

KVANTITATIVNA MIKROSTRUKTURNA ANALIZA KOMPOZITA Cu-C

QUANTITATIVE MICROSTRUCTURAL ANALYSIS OF Cu-C COMPOSITES

Rebeka Rudolf, Ivan Anžel, Alojz Križman

Fakulteta za strojništvo, Smetanova 17, 2000 Maribor, Slovenija

Prejem rokopisa - received: 2000-05-17; sprejem za objavo - accepted for publication: 2000-07-10

Sintrani materiali imajo dokaj specifično mikrostrukturo, ki močno vpliva na njihove lastnosti. Med vplivne mikrostrukturne elemente teh materialov štejemo poroznost, velikost, obliko in porazdelitev komponent, ki jih sintramo, vrsto, lastnosti in delež posameznih mejnih površin in druge. Če želimo doseči s sintranjem tehnično uporabne izdelke morajo, biti volumski delež in karakter posameznih mikrostrukturnih elementov kontrolirani oziroma optimirani. Od metod, ki omogočajo karakterizacijo mikrostrukture in spremljanje razvoja posameznih mikrostrukturnih elementov med izdelavo, sta zelo uporabni kvalitativna in kvantitativna mikroskopija. Predvsem kvantitativna mikroskopija, ki je sestavljena iz meritev geometrijskih parametrov mikrostrukturnih elementov ter stereometrične analize, omogoča določitev odnosa med vplivnimi tehnološkimi parametri, mikrostrukturo in lastnostmi.

V prispevku predstavljamo rezultate kvantitativne analize mikrostrukture kompozita Cu-C, nastale v različnih fazah izdelave. S spremljanjem velikosti, oblike in volumskega deleža posameznega mikrostrukturnega elementa smo spremljali tudi mikrostrukturo in iskali mehanizme procesov, ki v posamezni tehnološki fazi določajo njen razvoj.

Ključne besede: kvantitativna mikrostrukturna analiza, kompozit Cu-C

Sintered materials have a rather specific microstructure which affects their properties. The influential elements of the microstructure of these materials are porosity, size, form and distribution of sintered components, and the type, properties and fraction of interfaces and other factors. The volume fraction and the structure of the microstructural elements must be controlled and optimised during the sintering process in order to achieve the technical functionality of the product. The most widely used methods, which permit microstructural characterisation and identification of the microstructural development during the sintering process, are qualitative and quantitative microscopy. Quantitative microscopy, which consists of measurements of the microstructure's geometrical parameters and of the stereometrical analysis, enables us to determine the relation between the influential parameters of the sintering process and the obtained microstructure.

The microstructural development of the sintered Cu-C composite will be described by quantitative microstructural analysis, with the objective of defining the influence of process parameters on the microstructural development and material properties. Special attention is focused on the size, shape and volume fraction of each influential microstructural element.

Key words: quantitative microstructural analysis, Cu-C composite

1 UVOD

Poznanje vpliva tehnoloških in drugih parametrov (npr. velikosti in deleža delcev izhodnih komponent) na razvoj mikrostrukture materiala je temelj izboljšave že obstoječih ter razvoja novih materialov. V inženirski praksi se uporabljajo različni načini ocenjevanja mikrostruktur¹: opisno (kvalitativno), polkvantitativno (ocena s primerjalnimi standardi) in kvantitativno (kombinacija vizualne metalografije in stereologije). Zadnja metoda spada med najučinkovitejše, saj je ocena mikrostrukture v tem primeru dosežena z izmerjenimi geometrijskimi parametri njene dvodimenzionalne upodobitve. Metoda obsega kvantitativno zajemanje, ne glede na to, ali se mikrostruktura nahaja v ravnotežnem ali neravnotežnem stanju, ali se s časom spreminja, ali je enofazna ali večfazna. Zajeti parametri morajo biti izbrani tako, da se dajo kvantitativno ovrednotiti, hkrati pa morajo omogočati določitev korelacije med mikrostrukturo in lastnostmi.

Sodobna kvantitativna metalografija postaja vse bolj nepogrešljivo orodje za karakterizacijo prostorske

zgradbe inženirskih materialov. Pri enofaznih gradivih podaja največkrat velikost, obliko in orientacijo zrn, v večfaznih gradivih pa omogoča določitev deleža, oblike, velikosti faz ter njihove porazdelitve, kakor tudi deleža ustreznih mejnih ploskev in kotov med mejnimi površinami. Pri kvantitativni metalografiji pridejo do izraza statistične karakteristike merjenih geometrijskih parametrov. Za realnejši opis mikrostrukture niso potrebne le njihove povprečne vrednosti, temveč tudi porazdelitvene značilnosti. Na zanesljivost rezultatov pri kvantitativni metalografiji vplivajo številni faktorji: izbira vzorca, izbira področij raziskovane površine, metalografska priprava vzorcev itd. Poleg tega je treba upoštevati še morebitne napake pri meritvah ter odmike idealiziranih oziroma poenostavljenih stereoloških izračunov od dejanske oblike in porazdelitve mikrostrukturnih elementov.

Metode kvantitativne analize, s katerimi določamo volumske deleže posameznih faz ali strukturnih elementov, so opisane v številnih literaturnih virih². Med osnovne merilne metode štejemo točkovno, linijsko

ali ploskovno analizo na metalografskem vzorcu. Pri tem velja osnovni stereološki odnos, ki pravi, da so dobljene vrednosti volumskih deležev identične, ne glede na uporabljeno metodo. Če je mikrostruktura homogena (določena faza je enakomerno razporejena v prostoru), zadostuje meritev na eni sami ravnini. V primeru nehomogene volumske porazdelitve pa je treba natančneje označiti gradient volumskega deleža analizirane faze ali pa določiti deleže področij s približno enakim volumskim deležem te faze.

Namen našega dela je bil raziskati mikrostrukturo kompozita Cu-C v posameznih fazah izdelave, ter s kvantitativno mikrostrukturno analizo opredelili predvsem vpliv velikosti delcev grafita na razvoj mikrostrukture teh materialov. Znano je namreč, da mikrostruktura, ki nastaja pri izdelavi materiala, pogosto odločilno vpliva na končne makro in mikroskopske lastnosti izdelka. Zato je pomembno, da s popolnim opisom in natančno analizo mikrostrukture v posameznih fazah izdelave opredelimo odnose med vplivnimi parametri, mikrostrukturo in lastnostmi materiala ter identificiramo tiste mehanizme, ki vodijo k nastanku določene mikrostrukture.

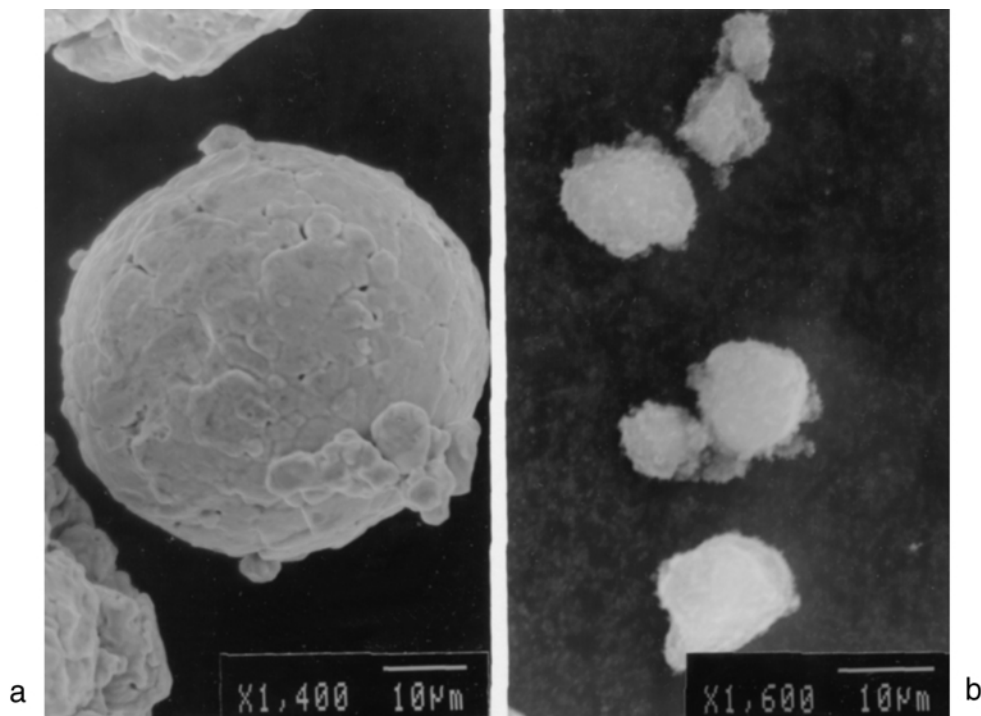
2 EKSPERIMENTALNO DELO

V okviru raziskovalnega dela so bile izdelane tri vrste kompozitov Cu-C s teoretično vsebnostjo grafita 5 vol.% in z različnimi velikostmi grafitnih delcev:

- Cu - C (sferični grafit 99,9995% proizvajalca ALFA USA) z velikostjo delcev okoli 1 μm (kompozit A),
- Cu - C (sferični grafit 99,9995% proizvajalca ALFA USA) z velikostjo delcev med 2-15 μm (kompozit B) in
- Cu - C (amorfni sferični grafit 99,6% z nanometrsko velikostjo kristalitov proizvajalca PETROKEMIJA Hrvaška) z velikostjo delcev pod 30 nm (kompozit C).

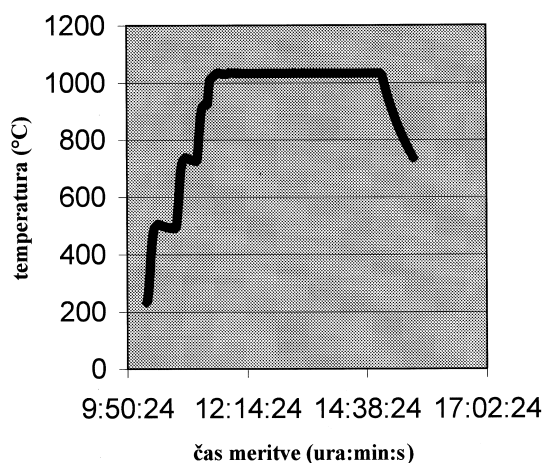
Sliki 1a in 1b prikazujeta splošno obliko in morfologijo delcev bakrovega oziroma grafitnega prahu.

Bakrov prah visoke stopnje čistosti (99,999% proizvajalca ALFA USA) z velikostjo delcev do 140 μm je bil dobro premešan z vsako od zgoraj omenjenih vrst grafita v posebnem atritorskem mešalniku za suho mešanje prahov. Sledil je proces hladnega enoosnega enostranskega stiskanja mešanice pri tlaku 140 bar v togem orodju s premerom matrice 15 mm. Z izbrano konstrukcijo matrice ($H/D=3\text{mm}/15\text{mm} < 1$) smo zagotovili takorekoč enako vrednost napetostnega polja po celotnem volumnu stiskanca (podobne razmere kot pri izostatskem stiskanju). Hladno stiskane vzorce smo nato sintrali v cevni peči pri temperaturi 1033 $^{\circ}\text{C}$, tri ure v vakuumu 10^{-2} mbar. **Slika 2** prikazuje temperaturni režim sintranja vzorcev, pri čemer je bila hitrost segrevanja vzorcev (od $T=240^{\circ}\text{C}$ do 1033 $^{\circ}\text{C}$) 9,43 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ in hitrost ohlajanja (do temperature 792 $^{\circ}\text{C}$) 7,82 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Vzorce smo nato pustili na zraku, da so se počasi ohladili do sobne temperature.



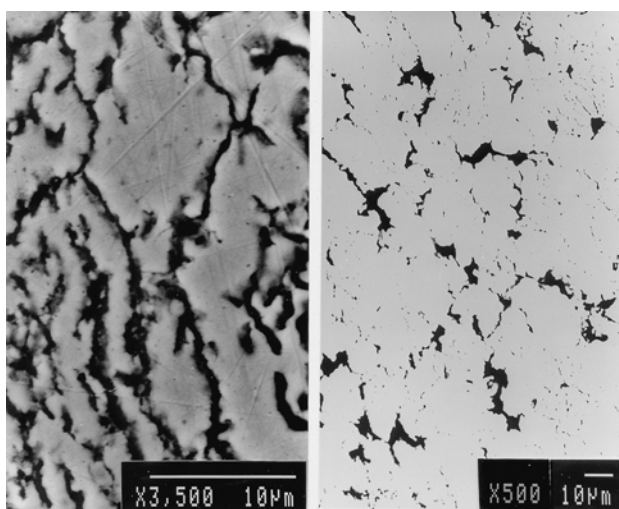
Slika 1: a) delec bakra; b) delci grafita

Figure 1: a) Cu particle; b) graphite particles

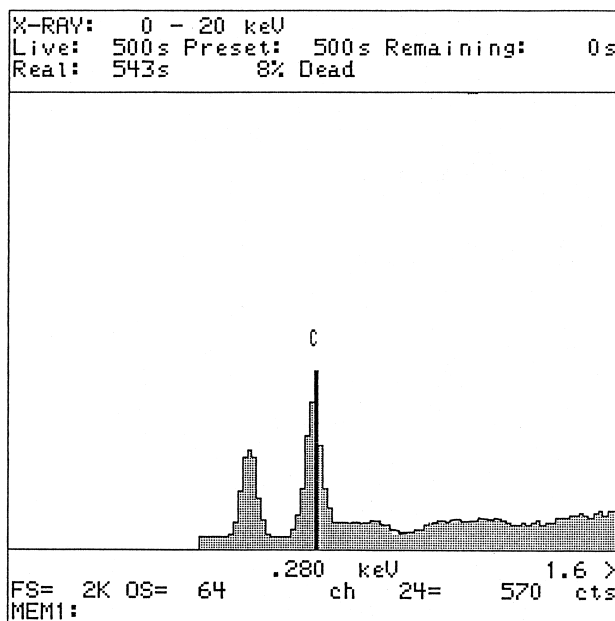


Slika 2: Temperaturni režim sintranja
Figure 2: Temperature regime of sintering

Pri pripravi vzorcev za kvantitativno analizo je bilo treba upoštevati težave, ki so navadno prisotne pri metalografiji mehkejših in sintranih materialov. Z enakomernimi in majhnimi obremenitvami smo v fazi brušenja in poliranja zmanjšali pojav zamazanja por ter možnost iztrganja posameznih delcev grafita iz bakrove matice. V prvi fazi smo analizirali metalografske obruse vzorcev kompozitov, ki so bili odvzeti vzporedno glede na smer delovanja sile stiskanja (V vzorci). Te vzorce smo kemijsko jedkali 45 sekund v jedkalu s kemijsko sestavo: 2g FeCl₃, 30 ml H₂O, 10 ml HCl in 60 ml CH₃CH₂OH. V drugi fazi pa smo natančneje opredelili morfologijo grafitnih delcev po volumnu bakrovih zrn, s tem da smo dodatno pregledali še vzorce hladno stiskanega kompozita Cu-C, ki so bili odvzeti pravokotno glede na smer delovanja sile stiskanja (P vzorci). Nato smo obe vrsti vzorcev V in P globoko

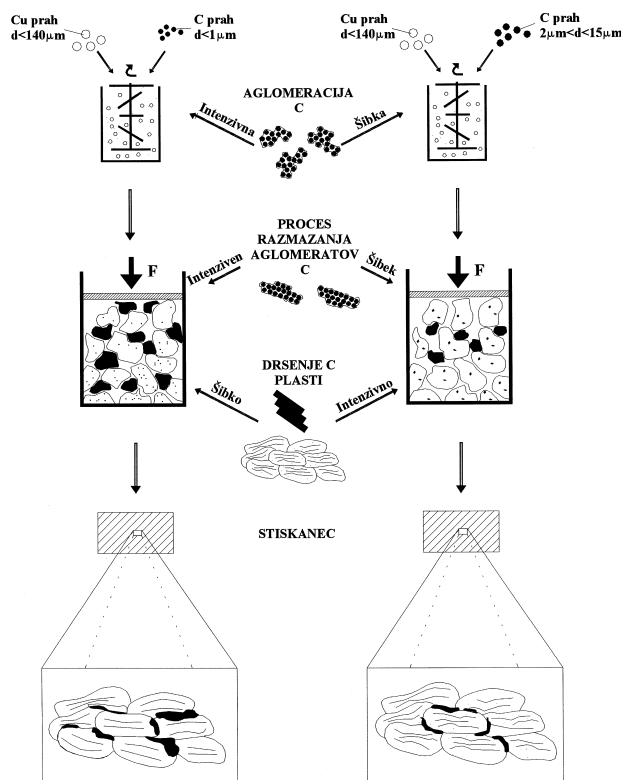


Slika 3: a) Drobní grafitni delci in pore v notranjosti zrn, b) Grobí grafitni delci in pore na mejah zrn
Figure 3: a) Fine graphite particles and pores within grains, b) Coarse graphite particles and pores on grain boundaries



Slika 4: Rentgenski spekter temnega področja znotraj bakrovega zrna
Figure 4: X-ray spectrum dark field within the copper grain

jedkali, in sicer 6 minut z jedkalom sestave HNO₃:CH₃CH₂OH=1:1. Pri preizkusu globokega jedkanja je prišlo do intenzivnega raztapljanja bakrove

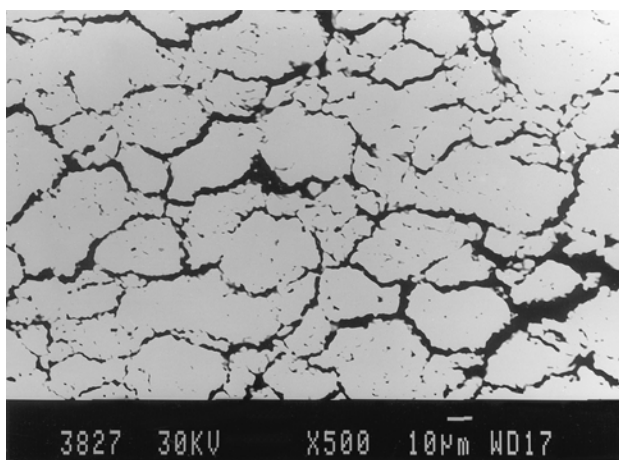


Slika 5: Nastanek bimodalne razporeditve grafita: a) pri kompozitu A, b) pri kompozitu B
Figure 5: Formation of bimodal graphite distribution: a) for composite A, b) for composite B

matice, medtem ko delci grafita niso reagirali z jedkalom in so ohranili svojo prvotno obliko in lego. Karakterizacija mikrostrukture hladno stiskanih in sintranih Cu-C vzorcev je vsebovala dve skupini raziskav: meritev poroznosti in določitev velikosti, deleža ter porazdelitve posamezne mikrostrukturne komponente.

Pri vzorcih s pravilno geometrijo smo poroznost določili z izračunom prostornine iz dimenzij, pri vzorcih nepravilne oblike pa z meritvijo dejanske gostote v piknometru. Meritve so bile opravljene v klimatiziranem prostoru. Vzorce smo pustili v piknometru, napolnjenem z glikol propilenom 24 ur z namenom, da bi izločili večino zračnih mehurčkov.

Velikost, volumski delež, ter porazdelitev mikrostrukturnih komponent v kompozitu Cu-C smo določili z raziskavami na vrstičnem elektronskem mikroskopu JEOL JSM 840A, opremljenim s programskim paketom za kvantitativno mikrostrukturno analizo Digiscan - FDC³. Zaradi problema svetlobnega kontrasta (svetlo področje - bakrova zrna, temno področje - grafit in pore) smo lahko na ta način določili le volumski delež grafita in por skupaj (GiP). Obenem je bilo treba, zaradi "bimodalne-dvogrbe" volumske in velikostne porazdelitve grafita (zelo drobni grafitni delci v notranjosti zrn in grobi delci na mejah), najprej ločeno določiti volumski delež grafita in por v notranjosti zrn (**slika 3a**), nato deleže teh področij v volumnu kompozita in nazadnje prišteti volumski delež grobih delcev in por na mejah (**slika 3b**). Pri tem je bila analiza grafitnih delcev in por na mejah zrn (povečava 500-krat) izvedena s SEM-BEI-modulacijo, tako da so bila področja v notranjosti zrn pri analizi popolnoma svetla (kvantitativna analiza v tem primeru ni zajela grafitnih delcev in por v notranjosti zrn). Volumski delež grafita smo nato dobili iz razlike volumskega deleža GiP, dobljenega z kvantitativno analizo na vrstičnem elektronskem mikroskopu, in poroznosti, izmerjene s piknometrijo.



Slika 6: Mikrostruktura hladno stiskanega kompozita C
Figure 6: Microstructure of the cold pressed composite C

3 REZULTATI

EDX-analiza temnih področij v mikrostrukturi stiskanih in sintranih V vzorcev je pokazala, da so praktično vsa temna področja v notranjosti zrn delci grafita (**slika 4**), temna področja na mejah zrn pa predstavljajo delno pore, delno pa večje grafitne aglomerate.

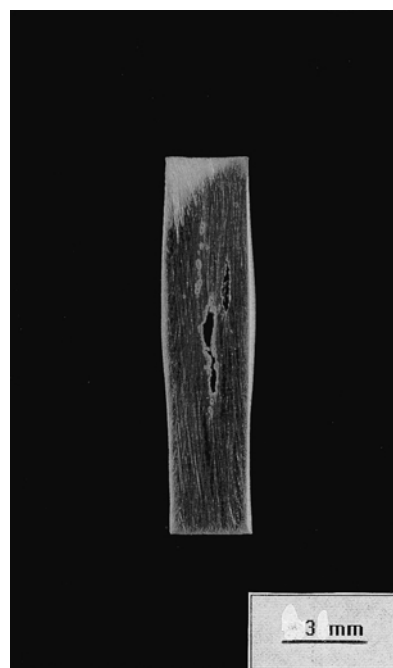
Vrednosti volumskega deleža por v hladno stiskanih in sintranih V-vzorcih so podane v tabeli 1. Pri kompozitih A in B smo dosegli po hladnem stiskanju praktično enako poroznost (~ 0,5 vol.%), pri kompozitu C pa je bila vrednost nekajkrat višja (za ~ 6-krat). Nasprotno od pričakovanega se je volumski delež por v vseh treh vzorcih po sintranju povečal. Največji prirastek poroznosti smo ugotovili pri kompozitu B (~ 1,8%), nekoliko nižji pri kompozitu A (~ 1,5%), pri kompozitu C pa nismo ugotovili bistvenih sprememb.

V **tabeli 1** so podani tudi rezultati izračuna volumskega deleža grafita za vse tri vrste kompozitov. Primerjava rezultatov kaže, da so deleži podobni, z vrednostjo nekoliko nad 3 vol.%, kar je v vseh treh primerih precej manj od teoretične.

Tabela 1: Določitev volumskega deleža por in C za vse vrste vzdolžnih vzorcev Cu-C kompozitov

Table 1: Volume fraction determination of pores and C for all types longitudinal samples of Cu-C composites

Stanje	HLADNO STISKAN		SINTRAN	
	Vol.% por	Vol.% C	Vol.% por	Vol.% C
A	0,462	3,514	1,891	3,419
B	0,423	3,496	2,179	3,331
C	3,515	3,083	3,537	3,183



Slika 7: Prerez izbočenega vzorca kompozita
Figure 7: The cross-section of the blister composite sample

Rezultati meritev povprečnih velikosti GiP za V-vzorke so zbrani v **tabeli 2**. Pri hladno stiskanih kompozitih A in B, kjer je nastala izrazito bimodalna porazdelitev grafitnih delcev, smo določali velikost GiP v notranjosti zrn in na mejah. Pregled rezultatov kaže, da je povprečna velikost na mejah zrn pri kompozitu A okoli 13 μm , medtem ko je v notranjosti zrn bistveno manjša ($\sim 0,7 \mu\text{m}$). Pri kompozitu B je povprečna velikost GiP na mejah zrn okoli 14 μm , v notranjosti zrn pa le še 0,5 μm . Pri kompozitu C je bila v fazi mešanja opažena visoka stopnja aglomeracije grafitnih delcev. Posledično smo v hladno stiskanem vzorcu identificirali aglomerate grafita in por le po mejah zrn bakra. Njihova povprečna velikost je bila okoli 18 μm in so bili podolgovate oblike.

Tabela 2: Povprečna velikost temnih področij za vse vrste vzdolžnih vzorcev Cu-C kompozitov

Table 2: Average size of dark fields for all types longitudinal samples of Cu-C composites

Stanje	HLADNO STISKANI KOMPOZITI		SINTRANI KOMPOZITI	
	področje		področje	
Kompozit	ob meji (v μm)	znotraj zrn (v μm)	ob meji (v μm)	znotraj zrn (v μm)
A	13,550	0,702	34,526	0,573
B	14,132	0,552	48,376	0,654
C	18,070	-	18,130	-

Rezultati določitve povprečne velikosti GiP za stanje po sintranju (**tabela 2**) kažejo, da se je pri kompozitih A in B znatno povečala povprečna površina tistih področij, ki se nahajajo ob mejah zrn. Pri kompozitu A je prišlo do 2,5-kratnega povečanja povprečne velikosti, pri kompozitu B pa do 3,5-kratnega. V notranjosti zrn ni prišlo do bistvenih sprememb povprečne velikost teh področij. Edino spremembo je mogoče opaziti pri obliki, in sicer so pri sintranih kompozitih ta področja bolj okrogla. Kot je pokazala kvantitativna analiza, se pri kompozitu C povprečna velikost in oblika področij GiP pri sintranju ni spremenila.

Rezultati kvantitativne analize za globoko jedkane vzorce kompozitov A in B, ki so bili odvzeti vzdolžno in prečno po volumnu glede na smer delovanja sile, so podani v **tabeli 3**. Pri obeh vrstah kompozitov smo izračunali precej višje volumnske deleže grafita, in sicer imajo vrednost okoli 6%, pri čemer so deleži pri vzdolžno odvzetih vzorcih večji od vrednosti prečnih za $\sim 0,6\%$.

Tabela 3: Kvantitativna določitev vol.% C globoko jedkanih vzdolžnih in prečnih vzorcev Cu-C kompozitov

Table 3: Quantitative determination of vol.% of C for deep etching of longitudinal and cross samples of Cu-C composites

Kompozit	A	B
	Vol.% C	Vol.% C
Prečni prerez	5,273	5,597
Vzdolžni prerez	5,7426	6,327

4 DISKUSIJA

Globoko jedkanje P- in V-vzorcev kompozitov A in B je pokazalo, da so drobni delci grafita večinoma podolgovati in imajo značilno paličasto obliko. Ker smo pri stereometrični analizi prostorninskega deleža grafita pri klasično jedkanih V-vzorcih (**tabela 1**) privzeli, da so delci sferični, smo posledično dobili manjše vrednosti prostorninskega deleža grafita od teoretičnih (za $\sim 1,5\%$). Z upoštevanjem realnejše paličaste oblike (stereometrična analiza delcev grafita na globoko jedkanih vzorcih) pa se je odmik s kvantitativno analizo določenega volumnskega deleža grafita od teoretičnega zmanjšal na $\sim 0,7\%$. Nekoliko višje določene vrednosti od teoretičnih so najverjetneje posledica napak (povečano temno področje okrog grafitnih delcev zaradi intenzivnejšega raztapljanja Cu matice v okolici delcev), ki spremljajo globoko jedkanje.

Na osnovi dobljenih rezultatov sklepamo, da je prišlo med hladnim enostranskim stiskanjem kompozitov A in B do procesa "razmazanja" grafitnih aglomeratov med Cu delci in do zdrsov ugodno orientiranih (glede na smer delovanja zunanje sile) grafitnih plasti v posameznih dispergiranih grafitnih delcih. Posledica je bila prehod sferične morfologije grafita v paličasto. Za grafit je značilno, da ima plastno strukturo, saj kristalizira v heksagonalnem kristalnem sistemu. Strukturo plasti lahko razložimo s sp^2 hibridizacijo (ogljikov atom je v ravnini koordiniran s po tremi ogljikovimi atomi) in s predpostavko o delokalizaciji nehibridiziranih p_z -orbital po celotnem kristalu, ki se bočno prekrivajo in tvorijo vez π . V grafitu so te plasti vzporedne in medsebojno povezane z razmeroma šibkimi van der Waalsovimi vezmi. Zato je grafit mehak in razkolen vzdolž plasti.

Pri kompozitu A, kjer je bila izhodna velikost grafitnih delcev pod 1 μm , je v fazi mešanja potekala intenzivna aglomeracija delcev grafita (posledica vpliva velike specifične površine na aglomeracijo). Tako smo dobili v nasipnem volumnu mešanice Cu-C večino grafita, razporejenega v obliki aglomeratov med Cu-delci, in le manjši delež posameznih, neaglomeriranih grafitnih delcev vtisnjenih na površino Cu delcev. Grafitni aglomerati so med hladnim stiskanjem vzorcev delovali kot mazivo za relativne zdrse Cu delcev, zato so se razmazali vzdolž mej. Dispergirani grafitni delci, vtisnjeni v površino bakra, pa so z drsenjem plasti ustvarili v volumnu Cu-delcev usmerjene paličaste grafitne delce (**slika 5a**).

Nasprotno pa pri kompozitu B, kjer so bili grafitni delci bistveno večji (2-15 μm), ni prišlo do tako izrazitega aglomeriranja. Večina grafita je bila zato v nasipnem volumnu vzorcev dokaj enakomerno porazdeljena v obliki posameznih grafitnih delcev, vtisnjenih v površino bakra (**slika 5b**), manjši del pa kot aglomerirani skupki (ali kot posamezni največji delci grafita z $d = \sim 15 \mu\text{m}$) med delci Cu. V fazi hladnega enostranskega stiskanja je prišlo ponovno do razmazanja

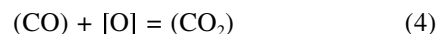
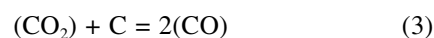
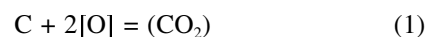
sedaj manjšega deleža večjih grafitnih skupkov na mejah Cu-delcev in do drsenja grafitnih plasti v manjših, vtisnjenih grafitnih delcih (~2 µm).

Da bi preverili vpliv velikosti grafitnih delcev na pojav aglomeriranja, smo izvedli sintezo kompozita Cu-C z velikostjo grafitnih delcev pod 30 nm. Po pričakovanju je prišlo v tem primeru do najizrazitejšega aglomeriranja grafitnih delcev v fazi mehanskega mešanja. Tako smo dobili v nasipnem vzorcu praktično ves grafit, razporejen v obliki grobih aglomeratov med delci Cu. Med stiskanjem so se ti aglomerati razmazali vzdolž mej, notranjost Cu-delcev pa je bila v tem primeru praktično brez grafitnih delcev (**slika 6**). S kvantitativno analizo smo določili povprečno velikost teh področij (18 µm), ki je za faktor 600-krat večja od izhodiščne velikosti grafitnih delcev, kar kaže na visoko stopnjo aglomeracije grafitnih delcev.

Za zelo majhne delce (<1 µm) je značilno⁴, da je za pojave na mejnih površinah teh delcev odločilna specifična površina. Med delci, ki imajo visoko vrednost specifične površine, delujejo privlačne - van der Waal-ove sile (grafit ima vrednost specifične površine okoli 7,2 m²/g, grafit z nanometersko velikostjo kristalinitov pa med 90-460 m²/g); kar podaja razlago za visoko stopnjo njihove aglomeracije. Po drugi strani pa je lahko tudi zgradba grafita vzrok za visoko stopnjo aglomeracije delcev. V literaturi⁵ obstajajo nekateri modeli strukturne zgradbe in so kombinacije alotropnih modifikacij ogljika, in sicer diamanta ter grafita. Nekateri modeli predpostavljajo, da ima večina (~90%) atomov v kristaliničnem grafitu koordinacijsko število 4 (sp³ hibridizacija), preostali atomi pa naj bi imeli koordinacijsko število 3 (sp² hibridizacija) in tvorijo šibko vez, ki je lahko tudi vzrok za privlak med delci.

Kot kažejo rezultati meritev poroznosti in kvantitativne mikrostrukturne analize pri sintranih kompozitih A in B je prišlo pri sintranju v nasprotju s pričakovanjem do povečanja prostorninskega deleža por. Analiza procesa je pokazala, da je povečanje poroznosti posledica notranje oksidacije grafita, ki je potekala med sintranjem zaradi previsokega delnega tlaka kisika. Pri temperaturi sintranja je bil v cevni peči dosežen vakuum ~10⁻² mbar, kar je dalo delni tlak kisika 2,1·10⁻⁶ bar, ki je nekoliko višji od ravnotežnega tlaka za reakcijo $4\text{Cu}_{(s)} + \text{O}_{2(g)} \rightleftharpoons 2\text{Cu}_2\text{O}$. Kljub rahlo oksidativni atmosferi ni prišlo do izrazitejše oksidacije bakra. Zaradi raztapljanja kisika v površinski plasti bakra pa je prišlo do difuzije kisika v notranjost in do reakcije z grafitnimi delci. Čeprav natančnejše analize mehanizma notranje oksidacije nismo izvedli, pa je nedvoumno, da so pri tem nastajali plinski produkti.

Pri tem so lahko potekale naslednje reakcije (1), (2), (3) in (4):



Ker imajo plinski produkti večji molarni volumen kot trden grafit, je povzročila notranja oksidacija grafitnih delcev pojav velikih notranjih napetosti, plastično deformacijo in povečanje volumna nastalih por. Zato je na makroskopskem nivoju prišlo do izbočenja zgornje in spodnje površine vzorca (**slika 7**).

5 SKLEPI

Rezultati kvantitativne mikrostrukturne analize kompozita Cu-C v različnih fazah izdelave so pokazali, da na razvoj mikrostrukture teh kompozitov odločilno vpliva začetna velikost grafitnih delcev. Z manjšanjem izhodne velikosti narašča tendenca k aglomeriranju grafitnih delcev, kar vodi k prednostni razporeditvi grafita vzdolž mej med bakrovimi delci. Z naraščanjem izhodne velikosti narašča delež enakomerno porazdeljenih (dispergiranih) grafitnih delcev.

Pri hladnem stiskanju potekata dva mehanizma, ki vplivata na morfologijo grafita v kompozitu Cu-C. Grafitni aglomerati na mejah se med hladnim stiskanjem vzorcev razmažejo vzdolž mej, pri dispergiranih grafitnih delcih, vtisnjenih v površino bakra pa poteka drsenje grafitnih plasti tako, da prehaja njihova morfologija iz sferične v paličasto.

Kisik v atmosferi, v fazi sintranja kompozitov Cu-C, povzroči notranjo oksidacijo utrjevalne faze, kar ima za posledico povečano poroznost. Ker nastanejo pri tem procesu plinski produkti, ki ustvarjajo v svoji okolici velike pritiske v kristalni mreži matice, pride pri tem tudi do povečanja volumna por ali celo do plastične deformacije sintranega vzorca.

6 LITERATURA

- ¹ Spaić S.: Metalografska analiza; Fakulteta za naravoslovje in tehnologijo, Oddelek za montanistiko, Ljubljana, 1993
- ² Exner H. E., Hougardy H. P.: Quantitative Image Analysis of Microstructures; DGM Informationsgesellschaft, Oberusel, 1988
- ³ Digiscan - FDC: Operators Manual, July 1984
- ⁴ Lazarini F., Brenčič J.: Splošna in anorganska kemija, DZS, Ljubljana 1989
- ⁵ Silva S. R., Robertson J., Milne W. I., Amaratunga G. A. J.: Amorphous Carbon - State of the art, Proceedings of the 1st International Specialist Meeting on Amorphous Carbon, Cambridge 1997