

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE



DIPLOMOVÁ PRÁCE

**Výzkum vazby mezi hliníkovou maticí a výztuží (GF a CF) pro
kovové kompozity**

**The research of interaction between matrix and fiber
reinforcement for MMC**

AUTOR: Bc. ZDENĚK KOPANICA

VEDOUCÍ PRÁCE: doc. Ing. Aleš Herman, Ph.D.

PRAHA 2023

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Kopanica** Jméno: **Zdeněk** Osobní číslo: **484026**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávací katedra/ústav: **Ústav strojírenské technologie**
Studijní program: **Výrobní inženýrství**
Specializace: **Bez specializace**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Výzkum vazby mezi hliníkovou maticí a výztuží (GF a CF) pro kovové kompozity

Název diplomové práce anglicky:

The research of interaction between matrix and fiber reinforcement for MMC

Pokyny pro vypracování:

1. Úvod do problematiky
2. Kompozity MMC a jejich vlastnosti
3. Možné typy povlaků výztuží
4. Návrh experimentální části
5. Vyhodnocení experimentální části
6. Závěr a zhodnocení

Seznam doporučené literatury:

Nikhilesh Chawla, Krishan K. Chawla: Metal Matrix Composites, Springer Science+Business Media New York 2013,
<https://doi.org/10.1007/978-1-4614-9548-2>

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

doc. Ing. Aleš Herman, Ph.D. ústav strojírenské technologie FS

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **27.04.2023**

Termín odevzdání diplomové práce: **11.08.2023**

Platnost zadání diplomové práce: **31.12.2023**

doc. Ing. Aleš Herman, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

doc. Ing. Miroslav Španiel, CSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Prohlášení

Tímto prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci vypracoval samostatně pod vedením doc. Ing. Aleše Hermana, Ph.D., a to pouze pomocí podkladů uvedených v seznamu použité literatury v souladu s Metodickým pokynem o dodržování etických principů při přípravě vysokoškolských závěrečných prací, vydaným ČVUT v Praze 1. 7. 2009.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla ve smyslu § 60 Zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Praze dne:

.....

Bc. Zdeněk Kopanica

Poděkování

Děkuji vedoucímu mé diplomové práce doc. Ing. Aleši Hermanovi, Ph.D. za cenné připomínky, rady a doporučení při vypracování této práce. Dále bych rád poděkoval Ing. Vojtěchu Petrovi za ochotu, čas a pomoc ve slévárně při experimentální části, panu Ing. Jiřímu Kuchařovi, Ph.D. za cenné rady a pomoc při přípravě vzorků, panu doc. Ing. Petru Vlčákovi, Ph.D. za cenné rady a poskytnutí vybavení a panu Ing. Tomáši Horažďovskému za ochotu, čas a pomoc s povlakováním.

Anotace

Název diplomové práce:	Výzkum vazby mezi hliníkovou maticí a výztuží (GF a CF) pro kovové kompozity
Autor práce:	Bc. Zdeněk Kopanica
Vedoucí práce:	doc. Ing. Aleš Herman, Ph.D.
Konzultant:	-
Akademický rok:	2022/2023
Vysoká škola:	ČVUT v Praze, Fakulta strojní
Ústav:	12133 – Ústav strojírenské technologie
Vedoucí ústavu:	doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D.
Rozsah práce:	78 stran, 60 obrázků, 7 tabulek, 1 graf
Klíčová slova:	kompozit, kovová matrice, výztuž, odlévání
Anotace:	Tato diplomová práce se zabývá popisem kovových kompozitů (MMC) a navržením technologických podmínek pro zlepšení adheze výztuže a hliníkové matrice v kompozitu zpracovaného technologií gravitačního lití.

Annotation

Title of thesis:	The research of interaction between matrix and fiber reinforcement for MMC
Author of thesis:	Bc. Zdeněk Kopanica
Supervisor:	doc. Ing. Aleš Herman, Ph.D.
Consultant:	-
Academic year:	2022/2023
University:	CTU in Prague, Faculty of mechanical engineering
Department:	12133 – department of manufacturing technology
Head of department:	doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D.
Extent:	78 pages, 60 pictures, 7 tables, 1 graph
Key words:	composite, metal matrix, reinforcement, casting
Abstract:	This thesis deals with the description of metallic composites (MMC) and the design of technological conditions for improving the adhesion of reinforcement and aluminium matrix in composite processed by gravity casting technology.

Obsah

1. Úvod a cíl práce	4
2. Kompozity	5
2.1. Definice kompozitu	5
2.2. Synergismus.....	8
2.3. Typy kompozitu	9
2.4. Kompozity s kovovou maticí – MMC	10
2.4.1. Hliník.....	10
2.5. Výztuže	12
2.5.1. Uhlíkové vlákno – CF	12
2.5.2. Skelné vlákno – GF	13
3. Technologie výroby MMC	14
3.1. Lící metody	14
3.1.1. Squeeze casting.....	14
3.1.2. Stir casting	15
3.1.3. Infiltrace	16
3.2. Výroba kompozitu v pevném skupenství	17
3.2.1. Difuzní spojování.....	17
3.2.2. Prášková metalurgie.....	17
3.3. Depoziční metody	18
3.3.1. Nástřík	18
4. Vazba matrice a výztuže.....	19
4.1. Rozhraní	19
4.2. Smáčivost	20
4.2.1. Vliv teploty lící teploty na smáčivost.....	22
4.3. Vazby na rozhraní	23
4.3.1. Mechanická vazba	23
4.3.2. Fyzikální vazba	23
4.3.3. Chemická vazba	23
4.4. Povlaky	25
4.4.1. Galvanické pokovení	25
4.4.2. Physical vapor deposition – PVD.....	27
4.4.3. Chemical vapor deposition – CVD.....	29

4.5.	Materiály povlaků	29
4.5.1.	Měď – Cu	30
4.5.2.	Nikl – Ni	30
4.5.3.	Oxid hlinitý – Al ₂ O ₃	30
4.5.4.	Nitrid titanu – TiN	30
5.	Experimentální část	32
5.1.	Popis Experimentu	32
5.2.	Metodika experimentu	32
5.3.	Kokila.....	35
5.3.1.	Formovací rám	35
5.3.2.	Formovací směs	35
5.3.3.	Návrh.....	36
5.3.4.	Odlití.....	37
5.3.5.	Obrábění.....	38
5.4.	Výztuž.....	39
5.5.	Modifikace výztuže	39
5.5.1.	Odmaštění	39
5.5.2.	Galvanické povlakování Ni „po domácku“	40
5.5.3.	Galvanické povlakování Ni v laboratorních podmínkách	41
5.5.4.	PVD povlakování Ni a Cu	42
5.6.	Matrice	43
5.7.	Odlévání vzorků	44
5.7.1.	Pec.....	44
5.7.2.	Postup odlévání	45
6.	Výsledky	46
6.1.	První tavba.....	47
6.1.1.	N1 – N3 galvanické poniklování „po domácku“	47
6.1.2.	Vzorky T1 – T3 toluen.....	48
6.1.3.	Vzorky I1 – I3 isopropyl alkohol	49
6.1.4.	Vzorky Cl1 – Cl3 kyselina chlorovodíková.....	50
6.2.	Druhá a třetí tavba	51
6.2.1.	N4 – N6 konvenční galvanické poniklování	51
6.2.2.	N11 – N13 konvenční galvanické poniklování	52
6.2.3.	N21 – N23 konvenční galvanické poniklování	53
6.2.4.	Vzorky Cl11 – Cl13 kyselina chlorovodíková.....	54

6.2.5.	Vzorky CI21 – CI23 kyselina chlorovodíková.....	55
6.2.6.	Vzorky CI31 – CI33 kyselina chlorovodíková.....	56
6.3.	Čtvrtá tavba.....	57
6.3.1.	Vzorky N31 – N33 PVD poniklování.....	57
6.3.2.	Vzorky Cu1 – Cu3 PVD pomědění.....	58
6.3.3.	Vzorky GN1 – GN3 PVD poniklování.....	59
6.3.4.	Vzorky GCu1 – GCu3 PVD pomědění.....	60
6.3.5.	Vzorky GT1 – GT3 toluen.....	61
6.3.6.	Vzorky GI1 – GI3 isopropyl alkohol.....	62
6.3.7.	Vzorky GCI1 – GCI3 kyselina chlorovodíková.....	63
7.	Závěr.....	64
	Bibliografie.....	66
	Seznam tabulek.....	70
	Seznam obrázků.....	70
	Přílohy – fotky vzorků.....	72
	Přílohy – výkresová dokumentace.....	78

Seznam zkratek

MMC	Metal matrix composite
PMC	Polymer matrix composite
CMC	Ceramic matrix composite
PVD	Physical vapor deposition
CVD	Chemical vapor deposition
BF	Boron Fiber
CF	Carbon Fiber
GF	Glass Fiber
CAD	Computer aided design
PAN	Polyakrylonitril

Seznam použité symboliky

Θ	Kontaktní úhel [°]
J	Joul
mol	Látkové množství
P	Tlak [Pa]
F	Síla [N]
R_m	Mez pevnosti [MPa]
$R_{p0,2}$	Smluvní mez kluzu [MPa]
R_e	Mez kluzu [MPa]
E	Modul pružnosti v tahu [GPa]
ρ	Hustota [$\text{g}\cdot\text{mm}^{-3}$]
T_M	Teplota tání [°C]
m	Hmotnost [g]
A_e	Elektrochemický ekvivalent [$\text{kg}\cdot\text{C}^{-1}$]
I	Elektrický proud [A]
τ	Čas [s]
M	Molární hmotnost [$\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$]
n	Mocenství kovového kationtu
F	Faradayova konstanta [$\text{C}\cdot\text{mol}^{-1}$]
t_p	Tloušťka povlaku [μm]

t	Doba povlakování [min]
s	Plocha [dm ²]
l	Délka vláken [dm]
d	Průměr vlákna [dm]
n	Počet vláken v rovingu [-]
γ	Povrchové napětí [mN.m ⁻¹]

1. Úvod a cíl práce

V dnešním průmyslu hrají kompozitní materiály klíčovou roli. Oproti konvenčním materiálům poskytují optimální kombinaci vlastností všech jeho složek. Vývoj kompozitních materiálů s kovovou maticí je motivován potřebou nových, výkonnějších materiálů. Klíčovým aspektem úspěšné výroby kompozitů s kovovou maticí je právě vazba mezi kovovou maticí a vláknovou výztuží. Tato vazba, tvořící rozhraní mezi dvěma odlišnými materiály, má významný dopad na mechanické vlastnosti kompozitního materiálu.

Jedním z nejdůležitějších aspektů vazby mezi vláknovou výztuží a kovovou maticí je smáčivost výztuže. Modifikace povrchu vláknové výztuže může značně ovlivnit smáčivost a adhezi obou materiálů. Výzkum zaměřený na modifikace povrchu výztuže a jejich dopad na vlastnosti kompozitů nabízí potenciál pro zlepšení výkonnosti a zefektivnění výroby kompozitů s kovovou maticí. Tento potenciál je obzvláště atraktivní pro průmyslová odvětví jako letecký průmysl, automobilový průmysl, kosmický průmysl a další.

Cílem práce je vytvoření literární rešerše kompozitů s kovovou maticí, způsobů jejich výroby a metod modifikace povrchu výztuže a navrhnout a otestovat modifikace povrchu, které by umožnily výrobu kompozitu s maticí z hliníkové slitiny $AlSi8Cu3$ a výztuže z uhlíkových a skelných vláken technologií gravitačního lití.

2. Kompozity

Kompozity se jako inovativní materiály stále více uplatňují v průmyslu. V leteckém průmyslu kompozity dokonce postupně nahrazují konvenční materiály, důvodem je, že uhlíková vlákna snesou až desetkrát vyšší napětí než ocelové či hliníkové dráty stejné délky a hmotnosti. Z toho vyplývá, že výrobek může mít větší tuhost za zachování či dokonce snížení hmotnosti. V případě leteckého průmyslu se nižší hmotnost výrazně odrazí ve spotřebě paliva a tím snížení nákladů a ekologické stopy. Letadla nové generace jako je Boeing 787 Dreamliner a Airbus A350 ve svojí konstrukci obsahují přes 50 % kompozitních materiálů. To svědčí o výhodnosti použití tohoto materiálu.

[1]

2.1. Definice kompozitu

Kompozity jsou kombinací dvou nebo více materiálů s odlišnými mechanickými vlastnostmi, u nichž je požadovaných vlastností dosaženo systematickou kombinací různých fází. Běžné homogenní materiály jsou limitovány dosažitelnou kombinací pevnosti, tuhosti a hustoty. Kompozitní materiály mohou dosáhnout kombinací s vyšší pevností, tuhostí a zároveň nižší hustotou, než je dosažitelné s homogenním materiálem viz Tab. 1.

[2,3]

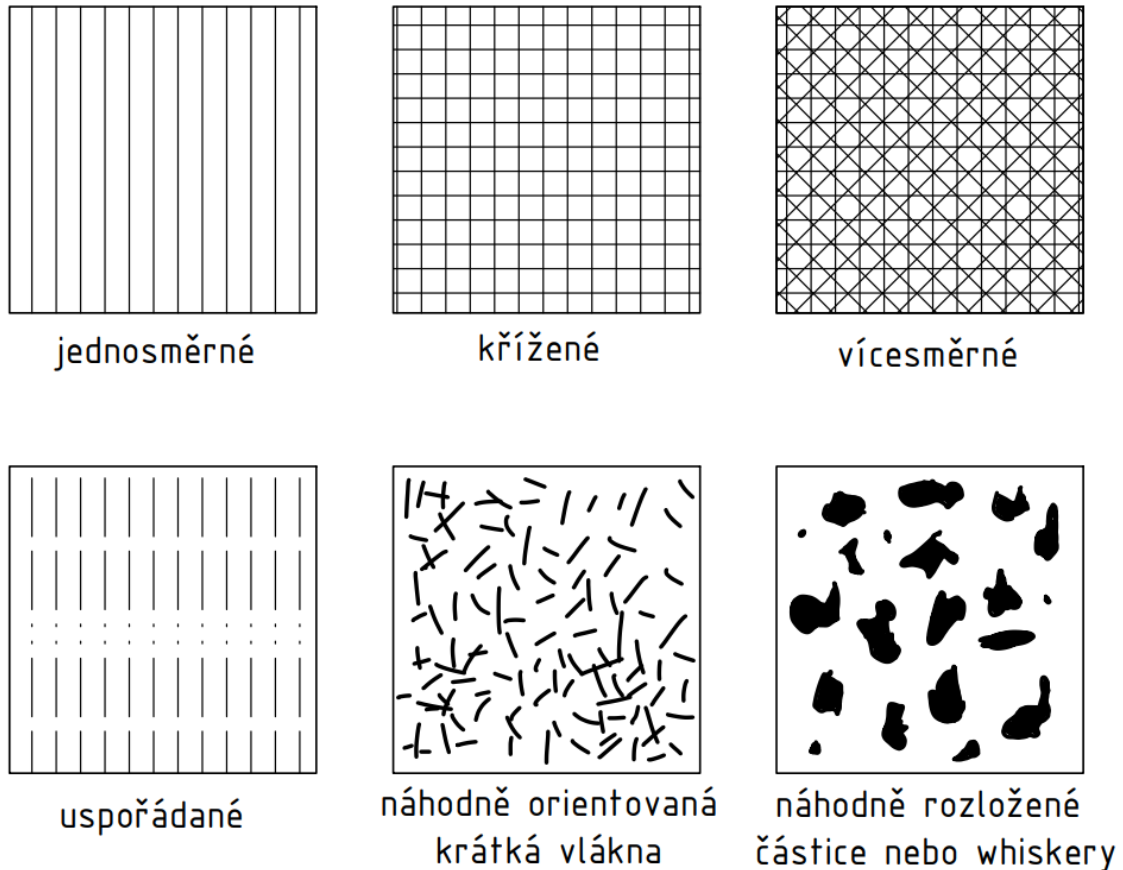
Tab. 1 Porovnání vlastností homogenního a kompozitního materiálu [4-8]

Matrice + Výztuž	Geometrie výztuže	Obsah výztuže [hm%]	Pevnost v tahu [MPa]	Hustota [g.cm ⁻³]	Modul pružnosti [GPa]
6061-O Al	-	0	124	2,7	69
6061 Al + CF	krátká vlákna	41	620	2,44	320
2014 Al + CF	Dlouhá vlákna	30	839	-	104
6061 Al + SiC	částice	50	1480	2,93	230
Al-2 %Li + Al ₂ O ₃	dlouhá vlákna	60	690	3,45	262
Al + TiB ₂	částice	20	166	-	96

Kompozit se skládá z matrice (kontinuální fáze) a výztuže (diskontinuální fáze). Účelem matrice je spojovat výztuž a distribuovat zatížení, v některých případech má matrice i funkci ochrany před oxidací. Matrice má zpravidla menší pevnost než výztuž. Účelem výztuže je přenos zatížení. Je tedy zřejmé, že výztuž musí mít vyšší pevnost než matrice. Vlastnosti kompozitu závisí na materiálu matrice, materiálu výztuže, obsahu výztuže, tvaru a velikosti výztuže a uspořádání výztuže. Některé příklady uspořádání výztuže lze vidět na Obr. 1. U vláknové výztuže se uvádí její délka a její sdružení, lze ji sdružovat do pramenů, rovingů, tkanin či netkaných textilií. Z uspořádání výztuže v matrici plyne míra anizotropie kompozitního materiálu, kompozity s částicovou výztuží nebo krátkými vlákny mívají menší míru anizotropie. Kompozity s výztuží dlouhými vlákny či tkaninou mívají větší míru anizotropie. Při zatěžování ve směru vláken je

pevnost řádově větší než ve směru kolmém na vlákna. Tohoto jevu lze v praxi využít vhodným směřováním vláken v kompozitu.

[3,9]



Obr. 1 Uspořádanost a charakter výztuže v kompozitu

Abychom se vyhnuli spekulacím o tom, který materiál lze považovat za kompozit a který nikoli, je třeba blíže specifikovat definici kompozitu. Za kompozit považujeme materiál, který:

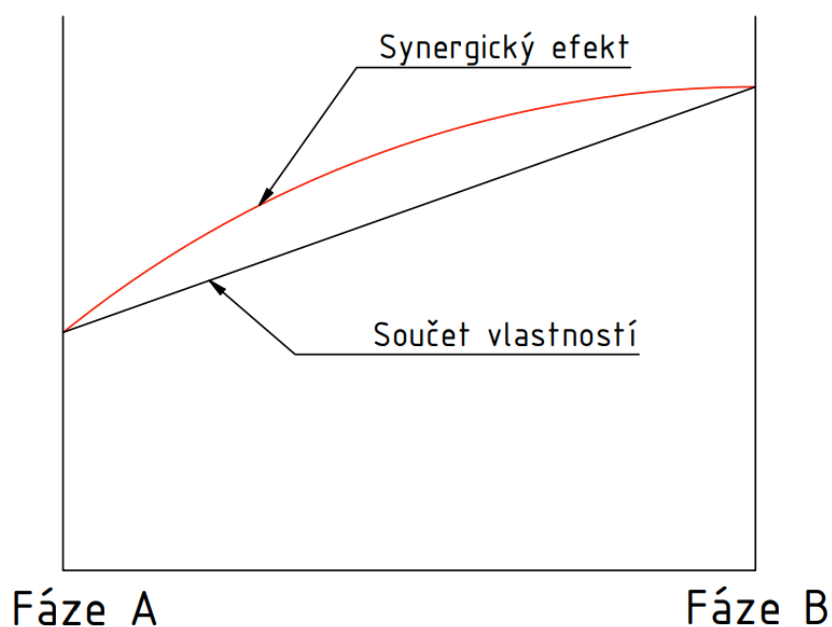
- Je uměle vytvořen (pro vyřazení přírodních materiálů jako je dřevo)
- Skládá se ze dvou nebo více fyzikálně a chemicky odlišných, vhodně rozložených fází s jasně rozlišitelnou hranicí, která je rozděluje.
- Jeho vlastností nelze dosáhnout žádnou z fází samostatně.

[3,10]

2.2. Synergismus

Vytvořením kompozitu ze dvou rozdílných složek dosahujeme potlačení nebo dokonce eliminace nedostatků jednotlivých složek. Vlastnosti kompozitu jsou odlišné než vlastnosti daných složek. Vzniká tak materiál, jež přebírá vlastnosti obou použitých složek, ale jeho vlastnosti nejsou pouhým součtem vlastností samostatných složek. Uplatňuje se takzvaný synergický efekt. To znamená, že vlastnosti nabývají vyšších hodnot než pouhým součtem. Tento efekt je znázorněn na Obr. 2.

[9]



Obr. 2 Synergický efekt

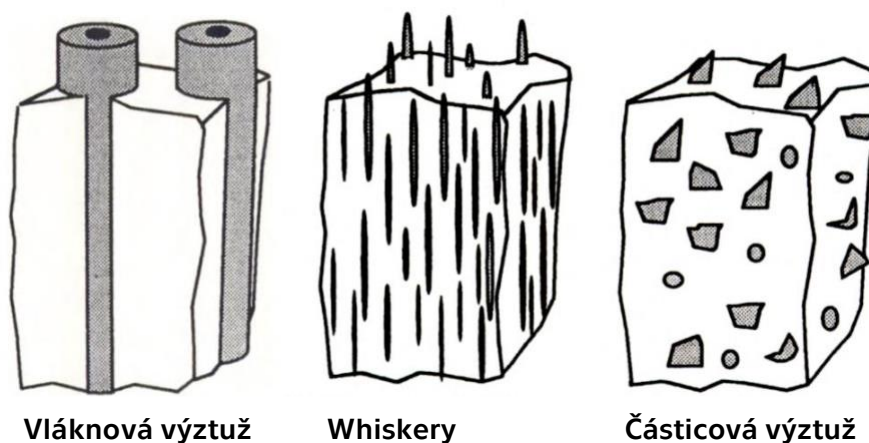
2.3. Typy kompozitu

Kompozity obecně můžeme dělit několika způsoby, a to:

- podle tvaru výztuže na [9,10]:
 - Kompozit s částicovou výztuží
 - Kompozit s „whiskerovou“ výztuží
 - Kompozit s vláknovou výztuží

Kompozit s vláknovou výztuží lze dále dělit na [9] [10]:

- Krátká vlákna
- Dlouhá vlákna



Obr. 3 Dělení kompozitů dle geometrie výztuže [10]

- podle materiálu výztuže [9,10]:
 - Kompozity s kovovou výztuží
 - Kompozity s uhlíkovou výztuží
 - Kompozity se skelnou výztuží
 - Kompozity s polymerní výztuží
 - Kompozity s keramickou výztuží
 - „Whiskery“ – kompozity s monokrystalickou výztuží

- a podle materiálu matrice [9,10]:
 - Kompozity s polymerní matricí – PMC
 - Kompozity s kovovou matricí – MMC
 - Kompozity s keramickou matricí – CMC
 - Speciální kompozity (např. skleněná nebo uhlíková)

2.4. Kompozity s kovovou matricí – MMC

Pro výrobu kompozitních materiálů s kovovou matricí se nejčastěji používají lehké kovy a jejich slitiny, jmenovitě: hliník (Al), Titan (Ti), hořčík (Mg) a Měď (Cu).

[11]

2.4.1. Hliník

Hliníkové slitiny jsou hojně používány napříč všemi průmyslovými odvětvími pro jejich vysoký poměr pevnosti ku hmotnosti, dobrou slévatelností a tvárností, velkou elektrickou a tepelnou vodivostí a v neposlední řadě dobrou korozní odolností. Mechanické vlastnosti hliníku závisí na obsahu legujících prvků a tepelném zpracování. Zvýšení mechanických vlastností za pomoci tepelného zpracování lze u vytvrditelných slitin: Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si, Al-Zn-Mg, Al-Zn-Mg-Cu. Tepelné zpracování u těchto slitin se provádí především kvůli tvorbě jemných precipitátů z přesyceného tuhého roztoku. Tohoto stavu se často dosahuje za pomoci umělého stárnutí, které probíhá za teplot 200 až 300 °C. Při překročení teplot nebo časů umělého stárnutí dochází k hrubnutí zpevňující fáze a opětovnému snížení mechanických vlastností. Takovému stavu se říká přestárnutí. Vzhledem k aplikaci hliníkových dílů na písty a bloky spalovacích motorů, kde se často dosahuje operačních teplot až 300 °C, tyto teploty pak mohou vést ke změknutí hliníkových slitin a selhání.

[12,13]

Právě potřeba hliníkových slitin s vyšší pevností, které dokážou odolávat těmto teplotám pohání výzkum kompozitů s hliníkovou maticí, kde synergická kombinace houževnaté matrice a tvrdé výztuže dovolí znatelně zvýšit tuhost, pevnost a odolnost proti opotřebení i za zvýšených teplot. Kompozity s hliníkovou maticí vyztužené karbidy, boridy, nitridy a oxidy lze spolehlivě vyrábět za pomoci práškové metalurgie nebo za pomoci licích metod. Pro tyto kompozity bylo nalezeno využití jako materiál na výrobu brzdových kotoučů a bubnů, pístů spalovacích motorů nebo lopatek leteckých motorů. Mechanické vlastnosti některých hliníkových kompozitů jsou uvedeny v Tab. 2.

[12,13]

Tab. 2 Porovnání vlastností konvenčního a kompozitního hliníku [4,5]

Materiál	Obsah výztuže [hm%]	Pevnost v tahu [MPa]	Hustota [g.cm ⁻³]	Modul pružnosti [GPa]
6061-O Al	0	124	2,7	69
6061 Al + CF	41	620	2,44	320
6061 Al + SiC	50	1480	2,93	230

I přesto, že hliníkové kompozity poskytují mnohé výhody oproti monolitním slitinám, přinášejí také výrazné limitace, jako je nízká lomová houževnatost, nízká tažnost, špatná obrobitelnost a špatná svařitelnost. Navíc je nutné se zamyslet nad tribologickými problémy, kdy například mohou tvrdé částice v pístu značně opotřebit stěny válce.

[12,13]

Hliníkové slitiny lze rozdělit na: slévárenské, tvářené, precipitačně vytvrditelné a precipitačně nevytvrditelné. [12,13]

2.5. Výztuže

2.5.1. Uhlíkové vlákno – CF

Uhlíkové vlákna se hojně používají pro jejich vysokou pevnost, vysoký modul pružnosti, nízkou hustotu, vysokou tepelnou a elektrickou vodivost a odolnost proti Creepu. Vlákna se používají pro výrobu kompozitů ve formě rovingů, tkaných textilií, netkaných textilií, prepregu a sekaných vláken. Kompozitních dílů z uhlíkových vláken se hojně využívá v leteckém průmyslu, armádě, medicíně, automobilovém průmyslu a sportovních potřebách. V současnosti se většina výrobců soustředí na výrobu uhlíkových vláken z polyakrylonitrilových vláken (PAN). Pouze v menšině je zastoupena výroba ze smolných vláken a z viskóзовých vláken. Vlákna z různých prekurzorů mají různé vlastnosti. I když se výroba vláken z různých prekurzorů liší, je v základu velmi podobná. Vlákna se vyrábí kontrolovanou pyrolýzou stabilizovaných prekurzorových vláken. Prekurzorová vlákna se stabilizují oxidací na vzduchu při teplotách 200-400 °C. Stabilizovaná vlákna jsou dále vystavena vysokoteplotnímu zpracování okolo 1000 °C v inertní atmosféře, kde se z vláken odstraní vodík, kyslík, dusík a další prvky. Tento krok se nazývá karbonizace. Karbonizovaná vlákna lze dále tepelně zpracovávat při teplotách okolo 3000 °C pro dosažení vyšší čistoty a vyššímu Youngovu modulu. Tento krok se nazývá grafitizace. V závislosti na proběhlém zpracování a od toho se odvíjejících se mechanických vlastností dělíme vlákna na typy 1-3, kde typ 1 je grafitizované vlákno, typ 2 je vlákno karbonizované při vyšších teplotách (1000-1700 °C) a typ 3 je vlákno karbonizované při nižších teplotách (300-1200 °C). Pevnost uhlíkového vlákna se pohybuje mezi 500-7000 MPa a modul pružnosti může být až 900 GPa.

[9,14,15]

2.5.2. Skelné vlákno – GF

Skelná vlákna se vyrábí z taveniny, jejich vlastnosti se tak dají velmi snadno měnit změnou složení. Tavenina se zvlákňuje protahováním průvlaky a okamžitým zchlazením vodou, vlákna jsou pak navinuta na cívku. Pevnost skelných vláken se pohybuje mezi 2500 a 4900 MPa a modul pružnosti mezi 70 a 90 GPa. Skelná vlákna se dělí na typy podle jejich vlastností viz Tab. 3.

[9,16]

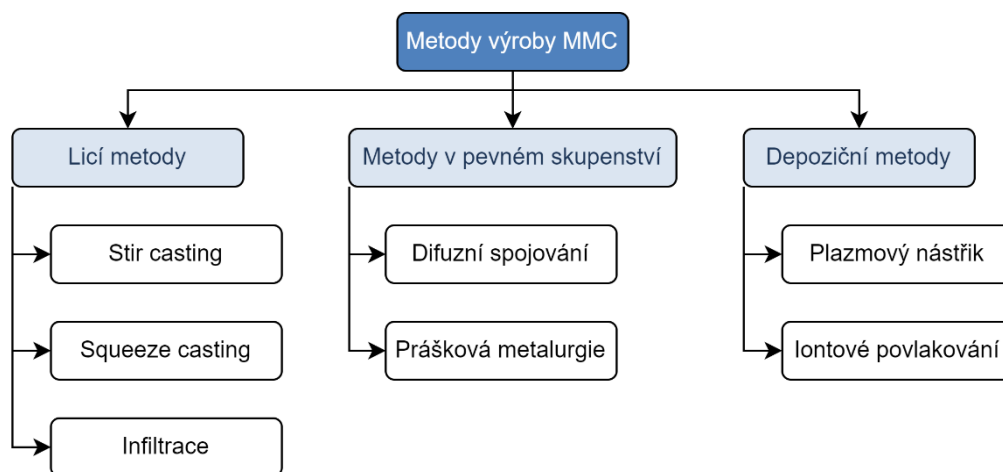
Tab. 3 Typy skelného vlákna a jejich vlastnosti [16]

Typ	Vlastnosti
A glass	Vyšší odolnost, pevnost a elektrický odpor
C glass	Odolnost proti korozi
D glass	Nízká dielektrická konstanta
E glass	Vyšší pevnost a elektrický odpor
AR glass	Odolnost proti zásadám
R glass	Vyšší pevnost a odolnost proti kyselinám
S glass	Nejvyšší pevnost
S-2 glass	Vysoká pevnost, modul pružnosti a stabilita

3. Technologie výroby MMC

Kompozitní materiály s kovovou maticí se vyrábějí dvěma způsoby, lící metodou, nebo pomocí práškové metalurgie. Lící metoda je obzvláště vhodná pro kovy s nízkou teplotou tání (T_M) jako je hliník.

[17]



Obr. 4 Rozdělení metod výroby kovových kompozitů

3.1. Lící metody

Lící metoda přípravy kompozitu s kovovou maticí spočívá v roztavení materiálu matrice smíchání s výztuží a odlití do formy, nebo roztavení materiálu matrice a odlití do formy, v níž se již nachází připravená výztuž. V obou případech přichází výztuž do styku s taveninou, jejíž teplota může výztuž poškodit, proto je žádoucí výztuž předem ošetřit ochranným povlakem.

[10]

3.1.1. Squeeze casting

Spočívá ve vtlačení taveniny do vláknového prefabrikátu. Použitím tlaku ke vtlačení taveniny do prefabrikátu lze částečně obejít požadavek dobré smáčivosti. Kompozity vyrobené touto metodou mají výhodu v krátké době vystavení výztuže vysokým teplotám a díky vystavení tlaku při tuhnutí postrádají některé běžné vady litých výrobků, jako jsou porozita

a staženiny. Touto metodou lze vyrobit tvarově složité díly s velkým podílem výztuže.

[3,10,18]

3.1.2. Stir casting

Stir casting neboli v překladu míchací lití, je lící metoda přípravy kompozitu, kdy je, jak již název napovídá, výztuž v podobě krátkých vláken nebo „whiskerů“ mechanicky vmíchána do roztavené matrice. Tímto způsobem připravený kompozit v tekuté formě je následně odlit pomocí konvenčních metod.

Stir casting je charakterizován následujícími vlastnostmi:

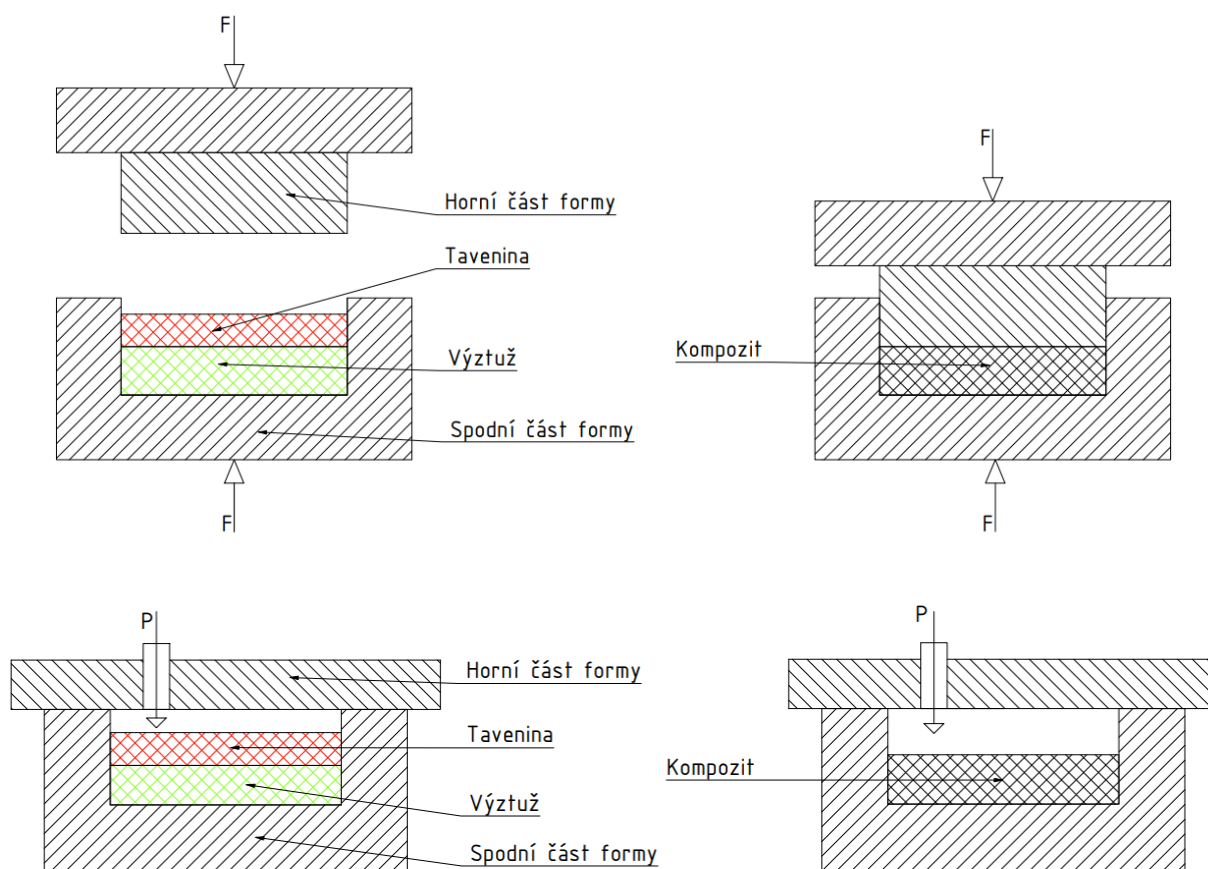
- Obsah výztuže je limitován (běžně do 30 % objemu).
- Distribuce částic výztuže v matrici není homogenní:
 - Vznikají shluky částic výztuže.
 - Gravitační segregace, částice výztuže se mohou segregovat vlivem gravitace v závislosti na rozdílu hustoty mezi výztuží a matricí.
- Technologie je poměrně snadná a nenákladná.

[3,10,18]

3.1.3. Infiltrace

Infiltrace je lící metoda přípravy kompozitu, při které je předformovaná zafixovaná výztuž zalita roztavenou matricí. Proces může probíhat samovolně pomocí kapilárních sil (pouze pokud je výztuž smáčivá), nebo za pomoci tlakového lití. V případě tlakového lití lze tlak na taveninu vyvodit za pomoci stlačeného plynu nebo za pomoci pístu viz Obr. 5.

[3,10,18]



Obr. 5 Schéma výroby kompozitu pomocí tlakové infiltrace, infiltrace za pomoci horní části formy nahoře, infiltrace za pomoci stlačeného plynu dole

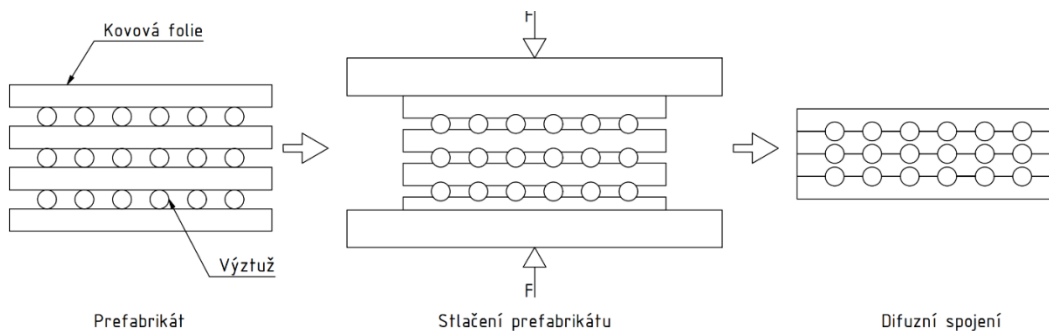
3.2. Výroba kompozitu v pevném skupenství

Výhodou výroby kompozitu v pevném skupenství je absence problému se smáčivostí výztuže.

3.2.1. Difuzní spojování

Proces difuzního spojování je vhodný pro výrobu kompozitů s kontinuální výztuží. Vlákna jsou uložena na kovovou fólii a jsou překryta další kovovou fólií, tento proces se opakuje, dokud není dosaženo požadované tloušťky. Tento prefabrikát je pak vložen do komory, kde je stlačen a difuzně spojen za vysoké teploty a tlaku. Tento proces je vhodný pro použití s jednosměrnou výztuží. Schéma výroby je znázorněno na Obr. 6.

[17,19,20]



Obr. 6 Schéma difuzního spojování

3.2.2. Prášková metalurgie

Proces výroby kompozitu z prášku se příliš neliší od konvenční práškové metalurgie. Jedním z problémů této metody je aglomerace surového kovového prášku. Pro dokonalé promíchání prášku a výztuže je tedy důležité tyto aglomerace rozbít. Existují dvě metody míchání prášku s výztuží, za sucha a za mokra.

[17,19,20]

Metoda za sucha využívá kapaliny s nízkou povrchovou energií a nízkým latentním teplem pro vypařování jako je ethanol. Prášek a výztuž jsou v kapalině dobře promíchány, suspenze se pak nechá usadit a kapalina se odcedí, následuje sušení teplem nebo vakuem.

Za sucha se jednotlivé složky nepromíchají tak dokonale jako za mokra, ale výhodou je absence kroku sušení. Pro co nejlepší promíchání směsi se typicky používá kulový mlýn.

[17,19,20]

V obou případech je směs následně odplyněna a sintrována za pomoci lisování za tepla, izostatického lisování, nebo lisování za tepla ve vakuu. Tímto procesem je vytvořen finální kompozit.

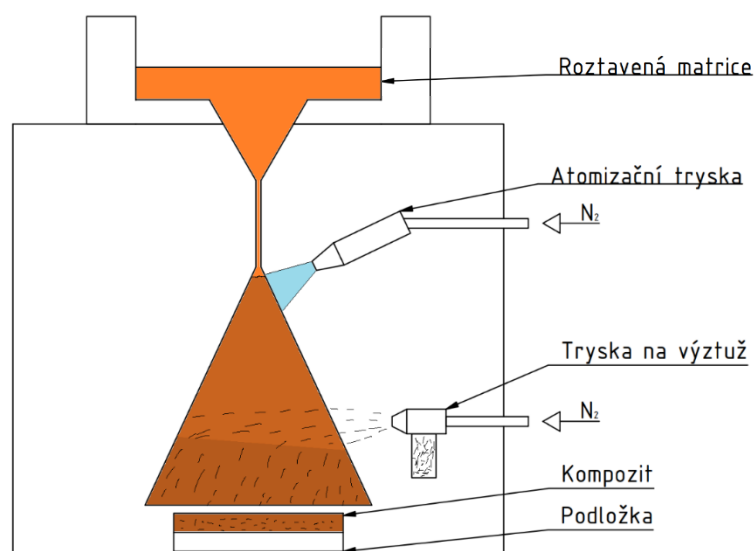
[17,19,20]

3.3. Depoziční metody

3.3.1. Nástřík

Nástřík kompozitu je proces, při kterém je proud roztaveného materiálu matrice atomizován a během letu jsou do proudu přidány zahřáté částice výztuže. Výroba kompozitu nástříkem přináší vyšší produktivitu a nižší časy tuhnutí, což má za výhodu menší reakci matrice a výztuže. Schéma výroby kompozitu pomocí nástříku je znázorněno a Obr. 7.

[17,19,20]



Obr. 7 Uspořádání výroby kompozitu nástříkem

4. Vazba matrice a výztuže

Vazba mezi matricí a výztuží je stěžejní vlastnost kompozitu. Pokud mezi výztuží a matricí není dostatečná adheze, nebude matrice přenášet zatížení na výztuž a výsledný kompozit nebude vykazovat vyšší pevnost než samotná matrice. Nejčastějším jevem je nesmáčivost výztuže. Někdy lze kontaktní úhel snížit zvýšením povrchové energie výztuže, nebo snížením energie rozhraní mezi výztuží a tekutou matricí. Z toho vyplývá, že za některých okolností lze smáčivost výztuže tekutou matricí zlepšit přidáním malého množství legujícího prvku. Například přidáním lithia do hliníkové slitiny se zvýší smáčivost výztuže z oxidu hlinitého. Kromě smáčivosti mají na pevnost vazby vliv i jiné faktory (chemické, mechanické, teplotní a strukturální). Tyto faktory se navzájem ovlivňují a není tedy možné jejich vliv od sebe izolovat.

[10,21]

4.1. Rozhraní

Rozhraní mezi matricí a výztuží lze definovat jako oblast, ve které se mechanické, fyzikální a chemické vlastnosti kompozitu prudce mění. Vlastnosti kompozitu se odvíjejí od chování těchto tří entit:

- Výztuž
- Matrice
- Rozhraní mezi výztuží a matricí.

Aby mohla být naplno využita pevnost použité výztuže, musí matrice efektivně přenášet napětí do výztuže, proto je důležité porozumět pochodům v oblasti rozhraní daného kompozitu za daných podmínek. Oblast rozhraní se skládá z povrchových vrstev spojovaných materiálů a vrstvy materiálu, který mohl vzniknout mezi těmito povrchy.

Smáčivost povrchu výztuže matricí je jeden z faktorů zasluhující největší pozornost.

[3,10]

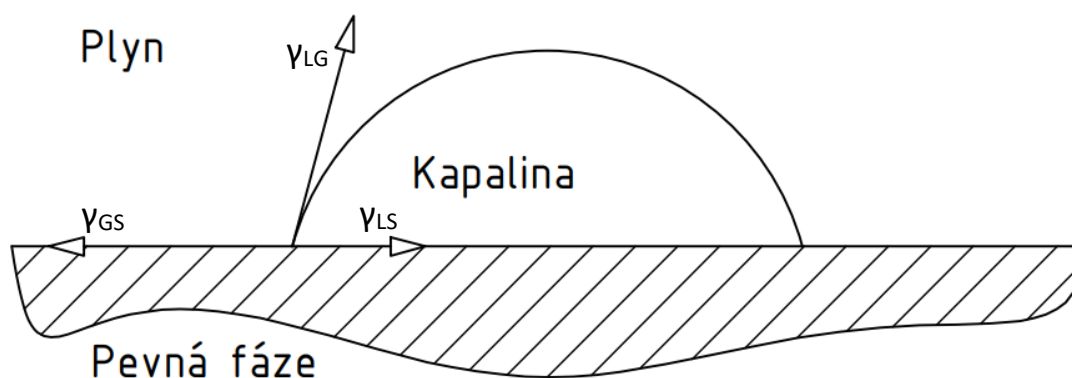
4.2. Smáčivost

Mnohé mechanismy mohou podporovat nebo odporovat adhezi. Jeden z hlavních mechanismů je právě smáčivost povrchu. Smáčivost určuje schopnost kapaliny udržovat kontakt s pevným substrátem. Stupeň smáčení je kombinací projevu adhezních a kohezních sil. Kapalina smáčí povrch pouze v případě, že výsledný stav způsobuje snížení volné energie. Kontaktní úhel θ kapaliny na rovném substrátu je vhodný ukazatel smáčivosti. Kontaktní úhel se měří mezi povrchem substrátu a tečnou k povrchu kapaliny v místě styku s povrchem substrátu.

[10,22,23]

V soustavě na Obr. 8 se nacházejí tři stykové plochy mezi fázemi, tato rozhraní jsou kapalná fáze – plynná fáze, kapalná fáze – pevná fáze, plynná fáze – pevná fáze. Každému fázovému rozhraní náleží povrchové napětí. γ_{LS} – kapalná/pevná, γ_{LG} – kapalná/plynná a γ_{GS} – pevná/plynná. Křivka, na které se stýkají všechna tři rozhraní, se nazývá linie smáčení. Úhel smáčení neboli také kontaktní úhel je úhel, který mezi sebou svírají fázová rozhraní pevná fáze – plynná fáze a kapalná fáze – pevná fáze.

[24,25]



Obr. 8 Schéma kapky na rovinném povrchu a příslušných povrchových napětí, L – kapalná fáze, G – plynná fáze, S – pevná fáze

Tento úhel lze vypočítat z Youngovy rovnice:

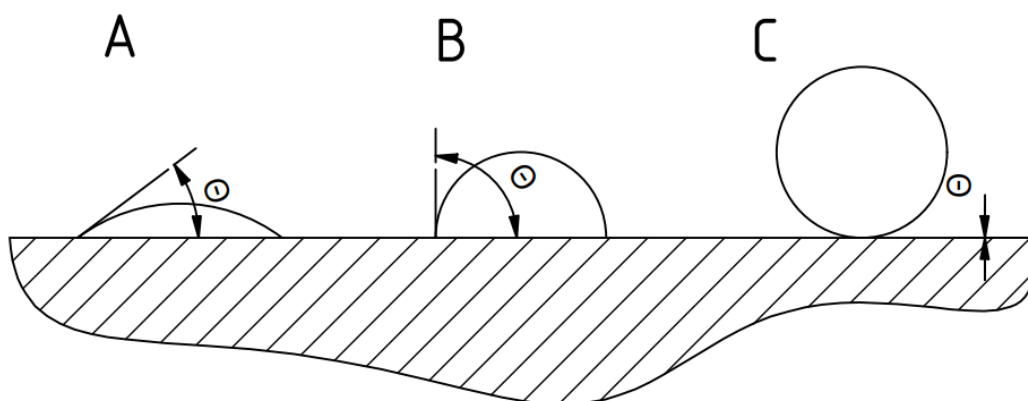
$$\gamma_{GS} - \gamma_{LS} = \gamma_{LG} \cdot \cos \theta \quad [mN \cdot m^{-1}]$$

Nebo:

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{GS} - \gamma_{LS}}{\gamma_{LG}} \quad [-]$$

Extrémními případy jsou $\theta = 0^\circ$ úplná smáčivost, $\theta = 180^\circ$ úplná nesmáčivost.

[22,23]



Obr. 9 Případy smáčivosti, A – dobře smáčivý, C – úplně nesmáčivý

Je důležité poznamenat, že smáčivost není přímo úměrná adhezi. Smáčivost popisuje blízký kontakt dvou složek. Nutně to neznamená, že pokud jsou dvě složky mezi sebou smáčivé je mezi nimi i dobrá adheze. Nízký kontaktní úhel určující dobrou smáčivost je nutná, ale nepostačující podmínka pro silnou vazbu. Smáčivost mimo jiné ovlivňuje také doba kontaktu, teplota, mezifázová interakce, drsnost povrchu a geometrie.

[10,23]

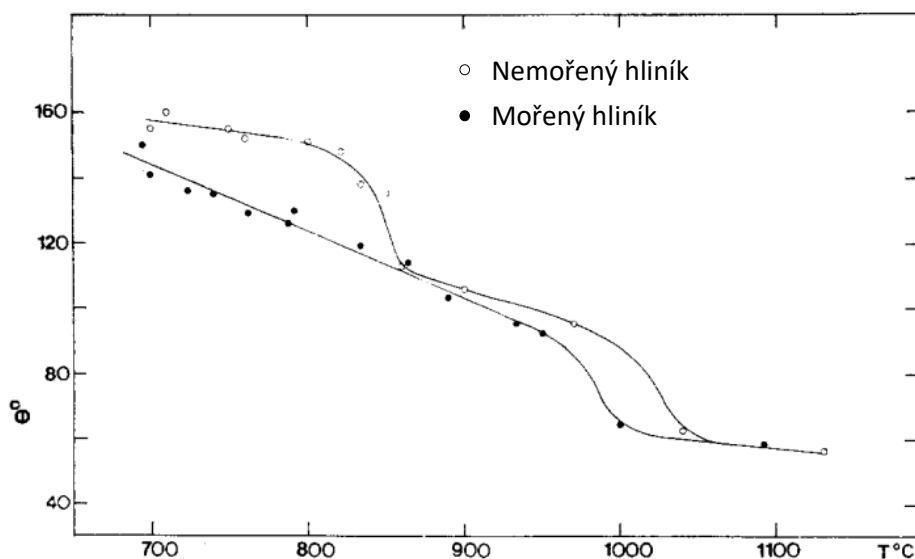
Smáčivost v kompozitních materiálech je důležitá, protože matrice v tekutém stavu musí proniknout do výztuže, smočít ji, a dokonale vyplnit možné dutiny a s ohledem na zvyšování mechanických vlastností musí vzniknout fyzikální vazba mezi maticí a výztuží. Vzniklá vazba může být několika druhů od mechanické tvarové vazby po primární chemickou vazbu.

[10,21]

4.2.1. Vliv teploty licí teploty na smáčivost

V případě smáčivosti uhlíku hliníkem je zapotřebí brát v úvahu možnost použití různých licích teplot. Teoreticky lze zlepšit smáčivost zvýšením licí teploty nad 1000 °C, kdy se na povrchu taveniny začíná rozrušovat vrstva oxidu hlinitého, která do té doby efektivně zabraňuje kontaktu taveniny s výztuží. Vztah mezi teplotou taveniny a kontaktním úhlem obsahuje Graf 1. Z grafu lze vyčíst, že hliník zbavený povrchové vrstvy oxidu hlinitého procesem moření v hydroxidu sodném má lepší smáčivost.

[26]



Graf 1 Závislost kontaktního úhlu na teplotě taveniny [26]

Dále z grafu vyplývá, že se kontaktní úhel dvakrát skokově sníží. První skok na teplotě 860 °C je zapříčiněn porušením vrstvy oxidu hlinitého na povrchu taveniny a druhý skok při teplotě nad 1000 °C je pravděpodobně zapříčiněn nárustem smáčivosti oxidu hlinitého hliníkem. Roztavený hliník se tak může snáze infiltrovat skrz defekty ve vrstvě oxidu hlinitého. Tyto výsledky jsou pro čistý hliník. Kontaktní úhel i teploty lze posunout k příznivějším hodnotám vhodným legováním.

[26]

4.3. Vazby na rozhraní

Na rozhraní mezi matricí a výztuží může společně či samostatně existovat několik typů vazeb.

4.3.1. Mechanická vazba

Na rozhraní mezi matricí a výztuží může vznikat jednoduchá mechanická vazba. Vznikat může tvarový spoj mezi hrubým povrchem výztuže a matricí, která v tekutém stavu zateče do nerovností na výztuži. Tento mechanismus vyžaduje dobrou smáčivost, aby matrice v kapalném stavu mohla vniknout do nerovností na povrchu výztuže. Jinou možností je, že matrice, která má větší teplotní roztažnost než výztuž, se při chladnutí smrští více než výztuž, a tak vznikne silový spoj mezi matricí a výztuží. Je zřejmé, že v případě tvarového spoje je pevnost vazby přímo úměrná velikosti nerovností výztuže. Tento typ vazby se uplatňuje v největší míře v případě, že spolu výztuž a matrice chemicky nereaguje. Příkladem je supravodivý kompozit skládající se z měděné matrice a výztuže z titano-niobové slitiny.

[10]

4.3.2. Fyzikální vazba

Jakákoli vazba zahrnující sekundární vazby, van der Waalsovy síly, vodíkové můstky může být označena jako fyzikální vazba. Vazebná energie těchto vazeb je zhruba 8-16 kJ/mol.

[10]

4.3.3. Chemická vazba

Chemickou vazbou jsou myšleny difuzní procesy. Na rozhraní fází mohou vznikat intermetalika a tuhé roztoky, čímž vzniká dříve avizovaná oblast rozhraní mezi výztuží a matricí viz Obr. 10. Chemickou vazbou jsou primární vazby s energií zhruba 40-400 kJ/mol. Mohou vznikat dva typy vazeb:

- Rozpouštěcí vazba: Vazba mezi fázemi je elektrická, působí tudíž pouze na krátkou vzdálenost, a tedy je nutný blízký kontakt obou fází. To znamená, že je nutné zajistit dobrou smáčivost povrchu a zamezit vniku nečistot mezi matricí a povrch výztuže.
- Reakční vazba: V tomto případě je vazba realizována pomocí difuze. Jedná se o pohyb molekul, atomů a iontů do reakční oblasti.

Chemické vazby vznikají především za zvýšených teplot, kdy je urychlena difuze a kinetika chemických reakcí. Pro řízení procesů a získání ideálních výsledků je nutné znát termodynamiku a kinetiku chemických reakcí probíhajících při tvorbě kompozitu. V Tab. 4 Přehled reakčních produktů na rozhraní Tab. 4 jsou uvedeny produkty reakcí na rozhraní některých běžných kompozitů.

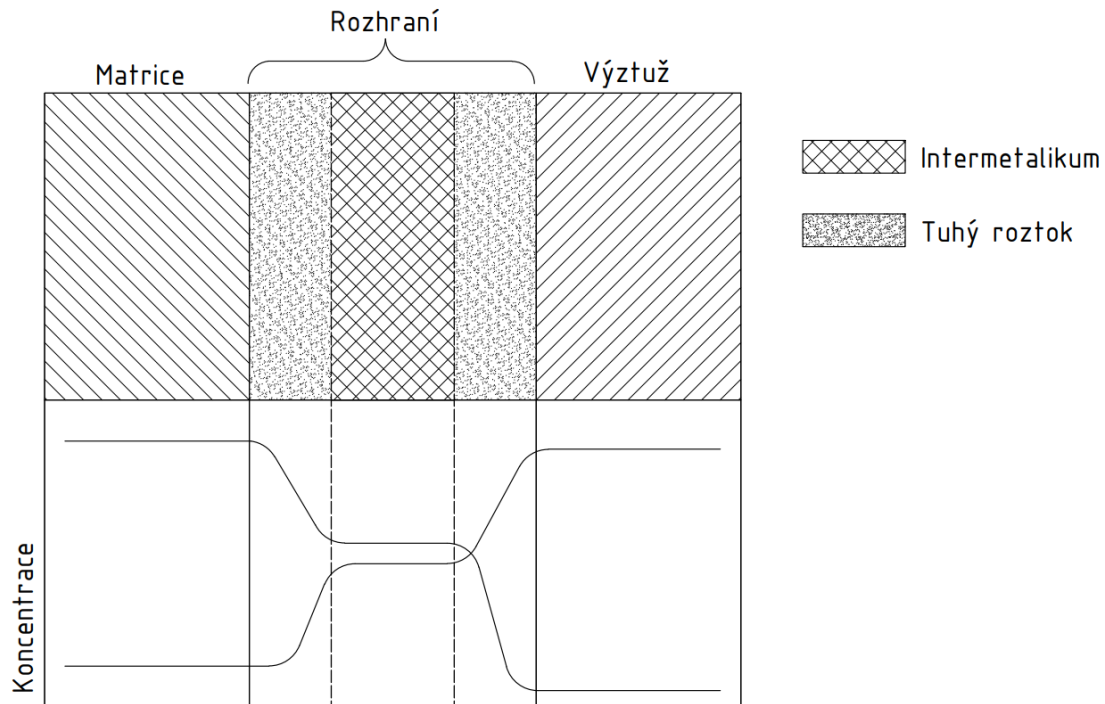
[10]

Tab. 4 Přehled reakčních produktů na rozhraní [10]

Výztuž	Matrice	Reakční produkt
SiC	Slitina Ti	TiC, Ti ₅ Si ₃
SiC	Slitina Al	Al ₄ C ₃
Al ₂ O ₃	Slitina Mg	MgO, MgAl ₂ O ₄
C	Slitina Al	Al ₄ C ₃
B	Slitina Al	AlB ₂
Al ₂ O ₃	Slitina Al	žádný

V případě kovových kompozitů vznikají dvě základní formy reakčních produktů: a) reakční vrstva, která uniformně pokryje povrch výztuže, b) diskretní precipitace okolo výztuže. Reakce typu a) je kontrolována difuzí prvků v reakční vrstvě. Reakce typu b) je řízena nukleačním procesem.

[10]



Obr. 10 Oblast rozhraní mezi matricí a výztuží

4.4. Povlaky

Pro zlepšení smáčivosti a tím i adheze matrice k výztuži lze na povrch výztuže nanášet povlaky, jejichž povrch je pro danou matrici smáčivý, nebo mezi ním a matricí vzniká chemická vazba. Tyto povlaky lze nanášet několika způsoby, jmenovitě: physical vapor deposition (PVD), chemical vapor deposition (CVD) nebo galvanickým pokovením (pouze pokud je výztuž vodivá). Některé povlaky úspěšně brání difuzi a mohou tak zpomalit degradaci výztuže a zvýšit tak životnost kompozitu.

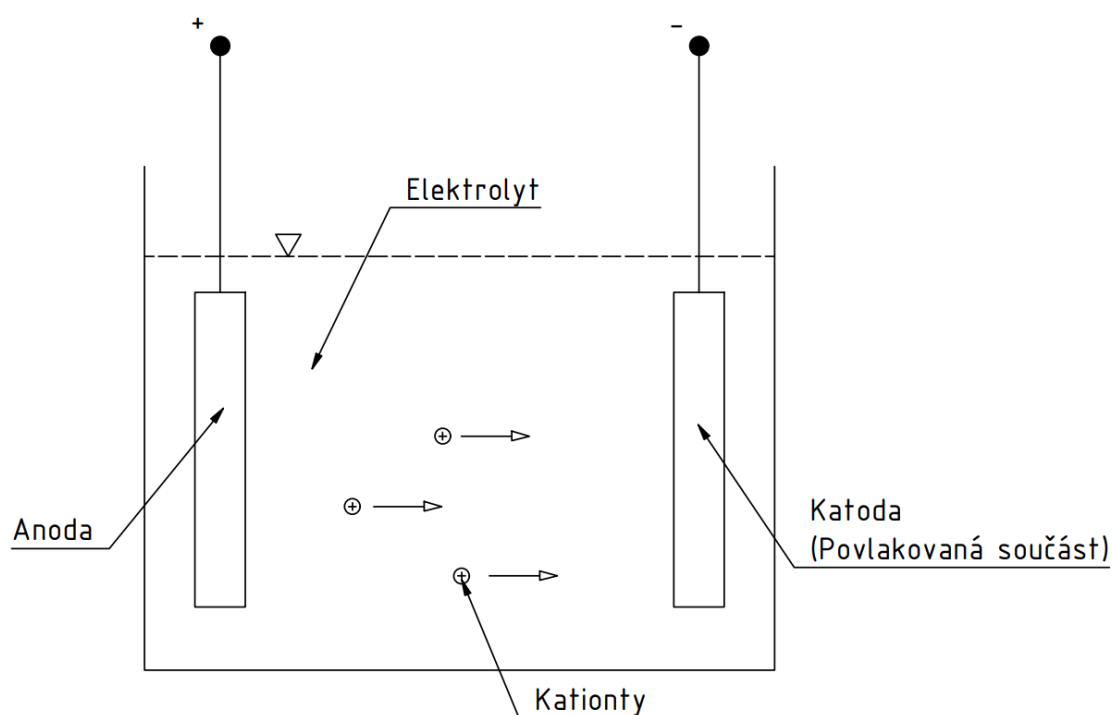
[27,28]

4.4.1. Galvanické pokovení

Galvanické pokovování je dobře známá a rozšířená technologie tvorby ochranných povlaků především proti korozi (galvanostegie), nebo tvorby tlustých povlaků na povrchu tvarově složitých součástí (galvanoplastika). Hlavní vliv na tuto technologii mají elektrochemické děje jako je elektrolýza

a galvanický člunek. Galvanické pokovování probíhá elektrolýzou elektrolytické kapaliny mezi dvěma elektrodami, z nichž zápornou elektrodu (katodu) představuje povlakovaná součást a kladná elektroda (anoda) je vyrobena z materiálu, který bude nanášen. Vlivem procházejícího proudu se anoda rozpouští v elektrolytu a vlivem elektrického potenciálu se vylučuje na katodě, kde vytváří povlak. Ve výjimečných případech se používá nerozpustné anody (zlato či platina) a obsah lázně je doplňován solí příslušného kovu. Průběh galvanického pokovení je znázorněn na Obr. 11.

[29,30]



Obr. 11 Schéma zapojení galvanického člunku

Elektrolýza se řídí Faradayovými zákony:

- První zákon říká, že množství látek chemicky přeměněných účinkem elektrického proudu je přímo úměrné velikosti elektrického náboje prošlým elektrolytem.

$$m = A_e * I * \tau [g]$$

Kde m – množství vyloučených látek [g], I – elektrický proud [A],
 τ – čas [s], A_e – konstanta úměrnosti neboli chemický ekvivalent
(množství látky vyloučené nábojem 1 coulomb).

- Druhý zákon říká, že látková množství látek přeměněných na elektrodách průchodem stejného elektrického náboje jsou totožná.

Ze zákona vyplývá, že k rozpuštění ekvivalentního množství látky je třeba vždy stejného náboje. Tento náboj nazýváme Faradayův náboj. Elektrochemický ekvivalent tedy můžeme vypočítat podle vztahu:

$$A_e = \frac{M}{n * F} [kg * C^{-1}]$$

Kde M – molární hmotnost [$g * mol^{-1}$], n – mocenství kovového kationtu v lázni, F – Faradayova konstanta 96 487 [$C * mol^{-1}$].

Oba Faradayovy zákony je možno vyjádřit ve tvaru:

$$m = \frac{M * I * \tau}{n * F} [g]$$

[30]

4.4.2. Physical vapor deposition – PVD

Physical vapor deposition neboli fyzikální napařování se dělí na napařování a napařování, rozdíl těchto metod je ve způsobu vylučování nanášeného materiálu. Nevýhodou PVD je „line of sight“ charakter povlakování, kdy je vždy povlakován jen povrch substrátu, který je v přímé lince od zdroje. Pro úplné pokrytí substrátu je tedy nutné polohování vzorku a ani tak není v případě tvarově složitých součástí zaručeno dokonalé pokrytí povrchu.

[31,32]

V napařovacím procesu PVD je nanášený materiál umístěn ve vakuové komoře a zahříván, zahřátý materiál se vypařuje a následně kondenzuje na povrchu povlakované součásti. Tlak ve vakuové komoře je obvykle 1×10^{-7} torr. Nejčastěji je zahřívání nanášeného materiálu zprostředkováno pomocí elektronového paprsku nebo elektromagnetické indukce. Zahřívání pomocí elektronového svazku je dosaženo nasměrováním

vysokoenergetického svazku elektronů za pomoci magnetického pole do kalíšku s napařovaným materiálem a vytvořením roztavené oblasti na povrchu materiálu. Roztavený materiál tak není v přímém kontaktu s tavícím kelímkem a je tak dosaženo vysoké čistoty povlaku. V případě zahřívání pomocí elektromagnetické indukce je materiál taven v celém objemu, a tak je tavenina v přímém kontaktu s tavícím kelímkem a může dojít ke kontaminaci povlaku. Zahřívání za pomoci indukce se používá například při povlakování hliníkem. Je zapotřebí se vyhnout jevu, kdy hliník při zahřívání pomocí elektronového svazku vyzařuje rentgenové záření.

[32,33]

Druhou variantou nanášení povlaku pomocí PVD je naprašování. Naprašování se dále dělí na konvenční a magnetronové.

Konvenční naprašování je proces, kdy je povrchová vrstva naprašovaného materiálu bombardována energetickými ionty generovanými doutnavým výbojem. Atomy v povrchové vrstvě jsou tak vyráženy směrem k povrchu povlakované součásti. Existují dvě varianty doutnavého výboje, stejnosměrný doutnavý výboj a radiofrekvenční doutnavý výboj. Konfigurace stejnosměrného výboje je následující: odprašovaný materiál je zapojený jako katoda a povlakovaná součást je zapojena jako anoda. Ionty jsou generovány při neelastických srážkách urychlujících elektronů s atomy inertního plynu, kterým je komora zaplněna. Ionty jsou urychleny směrem ke katodě, kde vyrážejí atomy na povrchu. Vyražené atomy pak kondenzují na povrchu substrátu a postupně je tak vytvořen povlak. Při použití radiofrekvenčního výboje je umožněna regenerace ztracených elektronů z elektrod. Tak lze udržet výboj i bez nutnosti sekundární emise elektronů z odprašovaného materiálu.

[33]

Pro zvýšení produktivity naprašování je využíváno magnetronového naprašování. Základní princip je stejný jako u konvenčního naprašování. Magnetronové naprašování navíc využívá kombinace elektrických a magnetických polí, za jejichž pomoci zachytává elektrony, které by jinak

uletěly mimo prostor odprašovaného terče. Vlivem zachytávání elektronů je hustota elektronů při magnetronovém naprašování řádově vyšší než u konvenčního naprašování, čímž je docíleno většího počtu odprášených atomů, a tak i vyšší depoziční rychlosti.

[33]

4.4.3. Chemical vapor deposition – CVD

Chemické napařování je proces, při kterém je jeden nebo více volatilních anorganických prekurzorů přivedeno v plynné fázi často za pomoci nosného plynu do reakční komory s aktivovaným prostředím (za pomoci tepla, plazmy, světla etc.), kde difundují na vyhřívaný substrát, na kterém nukleují za vzniku epitaxních tenkých filmů. Nestabilní vedlejší produkty vzniklé touto reakcí jsou transportovány do výfuku. Chemické napařování je technologicky složitý proces, který vyžaduje důkladné odladění pro konkrétní použití. Má však nesporné výhody oproti technologiím PVD, a to obzvláště v případě povlakování tvarově složitějších součástí u kterých by metodou PVD nebylo dosaženo homogenního povlaku na celém povrchu součásti.

[32,33]

4.5. Materiály povlaků

Zlepšení smáčivosti nebo tvorba chemické vazby na rozhraní lze dosáhnout nanesením vrstvy vhodného materiálu na povrch výztuže. Níže uvedené materiály povlaků jsou konvenčně používané ve spojení s uhlíkovou nebo skelnou výztuží a mají běžně za úkol ochranu proti oxidaci, ale zkoumá se i jejich vliv na adhezi mezi výztuží a hliníkovou maticí.

[28,34,35]

4.5.1. Měď – Cu

Měděný povlak se používá v PMC pro zvýšení vodivosti kompozitu. Jeho vliv na smáčivost výztuže hliníkovou matricí nebyl v minulosti ověřován. Povlak mědi reaguje s hliníkovou matricí za vzniku intermetalika Al_2Cu nebo $AlCu$, jejichž vznik je závislý na nasycenosti taveniny hliníku mědí.

[35,36]

4.5.2. Nikl – Ni

Nikl se stejně jako měď používá ke zvýšení vodivosti PMC. Díky jeho vysoké teplotě tání $1455\text{ }^\circ\text{C}$ se nabízí jako vhodný materiál pro povlaky v MMC k ochraně výztuže proti oxidaci a reakci s matricí i za vysokých teplot, kterým je výztuž vystavena při procesu lití. Nikl reaguje s hliníkem za vzniku intermetalik $AlNi$, Al_3Ni , $AlNi_3$, Al_3Ni_5 , Al_4Ni_3 a Al_3Ni_2 . Z nichž Al_4Ni_3 a Al_3Ni_2 jsou křehké fáze.

[35]

4.5.3. Oxid hlinitý – Al_2O_3

Oxid hlinitý se využívá ke zvýšení odolnosti proti oxidaci. Stejně jako u niklu je vhodná jeho vysoká teplota tání $2070\text{ }^\circ\text{C}$, což zabraňuje reakci s matricí při běžných licích teplotách. Oxid hlinitý se využívá i samostatně jako výztuž. Oxid hlinitý nereaguje s hliníkovou matricí. I přes to, že se na rozhraní netvoří sloučeniny, tvoří hliník s oxidem hlinitým silnou vazbu.

[6,28,37]

4.5.4. Nitrid titanu – TiN

Nitrid titanu vykazuje velice nízkou smáčivost s taveninou hliníku $\Theta = 143^\circ$, i přesto mezi ním a hliníkovou matricí vzniká silná chemická vazba. Tento povlak tak není příliš vhodný pro použití uhlíkovými tkaninami a rovingy, protože kvůli špatné smáčivosti nemůže dokonale zaplnit mezery mezi

vlákny, jeho použití se tak omezuje na částicovou výztuž a krátká vlákna.
Nitrid titanu reaguje s taveninou hliníku za vzniku AlN a Al₃Ti.

[38]

5. Experimentální část

5.1. Popis Experimentu

Experimentální část práce se zabývá výzkumem vazby mezi výztuží a matricí. Pro potřeby experimentu byla vytvořena litinová kokila, do které byly odlévány vzorky s výztuží s různými povrchovými úpravami. Výsledkem byl kompozit s kovovou matricí, u kterého byla pozorována vazba mezi matricí a výztuží. Vzorek byl navržen tak, aby v případě vzniku vazby mezi matricí a výztuží mohl být zhotoven metalografický výbrus. Tvar kokily je navržen s důrazem na snadné odlévání, dobrou fixaci výztuže a na snadné vyjmutí vzorku z formy. Forma byla navržena tak, aby ze vzorku vždy část výztuže vystupovala a bylo tak možné změřit sílu kterou výztuž drží ve formě. Pro účely fixace výztuže při povlakování metodou PVD a jejího polohování ve vakuové komoře byl navržen přípravek na fixaci výztuže a polohovací zařízení.

5.2. Metodika experimentu

Zkouška vazby matrice a výztuže s různými povrchovými předúpravami byla provedena za účelem zkoumání adheze mezi výztuží a matricí. Následující popis vysvětluje postup experimentu a zohledňuje všechny fáze, které byly provedeny.

1. Volba materiálu:

Byly vybrány materiály pro matrici a výztuž, které jsou běžně dostupné a jejichž kombinace by poskytovala vhodnou kombinaci vlastností obou složek.

2. Příprava vzorků:

Byly vytvořeny vzorky výztuže s různými povrchovými předúpravami. Každá předúprava měla za úkol zvýšit adhezi mezi výztuží a matricí. Vytvořeny byly tři vzorky pro každou předúpravu.

3. První tavba – Základní předúpravy povrchu:

V první tavbě byly použity vzorky se základními povrchovými předúpravami, pro které nebylo nutné vymýšlet žádné specifické postupy a přípravky. Cílem bylo ověřit základní adhezi bez jakýchkoli dalších vlivů.

4. Druhá a třetí tavba – Vliv licí teploty a výdrže na licí teplotě:

V této fázi byly provedeny dvě tavby. Během čtvrté fáze byly použity vzorky s různými povrchovými předúpravami a byly lity při různých licích teplotách s výdrží nebo bez výdrže na licí teplotě. Tímto způsobem byl zkoumán vliv licí teploty a výdrže na adhezi mezi výztuží a matricí.

5. Čtvrtá tavenina – Ostatní povlaky a výztuže:

Poslední fáze tavby se zaměřila na zkoumání vlivu zbylých povlaků na adhezi. Byly použity vzorky s povrchovými úpravami, které zahrnovaly komplexnější materiály nebo postupy a vzorky s výztuží ze skelného vlákna. V této tavbě už se nezkoumal vliv licí teploty, jelikož byl již ověřen v předchozí tavbě.

6. Zkoumání smáčivosti a adheze:

U každého vzorku byla provedena analýza smáčivosti, tj. schopnosti matrice přilnout a infiltrovat se kolem výztuže. Dále byla hodnocena adheze mezi matricí a výztuží. Kvalita smáčivosti a adheze byla posuzována například vizuálně nebo pomocí mechanických testů.

7. Vyhodnocení výsledků:

Získané výsledky byly vyhodnoceny a srovnány s cíli experimentu. Zkoumalo se, které povrchové předúpravy a podmínky lití měly největší pozitivní vliv na adhezi mezi matricí a výztuží.

8. Závěr a závěrečné doporučení:

Na základě vyhodnocených výsledků byly formulovány závěry a doporučení pro další postup. To zahrnuje optimální povrchové předúpravy, licí teploty a doby výdrže na licí teplotě pro dosažení nejlepší adheze mezi výztuží a matricí. Byly navrženy také alternativní technologie výroby kompozitu tohoto složení.

Celý experiment byl rozdělen do čtyř taveb, každá zaměřená na jiný aspekt zkoumání vlivu povrchových úprav, licí teploty a výdrže na adhezi mezi výztuží a matricí. Cílem bylo nalézt optimální kombinaci faktorů pro dosažení nejlepší adheze.

5.3. Kokila

Pro účely odlití vzorků na metalografický výbrus byla navržena kokila s ohledem na co nejmenší objem odlévaného vzorku, dobrou fixaci výztuže, co nejsnazší vyjmutí vzorku a co nejsnazší sestavení formy. Byl zvolen design, kde se výztuž zafixuje v dělicí rovině a dva díly formy se spojují čtyřmi šrouby.

5.3.1. Formovací rám

Formovací rámy viz Obr. 12 se používají k vytvoření pískové formy, dovnitř rámu se uloží modely a zasypou se formovací směsí a směs je posléze zhutněna. Formovací rámy mohou být vyrobeny z litiny, oceli či dřeva. Formovací rám se skládá z horní poloviny, dolní poloviny a skládacích kolíků.



Obr. 12 Formovací rám

5.3.2. Formovací směs

Formovací směs slouží k vytvoření formy a musí tak splňovat několik požadavků jako je tvárnost, soudržnost, žáruvzdornost, pevnost a prodyšnost. Formovací směs se skládá z ostřiva a pojiva, v tomto případě byla použita směs křemenného písku (ostřivo) a bentonitu (pojivo). Pro snazší vyjmutí modelů z formy a rozdělení dělicí roviny byl použit grafitový

prášek. Formovací směs a míchačka na formovací směs je zobrazena na obrázcích Obr. 13 a Obr. 15.



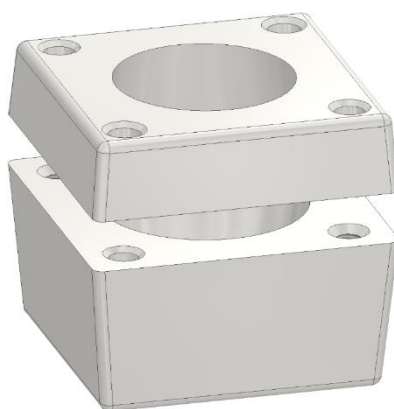
Obr. 13 Míchačka na formovací směs



Obr. 15 Formovací směs

5.3.3. Návrh

Model formy byl vytvořen v programu Autodesk Inventor, ve kterém byla vytvořena také výkresová dokumentace. CAD model formy lze vidět na Obr. 14.



Obr. 14 CAD model kokily

5.3.4. Odlití

Formovací model byl vyroben metodou 3D tisku, oproti finálnímu tvaru byly zvětšeny úkosy a byly vytvořeny přídavky na obrábění. Zaformování modelů s vtokovou soustavou a výslednou pískovou formu lze vidět na Obr. 16 a Obr. 17.



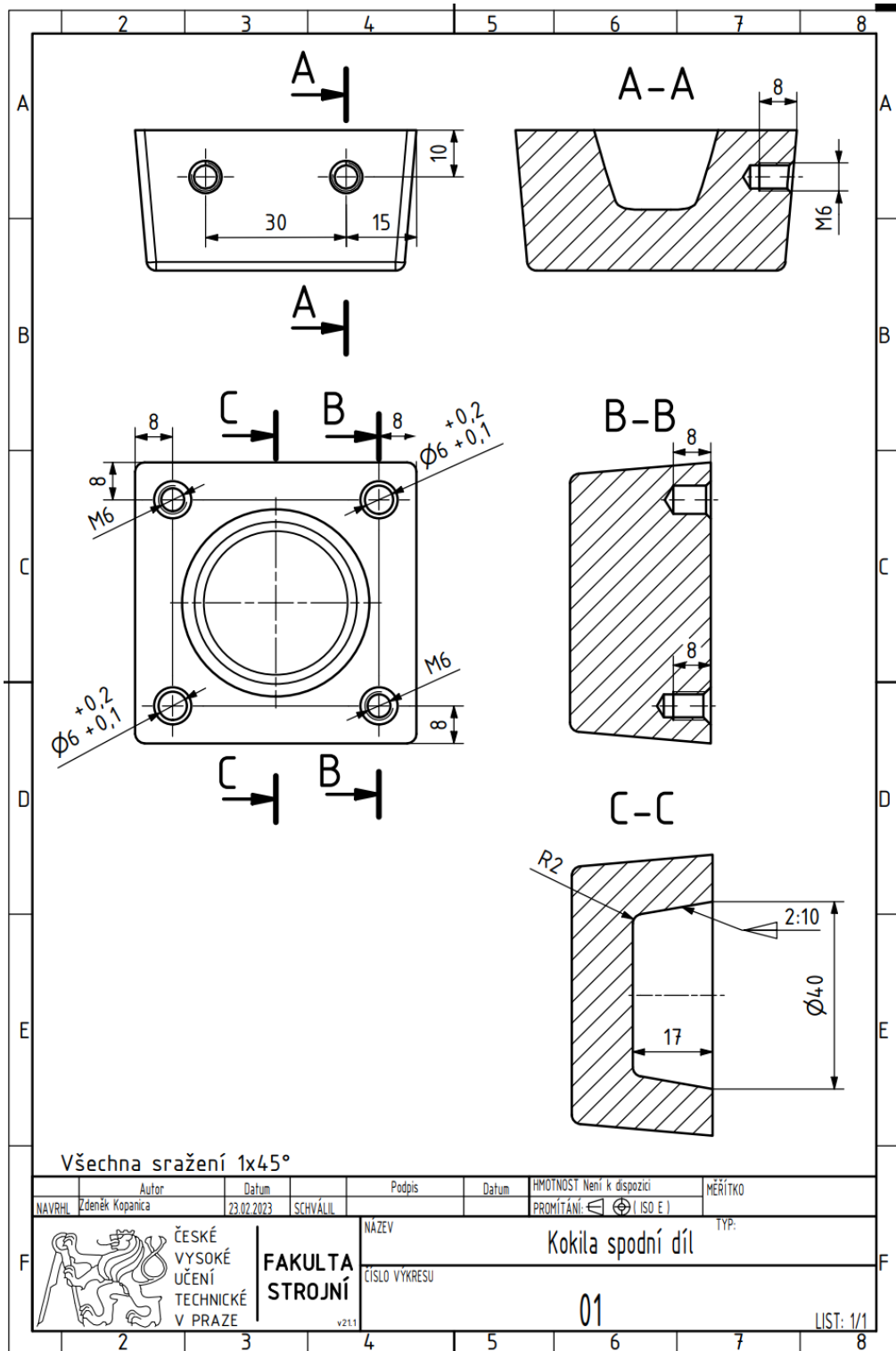
Obr. 16 Uložení modelu a vtokového kanálu do formovacího rámu



Obr. 17 Písková forma po vyjmutí modelu kokily

5.3.5. Obrábění

Po odlití byly obrobeny stykové plochy obou dílů kokily a byly vyvrtány díry pro šrouby. Dutina kokily byla jemně obrobena pro dosažení hladkého povrchu a snazší vyjmutí vzorku z formy. Výrobní výkres části formy lze vidět na Obr. 18.



Obr. 18 Výrobní výkres kokily

5.4. Výztuž

Použitá výztuž byla dodána firmou Havel composites CZ s.r.o. Použity byly uhlíkové a skelné rovingy.

- Skelný roving ASSEMBLED 2400 tex
- Uhlíkový roving TENAX STS40 F13 48K 3200 tex

Tab. 5 Vlastnosti uhlíkového rovingu [39]

Uhlíková vlákna	
Počet vláken	48 000
Tloušťka vlákna [μm]	7
Hustota [$\text{g}\cdot\text{mm}^{-3}$]	1,77
Mez pevnosti [MPa]	4000
Modul pružnosti [GPa]	250

5.5. Modifikace výztuže

S cílem zvýšit smáčivost vláken a tím i adhezi matrice k výztuži byl povrch vzorku odmaštěn nebo bylo na vzorky nanášeno několik typů povlaku. Před nanášením každého povlaku bylo nejprve provedeno odleptání impregnace rovingu za pomoci kyseliny chlorovodíkové. V případě skelného rovingu nemohl být povlak nanášen pomocí galvanického pokovení. Bylo vytvořeno 17 sad vzorků po třech, celkem tedy 51 vzorků.

5.5.1. Odmaštění

Odmaštění se provádí k odstranění nečistot a mastnoty z povrchu výztuže, v některých případech dojde dokonce k odstranění impregnace výztuže, která je na místě kvůli ochraně výztuže před oxidací a ke zlepšení adheze s polymerní matricí. Chceme-li dosáhnout odmaštění rovingu a přitom se vyhnout jeho degradaci je vhodné dodržet technologické podmínky

odmaštění, které je nejprve zapotřebí ověřit. Jelikož se pokoušíme odstranit mastnotu nebo impregnaci na základě polymeru, v případě uhlíkového vlákna nelze použít rozpouštědlo, které by rozpustilo impregnaci a mastnoty a zachovalo uhlíkové vlákno, protože základním prvkem všech tří látek je uhlík. Musíme se tedy spolehnout čistě na technologické podmínky a nevystavovat vlákna rozpouštědлу po příliš velké časové úseky.

Použitá odmašťovadla:

- Isopropyl alkohol
- Toluén
- Kyselina chlorovodíková – 31% roztok

5.5.2. Galvanické povlakování Ni v domácích podmínkách

Podle návodu na internetu na domácí galvanické povlakování byla vytvořena lázeň z bílého octa a stolní soli. Roztok byl dále nasycen niklem zapojením niklové anody a katody do obvodu se stejnosměrným zdrojem. Posléze byla jako katoda zapojena část uhlíkového rovingu. Na laboratorním zdroji bylo nastaveno 10 V a 1 A a proud byl přiváděn po dobu 15 minut. Vlákna byla povlakována v délce 10 cm a použitý proud byl 1 A. Tloušťka povlaku lze vypočítat z rovnice:

$$t_p = \frac{t * 1,5I}{s} [\mu m]$$

Kde t_p – tloušťka povlaku, t – doba povlakování v minutách, I – proud, s – plocha povlakované součásti v dm^2 .

Pro vypočtení plochy rovingu je potřeba znát jeho délku, průměr vláken a počet vláken. Plocha se pak vypočítá podle vzorce:

$$s = l * \pi d * n [dm^2]$$

Kde l – délka rovingu v dm, d – průměr vlákna v dm a n – počet vláken.

Po dosazení:

$$s = 1 * \pi * 7 * 10^{-5} * 48000 = 10,56 dm^2$$

Po dosazení do vzorce:

$$t_p = \frac{15 * 1,5 * 1}{10,56} = 2,13 \mu m$$

Tloušťka povlaku byla tedy přibližně 3,5 μm .

5.5.3. Galvanické povlakování Ni v laboratorních podmínkách

Galvanické poniklování se provádělo v niklovací lázni obsahující síran nikelnatý, chlorid nikelnatý a kyselinu boritou. Pracovní teplota lázně je 55-60 °C a vylučovací rychlost je 1 μm za minutu při proudové hustotě 1,5 A na dm^2 . Stejně jako u domácího niklování je jako anoda zapojena niklová elektroda a jako katoda uhlíkový roving. Vlákna byla povlakována v délce 10 cm a Použitý proud byl 5 A. Tloušťka povlaku lze vypočítat z rovnice:

$$t_p = \frac{t * 1,5I}{s} [\mu m]$$

Kde t_p – tloušťka povlaku, t – doba povlakování v minutách, I – proud, s – plocha povlakované součásti v dm^2 .

Pro vypočtení plochy rovingu je potřeba znát jeho délku, průměr vláken a počet vláken. Plocha se pak vypočítá podle vzorce:

$$s = l * \pi d * n [dm^2]$$

Kde l – délka rovingu v dm, d – průměr vlákna v dm a n – počet vláken.

Po dosazení:

$$s = 1 * \pi * 7 * 10^{-5} * 48000 = 10,56 dm^2$$

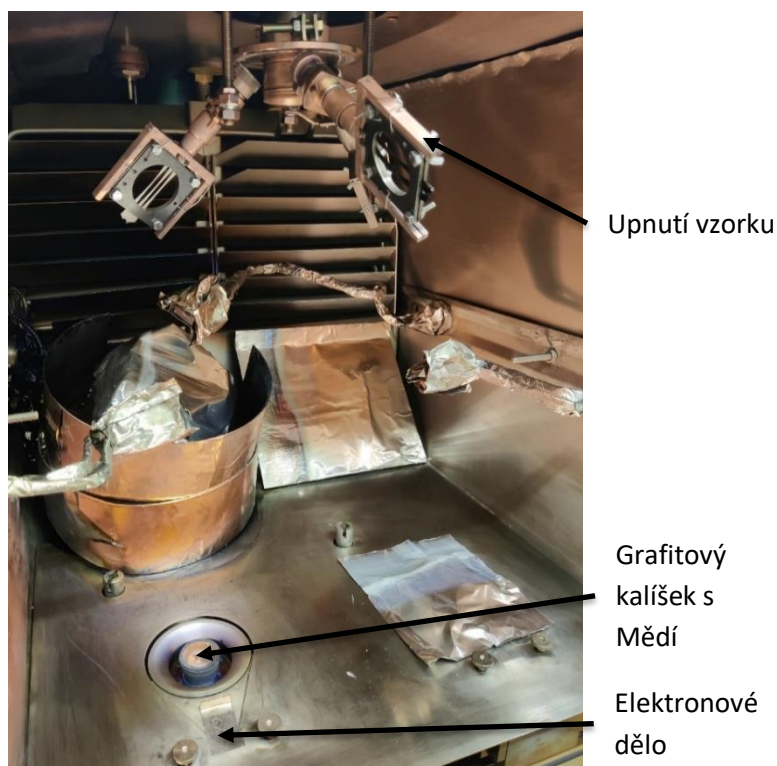
Po dosazení do vzorce:

$$t_p = \frac{5 * 1,5 * 5}{10,56} = 3,55 \mu m$$

Tloušťka povlaku byla tedy přibližně 3,5 μm .

5.5.4. PVD povlakování Ni a Cu

Povlakování metodou PVD probíhalo na zařízení Balzers OERLIKON metodou PVD napařování. Pro dosažení rovnoměrného povlaku po celém obvodu rovingu byl vyroben polohovací přípravek, který byl namontován ve vakuové komoře. Tato technologie má jisté omezení, a to především v „line of sight“ podstatě nanášení povlaku, touto technologií byl tedy napovlakován pouze povrch rovingu, pokud by měla být napovlakována všechna vlákna musela by být povlakována samostatně. Na Obr. 19 lze vidět interiér povlakovacího zařízení včetně planetového polohovacího zařízení, na Obr. 20 vzorky upnuté v držácích a na Obr. 21 napovlakovaný roving.



Obr. 19 Uspořádání PVD povlakování



Obr. 20 Upnuté vzorky po pomědění



Obr. 21 Vzorky poniklované metodou PVD

5.6. Matrice

Na materiál matrice byla zvolena hliníková slitina AlSi8Cu3. Tato slitina v sobě spojuje vhodnou kombinaci obrobitelnosti, tepelné vodivosti a dobré slévateľnosti. Materiál je vhodný především díky nízké teplotě tání (cca 660 °C).

Tab. 6 Složení matrice

Složení AlSi8Cu3											
Prvek	Si	Cu	Fe	Mn	Mg	Zn	Ni	Pb	Sn	Ti	Al
[%]	9,32	2,31	0,49	0,22	0,45	0,74	0,05	0,04	0,01	0,07	zbytek

Tab. 7 Mechanické vlastnosti matrice [40]

Mechanické vlastnosti AlSi8Cu3 litého do kovové formy			
R_m [MPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	E [GPa]	ρ [g.mm ⁻³]
170	100	75	2,75

5.7. Odlévání vzorků

5.7.1. Pec

Odlévání vzorků probíhalo ve dvou pecích, v odporové peci (Obr. 22) v případě vzorků bez výdrže na licí teplotě a v indukční peci (Obr. 23). Odporová pec má výhodu snazší regulace teploty taveniny, indukční pec byla použita pro výhřev kokil při výdrži na licí teplotě.



Obr. 22 Odporová pec



Obr. 23 Indukční pec

5.7.2. Postup odlévání

1. Vložení rovingu do kokily.
2. Sešroubování kokily (Obr. 24).



Obr. 24 Kokila se založeným rovingem

3. Odlití vzorku (Obr. 25).



Obr. 25 Odlití vzorku

4. Výdrž na licí teplotě (pokud byla prováděna).
5. Zachlazení a vyjmutí vzorku z kokily.

6. Výsledky

Celkem bylo vytvořeno 51 vzorků z nichž žádný nevykazoval vytvoření vazby mezi výztuží a matricí. Nebyly prováděny mechanické zkoušky ani metalografický výbrus. Všechny vzorky, které byly odlity bez výdrže na licií teplotě vykazovali lyofobnost, zatímco vzorky, u kterých byla provedena výdrž na teplotě matrice výztuž smočila, jen v případě vzorků s měděným povlakem nebyla smáčivost nijak výrazně zlepšena. U všech vyhotovených vzorků nezávisle na tom, zda byla či nebyla provedena výdrž na licií teplotě bylo možné výztuž z matrice vytáhnout rukou bez vynaložení větší síly. Vzorky byly připraveny celkem ve čtyřech tavnách z každé tavby vyplýval další postup, a proto budou výsledky rozděleny podle jednotlivých taveb. Průběh odlévání vzorků lze vidět na Obr. 26.



Obr. 26 Odlévání vzorků

6.1. První tavba

V první tavbě byly zkoušeny základní povrchové úpravy, které jsou běžně dostupné a jednoduché na přípravu, jako je: odmaštění toluenem, isopropyl alkoholem nebo kyselinou chlorovodíkovou, a galvanické pokovení v podomácku vyrobené lázni. Zkoušen byl také pouze uhlíkový roving.

6.1.1. N1 – N3 galvanické poniklování „podomácku“



Obr. 27 Vzorky N2 a N3



Obr. 28 Detail

Vzorky N1 – N3 viz Obr. 27 byly podomácku galvanicky poniklovány a odlity z licí teploty 750 °C bez provedení výdrže na teplotě. U vláken, která byla povlakována v domácí lázni vykazoval povlak větší drsnost a nižší adhezi k výztuži než povlak nanesený v niklové lázni. Rozhraní mezi rovingem a výztuží lze vidět v detailu na Obr. 28. Na rozhraní mezi výztuží a matrice je jasně vidět, jak je matrice odpuzována od výztuže. Výztuž bylo možné vyjmout z matrice ručně bez vynaložení velké síly.

6.1.2. Vzorky T1 – T3 toluen



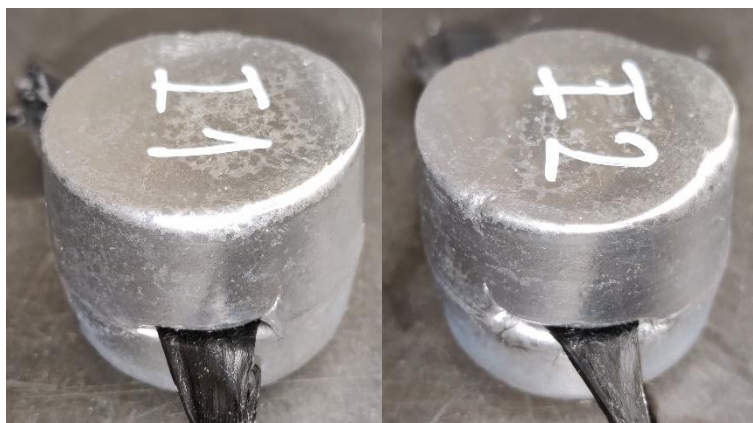
Obr. 29 Vzorky T1 a T3



Obr. 30 Detail

Vzorky T1 – T3 viz Obr. 29 byly před litím odmaštěny pomocí toluenu a odlity z teploty 750 °C bez výdrže na lici teplotě. Detail rozhraní lze vidět na Obr. 30. Vzorky očištěné toluenem nevykazovaly zlepšení smáčivosti a netvořily s matricí vazbu.

6.1.3. Vzorky I1 – I3 isopropyl alkohol



Obr. 31 Vzorky I1 a I2



Obr. 32 Detail

Vzorky s výztuží odmaštěnou isopropyl alkoholem viz Obr. 31 byly odlity z lící teploty 750 °C bez výdrže na lící teplotě. Vzorky odmaštěné isopropyl alkoholem nevykazovaly zlepšení smáčivosti výztuže. Detail rozhraní mezi výztuží a matricí lze vidět na Obr. 32.

6.1.4. Vzorky CI1 – CI3 kyselina chlorovodíková



Obr. 33 Vzorky CI1 a CI3



Obr. 34 Detail

Vzorky CI1 – CI3 viz Obr. 33 byly předupraveny mořením v 31% roztoku kyseliny chlorovodíkové byly odlity z lící teploty 750 °C bez výdrže na teplotě. Vzorky mořené v 31% roztoku kyseliny chlorovodíkové nevykazovaly zlepšení smáčivosti. Detail rozhraní viz Obr. 34.

6.2. Druhá a třetí tavba

V druhé a třetí tavbě byly zkoumány vlivy licích teplot a výdrže na licích teplotách na smáčivost vláken. Vzhledem k pořízení konvenční niklovací lázně už nebylo žádoucí používat nekonzistentní proces niklování v podomácku vyrobené niklovací lázni.

6.2.1. N4 – N6 konvenční galvanické poniklování



Obr. 35 Vzorky N4 a N5



Obr. 36 Detail

Vzorky N4 – N6, které lze vidět na Obr. 35, byly galvanicky poniklovány a odlity z licí teploty 750 °C bez provedení výdrže na teplotě. Rovinky galvanicky povlakované niklem v laboratorních podmínkách vykazovaly větší čistotu povrchu a lepší adhezi povlaku k výztuži než u výztuže povlakované domácí metodou galvanického poniklování. Na rozhraní mezi výztuží a matricí viz Obr. 36 nevznikla žádná vazba, matrice je odpuzována od vláken.

6.2.2. N11 – N13 konvenční galvanické poniklování



Obr. 37 Vzorky N11 a N13



Obr. 38 Detail

Vzorky N11 – 13 viz Obr. 37 byly galvanicky poniklovány a odlity z teploty 1050 °C s výdrží na teplotě, z důvodu větší afinity hliníku ke kyslíku při vyšších teplotách bylo tavení prováděno v ochranné atmosféře argonu. Vzorky vykazovaly dobrou smáčivost, avšak adheze byla slabá. Zlepšenou smáčivost mezi matricí a výztuží lze pozorovat na Obr. 38.

6.2.3. N21 – N23 konvenční galvanické poniklování



Obr. 39 Vzorky N21 a N23



Obr. 40 Detail

Vzorky N21 – N23 na Obr. 39 byly galvanicky poniklovány a odlity z licí teploty 1050 °C pod ochranou atmosférou argonu bez výdrže na teplotě. Vzorky nevykazovaly zlepšení smáčivosti, jak tvrdila odborná literatura. Dle literatury se měl kontaktní úhel prudce snížit při zahřátí hliníku nad 1000 °C, tento jev ale nebyl pozorován ani u jednoho ze tří takto vyhotovených vzorků. U vzorků N21 – N23 matrice nesmočila výztuž a nebyla tak mezi nimi vytvořena vazba. Detail lyofobního chování výztuže lze pozorovat na Obr. 40.

6.2.4. Vzorky CI11 – CI13 kyselina chlorovodíková



Obr. 41 Vzorky CI 11 a CI 13



Obr. 42 Detail

Vzorky CI11 – CI13 viz Obr. 41 byly předupraveny mořením v 31% roztoku kyseliny chlorovodíkové, odlity z licí teploty 750 °C s výdrží na licí teplotě. Oproti vzorkům se stejnou předúpravou a stejnou licí teplotou je zřejmé zlepšení smáčivosti které tak musela způsobit výdrž na licí teplotě. Výztuž byla smočena matricí, avšak stále nevzniknul spoj s dostatečnou adhezí. Detail přechodu mezi matricí a výztuží lze vidět na Obr. 42.

6.2.5. Vzorky CI21 – CI23 kyselina chlorovodíková



Obr. 43 Vzorky CI21 a CI23



Obr. 44 Detail

Vzorky CI21 – CI23 viz Obr. 43 byly předupraveny mořením v 31% roztoku kyseliny chlorovodíkové, a odlity z licí teploty 1050 °C s výdrží na licí teplotě. Vzorky vykazují zlepšení smáčivosti oproti vzorkům litým z teploty 1050 °C bez výdrže na licí teplotě. Je tedy zřejmé, že s výdrží na licí teplotě stoupla smáčivost. Detail rozhraní mezi matricí a výztuží lze pozorovat na Obr. 44.

6.2.6. Vzorky CI31 – CI33 kyselina chlorovodíková



Obr. 45 Vzorky CI31 a CI33



Obr. 46 Detail

Vzorky CI31 – CI33, které lze pozorovat na Obr. 45, byly předupraveny mořením v 31% roztoku kyseliny chlorovodíkové, a odlity z lící teploty 1050 °C bez výdrže na lící teplotě. Vzorky nevykazují zlepšení smáčivosti oproti vzorkům litým z teploty 750 °C což vyvrací teorii, že se smáčivost prudce zvýší při teplotách nad 1000 °C. Detail nesmočené výztuže lze vidět na Obr. 46.

6.3. Čtvrtá tavba

Ve čtvrté tavbě byly zkoušeny hlavně povlaky deponované technologií PVD a všechny možnosti předúpravy povrchu skelného vlákna. Pro časovou náročnost již nebyla prováděna výdrž na teplotě u vzorků se skelným vláknem předupraveným pomocí toluenu a kyseliny chlorovodíkové, z předchozích výsledků se dalo odvodit, že výsledky budou stejné jako u předúpravy skleného vlákna kyselinou chlorovodíkovou.

6.3.1. Vzorky N31 – N33 PVD poniklování



Obr. 47 Vzorky N31 a N32



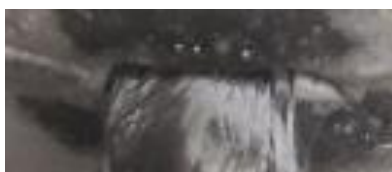
Obr. 48 Detail

Na vzorky N31 – N33 viz Obr. 47 byl metodou PVD napařen niklový povlak a vzorky byly odlity z licí teploty 750 °C s výdrží na licí teplotě. Matrice smočila výztuž, avšak adheze byla slabá. Detail rozhraní mezi výztuží a matricí lze pozorovat na Obr. 48.

6.3.2. Vzorky Cu1 – Cu3 PVD pomědění



Obr. 49 Vzorky Cu2 a Cu3



Obr. 50 Detail

Vzorky Cu1 – Cu3, které lze vidět na Obr. 49, byly opatřeny měděným povlakem naneseným metodou PVD byl odlit z lící teploty 750 °C s výdrží na teplotě. Vzorky vykazovaly zhoršenou smáčivost oproti ostatním vzorkům s jinými předúpravami povrchu litým s výdrží na lící teplotě. Toto napovídá, že povlaku mědi není vhodnou předúpravou výztuže v kompozitu s hliníkovou maticí. Snížení smáčivosti i přes provedení výdrže na lící teplotě lze detailně pozorovat na Obr. 50.

6.3.3. Vzorky GN1 – GN3 PVD poniklování



Obr. 51 Vzorky GN1 a GN3



Obr. 52 Detail

Vzorky GN1 – GN3 viz Obr. 51 byly poniklovány technologií PVD a odlity z licí teploty 750 °C s výdrží na licí teplotě. Vzorky vykazovaly dobrou smáčivost, avšak většina skelných vláken zkřehlých nadměrným zahříváním byla ulomena při vyjímání z kokily, a tak nebylo možné vyzkoušet u všech vzorků, zda výztuž v matrici drží. U vzorků, které bylo možno vyzkoušet výztuž v matrici nedržela, lze tak předpokládat, že tomu tak bylo i u ostatních vzorků. Detail rozhraní mezi matricí a výztuží viz Obr. 52.

6.3.4. Vzorky GCu1 – GCu3 PVD pomědění



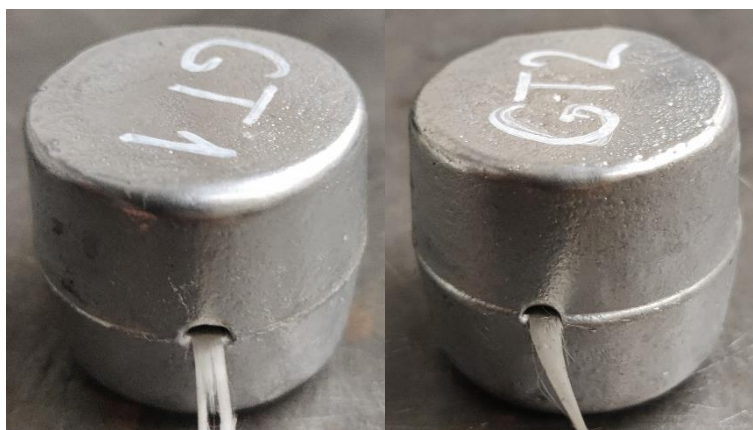
Obr. 53 Vzorky GCu2 a GCu3



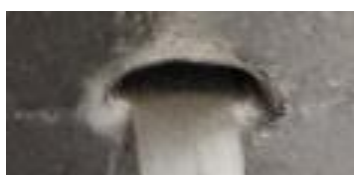
Obr. 54 Detail

Vzorky GCu1 – GCu3, které lze vidět na Obr. 53, byly poměděny pomocí technologie PVD, odlity z lící teploty 750 °C s výdrží na lící teplotě. Vzorky vykazovaly lepší smáčivost než ty odlité bez výdrže na lící teplotě, ale horší než vzorky lité s výdrží na teplotě s výztuží opatřenou jinou předúpravou povrchu. Potvrzuje se tedy, že povlak mědi není vhodnou předúpravou povrchu výztuže pro zlepšení smáčivosti u kompozitů s hliníkovou maticí. Rozhraní mezi výztuží a maticí lze vidět na Obr. 54.

6.3.5. Vzorky GT1 – GT3 toluen



Obr. 55 Vzorky GT1 a GT3



Obr. 56 Detail

Vzorky GT1 – GT3 viz Obr. 55 byly předupraveny pomocí toluenu a odlity z lící teploty 750 °C bez výdrže na teplotě. Při pohledu na detail na Obr. 56 lze říci, že vzorky se skelnou výztuží vykazovaly velkou lyofobicitu, okolo výztuže vznikala dutina, ze které mohla výztuž samovolně vypadnout. Tento jev lze sledovat i u vzorků s uhlíkovou výztuží, avšak ne v takové míře jako u skelné výztuže, lze připustit, že je to zapříčiněno pouze rozdílnou velikostí uhlíkového a skelného rovingu, kdy u širšího uhlíkového rovingu není šířka dutiny vzhledem k šířce rovingu tak zřetelná.

6.3.6. Vzorky G11 – G13 isopropyl alkohol



Obr. 57 Vzorky G11 a G13



Obr. 58 Detail

Vzorky G11 – G13 viz Obr. 57 byly před litím odmaštěny isopropyl alkoholem a odlity z lící teploty 750 °C s výdrží na teplotě. Smáčivost výztuže se oproti lití bez výdrže zlepšila, ale vlivem nadměrného zahřátí výztuž zkřehla a v místě, kde vystupuje z matrice se ulomila. U dvou ze tří vzorku tak nebylo možné ověřit soudržnost matrice s výztuží. Detail rozhraní lze vidět na Obr. 58.

6.3.7. Vzorky GCI1 – GCI3 kyselina chlorovodíková



Obr. 59 Vzorky GCI2 a GCI3



Obr. 60 Detail

Vzorky GCI1 – GCI3 viz Obr. 59 byly předupraveny 31% roztokem kyseliny chlorovodíkové a odlity z licí teploty 750 °C bez výdrže na licí teplotě. U těchto vzorků byla matrice výztuží odpuzována a okolo výztuže vznikla v odlitku dutina ze které mohla výztuž samovolně vypadnout. Detailní pohled na dutinu je na Obr. 60.

7. Závěr

Práce se v teoretické části zabývá kompozity s kovovou maticí a způsobem jejich výroby. Dále se teoretická část zabývá vazbou matrice a výztuže, zároveň definuje, jaké druhy vazeb mohou na rozhraní matrice a výztuže vznikat a navrhuje možné modifikace výztuže a matrice pro dosažení optimální vazby.

V experimentální části se práce zabývá výzkumem vazby mezi maticí a výztuží. Jako matrice byla zvolena hliníková slitina AlSi8Cu3 a výztuže byly použity uhlíkové a sklené rovingy. Do matrice byly zalévány uhlíkové a skelné rovingy, které byly opatřeny několika typy předúprav povrchu a byly odlévány z různých licích teplot. Dále byl zkoumán také vliv výdrže na licí teplotě. Bylo odlito celkem 51 vzorků ve čtyřech tavných viz Obr. 61.



Obr. 61 Vyhotovené vzorky

Cíle diplomové práce byly splněny, z výsledků experimentální části je zřejmé, že žádná z navrhovaných předúprav povrchu nezlepšila smáčivost výztuže a měděný povlak dokonce smáčivost snížil. Dále bylo zjištěno, že smáčivost nezávisí na licí teplotě, ale spíše na výdrži na licí teplotě.

Dosažené výsledky dokazují, že problematika interakce výztuže a matrice je velmi komplexní téma a ačkoli existují studie, které navrhují řešení problému smáčivosti výztuže, použití jejich výstupů v praxi lze jen omezeně nebo vůbec. Dále je neproduktivní výroba dílců z kovového kompozitu gravitačním litím do kovových forem, musíme-li dodržovat výdrž na licí teplotě. Z tohoto hlediska se vhodnější technologií nabízí tlakové lití, při kterém se problém špatné smáčivosti eliminuje zvýšením tlaku matrice nebo technologie „stir casting“, při kterém se výztuž v podobě částic nebo krátkých vláken zamíchá do taveniny již při tavení a zajistí se tak dostatečný čas, který výztuž stráví v tavenině a během kterého má výztuž možnost navázat vazby s matricí. Problém technologie „stir casting“ je v odlišné měrné hmotnosti výztuže a matrice, což zapříčiňuje vyplavávání výztuže na povrch odlitku. Proto navrhuji využití právě povlakování vláken kovy jako je nikl, čímž lze efektivně zvýšit měrnou hmotnost výztuže a zamezit tak vyplavávání.

Bibliografie

- [1] Kompozitní materiály (nejen) pro letecký průmysl. *Technik. ECONOMIA*, 2008, **16**(7), 20. ISSN 1210-616X.
- [2] PRADEEP, K. Rohatgi. Metal-matrix Composites. *Defence Science Journal*. 1993, **43**(4), 323-349.
- [3] FRIDLANDER, J.N. *Metal Matrix Composites*. 1. Cambridge (Velká Británie): CHAPMAN & HALL, 1995. ISBN 0412582600.
- [4] WEETON, John W., Dean M. PETERS a Karyn L. THOMAS. *Engineers' Guide to Composite Materials*. Dotisk. University of Minnesota: American Society for Metals, 1987. ISBN 9780871702265.
- [5] *Aluminum 6061-O* [online]. Blacksburg (USA): MatWeb, LLC, c1996-2023 [cit. 2023-07-25]. Dostupné z: <https://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?MatGUID=626ec8cdca604f1994be4fc2bc6f7f63>
- [6] DHINGRA, A.K. Metal Matrix Composites Reinforced with Fibre FP(α -Al₂O₃). *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*. Londýn, 1980, **294**(1411), 559-564.
- [7] TJONG, S.C a Z.Y MA. Microstructural and mechanical characteristics of in situ metal matrix composites. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2000, **29**(3), 49-113. ISSN 0927-796X. Dostupné z: doi:[https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(00\)00024-3](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(00)00024-3)
- [8] SHIRVANIMOGHADDAM, Kamyar, Salah U. HAMIM, Mohammad KARBALAEI AKBARI et al. Carbon fiber reinforced metal matrix composites: Fabrication processes and properties: Fabrication processes and properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2017, **92**, 70-96. ISSN 1359-835X. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.10.032>
- [9] KREBS, Stefan, Ladislav KOLAŘÍK a Barbora BRYKSÍ STUNOVÁ. *Teorie zpracování plastů a kompozitů*. V Praze: České vysoké učení technické, 2020. ISBN 978-80-01-06722-2.
- [10] CHAWLA, Krishan K. *Composite materials: Science and engineering*. 2. ed. New York: Springer, 1998. ISBN 03-879-8409-7.
- [11] EVANS, Alexander, Christopher SAN MARCHI a Andreas MORTENSEN. Metal Matrix Composites. *Metal Matrix Composites in Industry*. Boston, MA: Springer US, 2003, 9-38. ISBN 978-1-4020-7521-6. Dostupné z: doi:[10.1007/978-1-4615-0405-4_2](https://doi.org/10.1007/978-1-4615-0405-4_2)

- [12] CESCHINI, Lorella, Arne DAHLE, M. GUPTA et al. *Aluminum and magnesium metal matrix nanocomposites*. 1. Singapore: Springer Singapore, 2017. Engineering materials. ISBN 978-981-10-2681-2.
- [13] GLAZOFF, Michael V., Alexandra V. KHVAN, Vadim S. ZOLOTOREVSKY, Nikolaj A. BELOV a A. T. DINSDALE. *Casting aluminum alloys: their physical and mechanical metallurgy*. Kidlington: Butterworth-Heinemann, an imprint of Elsevier, 2019. ISBN 978-0-12-811805-4.
- [14] CHUNG, Deborah D. L. *Carbon fiber composites*. 1. Newton (Massachusetts): Butterworth-Heinemann, 1994. ISBN 0-7506-9169-7.
- [15] NEWCOMB, Bradley A. Processing, structure, and properties of carbon fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2016, **91**, 262-282. ISSN 1359-835X. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.10.018>
- [16] SATHISHKUMAR, TP, S SATHEESHKUMAR a J NAVEEN. Glass fiber-reinforced polymer composites – a review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. SAGE Publications Ltd STM, 2014, **33**(13), 1258-1275. ISSN 0731-6844. Dostupné z: doi:10.1177/0731684414530790
- [17] KACZMARA, J.W., K. PIETRZAKB a W. WŁOSIŃSKI. The production and application of metal matrix composite materials. *Journal of Materials Processing Technology*. 2000, **106**(1-3), 58-67. Dostupné z: doi:10.1016/S0924-0136(00)00639-7
- [18] *International Journal of Advance Research in Science and Engineering*. Santpura (Indie): A R Research publication, 2017, . ISSN 2319 - 8346.
- [19] NISHIDA, Yoshinori. *Introduction to Metal Matrix Composites : Fabrication and Recycling*. 1. Japonsko: Springer, 2013. ISBN 9784431542377.
- [20] RAMANATHAN, Arunachalam, Pradeep Kumar KRISHNAN a Rajaraman MURALIRAJA. A review on the production of metal matrix composites through stir casting – Furnace design, properties, challenges, and research opportunities. *Journal of Manufacturing Processes*. 2019, **42**, 213-245. ISSN 1526-6125. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.04.017>
- [21] CLYNE, T. W. a P. J. WITHERS. *An Introduction to Metal Matrix Composites*. 1. Cambridge (Velká Británie): Cambridge University Press, 1993. ISBN 9780511623080.
- [22] CARROLL, Gregory, Nicholas TURRO, Angela MAMMANA a Jeffrey KOBERSTEIN. Photochemical Immobilization of Polymers on a Surface: Controlling Film Thickness and Wettability. *Photochemistry and Photobiology*. 2017, **93**(5), 1165-1169. ISSN 0031-8655. Dostupné z: doi:10.1111/php.12751
- [23] *Bio-aggregates Based Building Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 236-BBM*. 1. Springer, 2017. ISBN 9789402410310.

- [24] DEMBICKÝ, Josef. *Hodnocení smáčivosti vláken*. Liberec, 2004. Disertační. Technická univerzita v Liberci. Vedoucí práce Jaroslav Odvárka.
- [25] AMZIANE, S., V. NOZAHIC a M. SONEBI. Wetting of porous and heterogenous surfaces. In: *Bio-aggregates Based Building Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 236-BBM*. 2. Springer, 2017, s. 74-82. ISBN 9789402410310.
- [26] EUSTATHOPOULOS, N., J. C. JOUD, P. DESRE a J. M. HICTER. The wetting of carbon by aluminium and aluminium alloys. *Journal of Materials Science*. 1974, **9**(8), 1233-1242. ISSN 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/BF00551836
- [27] CAROTENUTO, G., A. GALLO a L. NICOLAIS. Stability of nickel coatings on carbon fiber preforms: A SEM investigation. *Applied Composite Materials*. 1994, (1), 231–245. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1007/BF00567529
- [28] ZENG, Qingbing. Fabrication of Al₂O₃-coated carbon fiber-reinforced Al-matrix composites. *Journal of Applied Polymer Science*. John Wiley & Sons, Ltd, 1998, **70**(1), 177-183. ISSN 0021-8995. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19981003)70:1177::AID-APP173.0.CO;2-4
- [29] KRAUS, Václav a Západočeská univerzita. Strojní FAKULTA. *Povrchy a jejich úpravy*. 1. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, Strojní fakulta, 2009, . Dostupné také z: <https://go.exlibris.link/hj6909rv>
- [30] RUML, Vladimír a Miloslav SOUKUP. *Galvanické pokovování*. 1. vyd. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1981, . Dostupné také z: <https://go.exlibris.link/chlj3XcZ>
- [31] VON NIESEN, K., M. GINDRAT a A. REFKE. Vapor Phase Deposition Using Plasma Spray-PVD™. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2010, **19**(1-2), 502-509. ISSN 1059-9630. Dostupné z: doi:10.1007/s11666-009-9428-9
- [32] KAFIZAS, Andreas, Claire J. CARMALT a Ivan P. PARKIN. CVD and precursor chemistry of transition metal nitrides. *Coordination Chemistry Reviews*. 2013, **257**(13-14), 2073-2119. ISSN 1873-3840. Dostupné z: doi:10.1016/j.ccr.2012.12.004
- [33] HAMPDEN-SMITH, Mark J., Tovia T. KODAS, ed. *The Chemistry of Metal CVD*. 1. New York (USA): VCH Publishers Inc., 1994. ISBN 3-527-29071-0.
- [34] SHI, Dongmin, Bin WEN, Roderick MELNIK, Shan YAO a Tingju LI. First-principles studies of Al–Ni intermetallic compounds. *Journal of Solid State Chemistry*. 2009, **182**(10), 2664-2669. ISSN 0022-4596. Dostupné z: doi:https://doi.org/10.1016/j.jssc.2009.07.026
- [35] BARD, Simon, Florian SCHÖNL, Martin DEMLEITNER a Volker ALTSTÄDT. Copper and Nickel Coating of Carbon Fiber for Thermally and Electrically Conductive Fiber Reinforced Composites. *Polymers* [online]. 2019, **11**(5) [cit. 2023-08-03]. ISSN 2073-4360. Dostupné z: doi:10.3390/polym11050823

- [36] ARAVIND, M., P. YU, M.Y. YAU a Dickon H.L. NG. Formation of Al₂Cu and AlCu intermetallics in Al(Cu) alloy matrix composites by reaction sintering. *Materials Science and Engineering: A*. 2004, **380**(1), 384-393. ISSN 0921-5093. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.04.013>
- [37] TANG, Yiping, Yida DENG, Kai ZHANG, Lei LIU, Yating WU a Wenbin HU. Improvement of interface between Al and short carbon fibers by α -Al₂O₃ coatings deposited by sol-gel technology. *Ceramics International*. 2008, **34**(7), 1787-1790. ISSN 0272-8842. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2007.05.008>
- [38] ABIDIN, A.Z., R. KOZERA, M. HÖHN et al. Preparation and characterization of CVD-TiN-coated carbon fibers for applications in metal matrix composites. *Thin Solid Films*. 2015, **589**, 479-486. ISSN 0040-6090. Dostupné z: doi:<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2015.06.022>
- [39] HAVEL COMPOSITES ESHOP Uhlíkový roving Tenax STS40 F13 48K 3200 tex. In: *Nenalezený vydavatel* [online]. Olomouc: Havel composites s.r.o., c2018-2023 [cit. 2023-08-08]. Dostupné z: <https://www.havel-composites.com/cs/produkty/uhlikovy-roving-tenax-sts40-f13-48k-3200-tex-579-7530>
- [40] Data Sheet Aluminium 46500 / A380 / AlSi8Cu3. In: *Xometry* [online]. Ottobrunn (Německo): Xometry, c2018-2023 [cit. 2023-08-04]. Dostupné z: <https://xometry.eu/wp-content/uploads/2021/12/Aluminium-A380.pdf>

Seznam tabulek

Tab. 1 Porovnání vlastností homogenního a kompozitního materiálu [4] [5] [6] [7] [8]	6
Tab. 2 Porovnání vlastností konvenčního a kompozitního hliníku [4] [5]	11
Tab. 3 Typy skleného vlákna a jejich vlastnosti [16]	13
Tab. 4 Přehled reakčních produktů na rozhraní [10]	24
Tab. 5 Vlastnosti uhlíkového rovingu [39]	39
Tab. 6 Složení matrice	43
Tab. 7 Mechanické vlastnosti matrice [40]	43

Seznam obrázků

Obr. 1 Uspořádanost a charakter výztuže v kompozitu	7
Obr. 2 Synergický efekt	8
Obr. 3 Dělení kompozitů dle geometrie výztuže [10]	9
Obr. 4 Rozdělení metod výroby kovových kompozitů	14
Obr. 5 Schéma výroby kompozitu pomocí tlakové infiltrace, infiltrace za pomoci horní části formy nahore, infiltrace za pomoci stlačeného plynu dole	16
Obr. 6 Schéma difuzního spojování	17
Obr. 7 Uspořádání výroby kompozitu nástřikem	18
Obr. 8 Schéma kapky na rovinném povrchu a příslušných povrchových napětí, L – kapalná fáze, G – plynná fáze, S – pevná fáze	20
Obr. 9 Případy smáčivosti, A – dobře smáčivý, C – úplně nesmáčivý	21
Obr. 10 Oblast rozhraní mezi matricí a výztuží	25
Obr. 11 Schéma zapojení galvanického článku	26
Obr. 12 Formovací rám	35
Obr. 13 Míchačka na formovací směs	36
Obr. 14 Formovací směs	36
Obr. 15 CAD model kokily	36
Obr. 16 Uložení modelu a vtokového kanálu do formovacího rámu	37
Obr. 17 Písková forma po vyjmutí modelu kokily	37
Obr. 18 Výrobní výkres kokily	38
Obr. 19 Uspořádání PVD povlakování	42
Obr. 20 Upnuté vzorky po pomědění	42
Obr. 21 Vzorky poniklované metodou PVD	43
Obr. 22 Odporová pec	44
Obr. 23 Indukční pec	44
Obr. 24 Kokila se založeným rovingem	45
Obr. 25 Odlití vzorku	45
Obr. 26 Odlévání vzorků	46
Obr. 27 Vzorky N2 a N3	47
Obr. 28 Detail	47
Obr. 29 Vzorky T1 a T3	48
Obr. 30 Detail	48

Obr. 31 Vzorky I1 a I2	49
Obr. 32 Detail	49
Obr. 33 Vzorky CI1 a CI3.....	50
Obr. 34 Detail	50
Obr. 35 Vzorky N4 a N5	51
Obr. 36 Detail	51
Obr. 37 Vzorky N11 a N13.....	52
Obr. 38 Detail	52
Obr. 39 Vzorky N21 a N23.....	53
Obr. 40 Detail	53
Obr. 41 Vzorky CI 11 a CI 13	54
Obr. 42 Detail	54
Obr. 43 Vzorky CI21 a CI23.....	55
Obr. 44 Detail	55
Obr. 45 Vzorky CI31 a CI33.....	56
Obr. 46 Detail	56
Obr. 47 Vzorky N31 a N32.....	57
Obr. 48 Detail	57
Obr. 49 Vzorky Cu2 a Cu3	58
Obr. 50 Detail	58
Obr. 51 Vzorky GN1 a GN3.....	59
Obr. 52 Detail	59
Obr. 53 Vzorky GCu2 a GCu3	60
Obr. 54 Detail	60
Obr. 55 Vzorky GT1 a GT3.....	61
Obr. 56 Detail	61
Obr. 57 Vzorky GI1 a GI3.....	62
Obr. 58 Detail	62
Obr. 59 Vzorky GCI2 a GCI3.....	63
Obr. 60 Detail	63
Obr. 61 Vyhotovené vzorky	64

Přílohy – fotky vzorků



Vzorek N1



Vzorek T2



Vzorek I3



Vzorek C12



Vzorek N6



Vzorek N12



Vzorek N22



Vzorek C12



Vzorek C122



Vzorek CI32



Vzorek N33



Vzorek Cu1



Vzorek GN2



Vzorek GCu1



Vzorek GT2



Vzorek G12



Vzorek G11

Přílohy – výkresová dokumentace

