

Öntészeti alumínium ötvözet tömbök minőségének ellenőrzése alacsony nyomáson dermedő próbatestekkel

Analysis of the quality of casting aluminum alloy ingots using reduced pressure test samples

GYARMATI Gábor¹, KÉRI Zoltán², Dr. MOLNÁR Dániel³

^{1,2,3}Miskolci Egyetem, Fémelőállítási és Öntészeti Intézet, 3515 Miskolc-Egyetemváros
email: ¹ontgabor@uni-miskolc.hu, ²zoltan.keri@uni-miskolc.hu, ³daniel.molnar@uni-miskolc.hu

Abstract

The quality of the aluminum alloy ingots produced by different primary or secondary alloy suppliers can differ remarkably. In this way, the quality of the melt, and the castings made from it, is affected by the impurity content of the ingots used as charge material. In this work, an ingot quality assessment technique is presented, which is based on a modified reduced pressure test (RPT) procedure. The presented method is a cost-effective solution, which can be readily used by foundries to monitor incoming ingot quality. The technique was tested on primary aluminum alloy ingots produced with different technologies.

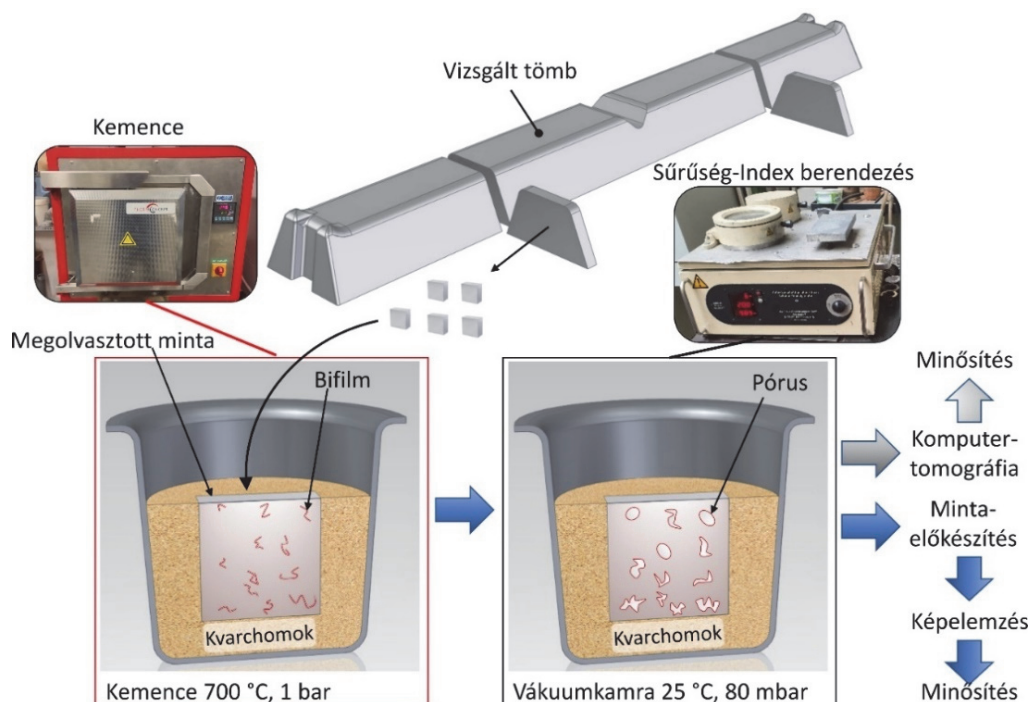
Kulcsszavak: alumínium ötvözet, bifilm, porozitás, fémminőség, képelemzés

1. BEVEZETÉS

Annak érdekében, hogy az öntvénygyártás során a mérnöki alkalmazás követelményeit teljesítő, megfelelő szerkezeti integritással rendelkező terméket állítsunk elő, elengedhetetlen a folyékony fém minőségének ellenőrzése és szabályozása. Az alumínium ötvözetek olvadékminőségének szabályozása szempontjából elengedhetetlen a szilárd zárványok, az oldott hidrogéntartalom és bezárt levegő mennyiségének minimalizálása, ami megelőzhetővé teszi az olyan öntvényhibák kialakulását, mint a porozitás és a melegrepedés [1]. Kiemelten fontos a fémekben lévő oxidzárványok mennyiségének csökkentése, amelyek az alumínium nagy reakciókészsége és a nem megfelelően kivitelezett olvadékelőkészítési és öntési műveletek miatt állandó velejárási a napjainkban alkalmazott öntészeti és olvadékkezelési technológiáknak. Az olvadék felületi oxidhártájának fémfűrdő belsejébe keveredése során minden esetben bezárt levegőt tartalmazó kettős oxidhárták, ún. bifilmek jönnek létre. A fémfűrdőn lévő felületi oxidréteg nyugalmi állapotának megzavarása, amely az olvadékkezelési és szállítási folyamatok során gyakran előfordul, legtöbb esetben bifilmek képződését eredményezi. A fémekben lévő bifilmek mennyiségének vizsgálata a jelenleg alkalmazott technológiákkal rendkívül nehéz feladat, így az eltávolításuk érdekében alkalmazott olvadékkezelések hatékonyságát, valamint az öntött alkatrészek gyártásához felhasznált ötvözetömbök és folyékony fém minőségét csak jelentős mértékű pontatlansággal lehet megállapítani [2, 3].

Az olvadékban jelenlévő bifilmek térfogatuk növekedése közben könnyen pórusokká alakulhatnak a fém kristályosodása során, mivel az oldott hidrogén atomok a kettős oxidhártá belsejébe diffundálnak a fém hidrogénoldó képességének csökkenése következtében, ahol H₂ gáz formájában kiválnak. Emellett a kettős hárták tágulását és pórusok képződését eredményezheti a dermedési zsugorodás okozta lokális nyomásesés is [4]. Ipari gyakorlatban széleskörűen ismert és alkalmazott olvadékvizsgáló módszerek alapulnak alacsony nyomáson dermedt minták (reduced pressure test (RPT)) különböző szempontok alapján történő kiértékelésén. Az alacsony nyomáson dermedő olvadékban a hidrogén oldhatósága kisebb, ezért a minta dermedése során a H₂ gáz kiválása fokozottabb. Emellett a kettős hárták által bezárt levegő és az olvadékból kiváló H₂, az általános gáztörvénynek megfelelően, kisebb nyomáson kitágul, ezért a pórusok növekedése könnyebben végbemegy. Mivel a bifilmek a pórusképződés kiindulási helyei, így az RPT próbatestek felhasználhatók a fém bifilm-, és gáztartalmának (oldott hidrogén és bezárt levegő) jellemzésére [5]. A bifilmtartalom jellemzésének egyik lehetséges módszere az ún. Bifilm-Index (BI) meghatározása [6, 7]. A BI a minta keresztmetszeti felületén található pórusok legnagyobb méreteinek az összege ($BI = \sum_{i=1}^n L_{max}(i)$, ahol n a pórusok mennyisége, L_{max} az egyes pórusok legnagyobb átmérője). A BI növekedésével az adott ötvözet bifilmtartalma nő, ezzel együtt szilárdsági tulajdonságai romlanak. Az RPT próbatestek komputer tomográfia segítségével is megvizsgálhatók, így átfogóbb kép adható a mintában lévő pórusok és az azokat kiváltó bifilmek mennyiségéről, méretéről és térbeli eloszlásáról [8, 9].

Jelenleg az öntődékben alapanyagként felhasznált ötvözetömbök bifilm- és gáztartalmának ellenőrzésére nincs általánosan elfogadott módszer. Azonban, ahogy azt ERZY és társai [10] is bemutatták, az eltérő gyártótól származó ötvözetömbök minősége olyan mértékben is eltérhet, ami a késztermék tulajdonságait is jelentősen befolyásolhatja. ERZY és társai [10] ezért bevezették az ún. Beszállítói Minőség Indexet (BMI), amely az ötvözetömbök megolvasztását követően öntött szakítópálcák szilárdsági tulajdonságait, spirálpróbák kifolyási hosszait és RPT próbatestek Bifilm-Index értékeit figyelembevéve minősíti az ötvözetömböket. Ezen módszer azonban meglehetősen körülményes, valamint alkalmazásakor fennáll annak a veszélye, hogy az alkalmazott olvasztási és mintavételezési technika befolyásolhatja az eredményeket. ERZI és TIRYAKIOĞLU [11] megközelítése szerint az ötvözetömbök minősíthetők oly módon, hogy azokból olyan próbatesteket munkálnak ki, amelyek pontosan illeszkednek az RPT mintavető acéltégelyekbe. A darabok megolvaszthatók az acéltégelyekben, majd vákuumkamrába helyezhetők. Ily módon olyan RPT minták állíthatók elő, amelyek mintavételezése nem igényel öntést, ezzel a mintavételből származó bifilmképződés kiküszöbölhető. A módszer lehetséges hátránya, hogy a minta az acéltégelybe tapadhat, nem megfelelő tégelybevonat alkalmazásakor pedig a bevonatból az olvasztási hőmérsékleten gázok szabadulhatnak fel. Emellett, amennyiben a minta nem megfelelően illeszkedik a tégelyhez, levegőbezáródások alakulhatnak ki. Ezen problémákat küszöböli ki FOX és CAMPBELL [12] módszere, amely során a minősítendő tömbből kivágott mintát egy valamilyen porózus hordozóközeget tartalmazó acél tégelyben olvasztják meg (1. ábra), majd helyezik vákuumkamrába. Porózus közegeként alkalmazható kvarchomok, amely az olvasztási és dermedési folyamat alatt csak elhanyagolható mértékben képes reakcióba lépni az ötvözetmintával. A szerzők szerint a kivágott darab gyakorlatilag tetszőleges alakú lehet, valamint az alkalmazott tégely méreteitől függően a mintaméret is tág határok között változtatható. Ezzel szemben, mivel a lehülési sebesség erőteljesen befolyásolja a pórusképződési folyamatot, az alkalmazott mintageometria, tégelyméret és homokmennyiség jelentősen befolyásolhatja a módszer alkalmazhatóságát. Túl nagy dermedési sebesség esetén a pórusképződés akadályozott és a fémbe lévő bifilmek nem nőnek detektálható méretűvé. Túl lassú dermedés esetén fennáll annak a veszélye, hogy a kristályosodás kezdeti szakaszában kitáguló bifilmek a mintában felúsznak, majd a felületi oxidhártyát átszakítva gáztartalmuk a légtérbe távozik, ami a bifilm- és gáztartalom pontatlan jellemzését eredményezi.



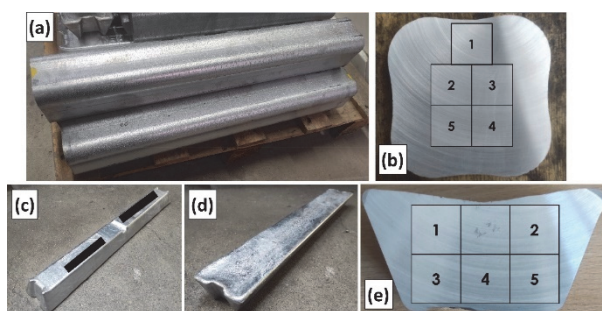
1. ábra. Az alkalmazott alapanyagvizsgálati módszer vázlatja

Kutatómunkánk során FOX és CAMPBELL [12] alapanyag minősítő módszerét vettük alapul (1. ábra) és alkalmaztuk két eltérő szállítótól és eltérő technológiával gyártott AISi9Mn ötvözet tömb minőségének összehasonlítására. A mintageometria és az alkalmazott homokmennyiség megválasztásához dermedési szimulációkat hajtottunk végre annak érdekében, hogy a darabok dermedési ideje minél közelebb essen az azonos ötvözetből öntött hagyományos RPT mintákéhoz. Végül a tömbminősítő módszer eredményeit hagyományos RPT mintákon végrehajtott számítógépes képelemzés eredményeivel is összevetettük.

2. VIZSGÁLATI KÖRÜLMÉNYEK

Kutatómunkánk első lépéseként dermedési szimulációkat hajtottunk végre a NovaFlow&Solid öntészeti szimulációs szoftver gravitációs öntészeti moduljának segítségével. Annak érdekében, hogy az 1. ábrán bemutatott vizsgálati módszer esetén a próbatestek dermedési sebessége hasonló legyen a hagyományos RPT mintákéhoz, először egy 700 °C-on öntött, 90 g tömegű, Al-9%Si-0,4%Mn-0,15%Fe anyagú RPT minta 300 °C-ra előmelegített, 0,5 mm vastag fekecsréteggel (hővezető képesség 0,76 W/m·K) bevont acéltégelyben történő kristályosodását szimuláltuk. Ezt követően az 1. ábrán ismertetett módon megolvasztott próbatestek dermedési idejének meghatározása érdekében többféle mintaméret és homokmennyiség esetén is végeztünk szimulációkat, amelyek részletes ismertetésétől területi korlátok miatt eltekintünk. A szimulációk alapján további vizsgálatainkhoz 20x20x10 mm mintaméretet és 33 g tömegű kvarchomok mennyiséget választottunk.

A vizsgálandó AlSi9Mn ötvözetömbök két különböző gyártótól származnak. Az egyik félfolyamatos öntéssel (2. (a, b) ábra), míg a másik gravitációs öntési technológiával (2. (c-e) ábra) készült. A tömbök kémiai összetételét optikai emissziós spektroszkópiával ellenőriztük, amely vizsgálat alapján megállapítható, hogy a darabok összetétele csak kismértékben tér el egymástól (1. táblázat). A tömbökből 2-2 db 1 cm vastagságú szeletet vágunk ki, amelyekből metszetenként 5 db mintát munkáltunk ki a 2. (b) és (e) ábra által jelölt mintavételi helyekről.



2. ábra. (a,b) Félfolyamatosan és (c-e) gravitációsan öntött tömbök, jelölve a tömbök keresztmetszetein a mintakimunkálási helyeket (b, e)

A vizsgált ötvözetminták kémiai összetétele

1. táblázat

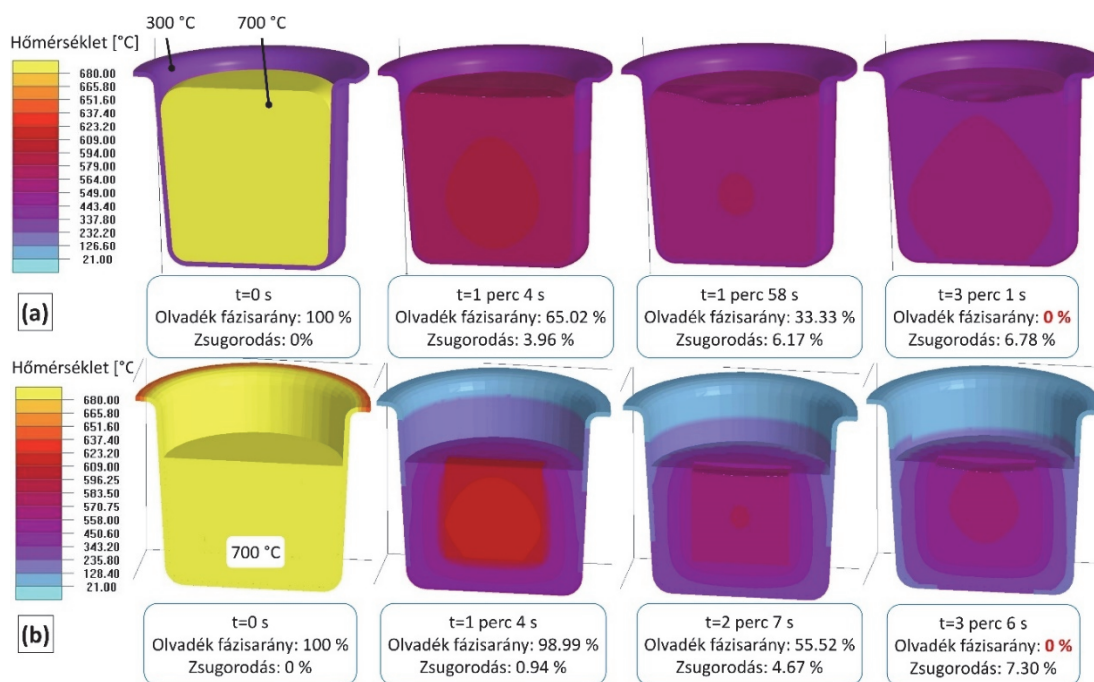
Minta	Si [m/m %]	Fe [m/m %]	Mn [m/m %]	Zn [m/m %]	Ti [m/m %]	Sr [m/m %]	Zr [m/m %]
Félfolyamatosan öntött	9,377	0,145	0,515	0,004	0,013	0,011	0,001
Gravitációsan öntött	8,811	0,134	0,474	0,021	0,072	0,014	0,103

A kimunkált mintákat az olvasztási folyamat megkezdése előtt 1 órán keresztül 530 °C-on hűtöttük egy elektromos ellenállásfűtésű kemencében a felületi szennyeződések eltávolítása érdekében. Az olvasztási közegként szolgáló kvarchomokot 700 °C-on izzítottuk 1 órán keresztül a minták homokba helyezése előtt. Az olvasztást 700 °C-os ellenállásfűtésű kemencében végeztük, előzetes mérések alapján az olvasztási időtartamot 20 percen határoztuk meg, amely elegendő ahhoz, hogy a szilárd darab megolvadjon és hőmérséklete elérje 700 °C-t. A minták 80 mbar nyomású vákuumkamrában dermedtek meg 6 perces tartózkodási időtartam mellett. Kiegészítő vizsgálatként hagyományos RPT minták is készültek oly módon, hogy agyaggrafit tégelyekben 500 g tömegű tömbdarabokat olvasztottunk, majd a 700 °C olvadáshőmérséklet elérését követően 3 db RPT próbatestet vettünk a minták öntőformájaként szolgáló acéltégelyek olvadékba merítésével.

A mintákat félbevágtuk, majd a vágott mintafelületeket 180-as, 320-as és 500-as finomságú, SiC csi-szolópapír segítségével megcsiszoltuk. A mintafelületekről 1000 dpi (pixel per hüvelyk) felbontású felvételeket készítettünk egy szkener segítségével. A képek elemzése a MATLAB Image Processing Toolbox szoftver segítségével történt. A képelemzés során meghatároztuk a Bifilm-Index, a minták keresztmetszeti felületére normalizált Bifilm-Index, a területi pórus darabsűrűség, a pórus területarány és a keresztmetszeti felületre normalizált póruskerület (fajlagos póruskerület) értékeit.

3. VIZSGÁLATI EREDMÉNYEK

A 3. ábrán a hagyományos (3. (a) ábra) és homok közegben megolvasztott RPT minták (3. (b) ábra) időbeli hőmérsékletváltozását foglaltuk össze, amelyet dermedési szimuláció segítségével határoztunk meg. Mindkét típusú minta esetén a kiindulási olvadáshőmérséklet a kísérleti körülményeknek megfelelően 700 °C volt. Különbség azonban, hogy a hagyományos RPT próba 300 °C-os acéltégelyben, míg a visszaolvasztott minta 700 °C-ra előmelegített kvarchomokban (és tégelyben) kezdi meg a hűlési és kristályosodási folyamatot. A 0 % olvadék fázisarány eléréséhez szükséges idő a kétfajta minta esetén mindösszesen 5 s-mal tér el egymástól, így megállapítható, hogy a minták dermedési ideje közel azonos.



3. ábra. Dermedési szimuláció segítségével meghatározott keresztmetszeti hőmérséklet-eloszlások a (a) hagyományos és a (b) tömbből kimunkált próbatestek kristályosodásának különböző időpillanataiban

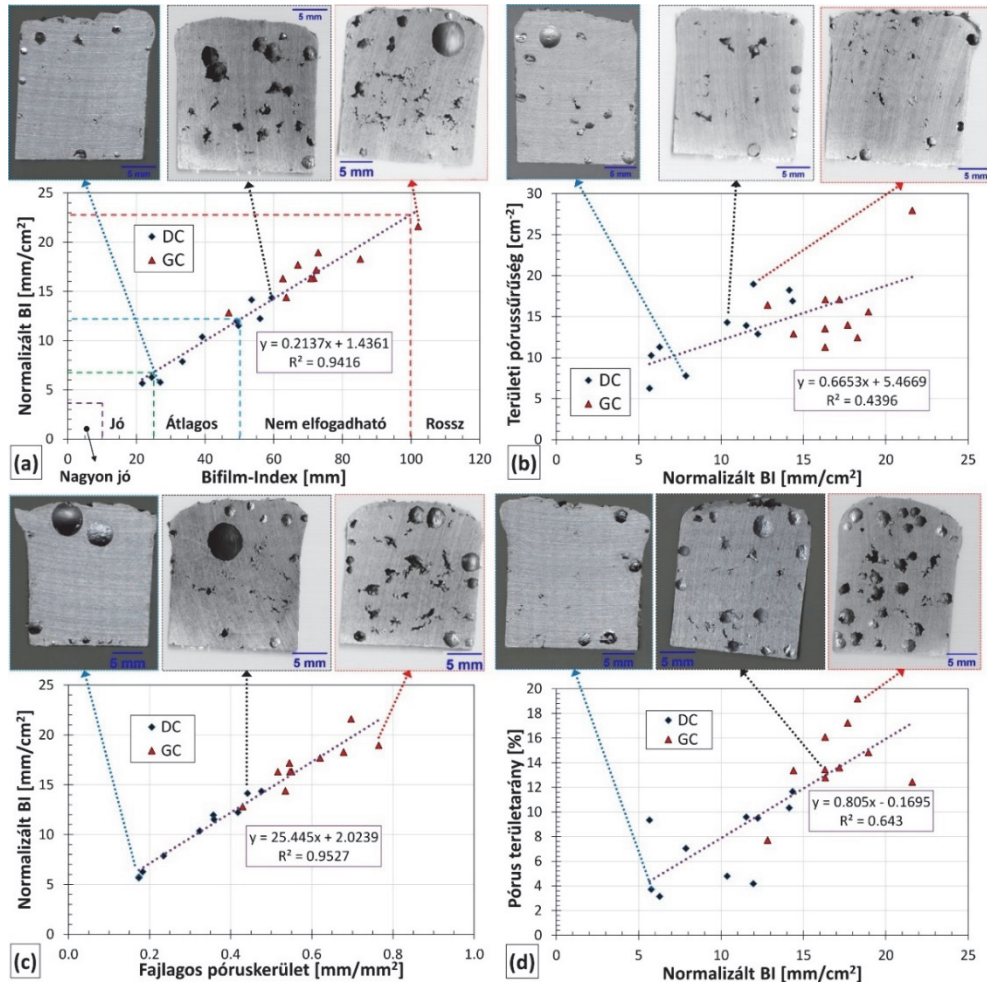
A 2. táblázat a homok közegben visszaolvasztott mintákra vonatkozóan összegzi a számítógépes képelemzés segítségével meghatározott porozitás paramétereiket. A 4. ábra az említett paramétereket veti össze egymással. Az összesített eredmények alapján egyértelmű különbségek fedezhetők fel a kétféle technológiával öntött tömbök próbatestjeinek porozitás paramétereinek között: a gravitációsan öntött tömbökre vonatkozó eredmények minden esetben magasabbak, ami nagyobb mértékű szennyezettségre utal. Az átlagos pórus területarány csaknem kétszerese, az átlagos BI több mint másfélszerese a félfolyamatosan öntött tömbre vonatkozó értékeknek. Ez alapján a gravitációsan öntött tömb gáz- és bifilmtartalma jelentősen nagyobb, mint a félfolyamatosan öntött tömbé, ami összhangban van ERZI és TIRYAKIOĞLU [11] kísérleti megfigyeléseivel, akik AlSi7Mg0,3 ötvöztömbök vizsgálatok során arra a következtetésre jutottak, hogy a félfolyamatosan öntött tömbök minősége kedvezőbb. ULUDAĞ és társai [13] szerint a Bifilm-Index alapján különböző minőségi osztályok határozhatók meg: $0 \text{ mm} \leq \text{BI} \leq 10 \text{ mm}$ esetén nagyon jó, $10 \text{ mm} \leq \text{BI} \leq 25 \text{ mm}$ esetén jó, $25 \text{ mm} \leq \text{BI} \leq 50 \text{ mm}$ esetén átlagos, $50 \text{ mm} \leq \text{BI} \leq 100 \text{ mm}$ esetén nem elfogadható, $\text{BI} \geq 100 \text{ mm}$ esetén pedig rossz a fémminőség. Ezen csoportosítás szerint a félfolyamatosan öntött tömb az „átlagos”, míg a gravitációs öntéssel készült tömb a „nem elfogadható” kategóriába tartozik. Fontos azonban kiemelni, hogy ULUDAĞ és társai hagyományos geometria szerinti RPT mintákat vizsgáltak, amelyek keresztmetszeti felülete jóval nagyobb, mint az esetünkben vizsgált visszaolvasztott mintáké.

Képelemzés összesített eredményei

2. táblázat

Paraméter	Félfolyamatosan öntött	Gravitációsan öntött
Pórus területarány [%]	$7,33 \pm 3,14$	$14,07 \pm 3,10$
Területi pórusűrűség [cm^{-2}]	$13,07 \pm 4,26$	$15,82 \pm 4,71$
Fajlagos póruskerület [mm/mm^2]	$0,31 \pm 0,12$	$0,59 \pm 0,10$
Bifilm-Index (BI) [mm]	$41,37 \pm 14,02$	$71,55 \pm 14,50$
Normalizált Bifilm-Index [mm/cm^2]	$10,01 \pm 3,38$	$16,99 \pm 2,42$

A BI és mintaterületre normalizált BI értékeket összehasonlítva (4. (a) ábra) elmondható, hogy az értékek lineáris tendenciától való eltérése kismértékű, ami annak tudható be, hogy a darabok keresztmetszeti területe csak kismértékben tért el egymástól. A normalizált BI, valamint a területi pórusűrűség (4. (b) ábra) között egyértelmű kapcsolatot nem fedeztünk fel, ami összhangban van ULUDAĞ és társai [13] eredményeivel, viszont ellentmond DISPINAR és CAMPBELL [14] eredményeinek. A pórus területarány és a normalizált BI (4. (d) ábra) viszonylag nagy pontatlansággal követik a lineáris tendenciát, ami szintén összhangban van ULUDAĞ és társai [13] eredményeivel.

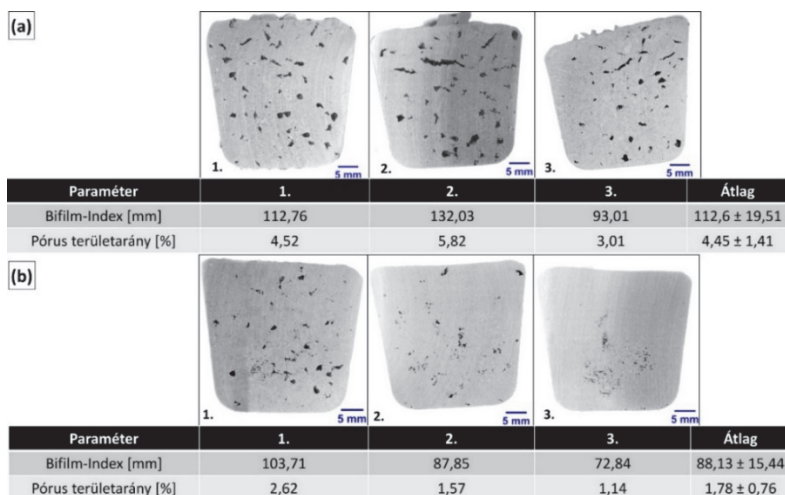


4. ábra. (a-f) Számítógépes képelemzés segítségével meghatározott paraméterek összehasonlítása (DC a félfolyamatosan, míg a GC a gravitációsan öntött tömbök eredményeit jelöli)

Érdekes módon, legjobb tudomásunk szerint nem található olyan tanulmány a szakirodalomban, amely a fajlagos póruskerületet, mint paramétert figyelembe venné az RPT minták kiértékelése során, pedig a paraméter a háromdimenziós vizsgálatok esetén alkalmazott fajlagos pórusfelület paraméter kétdimenziós alternatívájaként alkalmazható. A normalizált BI és fajlagos póruskerület értékek között esetünkben egyértelmű lineáris korreláció határozható meg (4. (c) ábra). A 4. ábrán bemutatott eredmények szintén azt jelzik, hogy a gravitációsan öntött tömbök bifilm- és gáztartalma nagyobb: általánosan elmondható, hogy a vizsgált paraméterpárok alacsonyabb értékeihez jellemzően félfolyamatosan öntött tömbökhöz tartozó darabok tartoznak. Hasonló tendenciát mutatnak az 500 g tömegű tömbdarabok megolvasztása után vett RPT minták keresztmetszeti képelemzésének eredményei is (5. ábra). Az 5. ábrán terjedelmi korlátok miatt csak a bifilm tartalmat jellemző Bifilm-Indexet, illetve a gáztartalmat jellemző pórus területarány eredményeket ismertettük. Ez alapján a gravitációsan öntött tömbök megolvasztását követően rosszabb minőségű olvadékot nyerünk. Ez arra vezethető vissza, hogy a tömbök gravitációs öntése esetén általában nagyobb az olvadék esési magassága, ami kedvez a bifilmképződésnek és a levegőbezáródásnak.

ÖSSZEFOGLALÁS

Jelen tanulmányunkban egy olyan alapanyagminősítő módszert ismertettünk, amely segítségével egyszerűen és költséghatékonyan minősíthető a betétanyagként felhasznált ötvözetömbök kettős oxidhártya- és gáztartalma. Az AlSi9Mn ötvözetömbökön elvégzett vizsgálatok alapján a félfolyamatos öntési technológiával előállított tömbök bifilm- és gáztartalma alacsonyabb, így felhasználásukkor az alkalmazott olvadéktisztító kezelések paraméterei gazdasági szempontból előnyösebbek lehetnek (pl. rövidebb kezelési idő, kevesebb kezelőanyag), mint a gravitációsan öntött tömbök felhasználása esetén.



5. ábra. (a) Gravitációs és (b) félfolyamatos öntéssel készült tömbdarab megolvasztása után vett hagyományos RPT minták képelemzésének eredményei

Köszönetnyilvánítás



A Kulturális és Innovációs Minisztérium ÚNKP-22-3 kódszámú Új Nemzeti Kiválóság programjának a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alapból finanszírozott szakmai támogatásával készült. Köszönjük a NovaCast Systems AB cég támogatását, hogy hozzáférést biztosított a NovaFlow&Solid szimulációs programhoz.

Irodalmi hivatkozások

1. J. CAMPBELL, 2012: Stop Pouring, Start Casting, *International Journal of Metalcasting*, **6**, 7–18.
2. J. CAMPBELL, 2004: *Castings Practice-The 10 Rules of Castings*, Elsevier
3. M. JOLLY 2005: Prof. John Campbell's Ten Rules for Making Reliable Castings, *JOM*, **57/5**, 19–28.
4. D. DISPINAR, J. CAMPBELL, 2004: Critical Assessment of Reduced Pressure Test. Part 1: Porosity Phenomena, *International Journal of Cast Metals Research*, **17/5**, 280–286.
5. S. FOX, J. CAMPBELL, 2000: Visualisation of Oxide Film Defects During Solidification of Aluminium Alloys, *Scripta Materialia*, **43**, 881–886.
6. D. DISPINAR, J. CAMPBELL, 2004: Critical Assessment of Reduced Pressure Test. Part 2: Quantification, *International Journal of Cast Metals Research*, **17/5**, 287–294.
7. D. DISPINAR, 2019: Melt Quality Assessment, *Encyclopedia of Aluminum and Its Alloys*, 1430–1445.
8. G. GYARMATI, et al. 2019: Characterization of the Double Oxide Film Content of Liquid Aluminum Alloys by Computed Tomography, *Materials Characterization*, **157(C)**, 109925.
9. K. HABERL et al. 2009: Characterization of the Melt Quality and Impurity Content of an Lm25 Alloy, *Metallurgical and Materials Transactions B*, **40/6**, 812–821.
10. E. ERZI et al. 2019: Determination of Acceptable Quality Limit for Casting of A356 Aluminium Alloy: Supplier's Quality Index (SQI), *Metals*, **9/9**, 957.
11. E. ERZI, M. TIRYAKIOĞLU, 2020: A Simple Procedure to Determine Incoming Quality of Aluminum Alloy Ingots and Its Application to A356 Alloy Ingots, *International Journal of Metalcasting*, **14**, 999–1004.
12. S. FOX, J. CAMPBELL, 2002: Liquid Metal Quality, *International Journal of Cast Metals Research*, **14/6**, 335–340.
13. M. ULUDAĞ, et al. 2018: On the Interpretation of Melt Quality Assessment of A356 Aluminum Alloy by the Reduced Pressure Test, *International Journal of Metalcasting*, **12/4**, 853–860.
14. D. DISPINAR, J. CAMPBELL, 2011: Porosity, Hydrogen and Bifilm Content in Al Alloy Castings, *Materials Science and Engineering A*, **528/10–11**, 3860–3865.