Edward Guzik¹, Dariusz Kopyciński²

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Odlewnictwa, ul. Reymonta 23, 30-059 Kraków

STRUKTURA EUTEKTYCZNEGO KOMPOZYTU IN SITU AI-Fe

W pracy przedstawiono wyniki wstępnych badań kierunkowej krystalizacji eutektycznego stopu Al-1,8% Fe oraz stopu Al-2,8% Fe z dodatkiem 0,1% V. Wykorzystując urządzenie do kierunkowej krystalizacji typu Bridgmana, określono strukturę zorientowanej równowagowej eutektyki α (Al)-Al₃Fe w zakresie małych prędkości wzrostu ν , tj. od 9,03E-05 do 1,11E-03 cm/s. Ustalono związek między parametrem geometrycznym eutektyki λ , a prędkością wzrostu eutektyki ν . W miarę zwięk-szania prędkości wzrostu ν obserwuje się zmniejszanie parametru λ . Wanad w tym stopie, w zakresie stosowanych prędkości, eliminuje krystalizację przedeutektycznej fazy Al₃Fe oraz blokuje zmianę eutektyki nieregularnej płytkowej w eutektykę regularną typu włóknistego.

THE STRUCTURE OF EUTECTIC AI-Fe COMPOSITE IN SITU

The results of preliminary research on the directional solidification of eutectic Al-1.8% Fe alloy and Al-2.8% Fe alloy with addition of 0.1% V were described. Using a Bridgman apparatus for directional solidification, the structure of an oriented equilibrium α (Al)-Al₃Fe eutectic was determined over a range of low growth rate ν , i.e. from 9.03E-05 to 1.11E-03 cm/s.

As a result of the directional solidification an Al-Fe composite in situ has been produced; its structure is shown in Figure 3. For the two chemical compositions, i.e. Al-1.8% Fe and Al-2.8% Fe (with 0.1% V added) two types of eutectic were obtained, i.e. an irregular lamellar eutectic (Fig. 3 a, c, d) with typical branching (Fig. 3b) and a regular rod-like eutectic (Fig. 3 e-h). In composite of the first type an increase in the growth rate changed the irregular lamellar eutectic of the Eu1 type to a morphology characterized by the presence of parallel precipitates of Al_3Fe in eutectic. The characteristic feature of the base structure was that, apart from Eu1 eutectic, it also contained precipitated dendrites of α Al phase (Figs. 1 and 2a).

An increase in iron content by 1% changed the eutectic morphology from Eu1 to Eu2 of the rod-like type (Fig. 2b). Introducing vanadium hindered the transition from irregular eutectic to a regular one in the range of high growth velocities, which is visible in Fig. 3 c, d. In general terms it can be said that with increasing growth rate v the interphase spacing λ decreases in the eutectic structure of an Al-Fe composite *in situ*.

The results of quantitative interpretation of the interphase spacing λ in eutectic referred to the growth rate ν are shown in Figure 5. In this diagram, for the sake of comparison, the results of studies made by Adam and Hogan [7] and Wang and Jones [14-16] were also plotted.

The results of the research described in [14-16] indicate that for the structure of Al-2.85% Fe composite in situ (containing 0.12% V) the exponent *n* assumes the value of 0.5 and the constant A is equal to $2.45 \cdot 10^{-5}$ cm^{3/2} · s^{-0.5} for the irregular lamellar eutectic and to $1.38 \cdot 10^{-5}$ cm^{3/2} · s^{-0.5} for the regular rod-like eutectic of the Eu4 type.

Contrary to what has been reported by authors of [14-16], introducing vanadium to Al-2.8% Fe composite has not caused, in the examined range of growth rate v, the transition to a eutectic Eu4 structure, i.e. α Al-Al_xFe; an irregular lamellar eutectic of the Eu1 type is still observed to exist.

The extended range of occurrence of the irregular eutectic in an Al-Fe composite *in situ* with vanadium is expected to make easier future verification of the existing models of an irregular eutectic growth in the examined range of the eutectic growth velocities. The interphase spacing λ in the examined Al-1.8%Fe composite in a given range of the growth rate can be determined from relationship (1).

WPROWADZENIE

Prace nad stopami Al-Fe zapoczątkował jeszcze w 1925 roku Dix, gdy podczas odlewania kokilowego stopu Al-1,7%Fe otrzymał strukturę eutektyczną α (Al)-Al₃Fe (dalej oznaczonej w pracy jako Eu1). Bardziej systematyczne badania przeprowadzili w 1955 roku Sheil i Masuda [1] dla udziałów żelaza w stopie od 1 do 7%. W 1958 roku Towner [2] stwierdził dla stopu zawierającego żelazo powyżej 7,6% zmniejszanie udziału w strukturze faz pierwotnych typu Al₃Fe. Hollingsworth i in. [3] w 1962 roku odkryli metastabilną fazę Fe₆Al podczas odlewania ciągłego stopu Al-2%Fe, następnie zbadano (dla stopów o zaw. żelaza

0,5÷4% i przy szybkościach chłodzenia powyżej 3 K/s) przekształcalność eutektyki Eu1 w eutektykę metastabilną αAl-Fe₆Al (dalej oznaczonej w pracy jako Eu2). W pracach z lat siedemdziesiątych [4-6] opisano strukturę, jaką można uzyskać w stopach o zawartości żelaza pomiędzy 1,3 a 11% Fe (i 20% Fe). Późniejsze prace Adama i Hogana [7] oraz Hughesa i Jonesa [8] dotyczyły morfologii strukturalnej kompozytów *in situ* otrzymywanych podczas kierunkowej krystalizacji dla zakresu prędkości wzrostu: 1,39÷1,00 · 10⁻³ cm/s. Na podstawie tych badań [7, 8] można przedstawić (w za-

¹ dr hab. inż., ² dr inż.

leżności od składu chemicznego i prędkości wzrostu v oraz gradientu temperatury około 200 K/cm) kombinacje dwóch eutektycznych morfologii z fazami przedeutektycznymi (pierwotnymi), co pokazano na rysunku 1.



Rys. 1. Wpływ składu chemicznego i prędkości wzrostu v na mikrostrukturę kompozytu *in situ* Al-Fe [7, 8]; liniami przerywanymi zaznaczono zmiany zachodzące w strukturze dla składu eutektycznego Al-1,8%Fe

Fig. 1. Dominant growth morphologies as a function of growth in Al-Fe alloys solidified [7, 8]

Z analizy danych na rysunku 1 wynika, że podczas zwiększania prędkości wzrostu v następuje przejście od równowagowej reakcji Eu1 do metastabilnej eutektyki Eu2 oraz eliminowana jest międzymetaliczna pierwotna faza Al₃Fe. W kolejnych pracach [9-16], obejmujących stopy Al-Fe w warunkach szybkiej krystalizacji, wyodrębniono jeszcze kilka międzymetalicznych metastabilnych faz, m.in.: Al_mFe, Al_xFe, Al_pFe, Al₉Fe₂, a które w reakcji z α Al mogą utworzyć następne cztery morfologie eutektyczne: Eu3, Eu4, Eu5 i Eu6.

Dodatki stopowe przesuwają trwałość danej reakcji eutektycznej (od Eu1 do Eu6) dla stałych warunków wzrostu podczas kierunkowej krystalizacji. Na przykład dodatek wanadu ok. 0,12% (Fe-2,85%) [14] powoduje zmianę mikrostruktury eutektyki Eu2 stopu Al-Fe (przy prędkościach wzrostu od $9 \cdot 10^{-3}$ do $1 \cdot 10^{-1}$ cm/s) na morfologię eutektyki α Al-Al_xFe (Eu4). Wraz ze wzrostem prędkości *v* zarejestrowano, dla stopu Al-Fe z dodatkiem wanadu, zmianę z postaci płytkowej (ang. lamellar) na włóknistą (ang. rod-like).

Większość opisanych badań prowadzono przy dużych prędkościach wzrostu v. W niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań w znacznie niższym zakresie v, tj. od $9,03 \cdot 10^{-5}$ do $1,11 \cdot 10^{-4}$ cm/s (obszar zaznaczony na rysunku 1). Badania te uzupełniają wiedzę w zakresie poznania struktury kompozytu *in situ* Al-1,8%Fe oraz Al-2,8Fe z dodatkiem 0,1% wanadu.

METODYKA BADAŃ

Aby zrealizować założony cel pracy, przeprowadzono wytopy stopu eutektycznego Al-Fe w piecu próżniowym firmy "Balzers". Do badań sporządzono dwa składy chemiczne z części wlewka aluminiowego (99,998%)

i żelaza "armco", w pierwszym przypadku z 1,8%Fe, w drugim zwiększono zawartość żelaza o 1% i wprowadzono 0,1% V. Na rysunku 2 pokazano mikrostruktury otrzymanych stopów wyjściowych (pręty do kierunkowej krystalizacji) dla pierwszego i drugiego przypadku.



Rys. 2. Mikrostruktury stopu wyjściowego: a) Al-1,8%Fe, pow. 200x, b) Al-2,8%Fe (z dod. 0,1% V), pow. 1000x

Fig. 2. Microstructure of alloy after bulk crystallization: a) Al-1.8%Fe, 200x, b) Al-2.8%Fe (0.1% V), 1000x

Stop wyjściowy odlewano do specjalnych form, odtwarzających pręty o średnicy 5 mm, ze zhydrolizowanego krzemianu etylu i molochitu, dzięki czemu charakteryzowały się małym współczynnikiem akumulacji, dużą trwałością i niską gazotwórczością. Uzyskane pręty wsadowe umieszczono w cienkościennych rurkach z rekrystalizowanego tlenku glinu. Rurki te łączono z prętem pociągowym urządzenia do kierunkowej krystalizacji typu Bridgmana z pionowym gradientem temperatury. Sposób przeprowadzenia kierunkowej krystalizacji opisano w pracy [17]. W środkowej części próbki dokonano pomiarów parametru geometrycznego λ (odległość międzyfazowa) ukierunkowanej struktury.

WYNIKI BADAŃ I ICH ANALIZA

W wyniku kierunkowej krystalizacji wytworzono kompozyt *in situ* Al-Fe o strukturze pokazanej na rysunku 3. a) b)



Rys. 3. Mikrostruktury badanego kompozytu *in situ* Al-Fe dla różnych prędkości wzrostu v: a, b) Al-1,8%Fe - $v = 9,04 \cdot 10^{-5}$ cm/s (zgłady wzdłużne), c, d) Al-2,8Fe (z dod. 0,1% V) - $v = 6,94 \cdot 10^{-4}$ cm/s (zgład wzdłużny, zgład poprzeczny), e, f) Al-1,8Fe - $v = 6,94 \cdot 10^{-4}$ cm/s (zgład wzdłużny, zgład poprzeczny), g, h) Al-1,8Fe - $v = 6,94 \cdot 10^{-4}$ cm/s (zgład wzdłużny, zgład poprzeczny) zgład poprzeczny)

Fig. 3. Microstructure of composite *in situ* Al-Fe by growth rate: a, b) Al-1,8%Fe - $v = 9.04 \cdot 10^{-5}$ cm/s (longitudinal microsection), c, d) Al-2.8Fe (0.1% V) - $v = 6.94 \cdot 10^{-4}$ cm/s (longitudinal microsection, transverse microsection), e, f) Al-1.8Fe - $v = 6.94 \cdot 10^{-4}$ cm/s (longitudinal microsection, transverse microsection), g, h) Al-1.8Fe - $v = 6.94 \cdot 10^{-4}$ cm/s (longitudinal microsection, transverse microsection), g, h) Al-1.8Fe - $v = 6.94 \cdot 10^{-4}$ cm/s (longitudinal microsection, transverse microsection)

Dla dwóch składów chemicznych Al-1,8% Fe i Al-2,8% Fe (z dod. 0,1% V) otrzymano dwa rodzaje eutektyk, tj.

nieregularną płytkową (rys. 3a, c, d) z charakterystycznym rozgałęzieniem (rys. 3b) i regularną włóknistą (rys. 3 e-h). Dla kompozytu o składzie pierwszym zwiększenie prędkości wzrostu spowodowało przejście z eutektyki nieregularnej płytkowej typu Eu1 do morfologii z równoległymi wydzieleniami Al₃Fe w eutektyce. Wyjściowa struktura charakteryzowała się tym, że oprócz eutektyki Eu1 obserwuje się wydzielenia dendrytów fazy α Al (rys. rys. 1 i 2a).

Zwiększenie zawartości żelaza o 1% spowodowało zmianę morfologii eutektyki z Eu1 na Eu2 (rys. 2b). Wprowadzenie wanadu zahamowało przemianę eutektyki nieregularnej w regularną dla wyższych badanych prędkości wzrostu v, co pokazano na rysunkach 3c, d. Ogólnie moż-na wykazać, że w miarę zwiększania prędkości wzrostu v maleje odległość międzyfazowa λ struktury eutektycznego kompozytu *in situ* Al-Fe.

W miarę wzrostu prędkości v zwiększa się także twardość kompozytu, co przedstawiono na rysunku 4. Z rysunku tego wynika, że wzrost twardości ma wyraźny związek z przejściem z eutektyki nieregularnej płytkowej do regularnej. Dodatek wanadu do stopu Al-Si wzmacnia osnowę eutektyki nieregularnej płytkowej.

Wyniki analizy ilościowej odległości międzyfazowej eutektyki λ w zależności od prędkości wzrostu v przedstawiono na rysunku 5. Na tym rysunku naniesiono także, dla celów porównawczych, wyniki badań przeprowadzonych przez Adama i Hogana [7] oraz Wanga i Jonesa [14--16].



Rys. 4. Wpływ prędkości wzrostu v na twardość: HV5 - Al-1,8%Fe, HV5(V) - Al-2,8%Fe z wanadem

Fig. 4. Vickers hardness HV (5 kg load) as a function of growth rate v: HV5 - Al-1.8%Fe, HV5(V) - Al-2.8%Fe with vanadium



Rys. 5. Wpływ prędkości wzrostu v na odległość międzyfazową λ kompozytu in situ Al-Fe w świetle innych badań: lam 1, lam 2(V) - badania własne Al-1,8%Fe i Al-2,8%Fe z dodatkiem 0,1% wanadu, kompozyt A (eutektyka Eu4) i kompozyt B (eutektyka Eu4) - wyniki badań otrzymane przez Wanga [14-16] (Al-2,85%Fe z dodatkiem 0,12% wanadu), kompozyt C - wyniki badań [7]

Fig. 5. Effect of the growth rate v on interphase spacing λ in Al.-Fe composite *in situ* according to the research done by various authors; lam 1, lam 2 (V) - own research made on Al-1.8%Fe composite and Al-2.8%Fe composite with 0.1% vanadium; composite A (Eu4 eutectic) and composite B (Eu4 eutectic) - results obtained by Wang [14-16] (Al-2.85%Fe composite with 0.12% vanadium); composite C - results obtained by [7]

W badanym zakresie prędkości wzrostu v eutektyki odległość międzyfazowa λ badanego kompozytu *in situ* (bez dodatku wanadu) jest związana z prędkością v według zależności statystycznej pokazanej na rysunku 5, tj.:

- stop Al-Fe:

$$\lambda = 7.0 \cdot 10^{-5} \cdot v^{-0.44} \tag{1a}$$

- stop Al-Fe-V:

$$\lambda = 1,78 \cdot 10^{-4} \cdot v^{-0,35} \tag{1b}$$

Według badań [7], dla struktury kompozytu *in situ* Al-1,8%Fe równanie $\lambda = A \cdot v^{-n}$ ma postać

$$\lambda = 6.5 \cdot 10^{-5} \cdot v^{-0.38} \tag{2}$$

Wyniki badań [14-16] wskazują dla struktury kompozytu *in situ* Al-2,85%Fe (z dod. 0,12% V):

$$\lambda = 2.45 \cdot 10^{-5} \cdot v^{0.5}$$

- dla eutetyki nieregularnej płytkowej oraz

$$\lambda = 1.38 \cdot 10^{-5} \cdot v^{0.5}$$

- dla eutektyki regularnej włóknistej typu Eu4.

PODSUMOWANIE

Wprowadzenie wanadu do składu kompozytu *in situ* Al-2,8%Fe nie powoduje w badanym zakresie prędkości wzrostu v przejścia do struktury eutektyki Eu4, tj. α Al-Al_xFe, jak to miało miejsce w badaniach [14-16], lecz obserwuje się eutektykę nieregularną płytkową typu Eu1.

Rozszerzony zakres istnienia eutektyki nieregularnej w kompozytach Al-Fe z wanadem pozwoli w przyszłości zweryfikować istniejące modele wzrostu eutektyki nieregularnej dla zaprezentowanego zakresu prędkości wzrostu eutektyki. Odległość międzyfazową λ badanego kompozytu Al-1,8%Fe w danym zakresie prędkości wzrostu można wyznaczyć z zależności (1).

LITERATURA

- [1] Scheil E., Masuda Y., Aluminium 1955, 31, 51.
- [2] Towner R.J., Metal Prog. 1958, 73, 70.
- [3] Hollingsworth E.H., Frank G.R., Willet R.E., Trans. Met. Soc. AIME 1962, 224, 188.
- [4] Tonejec A., Bonefacic A., J. Appl. Phys. 1969, 40, 419.
- [5] Jones H., Mater. Sci. Eng. 1969/1970, 5, 1.
- [6] Burden M.H., Jones H., Metallogr. 1970, 3, 307.
- [7] Adam C. McL., Hogan L.M., Acta Met. 1975, 23, 345.
- [8] Hughes R., Jones H., J. Mat. Sci. 1976, 11, 1781.
- [9] Simensen C.J., Vellasamy R., Z. Metallkde 1977, 68, 428.
- [10] Keong P.G., Sames J.A., Adam C. McL., Sharp R.M., Solidification and Casting of Metals, The Metals Society, London 1979, 110.
- [11] Young R.M.K., Clyne T.W., Scripta Metall. 1981, 22, 1211.
- [12] Westengen H., Z. Metallkde 1982, 73, 360.
- [13] Liu P., Thorvaldson T., Dunlop G.L., Mater. Sci. Technol. 1986, 2, 1009.
- [14] Wang Y., Jones H., Evans P.V., Proceedings of the 4th Decennial International Conference on Solidification Procesing, Sheffield 1997, 568.
- [15] Wang Y., Jones H., Evans P.V., J. Mater. Sci. 1998, 33, 5205.
- [16] Wang Y., Jones H., Metall. and Mat. Trans. 2001, 32A, 1251.
- [17] Guzik E., Kopyciński D., Kompozyty (Composites) 2001, 1, 1, 72.