# ANALIZA MIKROSTRUKTURE KOMPOZITOV AISi7-SiC, IZDELANIH PO POSTOPKU TIKSOTROPNEGA ULIVANJA

# THE MICROSTRUCTURE ANALYSIS OF AISi7-SIC COMPOSITES MADE BY THIXOCASTING PROCESS

#### REBEKA RUDOLF, A. KRI@MAN

Fakulteta za strojni{tvo, Smetanova 17, 2000 Maribor

Prejem rokopisa - received: 1997-10-01; sprejem za objavo - accepted for publication: 1997-12-19

Pri postopku tiksotropnega ulivanja intenzivno me{amo trdno in teko-o fazo v dvofaznem podro-ju, s ~imer prepre-imo normalno rast dendritov in povzro-imo nastanek  $\alpha$ -globulitnih zrn. Ta postopek se ~edalje ve~ uporablja pri izdelavi kompozitov, saj se dodani delci SiC gravitacijsko ne posedajo, prav tako pa ne splavajo na povr{ino taline. Opazimo tudi izbolj{anje stopnje omo-ljivosti ter enakomerne porazdelitve delcev SiC v kovinski osnovi. V tem prispevku podajamo analizo mikrostrukture izdelanega kompozita AlSi7-SiC. Raziskave so pokazale, da je enakomerna porazdelitve delcev SiC v kovinski osnovi odvisna od prostorninskega dele'a teh delcev, ~asa izotermnega me{anja, temperature dvofaznega podro-ja in hitrosti ohlajevanja s temperature dvofaznega podro-ja do sobne temperature. Prav tako pa je tudi stopnja sferoidizacije primarne faze  $\alpha_{Al}$  mo-no odvisna od dele' a in oblike delcev SiC.

Klju-ne besede: tiksotropno ulivanje, kompoziti AlSi7-SiC, globulitna mikrostruktura

Thixocasting is a novel process where liquid and solid phase of an alloy are vigorously stirred. The normal growing of dendrites is hindered and  $\alpha$  primary globular crystals evolve. Materials produced in this way are very suited for metal matrix composites. By this procedure one achieves better homogeneity and wettability of reinforcement elements. It was found that a variety of ceramic particulates could be added to the semisolid slurry and kept in suspension without floating or settling. This paper deals with microstructure analysis of composites AISi7-SiC made by thixocasting procedure. Results show that homogeneous distribution of SiC in matrix depends on volume fraction of SiC, particle size and morphology of SiC, isothermal stirring time, temperature in the semi-solid and cooling velocity from semi-solid to room temperature. The degree of spheroidation of  $\alpha_{AI}$  primary grains is strongly influenced by the presence of SiC elements.

Key words: thixocasting, AISi7-SiC composites, globular microstructure

#### 1 UVOD

Danes ima tehnolo{ki pomen postopek tiksotropnega ulivanja predvsem za aluminijeve zlitine, saj {iri obmo~je uporabe tla~nega litja, vedno bolj pa ga uporabljajo pri izdelavi kompozitov. Tiksotropno ulivanje je relativno enostavno in poceni, ker ga je mo' no dograditi in uporabiti na 'e obstoje~ih napravah.

Kontrolirana viskoznost suspenzij v podro-ju L+ $\alpha$ omogo-a izdelavo izvrstnih izhodnih materialov za kompozite, saj dodani elementi za utrjevanje ne splavajo na povr{ino taline in se gravitacijsko ne posedajo<sup>1</sup>. Izbolj{ana je tudi omo-ljivost med delci in talino. Pri vgradnji delcev SiC v talino ~istega aluminija nastaja pri temperaturah nad 923 K (650°C) stabilna spojina Al<sub>3</sub>C<sub>4</sub>, nastali silicij pa difundira v talino<sup>2</sup>. Nastala spojina Al<sub>3</sub>C<sub>4</sub>, ote' uje litje, hkrati pa predstavlja nukleacijska mesta za korozijo. ^e dodamo aluminiju nekaj silicija, izbolj{amo stabilnost SiC v tak{ni aluminijevi talini. To prikazuje **slika 1**<sup>2</sup>. Pri kompozitih AlSi7, ki so utrjeni z delci SiC in ki so izdelani pod temperaturo 1020 K (747°C), tako ne nastaja spojina Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>. To pomeni {iroko uporabo zlitine AlSi7 za kompozite s kovinsko osnovo.

Ker smo za izdelavo kompozitov uporabili me{anje taline v polteko~em stanju, so bile temperature relativno nizke. Me{ali smo jo v za{~itni atmosferi. Na mejnih

KOVINE, ZLITINE, TEHNOLOGIJE 32 (1998) 3-4

povr{inah med delci SiC in osnovo aluminijeve zlitine so nastali ve~inoma oksidi, saj je zreagirala samo zunanja plast delcev SiC, tj. SiO<sub>2</sub>. V mikrostrukturi nismo opazili spojine Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>.

V delu smo podrobno raziskali procesne parametre, ki vplivajo na mikrostrukturo kompozitov. Za kovinske osnove smo uporabili tri aluminijeve zlitine: AISi7,



Slika 1: Odvisnost koncentracij Si v talini aluminija od temperatur, pri katerih je delec SiC stabilen in kjer ne nastane Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> $^2$ 

Figure 1: Ranges of Si concentration and temperature for which SiC is stable and  $\text{Al}_4\text{C}_3$   $\text{forms}^2$ 

R. RUDOLF, A. KRI@MAN: ANALIZA MIKROSTRUKTURE KOMPOZITOV ...

AlSi7Mg in AlSi7MgSr, ki smo jih utrjevali z znanim prostorninskim dele' em SiC. Spremljali smo procese, ki potekajo v za~etni fazi vgrajevanja delcev SiC v matrico aluminijeve zlitine. Ovrednotili pa smo tudi reakcijske produkte na mejnih povr{inah med komponentama.

# 2 EKSPERIMENTALNO DELO

Kemijsko sestavo zelo ~istih aluminijevih zlitin in delcev SiC prikazuje **tabela 1**. Delce SiC velikostnega razreda 50  $\mu$ m izdeluje podjetje Norton iz Norve{ke, 10  $\mu$ m SiC pa proizvaja Aldrich Chemical Company, Inc. - ZDA. Pri izdelavi kompozitov smo upo{tevali raziskane procesne parametre tiksotropnega ulivanja na mikrostrukturo zlitine AlSi7<sup>3</sup>.

Tabela 1: Kemijska sestava Al-zlitin in delcev SiC (mas.%) Table 1: Chemical composition of the Al-alloys and SiC particles used (wt.%)

	Si	Fe	Mg	Sr	Ti	Mn	Al
AlSi7	6,6	0,27	-	-	0,001	0,07	razlika
AlSi7Mg	7,08	0,005	0,39	-	0,104	0,005	5 razlika
AlSi7Mg s Sr	7,05	0,13	0,27	0,34	0,124	0,003	3 razlika
	Si prosti F		е	SiO <sub>2</sub>	C prosti		SiC
SiC 50 µm	0,3-0,6	0,08	-0,1	0,3-0,8	0,2-0	),4 F	Razlika
SiC 10 um	0,15	0,0	08	0,56	0,2	6 1	Razlika

Izdelali in raziskali smo naslednje kompozite:

- 1. AISi7, utrjen z 10 in 20 prost. % 50 µm SiC
- 2. kompozite, utrjene z 10 µm delci SiC:
  - AISi7, utrjen z 20 prost. % SiC
  - AISi7Mg, utrjen z 20 prost. % SiC
  - AISi7MgSr, utrjen z 20 prost. % SiC

# 2.1 Izdelava kompozitov AlSi7, utrjenih z 10 in 20 prost. % 50 μm SiC

Zlitino AlSi7 smo pretalili pri 640°C in jo prelili v grafitni lonec eksperimentalne naprave (slika 2), kjer je



Slika 2: Naprava za mehansko me{anje taline Figure 2: Mechanical stirrer



Slika 3: Porazdelitev velikosti delcev SiC: a) 50  $\mu m$  in b) 10  $\mu m$  Figure 3: Distribution of average size of SiC particles: a) 50  $\mu m$  and b) 10  $\mu m$ 

potekalo mehansko me{anje taline v za{~itni argonski atmosferi. Grafitni lonec je bil segret na temperaturo taline. Zlitino smo me{ali s hitrostjo 600 vrtljajev na minuto.

Med me{anjem smo zlitino AlSi7 ohlajali s hitrostjo 2°C/min od temperature 640°C do 615°C in jo izotermno me{ali 30 minut. Nato smo dodali delce SiC, ki smo jih 'e prej segrevali 3 ure pri temperaturi 615°C. S tem smo zagotovili dovolj debelo oksidno plast SiO<sub>2</sub> na delcih SiC. Debelino oksidne plasti smo izmerili z elektronskim mikroskopom in je bila 0,6 µm. Porazdelitev velikosti delcev SiC, ki je bila ugotovljena v Talum-u Kidri~evo na napravi Malvern Instruments, prikazuje slika 3a. Kompozit smo nadalje izotermno me{ali z enako hitrostjo. Vzorce smo odvzeli v ~asovnih zaporedjih 10, 20 in 30 minut. Pri vsakem odvzemu smo jih ve~ino gasili v vodi, da bi ohranili med me{anjem nastalo mikrostrukturo. Druge smo po~asi ohlajali do sobne temperature, da bi ugotovili, kako se porazdelijo delci SiC v osnovi zlitine AlSi7.

KOVINE, ZLITINE, TEHNOLOGIJE 32 (1998) 3-4

Odvzete vzorce smo nato uporabili za metalografske preiskave, ki smo jih opravili z elektronskim mikroskopom, ki je bil opremljen z analizatorjem EDS.

# 2.2 Izdelava aluminijevih kompozitov, utrjenih z 10 μm delci SiC

Pri izdelavi kompozitov smo upo{tevali raziskane parametre mikrostrukture in tiksotropnega ulivanja iz zgornjega poglavja.

Vsaka od treh aluminijevih zlitin je bila pretaljena pri 640°C in nato prelita v grafitni lonec eksperimentalne naprave, kjer je potekalo mehansko me{anje taline v za{~itni argonski atmosferi. Grafitni lonec je bil v napravi za mehansko me{anje segret na temperaturo zlitine. Poskuse smo naredili pri za~etni hitrosti me{anja 600 vrtljajev na minuto. Med me{anjem smo vsako zlitino ohlajali s hitrostjo 2°C/min od temperature 640°C do 615°C in jo nato izotermno me{ali 30 minut. Nato smo dodali 20 prost.% SiC, ki smo ga 'e prej 3 ure segrevali pri 615°C. Debelina oksidne plasti delcev je bila pribli'no 0,09 µm. Porazdelitev velikosti delcev SiC, ki je bila ugotovljena v Talum-u Kidri~evo na napravi Malvern Instruments, prikazuje slika 3b. Vgradnja delcev SiC v zlitino je bila pri hitrosti me{anja 600 vrtljajev na minuto po~asna (zaradi majhne velikosti delcev, 10 µm), zato smo pove~ali hitrost me{anja na 1000 vrtljajev na minuto in pri tej hitrosti izotermno me{ali kompozite 5 minut. S tem smo zagotovili vgradnjo 99% vseh delcev SiC. Hitrost smo nato zmanj{ali na 600 vrtljajev na minuto in me{ali kompozite {e nadaljnjih 15 minut. Nato smo odvzeli vzorce, ki smo jih gasili v vodi. Na ta na~in smo v glavnem ohranili porazdelitev delcev SiC v kovinski osnovi iz dvofaznega podro~ja. Kompozite smo nato med me{anjem kontinuirno ohlajali s hitrostjo 2°C/min do 605°C in jih nato ponovno izotermno me{ali 20 minut.

# **3 REZULTATI IN DISKUSIJA**

# 3.1 Mikrostruktura kompozitov AlSi7, utrjenih z 10 in 20 prost.% 50 µm SiC

Na mejni povr{ini med zunanjo plastjo delcev SiC in talino AlSi7 je verjetno pri{lo do reakcije<sup>4</sup>:

$$[SiO_2] + 4/3{AI} = 2/3 [AI_2O_3] + {Si}$$
(1)

Op. Oglati oklepaj [] pomeni trdno fazo, zaviti pa {} talino.

Nastali so aluminijevi oksidi, silicij pa je difundiral v talino. S tem smo dosegli neko stopnjo omo-ljivosti med talino AISi7 in delci SiC.

V primeru, da bi se plast SiO<sub>2</sub> porabila, bi talina pri{la v neposreden dotik s silicijevim karbidom in do nastanka stabilne spojine  $Al_4C_3$  po reakciji<sup>4</sup>:

$$4\{AI\} + 3[SiC] = [AI_4C_3] + 3\{Si\}$$
(2)

KOVINE, ZLITINE, TEHNOLOGIJE 32 (1998) 3-4

Pri natan~nem pregledu vzorcev na mejnih povr{inah med Al/SiC nismo na{li aluminijevih karbidov, ker se zunanja plast delcev SiC tj. SiO<sub>2</sub> ni porabila in tudi izdelavne temperature so bile nizke.

### 3.1.1 Kompoziti, utrjeni z 10 prost. % 50 µm SiC

Pri kompozitu, ki smo ga po~asi ohlajali, je pri{lo do gravitacijskega posedanja delcev SiC, saj so bili relativno veliki, in s tem do niihove neenakomerne porazdelitve v osnovi (slika 4). Zaradi po~asnega ohlajanja kompozita so se delci dalj ~asa zadr'evali v talini, kar je omogo~ilo njihovo gravitacijsko posedanje, saj imajo nekoliko ve~jo gostoto kot talina. Tudi delno zlomljeni dendriti primarne faze  $\alpha_{AI}$  so se dalj ~asa zadr' evali v talini, kar je omogo~ilo njihovo rast. Rozete primarne faze  $\alpha_{AI}$  so velikostnega razreda 60 µm. Zaradi po~asnega ohlajevanja se je preostala talina strjevala v normalni evtektik. Mikrostruktura osnove je bila tako grobo izoblikovana. Delci SiC so se vgrajevali v meddendritne prostore evtektika. Pri nadaljnjih raziskavah smo opustili raziskovanje vzorcev kompozita, ki bi ga po~asi ohlajali s temperature dvofaznega podro~ja do sobne.

Na **sliki 5a** podajamo mikrostrukturo kompozita, ki smo ga izotermo me{ali 10 minut in nato gasili v vodi. Zaradi kratkega ~asa me{anja ni pri{lo do enakomerne porazdelitve delcev SiC v dupleks mikrostrukturo osnove, zato ne moremo govoriti o uspe{ni disperziji utrjevalnih delcev. Na pre-nem prerezu vzorca smo opazili, da je pribli' no 80% povr{ine osnove brez utrjevalnih delcev. Delci SiC so se vgrajevali v meddendritne prostore evtektika in posredno vplivali tudi na obliko primarnih zmesnih kristalov  $\alpha_{AI}$ . Tako so se globuliti  $\alpha_{AI}$  na sti~nih mestih z delci SiC nekoliko deformirali in so imeli popa~eno elipsasto obliko. Globuliti primarne faze  $\alpha_{AI}$  so dvakrat manj{i od delcev SiC in od globulitov vzorca, ki smo ga po~asi ohlajali do sobne temperature in so bili velikostnega razreda 15 µm. Raziskave so tudi pokazale,



Slika 4: Mikrostruktura kompozita AlSi7-10 prost.% 50  $\mu$ m SiC: izotermno me{anje pri temperaturi 615°C: t<sub>me{</sub> = 10 min, v<sub>me{</sub> = 600 vrtljajev na minuto, hlajenje: po-asi do sobne temp., pove-ava 250-krat Figure 4: Microstructure of the composite AlSi7-10 vol.% 50  $\mu$ m SiC at T = 615°C, isothermally sheared for 10 min, v<sub>stir</sub> = 600 rpm, slow cooled, magnification 250x

R. RUDOLF, A. KRI@MAN: ANALIZA MIKROSTRUKTURE KOMPOZITOV ...

da je prostorninski dele' delcev SiC 10% premajhen, da bi dobili dovolj dobro stopnjo enakomerne porazdelitve delcev SiC. Prav tako pa so delci SiC preveliki, da bi se med me{anjem enakomerno porazdelili v talini med globulite  $\alpha_{AI}$ . Na mejnih povr{inah med talino AlSi7 in delci SiC so nastali aluminijevi oksidi. **Slika 6** prikazuje porazdelitev elementov na mejni povr{ini, ki smo jih identificirali z elektronskim mikroskopom in analizatorjem EDS.

Mikrostruktura kompozita, ki smo ga izotermno me{ali 20 minut in nato gasili v vodi, je prikazana na sliki 5b. Na pre~nem prerezu vzorca ni enakomerne porazdelitve delcev SiC po povr{ini, tako da ne moremo govoriti o homogeni mikrostrukturi. To je posledica prevelikih delcev SiC in njihovega premajhnega prostorninskega dele'a. Ker so bili delci SiC relativno veliki je med me{anjem pri{lo tudi do njihovega drobljenja, kar je verjetna posledica predhodnih (inicialnih) razpok na povr{ini delcev, toplotnih obremenitev in abrazije pri me{anju. To prikazuje slika 5b, kjer v skupini delcev SiC opazimo veliko {tevilo drobnih delcev. V neposredni bli' ini so vidni globuliti  $\alpha_{AI}$  nepravilnih oblik. Da bi dobili bolj{o stopnjo enakomerne porazdelitve delcev SiC v osnovi, smo za nadaljnje raziskave uporabili manj{e delce SiC. Ti se med izdelavnim procesom niso drobili ter aglomerirali in tako neugodno vplivali na obliko primarnih zmesnih kristalov, kakor tudi na samo porazdelitev v dupleks mikrostrukturi osnove.

Mikrostruktura kompozita, ki smo ga me{ali 30 minut, je podobna tisti, kjer smo kompozit me{ali 20 minut. Zaradi premajhnega dele'a delcev SiC ne moremo govoriti o enakomerni porazdelitvi utrjevalnih elementov. Dalj{e me{anje je povzro~ilo {e pove~ano drobljenje in aglomeracijo delcev SiC. Za~el pa je te~i tudi proces Ostwaldovega zorenja delcev primarne faze  $\alpha_{Al}$ , kar je



Slika 5: Mikrostruktura kompozita AlSi7-10 prost.% 50  $\mu$ m SiC, v<sub>me(</sub> = 600 vrtljajev na minuto, izotermno me{anje pri 615°C, f<sub>s</sub> P 12%: (a) t<sub>me(</sub> = 10 min, (b) t<sub>me(</sub> = 20 min; ga{enje v vodi; pove-ava 250-krat Figure 5: Microstructure of the composite AlSi7-10 vol.% 50  $\mu$ m SiC at T = 615°C, f<sub>s</sub> P 12%, v<sub>stir</sub> = 600 rpm, isothermally sheared for: (a) 10 min, (b) 20 min; water quenched; magnification 250x



Slika 6: Porazdelitev elementov na mejni povr{ini med delcem SiC in osnovo AlSi7

Figure 6: Distribution of elements on interfaces between the particles of SiC and AISi7 matrix

vplivalo na mikrostrukturo osnove. Tako smo na nekaterih mestih opazili do dvakrat ve~je globulite (velikostni razred 30 µm) od tistih v vzorcu, ki smo ga me{ali 20 minut. Proces Ostwaldovega zorenja je namre~ {e posebej te' ko prepre~iti v primerih, ko je dele' utrjevalnih elementov majhen, saj to pomeni premalo ovir za zaustavitev procesa zorenja.

# 3.1.2 Kompoziti, utrjeni z 20 prost.% 50 µm SiC

Pri izdelavi kompozitov z 20 prost.% SiC je v ve~ini primerov pri{lo do bolj{e stopnje porazdelitve elementov utrjevanja, saj je bilo v osnovi ve~ delcev SiC.

Mikrostrukturo kompozita, ki smo ga me{ali 10 minut po tem, ko smo dodali delce SiC, prikazuje **slika 7a**. Vzorec smo gasili v vodi. Delci so se dokaj enakomerno porazdelili po osnovi in so se vgrajevali v meddendritne prostore evtektika. Globuliti primarne faze  $\alpha_{AI}$  so bili velikostnega razreda 15 µm. Ker smo v tem primeru imeli ve-ji dele' SiC delcev, so se ti drobili, zato v mikrostrukturi opazimo veliko {tevilo majhnih delcev SiC. Posamezni imajo tudi po{kodovano povr{ino.

Pre-ni prerez vzorca kompozita, ki smo ga me{ali 20 minut, prikazuje **slika 7b**. Zaradi dalj{ega ~asa me{anja so se delci SiC {e dodatno drobili in aglomerirali, kar je zmanj{alo stopnjo enakomerne porazdelitve. Globuliti primarne faze  $\alpha_{Al}$  so imeli enako velikost kot globuliti vzorca, ki smo ga me{ali 10 minut.

Podobno mikrostrukturo ima tudi kompozit, ki smo ga me{ali 30 minut. Tu in tam so vidni za~etki procesa Ostwaldovega zorenja delcev primarne faze  $\alpha_{Al}$ . Tako so ti globuliti do dvakrat ve~ji kot pri drugih dveh vzorcih, kar pa seveda vpliva tudi na ni'jo stopnjo enakomerne porazdelitve delcev (slika 7c).

Da bi dobili homogeno mikrostrukturo kompozita, smo pri nadaljnjih izdelavah utrjevali kompozite z 20% prostorninskim dele'em delcev SiC. S tem dele'em smo zagotovili zadostno koli~ino delcev, ki so se enakomerneje porazdelili po kovinski osnovi.



Slika 7: Mikrostruktura kompozita AlSi7-20 prost.% 50  $\mu$ m SiC, v<sub>me(</sub> = 600 vrtljajev na minuto, ga{enje v vodi s 615°C, f<sub>S</sub> P 12%, izotermno me{anje: (a) t<sub>me(</sub> = 10 min, (b) t<sub>me(</sub> = 20 min, (c) t<sub>me(</sub> = 30 min; pove-ava 250-krat

# **Figure 7:** Microstructure of the composite AISi7-20 vol.% 50 $\mu$ m SiC at T = 615°C, f<sub>s</sub> P 12%, v<sub>stir</sub> = 600 rpm, water quenched, isothermally sheared for: (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 30 min; magnification 250x

# 3.2 Mikrostruktura aluminijevih kompozitov, utrjenih z 20 prost.% 10 μm SiC

Pri nadaljnjih raziskavah smo 'eleli ugotoviti vpliv materiala osnove in temperature dvofaznega podro-ja na mikrostrukturo kompozita. Pri ugotavljanju tega vpliva smo izbrali materiale, ki so se razlikovali le pri enem ali dveh legirnih elementih. @eleli smo ugotoviti vpliv magnezija kot elementa, ki naj bi izbolj{al omo-ljivost med delci SiC in talino, ter stroncija, s katerim modificiramo aluminijeve zlitine, ki imajo ve-ji dele' silicija, da dobimo drobno evtekti-no mikrostrukturo. Pri raziskavi mikrostrukture kompozitov v prvem delu smo namreugotovili, da pri strjevanju potiskajo rasto-i globuliti  $\alpha_{AI}$ pred seboj delce SiC, ki se nakopi-ijo v meddendritnih prostorih evtektika.

Pri izdelavi kompozitov, katerih osnova je vsebovala majhen dele' magnezija, so nastali {tevilni reakcijski produkti na mejni povr{ini med talino in SiC delci. Prevladovale so verjetno naslednje reakcije<sup>4</sup>:

$$[SiO_2] + 4/3{AI} = 2/3 [AI_2O_3] + {Si}$$
(3)

$$[SiO_2] + 1/2\{Mg\} + \{AI\} = 1/2 [MgAI_2O_4] + \{Si\}$$
(4)

 ${Mg} + 4/3 [Al_2O_3] = [MgAl_2O_4] + 2/3{Al}$  (5)

 $\{Mg\} + [AI_2O_3] + \{O\} = [MgAI_2O_4]$ (6)

 $\{Mg\} + 2\{AI\} + 3\{O\} = [MgAI_2O_4]$ (7)

KOVINE, ZLITINE, TEHNOLOGIJE 32 (1998) 3-4

# 3.2.1 Kompoziti AlSi7, utrjeni z 20 prost.% 10 µm SiC

Mikrostrukturo kompozita, ga{enega s temperature 615°C, prikazuje slika 8a. Da bi ugotovili, kam se bodo vgradili delci SiC, smo vzorec gasili v vodi. Z mikroposnetka je razvidno, da so se delci namestili v meddendritne prostore evtektika. V talini ni bilo magnezija, zato smo na mejnih povr{inah na{li aluminijeve okside, kot pri kompozitih, obravnavanih v prvem delu ~lanka. Ker so imeli delci SiC dovolj debelo oksidno plast, je bilo omo~enje med talino in njihovo povr{ino dobro. Na mejnih povr{inah nismo opazili poroznosti. Kot so pokazali rezultati raziskav mikrostrukture, se delci niso posedali na dno, ampak so se zelo enakomerno razporedili po osnovi. Zaradi majhne velikosti delcev SiC se globuliti primarne faze  $\alpha_{AI}$  niso deformirali v tak{ni meri kot pri kompozitih, ki so bili utrjeni z delci velikostnega razreda 50 μm.

Ko smo kompozit nato med me{anjem kontinuirno ohlajali s hitrostjo 2°C/min do 605°C in ga s hitrostjo 600 vrtljajev na minuto izotermno me{ali {e 20 minut, smo dobili mikrostrukturo, ki jo prikazuje **slika 8b**. Zaradi dalj{ega ~asa me{anja in ni'je temperature dvofaznega podro-ja so potekali v mikrostrukturi osnove procesi, zna~ilni za tiksotropne materiale. Zaradi ve-jega dele' a trdne faze nismo mogli prepre~iti sferoidizacijo dendritov in nastanek grobo izoblikovane mikrostrukture. Izmerili smo, da je velikost primarnih zmesnih kristalov  $\alpha_{AI}$  do trikrat ve-ja kot pri vzorcu, ki smo ga odvzeli pri 615°C. Globuliti so tako velikostnega razreda

#### R. RUDOLF, A. KRI@MAN: ANALIZA MIKROSTRUKTURE KOMPOZITOV ...



Slika 8: Mikrostruktura kompozita AlSi7-20 prost.% 10  $\mu$ m SiC, v<sub>me</sub>(= 600 vrtljajev na minuto, t<sub>me</sub>(= 20 min, ga{enje v vodi s temperature: (a) 615°C, f<sub>s</sub>  $\triangleright$  12%, (b) 605°C, f<sub>s</sub>  $\triangleright$  30%

**Figure 8:** Microstructure of the composite AlSi7-20 vol.% 10  $\mu$ m SiC, v<sub>stir</sub> = 600 rpm, isothermally sheared for 20 min, water quenched from: (a) 615°C, f<sub>s</sub>  $\Pr$  12%; (b) 605°C, f<sub>s</sub>  $\Pr$  30%

40 µm. Pojav Ostwaldovega zorenja delcev primarne faze  $\alpha_{AI}$  nara{~a z nara{~ajo~im dele' em trdne faze kot posledica ve~je interakcije delcev primarne faze  $\alpha_{AI}$  in ga ne moremo v celoti prepre~iti. Delci SiC so sicer ovira za ta proces, ker pa le-ti niso popolnoma zapolnili meddendritnega prostora, je v nekaterih obmo~jih proces neovirano napredoval. V dupleksni mikrostrukturi osnove so bila mesta, ki niso vsebovala delcev SiC.

Dele' aglomeriranih delcev SiC je bil zelo nizek.

### 3.2.2 Kompoziti AlSi7Mg, utrjeni z 20 prost.% 10 µm SiC

Osnovo AlSi7Mg smo uporabili, ker ima magnezij visoko afiniteto do kisika, aluminija ter silicija in ker smo pri~akovali dobro omo~ljivost z delci SiC. Plast SiO<sub>2</sub> na zunanji povr{ini delcev SiC je kemijsko reagirala z magnezijem iz taline (glej kemijske reakcije 4-7) in na mejni povr{ini z njo, poleg aluminijevih so nastali tudi magnezijevi oksidi. **Slika 9** prikazuje porazdelitev elementov na mejni povr{ini med talino in SiC delci. Ker smo imeli v osnovi manj kot 1,1 mas.% Mg, so nastali



Slika 9: Porazdelitev elementov na mejni povr{ini med delcem SiC in osnovo AlSi7Mg

Figure 9: Distribution of elements on interfaces between the particle of SiC and AISi7Mg matrix

MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> oksidi, skladno z ugotovitvami Lloyda in njegovih sodelavcev<sup>4</sup>, ki so te vrste oksidov identificirali z elektronsko difrakcijo.

Mikrostrukturo kompozita, ki smo ga odvzeli pri 615°C, prikazuje **slika 10a**. Tudi tukaj so se delci SiC vgrajevali v meddendritne prostore evtektika in se porazdelili dokaj enakomerno po osnovi. Mikrostruktura je podobna kompozitni z osnovo AlSi7. Razlika obstaja le v reakcijskih produktih na mejnih povr{inah.

Kompozit, ki smo ga me{ali pri 605°C, ima grobo izoblikovano mikrostrukturo. Nekateri globuliti primarne faze  $\alpha_{AI}$  so za-eli rasti, drugi pa so se raztapljali, s tem pa se je zmanj{ala skupna energija sistema. Ker pa so rasto-i globuliti pred seboj potiskali delce SiC, so se ti za-eli na nekaterih mestih aglomerirati. Taki delci so zato deformirali nekatere globulite, ki so nepravilnih oblik. To prikazuje **slika 10b**. V mikrostrukturi je prisotnih veliko aglomeriranih delcev SiC, kar zmanj{uje stopnjo njihove enakomerne porazdelitve.

## <u>3.2.3 Kompoziti AlSi7MgSr, utrjeni z 20 prost.% 10</u> <u>um SiC</u>

Pri teh kompozitih smo raziskali vpliv stroncija na porazdelitev delcev SiC v meddendritnih prostorih evtektika. Mikrostrukturne raziskave so pokazale, da so se delci SiC vgrajevali podobno kot pri osnovah brez stroncija, le da je tu evtekti~na mikrostruktura bolj drobnozrnata. Zato je razporeditev delcev SiC v meddendritnih prostorih evtektika nekoliko enakomernej{a. Na mejnih povr{inah so nastali reakcijski produkti kot pri kompozitu AlSi7Mg-20 prost.% 10  $\mu$ m SiC. Mikrostruktura osnove je tudi pri ni'ji temperaturi 605°C drobnozrnata (slika 11). Procesi zorenja delcev primarne faze  $\alpha_{AI}$  v tej osnovi niso tako napredovali kot pri drugih dveh osnovah.



Slika 10: Mikrostruktura kompozita AlSi7Mg-20 prost.% 10  $\mu$ m SiC, v<sub>mef</sub> = 600 vrtljajev na minuto, t<sub>mef</sub> = 20 min, ga{enje v vodi s temperature: (a) 615°C, f<sub>s</sub> P 12%; (b) 605°C, f<sub>s</sub> P 30%; pove-ava 630-krat

**Figure 10:** Microstructure of the composite AISi7Mg-20 vol.% 10  $\mu$ m SiC, v<sub>stir</sub> = 600 rpm, isothermally sheared for 20 min, water quenched from: (a) 615°C, f<sub>s</sub> P 12%; (b) 605°C, f<sub>s</sub> P 30%; magnification 630x

KOVINE, ZLITINE, TEHNOLOGIJE 32 (1998) 3-4



Slika 11: Mikrostruktura kompozita AlSi7MgSr-20 prost.% 10  $\mu$ m SiC, v<sub>me</sub>{ = 600 vrtljajev na minuto, t<sub>me</sub>{ = 20 min, ga{enje v vodi s temperature 605°C, f<sub>s</sub> P 30%; pove-ava 500-krat

Figure 11: Microstructure of the composite AISi7MgSr-20 vol.% 10  $\mu$ m SiC, v<sub>stir</sub> = 600 rpm, isothermally sheared for 20 min, water quenched from 605°C, f<sub>s</sub> P 30%; magnification 500x

#### 4 SKLEPI

Raziskave mikrostrukture kompozitov AlSi7-SiC, izdelanih po postopku tiksotropnega ulivanja, so pokazale, da je enakomerna porazdelitev SiC delcev v osnovi mo-no odvisna od velikosti in oblike delcev, prostorninskega dele' a delcev, ~asa me{anja in hitrosti ohlajevanja s temperature dvofaznega podro~ja.

Delci SiC morajo biti ~im manj{i (≤10 µm), ~e 'elimo dobiti zadovoljivo stopnjo njihove porazdelitve po osnovi.

Za utrjevanje aluminijevih osnov pri hitrosti me{anja 600 vrtljajev na minuto je potreben prostorninski dele' SiC delcev najmanj 20%. S tem dele' em zagotovimo zadostno koli~ino delcev, ki se bodo lahko enakomerno vgradili v skelet osnove.

Pomemben pa je tudi ~as me{anja pri dolo~eni temperaturi. Ugotovili smo, da z izotermnim me{anjem 20 minut dobimo dokaj homogeno in enakomerno porazdelitev delcev SiC v osnovi. Z dalj{im ~asom me{anja za~ne potekati proces Ostwaldovega zorenja delcev primarne faze  $\alpha_{Al}$ , kar pove~a velikost globulitov. ^e pa so v osnovi prisotni {e preveliki delci SiC, se za~nejo ti zaradi predolgega ~asa me{anja drobiti in skepljati, kar pa tudi neugodno vpliva na njihovo homogeno porazde-litev.

Za dosego drobne mikrostrukture je pomembna tudi hitrost ohlajevanja s temperature dvofaznega podro-ja do sobne. Z veliko hitrostjo ohranimo med me{anjem nastalo porazdelitev delcev SiC v osnovi, hkrati pa dobimo tudi drobno mikrostukturo osnove, saj procesi rasti zlomljenih dendritov primarne faze  $\alpha_{AI}$  ne morejo pote-i.

Rezultati raziskav vpliva materiala osnove in temperature dvofaznega podro-ja na mikrostrukturo kompozita in porazdelitev delcev SiC so naslednji:

 Pri osnovi AlSi7Mg smo opazili izbolj{ano vgradnjo delcev SiC v talino. Delci SiC so se dobro omo~ili in enakomerno porazdelili v poltestasto stanje taline. Na sti~nih povr{inah med osnovo in delci SiC so nastali aluminijevi in magnezijevi oksidi. Ko pa smo za osnovo uporabili zlitino AlSi7MgSr, smo dobili zelo drobno mikrostrukturo tudi pri ni ji temperaturi dvofaznega podro~ja.

2) Enakomerna porazdelitev delcev SiC je mo-no odvisna od temperature v dvofaznem podro-ju. Pri ve-jem dele' u trdne faze (tj. ni'ji temperaturi) ob-utno nara{-a vpliv Ostwaldovega zorenja primarne faze. Osnova je grobozrnata, kar vpliva tudi na razporeditev delcev SiC v meddendritnih prostorih evtektika. Rasto-i globuliti  $\alpha_{AI}$ potiskajo pred seboj delce SiC, ki se zato skepljajo in s tem zmanj{ujejo stopnjo enakomerne disperzije po osnovi.

### **5 LITERATURA**

- <sup>1</sup>Flemings Merton C.: Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State; *Metallurgical Transactions B*, 22B (1991) june
- <sup>2</sup> Iseki T., Kameda T. and Maruyama T., *J. Mater. Sci.*, 19 (1984) 1692-1698
- <sup>3</sup> Rudolf R., Kri'man A.: Vpliv procesnih parametrov pri postopku thixocasting na mikrostrukturo zlitine AlSi7, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 31 (1997) 1-2, 29-33
- <sup>4</sup> D. J. Lloyd, H. P.Laga}e and A. D. McLeod: Controlled Interphases in Composite Materials, *Proc. 3rd Int. Conf. on Composite Interfaces* (*ICC-III*), Cleveland, OH, May 21-24, 1990, Hatsou Ishida, ed., Elsevier Science Publishing Company, Inc., 1990, 359-76