

GERGELY GRÉTA – GÁCSI ZOLTÁN

A Si morfológiájának jellemzése a módosított Al-Si ötvözetekben

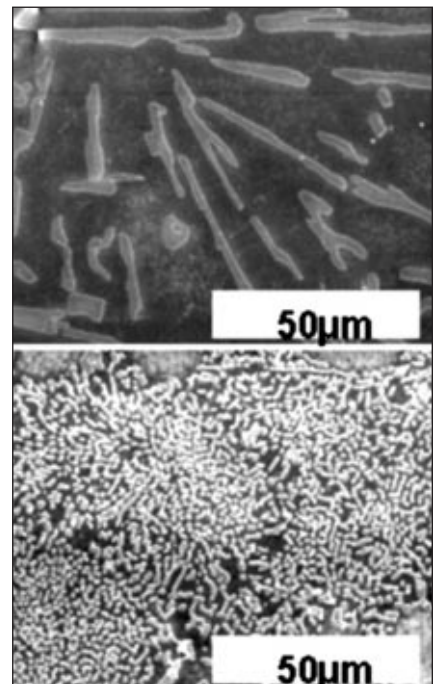
Az öntészeti Al-Si ötvözetek olvadékezelési eljárásainak egyike a módosítás, amelynek jelentős szerepe van a végtermék (mechanikai) tulajdonságaival kapcsolatban. A módosítás hatékonyságának vizsgálatára több eljárás is ismert, azonban ezek nem adnak minden esetben objektív, pontos eredményt. A módosítás sikerességének minősítésére alkalmas, általunk kidolgozott módszert két eljárás, az etalonképekkel történő összehasonlításnak és a morfológiai paraméterek mérésének integrálásával alakítottuk ki. A módszer viszonylag egyszerű, nem igényel sok mértést és megbízható eredményt ad.

Bevezetés

Az öntészeti ötvözeteknek fontos csoportját alkotják az alumínium-szilícium ötvözetek. Az Al-Si ötvözeteknek a hétköznapi felhasználhatósága sokszor az eutektikus Si módosításának sikerességétől függ. A módosítás az egyik legelterjedtebb eljárás, amelyet az Al-Si ötvözeteken végre lehet hajtani. Ennek során a hozzáadott anyagok: Na, Sb, Sr hatására a Si morfológiája gömbszerűre változik és a mechanikai tulajdonságok javulnak (1. ábra) [1]. A nem módosított ötvözetben az eutektikus Si tűszerű, azonban a valóságban lemezes, míg a módosított Si gömbszerű. A lemezes Si feszültséggyűjtő helyé válik és könnyen törést okozhat.

Módosítás során az eutektikus szerkezet finomabbá válik, a Si gömbszerűbb lesz, így hozzájárul a nagyobb szakítószilárdsághoz, nyúláshoz és a nagyobb alakíthatósághoz [2, 3]. Abban az esetben, ha a módosító elemektől eltekintünk, a Si szemcsék finomodása akkor is bekövetkezhet, ha például nagy hűtési sebességet alkalmazunk. Teljes módosítás azonban nem hozható létre csak a hűtési sebesség növelésével, így szükség van a módosító anyagok hozzáadására is. Ezeket az anyagokat az ötvözetbe megfelelő mennyiségű mesterötvözetek formájában adják a jól módosított szerkezet elérése érdekében.

A módosítás sikerességét az öntészeti gyakorlatban a termikus analízis során

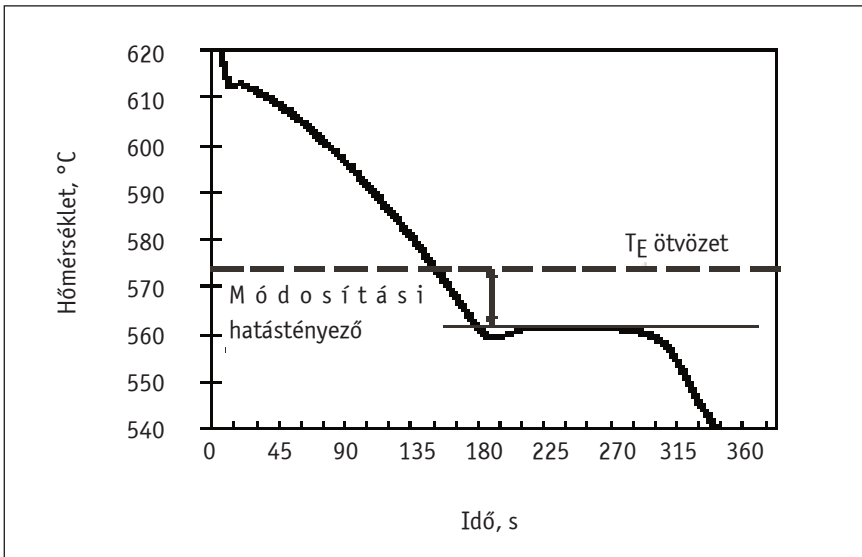


1. ábra. SEM felvételek: a) nem módosított, b) módosított szövetszerkezet

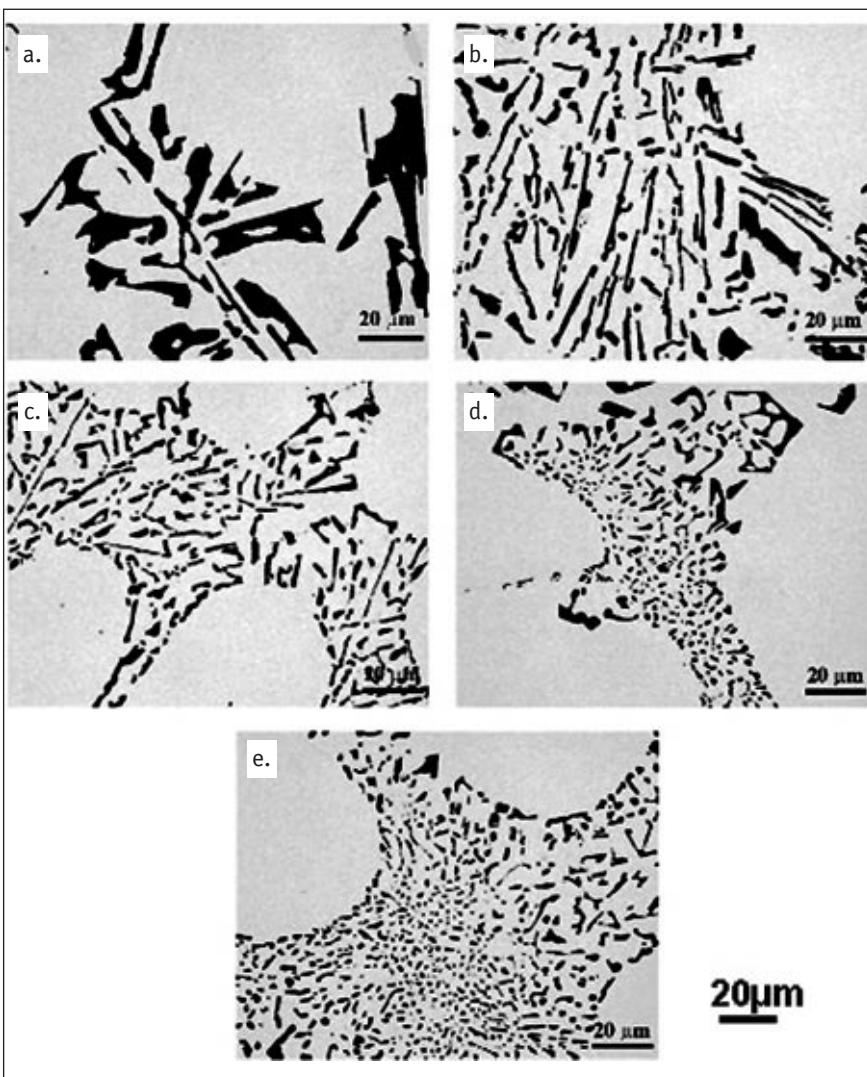
Gergely Gréta 2005-ben a Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Karának anyagmérnöki szakán szerzett anyagtechnológia-hulladékgazdálkodás, majd 2007-ben minőségbiztosítás területen egyetemi diplomát. 2005 szeptemberétől a Miskolci Egyetem Kerpely Antal Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskolájának hallgatója. Doktori (PhD) témája: Al-Si ötvözetek szövetszerkezetének vizsgálata.

Gácsi Zoltán 1974-ben szerzett a Nehézipari Műszaki Egyetemen kohómérnöki diplomát, kohászműszaki szakon. 1974-től tudományos ösztöndíjas gyakornok, 1975-től tanszéki mérnök, 1979-ben szerezte doktori fokozatát, 1993-ban lett a műszaki tudomány kandidátusa, 2003-ban habilitált. 1988-tól egyetemi adjunktus, 1994-től egyetemi docens, 2004-től a Miskolci Egyetem Anyagtudományi Intézetének egyetemi tanára s az MTA doktora. Jelenleg a Műszaki Anyagtudományi Kar dékánja. Érdeklődési területei: fémkompozitok előállítás, szerkezetvizsgálat, számítógépes képfeldolgozás és képelemzés.

meghatározott módosítási hatástényező alapján, illetve etalonképekkel történő összehasonlítással végzik. A módosítási hatástényező („Veredelung-V”), az eutektikum tényleges megszilárdulási maximum hőmérsékletéből és az adott (T_E , ötvözet) ötvözetre számolt eutektikus hőmérsékletből számítható (2. ábra) [4]. Módosítottnak, azaz megfelelőnek minősítenek egy öntvényt, ha a módosítási hatástényező nagyobb vagy egyenlő 8. Ennek alapján megállapítható a módosítás ténye, azonban annak fokáról, azaz az eutektikus Si morfológiájáról információ nem nyerhető. Ebben a cikkben a módosítás kategorizálására adunk javaslatot, amelynek a segítségével nemcsak a módosítás ténye dönthető el, de a Si morfológiája is jellemezhető.



■ 2. ábra. A módosítási hatástényező értelmezése



■ 3. ábra. Optikai mikroszkópos felvételek különböző Sr-tartalom esetén: a. 8 ppm Sr, nem módosított (D1), b. 38 ppm lamellás mikroszerkezet (D2), c. 56 ppm részlegesen módosított mikroszerkezet (D3), d. 72 ppm módosított szerkezet (D4), e. 96 ppm nagyon finom szerkezet

Módszer

Djurdjevic és társai [5] konkrét javaslatot tettek a módosítottság „on-line” meghatározására. Az általuk már kialakított eljárás és az Amerikai Öntészeti Szövetség (AFS) Al-Si ötvözetek módosítását minősítő táblázatának (Chart for Microstructure Control in Hypoeutectic Aluminium Silicon Alloys table) [6] integrálására alapoztuk a kategorizálási rendszer létrehozását. Ennek során a Djurdjevic és társai féle (3. ábra) (D sorozat-D1, D2, D3, D4, D5) és az amerikai öntészeti szövetség táblázatának szövetképeit/AFS sorozat-AFS1 (nem módosított), AFS2 (lemezes), AFS3 (részlegesen módosított), AFS4 (nem lemezes), AFS5 (módosított)/ mint etalonképeket használtuk fel és mértük meg a jellemzőiket. A szövetképeken a Djurdjevic és társai [5] által alkalmazott (terület, hosszúság, kerület, nyújtottság és ekvivalens körátmérő – lásd később: hivatkozott paraméterek), valamint a képelemzéssel foglalkozó szakirodalom alapján kiválasztott paramétereket (terület, konvex terület, körszerűség, kitöltöttség, kitöltetlenség – lásd később: saját paraméterek) mértük meg. A saját paraméterek és a hivatkozott paraméterek között volt azonos: terület, ekvivalens körátmérő; és különböző, amelyek az alábbiak voltak:

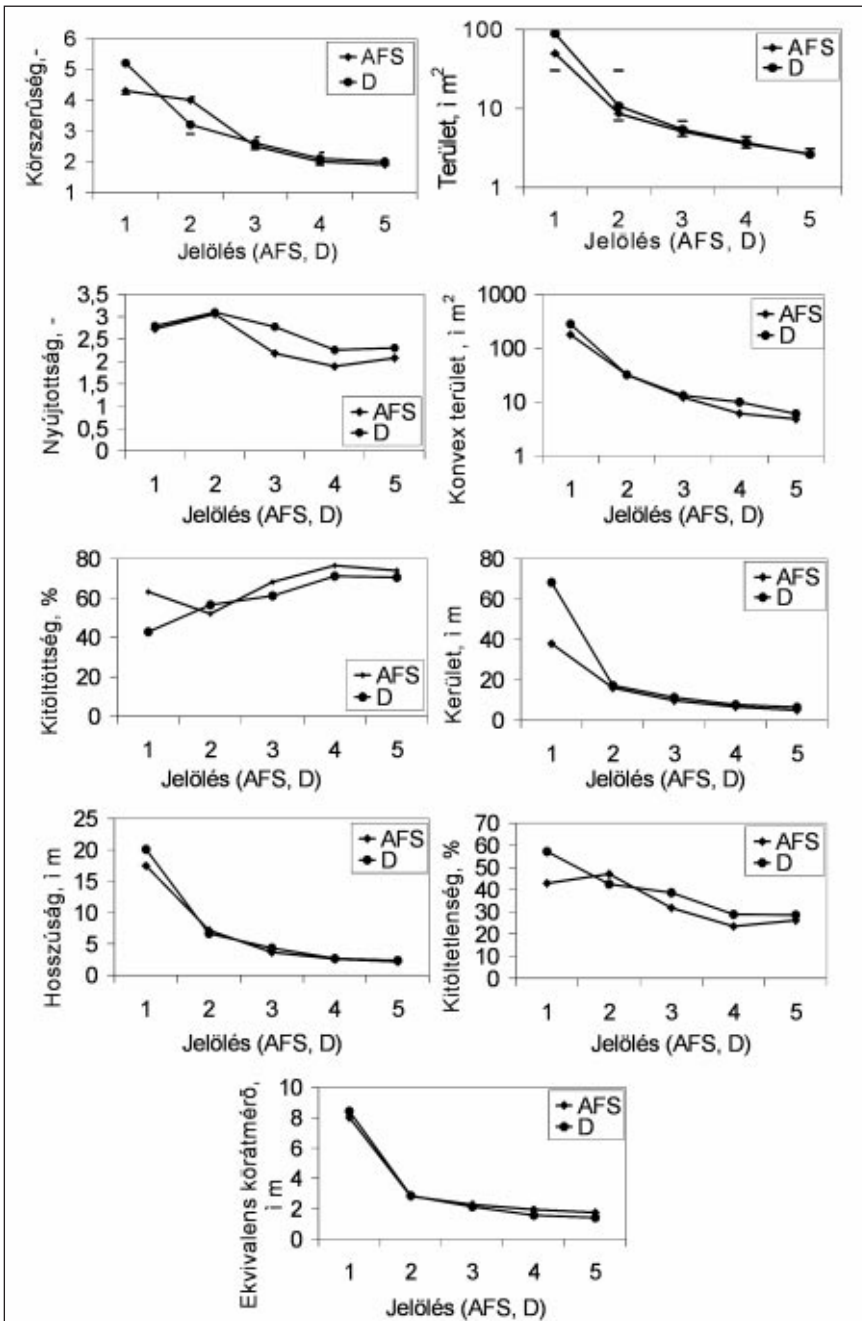
1. Konvex terület: a mérendő objektumokat (Si) konvex burokkal vesszük körbe, s ennek a területét határozzuk meg. Amennyiben az objektumok (Si) belsejében nincsenek lyukak, illetve a határfelületen kevés konkáv beszögellés található, a terület és a konvex terület egymáshoz nagyon közel található.
2. Körszerűség-R: abszolút, az objektum (Si) alakjára jellemző paraméter. Ez a paraméter a körtől való eltérést mutatja. Értéke kör esetén 1. Amint egy adott területű objektumnak nagyobb a kerülete, mint egy ugyanolyan kerületű körnek, vagyis a határvonala nem körszerű, az adat egyre nagyobbá válik. Értelmezése:

$$R = \frac{P^2}{4\pi A} \quad (1)$$

ahol: P: az objektum kerülete, A: az objektum területe

3. Kitöltetlenség- V_r : az objektumok (Si) köré írható körből nem elfoglalt terület.

$$V_r = \frac{A_K - A}{A_K} \quad (2)$$



■ 4. ábra. AFS és D sorozat szövetképein mért paraméterek eredményei

ahol: A_k : az objektum (Si) konvex területe,

A: az objektum (Si) területe

4. Kitérteltség- F_r : az objektumok (Si-szemcsék) köré írható körből elfoglalt terület.

$$F_r = 100 - V_r \quad (3)$$

A mérési eljárás

A módosítás sikerességének minősítésére szolgáló eljárás tesztelésének és hatékonyságának vizsgálata érdekében a kis-

nyomású öntészetben közkedvelt A356-os ($Al7Si0,3Mg$) ötvözetből termikus analízis vizsgálatra alkalmas mintákat öntöttünk. A lehülési görbe felvételére alkalmas próbákat egyben a morfológiai mérésekhez és a spektrométeres elemzésekhez is felhasználtuk.

Az olvasztáshoz MR100-2,4 típusú indukciós kemencét használtunk. K típusú hőmérővel mértük az olvadék hőmérsékletét, ami 135 perc alatt érte el a 780 °C-ot. Ezután az olvadékot lecsapoltuk és hűntartás céljából áttöltöttük egy elektromos fűtésű kísérleti kemencébe, amely

egyfázisú 230 V-os hálózatról működött. Ebben 30 percig hűtöttük az olvadékot. Az alapanyag olvasztása így gyakorlatilag 165 percet vett igénybe. Ezután 0 (1. minta); 15 (2. minta); 30 (3. minta); 60 (4. minta); 120 (5. minta); 180 (6. minta); 240 (7. minta); 300 (8. minta); 360 (9. minta) percenként mintát vettünk az olvadékból. A lehülési görbéket MK TA100 típusú berendezés segítségével határoztuk meg, amelyben 0,1 mm K típusú cromel-alumel köpenyhőelem segítette a lehülési görbék felvételét.

Eredmények






Irodalmi adatok feldolgozása

A szövetképeken történő mérések eredményei a 4. ábra összesítő diagramjain láthatóak. A grafikonokon a pontok egy-egy szövetképen mért paraméter átlag értékének felelnek meg. Ettől függetlenül a pontokat mégis összekötöttük, mert azt szerettük volna szemléltetni, hogy a sorozatok szövetképei a módosítási folyamat egyes lépéseit ábrázolják.

A különböző paramétereket ábrázoló diagramok közül mind a D, mind az AFS sorozat esetében a terület, konvex terület, a kerület és a hosszúság görbék lefutása nagyon hasonlóan mutatkozott. Természetesen ezeknek a jellemzőknek mindegyike mást és mást jelent, a módosítási folyamat jellemzésének szempontjából új információt egymáshoz képest mégsem tartalmaznak, ráadásul mindegyik paraméter a vizsgált Si-szemcsék méretének jellemzője. Ez alapján megállapítottuk, hogy a felsorolt paraméterek mindegyikének alkalmazása szükségtelen a módosítás sikerességének minősítéséhez, elég közülük egynek a felhasználása. Az eredmények vizsgálata után választásunk a területre esett, mert ez nem számított és nem származtatott paraméter, Djurdjevic és társai szerint is fontos és a morfológiai mérésekkel kapcsolatos szakirodalom alapján is kiemelkedően lényeges jellemző. Mindezek mellett a gyakorlatban egy üzem esetén nem utolsó szempont, ha ismeri a Si-szemcsé méreteit az előállított öntvényben.

A hivatkozott és a saját paraméterek másik csoportja az alakra jellemző információt biztosítja. Ide tartozik a nyújtottság, a kitérteltség, a kitértelenség és a köryszerűség. A kitérteltség és a kitértelenség közvetve a területből, illetve

1. táblázat. Módosítás minősítési táblázat

Jelölés (AFS sorozat)	Mért értékek		Szövetképek (Djurjevic és társai)	Jelölés (D sorozat)	Mért értékek		A módosítás minősítése	Javasolt intervallum	
	Terület (μm^2)	Körszerűség			Terület (μm^2)	Körszerűség		Terület (μm^2)	Körszerűség
AFS_1	49.9	4.2		D_1	89.2	5.2	Lemezes	>30.5	>4.2
AFS_2	8.6	4.0		D_2	10.8	3.2	Tűs	30.4-7.1	4.1-2.9
AFS_3	5.1	2.5		D_3	5.5	2.6	Szálas	7.0-4.5	2.8-2.4
AFS_4	3.6	2.0		D_4	3.7	2.1	Részben szálas	4.4-3.2	2.3-2.0
AFS_5	2.7	1.9		D_5	2.6	2.0	Finom szemcsés	3.1>	1.9-1.0

egymásból származtathatók, így habár megfelelően tükrözik a módosítás egyes lépéseit, felhasználásuk ezeknek sem indokolt. A nyújtottságot és a körszerűséget ábrázoló görbék jól tükrözik a szövetképeken látható morfológiai változásokat. Mindkét paraméter alkalmazása azonban itt is szükségtelen. Választásunk a kettő közül azért esett a körszerűsége, mert a Si-szemcsék módosításánál a gömb, kör alakhoz való közelítés a cél.

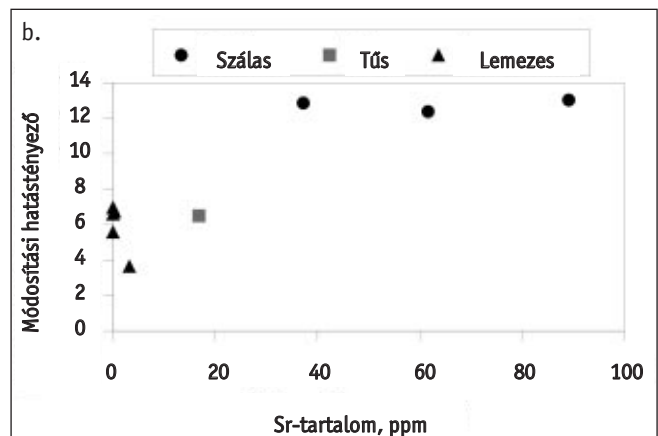
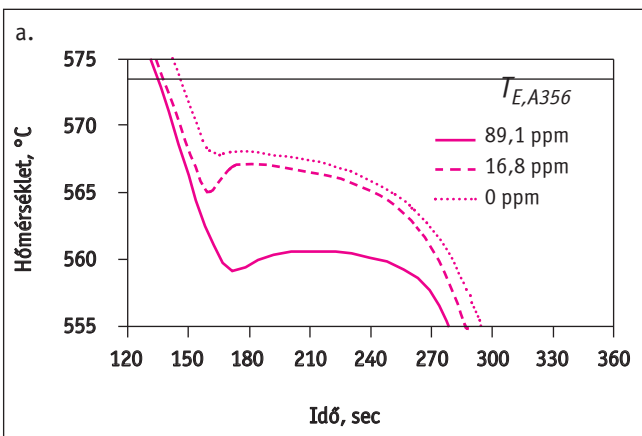
A mérési eredményeket egy táblázat (1. táblázat) formájában a szövetképekkel összepárosítottuk, elláttuk őket jelöléssel és a szövetképpárokat besoroltuk a módosítottsági szintjüknek megfelelően különböző, általunk megválasztott névvel jelölt kategóriába, amelyet a „módosítás kategóriája” címmel jelöltünk a táblázatban. A tabella megkönnyíti a mérési eredmények feldolgozását, mindezek mellett, a célként megfogalmazottaknak megfelelően, részét képezi a gyors, megbízható módosítás minősítési rendszernek.

Mérések

2. táblázat. Öntött minták összegzett adatai és minősítése

Minták	Idő, sec	Sr, ppm	Módosítási hatástényező	Terület, μm^2	Körszerűség	Minősítés
1	0	89,1	13,0	5,2	2,4	Szálas
2	15	61,6	12,3	7,0	2,7	Szálas
3	30	37,2	12,9	6,7	2,8	Szálas
4	60	16,8	6,5	29,4	4,0	Tűs
5	120	3,2	3,7	38,5	5,3	Lemezes
6	180	0,3	6,8	79,4	5,4	Lemezes
7	240	0	6,6	66,7	6,8	Lemezes
8	300	0	6,9	78,6	6,9	Lemezes
9	360	0	5,6	79,4	6,9	Lemezes

A lehülési görbék felvételére alkalmas próbatestek öntését megelőzően a termikus analízist végző készülék programozása során megadtuk az ötvözetre jellemző eutektikus hőmérsékletet ($T_{E, A356}$). Ez gyakorlatilag az Al-Si binér fázisegyensúlyi diagram eutektikus hőmérsékletéből ($T_{E, Al-Si}$) számítható az ötvözet vas-, magnézium- és réztartalmának függvényében, ugyanis ezek az elemek különösen befolyásolják az eutektikus hőmérsékletet. Ennek értelmében az elemek tömegszázalékban megadott értékét (x^{Fe} , y^{Mg} , z^{Cu}) egy



5. ábra. a. 1. (89,1 ppm), 4. (16,8 ppm) és 9. (0 ppm) minta lehülési görbéje, b. Módosítási hatástényező az Sr-tartalom függvényében



6. ábra. Szövetképek a termikus analízis során készített próbatestek csiszolatairól:
a. Szálás (2-es minta: Sr: 89,1 ppm), b. Tűs (4-es minta: Sr: 61,6 ppm), c. Lemezes (8-as minta: Sr: 37,2 ppm)

korrekciós hőmérséklettel megszorozva kell felhasználni az ötvözet eutektikus hőmérsékletének meghatározásakor, ami 1% vas esetében $1,8\text{ °C}$ ($1,8x^{\text{Fe}}$), 1% magnéziumnál $11,0\text{ °C}$ ($11,0y^{\text{Mg}}$) és 1% réznél $2,5\text{ °C}$ ($2,5z^{\text{Cu}}$) [4]:

Ennek megfelelően az A356 ötvözet esetében az eutektikus hőmérséklet ($T_{E, A356}$) a kétalkotós fázisdiagram eutektikus hőmérsékletének ($T_{E, Al-Si}$) ismeretében a következőképpen számítható [4]:

$$T_{E, A356} = T_{E, Al-Si} (1,8x^{\text{Fe}} + 11,0y^{\text{Mg}} + 2,5z^{\text{Cu}}) \quad (4)$$

A képlet alapján az A356-os ötvözet esetében 0,09% Fe-, 0,3% Mg- és 0,001% Cu-tartalomnál az eutektikus hőmérséklet ($T_{E, A356}$) $573,54\text{ °C}$.

Ezután a módosítási hatástényezőt határoztuk meg az eutektikum tényleges megszilárdulási maximum hőmérsékletéből – amely a hűlésgörbék ismeretében meghatározható – és az ötvözetre jellemző eutektikus hőmérsékletnek a különbségéből (2. táblázat). A hűlésgörbékkel, valamint a morfológiai mérésekkel kapcsolatos megállapítások kiegészítésének érdekében meghatároztuk a próbatestek stronciumtartalmát.

Ennek vizsgálata spektrométerrel történt (2. táblázat). A Sr-tartalom időbeni gyors csökkenése nem véletlen. Kísérletünk során indukciós kemencében végeztük az olvasztást, ugyanis az volt a célunk, hogy olyan próbasorozatot készítsünk, amelyben figyelemmel kísérhető az idővel egyre inkább csökkenő stronciumtartalom, amelynek következtében a módosíthatóság mértéke is egyre alacsonyabb. Az

elemzéses eredmények összhangot mutattak a lehülési görbék alapján megállapítottakkal, amelyek szerint az 1-3 mintában a Sr-tartalom a szakirodalomnak is megfelelően elegendő a módosításhoz, azonban az időben később öntött mintákban már nem. A stronciumtartalom és a lehülési görbék együttes vizsgálata során szembetűnt, hogy a stronciumtartalom csökkenésének függvényében a túlhűlés gyakorlatilag eltűnt, a minták eutektikumánál tényleges megszilárdulási hőmérséklete pedig egyre inkább közelített az ötvözetre számított eutektikus hőmérsékletéhez ($T_{E, A356}$) (5. ábra. a.).

A lehülési görbék felvételének céljából öntött próbatesteket nemcsak a görbék felvételére és a spektrométeres mérésekre használtuk fel, hanem ezekből csiszolatokat is készítettünk, amelyeken a módosítás kategorizálásához szükséges morfológiai paraméterek mérése is megtörtént. Minden csiszolaton tíz véletlenszerűen kiválasztott látómezőben képelemzővel történt a mérés, amelynek során meghatároztuk a próbatestekben található eutektikus Si-szemcsék átlagos körszerűségét és területét (2. táblázat). Az adatokból megállapítottuk, hogy az 1-3 minták szálas, a 4-es minta tűs, míg az 5-9 minták a lemezes kategóriába tartoznak (5. ábra. b.). A mintákról egy-egy jellemző szövetképet a 6. ábra mutat.

Összefoglalás

Kimutattuk, hogy a Si-szemcsék módosításának jellemzéséhez mind a termikus analízisből nyert módosítási hatástényezőre, mind a szövetszerkezet alapján tör-

tendő kategorizálásra szükség van. Megállapítottuk, hogy a termikus analízisből nyert, az öntészeti gyakorlatban alkalmazott módosítási hatástényező elégséges a módosítás sikerességének megállapításához, de nem elegendő a módosítás minőségének pontos jellemzéséhez. Igazoltuk, hogy az eutektikus Si-szemcsék módosításának jellemzése a Si-szemcsék átlagos területe és körszerűsége alapján lehetséges. A szakirodalomban és az amerikai szabványban használatos szövetképeket, mint etalonképeket használva meghatároztuk az egyes kategóriákra jellemző paraméter-intervallumokat. Ezek alkalmazásával egyszerűen eldönthető a módosítás sikerességének mértéke.

Irodalom

- [1] *Shahrooz Nafisi, Reza Ghomashchi: Materials Science and Engineering A415, pp.273-285. 2006.*
- [2] *S.S. Sreeja Kumari, R. M. Pillai, B. C. Pai: Materials Science and Engineering A 460-461, pp.561-573. 2007.*
- [3] *M. Lebyodkin, A. Deschamps, Y. Bréchet: Materials Science and Engineering A 234-236, pp.481-484. 1997.*
- [4] MK TA 100 Thermoanalyse-System: Thermocouple Test Certificate, www.mk-gmbh.de
- [5] *M. Djurdjević, H. Jiang, J. Sokolowski: Materials Characterization 46, pp. 31-38. 2001*
- [6] American Foundry Society (AFS): Chart for Microstructure Control in Hypoeutectic Aluminium Silicon Alloys, 1984