

Mikrostrukturne raziskave v binarnem sistemu Sm-Ti

Microstructural Investigation in the Sm-Ti Binary System

B. Saje¹, Magneti Ljubljana

S. Spaić, Univerza v Ljubljani, Oddelek za materiale in metalurgijo

M. Valant, IJS Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1995-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1996-01-22

Z metodami diferenčne termične analize (DTA), svetlobne mikroskopije, vrstične elektronske mikroskopije (SEM), energijsko disperzno spektrometrijo (EDS) in rentgensko fazno analizo (XRD) so sistematično raziskovane zlitine v sistemu Sm-Ti. Zlitine so bile pripravljene z obločnim pretaljevanem čistih izhodnih komponent. Zaradi visokega parnega tlaka samarija in visokega tališča titana so nominalne zatehte vsebovale prebitke redke zemlje. Raziskave so pokazale, da v sistemu Sm-Ti nastopa v zelo razširjenem koncentracijskem območju topnostna vrzel v raztaljenem stanju in s tem pogojena vrstitev dveh nonvariančnih reakcij:

- monotektične pri temperaturi okoli 1652°C na strani titana ($L_2 \Rightarrow \beta_{Ti} + L_1$) in

- eutektične pri temperaturi 1056°C na strani samarija ($L \Rightarrow \gamma_{Sm} + \beta_{Ti}$).

Poleg teh reakcij je ugotovljen tudi polimorfizem zlitin, ki je posledica alotropskih premen obeh zlitinskih elementov - Ti in Sm. Na podlagi raziskav je podan tudi verjetni potek binarnega faznega diagrama Sm-Ti, ki v dostopni literaturi še ni opisan.

Ključne besede: binarni fazni diagram, Sm-Ti, mikrostruktura

Alloys in the binary Sm-Ti system were investigated by means of differential thermal analysis (DTA), optical and scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectrometry (EDS) and X-ray diffractometric (XRD) phase analysis. The alloys in the range of Sm_xTi_y ($0 < x < 1$, $0 < y < 1$) were prepared by means of arc melting of pure components and the samples were prepared for microstructural investigations by standard metallographical technique. It was shown that in this system an immiscibility gap and two nonvariant reactions occur:

- a monotectic one around 1650°C on the Ti side ($L_2 \Rightarrow \beta_{Ti} + L_1$) and

- an eutectic one at 1056°C on the Sm side ($L \Rightarrow \gamma_{Sm} + \beta_{Ti}$).

Besides, polymorphic transitions of the alloys were observed as a result of the allotropic transitions of both alloying elements - Sm and Ti. A tentative binary Sm-Ti phase diagram is also presented.

Key words: binary phase diagram, Sm-Ti, microstructure

1. Uvod

Sodobne zlitine s posebnimi lastnostmi so navadno večkomponentne, pri katerih zagotovimo zahtevane lastnosti s sintezo načrtovane mikrostrukture, z dodatkom modifikacijskih ali zlitinskih elementov. Kot zlitinski ali modifikacijski elementi se (npr. pri posebnih aluminijevih zlitinah za letalstvo) v zadnjem času najbolj pogosto uporabljajo poleg titana še elementi redkih zemelj, od teh še posebej Sm. Za uspešno načrtovanje mikrostrukture in s tem pogojenih fizikalnih lastnosti zlitin je nepogrešljivo poznavanje vsaj binarnih faznih diagramov sodelujočih zlitinskih komponent oziroma interakcij med njimi.

Binarni fazni diagram Sm-Ti v dostopni literaturi do sedaj ni bil opisan, nekaj podatkov je na voljo le v¹. Potek faznega diagrama je po analogiji mogoče predvideti s študijem poznanih faznih diagramov Ti z Nd in Gd², ki v vrsti redkih zemelj ležita najbližje Sm. Oba tvorita s Ti monotektični sistem brez vmesnih intermetalnih faz.

Namen predstavljenega dela je bil raziskati binarni fazni diagram Sm-Ti, katerega rezultate bi bilo možno uporabiti kot izhodišče pri študiju konstitucije in načrtovanju večkomponentnih zlitin s posebnimi lastnostmi.

2 Eksperimentalno delo

Kot izhodne komponente smo uporabili čiste elemente, in sicer Sm (99.98, Johnson Matthey) in Ti (99.99, Ventron), iz katerih smo zatehtali sestave v koncentracijskem območju Sm_xTi_y ($0 < x < 1$ in $0 < y < 1$, kjer je $y = 0.005, 0.01, 0.015, 0.02, 0.025, 0.03, 0.10, 0.30, 0.50, 0.70, 0.90, 0.95, 0.97, 0.98, 0.99, 1.00$ in pripadajoči x). Pripravljeni vzorci so bili večkrat pretaljeni v elektroobločni peči (pri parcialnem tlaku Ar 500 mbar) s čimer smo zagotovili mikro in makro homogenost pripravljene zlitine. Kot "geter" za nečistoče v Ar smo uporabili čisti Zr.

Pripravljeni vzorci so bili preiskani z DTA (Netzsch, Bähr; pri hitrosti segrevanja/ohlajanja 10°C/min v argonu), optično mikroskopijo, vrstičnim elektronskim mikroskopom (EPMA JEOL JXA 840 A) opremljenim z EDS kvantitativnim analizatorjem, ter z rentgensko fazno analizo na analizatorju Philips 1460 s $CuK\alpha$ anodo. Rentgenski spektri so bili analizirani s komercialnim računalniškim programom.

3 Rezultati in diskusija

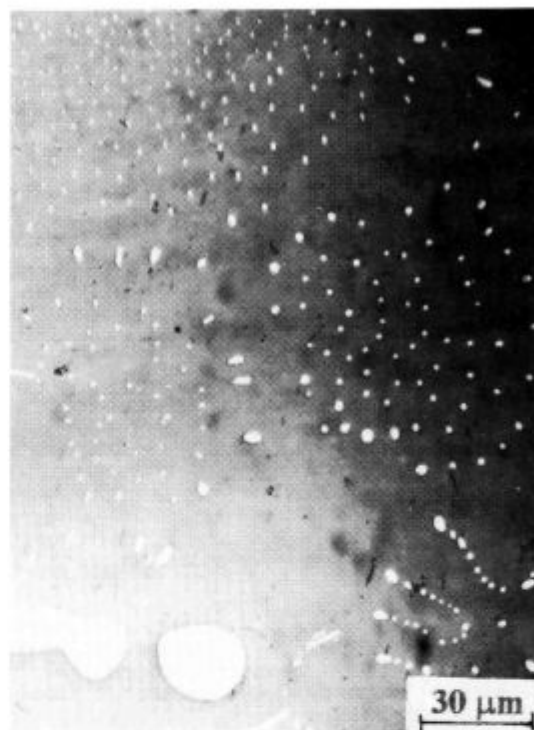
DTA in mikrostrukturna karakterizacija sistematično izbranih zlitin (navedenih v eksperimentalnem delu) sta pokazali, da je po pričakovanju binarni sistem Sm-Ti monotektičnega tipa. To zanesljivo potrjujejo tako temperature DTA- vrhov, kakor tudi izoblikovanje makro in

¹ Dr. Boris SAJE, dipl.inž.met.
Magneti Ljubljana, d.d.
1000 Ljubljana, Stegne 37



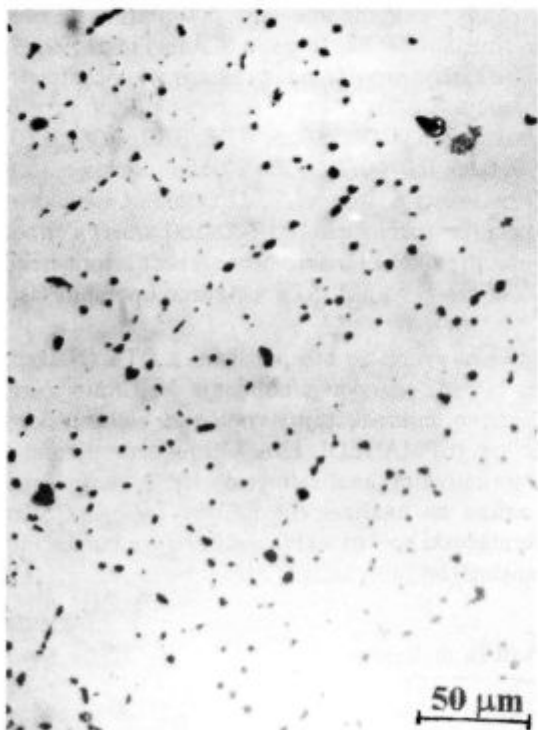
Slika 1: Mikrostruktura Sm-Ti zlitine (svetlo Ti, temno Sm, prikaz razmešanja enofazne taline na spodnjo plast, bogato s samarijem - $L_{(Sm)}$ in zgornjo, bogato s titanom - $L_{(Ti)}$)

Figure 1: The microstructure of Sm-Ti alloy (light Ti, dark Sm, the appearance after solidification from immiscibility gap). One phase liquid (L) forms lower Sm-rich layer ($L_{(Sm)}$) and upper Ti-rich layer ($L_{(Ti)}$)



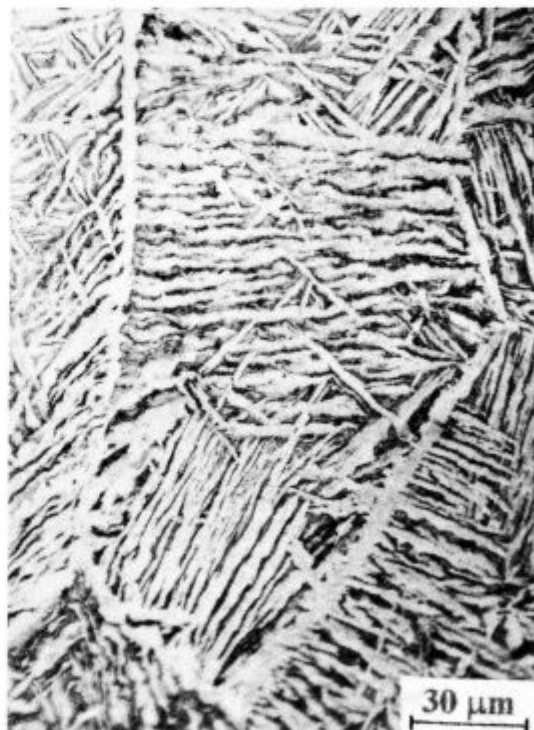
Slika 3: Mikrostruktura Sm-Ti zlitine (matrica Sm, Ti prim, Ti paličasti - evtektski)

Figure 3: Microstructure of Sm-Ti alloy (Sm matrix, Ti primary, Ti eutectic)



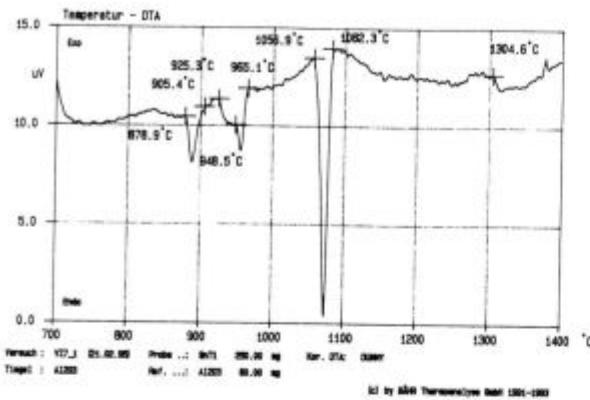
Slika 2: Mikrostruktura heterogenega zloga (Ti+Sm) v zgornji, s titanom bogati plasti (matrica Ti)

Figure 2: Microstructure of the Ti-rich layer from Fig. 1 (Sm in Ti matrix)



Slika 4: DTA zlitine Sm-Ti (sestava Sm90Ti10)

Figure 4: DTA of Sm-Ti alloy (Sm90Ti10 composition)



Slika 5: Mikrostruktura β_{Ti} (posledica alotropne premene)
Figure 5: Microstructure of β_{Ti} (allotropic transformed)

mikrostrukture ter konstitucija in morfologija mikrostrukturnih sestavin posameznih zlitin.

Za monotektični tip sistema značilna topnostna vrzel v raztaljenem stanju je ugotovljena pri temperaturi okrog 1650°C in zelo širokem koncentracijskem področju od 2.5 do 97.8 mas.% Ti.

Iz slike 1 je razvidno, da pride dejansko do razmešanja enofazne taline na dve talini $L_{(Sm)}$ in $L_{(Ti)}$, ki se zaradi gravitacijskega izcejanja strdita v spodnjo plast, bogato s samarijem in zgornjo bogato s titanom. Kot kažejo ostra črta ločnica med plastmi, morfologija mikrostrukturnih sestavin v spodnji s samarijem bogati plasti, ter pojav heterogenega zloga (Ti+Sm) v zgornji, s titanom bogati plasti (slika 2), je proces razmešanja potekal v raztaljenem stanju, kar potrjuje monotektski značaj faznega diagrama Sm-Ti.

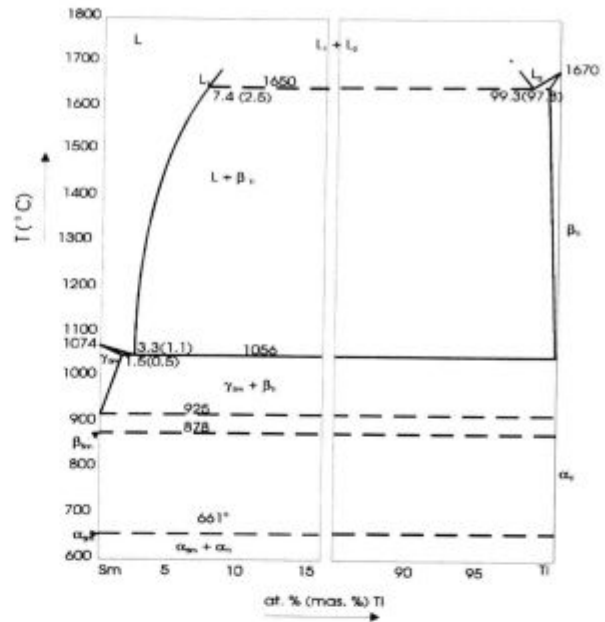
S termično-metalografskimi raziskavami so pri temperaturi monotektikale (okrog 1650°C) ugotovljene naslednje značilnosti monotektične reakcije, ki sloni na strjevanju taline, obogatene s Ti ($L_2(97.8\% \text{ Ti}, 2.2\% \text{ Sm}) \rightarrow L_1(97.5\% \text{ Sm}, 2.5\% \text{ Ti}) + \beta_{Ti}(99.4\% \text{ Ti}, 0.6\% \text{ Sm})$), kar pomeni, da se topnostna vrzel razpenja v faznem diagramu praktično preko 95 %.

Iz taline, bogate s Sm (L_1) v spodnji plasti, se pri ohlajanju z nadaljnjim razmešanjem izloča β_{Ti} . To se nadaljuje vse dotlej, dokler talina ne doseže kritične sestave pri temperaturi 1056°C, nakar le-ta končno non-variantno razpade po reakciji:



v paličasti evtektik (slika 3).

Poleg teh dveh reakcij pri strjevanju se pojavijo tudi termični vrhovi pri DTA v trdnem (slika 4), ki so v zvezi s polimorfizmom zlitin v sistemu Sm-Ti in potrjeni z rentgensko fazno analizo: pri 925°C alotropna premena $\beta_{Sm}(hgz) \leftrightarrow \gamma_{Sm}(tck)$, pri 878°C alotropna premena $\alpha_{Ti}(hgz)$



Slika 6: Možni potek faznega diagrama Sm-Ti
Figure 6: A tentative diagram Sm-Ti binary phase diagram

$\leftrightarrow \beta_{Ti}(tck)$ (slika 5) in pri 661°C alotropna premena $\alpha_{Sm}(romb) \leftrightarrow \beta_{Sm}(hgz)$.

Možen potek faznega diagrama na podlagi navedenih rezultatov je prikazan na sliki 6.

4 Sklepi

Raziskave so pokazale, da v sistemu Sm-Ti nastopa v zelo razširjenem določenem koncentracijskem območju topnostna vrzel v raztaljenem stanju in s tem pogojena zvrstitev dveh nonvariantnih reakcij:

- monotektične pri temperaturi okoli 1652°C na strani titana ($L_2 \Rightarrow \beta_{Ti} + L_1$) in
- evtektične pri temperaturi 1056°C na strani samarija ($L \Rightarrow \gamma_{Sm} + \beta_{Ti}$).

Poleg teh dveh reakcij pri strjevanju se pojavi tudi polimorfizem zlitin: pri 925°C alotropna premena $\beta_{Sm} \rightarrow \gamma_{Sm}$, pri 878°C alotropna premena $\alpha_{Ti} \rightarrow \beta_{Ti}$ in pri 661°C alotropna premena $\alpha_{Sm} \rightarrow \beta_{Sm}$.

Na podlagi raziskav je podan tudi verjetni potek binarnega faznega diagrama Sm-Ti, ki v dostopni literaturi še ni bil opisan.

5 Literatura

- 1 B. Reinsch, Diplomarbeit, Institut für Metallkunde der Universität Stuttgart, 1991
- 2 Binary Alloys Phase Diagrams, 2nd ed., T. B. Massalski, H. Okamoto, P. R. Subramanian, L. Kasprzak eds., ASM, Metals Park, Ohio, 1990