

VIŠESLOJNI KOMPOZITI NA BAZI FOLIJA ČISTOG ALUMINIJUMA¹

MULTILAYERED COMPOSITES BASED ON PURE ALUMINUM FOILS

MILAN T. JOVANOVIĆ, SLAVICA ZEC,
MARIJA ČANČAREVIĆ, NENAD ILIĆ*

*Laboratorija za materijale, Institut za nuklearne nauke "Vinča",
Beograd, Jugoslavija*

**Functional Materials, Saarland University, Saarbrücken, Germany*

IZVOD

Procesom anodizacije u sumpornoj kiselini površina aluminijumskih folija prevučena je tankim slojem aluminijum sulfata. U narednom postupku primenom toplog valjanja dobijen je čvrst i kompaktan materijal spajanjem "čistih" i anodiziranih folija koje su bile naizmenično naslagane u paket od 100 folija. Mikrostruktorna karakterizacija pokazala je da je dobijen kompozitni materijal sa ravnomernim rasporedom čestica Al_2O_3 u osnovi aluminijuma. Vrednosti tvrdoće, čvrstoće i modula elastičnosti ovog kompozita veće su u odnosu na iste osobine čistog aluminijuma, ali je duktilnost znatno manja.

Ključne reči: Al folija, anodizacija, čestice Al_2O_3 , valjanje, čvrstoća, modul elastičnosti

ABSTRACT

Applying a process of anodization in a sulphuric acid a thin layer of aluminum sulphate was formed on the surface of aluminum foils. In the next step a "package" of 100 alternatively placed "clean" and anodized foils was hot rolled and a compact and sound material was obtained. Microstructural characterization revealed a uniform distribution of Al_2O_3 particles in aluminum matrix. Hardness, strength modulus of elasticity of this composite material were higher than those of pure aluminum, whereas ductility was significantly less.

Key words: Al foil, anodization, Al_2O_3 particles, rolling, strength, modulus of elasticity

¹ The paper was presented on the Symposium: "Deformation and Structure of Metals and Alloys", June 26-27.2002, Belgrade, Yugoslavia

1. U V O D

Nasuprot različitim metodama spajanja dva ili tri sloja relativno debelih traka (iznad 100 µm) primena višeslojnih kompozita koji se sastoje od stotinu i više slojeva tankih folija, još uvek je ograničena mada su dobijene osobine koje obećavaju. Naime, višeslojni kompoziti interesantni su zbog dobre kombinacije čvrstoće i otpornosti na lom. Veoma dobro ponašanje ovih kompozita na balistički udar nudi široko polje za njihovu primenu [1]. Radi dobijanja višeslojnih kompozita najčešće se primenjuju postupci toplog kovanja i toplog i hladnog valjanja [2-4].

Cilj rada je bio da se dobije metalni kompozit (MMC) čija je osnova aluminijum koja će biti ojačana česticama Al₂O₃. Proces se sastoji od obrazovanja tankog filma Al₂O₃ (pomoću anodizacije) na foliju čistog aluminijuma. Takav kompozit treba da čine naizmenično poređani slojevi "čistih" i anodiziranih aluminijumske folije koje će biti spojene valjanjem.

Spajanje paketa folija izvršeno je sledećim postupkom:

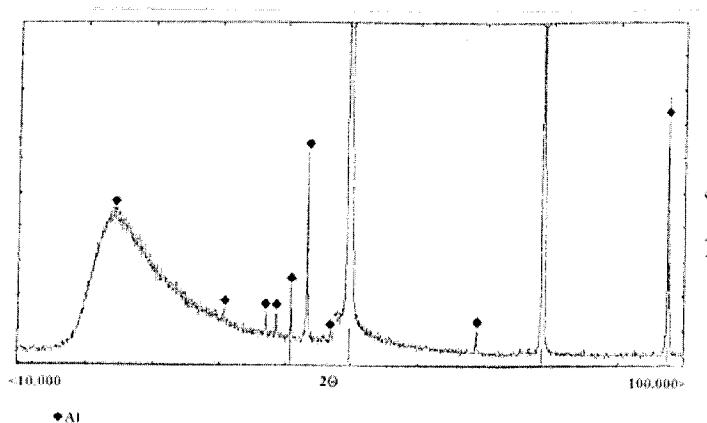
žarenje (sva žarenja vršena su na vazduhu) na 500°C za vreme od 1h → toplo valjanje do debljine "paketa" od 3 mm → međuzarenje na 500°C/15min → toplo valjanje do debljine od 2.3mm → završno žarenje na 500°C/15min → toplo valjanje do završne debljine od 0.7mm. Završna topla deformacija bila je oko 70%.

Posle završnog valjanja došlo je do međusobnog spajanja folija i dobijen je potpuno kompaktan materijal bez ljušpanja površine.

Za mikrostrukturnu karakterizaciju korišćeni su optički mikroskop "Zeiss Axiovert 25", skening elektronski mikroskop (SEM) "Jeol Camscan FEG 30" sa uređajem za energetsku disperzionu spektroskopiju (EDS), kao i rendgen "Siemens D500" (difrakcija X-zraka). Za optičku mikroskopiju uzorci su blago nagrizani u rastvoru 100ml H₃PO₄ i 90ml H₂O u trajanju od 3 min. Zatezna ispitivanja obavljena su na kidalici "Instron" na sobnoj temperaturi i pri brzini zatezanja od 1.3×10^{-3} s⁻¹. Ova ispitivanja vršena su na ASTM mikro epruveti radne dužine l=25mm, širine b= 4mm i debljine d=0.7mm. Makrotvrdoča površine kompakta merena je na uređaju "Karl Frank" pri opterećenju od 2 kg.

3. REZULTATI I DISKUSIJA

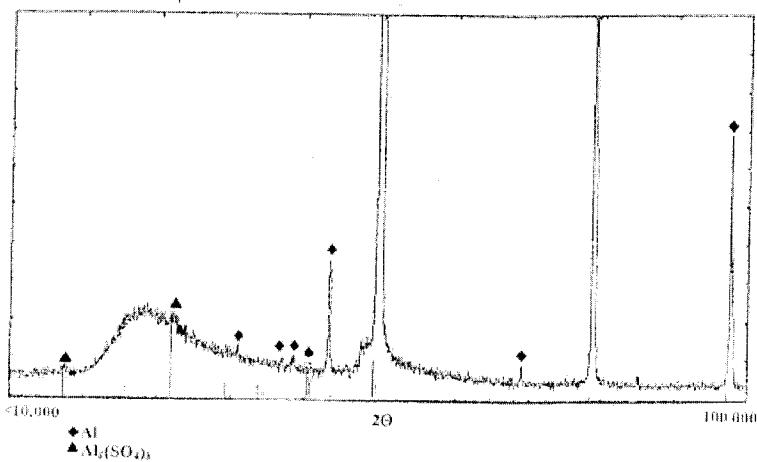
Rendgenogram "čiste" aluminijumske folije (slika 1) pokazuje prisustvo pikova koji isključivo potiču od aluminijuma.



Slika 1 - Rendgenogram "čiste" aluminijumske folije.

Figure 1 - X-ray diffraction pattern of "pure" aluminum foil.

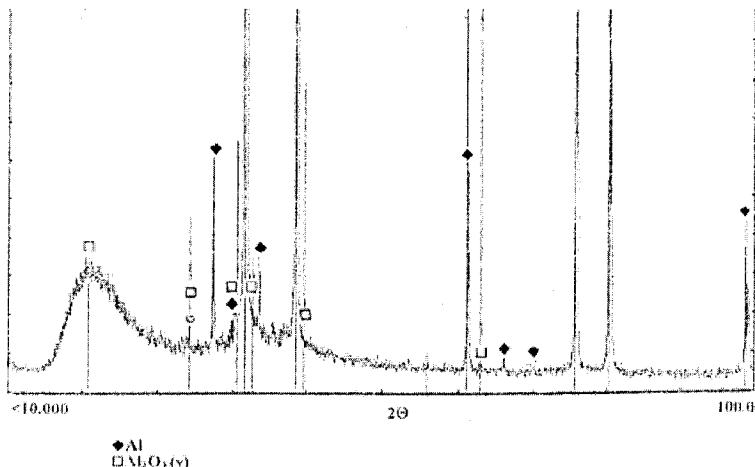
Međutim, rendgenogram folije koja je posle anodizacije bila žarena 1 sat na 500°C (slika 2) ukazuje na prisustvo aluminijum sulfata $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ koji se javlja kao bela prevlaka na foliji.



Slika 2 - Rendgenogram anodizirane aluminijumske folije žarene 1h na 500°C

Figure 2 – X-ray diffraction pattern of of aluminum foil annealed for 1h at 500°C

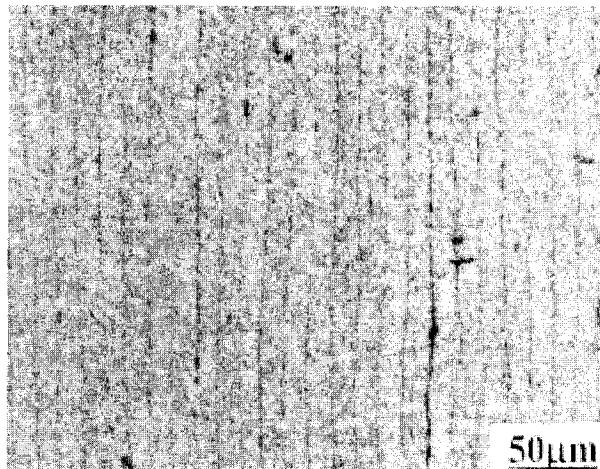
Najzad, na rendgenogramu kompaktnog uzorka posle valjanja (slika 3) prisutni su pikovi Al_2O_3 slabog intenziteta.



Slika 3- Rendgenogram kompaktnog uzorka posle toplog valjanja.

Figure 3 - X-ray diffraction pattern of compact sample after hot rolling.

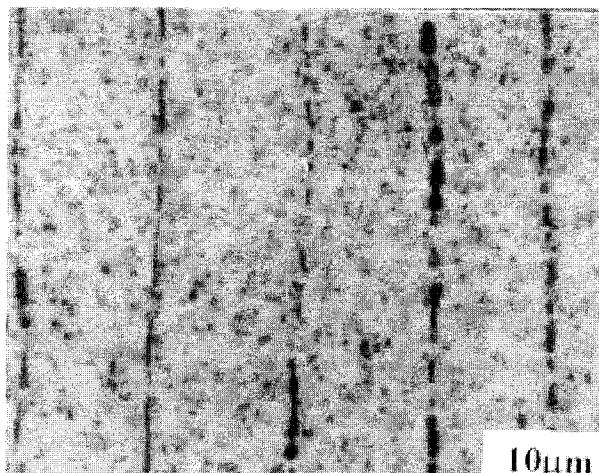
Na slici 4 prikazana je mikrostruktura kompakta završne debljine 0.7mm. Granice između pojedinih folija koje se ne primećuju u poliranom stanju otkrivene su tek posle nagrizanja. Vidi se da je došlo do potpunog slepljivanja folija između kojih nema zazora i šupljina.



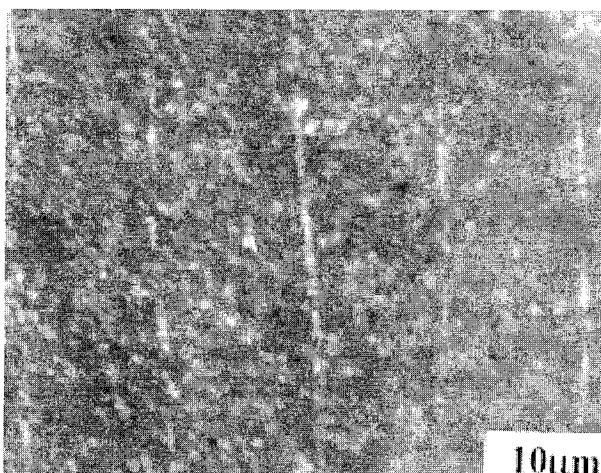
Slika 4 - Optička mikroskopija. Mikrostruktura kompakta.

Figure 4 – Optical microscopy. Microstructure of compact sample.

Pri većem povećanju (slika 5a,b) vidi se da se granice između folija sastoje od štapića dužine do 10mm i globula prečnika oko $1\mu\text{m}$, koje su raspoređene u nizu u vidu lanca. Relativno gusto izdvojene sitne globule po celoj površini kompakta verovatno potiču od nagrizanja.



a)

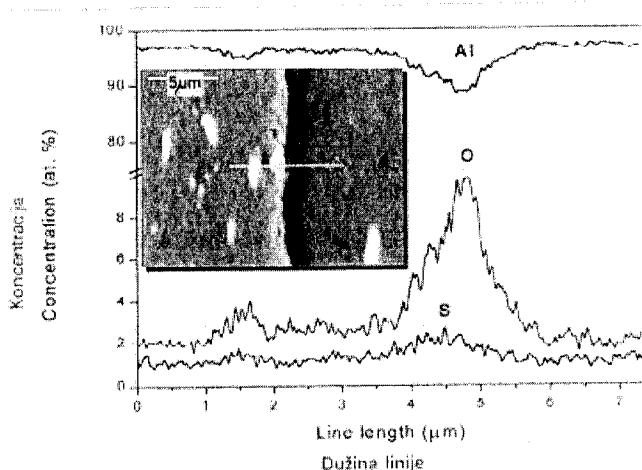


b)

Slika 5 - Optička mikroskopija. Mikrostruktura kompakta. (a) svetlo I
(b) tamno polje

Figure 5 – Optical microscopy. Microstructure of compact samples
(a) light and (b) dark field

Na slici 6 prikazana je SEM mikrofotografija graničnog sloja između dve aluminijumske folije sa odgovarajućom linijskom EDS analizom. U graničnoj oblasti sadržaj kiseonika raste, dok ideo aluminijuma opada. Ovi rezultati, uz rezultate difrakcije X-zraka, dokaz su da je na graničnoj površini između aluminijumskih folija stvoren sloj Al_2O_3 .



Slika 6 - SEM . Granični sloj između dve folije sa odgovarajućom EDS analizom

Figure 6 – SEM. Boundary layer between two foils with corresponding EDS analysis

S druge strane, blagi porast sumpora u graničnoj oblasti vezan je za ostatak sumpora iz $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Belo polje u kome je sadržaj kiseonika u blagom porastu verovatno je nastalo usled oksidacije uzorka pri nagrizanju. S obzirom da je procesom valjanja dobijen kompaktan materijal može se zaključiti da je primenom anodizacije folija i kasnjim valjanjem "paketa" folija dobijen višeslojni kompozit.

U tabeli 1 prikazane su vrednosti mehaničkih osobina čistog aluminijuma i višeslojnog kompozita. Sve osobine odnose se na toplo valjano stanje. Rezultati pokazuju da su vrednosti čvrstoće, tvrdoće i modula elastičnosti višeslojnog kompozita nekoliko puta veće u odnosu na čist aluminijum. S druge strane, duktilnost kompozita je znatno manja.

Tabela 1- Mehaničke osobine čistog aluminijskog i višeslojnog kompozita

Table 1 – Mechanical properties of pure aluminum and multilayered composite

Osobine	Aluminijum (čistoće 99.9%)*	Višeslojni kompozit
R _{elH} , MPa	13	60
R _m , MPa	20	74
A, %	20	2.5
HV ₂	25	50
E, GPa	11	70

*Laboratorijski izmerene vrednosti.

Da bi se izvršilo poređenje modula elastičnosti višeslojnog kompozita sa teorijskom vrednošću primenjena je Halpin-ova jednačina [5]:

$$E_{MMC} = \frac{(1 + \xi \eta V_f)}{(1 - \eta V_f)} E_M \quad (1)$$

gde je: E_{MMC} – modul elastičnosti kompozita, E_M – modul elastičnosti osnove, E_f - modul elastičnosti čestica ojačivača, V_f – zapreminski udeo čestica ojačivača.

$$\xi = \frac{(E_f / E_M - 1)}{E_f / E_M + \eta} \quad \eta = 2 \frac{l}{d} \quad (2)$$

gde je: l – dužina čestica (vlakna) ojačivača, d – prečnik čestice.

Merenjem sa mikrofotografija ustanovljeno je da je $l \approx 10\mu m$, dok je $d \approx 0.5\mu m$. Metodom preseka sa 10 mikrofotografija nije se mogla utvrditi tačna vrednost V_f , već se ta vrednost kretala između 0.05 i 0.1. Zamenom svih vrednosti u jednačinu (1) dobija se da je vrednost $E_{MMC} \approx 70.5$ GPa za zapreminski udeo $V_f = 0.05$, odnosno $E_{MMC} \approx 90.3$ GPa za $V_f = 0.1$. Srednja teorijska vrednost za modul elastičnosti ovog kompozita bila bi $E_{MMC} \approx 80$ GPa.

U poređenju sa eksperimentalno dobijenom vrednošću od 70GPa ovo se može smatrati kao veoma dobro slaganje.

4. ZAKLJUČAK

1. Postupkom toplog valjanja po 50 komada naizmenično poređanih "čistih" (debljine oko $30\mu\text{m}$) i prethodno anodiziranih aluminijumskih folija dobijen je kompaktan višeslojni kompozitni materijal.
2. Čvrstoća, tvrdoća i modul elastičnosti višeslojnog kompozita znatno su veći u odnosu na čist toplo valjani aluminijum, ali je duktilnost kompozita znatno manja.
3. Dobijeno je dobro slaganje eksperimentalne i teorijske izračunate vrednosti modula elastičnosti kompozita.

ZAHVALNOST

Rad je urađen u okviru projekta br. 1970 (oblast Hemija) koji je finansiran od strane Ministarstva za nauku, tehnologije i razvoj Srbije.

LITERATURA

- [1] J.Wadsworth, D.L.Lesuer, Mat.Charact., 45 (2000), 315.
- [2] T.Focke, D.S.Lashmore, Scripta Met.Mater., 27 (1993) 695.
- [3] H.C.Yuen, B.Ralph, W.B.Lee, ibid., 29 (1993) 695.
- [4] S.S.Sahay, K.S.Ravichandran, G.Byrne, Met.Trans., 27A (1996) 2383.
- [5] J.C.Halpin, J.Comp. Mat., 2 (1969) 732.