

## **PRĘDKOŚĆ FALI ULTRADŹWIĘKOWEJ W KOMPOZYTACH STOP AK64-C<sub>gr</sub> JAKO FUNKCJA UDZIAŁU I WIELKOŚCI CZĄSTEK GRAFITU**

Marian MITKO

Katedra Odlewnictwa Politechniki Częstochowskiej  
Al. Armii Krajowej 19, 42-200 Częstochowa

### **1. Wstęp**

Pomiar udziału cząstek stałych w kompozytach typu osnowa metalowa – cząstki ceramiczne jest ważnym elementem kontroli przy ich wytwarzaniu. Chemiczne oraz metalograficzne metody pomiaru udziału cząstek stałych w kompozytach metalowych są kosztowne oraz długotrwałe i nie nadają się do szybkiej, bieżącej kontroli procesu produkcji tego typu kompozytów [1,2]. Kontrola taka jest szczególnie potrzebna przy produkcji kompozytów, w których występują trudności z wprowadzeniem cząstek do osnowy ze względu na brak ich zwilżalności przez ciekłą osnowę metalową. Do grupy tej zaliczają się kompozyty typu stop Al–cząstki grafitu, gdyż ciekłe aluminium praktycznie nie zwilża grafitu. Przy oszacowaniu udziału cząstek grafitu w tego typu kompozytach może być zastosowanie nieniszcząca metoda ultradźwiękowa, polegająca na pomiarze prędkości rozchodzenia się podłużnej fali ultradźwiękowej [3, 4]. Na prędkość rozchodzenia się ultradźwięku w kompozycie może mieć wpływ nie tylko rodzaj osnowy metalowej i udział cząstek stałych, ale także ich kształt i wielkość. Ustalenie liczbowej zależności pomiędzy tymi parametrami pozwala na zastosowanie metody ultradźwiękowej do pomiaru udziału cząstek grafitu w wytwarzanych kompozytach.

### **2. Metodyka badań**

W celu określenia zależności pomiędzy udziałem i wielkością cząstek grafitu a prędkością rozchodzenia się ultradźwięku w kompozytach metalowych stop Al-C<sub>gr</sub> zastosowano planowanie czynnikowe typu 2<sup>2</sup> z trzema powtórzeniami na poziomie podstawowym [5, 6]. Macierz planu czynnikowego oraz wartości zmiennych rzeczywistych (d: u) i odpowiadające im zmienne zakodowanym (X<sub>1</sub>; X<sub>2</sub>) zestawiono w tabeli 1.

Macierz planu czynnikowego typu  $2^2$   
 Tactorial design matrix type  $2^2$

Nr dośw.	zmiennie niezależne zakodowane		zmiennie niezależne rzeczywiste		zmiierzona prędkość ultradźwięku
	$X_1$	$X_2$	d [ $\mu\text{m}$ ]	u [%]	v [m/s]
1	1	1	130	10	$v_1$
2	-1	1	50	10	$v_2$
3	1	-1	130	6	$v_3$
4	-1	-1	50	6	$v_4$
$0_i$	0	0	90	8	$v_{0i}$

Jako zmienne niezależne przyjęto wielkość cząstek (zmiennie  $X_1$  oraz d) oraz wprowadzany do kompozytu udział objętościowy cząstek (zmiennie  $X_2$  oraz u). Realizacja doświadczeń według tego planu pozwala na obliczenie i zbadanie adekwatności modelu typu:

$$v^m = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{12} X_1 \cdot X_2 \quad (1)$$

gdzie:

$v^m$  – prędkość ultradźwięku w kompozycie obliczona z modelu, w m/s,  
 $b_1, b_2, b_{12}$  – współczynniki modelu przy odpowiednich zmiennych zakodowanych  $X_1, X_2, X_1 \cdot X_2$ .

Jako poziom podstawowy zmiennej d przyjęto wielkość  $90\mu\text{m}$  z przedziałem zmian wynoszącym  $40\mu\text{m}$ , co daje górny i dolny poziom wielkości cząstek odpowiednio  $130\mu\text{m}$  i  $50\mu\text{m}$ . W przypadku udziału objętościowego (u) cząstek grafitu wprowadzanych do kompozytu przyjęto poziom podstawowy 8% z przedziałem zmian wynoszącym 2%, co wyznacza górny i dolny poziom zmiennej u na 10% i 6%.

Obserwacje pod mikroskopem skaningowym wskazują na istotne różnice w kształcie cząstek grafitu naturalnego i syntetycznego. Cząstki grafitu naturalnego mają kształt płatków o grubości kilku mikrometrów, natomiast grafit syntetyczny ma kształt brył zwartych [1, 2, 7]. W związku z tym przeprowadzono dwa niezależne doświadczenia czynnikowe typu  $2^2$ , przy czym pierwsze dotyczyło kompozytów stop AK64 – cząstki grafitu naturalnego, a drugie kompozytów stop AK64 – cząstki grafitu syntetycznego. W otrzymanych kompozytów, o składzie zgodnym z matrycą planu (tab. 1), dokonano pomiaru prędkości podłużnej fali ultradźwiękowej prędkościomierzem AMEX z głowicą 1 MHz. Wyniki pomiarów prędkości fali ultradźwiękowej posłużyły do wyznaczenia współczynników modelu (1), oceny ich istotności oraz adekwatności samych modeli [5,

6]. Ocenę struktury otrzymanych kompozytów przeprowadzono na mikroskopie optycznym obserwując ich zglądy metalograficzne przy powiększeniach od 20 do 400 razy.

### 3. Wytwarzanie kompozytów

Kompozyty wytwarzano z podeutektycznego stopu odlewniczego  $AlSi6Cu4$  (AK64) oraz cząstek grafitu naturalnego lub syntetycznego o określonej wielkości. Stop AK64 przetapiano i przegrzewano do temperatury  $750^{\circ}C$  w piecu tyglowym, a następnie pobierano 1,5 kg porcje ciekłego metalu i przelewano do pieca podgrzewczgo mieszalnika mechanicznego [8]. Po ustabilizowaniu się temperatury w granicach  $605 \pm 5^{\circ}C$  wprowadzano do tygla pieca cząstki grafitu naturalnego lub syntetycznego w ilości i wielkości zgodnej z aktualnie realizowanym punktem planu (tabl. 1). Kolejność realizowanych doświadczeń w danej serii była losowa. Cząstki grafitu bezpośrednio przed umieszczeniem w tyglu były wyżarzane w temperaturze  $900^{\circ}C$  przez 30 minut. Mieszanie cząstek ze stopem w stanie ciekło-stałym wynosił 6 minut, a prędkość mieszadła wynosiła 90 obrotów na minutę. Uzyskaną w ten sposób mieszaninę wprowadzano do formy metalowej zamocowanej w prasie hydraulicznej [8]. Temperatura początkowa formy wynosiła ok.  $200^{\circ}C$ . Nacisk tłoka na próbkę wynosił 340 MPa i trwał przez okres 60 sekund, co zapewniało wywieranie ciśnienia na próbkę aż do zakończenia jej krzepnięcia. Próbki miały kształt krążków o średnicy 65 mm i wysokości ok. 30 mm. Jako poziom podstawowy zmiennej  $d$  przyjęto frakcję cząstek o wielkości od 71 do  $100\mu m$ , poziom wyższy frakcję od 100 do  $160\mu m$ , a poziom niższy frakcję od 40 do  $56\mu m$ . Frakcje o podanych wielkościach uzyskano przesiewając cząstki grafitu przez sита laboratoryjne o oczkach kwadratowych. Średnie wielkości cząstek w poszczególnych frakcjach są zbliżone do wielkości cząstek ( $d$ ) w odpowiednich doświadczeniach realizowanego planu czynnikowego.

### 4. Wyniki badań i ich opracowanie.

Obserwacja zglądów metalograficznych wykazała, że cząstki grafitu w skali makro są rozłożone w osnowie metalowej kompozytu tworząc siatkę wokół pierwotnych wydzieleni fazy  $\alpha$ . Wydzielenia fazy  $\alpha$  mają kształt globularny i tworzą skupiska o średnicy kilkuset mikrometrów. We wszystkich badanych kompozytach cząstki grafitu są wymieszane z eutektyką ( $\alpha+\beta$ ), która otacza skupiska fazy  $\alpha$ . Przykładowe zdjęcia struktur otrzymanych kompozytów przedstawiono na rysunku 1.

Wyniki pomiaru prędkości rozchodzenia się ultradźwięku w otrzymanych próbkach kompozytów zestawiono w tabeli 2. Wartości podane w kolumnach 2 i 5 tabeli 2 są średnimi prędkościami ( $v$ ) obliczonymi z 5-ciu próbek, przy czym na każdej próbce (krążek  $\phi 65 \times 30$  mm) dokonano 9-ciu pomiarów przykładając głowicę ultradźwiękową do płaskiej powierzchni próbki. Uzyskane wyniki pomiarów posłużyły do obliczeń współczynników modelu (1), a następnie przetestowania ich istotności oraz oszacowania adekwatności otrzymanych modeli. Testy statystyczne [5, 6] przeprowadzone przy 5%

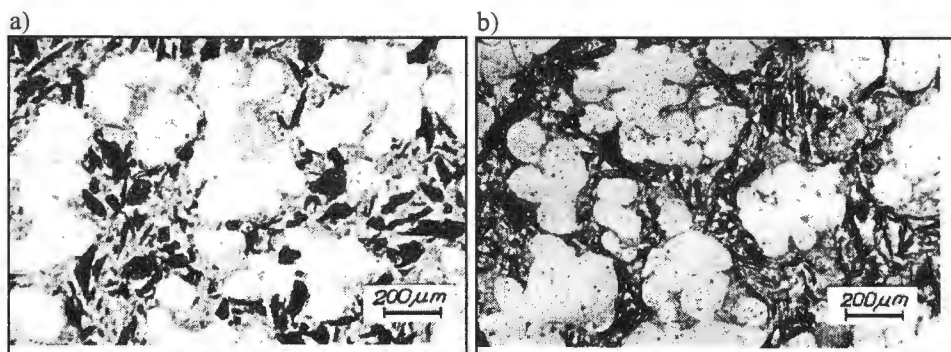
poziomie ufnosci wykazują, że zarówno w modelu dotyczącym kompozytów z grafitem naturalnym jak i syntetycznym współczynniki  $b_1$ , określające wpływ wielkości cząstek, jak i  $b_{12}$ , określające współdziałanie pomiędzy wielkością i udziałem cząstek, są nieistotne. Adekwatne modele ujmujące wpływ udziału cząstek grafitu w badanych kompozytach zapisane w formie odkodowanej, czyli dla zmiennych rzeczywistych mają postać:

$$\begin{aligned} &\text{dla kompozytu stop AK64 – grafit naturalny} \\ v^m &= 6462 - 94,5 u \quad [\text{m/s}] \end{aligned} \quad (2)$$

$$\begin{aligned} &\text{dla kompozytu stop AK64 – grafit syntetyczny} \\ v^m &= 6473 - 74,6 u \quad [\text{m/s}] \end{aligned} \quad (3)$$

gdzie:

$v^m$  – prędkość ultradźwięku w kompozycie obliczona z modelu, w m/s,  
 $u$  – udział cząstek grafitu w kompozycie, w % obj.



Rys. 1. Struktura kompozytu stop AK64 – cząstki grafitu, trawiono 2% HF.  
 a/ kompozyt z cząstkami grafitu naturalnego, b/ kompozyt z cząstkami grafitu syntetycznego

Fig. 1. Structure of AK64 alloy-graphite particle composite, etched 2% HF.  
 a) composite with natural graphite particles, b) composites with synthetic graphite particles.

W obydwu badanych rodzajach kompozytów ze wzrostem udziału cząstek grafitu następuje spadek prędkości rozchodzenia się fali ultradźwiękowej. Oddziaływanie to jest silniejsze w kompozytach z cząstkami grafitu naturalnego o czym świadczy ponad 25% większa wartość bezwzględna współczynnika  $b_1$  w modelu (2) w porównaniu z analogicznym współczynnikiem w modelu (3). W obydwu modelach współczynniki  $b_0$ , odpowiadające prędkości ultradźwięku w osnowie metalowej kompozytu, różnią się tylko o 11 m/s, co mieści się w granicach błędu pomiaru prędkości. Prędkości ultradźwięku obliczone ze wzoru (2) zestawiono w kolumnie 4, a ze wzoru (3) w kolumnie 7 tabeli 2.

Tabela 2.

Wyników z pomiarów i obliczonych z modeli (2) i (3) prędkości ultradźwięku w badanych kompozytach

Results of measurements and calculations from eq. (2) and (3) for velocity ultrasonic wave in examined composites

Nr dośw. (tab.1)	Prędkość ultradźwięku w kompozycie, w m/s					
	Kompozyt AK64 – grafit naturalny			Kompozyt AK64 – grafit syntetyczny		
	wartość średnia z pomiaru	odchylenie standardowe od średniej	wartość obliczona z modelu (2)	wartość średnia z pomiaru	odchylenie standardowe od średniej	wartość obliczona z modelu (3)
1	2	3	4	5	6	7
1	5509	26,0	5517	5718	26,6	5727
2	5521	24,9	5517	5736	26,1	5727
3	5891	25,0	5895	6024	25,0	6025
4	5897	24,2	5895	6027	23,8	6025
01	5711	25,2	5706	5868	24,9	5876
02	5705	24,4	5706	5877	24,7	5876
03	5695	24,9	5706	5868	25,1	5876

## 5. Podsumowanie

Uzyskane wyniki badań i obliczeń wskazują, że zasadniczy wpływ na prędkość rozchodzenia się podłużnej fali ultradźwiękowej w badanych kompozytach ma zawartość w nich cząstek grafitu. Ze wzrostem udziału cząstek grafitu w kompozycie w sposób liniowy zmniejsza się prędkość fali ultradźwiękowej. Nie stwierdzono wpływu wielkości tych cząstek, w badanych granicach ich wielkości, na rozchodzenie się fali ultradźwiękowej w kompozycie. Duży wpływ na prędkość ultradźwięku ma kształt cząstek grafitu. W badanych kompozytach z cząstkami grafitu naturalnego prędkość rozchodzenia się fali ultradźwiękowej jest o ok. 170 m/s mniejsza w porównaniu z kompozytami zawierającymi podobny udział cząstek grafitu syntetycznego. Potwierdza to znaczący wpływ kształtu cząstek grafitu na prędkość przechodzenia fali ultradźwiękowej w badanych kompozytach. Fala ultradźwiękowa przechodząc przez osnowę metalową kompozytu przy napotykanii cząstki grafitu zostaje odbita, co zwiększa jej drogę przy przechodzeniu przez próbkę. Zwarte bryły grafitu syntetycznego mają dużo mniejszą powierzchnię właściwą, określoną jako stosunek powierzchni cząstki do jej objętości, w porównaniu z płatkami grafitu naturalnego, co daje mniejszą ilość odbić fali ultradźwiękowej w kompozytach z cząstkami grafitu syntetycznego. Dlatego droga jaką przebywa fala ultradźwiękowa przechodząc przez próbkę kompozytu z grafitem syntetycznym jest mniejsza niż w przypadku kompozytu z grafitem naturalnym. Podobny efekt występuje przy przechodzeniu fali ultradźwiękowej przez żeliwo z różnymi formami wydzielonego grafitu [3]. Tak silna zależność pomiędzy udziałem i kształtem

cząstek grafitu w badanych rodzajach kompozytów może być wykorzystana do oszacowania udziału tych cząstek w kompozycie. Przekształcając wzory (2) i (3) do postaci:

$$u = 68,38 - 0,0106 v \quad [\% \text{ obj.}] \quad (4)$$

dla kompozytu stop AK64 – grafit naturalny,

$$u = 86,77 - 0,0134 v \quad [\% \text{ obj.}] \quad (5)$$

dla kompozytu stop AK64 – grafit syntetyczny,

gdzie:

$u$  – szacowany udział cząstek grafitu w kompozycie, w % obj.,  
 $v$  – zmierzona prędkość ultradźwięku w kompozycie, w m/s,

uzyskuje się zależności pozwalające obliczyć udział cząstek grafitu w danym rodzaju kompozytu znając prędkość przechodzenia w nim ultradźwięku.

W celu oszacowania udziału cząstek grafitu w kompozycie o osnowie ze stopu AK64 wystarczy dokonać pomiaru prędkości przechodzenia podłużnej fali ultradźwiękowej przez ściankę odlewu lub innego przedmiotu wykonanego z tego kompozytu, a wyniki pomiaru podstawić odpowiednio do wzoru (4) lub (5). Podobne zależności można uzyskać dla innych kompozytów typu osnowa ciągła – cząstki stałe.

## Literatura

- [1] M. Mermer, M. Mitko, Eine Abschätzung der Zerlegung von Graphitteilchen im Komposit der Legierung Al/Graphit, TECHNOLOGIA'97, Bratislava, Slovakia, 9-10.9.1997, pp. 350-355.
- [2] M. Mitko, Ultrasonic Examination of Graphite Particles Distribution in AlSi – C<sub>graphite</sub> composite, II CAST COMPOSITE, Polanica Zdrój, Poland, 4-6 June 1998, pp. 93-98
- [3] W. Orłowicz, Z. Opiekun, M. Mróz, 32 (1997) 106-115.
- [4] M. Mitko, Acta Metallurgica Slovaca 2 (1999) 483-487.
- [5] J. Greń, Statystyka matematyczna. Modele i zadania, PWN, Warszawa, 1974.
- [6] K. Mańczyk, Technika planowania eksperymentu, WNT, Warszawa, 1976.
- [7] M. Mitko, Krzepnięcie Metali i Stopów 32 (1997) 124-131.
- [8] M. Mitko, S. Tomczyński, Krzepnięcie Metali i Stopów, 40 (1999) 165-176.

Recenzował: prof. dr hab. inż. Janusz Braszczyński