

Új berendezés és módszer a kristályosodásnál kialakuló szemcseszerkezet finomításához

RÓNAFÖLDI ARNOLD^{1,2}, VERES ZSOLT^{1,2} , SVÉDA MÁRIA^{1,2} , ROÓSZ ANDRÁS^{1,2,@} 

¹Miskolci Egyetem, Fémteni, Képlékenyalakítási és Nanotechnológia Intézet, 3515 Miskolc

²HUN-REN – Miskolci Egyetem, Anyagtudományi Kutatócsoport, 3515 Miskolc

✉E-mail: andras.roosz@uni-miskolc.hu

Másodközlés – Eredeti közlemény:

New equipment and method for refining the solidified grain structure

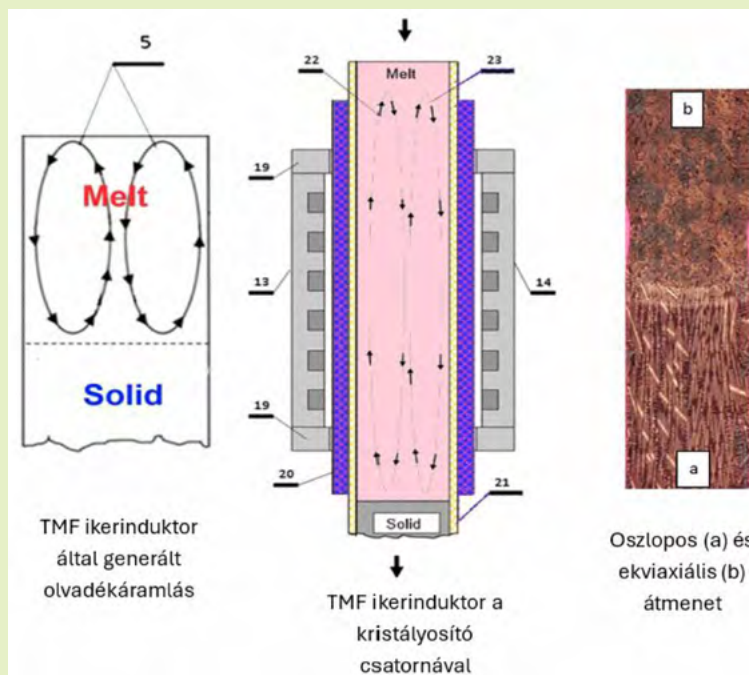
Arnold Rónaföldi^{1,2}, Zsolt Veres^{1,2}, Mária Svéda^{1,2}, András Roósz^{1,2,*}

Metals 2022, 12(4): 658.

<https://doi.org/10.3390/met12040658>

A munka célja egy hatékony mágneses keverőberendezés és keverő módszer megalkotása volt. Mivel a forgó mágneses mező (Rotation Magnetic Field, RMF) általi keverés gyakran erős makrodúsulást eredményez, a keveréshez a haladó mágneses teret (Travelling Magnetic Field, TMF) választottuk. A TMF ikerinduktornak a felépítése jelentősen eltér a hagyományos mágneses keverőtől, mert zárt mágneses áramkörrel rendelkezik. A kifejlesztett ikerinduktorral három különböző mágneses mező állítható elő a keverőhatás vizsgálatára. A mágneses mező erős nyírófeszültséget fejt ki a kristályosodási frontra merőleges áramlásnál azáltal, hogy a fémek olvadék rétegei egy része ellentétes irányban mozog. A TMF ikerinduktort egy kristályosító berendezéssel kombináltuk a különböző ötvözetek egyirányú kristályosításához.

Az ikerinduktorral létrehozott három különböző mágneses térnek a szemcseszerkezetére gyakorolt hatását Al-7%Si-1% és Al-10%Si-0,2%Fe ötvözetekkel hasonlítottuk össze. Kimutattuk, hogy a leghatékonyabb keveredés és ezzel a szemcsefinomítás akkor következik be, amikor a két induktor mágneses tere egymással szemben mozog.



Kulcsszavak: kristályosodás, szemcsefinomítás, mágneses keverés, haladó mágneses tér

1. Bevezetés

A kristályosodási folyamat során kialakuló szemcse-méret és eloszlás nagy hatással van a megszilárdult anyagok mechanikai tulajdonságaira (szakítószilárdság, keménység és nyúlás). A berendezés egy fűtő egységből, egy indukciós keverőből és két különböző tápegységből áll, egy a fűtéshez és egy a keveréshez. A fizikai paraméterek ismeretében az optimális fűtés és keverés egy adott alkalmazáshoz kompatibilis és speciális fűtő és indukciós tekercs tervezésével érhető el [1]. A kristályosodási folyamat során a kristályosodási paraméterek bizonyos értékeinél (szilárd/olvadék frontsebesség, hőmérséklet gradiens) úgynevezett oszlopos szerkezet alakulhat ki, amelynek eredményként a munkadarab egyik irányban mért tulajdonságai eltérnek a másik irányban mértéktől. Általában nem lehet a cél (kivéve a speciális eseteket, pl. egykristályos turbinalapátokat) oszlopos szövetszerkezet létrehozása. Annak ellenére, hogy a kristályosodás során sokszor nem alakul ki oszlopos szövetszerkezet, az úgynevezett homogén csíráképződés miatt nagy krisztallitokból (szemcsékből) álló ekviauxiális szemcseszerkezet jöhet létre, melynek a mechanikai tulajdonságai lényegesen rosszabbak, mint a finom szemcsét tartalmazó szemcseszerkezeté.

A munka célja a kristályosodási folyamat során kialakuló szemcseszerkezet finomítására alkalmas berendezés és módszer kifejlesztése volt.

2. A szemfinomítás módszerei

2.1. Szemcsefinomítás szemcsefinomító anyaggal

Különböző technológiák ismertek a finom szemcseszerkezet kialakítására, amelyek megközelítőleg azonosak a munkadarab minden pontján. Az egyes technológiák alapja, hogy bizonyos típusú szilárd részecskéket adnak az olvadákhhoz. Ezek a szilárd részecskék heterogén csíráképződést okoznak, azaz ezeknek a felületén keletkeznek a csírák, az olvadék kismértékű túlűtése mellett [2, 3, 4].

A munkadarab finomszemcsés szerkezetű lesz, ha megfelelő mennyiségű szilárd részecskét adunk az olvadákhhoz. A folyamatot szemcsefinomításnak (beoltásnak), az anyagot pedig szemcsefinomító (beoltó) anyagnak nevezzük.

A szemcsefinomító anyagnak a következő feltételeknek kell megfelelnie:

- i) a keletkező csírának nedvesítenie kell a szemcsefinomító anyag részecskéit (a szemcsefinomító anyag szemcséinek kell rendelkeznie olyan kristálysíkkal, amelyen az atomok elhelyezkedése hasonló a keletkező csíra valamely kristálysíkjához),
- ii) szilárd halmazállapotúnak kell lenni a kristályosodási hőmérsékleten, azaz nem olvadhat

meg, a technológiai folyamat során nem oldódhat fel,

- iii) nem ülepedhet ki vagy úszhat fel (sűrűségének megközelítőleg azonosnak kell lennie az olvadék sűrűségével),
- iv) nem változtathatja meg jelentősen a munkadarab fizikai és mechanikai tulajdonságait.

Nem könnyű megfelelő szemcsefinomító anyagot találni a különböző ötvözetekhez. Az Al-5%Ti-1%B ötvözetet sikeresen alkalmazzák az Al-ötvözetek esetében, ahol a TiB_2 részecske a szemcsefinomító anyag. Az acélok és a rézalapú ötvözetek esetében nem ismertek hatékony szemcsefinomító anyagok. Különösen nagyon nehéz ilyen anyagot találni az acélok esetében, mivel az acélok nagyon magas kristályosodási hőmérséklettel rendelkeznek. Egyes anyagok olvadáspontjukat tekintve alkalmasak lennének, de jelentősen ronthatják a mechanikai tulajdonságokat.

Egy másik lehetőség a fémoxidok hozzáadása, pl. a saját oxid mechanikus bekeverésével az olvadékba [5]. Az olvadék felületén oxidok képződnek, ha az olvadék nincs védve az oxidációtól vagy szándékosan oxidálják. Ezek az oxidok az olvadék mozgásával vagy áramlásával bekeverhetők az olvadékba. Az oxidok olvadáspontja általában magasabb, mint az ötvözeté. Ennek a technológiának az a hátránya, hogy nehezen ellenőrizhető, és sok esetben az oxidot nem nedvesíti az ötvözet csírája, azaz az i) feltétel nem teljesül. Nagyon nehéz olyan keverő lapátot találni, amely hosszú ideig tartó mechanikus keverésre alkalmas anyagból készült, különösen magas hőmérsékleten (acélok). Az oxidkerámia merev és törékeny, a grafit oxidáló atmoszférában ég, és alacsony szilárdsága miatt könnyen tönkre mehet.

2.2. Szemcsefinomítás saját részecskékkel

A szilárd oldat típusú ötvözetek kristályosodási folyamata során úgynevezett keverék zóna alakul ki, ami részben már szilárd fázist tartalmaz. Ennek oka az, hogy az ötvözetek jelentős része (melyek egyenúlyban legalább részben szilárdoldatot tartalmaznak) a likvidusz és a szolidusz közötti hőmérséklet tartományban kristályosodnak. A szilárd fázisból (a dendritekből) a mechanikus keveréssel létrehozott intenzív olvadékarámlással apró részecskék törhetők le. Ezeket a kis szilárd részecskéket az olvadékba keverve, azok heterogén csíráképződőként viselkednek. Ez a technológia elvileg akkor lehet használható, ha nem áll rendelkezésre hagyományos szemcsefinomító anyag. Gyakorlatilag nagyon nehéz alkalmazni ezt az eljárást. A probléma ugyanaz, mint amit korábban említettünk; a folyamatos acélöntés során egy keverőlapátot kell behelyezni a kristályosítóba, amelynek ellenállnia kell a nagyon magas hőmérsékletnek (1700

°C-nál magasabb) és a nagyon erős mechanikai igénybevételeknek.

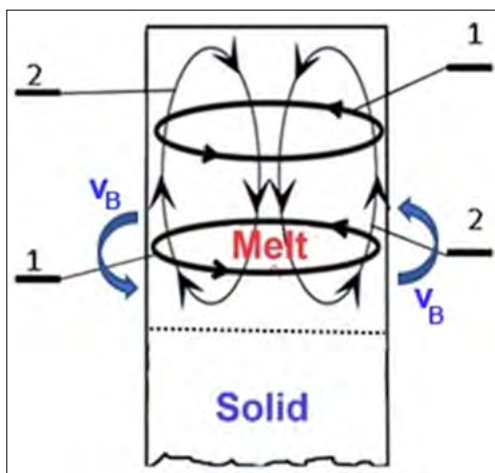
2.3. Szemcsefinomítás mágneses térrel való keverésével

Az elektromos vezetőképességgel bíró olvadékok váltakozó mágneses mezők segítségével a magneto-hidrodinamikai elmélet által leírt áramlásra kényszeríthetők. Ilyen olvadékok a fémek és a fém-ötvözetek (a továbbiakban olvadékok). Az áramlás jellegzetességeit a váltakozó mágneses tér sajátosságai határozzák meg.

A keverék zónában lévő szilárd fázisból kis részecskék letörhetők a fémolvadékok mágneses térrel történő áramoltatásával, ha az olvadék áramlásánál kialakuló nyírófeszültség meghaladja a már kristályosodott fázis nyírószilárdságát. Az olvadék keveréséhez pulzáló, forgó vagy haladó mágneses tér használható.

A fémolvadék pulzáló mágneses térrel történő áramlása esetén az olvadékáramlás sebessége lényegesen kisebb, mint a forgó vagy haladó mágneses tér hasonló villamosenergia fogyasztással megvalósított áramlása. Ennek a módszernek további hátránya, hogy bonyolult az áramlás irányának és sebességének szabályozása.

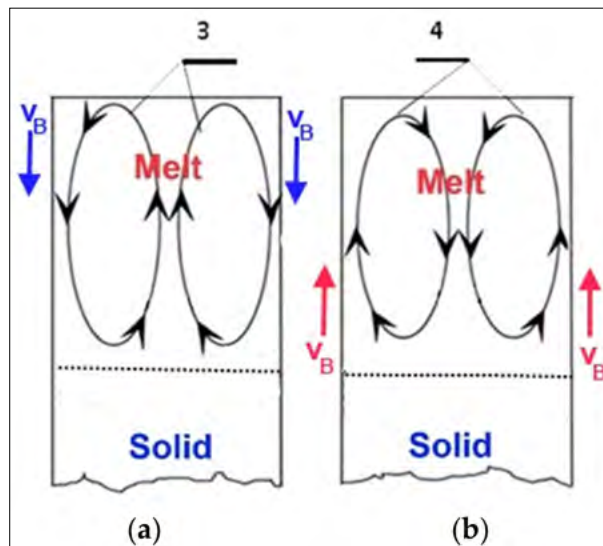
A fémolvadék áramoltatása megvalósítható a kristályosodási fronttal párhuzamos síkban forgó mágneses mezővel (Rotation Magnetic Field, RMF) [6–9]. Az áramlás vázlata az 1. ábrán látható. Az olvadék RMF-fel történő áramlásakor kétféle makrodúsulás alakul ki [10]. A primer áramlás (párhuzamos a kristályosodási fronttal, „1”) hatására a munkadarab sugara mentén, a kristályosodási front síkjára merőleges másodlagos áramlás hatására (amelynek intenzitása sokkal kisebb, mint az elsődleges áramlás intenzitása, „2”) pedig a munkadarab hossz tengelyének irányában alakul ki makrodúsulás. Következésképpen ez a fajta mágneses keverés a



1. ábra. Az RMF induktorok által létrehozott olvadékáramlás

gyakorlatban kevésbé alkalmazható, bár bizonyos mértékű szemcsefinomodást okozhat.

A fémolvadék a kristályosodási frontra merőlegesen mozgó mágneses térrel (TMF) is áramoltatható, ha a mozgó mágneses tér iránya megegyezik a kristályosodási front mozgási irányával vagy azzal ellentétes (2. ábra) [11–15].



2. ábra. A hagyományos TMF induktorok által létrehozott olvadékáramlás

A függőleges tengelyű TMF induktor hossztengetyében elhelyezett téglában lévő olvadékra ható erő az olvadék tengellyel párhuzamosan felfelé vagy lefelé mutat, az induktorhoz csatlakoztatott gerjesztési fázissorozattól függően.

Ebben az esetben az azonos irányba mutató olvadék tengelyével párhuzamos Lorentz-erő az egész olvadékra hat. Az erő intenzitása (az erő által kifejtett nyomás) a sugár függvényében változik. Ennek eredményeként áramlás alakul ki az olvadékban. Az olvadék felfelé áramlik a tégl fal mentén („3”), ha a mágneses tér haladási iránya felfelé mutat, a téglá közepén az ellenkező irányba áramlik, két áramlási hurkot kialakítva. Az olvadék áramlási iránya a tégl fal mentén és a tégl közepén is megváltozik, ha a mágneses tér mozgási iránya lefelé mutat („4”). Az áramlás vázlata a 2a. és a 2b. ábrán látható. A mágneses tér felfelé halad a 2a. ábrán, míg fordítva halad a 2b. ábrán.

Kétféle TMF induktort használnak. A hengeres (cső) konstrukciót alkalmazzák leggyakrabban. Előnye, hogy nagyon egyszerű módon felépíthető [10, 12]. Egy másik TMF induktor sík elrendezésű. Ritkán használják, mert tekercsrendszere sokkal bonyolultabb, mint az RMF induktore [11]. A sík elrendezésű induktornál sokkal kisebb elektromos teljesítményre van szükség az olvadékban kialakuló mágneses indukció egységnyi értékének biztosításához, mint a

csőszerkezetű TMF induktornál (azonos geometria esetén). Az olvadékból kialakuló olvadékáramlási képek hasonlóak mindkét típusú TMF induktor használatára esetén (2a. és 2b. ábra).

Ezek az áramlások képesek letörni szilárd részecskéket a keverék zónában lévő dendritekből, és azokat az olvadékba juttathatják; következésképpen a szemcse finomodása figyelhető meg. Ezeknek a TMF induktoroknak azonban az a hátránya, hogy a megfelelő szemcsefinomítás csak nagyon nagy mágneses tér (nagyon nagy elektromos teljesítmény) használatával biztosítható.

Lehetőség van az RMF és TMF induktorok kombinálására [15, 16]. Elvileg a kristályosodási fronttal párhuzamos és arra merőleges áramlások alakulhatnak ki ezzel a megoldással. Egy lehetséges elrendezést mutatnak be a szerzők a [17]-ben. Ebben az esetben, belül egy hengeres elrendezésű TMF induktor, kívül pedig egy 6 pólusból álló RMF induktor található. Ez egy levegő magos megoldás, így nagyon nagy elektromos teljesítményre van szükség nagy mágneses indukció biztosításához az olvadékban. Az induktor egyik típusának (pl. az RMF típusú induktor) mágneses tere örvényáramot generál a másik típusú induktor (TMF) tekercseiben, így több hő fejlődik benne. Az RMF induktor mágneses terét bizonyos mértékig a TMF induktor tekercsei ráadásul árnyékolják. A fent említett tények miatt az olvadékban csak egy alacsony intenzitású áramlás alakul ki a szemcsefinomításhoz szükséges áramláshoz képest. A vasmagos változat esetében az RMF vasmagok jelentős mértékben árnyékolják a TMF induktor mágnes terét. Ez a megoldás a gyakorlatban nem alkalmazható a szemcsefinomításra.

Az olvadékban jelentős mértékű szemcsefinomodást okozó áramlás csak akkor alakulhat ki, ha a fent leírt mágneses keverőegységek nagyon nagy mágneses teret (nagyon magas villamosenergia-fogyasztást) generálnak, mivel az olvadék egymást érintő részei ugyanabba az irányba mozognak (1. és 2. ábra).

3. Új berendezés

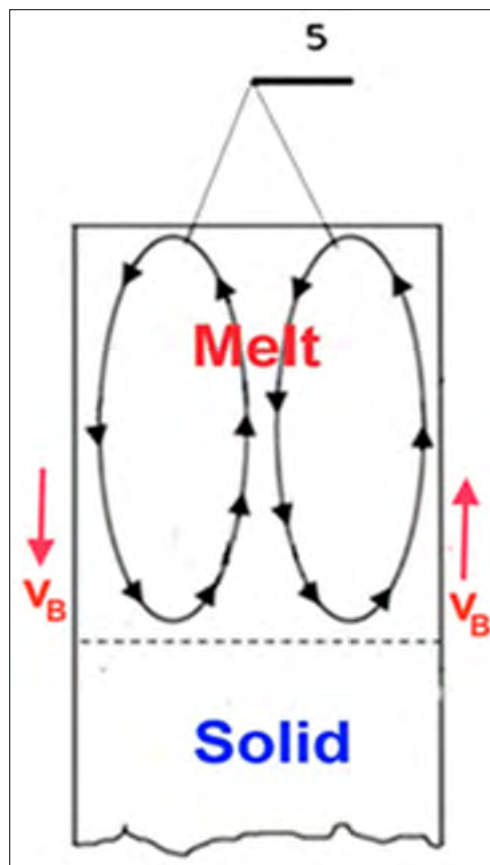
3.1. Az új típusú TMF eszköz elve [18]

Célunk a leírt megoldások hátrányainak kiküszöbölése, azaz egy olyan módszer és berendezés létrehozása volt, amellyel minimális makrodúsulás mellett megvalósítható a szemcsefinomítás oly módon, hogy a kristályosodási folyamat során a keverés mágneses térben, a fent említett módszereknél kevesebb elektromos energia felhasználásával történik.

Szükség volt egy új típusú mágneses induktor megépítésére a berendezés keverőegységéhez, megvalósítva azt az új módszert, amellyel a keverék zónában nagy nyírófeszültséget biztosító áramlás alakulhat ki

a hagyományos mágneses keverőberendezésekhez képest kisebb elektromos energiafogyasztás mellett.

A megoldásnak az a felismerés az alapja, hogy jelentős nyírófeszültség alakul ki az olvadékban, ha az olvadék keverését végző berendezés TMF induktorát úgy építjük fel, hogy az képes egymással ellentétes irányú áramlási zónákat létrehozni („5” a 3. ábrán).



3. ábra. A TMF ikerinductor által létrehozott olvadékáramlás

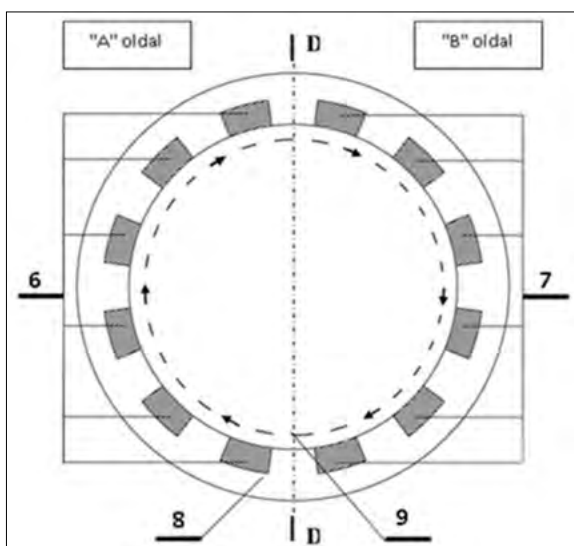
A berendezés induktora a legjelentősebb nyírófeszültséget a kristályosodási frontra merőleges áramlásnál úgy alakítja ki, hogy a fém olvadékrétegek egy része (jellemzően a hosszirányú tengely környékén) ellentétes irányban érinti egymást. Ekkor nagyon erős turbulencia alakul ki az ellenkező irányba áramló olvadékrétegek között. Ez a turbulens áramlás nagy mennyiségű részecskét tör le a keverék zónában lévő szilárd dendritekről, és az olvadék/szilárd front elé viszi azokat, ahol saját anyagú szemcse finomítóként jelennek meg, ezáltal biztosítva a jelentős szemcsefinomodást.

A mágneses tér mozgási irányának adott frekvenciával történő megváltoztatásával megváltoztathatók az olvadék áramlási irányok és ezzel kiküszöbölhető a makrodúsulás megjelenése.

A kristályosító berendezés egy TMF ikerinduktort használ az olvadék áramlására. Ennek a TMF

ikerinduktornak a felépítése jelentősen eltér a hagyományos mágneses keverőktől, és zárt mágneses áramkörrel rendelkezik [18]. Ez a zárt mágneses áramkörrel rendelkező TMF ikerinduktor bármilyen páros póluspárszámú RMF induktorból származtatható. A levezetési lépéseket két póluspárral (4 pólusú) RMF induktorral mutatjuk be. A levezetés lépései a 4–9. ábrákon láthatók.

1. lépés: Az RMF induktornak két póluspárja van (4 pólusú, 4. ábra), amit a D-D sík 2 részre vág („A” és „B” oldal).
2. lépés: Az induktor „A” és „B” oldalát az 5. ábra szerint választjuk el egymástól, így a félinduktor szegmens két darabját kapjuk, egyenként egy póluspárral (2-2 pólus).

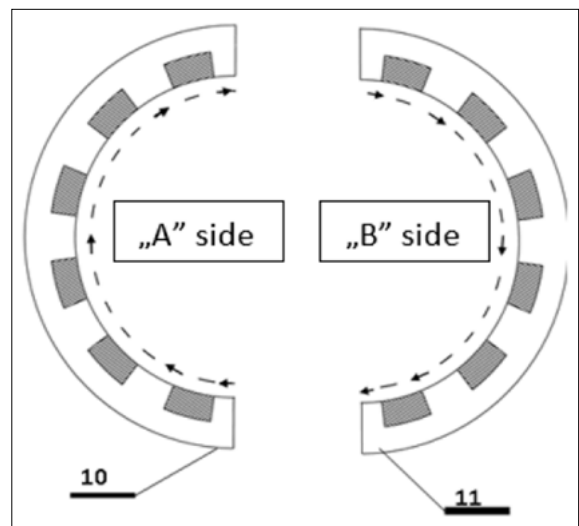


4. ábra. A négypólusú RMF induktor előlnézete, amely a forgó mágneses teret hozza létre. „6”, „7”: gerjesztőtekercsek, „8”: zárt vasmag, „9”: a forgó mágneses tér mozgási iránya

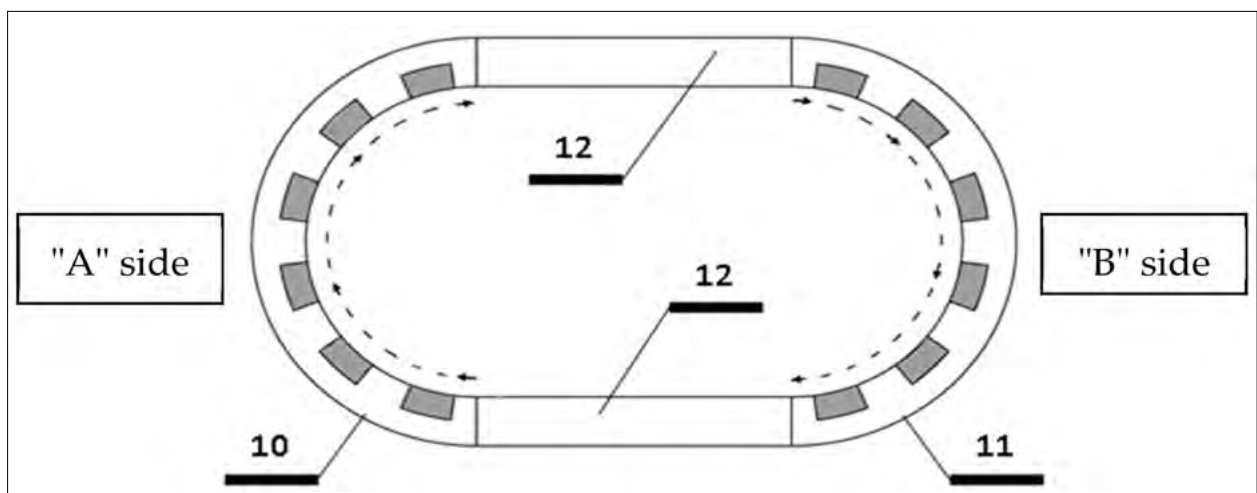
3. lépés: A két félinduktor mágneses áramkörét (lásd a 5. ábrát), úgynevezett „ferromágneses hidakkal” zárjuk le („10”, „11”), amelyek nem tartalmaznak tekercseket, amint azt a 6. ábra mutatja („12”). A ferromágneses hidakat olyan anyagból kell készíteni, amely megakadályozza az örvényáram kialakulását.

4. lépés: A zárt induktor íves szakaszait (6. ábra „10”, „11”) átalakítottuk a 7. ábrán látható síkra. (A 6. ábra „10” és „11” elemei a 7. ábra „13” és „14” elemei lesznek). A 7. ábrán láthatók a „ferromágneses hidak” („15”).

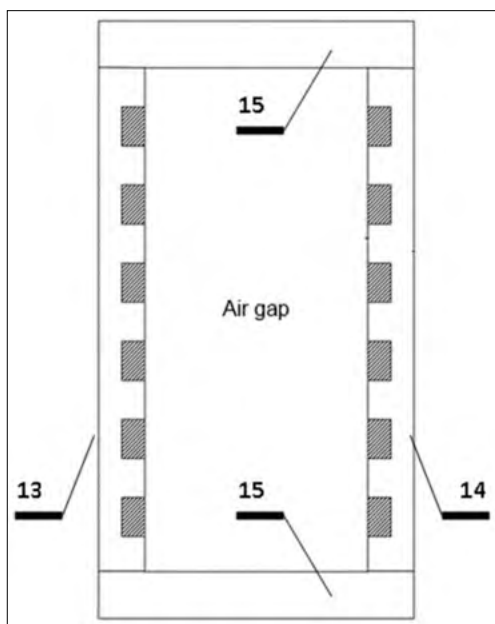
Így az „A” és a „B” oldalon függőlegesen egymással ellentétes irányban mozgó mágneses tér alakul ki.



5. ábra. A nyitott mágneses áramkörrel rendelkező „fél” induktorpárok előlnézete; az „A” („10”) és a „B” („11”) oldalon lévő póluspárok egymástól való elválasztása után alakultak ki



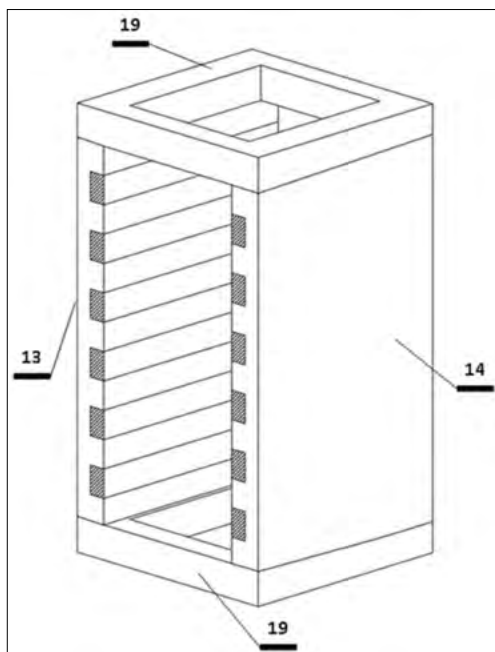
6. ábra. Az íves induktor előlnézete a tekercsfejek bemutatása nélkül. Az induktor zárt mágneses áramkörből áll, amelyet a „fél” induktorpár mágneses áramkörének ferromágneses hidak segítségével történő összekapcsolásával (a mágneses áramkör lezárásával) („12”) kaptunk



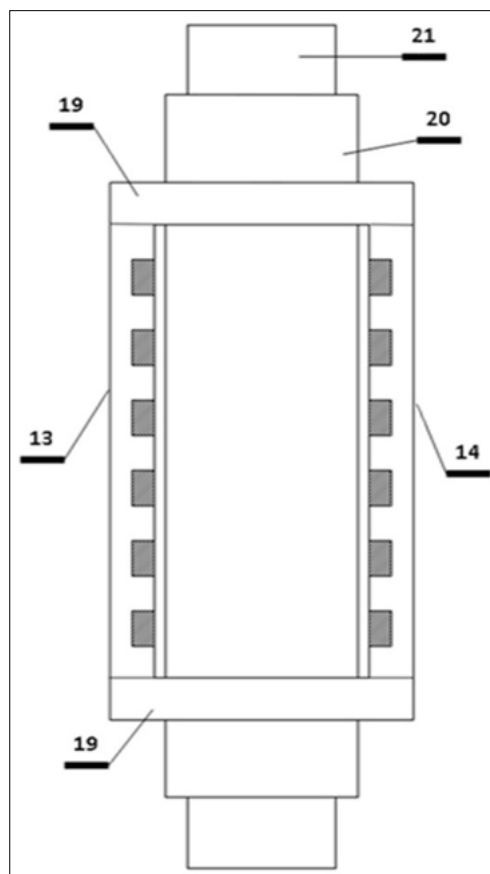
7. ábra. Előnézet a TMF ikerinduktor átalakított változatáról. 6. ábra zárt mágneses áramkörrel. Ezt az induktort úgy építettük, hogy megváltoztattuk az íves induktor szakaszokat (síkká alakítva, „13”, „14”)

5. lépés: A 7. ábrán látható „15” ferromágneses hidakon két illesztő nyílás készül (egy az alsó és egy a felső „ferromágneses hídon”), amelyek létrehozzák a 8. ábrán látható „19” elemeket, kialakítva a TMF ikerinduktor végső összeállítását.

Amint az a 9. ábrán látható, a 8. ábrán látható fűtési és hűtési köpennyel („20”) ellátott kristályosodási



8. ábra. A TMF induktor axonometrikus képe a teljesen megépített a ferromágneses hidakban kialakított bemenetekkel, amelyekbe a kristályosodási csatornát helyezik („19”) a tekercsfejek bemutatása nélkül



9. ábra. A kristályosodási csatorna („21”) fűtő- és hűtőköpennyel („20”)

csatorna („21”) becsúsztható a TMF ikerinduktor ferromágneses hidjainak nyílásaiba.

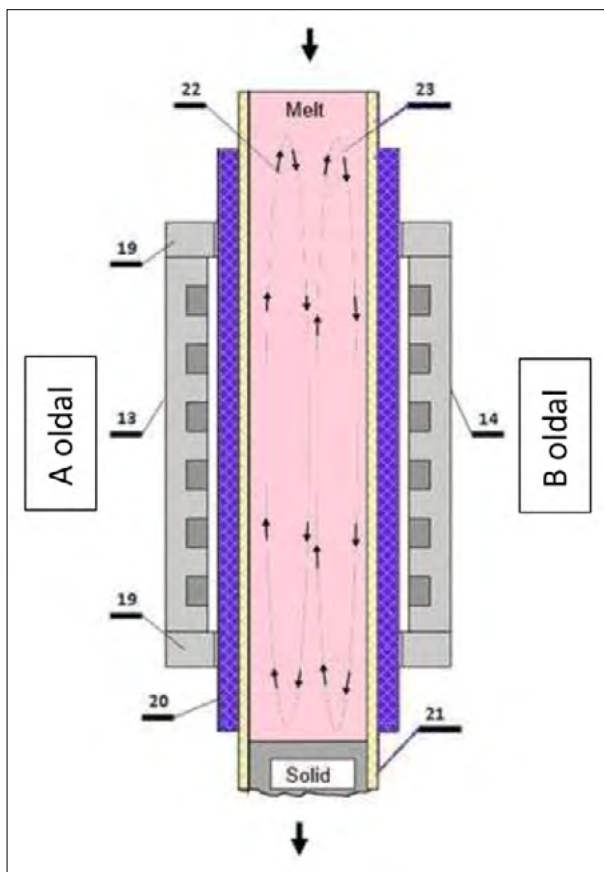
Sem a fűtő-hűtő köpeny, sem a kristályosítási csatorna nem tartalmazhat ferromágneses anyagot.

Az új típusú kristályosító berendezés három fő részből áll, az alábbiak szerint:

- TMF ikerinduktor („13”, „14”, „19”)
- Kristályosítási csatorna hőszigetelő és fűtési-hűtési köpenye („20”)
- Kristályosítási csatorna („21”)

A tekercsek célzott gerjesztésével három különböző mágneses mező hozható létre. Az „x” típus esetében a mágneses indukciós vektor („ B_x ”) merőleges az induktor falára, míg az „y” típus esetében párhuzamos az induktorok falával („ B_y ”) (11. ábra). Ezekben az esetekben a mágneses tér mindkét oldalon alulról felfelé vagy fordítva lefelé mozoghat. Az olvadék elmozdul, amint az a 2a. és 2b. ábrán látható. A különbség a két eset között az, hogy a keverő hatás erősebb „x” esetén egy adott gerjesztésnél.

A harmadik („xy”) variáció az „x” és „y” típusok kombinációjával hozható létre. A mágneses induktor vektor („ B_{xy} ”) tetszőleges szöget zár be 0 és 90 fok között az induktor falával, az induktorok gerjesztése nem azonos a két oldalon. Ennek eredményeként,

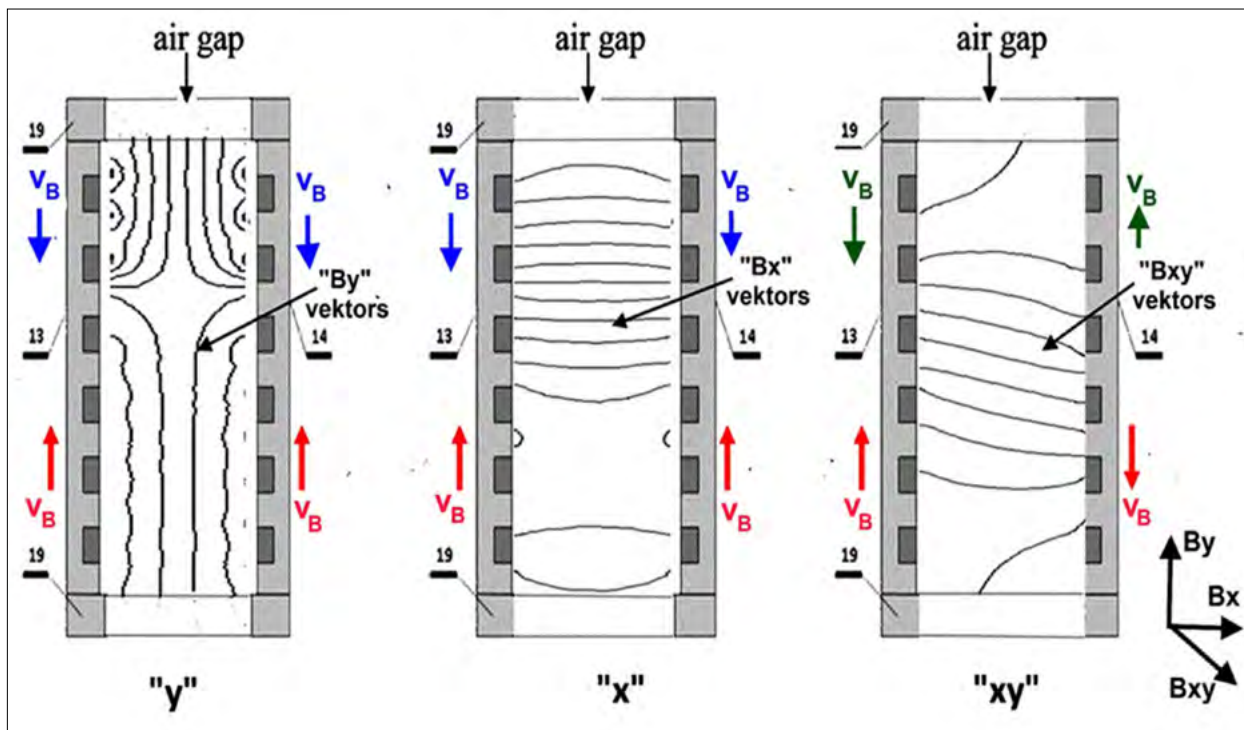


10. ábra. A TMF ikerinduktor által a kristályosodási folyamat során a keletkező olvadékáramlás képe: „22”: az induktor „A” oldalán keletkező olvadékáramlás iránya, „23”: az induktor „B” oldalán keletkező olvadékáramlás iránya

a mágneses indukciós mező ellentétesen mozog az induktor két falában. A kialakult olvadékáramlás a 3. ábrán látható. A minta közepén az olvadék az egyik oldalon felfelé, míg a másik oldalon lefelé mozog, és a legjelentősebb nyírófeszültséget fejleszt ki, amint azt korábban említettük. Az „xy” típusú keverést nem lehet előállítani a hengeres típusú induktorral.

Az új berendezés nem csak statikusan (álló olvadék esetén) hanem dinamikusan (folyamatosan befolyó olvadék esetén) is alkalmazható. Ez utóbbi esetben a kristályosítandó fémolvadék a kristályosodási csatorna felső nyílásán keresztül („21”) kerül az induktorok közé (10. ábra). Miközben az olvadék átfolyik az induktorok között, a TMF ikerinduktor által a kristályosodási csatornában generált mozgó mágneses tér hatására erősen keveredik, és a hűtőköpeny által biztosított hőelvonás hatására kristályosodik. Ezután a kristályosodási csatorna alján szilárd állapotban finom szemcsés szerkezettel távozik.

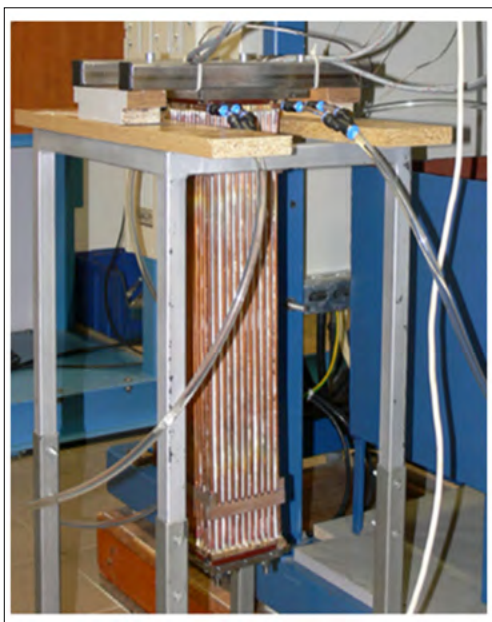
A megszilárdult szerkezetben kialakuló makrodúsulás kiküszöbölése érdekében az olvadék áramlási irányát 0,01–0,1 Hz frekvenciával változtatjuk meg a haladó mágneses tér irányának váltakozásával. A kísérleti berendezéssel előállított munkadarabok szemcsemérete (mint azt alább bemutatjuk) közel két nagyságrenddel finomabb, mint a szemcsefinomító anyag nélküli megszilárdult munkadarab szemcsemérete. Ennek alapján kijelenthető, hogy a finom szemcseméret szemcsefinomító anyag hozzáadása nélkül is előállítható.



11. ábra. A mágneses mező különböző típusai

3.2. Kristályosító berendezés haladó mágneses (TMF) keverővel

A 4. pontban bemutatott elmélet alapján laboratóriumunkban kristályosító berendezést terveztünk és építettünk egy függőleges Bridgman típusú csőkemencében, 4 fűtési zónával (12. ábra) és egy 2 pólusú TMF ikerinduktorral (13. ábra). A kemence belső (hasznos) átmérője 20 mm, hossza 200 mm. A kemence falát vízzel lehűtjük, hogy megvédjük az induktort a hőtől. A kemence maximális hőmérséklete 1000 °C, a maximális hőmérsékletgradiens ~10 K/mm. A minta mozgási sebessége 2 µm/s és 1000



12. ábra. Bridgman-típusú csőkemence 4 fűtési zónával



13. ábra. 2 pólusú TMF ikerinduktor (1) a kemencével (2) és a víztartállyal (3)

µm/s között változhat. A kemence teste alatt egy víz-hűtő kamra található, amelybe a kísérletek során a rézből készített hűtőtönkhöz merítjük.

A mozgó mágneses teret a kemencével párhuzamos, kétpólusú ikerinduktor hozza létre (13. ábra). Az ikerinduktor maximális mágneses indukciója és a maximális frekvencia 150 mT, illetve 75 Hz. A minta tengelyével párhuzamos irányban haladó mágneses tér intenzitása a kísérlet során állandó.

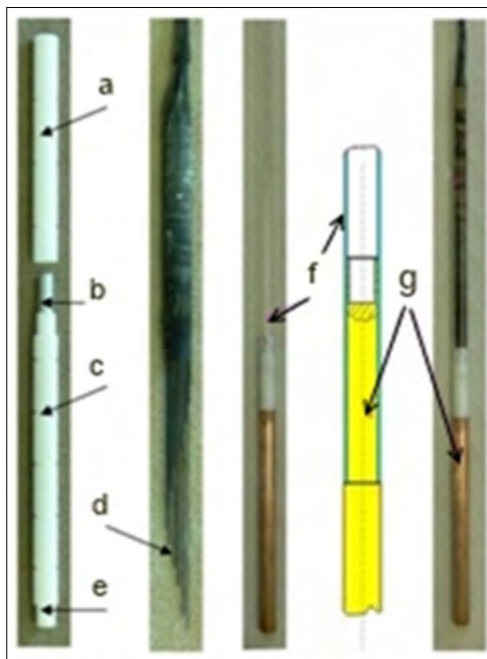
4. Kísérletek

4.1. Minta és mintatartó

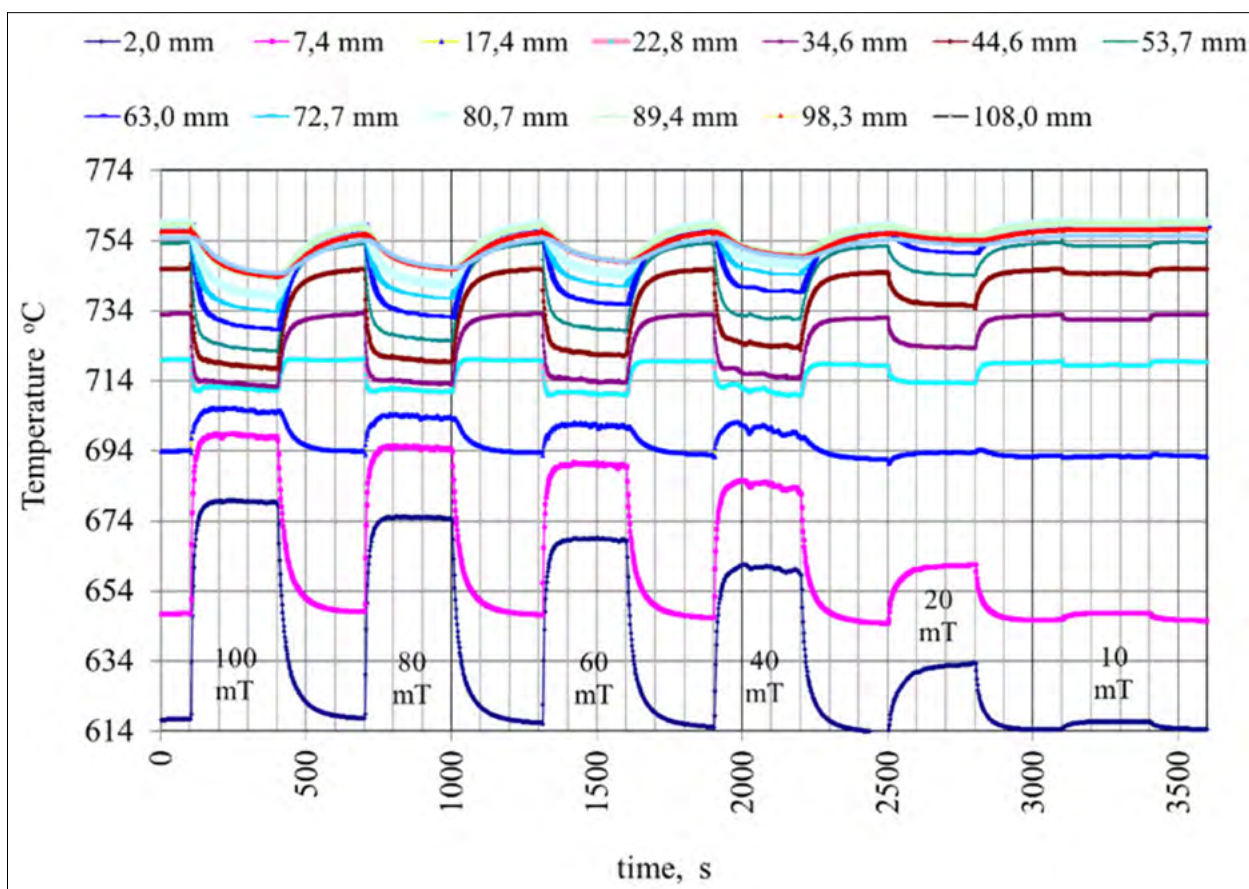
A kísérletek során két minta geometriát használtunk. A minta átmérője 8 vagy 20 mm, hossza pedig 110 vagy 60 mm volt (14. ábra). A mintatartó szerkezete a kétféle minta esetében azonos volt. A (b) mintát egy alumínium-oxid kapszulába (a, c) helyeztük. A hőmérséklet-eloszlást 13 helyen mértük K-típusú termoelemmel az alumínium-oxid kapszulák felületén (d). A termoelemekkel ellátott alumínium-oxid kapszulát kvarc csőbe (g) helyeztük. Alul a kvarccső a vízbe merülő réz hűtőtönkhöz kapcsolódott (h) a hőelvezetés növelése érdekében.

4.2. 1. kísérlet: A keverés hatása az olvadék hőmérséklet-eloszlására

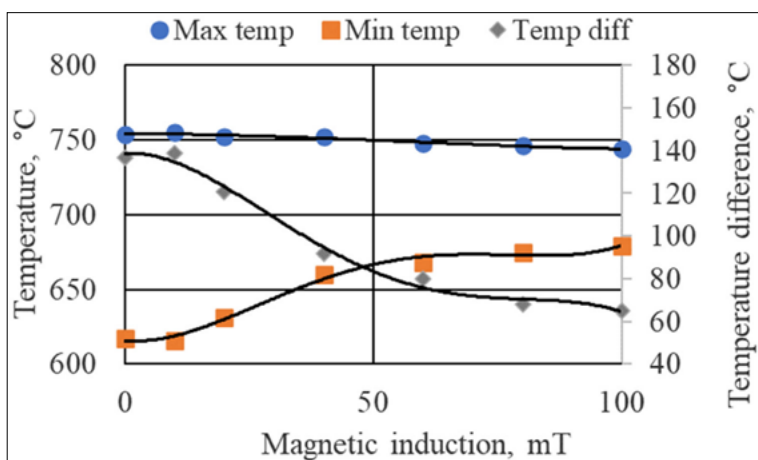
Az egyirányú kristályosodási kísérleteknél az olvadékokban hőmérséklet különbséget kell létrehozni oly módon, hogy a szilárd/olvadék (S/L) front előtt a hőmérséklet emelkedik. A mozgó mágneses tér hatására a hidegebb olvadék (amely az S/L határfelület közelében van) és a melegebb olvadék (amely távol van az



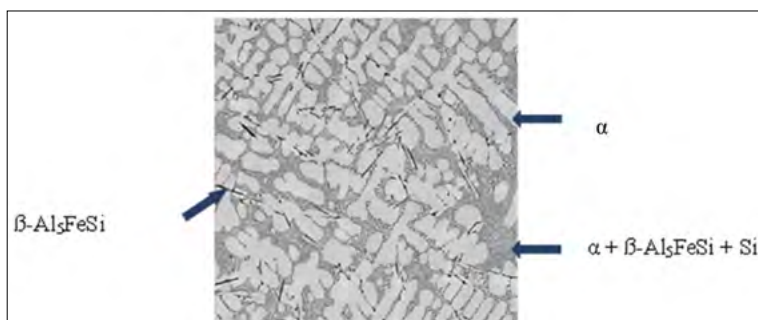
14. ábra. Minta és mintatartó



15. ábra. Az olvadék hőmérséklet-eloszlása különböző mágneses indukcióknál az idő függvényében



16. ábra. A maximális, minimális hőmérséklet és hőmérséklet-különbség a mágneses indukció függvényében



17. ábra. Al-7% Si-1% Fe ötvözet mikroszerkezete

S/L határfelülettől) keveredik, megváltoztatva a hőmérséklet-eloszlást.

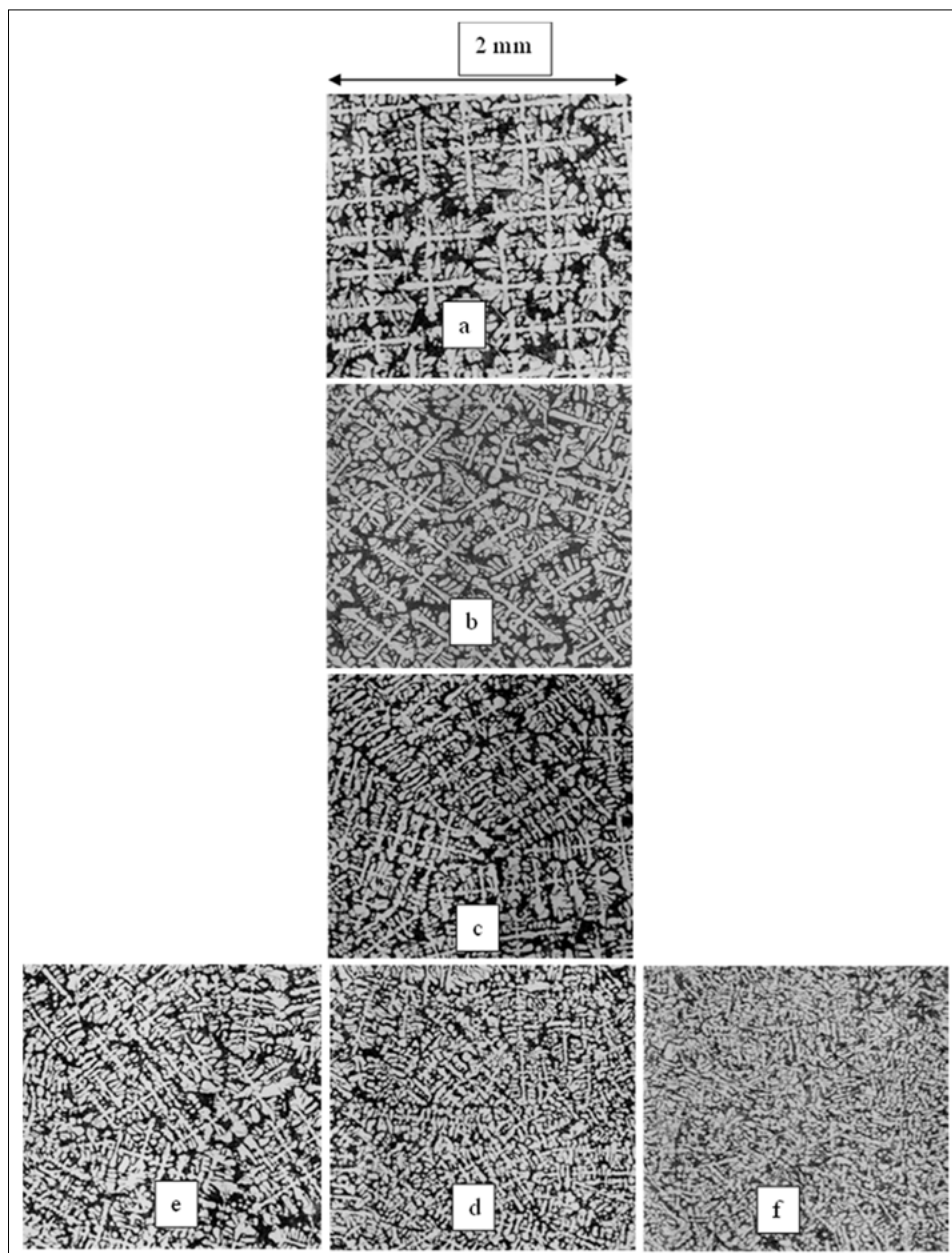
A 15. ábra a hőmérséklet-eloszlás változását mutatja a TMF „xy” típusú ikerinduktor be- és kikapcsolása után. Az Al-7%Si minta átmérője és hossza 8 mm, illetve 110 mm volt. A mintatartó szerkezete a 14. ábrán látható. A kísérlet elején a minta aljától 2 mm-re a hőmérséklet megegyezett az ötvözet likvidusz hőmérsékletével (614 °C) a tetején (108 mm-nél) pedig 750 °C volt. így gyakorlatilag az egész mintát megolvasztottuk. Az induktort 300 másodpercenként kapcsoltuk be és ki, a mágneses indukciót 100 mT-ről 20 mT-s lépésenként 20 mT-ra, majd végül 10 mT-ra csökkentve. A TMF által indukált olvadék áramlás eredményeként az olvadék hőmérséklete 2 mm és ~26 mm között emelkedett, ~26 mm és 110 mm között csökkent. A hőmérséklet növekvő és csökkenő értéke magasabb, a hőmérséklet különbség pedig a mintában kisebb a nagyobb mágneses indukciónál (16. ábra). Ez az in-

formáció felhasználható a kísérletek tervezésénél és az olvadákáramlás szimulációjában.

4.3. 2. kísérlet: A különböző típusú mágneses tér hatásának összehasonlítása a kristályosodott mikroszerkezetre

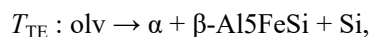
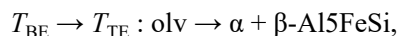
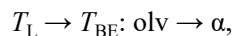
Egyirányú kristályosodási kísérleteket végeztünk három különböző típusú („x”, „y” és „xy”) típusú mozgó mágneses térrel. Az anyag Al-7%Si-1% Fe ötvözet volt. A hengeres minták méretei $\varnothing 8 \text{ mm} \times 110 \text{ mm}$, a hőmérséklet gradiens (G) 5 K/mm, a szilárd/olvadék front sebessége (v) 0.05 mm/s, a mágneses tér szinkron sebessége 29 m/s volt. Az első kísérletsorozattal a

különböző típusú mágneses mezők hatását vizsgáltuk. A mágneses indukció (B) 40 mT volt. Az „x” és „y” típusú kísérleteknél („a”, „b”, „c” minta), míg az „xy” típusú kísérleteknél („d”, „e” és „f” minta) a mágneses tér az egyik oldalon felfelé, a másik oldalon lefelé mozgott. A második kísérletsorozattal a mágneses indukció értékének hatását vizsgáltuk. Az „xy” típusú kísérletek esetében a mágneses tér 20, 40 és 80 mT volt, a kísérletek egyéb paraméterei megegyeztek az első sorozatével. A gyémánpasztával történő csiszolás és polírozás után a mintákat 2 tf% HF vizes oldatával marattuk a dendrites szerkezetet (18. ábra), majd Barker-oldattal (19. ábra) marattuk a szemcseszerkezet vizsgálatához.



18. ábra. Az Al – 7% Si – 1% Fe ötvözet egyirányú kristályosodásánál kialakult dendrites szerkezete. Maratás 2 tf% HF vizes oldattal. Hőmérsékleti gradiens (G): 5 K/mm, szilárd/olvadék front sebesség (v): 0,05 mm/s, mágneses indukció a: $B = 0 \text{ mT}$, b: $B = 40 \text{ mT}$, „x” típus, c: $B = 40 \text{ mT}$, „y” típus, d: $B = 40 \text{ mT}$, „xy” típus, e: $B = 20 \text{ mT}$, „xy” típus, f: $B = 80 \text{ mT}$, „xy” típus

A kristályosodási út a következő (17. ábra):



ahol

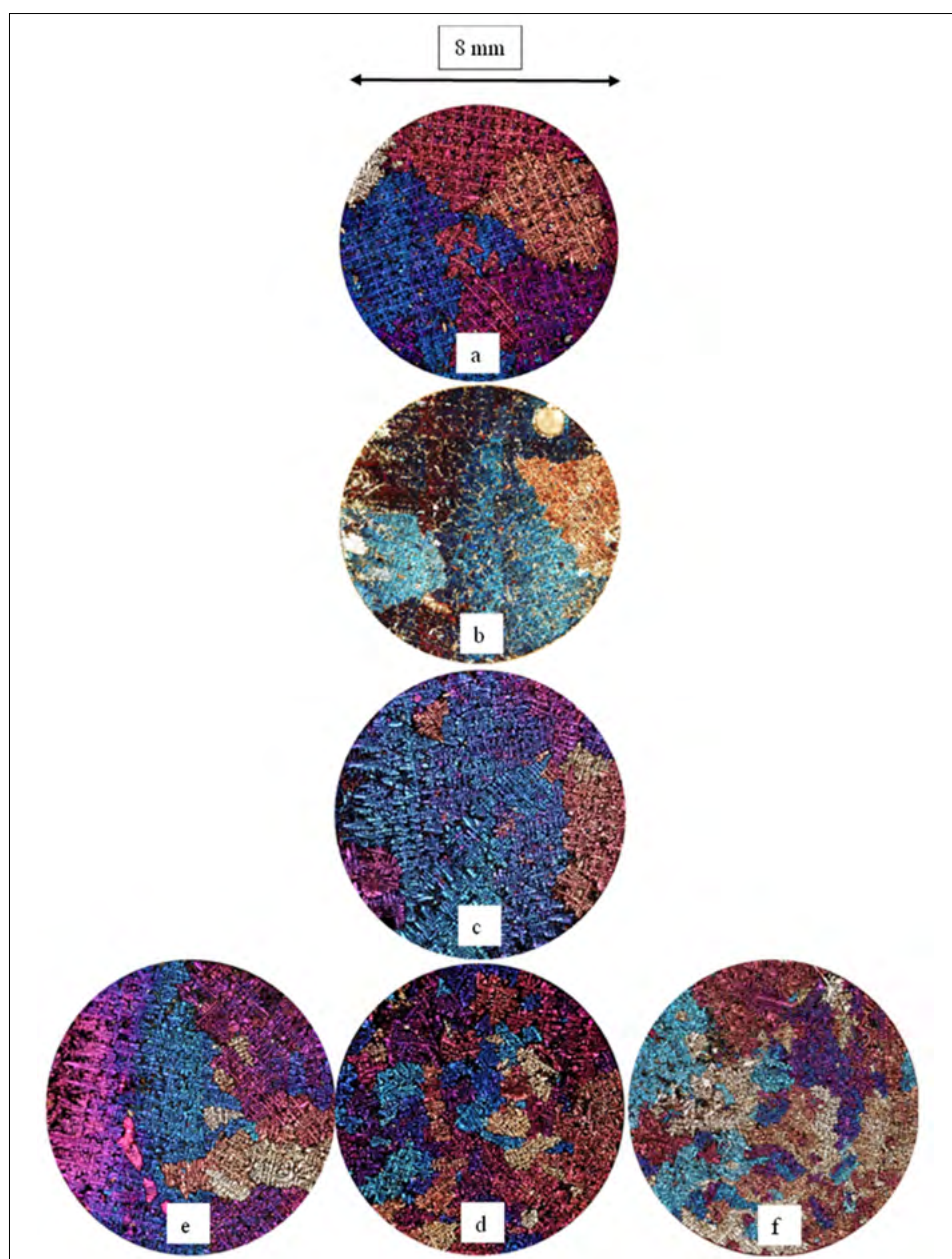
$T_L = 614^\circ\text{C}$, a likvidusz hőmérséklet,

$T_{BE} = 594^\circ\text{C}$ a binér eutektikum kristályosodásának kezdő hőmérséklete,

$T_{TE} = 574^\circ\text{C}$ a ternér eutektikus hőmérséklet.

Az ötvözet mikroszerkezete α alumínium szilárd oldatú dendritekből, binér ($\alpha + \beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$) és ternér ($\alpha + \beta\text{-Al}_5\text{FeSi} + \text{Si}$) eutektikumból áll. A binér eutektikum csak $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ vegyületből állt mert elfajult, az α fázis rákristályosodott az α dendritekre.

Az primer dendritág távolság (Primary Dendrite Arm Spacing, PDAS) mérhető volt az oszlopos szerkezetű „a”, „b”, „c” és „e” mintákban (18. ábra). A „d” és „e” minták ekviaxiális szerkezetűek. A „b” minta PDAS értéke hasonló, mint az „a” minta PDAS értéke, ami azt jelenti, hogy az „x” típusú 40 mT-s keverésnek nem volt hatása a PDAS-ra. Az „c” („y” típusú 40 mT-s keverés) minta PDAS értéke az „a”



19. ábra. Az Al – 7% Si – 1% Fe ötvözet egyirányú kristályosodásakor kialakult szemcseszerkezete. Maratás Barker oldattal. Hőmérsékleti gradiens (G): 5 K/mm, szilárd/olvadék front sebesség (v): 0,05 mm/s a: $B = 0$ mT, b: $B = 40$ mT, „x” típus, c: $B = 40$ mT, „y” típus, d: $B = 40$ mT, „xy” típus, e: $B = 20$ mT, „xy” típus, f: $B = 80$ mT, „xy” típus

1. táblázat. A 2. kísérlet paramétereit és a szemcseszerkezet

Minta	Indukció típusa	Mágneses indukció B , mT	Szemcsé-típus	Szemcseszám a keresztmetszeten	Átlagos szemcsé-terület mm^2	Átlagos szemcsé-átmérő mm	PDAS μm	Speciális felület mm^2/mm^3
a	Nem kevert	0	oszlopos	11,00	2,28	0,85	449	126
b	„x”	40	oszlopos	10,00	2,51	0,89	438	132
c	„y”	40	oszlopos	20,00	1,26	0,63	269	158
d	„xy”	40	ekvixiális	94,00	0,27	0,29	–	206
e	„xy”	20	oszlopos	24,00	1,05	0,58	366	163
f	„xy”	80	ekvixiális	140,00	0,18	0,24	–	251

minta PDAS értékének körülbelül a fele, azaz az „y” típusú keverésnek jelentős hatása volt a PDAS értékére. Az „e” minta esetében („xy” típusú, de csak 20 mT-s keverés) a PDAS értéke a „b” és a „c” minta értéke közötti, azaz a keverésnek volt hatása, de a kisebb mágneses indukció miatt a hatás kisebb. A minták dendrites szerkezetét (ami a primer és szekunder dendritágakból áll) dendritek specifikus felületének nagyságával is jól lehet jellemezni. Ezt az értéket az u.n. körmetszéses módszerrel mértünk. A specifikus felület értéke az indukció értékével nő (lásd „e”, „d” és „f” mintákat), azaz a dendrites szerkezet az indukció növekedésével egyre finomabb.

A minták szemcseszerkezete a mágneses tér típusával és a mágneses indukció értékével változik (19. ábra). A mágneses indukció a „b”, „c” és „d” minták esetében azonos, 40 mT volt. Az „a” mintában lévő szemcsék, amelyeket nem kevertek, durva oszloposak. A „b” minta szemcséi majdnem megegyeznek az „a” szemcsékkel, és a „c” is oszlopos, de kétszer finomabb, mint az „a” minta. A „d” minta szemcséi ekvixiálisak, és a szemcseszámuk körülbelül tízszer nagyobb, mint az „a” és „b” mintáké (1. táblázat).

A mágneses indukció növekedésével a szemcsék finomabbak lesznek („e”, „d” és „f” minták). Az „e” minta szemcséi oszloposak ($B = 20$ mT), szemcseszámuk olyan, mint a „c” mintájé ($B = 40$ mT). Ez azt jelenti, hogy a 20 mT-s „xy” típusú keverés hatása hasonló az 40 mT-s „y” típusú keveréshez. Az „f” minta szemcseszerkezete 14-szer finomabb, mint az „a” mintájé.

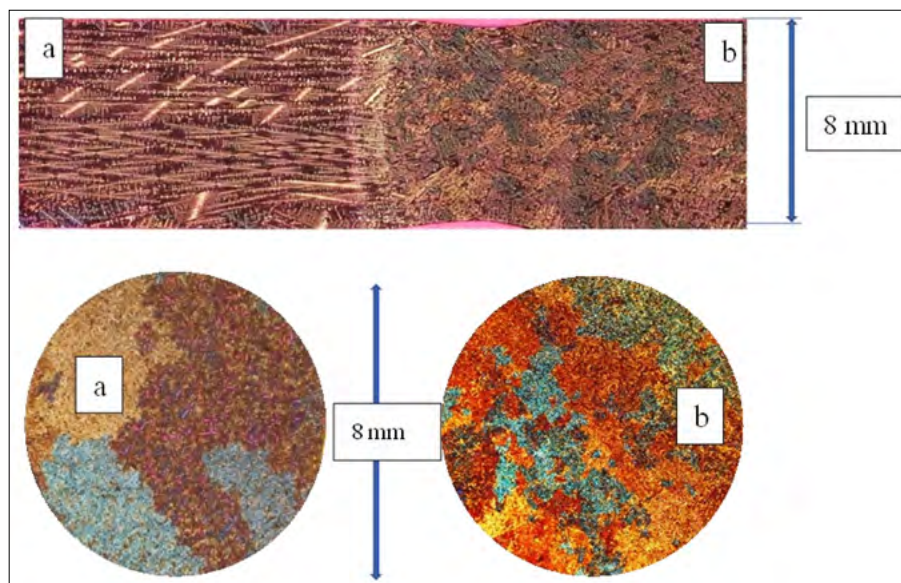
Ezek a kísérletek bizonyítják, hogy az „xy” típusú keverés a szemcsé-

finomítás és a dendrites szerkezet szempontjából is hatékonyabb, mint az „x” vagy „y” típus.

A TMF keverés nem hoz létre makrodúsulást a minta közepén. A TMF ikerinduktor mágneses tere mozgási irányának időszakos megváltoztatásával (akár másodperceként való megfordításával) kiküszöbölhető a minta szélén lévő kismértékű makrodúsulás is.

4.4. 3. kísérlet: A keverés hatása az oszlopos/ekvixiális átmenetre (Columnar Equiaxed Transition, CET)

Az Al-10%Si-0,2%Fe ötvözetet az új TMF keverő „xy” típusú keverésével kristályosítottuk (20. ábra). A hőmérséklet-gradiens, a szilárd/olvadék front sebessége és a hűtési sebesség 5 K/mm, 0,2 mm/s és 1,0 K/s volt. A minta „a” részét nem kevertük, a „b” részt 110 mT-val kevertük, a frekvencia pedig 50 Hz volt. A minta átmérője 8 mm, hossza pedig 100 mm volt. A kristályosodás után két keresztmetszetet vágunk ki a mintából a TMF bekapcsolásának előtt és után, majd a két keresztmetszet közötti részt a minta tengelyével párhuzamosan vágtuk el. A metszeteket gyémántsasz-



20. ábra. Oszlopos/egyenlőtengelyes átmenet (CET) a hosszanti és keresztmetszeten

tával csiszolták és políroztuk, majd Barker-oldattal maratták.

A kristályosodási út a következő (17. ábra):

$$T_L \rightarrow T_{BE}: \text{olv} \rightarrow \alpha,$$

$$T_{BE} \rightarrow T_{TE}: \text{olv} \rightarrow \alpha + \beta\text{-Al5FeSi},$$

$$T_{TE}: \text{olv} \rightarrow \alpha + \beta\text{-Al5FeSi} + \text{Si},$$

ahol

$T_L = 590^\circ\text{C}$, a likvidusz hőmérséklet,

$T_{BE} = 578^\circ\text{C}$ a binér eutektikum kristályosodásának kezdő hőmérséklete,

$T_{TE} = 574^\circ\text{C}$ a ternér eutektikus hőmérséklet.

A TMF bekapcsolása után a mikroszerkezet azonnal finom oszloposról (20a. ábra) finomabb ekviaxiálisra változott (20b. ábra). Az oszlopos rész szemcseszám 16, míg az ekviaxiális részé 96, a keresztmetszeteken mérve. A kevert rész nem tartalmaz makrodúsulást. Ez a kísérlet azt mutatja, hogy az új típusú TMF keverés alkalmas az oszlopos mikrostruktúra kiküszöbölésére, amely a szerszám fala közelében lévő munkadarabokban alakul ki, és nagyon finom egyenletes mikroszerkezetet hoz létre makrodúsulás nélkül.

5. Összefoglalás és következtetések

Egyes ipari öntészeti technológiák (pl. acél, réz és nikkelötvözetek stb.) esetében lehetetlen finomítani a kristályosodott szemcseszerkezetet (az oszlopszerkezetet ekviaxiálisra változtatni), mert nem ismerünk hatékony szemcséfinomító anyagot. Ebben az esetben a szemcséfinomítás az olvadék keverésével történhet. Az áramló olvadék letör néhány apró részecskét a szilárd fázisból (a növekvő dendritből), heterogén csíra képződést eredményezve. Praktikus módszer erre a haladó mágneses mező általi keverés. Jelen cikkben a TMF induktor egy új típusát mutatjuk be, amellyel a kristályosodás során a kristályosodási csatornában és a keverék zónában lévő olvadékban erős turbulens áramlás és nagy nyírófeszültség alakul ki oly módon, hogy az olvadék egyes részei egymással szemben áramlanak. E módszer alapján kristályosodási berendezést terveztünk és építettünk. Ezzel a lehetőséggel három kísérletet végeztünk a módszer alkalmazhatóságának bemutatására.

Az első kísérlet azt mutatja, hogy a mágneses tér bekapcsolásakor az olvadék hőmérséklet eloszlása megváltozik. A TMF keverés hatására a minta magasabb hőmérsékletű részének hőmérséklete csökkent, míg az alacsonyabb hőmérsékletű rész hőmérséklete emelkedett. A hőmérséklet növekvő és csökkenő értéke nagyobb, a mintában kialakuló hőmérséklet kü-

lönbség pedig kisebb a nagyobb mágneses indukciónál.

A második kísérlet bebizonyította, hogy az ún. „xy” típusú mágneses tér (amikor a mágneses indukciós mezőt az induktorok két falában ellentétesen mozgatjuk, a nagy nyírófeszültség kialakulása érdekében) a leghatékonyabb, a legfinomabb szemcsés és dendrites szerkezetet produkálja, és a mágneses indukcióval növekedésével a mikroszerkezet egyre finomabb lesz. Az olvadék TMF-fel történő keverése nem hoz létre makrodúsulást a minta közepén, szemben az RMF keveréssel.

A TMF ikerinduktor mágneses terének mozgási irányának időszakos megváltoztatásával kiküszöbölhető a minta szélén lévő kismértékű makrodúsulás. TMF ikerinduktorunkkal a mágneses tér mozgási iránya akár másodpercenként megfordítható.

A harmadik kísérletben kimutattuk, hogy a TMF bekapcsolása után a mikroszerkezet azonnal oszloposról ekviaxiálisra változik. Ez a kísérlet azt mutatja, hogy az új típusú TMF keverés alkalmas a munkadarabokban kialakuló oszlopos mikroszerkezet megszüntetésére a forma falánál, és nagyon finom egyenletes mikroszerkezetet hoz létre makrodúsulás nélkül.

Szabadalom

Hungarian patent: Rónaföldi Arnold, Roósz András: „Eljárás és berendezés kristályosodás során kialakuló szemcseszerkezet finomítására/Method and equipment for refinement of solidified grain structure”. Patent number: HU 231169.

Köszönetnyilvánítás

Jelen munkát a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Vizsgálati Hivatal (130946. sz. „Kristályosított mikroszerkezet és makrodúsulás kialakulása egyirányú kristályosodás során szabályozott áramlási körülmények között” című projektje támogatta.

Irodalom

- [1] Mansoor M, Shahid M.: On the designing, efficiency, and stirring force of an induction coil for the processing of prototype Al based nanocomposites. *Journal of Metallurgy*. 2014; 2014. <https://doi.org/10.1155/2014/637031>
- [2] Sigworth GK, Kuhn TA: Grain refinement of Aluminium casting alloys. *AFS Transactions © American Foundry Society, Schaumburg, IL USA*. 2007; 1–12. *Int. J. Metalcasting* 2007; 1: 31–50. <https://link.springer.com/article/10.1007/bf03355416#citeas>
- [3] Mark Easton, Cameron Davidson, David StJohn: Grain Morphology of As-Cast Wrought Aluminium Alloys. *Materials Transactions* 2011; 52/5: 842–847. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-MZ201118>

- [4] Kori SA, Murty BS, Chakraborty M.: Development of an efficient grain refiner for Al-7Si alloy. *Mater. Sci. Eng. A*. 2000; 280: 58–61. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00656-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00656-5)
- [5] Li HT, Xia M, Ph. Jarry, Scamans GM, Fan Z.: Grain refinement in a AlZnMgCuTi alloy by intensive melt shearing: A multi-step nucleation mechanism. *J. Cryst. Growth*. 2011; 314/1: 285–292. <https://core.ac.uk/download/pdf/337304.pdf>
- [6] Zimmermann G, Sturz L, Walterfang M, Dagner J.: Effect of melt flow on dendrites growth in Al-Si7-based alloy during directional solidification. *Int. J. Cast Metals Research*. 2009; 22: 335–338. <https://doi.org/10.1179/136404609X368154>
- [7] Zimmermann G, Vitusevych WT, Sturz L.: Microstructure formation in AlSi6Cu4 alloy with forced melt flow induced by a rotating magnetic field. *Mater. Sci. Forum*. 2010; 649: 249–254. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.649.249>
- [8] Nikrityuk PA, Eckert K, Grundmann R.: A numerical study of unidirectional solidification of a binary metal alloy under influence of a rotating magnetic field. *Int. J. Heat and Mass Transfer*. 2006; 49/7–8: 1501–1515. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.08.035>
- [9] Eckert S, Nikrityuk PA, Rábiger D, Eckert K, Gerbeth G.: Efficient melt stirring using pulse sequences of a rotating magnetic field. *Metall. Mater. Trans. B*. 2007; 38B/6: 977–988. <https://doi.org/10.1007/s11663-007-9096-4>
- [10] Veres Zs, Roósz A, Rónaföldi A, Sycheva A, Svéda M.: 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. *J. Mater. Sci. Technol*. 2021; 103: 197–208. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.06.060>
- [11] Zaïdat K, Ouled-Khachroum T, Vian G, Garnier C, Mangelinck-Noël N, Dupouya MD, Moreau R. Directional solidification of refined Al-3.5wt% Ni under natural convection and under a forced flow driven by a travelling magnetic field. *J. Cryst. Growth*. 2005; 275/1–2: e1501–e1505. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2004.11.182>
- [12] Su Yan-Qing, Xu Yan-Jin, Zhao Lei, Guo Jing-Jie, Fu Heng-Zhi: Effect of electromagnetic force on melt induced by travelling magnetic field, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 2010; 20/4: 662–667. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(09\)60195-3](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(09)60195-3)
- [13] Zou QC, Jie JC, Liu SC, Wang TM, Yin GM, Li TJ: Effect of traveling magnetic field on separation and purification of Si from Al–Si melt during solidification. *Journal of Crystal Growth* 2015; 429: 68–73. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2015.08.015>
- [14] Qin L, Shen J, Feng Z, Shang Z, Fu H: Microstructure evolution in directionally solidified Fe–Ni alloys under traveling magnetic field. *Materials Letters* 2014 Jan 15; 115: 155–158. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2013.10.082>
- [15] Min Z, Shen J, Feng Z, Wang L, Wang L, Fu H: Effects of melt flow on the primary dendrite spacing of Pb–Sn binary alloy during directional solidification. *Journal of Crystal Growth* 2011 Apr 1; 320/1: 41–45. <http://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2011.01.013>
- [16] Qin L, Li Q, Liu W: Modeling and experiments on electromagnetic separation of inclusions from Aluminum melt under combined magnetic field. *Rare Metal Materials and Engineering* 2014 Aug 1; 43(8): 1793–1797. [https://doi.org/10.1016/S1875-5372\(14\)60133-8](https://doi.org/10.1016/S1875-5372(14)60133-8)
- [17] He Y, Li Q, Liu W: Effect of combined magnetic field on the eliminating inclusions from liquid aluminum alloy. *Materials Letters* 2011 Apr 30; 65(8): 1226–1228. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.01.061>
- [18] Rónaföldi A, Roósz A: Method and equipment for refinement of solidified grain structure. Patent number: HU231169. 19 May 1970.



Article

New Equipment and Method for Refining the Solidified Grain Structure

Arnold Rónaföldi ^{1,2}, Zsolt Veres ^{1,2}, Mária Svéda ^{1,2}  and András Roósz ^{1,2,*}

¹ Institute of Physical Metallurgy, Metal Forming and Nanotechnology, University of Miskolc, H-3515 Miskolc, Hungary; rarnold@digikabel.hu (A.R.); femvezso@uni-miskolc.hu (Z.V.); femmaria@uni-miskolc.hu (M.S.)

² MTA-ME Materials Science Research Group, ELKH, H-3515 Miskolc, Hungary

* Correspondence: femroosz@uni-miskolc.hu