Washburn higannyal, vízzel és egyéb folyadékokkal mutatta be az egyenlet alkalmazhatóságát.

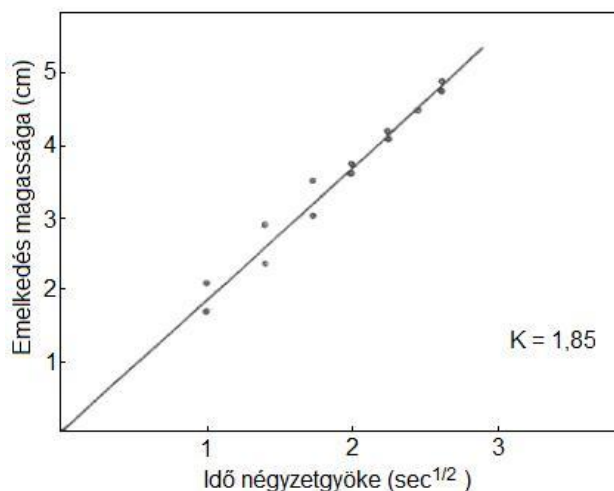
2.2. Fémolvadékok infiltrációs foka félkörívű, hengeres kapillárisokban

Semlak és Rhines az infiltrációs fok matematikai leírásánál azt feltételezték, hogy az infiltrálandó részecskehalmaz sok hasonló hengeres hajszálcsőből áll, és a folyadék emelkedésének a foka egy átlagos kapilláris csatornában pontosan reprezentálja a teljes egészében történő folyadékszint növekedést. Finom szemcsék esetén a matematikai kifejezéseknek figyelembe kell venni a kapilláris ívét is. Ezért egy félkörívű csövet vizsgáltak úgy, hogy egy $\pi/2$ tényezővel növelték a hossz értékét [2]. Megfelelően kis sugarú csövek esetében, valamint ha az emelkedés elég lassú, akkor az infiltrációs fok lendületének változása és a véghatás elhanyagolható. Ha a levegő viszkozitását is elhanyagolják, akkor a szemcséken keresztüljutó folyadékoszlop magasságára a következő adódik:

$$h = \frac{2}{\pi} \left(\frac{R_c \gamma \cos \theta}{2\eta} t \right)^{\frac{1}{2}} \quad (4)$$

Ebben az összefüggésben h a folyadékoszlop magassága, t az infiltrálási idő, R_c a kapilláris sugara, η a folyadék dinamikai viszkozitása, γ a folyadék-gáz felületi feszültsége, θ pedig az infiltráló folyadék és az infiltrálandó szemcsék közötti nedvesítési szög. A kapilláris sugarát a szemcsék felszíne közötti átlagos távolság egynegyedével közelítették. A fenti egyenletből látható, hogy az emelkedés magassága (vagyis az infiltrált hossz) az idő négyzetgyökével arányos.

A szerzők a kísérleteik folyamán három különböző por formájú anyagot vizsgáltak: hidrogénnel redukált tiszta vasat, valamint ennek 8% rézet tartalmazó változatát, illetve tiszta rézet. Előmelegítési idejük vas esetében 15 perc volt, míg réznél 5 percet vett igénybe a folyamat. Ezután a mintát tartalmazó csövet egy előre meghatározott mélységig, 1-től 7 másodpercig a folyékony fémbe mártották, majd kivették és hűlni hagyták. A mérési eredmények az ismertetett egyenletet (4) igazolták, amint azt a 2. ábra is mutatja.

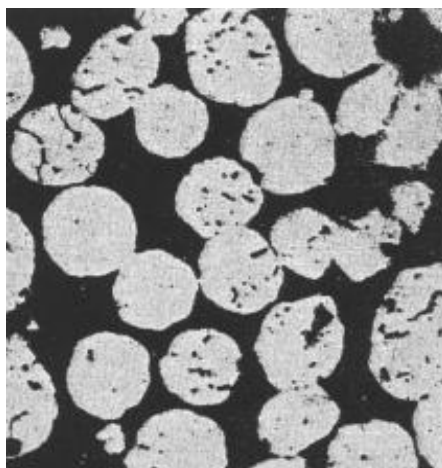


2. ábra: Folyékony réz vasporba infiltrálásának magassága az idő függvényében, előszinterelés 7,3°C/perc melegítéssel 882 és 1098°C között, [2] nyomán

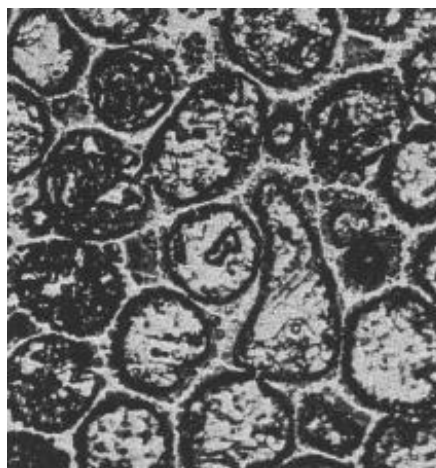
Látható, hogy a kapillárisba behatolt folyadékoszlop magassága az idő négyzetgyökének lineáris függvénye.

A minták mikroszerkezetét elemezve azt tapasztalták, hogy a már kész infiltrált testek maradék porozitása a 15%-ot is elérheti a tetejükön, míg 3 cm-rel lejjebb ez a szám már 5%-ra esik vissza. A mérések során megállapították azt is, hogy az infiltrációs fok független az atmoszférától. Sőt a minták infiltráció után megmaradt porozitása között sem találtak jelentős különbséget, sem hidrogénes, sem argonos, sem vákuumos környezetben. Azokban a porokban, melyekben az átlagosnál jóval nagyobb üregek vannak a folyékony fém emelkedése kevésbé gyors, mivel nagyobb mennyiségű folyadék szükséges a nagyobb üres helyek feltöltésére, illetve az adott részen a kapilláris hatás is csökkeni fog. Így előfordulhat, hogy ezeket az üregeket a folyékony fém az áramlása folyamán nem tölti fel. Ez a hely, a pórus, a saját gáztartalma miatt légzárványként marad fent.

A tanulmányozott rendszerek közül egyedül a réz-ezüst keverék esetében volt a szilárd és folyadék részek között kölcsönös oldhatóság. A folyékony ezüst a réz részecskéi közé hatolt, a közöttük levő kötést felszakítva, így a szabad részecskék új orientációba és pozícióba kerültek. Ez csökkentette a részecsketömeg térfogatát, mivel a rézrészecskék közelebb kerültek egymáshoz, amit a következő két kép is mutat (3. és 4. ábra). A 4. ábrán levő minta infiltrálási ideje mindössze két másodperc volt, ebből is látható, hogy ez a folyamat viszonylag gyorsan játszódik le.



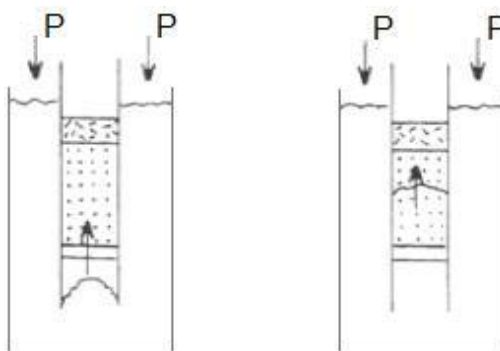
3. ábra: Rézpor, előszinterelés három órán keresztül 820°C-on, fenolgyantával átitatva [2]



4. ábra: Rézpor, előszinterelés három órán keresztül 830°C-on, ezüsttel infiltrálva 985°C-on, ammónia peroxiddal maratva [2]

2.3. Fémmátrixú kompozitok infiltrációs folyamata

Egy másik kutatócsoport szerint az infiltráció alapfolyamata (5. ábra) egy folyékony mátrixötvözet penetrálása szálakból vagy részecskékből álló porózus kerámia előformába, amit az erősítőanyag apró pórusait tartalmazó terméknek a megszilárdulása követ. A fémolvadékok a legtöbb kerámiát csak kismértékben tudják nedvesíteni, ez azonban kiküszöbölhető külső nyomás alkalmazásával és/vagy a mátrix és a szál felületi réteg kémiájának a módosításával [3].



5. ábra: Az infiltráció alapfolyamata [3]

Az alapfolyamat egy bonyolult fizikai-kémiai és hidrodinamikai eljárás, ami magába foglalja a nedvesíthetőséget, a határfelületi jelenségeket, kémiai reakciókat, a cseppfolyós közeg áramlását porózus anyagban, valamint a konvektív-diffúzív tömegáramot.

A nedvesítő képességet általában a fázisok közötti nedvesítési szöggel definiálják. Ennek meghatározására alkalmas a Young-Dupre egyenlet, amely a határfelületi feszültségek egyensúlyán alapszik:

$$\sigma_{LS} = \sigma_{SV} - \sigma_{LV} \cos \theta \quad (5)$$

Ahol θ a nedvesítési szög, σ_{LS} , σ_{SV} , és σ_{LV} a felületi feszültségek az alsó indexekkel meghatározott fázisok között (S: solid, szilárd; L: liquid, folyékony; V: vapor, gőz). Ha $\theta < 90^\circ$, akkor nedvesítés következik be, $\theta \geq 90^\circ$ esetén pedig nem mutatkozik nedvesítés. $\theta = 0^\circ$ és $\theta = 180^\circ$ határértékeknél rendre teljes nedvesítésről, illetve teljes nem-nedvesítésről beszélünk.

A megfelelő kapcsolat a kompozit különböző komponenseinek felszíne között alapvető fontosságú. Ideális esetben ez magától jön létre, ha a két fázis nedvesíti egymást. Ez a tulajdonság javítható, ha az erősítőanyagot (védő)réteggel vonják be. Erre főleg Ni, Cu, Ag vagy MgO bevonatot használnak a legtöbb alkalmazott mátrixfém esetében.

Mivel az olvadt fém a legtöbb kerámiát csak kissé nedvesíti, így ahhoz, hogy az olvadék be tudjon hatolni a porózus testbe, szükséges átlépni egy küszöbnyomást, ami egyenlő a penetráció ellen ható kapillárisnyomás értékével. Ezt a Young-Laplace egyenlet definiálja:

$$p_c = 2\sigma_{LV} \frac{\cos\theta}{r} \quad (6)$$

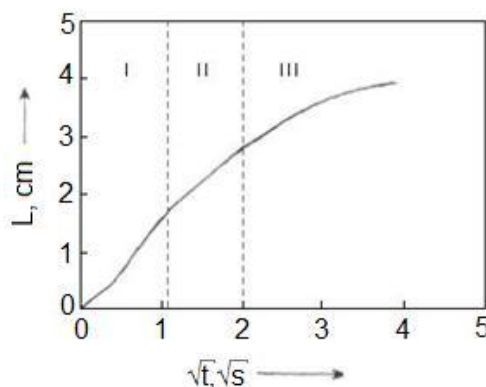
Ahol p_c a kapilláris nyomás, r a kapilláris sugara, σ_{LV} a felületi feszültség, θ pedig a nedvesítési szög.

A fémek és a kerámiák közötti határközi reakciók általában redox (redukció-oxidáció) típusú kémiai reakciókkal járnak együtt, melyek a folyadék fázis alatt jelennek meg, és meglehetősen gyorsan zajlanak le. Függnek a hőmérséklettől, időtől, gáz-atmoszférától, illetve a két fázis kémiai összetételétől. Általában szilárd-folyékony felületi energia csökkenéshez vezetnek, javítva így a nedvesítőképességet és a határfelületek közötti kötést. A további reakciók gátolva vannak, ha a reakciótermékek fizikailag és kémiaiilag is stabilak. Következésképpen az egyensúlyi nedvesítés rövid idő alatt elérhető. Ez egyben azt is mutatja, hogy kevésbé reakcióképes rendszerek esetében több ideig tart elérni az egyensúlyi nedvesítést.

Nagy hőmérsékleten sok fém-kerámia rendszer nem-nedvesítőből nedvesítő tulajdonságúvá válik, ez a jelenség a mindenütt jelenlevő olvadék oxidhártyájának felbomlásához kapcsolódik, mely után ténylegesen érintkezni fog az olvadék az erősítőanyaggal, aminek következtében a nedvesítési szög nagysága gyorsan csökken kis hőmérséklettartományon belül. Ezért az infiltráció megkezdéséhez szükséges idő a hőmérséklet emelkedésével csökken.

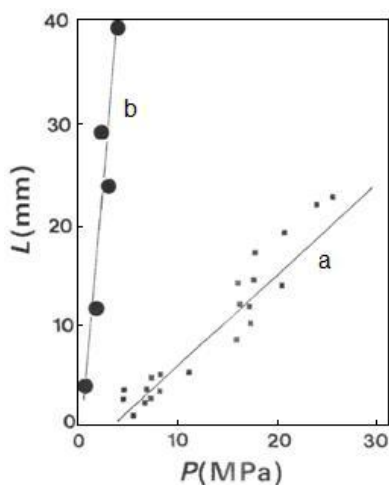
A fentiekén túl, a növekvő nyomás okozta oxigént igénylő reakciók fokozódásának köszönhetően, az inkubációs idő a nyomástól is függ. Az infiltráció során az oxidréteg meggörbül az előforma pórusaiban, majd átszakad, amikor a nyomás meghaladja a küszöbnyomást, melynek következtében megindul a folyadék áramlása. Az oxigén jelenléte az infiltrációs front előtt nem csupán a kezdeti behatoláskor, hanem a pórusban való teljes vándorlás folyamán új oxidréteget hoz létre a fronton.

A 6. ábra az eredményeket diagramban összefoglalva a folyadékfront pillanatnyi pozícióját ábrázolja az eltelt idő négyzetgyökének a függvényében.



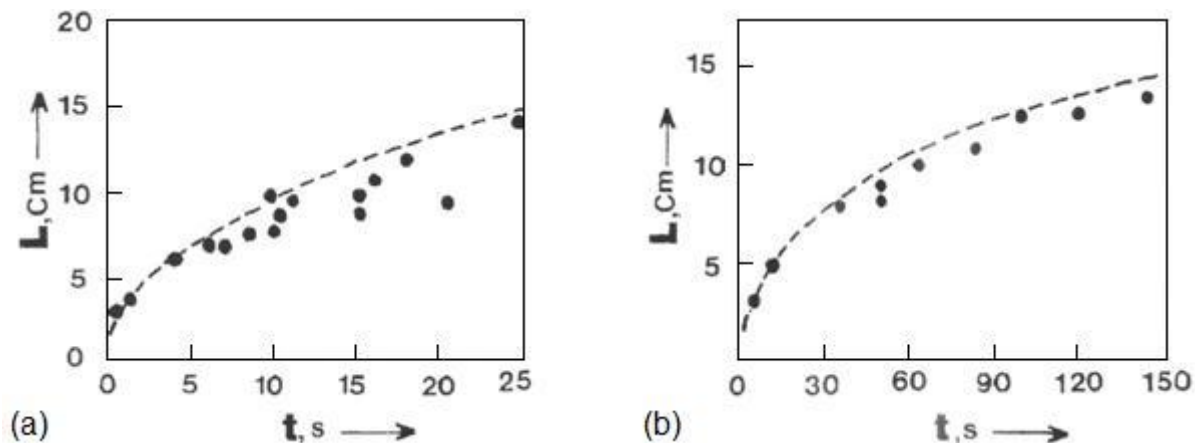
6. ábra: Az I. szakasz (<1 s) alatt épül fel a nyomás az üregben (kezdeti rész), a II. szakaszt az állandó, míg a III. szakaszt a csökkenő emelkedés jellemzi [3]

Az alábbi diagram (7. ábra) az infiltráló nyomás hatását vizsgálja az infiltrációs hosszra, szálerősítésű fémmátrixú kompozitok esetében.



7. ábra: A penetrációs hossz az infiltrálási nyomás függvényében (a) üvegszál/alumínium, erősítőanyag hőmérséklete 600°C, (b) Al_2O_3 /Al, szál hőmérséklete 560-603°C, szál térfogathányad: 0,24-0,25 [3]

Részecske erősítésű kompozitok esetében is lineáris a kapcsolat az infiltrációs hossz és a nyomás között. A hossz és az idő között pedig parabolikus összefüggés van, ez a 8. ábrán látható.



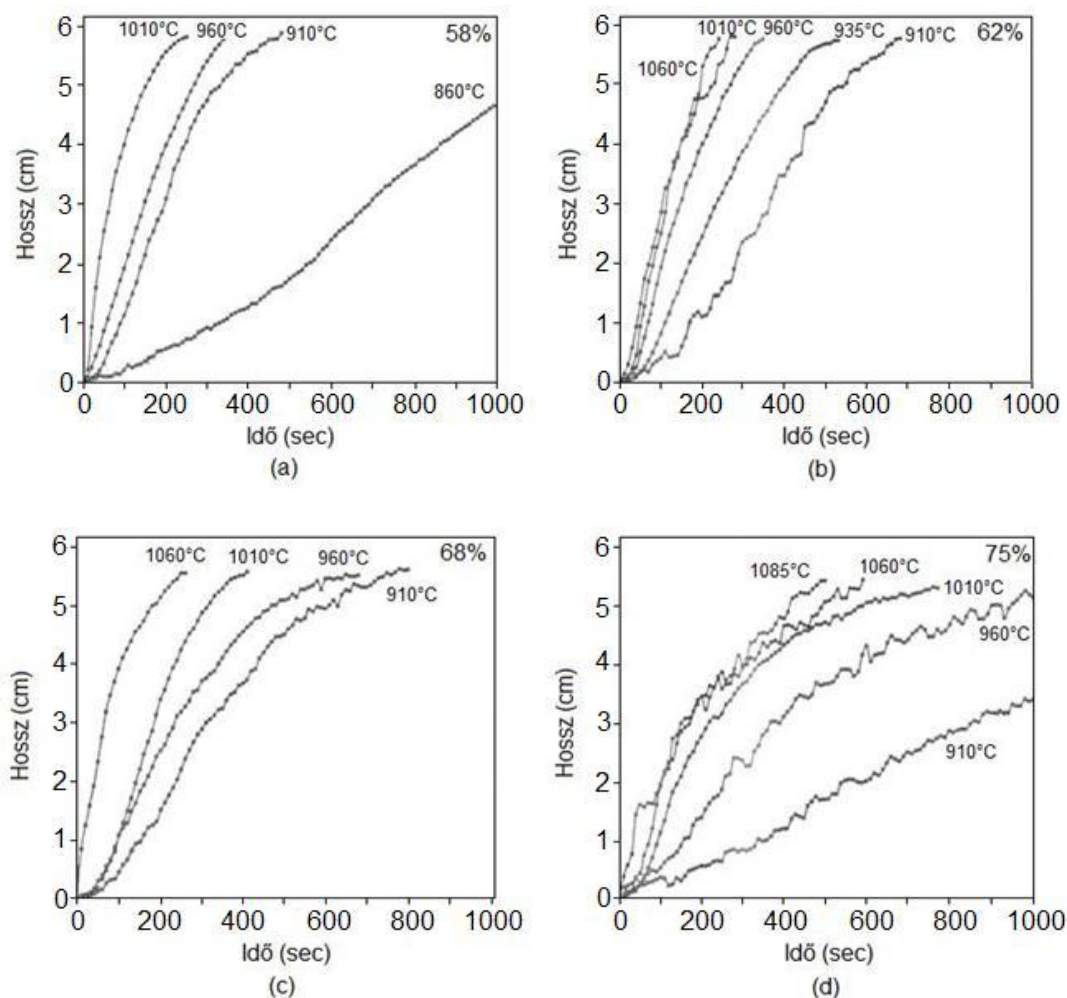
8. ábra: A penetrációs hossz az infiltrációs idő függvényében (a) Cu-szinterelt Fe por, 1120°C, (b) Sn-szinterelt Cu por, 350°C, a szaggatott vonal az elméleti görbe [3]

2.4. Alumínium infiltrációjának modellezése porózus titán karbidba

Muscat és Drew alumínium ömledék infiltrálásának kinetikáját vizsgálja 1 μm pórusméretű, 20-40% porozitás tartalmú TiC-ba. A TiC por átlagos szemcsemérete 0,8 μm , az alumínium tisztasága 99,99% (Alcoa gyártmány).

A nyomásos infiltrálás egy olyan eljárás, melynek során olvadt fémeket penetrálnak egy porózus anyag póruscsatornáiba. Az olvadt fémeket belevezethetik a pórusokba kapilláris nyomással is, ami akkor valósul meg, ha a fémolvadék nedvesíti a kerámia fázist [4].

A 9. ábra az infiltrációs hosszak görbéit mutatja különböző hőmérsékleteken, az előformák 58%-tól 75%-ig terjedő sűrűség tartományában. Látható, hogy a görbéknek van egy inkubációs része, mielőtt parabolikus típusúvá alakulnak. Az inkubációs periódusnak a jelentősége az infiltrációs hőmérséklet emelkedésével csökken.



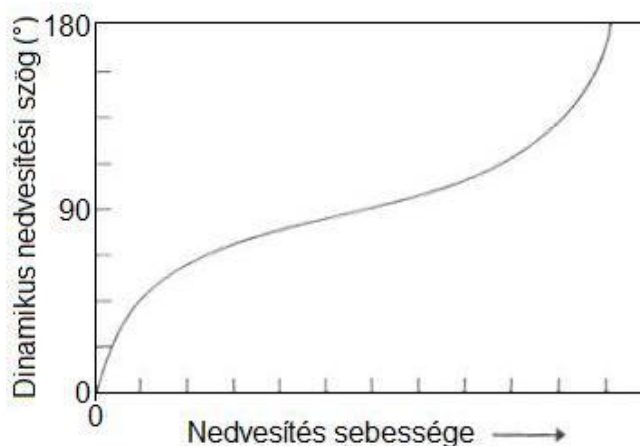
9. ábra: Infiltrációs fok görbéi különböző sűrűségű előformák esetében, [4] nyomán

Az átlagos aktiválási energia (E_a) 90 kJ/mol volt. Ezt összehasonlítva az Al viszkózus áramlásának aktiválási energiájával (8,4 kJ/mol) látható, hogy más mechanizmus (egy lehetséges reakció) adja az infiltráció hajtóerejét. Ez a reakció a felszíni oxidréteg (ami mindig kialakul a TiC részecskéken) és az alumínium között valósul meg az alábbiak szerint:



Dinamikus folyamatok – mint az infiltráció – esetében viszont az ömledékfront előrehaladó mozgása révén folyamatosan friss utánpótlást biztosít mindkét reagensből. Így nehéz meghatározni olyan helyzetet, amiben a rendszer eléri az egyensúlyi állapotot. A nedvesítési szög hiszterézist is mutat és a kapcsolódási vonal mozgásának hatására is változik, ezt a 10. ábra mutatja.

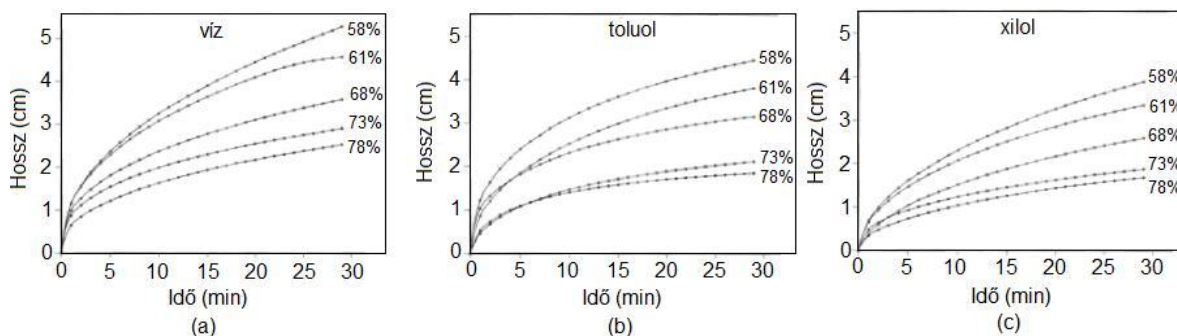
A növekvő hőmérséklet fokozza a határközi reakciókat, de csökkenti a felületi feszültséget és a kapcsolódási szöget. A nedvesítési szög esése a kapilláris hatás erősödését okozza és ennek újfent hatása lesz a kapcsolódási szög dinamikájára. Ezeknek a tényezőknek a hatásai miatt valamennyi időnek kell eltelnie, mire kialakul az egyensúlyi nedvesítési szög, ezt nevezik inkubációs időnek.



10. ábra: A nedvesítési szög változása növekvő sebesség esetén, [4] nyomán

A póruscsatorna tekervényességének is jelentős hatása van az infiltrációra. Az előforma sűrűségének a növekedése a tekervényesség fokának növekedését és az infiltrációs fok csökkenését okozza. Sajnos ezt a tulajdonságot a jelenlegi modellek nem tudták megbízhatóan kimutatni, mivel az elemzésük alapja egyszerű egyenes kapillárisok.

Az alaki ellenállás jellemzése céljából szobahőmérsékleten infiltráltak három különböző folyadékot, vizet, toluolt, és xilolt TiC előformába, ezt a 11. ábra mutatja. Látható, hogy az előforma sűrűségének növekedésével a folyadék behatolásának foka egyre kisebbé válik.



11. ábra: Infiltrációs profil TiC előforma és (a) víz, (b) toluol, (c) xilol esetén, [4] nyomán

Az infiltrációs fok egyenletei túlzottan le vannak egyszerűsítve. Ezért a szerzők igyekeztek figyelembe venni a kapillárisok kanyargós, tekervényes természetét. A pórusok térfogatának csökkenése hatással van a penetrációs fokra, ezért szükséges volt néhány olyan paramétert alkalmazni, amivel figyelembe tudták venni a póruscsatornák szabálytalanságát. Egy ilyen paraméter lehet az áteresztőképesség (k). Az áteresztőképesség a póruscsatornák különbözőségéből fakadó súrlódó hatást igyekszik figyelembe venni. Az áteresztőképesség és a tekervényesség között egyszerű összefüggés van, abban az esetben, ha a porózus testet egy köteg párhuzamos kapillárisal modellezhetjük:

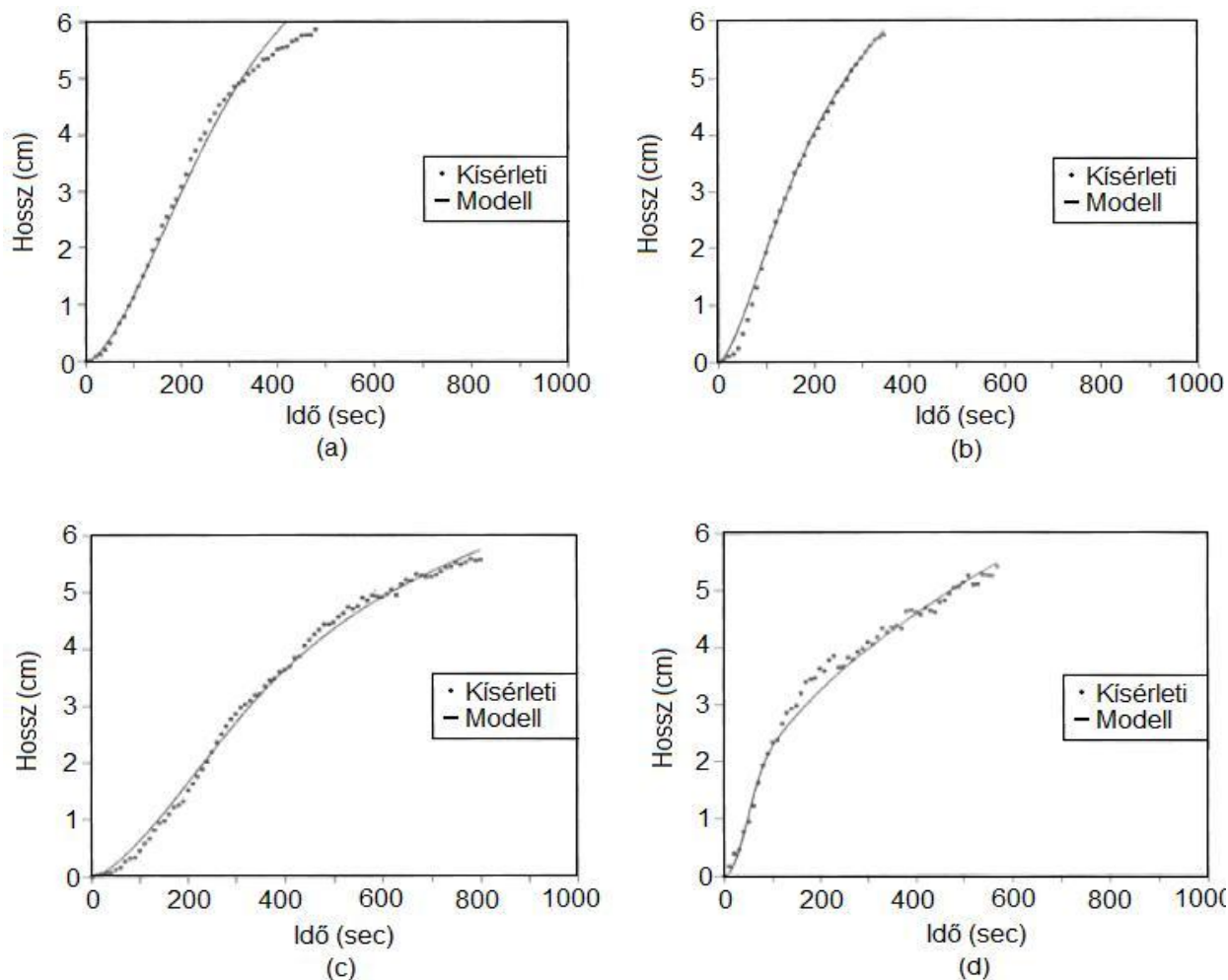
$$k = \frac{P^3}{TS^2} \quad (8)$$

ahol P a porozitás, S az infiltrált keresztmetszet területe, T pedig a tekervényesség, vagy kanyargósság. A kanyargósságot a folyadék valódi áramlási vonalának hosszának és a be- és kiáramlást összekötő egyenes távolságának arányával jellemezhetjük. A tekervényesség magába foglalja a modell egyszerűségéből származó legtöbb tökéletlenséget. Ezek után a nedvesítési szöget kell figyelembe venni. Az infiltrációs folyamatok az előzőekben bemutatottak szerint tartalmaznak egy inkubációs időt, főleg kis hőmérsékleten, ami a görbe parabolikus formája előtt jelenik meg. Feltételezések szerint ez a nedvesítési szög kinetikus hatásának köszönhető. Ezért szükséges találni egy olyan kifejezést, ami helyesen szimulálja az inkubációs periódus változásának a fokát. Ezzel az infiltrált hossz a következő lesz:

$$l^2 = \left(\frac{1}{T}\right) \frac{r \gamma_{lv} \cos \theta_{\infty} (1 - a e^{-ct^n})}{\eta} t \quad (9)$$

ahol θ_{∞} az egyensúlyi kapcsolódási szög, amit a rendszer végtelen hosszú idő után ér el, T , θ_{∞} , c , a és n konstans értékek. Ezt az egyenletet és a kísérleti adatokat a 12. ábra hasonlítja össze. Ezeknek a nedvesítése azonnali (nincs inkubációs periódus), és mivel az infiltráció profil kezdeti része igen gyors, a $\cos \theta$ közel egységnyi, ezért az általános egyenlet a következő módon egyszerűsödik:

$$l^2 = \left(\frac{r}{T}\right) \left(\frac{\gamma_{lv}}{\eta}\right) t \quad (10)$$

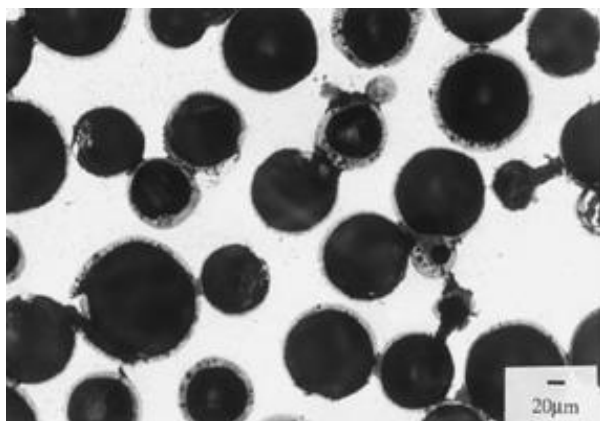


12. ábra: Kísérleti adatok és a (10)-es egyenlet összehasonlítása:

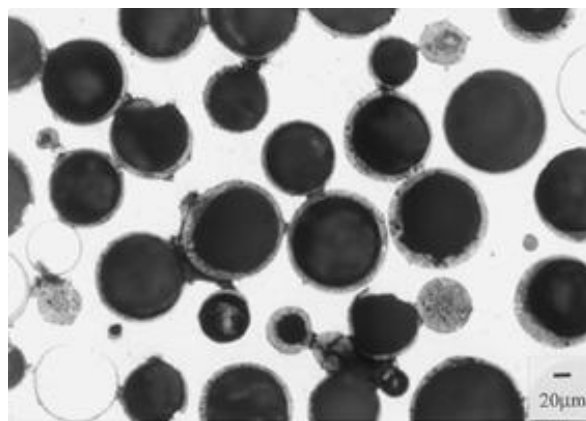
(a) 58%-os TiC, infiltrálás 910°C-on; (b) 62%-os TiC, infiltrálás 960°C-on; (c) 68%-os TiC, infiltrálás 910°C-on; (d) 75%-os TiC, infiltrálás 1060°C-on, [4] nyomán

2.5. Alumínium - szénpernye kompozit nyomásos infiltrálása

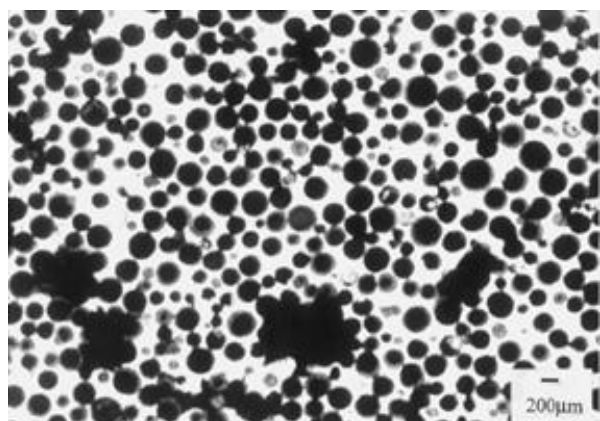
A szénpernye („fly-ash”) a szén égetéséből származó melléktermék. Ez egy komplex üveg-kerámia, amit Al_2O_3 , SiO_2 , FeO , K_2O és egyéb oxidok, valamint el nem égett szén és kén alkot. A pernyében találhatók gömbhéjak is, amelyek Cenosphere márkanéven kereskedelmi forgalomban kaphatók. Ezek sűrűsége viszonylag kicsi, $0,6 \text{ g/cm}^3$ körüli. Ebben a cikkben Rohatgi és társai tiszta alumíniumot (Alcoa, 99,9%-os tisztaság) infiltráltak bevonatlan és nikkelborítású gömbhéjak közé. A nikkel réteg vastagsága $1\text{-}3 \text{ }\mu\text{m}$ nagyságú volt. Az állandó értékű infiltrálási nyomást $1\text{-}9$ perc közötti ideig tartották fenn, és többek között az elkészült fémhabok mikroszerkezetét vizsgálták [5].



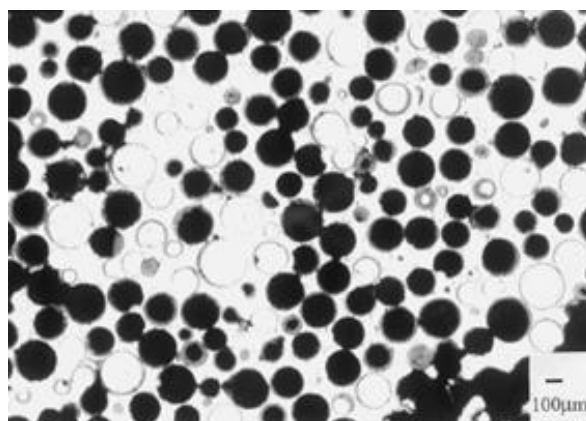
(a)



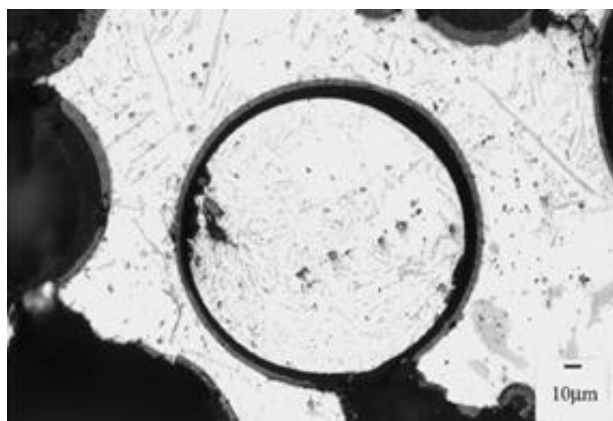
(b)



(c)



(d)



(e)

13. ábra:

Nyomásos infiltrálással készült alumínium-60 térfogat%-os bevonatlan cenosphere pernye kompozit mikroszerkezete. Mindegyik esetben az infiltrációs hőmérséklet 800°C, az infiltrációs idő 3 perc [5]

- (a) mintadarab alsó része, szemcseméret: 105-150 μm , infiltráló nyomás: 34,4 kPa;
- (b) mintadarab felső része, szemcseméret: 105-150 μm , infiltráló nyomás: 34,4 kPa;
- (c) mintadarab alsó része, szemcseméret: 180-250 μm , infiltráló nyomás: 34,4 kPa;
- (d) mintadarab alsó része, szemcseméret: 180-250 μm , infiltráló nyomás: 689 kPa;
- (e) mintadarab felső része, szemcseméret: 180-250 μm , infiltráló nyomás: 34,4 kPa.

A 13. ábra alumínium – 60 tf%-os bevonatlan Cenosphere pernye kompozit mikroszerkezetét mutatja. Mindkét nyomás esetén a mikroszerkezetük jó kapcsolatot mutat az alumínium mátrix és a részecskék felszíne között. Bár azoknak a részeknek a közelében, ahol két szemcse felszíne összeért, nem kívánt porozitás jelent meg (13. ábra (a) és (b)). Ahhoz, hogy ilyen ne alakulhasson ki, nagyobb nyomásra van szükség.

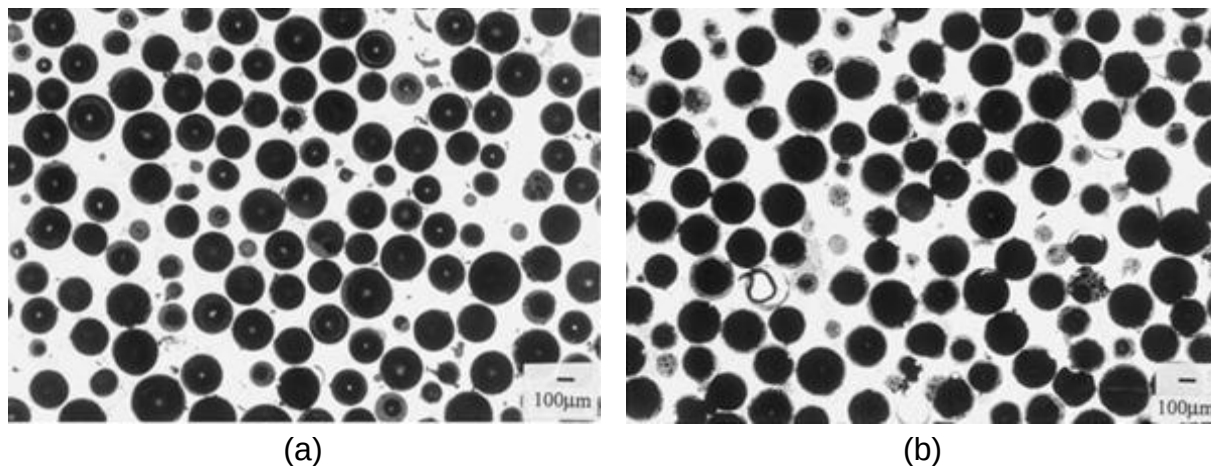
Néhány Cenosphere is infiltrálódott alumíniummal, mivel a gömbrészecskék felszínén nagy repedések vagy pórusok voltak. Ez a kompozit (szintaktikus fémhab) sűrűségének növekedéséhez vezet, ezért nem kívánatos jelenség. 689 kPa értékű nyomás esetében, sokkal nagyobb arányban töltötte fel az alumínium a gömbrészecskéket (13. ábra (d)), mint amikor kisebb, 34,5 kPa nyomást vezettek be. Ez azt jelenti, hogy nagyobb infiltrációs nyomás esetén csökken a részecskék közötti porozitás megjelenése, de nő az alumíniummal megtelt részecskék száma. Nagyobb nyomáson (689 kPa) sokkal ritkábban jelentek meg olyan nagy szemcsehalmozatok, amelyek nem infiltrálódtak (13. ábra (c)), mint kis nyomáson (28-69 kPa). Tehát kis sűrűségű kompozit előállításához meg kell találni az optimális infiltrációs nyomást.

Az infiltráció alatt a bevonatlan Cenosphere gömbrészecskék üveg vagy kerámia falába kötött vas nem lépett jelentősebb mértékben reakcióba az olvadt alumíniummal. Viszont a különálló vasoxidok és a szemcsék felszínére kapcsolódott vasoxid tartalom képes reagálni az olvadt alumíniummal, és az ebből származó vas az infiltrált minta tetején jelent meg.

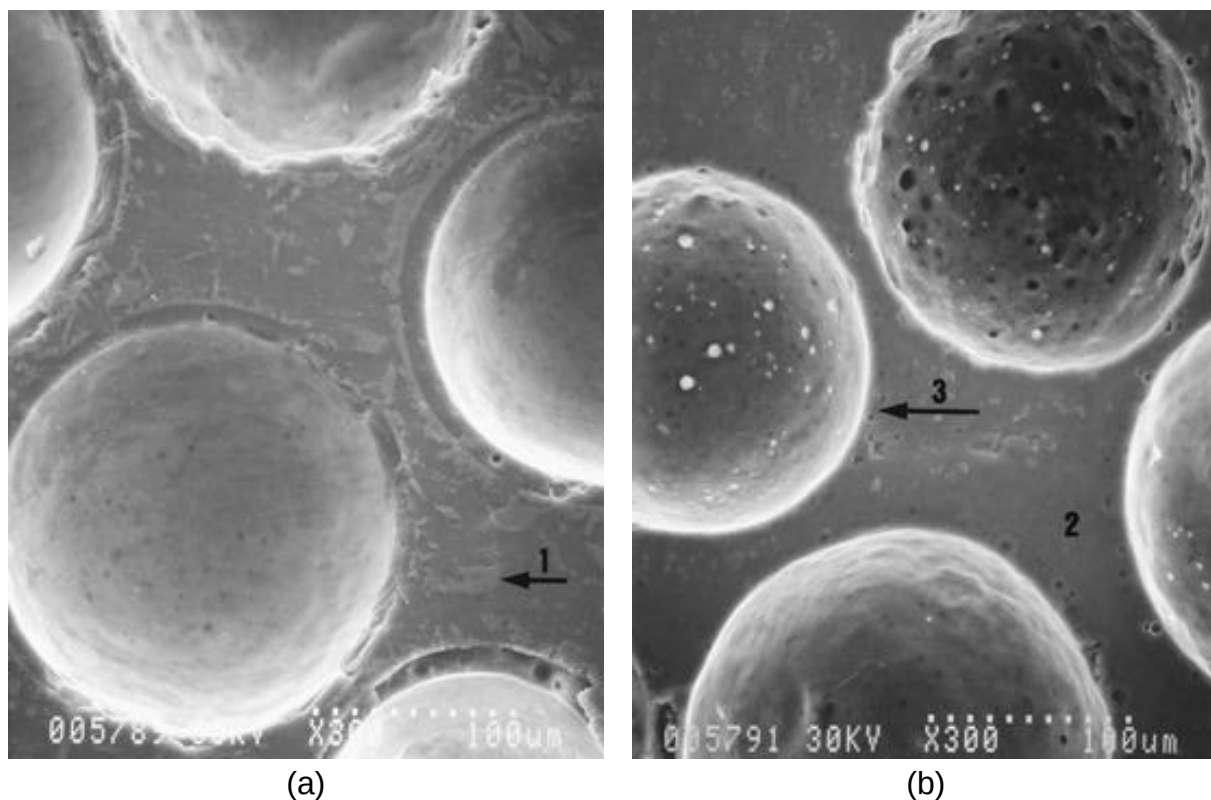
A 13. ábra (e) mutatja az infiltrált minta tetejét, ahol látható a tű- és lemezke formájú intermetallikus fázis, amit megvizsgálva kiderült, hogy alumíniumot, vasat és szilíciumot tartalmaz. Ilyen fázisok a minta alján nem jelentek meg, mivel az áramló alumínium ömledék a minták alján kezdi el oldani a rendelkezésre álló vas részecskéket, és ezeket felfelé fogja szállítani. Az alumínium áramlás oldott vastartalma így egyre jobban gazdagodik a mintában felfelé haladva, és ez a vastartalom tű- és lemezke formákba történő kiválásához vezet.

Az infiltráció előtt végzett kémiai elemzések alapján a részecskék felszíne szilíciumot tartalmaz. Viszont az infiltráció után a kész minta alján végzett vizsgálatok azt mutatják, hogy a szemcsék felszíne nem tartalmaz szilíciumot. A lehetséges mechanizmus, hogy a vashoz az alumínium oldotta a szilíciumot a részecskék felszínéről és azt a minta teteje felé szállította, ahol tű- vagy lapformájú fázisokként váltak ki.

A 14. ábra alumínium mátrixú és nikkel bevonatú Cenosphere gömbhéjakat tartalmazó kompozit mikroszerkezetét mutatja. A felvételek az agglomerációk jelentős csökkenését mutatják a bevonatlan részecskéket tartalmazó kompozithoz képest. A nikkel bevonatú gömbhéjakat tartalmazó minta alján (14. ábra (b)) a bevonatot az áramló alumínium feloldotta, ez a gömbhéjak felszínén kialakuló érdességből is látható. A minta tetejéhez közel a szemcsék felszíne sima és gömbölyű maradt, a felszínükön megmaradó nikkelrétegnek köszönhetően (14. ábra (a)).



14. ábra: Nyomásos infiltrálással készült alumínium-nikkel bevonatú Cenosphere kompozit mikroszerkezete, szemcseméret: 180-250 μm , infiltrációs hőmérséklet: 800°C, infiltrációs idő 3 perc, infiltrációs nyomás: 6,89 kPa; (a) a mintadarab felső része; (b) a mintadarab alsó része [5].



15. ábra: A nikkel bevonatos gömbhéjakat tartalmazó anyagról készült SEM kép, (a) a minta felső része, (b) a minta alsó része [5].

A 15. ábra az alumínium-nikkel bevonatú gömbhéj kompozit SEM-mel vizsgált mikroszerkezetét mutatja. A minta tetején a gömbhéjak többségén csak nagyon vékony rétegű nikkelbevonat maradt. A mátrix anyaga itt is elsősorban alumíniumot tartalmaz. A lemezekben NiAl_3 van jelen (15. ábra (a), 1-es számú nyíl), míg a tűszerű struktúrákban vasat is találtak. A mintadarab aljában (15. ábra (b)) a mátrixban csak egyszerű alumínium fázis van, kimutatható nikkel és vas tartalom

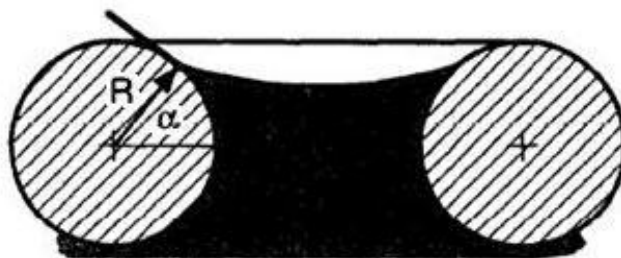
nélkül. A mátrix (15. ábra (b), 2-es terület) és a gömbhéj felszínének (15. ábra (b), 3-as nyíl) szerkezete tiszta alumíniumból áll. A mintának ez a fele volt az olvadt alumíniumba merítve az előmelegítés alatt. Az ömledéket 800°C-on tartották, így a gömbhéjrészecskék nikkel védőrétege feloldódott a minta alján. A nikkel koncentráció a mintában alulról felfelé növekszik. Ennek az az oka, hogy az olvadt nikkelt az áramló alumínium a kompozit teteje felé szállította. A nikkelkoncentráció jelentősebb emelkedése a legfelső részen a nikkel fázis kiválása miatt jelentkezik.

2.6. Nem-hengeres porozitásba történő spontán infiltráció

Trumble a nem-hengeres pórusú modell spontán infiltrációját elemzi a cikkében [6]. A nagy nedvesítési szögek ($\theta > 90^\circ$) a folyadék felszínét görbültté teszik, növelve ezzel a negatív kapilláris nyomást. A nyomásos infiltrálás során az infiltrálással szemben ható kapilláris nyomás leküzdésére külső nyomást hoznak létre, ami biztosítja a folyadék hajtóerejét, de ennek számos hátránya van. A nyomás például károsíthatja az előformát, illetve a nem-nedvesítő fém nem tud infiltrálódni egy bizonyos értéknél kisebb méretű pórusba, ami miatt maradót porozitás alakulhat ki.

Ha viszont a fém képes jól nedvesíteni a kerámiát, akkor spontán infiltráció alakulhat ki. Hengeres pórusok esetén a nedvesítési szögnek kisebbnek kell lennie a kritikus 90° -os értéknél, ahhoz, hogy a spontán infiltráció kialakulhasson.

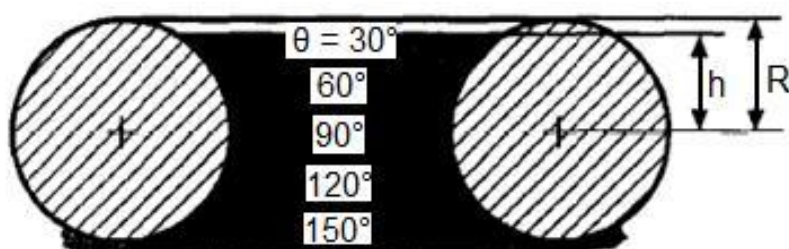
Kényszerített infiltráció esetében szükség van egy küszöbnyomás átlépésre, amit a nedvesítőkéesség és a kapilláris mérete is befolyásol, ezzel ellentétben a spontán infiltráció csak a kritikus nedvesítőkéességtől függ, ami független a kapilláris méretétől. Bár a spontán infiltrációt nem befolyásolja a pórus nagysága, de a kritikus nedvesítőkéesség jelentősen eltér $\theta = 90^\circ$ -tól abban az esetben, ha a porozitás nem hengerszerű. Részecskékből álló előformák egy nyitott, összekapcsolt, nem-hengeres pórushálózattal rendelkeznek, melyben a pórusok méretének hatását sokkal bonyolultabb meghatározni. A részecske előformák porozitása tehát egy nyitott pórushálózatot alkot, amiben a nagyobb térközök nem-hengeres nyílásokon keresztül kapcsolódnak egymáshoz. A részecskék infiltrációja a fémolvadék nem-hengeres nyílásokba való behatolástól függ. A részecskék közötti pórusok alapelemét tekinthetjük egy toroidnak (16. ábra).



16. ábra: Egy toroid pórus keresztmetszete, $R/r = 1$, egy folyadék kvázi-statisztikus penetrációját mutatja θ kapcsolódási szög esetén [6].

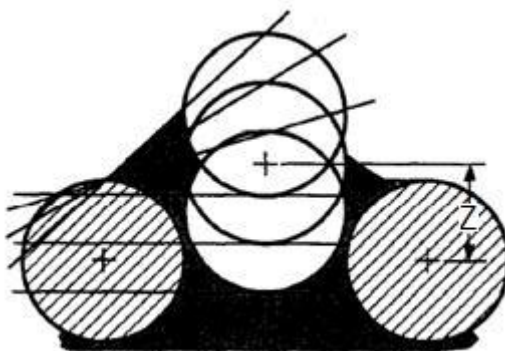
Ha nem jelenik meg nyomás, akkor az egyensúlyi folyadék felszíne – toroid pórus esetén – síklap formájú. A folyadék felszínsíkjának a helyzete egyszerűen meghatározható, mivel a pórus felszínéhez a nedvesítési szög (θ) szerint kapcsolódik. Spontán infiltráció kritikus kapcsolódási szöge, hengeres porozitás esetén, $\theta=90^\circ$, ebben az esetben a folyadék felszíne a pórus középsíkjában, az összeszűkülése minimumában fekszik. Ha $\theta<90^\circ$, akkor a folyadék behatolása nyomás megjelenése nélkül tovább folytatódik (17. ábra). A teljes spontán infiltráció $\theta=0^\circ$ -ot követel meg. A szakaszos infiltráció könnyen meghatározható a következő egyenlettel.

$$\frac{h}{R} = \cos\theta \quad (11)$$



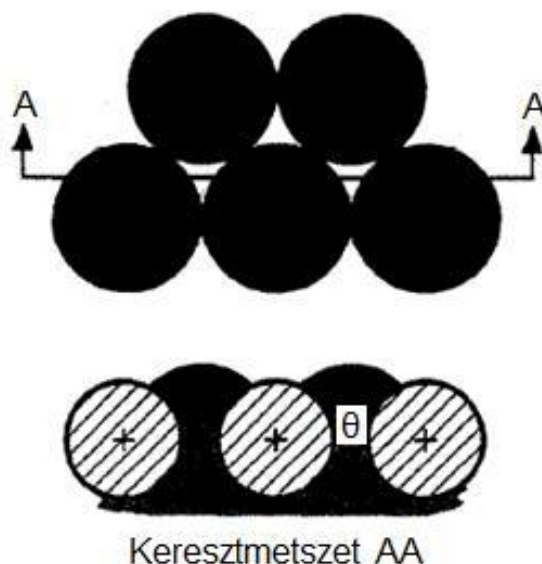
17. ábra: Toroid pórus keresztmetszete ($R/r = 1$), a nyugvó folyadék felszínének a helyzete a kapcsolódási szög függvényében, $\Delta p = 0$ (spontán infiltráció) [6].

A porozitás további vizsgálata folyamán feltették, hogy egy gömbszerű részecske helyezkedik el a toroid középsíkja felett kevesebb, mint h távolságra. Az infiltráló folyadék felszíne érintkezni fog a részecskével, mielőtt kisimul, majd behatol a toroid és a gömb közötti gyűrűs pórusba. A teljes spontán infiltráció a gyűrűs pórusba akkor jön létre, ha α (lásd 16. ábra) eléri a 90° -ot mielőtt $\Delta p=0$ lesz. A minimum nedvesítési szög a folyadék és a gömb felszíne között attól függ, hogy z mennyire nagy, de az α elérheti a 90° -ot kisebb z esetében is (18. ábra).



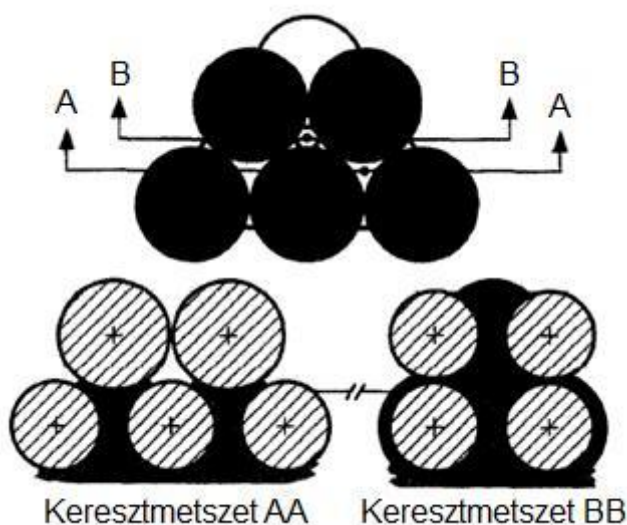
18. ábra: R sugarú gömb részecske különböző z magasságokban, a toroid pórus közepén ($R/r = 1$). A baloldal, kúpos folyadékfelszínt feltételezve, mutatja a kritikus nedvesítési szöget, a gyűrűs pórusba való teljes infiltráció esetén, z növekedésének a függvényében. z minimális értéke $z=R$. A jobb oldal nyereg felszínű folyadékot mutat, lágy görbülettel [6].

A pórus infiltrálandó keresztmetszetét a szorosan rakott, egyenlő méretű gömbök határozzák meg. Ha ezeknek egy sorát vesszük (19. ábra), akkor a penetráló folyadékfelszín egyensúlyi helyzetét a nedvesítési szög határozza meg hasonló módon a toroid pórushoz. A 20. ábra mutatja az infiltrációt többretegű szorosan rakott szerkezet esetében.



19. ábra: Szorosan illesztett, egyenlő méretű gömbök sorának keresztmetszete [6].

Szorosan rakott gömbök között két típusú hézag van: négy- és nyolcoldalú. A kritikus nedvesítési szöget mindkettő esetében ki lehet számolni a szoros struktúra síkjai közötti távolság és a gömb sugarának a különbségével, így $h_c = 0,633R$ lesz. Ezt a (10)-es egyenletbe behelyettesítve a spontán infiltráció kritikus nedvesítési szögére $50,7^\circ$ adódik.



20. ábra: Szorosan rakott gömbök pórusainak négyoldalú (A-A) és nyolcoldalú (B-B) metszete. Mindkét esetben a kritikus nedvesítési szög ugyanaz: $\theta_c = 50,7^\circ$ [6].

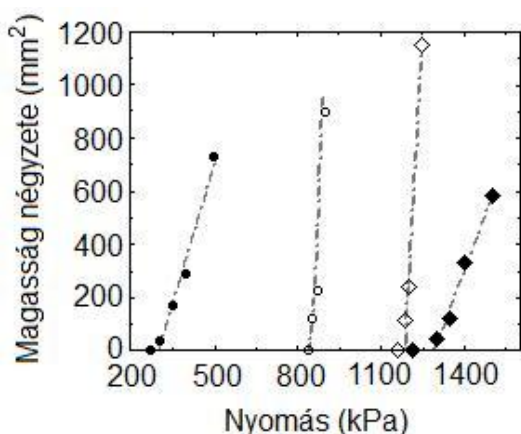
2.7. Fémfolyadékok nyomásos infiltrálása kerámia részecskék közé

A szerzők a fémfolyadékok nyomásos infiltrálását vizsgálták kerámia részecskék közé [7]. Darcy törvénye alapján az infiltrációs hosszt is meghatározták a következő formában:

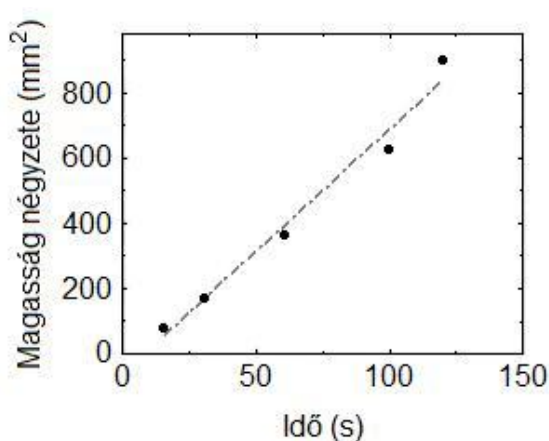
$$h^2 = \frac{2kt}{\eta(1-V_p)} \Delta p \quad (12)$$

Ebben az egyenletben h az infiltrációs magasság, Δp a külső- és a kapillárisnyomás (küszöbnyomás) különbsége, t az infiltrálási idő, V_p a részecske térfogathányad, k az áteresztőképesség, μ pedig az infiltráló fémolvadék dinamikai viszkozitása. Kísérleteikkel alátámasztották, hogy az infiltrációs hossz négyzete és a nyomás között lineáris kapcsolat van egyetértésben Darcy törvényével (21. ábra). 5 mm-es infiltrációs magasság alatt a mért pontok nem illeszkednek az egyenesre. Szerintük ennek az lehet az oka, hogy a részecskék halmazának alja meglazult, annak ellenére, hogy leszorították. Az infiltrációs hossz négyzete és az infiltrálási idő között is lineáris kapcsolatot állapítottak meg (22. ábra), melyet Darcy törvénye ugyancsak alátámaszt. Azt, hogy a mért pontokra nem teljesen illeszkedik az elméleti egyenes, az infiltráció kezdetén megjelenő inkubációs időnek tudták be, melynek az eredetét még nem teljesen érti a szakirodalom.

Vizsgálták a kialakuló oxidréteg hatását is az infiltrációs folyamatra tiszta alumínium esetében. Azt a tényt, hogy az oxigén parciális nyomásának csökkenése növeli az alumínium/kerámia rendszerek nedvesíthetőségét kísérletekkel bizonyították. Olyan vizsgálatok esetében, melyeknél sikerült gyengíteni az oxidréteget, javult a rendszer nedvesítőképessége. Erre a hátyára viszont hatással van többek között az infiltrációs atmoszféra, az anyagok kémiai tulajdonságai és a hőmérséklet is, ezért szinte lehetetlen utánajárni a pontos hatásainak.



21. ábra: Infiltrációs magasság négyzete a hajtónyomás függvényében, Al_2O_3 (kör) és SiC (négyzet) részecskék, valamint tiszta 750°C-os alumínium (fehér) és tiszta 1000°C-os ezüst (fekete) esetében. Infiltrációs idő 120 másodperc, [7] nyomán.



22. ábra: Infiltrációs magasság négyzete az infiltrálási idő függvényében, TiC részecskék és tiszta alumínium ömledék esetében, [7] nyomán.

2.8. A szemcseméret hatása az infiltrációra

A szerző kísérleteit alumínium ötvözetekkel és különböző részecske előformákkal végezte. Többek között az infiltrációs idő és nyomás hatását vizsgálta a penetrálási hosszra [8]. Semlak és Rhines [2] egyenlete alapján az infiltrálási mélység leírására a következő összefüggést állapította meg:

$$h = f_p R \left(\frac{P - P_{th}}{\eta_l} t \right)^{\frac{1}{2}} \quad (13)$$

Ebben a kifejezésben h az infiltrálási hossz, R a részecskék sugara, p a külsőnyomás, p_{th} a küszöbnyomás, η_l a fémömladék dinamikai viszkozitása, t az infiltrálási idő, f_p pedig egy geometriai, dimenzió nélküli paraméter, a kerámia előforma áteresztőképességét jellemzi, a részecskék formájától, méretétől és elhelyezkedésétől függ.

Ennek az egyenletnek az igazolására méréseket végzett 1 bar túlnyomáson ($=P - P_{th}$), amelyet 5 percig tartott fenn, a részecskék méretét 1-től 100 μm -ig terjedő mérettartományon változtatta, amelynek hatására az infiltrációs hossz 3,7 és 370 mm között mozgott. A fenti egyenlet csak akkor használható, ha $\theta > \theta_{cr}$. Ekkor a küszöbnyomás pozitív értékű, ezért a határközi erők csökkenteni fogják az infiltráció mértékét. Ha $\theta < \theta_{cr}$, vagyis spontán infiltráció esetén, a küszöbnyomás negatív értékű, így a határközi erők növelik az infiltrálás mértékét. Ebben az esetben az infiltrálás külső nyomás megjelenése nélkül is létrejöhet. A határközi reakciók csökkentésével, tehát a szemcse méretének növelésével, vagyis a fajlagos felületük csökkentésével kedvezőbbé tehetők a rendszer nedvesítési viszonyai, de ez csak rövid ideig marad fenn, közvetlenül az ömladék és a részecskék érintkezése után, fém illetve fémszerű részecskék esetében. Ezért az infiltráció mértékét fémbevonatok alkalmazásával van lehetőség tovább növelni.

2.9. Fémfolyadék infiltrációjának modellezése porózus kerámiába

Bárczy és Kaptay egy új „Closely Packed Equal Sphere” (rövidítve: CPES, magyarul: szorosan rakott gömbök) infiltrációs modellt fejlesztettek ki, melyet összehasonlítottak a klasszikus hajszálcsöves modellel [9]. Az általuk kifejlesztett eljárás folyamán szabályos rendben elhelyezkedő, egyenlő méretű gömbökből álló kerámiát alkalmaztak. Megállapították, hogy a CPES modell esetében a spontán infiltráció kritikus nedvesítési szöge $50,7^\circ$ (a klasszikus esetben ez az érték 90°). Eltérés van a két eljárás között a küszöbnyomás és a nedvesítési szög viszonya esetén is.

Kapilláris (hajszálcsöves) modellt elemezve az infiltráció akkor van egyensúlyban, ha a következő egyenlet érvényes:

$$F_g + F_0 + F_c = 0 \quad (14)$$

Ebben az egyenletben F_g a gravitációs erő, amit negatív előjellel kell behelyettesíteni, mert felfelé irányuló infiltráció ellen hat. F_0 a külső erő, F_c pedig a kapilláris erő. Ha a külső nyomás $p_0=0$, és a folyamat elején a gravitációs erőt elhanyagoljuk, vagyis csak a kapilláris erőt vesszük figyelembe, akkor a küszöbnyomás $h=0$ esetén:

$$p_{kap} = -\frac{2}{R}\sigma\cos\theta \quad (15)$$

ahol R a kapilláris sugara, σ a felületi feszültség, θ a nedvesítési szög. A CPES modellt (23. ábra) vizsgálva megállapítható, hogy szerkezete megegyezik a felületen középpontos köbös kristályrácsával. Ahhoz, hogy meglehessen vizsgálni az infiltrációt egy egység térfogatot kell definiálni, ami egy hatszög alapú hasáb, melyben a párhuzamos oldalak távolsága $2R$ (R a gömbök sugara).



23. ábra: A CPES szerkezet a penetrációs mélység (h) függvényében, és az egység térfogat keresztmetszete [9].

Az egyensúlyi feltételek megegyeznek a kapillárisával. A második sor szemcse $h=1,63 R_p$ -nél kezdődik, ahol R_p a gömbök (szemcsék) sugara, h a magasság. Ha $h<1,63 R_p$, akkor:

$$p = 1,81 \frac{\sigma}{R_p \varepsilon_s} \left(\frac{h}{R_p} - 1 - \cos\theta \right) \quad (16)$$

$$\varepsilon_s = 1 - 0,907 \left| 2 \left(\frac{h}{R_p} \right) - \left(\frac{h}{R_p} \right)^2 \right| \quad (17)$$

ahol ε_s : a pórusok felülethányada. Ha $h/R=0$, akkor ε_s értéke 1, mivel nincs még szemcse csak lyuk, $h/R=1$ mellett ε_s minimális lesz, hiszen itt ér össze két-két szemcse, így itt van a legkisebb lyuk. A (17)-es egyenletet behelyettesítve a (16)-ba a nyomás h függését kapjuk meg:

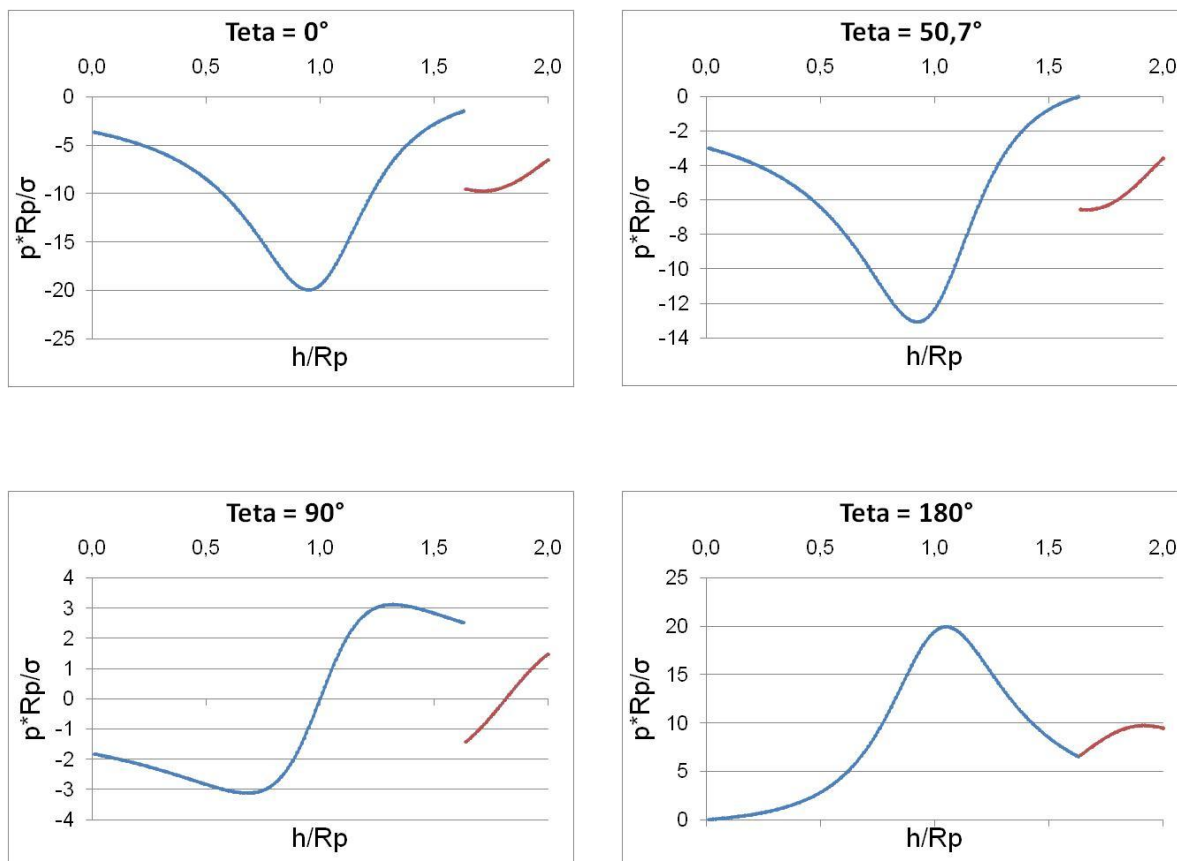
$$p = 1,81 \frac{\sigma}{R_p} \frac{\left(\frac{h}{R_p} - 1 - \cos\theta \right)}{1 - 0,907 \left| 2 \left(\frac{h}{R_p} \right) - \left(\frac{h}{R_p} \right)^2 \right|} \quad (18)$$

Ha $1,63 < h/R_p < 2$, akkor az első és a második sor szemcsét is figyelembe kell venni. Ehhez két tag összege kell úgy, hogy a második tag $1,63 h/R$ -el el van csúsztatva az elsőhöz képest. A pórusok felülethányada (ε_s) is módosul.

$$p = 1,81 \frac{\sigma}{R_p \varepsilon_s} \left(\frac{h}{R_p} - 1 - \cos\theta \right) + 1,81 \frac{\sigma}{R_p \varepsilon_s} \left(\frac{h}{R_p} - 2,63 - \cos\theta \right) \quad (19)$$

$$\varepsilon_s = 1 - 0,907 \left| 2 \left(\frac{h}{R_p} \right) - \left(\frac{h}{R_p} \right)^2 \right| - 0,907 \left| 2 \left(\frac{h}{R_p} - 1,63 \right) - \left(\frac{h}{R_p} - 1,63 \right)^2 \right| \quad (20)$$

A nyomás függését a h/R_p -től, különböző nedvesítési szögek esetén, a 24. ábra diagramjai mutatják be. A berendezésükön különböző méretű SiO_2 porokkal (az átlagos porozitás $\varepsilon=0,4$) és desztillált vízzel vizsgálták, hogy hogyan függ a víznek a porózus SiO_2 -be történő spontán infiltrációjának a magassága az időtől. A maximális infiltrációs magasság kevesebb, mint 10%-ban tért el egymástól öt különböző független mérésnél. Az infiltrációs magasság nem érte el az egyensúlyi magasságot még három hetes időtartam alatt sem.



24. ábra: A küszöbnyomás függése a h/R_p -től, különböző nedvesítési szögek esetén [9].

3. Célkitűzés

A fenti szakirodalmi összefoglalónkban gömbhéj erősítéses szintaktikus fémhabok nyomásos infiltrálással történő előállítását tanulmányoztuk, mivel még néhány kérdés tisztázatlan ebben a témakörben.

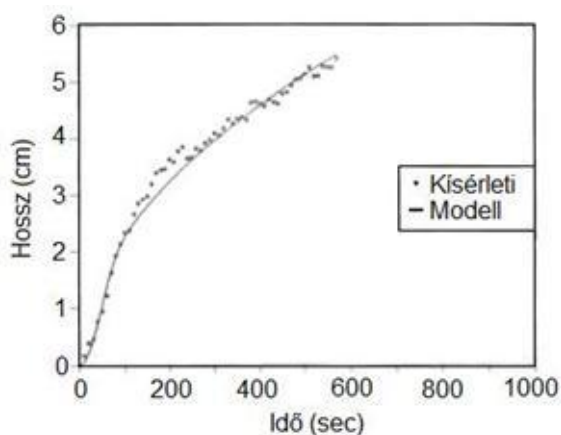
Az infiltrálási hosszt, vagyis az infiltráció mértékét, igen sok tényező befolyásolja, melyek közül mostani TDK munkánkban az infiltrálási nyomás és az infiltrálási idő hatását kívánjuk alaposabban megvizsgálni.

Az előző pontban bemutatott cikkek szerzői számos egyszerűsítéssel határozták meg a várható infiltrálási hosszt. Összefüggéseik leírásánál elhanyagolták többek között a gravitációs tényezőt, illetve a kapillárisban levő levegő ellenállását valamint a folyadékok belső súrlódási együtthatóját is nullának tekintik minden, a kapillárist nedvesítő folyadékra. Megfelelően kisméretű kapillárisoknál, az infiltráció lendületének változását, a véghatást, a levegő viszkozitását és a folyadék mögötti teljes külső nyomást is elhanyagolták.

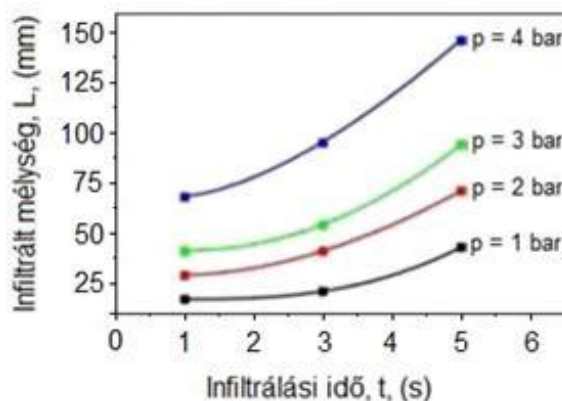
Az infiltrációs fok görbéi, melyek az infiltrálási hosszt ábrázolják az idő függvényében, parabolikus típusúak. Ezeknek a görbéknek az infiltráció elején van egy inkubációs része, mielőtt parabolikus típusúvá alakulnak.

A szakirodalom az infiltrációs fok görbéit gyökös típusúnak írja le (25. ábra), viszont a korábbi tanszéki mérések ezt exponenciális típusú görbéknek találták kis időtartományokban (26. ábra). Véleményünk szerint ez az eltérés azért jöhetett létre, mert az eddigi modellek számos egyszerűsítéssel éltek az infiltrációt leíró egyenletek megalkotásánál, ezáltal a grafikonok, kis infiltrálási idő tartományokban, pontatlanul adják meg a várható infiltrálási magasságot.

A felmerült kérdés megválaszolását tekintjük idei TDK dolgozatunk céljának, ezért ezt a jelenséget mélyrehatóbban megvizsgáljuk további mérések elvégzésével. Ehhez a kezdő lépés - amellyel tavalyi TDK munkánkban foglalkoztunk – egy megfelelő infiltráló berendezés fejlesztése volt, melyet a következő pontban foglalunk össze.



25. ábra: Infiltrálási hossz változása a nyomás függvényében [8].

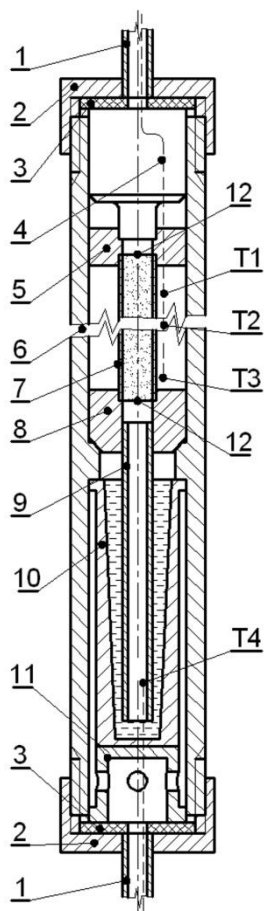


26. ábra: Infiltrálási hossz változása a nyomás függvényében [10].

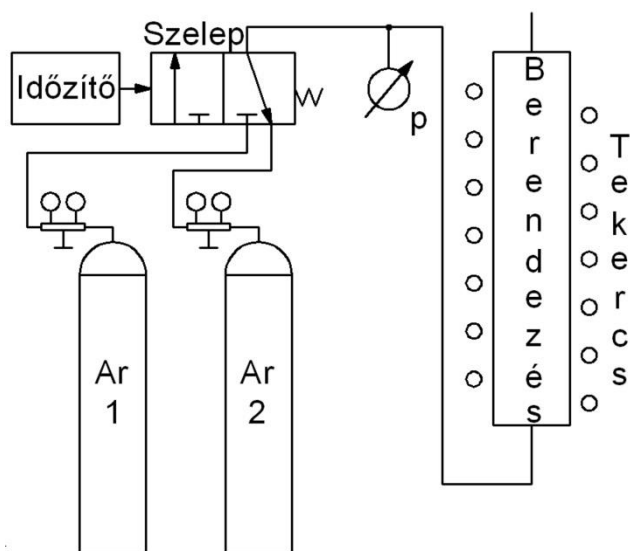
4. Előzmények

4.1. A korábbi tanszéki eszköz bemutatása

Infiltráló készülékünket a tanszéken korábban készült kísérleti berendezés alapján építettük, melyen különböző módosításokat, fejlesztéseket hajtottunk végre. A következőkben ismertetjük a kiinduló infiltráló berendezést, melyet a 27. ábra mutat.



27. ábra: Kísérleti infiltráló berendezés [10]



28. ábra: Kísérleti elrendezés [10]

A kísérleti berendezés alapja egy acélcső (6), melynek alsó harmadában egy váll lett kialakítva. A váll felső része kúpos kiképzésű, mely fontos szerepet játszik, mint kúpos ülékű zárószelep.

A fent már említett acélcső egy belső csövet tartalmaz (7), ebbe kell elhelyezni az infiltrálni kívánt anyagot. A cső két végét egy-egy rozsdamentes acél szűrővel (12) zárják le, amely az alumíniumot és a gömbhéjak között lévő gázt is gyakorlati szempontból áramlási ellenállás nélkül átereszt. A szűrőket az 5-ös jelű lezorítóelem és a 8-as jelű elem rögzíti a belső cső végéhez. Utóbbi a 6-os csőben kimunkált vállal egy zárószelepet alkot, melynek segítségével a cső két, különálló térfogatra bontható.

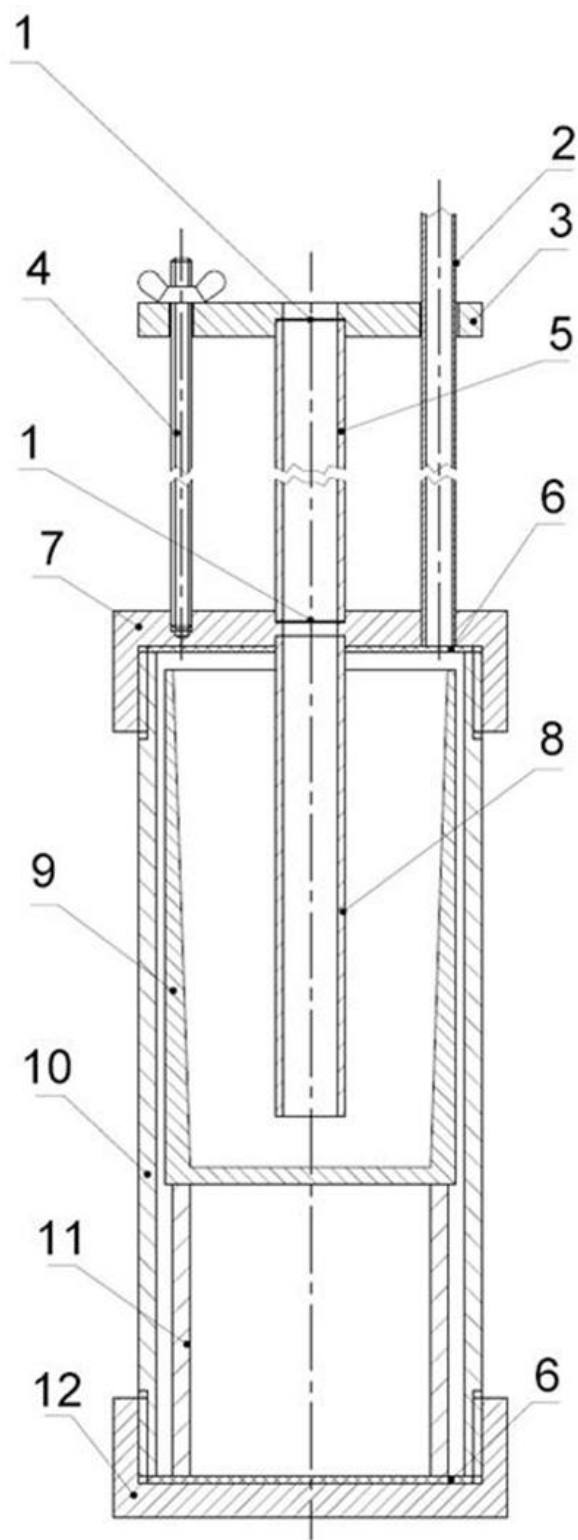
A 8-as elembe egy rozsdamentes acélcsövet is besajtoltak (9), amely a kísérlet során az ömledékbe nyúlva az infiltrálási nyomás hatására fogja az olvadékot a töltőanyaghoz eljuttatni.

Az 5-ös és 8-as jelzésű záróelemeket az ábrán nem jelzett 3 db menetes szár fogja össze és szorítja a belső csőre. Az ilyen módon, menetes száakkal összeállított betétet a 4-es jelzésű acélelem szorítja a 6-os cső kúpos ülékéhez a 2-es jelű menetes fedél segítségével, amelybe egy 1-es jelzésű rozsdamentes acélcső van besajtolva és behegesztve. Ennek feladata a gáz el-, illetve hozzávezetés biztosítása.

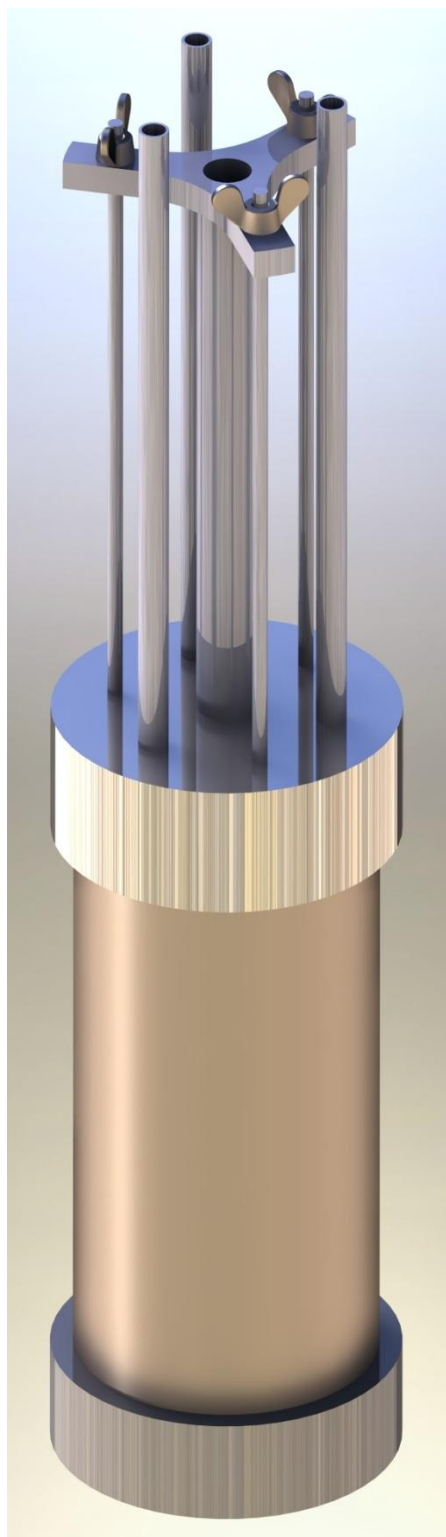
A menetes fedél és a külső cső közé szigetelő paplant (3) helyeztek el azért, hogy közel légmentes zárás jöjjön létre. A külső cső alsó részében helyezkedik el a 10-es jelzésű tégely, amely a mátrixanyag tárolására szolgál. A tégely, mely a 11 jelzésű tartóelemen áll, rozsdamentes acélból készült. A tartóelemen és a tégely felső részén négy furat, illetve vágat van, hogy biztosítani tudja az alulról történő gáz hozzávezetést. A tégelyt és a tartóelemet szintén szigetelőpaplanon keresztül egy újabb menetes fedél szorítja a külső csőbe munkált vállhoz, amelybe ugyancsak egy gázvezető cső van besajtolva és behegesztve.

Kezdetben a vezérlést végző útszelep a 28. ábrán berajzolt helyzetben volt, és így az Ar2 jelű gázpalackból érkező kisnyomású argon gáz a berendezés egész belső terét folyamatosan átöblítette. Ezután megkezdtek a rendszer hevítését egy indukciós kemence segítségével. Az argonöblítést a hevítés alatt mindaddig fenntartották, amíg a mátrixanyag meg nem olvadt. Amikor a mátrix elérte az öntési hőmérsékletet, az útszelepet meghatározott időre átváltotta egy időzítő. Ekkor a berendezés alsó kamrájában megjelent az Ar1 jelű gázpalackon előre beállított nyomás. Mivel a felső kamra továbbra is a környezettel állt kapcsolatban (légköri nyomás), ezért az itt kialakuló nyomáskülönbség hatására az ömledék a (9) csövön keresztül a mikrogömbhéjak közé hatolt. Amikor az öntési idő lejárt az időzítő visszakapcsolta az útszelepet. Ezután a berendezést eltávolították a rendszerből és vízben hűtötték. Végül kivették a belső csövet, melyet felbontva az infiltrált mélység mérhetővé vált [10].

A berendezés hátránya, hogy reprodukálása a belső váll kialakítása miatt körülményes, továbbá hossza miatt a Tanszéken lévő indukciós tekercshez csak külön megoldásokkal illeszthető. További hátrálynak róható fel, hogy az infiltrálandó anyagot tartalmazó cső átmérője és hossza nem elégséges a széles paraméterű vizsgálatokhoz, illetve a kis átmérő miatt nem lehet eltekinteni a belső cső (7) okozta szélhatásoktól. A mérőberendezésből továbbá hiányzik egy kellően nagy térfogatú puffer tartály, amely biztosítja a megfelelően gyors infiltráló nyomás felépülést az infiltráló berendezésben. Ezen túlmenően a berendezés számos olyan emberi tényezőt is magába foglal (egyenletes hevítés, a mérés indítása, a nyomás manométerrel történő beállítása stb.) ami hibalehetőséget hordozott.

4.2. Eszközünk megtervezése

(a)



(b)

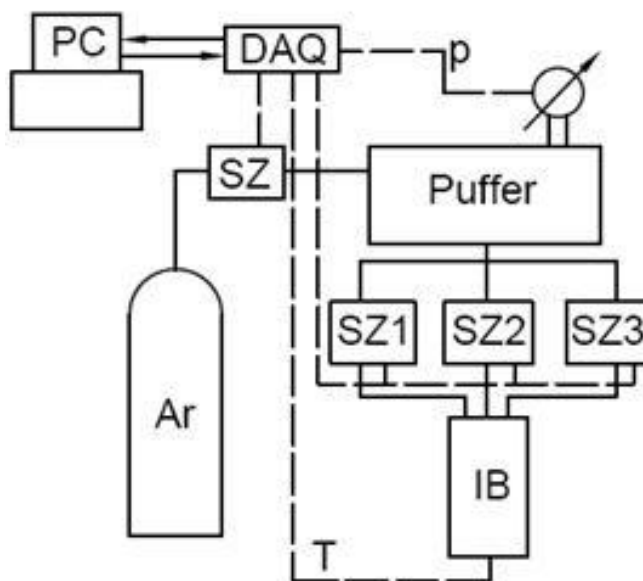
29. ábra: A berendezésünk vázlata (a) és 3D-s modellje (b)

A következőkben ismertetjük saját kísérleti infiltráló berendezésünk felépítését (29. ábra (a) és (b) valamint 30. ábra) és működését [12]. Működési elvét tekintve hasonlít a korábbi készülékhez, ám a legnagyobb előnye az előzővel szemben, hogy lényegesen egyszerűbb konstrukció, valamint igyekszik minden emberi tényezőt kiküszöbölni és folyamatos felügyelet melletti automatikus működést biztosítani.

Az infiltráló berendezés alapjául szolgál a 10-es jelzésű rozsdamentes acélcső, melynek hossza 240 mm. A cső két végén menet van kialakítva. A készülék alját egy menetes fedél (12) zárja le. Annak érdekében, hogy a beragadást elkerüljük, a meneteket bekentük melegalakító technológiák során formaleválasztóként és kenőanyagként alkalmazott antiseize anyaggal. A fedél és a cső közé helyezett szigetelő paplan (6) biztosítja a közel légmentes zárást.



30. ábra: Az infiltráló berendezés [12].



31. ábra: Kísérleti elrendezés (DAQ=Data Acquisition - adatgyűjtő) [12].

A 9-es jelzésű, szintén rozsdamentes acélból készült tégely a 11-es jelű tartóelemen helyezkedik el. A tégely az olvadt mátrixanyag tárolására szolgál. Belső része kúpos kialakítású, amely megkönnyíti a mérés végeztével megszilárduló alumínium ötvözet eltávolítását.

A készülékünk egyik legbonyolultabb alkatrésze a cső (10) tetejét lezáró, 7-es jelzésű menetes fedél. A közepén található egy 16 mm átmérőjű furat, amely alulról és felülről is 20 mm átmérőjűre van bővíve 3-3 mm mélyen. Ebbe a furatba van besajtolva és behegesztve alulról egy 140 mm hosszú 20 mm-es külső átmérőjű rozsdamentes acélcső (8), melynek feladata az olvadék állapotba hozott mátrixanyag eljuttatása az infiltrálni kívánt gömbhéjakhoz. A fedél tetejéhez csatlakozik egy másik, 200 mm hosszú rozsdamentes acélcső (5), amelybe az infiltrálandó anyagot tesszük. A cső két végét rozsdamentes acélszűrő (1) zárja le. Ez benntartja a gömbhéjakat, és a szilumin ömledékkel szemben csak elhanyagolható ellenállást mutat.

A nyomás bevezetése három, a fedélre (7) hegesztett, 8 mm belső átmérőjű csövön (2) történik. Ezek közül az egyik csövön vezettük be a szilumin hőmérsékletének mérésére szolgáló termoelemeket. Eredetileg a három nyomásbevezető csövön elhelyeztünk kisebb, vízzel teli tégelyeket a túlmelegedés elkerülése érdekében, ám ezekre, mint később kiderült, nem volt szükség, a rozsdamentes acél viszonylag rossz hővezetésének köszönhetően.

A 3-as jelű szorítóelem feladata, hogy az acélszitákat, és az 5-ös csövet a fedélhez szorítsa, 3 db menetes szár (4) és a szárnyas anyák segítségével.

A kísérleti elrendezést a 31. ábra mutatja. Első lépésként feltöltöttük a puffert az SZ jelű szelepen keresztül az Ar jelű gázpalackból érkező argon gázzal. Az infiltrálás során a számunkra szükséges adatokat (hőmérséklet, nyomás) egy LabView program (lásd később) segítségével számítógépen követtük nyomon. Egyben ezzel a programmal vezéreltük is a rendszert, így lényegében automatizált, az emberi tényezőktől, hibáktól mentes mérési környezetet valósítva meg.

A számunkra szükséges nyomás beállítása után megkezdtük a rendszer hevítését, egy indukciós kemence (Power-Trak 15-96) segítségével. Az alumínium ötvözet hőmérsékletét termoelemmel mértük.

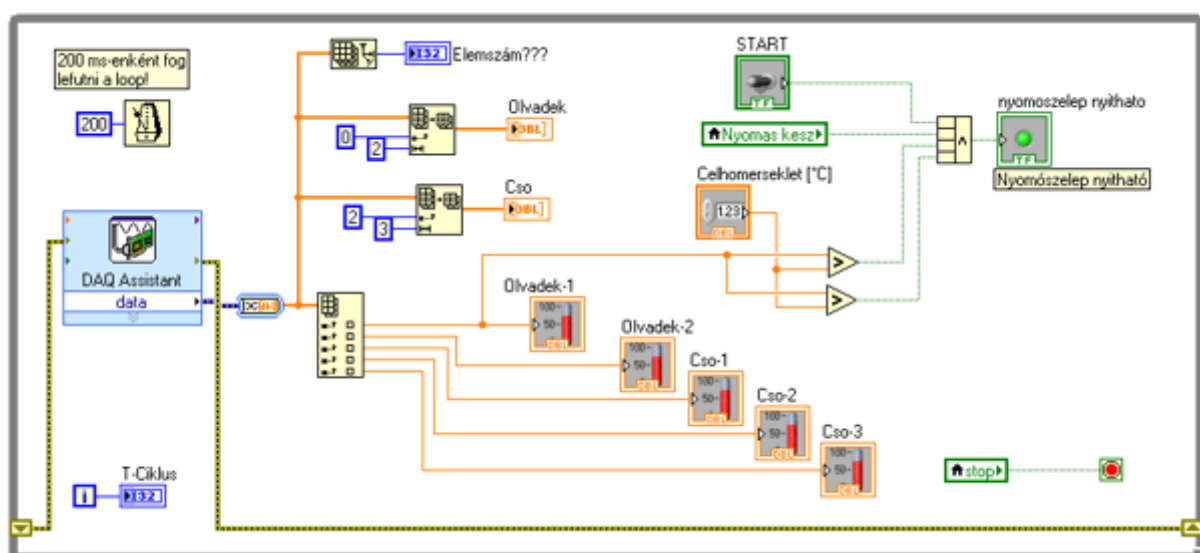
A rozsdamentes acél rossz hővezetése miatt a készülék gyorsabban melegedik, mint a mátrixanyag, ezért a fűtést rendszeres időközönként le kellett kapcsolni, a rendszer túlmelegedésének elkerülése érdekében. Miután az alumínium ötvözet elérte az öntési hőmérsékletet (625 °C, az olvadáspont (~575 °C+50 °C), a fűtést lekapcsoltuk. A vezérlő rendszer működésbe lépett és a pufferben előre beállított nyomás az SZ1, SZ2 és SZ3 szelepeket nyitva bejutott a berendezés belsejébe.

A három nagyteljesítményű szelep sokkal rövidebb idő alatt telíti gázzal a rendszert, így az infiltráló nyomás is hamarabb felépül, mint az előző berendezésben. Ez a kis időtartományokban történő pontosabb mérést teszi lehetővé.

Mivel a kerámia gömbhéjakat tartalmazó cső a külső légköri nyomással áll kapcsolatban, a kialakuló nyomáskülönbség hatására az olvadt mátrixanyag a 8-as jelű csövön a gömbhéjak közé hatolt. A beállított infiltrációs idő leteltével a vezérlő rendszer a szelepeket zárta, levettük a nyomást a berendezésről. Miután a szerkezet kihűlt, eltávolítottuk a rendszerből, és szétszedtük. A csövet (8) szétvágva mérhetővé vált az infiltrált hossz.

A berendezést vezérlő programot a National Instruments nevű cég (USA) által fejlesztett és forgalmazott LabView programkörnyezetben valósítottuk meg [12]. A programkörnyezet nagy előnye, hogy grafikus programozást tesz lehetővé, ezáltal mérnökök számára sokkal hatékonyabb munkakörnyezetet teremt, mint a szokványos, kódszavas programozás.

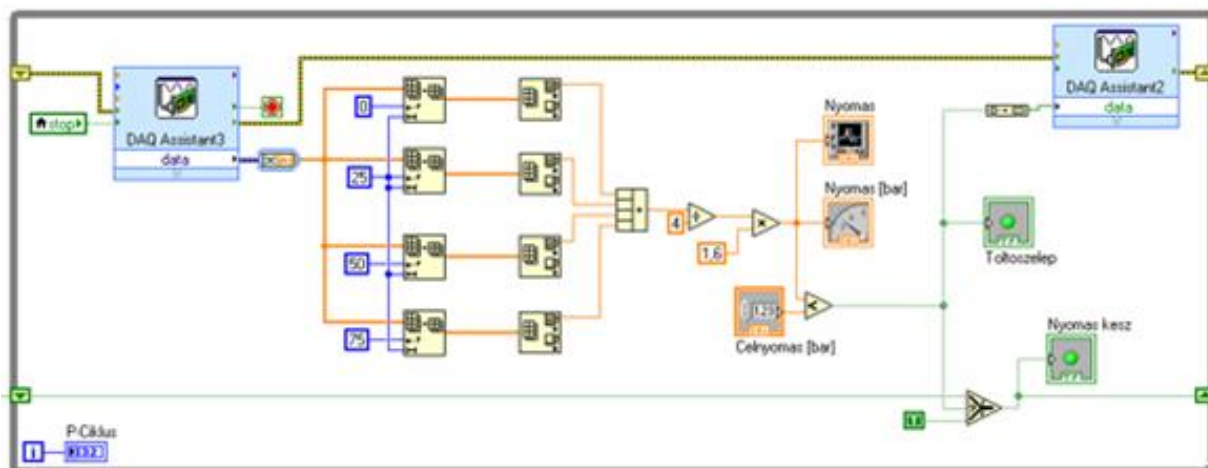
A programok jól strukturáltan és könnyen áttekinthetően modulokból, vezetékezéssel állíthatók elő. Az általunk fejlesztett program három fő részből tevődik össze. Az első blokk a hőmérsékletek leolvasásáért felelős (32. ábra).



32. ábra: A hőmérsékletek olvasásáért felelős programrészlet [12].

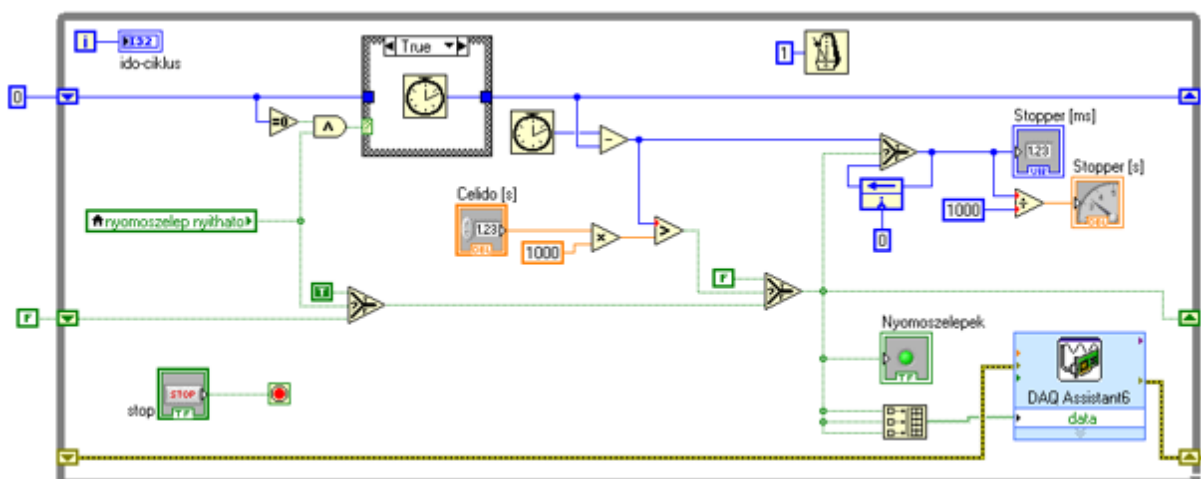
A DAQ Assistant összesen öt csatornát olvas ki a mérésadatgyűjtő termoelem csatornáinak közül. Kettővel az ömledék hőmérsékletét (Olvadékok-1 és -2) méri, míg másik hárommal, az infiltrálandó cső hőmérsékletét méri (Cso-1, -2 és -3). Minden hőmérséklet érték folyamatosan kijelzésre és az idő függvényében, diagram formájában rögzítésre kerül.

A program az olvadékok hőmérsékletét összeveti a felhasználó által megadott célhőmérséklettel (Celhőmérséklet), és ha előállt a beállított nyomásjel (Nyomás kész, lásd később), valamint a felhasználó még nem adta meg a start jelet, kijelzi a nyomószelep nyithatóságát, vagyis a rendszer üzemkész, start jelre elindul az infiltrálás (nyílik az SZ1, SZ2 és SZ3 jelű nagyteljesítményű szelep).



33. ábra: A nyomások olvasásáért felelős programrészlet [12].

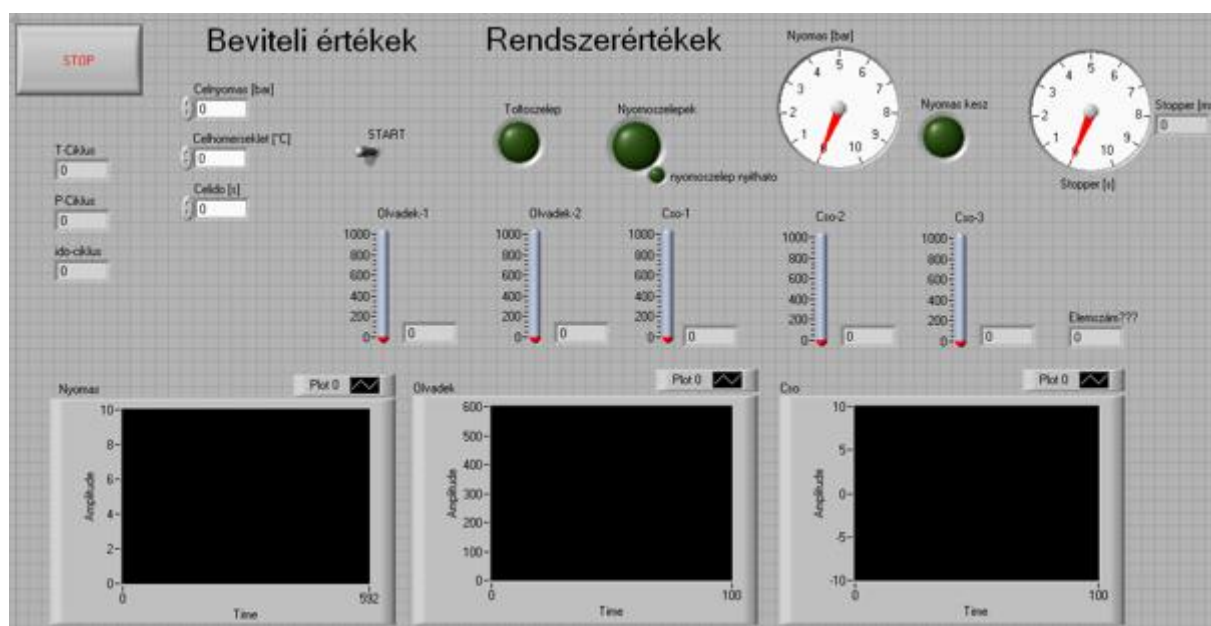
A második blokk a nyomásértékek figyelését valósítja meg (33. ábra). A 3-as számú DAQ Assistant egy Festo digitális nyomásmérő adatait gyűjti, ami a rendszerben uralkodó nyomásról ad információt. Az így nyert értékeket az esetleges mintavételezési csúcsokat kikerülendő 4 csoportba osztja, majd ezeket átlagolja. Az átlagolás után a program összehasonlítást végez a felhasználó által megadott célnyomással (Célnyomás). Amennyiben a rendszer nyomása kisebb, mint a célnyomás, a program nyitja a töltőszelveget (DAQ Assistant 2). Ha a nyomás elérte a célnyomást, a töltőszelvény zár és kijelzésre kerül a „nyomás kész” állapot. A rögzített értékeket mutatós műszeren kijelzi és az idő függvényében diagramon rögzíti. A harmadik és egyben utolsó blokk (34. ábra) a rendszer üzembeállítását követően az infiltrálás időzített leállítását biztosítja.



34. ábra: Az időzítésért felelős programrészlet [12].

Ez a művelet ugyan bonyolultnak tűnik (ez a rendszeridő ms-os, valós idejű követése miatt alakult így, sajnos programozástechnikailag nehézkesen megvalósítható), de egyszerű feladatot lát el. A felhasználó által beállított infiltrálási idő (Celido) leteltével, ami kijelzésre is kerül (Stopper) lezárja az infiltráló szelepeket (DAQ Assistant 6, SZ1-3). A lezárás úgy valósul meg, hogy a rendszer nyomása az infiltráló szelepeken keresztül ugyanolyan gyors ütemben, mint ahogy a nyomás kialakult leépül.

A fentebb részletezett program természetesen a háttérben fut, a felhasználó csak a számára fontos beviteli és kijelzett értékekkel találkozhat, amit egy grafikus felületen lehet leolvasni, illetve megadni. A felület magáért beszél, kezelhetősége egyszerű, a 35. ábra mutatja be.



35. ábra: A letesztelt felhasználó felület képe [12]

4.3. Felhasznált anyagok

A szintaktikus fémhab alapanyagának közel eutektikus összetételű alumínium – szilícium ötvözetet (AlSi12, szilumin) választottunk, melyet legfőbbképp a kis sűrűsége és kis olvadáspontja indokolt. A szilumin fő ötvözője a szilícium, amiből 12-13 t%-ot tartalmaz. A nagy szilícium tartalom nem csak a kis olvadáspont miatt előnyös, hanem azért is, mivel (mint azt később látni fogjuk) az infiltrált gömbhéjak falának anyaga jelentős mértékben tartalmaz SiO_2 -ot is és így reakcióba léphetne a fémolvadékkal, amit azonban a nagy Si tartalom megakadályoz. A Si ötvözés mellett az alumínium ötvözetekre jellemző szennyezőanyagok fordulnak elő benne, kis mennyiségben (kis mennyiségű vas, réz stb.). Fizikai tulajdonságait az 1. táblázat mutatja.

1. táblázat: A szilumin fizikai tulajdonságai [10].

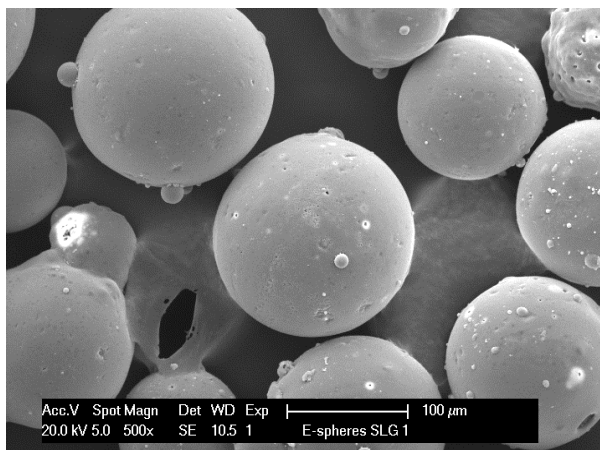
Az AlSi12 fizikai tulajdonságai	
Sűrűség	2650 kg/m ³
Rugalmassági modulusz	72-75 GPa
Poisson-tényező	0,3
Nyomószilárdság	80 MPa
Olvadáspont	575 °C
Hővezetési tényező	160 W/mK

Erősítőanyagként E-spheres SLG típusú mikrogömbhéjakat használtunk (36., 37. és 38. ábra), melyeknek a fizikai tulajdonságait az 2. táblázat mutatja. Ezeket az ausztrál Envirospheres Pty. Ltd. állítja elő megfelelő laborhátterrel, ügyelve arra, hogy a gömbhéjak minél kisebb része legyen törött. Állaguk finom minőségű porhoz hasonlítható [10].

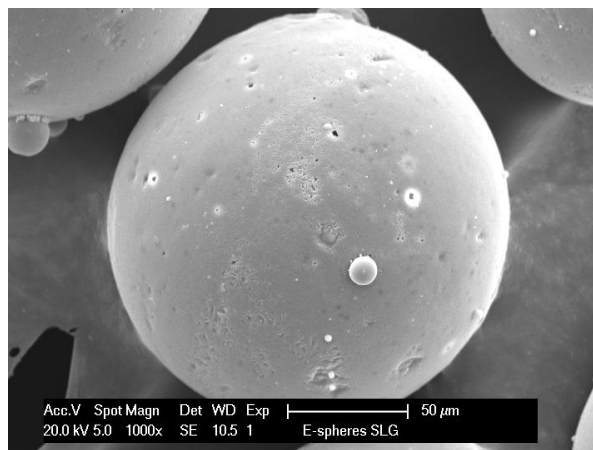
2. táblázat: Az SLG fizikai tulajdonságai [10], [11].

Az SLG mikrogömbhéj fizikai tulajdonságai	
Átlagos külső átmérő	130 µm
Falvastagság	Külső átmérő ~10%-a
Sűrűség	637 kg/m ³
Nyomószilárdság	45 MPa
Keménység (Moh's skála)	6
Olvadáspont	1600-1800 °C
Forma	Gömbhéj
Szín	Csontfehér

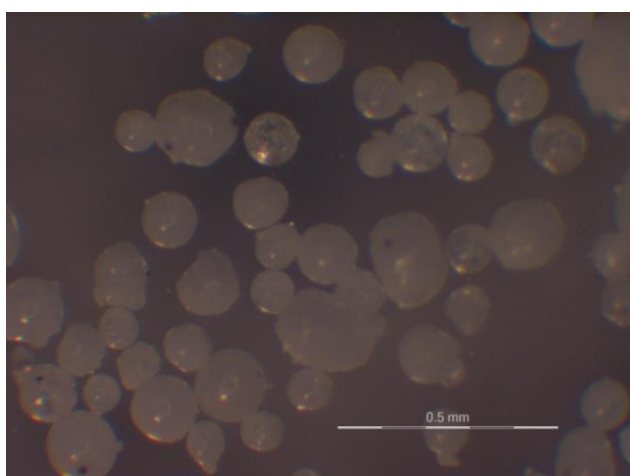
Kémiai összetételük a következő: 55-60 t% SiO_2 , 36,40 t% Al_2O_3 , 0,4-0,5 t% Fe_2O_3 , 1,4-1,6 t% TiO_2 .



36. ábra: SLG típusú mikrogömbhéjak



37. ábra: SLG típusú mikrogömbhéj



38. ábra: SLG gömbhéjak fénymikroszkópi képe

4.4. Előkísérletek

Annak érdekében, hogy meggyőződjünk róla, hogy a berendezés az elvárásainknak megfelelően működik, végeztünk néhány előkísérletet [12]. A hőmérséklet mindhárom esetben 625°C, az infiltrálási idő pedig szintén állandó 5 másodperc volt. A próba infiltrálások során a nyomást változtattuk, ezek 2,5; 5; illetve 7,5 bar értéket vettek föl. A 3. táblázat mutatja a kísérletek eredményeit.

3. táblázat: Próbamérések eredményei [12].

Nyomás (bar)	Infiltrált hossz (mm)
2,5	25
5	38,5
7,5	40

Az előkísérletekből egyértelműen kiderült, hogy már az általunk beállított legkisebb nyomás (2,5 bar) is meghaladja az infiltrálási küszöbnyomást, ugyanis a mátrixanyag felemelkedett a csőben, és 25 mm-es hosszon behatolt a gömbhéjak közé. A másik két nyomáson mért eredmények azonban azt mutatják, hogy annak ellenére, hogy a nyomást jelentős mértékben növeltük, az infiltrált hossz nem a várható mértékben növekedett.

4.5. Az eszköz fejlesztése

Az előbb említett probléma – hogy az előkísérletek során az infiltrált hosszban nem voltak akkora különbségek, mint amekkorát vártunk – a berendezés fejlesztését igényelte. A téves eredményeket azért kaptuk, mert a kerámia mikrogömbhéjakat tartalmazó acélcső kezdetben nem volt fűtött (bár a program már megadta a cső hőmérséklet mérésének lehetőségét). Az infiltrálandó anyag így jóval hidegebb, mint az alumínium ötvözet, ezért a fémolvadék túl gyorsan megszilárdul. Megoldásként a csövet fűthetővé kellett tennünk. Ehhez úgynevezett Kanthal szalagot használtunk (39. ábra (a)) [12].



(a)



(b)

39. ábra: Az infiltrálandó csövet hevítő fűtőelem képe [12]

Ez egy vas-króm-alumínium ötvözet, amelyet nagy elektromos ellenállása miatt széles körben használnak fűtőelemként. A fűtés megvalósításához a Kanthal szalagot spirál alakban meg kellett hajlítani, az így kapott tekercs átmérője néhány mm-rel nagyobb, mint a mikrogömbhéjakat tartalmazó csőé. A fűtőelem azonban nem csak a csövet fűti, hanem a külső felületével nagy mennyiségű hőt ad le a környezetnek. Annak érdekében, hogy ezt a veszteséget csökkentsük a spirált kívülről alumínium-oxid paplannal burkoltuk, valamint ezt úgynevezett vízüveggel itattuk át (a megfelelő szilárdság elérése érdekében, 39. ábra (b)). Ez tulajdonképpen nátrium-szilikát vizes oldata, amelyből miután a víz elpárolog, egy kemény üvegszerű réteget képez. A szalagon átvett áram nagyságát egy egyfázisú toroidtekercses transzformátor segítségével változtathattuk.

A későbbi kísérletek kimutatták, hogy a cső fűtése, azaz a gömbhéjak előmelegítése valóban jelentősen megnövelte az infiltrálhatóságot, melyet a mérési eredményeinkben részletesen bemutatunk.

5. Módosítások, előkészületek, utómunkálatok

5.1. Módosítások

Az első kísérletek során, illetve után felfigyeltünk arra, hogy a nyomást biztosító argon gáz beömlési nyílásainál szilárd szilumin található. Ennek oka csak az lehetett, hogy a nagy nyomású gázfront közvetlenül, akadálymentesen érkezett az ömledék állapotban lévő sziluminba. Ezért az olvadt fém visszafröccsent, melynek egy része a gázbevezető csőbe jutott.

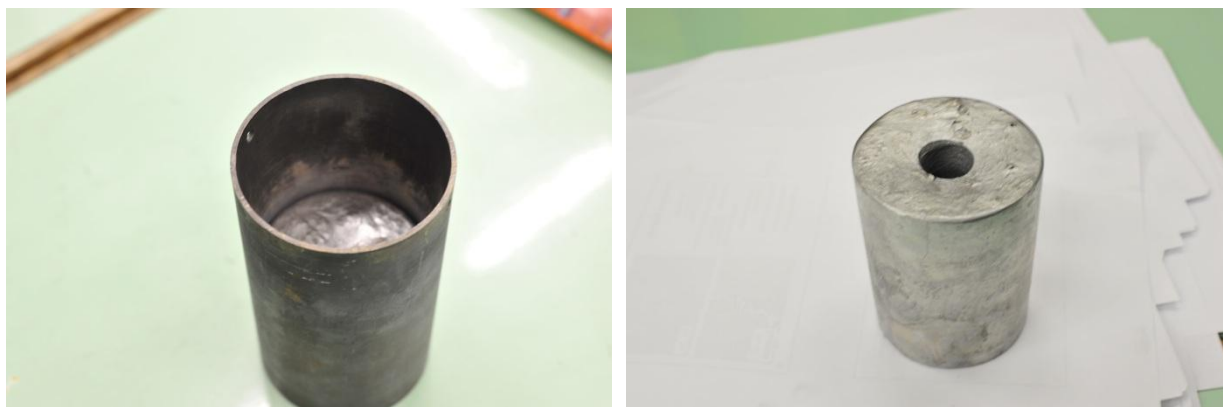
A fenti probléma kiküszöbölésére, a felső fedélen lévő beömlőnyílások elé félgyűrűket hegesztettünk (lásd 40. ábra), hogy megtörje az áramlás irányát. Ennek hatására a laminárisan érkező gázsugár megtörik és az áramlás turbulens jelleget ölt, a kifröccsenés pedig elmarad.



40. ábra: A félgyűrűk kialakításának szemléltetése

5.2. Előkészületek

A vizsgálatok előtt az alumínium előformákba megfelelő átmérőjű furatot kellett fúrni (41. ábra), hogy a készülék felső fedelébe hegesztett acélcsőnek helyet biztosítsunk. A nyomás- és hőveszteségek csökkentésének érdekében minden egyes mérés előtt méretre vágott szigetelő paplanokat helyeztünk el az alsó illetve felső záró kupakban. Hőmegőrzés céljából a készülék palástját szigetelő paplannal fedtük be (42. ábra), mely megakadályozta az indukciós tekercs és maga a kísérleti berendezés közötti fémes kontaktust is.



(a)

(b)

41. ábra: Előforma előkészítés lépései, a készülékről leolvasztott szilumint formába öntöttük (a), majd kifűrtük (b)



42. ábra: A kísérleti berendezés hőszigetelő paplannal az indukciós kemencében

5.3. Utómunkálatok

Miután egy kísérletet elvégeztünk megvártuk, amíg a készülék szobahőmérsékletre hűl, majd szétszereltük. A csőben maradt infiltrálatlan gömbhéjakat kiöntöttük és külön gyűjtöttük. Az olvadékvezető cső külső részén megszilárdult alumíniumot indukciós kemencében (Power Track 15-96), a cső belsejében maradt anyagot pedig elektromos ellenállás fűtésű kemence segítségével olvasztottuk ki. Mivel az öntési illetve tisztítási fázis után is meg kellett várni a készülék lehűlését, egy öntési ciklus legalább két napot vett igénybe.

Az elkészült mintadarabokról ahhoz, hogy vizsgálhatóak legyenek, el kellett távolítani a rozsdamentes acélcsöveket. A csöveket a palástjuk mentén, két helyen lemartuk majd ügyelve épségükre eltávolítottuk és megmértük az infiltrált hosszakat. Ezek után szeletekre vágtuk és csiszolatokat készítettünk (43. ábra), melyeket a hetedik fejezetben részletesen bemutatunk.



43. ábra: A kísérlet során gyártott fémhabokból kimunkált csiszolatok

6. Mérési eredmények

Mérési sorozatunkban azt kívántuk megvizsgálni, hogy az infiltrálási idő és -nyomás milyen hatással van az infiltrált hossza. A technológiai paramétereket a célkitűzésünknek megfelelően állítottuk be, azaz az infiltrálási időt 1, 3, 5 és 7 másodperces értékekre vettük fel, mivel kis időtartományokon kívántuk a méréseket elvégezni. Az eredmények összehasonlíthatóságának érdekében három különböző nyomáson is (2,5; 5 illetve 7,5 bar) végeztük méréseket.

A kialakuló hőmérsékletnek is jelentős szerepe van, ezért két helyen is figyelemmel kísértük az alakulását. Erre a célra termoelemeket használtunk fel, melyek két különböző anyagú, egyik végükön összehegesztett, fémszálból állnak. A környezet hőmérsékletének változásával arányosan változik az összehegesztett részen kialakuló potenciálkülönbség, ennek alapján a hőmérséklet mérni tudjuk.

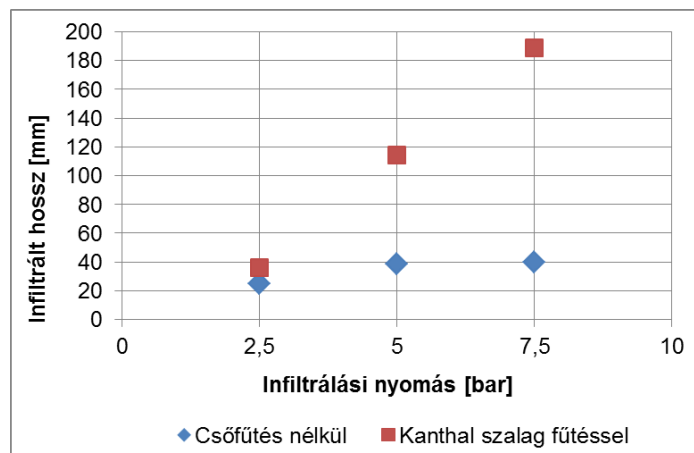
A kísérleteinket közel állandó hőmérsékleteken végeztük el, értékeit 625 ± 10 °C pontossággal állítottuk be, ami $\pm 1,6\%$ -os eltérést jelent az ideálistól. A 4. mérési pontban a cső hőmérsékleténél csak 605 °C -t értünk el, de ez mindössze 3,2%-os különbséget eredményezett. A mérési eredményeket a beállított paraméterekkel a 4. táblázat tartalmazza.

4. táblázat: Méréseink eredményei

Sorszám	Infiltrálási idő (s)	Infiltrálási nyomás (bar)	Olvadék hőmérséklete (°C)	Cső hőmérséklete (°C)	Infiltrálási hossz (mm)
1.	1	2,5	634	624	11
2.	1	5	627	615	43
3.	1	7,5	625	627	91
4.	3	2,5	617	605	26
5.	3	5	617	619	63
6.	3	7,5	623	623	127
7.	5	2,5	624	626	36
8.	5	5	630	620	114
9.	5	7,5	631	630	189
10.	7	2,5	627	627	34
11.	7	5	627	627	144
12.	7	7,5	632	622	200*

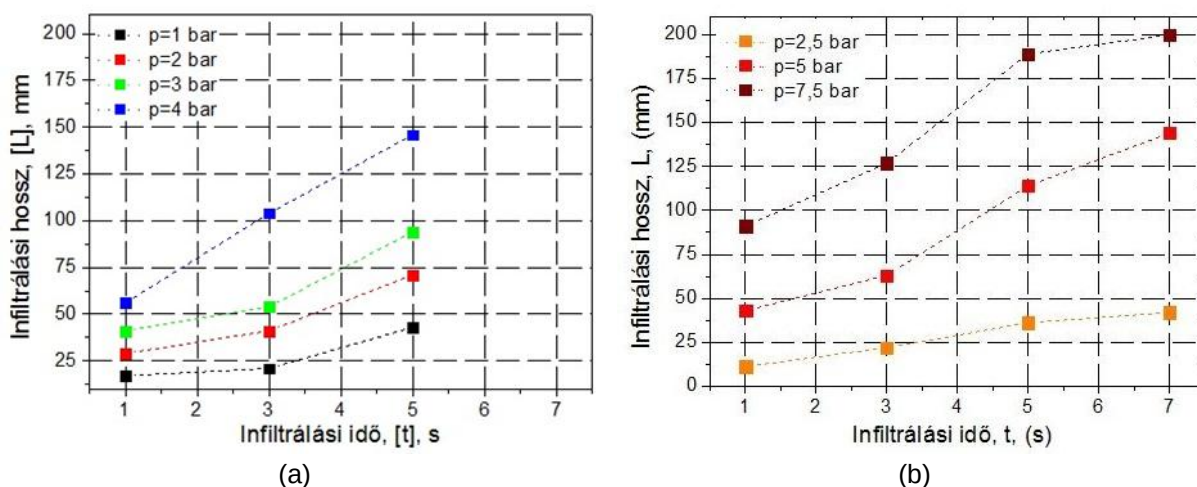
*A cső hossza 200 mm, a végét lezáró szűrőn keresztül átszivárgott az olvadék, ami pár milliméteres növekedést jelenthet.

Az alábbi diagramból (44. ábra) látható, hogy a fűthető Kanthal szalag alkalmazásával az infiltrálási hossz az idő és nyomás függvényében jelentősen megváltozott.



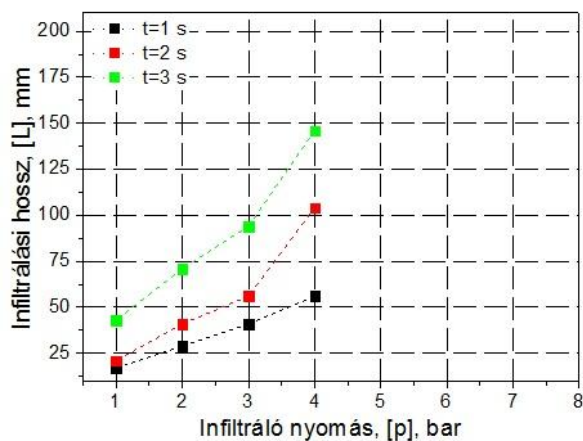
44. ábra: Összehasonlító diagram

A próbatestek vizsgálata és az infiltrálási mélységek meghatározása után az eredményeket diagramokon ábrázoltuk azért, hogy a nyomásos öntés két fő paraméterének – infiltrálási nyomás és idő – hatását be tudjuk mutatni. Ezenkívül a tanszéken korábban végzett kutatásokkal is összehasonlítottuk. Az áttekinthetőség kedvéért a saját illetve a korábbi tanszéki mérések eredményeit két-két különböző diagramon ábrázoltuk (45. és 46. ábra), ahol a mérési pontokat csak azért kötöttük össze szaggatott vonallal, hogy a görbék alakulásának jellegét szemléltessük. Az eddigi szakirodalmi kutatások mind arra világítottak rá (45. ábra (a)), hogy azonos nyomások mellett az infiltrálási hosszak az idő függvényében gyökösen változnak és nem tértek ki a kis időtartományokban tapasztalható szabályszerűségekre. A kutatásunk során kimért pontokat tartalmazó diagramból látható (45. ábra (b)), hogy a grafikonok az általunk feltételezett módon, kezdetben exponenciális, majd gyökös jellegűt mutatnak.

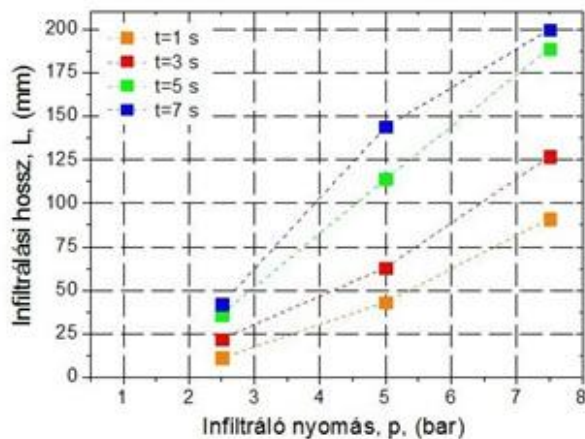


45. ábra: Azonos nyomások mellett korábban elvégzett tanszéki kutatás (a) [10], valamint az általunk elvégzett (b) mérések eredményei

Az alábbi diagramunkon (46. ábra (b)) látható, hogy az infiltrálási időt állandónak véve, és a nyomást változtatva, a mért pontok lineáris jelleget mutatnak, eltérően a korábbi tanszéki mérések eredményeivel (46. ábra (a)), melyek nemlineáris – hatványtörvény – jellegűek.



(a)



(b)

46. ábra: Azonos infiltrálási idők mellett korábban elvégzett tanszéki kutatás (a) [10], valamint az általunk elvégzett (b) mérések eredményei

A fentiek alapján kijelenthetjük, hogy az adott mérési eredmények tükrében megerősítésre kerültek azok a szakirodalmi eredmények, amelyek az infiltrált hossz lineáris változását mutatták az infiltrálási nyomás függvényében. Ugyanakkor a mérési eredményeink megerősítik az inkubációs idő jelenlétét és alátámasztják, hogy a kis infiltrálási idő tartományokban az infiltrálási hossz nem gyökös összefüggést, hanem exponenciális jelleget követ.

7. Mikroszerkezeti elemzés

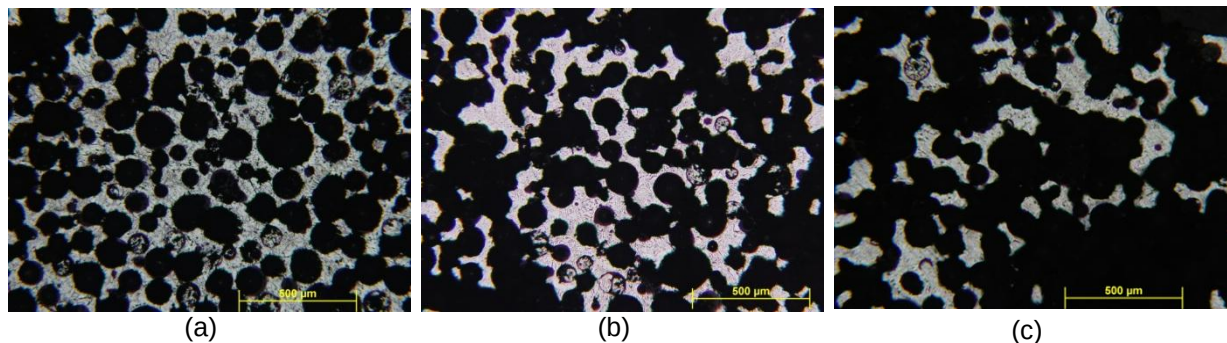
A kísérletek során gyártott hengeres fémhab mintákból különböző magasságokban (a kész darabok hosszától függően 25 mm, 75 mm, 125 mm, valamint 175 mm) mintákat munkáltunk ki annak érdekében, hogy elemezhessük a hosszuk mentén az infiltrálás fokát.

Az olvadt fémötvözet, ahogyan a gömbhéjak között egyre magasabbra hatol a sűrűdési és áramlási veszteségek miatt veszít a nyomásából. Így a szűkebb réseket, a szorosabban rakott gömbhéjak közötti helyeket nem tölti ki, ezáltal nem kívánatos porozitást okoz, csökkenti a nyomószilárdságot, valamint az energiaelnyelő képességet.



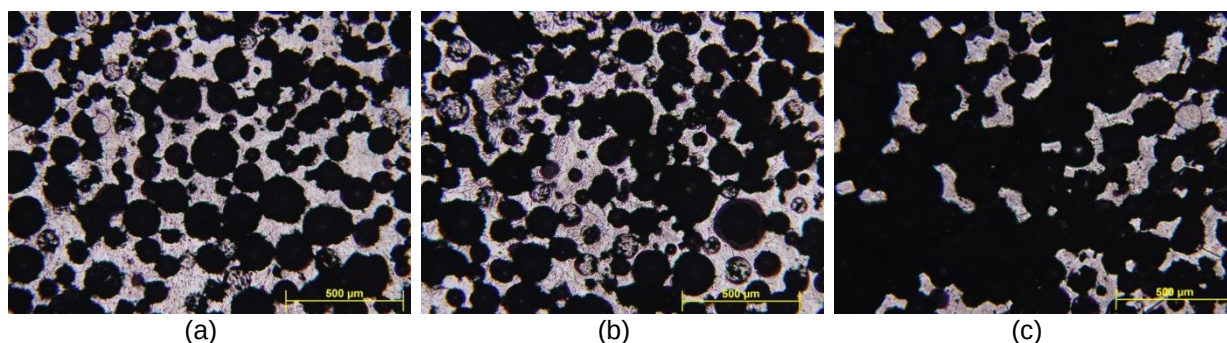
47. ábra: Egyik csiszolat felületéről készült fényképfelvételen is jól kivehető kitöltési hiány

Az 48. ábra az 5 bar nyomáson 7 s-ig végzett nyomásos infiltrálás során gyártott próbatestből (melynek hossza 144 mm) kimunkált minták csiszolatait ábrázolja. A képekből látható, hogy a gömbhéjak közötti anyaghiány, azaz a nem kívánatos porozitás a magasság növekedésével egyre nagyobb. A 125 milliméter magasságnál már több milliméteres anyaghiány is kialakult. (lásd. 47. és 48. ábra (c)).



48. ábra: AlSi12 mátrixú SLG gömbhéj erősítésű kompozit fénymikroszkópi felvételei. 25 mm (a), 75 mm (b), valamint 125 mm (c) magasságból kimunkált minták

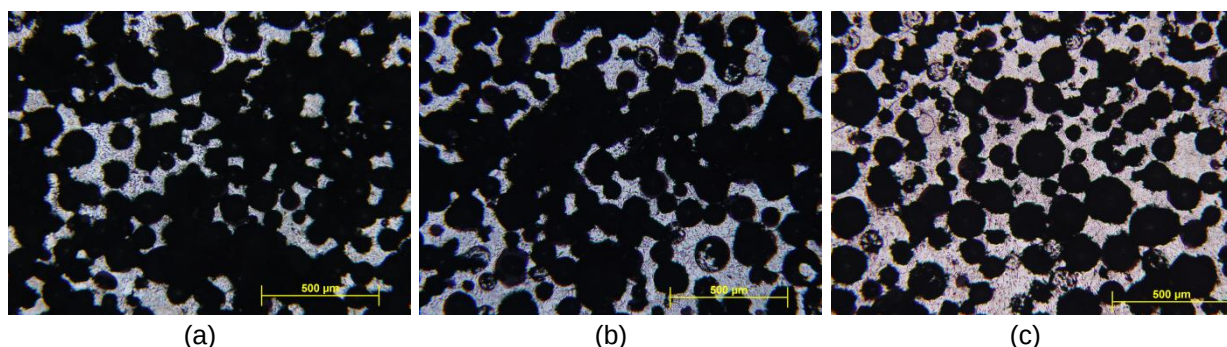
Ez a jelenség nem csak ennél az egy próbatestnél volt megfigyelhető. A 7,5 bar nyomáson és 3 s-ig tartó infiltrálás után kapott mintadarabon is hasonló jelenséget figyeltünk meg (49. ábra).



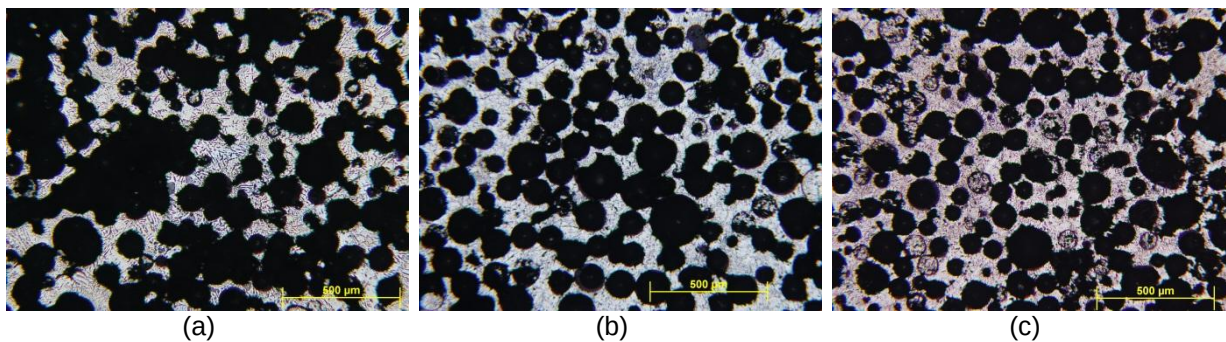
49. ábra: AlSi12 mátrixú SLG gömbhéj erősítésű kompozit fénymikroszkópi felvételei. 25 mm (a), 75 mm (b), valamint 125 mm (c) magasságból kimunkált minták

Az is nyilvánvalóvá vált a mikroszkópi felvételek kiértékelése során, hogy az azonos infiltrálási idővel készített darabokból ugyanazon infiltrálási magasságban kimunkált mintáknak a porozitása a nyomás növekedésével csökkent (50. és 51. ábra). Ezzel ellentétben nőtt a mátrixanyaggal kitöltött gömbhéjak száma, mivel a nagyobb nyomás a gyengébb, vékonyabb falvastagságú gömbhéjakat megrepesztette, vagy összetörte (50. ábra (c), 51. ábra (c) és 52. ábra). Ez a jelenség a szintaktikus fémhab tömegének növekedését okozza, ami hátrányos, mivel az ipar egyik legfontosabb elvárása a minél nagyobb mértékű súlycsökkentés. Az előző két egymással ellentétes hatást ismerve egy optimális nyomást kell találni, amelyet alkalmazva jó minőségű, azaz megfelelő mechanikai tulajdonságokkal rendelkező, kis tömegű fémhabot állíthatunk elő.

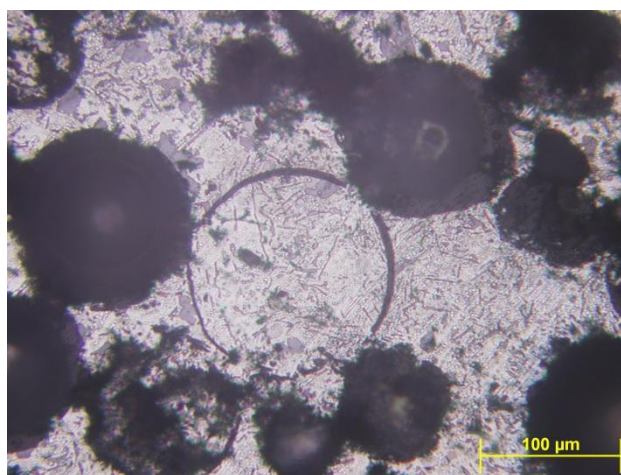
Az 52. ábrán jól látható, hogy az öt másodpercig, 7,5 bar nyomással gyártott mintadarabban a sérült gömbhéjat a szilumin teljes mértékben ki tudja tölteni.



50. ábra: AlSi12 mátrixú SLG gömbhéj erősítésű kompozit fénymikroszkópi felvételei az 3 másodpercig, 2,5 bar (a), 5 bar (b), valamint 7,5 bar (c) nyomással gyártott és 25 mm magasságból kimunkált mintákról



51. ábra: AISi12 mátrixú SLG gömbhéj erősítésű kompozit fénymikroszkópi felvételei az 5 másodpercig, 2,5 bar (a), 5 bar (b), valamint 7,5 bar (c) nyomással gyártott és 25 mm magasságból kimunkált mintákról



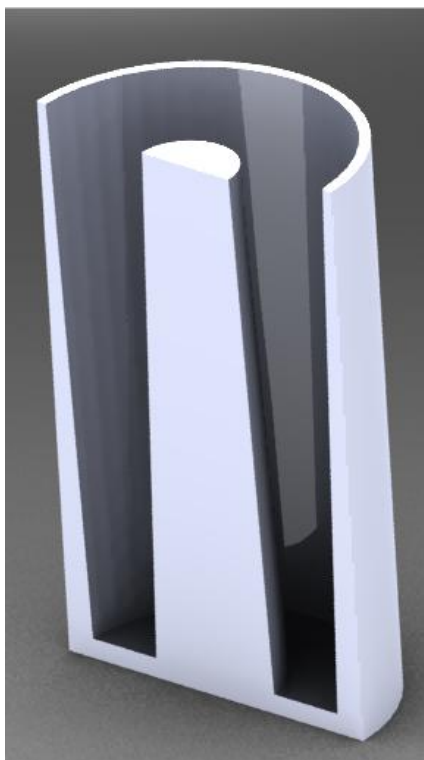
52. ábra: 5 másodpercig, valamint 7,5 bar nyomással gyártott AISi12 mátrixú SLG gömbhéj erősítésű kompozit 25 mm magasságból kimunkált mintája

8. További fejlesztési terveink

8.1. Előforma öntés

Az előkészületeknél említettük, hogy a felhasználni kívánt alumínium ötvözetet formába kellett öntenünk, majd az így kapott előformát ki kellett fúrni. Annak érdekében, hogy az előkészületi időt csökkentsük, egy olyan tégelyt szeretnénk megtervezni és legyártatni, amelybe az olvadt ötvözetet öntve egyből a kívánt előformát kapjuk. Ez annyit jelent, hogy a kísérlet során is használt, az előformát tartalmazó tégelyt gyártanánk oly módon, hogy a tégely palástját kúposra esztergáljuk, majd a tégely lemezből kivágott fenekét – melyre előre felhegesztettünk egy kúpos betétet – a palásthoz hegesztjük. A megtervezni kívánt tégelyt az 53. ábra szemlélteti.

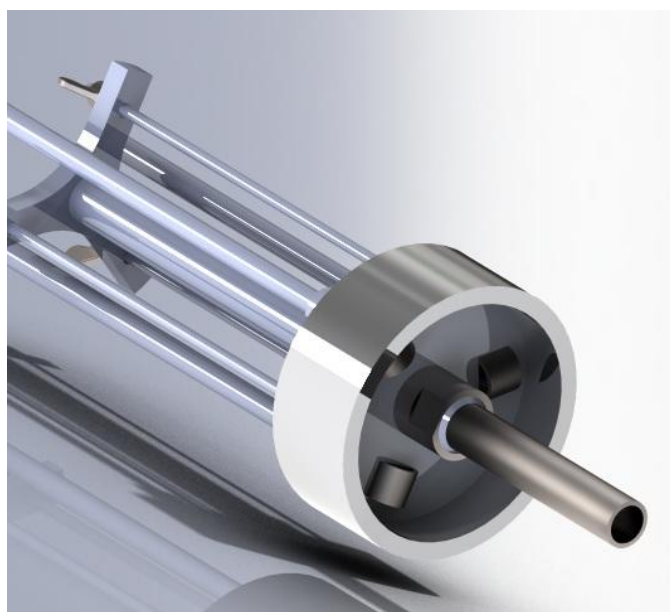
Az új tégely megtervezése során a kúpos betétet úgy kell méreteznünk, hogy az elkészített előforma furatának átmérője minden keresztmetszetben legalább 2-3 milliméterrel nagyobb legyen, mint a belekerülő cső mérete. Ennek nemcsak a könnyebb összeillesztés az oka, hanem az is, hogy mivel az ömledék hőmérsékletét mérő termoelemet az alumínium és a cső közé rakjuk, így ennek az elhelyezése is egyszerűbben megvalósítható lesz.



53. ábra: Az előforma alakját adó tégely 3D-s metszeti képe

8.2. Ciklusidő csökkentés

Egy adott paraméterekkel beállított infiltrálás – a hűtési idők okán – átlagosan két napot vett igénybe, ezért fontosnak találtuk, hogy a ciklusidőt lerövidítsük. A kísérlet utáni hűtési folyamatokon nem gyorsíthatunk, mivel a berendezést vízzel nem hűthetjük, mert az vetemedést okozna, ezáltal a berendezésünk használhatatlanná is válhat. Az egyik megoldási lehetőség, hogy az olvadékvezető csövet – amelyben, és amelyen az ömledék a kísérlet után megszilárdul – a felső kupakról leszerelhetővé tesszük hegesztett helyett menetes kialakításával. Mivel a cső falvastagsága nem engedi meg, hogy közvetlenül rajta alakítsunk ki menetet, ezért egy hüvelyes betétet hegesztünk fel, amelynek a cső vége felőli részére menetet vágunk, a másik végén pedig marással lelapolást alakítunk ki annak érdekében, hogy könnyen leszerelhető legyen (54. ábra). A felső kupakból a már benne lévő csövet eltávolítjuk és a helyén menetet alakítunk ki.



54. ábra: Szerelhető olvadékvezető cső

9. Összefoglalás, perspektívák

Eddigi munkánk alapján a következőket állapíthatjuk meg:

- A tavalyi TDK dolgozatban bemutatott új fejlesztésű készülékkel elvégeztünk egy sorozatmérést, mellyel az infiltrálási paraméterek hatását vizsgáltuk és hasonlítottuk össze a tanszéken elvégzett kutatási eredményekkel.
- Az idő függvényében az infiltrált hossz a várt eredményt produkálta, azaz a kezdeti szakaszban exponenciális jelleget mutatott, majd gyököset.
- A nyomás függvényében a létrejött próbatest hossza lineárisan változott ellentétben a korábbi eredményekkel, melyek parabolikusan változtak.

További céljaink:

- Csökkenteni az előkészületi munkákat előforma adó tégely létrehozásával.
- Az eszközünket úgy áttervezni és olyan módosításokat végrehajtani, hogy naponta legalább egy öntést tudjunk elvégezni.
- Ha a fenti feltételek teljesültek, akkor minden mérési ponton többször elvégezni a kísérleteket, hogy biztosabban tudjuk meghatározni az infiltrálási paraméterek hatásait a létrejövő szintaktikus fémhab hosszára.
- Távolabbi célunk, hogy több mátrixanyag és gömbhég típus esetére is széleskörű méréseket végezzünk, összehasonlítva azokat egymással.

10. Felhasznált irodalom

- [1] E. W. Washburn: The dynamics of capillary flow, *The Physical Review*, 2 (1921-03), 273-283
- [2] K. A. Semlak, F. N. Rhines: The rate of infiltration of metals, *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, (1958-06), 325-331
- [3] R. Asthana, P. K. Rohatgi, S. N. Tewari: Infiltration processing of metal – matrix composites: a review, *Processing of Advanced Materials*, 2 (1992-02), 1-17
- [4] D. Muscat, R. A. L. Drew: Modeling the infiltration kinetics of molten aluminum into porous titanium carbide, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25A (1994-11), 2357-2370
- [5] P. K. Rohatgi, R. Q. Guo, H. Iksan, E. J. Borchelt, R. Asthana: Pressure infiltration technique for synthesis of aluminium – fly ash particulate composite, *Materials Science and Engineering A*, A244 (1998), 22-30
- [6] K. P. Trumble: Spontaneous infiltration of non-cylindrical porosity: close-packed spheres, *Acta Metallurgica Inc.*, 46/7 (1998), 2363-2367
- [7] C. Garcia-Cordovilla, E. Louis, J. Narciso: Pressure infiltration of packed ceramic particulates by liquid metals, *Acta Metallurgica Inc.*, 47/18 (1999), 4461-4479
- [8] G. Kaptay: Interfacial aspects to produce particulate reinforced metal matrix composites, *Affordable Metal-Matrix Composites for High Performance Applications*, (2001), 72-99
- [9] T. Bárczy, G. Kaptay: Modeling the infiltration of liquid metals into porous ceramics, *Materials Science Forum*, 473-474 (2005), 297-302
- [10] Dr. Orbulov Imre Norbert: Szintaktikus fémhabok, PhD-értekezés, (2009)
- [11] www.envirospheres.com, utolsó sikeres elérés: 2012. október 31.
- [12] Rácz András és Tóth Levente Ferenc: Eszközfejlesztés mikrogömbhéjak infiltrálásához, TDK dolgozat, (2011)