

EXPERIMENTĂRI PENTRU REALIZAREA UNOR COMPOZITE CU MATRICE VITROASĂ ARMATĂ CU PULBERE DE SiC

EXPERIMENTS TO OBTAIN COMPOSITES BASED ON GLASS MATRIX REINFORCED WITH SiC POWDER

MIHAI EFTIMIE¹, ALEXANDRA POPESCU¹, VASILICA DIMA^{1,2*}

¹ Universitatea POLITEHNICA București, Str. Gh. Polizu nr. 1, cod 011061, București, România

² Fundația pentru Știința și Ingineria Materialelor - "Șerban Solacolu", Str. Gh. Polizu nr. 1, cod 011061, București, România

Lucrarea prezintă rezultatele experimentale privind obținerea unui material compozit cu matrice vitroasă armată dispers cu pulbere de carbură de siliciu.

Matricea vitroasă a fost constituită din deșeuri de fibre de sticlă E măcinate, cu o suprafață specifică între 3500 - 4200 cm²/g, iar materialul de armare a fost pulberea de SiC (F120 și F600), în proporție de 10 %, 20% și 30%.

S-au determinat următoarele proprietăți fizico-mecanice: densitatea, porozitatea, dilatarea termică. Pentru caracterizarea din punct de vedere compozițional și microstructural au fost efectuate analize de difracție cu raze X și determinări de microscopie electronică de baleiaj, evidențiind influența granulometriei pulberii de SiC asupra proprietăților compozitului.

This paper presents experimental results made to obtain a composite material with glass matrix disperse reinforced with silicon carbide powder.

The glass matrix waste (E-type glass fibres) was grounded, with a specific surface area between 3500 - 4200 cm²/g, and the reinforcing material was the powder of SiC (F120 and F600) in a ratio of 10%, 20%, and 30%.

We determined the following physical and mechanical properties: density, porosity, thermal expansion. In order to characterize in terms of composition and microstructural we performed X-ray diffraction analysis and scanning electron microscopy measurements which showed the influence of the SiC powder particle size on the properties of the composite.

Keywords: Composite, glass matrix, SiC

1. Introducere

Compozitele cu matrice vitroasă sau vitroceraamică constituie o generație nouă de materiale ale căror performanțe permit utilizarea lor în condiții severe de temperaturi ridicate, nivel de stres înalt și acțiuni agresive ale mediului, pentru domenii precum cel aerospațial, energetic, telecomunicații, procese chimice, utilaje speciale, metalurgie, componente de automobile, mecanică, electronică, medicină, etc.

Armarea matricelor de sticlă/vitroceraamică a început după anii '60 [1-3]. De atunci s-a dezvoltat o largă varietate de compozite incluzând numeroase compoziții de sticlă ca matrice precum și un număr mare de tipuri de materiale și posibilități de armare [4-6].

Sticla, ca matrice sau element de armare, este foarte des folosită în combinație cu alte materiale pentru realizarea unor compozite performante.

Proprietățile unei matrice fragile, cu rezistență mecanică mică și modul de elasticitate scăzut,

1. Introduction

Glass or ceramic matrix composites are a new generation of materials whose performances allow use in severe conditions of high temperatures, high stress levels and aggressive actions of the environment, for areas such as aerospace, energy, telecommunications, chemical processes, special equipment, metallurgy, automobile components, mechanics, electronics, medicine, etc.

Reinforcement of the glass/glass-ceramic matrices began after the 1960's [1-3]. Since then a wide variety of composite materials was developed including a number of glass compositions as a matrix and a large number of types of reinforcement materials and possibilities of reinforcement [4-6].

Glass, as a matrix or reinforcement, is often used in combination with other materials for making high performance composites.

The properties of a brittle matrix with low mechanical strength and low elastic modulus, such

* Autor corespondent/Corresponding author,
Tel.: 004 021 402 39 96; e-mail: vasilica.dima@gmail.com

așa cum este sticla, se îmbunătățesc prin armare cu un alt component care are rezistență mecanică, modul de elasticitate și ductilitate mari.

Pentru fabricare acestor compozite cea mai folosită rută de procesare este presarea izostatică la cald urmată de sinterizare, tehnologie utilizată pentru majoritatea compozitelor armate dispers [1-3, 6].

Caracteristicile pulberii și parametrii de procesare (presiunea de compactare, viteza de încălzire sau timpul de sinterizare) influențează comportamentul la sinterizare.

Prezența neomogenităților, a aglomerărilor, precum și practicarea unor viteze de sinterizare necorespunzătoare pot conduce la apariția tensiunilor în interiorul compozitului în timpul tratamentului termic care pot distruge microstructura în materialul sinterizat [2].

2. Parte experimentală

Obiectivele părții experimentale au fost:

- realizarea unor compozite cu matrice vitroasă, utilizând deșeuri de sticlă aluminoborosilicatică pentru obținerea matricei;
- armarea cu particule de carbură de siliciu prin tehnica presării – sinterizării;
- caracterizarea probelor obținute și interpretarea rezultatelor.

2.1 Materii prime

Pentru încercările preliminare de realizare a unor materiale compozite cu matrice vitroasă armată dispers cu pulbere de SiC s-au stabilit următoarele probe:

- proba martor, realizată numai cu pulbere de sticlă;
- probe cu pulbere de sticlă, armată cu 10%; 20%; 30% particule de SiC.

Pentru realizarea matricei vitroase s-au folosit **deșeuri** rezultate în procesul de filare a unor fire de sticlă tip E, a căror compoziție medie este prezentată în tabelul 1.

Deșeurile de fibre de sticlă E au fost măcinate până la o suprafață specifică între 3500 - 4200 cm²/g.

Carbura de siliciu, SiC, este un material cu duritatea 9,25 pe scara Mohs, cu o conductivitate termică mare, coeficient de dilatare termică mic și rezistență la temperaturi ridicate. S-au folosit două tipuri de pulbere de β-SiC: F600B și F120 SIKA ABR IV, de proveniență Saint Gobain, a căror compoziție medie este prezentată în tabelul 2.

as glass, are improved by reinforcement with another component that has high mechanical strength, modulus of elasticity and ductility.

For manufacturing these composites the processing route uses hot isostatic pressing followed by sintering, the technology being used for most composites disperse reinforced [1-3, 6].

The characteristics of the powder and the processing parameters (compaction pressure, heating speed or sintering time) influence the behaviour at sintering.

The presence of inhomogeneities, the agglomeration and practicing inappropriate sintering speeds can lead to tensions within the composite during the heat treatment that may destroy the microstructure in the sintered material [2].

2. Experimental

The objectives of the experimental part were:

- the development of composites with glass matrix, using aluminium-borosilicate glass waste as matrix;
- reinforcing with particles of silicon carbide by the technique of pressing - sintering;
- characterizing of the samples and interpreting the obtained results.

2.1 Raw materials

For the preliminary attempts to obtain composites with glass matrix disperse reinforced with SiC powder we established the following recipes:

- Blank, made only with glass powder.
- Specimens of glass powder reinforced with 10%, 20%, 30% SiC (wt %).

As glass matrix we used wastes resulted from the spinning process of E-type glass fibres, whose average composition is shown in Table 1.

The E-glass waste fibres have been milled to a specific surface area between 3500 – 4200 cm²/g.

The silicon carbide, SiC, is a material with a hardness of 9.25 on the Mohs scale, with a high thermal conductivity, low thermal expansion coefficient and high temperature resistance. We have used two types of β-SiC powder: F600B and F120 SIKA ABR IV, made by Saint Gobain, whose average compositions are shown in Table 2.

Tabelul 1

Compoziția oxidică a deșeurilor din fibre de sticlă / Oxide composition of glass fibre wastes

Oxizi	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	B ₂ O ₃	Total	Densitate Density g/cm ³
% gr	54.43	14.20	0.151	19.07	3.64	0.70	0.20	7.60	100	2.23 – 2.40

Tabelul 2

Caracteristici ale pulberii de SiC / SiC powder characteristics			
Compoziție chimică Chemical composition		Diametru mediu, Mean diameter μm	Densitate, Density g/cm^3
F600B	99,5% SiC; 0,1% C liber; 0,2% SiO ₂ liber; 0,1% Si liber; max 0,1% Fe ₂ O ₃ / 99.5% SiC; 0.1% C free; 0.2% SiO ₂ free; 0.1% Si free; max 0.1% Fe ₂ O ₃	9.3±1.0	0.8 – 0.96
F120	min. 98% SiC; < 0,5% C liber; < 0,2% Fe ₂ O ₃ ; < 0,2% Fe(HCl), < 1,0% Si liber; < 0,1% CaO / min. 98% SiC; < 0.5% C free; < 0.2% Fe ₂ O ₃ ; < 0.2% Fe(HCl), < 1.0% Si free; < 0.1% CaO	109	1.42 – 1.52

Distribuția omogenă a pulberii de SiC în masa de sticlă este o cerință fundamentală pentru a obține compozite cu matrice vitroasă de înaltă calitate.

2.2 Mod de lucru

Pentru obținerea epruvetelor de încercare s-au folosit matrițe metalice cu dimensiunile de 30x10x7 mm. S-a stabilit, prin calcul și experiment cantitatea de material pulverulent necesară, s-a cântărit apoi s-a omogenizat cu alcool polivinilic într-un mojar de agat timp de 5 minute. Alcoolul polivinilic a avut rolul de material de liere a pulberii în timpul presării. Din amestecul astfel pregătit s-a prelevat cantitatea stabilită cu care s-a umplut matrița. S-a supus presării uniaxiale la rece, la o presă hidraulică cu o forță de 50MPa. Epruveta s-a decrofrat și a fost așezată pe un suport ceramic. La fel s-a procedat cu toate epruvetele.

Au fost obținute câte 5 epruvete pentru fiecare tip de probe: pulbere de sticlă armată cu 10%; 20%; 30% SiC F120 și SiCF600, în total 30 epruvete.

Epruvetele au fost supuse apoi tratamentului de sinterizare. S-a stabilit, prin încercări, temperatura optimă de sinterizare ca fiind de 840°C (s-a făcut o presinterizare la 810°C), având în vedere temperatura tranziției vitroase a sticlei tip E, de cca. 570-600°C. Tratamentul termic, atât la 810°C, cât și la 840°C, s-a realizat după următoarea curbă: 10°C/min până la temperatura de sinterizare și palier de 30 minute.

O parte din epruvetele obținute după tratamentul de sinterizare sunt prezentate în figura 1.

3. Rezultate și discuții

Probele realizate au fost supuse încercărilor pentru determinarea proprietăților ceramice, fizico-mecanice și caracterizarea microstructurală.

The homogeneous distribution of SiC powder into the glass is an essential requirement to obtain high quality composites with glass matrix.

2.2 Operating mode

In order to obtain the test specimens metal moulds with the dimensions of 30x10x7 mm were used. We established by calculation and experiment the quantity of powder material required. The material was weighted then mixed with polyvinylalcohol in an agate mortar for 5 minutes. Polyvinylalcohol acted as a bonding material for powder during the pressing. From the prepared mixture we took the necessary quantity to fill the mould then the specimen was subjected to uniaxial cold pressing in a hydraulic press with a force of 50 MPa. After that the specimen was form-released and placed on a ceramic substrate. The stages were performed for all the specimens.

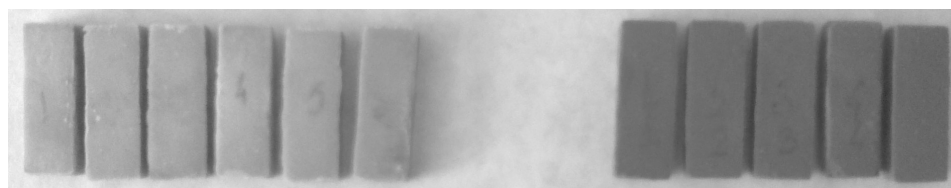
We obtained 5 specimens for each type of the recipes: glass powder reinforced with 10%, 20%, 30% SiC F120 and SiCF600, a total of 30 specimens.

The specimens were then subjected to a sintering treatment. It was established by testing the optimal sintering temperature as 840 °C (there was a presintering at 810 °C) and by taking into account the vitreous transition temperature of the E-type glass (approx. 570-600 °C). The heat treatment, both at 810 °C and at 840 °C, was carried out according to the following heating curve: 10 °C/min up to the sintering temperature and a plateau of 30 minutes.

Some of the specimens obtained after the sintering treatment are shown in Figure 1.

3. Results and discussions

The specimens were subjected to the tests carried out for the determination of the ceramic and the physical-mechanical properties and microstructural characterization.



Matrix Composite
Fig. 1 - Probe după tratamentul de sinterizare / Specimens after the sintering.

S-au determinat: densitatea, porozitatea, absorbția, proprietățile termice. Totodată s-a efectuat analiza structurală de difracție cu raze X și, respectiv, microscopie electronică de baleiaj.

3.1 Densitatea

Determinarea densității s-a efectuat prin metoda cântăririi hidrostactice, bazată pe cântărirea probelor în aer (m_{aer}) și apoi în apă ($m_{apă}$). Densitatea probelor s-a obținut, funcție de densitatea apei ($d_{apă}$), cu relația:

$$d = \frac{m_{aer}}{m_{aer} - m_{apă}} d_{apă} \quad (\text{g/cm}^3) \quad (1)$$

Rezultatele obținute sunt prezentate, ca valori medii realizate pe toate cele 5 probe, în figura 2.

We determined the density, the porosity, the absorption and the thermal properties. At the same time the structural analysis was performed by X-ray diffraction and, respectively, scanning electron microscopy.

3.1 The density

Density determination was performed by the hydrostatic weighing method based on weighing the specimens in air (m_{aer}) and then in water ($m_{apă}$). The density of the samples was obtained taking into account the density of water ($d_{apă}$), with the equation:

$$d = \frac{m_{aer}}{m_{aer} - m_{apă}} d_{apă} \quad (\text{g/cm}^3) \quad (1)$$

The obtained results are presented, as mean values on all the 5 specimens, in Figure 2.

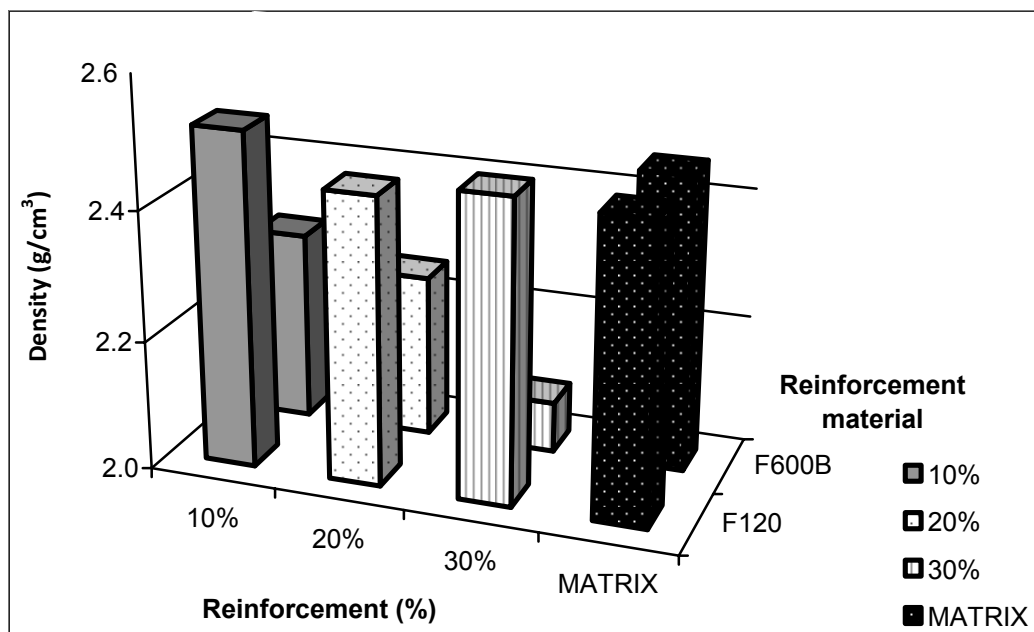


Fig. 2 - Variația densității în funcție de gradul de armare și tipul de material.
Density changes depending on the degree and type of reinforcement material.

Se constată că, față de densitatea matricei luată ca referință, densitatea probelor nu variază semnificativ la probele armate cu F120. Se remarcă însă o diferență accentuată la probele armate cu SiC F600, mai ales la grad de armare 30%, diferență explicabilă prin densitatea foarte mică a SiC F600 (a se vedea tabelul 2).

La procente mai mici (10% și 20%) influența densității adaosului este mai mică.

3.2 Absorbția

Absorbția a fost determinată prin metoda fierberii, care constă în fierberea probelor în apă timp de 4 ore, apoi răcirea în apă 1-2 ore. Probele sunt cântărite înainte (m_{aer}) și după fierbere ($m_{fierbere}$). Rezultatele obținute utilizând relația (2), ca valori medii, sunt prezentate în figura 3:

One can see that, compared to the density of the matrix taken as a reference sample, the density does not vary significantly in samples reinforced with F120. It can be noted, however, a significant difference in samples reinforced with SiC F600, especially on reinforcement of 30%. The difference can be explained by the very low density of SiC F600 (see Table 2).

At lower rates (10% and 20%) the influence of the SiC density is lower.

3.2 Absorption

The absorption was determined by the boiling method, in which the samples are boiled in water for 4 hours and then cooled in water 1-2 hours. The samples are weighed before (m_{aer}) and after boiling ($m_{fierbere}$). The results obtained using the equation (2) (average values) are shown in Figure 3:

$$A = \frac{m_{aer}}{m_{aer} - m_{fierbere}} \cdot 100 (\%) \quad (2)$$

Figura 3 evidențiază absorbția cu mult mai mare la probele cu SiC F600, comparativ cu matricea și probele cu SiC F120, confirmând corelația cu porozitatea și densitatea lor și explicată prin granulația mai mică a SiC F600, care a permis creșterea numărului de pori intergranulari la tratamentul de sinterizare.

$$A = \frac{m_{aer}}{m_{aer} - m_{fierbere}} \cdot 100 (\%) \quad (2)$$

Figure 3 shows the absorption much higher of the samples with SiC F600, comparing with the matrix and the samples with SiC F120, confirming the correlation with porosity and density and being explained by the smaller grain size of SiC F600, which allowed the increase of the number of intergranular pores in the sintering treatment.

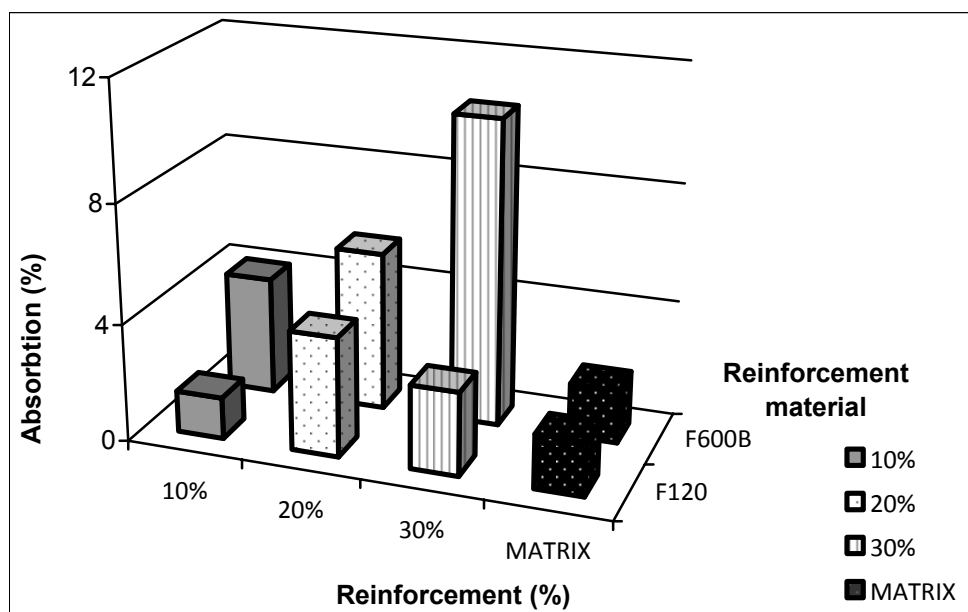


Fig. 3 - Variația absorbției în funcție de gradul de armare și tipul de material.
Absorption changes depending on the degree and type of reinforcement material.

3.3 Porozitatea

Porozitatea, P, s-a calculat cu relația:

$$P = d \cdot A, (\%) \quad (d - \text{densitatea, g/cm}^3; \quad A - \text{absorbția apei, } \%) \quad (3)$$

lichidul de saturație fiind apa. Rezultatele obținute sunt prezentate în figura 4.

După cum se cunoaște [3], porozitatea probelor este în strânsă legătură cu densitatea, dar și cu absorbția și rezistența mecanică, așa cum se arată și în continuare.

Se constată că matricea prezintă o porozitate mult mai mică, comparativ cu probele de compozit, ca urmare a unei structuri mai dense. Adaosul SiC favorizează apariția porilor.

Literatura de specialitate [3] arată că existența diferitelor tipuri de porozități se constată chiar în "corpul crud" (înainte de sinterizare). Într-o pulbere compozită compactă, porii se pot forma nu numai în materialul matricei, ci și în interstițiile dintre particulele matricei și particulele de armare.

Din figura 4 rezultă că porozitatea crește pentru ambele tipuri de SiC, cu precădere la probele cu F600, pentru care porozitatea este cu mult mai mare decât a matricei și a probelor cu

3.3 Porosity

The porosity, P, was calculated with the equation:

$$P = d \cdot A, (\%) \quad (d - \text{density, g/cm}^3; \quad A - \text{water absorption, } \%) \quad (3)$$

the saturation liquid being water. The obtained results are presented in Figure 4.

As is well known [3], the porosity of the samples is closely related to the density, absorption and mechanical strength, as described further on.

We found that the matrix has a much lower porosity, compared with the composite samples as a result of a more dense structure. The SiC addition favours the appearance of pores.

The literature [3] indicates that various kinds of porosities are found even in the "green body" (before sintering). In a compact composite powder pores can be formed not only in the material matrix, but in the interstices between the particles of matrix and the reinforcing particles.

From Figure 4 it results that the porosity increases for both types of SiC, especially on the specimens with F600, their porosity being much greater than that of the matrix and the samples

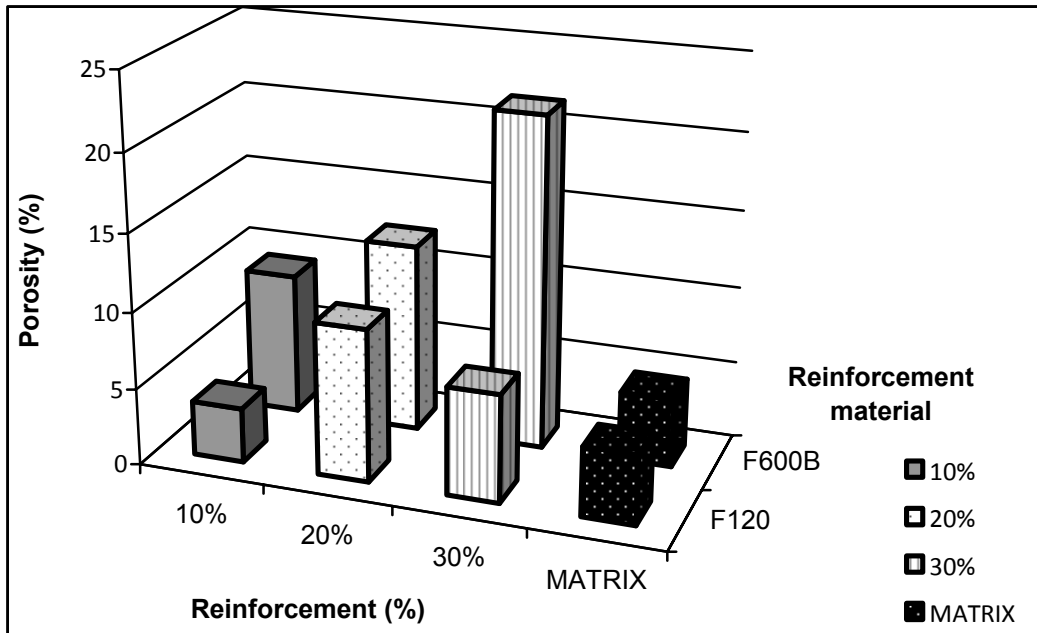


Fig. 4 - Variația porozității în funcție de gradul de armare și tipul de material.

Porosity changes depending on the degree and type of reinforcement material.

F120, și crește cu creșterea gradului de armare, fenomen ce se corelează și cu valorile densității (fig.2).

with F120, and is increasing with the degree of reinforcement, a phenomenon that is correlated to the density values (Figure 2).

3.4 Dilatarea termică

Dilatarea termică este una din proprietățile care determină în cel mai înalt grad comportarea sticlei-matricea vitroasă față de solicitările termice.

Curbele de dilatare ne oferă posibilitatea aprecierii unor temperaturi importante pentru caracterizarea matricei vitroase și a calculului coeficienților de dilatare termică lineară necesari în evaluarea, mai ales, a stabilității la șoc termic.

Au fost efectuate curbele de dilatare termică cu dilatometrul Netzsch DIL 402 PC cu software care permite calculul coeficientului de dilatare termică și a principalelor puncte de temperatură specifice sticlei rigide. Viteza de creștere a temperaturii a fost de 3°C/min.

Se prezintă, pentru exemplificare, în figura 5, comparativ, două curbe de dilatare pentru probele cu 30% SiC, tip F120 și F600.

3.4 Thermal expansion

Thermal expansion is one of the properties which determine to the highest degree the behaviour of glass-matrix on thermal stresses.

The expansion curve allows us to assess significant temperatures that characterize the vitreous matrix and to calculate the linear thermal expansion coefficients necessary to evaluate mainly the thermal shock stability.

We performed the thermal expansion curves using a DIL 402 PC Netzsch dilatometer with software that allows calculation of the coefficient of thermal expansion and the main temperature points specific for rigid glass. The temperature increase rate was 3 °C/min.

As example, in Figure 5, two expansion curves for samples with 30% SiC, F120 and F600 type, are presented comparatively.

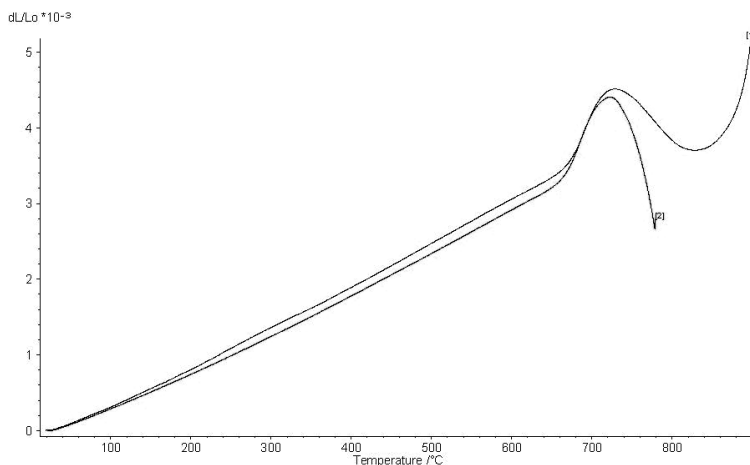


Fig. 5 - Curbele de dilatare termică pentru probele cu 30% SiC F600 (1) și 30% SiC F120 (2) / Thermal expansion curves for samples with 30% SiC F600 (1) and 30% SiC F120 (2).

Pentru compozitul cu 30% SiC F120 se constată o influență redusă asupra curbei de dilatare termică, care are forma specifică unui solid vitros.

În cazul compozitului cu SiC F600 comportarea este diferită, în sensul apariției unei fluctuații pe curba de dilatare, explicată prin faptul că, deși matricea vitroasă tinde să se contracte după atingerea temperaturii de înmuiere, granulele de SiC continuă să se dilate și, având suprafață specifică mare, compensează contracția matricei vitroase.

Din curbele de dilatare termică au fost determinate temperaturile de înmuiere dilatometrică, T_d , și coeficienții de dilatare termică, α (tabelul 3).

For the composite with 30% SiC F120 there is little influence on the thermal expansion curve, which has the specific form of a vitreous solid.

With SiC F600 the composite behaviour is different, a fluctuation appearing on the expansion curve, which is explained by the fact that, although the matrix glass tends to contract as the dilatometer softening temperature is reached, the SiC grains continue to expand and, having large specific surface area, offsets vitreous matrix contraction.

From thermal expansion curves were determined the dilatometer softening temperatures, T_d , and the coefficients of thermal expansion, α (Table 3).

Tabelul 3

Proprietățile termice ale probelor / Thermal properties of the samples

Characteristics	Proba martor (matrice) <i>Blank (matrix)</i>	Probe compozite cu <i>Composites with F120</i>			Probe compozite cu <i>Composites with F600</i>		
		10%	20%	30%	10%	20%	30%
Coefficient de dilatare termică α <i>Thermal expansion coefficient</i> $\alpha \cdot 10^{-7} K^{-1}$	53.27	44.65	46.24	47.50	48.97	49.49	48.39
Temperatură de înmuiere <i>Softening temperature</i> T_d °C	712	718.6	728.0	723.4	724.1	759.7	729

Se constată că, prin adaosul de SiC proprietățile termice ale probelor se modifică semnificativ, în sensul scăderii coeficientului de dilatare, favorizând o bună stabilitate la șoc termic.

De asemenea, cresc temperaturile de înmuiere, ceea ce permite extinderea domeniului de utilizare în zone cu temperaturi mai ridicate.

4. Caracterizare compozițională și microstructurală

Pentru caracterizarea din punct de vedere compozițional și microstructural au fost efectuate analize de difracție cu raze X și determinări de microscopie electronică de baleiaj.

Din analiza de difracție cu raze X s-a constatat numai prezența SiC alături de faza vitroasă, fără interferențe caracteristice altor tipuri de faze cristaline.

Studiile de microscopie electronică de baleiaj au fost efectuate pe probe „bulk” cu ajutorul unui microscop tip HITACHI S 2600 N, probele fiind acoperite cu un strat subțire de aur. În figura 6 se prezintă, comparativ cu matricea, imaginile pentru probe armate cu 20% și 30% pulbere SiC tip F120 și tip F600.

Se observă că pulberea de SiC cu granulație mai mare (F120) se încorporează în matricea vitroasă fără a o fragmenta, aceasta menținându-și o porozitate relativ mică și, în consecință, o densitate aparentă mai mare.

Pulberea mai fină de SiC F600 a fragmentat structura matricei vitroase, creând o porozitate mai mare și scăzând astfel densitatea probelor.

It is found that the addition of SiC changes significantly the thermal properties of the samples and downwards the expansion coefficient, favouring a good stability to thermal shock.

It also raises the softening temperature, which allows extension of the use in areas of high temperatures.

4. Compositional and microstructural characterization

In order to characterize in terms of composition and microstructural were performed X-ray diffraction analyses and scanning electron microscopy measurements.

From the X-ray diffraction analysis, we found there was only SiC with glass phase, without the characteristic interferences of other crystalline phases.

Scanning electron microscope studies were conducted on "bulk" samples using a Hitachi S 2600 N type microscope. The samples were covered with a thin layer of gold. Figure 6 show, compared with the matrix, images of samples reinforced with 20% and 30% SiC powder type F120 and F600.

One can note that the powder of coarse SiC (F120) is incorporated into the glass matrix without fragmenting it, maintaining a relatively small porosity and thus a higher bulk density.

The finer F600 SiC powder fragmented the structure of vitreous matrix, creating a higher porosity and thus decreasing the density of the samples.

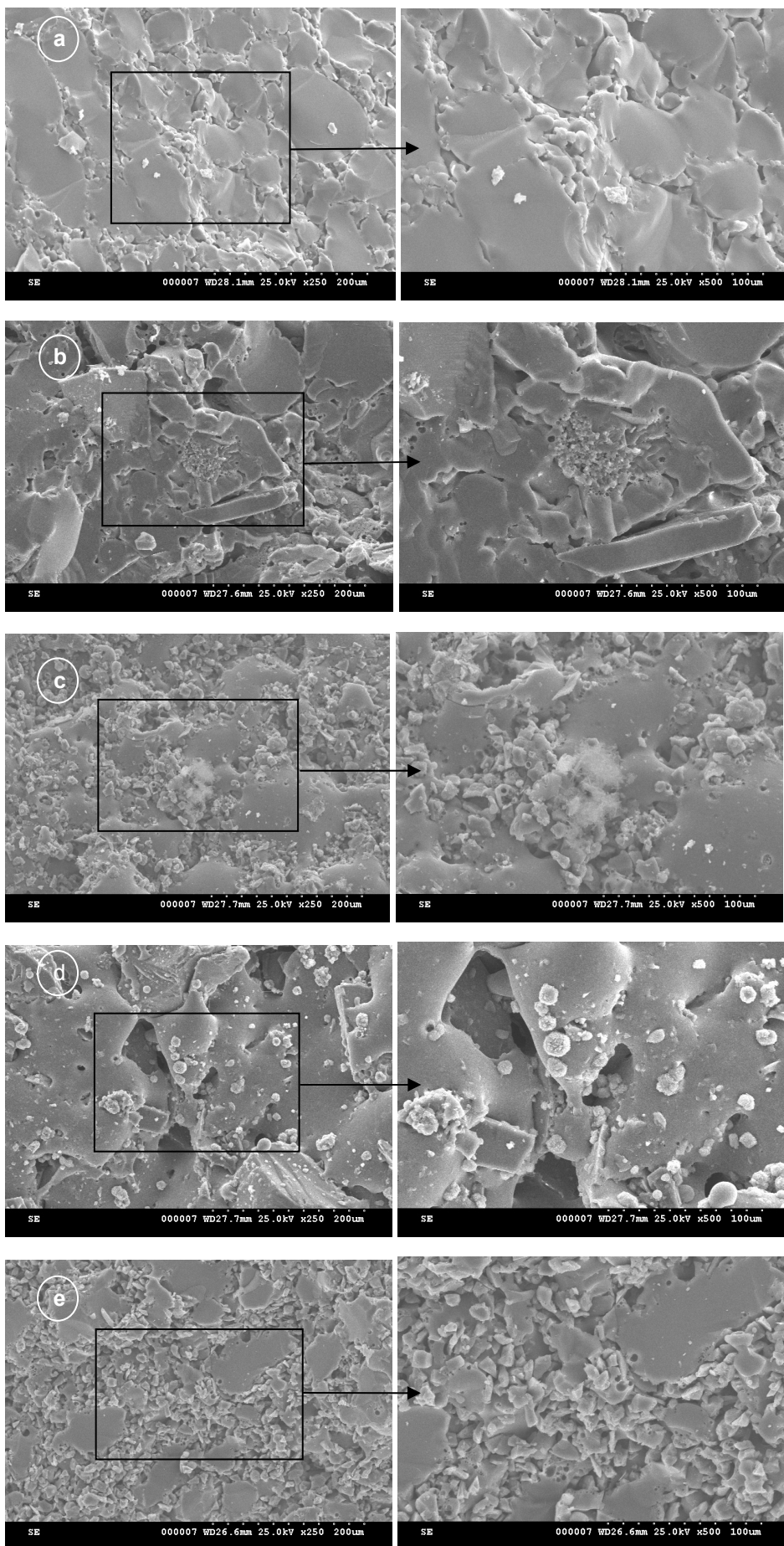


Fig. 6 - Imagini SEM (x250) comparative pentru (a) proba maritor, (b) probele cu 20% SiC F120, (c) 20% SiC F600, (d) 30% SiC F120 și (e) 30% SiC F600. Detaliile sunt la magnitudinea x500 / SEM (x250) comparing images for (a) blank, (b) samples with cu 20% SiC F120, (c) 20% SiC F600, (d) 30% SiC F120 and (e) 30% SiC F600. Details are on x500 magnitude.

5. Concluzii

Lucrarea prezintă rezultatele experimentărilor privind realizarea unor materiale compozite, utilizând deșeuri de sticlă aluminoborosilicatică pentru obținerea matricei, iar pentru armare, două tipuri de carbură de siliciu (F120 și F600), în proporție de 10 %, 20% și 30%. Tehnica de procesare a fost presarea uniaxială, la rece, a amestecului pulverulent (deșeu de sticlă - carbură de siliciu), urmată de un tratament de sinterizare.

Probele au fost caracterizate prin densitate, porozitate, dilatare și microscopie electronică de baleiaj. Din analiza rezultatelor obținute se constată că:

- față de densitatea matricei luată ca referință, densitatea probelor nu variază semnificativ la probele armate cu F120, remarcându-se, însă o diferență accentuată la probele armate cu SiC F600, mai ales la grad de armare 30%, diferență explicabilă prin densitatea foarte mică a SiC F600. La procente mai mici (10% și 20%) influența densității adaosului este mai mică;

- absorbția este cu mult mai mare la probele cu SiC F600, comparativ cu matricea și probele cu SiC F120, confirmând corelația cu porozitatea și densitatea lor, explicată fiind prin granulația mai mică a SiC F600, care a permis creșterea numărului de pori intergranulari la tratamentul de sinterizare;

- porozitatea crește pentru ambele tipuri de SiC, cu precădere la probele cu F600, pentru care porozitatea este cu mult mai mare decât a matricei și a probelor cu F120, și crește cu creșterea gradului de armare, fenomen care se corelează și cu valorile densității. Se constată că matricea prezintă o porozitate mult mai mică, comparativ cu probele de compozit, ca urmare a unei structuri mai dense. Adaosul SiC favorizează apariția porilor;

- prin adaosul de SiC proprietățile termice ale probelor se modifică semnificativ, în sensul scăderii coeficientului de dilatare, favorizând o bună stabilitate la șoc termic. De asemenea, cresc temperaturile de înmuiere, ceea ce permite extinderea domeniului de utilizare în zone cu temperaturi mai ridicate;

- pulberea de SiC cu granulație mai mare (F120) se încorporează în matricea vitroasă fără a o fragmenta, aceasta menținându-și o porozitate relativ mică și, în consecință, o densitate aparentă mai mare; pulberea mai fină de SiC F600 a fragmentat structura matricei vitroase, creând o porozitate mai mare și contribuind astfel la scăderea densității probelor.

Mulțumiri

Autorii mulțumesc doamnelor ing. Georgeta Velciu și ing. Jana Pinteș din ICPE-CA, pentru colaborarea în efectuarea unor determinări.

Această lucrare este efectuată în cadrul Programului

5. Conclusions

The paper presents the results of experiments on the development of composite materials, using aluminum-borosilicate glass waste as matrix and, as reinforcement, two types of silicon carbide (F120 and F600) in a ratio of 10%, 20% and 30%. Processing technique has been uniaxial cold pressing of the powder mixture (glass waste - silicon carbide) followed by a sintering treatment.

The samples were characterized regarding the density, porosity, thermal expansion and scanning electron microscopy. The analysis of the results shows that:

- comparing to the matrix density taken as a reference, the density of the samples does not vary significantly on the samples reinforced with F120, pointing out, however, a marked difference in samples reinforced with SiC F600, especially on reinforcement of 30%. The difference can be explained by the very low density of SiC F600. At lower rates (10% and 20%) the effect of addition on density is less significant;

- the absorption is higher for samples with SiC F600, compared with the matrix and SiC F120 samples, confirming the correlation with porosity and density. This can be explained by the smaller SiC particle size of F600, which increased the number of intergranular pores during the sintering treatment;

- the porosity increases for both types of SiC, especially on the samples with F600, for which the porosity is much greater than that of the matrix and the samples with F120, and increases with the degree of reinforcement, a phenomenon that is correlated with the density values. We observed that the matrix has a much lower porosity compared with the composite samples as a result of a more dense structure. The SiC addition favours the appearance of pores;

- the addition of SiC changes significantly the thermal properties of the samples and downwards the expansion coefficient, favouring a good stability to thermal shock. It also raises the softening temperature, which allows extension of the use in the higher temperature zones;

- the coarse SiC powder (F120) is incorporated into the glass matrix without fragmenting it, maintaining a relatively low porosity and, consequently, a higher apparent density, while the finer F600 SiC powder fragmented the structure of the vitreous matrix creating a higher porosity and thus contributing to lower density of the samples.

Acknowledgements

The authors thank Mrs. Eng. Georgeta Velciu and Mrs. Eng. Jana Pinteș from the ICPE-CA for collaboration in carrying out some tests.

Operațional Sectorial pentru Dezvoltarea Resurselor Umane (POSDRU), finanțat din Fondul Social European și Guvernul României prin contractul nr. POSDRU/86/1.2/S/58146 (MASTERMAT).

This paper is supported by the Sectoral Operational Programme Human Resources Development, financed from the European Social Fund and by the Romanian Government under the contract number POSDRU/86/1.2/S/58146 (MASTERMAT).

REFERENCES

1. Boccaccini A. R., Continuous Fibre Reinforced Glass and Glass-Ceramic Matrix Composites, Handbook of Ceramic Composites, ed. by Narottam P. Bansal, Kluwer Academic Publishers, Boston, 2005
2. Boccaccini A.R., Glass matrix composite materials with dispersion reinforcement. A review, Verre, 1999, 5 (2), 3.
3. Radu D. and Dima V., Vitreous fiber reinforced oxide matrix (in Romanian), Ed. MatrixRom, 2002.
4. Dima V. and Eftimie M., Vitroceramica, Ed. Printech, 2007.

- *****
5. Boccaccini A. R., Glass-Containing Composite Materials. Alternative Reinforcement Concepts, Handbook of Ceramic Composites, ed. by Narottam P. Bansal, Kluwer Academic Publishers, Boston, 2005.
 6. Bernardo E., Scarinci G., Maddalena A., and Hreglich S., Development and mechanical properties of metal-particulate glass matrix composites from recycled glasses, Composites part A 35, (2004), 17.

NOUTĂȚI / NEWS

Synthetic staggered architecture composites

Structural biocomposites (for example, nacre in seashells, bone, etc.) are designed according to the functional role they are delegated for. For instance, bone is primarily designed for withstanding time-dependent loading (for example, withstanding stresses while running, jumping, accidental fall) and hence the microstructure is designed primarily from enhanced toughness and moderate stiffness point of view. On the contrary, seashells (which lie in the abyss of oceans) apart from providing defense to the organism (it is hosting) against predatory attacks, are subjected to static loading (for example, enormous hydrostatic pressure). Hence, emphasis on the shell structure evolution is directed primarily towards providing enhanced stiffness. In order to conform between stiffness and toughness, nature precisely employs a staggered arrangement of inorganic bricks in a biopolymer matrix (at its most elementary level of architecture). Aspect ratio and content of ceramic bricks are meticulously used by nature to synthesize composites having varying degrees of stiffness, strength and toughness. Such an amazing capability of structure–property relationship has rarely been demonstrated in synthetic composites. Therefore, in order to better understand the mechanical behavior of synthetic staggered composites, the problem becomes two-pronged: (a) synthesize composites with varying brick size and contents and (b) experimental investigation of the material response. In this article, an attempt has been made to synthesize and characterize staggered ceramic–polymer composites having varying aspect ratio and ceramic content using freeze-casting technique. This will in-turn help us in custom-design manufacture of hybrid bio-inspired composite materials.

Arhitectura compozitelor sintetice în zig-zag

Biocompozitele structurale (de exemplu, sideful din scoici, oase, etc) sunt concepute conform rolului funcțional pe care îl îndeplinesc. De exemplu, osul este în primul rând structurat pentru o greutate dependentă de timp (efortul de alerga, sări, etc.) și de aici microstructura este concepută în primul rând pentru duritate ridicată și rigiditate moderată. În mod contrar, scoicile din abisul oceanului, pe lângă apărarea organismului sunt supuse sarcinii statice (presiune hidrostatică enormă). Accentul în evoluția structurii scoicii se pune pe rigiditate sporită. Pentru a fi un echilibru între rigiditate și duritate, natura folosește un aranjament în zig-zag de unități anorganice într-o matrice de biopolimer (la cel mai elementar nivel de arhitectură). Într-un anumit raport de aspect și conținut, unitățile ceramice sunt utilizate de natura pentru a sintetiza compozite cu diferite grade de rigiditate, rezistență și duritate. O astfel de armonie structură–proprietate a fost rareori întâlnită în compozitele sintetice. Pentru a înțelege mai bine comportarea mecanică a compozitelor sintetice în zig-zag, problema are două aspecte: (a) sinteza compozitelor cu dimensiune variabilă a unității și conținutului și (b) investigații experimentale ale răspunsului materialului. În această lucrare, s-a încercat sinteza și caracterizarea compozitelor polimerice ceramice în zig-zag cu un raport de aspect și conținut ceramic variabil folosind tehnica turnării prin înghețare. Aceasta va fi de ajutor la fabricarea unor materiale compozite hibride de inspirație bio conform utilizărilor.

Sursa/Source: *Materials and Design* 46 (2013) 802–808

Material prelucrat de: / Material worked by: Alina Melinescu
