Polskie Towarzystwo Materiałów Kompozytowych
Polish Society of Composite Materials

Kompozyty 10: 4 (2010) 348-355

KOMPOZYTY
COMPOSITES

Anita Olszówka-Myalska*, Agnieszka Botor-Probierz

Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice, Poland
** Corresponding author. E-mail: anita.olszowka-myalska@polsl.pl*

Otrzymano (Received) 25.02.2010

ROLA NANOWARSTWY SiO_2 W KSZTAŁTOWANIU MIKROSTRUKTURY POŁĄCZENIA ZBROJENIE WĘGLOWE-STOP AZ91E

Przedstawiono wyniki badań mikrostruktury dwóch typów kompozytów z osnową ze stopu magnezu AZ91E, zbrojonych włóknami węglowymi oraz cząstkami węgla szklistego. Powierzchnia zarówno włókien, jak i cząstek, została poddana modyfikacji polegającej na nałożeniu metodą zol-żel nanowarstwy SiO_2 o grubości 100 nm. Warstwa ta charakteryzuje się strukturą amorficzną i równomiernie pokrywa zarówno powierzchnie włókien, jak i nieregularnych cząstek węgla szklistego. Próbki kompozytowe wytworzono w atmosferze próżni 2,5 Pa z użyciem prasy Degussa. W przypadku włókien węglowych była to infiltracja w temperaturze 670°C, połączona z prasowaniem, a w przypadku cząstek węgla szklistego prasowanie ich mieszaniny z proszkiem stopu AZ91E w temperaturze 650°C. Do opisu mikrostruktury zastosowano metody skaningowej mikroskopii elektronowej SEM z EDS oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej TEM (BF, HAADF, EDS, SADP).

Wykazano, że przy zastosowanych parametrach konsolidacji otrzymuje się kompozyt o równomiernym rozmieszczeniu zbrojenia. Szczególną uwagę skupiono na charakterystyce połączenia zbrojenie węglowe/nanopowłoka SiO_2/stop magnezu. Na granicy rozdziału obserwowano warstwę tlenkową, która nie była tlenkiem SiO_2, ale oprócz tlenu zawierała głównie Al i Mg oraz śladowe ilości Si i Zn. Ponadto wokół włókien zidentyfikowano zdyspergowane wydzielenia fazy $Al_{12}Mg_{17}$ wzbogacone w Zn. Na podstawie przeprowadzonego eksperymentu wykazano, że podczas konsolidacji komponentów z udziałem fazy ciekłej nanopowłoka SiO_2 ulega transformacji, co można przedstawić w postaci modelu strukturalnego. Oznacza to, że dla układu węgiel-stop AZ91E nanopowłoka pełni rolę bariery aktywnej.

Słowa kluczowe: **kompozyty, włókna węglowe, cząstki węgla szklistego, stop magnezu AZ91E, nanopowłoka SiO_2, powierzchnia rozdziału**

THE ROLE OF SiO_2 NANOLAYER IN FORMATION OF THE CARBON REINFORCEMENT-AZ91E MAGNESIUM ALLOY INTERFACE MICROSTRUCTURE

Results of microstructure investigations of two types of AZ91E magnesium alloy matrix composites reinforced with carbon fibers and glassy carbon particles were presented. The SiO_2 nanocoating with thickness of 100 nm deposited by the sol-gel method was used for the surface modification of both fibers and particles. The having an amorphous structure uniformly covers surface of both carbon fibers and glassy carbon particles of irregular shape. Composite samples were obtained in vacuum of 2.5 Pa in Degussa press. The infiltration process at the temperature of 670°C associated with pressing was used in case of carbon fibers consolidation as well as in case of pressing of glassy carbon particles-AZ91E powder mixture at the temperature of 650°C. Composite microstructure was analyzed by scanning electron microscopy (SEM) combined with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and transmission electron microscopy (TEM - BF, HAADF, EDS, SADP). Parameters of consolidation processes used in the experiment ensured the uniform reinforcement distribution.

During microstructure investigations the main attention was focused at the carbon reinforcement/SiO_2 nanocoating/magnesium alloy interface. The oxide layer was detected in the interface but it was not the SiO_2. The oxide layer contained mainly Al and Mg and traces of Si and Zn. The dispersed precipitations of the $Al_{12}Mg_{17}$ phase dopped with Zn were identified around the carbon fibers. Results of experiment showed that during consolidation process with liquid phase the structure of SiO_2 nanocoating was subject to transformation according to the presented model. It means that the SiO_2 coating plays the role of the active diffusion barrier for the carbon-AZ91E alloy system.

Keywords: **composites, carbon fibers, glassy carbon particles, AZ91E magnesium alloy, SiO^2 nanocoating, interface**

WPROWADZENIE

Zainteresowanie badawcze kompozytami z osnową magnezową wynika z najmniejszej gęstości stopów magnezu, spośród tworzyw metalicznych o znaczącym zastosowaniu w technice. Jedną z grup kompozytów magnezowych są kompozyty umacniane zbrojeniem węglowym. Może to być znane z literatury [1-3] rozwiązanie polegające na wprowadzeniu do stopów magnezu włókien węglowych oraz nowe rozwiązanie materiałowe [4] polegające na użyciu cząstek węgla amorficznego, tzw. węgla szklistego (ang. glassy carbon).

Spośród stopów magnezu w praktyce przemysłowej znaczącą grupę stanowią stopy z aluminium jako pod-

stawowym dodatkiem stopowym, które w porównaniu z innymi stopami magnezu są tanie, a możliwości ich przetwórstwa rozpoznane i tym samym zakres ich aplikacji jest relatywnie szeroki. Jednak w przypadku kompozytów z osnową ze stopu AZ91 (9% Al, 0,6% Zn) umacnianych włóknami węglowymi zarówno doniesienia literaturowe [5-7], jak i wyniki badań własnych [8, 9] wskazują na tendencję do tworzenia faz węglikowych typu Al_4C_3, Al_2MgC_3, o dużej dyspersji, charakteryzujących się właściwościami hydrofilowymi. Ich obecność w materiale w większości przypadków jest trudna do bezpośredniego potwierdzenia, bez zastosowania skomplikowanych procedur przygotowania preparatów do badań i zaawansowanych badań wysoko rozdzielczych (mikroskopia transmisyjna + dyfrakcja elektronów). W kategoriach użytkowych obecność nanoigieł węglika na granicy rozdziału początkowo poprawia właściwości kompozytu ze względu na chemiczny charakter połączenia, ale po kilkunasto- czy kilkudziesięciomiesięcznym sezonowaniu materiału w powietrzu atmosferycznym skutkuje drastycznym obniżeniem właściwości, a nawet samoistną jego degradacją.

Zastosowanie nanopowłoki technologicznej na materiale węglowym stanowi możliwość kontroli reakcji na granicy rozdziału, ale każdorazowo wymaga weryfikacji eksperymentalnej zarówno z punktu widzenia rodzaju materiału węglowego, jak i warunków jego konsolidacji z osnową (temperatura, czas, ciśnienie). W literaturze możliwość zastosowania SiO_2 jako powłoki technologicznej była analizowana w przypadku kompozytów z osnową ze stopów aluminium [10-12]. Dotyczyło to zbrojenia w postaci cząstek SiC, na których SiO_2 powstawał w wyniku wygrzewania w atmosferze utleniającej. W zależności od warunków tworzenia połączenia cząstek z osnową aluminiową obserwowano transformację strukturalną powłoki [11], polegającą na jej wzbogaceniu w aluminium i powstaniu szklistej fazy Al-Si-O oraz tworzeniu się Al_2O_3 zgodnie z reakcjami:

$$y\mathrm{SiO_2} + x\mathrm{Al} \rightarrow \mathrm{Al_xSi_yO_z} \quad (z = 2y) \tag{1}$$

$$\mathrm{SiO_2} + 4/3\mathrm{Al} \rightarrow 2/3\mathrm{Al_2O_3} + \mathrm{Si} \tag{2}$$

$$\mathrm{Al_xSi_yO_z} + x\mathrm{Al} + m\mathrm{O_2} \rightarrow x\mathrm{Al_2O_3} + y\mathrm{Si} \quad (z + 2m = 3x) \tag{3}$$

Efekty strukturalne wynikające z zastosowania powłoki SiO_2 o grubości 40 nm do modyfikacji powierzchni włókien węglowych umacniającej magnez i jego stopy zawierające 1, 3 i 9% mas. aluminium zaprezentowano w pracy [13]. Stwierdzono wpływ zawartości aluminium w stopie magnezu na mikrostrukturę powierzchni rozdziału i właściwości kompozytu. W kompozycie z osnową z technicznie czystego magnezu warstwa graniczna SiO_2 wzbogacona była w MgO, który powstał zgodnie z reakcją (4), a w pozostałych uległa ona degradacji

$$\mathrm{SiO_2} + 2\mathrm{Mg} \rightarrow 2\mathrm{MgO} + \mathrm{Si} \tag{4}$$

W pracy tej rolę nanopowłoki w przypadku stopów zawierających aluminium scharakteryzowano jako tłumiącą (ang. suppress) tworzenie się węglików, a w przypadku kompozytów z osnową ze stopów zawierających 3 i 9% mas. aluminium sugerowano obecność potrójnego węglika Al_2MgC_3.

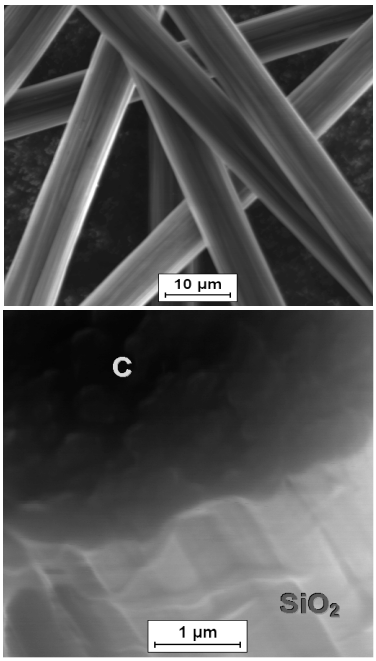
Celem niniejszego artykułu jest przedstawienie roli nanopowłoki SiO_2, wytworzonej metodą zol-żel na dwóch typach zbrojenia węglowego włókien oraz cząstek, w kształtowaniu mikrostruktury połączenia węgiel-stop magnezu AZ91E.

MATERIAŁ DO BADAŃ I METODYKA

Jako zbrojenie włókniste kompozytów zastosowano amorficzne włókna węglowe typu FT 300B (firmy Toray) spreparowane z włókien ciętych do postaci granul 3-D o średnicy ok. 5 mm. Drugi typ zbrojenia - amorficzne cząstki węgla szklistego o średniej średnicy ok. 100 µm otrzymano w wyniku pirolizy prekursora organicznego, zgodnie z patentem pracowników Politechniki Śląskiej [14]. Obydwa typy materiałów węglowych pokryto metodą zol-żel powłoką dwutlenku krzemu SiO_2 o grubości ok. 100 nm. Tak otrzymana amorficzna powłoka nie mostkuje i nie skleja włókien, a także nie powoduje aglomeracji cząstek. Równomiernie pokrywa powierzchnię komponentów węglowych i dobrze do niej przylega bez względu na obecne mikronierówności w postaci bruzd (włókna) czy ostrych krawędzi i uskoków (cząstki) (rys. rys. 1 i 2). Procedurę nakładania powłoki tlenkowej i jej charakterystykę obszerniej przedstawiono w pracach [15, 16].

a)

b)



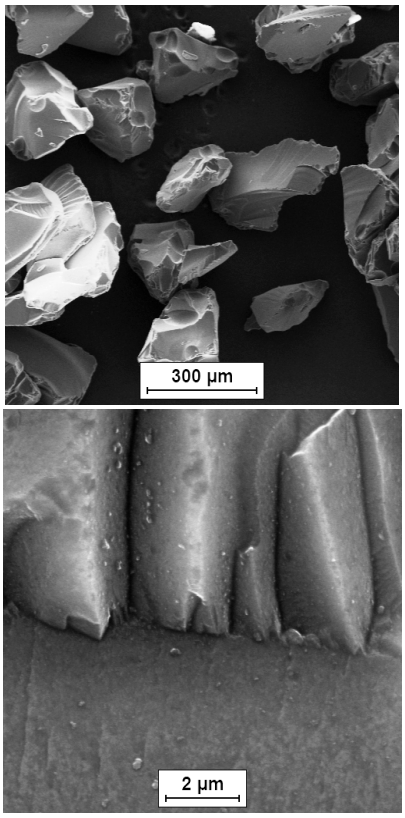
Rys. 1. Włókna węglowe pokryte nanopowłoką SiO_2 otrzymaną metodą zol-żel: a) fragment granuli 3-D utworzonej z włókien ciętych, b) przekrój poprzeczny pojedynczego włókna, SEM

Fig. 1. SEM micrograph of carbon fibers with SiO_2 nanocoating deposited by sol-gel method: a) fragment of 3-D granule formed of short fibers, b) cross-section of single carbon fiber

 All rights reserved

a)

b)



Rys. 2. Obrazy SEM cząstek węgla szklistego pokrytych nanopowłoką SiO_2 otrzymaną metodą zol-żel: a) widoczny nieregularny kształt cząstek, b) nanopowłoka o jednorodnej budowie na nieregularnej powierzchni pojedynczej cząstki

Fig. 2. SEM micrograph of glassy carbon particles with SiO_2 nanocoating deposited by sol-gel method: a) visible particles of irregular shape, b) regular nanocoating on rough surface of single particle

Jako osnowy użyto stopu magnezu AZ91E zawierającego 9% mas. Al i 0,6% mas. Zn. Do konsolidacji włókien węglowych pokrytych SiO_2, oznaczanych $(Cf)_{SiO2}$, ze stopem AZ91E zastosowano metodę infiltracji w próżni 2,5 Pa. Proces przebiegał w temperaturze 670°C w czasie 20 min [17]. W przypadku otrzymywania kompozytu zawierającego cząstki węgla szklistego pokryte SiO_2, oznaczanych $(Cp)_{SiO_2}$, ich mieszaninę z proszkiem stopu AZ91E sprasowano w atmosferze próżni 2,5 Pa, w temperaturze 650°C, w czasie 20 min [18]. Obydwa procesy prowadzono w matrycach grafitowych z użyciem prasy Degussa. Uzyskano próbki o średnicy 20 mm.

Charakterystykę mikrostruktury preparatów w postaci zgładów nietrawionych oraz przełomów przeprowadzono metodami elektronowej mikroskopii skaningowej SEM (scanning elektron microscopy), przy użyciu mikroskopu z zimną katodą FE-SEM Hitachi S-4200 wyposażonego w przystawkę EDS (energy dispersive spectrometer) firmy Noran 3500. Bardziej szczegółowe badania mikrostruktury powierzchni rozdziału prowadzono metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej TEM (transmission elektron microscopy) z użyciem wysoko rozdzielczego mikroskopu Tecnai G2 FEG wyposażonego w detektory EDS, stosując techniki BF (bright field), HAADF (high angle annular dark field) i SAED (selected area electron diffraction).

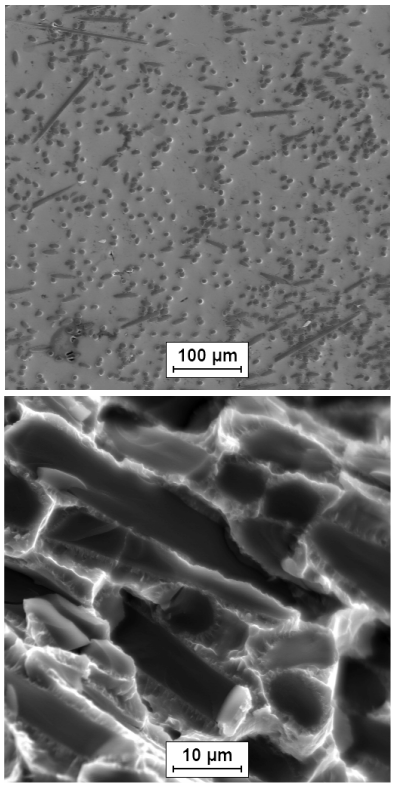
WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA

Kompozyt $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E

Obserwacje SEM zgładów próbek $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E wykazały dobre wypełnienie przestrzeni między włóknami, a także równomierne rozmieszczenie zbrojenia w osnowie (rys. 3a), co wskazuje na zastosowanie podczas procesu nasycania parametrów zapewniających zwilżanie. Na przełomie tej próbki (rys. 3b) brak jest efektu wyciągania włókien, natomiast obserwuje się fragmentację włókien w płaszczyźnie przełomu, co świadczy o ich dobrym połączeniu z osnową.

a)

b)



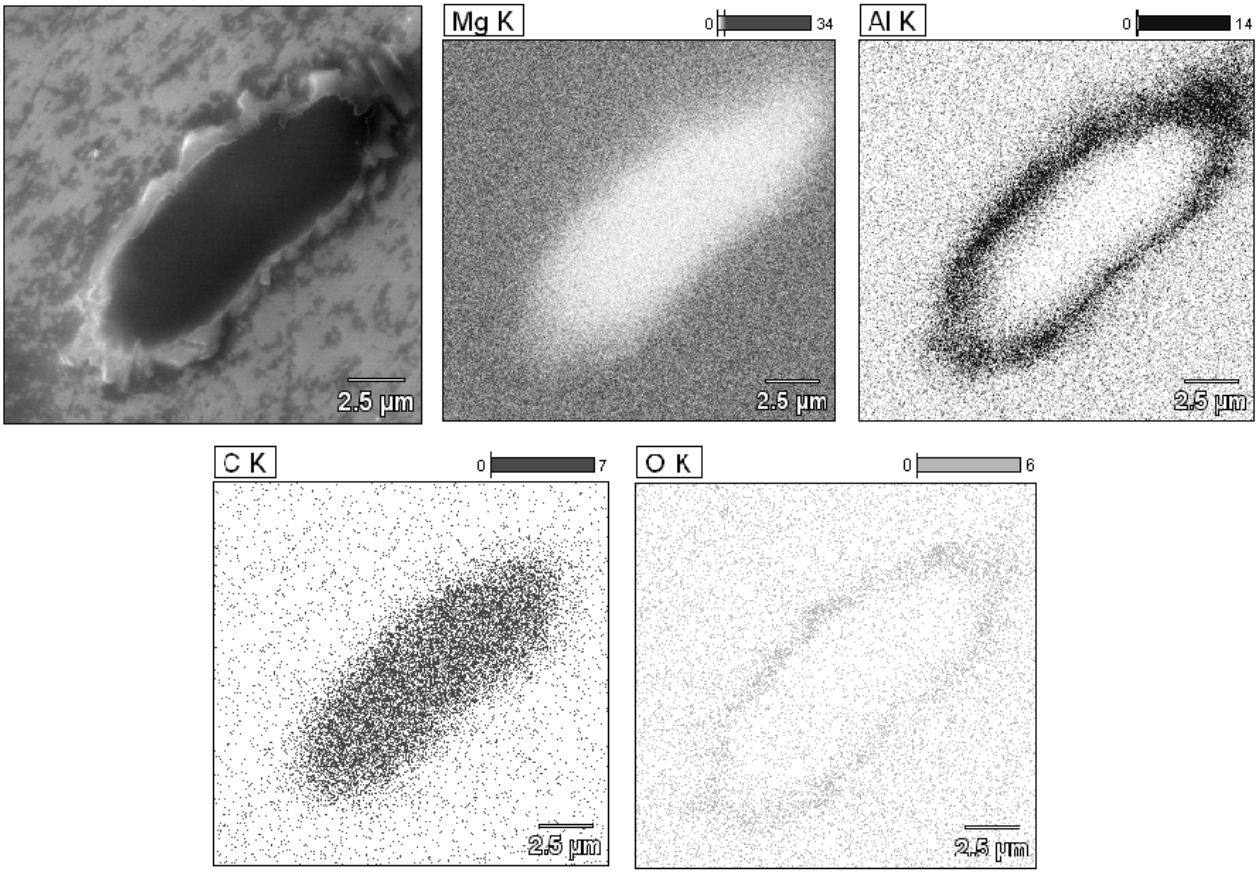
Rys. 3. Obrazy SEM kompozytu $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E po nasycaniu: a) zgład, b) przełom

Fig. 3. SEM micrographs of $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E composite after infiltration: a) polished cross-section, b) fractured cross-section

Na granicy rozdziału włókno-osnowa (rys. rys. 4 i 5) obserwowano strefę o innej morfologii. Rozkłady powierzchniowe rentgenowskiego promieniowania charakterystycznego (rys. 4) wykazały obecność w niej tlenu, magnezu na poziomie intensywności mniejszej niż w osnowie i aluminium na poziomie znacząco większym niż w osnowie. Nie stwierdzono miejsc ze zwiększoną zawartością krzemu. Taki charakter połączenia pomiędzy komponentami potwierdziły rozkłady liniowe (rys. 5).

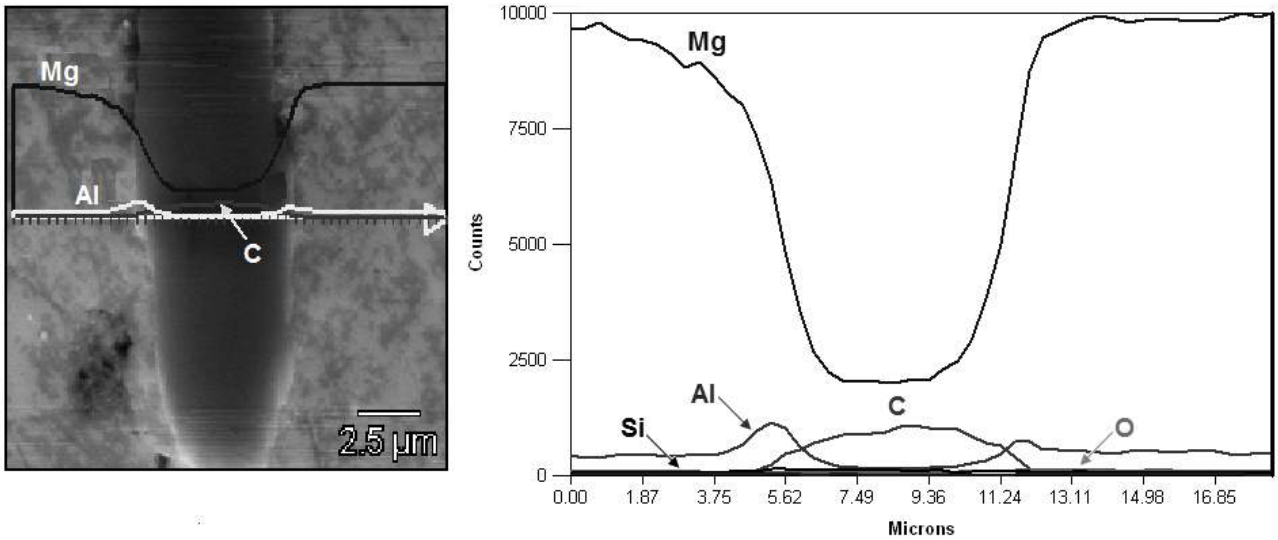
Brak sygnału promieniowania charakterystycznego krzemu na granicy rozdziału można tłumaczyć jego śladową koncentracją w obszarach wzbudzenia, mniejszą od rozdzielczości metody, gdyż nastąpiły reakcje (1-4) nanopowłoki SiO_2 z aluminium i magnezem. Powstały złożone fazy tlenkowe, a krzem wydyfundował do osnowy.

 All rights reserved



Rys. 4. Wyniki badań SEM-EDS (rozkład powierzchniowy pierwiastków) kompozytu $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E

Fig. 4. Results of SEM-EDS (X-ray mappings) investigations of $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E composite

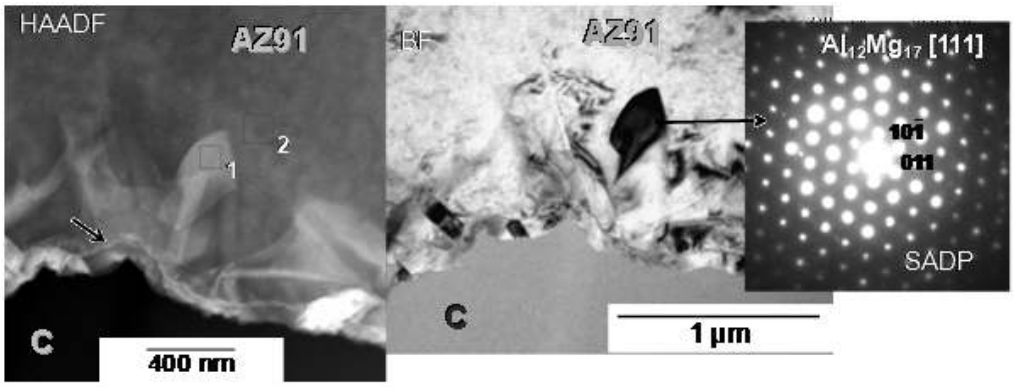


Rys. 5. Wyniki badań SEM-EDS (rozkład liniowy pierwiastków) powierzchni rozdziału $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E

Fig. 5. Results of SEM-EDS (X-ray line scans) investigations of $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E interface

Wyniki badań mikrostruktury powierzchni rozdziału metodami TEM wykazały obecność dwóch stref (rys. 6) - tlenkowej, bezpośrednio przylegającej do włókien (wskazanej na rysunku strzałką), i strefy wydłużonych wydzieleń fazy międzymetalicznej zidentyfikowanej jako $Al_{12}Mg_{17}$, skierowanych do osnowy. Faza ta, jak wykazała punktowa analiza składu chemicznego (rys. 6 - miejsce 1), zawiera dodatkowo cynk. Taki skład chemiczny i fazowy badanych nanoobszarów wyjaśnia znacząco zwiększoną koncentrację Al w pobliżu włókien, wykazaną metodą SEM+EDS. Ponadto badania HAADF+EDS ujawniły, że strefa tlenkowa zawiera Al i Mg oraz śladowe ilości Si i Zn (rys. rys. 7 i 8). Nie stwierdzono obecności węglików na granicy rozdziału. Obszerniejsze wyniki badań mikrostruktury tego materiału zamieszczono w pracy [17].

 All rights reserved

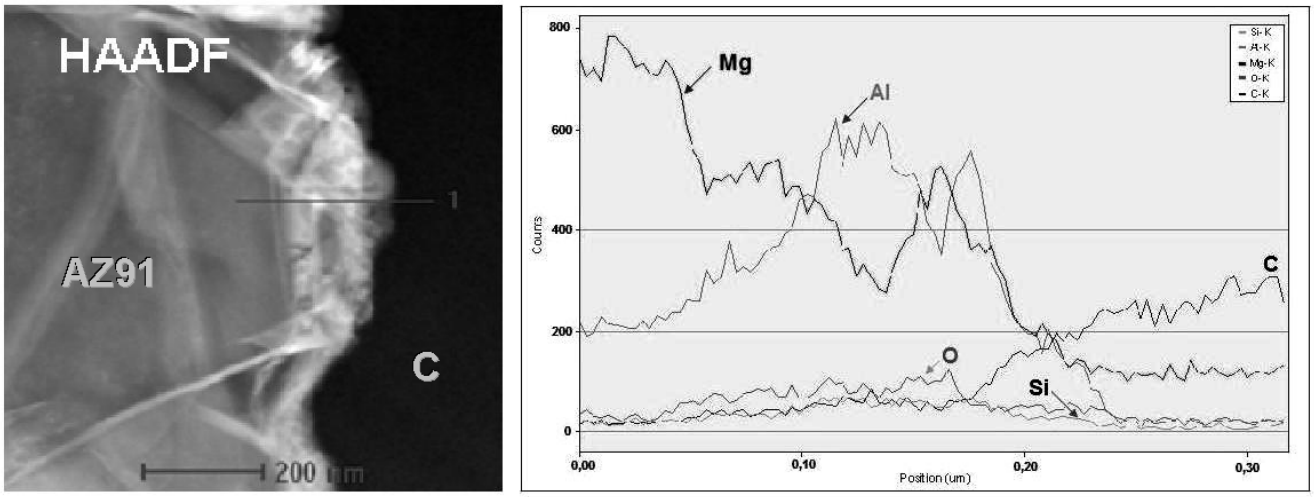


1	Element	Weight %	Atomic %
	Mg(K)	60.43	64.24
	Al(K)	35.77	34.25
	Zn(K)	3.80	1.50

2	Element	Weight %	Atomic %
	Mg(K)	92.93	93.90
	Al(K)	6.43	5.85
	Zn(K)	0.64	0.24

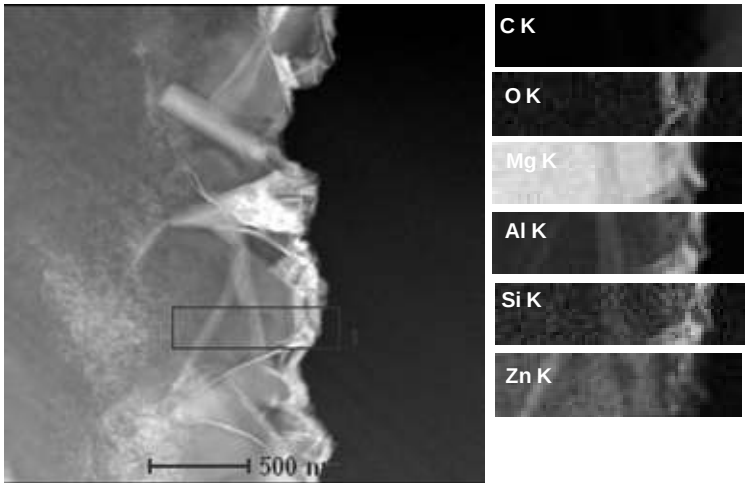
Rys. 6. Obrazy HAADF i BF granicy rozdziału $(Cf)_{SiO2}$ - AZ91E oraz dyfraktogram elektronowy (SADP) fazy $Al_{12}Mg_{17}$ i wyniki punktowej mikroanalizy rentgenowskiej

Fig. 6. HAADF and BF images of $(Cf)_{SiO2}$ - AZ91E interface, with selected area electron diffraction pattern (SADP) of $Al_{12}Mg_{17}$ phase and results of point X-ray quantification



Rys. 7. Wyniki badań HAADF+EDS (rozkład liniowy pierwiastków) powierzchni rozdziału $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E

Fig. 7. Results of HAADF+EDS (X-ray line scans) investigations of $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E interface



Rys. 8. Powierzchnia rozdziału $(Cf)_{SiO2}$ - AZ91 obserwowana techniką HAADF (z - kontrast i rozkład powierzchniowy pierwiastków) [17]

Fig. 8. Interface of HAADF (z - contrast and X-ray maps) [17]

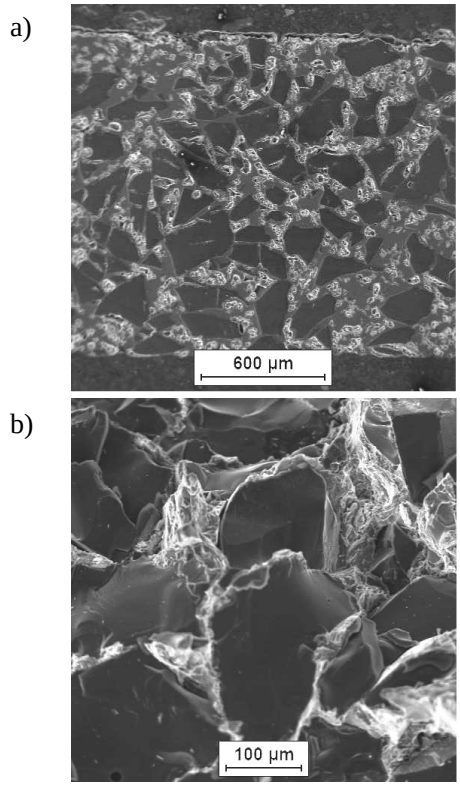
 All rights reserved

Kompozyt $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E

Obserwacje mikroskopowe SEM zgładów próbek $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E wykazały równomierne rozmieszczenie cząstek w osnowie (rys. 9a) oraz wypełnienie przestrzeni między cząstkami, co potwierdza prawidłowe przygotowanie mieszaniny, a także dobór warunków konsolidacji. Przełom próbki ujawnił lokalne odkształcenie plastyczne osnowy (rys. 9b) oraz pęknięcia przez cząstki i na granicy rozdziału.

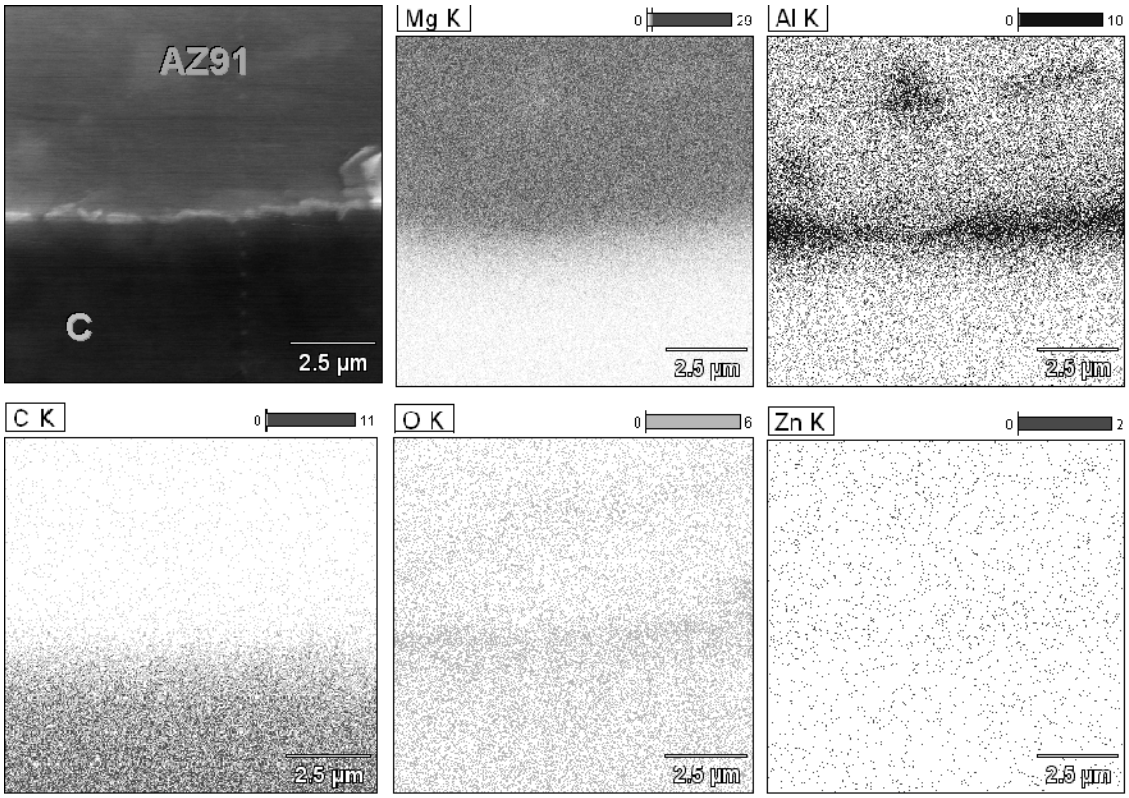
Wyniki badań SEM+EDS, zarówno na rozkładach powierzchniowych rentgenowskiego promieniowania charakterystycznego (rys. 10), jak i rozkładach liniowych (rys. 11), ujawniły obecność strefy o podwyższonej koncentracji aluminium w stosunku do osnowy, w której występowały magnez i tlen. Podobnie jak w przypadku włókien, tą techniką nie ujawniono obecności krzemu, a wyniki analiz rozmieszczenia cynku były na granicy wykrywalności metody SEM+EDS (rys. 10). Obszerniejsze wyniki badań mikrostruktury kompozytu $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E zamieszczono w pracy [18].

Można zatem przyjąć, że efekty strukturalne na granicy rozdziału obserwowane w kompozycie $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E są podobne do obserwowanych w kompozycie $(Cf)_{SiO2}$-AZ91E, i przedstawić je w postaci uogólnionego schematu transformacji strukturalnej systemu $C/SiO_2/AZ91E$ pod wpływem konsolidacji metodą ciekłofazową (rys. 12).



Rys. 9. Obrazy SEM próbki $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E po nasycaniu: a) zgład, b) przełom

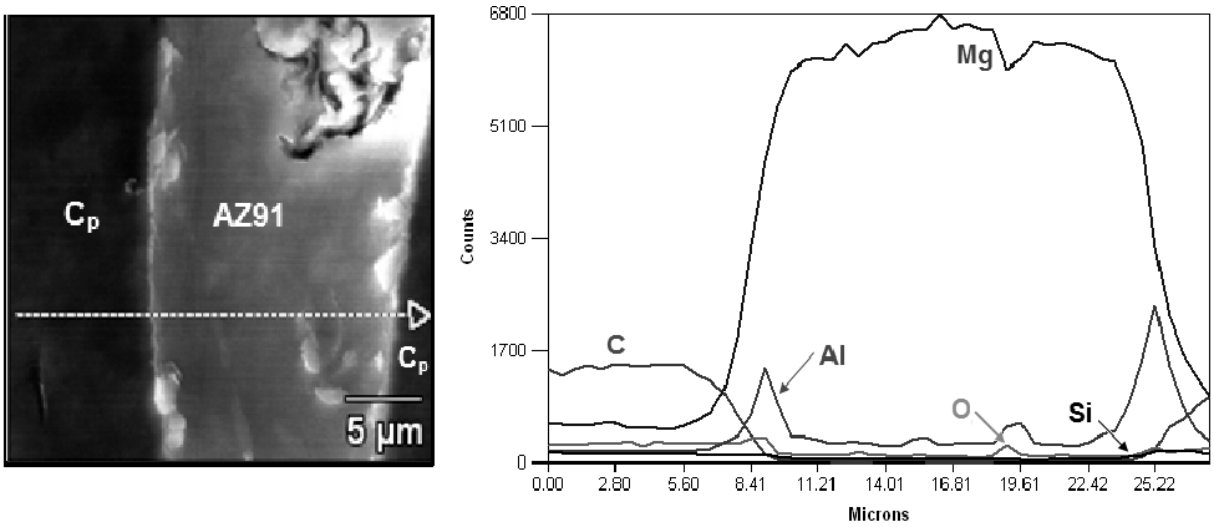
Fig. 9. SEM images of the $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E sample after infiltration: a) polished cross-section, b) fractured cross-section



Rys. 10. Wyniki badań SEM-EDS (rozkład powierzchniowy pierwiastków) połączenia $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E

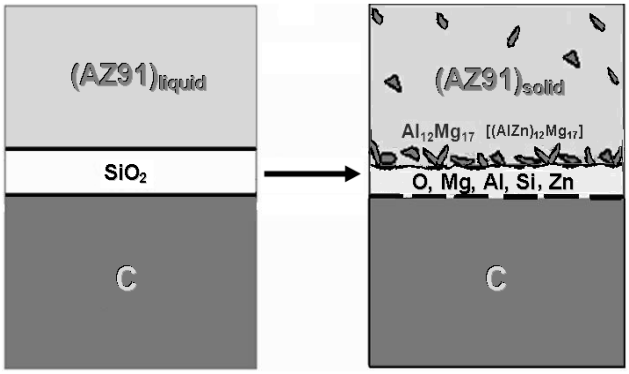
Fig. 10. Results of SEM-EDS (X-ray mappings) investigations of the $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E interface

 All rights reserved



Rys. 11. Wyniki badań SEM-EDS (rozkład liniowy) powierzchni rozdziału $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E [18]

Fig. 11. Results of SEM-EDS (X-ray line scans) investigations of the $(Cp)_{SiO2}$-AZ91E interface [18]



Rys. 12. Model strukturalnej transformacji systemu zbrojenie węglowe/nanopowłoka SiO_2/stop AZ91E w wyniku konsolidacji metodą ciekłofazową

Fig. 12. Model of structure transformation of carbon reinforcement/SiO_2 nanocoating/AZ91E alloy system after consolidation by liquid phase method

PODSUMOWANIE

Zastosowanie nanopowłoki SiO_2 zarówno na włóknach węglowych, jak i na cząstkach węgla szklistego umożliwiło wytworzenie próbek kompozytowych charakteryzujących się równomiernym rozmieszczeniem zbrojenia, analogicznie jak to miało miejsce w badaniach własnych z zastosowaniem zbrojenia bez modyfikacji powierzchniowej [4, 9]. Na podstawie badań metodami SEM i TEM mikrostruktury połączenia zbrojenie węglowe/nanopowłoka SiO_2/stop AZ91E nie stwierdzono obecności faz węglikowych. Natomiast w badanym wcześniej [9] kompozycie Cf-AZ91E bez modyfikacji nanopowłoką SiO_2, otrzymanym w takich samych warunkach konsolidacji, obecność tych faz była widoczna na zgładach i wywołała samodegradację materiału po upływie 20 miesięcy. Można zatem stwierdzić czasową funkcję ochronną zastosowanej nanopowłoki SiO_2. Jednak w przypadku szerszej aplikacji takiego rozwiązania technologicznego skuteczność działania nanopowłoki w konkretnych warunkach technologicznych (temperatura i czas) wymagać będzie sprawdzenia, polegającego na kilkumiesięcznym sezonowaniu materiału i przeprowadzeniu weryfikujących badań właściwości mechanicznych.

Badania mikrostruktury obydwu kompozytów wykazały obecność warstwy na granicy zbrojenie-osnowa, ale zarówno wyniki SEM+EDS, jak i TEM+EDS nie potwierdziły obecności wyjściowej warstwy SiO_2. Ujawniły natomiast w obserwowanej warstwie wzrost koncentracji aluminium, w stosunku do jego zawartości w osnowie, oraz obecność głównie tlenu i magnezu oraz śladowych ilości Si i Zn. Wskazuje to na powstanie warstwy tlenkowej zawierającej głównie Al i Mg, prawdopodobnie amorficznej, gdyż jej uporządkowania nie stwierdzono metodami TEM, a krystalizacja SiO_2 zachodzi w temperaturze wyższej od zastosowanej podczas otrzymywania kompozytów. Oznacza tym samym, że technologiczna nanopowłoka SiO_2 uległa transformacji strukturalnej podczas konsolidacji komponentów i ma ona charakter czasowej bariery dyfuzyjnej. Zmiana składu chemicznego powłoki polegająca na substytucji krzemu glinem i magnezem jest zgodna z danymi publikowanymi w literaturze [11] dla systemu SiO_2-stop Al, a nie została wykazana w kompozycie Cf--AZ w pracy [13], w której wskazuje się tylko na tworzenie MgO zgodnie z reakcją (4) lub całkowity zanik warstwy.

Na wzrost koncentracji aluminium wokół zbrojenia, niejednoznaczny do interpretacji tylko na podstawie badań SEM+EDS, wpływa również inny czynnik strukturalny. Jest nim zdyspergowana faza międzymetaliczna $Al_{12}Mg_{17}$. Faza ta zidentyfikowana została wokół zbrojenia metodą TEM-SAED (rys. 6), a metodą EDS stwierdzono w niej dodatkowo obecność cynku (rys. rys. 6, 8). Można zatem, zgodnie z danymi literaturowymi [19], zapisać ją jako $(Al, Zn)_{12}Mg_{17}$ lub $(Al_{11,5}, Zn_{0,5})Mg_{17}$. Podobną lokalizację aluminidków magnezu opisano w niektórych publikacjach dotyczących kompozytów Cf-AZ, gdzie zastosowano amorficzne włókna węglowe bez modyfikacji powierzchniowej [20].

 All rights reserved

Podziękowania

Praca wykonana w ramach projektu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego nr 4689/B/T02/2007/33.

LITERATURA

[1] Viala J.C., Fortier P., Claveyrolas G., Vincent H., Bouix J., Effect of magnesium on the composition, microstructure and mechanical properties of carbon fibres, Journal of Materials Science 1991, 26, 4977-4984.

[2] Zhi Ye H., Yang Liu X., Review of recent studies in magnesium matrix composites, Journal of Materials Science 2004, 39, 6153-6171.

[3] Hufenbach W., Andrich M., Langkamp A., Czulak A., Fabrication technology and material characterization of carbon fibre reinforced magnesium, Journal of Materials Processing Technology 2006, 176, 218-224.

[4] Olszówka-Myalska A., Myalski J., Microstructure of magnesium matrix composite reinforced with glassy-carbon particles, 8th International Conference on Magnesium Alloys and their Applications, Magnesium Ed. K.U. Keiner, Wiley-VCH 2009, 710-715.

[5] Feldhoff A., Pippel E., Woltersdorf J., Interface reactions and fracture behaviour of fibre-reinforced Mg/Al alloys, Journal of Microscopy 1997, 185, 122-131.

[6] Bouix J., Berthet M.P., Bosselet F., Favre R., Peronnet M., Rapaud O., Viala J.C., Vincent C., Vincent H., Physicochemistry of interfaces in inorganic-matrix composites, Composite Science and Technology 2001, 61, 355-362.

[7] Dorner-Reisel A., Nishida Y., Klemm V., Nestler K., Marx G., Muller E., Investigation of interfacial reaction between uncoated and coated carbon fibers and the magnesium alloy AZ91, Anal. Bioanal. Chem. 2002, 374, 635-638.

[8] Olszówka-Myalska A., Myalski J., Przeliorz R., Botor-Probierz A., Characteristic of bonding of magnesium and AZ91 alloy with carbon components, Inżynieria Materiałowa 2008, 163, 138-144.

[9] Olszówka-Myalska A., Przeliorz R., Botor-Probierz A., Sikora M., Infiltracja próżniowa włókien węglowych magnezem oraz stopem AZ91, Kompozyty (Composites) 2008, 8, 2, 201-205.

[10] Braszczyński, J., Zyska A., Analysis of the influence of ceramic particles on the solidification process of metal matrix composites Materials Science and Engineering 2000, 278/A, 195-203.

[11] Ureña A., Escalera M.D., Gil L., Oxidation barriers on SiC particles for use in aluminium matrix composites manufactured by casting route: Mechanisms of interfacial protection, Journal of Materials Science 2002, 21, 4633-4643.

[12] Rajan T.P.D., Pillai R.M., Pai B.C., Review reinforcement coatings and interfaces in aluminium metal matrix composites, Journal of Materials Science 1998, 33, 3491-3503.

[13] Pei Z.L., Li K., Gong ĆJ., Shi N.L., Elangovan E., Sun C., Micro-structural and tensile strength analyses on the magnesium matrix composites reinforced with coated carbon fiber, Journal of Materials Science 2009, 44, 4124-4131.

[14] Myalski J., Śleziona J., Patent PL 169845, 1993.

[15] Krzak-Roś J., Filipiak J., Pezowicz C., Błaszczuk A., Miller M., Kowalski M., Będziński R., The effect of substrate roughness on the surfach structure of TiO_2, SiO_2 and doped thin films prepared by the sol-gel method, Acta of Bioengineering and Biomechanics 2009, 33, 21-29.

[16] Olszówka-Myalska A., Botor-Probierz A., Krzak-Roś J., Łukowiak A., Rzychoń T., Zastosowanie procesu zol-żel do pokrywania powierzchni włókien węglowych warstwą SiO_2, Kompozyty (Composites) 2009, 9, 4, 332-336.

[17] Olszówka-Myalska A., Botor-Probierz A., Studies of the AZ91 magnesium alloy/SiO_2 coated carbon fiber composite microstructure, Institute of Physics IOP, Materials Science and Engineering 2010, 7, 012022.

[18] Olszówka-Myalska A., Myalski J., Botor-Probierz A., The influence of SiO_2 nanolayer on glassy carbon particle-magnesium alloy interface microstructure, Advanced Materials Engineering, Wiley-VCH 2010, 7, 609-616

[19] Braszczyńska-Malik K.N., Spherical shape of γ-$Mg_{17}Al_{12}$ precipitates in AZ91 magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing, Journal of Alloys and Compounds 2009, 487, 263-268.

[20] Wu F., Zhu J., Morphology of second-phase precipitates in carbon-fiber and graphite-fiber-reinforced magnesium-based metal-matrix composites, Composites Science and Technology 1997, 57, 661-667.

 All rights reserved