

# Preiskava kovinskih materialov s pomočjo DTA

## DTA Study of Metallic Materials

Medved J<sup>1</sup>, A. Smolej, A. Rosina, FNT Univerza v Ljubljani  
M. Pristavec, Republiška uprava za jedrsko varnost

S pomočjo diferenčne termične analize (DTA) smo preiskovali nekatere zlitine aluminija in bakrovo zlitino. Iz dobljenih termogramov smo skušali analizirati procese, ki potekajo v zlitinah. Rezultati kažejo, da je DTA preiskovalna metoda, ki je zelo uporabna pri karakterizaciji kovinskih materialov kot samostojna metoda ali kombinirano z drugimi metodami.

*Ključne besede: DTA, zlitine Al in Cu*

Differential thermal analysis (DTA) was applied in the investigations of Al and Cu alloys. The obtained thermograms were the basis for analyzing processes which are occurring in the alloys. The results show that DTA is a method which is very useful for characterization of metals and alloys.

*Key words: DTA, Al and Cu alloys*

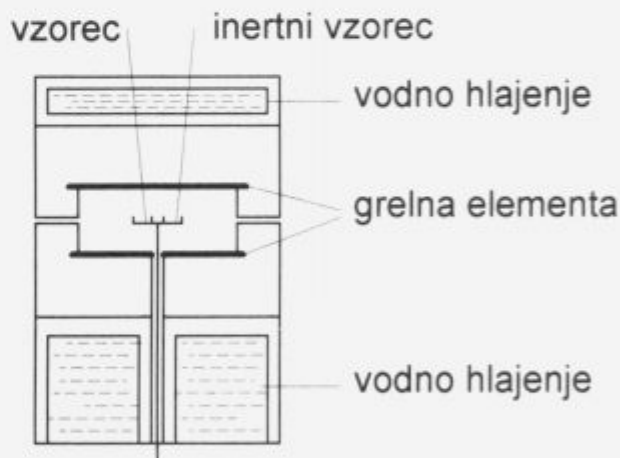
### 1. Uvod

Diferenčna termična analiza (DTA) je metoda termične analize, ki temelji na merjenju temperaturne razlike ( $\Delta T$ ) med preiskovanim in termično stabilnim (inertnim) vzorcem. Temperaturno razliko lahko zapišemo v odvisnosti od časa trajanja preizkusa ali od temperature sistema. Označuje jo sprememba entalpije v vzorcu, ki je posledica nekega procesa. Ti procesi so lahko fazne transformacije, taljenje, izparevanje, izločanje, oksidacija, redukcija itd. Spremlja jih porabljanje ali sproščanje energije, kar je na krivulji izraženo v obliki negativnega ali pozitivnega pika. DTA lahko uporabimo pri preiskavah različnih organskih in anorganskih snovi kot samostojno preiskovalno metodo ali v kombinaciji z drugimi. Namen te raziskave je bil preiskati nekatere kovinske materiale s pomočjo DTA.

### 2. Eksperimentalno delo

Uporabili smo napravo DTA Typ 701, firme Bähr Thermoanalyse, ki je prikazana na **sliki 1**.

Napravo sestavlja peč in elektronski del. Peč ima dva grelna elementa (nad in pod nosilec vzorca) v obliki plošče, ki omogočata homogeno temperaturno polje v prostoru z vzorcema. Kot nosilec vzorca in senzor služi kovinska ploščica, na katero so pritrjene žice termoelementov (temperatura vzorca in  $\Delta T$ ), kar omogoča dober stik med senzorjem in lončkom ter uporabo lončkov različnih velikosti in materialov ( $Al_2O_3$ , platina, grafit ...). Vodenje preizkusa in iz vrednotenje rezultatov poteka računalniško. Preizkusi so potekali pri hitrosti ogrevanja in ohlajanja 10 K/min in v varovalni atmosferi argona.



**Slika 1:** Shema peči naprave za DTA Typ 701 (Bähr Thermoanalyse)  
**Figure 1:** Scheme of furnace of DTA Typ 701 (Bähr Thermoanalyse)

Opravili smo večje število preiskav aluminijevih zlitin in zlitine Cu-Ag s pomočjo DTA. V nadaljevanju prikazujemo nekaj najznačilnejših primerov. Oznake in kemične sestave aluminijevih zlitin so zbrane v **tabeli 1**.

**Tabela 1:** Kemične sestave Al zlitin (v m. %)  
**Table 1:** Chemical composition of Al alloys (mass %)

Zlitina	Si	Fe	Cu	Mg	Mn	Ostalo
AC42	1,10	0,35	0,07	1,04	0,71	Pb:0,57, Bi:0,60
D41	0,15	0,17	3,91	1,00	0,62	Pb:1,12
M11*	do 0,3	do 0,7	0,05-0,2		1,0-1,4	Zn do 0,1
AS61	11,5-12,5	do 0,4	0,8-1,2	1,1-1,3	do 0,15	Ti, Zn do 0,15

\* kemična sestava po standardu

<sup>1</sup> mag. Jože MEDVED, dipl. inž. met.  
Fakulteta za naravoslovje in tehnologijo  
Odsek za metalurgijo in materiale  
Aškerčeva 12, 61000 Ljubljana

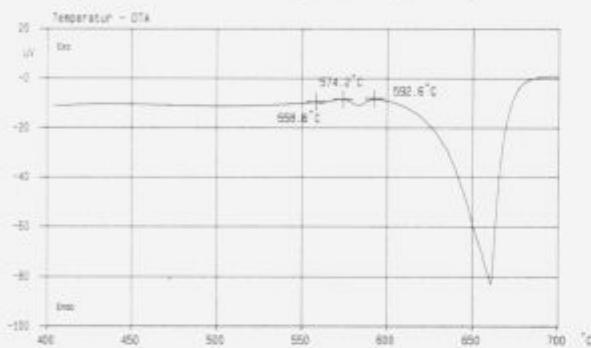
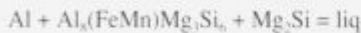
### 3. Rezultati in diskusija

#### 3.1 Zlitine aluminija

Zlitina AC42 (AlMgSiPb) je bila ulita po polkontinuirnem postopku v drogeve s premerom 165 mm. Preiskave z DTA so bile narejene s preizkušanci, ki so bili izrezani iz drogov v ulitem stanju.

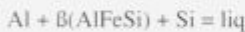
Mikrostruktura zlitine sestoji iz različnih faz na osnovi glavnih in pomožnih legirnih elementov: (1) Al, (2) Si, (3) Mg<sub>2</sub>Si, (4) Al<sub>3</sub>(FeMn)Si<sub>12</sub>, (5) Al<sub>3</sub>(FeMn)Mg<sub>2</sub>Si<sub>6</sub>. Kvantitativna analiza deleža faz ni bila izdelana. Po literarnih podatkih<sup>1,2</sup> so lahko prisotne v mikrostrukturi naslednje faze: Al, Si, Mg<sub>2</sub>Si, Al<sub>3</sub>(FeMn)Si<sub>12</sub>, in Al<sub>3</sub>(FeMn)Mg<sub>2</sub>Si<sub>6</sub>.

Prvo nataljevanje mikrostrukturnih sestavin v zlitini, ki je bilo določeno z DTA (slika 2) pri temperaturi 559°C, sovpada s temperaturo možne evtektične reakcije (555°C - 547°C)<sup>1</sup>:

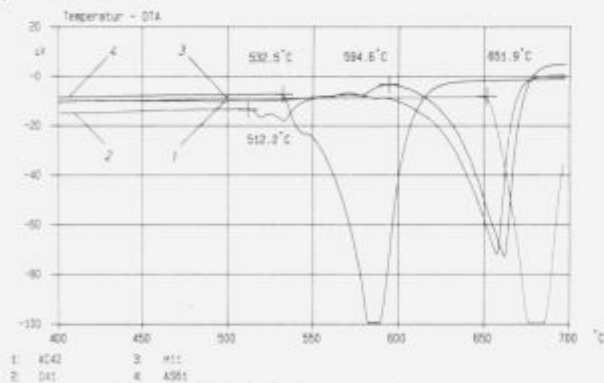


Slika 2: DTA zlitine AC42; segrevalna krivulja  
Figure 2: DTA of AC42 alloy; heating curve

Drugo izrazitejšo nataljevanje pri 574°C pa sovpada s temperaturo evtektične reakcije (578°C)<sup>1</sup>:



Slika 3 prikazuje segrevalne krivulje štirih različnih aluminijevih zlitin.



Slika 3: DTA Al zlitin; segrevalne krivulje  
Figure 3: DTA of Al alloys; heating curves

Mikrostruktura zlitine D41 (AlCuMgPb) v ulitem stanju je sestavljena iz osnovne zmesnih kristalov aluminija in različnih intermetalnih faz oz. mikrostrukturnih sestavin. Prvo znatno nataljevanje mikrostrukturnih sestavin v preizkušani zlitini je pri temperaturi 512°C. Ta temperatura je najbližja tališču evtektika (Al + Al<sub>2</sub>Cu + Al<sub>3</sub>CuMg), ki znaša po literarnih podatkih<sup>1</sup> 507°C.

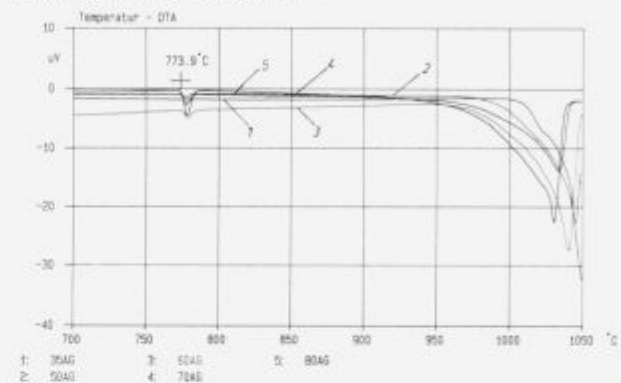
Pri zlitinah M11 (AlMnCu) in AS61 (AlSi12) smo ugotavljali temperaturo, pri kateri se zlitina prične nataljevati. Zlitina M11, ki vsebuje malo zlitinskih elementov, se tali podobno kot

čisti aluminij, zlitina AS61 pa se prične taliti pri temperaturi 533°C.

#### 3.2 Zlitina Cu-Ag

Slika 4 prikazuje pet krivulj DTA zlitin Cu-Ag z različnimi deleži srebra (3,5, 5, 6, 7 in 8 m.%), ki so bile izdelane z namenom razvoja in opredelitve zlitin skupaj z drugimi preiskovalnimi metodami (svetlobna mikroskopija, TEM, EDS, rentgenska difraktometrija)<sup>5</sup>.

Na krivuljah od 2-5 (slika 4) zasledimo pik pri 774°C, ki sovpada s temperaturo evtektika v sistemu Ag-Cu, ki se nahaja pri 780°C<sup>6</sup>. Vidimo tudi, da se površina pikov povečuje z deležem srebra, ker se povečuje delež neravnotežnega evtektika v mikrostrukturi. Istočasno se z deležem srebra k nižjim temperataram pomika tudi solidus točka.



Slika 4: DTA zlitin Cu-Ag; segrevalne krivulje  
Figure 4: DTA of Cu-Ag alloys; heating curves

### 4. Zaključek

Namen raziskave je bil preiskati nekatere kovinske materiale s pomočjo diferenčne termične analize. Uporabili smo napravo DTA Typ 701 firme Bähr Thermoanalyse, ki omogoča enostavne in natančne preiskave ter računalniško izrednotenje rezultatov. Termogrami, ki smo jih dobili pri preiskavi zlitin aluminija, kažejo, da potekajo pri ogrevanju teh zlitin določeni procesi (evtektične reakcije, nataljevanje, taljenje), ki se dobro ujemajo z literarnimi podatki. Zlitine Cu-Ag smo preiskovali s pomočjo DTA, z namenom, da bi odkrili fazne premene, vendar je bila DTA le ena izmed uporabljenih metod.

Zaključimo lahko, da je DTA preiskovalna metoda, ki je zelo uporabna pri karakterizaciji kovinskih materialov kot samostojna metoda ali v kombinaciji z drugimi metodami.

### Literatura

- Bäckerund L., E. Krol, J. Tamminen: Solidification Characteristics of Aluminium Alloys, Vol.1: Wrought Alloys, University for laget AS, Oslo, 1986, str. 133
- Metals Handbook, Volume 9, Metallography and Microstructure, Ninth Ed., ASM, Ohio, 1985
- Reiso O.: The Effect of Composition and Homogenization Treatment on Extrudability of AlMgSi Alloys, Proc. 3rd Int. Aluminium Extrusion Technology Seminar, Atlanta GA, Aluminium Association, Vol.1, 1984, str.31-40
- Mondolfo L. F.: Aluminium Alloys: Structure and Properties, Butterworths, London-Boston, 1976
- Pristavec M., S. Spaič: Mikrostruktura v izhodnem litem stanju zlitin Cu-Ag z dodatki cirkonija, zbornik 34. livarskega posvetovanja, Portorož 1993, str.283-289
- Massalski T. B.: Binary alloy phase diagrams, sec. ed., Vol.1, ASM International, The Materials Information Society, Materials Park, Ohio 44073, 1990