

Izdelava zlitine aluminija z veliko koncentracijo železa po postopku hitrega strjevanja

Production of Rapidly Solidified Aluminium Alloys with High Contents of Iron

M. Bizjak, L. Kosec, A. Smolej, *Oddelek za montanistiko FNT, Univerza v Ljubljani, Aškerčeva 20*

Novejši razvoj postopkov hitrega strjevanja kovinskih materialov je omogočil izdelavo povsem novih aluminijevih zlitin. Za industrijsko uporabo sta pomembna postopka izdelave prahov z razprševanjem taline in izdelava trakov s hitrim strjevanjem taline na vrtečem se kolutu. Po postopku hitrega strjevanja smo izdelali skupino aluminijevih zlitin s koncentracijo železa do 8 masnih %. V ta namen smo izdelali napravo za hitro strjevanje na vrtečem se kolutu in na trakovih zlitin aluminija z železom opravili mikrostrukturno in fazno analizo. Raziskali smo mikrostrukturne spremembe po debelini traku v odvisnosti od koncentracije železa in poiskali teoretično razlago za nastalo mikrostrukturo.

Ključne besede: hitro strjevanje, strjevanje na vrtečem se kolutu, peta, tanek trak, prenasičenje

Recent progress in the rapid solidification processing of metallic materials enabled production of new aluminium alloys. The most industrial significant techniques fall into two broad categories: atomization and melt spinning. We prepared aluminium-iron alloys with Fe contents of up to 8 wt pct by rapid solidification. The ribbons used in this work were produced by melt spinning. For a given ribbons we have investigated systematically the rapidly-solidified microstructures. Microstructural changes across the thickness of ribbons were investigated as a function of contents iron in aluminium alloys and the characteristics of solidification structures was theoretically explained.

Key words: rapid solidification, melt spinning, puddle, ribbon, supersaturation

Key words: rapid solidification, melt spinning, puddle, ribbon, supersaturation

1 Uvod

V zadnjih desetih letih se uveljavlja postopek hitrega strjevanja za izdelavo povsem novih materialov na osnovi aluminija, ki imajo znatno boljše lastnosti od klasičnih. Obsežne raziskave so potekale tudi na področju izdelave temperaturno obstojnih zlitin sestav Al-Fe-X (X = Ce, Mo, Co, Zr, V, Mn)¹.

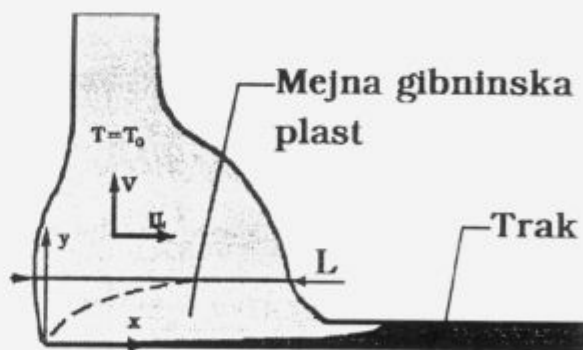
Danes poznamo vrsto postopkov hitrega strjevanja od katerih sta le dva komercialno zanimiva in temeljita na izdelavi prahov in tankih trakov. Prahovi se izdelujejo s plinskim razprševanjem taline, medtem ko se trakovi izdelujejo po postopku hitrega strjevanja na vrtečem se kolutu. Izbrani postopek je odvisen od vrste kovine ali zlitine, oblike in namembnosti izdelka, ekonomičnosti, varnosti in vrsta drugih dejavnikov.

Postopek izdelave tankih trakov sestavlja brizganje taline na vrteči se bakreni kolut, ki zagotavlja dober prenos toplote. Talina se strdi s hitrostjo 10^5 C/s za debeline trakov $80 \mu\text{m}$ in 10^7 C/s za debeline pod $20 \mu\text{m}$, ki se nato združijo v drobne delce². Zdrobljeni trakovi se nadalje zgostijo na izostatičnih stiskalnicah in oblikujejo z iztiskavanjem v končne izdelke³.

Med hitrim strjevanjem se zelo poveča topnost zlitinskih elementov v zmesnih kristalih aluminija, kar je pomembno za izdelavo zlitine aluminija z visoko koncentracijo železa. Neraztopljene faze so drobno in enakomerno porazdeljene v matrici. Zlitine Al-Fe izdelane po postopku hitrega strjevanja imajo dobre mehanske lastnosti, ki so obstojne v temperaturnem območju $20\text{--}300^\circ\text{C}$ ⁴. Temperatura obsto-

jnost je posledica drobnih delcev v aluminijevi matrici, ki so produkti disperzijskega ter izločevalnega utrjevanja.

2 Eksperimentalni del



Slika 1. Shematična predstavitev pете, ki jo oblikuje talina ob kontaktu s površino valja⁵.

Figure 1. Schematic presentation of the puddle which is formed by the melt in contact with the roll surface⁵.

Za izdelavo trakov binarne zlitine Al-Fe s koncentracijo železa od 4 do 8 masnih % je bila izdelana naprava za hitro strjevanje na vrtečem se bakrenem kolutu. Talina je iztekala skozi šobo pod kotom na površino valja, ki se je gibal z obodno hitrostjo 29 m/s. Pri kontaktu raztaljene zlitine s površino nastaja peta (slika 1), preko katere je vzpostavljen

neposreden kontakt s površino koluta tako, da je omogočen prenos toplote in strjevanje.

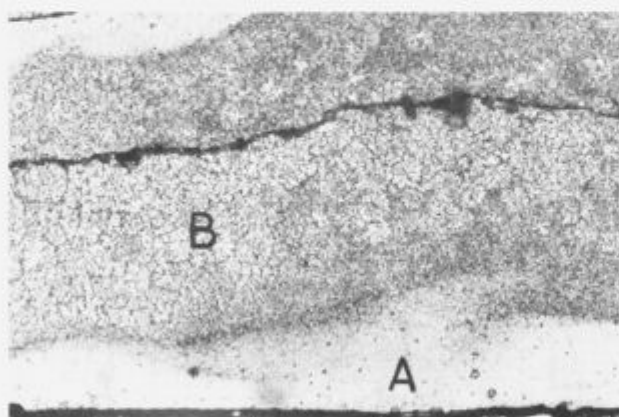
Strjena plast se pospeši na obodno hitrost koluta, odvoji iz bolj ali manj statične pete v kateri se zadržuje določena količina raztaljene zlitine. Pretok taline je podan z enačbo $Q = V \cdot d \cdot \delta$ in je bil voden z nadtlakom argona. Mehanizem za izdelavo trakov je bil kontroliran s prenosom toplote in gibnine. Mikrostrukturno analizo izdelanih trakov smo analizirali s svetlobnim mikroskopom (OM), rasterskim elektronskim mikroskopom (REM) in transmisijsko elektronsko mikroskopijo (TEM). Za svetlobno mikroskopijo smo uporabili metalografske obruse, pripravljene z običajno preparativno mehansko tehniko. Vzorce smo jedkali s Kellerjevim jedkalom. Iste vzorce smo preiskali tudi v REM. Za opazovanje pod TEM in EDS (semi kvantitativno analizo), smo uporabili tanke folije pripravljene brez predhodnega tanjšanja po postopku okenc v elektrolitski celici z elektrolitom desetih delov perklorne kisline in devetdesetih delov etanola pri temperaturi -10°C .

3 Rezultati in diskusija

Debeline trakov preizkusnih zlitin analiziranih na IMT s pomočjo klasične kemijske analize, so podane v tabeli 1.

Tabela 1. Debeline trakov zlitine aluminija z železom, izdelanih po postopku hitrega strjevanja na vrtečem se kolutu.

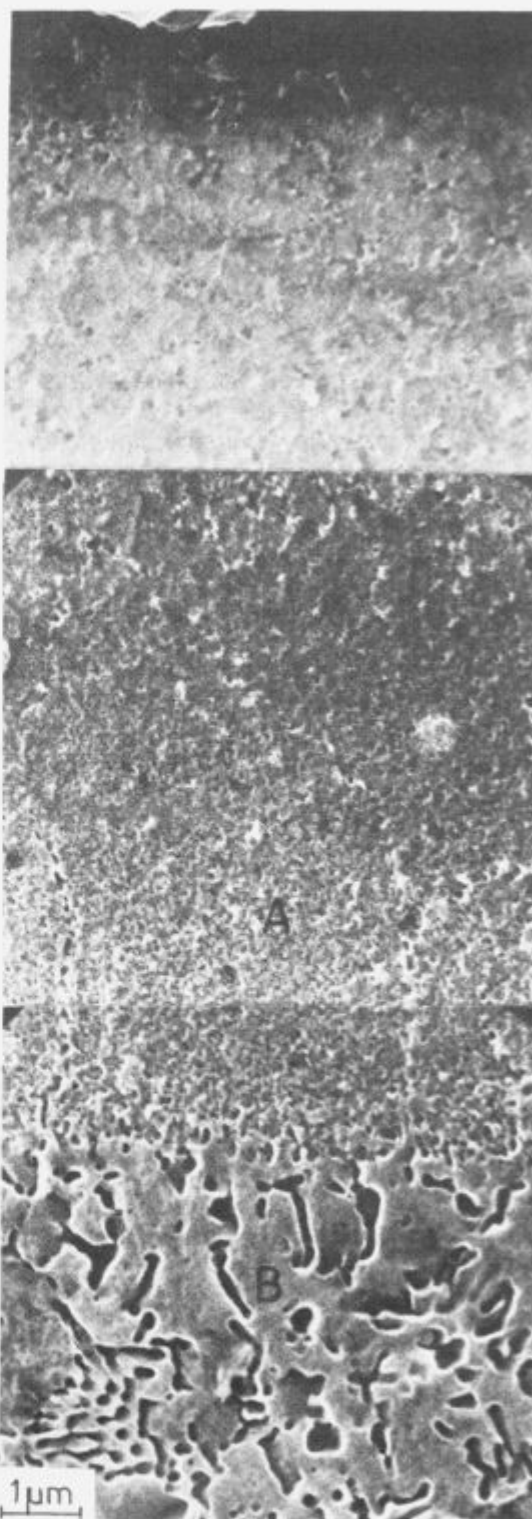
Vzorec (Sample)	Zlitina (Alloy)		d_{min} μm	d_{max} μm	d μm
	Al (%)	Fe (%)			
1	100	0	54	68	60.1
2	95.3	4.7	58	69	62.5
3	93.7	6.3	62	74	69.8
4	91.8	8.2	67	84	76



Slika 2. Mikrostruktura vzdolžnega prereza traku zlitine Al-Fe 4.7%, pov. 500 \times . Neznatno jedkan pas traku je označen s cono A in prehaja v močno jedkan pas označen s cono B.

Figure 2. Microstructure of longitudinal cross section of strip made of Al-Fe alloy with 4.7% Fe. Magn. 500 times. Insignificantly etched band of strip is marked with Zone A, and it passes into a highly etched band marked with Zone B.

Na osnovi svetlobne in elektronske mikroskopije se razkrije obstoj dveh področij ne glede na vsebnost železa v aluminiju. Na delu traku, ki je bil v kontaktu s kolutom, je ozek pas, ki se je le neznatno jedkal v Kellerjevem jedkalu in prehaja v močno jedkan pas (sliki 2, 3).

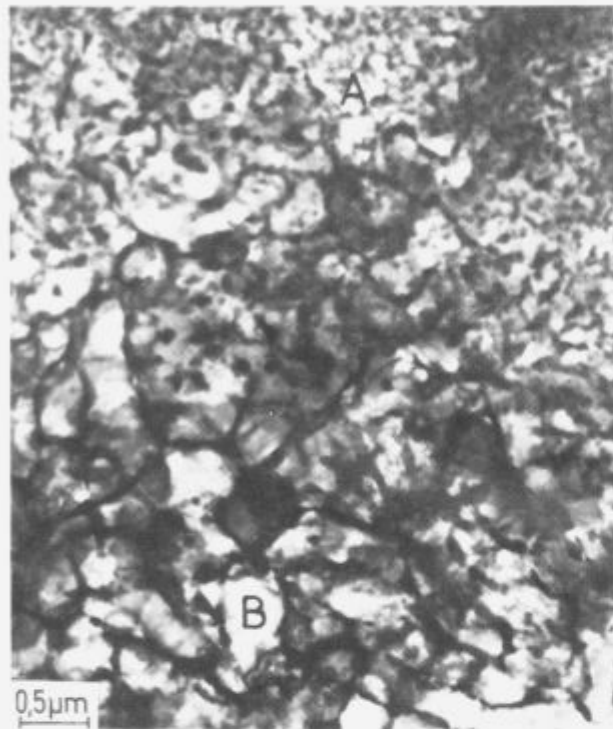


Slika 3. Mikrostruktura na vzdolžnem prerezu zlitine Al-Fe (6.3%), (REM).

Figure 3. Microstructure on the longitudinal cross section of Al-Fe (6.3%) alloy (REM).

Cona A predstavlja mikrostrukturo drobnih celic z velikostjo med 20-50 nm in vsebuje majhne izločke, ki so enakomerno porazdeljeni po matrici. V prehodnem področju iz cone A v B se velikost celic večja in izločanje je

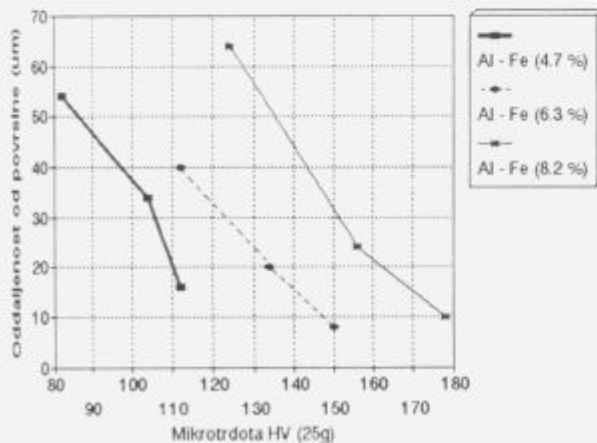
usmerjeno k tvorbi stene celic. Celice v coni B so znatno večje z velikostjo med 100 in 400 nm (slika 4). Oblika celic se spreminja od sferične do podolgovate glede na vzdolžni prerez. Mikrotrdota cone A je znatno večja od cone B (slika 5).



Slika 4. TEM posnetek prehodnega področja iz cone A v B za zlitino Al-Fe 6.3 masnih %.

Figure 4. TEM micrograph of the transition region from Zone A into Zone B for the Al-Fe alloy with 6.3 mass %.

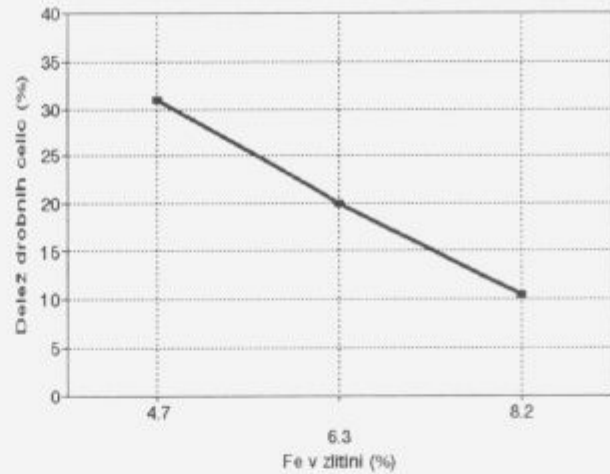
Volumenski delež drobnih celic v traku se spreminja in je odvisen od sestave zlitine in debeline trakov. V diagramu (slika 6) podajamo spremembe deleža drobnih celic za vzorce preizkovanih zlitin.



Slika 5. Sprememba mikrotrdote po debelini traku.

Figure 5. Microhardness variation along the strip thickness.

Na podlagi rezultatov EDS smo za vse zlitine aluminija z železom ugotovili, da je količina železa povečana na mehkih celic v primerjavi s sredino celic (slika 7). Notranjost



Slika 6. Odvisnost deleža drobnih celic od železa v aluminiju.

Figure 6. Fraction of small cells dependant on iron in aluminium.

celic predstavlja prenasičeno trdno raztopino železa v aluminiju in stene celic na železu bogato fazo.

Poleg EDS analize smo napravili tudi rentgensko analizo prahov. Uporabljen je bil praškovni difraktometer. Ukloni so bili šibki. Fazna sestava vzorca je bila določena z računalniškim programom, ki je avtomatsko primerjal difraktometer z difraktometri v bazi podatkov. Analiza je pokazala zelo verjetno prisotnost faz: Al_5Fe_2 , $Al_{13}Fe_4$ in $Al_{86}Fe_{14}$. Faza $Al_{86}Fe_{14}$ s koncentracijo železa 25.2% je blizu koncentracij železa v fazi Al_6Fe s 25.6% železa.

Svetlobna mikroskopija je pokazala, da je strjevalna mikrostruktura celična in da se velikost celic iz cone A v cono B poveča tudi za desetkrat. Oblika celic, ki jo lahko podamo z velikostjo radija (slika 8) in hitrost strjevalne fronte sta odvisni od položaja strjevalne fronte oz. podhladitve.

Podhladitev taline je zaradi dobre toplotne prevodnosti na vrteči se kolut velika in s tem tudi hitrost strjevalne fronte. Pri strjevanju se seveda sprošča toplota, ki jo moramo odvajati in zaradi prenosa toplote na kolut preko dodatne strjene plasti je hitrost odvajane toplote s pročelja strjevalne fronte manjša. Zmanjša se tudi hitrost strjevalne fronte, ki vpliva na obliko celične mikrostrukture. Za preiskovane zlitine se radij celic zelo poveča z manjšanjem hitrosti strjevalne fronte.

4 Zaključki

Izdelali smo napravo za izdelavo tankih trakov po postopku hitrega strjevanja na vrtečem se kolutu. Po postopku hitrega strjevanja smo izdelali skupino zlitin aluminija z veliko koncentracijo železa, ki predstavlja osnovo za nadaljni razvoj temperaturno obstojnih zlitin. Metalografske preiskave so pokazale, da je strjevanje celično in da se mikrostruktura spreminja po debelini traku. Mikrostruktura traku zlitin Al-Fe je sestavljena iz dveh plasti. Na robu traku je ozek pas, ki predstavlja mikrostrukturo drobnih celic. Ta pas preide v pas s celično mikrostrukuro. Volumenski delež drobnih celic se zmanjšuje z večanjem vsebnosti železa v aluminiju. Mikrotrdota področja z drobnimi celicami je dvakrat večja od celičnega in narašča z dodanim železom.

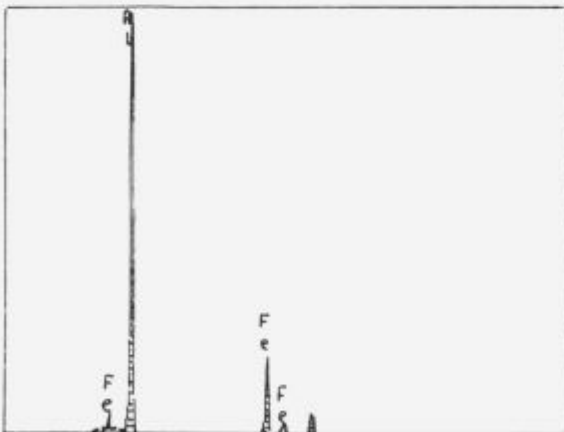
Fazna analiza je pokazala verjetno prisotnost več neravnotežnih faz. Neravnotežne faze Al_6Fe nismo našli.



a)



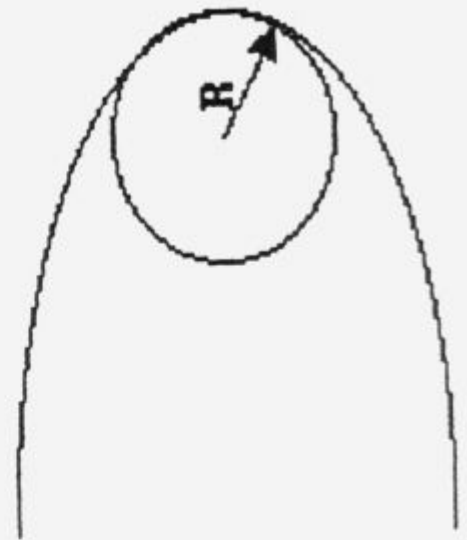
b)



c)

Slika 7. TEM posnetek celične mikrostrukture Al-Fe 8.2 masnih % (a), analiza sestave na sredini (b) in robu celice (c) (EDS).

Figure 7. TEM micrograph of cellular microstructure of Al-Fe alloy with 8.2 mass % Fe (a), analysis of composition in the centre (b), and on the edge of cell (c) (EDS).



Slika 8. Radij celice.

Figure 8. Cell radius.

5 Literatura

- ¹ S.K. Das and L.A. Davies: *Materials Science and Engineering*, (1988) 1-12.
- ² H. Jones: *Treatise on Materials Science and Technology*, 20 (1981) 72.
- ³ L.A. Bendersky, M.J. Kaufman and W.J. Boettinger and F.S. Biancanello: *Materials Science and Engineering*, (1988) 213-216.
- ⁴ G. Vigier, U. Ortiz-Mendez, P. Merle, G. Tholled and F. Fouquet: *Materials Science and Engineering*, 98 (1988) 191-195.
- ⁵ Laszlo Granasy: *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 27 (1986) 51-60.
- ⁶ M.H. Jacobs, A.G. Poggett and M.J. Stowell: *Fizika 2, Suppl. 2* (1970) 5.