

Eltérő kezelősók és Al-5%Ti-1%B előötvözet adagolás olvadékminőségre gyakorolt hatásának vizsgálata Al-7%Si-0,5%Cu-0,4%Mg ötvözet esetén

Investigation of the effect of different fluxes and Al-5%Ti-1%B master alloy addition on the melt quality of Al-7%Si-0,5%Cu-0,4%Mg alloy

BOGOLY Levente¹, Dr. MENDE Tamás², Dr. FEGYVERNEKI György³, GYARMATI Gábor⁴

^{1,4}Miskolci Egyetem, Fémelőállítási és Öntészeti Intézet, 3515 Miskolc-Egyetemváros

²Miskolci Egyetem, Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet, 3515 Miskolc-Egyetemváros

³Nemak Győr Alumíniumöntöde Kft., 9027 Győr Ipari park, Nyírfa sor

e-mail: ¹bogoly.levente@gmail.com, ²tamas.mende@uni-miskolc.hu, ⁴gygabor007@gmail.com,

Abstract

Rotary degassing coupled with the addition of different fluxes is the most common melt treatment method in aluminum casting, due to its high efficiency in inclusion removal and grain refining. In this study, the effect of different fluxes and master alloy addition was investigated on the melt and casting quality in different stages of melt preparation. The decrease of the inclusion content and the susceptibility to pore formation were investigated by K-mold and Density Index samples. The grain refinement was compared by thermal analysis and image analysis of Barker-etched samples.

Kulcsszavak: alumínium, olvadékminőség, zárvány, olvadéktisztítás, szemcsefinomítás

1. BEVEZETÉS

Napjainkban az öntészeti alumínium-szilícium ötvözeteket (Al-Si ötvözet) széleskörben alkalmazzák a jármű- és repülőgépiparban, ahol a magas minőségügyi követelményeket is kielégítő öntvények gyártása érdekében elengedhetetlen szempont a megfelelő metallurgiai minőségű fémolvadék előállítása. Szükséges az alumínium olvadék oxidzárványoktól való megtisztítása, az oldott gáztartalom csökkentése, valamint a kristályosodás során lejátszódó folyamatok kontroll alatt tartása. Ilyen többek között a primér alumínium fázis (α -Al) szemcsefinomítása, az eutektikum morfológiájának módosítása, továbbá az intermetallikus vegyületfázisok minőségének, morfológiájának és mennyiségének szabályozása.

Az alumínium olvadékokban jelenlévő oxidzárványok állandó velejárói a napjainkban alkalmazott öntészeti és olvadékkezelési technológiáknak. Ezt eredményezhetik többek között a nem megfelelően kivitelezett olvadékelőkészítési műveletek, valamint az alumínium nagy reakciókészsége is. Ezen oxidzárványok önmagukban is erősen rontják a formakitöltő képességet, a táplálhatóságot és az öntvények szilárdsági tulajdonságait, továbbá az oldott gáztartalommal együtt aktív szerepük van az anyagihiányos helyek, azaz lunkerek és porozitás kialakulásában is [4, 5, 6, 9].

A szemcsefinomítás jelentősen befolyásolja az öntvények mechanikai tulajdonságait, kisebb átlagos szemcseméretet és egyenletesebb szemcseméret eloszlást eredményez, növelve ezzel a szilárdsági és szívóssági értékeket. Javíthatók továbbá az önthetőségi tulajdonságok, a táplálhatóság, csökken a melegrepedés érzékenység és ellenállóbbá válnak az öntvények a fásasztó igénybevételekkel szemben. Az öntödék számos olvadékkezelő eljárást, valamint olvadéktisztító és szemcsefinomító segédanyagot alkalmaznak világszerte. Éppen ezért kulcsfontosságú szerepe van az alkalmazott segédanyagok megválasztásának, valamint adagolásuk módjának és mennyiségének, kiemelten a nagykapacitású szériagyártások esetén [3, 4, 5, 7].

Kutatómunkánk során Al-7%Si-0,5%Cu-0,4%Mg ötvözet olvadék rotoros gáztalanítással egybekötött gépi sóadagolós kezelőeljárásainak olvadék- és öntvényminőségre gyakorolt hatásait hasonlítottuk össze. A kapcsolódó kísérletekre üzemi körülmények között került sor a Nemak Győr Alumíniumöntöde Kft. gyáregységében.

2. VIZSGÁLATI KÖRÜLMÉNYEK

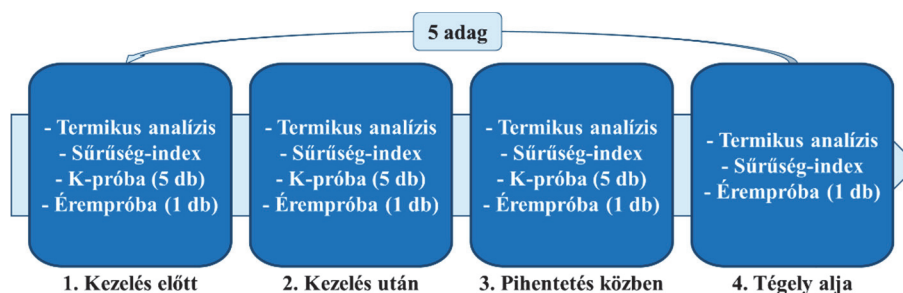
Vizsgálataink során összesen 4 kísérletet végeztünk, melyek során Al-5%Ti-1%B szemcsefinomító előötvetet és 3 különböző sókeveréket („A”, „B”, „C”) alkalmaztunk az olvadékezelések alatt (1. táblázat). Minden kísérlet alkalmával 5 adag, egyenként körülbelül 1 tonna tömegű folyékony fémet vizsgáltunk. A mintavételezés minden esetben az ellenállásfűtésű téglyes hőntartó kemencéből történt (1. ábra). Az olvadékciklus elején a transzportüstből való áttöltés és felzárkórteg eltávolítás után került sor az első minták öntésére. A gáztalanításakor keletkezett salakrteg eltávolítását követően a második, majd az olvadék pihentetése során 15 perc elteltével a harmadik mintavétel is megtörtént. Az adagonkénti utolsó próbák öntése a téglye aljáról történt, amikor a fémszint egy bizonyos érték alá (körülbelül 200 kg olvadék) csökkent az öntési folyamat következtében. Az olvadékhőmérséklet jelentősen nem változott, végig 760 ± 10 °C volt.

Olvadékezelések során alkalmazott segédanyagok

1. táblázat

Kísérlet	Olvadéktisztító sókeverék	Szemcsefinomító segédanyag	Sóadagolás	
			Tömeg	Időtartam
A	„A” tisztító	-	800 ± 30 g	28 s
B	„B” tisztító és szemcsefinomító sókeverék		800 ± 30 g	43 s
C	„C” tisztító és szemcsefinomító sókeverék		800 ± 30 g	50 s
D	„A” tisztító	AlTi5B1 (14 pálca)	800 ± 30 g	28 s

A kísérletek során minden mintavételnél termikus analízist végeztünk, a primér alumínium fázis kristályosodási túlhűlésének megállapítása érdekében. Ezt követően a sűrűség-index meghatározásához szükséges mintákat öntöttünk. Az olvadék záránytartalmának minősítésére mintavételezésenként 5 darab K-kokillás próbát öntöttünk. A fémfürdő kémiai összetételében bekövetkező változások vizsgálata érdekében minden esetben 1 darab érempróbát vettünk. Kísérletenként átlagosan 130 és 145 között volt a termelt darabszám, melyből 6 öntvény került kiválasztásra, további vizsgálatok céljából.



1. ábra. Mintavételezés folyamata a hőntartó kemencéből

Az olvadékezelés folyamata teljesen automatizált, így a rotoros gáztalanítás és a kezelős adagolás is az előre beállított értékek szerint történik. A kezelési paraméterek minden kísérlet során azonosak voltak. A tölcserképzés és sóadagolás három részre tagolódik, az előtölcser képzés, a sóadagolás, mely minden esetben azonos mennyiségben, de eltérő idők alatt történt (1. táblázat), majd végül az utótölcser. A gáztalanítás során az alkalmazott öblítógáz kvázi inert, N₂ gáz volt. A folyamat időtartama átlagosan 9 perc volt, ezt követően a rotor és a lapát kiemelkedett a fémfürdőből és megtörtént a salakrteg eltávolítása.

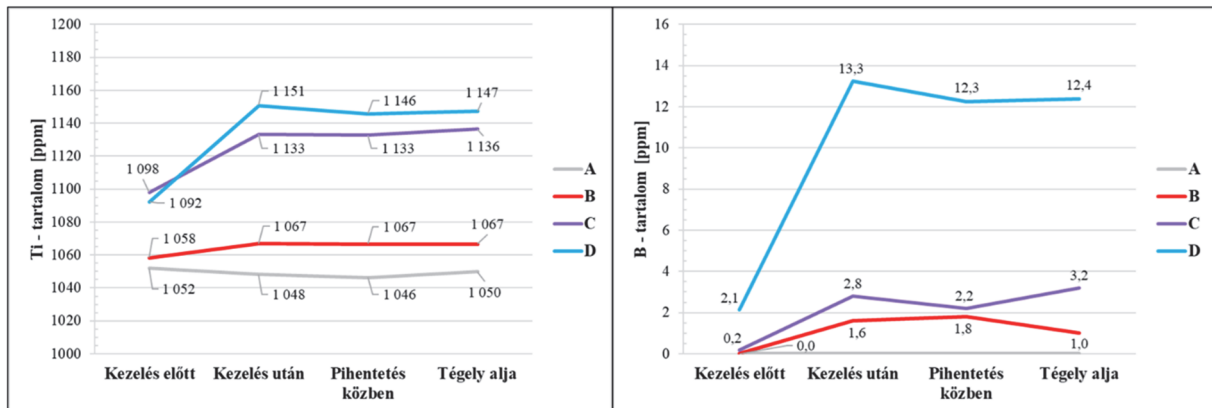
3. VIZSGÁLATI EREDMÉNYEK KIÉRTÉKELÉSE

3.1. Kezelőanyagok hatása az olvadék összetételére

Az alumínium ötvözet olvadék kémiai összetételében bekövetkező változások kiértékelése céljából a kísérletek során leöntött érempróbákat optikai emissziós spektroszkópiával vizsgáltuk. Minden mintán három különböző pontban végeztünk mérést, majd ezek átlagait vettük figyelembe. Az eredmények alapján elmondható, hogy pár kivételt leszámítva nem volt jelentős koncentráció változás a vizsgált elemek esetén.

A különböző titán és bór tartalmú vegyületfázisokat elsősorban szemcsefinomítás céljából alkalmazzák az öntészetben, így ez utóbbi hiányában, nem meglepő módon az (A) kísérlet során mérhetőek a legkisebb koncentráció értékek (2. ábra). Ezzel szemben a többi esetben mind a titántartalom, mind a bórtartalom

növekedése is megfigyelhető a szemcsefinomítás következtében. Ezek közül az Al-5%Ti-1%B előötvetet adagolás hatására nőttek legnagyobb mértékben a koncentrációk. A (C) és (D) esetekben az ötvözést követően az értékeken kis mértékű csökkenés, majd a tégely alján növekedés tapasztalható. Ez feltehetőleg a szilárd vegyületfázisok ülepedésének és ezáltal a tégely alján bekövetkező dúsulásának köszönhető [4].

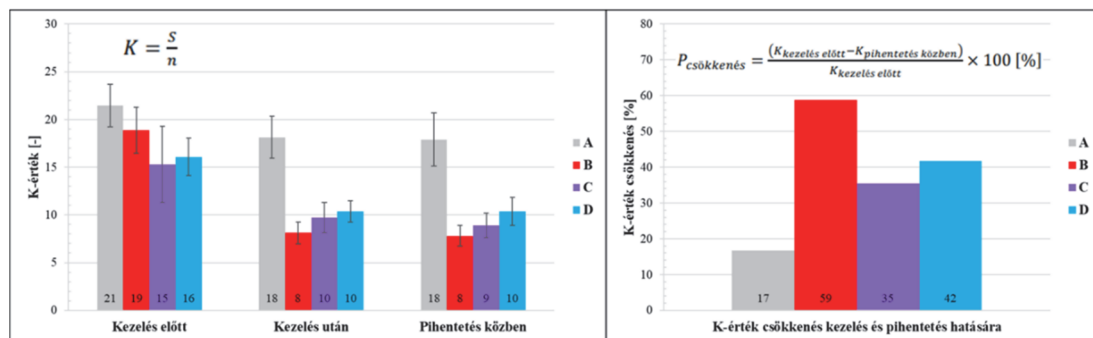


2. ábra. Kísérletek különböző fázisaiban öntött érempróbakon mért átlagos titán és bór tartalom

3.2. Zárványtartalom vizsgálat

Az eltérő tisztító sókeverékekkel végzett kezeléseken átesett olvadékok zárványtartalmának minősítése céljából K-kokillás töretpróbatokat alkalmaztunk. A kiértékelés során egy Zeiss Stemi 2000-C sztereomikroszkóp segítségével vizsgáltuk a töretfelületeket, hogy a pontosság érdekében a szabad szemmel nem látható apróbb zárványok is jól megkülönböztethetők legyenek az alapszövettől [6, 9].

Az eredmények (3. ábra) alapján elmondható, hogy minden kísérlet során a kezelés előtti állapot volt a legrosszabb, továbbá az is megállapítható, hogy nem minden esetben volt azonos a kiinduló olvadékminőség. Éppen ezért tartottuk fontosnak a K-értékek százalékos csökkenésének összehasonlítását, mellyel a kiindulási állapotoktól valamelyest függetlenül is képet kaphatunk a különböző tisztítósók hatékonyságáról. Az eredmények alapján elmondható, hogy az „A” kezelősóval végzett olvadéktisztítás (A kísérlet) hatékonyságát Al-5%Ti-1%B előötvetet adagolásával kiegészítve (D kísérlet) növelni lehet. A pihentetés közben a legkisebb zárványtartalom értékek a (B) és (C) kísérletek során tapasztalhatóak, viszont köztük nincs nagy eltérés. A százalékos csökkenéseket figyelembe véve jól látható, hogy a „B” sókeverék bizonyult hatékonyabbnak.

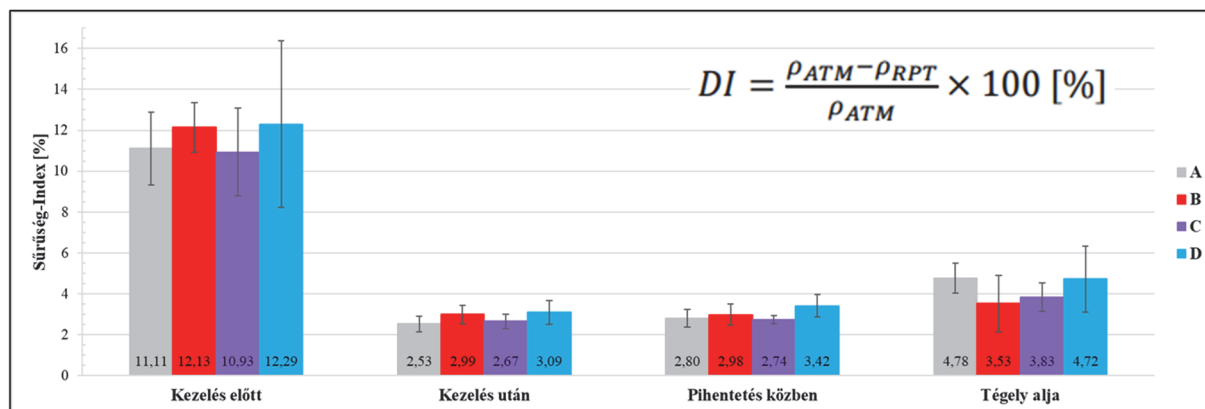


3. ábra. Kísérletek különböző fázisaiban jellemző K-értékek és K-érték csökkenések

3.3. Sűrűség-index meghatározás

Az eltérő tisztító sókeverékekkel végzett kezeléseken átesett olvadékok gázporozitás képződési hajlamanak kvantitatív minősítése céljából sűrűség-index meghatározást alkalmaztunk. Ehhez összesen kettő, egyenként körülbelül 100 g tömegű minta szükséges, melyből az egyik egy acéltégelybe öntött 80 mbar nyomáson dermedő (RPT), a másik egy rézkokillába öntött atmoszférikus nyomáson dermedő (ATM) minta. A csökkentett nyomás következménye, hogy az olvadékban lévő kettős oxidhátyák pórusokat alkotva szétnyílnak és kitágulnak, továbbá a hidrogénatomok alumínium olvadékban való oldhatósága is lecsökken. A vákuum kamrában történő dermedés során a pórusok növekedése, valamint a hidrogéngáz bifilmek belsejében való kiválása könnyebben végbemegy, ennek következtében a minta sűrűsége látványosan lecsökkenhet. Ezzel szemben a rézkokilla jó hővezetőképessége által biztosított nagy lehűlési sebesség miatt, az atmoszférikus nyomáson dermedő mintában ilyen folyamatoknak alig van idejük végbemenni. Az ATM minták sűrűsége a mérések során alig változik, így szinte megegyezik az alumínium ötvözet elvi sűrűségével. A sűrűség-index kiszámítása a két minta sűrűsége alapján történik [1, 2, 9].

A sűrűség-index értékeken (4. ábra) jól látható, hogy minden olvadékkezelés során jelentős mértékben csökkent (körülbelül 9 % DI csökkenés) az olvadék gázporozitás képződési hajlama. Az (A) és (C) kísérletek kiinduló értéke körülbelül 11 %, a (B) és (D) kísérletek kiinduló értéke pedig valamivel rosszabb, körülbelül 12 % volt. Ez a tendencia a kezelés után is látható, ugyanis mindenhol hasonló arányban, körülbelül 75 %-kal csökkent a sűrűség-indexek értéke, így az egyes olvadékkezelő segédanyagok hatékonysága közel azonos, vagyis nem állapítható meg jelentős különbség a gázporozitás képződési hajlamra gyakorolt hatásukban.

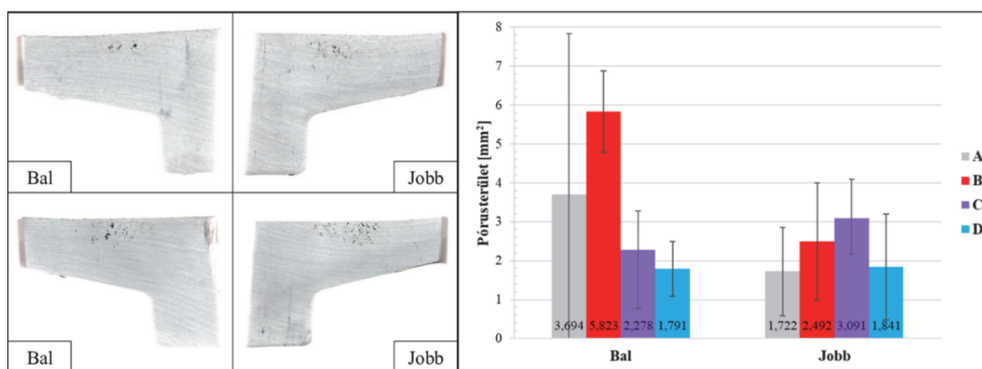


4. ábra. Kísérletek különböző fázisaiban mért sűrűség-index értékek

3.4. Porozitásképződési hajlam

Porozitásképződési hajlam szempontjából legelőnyösebb segédanyag kiválasztása érdekében további vizsgálatok elvégzése vált szükségessé, ezért a legyártott öntvényekből kísérletenként 6 darabot választottunk ki véletlenszerűen. A kiválasztott öntvények röntgenvizsgálata során szinte minden esetben szívódás volt megfigyelhető egyes helyeken. Ezt követően a porozitás problémában érintett helyekről minták kerültek kimunkálásra (öntvényenként kettő), melyekből csiszolatok készültek. Az elkészült mintákról felvételeket készítettünk (5. ábra), melyeket az ImageJ Fiji nevezetű képelemző szoftver segítségével elemeztünk. Az összehasonlítás alapjaként meghatároztuk a mintafelülettel elmetezett pórusterületének összegét (5. ábra).

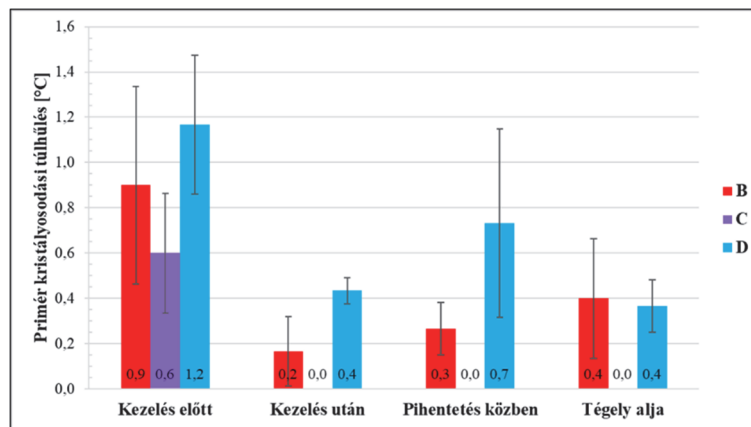
A pórusterület értékek viszonylag széles szórásmezővel rendelkeznek, így ez a módszer nem alkalmas a várható porozitás mértékének meghatározására, viszont az összehasonlítás alapjául megfelelő paraméterként szolgál. A legkisebb pórusterületi hajlamot és ezzel a legjobb eredményt a (D) kísérlet hozta, ezt követi a (C) majd kis lemaradással az (A). Végül a legnagyobb pórusterület a (B) kísérlet öntvényein tapasztalható.



5. ábra. Öntvényekből kimunkált mintacsiszolatok és pórusterület értékeik

3.5. Termikus analízis

A különböző szemcsefinomító segédanyagok primér alumínium fázisok kristályosodására gyakorolt hatásának vizsgálatára alkalmazott egyik módszer a termikus analízis. A minták öntőformája egy 200 °C-ra előmelegített acéltégely volt. Az eljárás során körülbelül 100 g tömegű olvadék hőmérsékletének időbeli változását rögzítettük egy védőcsővel ellátott K-típusú hőelem és egy adatgyűjtő egység segítségével, 10 Hz-es adatgyűjtési frekvenciával. Finom szemcse szerkezet esetén a lehülési görbe alapján detektálható α -Al kristályosodási minimum és maximum hőmérsékletek különbsége kisebb, így ez összehasonlítás alapjaként is szolgálhat a különböző segédanyagok szemcsefinomítottsági állapotra gyakorolt hatásainak vizsgálata esetén. Az (A) kísérlet mintáit szemcsefinomítás alkalmazásának hiányában nem vizsgáltuk ilyen szempontból [3].



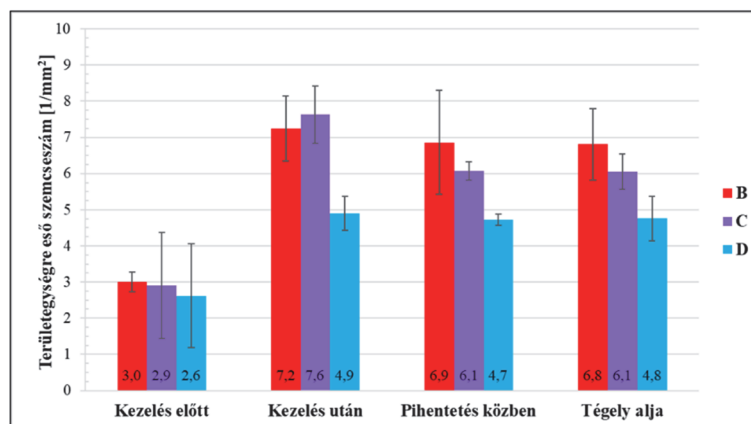
6. ábra. Kísérletek különböző szakaszaiban mért primer kristályosodási túlhűlések

A kristályosodási túlhűlés értékeken (6. ábra) jól látható, hogy minden kezelőanyag alkalmazása jelentős mértékű csökkenéshez vezetett az olvadékezelést megelőző állapotokhoz képest. A kezelés előtti, utáni és pihentetés közbeni értékekre ugyanaz a tendencia érvényes, miszerint legkisebb túlhűlés a (C) esetben volt, ezt követte a (B), majd pedig a (D) kísérlet. Amennyiben abból az elvből indulunk ki, hogy a túlhűlés mértéke fordítottan arányos a szemcsefinomsággal (kisebb túlhűlés esetén nagyobb egységnyi területre eső szemcse-szám), úgy elmondható, hogy a legjobb eredményeket a „C” sókeverékkel értük el, ahol a mérhető túlhűlés nullára csökkent és ezt követően sem nőtt. A „B” sókeverékkel történő kezelést követően szintén hatékonyan csökkent a túlhűlés mértéke, viszont a hőtartás során kis mértékű növekedés volt tapasztalható, azaz idővel a szemcsefinomító hatás bizonyos mértékben lecsengett.

3.6. Szemcseméret meghatározás

A különböző szemcsefinomító segédanyagokkal történő olvadékezelések hatására elért szemcsefinom-ság kvantitatív jellemzése érdekében meghatároztuk a már korábban bemutatott termikus analízis mintákon mérhető α -Al szemcsék egységnyi területre eső számát is. Ehhez a megszilárdult mintákat elvágtuk, majd az alsó szeletekből metallográfiai csiszolatok készültek. A polírozást követően a mintákat egy Struers LectroPol-5 készülék segítségével Barker reagens felhasználásával színesmarattuk, majd polarizációs szűrővel ellátott mikroszkópon keresztül vizsgáltuk [8].

Az egységnyi területre eső szemcseszám meghatározásához szükséges a szövetképeket egy Zeiss Axio Observer AIM fénymikroszkóp és egy Zeiss Analyzer polarizációs feltét segítségével készítettük el. A Barker maratásnak köszönhetően az eutektikum feketének, míg az α -Al fázisok színesnek látszódnak a szövetképeken. A szemcseszámok megállapítása esetén a szabvány szerinti módszerrel jártunk el, az α -Al fázisok összterületét pedig az ImageJ Fiji nevezetű képelemző szoftver segítségével határoztuk meg, μm^2 pontossággal. Ezt követően a szemcsefinomítottság mértékét a szemcseszámok értékének és a primer alumínium fázisok mm^2 mér-tékegységben vett területének hányadosával jellemeztük [10].



7. ábra. Kísérletek különböző szakaszaiban meghatározott területegységre eső szemcseszámok

Az egységnyi területre eső szemcseszám értékek (7. ábra) a kezelés előtti állapotban közel azonosak, melynek előnye, hogy a kezelést követő eredmények összehasonlítása esetén kevésbé kell figyelembe venni a kiinduló állapotokhoz való viszonyt. Ezek alapján a legfinomabb szemcse szerkezetet a „C” sókeverék, majd

kis lemaradással a „B” sókeverék eredményezte. Utóbbi előnye továbbá, hogy a kezelést követően, a pihentetés közben sem csökken jelentősen a hatásfoka, ugyanakkor hátránya, hogy itt a legnagyobb az eredmények szórásmézője. Korábban a kémiai összetétel és a termikus analízis eredmények alapján visszaigazolást állapítottunk meg a szemcsefinomító fázisok lecsengésére, valamint a hőntartó kemence alján kialakuló dúsulására vonatkozóan. Jelen esetben ez a tendencia nem érzékelhető, ugyanis az eredmények a kezelést követően inkább stagnálnak.

Kezdeti feltételezésünk szerint minél nagyobb a területegységre eső szemcseszám, annál kisebb a mérhető kristályosodási túlhűlés értéke. Ezzel szemben a két párhuzamos mérés eredménye között nem állapítható meg egyértelmű kapcsolat, így az eltérés okának feltárása további vizsgálatokat igényel. Az egységnyi területre eső szemcseszám egy kézzelfogható eredményt nyújt a kialakult szemcseszerkezetről, míg a termikus analízis egy indirekt módszer, azonban sokkal gyorsabb és egyszerűbb vizsgálat.

4. ÖSSZEFOGLALÁS

A K-kokillás próbák esetén a (B) és (C) kísérletek során volt legkisebb az elért zárványtartalom.

A sűrűség-index értékek alapján szinte minden esetben azonos mértékű volt a javulás.

Az öntvények porozitása a (B) kísérletnél volt legnagyobb, a (D) kísérletnél pedig a legkisebb.

A lehülési görbék alapján a „C” sókeverék a leghatékonyabb, melynek hatása a pihentetés közben sem csökkent, míg a „B” sónál kis mértékű lecsengés tapasztalható.

A területegységre eső szemcseszám alapján a kezelést követően a „C” a pihentetés közben pedig a „B” sókeverék eredményezett finomabb szövetszerkezetet.

Az olvadékezelések során elért olvadékmínőség, valamint szemcsefinomító hatás szempontjából a „B” és „C” sókeverékek teljesítettek a legjobban. A leghatékonyabb olvadékezelő segédanyag további kiválasztásában főként a porozitásképződési hajlamra gyakorolt hatás a döntő. A vizsgálati eredmények összegzése alapján a „C” tisztító és szemcsefinomító sókeverék szériagyártásban való alkalmazása javasolt.

Megállapítható továbbá, hogy amennyiben az „A” tisztító sókeverék kerülne felhasználásra, úgy javasolt az olvadékezelés kiegészítése Al-5%Ti-1%B szemcsefinomító előötvözet adagolásával.

Köszönetnyilvánítás

Ez úton szeretnénk kifejezni köszönetünket a Miskolci Egyetem Fémelőállítási és Öntészeti Intézetének, valamint a Nemak Győr Alumíniumöntöde Kft. dolgozóinak, akik helyszínt, eszközöket és rengeteg segítséget biztosítottak a kísérletek megvalósításához.

- [1] A. M. SAMUEL, F. H. SAMUEL, 1992: Various aspects involved in the production of low hydrogen aluminium castings, *Journal of Materials Science*, **1992/27**, pp. 6533–6563
- [2] D. DISPINAR, J. CAMPBELL, 2004: Critical assessment of reduced pressure test Part 1, *International Journal of Cast Metals Research*, **2004/17 no. 5**, pp. 280–286
- [3] F. C. ROBLES-HERNANDEZ, J. M. H. RAMÍREZ, R. MACKAY, 2017: *Al-Si Alloys – Automotive, Aeronautical, and Aerospace Applications*, Springer International Publishing, 237
- [4] G. GYARMATI, L. BOGOLY, M. STAWARZ, G. FEGYVERNEKI, M. TOKÁR, 2022: Grain Refiner Settling and Its Effect on the Melt Quality of Aluminum Casting Alloys, *Materials*, **2022/15-7679**
- [5] J. CAMPBELL, 2015: *Complete Casting Handbook 2nd Edition – Metal Casting Processes*, Metallurgy, Techniques and Design, Butterworth-Heinemann, Boston
- [6] J. WANNASIN, D. SCHWAM, J. F. WALLACE, 2007: Evaluation of methods for metal cleanliness assessment in die casting, *Journal of Materials Processing Technology*, **2007/191**, pp. 242–246
- [7] L. LIU, F. H. SAMUEL, 1998: Effect of Inclusions on the Tensile Properties of Al-7%Si-0.35%Mg (A356.2) Aluminium Casting Alloy, *Journal of Materials Science*, **1998/33**, pp. 2269–2281
- [8] P. J. SZABO, I. KARDOS, 2010: Correlation between grain orientation and the shade of color etching, *Materials Characterization*, **2010/61**, pp. 814–817
- [9] S. W. HUDSON, D. APELIAN, 2016: Inclusion detection in molten aluminum – Current art and new avenues for in situ analysis, *International Journal of Metalcasting*, **2016/10**, pp. 315–321
- [10] Standard Test Methods for Determining Average Grain Size – ASTM International, Designation: E112–12, 2013