

## KARAKTERIZACIJA HITRO STRJENE EVTEKTIČNE ZLITINE Al-Si

### CHARACTERISATION OF RAPIDLY SOLIDIFIED Al-Si EVTECTIC ALLOY

**Bojan Hertl<sup>1</sup>, Ladislav Kosec<sup>2</sup>, Anton Smolej<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana

<sup>2</sup>Naravoslovnotehniška fakulteta-OMM, Univerza v Ljubljani

*Prejem rokopisa - received: 1998-11-10; sprejem za objavo - accepted for publications: 1999-01-11*

Postopek hitrega strjevanja je eden od načinov, da dosežemo kemijsko homogeno in drobno zrnato mikrostrukturo zlitin. Po postopku vodne atomizacije smo izdelali prahove zlitine AlSi12. Zaradi vpliva hitrega strjevanja na evtektične delce smo pri različnih hitrostih ohlajanja preiskali vrsto in debelino oksidne plasti ter njihovo mikrostrukturo. Debelino oksidne plasti smo ocenili z Augerjevo elektronsko spektroskopijo. Vrsto oksidne plasti smo določili z rentgensko difrakcijsko analizo. Vrščni elektronski mikroskop smo uporabili za morfološke in mikrostrukturne preiskave.

Ključne besede: prahovi AlSi12, vodna atomizacija, oksidne plasti

Rapid solidification processing is the way to achieve great microstructural refinement. The water atomisation technique has been used to produce rapidly solidified AlSi12 powders. Due to influence of rapid solidification on the eutectic particles the type of the oxide layers, the thickness of the oxide layers and the microstructure after different cooling rates were observed. The thickness of the oxide layers was evaluated by Auger Electron Spectroscopy (AES). The type of the oxide was determined by X-Ray Diffraction method (XRD). Scanning Electron Microscopy (SEM) was used for morphological and microstructural observations.

Key words: AlSi12 powders, water atomisation, oxide layers

#### 1 UVOD

Stopnja oksidacije kovinskih delcev med atomizacijo igra pomembno vlogo pri nadaljni predelavi kovinskih prahov in vpliva na končne mehanske lastnosti izdelka<sup>1-3</sup>. Razvoj mikrostrukture pri različnih hitrostih ohlajanja prav tako vpliva na lastnosti materiala<sup>4</sup>. Oba vplivna parametra smo spremljali pri vodni atomizaciji evtektične zlitine AlSi12.

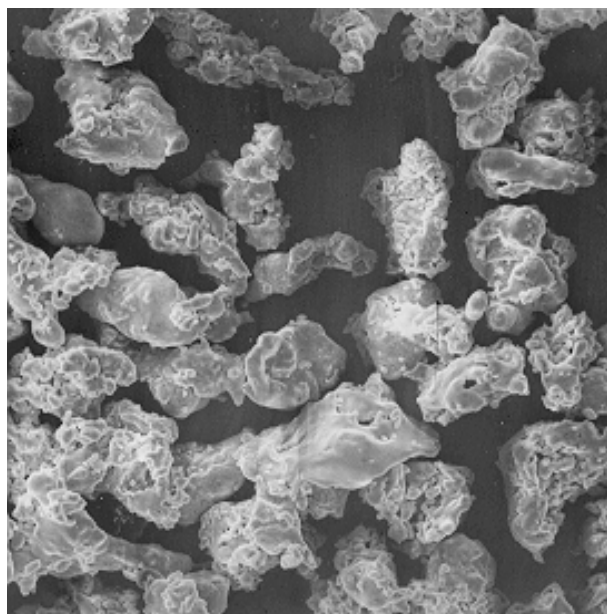
#### 2 EKSPERIMENTALNO DELO

Talino zlitine AlSi12 smo izdelali v nagibni indukcijski peči. Po razplinjenju smo talino pri 800°C prelili v predgreto vmesno posodo. Ulivni lonec je imel na dnu odprtino, ki je omogočala pretok taline v atomizacijsko komoro, kjer smo pri konstantnem tlaku približno 200 bar razpršili nastali kovinski curek. Med razprševanjem taline smo atomizacijsko komoro prepihovali z dušikom. Po odstajanju in izpustu tehnološke vode iz zbiralne komore ter sušenju prahov smo naredili sejnalno analizo. Preiskave smo izvedli pri prahovih v velikostnem razredu 90-125µm in <45µm. Obliko, površino in mikrostrukturo delcev smo analizirali na vrščnem elektronskem mikroskopu.

#### 3 REZULTATI

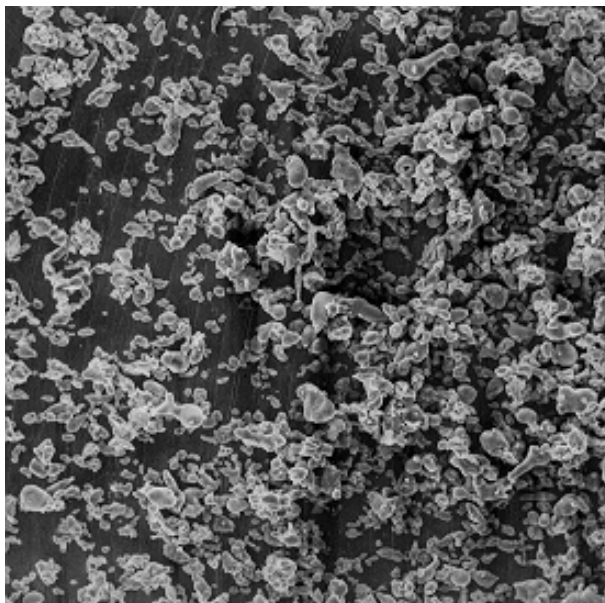
Na elektronskem mikroskopu smo v dveh velikostnih razredih ugotovili nepravilno ovalno obliko delcev

zlitine AlSi12 (**sliki 1 in 2**). Z Augerjevo elektronsko spektroskopijo smo ocenili, v kolikšni meri se med vodno atomizacijo površina delcev oksidira. Pri meritvah smo uporabili primarni curek elektronov premera okoli 40 mikrometrov. Vzorce smo ionsko jedkali z dvema



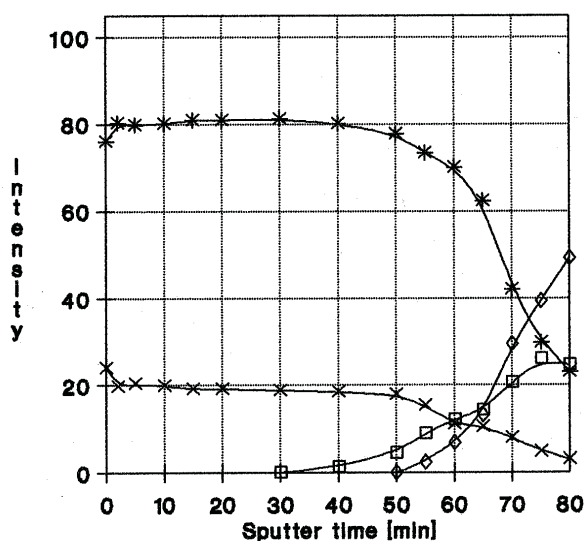
**Slika 1:** Vodnoatomizirani delci AlSi12 v velikostnem razredu 90-125µm (SEM)

**Figure 1:** Water atomised AlSi12 particles in the size range 90-125µm (SEM)

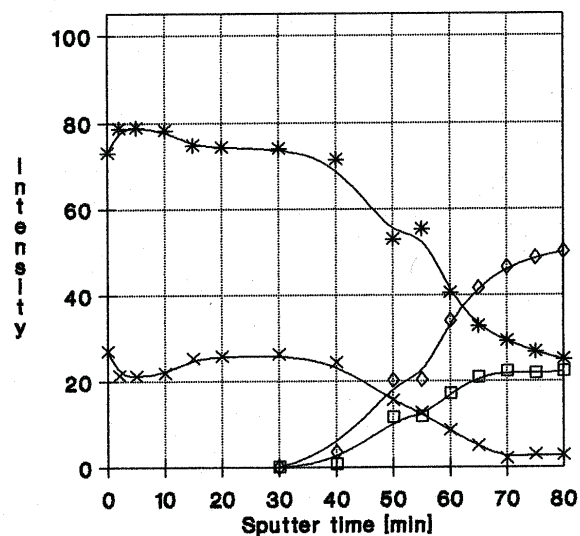


**Slika 2:** Vodnoatomizirani delci AlSi6 v velikostnem razredu <45µm (SEM)  
**Figure 2:** Water atomised AlSi6 particles in the size range <45µm (SEM)

curkoma Ar<sup>+</sup> ionov pri vpadnem kotu 47°. Hitrost jedkanja, izmerjena na standardu Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, je bila okoli 6 nm/min. Zaradi medsebojne primerjave rezultatov smo vse vzorce preiskovali pri enakih analiznih parametrih. Primeri rezultatov, podanih v profilnih diagramih, prikazujejo spremembo koncentracije posameznih elementov v relativnih enotah v odvisnosti od časa ionskega jedkanja (sliki 3 in 4). V diagramih je navedena koncentracija aluminija, vezanega na oksid, čistega kovinskega aluminija ter silicija in kisika. Debelino oksidne plasti smo izračunali iz časa,



**Slika 3:** AES globinski profil oksidne plasti (delci AlSi12, 90-125µm)  
**Figure 3:** AES depth profile of the oxide layer (AlSi12 particles 90-125µm)



**Slika 4:** AES globinski profil oksidne plasti (delci AlSi12, <45µm)  
**Figure 4:** AES depth profile of the oxide layer (AlSi12 particles <45µm)

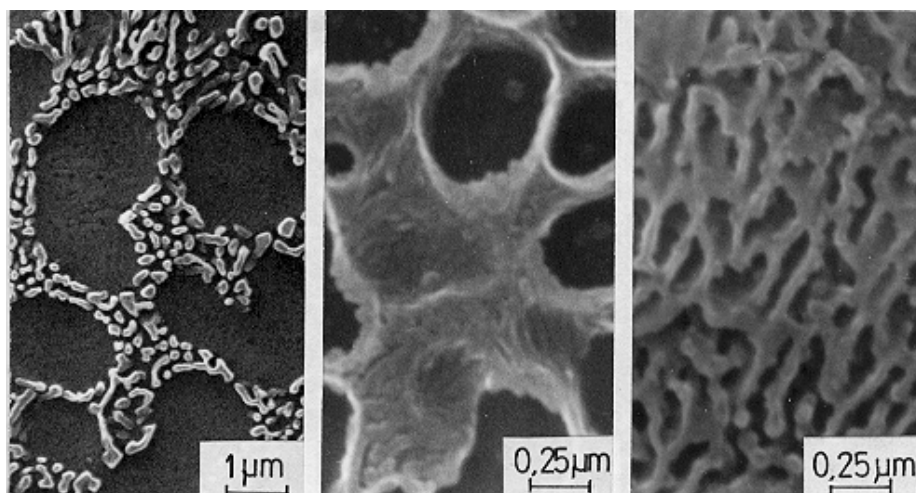
potrebnega za ionsko jedkanje od površine vzorcev do sredine fazne meje med oksidno plastjo in spodnjo kovinsko podlago (pri 50% padcu intenzitete konice aluminija, vezanega v oksid), in ob upoštevanju hitrosti ionskega jedkanja na standardu Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (tabela 1).

**Tabela 1:** Debeline oksidnih plasti, ocenjene z analizo AES  
**Table 1:** Oxide thicknesses evaluated by AES analysis

Vzorec	Velikostni razred (µm)	Čas ionskega jedkanja (min)	Debelina oksida (nm)
AlSi12/1	90-125µm	71,5	430
AlSi12/2	<45µm	61,5	370

Zaradi nepravilne ovalne oblike enega večjega delca ali konglomerata manjših je tako imenovani topografski efekt med ionskim jedkanjem vzorcev vplival na ločljivost in ostrino faznih mej med oksidno plastjo in podlago. Natančnejšo debelino bi bilo mogoče ugotoviti samo na gladkih površinah. Meritve pokažejo, da je minimalna razlika v debelini oksidne plasti delcev v velikostnem razredu 90-125 µm in delcev v velikostnem razredu <45 µm. Razlike izračunanih debelin oksidov v posameznem velikostnem razredu delcev so v okviru napake meritev.

Po ocenitvi debelin oksidnih plasti smo z rentgensko difrakcijsko analizo ugotavljali tip oksidne plasti. Pri različni velikosti delcev smo dobili podobne rentgenske difrakcijske spektre. Ne glede na majhen volumski delež oksida smo jasno razpoznali nekatere intenzitetne vrhove (B<sub>1</sub>-B<sub>4</sub>), ki definirajo prisotnost boehmita (AlOOH) na zunanji površini delcev (tabela 2).



**Slika 5:** Mikrostruktura zlitine AlSi12 glede na hitrosti ohlajanja (SEM); a)  $10^4$  K/s, b)  $10^5$  K/s, c)  $10^6$  K/s

**Figure 5:** Microstructure of AlSi12 alloy with regard to different cooling velocities (SEM); a)  $10^4$  K/s, b)  $10^5$  K/s, c)  $10^6$  K/s

**Tabela 2:** Intenzitetni vrhovi rentgenske difrakcijske analize B<sub>1</sub> - B<sub>4</sub>

**Table 2:** XRD measured intensity peaks B<sub>1</sub> - B<sub>4</sub>

Vrh	2θ(°)	(h k l)
B <sub>1</sub>	14,458	(0 2 0)
B <sub>2</sub>	28,181	(1 2 0)
B <sub>3</sub>	38,337	(0 3 1)
B <sub>4</sub>	48,930	(0 5 1)

Spremljali smo spreminjanje mikrostrukture vodnoatomiziranih delcev in ocenjevali hitrosti ohlajanja glede na spremembo mikrostrukturnih parametrov. V velikostnem razredu delcev 90-125 μm smo ugotovili hitrosti ohlajanja  $10^4$  K/s. Hitrost  $10^6$  K/s je ustrezala mikrostrukturi delcev <45 μm. Znotraj omenjenih velikostnih razredov smo poiskali mikrostrukturo, značilno za hitrost ohlajanja  $10^5$  K/s (slika 5).

Pri hitrosti ohlajanja  $10^4$  K/s je za zlitino AlSi12 še značilna podevtektska mikrostruktura sestavljena iz trdne raztopine α in iregularnega (nepravilnega) evtektika. Evtektična vlakna silicija imajo zaradi velike hitrosti ohlajanja že zaobljene površine, vendar obstaja podoben mehanizem razvejitve kot pri rasti facetirane faze evtektičnega silicija. Pri hitrosti ohlajanja  $10^5$  K/s smo ugotovili zmanjšanje deleža trdne raztopine α in spremembo oblike evtektika. V medceličnem področju je vidna dupleksna mikrostruktura, iz katere lahko sklepamo na istočasno rast obeh evtektičnih faz. Hitrost ohlajanja  $10^6$  K/s evtektične zlitine omogoča, da se ovalne silicijeve lamele v obliki mreže razraščajo v aluminijevi osnovi in jih na stičiščih povezujejo zaobljena področja silicija.

#### 4 SKLEP

V članku smo spremljali vpliv različnih hitrosti ohlajanja evtektične zlitine AlSi12, izdelane s postopkom vodne atomizacije, na vrsto in obliko oksidnih plasti delcev ter na njihovo mikrostrukturo. Ugotovili smo:

- nepravilno ovalno obliko vodnoatomiziranih delcev
- debelino oksidne plasti 0,4μm, ki se bistveno ne spreminja z velikostjo preiskanih delcev
- večinski volumski delež oksidne plasti na površini smo identificirali kot aluminijev hidroksid imenovan boehmit (gama - AlOOH)
- hitrost ohlajanja  $10^4$  K/s v velikostnem razredu delcev 90-125μm in  $10^6$  K/s v velikostnem razredu delcev <45μm
- zaobljenost ostrih robov silicijeve facetirane faze se z večjo hitrostjo ohlajanja povečuje
- prehod iregularne evtektične mikrostrukture v dupleksno pri hitrosti ohlajanja  $10^5$  K/s

#### 5 LITERATURA

- <sup>1</sup> B. Hertl, L. Kosec, J. Vojvodič Gvardjančič: Characterisation of Wateratomised AlSi6 powders, *XV Physical Metallurgy and Materials Science Conference on Advanced Materials & Technologies*, Kraków-Krynica, Poland, 17-21 May (1998) 1195-1198
- <sup>2</sup> B. Kosec, F. Kosel, L. Kosec and Z. Kampuš, *EUROMAT'97, Conference Proceedings*, Vol.1, Maastricht, (1997) 545
- <sup>3</sup> M. Torkar, B. Šuštaršič, *Prakt. Met. Sonderbd.*, 24 (1993) 79
- <sup>4</sup> N. Apaydin and R.W. Smith, *Materials Science and Engineering*, 98 (1988) 194