

Določitev kinetike sprememb v hitro strjenih zlitinah aluminij-železo na osnovi meritev električne upornosti

Electrical Resistivity Measurements of Phase Transformations Kinetics in Rapid Solidification Aluminium-Iron Alloys

M. Bizjak¹, L. Kosec, Oddelek za materiale in metalurgijo, NTF, Univerza v Ljubljani
G. Dražič, P. Panjan, A. Cvelbar, IJS Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1996-10-04; sprejem za objavo - accepted for publication: 1997-04-21

Z metodo sprotnega (in-situ) merjenja električne upornosti smo merili kinetiko sprememb na trakovih hitro strjenih zlitin aluminija z železom. Rezultati meritev so pokazali, da s to metodo natančno zaznamo mikrostrukturne spremembe v zlitinah. Način merjenja je preprost, hiter in je uporaben pri karakterizaciji temperaturno obstojnih aluminijevih zlitinah. Rezultati meritev so skladni z metalografskimi preiskavami.

Ključne besede: hitro strjene zlitine aluminij-železo, električna upornost, faze

Kinetic changes in rapidly quenched Al-Fe alloys were monitored by in-situ scanning electrical resistance measurement. The results show that with this method microstructural changes in alloys can be perceived. The way of measurement is simple, quick and it is useful with the characterization of elevated temperature aluminum alloys. The measurement results are good accomplished with the metallographic research work.

Key words: rapid quenched Al-Fe alloys, electric resistance, phases

1 Uvod

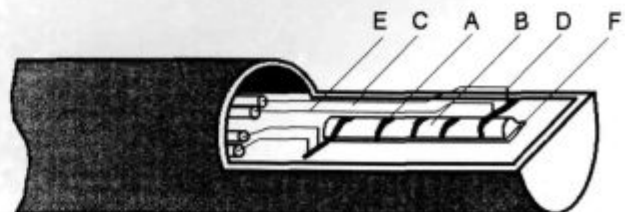
Meritve električne upornosti ali prevodnosti se najpogosteje uporabljajo za določanje električnih lastnosti snovi. Upornost snovi je odvisna od števila prostih elektronov in od njihove gibljivosti. Do sipanja nosilcev naboja prihaja zaradi napak v kristalni mreži in zaradi primesi tujih atomov. Vse te ovire so vzrok zmanjšanja električne prevodnosti. Zaradi sipanja na fononih se prevodnost dodatno zmanjša. Električna upornost je med najbolj strukturno občutljivimi lastnostmi kovinskih gradiv. V tem delu smo uporabili za analizo kinetičnih sprememb metodo sprotnega in-situ merjenja električne upornosti pri konstantni hitrosti segrevanja. Metoda je uporabna za študij mikrostrukturnih sprememb med toplotno obdelavo, čeprav je analiza rezultatov, zaradi sočasnega delovanja različnih pojavov, zapletena. Z določitvijo temperaturnih območij lahko vzorce ustrezno toplotno obdelamo in analiziramo z bolj kvantitativnimi analitičnimi metodami. Dobljene informacije se medsebojno dobro dopolnjujejo.

2 Eksperimentalno delo

Trakove aluminijevih zlitin z železom smo izdelali po postopku hitrega strjevanja na vrtečem se kolutu. Za sprotno merjenje električne upornosti smo uporabili

štirižično metodo, ki se razlikuje od dvožične po tem, da kompezira upornost vodov. Električno upornost smo merili na trakovih dolžine 25 cm, navitih na 5 cm dolgo keramično cev. Zanesljivo in ponovljivo električno povezavo vzorca z instrumenti in preprosto menjavanje vzorcev smo dosegli s posebnim ležiščem za vzorce, z volframovimi kontakti in vodi iz platine. Način pritrditve je prikazan na **sliki 1**.

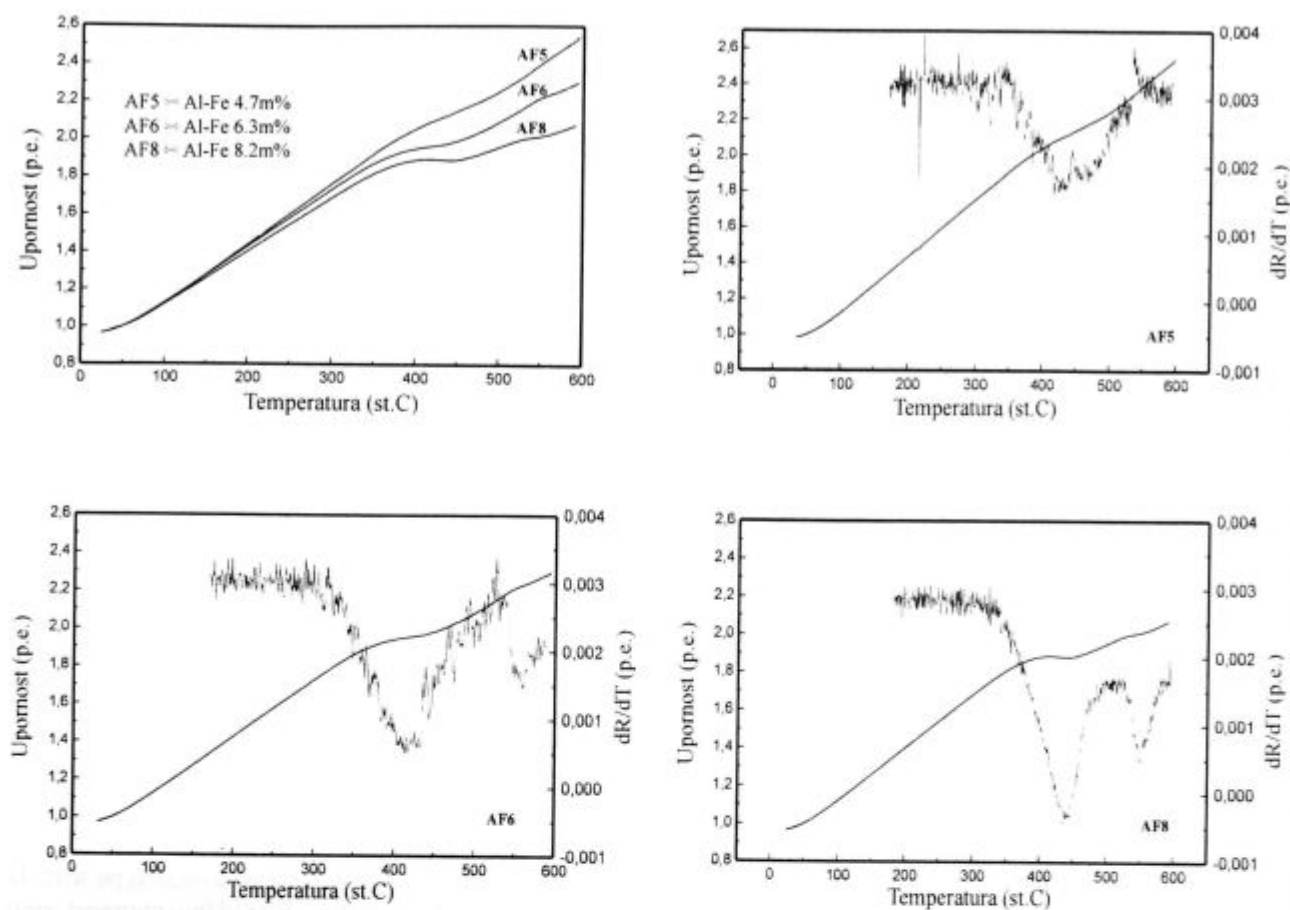
In-situ merjenje električne upornosti je potekalo v cevni peči pri hitrosti segrevanja 5 K/min v argonu. Merilni sistem je opisan v literaturi¹. Po določitvi temperaturnega območja, kjer pride do sprememb upornosti smo vzorce pod enakimi pogoji toplotno obdelali in jih analizirali s TEM in SEM metodama. Naredili smo večje število meritev električne upornosti na hitro strjenih zlitinah z naslednjo sestavo: Al-Fe 4,5 m.%, Al-Fe 6 m.%, Al-Fe 8 m.%.



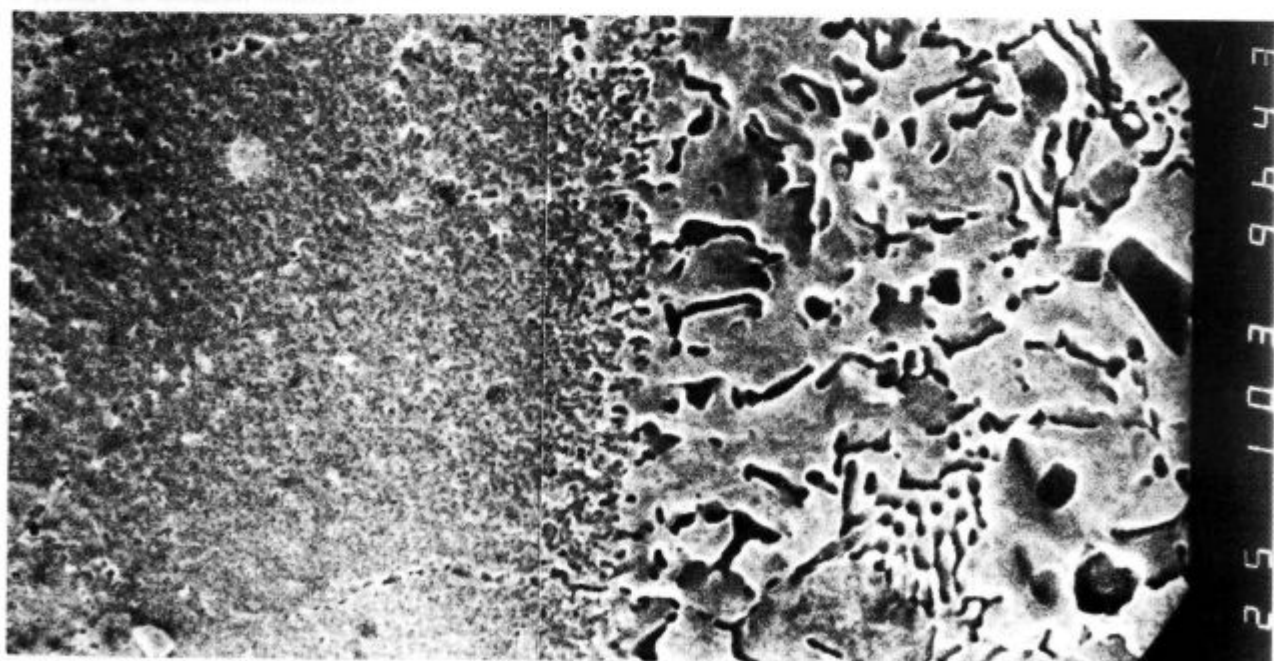
Slika 1: Pritrditev vzorca na nosilec; A - vzorec, B - keramična cev, C - keramična podlaga, D - volframovi kontakti, E - platinasta žica, F - ležišče vzorca

Figure 1: The construction of the holder for the four wire in-situ electrical resistivity measurement

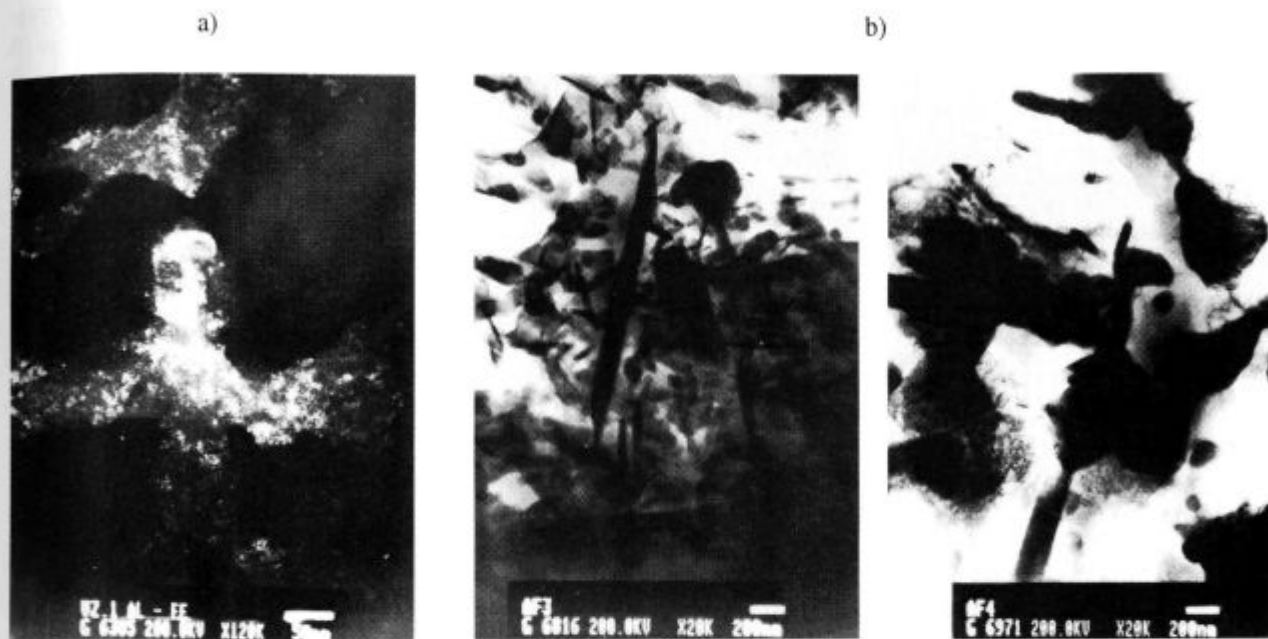
¹ Mag. Milos BIZJAK, dipl.inž.met.
OMM-NTF, Univerza v Ljubljani
Aškerčeva 12, 1000 Ljubljana



Slika 2: Električna upornost in njen temperaturni odvod v odvisnosti od temperature
 Figure 2: Electrical resistivity and temperature derivative versus temperature



Slika 3: Mikrostruktura na vzdolžnem prerezu zlitine Al-Fe, SEM, pov. 10000 x
 Figure 3: Scanning electron micrographs of strip longitudinal cross-section



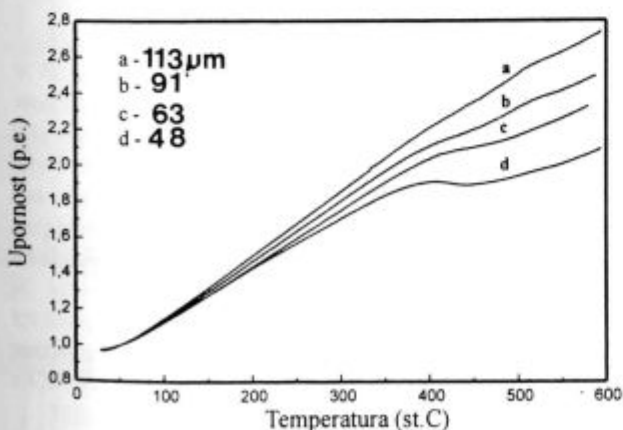
Slika 4: Zlitina Al-Fe 8 m.% pred mikrostrukturnimi spremembami in po njih (TEM)

Figure 4: Microstructure of rapidly solidified Al-Fe m.% after and before annealing

3 Rezultati

Odvisnost električne upornosti od temperature vzorca med segrevanjem s konstantno hitrostjo 5 K/min je prikazana na sliki 2.

Pri nižjih temperaturah upornost zlitine narašča linearno. Temperaturni koeficienti električne upornosti



Slika 5: In-situ merjena električna upornost v odvisnosti od temperature na hitro strjenih trakovih različnih debelin za zlitino Al-Fe 8 m.%

Figure 5: In-situ electrical resistivity dependence of a different thickness RS strips for Al-Fe m.% alloy

preiskanih zlitin so različni. Pri višjih temperaturah pride do znatne nelinearne spremembe upornosti. Temperatura, pri kateri se pojavi sprememba upornosti je lepše razvidna iz odvoda upornosti po temperaturi. V temperaturnem odvodu upornosti se pojavita dva minimuma.

Z optično in elektronsko mikroskopijo se razkrijeta dve coni (slika 3). V coni A je drobna celična mikrostruktura, prehod iz cone A v cono B pa je prehod iz drobne celične v celično mikrostrukturo².

Notranjost celic je prenasočena trdna raztopina aluminija z železom. Stene celic sestavlja veliko število kristalov intermetalne faze, katere mrežni parameter je blizu faze AlFe. Mikrostrukturne spremembe, ki jim ustreza prvi minimum (slika 2) sovpadajo z razgradnjo celične mikrostrukture v iglično. Z uklonom elektronov smo ugotovili kristalno zgradbo, ki pripada fazi Al₁₃Fe₄. Sprememba pri drugem minimumu pri temperaturi 540°C je posledica spremembe oblike izločkov v ovalno obliko (slika 4).

Temperaturna območja sprememb preiskanih zlitin se bistveno ne razlikujejo. Razlika je predvsem v spremembi električne upornosti. Razliko si razlagamo z nastalimi mikrostrukturami po hitrem strjevanju. V zlitinah se volumski delež drobne celične mikrostrukture znatno zmanjša z naraščanjem debeline trakov in večanjem koncentracije železa v aluminiju. Delež drobne celične mik-

rostrukture je torej odvisen od podhladitve in od koncentracije raztopljenega železa³. Domnevo smo potrdili z meritvami električne upornosti zlitine aluminija z 8 m.% železa, strjene v trakove različnih debelin (**slika 5**).

Z debelino trakov se delež drobnih celic manjša, prav tako pa se tudi količina raztopljenih atomov železa v aluminiju zaradi manjših hitrostih strjevanja. Zato so tudi spremembe upornosti v območju mikrostrukturnih sprememb manjše.

4 Sklepi

Namen raziskave je bil analizirati kinetiko mikrostrukturnih sprememb v hitrostrjenih zlitinah aluminij-železo z metodo in-situ merjenja električne upornosti pri konstantni hitrosti segrevanja. Rezultati meritev kažejo,

da poteka pri toplotni obdelavi izločanje železa iz prenasičene trdne raztopine in transformacija metastabilnih faz v stabilne. Meritve se dobro ujemajo z literaturnimi podatki o spremembah mikrostrukture med toplotno obdelavo². Metoda omogoča enostavno, hitro in natančno določanje temperaturnih območij sprememb in optimalno načrtovanje metalografskih preiskav pri razvoju in izdelavi temperaturno obstojnih aluminijevih zlitin.

5 Literatura

- ¹ A. Cvelbar, P. Panjan, B. Navinšek, A. Zalar, M. Budkov, L. Trontelj: *Thin Solid Films*, 270, 1995, 367-370
- ² M. H. Jacobs, A. G. Gogget and M. J. Stowell: *Fizika* 2, Suppl. 2, 1970
- ³ M. Bizjak, L. Kosec, A. Smolej: *Kovine, zlitine, tehnologije*, 28, 1994, 1-2, 213-217