

# Forgó mágneses mező (RMF) által indukált olvadékáramlás hatása egyirányúan kristályosodott Al–7wt.% Si-ötvözet mezo- és mikroszerkezetére – Benchmark-kísérlet mágneses keveréssel

VERES ZSOLT<sup>1,2</sup> , ROÓSZ ANDRÁS<sup>1,2,@</sup> , RÓNAFÖLDI ARNOLD<sup>1,2</sup>, SYCHEVA ANNA<sup>2</sup>, SVÉDA MÁRIA<sup>1,2</sup> 

<sup>1</sup>Miskolci Egyetem, Fémtechnika, Képlékenyalakítási és Nanotechnológia Intézet, 3515 Miskolc

<sup>2</sup>HUN-REN – Miskolci Egyetem Anyagtudományi Kutatócsoport, 3515 Miskolc

@E-mail: andras.roosz@uni-miskolc.hu

## Másodközlés – Eredeti közlemény:

### The effect of melt flow induced by RMF on the meso- and micro-structure of unidirectionally solidified Al–7wt.% Si alloy – Benchmark experiment under magnetic stirring

Zs. Veres, A. Roósz, A. Rónaföldi, A. Sycheva, M. Svéda\*

Journal of Materials Science & Technology, 103 (2022) 197–208., 12 p.

<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.06.060>

Az elmúlt két évtizedben számos programot fejlesztettek ki a formaöntvények, az acél- és az alumíniumötvözetek folyamatos öntése során végbemenő kristályosodási folyamatának szimulálására. A szimulációk validálásához pontosan ismert körülmények között végzett kísérletek szükségesek. A kutatás célja adatok szolgáltatása a szimulációk validálásához. Egyirányú kristályosodási kísérleteket végeztünk forgó mágneses mezővel (Rotated Magnetic Field, RMF) létrehozott olvadékáramlásnak az Al–7 t% Si-ötvözet kristályosodott mezo- és mikroszerkezetére való hatásának tanulmányozására. A minták első és harmadik 1/3 részét mágneses keverés nélkül, a második (középső) 1/3 részét mágneses keveréssel kristályosítottuk. A mágneses indukció 10 mT, a hőmérsékleti gradiens ~7 K/mm, a minta mozgási sebessége 0,1 mm/s volt. A minta hosszszelvényén az oszlopos/ekviaxiális átmenetet (Columnar Equiaxed Transition, CET), az ekviaxiális/oszlopos átmenetet (Equiaxed Columnar Transition, ECT), a szekunder dendritágtávolságot (SDAS) és a makrosdúsulást (koncentrációeloszlást és az eutektikum mennyiségét) vizsgáltuk. A primer dendritágtávolságot (Primary Dendrite Arm Spacing, PDAS) és a szemcseszerkezetet színes maratás után a próba keresztmetszetén vizsgáltuk.

**Kulcsszavak:** Al–7wt.% Si-ötvözet, egyirányú kristályosítás, RMF mágneses keverés, mezo- és mikroszerkezet

## 1. Bevezetés

Az ötvözetek gyártásának első technológiai lépése az olvadékból való kristályosodásuk. A kristályosodási folyamat folyamán kialakuló mezo- és mikroszerkezetet (oszlopos vagy ekvixiális dendrites szerkezet, szemcseszám, makrodúsulás, primer és szekunder dendritágak távolsága, az eutektikum mennyisége és az eutektikum lamelláinak távolsága) az olvadéban és a kristályosodó szilárd fázisban zajló diffúzió befolyásolja.

A kialakuló mezo- és mikroszerkezeteket jelentősen befolyásolja a különböző öntési technológiák kristályosodási folyamatai során fellépő olvadéáramlás is. Az olvadéáramlás hatására az olvadék koncentrációja megváltozik a dendrit csúcs előtt és az úgynevezett keverék- (mushy) zónában, aminek következtében a mezo- és mikroszerkezet jellemző paraméterei is megváltoznak.

Az elmúlt két évtizedben számos programot fejlesztettek ki a forma öntvények [1, 2], az acél [3] és az alumínium ötvözetek [4] folyamatos öntése során végbemenő kristályosodási folyamatának szimulálására. A szimulációk egyik része a primer és szekunder dendritágak (Primary Dendrite Arm, PDA, Secondary Dendrite Arm, SDA) kialakulásával, a nemegyensúlyi eutektikum mennyiségével, a mikro- és makrodúsulással, valamint az oszlopos/ekvixiális átmenettel (CET) foglalkozik az olvadéáramlás hatásának figyelembe vétele nélkül [5–9]. Számos más szimulációban a szerzők a gravitáció által okozott u.n. természetes [10–17] vagy külső kényszer által okozott (pl. mágneses keverés) olvadéáramlást [18, 19] is figyelembe veszik.

A szimulációk validálásához pontosan ismert körülmények között végzett kísérletek szükségesek, amely esetekben kristályosodásnál kialakuló mezo- és mikroszerkezetek is részletesen ismertek.

Azok a szimulációk, amelyek csak a folyékony és szilárd fázisban végbemenő diffúziót veszik figyelembe, különböző típusú mikrogravitációs ( $\mu\text{g}$ ) kísérletekkel (ejtőtorony, parabolikus pályán repülő rakéták vagy repülőgépek) validálhatók. A kristályosodás során az olvadéban kialakuló hőmérséklet- és koncentrációkülönbség miatt sűrűségkülönbség jön létre, ami földi (1 g) körülmények között olvadéáramlást okoz [10–26], mikrogravitációs körülmények között azonban az áramlás nem alakul ki [27–34].

Az 1 g által okozott olvadéáramlás sebessége (természetes áramlás) általában jóval kisebb, mint az öntési technológiáknál a gyakorlatban kialakuló áramlási sebesség. Különösen igaz ez a nyomásos öntésre, amikor az olvadékat nagy nyomással juttatják be a szerszámba.

A kísérletek során az olvadéáramlás sebessége a következő két módszerrel növelhető:

1. *Az olvadék centrifugában történő kristályosításával* [35–39]. Ebben az esetben az áramlás a centrifugális erő hatására az olvadéban kialakuló sűrűség különbség miatt alakul ki. A berendezés összetett és alig hozzáférhető, mivel az ilyen egységek csak különböző úrkutató központokban működnek.
2. *Az olvadék mágneses keverésével* [40–53]. Ebben az esetben a sűrűség különbség nem játszik szerepet, az olvadéáramlás a külső mágneses tér által indukált Lorenz-erő hatására alakul ki. A berendezés viszonylag egyszerű, laboratóriumi körülmények között is megépíthető. Az olvadéáramlás sebessége és iránya egyszerűen megváltoztatható akár a kísérletek alatt is az indukciós paraméterek (mágneses indukció, frekvencia) megváltoztatásával.

Mint korábban említettük, a szimulációk validálásához olyan kísérleteket kell végezni, amelyek esetében a mintában hőmérséklet-eloszlás, az idő, a mágneses tér paraméterei (mágneses indukció, frekvencia, induktor pólusszáma), a minta geometriája (átmérő, hossz) és a megszilárdult mezo- és mikroszerkezet minden részlete (szemcseszerkezet, primer és szekunder dendritág távolság, koncentrációeloszlás a minta sugara és hossza mentén) jól ismert.

A binér Al–7% Si, a ternér Al–7% Si–0,6% Mg és Al–7% Si–1% Fe ötvözetek kiváló modellanyagok, amelyeket gyakran használnak a kristályosodási paraméterek (szilárd/olvadék frontsebesség, hőmérséklet-gradiens, gravitációs vagy kényszer olvadéáramlás) mezo- és mikroszerkezetre gyakorolt hatásának tanulmányozására, valamint a szimulációk validálására.

Griffiths és mtsai. [26] csak a természetes áramlás hatását vizsgálták az oszlopos/ekvixiális átmenetre nem állandósult állapotú kristályosodás során. Liu és mtsai [30] vizsgálták a szilárd/olvadék front sebességének ( $0,01 < v < 0,35 \text{ mm/s}$ ) és a hőmérséklet-gradiens ( $0,2 < G < 0,9 \text{ K/mm}$ ) változásának hatását a szemcseszerkezetre, a szekunder dendritág távolságra (Secondary Dendrite Arm Spacing, SDAS) és az Al-Si eutektikum mennyiségére. A kristályosodási kísérleteket az ISS-en végezték az u.n. alacsony hőmérséklet gradiensű kemencében (Low Gradiend Furnace, LGF) a CETSOL ESA MAP projekt keretében. A minta átmérője és hasznos hossza 8, illetve 60 mm volt. A kísérletek két fő eredménye az volt, hogy a primer és szekunder dendritágak finom oszlopos szerkezete egyenletesebb eutektikum eloszlást garantál, mint a durva oszlopos szerkezet. A CET csak a szemcseszfinitást tartalmazó mintában tudott kialakulni.

Liu és mtsai [54] szimulálták az LGF-ben kristályosodott két minta szemcseszerkezetét [30] numerikus módszerrel (CAFE). A szemcseméretet és a szemcsék nyújtottságát, valamint a CET jelenséget reprodukálták, de ezek nem voltak teljesen azonosak a kísérleti eredményekkel.

Li és mtsai [32] összehasonlították az ISS-en kristályosított minta mikroszerkezetét (CET, eutektikus mennyiség, SDAS) [30] egy másik, azonos kristályosodási paraméterekkel a földön kristályosított mintával mikroszerkezetével ( $0,01 < v < 0,1$  mm/s,  $0,45 < G < 0,9$  K/mm). A felhasznált ötvözet szemcsefinomítót tartalmazott. A szerzők bemutatták, hogy mindkét mintában progresszív CET alakult ki, mivel a földön megszilárdult mintában az olvadék áramlása mind az új szemcséket, mind az oldott ötvözőt elviszi a dendrit csúcs zónájából, csökkentve a blokkoló hatást, elősegítve az oszlopos dendrit folyamatos növekedését.

Az LGF-ben [30] végzett kísérletekhez hasonló kísérleteket végeztek az ISS egy másik berendezésében, (Solidification Quench Furnace, SQF) [27]. Az ötvözet és a minta geometriája ugyanaz volt mint az LGF-ben végzett kísérleteknél. A kezdeti hőmérsékleti gradiens nagyobb volt ( $G \sim 4$  K/mm), és két minta esetében nőtt ( $G \sim 5$  K/mm), a másik két minta esetében csökkent ( $G \sim 2$  K/mm) a kristályosítás során, a szilárd/olvadék front sebessége 0,02 és 0,8 mm/s között változott. Két minta szemcssefinomítót tartalmazott, a másik két mintát pedig gyenge forgó mágneses tér (RMF: 0,5 mT) keverték. A szerzők megállapították, hogy az RMF csak kis szilárd/olvadék front sebessége (0,02 mm/s) esetén van jelentős hatással mind a termikus viszonyokra, mind a mikroszerkezetre, a nagy hőmérsékleti gradiens és a gyenge RMF hatására nem alakult ki CET a szemcsefinomítót nem tartalmazó mintában. Amikor a  $G$  kicsi és a  $v$  nagy volt, a szemcsefinomítót tartalmazó ötvözet mikroszerkezete megnyúlt ekvixiálissá vált.

Steinbach és Ratke [20] az Al-7 t% Si-0,6 t% Mg ötvözet kristályosodását vizsgálták RMF keverés nélkül és RMF keveréssel a MICAST ESA MAP projekt keretében. A  $G$  értéke 3 K/mm volt, a  $v$  pedig 0,015 és 0,15 mm/s között változott. A minta geometriai paraméterei megegyeztek az LGF-ben és az SQF-ben végzett kristályosítás kísérleteknél használt minta paramétereivel. A kristályosodási kísérleteket ARTEMIS kemencében végezték 3 és 6 mT indukciós keveréssel. Megállapították, hogy a PDAS csökken és az SDAS növekszik az indukció értékének növelésével az oldott ötvöző konvektív transzportja miatt, és az SDA durvulási paramétere 1/3-ról 1/2-re nő. A Si-koncentrációt a minta sugának függvényében mérték. Megállapították, hogy a keverés hatására a Si-koncentráció kisebb volt a minta szélein, és nagyobb volt a minta középső tartományában (kb. az eutektikus koncentrációjának

megfelelő), mint az átlagos koncentráció. Így a minta középső tartományában dendrit mentes régió alakult ki, többé-kevésbé tiszta  $\alpha$ -Al/Si eutektikummal.

Mind kísérletileg [40, 42, 49, 61], mind szimulációkkal [18, 19, 60] kimutatták, hogy karácsonyfa szerű (Cristmas Tree Like, CTL) mezoszerkezet alakul ki, ha a mágneses indukció 5,6 mT felett van. Az ilyen típusú mikroszerkezetben a minta közepén (a fa magjában) egy nagy koncentrációjú régió található [20], de néhány oldalág kinő a magból. Az oldalágak koncentrációja is nagy, hasonló a mag koncentrációjához. A CTL mezoszerkezet kísérletileg meghatározott paraméterei (mag és kar átmérője, karok periodicitása) a szakirodalomban nem találhatók meg részletesen.

A jelen cikkben a forgó mágneses tér (RMF) által indukált olvadékáramlás mezo- és mikroszerkezetre gyakorolt hatását vizsgáljuk, figyelembe véve a numerikus szimulációk validálásához szükséges összes követelményt.

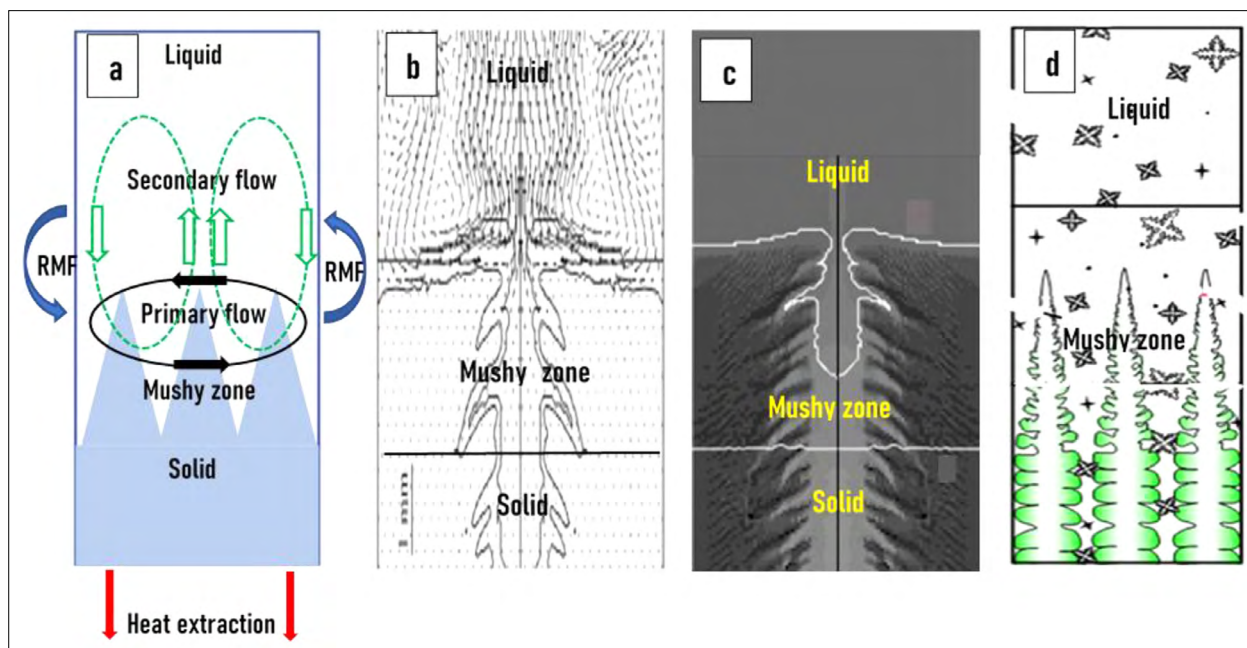
## 2. A mikroszerkezet kialakulásának mechanizmusai RMF körülmények között

A [44] hivatkozásban a szerzők kimutatták a mágneses keverés által kiváltott olvadékáramlás hatását a kristályosodott szerkezetre. Ezek a hatások a következőképpen foglalhatók össze:

Az ötvözet egyirányú kristályosodása során keverékzóna alakul ki a minta teljesen szilárd és olvadék részei között. Ha a szilárd/olvadék front hőmérséklet-gradiens/sebesség ( $G/v$ ) értéke elég nagy, akkor olvadékáramlás nélkül oszlopos dendrites szerkezet alakul ki. A primer dendritágak közel párhuzamosak a hőelvonás irányával (*1a. és 1d. ábra*). A keverékzónában az olvadékban lévő ötvözőelem koncentrációja fentről lefelé növekszik (ha a megoszlási hányados  $k < 1$ ). Az Al-7 t% Si ötvözet esetében a koncentráció felül 7 t% Si (ha a primer dendritcsúcs túlhűlése elhanyagolható), alul pedig 12,6 t% Si (ahol az Al-Si eutektikum megszilárdul). A keverékzóna átlagos koncentrációja ennek következtében nagyobb, mint az ötvözet átlagos koncentrációja.

A mágneses keverés bekapcsolása után (ívelt nyílak az *1a. ábrán*), kétféle áramlás indul el az olvadékban. A mágneses tér forgása az olvadék forgó áramlását okozza a minta tengelye körül (a primer áramlást fekete görbe és nyílak jelölik az *1a. ábrán*), valamint a minta hossztengetelyével párhuzamos áramlást generál (a szekunder áramlást zöld görbék és nyílak jelölik az *1a. ábrán*). A primer áramlás maximális sebessége tízszer akkora, mint a szekunder áramlásé. Amint az *1. ábrán* látható, az áramlás mind a kristályosodási front előtti olvadékban, mind a keverékzónában kialakul.

Ez a bonyolult áramlás a keverékzónában levő nagy koncentrációjú olvadékot a minta széleitől a kö-



**1. ábra.** (a) Primer és szekunder olvadákáramlás az egyirányúan megszilárdult mintában, (b) szimulált szekunder áramlás a tiszta olvadékfázisban [18], (c) szimulált karácsonyfaszerű (CTL) mikroszerkezet [18], (d) a dendritek fragmentációja által kiváltott oszlopos/egyenlőtengelyes átmenet (CET) mechanizmusa

zepe felé szállítja. Az áramlásnak az eredményeként nagy koncentrációjú (közel eutektikus koncentrációjú) olvadék keletkezik a minta közepén, míg a széleken a koncentráció kisebb, mint az ötvözet átlagos koncentrációja.

A szekunder áramlás az ötvözőelemet a keverékszónából a tiszta olvadékfázisba szállítja. Az 1b. ábrán a kis fekete nyilak a sebesség vektorokat mutatják a olvadékfázisban a keverékszóna előtt [18]. Az eredmények azt mutatják, hogy a minta alján az átlagos koncentráció kisebb, a minta tetején pedig nagyobb, mint az ötvözet átlagos koncentrációjaközpont, makrodúsulás alakul ki a minta hossztengele mentén.

Ha a mágneses indukció elég nagy (és így a mágneses Taylor-szám meghaladja a kritikus 105 értéket [46], a lamináris szekunder áramlás elveszíti stabilitását, turbulens áramlássá válik, és karácsonyfaszerű (Cristmas Tree Like, CTL) mikroszerkezet alakul ki (1b. és 1c. ábra). A mag átmérő, az oldalágak közötti távolság és azok hossza a kísérleti paraméterektől függ (mágneses indukció, hőmérsékleti gradiens, szilárd/olvadék front sebessége). Budenkova mtsai. [18] numerikus szimulációval kimutatták, hogy a CTL szerkezet kisebb mágneses Taylor-számnál ( $Ta = 2,32 \times 104$ ) is kialakulhat, ha a szekunder áramlás teljesen vagy részben lamináris. Az 1c. ábra az Al-7% Si-ötvözet ( $G = 6 \text{ K/mm}$ ,  $v = 0,23 \text{ mm/s}$ ,  $B = 13,5 \text{ mT}$ ,  $f = 50 \text{ Hz}$ ) esetében a számított CTL mikroszerkezetet mutatja [18].

A hőmérséklet a keverékszóna előtt nő, mert a szekunder áramlás meleg olvadékot szállít a minta tetejéről az aljára (1a. ábra). Az olvadákáramlás meg-

változtatja a koncentrációt és a hőmérséklet-eloszlást (a hőmérsékleti gradiens csökken) lokálisan a keverékszóna előtt (az primer dendritágak csúcsai előtt) az olvadékfázisban, így ott új csírák képződhetnek (homogén csíráképződés). Az olvadákáramlás termikus és koncentrációingadozásokat okoz a keverékszónában is; ennek eredményeként egyes szekunder dendritágak töve, ahol a primer ágakhoz csatlakoznak visszavolvadhat, a szekunder dendritág megmaradt, a primer ágról leváló részét az olvadákáramlás az olvadékba szállíthatja a kristályosodási front elé, néhányuk pedig a keverékszónában maradhat (1d. ábra). Ezek a kis szilárd részek heterogén csíráképzőként működve közel oszlopos és/vagy ekviaxiális szemcséket hoznak létre. Az új szemcsék hossz/szélesség aránya (Length/Wide, L/W) általában kisebb, mint az eredetié, és a primer dendritágak nem párhuzamosak a hőelvonás irányával. Ha ezeknek az új szemcséknek az L/W aránya 2 felett van, a szerkezet oszlopos marad (progresszív – fokozatos – oszlopos/ekviaxiális átmenet, PCET), ha kisebb, akkor ekviaxiálisnak tekinthetők. Ha az ekviaxiális szemcsék térfogata meghaladja a ~50%-ot, éles (sharp) oszlopos/ekviaxiális átmenet (SCET) következik be, és a mikroszerkezet teljesen ekviaxiálissá válik.

### 3. Kísérletek

#### 3.1. Ötvözet

Az Al-7 t% Si ötvözetet 99,99 t% Al-ból és Si-ből állították elő vákuummetallurgiai eljárással a Hydro Aluminium Rolled Products GmbH-nál.

### 3.2. A kristályosodási út

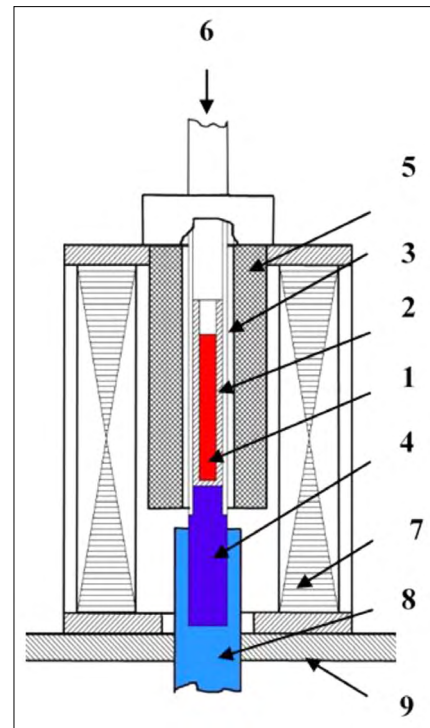
DTA kísérleteink alapján a binér Al–7 t% Si ötvözet kristályosodása 614 °C hőmérsékleten kezdődik  $\alpha$  alumíniumdendritek keletkezésével. Ezt az Al–Si binér eutektikum kristályosodása követi 574 °C hőmérsékleten. Az eutektikum egyik része a szekunder vagy terciér dendritágak között, míg a többi része a primer dendritek vagy a szemcsék között található.

Az eutektikum számított egyensúlyi mennyisége az Al–Si egyensúlyi fázisdiagram alapján 48,5 t%. A szekunder dendritágak közötti eutektikum gyakran degenerálódik: az eutektikum  $\alpha$  szilárdoldat része rákristályosodik a szekunder dendritárokra, az eutektikum Si-fázisa egyedül marad a szekunder dendritágak között. Ezért a mért eutektikum mennyisége kisebb lesz, mint a számított.

### 3.3. Kristályosító berendezés

#### 3.3.1. Kemence

A kísérleteket függőleges Bridgman-típusú 4 fűtési zónával rendelkező csökemencében végeztük (2. ábra). A fűtési zónákat egymástól függetlenül szabályoztuk, hogy közel egyenletes hőmérséklet-eloszlást érjünk el a kemence hossz tengelye mentén. A kemence belső (hasznos) átmérője 20 mm, hossza 200 mm. A kemence falát vízzel hűtjük, hogy megvédjük a körülötte levő induktort a hőtől. A kemence maximális hőmérséklete 1000 °C, a maximális hőmérsékleti gradiens  $\sim 10$  K/mm. A minta mozgási sebessége 2  $\mu\text{m/s}$  és 1000  $\mu\text{m/s}$  között változhat. A kemence alatt van egy vízhűtő kamra, amelybe a kísérletek során a hűtőtönköt fokozatosan, a minta mozgatási sebességével

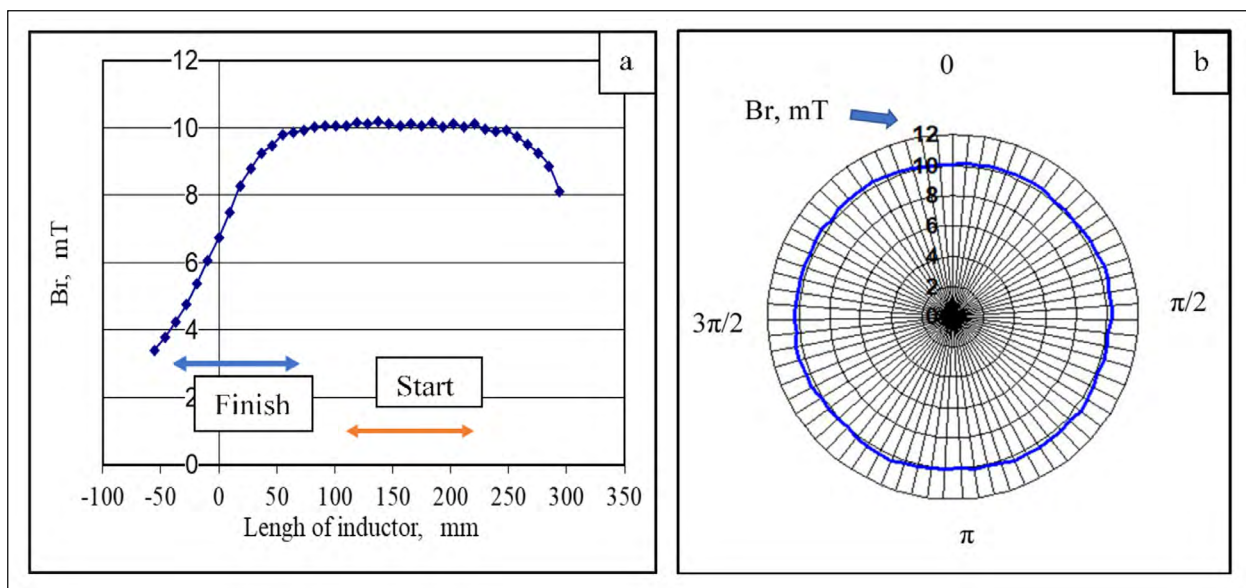


2. ábra. A kristályosító berendezés vázlata. 1: minta, 2: alumínium-oxid-kapszula, 3: kvarccső, 4: réz hűtőtönk, 5: kemence négy fűtési zónával, 6: stepmotor, 7: RMF induktor, 8: vízhűtő tank, 9: alaplapp

bemerítjük, így biztosítva a kívánt hőmérsékleti gradiens a mintában.

#### 3.3.2. RMF induktor

A forgó mágneses teret a kemence köré épített 2 pólusú induktor hozza létre. A mágneses indukció (Br) radiális komponense a minta tengelye mentén (3a.



3. ábra. A mágneses indukció az induktor hossza (a) és tetszőleges síkon a szög (b) függvényében

ábra) és merőlegesen a minta tengelyére (3b. ábra) egy tetszőleges síkban a szög függvényében 10 mT és állandó volt a minta olvadék részében a kísérlet során. A mágneses indukció ( $B_z$ ) axiális komponense 0,01 mT volt. A 3a. ábrán a „Start” és a „Finish” jelzi a minta helyét a kristályosodás kezdetén és végén.

A mágneses teret a Hartmann-számmal ( $Ha$ ), az áramlási teret pedig a Reynolds-számmal ( $Re$ ) és a pontos mágneses Taylor-számmal ( $Ta_m^*$ ) jellemezhetjük [59]:

$$Ha = BR \sqrt{\frac{\sigma(\omega_0 - \omega)}{2\rho\nu\omega}} = 5,82, \quad (1)$$

$$Re = \frac{\omega R^2}{\nu} = 6,81 \times 10^2, \quad (2)$$

$$Ta_m^* = Ha^2 Re = \frac{\sigma B^2 R^4 (\omega_0 - \omega)}{2\nu^2 \rho} = 2,31 \times 10^4, \quad (3)$$

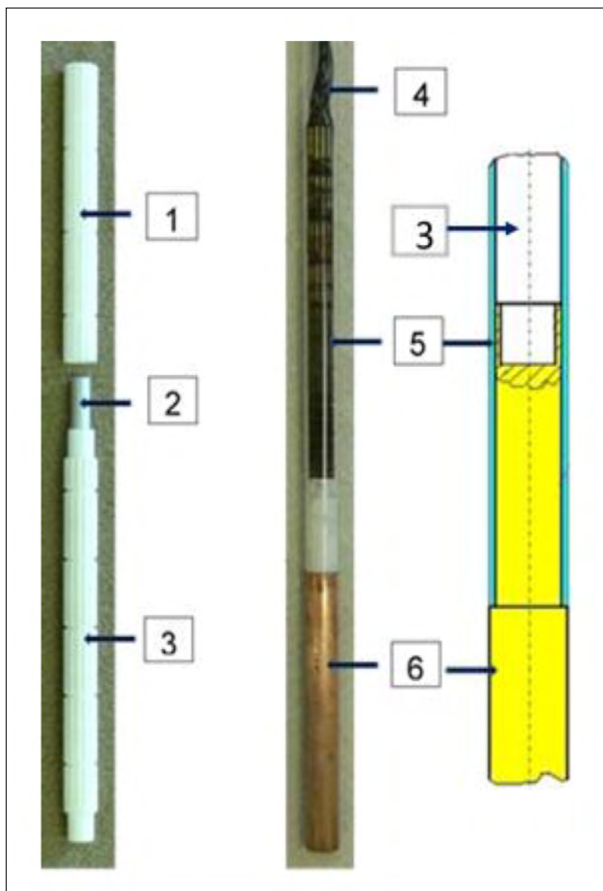
ahol

$\sigma$  – az olvadék fajlagos elektromos vezetőképessége: 3,24 MS/m (630 °C [57])

$B$  – mágneses indukció: 0,01 T

$\omega_0$  – a mágneses tér körfrekvencia, 314 rad/s

$\omega$  – az olvadék-körfrekvencia:  $\approx 20$  rad/s ([59])



4. ábra. A kapszula szerkezete

$R$  – a minta sugara: 0,004 m

$\rho$  – olvadéksűrűség, 2390 kg/m<sup>3</sup> (630 °C)

$\nu$  – az olvadék kinematikai viszkozitása:

$$4,7 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s} \text{ (630 °C [58])}$$

### 3.3.3. Minta és mintatartó

A minta átmérője 8 mm, hossza 100 mm volt (4. ábra). A (2) mintát egy ALOX kapszulába (1, 3) helyeztük. A hőmérséklet-eloszlást 12 ponton mértük K-típusú termoelemekkel. A termoelemeket az ALOX kapszulák felületén lévő horonyba helyeztük (4). A termoelemekkel ellátott ALOX kapszulát kvarccsőbe (5) tettük. A kvarccső alján egy rézből (6) készült hűtőtönköt csatlakoztattunk az ALOX kapszullához (3), amely a kísérlet közben folyamatosan süllyedt a vízbe az egyirányú hőelvezetés érdekében.

### 3.4. Kristályosodási kísérletek

Egyik korábbi cikkünkben [29] bemutattunk egy módszert, amellyel egynél több kísérletet végezhetünk egy mintán. Kimutattuk, hogy a minta szerkezete a mágneses tér be- és kikapcsolását követően egy rövid tranziens után megváltozott.

A jelen kutatásban ugyanezt a módszert alkalmaztuk. A minta első és harmadik 1/3 részét RMF nélkül, míg a második 1/3 részét RMF-fel kristályosítottuk. Ebben az esetben lehetővé vált az oszlopos/ekviaxiális (CET) és az ekviaxiális/oszlopos (ECT) átmenetek vizsgálata, valamint a keverés hatása a mezo- és mikroszerkezetre egy mintában. A minták mozgási sebessége 0,1 mm/s volt.

### 3.5. A kristályosodási paraméterek meghatározása

Mint korábban említettük, a hőmérsékletet 12 hőelemmel mértük. A két szomszédos hőelem közötti távolság 8 mm volt. A szilárd/olvadék határfelület sebességét (a likvidusz izoterma mozgási sebessége,  $v$ ) és a hőmérsékleti gradienst ( $G$ ) a határfelületen a lehűlési görbékből számítottuk ki saját szoftver segítségével. A hőmérsékleti gradiens és a szilárd/olvadék határfelületi sebessége közel állandó és azonos volt a kristályosodás kezdetén (614 °C) és végén (574 °C) ( $7 \pm 0,5$  K/mm és  $0,105 \pm 0,02$  mm/s) a teljes mintában.

### 3.6. A minta előkészítése

A mintát műgyantába helyeztük, majd a hossztengelelyével párhuzamosan középen kettévágtuk. Gyémántpasztás nedves csiszolás és polírozás után a mintát 2%-os HF vizes oldatával marattuk a mikroszerkezet paramétereinek méréséhez (a szekunders dendritág távolsága (SDAS), a karácsonyfaszerű (CTL) szerke-

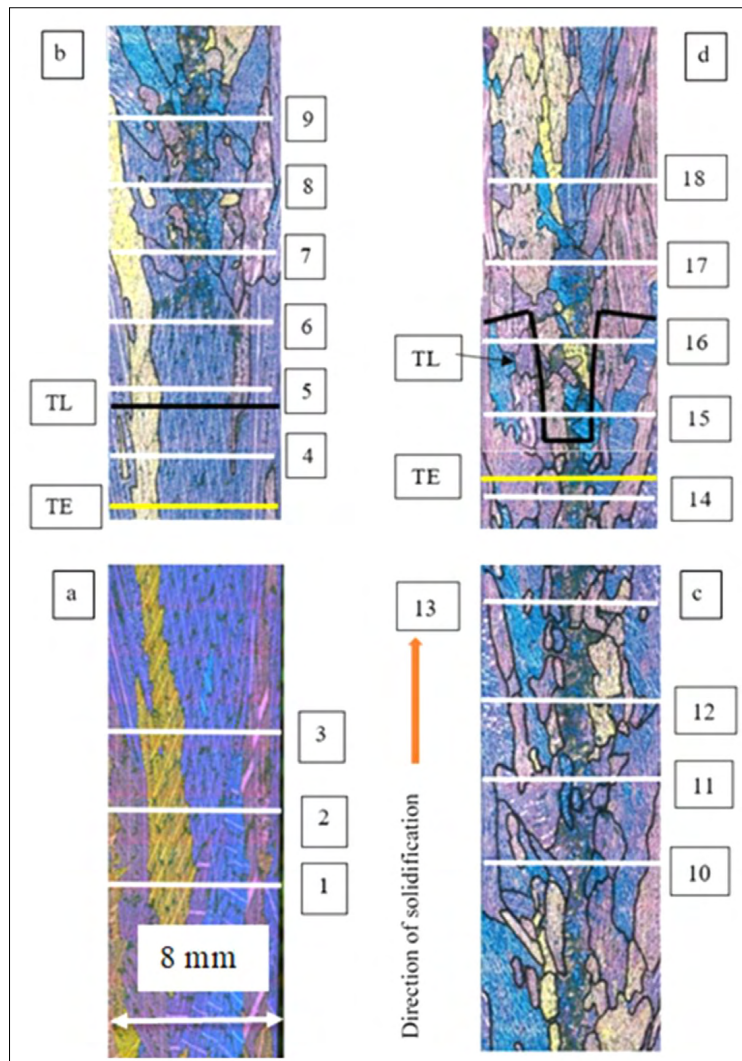
1. táblázat. A mérővonalak távolsága a minta aljától

| A vonalak száma/távolság a minta aljától, mm |         |         |         |         |         |         |
|----------------------------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Első nem kevert rész                         | 1/19,8  | 2/22,1  | 2/25,1  |         |         |         |
| Első tranziens zóna                          | 4/37,1  | 5/40,1  | 6/43,1  | 7/46,1  | 8/49,1  | 9/52,1  |
| Kevert rész                                  | 10/58,4 | 11/61,4 | 12/64,4 |         |         |         |
| Második tranziens zóna                       | 13/71,6 | 14/74,6 | 15/77,6 | 16/80,6 | 17/83,6 | 18/86,6 |

zet magjának átmérője és ágainak hossza, az eutektikum mennyisége és a makrodúsulás). Ezt követően Barker-marósszerrel marattuk a szemcseszerkezet (CET és ECT) vizsgálatához. Miután kivettük a mintákat a gyantából, a minta kevert és nem kevert részeit a tengelyére merőlegesen elvágtuk. Gyémántpasztás nedves csiszolás és polírozás után a keresztmetszeteket Barker-marósszerrel marattuk a primer dendritágtávolság (PDAS) és a szemcseszerkezet vizsgálatához.

### 3.7. Mérési módszerek

A primer dendritág távolságát (PDAS) a két nem kevert részen mértük meg az 5. ábra 2. és 18. vonalához közeli keresztmetszetben közvetlenül két PDA közép-pontja között mérve. Az átlagos PDAS-t 200 mért adatból számítottuk ki. A kevert részen lévő PDAS-t még a minta széle közelében sem lehetett meghatározni. A minta szélein a mezoszerkezet közel oszlopos volt, de az primer dendritágok nem voltak párhuzamo-



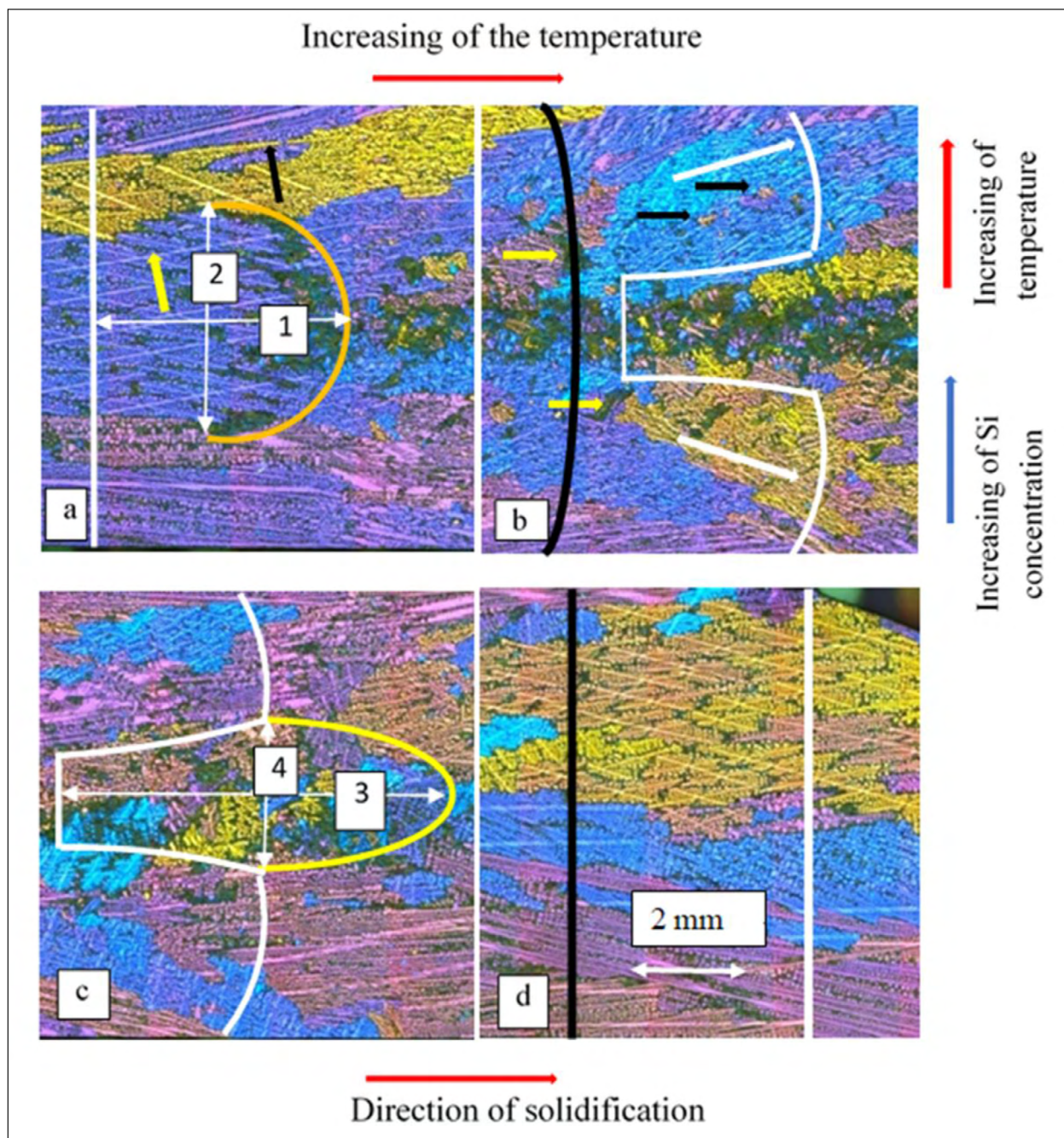
5. ábra. A minta szemcseszerkezete a mérési pontokkal (fehér vonalak): a) az első nem kevert rész, b) az első tranziens zóna (CET), c) kevert rész, d) a második tranziens zóna (ECT) és a második, nem kevert rész

sak a minta tengelyével.

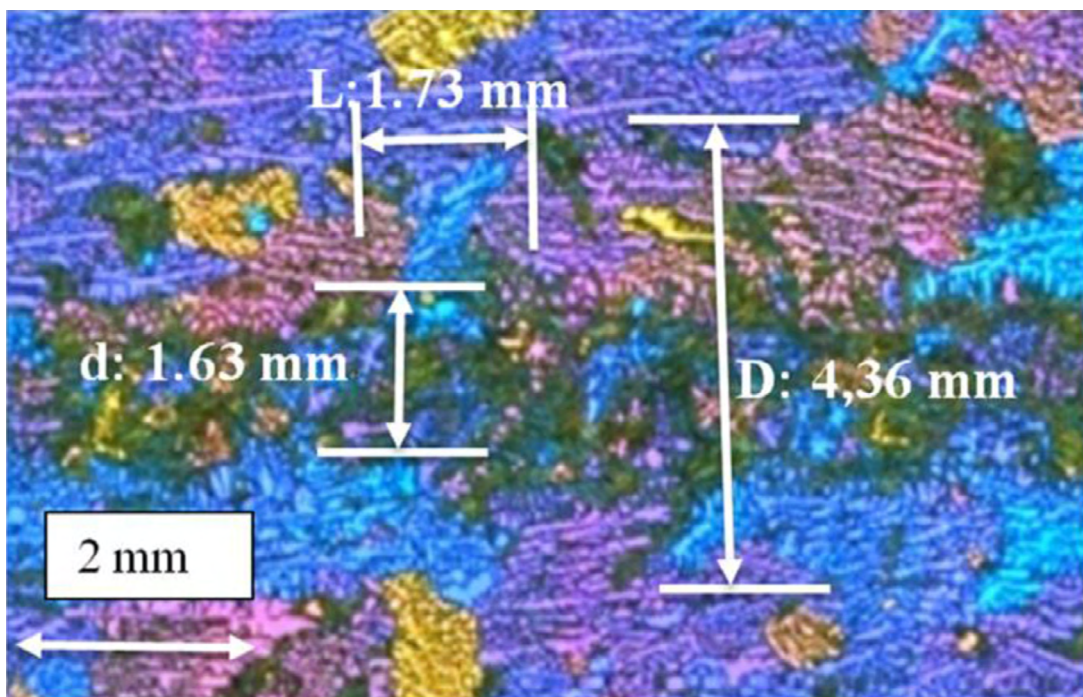
Az SDAS-t és az eutektikum mennyiségét a minta tengelyére merőleges 18 párhuzamos vonal mentén mértük a minta sugarának függvényében összesen (fehér vonalak az 5. ábrán). Az 1., 2. és 3. vonal az első nem kevert részben, a 4.–9. vonal a keverés bekapcsolásánál (első tranziens zóna), a 10., 11. és 12. vonal a kevert részben, a 13.–18. vonal pedig a keverés kikapcsolása utáni második tranziens zónában helyezkedtek el. Ezeknek a mérési vonalaknak a minta aljától való távolsága az 1. táblázatban látható. A mérőablak mérete 0,17 mm × 0,7 mm volt. Az

átlagos SDAS-t 200 mért adatból számítottuk ki. Az eutektikum térfogatát az ImageJ szoftverrel mértük. Az eutektikum- és a Si-koncentráció eloszlását az eutektikum térfogatából számítottuk ki. A mintasugár függvényében a koncentrációeloszlást a két tranziens zónában (4.–9. és 13.–18. vonal) etalon nélkül is meghatároztuk EDS-sel (Hitachi Scanning EM+ Brucker EDS).

A szemcsék paramétereit hossz- és keresztirányú metszeteken is meghatároztuk. A keresztmetszeten a szemcsék számát számoltuk, míg a párhuzamos met-



6. ábra. Szemcseszerkezet a minta párhuzamos metszetén különböző területeken: a) első tranziens zóna, b) kevert rész, c) második tranziens zóna, d) második nem kevert rész



7. ábra. A karácsonyfaszerű (CTL) szerkezet

szeten a szemcsék hosszát ( $L$ ) és szélességét ( $W$ ) mértük a szemcsék megszámlálása után.

#### 4. Eredmények

##### 4.1. A minta mezoszerkezetének kvalitatív jellemzése

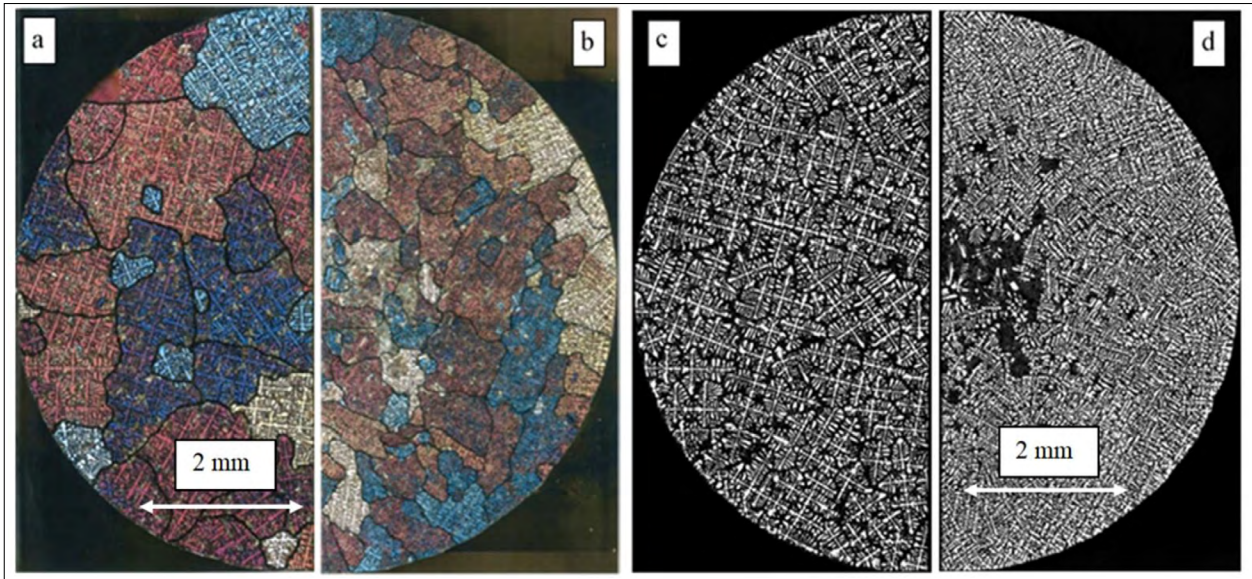
Az egyirányú hőelvonás eredményeként a minta első nem kevert 1/3 része oszlopos szerkezetű. A primer dendritágok (PDA-k) közel párhuzamosak a mintatengellyel (a hőelvonás irányával). A mágneses keverés bekapcsolásakor létre jött az első tranziens zóna. Ebben az esetben a likvidusz izoterma ( $T_L = 614\text{ °C}$ , ahol a kristályosodás megkezdődött) 38,58 mm-nél volt (a fekete vonal az 5b. ábrán és a fehér vonal a 6a. ábrán). Az eutektikus izoterma ( $T_E = 574\text{ °C}$ , ahol a kristályosodás éppen befejeződött) 34,3 mm-re volt a minta aljától (a sárga vonal az 5b. ábrán). A keverékszóna e két vonal között volt. A kristályosodás során a keverékszóna a minta aljától a teteje felé mozdult el. A PDAS tovább nőtt a keverés bekapcsolása után. A keverékszónában, a PDAS-ok között jelentős mennyiségű olvadék volt a szilárd/olvadék front mögött. Ennek az olvadéknak az átlagos koncentrációja nagyobb, mint az ötvözet átlagos koncentrációja. Az olvadékáramlás hatására az olvadéknak ez a része a minta szélétől a középpontja felé áramlott, és a primer dendritágok között több eutektikum alakult ki mint az egyensúlyi mennyiség (fekete területek a PDAS között a 6a. ábrán). Ezzel egyidejűleg a szekunder olvadékáramlás ezt a koncentrált olvadékot szállította a keverékszónából a szilárd/folyékony front előtti területre. Ezért a primer dendritágok növeke-

dése megállt (pl. a PDA, amelyet sárga nyíl jelez a 6a. ábrán), amikor az olvadékkoncentráció elérte az eutektikus összetételt a front előtt (sárga ív a 6a. ábrán), és az eutektikum megszilárdult egy úgynevezett „eutektikus kupola” kialakításával, így akadályozva a PDA-k további növekedését. A keverékszóna permeabilitása drasztikusan csökkent a keverékszóna tetejétől (likvidusz hőmérséklet) annak aljáig (eutektikus hőmérséklet). A Carman–Kozeny-törvény alapján kiszámítottuk, hogy a permeabilitás 95% olvadékfázis mellett (néhány fokkal a likvidusz hőmérséklete alatt) ~50-szer nagyobb, mint az eutektikus hőmérsékleten, ahol a olvadékfázis mennyisége csak ~50%. Ezért az áramlási sebesség drasztikusan csökkent a keverékszóna tetejétől az aljáig, és a fent említett folyamat csak annak teteje közelében alakulhat ki. Mivel az átlagos koncentráció csökkent a minta két szélén, a front előtt nem alakult ki eutektikus összetételű olvadék, a PDA-k szabadon növekedhettek (pl. a 6a. ábrán fekete nyíllal jelzett PDA).

Az első tranziens zónát követően a nagy koncentrációjú olvadék a minta szélétől a középpontja felé folyamatosan áramlik. Az átlagos koncentráció a minta közepén növekszik, és a szélén csökken. Néhány kis primer  $\alpha$  szilárd oldatdendrit és sok Al-Si eutektikum található a minta közepén egy közel hengeres részben (a CTL magjában). Mivel  $T_{am} = 2,31 \times 10^4 < 10^5$  kritikus értéknél és  $Re = 6,82 \times 10^2$ , a szekunder áramlás valószínűleg lamináris maradt. Hasonlóan a [18, 19] ben leírtakhoz, CTL mikrostruktúra alakult ki (6b. ábra). Néhány gyakorlatilag eutektikus részből álló „oldalág” meghatározott periodicitással nyúlik ki a

2. táblázat. A szemcsék paraméterei

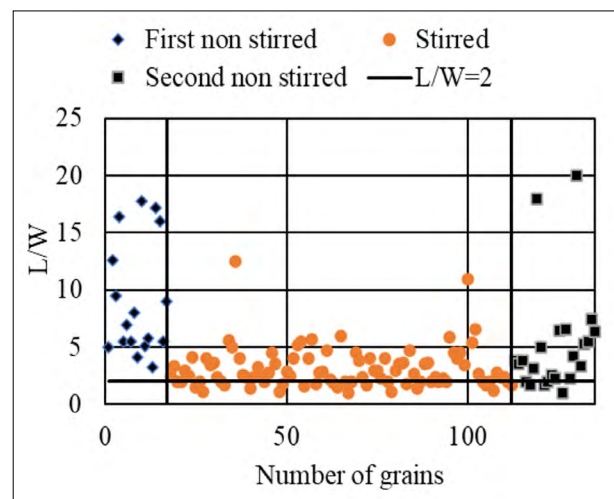
|                         | Keresztmetszet    |                                            |                          | Hosszmetszet     |                             |
|-------------------------|-------------------|--------------------------------------------|--------------------------|------------------|-----------------------------|
|                         | Szemcse/<br>minta | Ekvivalens kör<br>terület, mm <sup>2</sup> | Ekvivalens<br>átmérő, mm | Szemcse-<br>szám | Átlagos hossz/<br>szélesség |
| Első nem kevert rész    | 55                | 0,9                                        | 1,08                     | 17               | 9                           |
| Kevert rész             | 150               | 0,35                                       | 0,66                     | 97               | 3,1                         |
| Második nem kevert rész | 88                | 0,5                                        | 0,8                      | 21               | 5,1                         |



8. ábra. Szemcseszerkezet a keresztmetszeten: (a) első nem kevert rész, (b) kevert rész. Dendrites szerkezet: (c) első nem kevert rész, (d) kevert rész

hengeres részből (sárga nyilak a 6b. ábrán). Nagy oszlopos  $\alpha$  szilárd oldatszemesek (dendritek) találhatók a minta két szélén. A Si koncentrációja kisebb a minta szélén (~5 t%), és nagyobb a közepén (~11 t%), mint az átlagos érték (7 t%). Így a likvidusz hőmérséklet a szélén nagyobb (~625 °C), közepén pedig kisebb (~580 °C), mint az ötvözeté (614 °C). Mivel az olvadáráramlás nagy hőmérsékletű olvadékot szállított felülről a szilárd/olvadék frontra a minta szélei mentén, az olvadék hőmérséklete ezekben a régiókban nagyobb volt, mint a CTL magja közelében. Ez a tény magyarázza a bonyolult szilárd/olvadék frontot és a keverékköna végét ezekben a régiókban (fehér és fekete vonalak a 6b. ábrán). Mivel a primer dendritágok merőlegesen nőnek a szilárd/olvadék frontra (a legnagyobb hőmérsékleti gradiens irányába), tengelyeik nem párhuzamosak a minta hossz tengelyével (fehér nyilak a 6b. ábrán). Sok apró szemcse is megtalálható a nagy szemcsék között (fekete nyilakkal jelölve), de mennyiségük túl kicsi volt ahhoz, hogy megakadályozzák az oszlopos növekedést; ezért az oszlopos szerkezet folyamatosan alakult át ekvixiális szerkezetté (progresszív CET).

A mágneses keverés kikapcsolása után a fekete és a sárga vonal a szilárd/olvadék frontot és a keverékköna végét mutatja (5d. ábra). Az olvadáráramlás gyakorlatilag azonnal leállt [62]. Előtte az áramlás nagy koncentrációjú olvadékot vitt a minta köze-

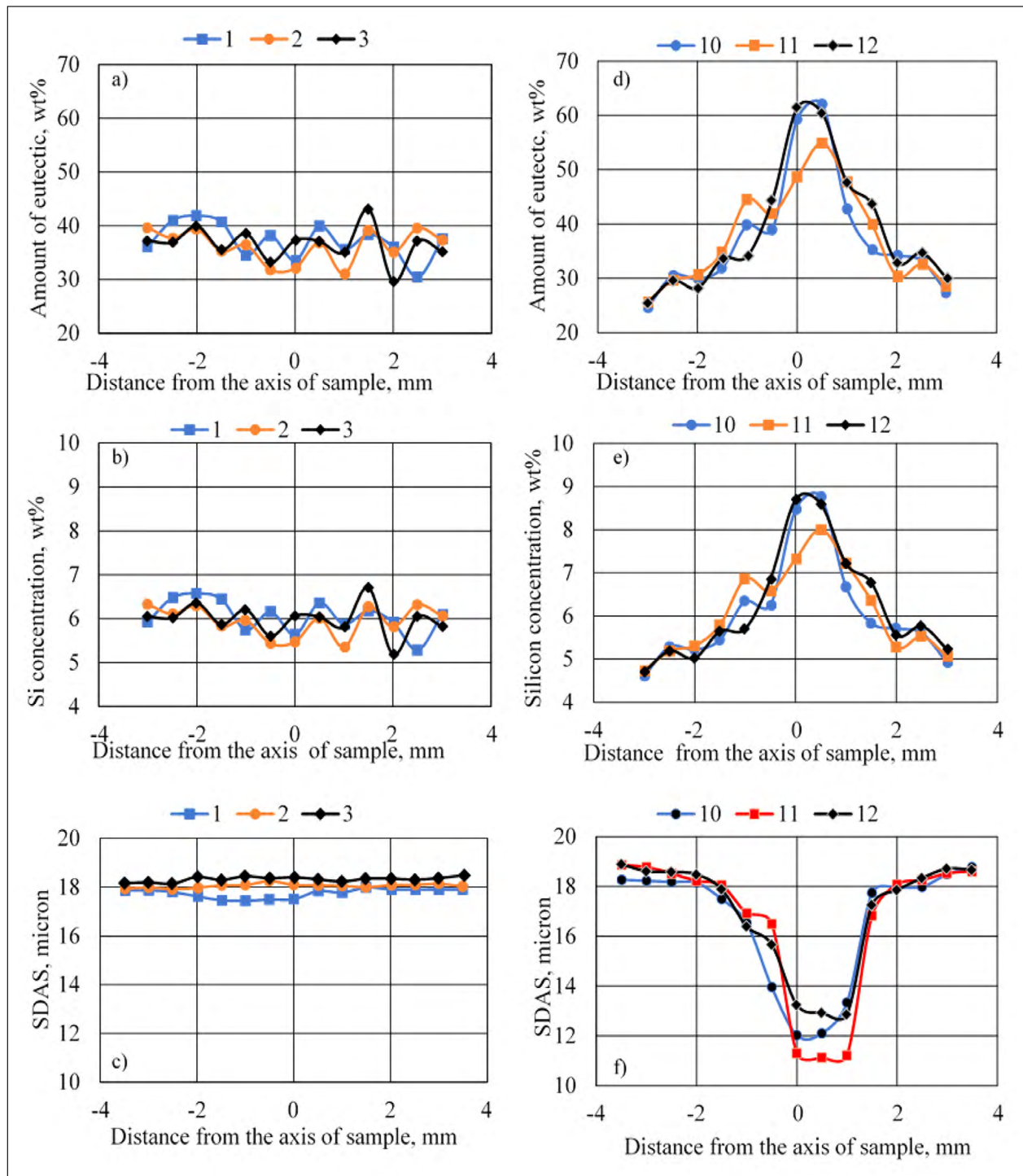


9. ábra. A szemcsék hosszának és szélességének az aránya a minta három különböző részén

pére és a szilárd/olvadék front elé (fehér vonalak a 6c. ábrán). Az eutektikum mennyisége folyamatosan csökkent a minta közepén a „sárga ív” csúcsáig, amely körülbelül 7 mm-re van a minta közepén lévő szilárd/olvadék fronttól („3” nyíl a 6c. ábrán). Ennek az „ívnek” a szélessége 2,5 mm.

A keverés kikapcsolása után a minta tengelyével közel párhuzamos dendritok gyorsabban nőttek, mint a többiek, akadályozva a többi dendrit növekedését.

Egy idő után ismét nagy oszlopos szemcsék (dendritok) kristályosodtak (6d. ábra, progresszív ekvixialis/oszlopos átmenet, ECT). Ez a folyamat hasonló az egykristály kristályosodásánál a szemcseszelekcióhoz [73]. A szilárd/olvadék front (fehér vonal a 6d. ábrán) és a keverékszóna vége (fekete vonal a 6d. ábrán) merőlegesek, és a primer dendritágak tengelye ismét majdnem párhuzamos a minta tengellyel.



10. ábra. Az eutektikum mért mennyisége: a) első nem kevert rész, d) kevert rész, a számított Si-koncentráció: b) az első nem kevert rész, e) kevert rész, az SDAS: c) az első nem kevert rész, f) kevert rész

## 4.2. A minta mezoszerkezetének kvantitatív leírása

### 4.2.1. A tranziens és kevert zónák paraméterei

Az első tranziens zóna (amely az első oszlopos zóna után alakult ki) 2 és 4,5 mm között van („1” nyíl a 6a. ábrán) a szilárd/olvadék fronttól a keverés bekapcsolásakor (fekete vonal az 5b. és 6a. ábrán). Az eutektikus kupola átmérője 3,8 mm („2” nyíl a 6a. ábrán). E zóna mellett (a minta két szélé közelében) a mikroszerkezet oszlopos maradt.

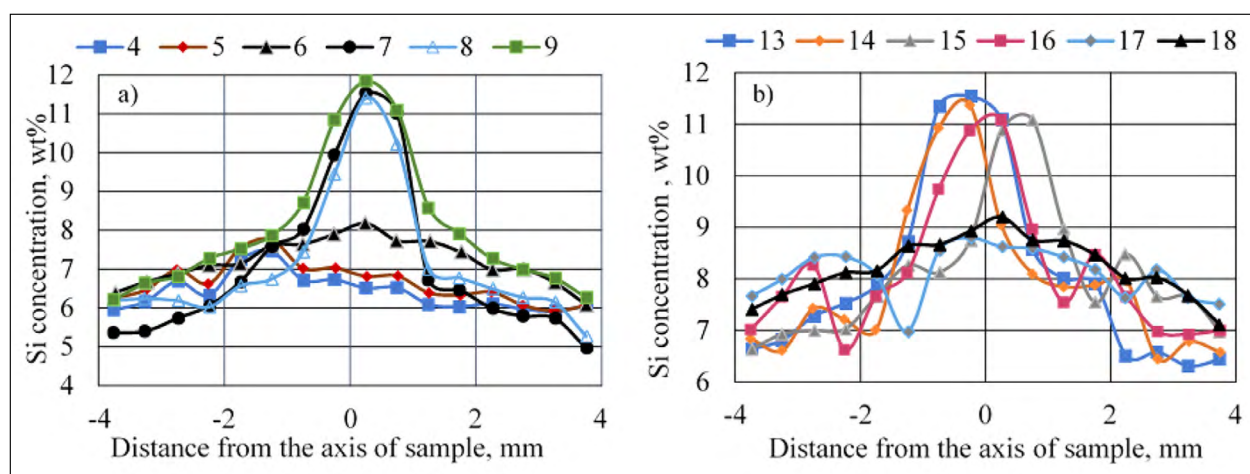
A keverés kikapcsolásakor a második tranziens zóna vége (a CTL-zóna eltűnése után) 7 mm-re van a minta közepén lévő szilárd/olvadék határfelületről („3” nyíl a 6c. ábrán). Maximális átmérője (ahol a mikroszerkezet a mag közelében ekvixiális) 3,8 mm („4” nyíl a 6c. ábrán).

A kevert rész egy részét a 7. ábra mutatja. A hengeres mag átmérője  $d = 1,63$  mm, az oldalágak átmérője  $D = 4,36$  mm, az oldalágak közötti távolság  $L = 1,73$  mm. A  $d$ ,  $D$  és  $L$  paramétereket 20 különböző

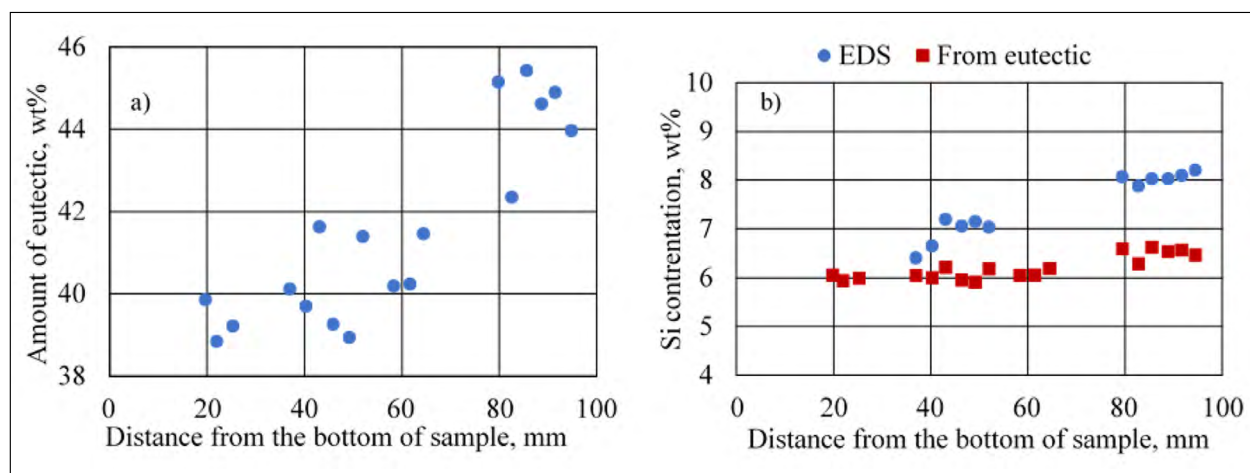
ponton mértük. Átlagos értékeik 1,51 mm, 3,78 mm és 1,62 mm.

### 4.2.2. A szemcse szerkezete

A szemcse szerkezetét a hossz- (5. ábra) és a keresztmetszeteken (6. ábra) is vizsgáltuk. A keresztmetszeten végzett vizsgálatok alapján megállapítottuk, hogy a kevert részben a szemcseátmérő ~3-szor finomab, mint a nem kevert részben (lásd 8a. és 8b. ábrát, 2. táblázat). Az olvadákáramlás eredményeként néhány apró szilárd részecske (szekunder vagy tercier dendritágok részei) letörnek az oszlopos dendritekről. Ezek heterogén csírák lesznek, hasonlóan a szemcsefinomítás során használt anyagokhoz [70–72]. Néhányból új dendrit nőhet. A nagy hőmérsékletgradiens (7 K/mm) és a viszonylag kis szilárd/olvadék front sebessége (0,1 mm/s) miatt ezek az új dendritok is oszloposak lesznek. Ha ennek az új dendritnak (az új csírának) a száma nem túl nagy, együtt nőhetnek az



11. ábra. Az EDS-sel mért Si-koncentráció: (a) a keverés bekapcsolva, (b) a keverés kikapcsolva



12. ábra. (a) Az eutektikum átlagos mennyisége a minta tengelye mentén, (b) átlagos Si-koncentráció a minta tengelye mentén

eredetivel, keresztmetszetük és hosszuk kisebb lesz, mint az oszlopos dendritké, amely olvadákáramlás nélkül növekszik. Ez a progresszív oszlopos/ekviaxiális átmenet (PCET). Ha az új magok száma nagy az oszlopos dendritek között vagy a keverékszóna előtt a túlhűlt olvadékban, növekedésük akadályozhatja az eredeti oszlopos dendritek növekedését, és a mikroszerkezet ekviaxiálissá válik. Ez az éles (sharp) oszlopos/ekviaxiális átmenet (SCET).

A dendritikus szerkezet homogénebb, mint a nem kevert részben, azzal a különbséggel, hogy a közepén (a CTL magjában) van egy nagy koncentrációjú rész, amely eutektikumból és néhány kis dendritből áll. A nem kevert részben az eutektikum három különböző típusa látható, míg a kevert részben a primer dendritek között található többnyire az eutektikum.

A szemcsék hosszát ( $L$ ) és szélességét ( $W$ ) a minta hosszmetsetén mértük, és ebből számítottuk ki az  $L/W$  arányt. Az eredményeket a 9. ábra és a 2. táblázat mutatja. Ha az  $L/W$  arány 2,0 felett van, a szemcsék oszloposnak tekinthetők [56]. Az első, nem kevert rész szemcseszerkezete teljesen oszlopos, a második, nem kevert részében oszlopos (5. ábra). A primer dendritek növekedési iránya közel párhuzamos a minta hossztengetelyével (a hőelvonás iránya). A kevert rész részben oszlopos, a minta szélein az  $L/W$  arány 2,0 felett van, tehát ez a rész oszlopos, míg a mag közelében lévő  $L/W$  arány 2,0 alatt van, ezért ez a rész ekviaxiális. A kevert részben a szemcsék (a PDA) tengelye  $\sim 30^\circ$ -ot zár be a minta hossztengetelyével (fehér nyilak a 6b. ábrán).

#### 4.2.3. A minta mikroszerkezete

A mért primer dendritagtávolság (PDAS) az első nem kevert részben (a 2. vonal mentén) 370  $\mu\text{m}$ , míg a második, nem kevert részben (a 18. vonal mentén) 270  $\mu\text{m}$  volt. A primer dendritág távolsága a  $G$ -től és a  $v$ -től függ:  $\text{PDAS} = K(\Delta T)^{0,25} \cdot G^{-0,5} \cdot v^{-0,25}$  [65, 67, 69]. A gyakorlatban  $G$  és  $v$  kitevője  $-0,25$  és  $-0,5$  között van [66–68]. A PDAS aránya a 2. és a 18. vonalnál mérve  $370/270 = 1,37$ . A  $v$  a 2. vonalnál 0,08 mm/s, a 18. vonalnál pedig 0,14 mm/s volt (egy kicsit kevesebb, illetve több, mint a minta középső részén). Állandónál  $G$ -nél a számított PDAS aránya  $[v(2. \text{ vonal})/v(18. \text{ vonal})]^{-0,25}$ , így a PDAS-ok aránya 1,18 és 1,41 között változhat.

A  $K$  állandó tartalmazza a kristályosodási hőmérséklet-intervallumot:  $\Delta T = T_L - T_E$ . Ha az átlagos koncentráció nagyobb, a  $\Delta T$  kisebb. Az első és a harmadik részben az átlagos koncentráció 6 t%, illetve 8 t%, így a  $\Delta T$  45  $^\circ\text{C}$ , illetve 31  $^\circ\text{C}$ , és a makroszegregáció hatása a PDAS-ra  $\sim 10\%$   $[(45/31)^{0,25} = 1,1]$ . Ez a két hatás az PDAS csökkenésének oka.

Az eutektikum mennyiségét és a szekunder dendritág-távolságot (SDAS) mind a 18 jelzett vonal mentén megmértük (lásd 5. ábra). A Si-koncentrációt a korábban említett eutektikum mennyiségéből számítottuk ki. A 10. ábrán ezeket az értékeket az első nem kevert (1., 2. és 3. vonal) és a kevert részek (10., 11. és 12. vonal) esetében hasonlítjuk össze.

Az első, nem kevert részben az eutektikum mennyisége és a számított Si-koncentráció a minta sugarának függvényében közel állandó (10a. és 10b. ábra). Átlagos értékük 39,3 t%, illetve  $\sim 6$  t%. Az eutektikum mennyisége kisebb, mint az elméleti egyensúlyi fázisdiagramból számított 48,5 t%. A számított átlagos Si-koncentráció szintén kisebb, mint az ötvözet átlagos koncentrációja (7 t%). A mért és az elméleti értékek közötti különbség azt mutatja, hogy az eutektikum körülbelül 10%-a degenerálódott. A szekunder dendritág-távolság (SDAS) közel állandó a minta sugara mentén, az átlag 18,5  $\mu\text{m}$  (10c. ábra).

A jól ismert egyenlettel [62–64, 67, 69] számított SDAS jó egyezést mutat a mérttel:

$$\begin{aligned} \text{SDAS} &= K \left( \frac{\Delta T}{G \cdot v} \right)^{1/3} \\ &= 4,5 \times \left( \frac{614 - 574}{7 \times 0,1} \right)^{1/3} = 16,88 \mu\text{m}. \end{aligned} \quad (4)$$

A kevert részben (10., 11. és 12. vonal) a CTL mikroszerkezetet a primer áramlás hozta létre. A minta szélein az eutektikum mennyisége csak 30 t% vagy valamivel kevesebb, és a középpont felé fokozatosan növekedik, a maximális érték 62 t% (10d. ábra). A számított Si-koncentráció 5 t%-ról 9 t%-ra nőtt. Az SDAS értéke fordítottan arányos a Si-koncentrációval, így a legkisebb SDAS a legnagyobb Si-koncentrációhoz tartozik. A széleken az SDAS 19  $\mu\text{m}$  (valamivel nagyobb, mint a nem kevert részben, mert a Si-koncentráció kisebb), a minimális érték pedig  $\sim 12$   $\mu\text{m}$  a minta közepén (10e. ábra).

A két tranziens zónában a Si-koncentráció eloszlását a minta sugarának a függvényében mértük közvetlenül EDS-sel (Hitachi Scanning EM+ Brucker EDS). A mért eloszlásokat a 11a. ábra (4.–9. vonal, első tranziens zóna) és a 11b. ábra (13.–18. vonal, második tranziens zóna) mutatja.

A 4. vonal a keverékszóna közepén volt (sárga vonal: TE, fekete vonal: TL az 5. ábrán), amikor a keverés be volt kapcsolva. Mivel a keverékszóna ezen részének permeabilitása nagyon kicsi, a keverés hatása is kicsi. A minták közepén a Si-koncentráció valamivel nagyobb ( $\sim 6,5$  t%), a széleken pedig valamivel kisebb (5,5–5,8 t%), mint a nem kevert részben mért eutektikum mennyiségéből számított átlagos érték (6 t%). Az 5. és 6. vonal a szilárd/olvadék front előtt volt, amikor

a keverés be volt kapcsolva, a keverőhatás nagyobb volt; ezért a Si-koncentráció is nagyobb a középpontban (7 t% és 8 t%). Az úgynevezett „eutektikus kupola” a 6. és 7. vonal között alakult ki. A 7., 8. és 9. vonal a kevert részben található. A koncentrációeloszlások e vonalak mentén nagyon hasonlóak a 10., 11. és 12. vonal mentén levő koncentrációeloszláshoz azzal a különbséggel, hogy a magban mért koncentráció abszolút értékei nagyobbak, mint az eutektikum mennyiségéből kiszámítottak. A számított és a mért koncentrációk közötti különbségeknek két oka van: az egyik az, hogy az eutektikum egyes részei degenerálódhatnak (ahogy fentebb említettük), a másik pedig az, hogy az Al és Si csúcsai (EDS-sel mérve) átfedésben vannak az EDS spektrumokon. Elválasztásuk etalon nélkül pontatlan. Ezekből a mért koncentrációeloszlásokból egyértelműen kiderül, hogy a CTL szerkezete a keverés bekapcsolása után fokozatosan alakul ki.

A keverékhő a sárga és a fekete vonal között volt (5d. ábra), amikor a keverés ki volt kapcsolva. A 13. és 14. vonal a kevert részben volt, és a koncentrációeloszlás hasonló volt a 10., 11. és 12. vonal mentén. A 15-ös vonal az alján, a 16-os vonal pedig a keverékhő tetején volt. A koncentrációeloszlások ezen vonalak mentén nagyon hasonlóak, ami azt jelenti, hogy a minta közepén makrodúsulás alakult ki a kristályosodás kezdetén, amikor a szilárd frakció tartalom alacsony volt, és a keverékhő permeabilitása nagy volt. Végül a 17-es és 18-as vonal a keverékhő előtt volt, amikor a keverést kikapcsoltuk. A Si-koncentráció a középpontban és a minta szélein ~9 t% és ~7.5 t%. Ez azt jelenti, hogy a szekunder áramlás nagy koncentrációjú olvadékat szállított a keverékhő elejére, mielőtt a keverést kikapcsoltuk.

Az eutektikum átlagos mennyiségét és az eutektikum mennyiségéből számított Si-koncentrációt a 12a. és 12b. ábra mutatja a vizsgált vonalak mentén. Az eutektikum mennyisége ~40 t%-ról 45 t%-ra, míg a számított koncentráció 6 t%-ról 7 t%-ra nőtt. Ennek a jelenségnek az oka a szekunder olvadékáramlás (párhuzamos a minta tengelyével), amely a Si-t a „tulipánkehelyből” szállította (lásd a 6c. ábra) – ahol a Si-koncentráció meghaladja az átlagot – a minta teteje irányába. Ez a hatás nem volt túl erős, mert a szekunder olvadékáramlás sebessége kisebb volt, mint az primer áramlásé, és a szilárd/olvadék front sebessége nagy volt. Az EDS-sel mért Si-koncentráció nagyobb, mint a számított érték (okait korábban kifejtettük), de a jelenség ugyanaz.

## 5. Összefoglalás és következtetések

Az Al–7 t% Si ötvözetet egyirányúan kristályosítottuk egy korábban kifejlesztett saját módszerrel: a minta első és harmadik 1/3 részét mágneses keverés nélkül, a második 1/3 részt (a két nem kevert rész

között) mágneses keveréssel kristályosítottuk. A szilárd/olvadék front sebessége, a hőmérséklet-gradiens és a mágneses indukció rendre 0,1 mm/s, 7 K/mm és 10 mT volt. Ezzel a módszerrel lehetővé vált az oszlopos/ekvixiális (CET) és az ekvixiális/oszlopos (ECT) átmenet vizsgálata. A mezo- és mikroszerkezetet részletesen vizsgáltuk, így ebben a kutatásban adatok találhatók a szimulációk validálására, pl. a primer és szekunder dendritágok távolsága, a karácsonyfaszerű (CTL) mikroszerkezet geometriai paraméterei, a szemcsék paraméterei, a koncentrációeloszlás a nem kevert és kevert részekben. A fenti mérések alapján a következő főbb következtetéseket lehetett levonni:

- 1) Progresszív oszlopos/ekvixiális átmenet (CET) alakult ki a mágneses keverés hatására. A minta kevert részében karácsonyfaszerű (CTL) mezoszerkezet kristályosodott, közel hengeres maggal és sok oldalágakkal. A magban és az oldalágakban az eutektikum mennyisége (és így a Si-koncentráció) nagyobb, míg a minta szélein alacsonyabb, mint az ötvözet átlag koncentrációja.
- 2) A kevert részben a dendritikus szerkezet homogénebb, mint a nem kevert részben. A szekunder dendritágtávolság (SDAS) a minta sugara mentén változik, a két szélén nagyobb, mint az átlagérték, míg középen az átlagértéknél kisebb.
- 3) A szemcsék a kevert rész két szélén oszloposak, de a primer dendritágak nem párhuzamosak a minta tengelyével, és a szemcsék a CTL magjához közel ekvixiálisak. A kevert részben lévő szemek száma a keresztmetszetben háromszor annyi, mint a nem kevert részben.
- 4) A keverés kikapcsolása után az olvadékáramlás azonnal leáll, a CTL mikroszerkezet progresszív ekvixiális/oszlopos átmenettel (progresszív ECT) oszlopossá alakul.
- 5) A szekunder olvadékáramlás eredményeként mérsékelt makrodúsulás alakult ki a minta hossza mentén.

## Köszönetnyilvánítás

A jelen munkát a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Vizsgálati Hivatal „Megszilárdult szerkezet és makroszegregáció kialakulása egyirányú kristályosodás vonalán szabályozott áramlási körülmények között” című projektje (No. 130946) keretében valósítottuk meg.

## Acronyms

PDA: Primary Dendrite Arm: Primer Dendritág  
 PDAS: Primary Dendrite Arm Spacing: Primer Dendritág Távolság  
 SDA: Secondary Dendrite Arm: Szekunder Dendritág

SDAS: Sucondary Dendrite Arm Spacing: Szekunder Dendritág  
 EDS: Electron Energy Spectrometer  
 SEM: Scanning Electron Microscop  
 CET: Columnar/Equiaxed Transition: oszlopos/ekviaxiális átmenet  
 ECT: Equiaxed/Columnar Transition: ekviaxiális /oszlopos átmenet  
 PCET: Progresive CET: folamatos CET  
 CTL: Cristhmas Tree Like: karácsonyfa szerű  
 SCET: Sharp CET: éles (hirtelen) CET  
 RMF: Rotated Magnetic Field: forgó mágneses mező

## Irodalom

- [1] M. Wu, A. Ludwig, A. Kharicha: *Steel Res. Int.* 87 (2017) 1700037.
- [2] J. Li, M. Wu, A. Ludwig, A. Kharicha: *Int. J. Heat Mass Transf.* 72 (2014) 668–679. <https://doi.org/10.1016/j.jheatmasstransfer.2013.08.079>
- [3] S. Michelic, M. Riedler: *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 161 (2016) S39–S43. <https://doi.org/10.1007/s00501-016-0464-8>
- [4] L. Heyvaert, M. Bedel, M. Založnik, H. Combeau: *Metall. Mater. Trans. A* 48 (2017) 4713–4734. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4238-z>
- [5] A. Roósz, Z. Gácsi, E. Fuchs: *Acta Metall.* 32 (1984) 1745–1754. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(84\)90231-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(84)90231-1)
- [6] A. Roósz, H. E. Exner: *Acta Metall. Mater.* 38 (1990) 375–380. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(90\)90068-R](https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90068-R)
- [7] G. Kasperovich, T. Volkman, L. Ratke, D. Herlach: *Metall. Mater. Trans. A* 39 (2008) 1183–1191. <https://doi.org/10.1007/s11661-008-9505-6>
- [8] R. Chen, Q. Xu, B. Liu: *J. Mater. Sci. Technol.* 30 (2014) 1311–1320. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2014.06.006>
- [9] O. Shatbhai, S. Roy, S. Ghosh: *Appl. Therm. Eng.* 113 (2017) 386–412. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2016.11.003>
- [10] G. Guillemot, C.-A. Gandin, H. Combeau: *ISIJ Int.* 46 (2006) 880–895. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.46.880>
- [11] M. Wu, A. Ludwig: *Metall. Mater. Trans. A* 37 (2006) 1613–1631. <https://doi.org/10.1007/s11661-006-0104-0>
- [12] M. Wu, A. Ludwig: *Acta Mater.* 57 (2009) 5632–5644. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.07.067>
- [13] V. Voller, C. Prakash: *Int. J. Heat Mass Transf.* 30 (1987) 1709–1719. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(87\)90317-6](https://doi.org/10.1016/0017-9310(87)90317-6)
- [14] J. Ni, C. Beckermann: *Metall. Mater. Trans. B* 22 (1991) 349–361. <https://doi.org/10.1007/BF02651234>
- [15] M. Wu, A. Ludwig, A. Bührig-Polaczek, M. Fehlbier, P. R. Sahm: *Int. J. Heat Mass Transf.* 46 (2003) 2819–2832. [https://doi.org/10.1016/S0017-9310\(03\)00054-1](https://doi.org/10.1016/S0017-9310(03)00054-1)
- [16] M. Wu, A. Fjeld, A. Ludwig: *Comput. Mater. Sci.* 50 (2010) 32–42. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2010.07.005>
- [17] M. Wu, A. Ludwig, A. Fjeld: *Comput. Mater. Sci.* 50 (2010) 43–58. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2010.07.006>
- [18] O. Budenkova, A. Noepfel, J. Kovács, A. Rónaföldi, A. Roósz, A. M. Bianchi, F. Baltaretu, M. Medina, Y. Fautrelle: *Mater. Sci. Forum* 649 (2010) 269–274. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.649.269>
- [19] H. Zhang, M. Wu, Y. Zheng, A. Ludwig, A. Karicha: *Mater. Today Commun.* 22 (2020) 100842. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2019.100842>
- [20] S. Steinbach, L. Ratke: *Metall. Mater. Trans. A* 38 (2007) 1388–1394. <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9162-1>
- [21] P. Mikołajczak, L. Ratke: *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 27 (2012) 012024. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/27/1/012024>
- [22] C. H. U. Gomes, R. H. L. Kikuchi, A. D. Barros, J. N. S. da Silva, M. A. P. D. da Silva, A. L. S. Moreira, O. F. L. da Rocha: *Mater. Res.* 18 (2015) 1362–1371. <https://doi.org/10.1590/1516-1439.036315>
- [23] G. Reinhart, C. A. Gandin, N. Mangelinck-Noël, H. Nguyen-Thi, J. E. Spinelli, J. Baruchel, B. Billia: *Acta Mater.* 61 (2013) 4765–4777. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.04.067>
- [24] M. D. Dupouy, D. Camel: *J. Cryst. Growth* 183 (1998) 469–489. [https://doi.org/10.1016/S0022-0248\(97\)00415-6](https://doi.org/10.1016/S0022-0248(97)00415-6)
- [25] J. E. Spinelli, I. L. Ferreira, A. Garcia: *J. Alloys Compd.* 384 (2004) 217–226. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.04.098>
- [26] W. D. Griffiths, L. Xiao, D. G. McCartney: *Mater. Sci. Eng. A* 205 (1996) 31–39. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(95\)09859-3](https://doi.org/10.1016/0921-5093(95)09859-3)
- [27] Y. Z. Li, N. Mangelinck-Noël, G. Zimmermann, L. Sturz, H. Nguyen-Thi: *J. Alloys Compd.* 836 (2020) 155458. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155458>
- [28] H. Nguyen-Thi, G. Reinhart, B. Billia: *C. R. Mec.* 345 (2017) 66–77. <https://doi.org/10.1016/j.crme.2016.10.007>
- [29] A. Rónaföldi, J. Kovács, A. Roósz: *Trans. Indian Inst. Met.* 62 (2009) 475–477. <https://doi.org/10.1007/s12666-009-0078-x>
- [30] D. R. Liu, N. Mangelinck-Noël, C.-A. Gandin, G. Zimmermann, L. Sturz, H. Nguyen Thi, B. Billia: *Acta Mater.* 64 (2014) 253–265. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.10.038>
- [31] I. V. Barmin, A. S. Senchenkov, A. Greif, O. Pätzold, U. Wunderwald, A. Cröll, A. Mitric: *Magnetohydrodynamics* 45 (2009) 325–332. <https://doi.org/10.22364/mhd.45.3.3>
- [32] Y. Z. Li, N. Mangelinck-Noël, G. Zimmermann, L. Sturz, H. Nguyen-Thi: *J. Alloys Compd.* 749 (2018) 344–354. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.03.300>
- [33] G. Zimmermann, L. Sturz, H. Nguyen-Thi, N. Mangelinck-Noël, Y. Z. Li, C.-A. Gandin, R. Fleurisson, G. Guillemot, S. McFadden, R. P. Mooney, P. Voorhees, A. Roósz, A. Rónaföldi, C. Beckermann, A. Karma, C.-H. Chen, N. Warnken, A. Saad, G.-U. Grün, M. Grohn: *JOM* 69 (2017) 1269–1279. <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2397-4>
- [34] E. G. Fuchs: *Mater. Sci. Forum* 649 (2010) 1–9. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.649.1>

- [35] G. Chirita, D. Soares, F.S. Silva: *Mater. Des.* 29 (2008) 20–27. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.12.011>
- [36] J.F. Löffler, W.L. Johnson: *Intermetallics* 10 (2002) 1167–1175. [https://doi.org/10.1016/S0966-9795\(02\)00155-3](https://doi.org/10.1016/S0966-9795(02)00155-3)
- [37] Y. Yang, B. Song, Z. Yang, G. Song, Z. Cai, Z. Guo: *Materials (Basel)* 9 (2016) 1001. <https://doi.org/10.3390/ma9121001>
- [38] A. Viardin, R. Berger, L. Sturz, M. Apel, U. Hech: *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 117 (2016) 012007. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/117/1/012007>
- [39] A. Viardin, J. Zollinger, L. Sturz, M. Apel, J. Eiken, R. Berger, U. Hecht: *Comput. Mater. Sci.* 172 (2020) 109358. <https://doi.org/10.1016/j.commat-sci.2019.109358>
- [40] A. Roósz, A. Rónaföldi, J. Kovács, M. Svéda: Effect of low Rotating Magnetic Field (RMF) induced melt flow on the microstructure of unidirectionally solidified Al-7wt.%Si-1wt.%Fe alloy. In: *Proceedings of the 6th Decennial International Conference on Solidification Processing, Old Windvonal, (2017)* 308–311.
- [41] Svéda, A. Sycheva, J. Kovács, A. Rónaföldi, A. Roósz: Effect of rotating and travelling magnetic field on the solidified structure of peritectic Sn–Cd alloy directional solidification of Al-7wt.% Si alloy. *Mater. Sci. Forum* 649 (2010) 269–274. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.649.269>
- [42] J. Kovács, A. Rónaföldi, G. Gergely, Z. Gácsi, A. Roósz: Characterisation of the structure of Al-7Si-0.6 Mg alloys solidified unidirectionally in a rotating magnetic field. In: *Proceedings of the 5th Decennial International Conference on Solidification Processing, Sheffield, (2007)* 405–410.
- [43] Y. Zuo, J. Cui, D. Mou, Q. Zhu, X. Wang, L. Li: *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 24 (2014) 2408–2413. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(14\)63364-1](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(14)63364-1)
- [44] G. Gerbeth, K. Eckert, S. Odenbach: *Eur. Phys J. – Spec. Top.* 220 (2013) 123–137. <https://doi.org/10.1140/epjst/e2013-01802-7>
- [45] H. Li, J. Jie, H. Chen, P. Zhang, T. Wang, T. Li: *Mater. Sci. Eng. A* 624 (2015) 140–147. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.11.064>
- [46] S.C. Lim, P.E. Yoon, J.S. Kim: *J. Mater. Sci. Lett.* 16 (1997) 104–109. <https://doi.org/10.1023/A:1018525506838>
- [47] B. Willers, S. Eckert, U. Michel, I. Haase, G. Zouhar: *Mater. Sci. Eng. A* 402 (2005) 55–65. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.108>
- [48] B. Fragozo, H. Santos: *J. Mater. Res. Technol.* 2 (2013) 100–109. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2012.12.001>
- [49] S. Nafisi, D. Emadi, M.T. Shehata, R. Ghomashchi: *Mater. Sci. Eng. A* 432 (2006) 71–83. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.05.076>
- [50] J. Kovács, G. Gergely, Z. Gácsi, A. Roósz, A. Rónaföldi: *Trans. Indian Inst. Met.* 60 (2007) 149–154.
- [51] J. Kovács, A. Rónaföldi, Á. Kovács, A. Roósz: *Trans. Indian Inst. Met.* 62 (2009) 461–464. <https://doi.org/10.1007/s12666-009-0085-y>
- [52] T. Wang, E. Wang, Y. Delannoy, Y. Fautrelle, O. Budenkova: *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 529 (2019) 012030. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/529/1/012030>
- [53] H. Zang, M. Wu, A. Ludwig, A. Kharicha: *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 861 (2020) 012048. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/861/1/012048>
- [54] D.R. Liu, N. Mangelinck-Noel, Ch-A. Gandin, G. Zimmermann, L. Sturz, N. Nguen Thi, B. Billia: *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 117 (2016) 01009.
- [55] J.D. Hunt: *Mater. Sci. Eng.* 65 (1984) 75–83. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(84\)90201-5](https://doi.org/10.1016/0025-5416(84)90201-5)
- [56] Y. Sun, H. Muta, K. Kurosaki, Y. Ohishi: *Int. J. Thermophys.* 40 (2019) 31. <https://doi.org/10.1007/s10765-019-2497-1>
- [57] O.A. Chikova, K.V. Nikitin, O.P. Moskovskikh, V.S. Tsepelev: *Acta Metall. Slovaca* 22 (2016) 153–163. <https://doi.org/10.12776/ams.v22i3.774>
- [58] A. Rónaföldi, Zs. Veres, A. Roósz: *Cryst. Growth* 564 (2021) 126078. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2021.126078>
- [59] Ph. Marty, L. Martin Witkowski, P. Trombetta, T. Tomasino, J.P. Garandet: On the stability of rotating MHD flows. *Transfer Phenomena in Magnetohydrodynamic and Electroconducting Flows* (1997) 327–343. [https://doi.org/10.1007/978-94-011-4764-4\\_23](https://doi.org/10.1007/978-94-011-4764-4_23)
- [60] O. Budenkova, F. Baltaretu, J. Kovács, A. Roósz, A. Rónaföldi, A-M. Bianchi, Y. Fautrelle: *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 33 (2012) 012046. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/33/1/012046>
- [61] A. Rónaföldi, J. Kovács, A. Roósz: Investigation of transient phenomena generated by the on- and off switching of a rotating magnetic field in case of the unidirectional solidification of aluminum alloy. In: *Proceedings of 6. International Electromagnetic Processing of Materials (EPM) Conference, Dresden, (2009)* 628–632.
- [62] N. Whisler, T.Z. Kattamis: *J. Cryst. Growth* 15 (1972) 20–24. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(72\)90315-6](https://doi.org/10.1016/0022-0248(72)90315-6)
- [63] D.H. Kirkwood: *Mater. Sci. Eng.* 73 (1985) L1–L4. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(85\)90319-2](https://doi.org/10.1016/0025-5416(85)90319-2)
- [64] A. Roósz: *Cast Met.* 1 (1988) 223–226. <https://doi.org/10.1080/09534962.1988.11818972>
- [65] W. Kurz, D.J. Fisher: *Fundamental of Solidification*, Third Edition, Trans. Tech Publication, 1992.
- [66] D.G. McCartney, J.D. Hunt: *Acta Mater.* 29 (1981) 1851–1863. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90111-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90111-5)
- [67] J. Jacobi, K. Schwerdtfeger: *Metall. Trans. A* 7 (1976) 811–820. <https://doi.org/10.1007/BF02644078>
- [68] M.A. Taha: *J. Mater. Sci. Lett.* 5 (1986) 307–310. <https://doi.org/10.1007/BF01748087>
- [69] D. Bouchard, J.S. Kirkaldy: *Metall. Mater. Trans. B* 28 (1997) 651–663. <https://doi.org/10.1007/s11663-997-0039-x>
- [70] C. Zhao, Y. Li, J. Xu, Q. Luo, Y. Jiang, Q. Xiao, Q. Li: *J. Mater. Sci. Technol.* 94 (2021) 104–112. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.02.065>
- [71] Y. Li, Y. Jiang, B. Liu, Q. Luo, B. Hu, Q. Li: *J. Mater. Sci. Technol.* 65 (2021) 190–201. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.075>
- [72] Y. Lia, B. Hu, B. Liu, A. Nie, Q. Gu, J. Wang, Q. Li: *Acta Mater.* 187 (2020) 51–65. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.01.039>