

# SPREMLJANJE USMERJENEGA STRJEVANJA EVTEKTIČNE ZLITINE Pb-Sn

## MONITORING OF THE EUTECTIC Pb-Sn ALLOY DURING DIRECTIONAL SOLIDIFICATION

**Mihael Brunčko, Ivan Anžel, Alojz Križman**

Univerza v Mariboru, Fakulteta za strojništvo, Smetanova 17, 2000 Maribor, Slovenija  
mihael.bruncko@uni-mb.si

*Prejem rokopisa - received: 2002-07-05; sprejem za objavo - accepted for publication: 2002-11-21*

Formiranje mikrostrukture med strjevanjem, ki je odvisno predvsem od hitrosti strjevalne fronte  $v_{SF}$  in temperaturnega gradienta  $G_{SF}$  v njeni bližini, močno vpliva na mehanske in druge lastnosti lite zlitine. Zato je za doseganje želenih lastnosti strjenih zlitin potrebno poznanje odvisnosti med vplivnimi parametri strjevanja ter nastajajočo mikrostrukturo. Merilne metode, ki omogočajo sprotno in neporušno spremljanje teh parametrov že v fazi formiranja mikrostrukture, so velik izziv pri razvoju modernih inženirskih materialov. V prispevku obravnavamo možnosti uporabe sprotnega merjenja spremembe električne upornosti med usmerjenim strjevanjem za določitev položaja in hitrosti strjevalne fronte  $v_{SF}$ . Spremembo električne upornosti smo merili med usmerjenim strjevanjem vzorca evtektične zlitine Pb-Sn pri različnih hitrostih pomika vzorca iz grelne cone ter konstantnem temperaturnem gradientu peči. Tako dobljene vrednosti hitrosti strjevalne fronte  $v_{SF}$  smo primerjali s tistimi, ki smo jih določili pri enakih pogojih strjevanja z meritvijo spremembe temperature s termočleni, nameščenimi v notranjosti vzorca.

**Ključne beseda:** usmerjeno strjevanje, meritve električne upornosti, evtektična zlitina Pb-Sn

Microstructure evolution during solidification primarily depends on the velocity  $v_{SF}$  and the temperature gradient  $G_{SF}$  of the solidification front. It has a great influence on the mechanical and other properties of the cast alloys. It is therefore important to know the relationship between the influential solidification parameters and the evolving microstructure if the desired properties of solidified alloys are to be achieved. Thus, the measurement methods that allow online and nondestructive monitoring of these parameters represent a great challenge in the evolution of modern engineering materials. In this paper we discuss the usability of in-situ measurements of electrical resistance changes during the directional solidification for tracing the position and the velocity of the solidification front  $v_{SF}$ . The electrical resistance changes were measured during directional solidification on a sample of the Pb-Sn eutectic alloy at different pulling velocities for displacing samples from the heating zone and at a constant temperature gradient of the furnace. The obtained values of the solidification front velocities  $v_{SF}$  were subsequently compared with the values determined during the same solidification conditions by measuring the temperature changes with thermocouples, placed inside the sample.

**Key words:** directional solidification, electrical resistance measurements, eutectic Pb-Sn alloy

### 1 UVOD

Razvoj sodobnih inženirskih materialov zahteva za doseg njihovih specifičnih fizikalnih in mehanskih lastnosti spremljanje odvisnosti med ključnimi parametri strjevanja ter nastalo mikrostrukturo že v zgodnji fazi njihovega razvoja. Eden od tehnoloških procesov, ki omogoča kontrolirano spremljanje vpliva ključnih parametrov strjevanja (hitrost strjevalne fronte -  $v_{SF}$  in temperaturni gradient -  $G_{SF}$ ) na nastalo mikrostrukturo, je usmerjeno strjevanje po Bridgman-Stockbargerjevi metodi. Pri tej metodi vsilimo strjevalni fronti hitrost potovanja s pomikom vzorca iz grelne cone, temperaturni gradient pa s spreminjanjem temperature grelne in hladilne cone <sup>1</sup>.

Oblika, velikost in pojav posameznih mikrostrukturnih elementov v mikrostrukturi usmerjeno strjene zlitine je pri konstantni koncentraciji zlitinskih elementov odvisna od variacije velikosti hitrosti strjevalne fronte  $v_{SF}$  in temperaturnega gradienta  $G_{SF}$  v talini v bližini strjevalne fronte. Produkt  $G_{SF} \times v_{SF}$  ali ohlajevalna hitrost  $T$  vpliva na velikost nastalih mikrostrukturnih elementov. Večja kot je ohlajevalna hitrost, bolj drobne bodo sestavine mikrostrukture. Razmerje  $G_{SF} / v_{SF}$  ali

meja konstitucijske podhladitve pa vpliva na obliko oz. vrsto nastalih mikrostrukturnih elementov (ravna fronta, celice, dendriti) <sup>2</sup>.

Določitev dejanskih kvantitativnih vrednosti obeh parametrov pa je mogoča z različnimi porušitvenimi (gašenje, dekantiranje, Peltierjevo označevanje položaja strjevalne fronte) in neporušitvenimi merilnimi metodami (merjenje temperature s termočleni, ultrazvočne preiskave, termografija, projekcijska radiografija, merjenje spremembe Seebeckove termoelektrične napetosti in spremembe električne upornosti ...) <sup>3,4</sup>.

V prispevku predstavljamo možnosti uporabe sprotne meritve spremembe električne upornosti s štiri-točkovno merilno metodo za spremljanje usmerjenega strjevanja. Uporaba te metode je zelo razširjena za spremljanje pojavov med termično obdelavo tankih plasti, medtem ko je njena uporaba na področju usmerjenega strjevanja masivnih vzorcev relativno redko najdena in raziskana. S sprotnimi meritvami električne upornosti (metoda EU) med usmerjenim strjevanjem smo določili položaj in hitrost strjevalne fronte med usmerjenim strjevanjem vzorcev evtektične zlitine Pb-Sn (masni delež Sn je 61,9 %) pri različnih hitrostih pomika

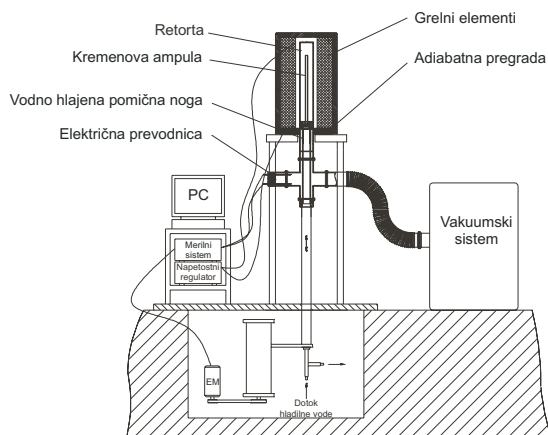
vzorcev iz grelne cone in konstantnem temperaturnem gradientu peči. Tako dobljene vrednosti hitrosti strjevalne fronte smo primerjali s tistimi, ki smo jih določili v istem segmentu vzorca s sočasno meritvijo spremembe temperature z dvema termočlenoma (metoda TČ). Namen sočasne meritve električne upornosti in temperature je v zagotovitvi enakih pogojev med izvedbo obeh meritev, da bi tako lahko:

- primerjali dobljene vrednosti lege  $x_{SF}$  in hitrosti  $v_{SF}$  strjevalne fronte z obema metodama
- ugotovili prednosti in slabosti obeh metod za spremljanje usmerjenega strjevanja.

## 2 EKSPERIMENTALNI DEL

### 2.1 Usmerjeno strjevanje

Za študij usmerjenega strjevanja smo v Laboratoriju za raziskavo materialov, FS, Maribor, izdelali laboratorijsko napravo za usmerjeno strjevanje LANUS, ki deluje po principu modificirane Bridgman-Stockbergerjeve tehnike. Osrednji del naprave je vertikalna cevna peč (grelna cona), kjer material, postavljen v kremenovo ampulo najprej pretalimo (slika 2.1a). Grelna cona je od



**Slika 2.1:** Laboratorijska naprava za usmerjeno strjevanje LANUS (a, b) ter prikaz njenih funkcionalnih delov (b)

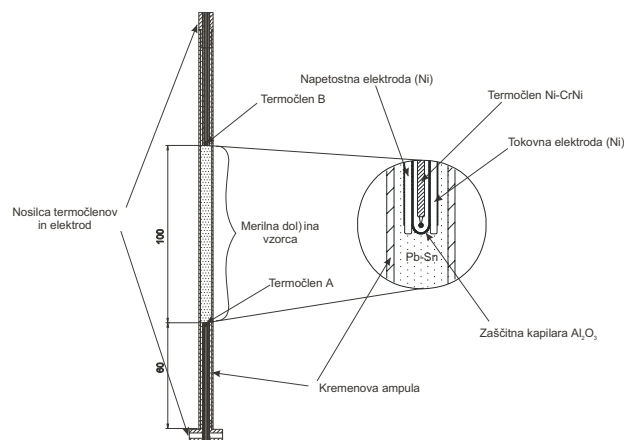
**Figure 2.1:** The laboratory device for directional solidification LANUS (a, b) and review of its functional parts (b)

okolice ločena z adiabatsno pregrado, ki omogoča oster temperaturni prehod na meji med grelno cono in okolico ter posledično visok temperaturni gradient v tekočem v bližini strjevalne fronte. Obenem pa tudi zagotavlja čim manjša temperaturna nihanja v bližini strjevalne fronte (stacionaren potek strjevanja). S hlajenjem dna kremenove ampule in njenim pomikom iz grelne cone z vodno hlajeno nogo sprožimo zaradi usmerjenega odvoda toplote iz taline rast trdne faze in gibanje strjevalne fronte v nasprotni smeri ter nastanek usmerjene mikrostrukture (slika 2.1b). Hitrost pomika strjevalne fronte je določena s hitrostjo pomika vodno hlajene noge  $v_p$  iz grelne cone, ki jo reguliramo z enosmernim elektromotorjem ( $v_p = 10 \mu\text{m/s}$  do  $200 \mu\text{m/s}$ ). Temperaturni gradient spreminjamo s pretokom vode skozi vodno hlajeno nogo in s spreminjanjem temperature peči, od pribl. (2 - 10) K/mm. Treba je poudariti, da ne smemo predpostaviti, da je hitrost strjevalne fronte  $v_{SF}$  kar direktno enaka hitrosti vlečenja vzorca iz peči. Največji odmiki se pojavijo na začetku strjevanja, medtem ko pa lahko za vmesno stacionarno področje predpostavimo, da je hitrost strjevalne fronte  $v_{SF}$  skoraj enaka hitrosti pomika vzorca  $v_p$  iz peči<sup>5,6,7</sup>.

Usmerjeno smo strdili pet vzorcev evtektične zlitine Pb-Sn pri petih različnih hitrostih vlečenja vzorcev iz grelne cone in konstantni temperaturi peči  $T_p = 400 \text{ }^\circ\text{C}$  (tabela 2.1). Temperatura peči  $T_p = 400 \text{ }^\circ\text{C}$  zadostuje za vzpostavitev temperaturnega gradienta  $G_p = 3,55 \text{ K/mm}$  v območju adiabatsne pregrade, ki ga vsilimo strjevalni fronti.

**Tabela 2.1:** Operativni pogoji eksperimentov usmerjenega strjevanja  
**Table 2.1:** Operating conditions of directional solidification experiments

Vzorec	A	B	C	D	E
Hitrost vlečenja vzorca $v_p/(\mu\text{m/s})$	14,17	37,50	84,66	133,33	179,17
Vsiljen temp. gradient $G_p/(\text{K/mm})$	3,55				



**Slika 2.2:** Shema kremenove ampule in postavitev električnih kontaktov ter termočlenov

**Figure 2.2:** Schematic of quartz ampoule and placement of the electrical contacts and thermocouples

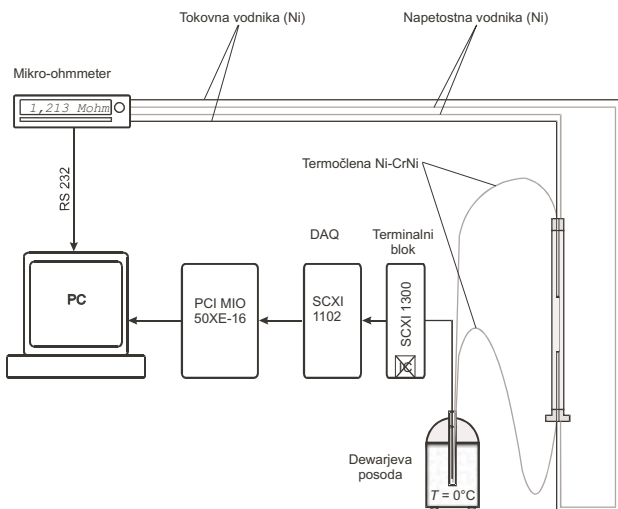
Vzorci evtektične zlitine Pb-Sn so v kremenovi ampuli dolžine 225 mm z notranjim premerom 6 mm in zunanjim 8 mm. Zlitino Pb-Sn (masni delež Sn je 61,9 %) smo predhodno pripravili v elektro uporabni peči EUP - K 20/1200 proizvajalca BOSIO iz čistih kovin Pb (99,99 %) in Sn (99,99 %). Sestavo tako pripravljene zlitine smo potrdili s kemijsko analizo.

## 2.2 Meritev spremembe električne upornosti in temperature

Sočasno meritev električne upornosti in temperature smo med usmerjenim strjevanjem izvedli s postavitvijo termočlenov in elektrod v kremenovo ampulo. Na **sliki 2.2** je prikazana konstrukcija kremenove ampule, v kateri sta v njenem osrednjem delu na mestih A in B postavljena dva termočlena Ni-NiCr, ki nam rabita za spremljanje temperature, in štiri nikljeve elektrode za meritev spremembe električne upornosti.

Meritev električne upornosti smo izvedli s štiri-točkovno merilno metodo z merilnim inštrumentom AOIP OM 21 (**slika 2.3**). Pri tej metodi med seboj ločimo tokovne in napetostne vodnike, da se izognemo vplivu električne upornosti merilnih vodnikov na izmerjeno električno upornost zlitine. Zaradi spremembe temperature med merilnima mestoma A in B in s tem pojava termoelektrične napetosti med elektrodama, moramo, da bi se izognili njenemu vplivu, uporabiti izmenični vzbujevalni tok. Pri poskusih, opisanih v tem prispevku, smo uporabljali vzbujevalni tok amplitude 1 A žagaste oblike s frekvenco 1 Hz. V tem merilnem območju je razširjena merilna negotovost inštrumenta OM 21 enaka  $\pm 3 \mu\Omega$ .

Na mestih A in B, kjer so nameščene elektrode, merimo tudi spremembo temperature z dvema termočlenoma tipa K (Ni-CrNi)  $\varnothing 0,2$  mm, zaščitenima s keramičnima ( $Al_2O_3$ ) kapilarama  $\varnothing 2$  mm in direktno



**Slika 2.3:** Shema meritve temperature in električne upornosti

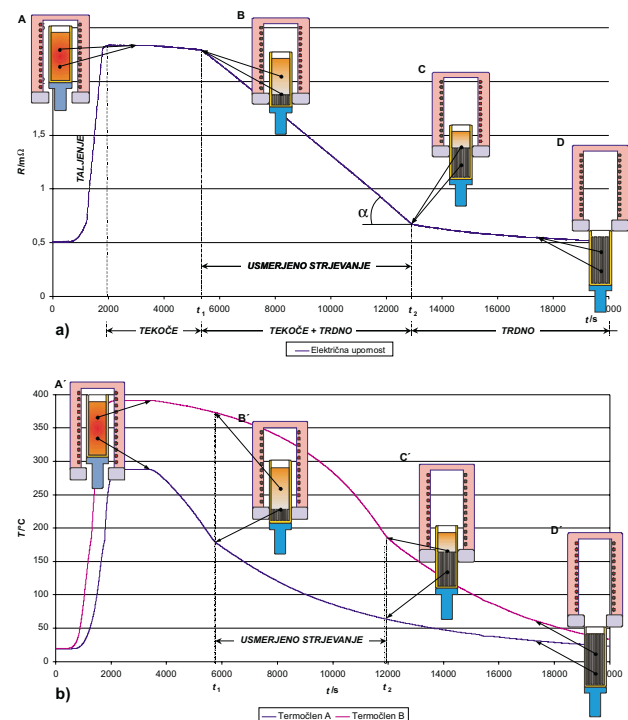
**Figure 2.3:** Schematic of temperature and electrical resistance measurements

potopljenima v talino. Meritev temperature je bila izvedena z akvizicijskimi karticami proizvajalca National Instruments in s programskim paketom Labview. Kot hladno mesto termočlenov smo uporabili ledeno kopel (Dewarjeva posoda) (**slika 2.3**). Celotno merilno progo za meritev temperature smo predhodno umerili s kalibracijskim termometrom v oljni kopeli (Hard Scientific), tako da je razširjena merilna negotovost meritev temperature s termočleni enaka  $\pm 0,15$  K.

## 3 REZULTATI

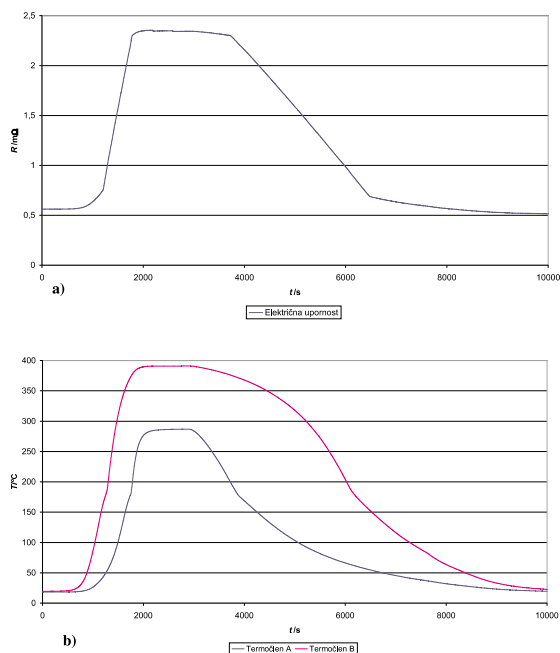
Rezultati sočasnih meritev spremembe električne upornosti in temperature pri različnih hitrostih vlečenja vzorca iz grelne cone ter konstantnem temperaturnem gradientu so podani na diagramih na **slikah 3.1 do 3.5**. Na diagramih na **slikah 3.1a do 3.5a** so prikazane krivulje spremembe električne upornosti  $R(t)$ , s katerimi smo določili povprečno hitrost strjevalne fronte  $v_{SF}$  med mestoma A in B. Na diagramih na **slikah 3.1b do 3.5b** pa so prikazane ohlajevalne krivulje  $T(t)$ , izmerjene s termočlenoma na mestih A in B v vzorcu, s katerimi smo določili povprečne hitrosti strjevalne fronte  $v_{SF}$  in temperaturni gradient  $G_{SF}$ .

Pred začetkom usmerjenega strjevanja smo zlitino v kremenovi ampuli pretalili. Talina je v zgornjem delu



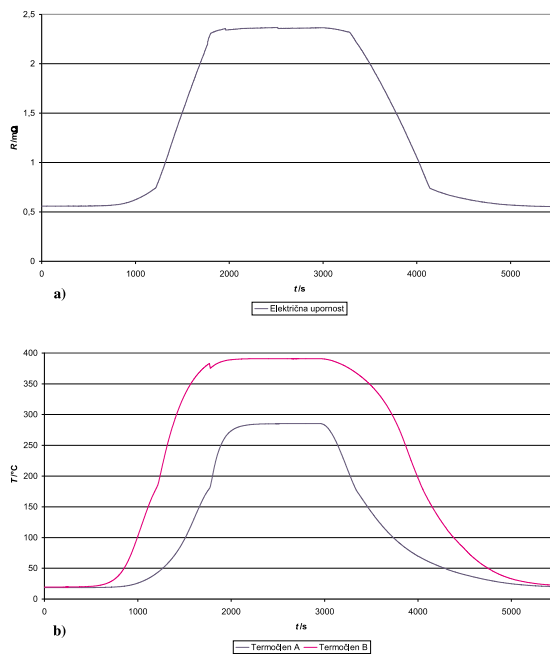
**Slika 3.1:** Sočasna meritev spremembe električne upornosti (a) in temperature (b) med usmerjenim strjevanjem evtektične zlitine Pb-Sn (masni delež Sn je 61,9 %) pri pomiku vzorca iz peči s hitrostjo  $v_p = 14,17 \mu\text{m/s}$  in temperaturnem gradientu  $G_p = 3,55 \text{ K/mm}$

**Figure 3.1:** Combined measurements of the electrical resistance (a) and temperature (b) during directional solidification of the eutectic Pb-Sn (Sn mass fraction of 61.9 %) alloy at pulling velocity  $v_p = 14.17 \mu\text{m/s}$  and temperature gradient  $G_p = 3.55 \text{ K/mm}$



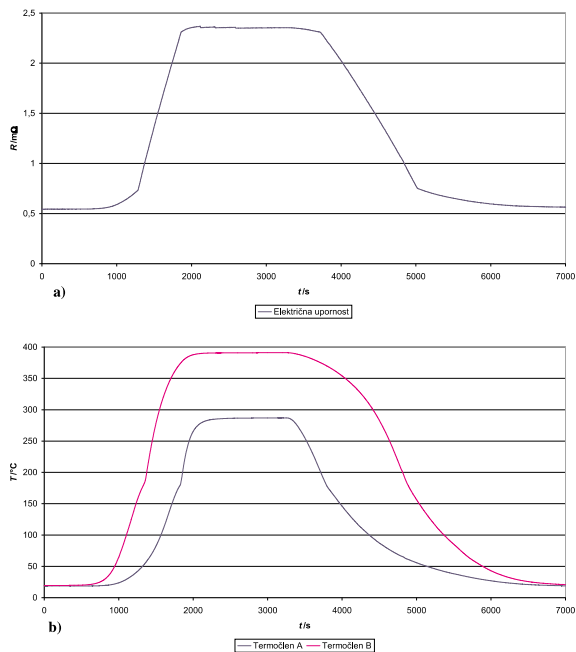
**Slika 3.2:** Sočasna meritev spremembe električne upornosti (a) in temperature (b) med usmerjenim strjevanjem evtektične zlitine Pb-Sn pri pomiku vzorca iz peči s hitrostjo  $v_p = 37,50 \mu\text{m/s}$  in temperaturnem gradientu  $G_p = 3,55 \text{ K/mm}$

**Figure 3.2:** Combined measurements of the electrical resistance (a) and temperature (b) during directional solidification of the eutectic Pb-Sn alloy at pulling velocity  $v_p = 37.50 \mu\text{m/s}$  and temperature gradient  $G_p = 3.55 \text{ K/mm}$



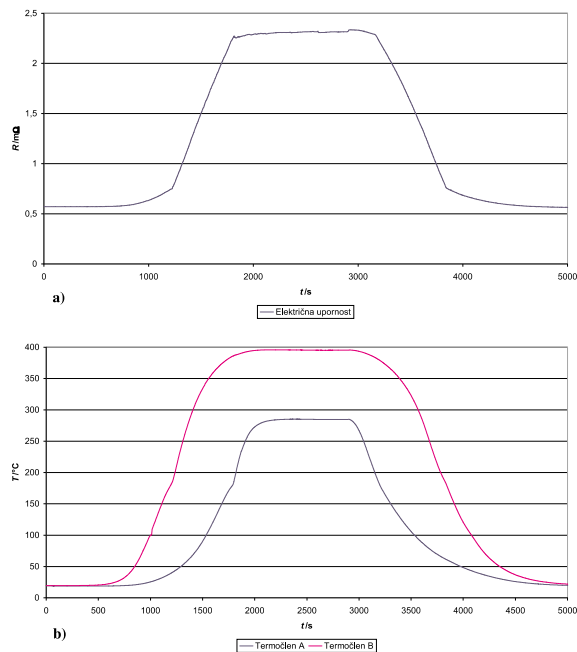
**Slika 3.4:** Sočasna meritev spremembe električne upornosti (a) in temperature (b) med usmerjenim strjevanjem evtektične zlitine Pb-Sn pri pomiku vzorca iz peči s hitrostjo  $v_p = 133,33 \mu\text{m/s}$  in temperaturnem gradientu  $G_p = 3,55 \text{ K/mm}$

**Figure 3.4:** Combined measurements of the electrical resistance (a) and temperature (b) during directional solidification of the eutectic Pb-Sn alloy at pulling velocity  $v_p = 133.33 \mu\text{m/s}$  and temperature gradient  $G_p = 3.55 \text{ K/mm}$



**Slika 3.3:** Sočasna meritev spremembe električne upornosti (a) in temperature (b) med usmerjenim strjevanjem evtektične zlitine Pb-Sn pri pomiku vzorca iz peči s hitrostjo  $v_p = 84,66 \mu\text{m/s}$  in temperaturnem gradientu  $G_p = 3,55 \text{ K/mm}$

**Figure 3.3:** Combined measurements of the electrical resistance (a) and temperature (b) during directional solidification of the eutectic Pb-Sn alloy at pulling velocity  $v_p = 84.66 \mu\text{m/s}$  and temperature gradient  $G_p = 3.55 \text{ K/mm}$



**Slika 3.5:** Sočasna meritev spremembe električne upornosti (a) in temperature (b) med usmerjenim strjevanjem evtektične zlitine Pb-Sn pri pomiku vzorca iz peči s hitrostjo  $v_p = 179,17 \mu\text{m/s}$  in temperaturnem gradientu  $G_p = 3,55 \text{ K/mm}$

**Figure 3.5:** Combined measurements of the electrical resistance (a) and temperature (b) during directional solidification of the eutectic Pb-Sn alloy at pulling velocity  $v_p = 179.17 \mu\text{m/s}$  and temperature gradient  $G_p = 3.55 \text{ K/mm}$

ampule dosegla temperaturo  $T = 395 \text{ }^\circ\text{C}$  (**točka A** na **sliki 3.1a** ter **slike 3.2 do 3.5**). Iz krivulj upornosti je razvidno, da se električna upornost zlitine v fazi taljenja močno poveča od začetne upornosti  $0,51 \text{ m}\Omega$  pa do  $2,33 \text{ m}\Omega$ . Z vlečenjem vzorca iz grelne cone in vodnim hlajenjem njegovega dna smo sprožili usmerjeno strjevanje, kar je povzročilo zmanjševanje temperature in padec električne upornosti v merilnem delu vzorca do vrednosti  $2,27 \text{ m}\Omega$  (od **točke A** do **B** na **sliki 3.1a**). Sprememba električne upornosti je bila v tej fazi samo posledica padca temperature, saj se je še celotni merilni volumen vzorca nahajal v tekočem agregatnem stanju.

Ko doseže strjevalna fronta položaj spodnje merilne elektrode in termočlena A, se krivulja upornosti (**točka B** na **sliki 3.1a**) zaradi velike spremembe med električno upornostjo trdne in tekoče faze lomi. Prisotnost strjevalne fronte zazna tudi ohlajevalna krivulja termočlena A, na kateri je vidna točka strjevanja zlitine (**točka B'** na **sliki 3.1b**). V nadaljevanju se strjevalna fronta pomika proti položaju termočlena B in zgornjima merilnima elektrodama električne upornosti. Električna upornost se v tej fazi zmanjšuje linearno do vrednosti  $0,66 \text{ m}\Omega$  (od **točke B** do **C**). V **točki C** na **sliki 3.1a** doseže strjevalna fronta položaj zgornjih elektrod in termočlena B, v tem trenutku se strdi še zadnji del taline v merilnem delu vzorca. Krivulja upornosti se ponovno lomi, položaj strjevalne fronte pa zazna tudi termočlen B na ohlajevalni krivulji (**točka C'** na **sliki 3.1b**). Usmerjeno strjevanje v merilnem delu vzorca je tako končano, nadaljnje znižanje temperature in električne upornosti pa je posledica samo ohlajanja že strjene zlitine.

### 3.1 Določitev hitrosti strjevalne fronte po metodi EU

Povprečna hitrost potovanja strjevalne fronte od mesta A do B (razdalja med merilnimi elektrodami) v kremenovi ampuli je enaka razdalji med elektrodami, deljeni s časom, ki ga potrebuje fronta za potovanje od mesta A do B. Razdalja med elektrodami je med strjevanjem konstantna ( $L = 100 \text{ mm}$ ), čas ki ga potrebuje fronta, da prepotuje to razdaljo, pa je enak časovni razliki med točkama B in C na krivulji izmerjene električne upornosti  $R(t)$  (**slika 3.1 a**).

$$v_R = \frac{\Delta x}{\Delta t} = \frac{L}{t_C - t_B} \quad (3.1)$$

- $v_R$  povprečna hitrost strjevalne fronte, določena z metodo EU ( $\mu\text{m/s}$ )
- $L$  razdalja med merilnimi elektrodami oz. razdalja med mestoma A in B (mm)
- $t_B$  čas, v katerem strjevalna fronta doseže položaj spodnje elektrode (**točka B** na krivulji upornosti) (s)
- $t_C$  čas, v katerem strjevalna fronta doseže položaj zgornje elektrode (**točka C** na krivulji upornosti) (s)

Rezultati izračuna povprečnih hitrosti strjevalne fronte z metodo EU so podani v **tabeli 3.1**.

### 3.2 Določitev hitrosti strjevalne fronte in temperaturnega gradienta po metodi TČ

Izmerjeni ohlajevalni krivulji  $T(t)$  podajata časovno spremembo temperature v vzorcu na mestih A in B, kjer sta postavljena termočlena. Na ohlajevalnih krivuljah  $T(t)$  so zaradi sproščanja toplote pri strjevanju ter različne toplotne prevodnosti trdne in tekoče faze vidne točke strjevanja (točke, ko strjevalna fronta prečka konico termočlena). Iz znane razdalje med termočlenoma in izmerjenim časom, ki ga potrebuje strjevalna fronta, da prepotuje razdaljo med njima, smo ponovno izračunali povprečno hitrost strjevalne fronte  $v_{SF}$  med termočlenoma A in B (**enačba 3.2 in slika 3.1b**). Podobno kot hitrost strjevalne fronte  $v_{SF}$  smo z uporabo ohlajevalnih krivulj  $T(t)$  določili tudi povprečen temperaturni gradient  $G_{SF}$  v tekočem, ki je enak temperaturni razliki med izmerjenima temperaturama ohlajevalnih krivulj, deljeni z razdaljo med termočlenoma (**enačba 3.3 in slika 3.1b**).

$$v_{TČ} = \frac{\Delta x}{\Delta t} = \frac{L}{t_C - t_B} \quad (3.2)$$

- $v_{TČ}$  povprečna hitrost strjevalne fronte, določena z metodo TČ ( $\mu\text{m/s}$ )
- $L$  razdalja med termočlenoma A in B (mm)
- $t_B$  čas, pri katerem je strjevalna fronta dosegla termočlen A (s)
- $t_C$  čas, pri katerem je strjevalna fronta dosegla termočlen B (s)

$$G_{SF} = \frac{\Delta T}{\Delta x} = \frac{T_B(t_{B'}) - T_A(t_{B'})}{L} \quad (3.3)$$

- $G_{SF}$  temperaturni gradient v tekočem v bližini strjevalne fronte (K/mm)
- $T_A(t_{B'})$  temperatura strjevalne fronte v času  $t_{B'}$ , ko le-ta prečka termočlen A (K)
- $T_B(t_{B'})$  temperatura termočlena B v času  $t_{B'}$ , ko strjevalna fronta prečka termočlen A (K)

Rezultati izračunanih povprečnih hitrosti strjevalne fronte in temperaturnih gradientov z metodo TČ so podani v **tabelah 3.1 in 3.2**.

## 4 DISKUSIJA

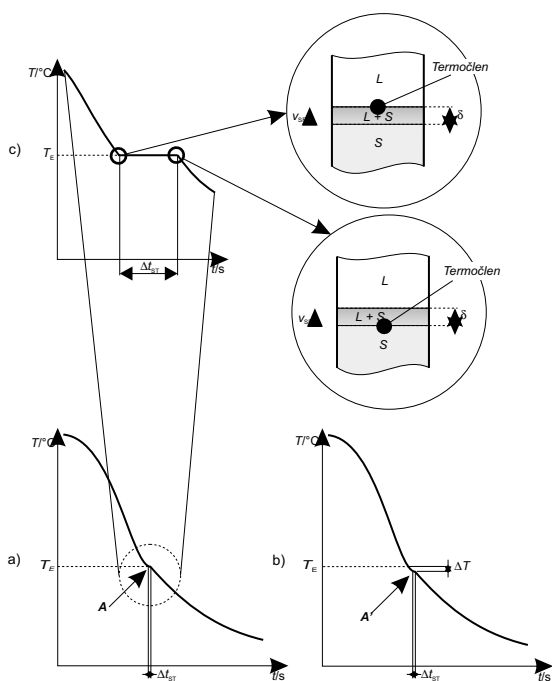
S primerjavo rezultatov izračunanih povprečnih hitrosti strjevalne fronte z obema merilnima metodama ugotovimo, da so hitrosti strjevalne fronte, določene z metodo TČ, vedno večje od tistih, ki smo jih izračunali po metodi EU (**Tabela 3.1**). Vzrok za odmike med dobljenimi hitrostmi po obeh metodah izhaja iz natančnosti posamezne merilne metode. Ta je ob ločljivosti in točnosti merilnih inštrumentov odvisna predvsem od natančnosti določitve razdalje med elektro-

dama (metoda EU) oz. termočlenoma (metoda TČ) ter od oblike izmerjenih krivulj upornosti oz. ohlajevalnih krivulj. Potrebno pa je tudi poudariti, da se merilni metodi med seboj razlikujeta po načinu zajema merjene fizikalne veličine. Metoda EU je merilna metoda, ki zajame spremembo električne upornosti v celotnem volumnu vzorca, ki je med merilnima elektrodama, medtem ko pri metodi TČ poteka meritev temperature s termočlenoma samo v točkah, v katerih sta ta postavljena. Ker je konica termočlena tudi motnija na mestu, kjer merimo temperaturno spremembo, medtem ko pri metodi EU v merilnem volumnu te motnje ni, lahko sklepamo, da je metoda EU natančnejša od metode TČ.

**Tabela 3.1:** Izračun povprečnih hitrosti strjevalne fronte z metodama EU in TČ

**Table 3.1:** Calculation of the average solidification front velocities with methods EU and TČ

Hitrost pomikanja vzorca iz grelne cone $v_p/(\mu\text{m/s})$	Povprečna hitrost strjevalne fronte, določena z metodo EU $v_R/(\mu\text{m/s})$	Povprečna hitrost strjevalne fronte, določena z metodo TČ $v_{TČ}/(\mu\text{m/s})$
14,17	13,67	16,00
37,50	38,17	43,17
84,66	81,33	91,17
133,33	124,50	138,16
179,17	151,50	157,84



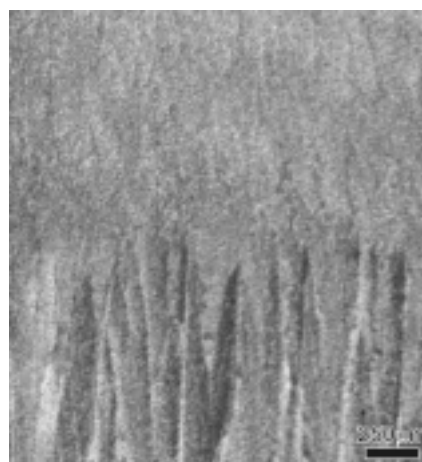
**Slika 4.1:** Oblika ohlajevalne krivulje evtektične zlitine med usmerjenim strjevanjem: **a)** Idealiziran primer - ravna strjevalna fronta,  $\Delta T = 0$ ; **b)** Realen primer - ravna strjevalna fronta,  $\Delta T > 0$ ; **c)** Povečano področje strjevalnega intervala

**Figure 4.1:** The shape of the cooling curve of the eutectic alloy during directional solidification: **a)** Idealized example - plain solidification front,  $\Delta T = 0$ ; **b)** Real example - plain solidification front,  $\Delta T > 0$ ; **c)** Magnified region of the solidification interval

Iz oblike izmerjenih krivulj upornosti  $R(t)$  je razvidno, da ostaneta točki začetka in konca strjevanja (točki nezveznosti) na krivulji upornosti  $R(t)$  enolično določljivi tako pri majhnih kot tudi pri večjih hitrostih potovanja strjevalne fronte. Točki začetka in konca strjevanja se na krivulji upornosti pojavita zaradi velike spremembe med specifično električno upornostjo tekoče in trdne faze zlitine, ki je za zlitino Pb-Sn (masni delež Sn je 61,9 %) pri fazni transformaciji  $L \rightarrow S$  enako  $\rho_L/\rho_S = 2,14$  <sup>8</sup>. Pojav točk nezveznosti je tako na krivulji upornosti neodvisen od velikosti hitrosti strjevalne fronte. Hitrost strjevalne fronte vpliva le na naklonski kot  $\alpha$  krivulje upornosti  $R(t)$  med točkama začetka in konca strjevanja (**slika 3.1a**). Pri večjih hitrostih strjevalne fronte bo naklonski kot  $\alpha$  krivulje upornosti  $R(t)$  večji, saj bo v danem časovnem intervalu potekla večja transformacija deleža tekoče v trdno fazo.

Nekoliko drugačen pa je vpliv hitrosti strjevalne fronte na obliko ohlajevalnih krivulj  $T(t)$ . V primeru ravne strjevalne fronte ter pri termodinamično ravnotežnih razmerah strjevanja ( $\dot{T} \approx 0$ ) ima pri usmerjenem strjevanju ohlajevalna krivulja  $T(t)$  evtektične zlitine obliko, prikazano na **sliki 4.1a**. Strjevanje se začne in konča pri enaki temperaturi  $T_E$ , časovna dolžina strjevalnega intervala  $\Delta t_{ST}$ , prikazanega na ohlajevalni krivulji, pa je enaka času, ki je potreben, da prečka celotna debelina  $\delta$  strjevalne fronte konico termočlena (debelina  $\delta$  strjevalne fronte je tisto območje, v katerem je zlitina v dvofaznem agregatnem stanju  $S + L$ ). Pri večji ločljivosti časovne skale dobi krivulja  $T(t)$  v območju strjevanja obliko, prikazano na **sliki 4.1c**. Na izmerjenem diagramu ohlajevalnih krivulj  $T(t)$  pa se zaradi časovno zelo kratkega strjevalnega intervala in omejene ločljivosti merilnih instrumentov točki začetka in konca strjevanja praktično združita v isto točko (**točka A** na **sliki 4.1a**).

Če v nadaljevanju upoštevamo, da poteka usmerjeno strjevanje evtektične zlitine praktično zmeraj pri termo-



**Slika 4.2:** Celična oblika strjevalne fronte evtektične zlitine Pb-Sn pri  $v_{SF} = 43,17$  mm/min in  $G_{SF} = 3,81$  K/mm

**Figure 4.2:** Cellular morphology of the solidification front of the eutectic Pb-Sn alloy at  $v_{SF} = 43,17$  mm/min and  $G_{SF} = 3,81$  K/mm

dinamsko neravnotežnih razmerah strjevanja ( $\dot{T} > 0$ ), se točka strjevanja pomakne k nižjim temperaturam (**točka A'** na **sliki 4.1b**) - strjevanje se odvija pri določeni podhladitvi  $\Delta T$ . Če je podhladitev  $\Delta T$  zelo majhna, je morfologija strjevalne fronte ravna, z naraščanjem pa prehaja v celično in naprej v dendritno. Čas, ki je potreben, da strjevalna fronta pri celični in dendritni morfologiji prepotuje termočlen, je ponovno odvisen od debeline strjevalne fronte  $\delta$  in hitrosti  $v_{SF}$ . Debelina strjevalne fronte  $\delta$  je v primeru celične morfologije enaka razdalji od vrha celice pa do njenega korena. Pri naših eksperimentih smo na gašenem vzorcu usmerjeno strjene evtektične zlitine Pb-Sn (masni delež Sn je 61,9 %) pri hitrosti pomika strjevalne fronte  $v_{SF} = 43,17 \mu\text{m/s}$  in temperturnem gradientu  $G_{SF} = 3,81 \text{ K/mm}$  izmerili debelino strjevalne fronte od 375 do 625  $\mu\text{m}$  (**slika 4.2**), kar ustreza časovni dolžini strjevalnega intervala od 8,7 s do 14,5 s (**slika 4.3**). Tako majhen časovni interval pa je prikazan na diagramu ohlajevalne krivulje  $T(t)$  ponovno kot samo ena točka, ki ustreza na osi x diagrama na **sliki 3.2** delitvi velikosti od 0,15 mm do 0,26 mm. Na ohlajevalni krivulji sta tako točki začetka in konca strjevalnega intervala ponovno združeni v eni sami točki - na ohlajevalni krivulji več ne najdemo postojišča oz. izoterme (**slika 4.3a**).

Iz ohlajevalnih krivulj  $T(t)$  je razvidno, da je mogoče točke strjevanja jasno določiti v primeru majhnih hitrosti pomika vzorca (14,17 in 37,50 mm/min) iz grelne cone in s tem posledično pri majhnih hitrostih strjevalne fronte  $v_{SF}$  (**slika 3.1b in 3.2b**). Z naraščanjem hitrosti

pomika vzorca iz grelne cone (84,66 do 179,17 mm/min) postanejo točke strjevanja vse bolj zabrisane in s tem težje določljive (**slika 3.3b, 3.4b in 3.5b**). Z nezanesljivostjo določitve točk strjevanja iz ohlajevalnih krivulj  $T(t)$  pa se poveča tudi nenatančnost izračuna obeh ključnih parametrov strjevanja ( $v_{SF}$ ,  $G_{SF}$ ).

**Tabela 3.2:** Izračun povprečnega temperaturnega gradienta z metodo TČ

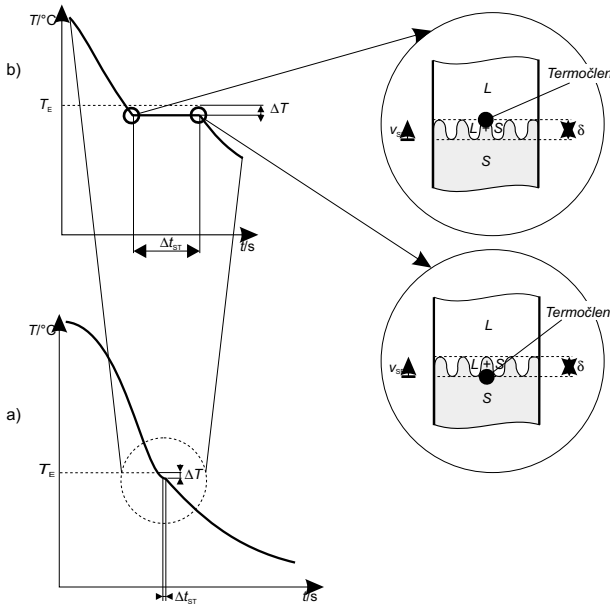
**Table 3.2:** Calculation of the average temperature gradient with method TC

Hitrost pomikanja vzorca iz grelne cone $v_p/(\mu\text{m/s})$	Povprečen temperaturni gradient, izmerjen med termočlenoma A in B $G_{AB}/(\text{K/mm})$
14,17	3,77
37,50	3,81
84,66	3,44
133,33	3,33
179,17	3,28

Pojav strjevalne točke (točke nezveznosti) na ohlajevalni krivulji  $T(t)$  pa je odvisen od spremembe ohlajevalne hitrosti  $\dot{T}$  (oz. od spremembe hitrosti odvajanja toplote s strjevalne fronte). Med strjevanjem se zaradi sproščanja latentne toplote  $\Delta H$  (**slika 4.4**) manjša ohlajevalna hitrost  $\dot{T}$ , kar ima za posledico nezveznost ohlajevalne krivulje  $T(t)$  v strjevalni točki. Z naraščanjem  $v_{SF}$  postaja talina vse bolj podhlajena ( $\Delta T$  narašča,  $\Delta T = T_m - T'$ ) in energijska vrednost podhlajene taline  $H(T)_L$  se približuje energijski vrednosti trdnine  $H(T)_S$ . Posledično se pri transformaciji  $L \rightarrow S$  sprosti manj latentne toplote  $\Delta H$  in nezveznost ohlajevalne krivulje  $T(t)$  v strjevalni točki ni več tako izrazita. Pri zelo velikih hitrostih  $v_{SF}$  se ohlajevalna krivulja  $T(t)$  v strjevalni točki več ne lomi in tako postane spremljanje strjevanja z metodo TČ vse bolj nezanesljivo.

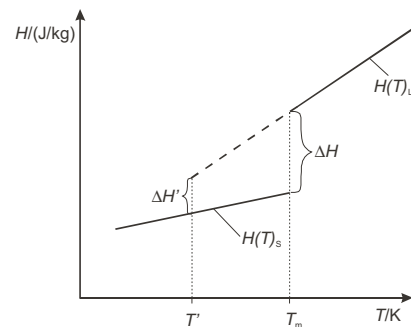
**5 SKLEPI**

Uporaba štiritočkovne merilne metode za sprotno merjenje spremembe električne upornosti je ob pravilni



**Slika 4.3:** Oblika ohlajevalne krivulje, usmerjeno strjene evtektične zlitine pri celični morfologiji rasti: **a)** Realna oblika ohlajevalne krivulje; **b)** Povečano področje strjevalnega intervala

**Figure 4.3:** The shape of the cooling curve of directionally solidified eutectic alloy by cellular morphology: **a)** Real shape of the cooling curve; **b)** Magnified region of the solidification interval



**Slika 4.4:** Vpliv stopnje podhladitve na spremembo sproščene latentne toplote pri strjevanju

**Figure 4.4:** The influence of the degree of undercooling on the latent-heat relaxation changes during solidification

izbiri merilnega inštrumenta, njegove ločljivosti, merilne točnosti, velikosti in oblike vzbujevalnega toka ter merilnih elektrod zelo primerna in uspešna metoda za sprotno spremljanje in karakterizacijo usmerjenega strjevanja.

Metoda EU omogoča - zaradi velike spremembe med specifično električno upornostjo trdne in tekoče faze - jasno identifikacijo začetnega in končnega položaja strjevalne fronte  $x_{SF}$  iz izmerjenih krivulj upornosti  $R(t)$  in posledično izračun povprečne hitrosti strjevalne fronte  $v_{SF}$ . Točki začetka in konca strjevanja ostaneta na krivulji upornosti  $R(t)$  dobro določljivi tudi pri večjih hitrostih strjevalne fronte  $v_{SF}$ , zato je metoda EU uporabna za določitev povprečne hitrosti strjevalne fronte tako pri majhnih kot tudi velikih hitrostih strjevanja.

Izračun povprečne hitrosti strjevalne fronte z metodo TČ je močno odvisen od natančnosti določitve strjevalnih točk na ohlajevalnih krivuljah  $T(t)$ , ki pa postanejo pri večjih hitrostih strjevalne fronte vse težje določljive. Pri majhni hitrostih potovanja strjevalne fronte lahko z metodo TČ dokaj natančno določimo njene povprečne vrednosti. Pri večjih hitrostih strjevalne fronte pa postane metoda TČ neuporabna.

Natančnost metode TČ je slabša v primerjavi z metodo EU, saj pri metodi TČ merimo spremembo temperature s konico termočlena, ki je obenem tudi motnja za potovanje strjevalne fronte, medtem ko pri metodi EU spremljamo spremembo električne upornosti v volumnu vzorca, ki je med merilnima elektrodama, kjer ni motnje za strjevalno fronto.

## 6 LITERATURA

- <sup>1</sup> M. McLean, Directionally Solidified Materials for high Temperature Service, The Metals Society, London, 1983, 11
- <sup>2</sup> W. Kurtz, D. J. Fisher, Fundamentals of Solidification, Trans Tech Publications, Brookfield, 1989, 87
- <sup>3</sup> G. Salvi, J. P. Garandet, Review of Scientific Instruments, 72 (2001) 255
- <sup>4</sup> M. Brunčko, I. Anžel, Materials and Technology, 35, (2001) 1-2, 73
- <sup>5</sup> J. J. Favier, P. Lehmann, B. Drevet, J. P. Garandet, D. Camel, Lecture notes in physics, 464 (1996) 77
- <sup>6</sup> C. A. Wang, A. F. Witt, J. R. Carruthers, Journal of Crystal Growth, 66 (1984) 299
- <sup>7</sup> T. W. Fu, W. R. Wilcox, Journal of Crystal Growth 51 (1981) 557
- <sup>8</sup> M. Brunčko, Applicability of Ohmic Resistance Measurement Method for Directional Solidification Monitoring, Master Thesis, University of Maribor, Faculty of Mechanical Engineering, 2002, 102