

OKREŚLENIE TEMPERATURY I ENTALPII PRZEMIAN FAZOWYCH W STOPACH Al-Si

F. BINCZYK¹, J. PIĄTKOWSKI², R. PRZELIORZ³
Katedra Technologii Stopów Metali i Kompozytów,
Politechnika Śląska, ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

STRESZCZENIE

W pracy przedstawiono wyniki pomiarów wartości temperatury i entalpii procesów topnienia i krzepnięcia, przebiegających w stopach Al-Si o zróżnicowanej zawartości krzemu. Badania prowadzono w wysokotemperaturowym kalorymetrze różnicowym Multi HTC, firmy Setaram. Określono wartość ciepła topnienia i ciepła krzepnięcia eutektyki oraz dendrytów fazy α . Wskazano na różnice pomiarów i obliczeń.

Key words: thermal analysis, enthalpy, melting, solidification, Al-Si alloys

1. WSTĘP

Badania analizy termicznej pozwalają na bezpośrednią analizę procesów wysokotemperaturowych, a zwłaszcza wyznaczać efekty cieplne reakcji chemicznych, przemian fazowych procesów ogrzewania oraz rozpuszczania [1-3]. Przemiany te, którym towarzyszą dość znaczne efekty cieplne, wpływają na kształtowanie mikrostruktury i właściwości fizyko mechanicznych, a także na zachowanie się stopów w podwyższonej temperaturze. Jedną z takich metod jest metoda różnicowa kalorymetria skaningowa DSC, w której wyniki rejestrowane są w postaci zmiany przepływu strumienia mocy w funkcji czasu i temperatury [4]. Uzyskane wykresy określają szybkość zmiany zadanego parametru oraz ułatwiają interpretację efektów termicznych i pozwalają na dokładne wyznaczenie wartości temperatury początku i końca określonej przemiany fazowej.

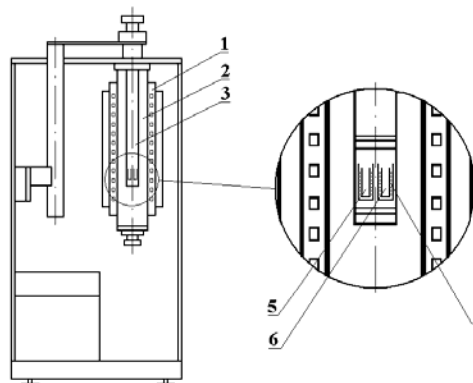
¹ *prof. dr hab. inż., franciszek.binczyk@polsl.pl*

² *dr inż., jaroslaw.piatkowski@polsl.pl*

³ *dr inż., roman.przeliorz@polsl.pl*

2. METODYKA BADAWCZA

Schemat kalorymetru różnicowego Multi HTC S60, którym wyznaczano podstawowe parametry kalorymetryczne badanych stopów przedstawiono na rys. 1.



Rys.1. Schemat kalorymetru różnicowego Multi HTC.
Fig. 1. The scheme of Multi HTC calorimeter.

Kalorymetr wyposażony jest w oporowy piec grafitowy (1) umożliwiający bezpieczną pracę do 1500°C oraz powtarzalność warunków doświadczalnych. Wewnątrz izolowanego termicznie pieca znajduje się komora badawcza (2), do której opuszcza się głowicę pomiarową HFDSC (3) z próbką materiału badanego. Obudowa głowicy ma kształt wydrążonego walca. Wewnątrz niej umieszczono pionowo obok siebie dwa tygle z bezpośrednio do nich przylegającym układem termoelementów PtRh6%/PtRh30% (4). Rozmieszczenie czujników i ich charakterystyka pozwalają na analizę zmiany temperatury w zakresie od 300 do 1600°C. W pierwszym tyglu (5) umieszcza się próbkę badanego materiału, w drugim (6) - próbkę wzorcową, w której w badanym zakresie temperatury nie zachodzą żadne przemiany fazowe (proszek Al_2O_3). Wszystkie elementy aparatu wykonane są z nieaktywnej chemicznie w wysokiej temperaturze ceramiki alundowej (Al_2O_3). Objętość tygli wynosi 0,45 cm³.

3. PRZEPROWADZENIE BADAŃ I WYNIKI

Do badań wykorzystano syntetyczne (podeutektyczny i eutektyczny) stopy Al-Si, o składzie chemicznym przedstawionym w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny stopów Al-Si
Table 1. The chemical composition of Al-Si alloys

Symbol stopu	Zawartość, % mas.				
	Si	Fe	Mg	Ti	Al
AlSi5	4,88	0,09	0,04	0,02	reszta
AlSi12	11,97	1,12	0,03	0,02	reszta

Badania DSC prowadzono w osłonie argonu przy szybkości grzania i chłodzenia 5°C/min. Wykresy DSC przy nagrzewaniu i chłodzeniu dla siluminu AlSi5 przedstawiono na rys. 2, natomiast dla siluminu AlSi12 – na rys. 3. Masa próbek wynosiła odpowiednio 162,5 mg i 158,6mg.

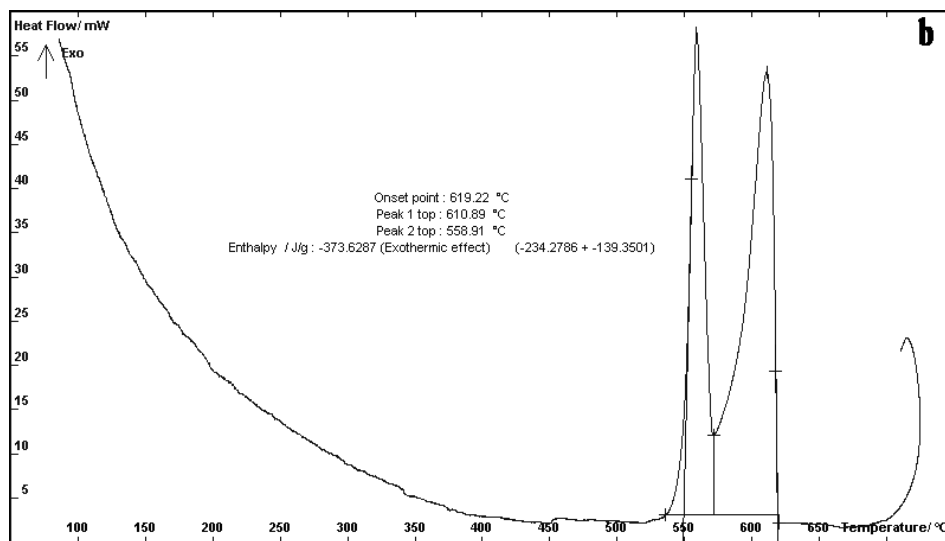
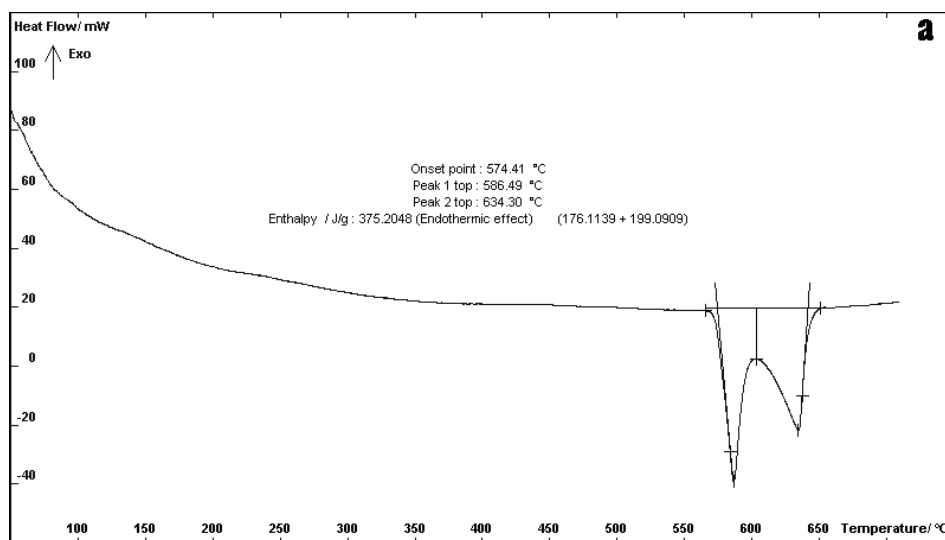
Wyniki odczytane z wykresów DSC przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2. Temperatura oraz entalpia topnienia i krzepnięcia eutektyki i dendrytów
Table 2. Temperature and entalpy of melting and solidification of the eutectic and dendrites

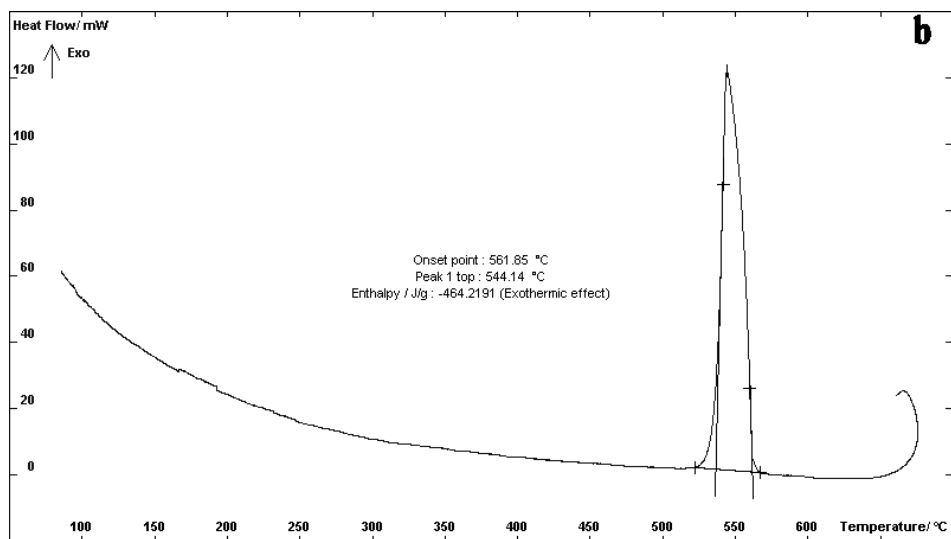
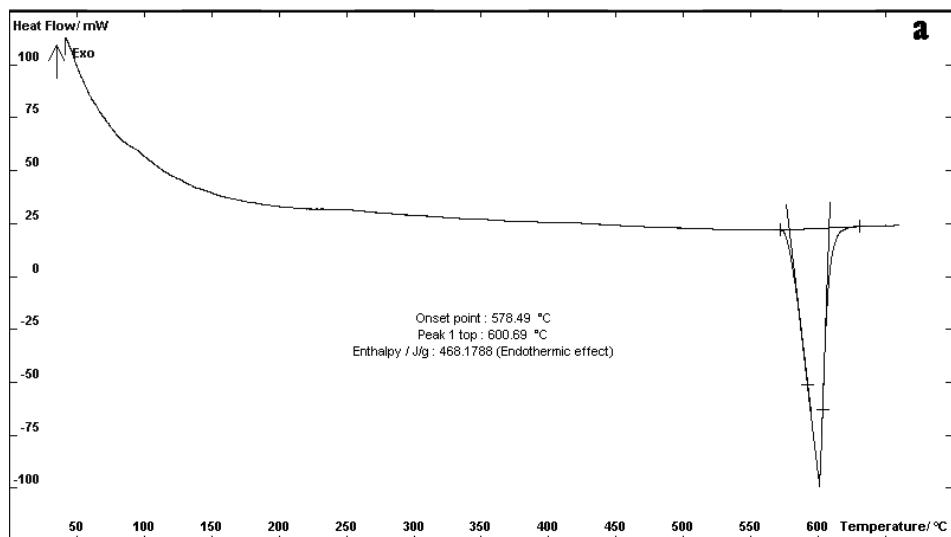
Symbol stopu	Parametr	Nagrzewanie			Chłodzenie		
		Eutektyka	Dendryty	Suma	Dendryty	Eutektyka	Suma
AlSi5	T_p , °C	575	611	-	619	569	-
	T_k , °C	586	635	-	611	559	-
	ΔH , J/g	+176,1	+199,1	+375,2	-234,3	-139,3	-373,6
AlSi12	T_p , °C	578	-	-	-	562	-
	T_k , °C	601	-	-	-	544	-
	ΔH , J/g	+4682,3	-	+468,2	-	-464,2	-464,2

Na wykresie DSC dla stopu AlSi5 obserwuje dwa efekty endotermiczne podczas topnienia i dwa efekty egzotermiczne podczas krzepnięcia. Pierwszy efekt endotermiczny ma miejsce w temperaturze 575°C, w której zachodzi topnienie eutektyki ($\alpha+\beta\rightarrow L$). W tym zakresie rozpoczyna się rozpuszczanie krzemu w ciekłym stopie, które kończy się w temperaturze około 586°C. Bezpośrednio po tym na wykresie DSC pojawia się drugi efekt endotermiczny spowodowany topieniem pierwotnych dendrytów α , w zakresie temperatury od 611°C do 635°C. Sumaryczne ciepło topnienia tego stopu wynosi $\Delta H = +375,2$ J/g. Podczas chłodzenia pierwszy efekt egzotermiczny, związany z krzepnięciem dendrytów występuje w zakresie temperatury od 619°C do 611°C. Drugi efekt egzotermiczny, związany z krzepnięciem eutektyki występuje w zakresie od 569°C do 559°C. Sumaryczna wartość entalpii krzepnięcia wynosi dla tego stopu $\Delta H = -373,6$ J/g.

Dla stopu AlSi12 na wykresie DSC występuje jeden efekt endotermiczny podczas nagrzewania i jeden efekt egzotermiczny podczas chłodzenia. Topienie eutektyki w tym stopie zachodzi w zakresie temperatury od 578°C do 601°C, z wartością entalpii $\Delta H = +468,2$ J/g.



Rys. 2. Wykres DSC nagrzewania (a) i chłodzenia (b) próbki siluminu AlSi5.
Fig. 2. DSC diagram of the heating (a) and cooling (b) for AlSi5 alloy.



Rys. 3. Wykres DSC nagrzewania (a) i chłodzenia (b) próbki siluminu AlSi12.
Fig. 3. DSC diagram of the heating (a) and cooling (b) for AlSi12 alloy.

Krzepnięcie eutektyki odbywa się w zakresie temperatury od 562°C do 544°C, z wartością entalpii $\Delta H = -464,2$ J/g. Wykorzystując „regulę dźwigni” obliczono udział eutektyki w stopie AlSi5, (dla 4,88% Si), który wynosi około **30%**. Przyjmując z kolei,

że całkowita entalpia topnienia w stopie AlSi12 jest entalpią topnienia eutektyki (+468,2 J/g), obliczono odpowiednio udział eutektyki w stopie AlSi5. Dla entalpii topnienia eutektyki równej 176,1 J/g, udział ten wynosi około 37%. Widać zatem pewne rozbieżności w obliczeniach. Przyjmując ostatecznie, że 63% udziału dendrytów daje 199,1J/g, to dla 100% udziału dendrytów ich entalpia topnienia będzie wynosiła około 319,6 J/g.

4. PODSUMOWANIE

Wykazano różnice w wartości entalpii topnienia i krzepnięcia badanych stopów. Entalpia topnienia powinna być nieco wyższa od entalpii krzepnięcia, zgodnie z zasadami termodynamiki. Zarejestrowane różnice mogą być spowodowane również nałożeniem się słabych efektów cieplnych od topnienia dendrytów w stopie AlSi12 (jest to stop lekko podeutektyczny). Ze względu na silny wpływ intensywności oddawania ciepła na proces krzepnięcia stopów, do analizy zachodzących przemian fazowych bardziej wiarygodna jest zatem analiza procesu ich topnienia.

LITERATURA

- [1] Binczyk F., Piątkowski J.: *The alloying effect on the mechanical properties of AlSi17 alloy*. Acta Metallurgica Slovaca nr 2, 2001. str. 225.
- [2] Pietrowski S.: *Siluminy*, Wyd. Politechniki Łódzkiej, Łódź 2001.
- [3] Multi HTC User Manual Setaram – Materiały Informacyjne. Caluire 2001.
- [4] Smoliński A., Tatarek A., Przeliorz R.: *Zastosowanie wysokotemperaturowej kalorymetrii w badaniach materiałów*. Seminarium, Katowice 2003.

DETERIMATION OF THE TEMPERATURE AND ENTHALPY OF THE PHASE CHANGE IN Al-Si ALLOYS

SUMMARY

In this work the results of measurements and calculations of enthalpy of melting or solidification as well as phase transformations in the solid were analysed. The Al-Si alloys with different content of silicium were subjected to investigations. The high-temperature scanning calorimeter Multi HTC-Setaram was applied. The obtained results are: enthalpy of melting, enthalpy of solidification.

Recenzował Prof. Adam Gierek