

# Vpliv dodatkov Al-Ti-B in pogojev ulivanja na velikost kristalnih zrn aluminija

## The Influence of Additives Al-Ti-B and Casting Conditions on Aluminium Grain Size

A. Smolej<sup>1</sup>, Oddelek za materiale in metalurgijo, NTF, Ljubljana  
 Đ. Panzalović, TALUM, Kidričevo  
 M. Jelen, IMPOL, Slovenska Bistrica

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

*Članek obravnava vpliv različnih vrst in dodanih količin predzlitin Al-Ti-B ter načinov obdelave taline na velikost kristalnih zrn v ulitkih aluminija. Optimalne količine predzlitin za nastanek ustrezne velikosti kristalnih zrn so odvisne od njihove sestave in oblike ter čistote aluminija. Velikost zrn se spreminja s kontaktnim časom in temperaturo taline pred ulivanjem.*

*Ključne besede: aluminij, Al-Ti-B, zmanjševanje zrn*

*The paper deals with the influence of various types and added quantities of Al-Ti-B master-alloys and of various kinds of melt treated on the grain-refinement in the aluminium castings. The optimum quantities of the grain-refining agents, needed for the formation of suitable crystal grain-size, depends upon the composition and type of master-alloy and purity of aluminium. The grain-size changes with the holding time and temperature of the melt before the casting.*

*Key words: aluminium, Al-Ti-B, grain refining*

### 1 Uvod

Elementa titan in bor dodajamo v taline aluminija in aluminijevih zlitin z namenom, da nastane po strjevanju v ulitkih drobnozrnata mikrostruktura. Tak material se lažje toplotno obdeluje in ima po predelavi z valjanjem ali iztiskovanjem boljše mehanske in tehnološke lastnosti<sup>1-6</sup>. Način dodajanja titana in bora v talino se je v zadnjih 35 letih spreminjal, od uporabe različnih soli do predzlitin (v nadaljevanju modifikatorji) v obliki žic in ingotov. Z uporabo predzlitin se je povečala učinkovitost zmanjševanja kristalnih zrn ob sočasnih porabi manjših količin titana in bora za nastanek optimalne mikrostrukture. Najpogosteje se uporabljajo v industrijski praksi predzlitine s sestavo AlTi5B1, AlTi3B1 in AlTi5B0,2<sup>7,8</sup>. Mikrostruktura teh zlitin je sestavljena iz titanovega aluminida (Al<sub>3</sub>Ti) in titanovega borida (TiB<sub>2</sub>) v aluminijevi osnovi. Mehанизem nastanka kristalnih kalij, kot posledica dodatkov titana in bora, še ni popolnoma pojasnjen. Najpogosteje se navaja teorija, ki temelji na peritektični reakciji med talino in spojino Al<sub>3</sub>Ti<sup>1,6,9,10</sup>. Nastali reakcijski produkti so zmesni kristali aluminija, ki delujejo kot kristalne kalije. Dodatek bora v predzlitini Al-Ti zelo zniža potrebno vsebnost titana za peritektično reakcijo. Bor tvori s titanom intermetalno spojino TiB<sub>2</sub>, ki deluje kot heterogena kal. Spojina TiB<sub>2</sub> z velikostjo delcev do 2 μm ostane po strjevanju nespremenjena v materialu. Prevelike količine trdih delcev TiB<sub>2</sub> so škodljive v aluminiju in zlitinah, iz katerih se izdelujejo folije, strukturni deli za letala in drugi zahtevnejši izdelki. V uporabi

so zato predzlitine z različnimi masnimi razmerji Ti : B od 3 : 1 do 50 : 1.

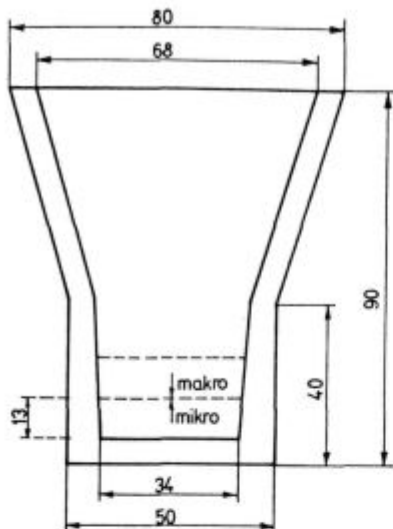
Učinek predzlitin vrste Al-Ti-B na zmanjšanje kristalnih zrn je odvisen od različnih pogojev. Najvažnejši vplivni faktorji so sestava osnovnega materiala, vrsta uporabljene predzlitine, postopek taljenja, način dodajanja predzlitine, hitrost ulivanja in hitrost strjevanja taline<sup>5-8</sup>. Čeprav se predzlitine Al-Ti-B že dalj časa uporabljajo v industrijski praksi, pa obstajajo še vedno nekateri problemi pri njihovi uporabi za doseganje optimalne velikosti kristalnih zrn<sup>5</sup>. Namen tega dela je, da se določi pri laboratorijskih pogojih učinek različnih vrst predzlitin Al-Ti-B in njihovih dodanih količin na zmanjševanje kristalnih zrn aluminija z različnimi vsebnostmi nečistot. Določen je bil tudi vpliv temperature taline in kontaktnih časov na velikost kristalnih zrn ob sočasnih prisotnosti titana in bora v talini.

### 2 Eksperimentalno delo

Preizkusni materiali so bili Al 99,8 (0,04 m.% Si, 0,06 m.% Fe, 0,004 m.% Ti), Al 99,3 (0,16 m.% Si, 0,51 m.% Fe, 0,004 m.% Ti) in predzlitini AlTi5B1 (žica Φ 9,5 mm: 5,7 m.% Ti, 0,9 m.% B; ingot: 5,5 m.% Ti, 1,1 m.% B) ter AlTi5B0,2 (žica Φ 9,5 mm: 4,8 m.% Ti, 0,20 m.% B; ingot: 5,4 m.% Ti, 0,23 m.% B).

Preizkusni aluminij z vsakokratno maso 1500 g je bil staljen v srednjefrekvenčni indukcijski peči. Predzlitine v ustreznih količinah so bile dodane v taline s temperaturo 725°C 20 minut pred ulivanjem. Količine predzlitin so ustrezale nominalnemu povečanju dodanega titana v aluminiju od 0,002 do 0,05 m. %. Dejanske vsebnosti titana so bile v povprečju za približno 8% manjše od

<sup>1</sup> Prof.dr. Anton SMOLEJ  
 Oddelek za materiale in metalurgijo, NTF  
 1000 Ljubljana, Aškerčeva 12



Slika 1: Oblika preiskusne kokile in merilna mesta za metalografske preiskave ulitkov

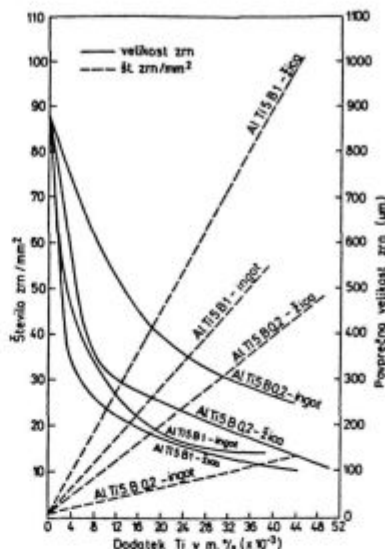
Figure 1: Test mold and measuring places for the metallographic examinations

nominalnih količin. Del taline je bil ulit v konično kokilo iz berilijevega brona, ki je bila pred vsakim ulivanjem ogreta na temperaturo 200°C. Metalografske preiskave so bile narejene na enakih geometrijskih mestih ulitkov (Slika 1).

Pri uporabi predzlitin vrste Al-Ti-B se navadno navaja njihova dodana količina v kg na 1 tono osnovnega materiala. Pri opisu rezultatov preiskav sta v nadaljevanju navedeni obe vrednosti: povečanje vsebnosti titana (m. % Ti) v osnovnem materialu kot posledica dodane predzlitine in preračunane količine dodane predzlitine na 1 tono osnovnega materiala (kg predzlitine / 1 t Al).

### 3 Rezultati preiskav in diskusija

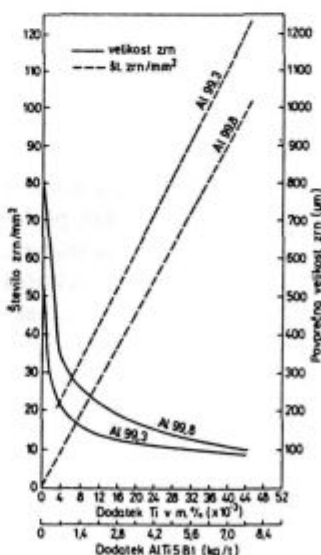
Preizkusne predzlitine imajo različen učinek na velikost in število kristalnih zrn. Na sliki 2 so podane odvisnosti števila zrn/mm<sup>2</sup> in velikosti zrn od dodanega titana v obliki različnih predzlitin. Število zrn v površinski enoti se večja linearno z naraščajočim dodatkom Al-Ti-B. Krivulje povprečnih velikosti zrn imajo prevojne točke pri določenih količinah dodanega titana oziroma predzlitin. Po literaturnih podatkih je ustrezna velikost kristalnih zrn v ulitem aluminiju 200 do 220 μm<sup>1,7</sup>. Po tem merilu je najučinkovitejša predzlitina AlTi5B1 v obliki žice, kateri sledijo AlTi5B1 (ingot), AlTi5B0,2 (žica) in AlTi5B0,2 (ingot). V tabeli 1 so podane eksperimentalno določene najmanjše količine titana oziroma predzlitin, ki jih je potrebno dodati v Al 99,8 za nastanek kristalnih zrn s podobno velikostjo po omenjenem merilu. Pri uporabi AlTi5B1 z masnim razmerjem Ti : B = 5 : 1 so potrebne količine za nastanek enako velikih zrn manjše kot pri AlTi5B0,2 z masnim razmerjem Ti : B = 25 : 1. Različen učinek je posledica različnih velikosti in porazdelitve delcev TiB<sub>2</sub> v teh predzlitinah<sup>8</sup>. Nadaljnji



Slika 2: Sprememba števila in povprečnih velikosti zrn v Al 99,8 v odvisnosti od vsebnosti titana, ki je bil dodan v obliki različnih vrst predzlitin

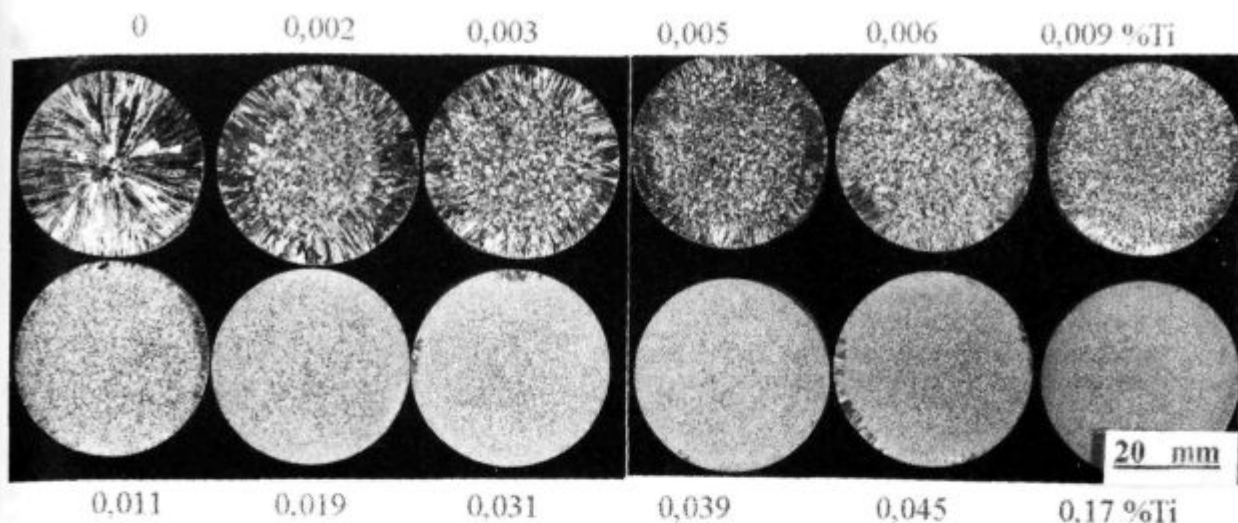
Figure 2: Variation of the numbers and average grain-size in Al 99.8 depending upon the Ti content added in the form of various master-alloys

vzrok je manjša količina bora v AlTi5B0,2. Poznano je, da ustrezna količina bora v sistemu Al-Ti-B zniža peritektično točko k manjšim vsebnostim titana in s tem pospešuje peritektično reakcijo. Le -ta je glavni mehanizem za heterogeno nukleacijo zrn med strjevanjem. Pri vseh štirih uporabljenih predzlitinah je zmanjšanje zrn najhitrejše v območju do prevojne točke (Slika 2). Z višanjem vsebnosti titana in bora nastajajo še drobnejša zrna, vendar zmanjševanje ni tako intenzivno kot v območju pred prevojno točko (Sliki 2 in 4). Eksperimen-



Slika 3: Sprememba števila in povprečnih velikosti zrn v Al 99,3 v odvisnosti od vsebnosti dodanega titana oziroma količine dodane predzlitine AlTi5B1 (žica)

Figure 3: Variation of the numbers and average grain size in Al 99.3 depending on added Ti content and quantity of AlTi5B1 master-alloy (wire) respectively



Slika 4: Makrostruktura ulitkov Al 99,8 v odvisnosti od vsebnosti dodanega titana v obliki predzlitine AlTi5B1 (žica)

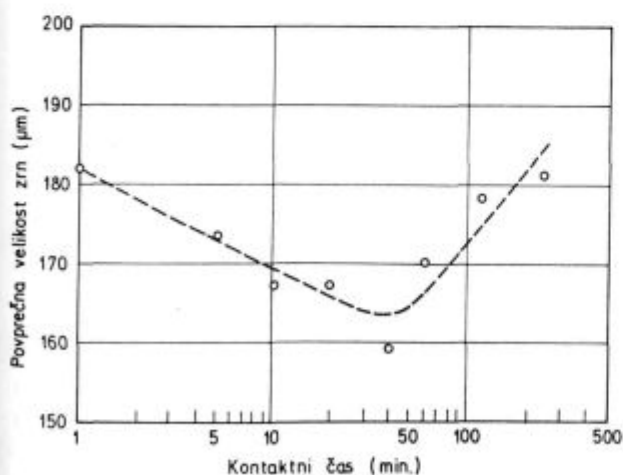
Figure 4: Macrostructure in Al 99.3 test-samples depending upon the added Ti content in the form of AlTi5B1 master-alloy

talno dobljena količina potrebnega titana v obliki AlTi5B1 za nastanek optimalne velikosti kristalnih zrn v Al 99,8 je reda velikosti 0,01 m. %; ta količina je skladna z literaturnimi navedbami <sup>10</sup>.

Tabela 1: Povprečna velikost kristalnih zrn pri posameznih količinah dodanih predzlitin

Table 1: Average grain-size for several quantities of added master-alloys

Vrsta	Dodani titan (m.%)	Dodana predzlitina (kg/t)	Velikost zrn ( $\mu\text{m}$ )
AlTi5B1-žica	0,009	1,6	194
AlTi5B1-ingot	0,013	2,4	232
AlTi5B0,2-žica	0,021	4,4	254
AlTi5B0,2-ingot	0,044	8,1	251

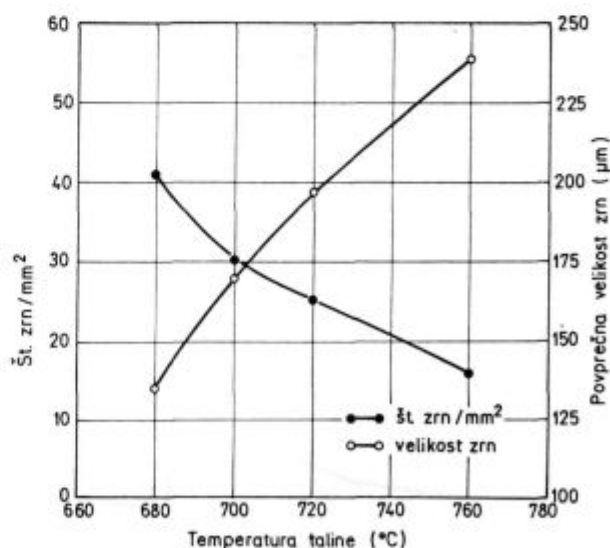


Slika 5: Vpliv kontaktnega časa na povprečno velikost kristalnih zrn v Al 99,8 z 0,02 m. % Ti, ki je bil dodan v obliki predzlitine AlTi5B1 (žica)

Figure 5: Effect of holding time on the average grain-size in Al 99.8 with the 0.02 wt. % Ti added in the form of AlTi5B1 master-alloy (wire)

S povečanjem nečistot v aluminiju se zmanjšajo potrebne količine predzlitine AlTi5B1 oziroma titana za nastanek drobnozrnate mikrostrukture (Slika 3). Zrna s kritično velikostjo 200 do 220  $\mu\text{m}$  nastanejo v Al 99,8 pri dodatku 1,5 do 2 kg AlTi5B1/1 t Al in v Al 99,3 pri dodatku 0,5 kg AlTi5B1/1 t Al. Intenzivnejše zmanjševanje zrn v Al 99,3 je predvsem posledica višje vsebnosti železa.

Učinek titana in bora na velikost kristalnih zrn je odvisen tudi od parametrov ulivanja, med katerimi sta najpomembnejša kontaktni čas in temperatura taline. Na sliki 5 je prikazana odvisnost velikosti zrn od kontaktnega časa. To je čas, ki poteče med dodajanjem Al-Ti-B v talino in začetkom strjevanja. Optimalni kontaktni čas za AlTi5B1 bi bil 40 do 50 minut, kar pa iz



Slika 6: Vpliv temperature taline na velikost in število zrn v Al 99,8 z 0,02 m. % Ti, ki je bil dodan v obliki predzlitine AlTi5B1 (žica)

Figure 6: Effect of the temperature of the melt on the numbers and grain-size in Al 99.8 with the 0.02 wt. % Ti added in the form of AlTi5B1 master-alloy (wire)

praktičnih razlogov ni izvedljivo. Predzlitine se dodajajo v ulivni kanal med ulivanjem taline iz ulivne peči; kontaktni časi v tem primeru so znatno krajši. Dobri modifikatorji morajo zato imeti najnižjo točko v krivulji pri čim krajših časih.

Pomemben vplivni parameter, ki lahko izniči učinek modifikatorjev, je temperatura taline med kontaktnim časom in ulivanjem. Višje temperature taline povzročijo nastanek večjih zrn, kljub prisotnosti večjih količin titana (Slika 6). Zmanjšanje števila zrn oziroma povečanje njihove velikosti je posledica manjše ohlajevalne hitrosti med strjevanjem ulitkov, ki so uliti z višjih temperatur.

#### 4 Sklepi

1. Učinkovitost različnih vrst predzlitin Al-Ti-B na zmanjšanje kristalnih zrn v Al 99,8 pojema v naslednjem vrstnem redu: AlTi5B1 (žica), AlTi5B1 (ingot) AlTi5B0,2 (žica), AlTi5B0,2 (ingot).
2. Z naraščajočo vsebnostjo nečistot v aluminiju se manjša količina potrebnih dodatkov predzlitin za nastanek kritične velikosti zrn 200-220  $\mu\text{m}$ .
3. Učinek Al-Ti-B na velikot kristalnih zrn v Al 99,8 se v intervalu od 680°C do 760°C manjša z naraščajočo temperaturo.

4. Velikost kristalnih zrn v ulitkih Al 99,8 se spreminja s kontaktnim časom.

#### 6 Literatura

- <sup>1</sup> G. P. Jones, J. Pearson: Factors affecting the grain-refinement of aluminium using titanium and boron additives, *Metallurgical Transactions*, 7B, 1976, 223/234
- <sup>2</sup> J. Pearson, M. E. J. Birch: Effect of the titanium: boron ratio on the efficiency of aluminium grain-refining alloys, *Journal of Metals*, 31, 1979, 11, 27/31
- <sup>3</sup> L. Backerud: How does a good grain refiner work?, *Light Metal Age*, oktober 1983, str. 6/12
- <sup>4</sup> E. Lossack: Einsatz von AlTiB-Vorlegierungen zur Al-Kornfeinung und damit verbundene Qualitätskontrollen, *Erzmetall*, 30, 1977, 6, 243/247
- <sup>5</sup> A. Banerji, W. Reif: Present Situation of grain refinement and its effect on the product quality, *Metall*, 41, 1987, 4, 393/398
- <sup>6</sup> A. J. Cornish: The influence of boron on the mechanism of grain refinement in dilute aluminium-titanium alloys, *Metal Science*, 19, 1975, 477/484
- <sup>7</sup> F. R. Mollard, W. G. Lidman, J. C. Bailey: Systematic selection of optimum grain refiner in the aluminium cast snop, *Technical infosheet*, N. V. Kawecki Billiton Metaalindustrie, Arnhem, Nizozemska
- <sup>8</sup> M. J. Vader, J. Noordegraaf, E. Klein Nagelvoort: Interrelations between aluminium grain refining by means of aluminium titanium boron alloys and the number of growth centers, Kawecki-Billiton Master Alloys N. V. Arnhem, Nizozemska, str. 1/10
- <sup>9</sup> I. J. Polmear: Light alloys, Arnold, London, 1995
- <sup>10</sup> L. Arneberg, L. Backerud, H. Klang: Grain refinement of aluminum 1, 2, 3, *Metals Technology*, 9, Part 1, 1982, 1/17