

Forgó- és haladó mágneses mező hatása az Sn-Cd peritektikus ötvözet kristályosodására

A forgó (RMF) és haladó mágneses térben (TMF) kristályosított peritektikus Sn-Cd ötvözetek szövetszerkezetét vizsgáltuk. Az irányítottan kristályosított peritektikus Sn-Cd ötvözeteknél oszlopos, cellás mikroszerkezet alakul ki. RMF-fel keverve az olvadékat, az alkalmazott mozgató sebességek esetén az oszlopos szerkezet felborul és ekvixiális mikroszerkezet kristályosodik. Kialakul az ún. „karácsonyfa” mikroszerkezet. TMF-fel keverve az olvadékat, az alkalmazott mozgató sebességek esetén az oszlopos szerkezet felborul és ekvixiális mikroszerkezet kristályosodik, de nem alakul ki az ún. „karácsonyfa” mikroszerkezet. Acéljaink egy igen jelentős része peritektikus folyamat útján kristályosodik. Jelen kutatásnak a célja, hogy a kis hőmérsékleten olvadó/kristályosodó Sn-Cd ötvözetek segítségével modellezzük az acélok kristályosodásánál lezajló folyamatokat.

1. Bevezetés

A fémek és ötvözetek kristályosodása során a fémolvadékban a hőmérséklet és koncentrációkülönbségek miatt sűrűségkülönbségek alakulnak ki, melyek gravitációs térben az olvadék áramlását eredményezik. Az olvadékáramlás intenzitása és jellege befolyásolja a kristályosodott ötvözet szövet szerkezetét és tulajdonságait. Az áramlásokat forgó- és haladó mágneses mező segítségével irányított kristályosítás keretében kontrollálni lehet.

Jól ismert, hogy a forgó és a haladó mágneses mező által keltett olvadékmozgás nagyban befolyásolja az ötvözetek makrodúsulását [1, 2]. A forgó és haladó mágneses mező más irányú olvadékmozgást eredményez és ez más mikroszerkezet kialakulásához vezet ugyanazon ötvözet esetében. A forgó mágneses mező alkalmazása esetén az áramlás fő iránya párhuzamos a kristályosodási fronttal, a haladó mágneses mező alkalmazása esetében merőleges rá. A két áramlási irány más módon befolyásolja a kialakuló szerkezetet. A TMF által indukált áramlás jellegében jobban hasonlít a gravitációs mező által létrehozott áramláshoz, mint az RMF által indukált. Számos kutató vizsgálta az

RMF és a TMF hatását különféle ötvözetekre. A peritektikus összetételű, Al-alapú [3–7] szilárdoldatos és eutektikus típusú ötvözetek [8, 9] esetében azonban csak néhány cikk szól a forgó (RMF) és haladó mágneses mező (TMF) keverő hatásáról [10–13].

A tervezett kutatás célja az volt, hogy megismerjük a forgó és haladó mágneses mező hatását az Sn-Cd hiperperitektikus ötvözet kristályosodására.

2. Kísérletek

A kristályosítási kísérletekhez használt kétalkotós Sn-Cd 1,6 t% ötvözetet indukációs olvasztással állítottunk elő, tiszta Sn-ből (99,99 t%) és Cd-ből (99,95 t%), amelyből több lépésben 8 mm átmérőjű rudat húztunk. A kristályosított próbák átmérője 8 mm, hossza 110 mm volt. Az egyirányú kristályosítási kísérletek a korábban már részletesen ismertetett, az MTA–ME Anyagtudományi Kutatócsoportja által kifejlesztett Crystallizer with High Rotating Magnetic Field (CHRMF) és Crystallizer with High Travelling Magnetic Field (CHTMF) berendezésben történtek

[9]. Az olvadékat állandó nagyságú forgó, illetve haladó mágneses mező segítségével áramoltattuk, a kristályosodás befejeződéséig. Az áramlás miatt fellépő szerkezetváltozás megállapítása céljából a próbák első felét (40 mm) mágneses tér nélkül kristályosítottuk. A kristályosítás Bridgman-módszerrel, a gravitációs térrel ellentétes irányban történt, az egyirányú hőelvonást az alul elhelyezett vízhűtés biztosította. A kísérletek közben 13NiCr-Ni (K-típusú) hőelemmel mértük a próbák hőmérsékletét. A kísérleti paramétereket az 1. táblázat tartalmazza. A forgó és haladó mágneses tér indukciója 60 mT, 50 Hz frekvenciájú, a hőmérséklet gradiens 6 K/mm, a próbadarabok mozgató sebessége 0,005 és 0,01 mm/s volt. A kristályosított próbákat a hossz tengelyük mentén kettévágtuk, csiszoltuk, políroztuk és 4%-os Nitáiban marattuk. A próbadarabokon fény- és pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatokat végeztünk. A Cd-koncentrációt a HITACHI S-4800 pásztázó elektronmikroszkóphoz kapcsolt BRUKER AXS típusú EDS mikroszondával mértük, etalon nélkül.

3. Eredmények, következtetés

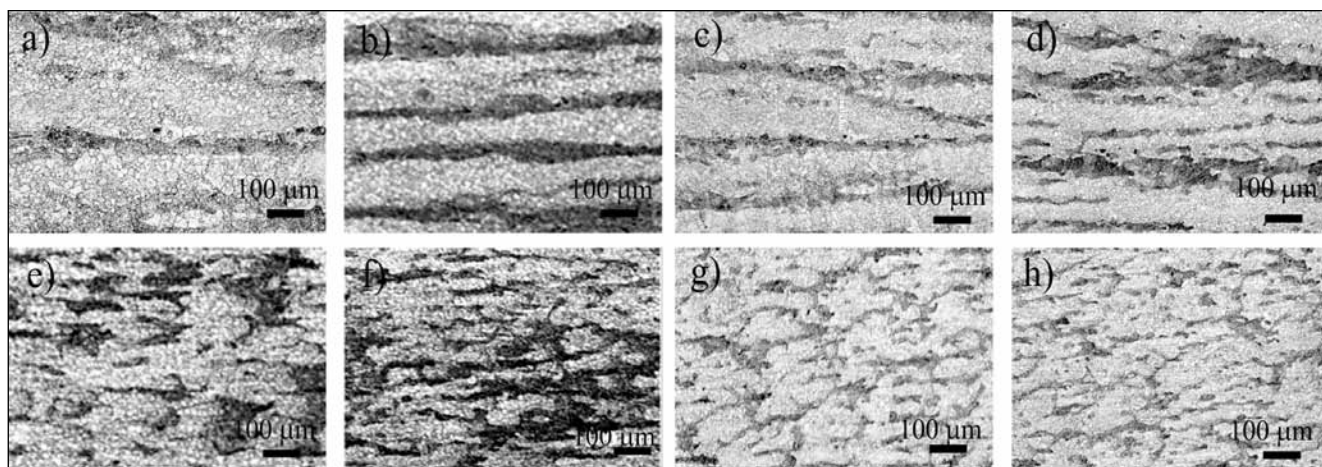
3.1. Kristályosodási út

Az olvadékból primeren az α -fázis (Sn-alapú primer szilárd oldat) cellái (világos területek az ábrákon), majd ezt követően a cellák között közvetlenül az olvadékból jelentős túlhűléssel

1. táblázat. Kísérleti paraméterek

Próbadarab jelölése	B mT	v mm/s	G K/mm	Keverés módja
1	60	0,005	6	RMF
2	60	0,01	6	RMF
3	60	0,005	6	TMF
4	60	0,01	6	TMF

A szerzők szakmai életrajza a 2014/3. számban található.



■ **1. ábra.** Sn-1,6 Cd-ötvözet mesoszerkezete B = 60 mT; a) 0,005 mm/s, nem kevert rész, RMF; b) 0,01 mm/s, nem kevert rész, RMF; c) nem kevert rész, TMF; d) 0,01 mm/s nem kevert rész, TMF; e) 0,005 mm/s, RMF; f) 0,01 mm/s RMF; g) 0,005 mm/s, TMF; h) 0,01 mm/s, TMF

β - (CdSn₄-alapú szekunder szilárd oldat, sötétebb területek az ábrákon) fázis kezdett kristályosodni. A lehűlés során a CdSn₄-fázisból először α -fázis vált ki, majd a maradék vegyület eutektoidos folyamatban átalakult.

3.2. Mezoszerkezet

A hosszcsiszolatok szerkezetét mutatja be az 1. ábra. Az 1a és 1b ábra a nem kevert részt, az 1e és 1f ábrák az RMF berendezéssel kevert részt mutatják, a próbadarabok mozgási sebessége 0,005 mm/s és 0,01 mm/s volt. az 1 és 2 jelű próbadarabok esetében. Az 1a és 1b ábrán megfigyelhető, hogy a próbadarabok nem kevert részén irányított oszlopos (cellás) szerkezet alakult ki hasonlóan az irodalomban található eredményekhez [10]. RMF-fel keverve az olvadékot, az irányított oszlopos szerkezet felbomlott.

Az 1c és 1d ábra a nem kevert részt, az 1g és az 1h a TMF berendezéssel kevert részt mutatja be 0,005 és 0,01 mm/s próbamozgatási sebesség mellett a 3 és 4 jelű próbadarabok esetében. A TMF keverés

nélkül kristályosodott rész szerkezete irányított, oszlopos/cellás lett, amely az áramlás hatására ekvixiális alakult át.

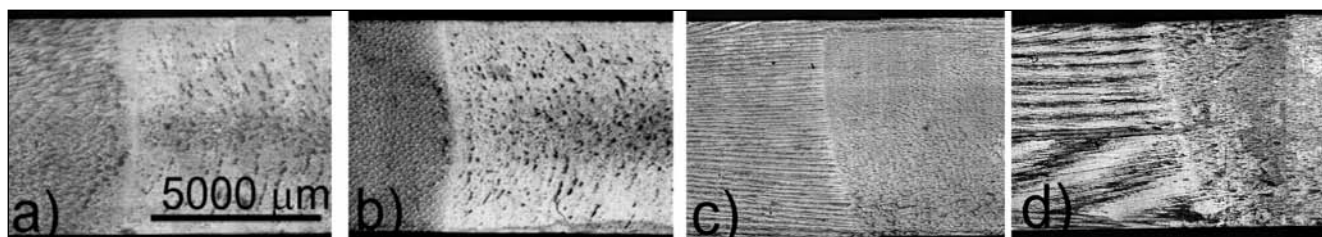
A 2. ábra a kevert és nem kevert részek közötti átmeneti zónát mutatja. A 2a és b. ábra az RMF berendezéssel kevert részek szerkezetét mutatja be 0,005 mm/s és 0,01 mm/s mozgási sebességgel a 3 és 4 jelű próbadarabok esetében. Minkét esetben a keverés során az irányított oszlopos szerkezet felbomlott, a kevert részekben ekvixiális szerkezet alakult ki és létrejött az előző kísérleteknél már tapasztalt „karácsonyfa” mikroszerkezet. Az ábrán a világosabb területek a priméren kristályosodott Sn-szilárd oldat (α -fázis), a „karácsonyfa” szakadozott ágai (sötétebb foltok) a kristályosodás végén keletkezett és a lehűlés során eutektoidosan átalakult CdSn₄ vegyület szilárd oldata [9].

A 2c, d ábrák a kevert és nem kevert részek közötti átmeneti zónák szerkezetét szemléltetik 0,005 mm/s és 0,01 mm/s haladó mágneses mező (TMF) segítségével történt keverés esetén. Megállapítható, hogy a

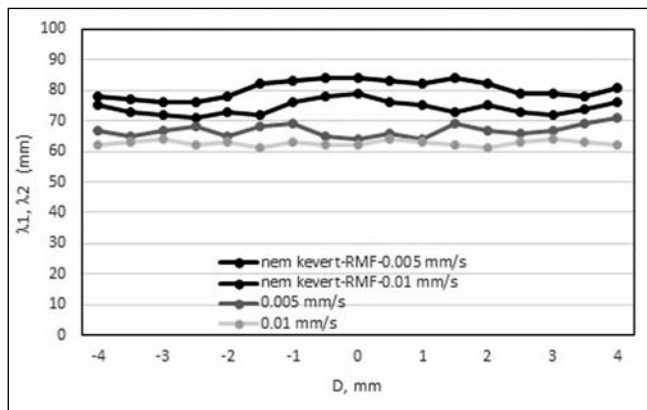
keverés hatására az irányítottan kristályos szerkezet felborult, ekvixiális szerkezet alakult ki, de nem jött létre a „karácsonyfa szerkezet”.

3.3. Mikroszerkezet

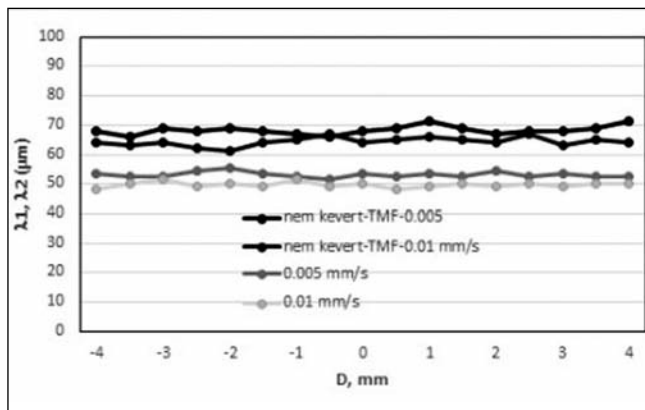
A nem kevert részben az α -szilárd oldat oszlopos/cellás mikroszerkezetű, a kevert részben cellás és dendrites közötti, átmeneti mikroszerkezetű. A nem kevert részben meghatároztuk a cellatávolságot (λ_1), a kevert részben az ekvixiális α -fázis jellemző nagyságát (λ_2) (3. és 4. ábra). A mérést elvégeztük a nem kevert részben az átmenet előtt 20 mm-re, a kevert részben az átmenet után 20 és 60 mm-re, mindkét sebességnél. A kevert részben 20 és 60 mm-nél a λ_2 értéke gyakorlatilag megegyezett mind RMF, mind TMF esetében. A keverés hatására RMF esetében 0,005 mm/s és 0,01 mm/s sebességeknél 16%-kal csökkent a cellatávolság. TMF esetében 0,005 mm/s és 0,01 mm/s sebességeknél 23%-kal csökkent az ekvixiális α -fázis jellemző nagysága.



■ **2. ábra.** A nem kevert/kevert átmeneti rész mikroszerkezete. a) 0,005 mm/s, RMF; b) 0,01 mm/s, RMF; c) 0,005 mm/s, TMF; d) 0,01 mm/s, TMF



■ 3. ábra. Cellaméret változása nem kevert és az ekvixiális α -fázis jellemző mérete forgó mágneses térben kristályosított próbáknál RMF esetén



■ 4. ábra. Cellaméret változása nem kevert és az ekvixiális α -fázis jellemző mérete haladó mágneses térben kristályosított próbáknál TMF esetén

3.4. Makrodúsulás

Az olvadékokban a forgó- és haladó mágneses mezők különböző áramlások kialakulását eredményezik. Az olvadékokban a forgó mágneses tér hatására kétféle áramlás alakul ki. Az olvadék áramlik a próba tengelye körül (primer áramlás) és a tengellyel párhuzamosan (szekunder áramlás). A primer áramlás sebessége egy nagyságrenddel nagyobb, mint a szekunder áramlásé [13]. A primer áramlás hatására a nagyobb Cd-koncentrációjú olvadék a próba tengelye irányába áramlik, ott az olvadék feldúsul, létrehozva a „karácsonyfa” törzsét és az ágakat. A törzsben a koncentráció nagyobb, a törzs és az ágak közötti tartományban a koncentráció kisebb, majd az ágban ismét nagyobb, mint a helyi átlag (5. és 6. ábra).

A minimális és maximális koncentrációk közötti különbség az olvadék/szilárd front haladási sebességének növekedésével csökken, mivel a

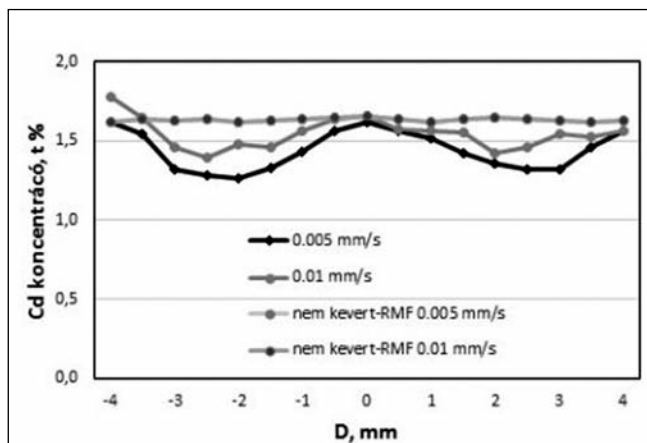
nagyobb sebesség esetén kevesebb idő áll rendelkezésre a dúsulás kialakulásához. A szekunder áramlás hatására a kadmiumban dúsabb olvadék a tengely mentén felfelé áramlik, helyére kadmiumban szegényebb olvadék kerül. Ennek eredményeként keverés bekapcsolásának helyén az átlagkoncentráció hirtelen lecsökken az ötvözet átlagkoncentrációja alá. A bekapcsolás helyétől 20 mm távolságban a Cd-koncentráció átlaga 0,005 mm/s kristályosodási sebesség esetén 1,44, 0,01 mm/s-nál 1,55%. Mindkét esetben kisebb, mint az ötvözet átlag Cd-koncentrációja. Távolodva a keverés bekapcsolásának helyétől az átlagkoncentráció nő, meghaladja az ötvözet átlagkoncentrációját. A fronttól 60 mm-re (gyakorlatilag a próba végén) az átlagok 0,005 mm/s-nál 2,28, 0,01 mm/s-nál 2,46. Nagyobb sebességnél mind az átlag csökkenése mind a növekedése kisebb, mint kis sebességnél. Ennek a magyarázata ugyanaz, mint a primer áramlásnál, a

makrodúsulás kialakulásához kevesebb idő áll rendelkezésre.

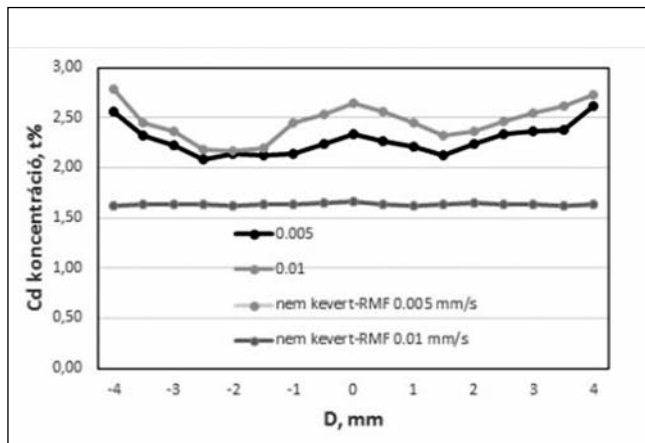
A haladó mágneses tér hatására függőleges áramlás alakul ki, amely során az olvadék áramlik a próba hossz tengelye mentén. Ez az olvadékáramlás jellegében jobban hasonlít a gravitációs mező által létrehozott áramláshoz és ez az áramlás nem hozott létre számottevő makrodúsulást.

A haladó mágneses mezővel kevert darabok esetében a darab közepe és a felsugár koncentrációja között nincs szignifikáns különbség. A 7. ábra bemutatja, hogy 20 mm-re a keverés bekapcsolásának helyétől, az átlagkoncentráció mindkét sebességnél – 0,005 mm/s-nál 1,31, 0,01 mm/s-nál 1,55 – kisebb, mint az ötvözet átlagkoncentrációja, mert az áramlás elszállította a nagy koncentrációjú olvadékot a próba teteje irányába.

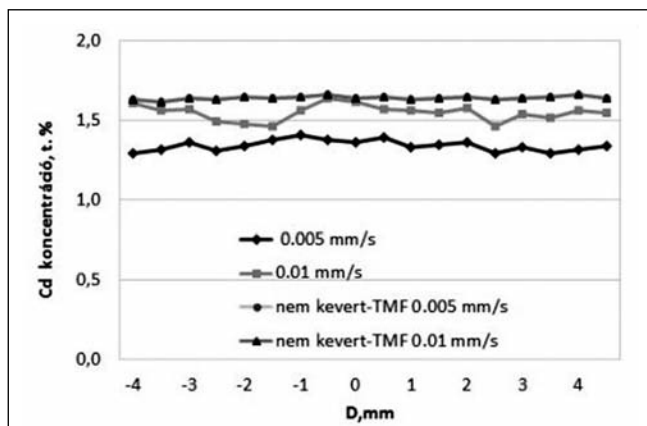
Távolodva a keverés bekapcsolásának helyétől, az átlagkoncentráció nő, meghaladja az ötvözet átlagkoncentrációját. A 8. ábra mutatja, hogy a



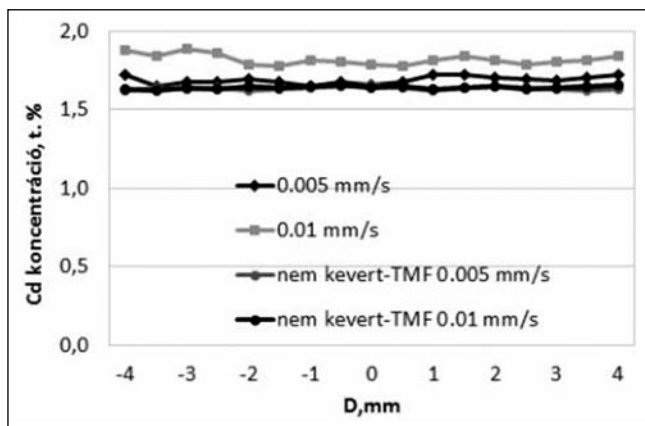
■ 5. ábra. A Cd-eloszlás RMF-es darabok esetén, a keverés bekapcsolásától 20 mm-re



■ 6. ábra. A Cd-eloszlás RMF-es darabok esetén, a keverés bekapcsolásától 60 mm-re



■ 7. ábra. A Cd-eloszlás TMF-es darabok esetén, a keverés bekapcsolásától 20 mm-re



■ 8. ábra. A Cd-eloszlás TMF-es darabok esetén, a keverés bekapcsolásától 60 mm-re

fronttól 60 mm-re az átlag 0,005 mm/s-nál 1,68, 0,01 mm/s-nál 1,83.

A sebesség növekedésével a hatás csökken, mert kevesebb idő áll rendelkezésre a folyamathoz.

4. Következtetések

Az elvégzett vizsgálatok alapján megállapítható:

- A mágneses tér használata nélkül kristályosodott rész szerkezete irányított, oszlopos cellás lett, amely az áramlás beindításával ekvixiálissá alakult át.

- Az áramlás következtében az ekvixiális szerkezetben lévő α -fázis jellemző mérete mindkét esetben finomodott. A forgó mágneses térben kristályosított próbák esetében az α -fázis jellemző mérete csökkent, amelyet az áramlás hatásán túlmenően a Cd-koncentráció növekedése is befolyásolt. A haladó mágneses térben kristályosított próbákban az α -fázis jellemző mérete szintén csökkent.

- A forgó mágneses tér (RMF) következtében keletkező áramlás miatt a próba sugár- és tengelyirányában erős makrodúsulás jött létre. A haladó mágneses tér (TMF) által keltett függőleges áramlás nem hozott létre jelentős makrodúsulást.

- Az RMF és TMF mágneses tér használata nélkül kristályosodott rész szerkezete irányított, oszlopos/cellás lett, amely az áramlás hatására ekvixiálissá alakult át. RMF-fel keverve az olvadékot, kialakult az ún. „karácsonyfa” mikroszerkezet. TMF-fel keverve az olvadékot, az oszlopos szerkezet felbomol és ekvixiális szerkezet kristályosodik, de nem alakul ki az ún. „karácsonyfa” szerkezet.

Köszönetnyilvánítás

A cikkben ismertetett kutatómunka a MICAST-HUNGARY MAP Nemzetközi Project az Európai Unió finanszírozásával valósult meg.

Irodalom

- [1] A. Noeppel, A. Ciobanas, X. D. Wang et al.: Influence of forced/natural convection on segregation during the directional solidification of Al-based binary alloys, *Metalurgical and Materials Transactions B* 41(1), 2010, pp. 193–208.
- [2] F. D. Bai, M. H. Sha, T. J. Li, L. H. Lu: Influence of rotating magnetic field on the microstructure and phase content of Ni–Al alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 509 (2011) 4835–4838.
- [3] Z. Chen, X. L. Wen, C. L. Chen: Fluid flow and microstructure formation in a rotating magnetic field during the directional solidification process, *Journal of Alloys and Compounds* 491 (2010) 395–401.
- [4] J. J. Guo, X. Z. Li, Y. Q. Su, S. P. Wu, H. Z. Fu: Formation mechanism of band structure and phase selection during directional solidification of peritectic alloys, *Acta Metallurgica Sinica*. 41 (2005) 599–604.
- [5] L. Wang, Jun Shen, Ling Qin, Zhouong Feng, Lingshui Wang, Hengzhi Fu: The effect of the flow driven by a travelling magnetic field on solidification structure of Sn–Cd peritectic alloys, *Journal of Crystal Growth* 356 (2012) 26–32.
- [6] L. Wang, Jun Shen, Zhao Shang, Hengzhi Fu: Preparation of gra-

dient material in Sn–Cd peritectic alloy using rotating magnetic field, *Journal of Crystal Growth* 375 (2013) 32–38.

- [7] L. Wang, J. Shen, Z. Feng, H. Fu: Effect of rotating magnetic field on microstructure formation of directionally solidified Sn-1.6 Cd peritectic alloy, *Applied Physics A* 113 (2013) 177–183.
- [8] H. Yasuda, N. Notake, K. Tokieda, I. Ohnaka: Periodic structure during unidirectional solidification for peritectic Cd-Sn alloys, *Journal of Crystal Growth* 210 (2000) 637–645
- [9] W. J. Boettinger: The structure of directionally solidified two-phase Sn-Cd peritectic alloy, *Met. Trans* 5, (1974) 2023–2031.
- [10] Svéda M., Sycheva A., Kovács J., Rónaföldi A., Roósz A.: The effect of rotating magnetic field on the solidified structure of Sn-Cd peritectic alloys, *Materials Science Forum* 2014, 790–791: 414.
- [11] A. Rónaföldi, J. Kovács, A. Roósz: Investigation and visualisation of melt flow under rotating magnetic field, *Transactions of the Indian Institute of Metals* (2–3) pp. 213–218. (2007)
- [12] R. Trivedi, J. S. Park: Dynamics of microstructure formation in the two-phase region of peritectic systems, *Journal of Crystal Growth* 235 (2002) 572–588.
- [13] G. Zimmermann, A. Weiss, Z. Mbaya: Effect of forced melt flow on microstructure evolution in AlSi7Mg0.6 alloy during directional solidification, *Materials Science and Engineering A*, 413–414 (2005) 236–242.