

SCIENTIFIC PAPERS
OF THE UNIVERSITY OF PARDUBICE
Series B
The Jan Perner Transport Faculty
7 (2001)

**VYUŽITIE HLBOKÉHO LEPTANIA PRI ŠTÚDIU MORFOLÓGIE
EUTEKTICKÉHO KREMÍKA**

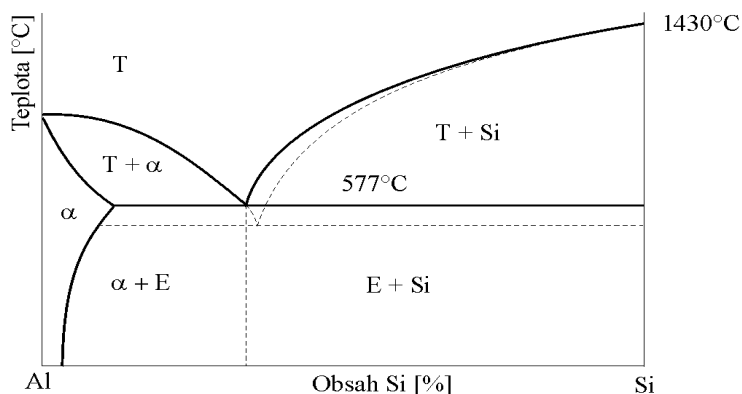
Eva TILLOVÁ, Mária CHALUPOVÁ

Katedra materiálového inžinierstva, Strojnícka fakulta, Žilinská univerzita

1. Úvod do problematiky

Zliatiny Al - Si (silumíny) patria k najviac používaným materiálom v oblasti zlievárenstva neželezných kovov. Za svoje široké použitie ě akujú predovšetkým nízkou hustotou, priaznivejšou odolnosťou voči korózii ako aj dobrou zvariteľnosťou. Tieto a aj ě ďalšie prednosti predurčujú Al - Si zliatiny pre použitie predovšetkým v automobilovom a leteckom priemysle, t.j. všade tam, kde veľká významnú úlohu vkonštrukcii výrobkov zohráva pomer medzi mechanickými vlastnosťami a hmotnosťou.

Zliatiny Al - Si (*obr. 1*) označované ako binárne alebo jednoduché silumíny sa delia na podeutektické (pod 11,7% Si), eutektické a nadeutektické (od 11,7 do 24% Si). Najlepšie zlievárenské vlastnosti majú eutektické silumíny. Štruktúra silumínov pozostáva z matrice, ktorú tvorí substituěný tuhý roztok α a eutektika. V matici sú uložené ě ďalšie fázy, ktorými sú tvrdé a krehké intermetalické fázy. Eutektikum (E) predstavuje v binárnych silumínoch zmes substituěného tuhého roztoku α (tuhý roztok Si v Al s maximálnou medzou rozpustnosti 1,59% Si pri eutektickej teplote 577°C) akryštalov takmer ěistého kremíka. Eutektikum prítomné v pomerne veľkom množstve (40 až 75%) dáva silumínom nielen vysokú zabiehavosť, ale tiež znižuje ich lineárnu zmrastivosť a sklon k tvorbe trhlín za tepla a sklon k vzniku mikropórovitosti [1], [2], [3].



Obr. 1 Binárny diagram Al - Si
Fig. 1 Binary diagram of Al - Si

Binárne Al - Si zliatiny sú určené kvýrobe tvarových odliatkov liatím do piesku, do kovových foriem alebo pod tlakom. Ich mechanické vlastnosti však nedosahujú také hodnoty ako Al - zliatiny na tvárnenie (napr. Al - Mg, Al - Mg - Si, atď .) a značne závisia od spôsobu odliavania. Maximálna pevnosť býva okolo 250 MPa. Zlepšenie pevnostných charakteristík zabezpečíme prísadou horčíka a medi, ktoré umožnia takto vzniknuté špeciálne silumíny Al - Si - Mg a Al - Si - Cu vytvrdzovať. Zliatiny je potom možné dlhodobo mechanicky zaťažovať pri teplotách do 250 až 275°C. Zlievárenské vlastnosti týchto špeciálnych silumínov sú však horšie ako u silumínov binárnych. Zo špeciálnych silumínov sú odliavané tvarovo zložité a tenkostenné odliatky všetkých druhov vrátane veľkorozmerných, napr. skrine spaľovacích motorov a prevodoviek, piesty a hlavy valcov, remenice, puzdrá, disky kolies a súčasti lietadiel [2].

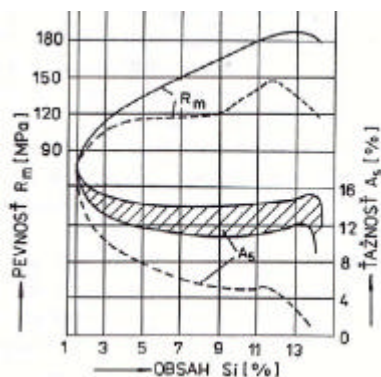
Dosiahnutie vyššej zlievárenskej kvality spolu s rovnomernými vlastnosťami a nízkymi výrobnými nákladmi závisí od vhodného zloženia taveniny a „ošetrenia kovu“. Priebeh tvorby eutektika vsilumínoch má anomálny charakter. Jeho dôsledkom je značný podiel hrubých doskovitých a krehkých kryštálov kremíka, ktoré znižujú pevnostné a plastické vlastnosti silumínov. Silumíny kryštalizujúce bez zásahu do mechanizmu tvorby eutektika majú pomerne nízku pevnosť a ťažnosť ($R_m = 130$ až 140 MPa, $A = 1$ až 2%).

Pevnosť a súčasne aj tvárnosť silumínov sa dá zvýšiť zjemnením kryštálov kremíka v eutektiku. To sa dá dosiahnuť:

- *podchladením taveniny zvýšenou rýchlosťou ochladzovania* a následne potom vyššou rýchlosťou eutektickej premeny s tvorbou normálneho eutektika. Tento spôsob dáva dobré výsledky, je však použiteľný len pre tenkostenné odliatky odliavané do kovových foriem, alebo pod tlakom,
- *modifikovaním*, ktoré spôsobuje posun eutektického bodu smerom k vyšším koncentráciám Si a nižším teplotám (obr. 1). Mechanizmus modifikovania nie je dodnes úplne vysvetlený, ale približne sa dá popísať nasledovnou teóriou. Modifikátor sa absorbuje na povrch kryštálov Si vtvoriacej sa kolónii eutektika

Eva Tillová, Mária Chalupová:

a pôsobí ako prekážka ich ďalšieho rastu. Dominantnou fázou pri pokračujúcej eutektickej reakcii sa tak stáva tuhý roztok α . Dendrity tohto tuhého roztoku sa v podmienkach značného podchladenia husto vetvia av medziosových priestoroch uzatvárajú mikroskopické objemy taveniny. Kremík sa potom v týchto mikroobjemoch vylučuje vo forme jemných tyčinkovitých kryštálov. Modifikovaním sa mení veľkosť a morfológia kryštálov Si. Zlepšenie mechanických vlastností silumínov modifikovaním je preto tým výraznejšie, čím je vyšší obsah Si v zliatine – obr. 2. Pre silumíny s obsahom Si menším ako 5% stráca modifikovanie prakticky zmysel [1], [3]. Najčastejšie používanými modifikátormi sú sodík (Na) a stroncium (Sr). Stroncium ako modifikátor novej generácie menej znižuje teplotu eutektickej premeny ako sodík a jeho modifikačný účinok je podstatne dlhší. Do taveniny sa pridáva vo forme predzliatin napr. AlSr5, AlSr10. Množstvo potrebnej predzliatiny sa musí prepočítať na optimálne množstvo čistého Sr a závisí od rýchlosti chladnutia odliatku a od obsahu Si v zliatine [4], [5].



Obr. 2 Závislosť R_m a A_5 od obsahu Si v zliatinách Al – Si, — modifikované zliatiny, - - - - - nemodifikované zliatiny

Fig. 2 Effect of Si on mechanical properties in Al – Si alloys, — modified alloys, - - - - - unmodified alloys

Štruktúru a mechanické vlastnosti môžeme ovplyvniť aj ďalšou úpravou tekutého kovu pridaním malého množstva látky, ktorá ovplyvní počet kryštalizačných zárodkov a spôsobí zjemnenie štruktúry kovovej matrice α - fázy, t.j. *očkovaním*. Zjemnenie tuhého roztoku α sa uskutočňuje pridaním prvkov titánu (Ti) alebo bóru (B), ktoré sú do taveniny pridávané jednotlivo vo forme predzliatin typu AlTi a AlB, alebo kombinovane vo forme predzliatiny typu AlTiB [6].

Morfológia eutektického kremíka ovplyvňuje mechanické vlastnosti silumínov, preto je výrazným štruktúrnym faktorom a metodiky jej podrobného štúdia sú súčasne aktuálnym problémom [7]. Pre podrobnejšie zistenie morfológie eutektického kremíka je vhodné použiť hlboké leptanie s pozorovaním na REM.

2. Experimentálna časť

Experimentálne práce boli súčasťou širšieho výskumného programu zameraného na kvantifikovanie štruktúry a predikciu vlastností liatych materiálov.

Ako experimentálny materiál bol použitý podeutektický silumín AlSi7MgTi (STN 42 4334), vyrobený dodaný firmou SLOVALCO, a.s. Žiar nad Hronom. Zliatina má dobré mechanické vlastnosti, odolnosť voči korózii a je vhodná na zložité a tenkostenné odliatky pre automobilový a letecký priemysel.

Vzorky boli vybrané z taviieb, ktoré boli zamerané na testovanie vplyvu oekovania a modifikovania na štruktúru a vlastnosti silumínu. Na oekovanie sa použila predzliatina AlTi5B1 a na modifikovanie predzliatina AlSr5. Východisková tavba nebola oekovaná ani modifikovaná. Ďalšie tavby boli oekované konštantným množstvom oekovadla (55 ppm AlTi5B1) a modifikované odstupòovaným množstvom modifikátora v množstve 20, 30, 40, 50 a 60 ppm Sr. Doba výdrže oekovania a modifikovania bola 3 minúty, pričom teplota oekovania a modifikovania bola $730 \pm 5^\circ\text{C}$ a teplota liatia bola $740 \pm 5^\circ\text{C}$.

Chemické zloženie zliatiny je uvedené v tab. 1.

Tab. 1 Chemické zloženie silumínu AlSi7MgTi [hmot. %]

Tab. 1 Chemical composition of AlSi7MgTi [Wt%]

Si	Mg	Ti	Cu	Fe	Mn
7,2	0,3	0,121	0,001	0,1	0,004
Ni	Zn	Sr	P	B	Ca
0,003	0,003	0,031	0,001	0,001	0,001

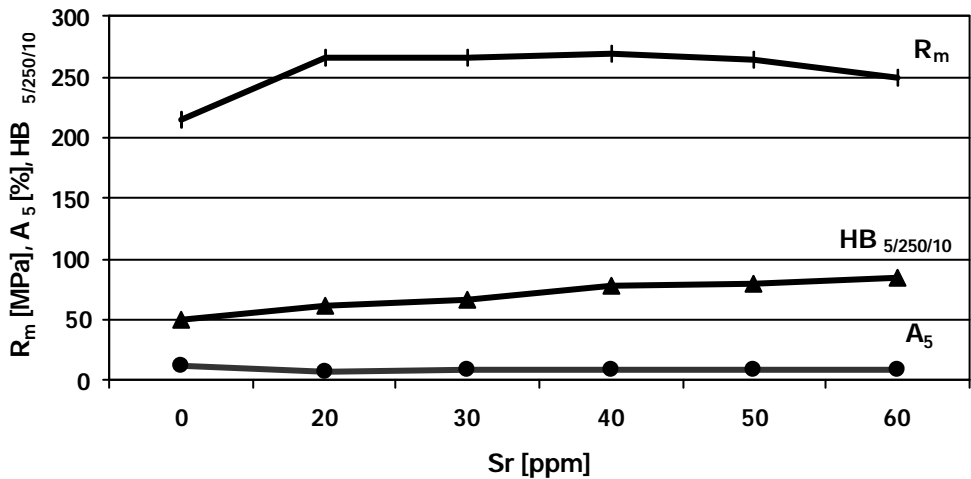
Vzorky boli podrobené základným mechanickým skúškam - statickej skúške ťahom podľa STN 42 0310 a skúške tvrdosti podľa Brinella podľa STN 42 0371. Výsledky hodnotenia mechanických skúšok ukazuje graf na obr. 3. Modifikovaním sa postupne zvýšila pevnosť oproti vzorkám nemodifikovaným o 25%, t.j. z 214,8 MPa (východiskový stav) na 268,4 MPa, tvrdosť vzrástla celkovo až o 70% z 50 na 85 HB_{5/520/10} a ťažnosť klesá o 57% z 12,63% na 8%.

Maximálne hodnoty pevnosti $R_m = 268,4$ MPa dosahujú vzorky stzv. optimálnym množstvom modifikátora (40 ppm Sr), ďalšie modifikovanie (50 a 60 ppm Sr) má za následok pokles pevnosti.

Metalografické hodnotenie

Vplyv množstva stroncia na mikroštruktúru a tvar eutektického kremíka boli sledované klasickým čierno - bielym kontrastom, leptaním 0,5% HF. Leptaním sa na povrchu vytvoril mikrorelief, ktorý dáva odlišné zobrazenie fáz a medzifázových rozhraní

vodrazenom svetle. U silumínov tak môžeme pozorovať základnú štruktúru tvorenú kremíkovým eutektikom a dendritmi α - fázy.

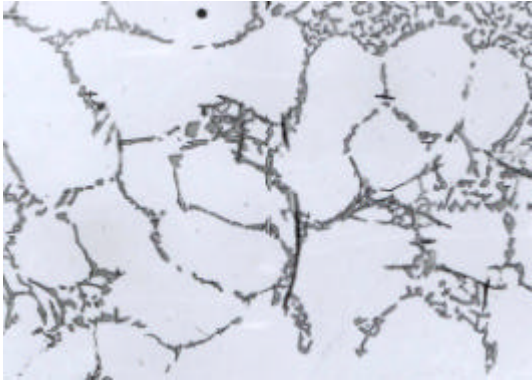


Obr. 3 Vplyv modifikovania na vybrané mechanické vlastnosti
Fig. 3 Effect of modification by Sr on mechanical properties

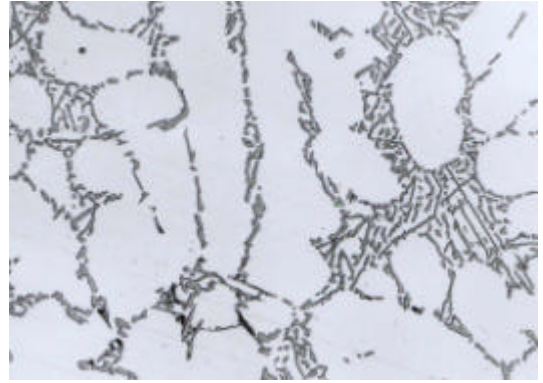
Mikroštruktúry vybraných vzoriek pri zv. 200x sú dokumentované na obr. 4. Mikroštruktúra nemodifikovaného a neoekovaného silumínu (obr. 4a) bola tvorená dendritmi α - fázy (svetlé miesta) a doštičkami eutektického kremíka, ktoré sme v rovine metalografického výbrusu pozorovali ako rôzne rozložené krátke ihlice s výraznými kontúrami. Na okrajoch dendritov α - fázy bol zaznamenaný výskyt eutektického kremíka aj v tvare hranatých zŕn. Tento výskyt zŕn eutektického kremíka je spôsobený tým, že zliatina už vo východiskovom stave (tab. 1) obsahuje určité množstvo Sr a je tzv. predmodifikovaná.

Cieleným modifikovaním dochádza k postupnej morfolologickej zmene eutektického kremíka a tento pozorujeme v rovine metalografického výbrusu ako rôzne zrná. Pri nedostatočnom množstve modifikátora (20 a 30 ppm – obr. 4b) sú zrná hranaté s klesajúcim podielom ihlíc eutektického kremíka. Optimálne modifikovaný silumín (40 ppm Sr – obr. 4c) má eutektický kremík v tvare prevažne dokonale oblých zŕn s lokálnym výskytom hranatejších zŕn na okraji dendritov α - fázy. Po prekročení optimálneho množstva modifikátora [4], [5] je eutektický kremík pozorovaný v tvare zhrubnutých hranatých zŕn (ide o tzv. predmodifikovaný stav – 50 a 60 ppm Sr – obr. 4d).

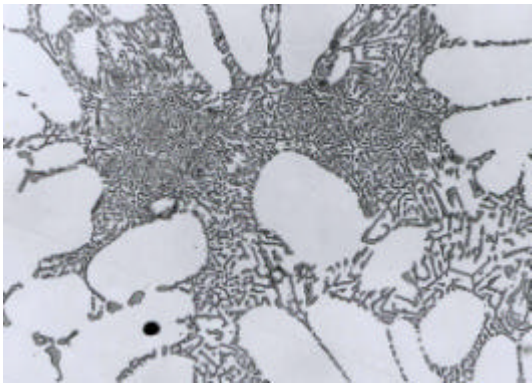
Použitím čierne - bieleho kontrastu sú viditeľné, ale slabo rozlíšiteľné aj intermetalické fázy, vyskytujúce sa v hodnotenej zliatine, napr. fáza $FeSiAl_5$ (obr. 4a) - čierne ihlice. Pre identifikáciu ďalších intermetalických fáz prítomných v hodnotenej zliatine $AlSi7MgTi$ by bolo vhodné použiť farebné leptanie [8], [9], [10].



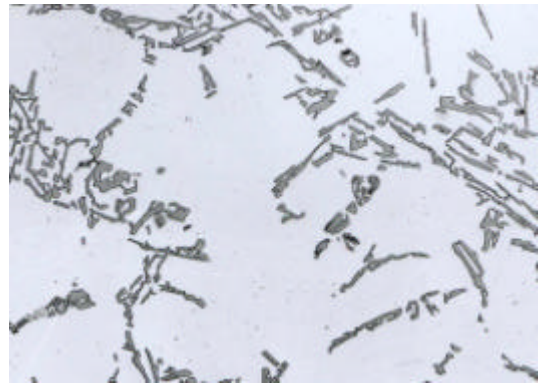
a) 0 % Sr



b) 20 ppm Sr



c) 40 ppm Sr



d) 60 ppm Sr

Obr. 4 Mikroštruktúra silumínu AlSi7MgTi, lept. 0,5% HF, zv. 200x

Fig. 4 Microstructure of AlSi7MgTi, etch.0,5% HF, 200x

Morfológia eutektického kremíka

Pri bežnom spôsobe leptania (čierno-biely, farebný kontrast) môžeme na vzorke pozorovať v podstate len prejavy kryštalickej stavby v rovine. Získanie čo najpresnejšej predstavy o priestorovej morfológii fáz z jej prejavov v rovinnom reze je náročnejšie ako pri iných metódach mikroskopického štúdia povrchov. Preto je pri ich štúdiu výhodné využiť hlboké leptanie.

Hlboké leptanie je leptanie povrchu vzoriek kovových materiálov, pri ktorom vhodnou voľbou leptadla a podmienok leptania dosiahneme, že v priebehu leptania sa niektoré fázy nerozpúšťajú (alebo len v malej miere) a niektoré fázy sa čiastočne alebo úplne rozpustia v leptadle. Hlboké leptanie zliatin Al - Si je založené na použití kyselín, ktoré rozpustia kovovú maticu α -fázy a eutektický kremík zostane nerozpustený. Pomocou riadkovacieho elektrónového mikroskopu (REM) môžeme potom pozorovať

jeho priestorový tvar. Leptanie pritom musí zaručiť zachovanie tvaru a povrchu eutektického kremíka bez vzniku výraznejších splođín leptania [11].

Napriek principiálnej jednoduchosti hlboké leptanie nie je bezproblémové. Opisy spôsobov leptania, ktoré sa vyskytujú v literatúre sú neúplné, väčšinou neudávajú kompletne zloženie leptadiel a postupy leptania. Pre dosiahnutie požadovanej morfológie je však potrebné zaručiť potrebnú hĺbku leptania. Táto nesmie byť pri nespojitých útvaroch moc veľká, pretože by častice vypadávali z naleptaného povrchu. V práci sme zvolili postup leptania, ktorý spočíva v postupnom odleptávaní matrice, s odhadnutím doby leptania tak, že fáza (častica) zostane zakotvená v pozorovanom povrchu.

Experimentálne boli overované nasledovné leptadlá - tab. 2 [12], [13], [14].

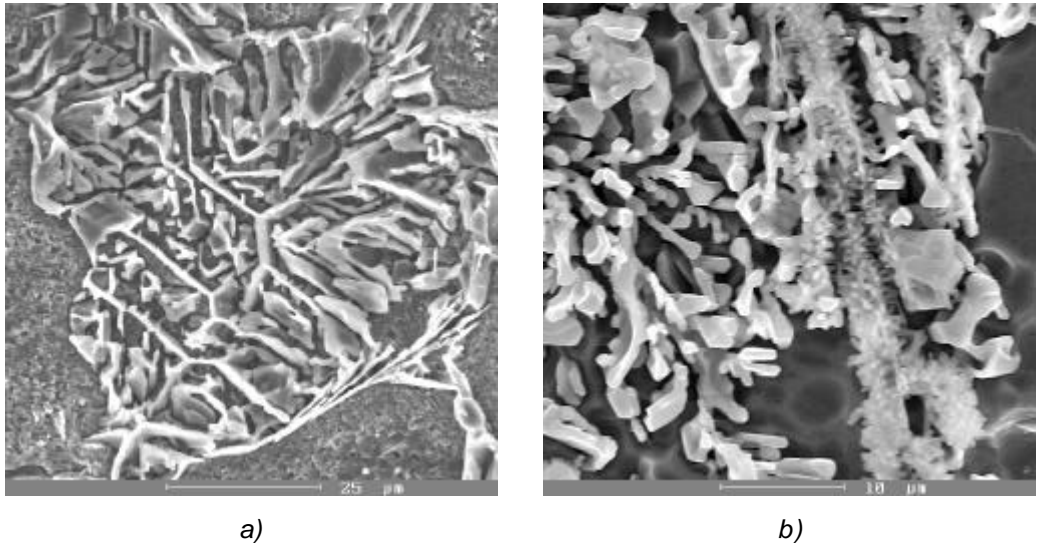
Tab.2 Leptadlá na hlboké leptanie eutektického kremíka v zliatinách Al - Si

Table 2 Etching agents for deep etching in Al - Si alloys

Chemické leptanie		
	Zloženie	Spôsob leptania
1.	1 ml HCl 100 ml destilovanej vody	vzorku necháme v leptadle 5 až 10 dní
2.	36 ml HCl 100 ml destilovanej vody	za miešania leptať 2 až 20 minút, oplachujeme v alkohole
3.	40 ml HCl 40 ml etylalkohol – 98 % 20 ml H ₂ O	za miešania leptať 5 až 15 minút, oplachujeme v alkohole,
4.	5 ml HF 70 ml H ₂ O ₂	leptáme za normálnej teploty 5 až 20 minút, oplachujeme v 10 % HNO ₃ v alkohole
5.	1 diel HCl 2 diely HNO ₃ 13 dielov CH ₃ COOH	leptadlo musí byť pripravené min. 3 dni vopred, leptáme za normálnej teploty 7 minút
6.	15 ml HF 42 ml HCl 16 ml HNO ₃ 7 ml. H ₂ O	veľmi intenzívne leptanie, max. 1 minúta

Z doporučených leptadiel je najmenej vhodné leptadlo č.1, ktoré neodleptáva dostatočne matricu (obr. 5a) ani po dlhých časoch leptania. Leptadlá č.3, 4 a 6 sú veľmi búrlivé. Pri manipulácii s nimi je potrebné dodržiavať pravidlá pre prácu so žieravinami. Dobre odleptávajú matricu a odkrývajú eutektický kremík. Ich veľkou nevýhodou však je,

že po prekročení experimentálne stanovenej doby leptania sa na povrchu vzoriek vytvára tenká vrstvička oxidov, prednostne na niektorých fázach (obr. 5b).



Obr. 5 Morfológia eutektického Si, REM, a) lept. HCl, 5 dní, b) lept. HF+H₂O₂
Fig. 5 Morphology of silicon crystals, REM, deep etching by a) HCl, 5 days, b) HF+H₂O₂

Ako najvhodnejšie pri štúdiu morfológie eutektického kremíka zliatin Al – Si - Mg a dá sa povedať ako univerzálne na tieto zliatiny je vhodné, pri dodržaní podmienok manipulácie so žieravinami, používať leptadlá 2 a 5. Obe leptadlá odleptávajú dobre maticu a odkrývajú eutektický kremík bez vzniku nevhodných artefaktov na povrchu vzoriek.

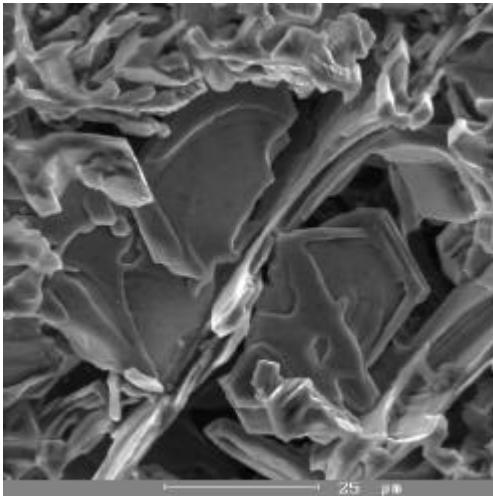
Výsledky štúdia morfológie eutektického kremíka v modifikovanej zliatine AlSi7MgTi sú dokumentované na obr. 6 a obr. 7.

Podrobným štúdiom hlboko leptaných vzoriek nemodifikovaného silumínu v REM bolo zistené, že pre nemodifikovaný silumín je typický výskyt hexagonálneho, fazetového a doskového útvaru (obr. 6a,b), ktorý postupne rastie. Rast začína prednostne rozvojom dvojčatových plôch v mieste tupého uhla roviny {111} a pokračuje v smere <211> (obr. 6b). Jedná sa o tzv. TPRE – mechanizmus (twin plane re-entrant edge mechanism [14], [15], [16]).

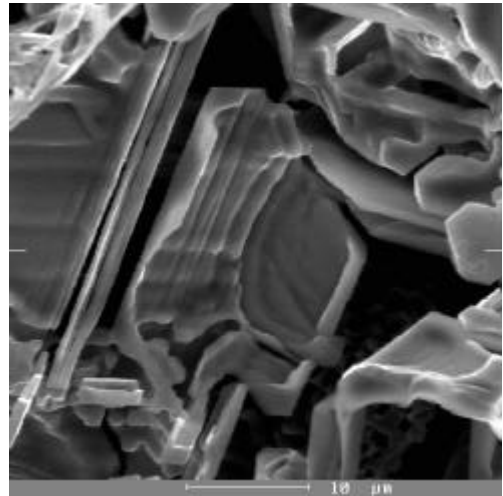
Modifikovanie spôsobuje diskontinuálny rast eutektického kremíka tým, že podnecuje vznik nových faziet, čo sa v eutektiku prejaví prechodom lamelárneho eutektika na globulitické. Modifikáciou dochádza k tvarovej zmene eutektického kremíka. Doštičky Si sa stenujú a začína sa ich postupné štiepenie (obr. 6c,d). Štiepenie vzniká prednostne v mieste tupého uhla roviny {111} a pokračuje takisto v smere <211> [1], [15], [16]. Ostré hrany doštičiek sa zaobľujú a doska eutektického kremíka sa plynulo zmení na tyčinku. Rez touto tyčinkou môže mať tvar hranatého alebo oblého zrna (v závislosti

Eva Tillová, Mária Chalupová:

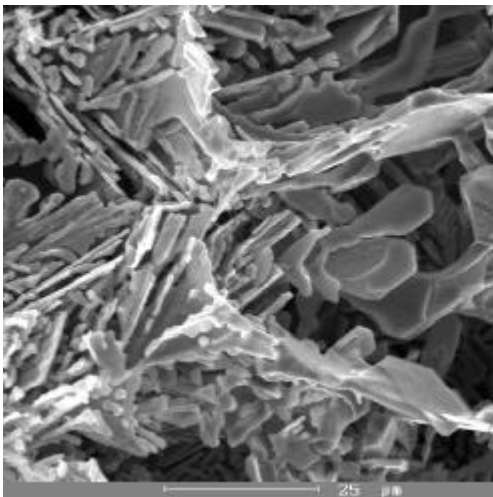
od množstva použitého modifikátora), ktoré potom pozorujeme na metalografickom výbruse.



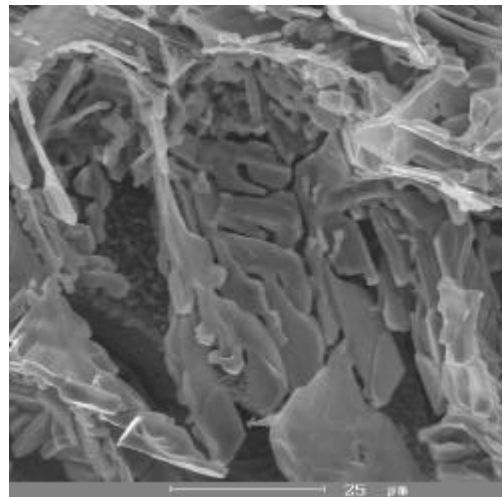
a) 0% Sr



b) 0% Sr



c) 20 ppm Sr



d) 20 ppm Sr

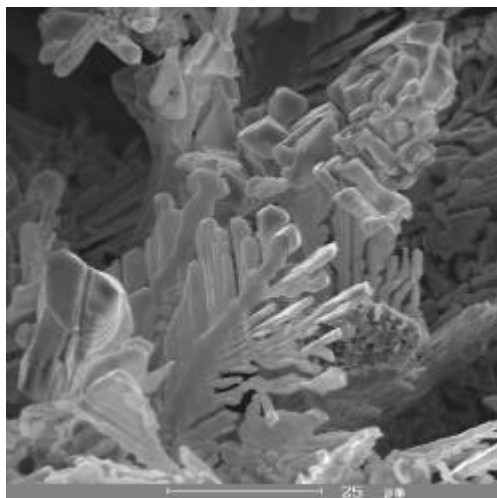
Obr.6 Morfológia eutektického Si, REM, lept. $HCl+HNO_3+CH_3COOH$

Fig.6 Morphology of silicon crystals, REM, deep etching by $HCl+HNO_3+CH_3COOH$

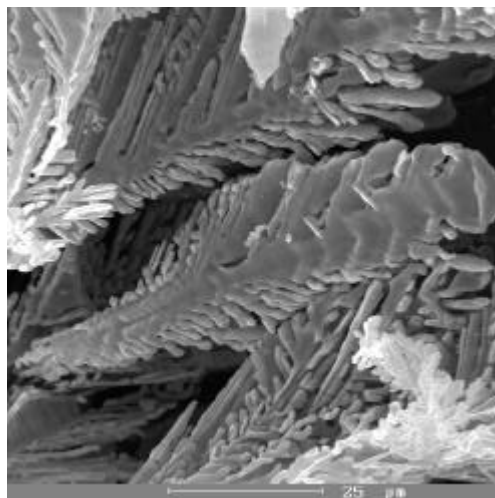
Tvarovú zmenu eutektického Si z doštičky na tyèinku v zliatine $AlSi7MgTi$ dokumentuje obr. 7.

Na obr. 6 a obr. 7 vidíme, že zvyšovaním množstva Sr sa postupne v štruktúre znižuje podiel doštièiek eutektického kremíka a zvyšuje sa podiel tyèiniek. Morfológia tyèinky sa mení v závislosti od zvoleného množstva Sr. Pre vzorky s 20 a 30 ppm je

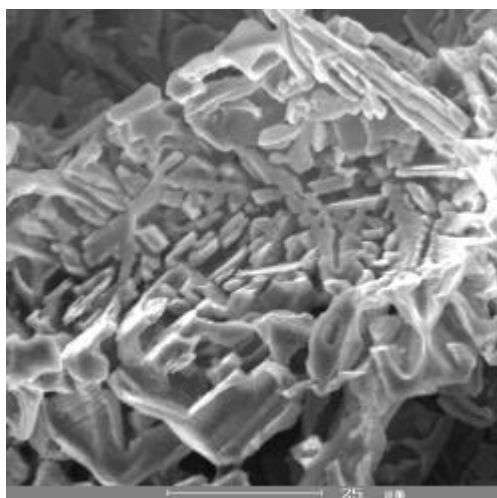
zvolené množstvo Sr ešte nedostačujúce. Za optimálne považujeme množstvo 40 ppm Sr (obr. 7a,b). Rez tyčinkou je v podstate dokonale oblé zrnko len s lokálnym výskytom hranatejších tyčieniek.



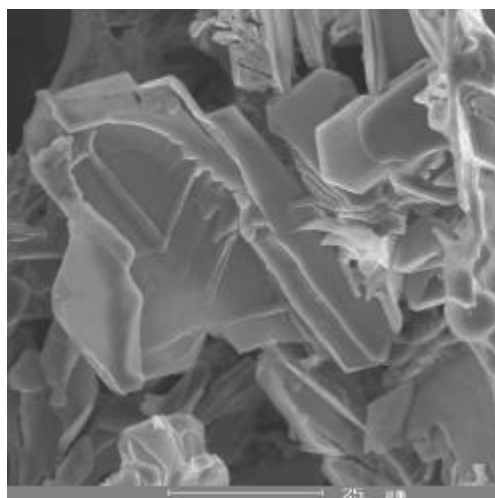
a) 40 ppm Sr



b) 40 ppm Sr



c) 60 ppm Sr



d) 60 ppm Sr

Obr.7 Morfológia eutektického kremíka, REM, lept. $HCl+HNO_3+CH_3COOH$

Fig.7 Morphology of silicon crystals, REM, deep etching by $HCl+HNO_3+CH_3COOH$

Prekročením optimálneho množstva modifikátora (50 a 60 ppm Sr) dochádza k postupnému hrubnutiu tyčieniek Si a na niektorých miestach môžeme dokonca pozorovať zhrubnutie pripomínajúce vznik tenkej doštičky eutektického Si (obr. 7c,d).

Kryštály eutektického kremíka majú tzv. trsovité usporiadanie, ktoré vyplýva z rastu z jedného centra.

Eva Tillová, Mária Chalupová:

3. Záver

Analýzou vzoriek silumínu AlSi7MgTi oèkovaného 55 ppm AlTi5B1 a modifikovaného odstupòovaným množstvom stroncia (20, 30, 40, 50 a 60 ppm Sr) sme zistili, že:

- Zvyšovaním množstva modifikátora sa v tejto zliatine zvyšuje tvrdosť, klesá ťažnosť. Pevnosť rastie do hodnoty 40 ppm Sr, prekročením tohoto množstva však R_m klesá. Za optimálne množstvo modifikátora možno preto vsledovanom silumíne považovať hodnotu 40 ppm Sr (najlepšia kombinácia mechanických vlastností a štruktúry).
- Modifikovaním stronciom u zliatin Al – Si - Mg dochádza k morfolologickej zmene eutektického kremíka, ktorá je po vhodnom hlbokom leptaní pozorovateľná v REM. Eutektické kryštály rastú zjedného centra a majú tzv. trsovité usporiadanie. Pre nemodifikované silumíny je typický výskyt eutektického kremíka tvare doštièiek, ktoré sa modifikovaním menia na tyèinky, rez ktorými môžu byť oblé, resp. hranaté zrná (ich tvar sa mení v závislosti od použitého množstva modifikátora).
- Ako vhodné leptadlo pre morfologické štúdium zliatin Al – Si - Mg doporučujeme pri dodržaní podmienok leptania používať koncentrovanú HCl alebo leptadlo zložené z HCl, HNO₃ a CH₃COOH, pri ktorých je zaruèené leptanie bez výskytu nežiadúcich spodín leptania a vzniku artefaktov.

Lektoroval: Prof. Ing. Františka Pešlová, CSc.

Predloženo: v únore 2002.

Literatúra

- [1] Lukáè, I.: *Vlastnosti a štruktúra než ezezných kovov*. Alfa Bratislava, 1981.
- [2] Ptáèek, L. a kol.: *Nauka o materiálu II*. CERM Brno, 1999.
- [3] Grígerová, T., Korený, R., Lukáè, I.: *Zlievárenstvo než ezezných kovov*. Alfa Bratislava, 1988.
- [4] Benko, P., Skoèovský, P.: *Vplyv modifikovania a oèkovania na štruktúru a vlastnosti silumínu*. In.: *Technológia '99*, Bratislava, 1999, s. 649-652.
- [5] Bolibruchová, D., Bechný, L., Sládek, A., Martinková, J.: *Oèkovanie, modifikovanie a mikrolegovanie zliatiny AlSi7MgTi*. *Transaction of the Universities of Košice and Allusiuse Di èin*, 1999, s. 68-74.
- [6] Hoefs, P., Schneider, W.: *Giesserei 81*. 1994, è.12, s. 398-406.
- [7] Beneš, L., Švejcar, J.: *Scanning Tunneling Microscope – Possibilities and Applications in Materials Science and Engineering*. In.: *Proc. of METAL 97, International Metallurgical Symposium Ostrava, Czech Republic, 1997, part IV*, 182.
- [8] Skoèovský, P.: *Farebný kontrast v metalografickej mikroskopii*. Slovmetal, Žilina 1993.
- [9] Michna, Š., Lukáè, I.: *Získanie a využitie farebného kontrastu v metalografii hliníkových zliatin*. *Acta Metallurgica Slovaca*, N^o1, 2001, roè.7, s. 20-24, ISSN-1335-1532.
- [10] Koneèná, R., Skoèovský, P.: In.: *Zeszyty Naukowe Nr.235/97, Politechnika Opolska*, 1997, s. 201–204.

- [11] Skočovský, P., Šiman, I.: *Štruktúrna analýza liatin*. Alfa Bratislava, 1989.
- [12] Tillová, E., Chalupová, M.: *Untersuchung von Eutektischen Siliciums in AlSi10MgMn - Legierung*. In.: 17th International Colloquium, Zielona Góra - Lagów, Poland, 2000, s. 75-80.
- [13] Tillová, E., Chalupová, M., Konečná, R.: *Structural study of silumin AlSi7MgTi*. Acta Metallurgica Slovaca, N^o1, 2001, roč. 7, s. 456-458, ISSN-1335-1532.
- [14] Tillová, E., Chalupová, M., Bolibruchová, D., Konečná, R.: *Metalographische Analyse von AlSi7MgTi – Legierung*. In. 18th international Colloquium, Dresden, SRN, 2001, s. 23-28, ISSN 1433-4135.
- [15] Chen, X., Engler, S.: *Z. Metallkunde*. bd. 81, H.6, 1990, s. 412–418.
- [16] Engler, S.: *Zur Erstarrungsmorphologie von Aluminium Gusswerkstoffen*. Teil III: AlSi - Legierungen, ALUMINIUM, 1970, Nr.1, s. 121–126.

Autori ě akujú VEGA SR za finančnú podporu tejto práce, ktorá súvisí s riešením výskumnej úlohy 1/7443/20 „Modelovanie a modifikovanie štruktúry progresívnych zliatin.

Resumé

VYUŽITIE HLBOKÉHO LEPTANIA PRI ŠTÚDIU MORFOLÓGIE EUTEKTICKÉHO KREMÍKA

Eva TILLOVÁ, Mária CHALUPOVÁ

Príspevok je venovaný štúdiu vplyvu modifikovania a oèkovania na vybrané mechanické vlastnosti (R_m , A_5 a $HB_{5/250/10}$), štruktúru a predovšetkým morfológiu eutektického kremíka v zliatine AlSi7MgTi.

Štruktúra bola hodnotená klasicky s využitím èierno-bieleho kontrastu. Pozorované boli dendrity α - fázy a eutektický kremík. Vnemodifikovanom silumíne sme eutektický Si pozorovali v rovine metalografického výbrusu v tvare ihlíc, ktoré sa modifikovaním zmenia na zrná.

Pre podrobnejšie štúdium morfológie eutektického kremíka bolo zvolené hlboké leptanie s následným pozorovaním vzoriek pomocou riadkovacieho elektrónového mikroskopu (REM). Experimentálne boli navrhnuté leptadlá a urèené podmienky pre bezproblémové získanie morfológie eutektického kremíka v zliatine Al-Si-Mg.

Hodnotením vzoriek s rôznym množstvom modifikátora sa preukázalo, že stroncium prispieva k morfologickej zmene eutektického kremíka. Jeho kryštály rastú z jedného centra a majú tzv. trsovité usporiadanie. Pre nemodifikovaný silumín je typický výskyt eutektického kremíka v tvare doštièiek, ktoré sa modifikovaním menia na tyèinky, rez ktorými môžu byť hranaté alebo oblé zrná.

Summary

USING OF CHEMICAL DEEP ETCHING AT EUTECTIC SI MORPHOLOGY ANALYSIS

Eva TILLOVÁ, Mária CHALUPOVÁ

Al – Si alloys are used above all as a casting material. Their microstructures and mechanical properties can be improved by modification of eutectic silicon (Si) which consists in adding of little amount of suitably chosen material (Na, Sr) into the melt. Modification using Sr is based on the transformation of growth unit of eutectic Si from plates to oval sticks (rightly modified silumin) or angular sticks (over modified silumin). As experimental material was used the silumin AlSi7MgTi modified by changing amount of Sr (20, 30, 40, 50 and 60 ppm) and inoculated by 55 ppm AlTi5B1.

Eva Tillová, Mária Chalupová:

Microstructure of silumin was performed by light microscopy, using classic black and white contrast (0,5 % HF). The origin structure of unmodified and no inoculated silumin was formed by α - phase dendrites, eutectic silicon plates (which appear on metallographic section as non oriented needles) and intermetallic phases. Modification by Sr changed the shape of eutectic Si from plates to sticks which appear on metallographic section as grains. After modification by 20 ppm Sr we can see needles and little quantity of angular grains. The modified structure by 40 ppm Sr is characteristic by presence of oval grains and of little quantity angular grains and after modification by 60 ppm Sr (over modified silumin) we can see only angular grains.

Morphology of eutectic silicon was investigated in SEM by application of chemical deep etching. As deep etching agent were used original etching solutions. After deep etching we can see morphology of eutectic Si; different oriented plates for unmodified and no inoculated silumin, plates with angular sticks for modified silumin by 20 ppm Sr, oval or angular sticks for modified silumin by 40 ppm Sr and angular sticks for over modified silumin by 60 ppm Sr.

The effect of modification by Sr and the effect of inoculation by AlTi5B1 on mechanical properties corresponded with morphology of eutectic Si. The best mechanical properties has silumin modified by 40 ppm Sr.

Zusammenfassung

STUDIUM DER MORPHOLOGIE DES EUTEKTISCHEN SILICIUMS

Eva TILLOVÁ, Mária CHALUPOVÁ

Technische Aluminium - Silizium - Legierungen sind heute als Material mit guten Eigenschaften in der Auto - und Flugindustrie öfter verwendet.

Um die mechanischen Eigenschaften der technischen Al-Si-Legierungen zu verbessern, ist es notwendig, Struktur mit der körnigen Ausbildung des Aluminium – Silizium - Eutektikums zu beseitigen. Dies geschieht meist dadurch, daß Sr (oder Natrium) in die Schmelze eingebracht wird. Die Modifikation (Veredelung) mit Sr ändert der Morphologie (aus den Platten nach den Stäbchen) des eutektischen Siliziums. Mechanischen Eigenschaften können auch mit der Impfung (Ergebnis ist die Feinung der Metallmatrix) beeinflussen.

In vorliegenden Beitrag werden die Ergebnisse von experimentellen Arbeiten zum Einfluss der Modifikation und der Impfung auf die mechanischen Eigenschaften, auf die Struktur und auf die Morphologie des eutektischen Siliziums in AlSi7MgTi – Legierung vorgestellt.

Als das experimental Material wurde das Al – Si - Legierung AlSi7MgTi verwendet. Erste Schmelze wurde nicht modifiziert und nicht geimpft. Nächsten Schmelzen wurden mit der konstanten Menge 55 ppm der Impfung AlTi5B1 geimpft und dann wurden mit der abgestuften Menge 20, 30, 40, 50 und 60 ppm des Strontiums (Sr) modifiziert.

Bild 3 zeigt die Abhängigkeiten der mechanischen Eigenschaften (R_m , A_5 und $HB_{5/250/10}$) von der Menge des Modifikators Sr. Wie kann man aus dem Bild sehen, steigt mit der Modifikation der Zugfestigkeit von $R_m = 214,8$ MPa für unmodifizierterer Proben bis $R_m = 268,4$ MPa für Proben mit 40 ppm des Modifikators. Die Eigenschaften verbessern sich auffallend mit der Modifikation 40 ppm Sr, die weitere Erhöhung der Menge des Sr bewirkt die mäßige Zunahme der Härte aber es bewirkt die Abnahme der Zugfestigkeit und der Bruchdehnung.

Die metallographische Bewertung zeigt Bild 4. Für die metallographische Untersuchung wurde der Schwarz – Weiß – Kontrast mit der Ätzmittel 0,5% HF benützt. Die unmodifizierte und nicht geimpfte Al – Si - Legierung hat die typische dendritische Struktur der α - Phase mit den Platten des eutektischen Siliziumkristalls, die auf der Fläche der metallographischen Schlicke als der Nadeln mit verschiedener Orientierung sehen können. Die Modifikation mit Sr brachte der Änderung der Morphologie des Siliziums hervor, aus den Platten nach den Stäbchen (die als die verschiedene körnige Struktur können sehen). Wir sehen dendritische Struktur der α - Phase mit der Si - Nadeln und auch mit kleinem Gehalt der körnigen Struktur des eutektischen Siliziumkristalls

(20 ppm Sr). Nach Modifikation mit 40 ppm Sr, kann man sagen, daß alle Siliziumskristalle körnige Struktur haben. Nach Modifikation mit 60 ppm Sr sehen in der Struktur der körnigen Struktur und nochmals plättchenförmigen Kristallen (die Nadeln) des Siliziums.

Al – Si Legierungen bestehen immer aus vielen Komponenten, da Legierungs - oder Verunreinigungs - Elemente vorhanden sind, hauptsächlich Fe und Si, die eine starke Neigung zur Bildung intermetallischer Verbindungen mit Al oder anderen Legierungselementen aufweisen. Für Analyse der intermetallischen Phasen musste der Farbkontrast verwendet.

Morphologie des Siliziumkristalls wurde mit Hilfe der Tiefätzung und dann mit den rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen (REM) festgestellt. Als der Ätzmittel wurden die Originallösungen (*Tabelle 2*) verwendet. Proben wurden mit speziellen Ätzmittel behandelt, um die Siliziumkristalle freizulegen und danach wurden die Proben schnell im Raster - Elektronmikroskop beobachtet.

Die Ergebnisse der Raster-Elektronmikroskop- Untersuchungen stellen in *Bild 5-7*.

Das *Bild 6a,b* dokumentiert die Morphologie des Si - Kristalls in unmodifizierten Proben. Wir können sehen plättchenförmigen Siliziumskristallen mit Zwillingsbildung an den Plattenseiten, die sind typisch für unmodifizierte Struktur. Den Wachsen facettierter Kristalle entsteht durch die Ausbreitung von Zwillingsflächen an einem einspringenden Winkel der $\{111\}$ - Kanten und setzt sich vorzugsweise in den $\langle 211 \rangle$ - Richtungen fort.

Bilder 6c,d und das *Bild 7* dokumentieren die Si - Morphologie in den Proben nach der Modifikation. Nach der Modifikation ist die Verzweigung mit kleinem oder großen Winkeln des eutektischen Siliziums beobachtet. Die Platten der Si - Kristallen werden allmählich nach den Stäbchen transformiert. Die Form den Stäbchen ist von der Strontiumkonzentration abhängig. Wenn wir haben optimalen Gehalt des Strontiums sind die Si - Stäbchen in der Schnittansicht kugelförmig. Wenn wir haben des Strontiums weniger oder mehr als Optimum, sind die Si-Stäbchen in der Schnittansicht kantig.

Nach Modifikation mit 20 ppm Sr sehen Übergangsformen den Siliziumskristallen von Platten nach Stäbchen (*Bild 6c,d*). *Bild 7a,b* zeigt schon die faserförmigen Stabchen mit kleinem Prozentgehalt von Übergangsformen. 60 ppm Sr ist zu viel, wir sehen nur kantigen Stäbchen – *Bild 7c,d*.