

LIVARSKI VESTNIK

66/2019

3



DRUŠTVO LIVARJEV SLOVENIJE
SLOVENIAN FOUNDRYMEN SOCIETY



MESEČNI NAJEM E-ECO peskalnih turbin

Novo v Sloveniji!

**AKCIJA
RENT**



Turbine E-ECO montiramo na stroje vseh proizvajalcev!

- Zmanjšajte stroške in zaloge rezervnih delov
- 6-10 x daljša obrabna doba, 5-7% manjša poraba energije
- Povečajte učinkovitost strojev, 20-30% večja produktivnost
- Univerzalnost rezervnih delov, povečan faktor obratovanja
- Minimalni hrup - ni vibracij
- Zagotovljen servis v 24 urah
- Akcija velja za najeme E-ECO turbin realizirane v Sloveniji v letu 2020

Siapro d.o.o.

Postaja 9

5216 Most na Soči

info@siapro.si

www.siapro.eu

LIVARSKI VESTNIK

Izdajatelj / Publisher:

Društvo livarjev Slovenije
Lepi pot 6, P.P. 424, SI-1001 Ljubljana
Tel.: + 386 1 252 24 88
Fax: + 386 1 426 99 34
E-mail: drustvo.livarjev@siol.net
Spletna stran: www.drustvo-livarjev.si

Glavni in odgovorni urednik /

Chief and responsible editor:

prof. dr. Alojz Križman
E-mail: probatus@triera.net

Tehnično urejanje / Technical editing:

mag. Mirjam Jan-Blažič

Uredniški odbor / Editorial board:

prof. dr. Alojz Križman, Univerza v Mariboru
prof. dr. Primož Mrvar, Univerza v Ljubljani
prof. dr. Jožef Medved, Univerza v Ljubljani
doc. dr. Gorazd Lojen, Univerza v Mariboru
prof. dr. Andreas Bührig-Polaczek, Giesserei Institut RWTH Aachen
prof. dr. Peter Schumacher, Montanuniversität Leoben
prof. dr. Reinhard Döpp, TU Clausthal
prof. dr. Jerzy Józef Sobczak, Foundry Research Institute, Krakow
prof. dr. Jaromir Roučka, Institut Brno
prof. dr. Branko Bauer, Univerza v Zagrebu
dr. Milan Lampič, Fritz Winter, Stadtallendorf

Prevod v angleški jezik /

Translation into English:

Marvelingua, Aljaž Seničar s.p.

Lektorji / Lectors:

Angleški jezik / English:
Yvonne Rosteck, Düsseldorf
Slovenski jezik / Slovene: prof. Janina Šifrer

Tisk / Print:

Fleks d.o.o.

Naklada / Circulation:

4 številke na leto / issues per year
800 izvodov / copies

Letna naročnina: 35 EUR z DDV

Year subscription: 35 EUR (included PP)

Dano v tisk: september 2019



SIAPRO d.o.o.
Postaja 9
5216 Most na Soči

Direktor: Franc JEZERŠEK

T: +386 5 3841 632
F: +386 5 3841 630
E: info@siapro.si

VSEBINA / CONTENTS

Stran / Page:

- J. Friess, U. Sonntag, I. Steller, A. Bührig-Polaczek:** Razvoj enotnega analitskega postopka za sistemsko neodvisno oceno morfologije in okroglosti grafitu v nodularni litini / Development of a uniform analytic procedure for the system-independent evaluation of graphite morphology and nodularity of ductile cast iron **162**
- Z. Zovko Brodarac, D. Stanić, F. Kozina:** Vpliv Cu na razvoj mikrostrukture zlitine AISi7MgCu / Influence of Cu on the microstructure development of AISi7MgCu alloy **177**
- J. Medved, S. Kores, T. Balaško, M. Vončina:** Vpliv manjšega dodatka legirnih elementov na aluminijeve livarske zlitine / Influence of Minor Alloying Element Addition on Aluminium Casting Alloys **191**
- D. Arnšek, F. Zupanič, B. Podgoršek, T. Bončina:** Opredelitev mikrostrukturnih sestavin v naprednem aluminijevem bronu / Determination of Microstructural Constituents in an Advanced Aluminium Bronze **203**

AKTUALNO / CURRENT

- Koledar livarskih prireditev 2019 in 2020 **211**
- Oddelek za materiale in metalurgijo Naravoslovnotehniške fakultete, Univerze v Ljubljani na sejmu GIFA, METEC, THERM PROCESS in NEWCAST 2019 **212**
- WFO-Technical Forum in 59. IFC Portorož 2019 **215**

Izdajanje Livarskega vestnika sofinancira Javna agencija za raziskovalno dejavnost Republike Slovenije
Publishing supported by Slovenian Research Agency
Livarski vestnik je vpisan v razvid medijev Ministrstva za kulturo pod zaporedno številko 588

J. Friess¹, U. Sonntag², I. Steller³, A. Bührig-Polaczek¹

¹Livarski inštitut univerze RWTH Aachen, Aachen, Nemčija / Foundry Institute of RWTH Aachen University, Aachen, Germany

²GFal – Združenje za napredek na področju računalništva, Berlin, Nemčija / GFal – Society for the Advancement of Applied Computer Science, Berlin, Germany

³BDG – Nemško združenje livarjev, Düsseldorf, Nemčija / BDG – German Foundry Association, Duesseldorf, Germany

Razvoj enotnega analitskega postopka za sistemsko neodvisno oceno morfologije in okroglosti grafitu v nodularni litini

Development of a uniform analytic procedure for the system-independent evaluation of graphite morphology and nodularity of ductile cast iron

Izvilleček

Kvantitativna določitev morfologij grafitu v sivih litinah s kroglastim grafitom igra pomembno vlogo v kontroli kakovosti in razvoju materialov. Nasproti že uveljavljene metode subjektivne primerjave na podlagi vizualne analize predstavlja analiza digitalnih posnetkov obetavno orodje, ki omogoča izvedbo objektivnih in ponovljivih analitičnih metod. V povezavi s slednjo danes še vedno nimamo standardiziranega postopka, zaradi česar prihaja do razlik v klasifikacij oblik grafitu kot tudi okroglosti v praksi.

V tej raziskavi smo preiskali različne parametre in dejavnike med celotnim metalografskim postopkom, vključno s pripravo vzorcev, zajemanjem posnetkov, obdelavo posnetkov, meritvami, klasifikacijo in določitvijo okroglosti, da bi bolje razumeli vzroke za različne rezultate analiz digitalnih posnetkov ter tako razvili enoten analitski postopek za sistemsko neodvisno oceno morfologije grafitu.

Prikazali smo, da nastavitve kamere ob različnih umeritvah in osvetlitvah v največji meri vplivajo na podatke, ki izhajajo iz zajetega posnetka, in njihovo natančnost, ki so ključni razlogi za različne klasifikacije. Na izmerjeno obliko grafitnih delcev prav tako vplivajo različna izvedba algoritmov za izračun mejnih vrednosti zaradi binarizacije posnetkov z namenom razločevanja grafitu od železne osnove. Najnovejši standardi v povezavi z okroglostjo so opredeljeni samo za okroglost nad vrednostjo 0,6, čeprav je potrebna celovita klasifikacija oblik grafitu na podlagi kombinacije različnih oblikovnih parametrov, npr. poleg okroglosti tudi sferičnost in trdnost.

Ključne besede: nodularna litina, analiza posnetkov, okroglost, morfologija grafitu, klasifikacija grafitu

Abstract

The quantitative determination of graphite morphologies in spheroidal cast iron plays a major role for quality control and material development. Next to the well-established but subjective comparison method by visual analysis, the digital image analysis is a promising tool to enable an objective and reproducible analyzing method. To date the latter still lacks

of a standardized procedure thus causing variations in graphite shape classification as well as nodularity in practice.

In this study various parameters and factors during the entire metallographic procedure were investigated including the steps sample preparation, image acquisition, image processing, measurement, classification and nodularity determination in order to understand the different causes for varying digital image analysis results and thus to develop a uniform analytic procedure for a system-independent evaluation of graphite morphology.

It was demonstrated that camera settings with different calibrations and lighting configurations determine majorly the recorded image data and its accuracy and thus are substantial reasons for variant classification results. Furthermore, differently implemented threshold algorithms for binarizing the image to distinguish graphite from the surrounding iron matrix influence the measured shape of graphite particles. Additionally, in recent standards for nodularity nodules are only defined by roundness above 0.6, whereas a complete classification of graphite shapes uses the combination of different shape parameters like sphericity and solidity next to roundness.

Keywords: ductile iron, image analysis, nodularity, graphite morphology, graphite classification

1 Uvod

Številne komponente za stroje, industrijske konstrukcije in vozila so izdelani iz nodularne litine, npr. kontrolne roke, ležajne ponvice, deli za kovnice in stiskalnice, pa tudi za rotorska pesta za vetrne turbine. Zato so mehanske lastnosti močno odvisne od oblike grafitnih delcev, zaradi česar je analiza grafita pomemben korak pri zagotavljanju kakovosti. Poleg trenutnih standardov se med proizvajalcem ulitkov in stranko določijo tudi specifikacije, ki povzemajo obliko grafita razreda V in VI kot nodule in določajo območje frakcije nodulov (»okroglost«) nad 80 %, kar je merilo sprejemljivosti za mikrostrukturo [1, 2].

Danes poznamo različne algoritme za klasifikacijo in formule za določanje okroglosti, ki se uporabljajo pri različnih postopkih glede priprave, pridobivanja posnetkov, obdelave posnetkov in meritev variacij med analizami digitalnih posnetkov grafita. Za zagotovitev ponovljive analize posnetka grafita pri litem železu smo te vidike ocenili v okviru te študije z namenom

1 Introduction

Many components for machine, plant and vehicle constructions are made of ductile iron, e.g. control arms, pivot bearings, parts for forging and pressing plants as well as rotor hubs for wind turbines. Thereby, the mechanical properties largely depend on the shape of the graphite precipitates, which makes the graphite analysis an important task in quality assurance. In addition to the current standards, specifications are being made between the cast manufacturer and customer, who summarizes the graphite form classes V and VI as nodules and determines the area fraction of nodules ("nodularity") above 80 % as an acceptance criterion for the microstructure [1, 2]. To date various classification algorithms and nodularity, formulas are present and lead with different procedures concerning preparation, image acquisition, image processing and measurement to variations during digital image analysis of graphite. In order to guarantee a reproducible image analysis of graphite in cast iron, these

razvoja enotnega pristopa k vrednotenju lastnosti grafitu v nodularni litini.

2 Stanje tehnike

Čeprav subjektivna ocena vizualne analize grafitu pri litem železu vodi do številnih variacij [3, 4], velja digitalna analiza posnetkov za obetavno orodje za objektivno analizo grafitu. Predhodne študije so pokazale, da digitalna analiza posnetkov še ne more izpolniti teh pričakovanj [4, 5] pri kompleksnih fazah, kot je grafit v litem železu. Preglednica 1 vsebuje povzetek trenutnih standardov glede digitalne analize posnetkov litega železa, ki je osnovana na uveljavljeni vizualni analizi. Pri teh standardih so določeni tudi postopki glede

aspects were evaluated within this study with the aim to develop a uniform approach on how to quantify graphite characteristics of ductile iron.

2 State of the Art

Though the subjective estimation of the visual analysis of graphite in cast iron causes major variations [3, 4], digital image analysis is considered as a promising tool for objective graphite analysis. Previous studies have shown that digital image analysis cannot yet fulfil these expectations [4, 5] for complex phases like graphite in cast iron. Table 1 provides a summary to the current standards concerning digital image analysis of cast iron which are based

Preglednica 1. Primerjava trenutnih standardov za analizo grafitu in njihove (priporočljive) vrednosti [7–11]

Table 1. Comparison of current standards for graphite analysis and their (recommended) values [7-11]

	ISO 945-1	ASTM E247	945-2	ISO/WD 945-4	ASTM E2567
Vrsta / Type	Standard / Standard	Standard / Standard	Tehnično poročilo / Technical report	Delovni osnutek za standard / Working draft for standard	Standard / Standard
Vrsta analize / Analysis Type	Vizualna / Visual		Digitalna / Digital		
Cilj / Aim	Klasifikacija grafitu / Graphite classification		Klasifikacija grafitu / Graphite classification	Okroglost / Nodularity	
Povečava / Magnification	100-kratna / 100x		100-kratna / 100x		
Ločljivost / Resolution	–	–	≈/< 1 μm/px	–	–
Območje vzorca / Area of Specimen	–	–	–	–	10 × 10 mm ²
Najm. število delcev / Min. number of particles	–	–	400–1.000	–	500
Najm. število delcev na polje / Min number of particles per field	–	–	20	–	–
Najm. MaxFeret / Min. MaxFeret	–	–	5 μm (Območje / Area: 25 μm ²)	10 μm	10 μm
Faktor oblike / Shape factor	–	–	Zaobljenost / Roundness	Zaobljenost	Zaobljenost ali okroglina / Roundness or circularity
Mejna vrednost za krogle/ Threshold value for nodules	–	–	–	0,6	0,6

pridobivanja posnetkov in obdelave, vendar pa prihaja brez zadostnih navodil in vplivnih dejavnikov na različne parametre do variacij pri digitalni analizi posnetkov litega železa [6].

3 Zasnova poskusa

3.1 Osnovna rutina

Da bi pokrili želene in degenerirane oblike grafita v nodularni litini, smo pri raziskavi uporabili industrijske metalografske primerke in vzorce predhodnih raziskovalnih projektov, ki so se izvajali na Livarskem inštitutu univerze RWTH Aachen. Osnovni postopek se je začel z vdelavo vzorcev, temu je sledilo brušenje z brusnim papirjem iz silicijevega karbida različnih granulacij (180, 320, 500 in 1.000), nato pa še poliranje (velikosti 9, 3 in 0,25 μm). Posnetki so bili pridobljeni z digitalnim svetlobnim mikroskopom AxioScope.A1 proizvajalca Zeiss. Posnetki so bili posneti po naključnem vrstnem redu na sredini vzorca s 100-kratno povečavo s faktorjem umerjanja 0,53 $\mu\text{m}/\text{px}$, digitalna analiza grafitnih delcev pa je bila po končanem postopku binarizacije opravljena s komercialno dostopno programsko opremo Zeiss AxioVision različica 4.8. Lastnosti grafitnih delcev, kot so območje, obseg, FeretMax, konveksna ogrinjača so bili izmerjeni, nato pa so bili izračunani parametri oblike, kot so zaobljenost, kompaktnost, razmerje pri premeru po Feretu, trdnost in sferičnost.

3.2 Spremenljivke

Različne parametre in faktorje v celotnem metalografskem postopku smo individualno spreminjali in jih preiskovali. Mednje spadajo koraki priprave vzorca,

on the well-established visual analysis. In these standards procedures concerning image acquisition and processing are given too, however without providing sufficient instructions and their influencing factors on varying parameters, thus causing variations in digital image analysis of cast iron [6].

3 Experimental Design

3.1 Basic Routine

In order to cover desired and degenerated graphite shapes in ductile iron, industrial metallographic samples and specimens of former research projects at the Foundry Institute of RWTH Aachen University were used for investigation. The basic procedure started with embedding the specimens, followed by grinding with SiC sandpaper with different grits (180, 320, 500 and 1000) and polishing (size 9, 3 and 0.25 μm). Image acquisition was performed with digital light microscope AxioScope.A1 of Zeiss. Images were taken randomly in the middle of the sample at 100x magnification with a calibration factor of 0.53 $\mu\text{m}/\text{px}$ and digital graphite particle analysis was performed with the commercial software Zeiss AxioVision Version 4.8 after binarization. Graphite particle characteristics such as area, perimeter, FeretMax, convex envelope were being measured and shape parameter such as roundness, compactness, feret ratio, solidity, sphericity were then calculated.

3.2 Variations

Various parameters and factors during the entire metallographic procedure were individually varied and investigated. These include the steps sample preparation,

pridobivanje posnetka (npr. osvetlitev, ločljivost aparata), obdelava posnetkov (npr. binarizacija posnetkov in posameznih delcev), klasifikacija in določitev okroglosti, ki so opisani in analizirani v naslednjem poglavju.

4 Postopki in rezultati

4.1 Priprava vzorcev

Za osnovo analize mikrostrukture je treba odkriti »pravo mikrostrukturo« [12], kar lahko dosežemo s pravilno potjo priprave vzorcev. Zaradi raznolikosti in kompleksnosti mikrostruktur litega železa skupaj s faktorjem industrijskega časa in stroškov kakovost površine pripravljenega vzorca morda ni optimalna. Seznam možnih artefaktov zajema praske od predhodnih korakov brušenja ali poliranja, vodne madeže (zlasti na vključkih), prekomerno ali nezadostno poliran »zamazan« grafit, madeže rje, pa tudi ostanke jedkanja. V zvezi z vprašanjem, kako različni postopki priprave vplivajo na analizo grafita, smo pripravili različna stanja površine. V zvezi z digitalno analizo posnetka je mogoče tudi s samodejnim algoritmom oceniti samo strukture, ki omogočajo dobro vizualno identifikacijo. Tako stanja površin zajemajo tudi razlike med »dobrim« in »sprejemljivim« stanjem priprave, zavrnil pa smo vzorce, pri katerih končno obdelana površina ni bila uporabna.

Na Sliki 1 so prikazani rezultati treh različnih vrst priprav, posnetih z istimi nastavitvami fotoaparata, skupaj z ustreznim binariziranim posnetkom.

Manjši artefakti priprave, kot so prikazani na Sliki 1 a), niso identificirani ali pa so po binarizaciji opredeljeni zgolj kot majhni delci (< 10 px). Zato po uvedbi najmanjše velikosti (navadno 5 ali 10 μm) ne

image acquisition (e.g. exposure, camera resolution), image processing (e.g. binarization of images and single particles), classification and nodularity determination, which are described and analyzed in the following section.

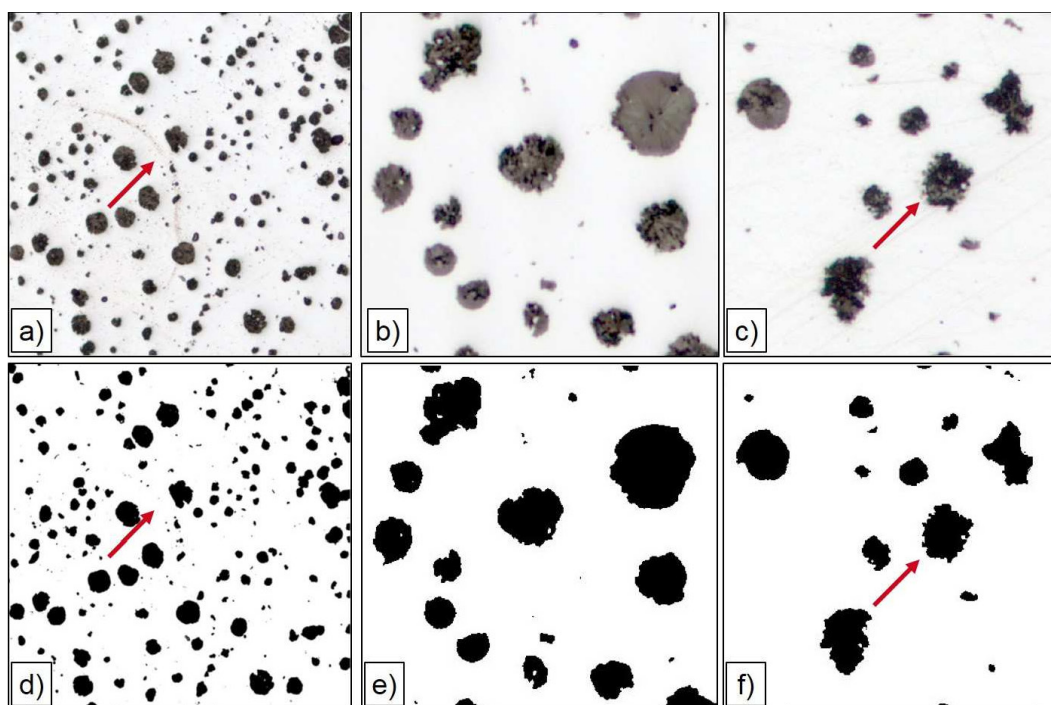
4 Procedure and Results

4.1 Sample Preparation

As a basis for microstructure analysis the revealing of the "true microstructure" is necessary [12], which is accomplished by a suitable sample preparation route. Due to the variety and complexity of cast iron microstructures combined with the industrial time and cost factor, the surface quality of a prepared sample might not be optimal. The list of possible artefacts includes scratches from previous grinding or polishing steps, water stains (especially on inclusions), poorly or overly polished "smudged" graphite, rust stains as well as etching residues. Concerning the question on how varying preparations affect graphite analysis, different surface states were prepared. Concerning digital image analysis only the structures which are visually well identifiable can be evaluated by an automatic algorithm as well. So the surface states thus included variation between "good" and "acceptable" preparation state neglecting samples with an unusable surface finish.

Figure 1 shows three different preparation results, acquisitioned with the same camera setting and the corresponding binarized image.

Smaller preparation artefacts like shown in Figure 1 a) are not identified or only as small particles (< 10 px) after binarization. Thus, they do not interfere with the following measurements after a size threshold



Slika 1. Metalografski posnetki (100-kratna povečava, povečano območje zanimanja) po a) sprejemljivi pripravi z nekaj madeži in praskami, b) dobri pripravi, c) slabi pripravi z zamazanim grafitom in d), e), f) ustrezni binarizirani posnetki z a), b), c).

Figure 1. Metallographic images (100x, region of interest enlarged) after a) acceptable preparation with some stains and scratches, b) good preparation, c) poor preparation with smudged graphite and d), e), f) corresponding binarized images to a), b), c)

posegajo v naslednje meritve. Pri primerjavi s prekomerno poliranim vzorcem (Slika 1 c)) z optimalnim stanjem površine (Slika 1 b)) binariziran posnetek razkriva bolj nazobčan obris zamazanih grafitnih delcev, zaradi česar se bodo izmerjeni objektni parametri teh delcev razlikovali. Zaradi različno analiziranih pik na vzorcu merljivega učinka nezadostne priprave ni bilo mogoče določiti. Kljub temu pa je mogoče trditi, da je binarizirani posnetek uporabno orodje za metalografskega analizatorja, ki se odloči, ali je priprava vzorca zadostno kakovostna za analizo posnetka ali ne.

(usually 5 or 10 μm) is used. Comparing an overly polished sample (Figure 1 c)) with an optimal surface state (Figure 1 b)), the binarized image reveals a more jagged contour of the smudged graphite particles, which will variate the measured object parameters of such particles. Due to different analyzed spots on the sample a quantifiable effect of an insufficient preparation could not be determined. Nevertheless, it can be stated that the binarized image is a helpful tool for the metallographic analyzer to decide whether a sample preparation is good enough for image analysis or not.

4.2 Pridobivanje posnetkov

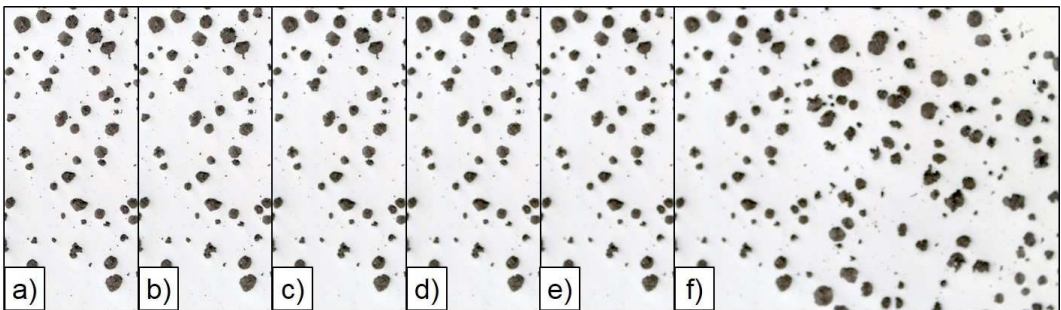
4.2.1 Ostrina posnetka

Komplet posnetkov z vse večjo zamegljenostjo (Slika 2) je bil posnet in analiziran na podlagi različnih predmetnih in objektnih parametrov (Slika 3). Vsebnost grafitu se pri vse bolj zamegljenih posnetkih nekoliko manjša, število zaznanih območij in identificiranih delcev z vrednostjo najm. 10 μm pa se bistveno zniža. Poleg tega so delci zamegljeni in tako delujejo bolj okrogli, kar privede do rahlega povečanja vseh objektnih parametrov, kot sta zaobljenost in kompaktnost.

4.2 Image Acquisition

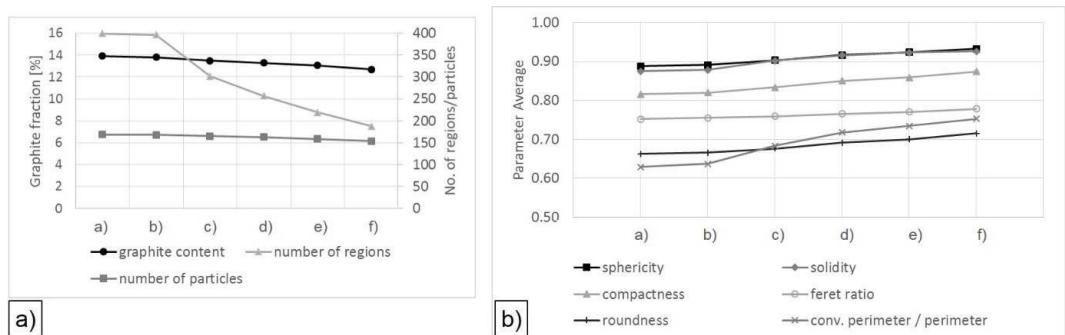
4.2.1 Image Sharpness

A set of images with increasing blurriness was taken (Figure 2) and analyzed concerning different field and object parameters (Figure 3). With an increasing blurriness the graphite content decreases slightly whereas the number of detected regions and identified particles with a minimum size of 10 μm decreases significantly. Furthermore, the particles are blurred and thus appear more rounded, which leads to a slight increase of all object parameters such as roundness and compactness.



Slika 2. Mikroskopski posnetek z vse večjo zamegljenostjo od a) do f)

Figure 2. Microscopic image with increasing blurriness from a) to f)



Slika 3. a) Predmetni parametri in b) parametri oblik glede na zamegljenost (Slika 2)

Figure 3. a) Field parameters and b) shape parameters in dependence of blurriness (Figure 2)

4.2.2 Jakost svetlobe in čas osvetlitve

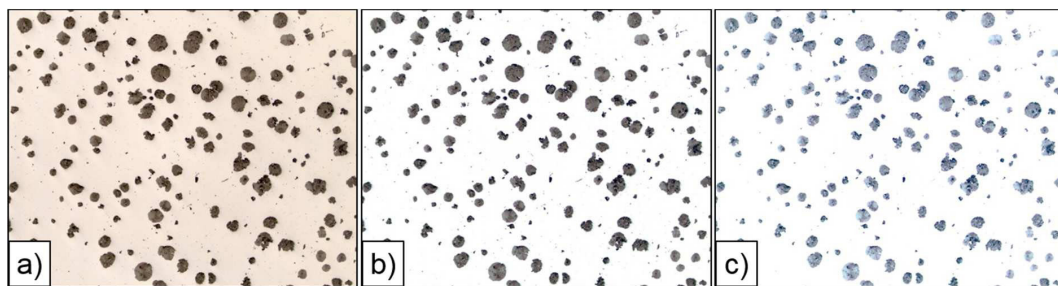
Sicer se zdi, da je pri Sliki 4 a) prisoten majhen kontrast, še vedno pa zadostno predstavlja matriko in grafit, medtem ko je Slika 4 b) že nekoliko bolj osvetljena, Slika 4 c) pa je prekomerno osvetljena, zaradi tega prihaja do nezadostne ocene vsebnosti grafita (Slika 5). To pa vodi do nezadostne ocene parametrov lastnosti in oblike (Slika 5).

Za nadzor različnih nastavitev svetlobe vzorca in okolice je ravnovesje beline uporabno orodje za zagotavljanje stalne

4.2.2 Light Intensity and Exposure Time

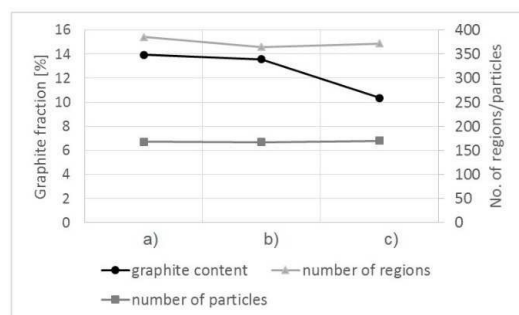
Whereas Figure 4 a) might seem to be low in contrast, it still does represent the matrix and graphite sufficiently whereas Figure 4 b) is already slightly and Figure 4 c) is overexposed thus leading to an underestimation of the graphite content (Figure 5). This also leads to an underestimation of the characteristic and shape parameters (Figure 5).

In order to control different lighting settings of the sample and the surrounding, the white balance is a helpful tool to ensure

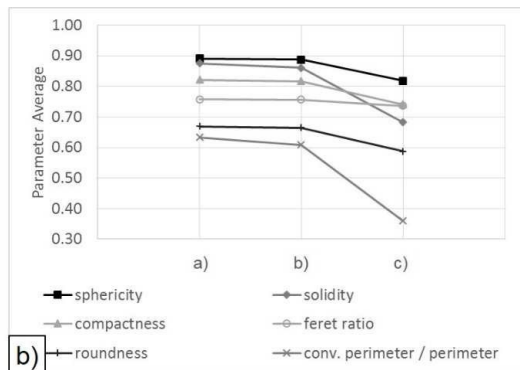


Slika 4. Metallografski posnetki z različnimi jakostmi svetlobe, pri čemer predstavlja a) dober kontrast in osvetlitev, primera b) in c) pa sta prekomerno izpostavljena

Figure 4. Metallographic images with different light intensities where a) represents a good contrast and lighting whereas b) and c) are overexposed



a)



b)

Slika 5. a) Predmetni parametri in b) parametri oblik glede na nastavitve svetlobe (Slika 4)

Figure 5. a) Field parameters and b) shape parameters in dependence of lighting settings (Figure 4)

osvetlitve. Vendar pa v primeru prekomerne ali nezadostne izpostavljenosti svetlobe ravnovesje beline ne bo izpolnilo svojega namena za prilagajanje jakosti.

4.2.3 Histogram posnetka

Nastavitev histograma posnetka (linearni ali γ kontrast, najmanjši in največji obseg, gl. Sliko 6) skupaj z nastavitvijo osvetlitve določa kontrast in poda informacije o mikrostrukturi. Čeprav je posnetek z visokim kontrastom potreben zaradi ocene obrisa grafita, je treba zagotoviti, da se med pridobivanjem posnetkov ne izgubi nobena bistvena informacija. Na primer izmerjena vsebnost grafita na Sliki 6 je med 13,9 in 14,6 %.

4.2.4 Ločljivost in faktor umerjanja

Ker imajo različni fotoaparati različne ločljivosti, standardne vrednosti v primerjavi z dogovorjeno velikostjo 100-kratne povečave ni mogoče določiti. Čeprav je priporočljivo uporabiti faktor umerjanja $1 \mu\text{m}/\text{px}$ ali manj [9], popravek spremeni

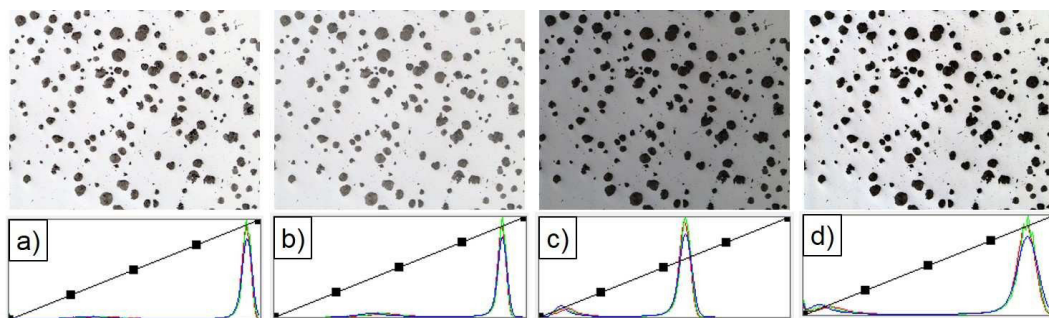
constant lighting. However, in case of strong over or under light exposure, white balance might not fulfil its purpose to adjust the intensities.

4.2.3 Image Histogram

Along with the lighting setting, the setting of the image histogram (linear or γ contrast, minimal and maximal range, see Figure 6) determines the contrast and the information of the microstructure. Although a highly contrasted image is necessary in order to evaluate the graphite contour, it must be guaranteed that no essential information is lost during image acquisition. For example, the measured graphite content varies between 13.9 and 14.6 % in the images of Figure 6.

4.2.4 Resolution and Calibration Factor

Since different cameras can have various resolutions, a standard value cannot be made compulsory in contrast to the established magnification size of 100x. Although a calibration factor of $1 \mu\text{m}/\text{px}$ or less is



Slika 6. Različne nastavitve kontrasta položaja metalografskega vzorca z a) odrezanim vrhnjim (belim) delom, b) optimalno nastavitvijo, c) nizkim kontrastom in d) odrezanim spodnjim (črnim) delom

Figure 6. Different contrast setting of a metallographic sample position with a) cut-off at the upper (white) peak, b) optimal setting, c) low contrast and d) cut-off at the lower (black) peak

zaznane obrise grafita in poveča njegovo natančnost (Slika 7), zaradi česar pride do povečanja števila delcev, sferičnosti in zaobljenosti, pa tudi do zmanjšanja drugih parametrov oblike, kot je trdnost, saj so zaznani manjši sveti vključki grafita (Slika 8).

4.3 Obdelava posnetkov

4.3.1 Binarizacija/segmentacija

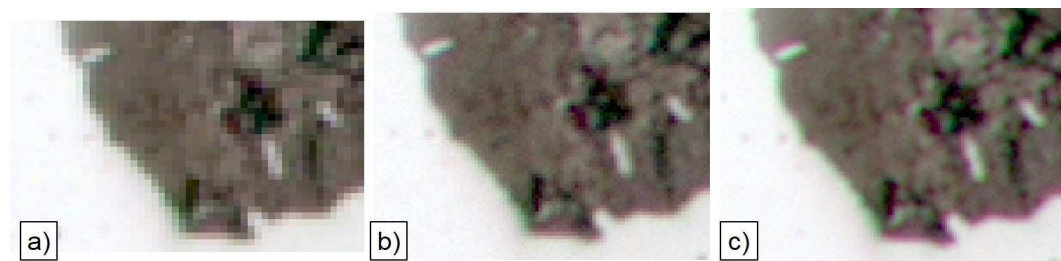
Metalografi pri vizualni analizi ocenjujejo izvirni posnetek po sivinski ali barvni

recommended [9], a refinement changes the detected graphite contour and increases its accuracy (Figure 7) leading to higher particle numbers, sphericity and roundness as well as a decrease in other shape parameters as solidity, since minor bright inclusions in the graphite are detected (Figure 8).

4.3 Image Processing

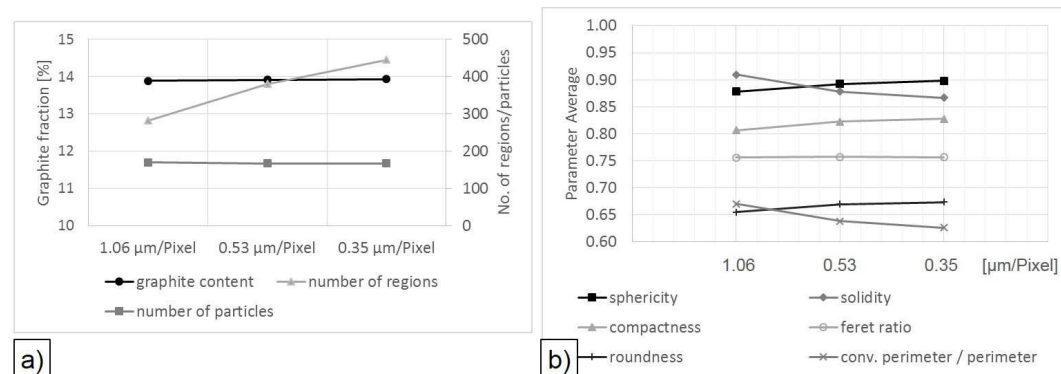
4.3.1 Binarization/Segmentation

While at the visual analysis the metallographers evaluates the original grey-



Slika 7. Povečani grafitni delci, prikazani s faktorjem umerjanja pri a) 1,06 µm/px (ločljivost 1.300 × 1.030 px na posnetek), pri b) 0,53 µm/px (2.600 × 2.060) in 0,35 µm/px (3.900 × 3.090)

Figure 7. Enlarged graphite particle imaged with a calibration factor of a) 1.06 µm/px (resolution of 1300×1030 px per image), b) 0.53 µm/px (2600×2060) and 0.35 µm/px (3900×3090)

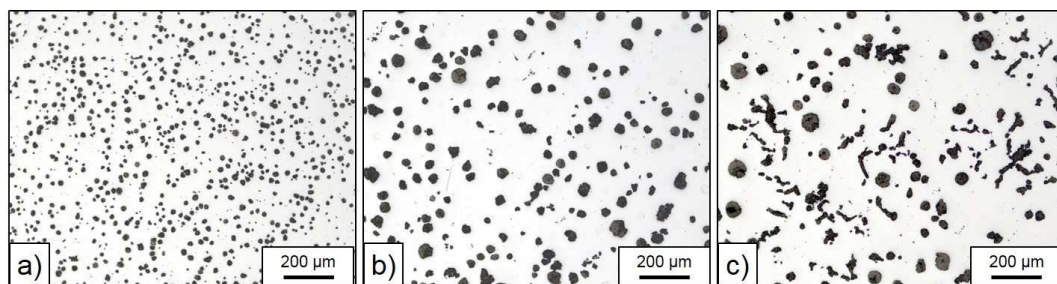


Slika 8. a) Predmetni parametri in b) parametri oblike glede na faktor umerjanja

Figure 8. a) Field parameters and b) shape parameters in dependence of calibration factor

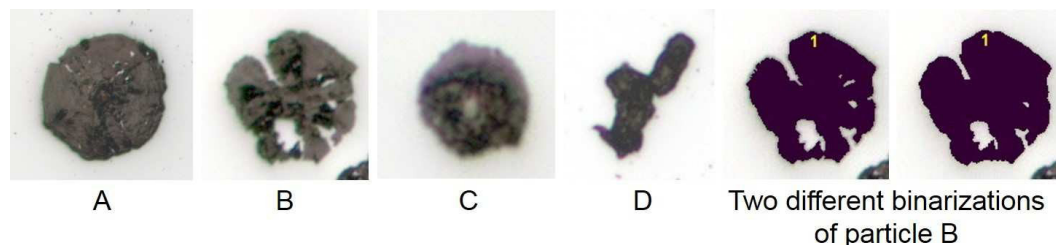
lestvici, digitalna analiza posnetkov pa zahteva procesni korak za razlikovanje med območjem zanimanja in bližinsko mikrostrukturo. Pri visokokontrastnih posnetkih litega železa (siva ali temna območja: grafit, svetla območja: železova matrika) je to razlikovanje mogoče izvesti z ročno ali samodejno nastavitvijo izhodiščne vrednosti na histogramu s sivinsko lestvico. Za oceno teh dveh procesov smo samodejno binarizirali tri posnetke z različnimi grafitnimi morfologijami (Slika 9), enako pa smo storili tudi ročno s sivinskimi vrednostmi v 10 korakih. Isti postopek smo izvedli na kompletu individualno izoliranih delcev (Slika 10).

or color-scaled image, the digital image analysis demands a processing step for the differentiation between the phase of interest and the surrounding microstructure. For the highly contrasted images of cast iron (grey or dark areas: graphite, bright areas: iron matrix) this differentiation can be performed by a manual or automatic threshold setting at the grey scale histogram. In order to evaluate these two processes, three images containing different graphite morphologies (Figure 9) were binarized automatically as well as manually in grey values steps of 10. The same procedure was carried out on a set of individual isolated particles (Figure 10).



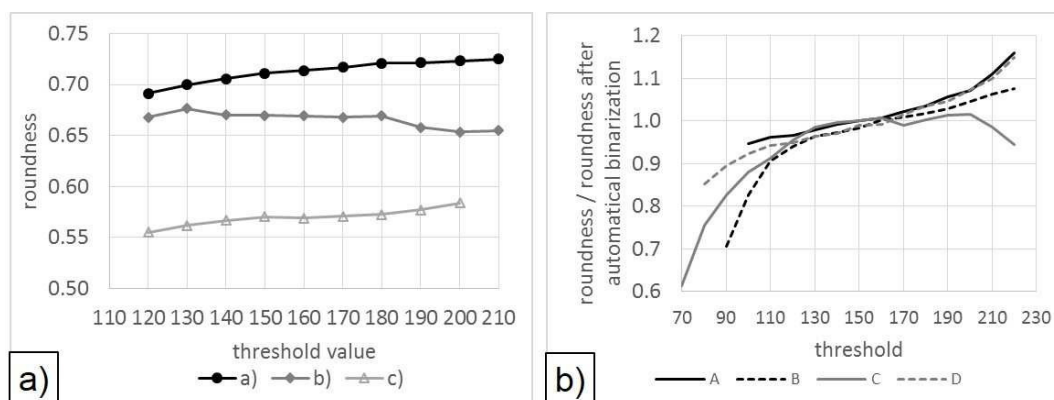
Slika 9. Mikroskopski posnetki (100-kratna povečava) nodularne litine s a) pretežno majhnimi kroglastimi, b) nekoliko nezaobljenimi delci in c) delci vermikularnega grafita

Figure 9. Microscopic images (100x) of ductile iron with a) predominantly small spheroids, b) slightly non-round particles and c) a fraction of vermicular graphite



Slika 10. Izsek preskusnih delcev za binarizacijo in binarizirani delec B z dvema različnima izhodiščnima vrednostma

Figure 10. Excerpt of test particles for binarization and binarized particle B with two different threshold values



Slika 11. Zaobljenost v primerjavi z izhodiščno vrednostjo za različne a) posnetke in b) delce (v primerjavi s Slikama 9 in 10)

Figure 11. Roundness versus threshold for different a) images and b) particles (cf. Figures 9 and 10)

Pri različnih morfologijah grafita (tako posnetki kot posamezni delci) je mogoče opaziti različne odvisnosti okroglosti delcev glede na nastavljeno izhodiščno vrednost (Slika 11). To lahko omeji primerljivost grafičnih analiz, izvedenih na podlagi različnih ročnih (subjektivnih) izhodiščnih nastavitvev. V izogib tej težavi so bili programskih opremah za analizo različnih posnetkov uporabljeni različni samodejni binarizacijski algoritmi, vendar pa ta preferencialni pristop pri določanju absolutnih značilnosti oblike vodi vsaj do sistemskih odklonov.

For different graphite morphologies (images as well as individual particles) different dependences of particle roundness from the set threshold value can be observed (Figure 11). This can restrict the comparability for graphite analyses carried out at different manual (subjective) thresholds settings. Different automatic binarization algorithms are implemented in variant image analysis software to prevent this problem, but this preferable approach leads at least only to a systematic deviation in determining the absolute shape characteristics.

4.4 Razvrščanje in določitev okroglosti

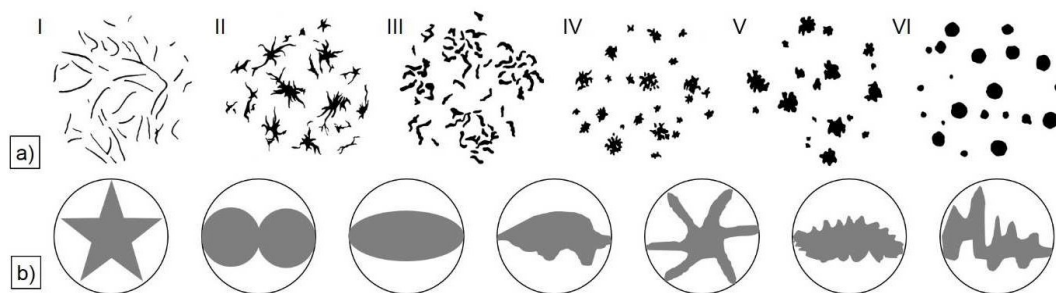
Na Sliki 12 a) so prikazani posnetki s popravljenimi robovi sheme za razvrstitev oblike postopka vizualne analize [7], ki daje primere delcev za vsak razred, pri čemer ne upošteva neželene degeneracije grafita in načinov prehajanja. Slika 13 a) kaže oceno izseka teh delcev, pa tudi predmete preskusov, prikazane na Sliki 12 b) glede na faktor zaobljenosti oblike, ki je predlagan za razvrstitev oblike [10, 11]. Pri se tem

4.4 Classification and Nodularity Determination

Figure 12 a) shows the edge corrected images of the shape classification schema of the visual analysis procedure [7] which provides examples particles for each class neglecting undesired graphite degeneration and transitions modes. Figure 13 a) shows the evaluation of these extracted particles as well as test objects depicted in Figure 12 b) concerning the shape factor roundness

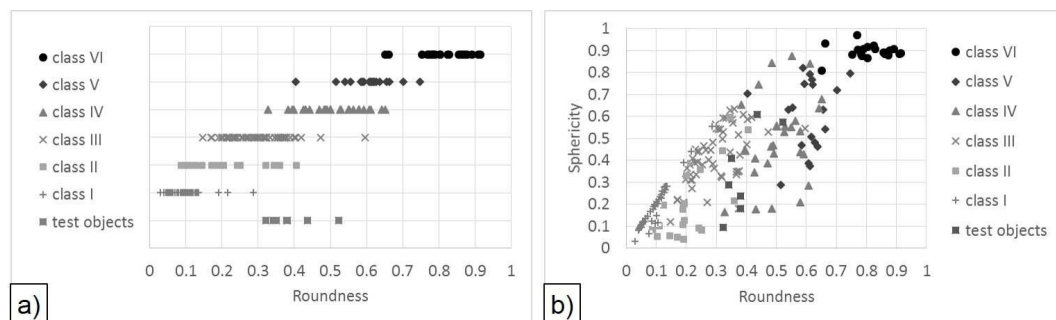
večina vozlov (razreda V in VI) razlikuje po nižji meji zaobljenosti 0,6, drugi razredi (II, III, IV in delno V) pa kažejo prekrivanje obsegov zaobljenosti (Slika 13). Treba je zlasti poudariti, da imajo lahko različni predmeti preskusa (Slika 12 b)) podobno zaobljenost (pri tem: 0,25–0,53), na kar vpliva opredelitev osnovne zaobljenosti kot razmerje območja parametrov in MaxFeret, ki so podobni za predstavljene predmete preskusa. Na Sliki 13 b) je prikazan obogaten pristop k razvrščanju s kombiniranjem različnih parametrov oblike, ki je podoben predhodnim predlogom [13, 14].

which is proposed for shape classification [10, 11]. Whereas the majority of nodules (class V and VI) are distinguished by the lower roundness limit of 0.6, other classes (II, III, IV and partly V) show overlapping roundness ranges (Figure 13). It should be noted in particular that diverse shaped test objects (Figure 12 b)) can have similar roundness (here: 0.25–0.53) caused by the underlying roundness definition as a ratio of the parameters area and Max Feret, which are similar for the presented test objects. Figure 13 b) shows an enhanced classification approach by combination of several shape parameters, similar to previous proposals [13, 14].



Slika 12. a) Posnetki klasifikacije s popravljenimi robovi za [7], b) posnetki predmetov poskusa

Figure 12. a) Edge corrected classification images of [7], b) imaginary test objects



Slika 13. a) Prekrivajoče se vrednosti zaobljenosti za različne razrede oblik, b) kombinacija sferičnosti in zaobljenosti za boljše razlikovanje

Figure 13. a) Overlapping roundness values for different shape classes, b) combination of sphericity and roundness for an improved differentiation

5 Rezultati in zaključki

Namen tega dela je bil oceniti celoten postopek priprave in analize pri grafitu za nadaljnji razvoj ponovljivega in primerljivega postopka za samodejno digitalno analizo nodularne litine. Poleg določitve meril za učinkovito pripravo vzorcev smo prikazali, da nastavitve kamere ob različnih usmeritvah in osvetlitvah močno vplivajo na podatke in njihovo natančnost, ki so tako razlogi za različne klasifikacije. Nadalje potrebna obdelava posnetkov, kot je binarizacija, lahko privede do variacij, zato je treba v smernicah upoštevati potrebe. Odkrili smo dodatne napake, ki se dogajajo pri trenutnih klasifikacijskih metodah, dokazali pa smo tudi zahtevo po izboljšanih algoritmi pri različnih parametrih oblike.

Ta študija je skupaj z objavljenim poročilom o celotnem poteku procesa [15] in raziskavami v teku v zvezi z nastavitvami meritev in določanje okroglosti znova potrdila 3–4-odstotno odstopanje pri okroglosti (pri velikih stopnjah okroglosti, 10 % pri nizkih stopnjah okroglosti) [11] ter predstavlja osnovo za potrebno revizijo trenutnih standardov za hitrejšo in zanesljivo zagotavljanje kakovosti pri mikrostrukturah nodularne litine.

Zahvale

Predstavljeni rezultati izhajajo iz projekta IGF 19363 N, ki ga je opravilo Raziskovalno združenje FVG za livarsko industrijo, ki je bilo ustanovljeno v sklopu skupnega sodelovalnega programa IGF s strani Zveznega ministrstva za gospodarske zadeve in energetiko na odločitve nemškega parlamenta.

5 Discussion and Conclusions

The aim of this work was to evaluate the entire preparation and analyzing route for graphite in order to enable further development of a reproducible and comparable procedure for automatic digital image analysis of ductile iron. Besides the determination of criteria for a sufficient sample preparation, it was demonstrated that camera settings with different calibrations and lighting configurations determine the recorded image data and its accuracy majorly and are thus reasons for variant classification results. Furthermore, the needed image processing like binarization can yield variations and needs to be considered in guidelines. Additional flaws of current classification methods were revealed and the demand for an improved algorithm with several shape parameter was demonstrated.

Along with a published report concerning the entire process route [15] and pending investigations on measurement settings and nodularity determination, this study reassured a nodularity bias up to 3–4 % (for high nodularities, 10 % for low nodularities) [11] and provides a basis for a needed revision of current standards to enable faster and a more reliable quality assurance of ductile iron microstructures.

Acknowledgements

The presented results are derived from IGF project 19363 N of the “FVG Research Association of the Foundry Industry”, which was funded within the scope of the joint collaborative program “IGF” by the Federal Ministry for Economic Affairs and Energy, following a decision of the German Bundestag.

Viri / References

1. EN 1563:2011: Spheroidal graphite cast irons (2011)
2. Karsay, S. I.: Gusseisen mit Kugelgraphit, Grundlagen – Technologien, QIT Fer et Titane Inc., Quebec, Canada (1992)
3. J. Ohser, Sandau, K., Stets, W., Gerber, W. Image Analytical Characterization of Graphite in Grey Cast Iron and Classification of Lamellar Arrangement (2003)
4. Grenier, S., Bhattacharjee, A., Gundlach, R. B., Inter-Laboratory Study of the Determination of Nodularity and Nodule Count on Ductile Iron by Image Analysis, Proceedings of the 2013 Keith Millis Symposium on Ductile Cast Iron, AFS (2013)
5. V. Smolej, Image Analysis for Materials Testing, Industrial Heating, (2001), p. 55-57
6. IFEP, Germany, Eignungsprüfung Metallographie Bildauswerteverfahren MET-OI Nr. 1113 (2011)
7. EN ISO 945-1: Microstructure of cast irons – Part 1: Graphite classification by visual analysis (ISO 945-1:2018)
8. ASTM A247 – 16a Standard Test Method for Evaluating the Microstructure of Graphite in Iron Castings, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA (2016)
9. ISO/TR 945-2: Microstructure of cast irons – Part 2: Graphite Classification by image analysis (ISO/TR 945-2:2011(E))
10. ISO/DIS 945-4:2016(E) working draft: Microstructure of cast irons – Part 4: Test method for determining nodularity in spheroidal graphite cast irons (2016)
11. ASTM E2567 – 16a: Standard Test Method for Determining Nodularity And Nodule Count In Ductile Iron Using Image Analysis, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA (2016)
12. H. Schumann, H. Oettel: Metallografie, 15th Edition, Wiley, Weinheim (2011)
13. A. Velichko: Quantitative 3D Characterization of Graphite Morphologies in Cast Iron using FIB Microstructure Tomography, Dissertation (2008), Saarbrücken, Germany
14. M. Shirani, G. Härkegård: Large scale axial fatigue testing of ductile cast iron for heavy section wind turbine components. Eng Fail Anal Sep. 2011;18(6):1496–510 (2011)
15. S. Grenier, M. H. Meyer: Image Analysis Seminar & Workshop, DIS T&O Meeting, October 28th-30th 2015, Ho-Chunk Casino Baraboo, WI, USA (2015)

Vpliv Cu na razvoj mikrostrukture zlitine AlSi7MgCu

Influence of Cu on the microstructure development of AlSi7MgCu alloy

Izvleček

Snovanje in karakterizacija zlitine AlSi7Mg(Cu) z dodatkom Cu (do 1,435 wt.%) predstavlja izziv na poti k doseganju naprednih mehanskih lastnosti že pri običajnih, torej neobdelanih ulitkih. Mikrostrukturna raziskava zlitine AlSi7MgCu odkriva širok razpon zapletenih reakcij in možnih intermetalnih faz zaradi interakcije legirnih elementov in elementov v sledovih. Dodatek Cu (do 1,435 wt.%) kot sekundarni legirni element sproža dodatno interakcijo s prehodnimi elementi Fe, Mn in sekundarnim legirnim elementom Mg. Razvoj mikrostrukture in določitev zaporedja strjevanja zagotavljajo podroben vpogled v poti strjevanja tako neobdelanih kot toplotno obdelanih ulitkov. Obogatitev procesa strjevanja s kompleksnimi intermetalnimi fazami odkriva naslednje sestavine: dendritna mreža; železna iglasta formacija Al_5SiFe in/ali kompleksna formacija, podobna kitajskim pismenkam $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn,Cu})_3\text{Si}_2$; glavna evtektška ($\alpha_{\text{Al}} + \beta_{\text{Si}}$); kompleksen evtektski klaster faze $\text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe,Mn,Cu})\text{Si}_6$ in faze $\text{Al}_5(\text{Fe,Mn,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ ter precipitat sekundarne evtektške faze $\alpha_{\text{Al}} + \text{Mg}_2\text{Si}$ in $\alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_2(\text{Fe,Mn,Cu})$. Infiltracija pogostih prehodnih elementov, npr. Fe in Mn v fazah, ki prenašajo Cu, je privedla do visoke vsebnosti prehodnih elementov (Fe+Mn+Cu). Mikrostrukturne raziskave so pokazale tudi trajno interakcijo Fe, Mn in Cu pri tvorbi širokega razpona intermetalnih faz skozi celoten proces strjevanja.

Narava (morfologija in interakcije legirnih elementov) tvorjenih intermetalnih faz ustreza razvoju nateznih in mehanskih lastnosti zaradi močnih vezi in interakcije med celotnim procesom strjevanja.

Ključne besede: zlitina AlSi7MgCu, baker, mikrostruktura, prehodni elementi

Abstract

Designing and characterisation of AlSi7MgCu alloy with extra addition of Cu (up to 1.435 wt.%) represents a challenge in order to achieve advanced mechanical properties already in as-cast state. Microstructural investigation of AlSi7MgCu alloy reveals a wide range of complex reactions and possible intermetallic phases due to the interaction of alloying and trace elements. An extra addition of Cu (up to 1.435 wt.%) as a secondary alloying element initiates an additional interaction with transition elements Fe, Mn and secondary alloying element Mg. Evolution of microstructure and determination of solidification sequence enables a detailed overview of the solidification path in both states, as-cast and heat-treated. Enrichment of solidification process with complex intermetallic phases reveals the following constituents: dendrite network; iron-based needle-like Al_5SiFe and / or complex Chinese script formation $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn,Cu})_3\text{Si}_2$; main eutectic ($\alpha_{\text{Al}} + \beta_{\text{Si}}$); complex eutectic clusters of $\text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe,Mn,Cu})\text{Si}_6$ and $\text{Al}_5(\text{Fe,Mn,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ phase and secondary

eutectic phase precipitations $\alpha_{Al} + Mg_2Si$ and $\alpha_{Al} + Al_2(Fe, Mn, Cu)$. Infiltration of common transition elements such as Fe and Mn in Cu bearing phases resulted in high total content of transition elements (Fe+Mn+Cu). Microstructural investigation also indicates continuous interaction of Fe, Mn and Cu in formation of wide range of intermetallic phases through the whole solidification process.

The nature (morphology and alloying elements interaction) of formed intermetallic phases comprehends to the tensile mechanical properties' development due to strong connections and interactions during solidification process as a whole.

Keywords: AlSi7MgCu alloy, copper, microstructure, transition elements

1 Uvod

Vse večje povpraševanje po lahkih aluminijastih zlitinah zaradi učinka racionalizacije in posledičnega zmanjšanja emisij CO₂ prihaja tudi iz avtomobilske industrije [1, 2, 3]. Varnostno kritični ulitki iz aluminijeve zlitine so bili - kar se tiče dolgoročne stabilnosti v agresivnem strojnem okolju - izpostavljeni visokim zahtevam na tržišču. Mehanske lastnosti, dovzetnost za toplotno pokanje in druge kakovostne lastnosti aluminijastih komponent so močno odvisne od kemične sestave [4, 5, 6]. Zato postaja inovativen pristop k zasnovi spremenjene kemične sestave aluminijastih zlitin z večjo natezno trdnostjo, toplotno stabilnostjo, odpornostjo proti koroziji pomemben dejavnik za strukturne komponente v avtomobilski industriji.

Zaradi odlične livnosti, primernosti za recikliranje, nizkstroškovne proizvodnje, visoke specifične trdnosti in dobrega razmerja med trdnostjo in težo, zlasti v primeru toplotno obdelanih ulitkov, je tradicionalna zlitina AlSi7Mg pogosta izbira pri izdelavi ulitkov zapletenih geometrij z visokimi mehanskimi lastnostmi [7, 8, 9, 10]. Strjevalno zaporedje se pri hipoevtektičnih zlitinah AlSi7Mg začne z razvojem primarnih aluminijevih dendritov α_{Al} in nastankom dendritne mreže, sledi pa evtektična reakcija ($\alpha_{Al} + \beta_{Si}$) na primarnih zrnih α_{Al}

1 Introduction

The increasing demand toward lightweight aluminium alloys have expanded its application in automotive industry due to a downsizing effect and therefore reducing the CO₂ emissions [1,2,3]. Safety-critical aluminium alloys castings have been exposed to high demands of the market related to long term stability in aggressive engine environment. The mechanical properties, hot cracking susceptibility and other quality feature of aluminium components are strongly dependent from chemical composition [4,5,6]. Therefore, the innovative approach to the designing of modified chemical composition of aluminium alloys with higher tensile strength, thermal stability and corrosion resistance becomes significant for structural components in automotive industry.

Excellent castability, recyclability, low cost manufacturing, high specific strength and its favourable relationship to weight, especially in the heat-treated state, indicate conventional AlSi7Mg alloy as a frequent choice for complex geometry castings with high mechanical properties [7,8,9,10]. The solidification sequence of hypoeutectic AlSi7Mg alloys begins with development of primary aluminum dendrites α_{Al} and formation of dendritic network, followed by eutectic reaction ($\alpha_{Al} + \beta_{Si}$) on the primary grains α_{Al} or independently on

ali samostojno na prisotnih nukleantih, bogatih z železom, in/ali drugih nečistočah z drugačno kristalografsko usmerjenostjo [11]. Način nastanka evtektika določa obseg in morfologijo evtektične faze, pa tudi delež poroznosti v mikrostrukturi. Glavni in najpomembnejši legirni element pri klasični zlitini AlSi7Mg je Si, za katerega sta značilni visoka pretočnost in zmanjšanje krčenja, sledi pa mu Mg, ki je odgovoren za večjo trdnost [12, 13, 14].

Dodani magnezij do 0,7 wt.% krepí prek precipitacije evtektične faze $\alpha\text{Al}+\text{Mg}_2\text{Si}$ in/ali intermetalnih spojin, bogatih z Mg z drugimi legirnimi elementi predvsem zaradi transformacije škodljivih ploščic Al_5FeSi v fazo, podobno kitajskim pismenkam, s sestavo $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$. [13, 15, 16]. Glede na vsebnost Mg se lahko trdnost teženja, natezna trdnost in elongacija zlitin Al-Si-Mg v litem stanju spreminjajo glede na vsebnost Mg [17]. Trdnost teženja se je povečala ob večji vsebnosti Mg, vendar pa pri večanju razmerja faze Mg_2Si ni prišlo do kakšne pomembne razlike. Obratno pa se je elongacija s povečanjem razmerja Mg in Mg_2Si v teh zlitini zmanjšala [17].

Tudi Cu se pogosto uporablja kot legirni element za večjo trdnost litih zlitih, zlasti pri toplotni obdelavi. Pri zlitinah Al-Si je Cu dodan v razmerju med 1,5–3,5 wt.% in zato ustvarja intermetalno fazo Al_2Cu [18, 19]. Po drugi strani Cu tvori neprekinjeno mrežo po kristalnih mejah, posledično pa bo prišlo do velikega zmanjšanja duktilnosti [19, 20]. Dodatno baker bistveno znižuje tališče in evtektično temperaturo zlitine. Baker zato povečuje obseg strjevanja zlitine in omogoča boljše pogoje za nastanek poroznosti [21, 22, 23]. Literatura navaja številne raziskave vpliva legirnih elementov na lastnosti zlitine AlSi7Mg [24, 25, 26].

Klasična zlitina AlSi7Mg, ki je skladna s številnimi standardi (EN 1706, IDM

present nucleants rich on iron and/or other impurities with different crystallographic orientation [11]. The way of eutectic occurs determines the amount and morphology of eutectic phase, and also the porosity ratio in the microstructure. The primary and most important alloying element in conventional AlSi7Mg alloy is Si, which is characterized by high fluidity and reduction in shrinkage, followed by Mg responsible for strength increase [12,13,14].

Magnesium addition up to a 0.7 wt.% has a strengthening effect through the precipitation of $\alpha\text{Al}+\text{Mg}_2\text{Si}$ eutectic phase and/or Mg-rich intermetallics with other alloying elements mostly due to transformation of the deleterious Al_5FeSi platelets into a Chinese script phase with a composition $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{FeSi}_6$. [13,15,16]. The yield strength, tensile strength and elongation of the as-cast Al-Si-Mg alloys can vary by the content of Mg [17]. The yield strength increased with increasing of Mg content, but showed no significant difference with increasing of Mg_2Si phase ratio. Conversely, the elongation was decreased with the increase of Mg and Mg_2Si ratios in this alloy [17].

Also, Cu is commonly used as an alloying element to increase the strength of cast alloys, especially when heat treatment is applied. In Al-Si alloys, Cu is usually added in levels between 1.5 – 3.5 % and forms the intermetallic phase Al_2Cu [18,19]. On the other hand, when Cu forms a continuous network at the grain boundaries the consequence will be a serious reduction in ductility [19,20]. Additionally, copper significantly decreases the melting point and eutectic temperature of the alloy. Therefore, the copper increases the solidification range of the alloy, and facilitates the condition of porosity formation [21,22,23]. The literature survey reveals a number of investigations

4234) [27, 28], je bila predhodno predmet raziskave [29].

Snovanje novih kemijskih sestav zlitine AlSi7MgCu z dodatkom Cu (do 1.435 wt.%) predstavlja izziv na poti k doseganju naprednih lastnosti. Širok razpon zapletenih reakcij in intermetalnih faz izhajata iz številnih interakcij legirnih elementov (Si, Mg, Cu) in elementov v sledovih (Fe, Mn). Pridobljene napredne mehanske lastnosti so močno odvisne od razvoja kompleksne mikrostrukture na podlagi posebne interakcije elementov. Čeprav izračun stabilnosti faze kaže določitev zaporedja strjevanja, je interakcija z ostalimi elementi pokazala številne kombinacije. Te kombinacije prikrivajo infiltracijo dodatnih elementov pri rednih in pogosto prisotnih fazah. Cilj te raziskave je določiti vpliv bakra na razvoj mikrostrukture.

2 Poskusni postopek

Lastnosti novo zasnovane zlitine AlSi7MgCu so bile opredeljene v litem stanju in po toplotni obdelavi [9,10,10].

Talino novo zasnovane zlitine AlSi7MgCu smo pripravili v indukcijski peči ABB IMTK 2000 z ingoti in povratnim razmerjem dovajanega materiala 1: 1. Po topljenju pri temperaturi 770 ± 5 °C smo talino razplinili z dušikom (N_2) s pomočjo opreme MTS 1500 – Foseco. Talino smo obdelali s cepljenjem s predzlitino AlTi5B in modifikacijo s predzlitino AlSr10. Analizo kemijske sestave smo opravili z optičnim spektrometrom ARL-3460.

Toplotna obdelava je potekala po naslednjem postopku: segrevanje od sobne temperature do temperature žarjenja 480 °C – 2 uri, ohranjanje končne temperature žarjenja – 8 ur, sledilo je zračno hlajenje.

Predhodna raziskava zajema razvoj faznega diagrama ravnovesja,

related to the influence of alloying elements on the AlSi7Mg alloy properties [24,25,26].

The conventional AlSi7Mg alloy, corresponded to the numerous standards (EN 1706, IDM 4234) [27,28], has been investigated previously [29]. The designing of new chemical composition of AlSi7MgCu alloy with extra addition of Cu (up to 1,435 wt.%) represents a challenge in order to achieve advanced properties. A wide range of complex reactions and intermetallic phases occurs due to numerous alloying (Si, Mg, Cu) and trace elements (Fe, Mn) interaction. Obtained advanced mechanical properties are strongly depended from the complex microstructure development based on particular elements interaction. Although the calculation of phase stability indicates solidification sequence determination, the interaction with other elements brought out numerous combinations. Those combinations cover up infiltration of additional elements in regular, commonly present phases. The aim of this investigation is to determine the influence of copper on microstructure development.

2 Experimental

Characterization of newly designed AlSi7MgCu alloy has been performed in as-cast and heat-treated state [9,10,10].

An AlSi7MgCu alloy melt was prepared in an induction furnace ABB IMTK 2000 with the ingot and return ratio in charge material 1: 1. After melting at a temperature of 770 ± 5 °C, degassing of the melt was performed with the nitrogen (N_2) using MTS 1500 - Foseco equipment. Melt treatment was performed through inoculation with AlTi5B master alloys and modification with AlSr10 master alloy. Chemical composition analysis was performed on an optical emission spectrometer ARL-3460.

sočasno toplotno analizo ter analizo mehanskih lastnosti [8,9,10]. Podrobne metalografske raziskave so bile opravljene s svetlobno mikroskopijo (Olympus GX 51), mikrostrukturne raziskave (SEM/EDS) pa z vrstičnim elektronskim mikroskopom Tescan Vega TS 5136 MM, opremljenim z energijsko disperzivnim spektrometrom Bruker.

Vzorci za metalografsko raziskavo smo pripravili s standardnim metalografskim postopkom za pripravo z mletjem in poliranjem, sledilo pa je jedkanje v 0,5-odstotni fluorovodikovi kislini.

3 Rezultati in razprava

Kemijsko spojino zlitine AlSi7MgCu z dodatkom bakra smo zasnovali in primerjali s predhodno raziskano klasično zlitino AlSi7Mg [29], kot je prikazano v Preglednici 1.

Zlitina AlSi7MgCu je skladna s standardom EN 42000 AC za zlitino AlSi7Mg v povezavi z vsebnostjo osnovnih legirnih elementov Si in Mg ter elementov v sledeh, kot sta Fe in Mn [27]. Odsklon je bil uveden z bistvenim zvečanjem vsebnosti Cu.

Modeliranje novo zasnovane zlitine AlSi7MgCu s programom ThermoCalc (TCW 5.0) je potekalo skladno s predhodno izračunanim faznim diagramom ravnovesja [10]. Interakcija legirnih elementov in elementov v sledovih odkriva širok nabor intermetalnih faz, ki jim sledi izračun strjevalnega zaporedja zlitine AlSi7MgCu. Izračunano strjevalno zaporedje ravnovesja

Heat treatment was performed following the regime: heating from room temperature to the annealing temperature of 480° C for 2 hours, and the retention of the final annealing temperature during 8h, followed by air cooling.

Previous investigation comprehends development of equilibrium phase diagram, simultaneous thermal analysis and mechanical properties analysis [8,9,10]. Detail metallographic investigations were performed using light microscopy (Olympus GX 51) and microstructural investigations (SEM/EDS), using scanning electron microscopes Tescan Vega TS 5136 MM equipped with energy dispersive spectrometer Bruker.

Samples for metallographic investigation were prepared by standard metallographic preparation procedure by grinding and polishing, followed by etching in 0.5% HF.

3 Results and Discussion

Chemical composition of AlSi7MgCu alloy with extra addition of copper has been designed and compared with previously investigated conventional AlSi7Mg alloy [29], as shown in Table 1.

An AlSi7MgCu alloy is in line with the EN 42000 AC standard for AlSi7Mg alloy in relation to the content of the base alloying elements Si and Mg, and trace elements such as Fe and Mn [27]. Deviation has been implemented with significant increase in Cu content.

Preglednica 1. Kemijska sestava zlitin AlSi7Mg/AlSi7Mg(Cu)

Table 1. The chemical compositions of AlSi7Mg / AlSi7Mg(Cu) alloys

Element, wt. %	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Sr
AlSi7Mg	7,008	0,101	0,130	0,010	0,320	0,139	0,0121
AlSi7MgCu	7,527	0,235	1,435	0,076	0,348	0,147	0,0223

Preglednica 2. Izračunano strjevalno zaporedje ravnovesja zlitine AlSi7MgCu [10]**Table 2.** Calculated equilibrium solidification sequence of AlSi7MgCu alloy [10]

Opis reakcije / Reaction description	Reakcija / Reaction
Temperatura likvidusa, T_l / Liquidus temperature, T_l	$L \rightarrow L_1 + \alpha_{Al}$
Evtektična temperatura, T_e / Eutectic temperature, T_e	$L_1 + \alpha_{Al} \rightarrow L_2 + \alpha_{Al} + (\alpha_{Al} + \beta_{Si})$
Temperatura pri precipitaciji sekundarnih intermetalnih faz, T_1 / Precipitation of secondary intermetallic phases temperature, T_1	$L_2 + (\alpha_{Al} + \beta_{Si}) \rightarrow L_3 + (\alpha_{Al} + \beta_{Si}) + Al_{15}(FeMn)_3Si_2$
Temperatura pri precipitaciji sekundarnih intermetalnih faz, T_2 / Precipitation of secondary intermetallic phases temperature, T_2	$L_3 \rightarrow L_4 + Al_5Cu_2Mg_8Si_6$
Temperatura pri precipitaciji sekundarnih intermetalnih faz, T_3 / Precipitation of secondary intermetallic phases temperature, T_3	$L_4 + Al_5Cu_2Mg_8Si_6 \rightarrow L_5 + Al_8FeMg_3Si_6$
Temperatura pri precipitaciji sekundarnih intermetalnih faz, T_4 / Precipitation of secondary intermetallic phases temperature, T_4	$L_5 \rightarrow L_6 + Al_7Cu_2M$
Temperatura pri precipitaciji sekundarnih intermetalnih faz, temperatura solidusa, T_s / Precipitation of secondary intermetallic phases temperature, Solidus temperature, T_s	$L_6 \rightarrow Al_2Cu$

zlitine AlSi7MgCu je prikazano v Preglednici 2 [10].

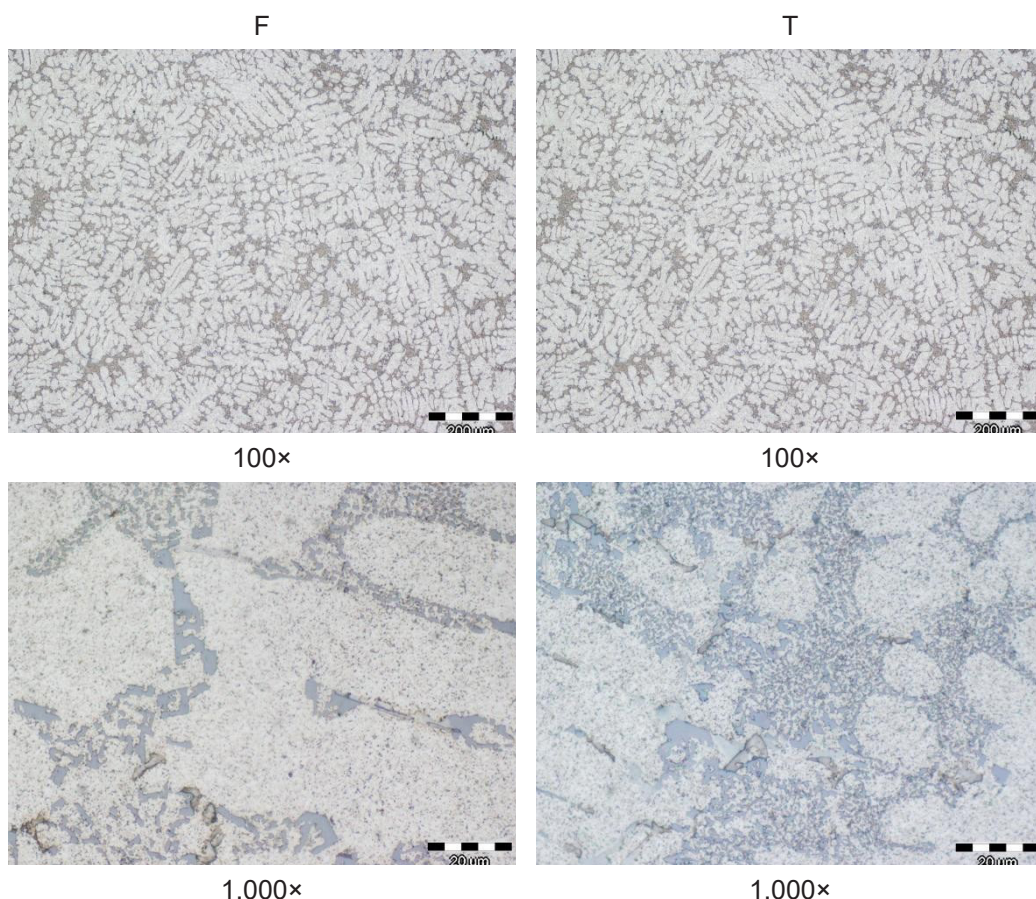
Mikrostrukturo zlitine AlSi7MgCu v litem stanju (F) in po toplotni obdelavi (T) smo raziskali s pomočjo svetlobne mikroskopije, kot je prikazano na Sliki 1 [9].

Manjša povečava (100-kratna) kaže enakomerno porazdeljenost primarne dendritne mreže z enakomerno porazdeljenimi interdendritnimi območji v obeh stanjih, litem (F) in po toplotni obdelavi (T). Večja povečava kaže bolj grobe in prekinjene veje dendrita, posejane z intermetalnimi fazami nosilcev železa iglaste oblike (Al_5SiFe) in hrapave sekundarne intermetalne faze na mejah zrn v litem stanju (F). Največja povečava (1.000-kratna) nakazuje prisotnost nespremenjenih evtektov (mešana vlakna in lamelarna oblika). Po toplotni obdelavi (T) se kaže enakomerna razporejenost vlaknastih oblik glavnega evtekt ($\alpha_{Al} + \beta_{Si}$).

The modelling of newly designed AlSi7MgCu alloy by ThermoCalc (TCW 5.0) program resulted with previously calculated equilibrium phase diagram [10]. Interaction of alloying and trace elements reveals a wide range of intermetallic phases, followed with the calculation of solidification sequence of AlSi7MgCu. Calculated equilibrium solidification sequence of AlSi7MgCu alloy is shown in Table 2 [10].

Microstructure of AlSi7MgCu alloy in as-cast (F) and heat-treated (T) state was investigated using light microscopy, as shown in Figure 1 [9].

A smaller magnification (100x) reveals uniform distribution of primary dendritic network with evenly distributed interdendritic areas in both states, as-cast (F) and heat-treated (F), respectively. A higher magnification indicates rougher and broken dendritic branches dotted with iron-bearing intermetallic phases with



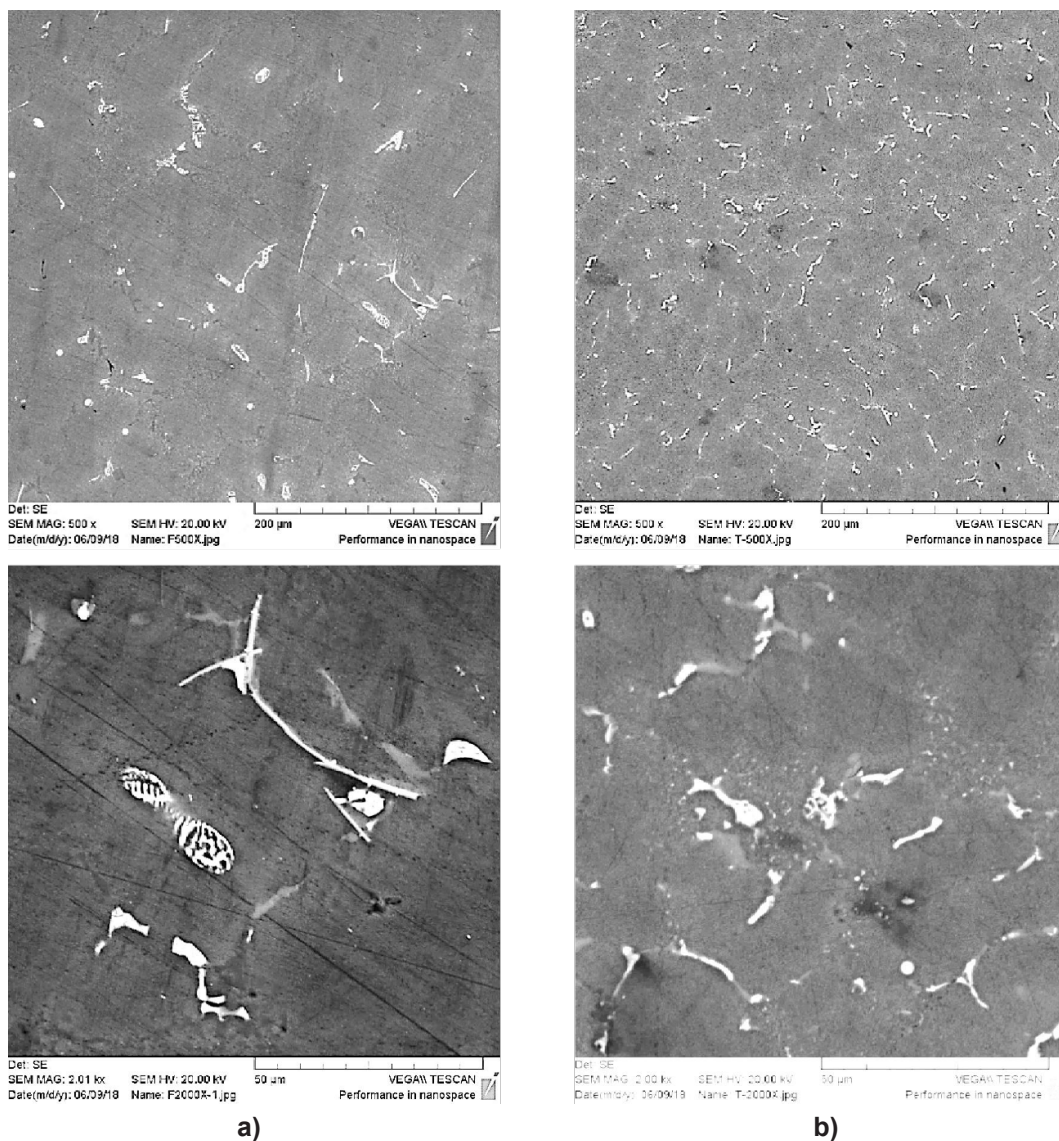
Slika 1. Mikrografi zlitine AlSi7Mg(Cu), pridobljeni s svetlobno mikroskopijo [9]

Figure 1. Micrographs of AlSi7Mg(Cu) alloy obtained by light microscopy [9]

Zadnje faze strjevanja so bile opažene na mejah zrn. Njihova oblika in barva kaže sekundarne evtektične faze $\alpha\text{Al}+\text{Al}_2\text{Cu}$ (delci in klastri ploščic) ter $\alpha\text{Al}+\text{Mg}_2\text{Si}$ (tanki razvejani črni delci) v litem stanju (F). Stanje po toplotni obdelavi kaže dobro razdelane sekundarne intermetalne faze na mejah zrn.

Primerjava porazdelitve mikrostrukturnih sestavnih delov in velikosti, zaznane z vrstičnimi elektronskimi

needle-like morphology, (Al_5SiFe) , and coarse secondary intermetallic phases at grain boundaries in as-cast state (F). The highest magnification (1000x) indicates the presence of under-modified eutectic (mixed fiber and lamella morphology). The heat-treated state (T) indicated uniformly distributed fiber morphology of main eutectic ($\alpha\text{Al}+\beta\text{Si}$). Last solidifying phases have been noticed at grain boundaries. Their morphology and colour reveals secondary eutectic phases $\alpha\text{Al}+\text{Al}_2\text{Cu}$



Slika 2. Vrščični elektronski posnetki zlitine AlSi7MgCu v a) litem stanju (F) in b) po toplotni obdelavi (T)

Figure 2. Scanning electron images of AlSi7MgCu alloy in a) as-cast (F) and b) heat-treated state (T)

mikroskopi pri največji povečavi, je prikazana na Sliki 2.

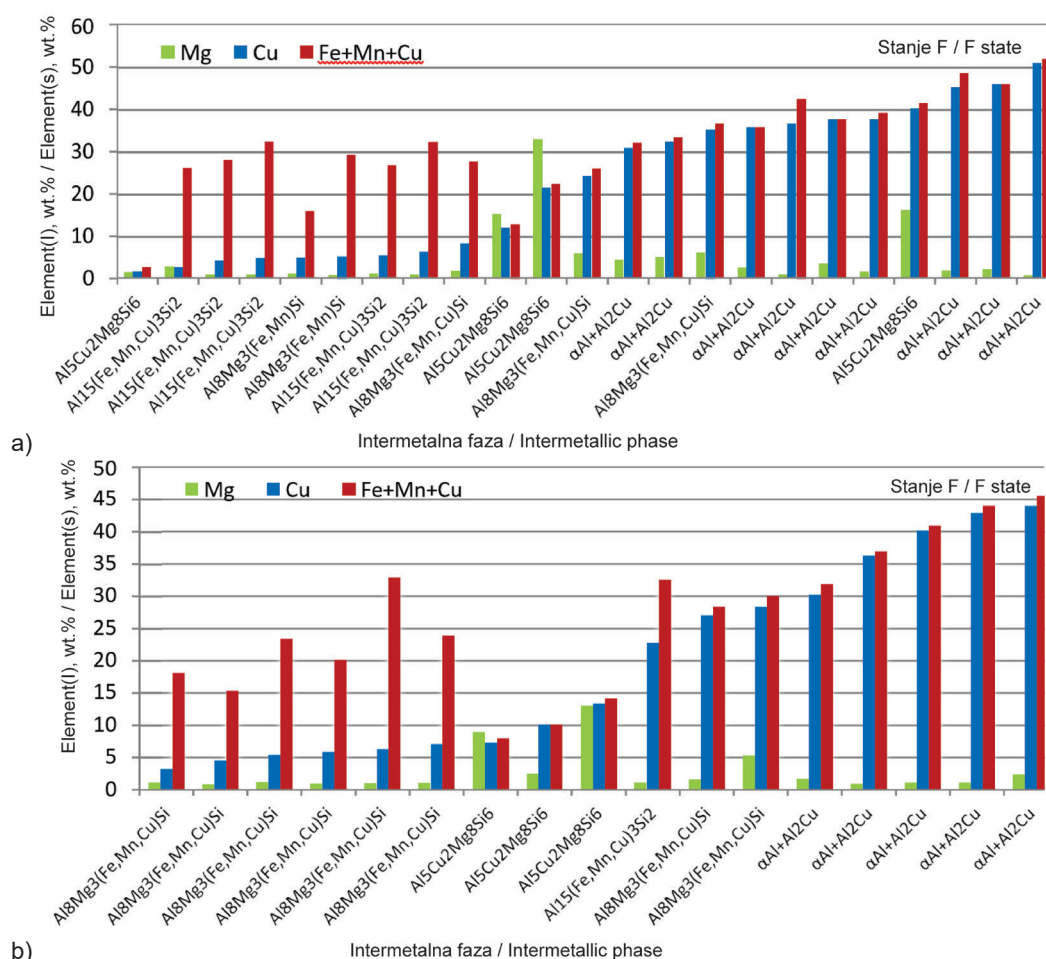
Poleg dendritske mreže je treba najprej oceniti železove iglaste formacije Al_5SiFe in/ali kompleksno formacijo, podobno

(platelets particles and clusters) and $\text{aAl}+\text{Mg}_2\text{Si}$ (thin ramified black particles) in as-cast (F) state. Heat-treated state reveals fine fragmented secondary intermetallic phases at the grain boundaries.

kitajskim pismenkam, $\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_3\text{Si}_2$. Ustrezno razmerje precipitata Cu in Mg je v kovinski matriki, medtem ko masa kohezijsko tvori kompleksne evtektične klastre $\text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})\text{Si}_6$ in fazo $\text{Al}_5(\text{Mn}, \text{Fe}, \text{Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$. Strjevanje se zaključí s precipitacijo sekundarne evtektične faze $\alpha_{\text{Al}} + \text{Mg}_2\text{Si}$ in $\alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_2(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})$. Toplotna obdelava pozitivno vpliva na enakomerno

Comparison of microstructural constituents' distribution and size revealed with scanning electron images at higher magnification is given in Figure 2.

Beside dendrite network, first to evaluate is iron-based needle-like Al_5SiFe and / or complex Chinese script formation $\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_3\text{Si}_2$. Appropriate ratio of Cu and Mg precipitate in a metal matrix,



Slika 3. Analiza vrstičnih elektronskih posnetkov zlitine AlSi7MgCu z energijsko disperzivno spektrometrijo v a) litem stanju (F) in b) po toplotni obdelavi (T)

Figure 3. Analysis of scanning electron images of AlSi7MgCu alloy by energy dispersive spectrometry in a) as-cast (F) and b) heat-treated state (T)

porazdelitev in izboljšavo intermetalnih faz. Morfološko škodljive intermetalne faze, obogatene v železu in znane kot faza β (Al_5SiFe), pri tovrstni obliki niso več prisotne. Po toplotni obdelavi so odpravljeni tudi klasični klastri Al_2Cu .

Analiza razvoja mikrostrukture je bila zaradi faz s Cu opravljena pri obeh tipih vzorcev. Analiza z energijsko disperzivno stehiometrijo nakazuje bistveno obogatitev značilnih intermetalnih faz z bakrom. Pregled vsebnosti Mg, Cu in celotna vsebnost prehodnih elementov (Fe+Mn+Cu) v litem stanju (F) in toplotno obdelanem stanju (T) sta predstavljena na Sliki 3.

Raziskava SEM/EDS omogoča določitev spremembe poti strjevanja zaradi večje vsebnosti bakra. Vsebnost magnezija, bakra in drugih pomembnih prehodnih elementov (Fe, Mn) v obeh stanjih je bila določena, kot je prikazano v Preglednici 3. Obe stanji sta nakazali veliko vsebnost pogostih prehodnih (Fe, Mn) in sekundarnih elementov (Mg, Cu). Stanje po toplotni obdelavi je v primerjavi z litim stanjem pokazalo upad vsebnosti magnezija, bakra in (Fe+Mn+Cu) na splošno tako zaradi procesa homogenizacije kot tudi zaradi

while the bulk cohesively forms complex eutectic clusters of $\text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe,Mn,Cu})\text{Si}_6$ and $\text{Al}_5(\text{Mn,Fe,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ phase. Solidification ends with secondary eutectic phase precipitations $\alpha_{\text{Al}}+\text{Mg}_2\text{Si}$ and $\alpha_{\text{Al}}+\text{Al}_2(\text{Fe,Mn,Cu})$. Heat treatment has a positive influence on uniform distribution and refining of intermetallic phases. Morphological detrimental intermetallic phases enriched in iron known as β phase (Al_5SiFe) are no longer present in that particular morphology. Also, classical Al_2Cu clusters have been resolved in heat-treated state.

Analysis of microstructure development was performed due to Cu content phases in both samples type. Energy dispersive stoichiometry analysis reveals significant copper enrichment of characteristic intermetallic phases. An overview of Mg, Cu and total transition elements (Fe+Mn+Cu) content in as-cast (F) and heat-treated (T) state is presented in Figure 3.

SEM/EDS investigation enables determination modification of solidification path induced by increased copper content. Magnesium, copper and other significant transition elements (Fe, Mn) content range

Preglednica 3. Mikrostrukturna analiza faz, ki prenašajo baker

Table 3. Microstructural analysis of copper bearing phases

Opis reakcije / Reaction description	Intermetalna faza / Intermetallic phase	Mg, wt. %		Cu, wt. %		Fe+Mn+Cu, wt. %	
		F	T	F	T	F	T
$\text{L} \rightarrow \text{L}_1 + \alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_5\text{SiFe} + \text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn,Cu})_3\text{Si}_2$	$\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn,Cu})_3\text{Si}_2$	0,88–2,80	1,12	2,65–6,34	22,77	26,04–32,32	32,54
$\text{L}_2 \rightarrow \text{L}_3 + \text{Al}_5(\text{Fe,Mn,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6 + \text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe,Mn,Cu})\text{Si}_6$	$\text{Al}_5(\text{Fe,Mn,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$	1,53–33,03	2,58–13,09	1,61–40,22	7,3–13,41	2,65–41,42	7,96–14,16
$\text{L}_2 \rightarrow \text{L}_3 + \text{Al}_5(\text{Fe,Mn,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6 + \text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe,Mn,Cu})\text{Si}_6$	$\text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe,Mn,Cu})\text{Si}_6$	0,82–6,07	0,85–5,29	4,87–35,3	3,26–28,35	15,83–36,68	15,37–32,93
$\text{L}_4 \rightarrow \alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_2(\text{Fe,Mn,Cu})$	$\alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_2(\text{Fe,Mn,Cu})$	0,71–5,02	0,89–2,33	30,86–45,96	30,23–43,98	32,07–51,89	31,88–45,55

ločevanja Mg in Cu v matrici [9]. Velika vsebnost Mg in Cu v določenih fazah je odvisna od položaja faz v hierarhiji procesa strjevanja in končne velikosti. Infiltracija pogostih prehodnih elementov, npr. Fe in Mn v fazah, ki prenašajo Cu, je privedla do visoke vsebnosti >30 wt.%, razen pri $\text{Al}_5(\text{Fe,Mn,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ z visoko vsebnostjo Mg. Čeprav veljajo faze, ki prenašajo Fe in Mn, za visokotemperaturne faze, kažejo rezultati raziskave tudi trajno interakcijo Fe, Mn in Cu pri tvorbi širokega razpona intermetalnih faz skozi celoten proces strjevanja.

Predhodne raziskave kažejo določitev zaporedja strjevanja in določitev lastnosti zlitine AlSi7MgCu [8,9,10] ter pomembno povečanje trdnosti teženja in natezne trdnosti inovativne zlitine AlSi7MgCu v litem stanju ter bistveno povečanje elongacije po toplotni obdelavi. Podobna raziskava v zvezi s fazami, ki prenašajo Cu, kaže na močnejšo interakcijo prehodnih elementov v zaporedju strjevanja prek sodelovanja pri tvorbi intermetalnih faz.

4 Sklepi

Mikrostrukturna raziskava zlitine AlSi7MgCu odkriva širok razpon zapletenih reakcij in možnih intermetalnih faz zaradi interakcije legirnih elementov in elementov v sledovih. Dodatek Cu (do 1,435 wt.%) kot sekundarni legirni element sproža dodatno interakcijo s prehodnimi elementi Fe, Mn in sekundarnim legirnim elementom Mg. Razvoj mikrostrukture in določitev zaporedja strjevanja zagotavlja karakterizacijo poti strjevanja tako neobdelanih kot toplotno obdelanih ulitkov.

Mikrostrukturna raziskava odkriva naslednje sestavine: dendritna mreža; železna iglasta formacija Al_5SiFe in/ali kompleksna formacija, podobna kitajskim

in both states has been determined as shown in Table 3.

Both states indicated a wide range of common transition (Fe, Mn) and secondary elements (Mg, Cu) content. The heat-treated state revealed decreasing of magnesium, copper and (Fe+Mn+Cu) content in general when compared to as-cast state, due to homogenisation process as well as resolving of Mg and Cu in matrix [9]. A wide range of Mg and Cu content in particular phases is dependent to the phases' position in solidification process hierarchy and final size. Infiltration of common transition elements such as Fe and Mn in Cu bearing phases resulted in high total content >30 wt.%, except for $\text{Al}_5(\text{Fe,Mn,Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ with high Mg content. Although Fe and Mn bearing phase are considered to be a high-temperature phases, the investigation results indicate continuous interaction of Fe, Mn and Cu in formation of wide range of intermetallic phases through the whole solidification process.

Previous investigation indicates a determination of solidification sequence and characterization of AlSi7MgCu alloy [8,9,10], indicating the significant increase in yield strength and tensile strength of innovative AlSi7MgCu alloy in as-cast state and significant increase of elongation in heat-treated state. The detailed microstructure investigation relating to the Cu bearing phases reveals a stronger interaction of transition elements in solidification sequence through participation in forming the intermetallic phases.

4 Conclusion

The microstructural investigation of AlSi7MgCu alloy reveals a wide range of complex reactions and possible intermetallic phases due to the interaction of alloying and

pismenkam $\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_3\text{Si}_2$; glavna evtektška ($\alpha_{\text{Al}} + \beta_{\text{Si}}$); kompleksen evtektski grozd faze $\text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})\text{Si}_6$ in faze $\text{Al}_5(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$. Strjevanje se zaključi s precipitacijo sekundarne evtektične faze $\alpha_{\text{Al}} + \text{Mg}_2\text{Si}$ in $\alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_2(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})$.

Ustrezno razmerje precipitata Cu in Mg v kovinski matrici, zlasti po toplotni obdelavi. Razmerje Mg in Cu v določenih intermetalnih fazah odkriva velik obseg njihove vsebnosti, kar je povezano s položaji faz v hierarhiji procesa strjevanja in končne velikosti. Infiltracija pogostih prehodnih elementov, npr. Fe in Mn v fazah, ki prenašajo Cu, je privedla do visoke vsebnosti prehodnih elementov ($\text{Fe} + \text{Mn} + \text{Cu}$) > 30 wt.%, razen pri $\text{Al}_5(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ z visoko vsebnostjo Mg. Čeprav veljajo faze, ki prenašajo Fe in Mn, za visokotemperaturne faze, kažejo rezultati raziskave tudi trajno interakcijo Fe, Mn in Cu pri tvorbi širokega razpona intermetalnih faz skozi celoten proces strjevanja.

Narava (morfologija in interakcije legirnih elementov) tvorjenih intermetalnih faz ustreza razvoju nateznih in mehanskih lastnosti zaradi močnih vezi in interakcije med celotnim procesom strjevanja.

Zahvala

Raziskave so bile opravljene v sodelovanju z družbo CIMOS – P.P.C. Buzet, d.o.o., Buzet, Hrvaška. Raziskave smo opravili v okviru preiskovane teme »Design and Characterization of Innovative Engineering Alloys« (Zasnova in opredelitev inovativnih tehničnih litin), oznaka: TP167, ki jo je finančno podprla Univerza v Zagrebu v okviru zagotavljanja finančne podpore raziskavam.

trace elements. An extra addition of Cu (up to 1,435 wt.%) as a secondary alloying element initiates additional interaction with transition elements Fe, Mn and secondary alloying element Mg. Evolution of microstructure and determination of solidification sequence enables characterization of solidification path in both states, as-cast and heat-treated.

The microstructural investigation reveals following constituents: dendrite network; iron-based needle-like Al_5SiFe and/or complex Chinese script formation $\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_3\text{Si}_2$; main eutectic ($\alpha_{\text{Al}} + \beta_{\text{Si}}$); complex eutectic clusters of $\text{Al}_8\text{Mg}_3(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})\text{Si}_6$ and $\text{Al}_5(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ phase. Solidification ends with secondary eutectic phase precipitations $\alpha_{\text{Al}} + \text{Mg}_2\text{Si}$ and $\alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_2(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})$.

The appropriate ratio of Cu and Mg also precipitate in a metal matrix, especially in heat-treated state. Ratio of Cu and Mg developed in particular intermetallic phases reveals a wide range of their content, which is connected to the phases' position in solidification process hierarchy and final size. Infiltration of common transition elements such as Fe and Mn in Cu bearing phases' resulted in high total content of transition elements ($\text{Fe} + \text{Mn} + \text{Cu}$) > 30 wt.%, except for $\text{Al}_5(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cu})_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ with high Mg content. Although Fe and Mn bearing phase are considered to be a high-temperature phases', the investigation results indicate a continuous interaction of Fe, Mn and Cu in formation of wide range of intermetallic phases through the whole solidification process.

The nature (morphology and alloying elements interaction) of formed intermetallic phases comprehends to the tensile mechanical properties' development due to strong connections and interactions during solidification process as a whole.

Acknowledgement

Investigations have been performed in collaboration with company CIMOS-P.P.C. Buzet, d.o.o., Buzet, Croatia. Investigations were performed within the research topic "Design and Characterization of Innovative Engineering Alloys", Code: TP167 funded by the University of Zagreb within the Framework of Financial Support of Research.

Viri / References

1. ...EAA - European Aluminium Association 4: Aluminium in cars, report Sustainability of the European aluminium industry 2008, http://www.european-aluminium.eu/pdf/Aluminium_in_cars_Sept2008.pdf
2. ...EAA-Aluminium-in-Cars-Unlocking-the-light-weighting-potential, 2013, www.european-aluminium.eu
3. Z. Zovko Brodarac, J. Kalinić, V. Šuica, Solidification sequence of AlSi11 alloy, 55th International Foundry Conference Portorož 2015, Conference Proceedings, ed. A. Križman, Ljubljana, Društvo livarjev Slovenije, 2015., 62-63, CD-ROM Brodarac
4. S. Seifeddine, Effect of cooling rate and Fe and Mn content on the tensile and fatigue properties of the Al-10%Si-2%Cu casting alloy, PhD Thesis, Jönköping University, Jönköping, 2008
5. US Patent 9163302B2, Castable Heat Resistant Aluminum Alloy, <https://patentimages.storage.googleapis.com/09/ac/da/fecdf021aa665a/US9163302.pdf>, 19.6.2018.
6. S. Bozorgi, K. Haberl, C. Kneissl, T. Pabel, P. Schumacher, Effect of Alloying Elements (Magnesium and Copper) on Hot Cracking Susceptibility of AlSi7MgCu-ALLOYS, Shape Casting: The 4th International Symposium (Ed.: M. Tiryakioğlu, J. Campbell, P. N. Crepeau), TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2011, San Diego, California, 113 - 120
7. D. Stanić, Z. Zovko Brodarac, F. Unkić, Mikrostrukturna i mehanička svojstva kokilno lijevanih uzoraka AlSi7Mg legure, Proceedings book of 9th International Foundrymen Conference (ed. F. Unkić), Sisak, Metalurški fakultet, 2009, CD-ROM 17-2009
8. Z. Zovko Brodarac, D. Stanić, Study of innovative AlSi7MgCu alloy with improved properties, 56th International Foundry Conference Portorož 2016, Conference Proceedings, Ed. A. Križman, P. Mrvar, J. Medved, P. Schumacher, R. Deike, M. Jan-Blažič, M. Debele, Ljubljana, Društvo livarjev Slovenije, Portorož, Slovenija, 2016 CD-ROM: 30_Zovko Brodarac, 1-15
9. Z. Zovko Brodarac, D. Stanić, Influence of heat treatment on AlSi7Mg(Cu) alloy properties development, Livarski vestnik. 65 (2018)1; 21-34
10. Z. Zovko Brodarac, Zdenka; D. Stanić, T. Holjevac Grgurić, Solidification sequence of innovative AlSi7MgCu alloy, 48th International October Conference on Mining and Metallurgy, Ed. N. Štrbac, D. Živković, University of Belgrade Technical Faculty in Bor, Bor, Serbia, 2016., 375-378
11. A. K. Dahle, J. Hjelen, L. Arnberg, Formation of hypoeutectic Al-Si alloys, Proceedings

- of the 4th International Conference on Solidification Processing, Sheffield, 1997, 527-530
12. ...ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys. Ohio: ASM International, Materials Park 1993.
 13. L. Bäckerund, G. Chai, J. Tamminen, Solidification Characteristics of Aluminium Alloys: Foundry Alloys Vol. 2, Stockholm: AFS/Skanaluminium; 1999.
 14. D. Dispinar, J. Campbell, Metal quality studies in secondary remelting of aluminium, J. Inst. Cast Met. Eng. 2004;178:78–86.
 15. L. F. Mondolfo, Aluminum Alloys, Structure and Properties, Butterworths, London, 211-841, 1976.
 16. N. A. Belov, D. G. Eskin, A. A. Aksenov, Multicomponent phase diagrams, Applications for commercial aluminum alloys, Elsevier, London, 47-52, 2005
 17. S. Ji, F. Yan, Z. Fan, A High Strength Aluminium Alloy for High Pressure Die Casting, Light Metals 2016, Aluminum Alloys, Processing and Characterization, Alloy
 18. J. Bäckman, Processing aspects for improving mechanical properties in aluminium castings (Linköping: Linköping University, Jönköping: Jönköping University, 1999), 2-3.
 19. E. R. Wang, X. D. Hui, S. S. Wang, Y. F. Zhao, G. L. Chen, Improved mechanical properties in cast Al-Si alloys by combined alloying of Fe and Cu, Materials Science and Engineering A, Vol. 527 (2010), 7878-7884.
 20. S. Seifeddine, The Influence of Iron on the microstructure and mechanical properties of cast Al-Si-alloys (Jönköping: Jönköping University, 2007), 4-15.
 21. F. H. Samuel, A.M. Samuel, H.W. Doty, Factors controlling the type and morphology of Cu-containing phases in 319 Al alloy, AFS Trans., 104 (1996) 893–901.
 22. C. H. Cacers, M. B. Djurdjevic, T. J. Stockwell, J. H. Sokolowski, The effect of Cu content on the level of microporosity in Al–Si–Cu–Mg casting alloys, Scripta Mater. 40 (5) (1999) 631–637
 23. S. G. Shabestari, H. Moemeni, Mater Process Technol 153-154 (2004) 193-198.
 24. I. Dugić, F. Henriksson, C. Strebel, Ö. Kosmaz, S. Seifeddine, On the Effect of Alloying Element Range on the Mechanical Properties of Recycled Aluminium Alloy EN AB-46000, Light Metals 2016, Aluminum Alloys, Processing and Characterization, Alloy Development and Applications, The Minerals, Metals & Materials Society, ed. E. Williams, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 115-120
 25. M. Riestra, S. Seifeddine, E. Sjölander, Tailoring Al-7Si-0.3Mg cast alloy properties to represent HPDC tensile and fatigue behaviour in component prototypes, La Metallurgia Italiana, 108 (2016)6, 33-36
 26. M. Tocci, A. Pola, L. Raza, L. Armellini, U. Afeltra Optimization of heat treatment parameters for a nonconventional Al-Si-Mg alloy with Cr addition by DOE method, La Metallurgia Italiana, 108 (2016)6, 141-144
 27. ...EN 1706:1998 Aluminum and aluminum alloys – Castings – Chemical compositions and mechanical properties
 28. ...IDM 4234, Honeywell – Garret, Industrial Division specification, Aluminium alloy castings 356-F, revision K, 2008
 29. D. Stanić, Z. Zovko Brodarac, F. Unkić, Mikrostrukturna i mehanička svojstva kokilno lijevanih uzoraka AlSi7Mg legure, Proceedings book of 9th International Foundrymen Conference (ed. F. Unkić), Sisak, Metalurški fakultet, 2009, CD_ROM 17-2009

Vpliv manjšega dodatka legirnih elementov na aluminijeve livarske zlitine

Influence of Minor Alloying Element Addition on Aluminium Casting Alloys

Izvleček

Standardni materiali ne izpolnjujejo strogih zahtev za kompleksne aplikacije. Članek obravnava modeliranje inovativnih aluminijevih zlitin z boljšimi lastnostmi za visokotemperaturne aplikacije. Za analizo vpliva dodatka cirkonija in molibdena na strjevanju zlitine Al-Si-Mg-Mn, smo uporabili termodinamične izračune, enostavno termično analizo in diferencialno kalorimetrijo. Optična mikroskopija in elektronska vrstična mikroskopija z energijsko disperzijsko spektroskopijo sta služili za določanje razvoja mikrostrukture preiskovanih zlitine.

Analizirali smo kemično sestavo, vrsto in količino nastalih faz, preučili ravnotežne in neravnotežne procese ter značilne temperature strjevanja za laboratorijske in industrijske aluminijeve zlitine. Ko smo v zlitino dodali cirkonij, se je izoblikovala nova igličasta faza. Molibden v zlitini je vključen v fazo AlFeMnSi, pri čemer v nekaterih primerih delno zamenja železo in oblikuje novo fazo AlFeMnMoSi z drugačno morfologijo bolj zaokrožene kitajske pisave.

Ključne besede: aluminijeve livarske zlitine, manjši legirni dodatki, termodinamika, strjevanje, mikrostruktura

Abstract

Standard materials do not satisfy the rigorous requirements for complex applications. The paper represents the modeling of innovative aluminium alloys with better properties for high temperature applications. Thermodynamic equilibrium calculations, simple thermal analysis and differential scanning calorimetry were used in order to analyse the influence of joint micro- addition of zirconium and molybdenum on solidification of Al-Si-Mg-Mn alloy, whereas the optical microscopy and scanning electron microscopy as well as the energy dispersive spectroscopy were employed to investigate the microstructure development of investigated experimental alloys.

An analysis of chemical composition and types of phases, the amount of phase and study of equilibrium and non-equilibrium processes and the characteristic solidification temperatures for laboratory and industrial aluminium alloys were made. When zirconium was added to the alloy, a needle-like phase formed. Molybdenum in the alloy is incorporated into the AlFeMnSi phase, and in some cases completely replaced iron, and formed a new AlFeMnMoSi phase with a different morphology in a more roundish Chinese script.

Keywords: Aluminium casting alloys, Minor alloying addition, Thermodynamics, Solidification, Microstructure

1 Uvod

V avtomobilski industriji se pojavlja potreba po novih aluminijevih zlitinah, ki imajo optimalno kombinacijo trdnosti, odpornosti proti utrujanju, preoblikovalnosti in korozijske obstojnosti¹. Zaradi zahtev po hitrem napredku tehnologije je veliko raziskav usmerjenih v razvoj novih aluminijevih zlitin. Sistem zlitin Al-Zn-Mg-Cu vzbuja največ zanimanja za nove zlitine, saj je osnovni sistem za razvijanje preoblikovalne zlitine tipa AA7075, ki ima najvišjo trdnost. Med vsemi novimi zlitinami je predvsem zlitina (6,5–7,5 wt.% Zn, 2–2,8 wt.% Mg, in 1–1,5 wt.% Cu) industrijsko uporabna. Povprečna vrednost natezne trdnosti takšne zlitine v T6 stanju znaša 570 MPa². K zlitini se dodajajo tudi drugi elementi, kot so Cr, Mn in Zr, ki vplivajo na strukturo zrn in podzrn ter pripomorejo k izboljšanju trdnosti. Za optimizacijo mehanskih lastnosti aluminijevih zlitin se lahko dodaja prehodni element Zr (0,1 – 0,15 mas. %), ki vpliva na enakomerno razporeditev delcev znotraj mikrostrukture³. Dodatek silicija in železa zniža topnost mangana, pospešuje hitrost precipitacije sekundarnih faz, ki vsebujejo mangan, kot npr. Al₆(Fe,Mn) ter poveča število nastalih Al₃Zr delcev⁴. Glede na literaturo⁵, sta, poleg aluminija in silicija, v aluminijevem kotu sistema Al-Fe-Mn-Si, v ravnotežju tudi fazi Al₆(Fe,Mn) in α-AlFeMnSi. V aluminijevem kotu sistema Al-Mn-Zr ni bilo odkritih ternarnih faz⁶.

Aluminijeve zlitine imajo širok spekter uporabnosti na katerega vplivajo kemijska sestava, udrobnjevanje in toplotna obdelava. Z ustrezno izbiro kemijske sestave in toplotne obdelave, je dosežena želena mikrostruktura ter posledično ustrezne mehanske lastnosti. Zaporedje toplotnih obdelav (raztopno žarjenje, gašenje in precipitacijsko utrjevanje, ki je

1 Introduction

New aluminium alloys with an optimal combination of strength, fatigue resistance, formability, and corrosion resistance, are desired in the automotive industry¹. Demands of rapidly evolving technology dictate the development of a novel aluminium casting alloys. The average value of ultimate tensile strength (UTS) for the strongest aluminium AA7075 alloys in the T6 temper is 570 MPa², which has found some industrial applications. Other alloying elements, such as Cr, Mn, and Zr are added to these type of alloys in order to control the grain and subgrain structures, which also contribute to the strengthening. To optimize mechanical properties of Al alloys, the addition of the transition element Zr (0.1 – 0.15 wt. %) was suggested in order to enhance the formation of small dispersions³. The addition of Si and Fe decreases solubility of Mn, accelerates precipitation rate of secondary Mn-bearing phases, such as Al₆(Fe,Mn), as well as increases formation of Al₃Zr particles⁴. According to the literature⁵, two main phases beside α-Al and β-Si are in equilibrium in the Al-rich corner of the Al-Fe-Mn-Si system: Al₆(Fe,Mn) and α-AlFeMnSi. No ternary compounds have been reported in the Al-rich corner of the Al- Mn-Zr system⁶.

The use of aluminium alloys is influenced by composition, grain-refining and corresponding heat treatment. By selecting the appropriate heat treatment, the desired microstructure and, consequently, the required mechanical properties may be achieved. Heat treatment is used when maximum strength is desired in a given composition by means of a solution annealing, quenching and precipitation hardening.

Al-Si alloy modification studies for high temperature applications have been

lahko naravno ali umetno) se uporabi, ko je potrebno doseči najvišjo trdnost z obstoječo kemijsko sestavo. V namen razumevanja modifikacij zlitin Al-Si za visokotemperaturno uporabo je bilo narejenih veliko raziskav^{7, 8, 9, 10}. Mikrolegiranje aluminijevih zlitin iz sistema Al-Si-Cu-Mg s Cr, Ti, V ali Zr, poviša mehanske lastnosti po T6 toplotni obdelavi. Napetost tečenja se lahko v primerjavi z osnovno zlitino poviša za 30 %, natezna trdnosti pa za 5 %¹¹. Ti/Zr/V z aluminijem in silicijem tvorijo Al(ZrTiV)Si fazo, ki poviša natezne lastnosti zlitine AlSi7Cu1 za 20-40 % in ima v primerjavi s komercialno A380 zlitino 11.5-15 x boljše duktilnost¹².

Toplotna obdelava zlitine AlSi7Cu1Mg0.5 z dodatki 0,21 mas. % Ti, 0,3 mas. % V in 0,47 mas. % Zr povzroči raztapljanje bakra, magnezijevih faz in Si-evtektika, med tem ko je (AlSi)_x(TiZrV) faza s tetragonalno kristalno strukturo odporna proti raztapljanju do temperatur med 696-705 °C, kar poviša temperaturno stabilnost preiskovanih zlitin¹³. Trdota zlitine po T6 toplotni obdelavi znaša 96 HRF. V zlitini AlSi7Cu1Mg0.5 z dodatki titana, vanadija in cirkonija, lahko nastanejo faze Cu₁₅Al₄₃Si, Al₅Mg₉Si₈Cu₂ in Al₁₄FeMg₄Si₆ ter intermetalne faze Al₃Si₂₆TiV₁₀Fe in Al₁₃Si₂Ti₃Zr. Med T6 toplotno obdelavo pride do raztapljanja Cu₁₅Al₄₃Si in Al₅Mg₉Si₈Cu₂ faz, železove faze (AlSiCuFe in Al₉Mg₁₂Si₆Fe) pa ostanejo neraztopljene. Intermetalne faze Al₂₇SiTiZr₉ in AlSiTiVFe ostanejo v mikrostrukturi v majhnih količinah¹⁴, z dodatkom 0.2 mas. % Zr in 0.2 mas. % Ni, pa nastanejo intermetalne faze (Al,Si)₃(Zr,Ti), Al₃CuNi in Al₉NiFe. Z višanjem temperature pada natezna trdnost teh zlitin, kar je posledica višanja deleža nikljevih in cirkonijevih faz. Pri 300 °C pride do približno 30 % povišanja natezne trdnosti in napetosti tečenja, v primerjavi z osnovno zlitino. Skupna vsebnost niklja in cirkonija ne sme presegati 0.4 mas. %¹⁵.

the subject of numerous studies^{7, 8, 9, 10}. Aluminium alloys from the Al-Si-Cu-Mg system with micro-additions of Cr, Ti, V and Zr increase the mechanical properties after the T6 heat treatment. The yield strength increases for 30 % and tensile strength for 5 % in comparison to the base alloy under the same conditions¹¹. Ti/Zr/V together with Al and Si form Al(ZrTiV)Si phase, which increases tensile properties of AlSi7Cu1 alloy by 20-40 % and exhibits 11.5-15 times better ductility compared to the commercial alloy A380¹². Heat treatment of the alloy AlSi7Cu1Mg0.5 with additions of 0.21 wt. % Ti, 0.3 wt. % V and 0.47 wt. % Zr, causes dissolution of Cu- and Mg-phases along with the eutectic Si, while (AlSi)_x(TiVZr) phase with tetragonal crystal structure is resistant to dissolution up to 696-705 °C, which increases high-temperature stability of examined alloys¹³. Hardness of the alloy after the T6 heat treatment is 96 HRF. In AlSi7Cu1Mg0.5 alloy with the addition of Ti, V and Zr following phases may form: Cu₁₅Al₄₃Si, Al₅Mg₉Si₈Cu₂ and Al₁₄FeMg₄Si₆ and intermetallic phases Al₃Si₂₆TiV₁₀Fe and Al₁₃Si₂Ti₃Zr, whereas during the T6 heat treatment, soluble annealing phases Cu₁₅Al₄₃Si and Al₅Mg₉Si₈Cu₂ dissolve, while Fe-phases AlSiCuFe and Al₉Mg₁₂Si₆Fe remain undissolved. The intermetallic phases Al₂₇SiTiZr₉ and AlSiTiVFe remain in the microstructure in small quantities¹⁴. With addition of 0.2 wt. % Zr and 0.2 wt. % Ni, intermetallic phases (Al,Si)₃(Zr,Ti), Al₃CuNi and Al₉NiFe are formed in the microstructure. By raising the temperature, the tensile strength of these alloys decreases as a result of increasing proportion of Ni and Zr-phases, while at 300 °C tensile properties (ultimate tensile strength and yield strength) are for about 30 % higher as compared to the base alloy. The total concentrations of Ni and Zr should not exceed 0.4 wt %¹⁵.

Z dodatkom molibdena (0.3 mas. %) zlitini Al7Si0.5Cu0.3Mg dosežemo, da material ohrani trdnost pri povišanih temperaturah ter ima višjo odpornost proti lezenju. Za 20, 15 in 35 % se povešajo tudi meja plastičnosti, natezna trdnosti in raztezek. V teh primerih se tvorijo Al-(Fe,Mo)-Si precipitanti, ki so stabilni pri 300 °C in preprečujejo premik dislokacij, s čimer utrdijo matrico¹⁶. S kombinacijo mangana (<0.5 mas. %) se precipitanti zmanjšajo, njihova množina pa se poveša¹⁷. Molibden prav tako preprečuje nastanek škodljive β -Al₅FeSi faze in tvori Al-(Fe,Mo)-Si, ki ima kubično strukturo.

V okviru tega dela, smo z namenom identifikacije mikrostrukturnih komponent iz predhodno omenjenih aluminijevih zlitin, uporabili termodinamske izračune (Thermo-Calc), različne termične analize ter optično in elektronsko mikroskopijo.

2 Eksperimentalno delo

V članku je bila obravnavana zlitina AlSi10MnMg, ki je bila legirana z Zr in/ali Mo. Izračuni termodinamskih ravnotežij so bili izvedeni s pomočjo programske opreme Thermo-Calc 2017a, uporabljena je bila podatkovna baza SSOL5. Kemijske sestave, ki so bile uporabljene za izračune izopletnih faznih diagramov zlitin, so podane v Tabeli 1. Vzorci so bili izdelani v indukcijski peči, kjer smo za taljenje uporabili jeklen lonček. Med ulivanjem so bile izvedene tudi enostavne termične analize (ETA). Izrisane so bile ohlajevalne krivulje, ki smo jih dobili s pomočjo ETA, in izračunani prvi odvodi, s pomočjo katerih smo določili karakteristične točke preiskovanih zlitin. Diferenčna vrstična kalorimetrija (DSC) je bila izvedena na napravi Netzsch STA 449C Jupiter. Vzorce za DSC analizo smo ustrezno pripravili in jih postavili v korundne

The strength of the alloy Al7Si0.5Cu0.3Mg with addition of Mo (0.3 wt. %) are maintained despite exposure to an elevated temperature, whereas the creep properties of the alloy improve. The plasticity limit, tensile strength and elongation increase by 25, 15 and 35 % with addition of Mo. In this case Al-(Fe,Mo)-Si precipitates are formed, which are stable at 300 °C, and inhibit dislocations barriers which hardens the matrix¹⁶. In combination with Mn (<0.5 wt. %), the precipitation concentration increases, whereas the size of precipitates reduces¹⁷. Mo also inhibits the formation of the harmful β -Al₅FeSi phase and forms Al-(Fe,Mo)-Si phase of cubic structure¹⁸.

In this article, equilibrium thermodynamic calculations (Thermo-Calc), various thermal analyses and optical and scanning electron microscopy were used in order to identify the influence of Mo and Zr addition on the course of the solidification and the generated microstructures of aluminium system Al-Si-Mg-Mn.

2 Experimental Work

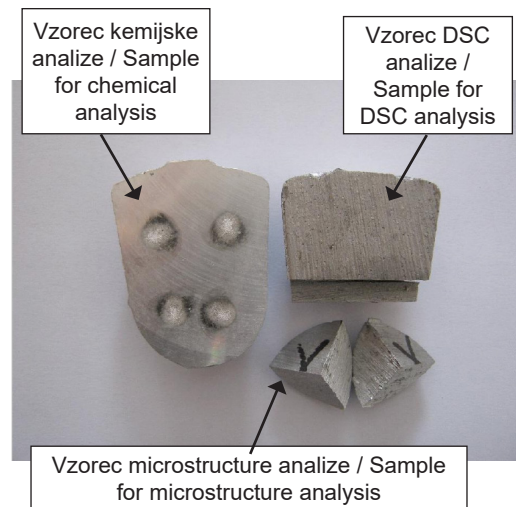
In this research AlSi10MnMg alloy (named Silafont 36 by Rheinfelden) was used and alloyed with various combinations of Zr and Mo. Thermodynamic calculations were performed with Thermo-Calc 2017a software in combination with the SSOL5 database. Chemical compositions of alloys given in Table 1 were used in order to calculate isopleth phase diagrams of experimental alloys. Samples were melted in an induction furnace using steel crucible, whereas simple thermal analysis (STA) was performed, from which data cooling curves and their derivatives were plotted and characteristic temperatures were determined. Differential scanning calorimetry (DSC) was performed

Table 1. Chemical composition of experimental alloys /wt. %.**Tabela 1.** Kemijska sestava preiskovanih zlitin v mas. %.

Alloy	Mo	Zr	Fe	Mn	Cr	Ti	Si	Mg	Al
A1	0	0	0.11	0.52	0.20	0.092	10.89	0.64	rest
A2	0	0.18	0.12	0.49	0.18	0.063	10.68	0.65	rest
A3	0.11	0.21	0.12	0.48	0.21	0.069	10.02	0.65	rest
A4	0.22	0.19	0.12	0.45	0.21	0.054	9.56	0.65	rest

lončke, v katerih smo jih nato ogrevali in ohlajali s hitrostjo 10 K/min v zaščitni Ar atmosferi. Za mikrostrukturno analizo smo vzorce najprej metalografsko pripravili in jih nato analizirali s pomočjo optičnega mikroskopa Olympus BX61, ki je opremljen z DP70 kamero. Hkrati je bila opravljena tudi vrstična elektronska mikroskopija s pomočjo JEOL JSM-5610 elektronskega

using Netzsch STA 449c Jupiter apparatus. A sample for DSC was put in a corundum crucible and heated and cooled at a constant rate of 10 Kmin⁻¹ in an Ar protective atmosphere. Samples for microstructural examination were prepared by conventional metallographic procedure and examined using Olympus BX61 optical microscope with DP70 camera. In order to do the electron microscopy and identification of phases present in these experimental alloys a Scanning electron microscope JEOL JSM-5610 with attached EDS was used. Samples and sampling method for STA, DSC and microstructure investigations are presented in Fig. 1.



Slika 1. STA vzorec, v katerem imamo prikazana mesta, iz katerih so bili narejeni vzorci za nadaljnje analize (kemijska analiza, DSC in mikrostrukturna analiza)

Figure 1. Samples after STA and sampling method for chemical composition analysis, DSC and microstructure investigations

3 Results and Discussion

3.1 Thermodynamic Calculations

From the chemical composition given in Table 1 the course of equilibrium solidification and the equilibrium phases were calculated for all experimental alloys in order to predict equilibrium phase formation. Fig. 2 is showing Scheil-Gulliver solidification calculated for all investigated alloys. According to the thermodynamic equilibrium calculation, solidification of the primary α -Al with additions of Zr or/and Mo moves to a higher temperature (A2 – A4 in Fig. 2). Solidification temperature interval increases, agreeing with STA

vrstičnega mikroskopa, ki je opremljen z energijsko disperzijskim spektrometrom (EDS). S pomočjo EDS analize smo analizirali in identificirali prisotne faze v preiskovanih zlitinah. Vzorci, ki so bili uporabljeni za STA, DSC in mikrostrukturne preiskave so prikazani na Sliki 1.

3 Rezultati in diskusija

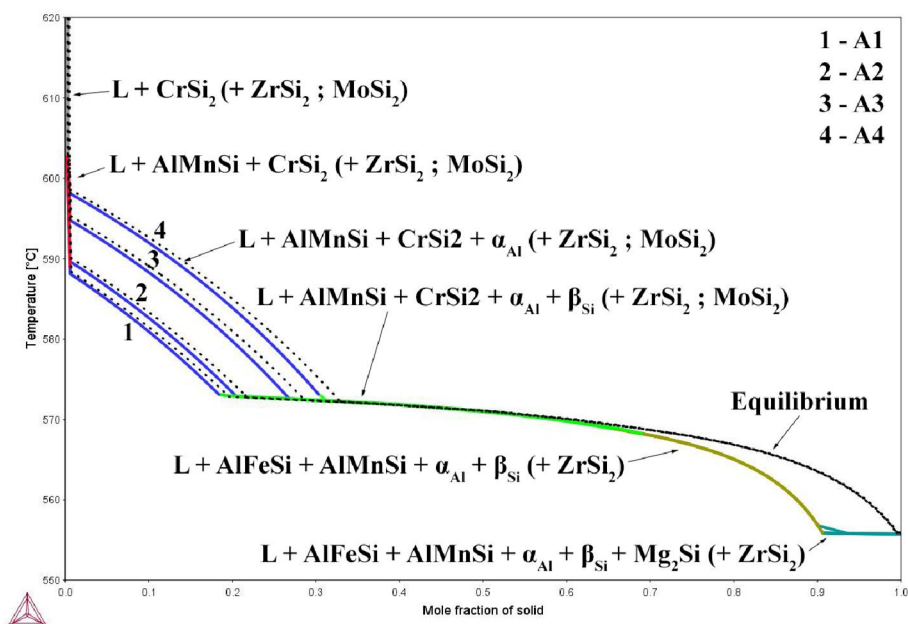
3.1 Termodinamični izračuni

Za vse preiskovane zlitine s kemijskimi sestavami, ki so podane v Tabeli 1, so bili narejeni termodinamični izračuni ravnotežnega strjevanja in določene ravnotežne faze, ki se pojavljajo. Na Sliki 2 imamo predstavljen Scheil-Gulliverjev diagram strjevanja izračunan za vse analizirane zlitine. Glede na termodinamični ravnotežni izračun, se strjevanje primarnega

measurements, presented hereafter. New phases (ZrSi_2 , MoSi_2 , Al_{12}Mo) were predicted and are attributed to the Zr or/and Mo. The SSOL5 databases does not contain multi-component phases with Zr and Mo, which are according to the microstructural examination and literature definitely present.

3.2 Simple Thermal Analysis

Fig. 3 shows cooling curves of investigated alloys. It can be seen that during solidification, liquidus temperature of the A1 alloy without additives is lower compared to alloys containing Zr or/and Mo. Liquidus recalescence decreases or even disappears with addition of Zr or/and Mo. With addition of Mo to the alloy Silafont 36, solidification of Mo-eutectic immediately after start of the primary solidification can be detected,



Slika 2. Scheil-Gulliverjev diagram strjevanja izračunan za vse analizirane zlitine

Figure 2. Scheil-Gulliver solidification simulation, calculated for all investigated alloys

α -Al z dodatkom Zr in/ali Mo pomakne k višjim temperaturam. Prav tako se razširi strjevalno območje, kar smo potrdili tudi s pomočjo STA analize, rezultati le-te bodo predstavljeni v nadaljevanju. Pojavijo se tudi nove faze (Al_3Zr , MoSi_2 in Al_{12}Mo), ki smo jih predvideli in so posledica dodatka Zr in/ali Mo. Uporabljena podatkovna baza SSOL5 ne vsebuje več komponentnih faz, ki se tvorijo z Zr, ter Mo in so prisotne, kar potrjujeta tako mikrostrukturalna analiza, kot tudi literatura.

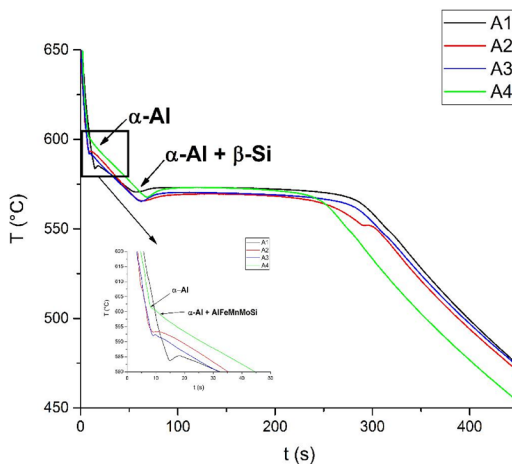
3.2 Enostavna termična analiza

Na Sliki 3 imamo predstavljene ohlajevalne krivulje preiskovanih zlitin. Iz diagrama je razvidno, da se likvidus temperatura z dodatkom Zr in/ali Mo zvišuje v primerjavi z vzorcem S1, ki je brez dodatka omenjenih legirnih elementov. Z dodatkom Zr in/ali Mo se likvidus rekalescenca zmanjšuje in lahko tudi izgine. Z dodatkom Mo zlitini AlSi10MnMg , se začne eutektik na osnovi Mo strjevati takoj za primarnim strjevanjem, kar je posledica modificiranega (α -Al + AlFeMnSi) eutektika. Temperaturni interval strjevanja preiskovane zlitine (S2) se poveča z dodatkom Zr. Med tem, ko nam dodatek Zr zmanjša časovni interval strjevanja, dodatek Mo nima bistvenega vpliva.

3.3 Diferenčna vrstična kalorimetrija

Na Sliki 4 imamo predstavljene rezultate DSC analize za preiskovane zlitine (S1 – S4). Razvidno je, da se entalpija izločanja (povečano območje na sliki 4a) poveča z dodatkom Zr in se tudi pomakne k višjim temperaturam, kjer je izločevanje bolj intenzivno. Prav tako je evidentno, da se potek taljenja z dodatkom Zr in/ali Mo močno

which was attributed to the modified (α -Al + AlFeMnSi) eutectic. The solidification temperature interval for the investigated alloy (A2) is increased when the alloy was modified with Zr. Zr in the investigated alloy reduces the solidification time interval, whereby Mo does not have any significant influence.



Slika 3. Ohlajevalne krivulje preiskovanih zlitin

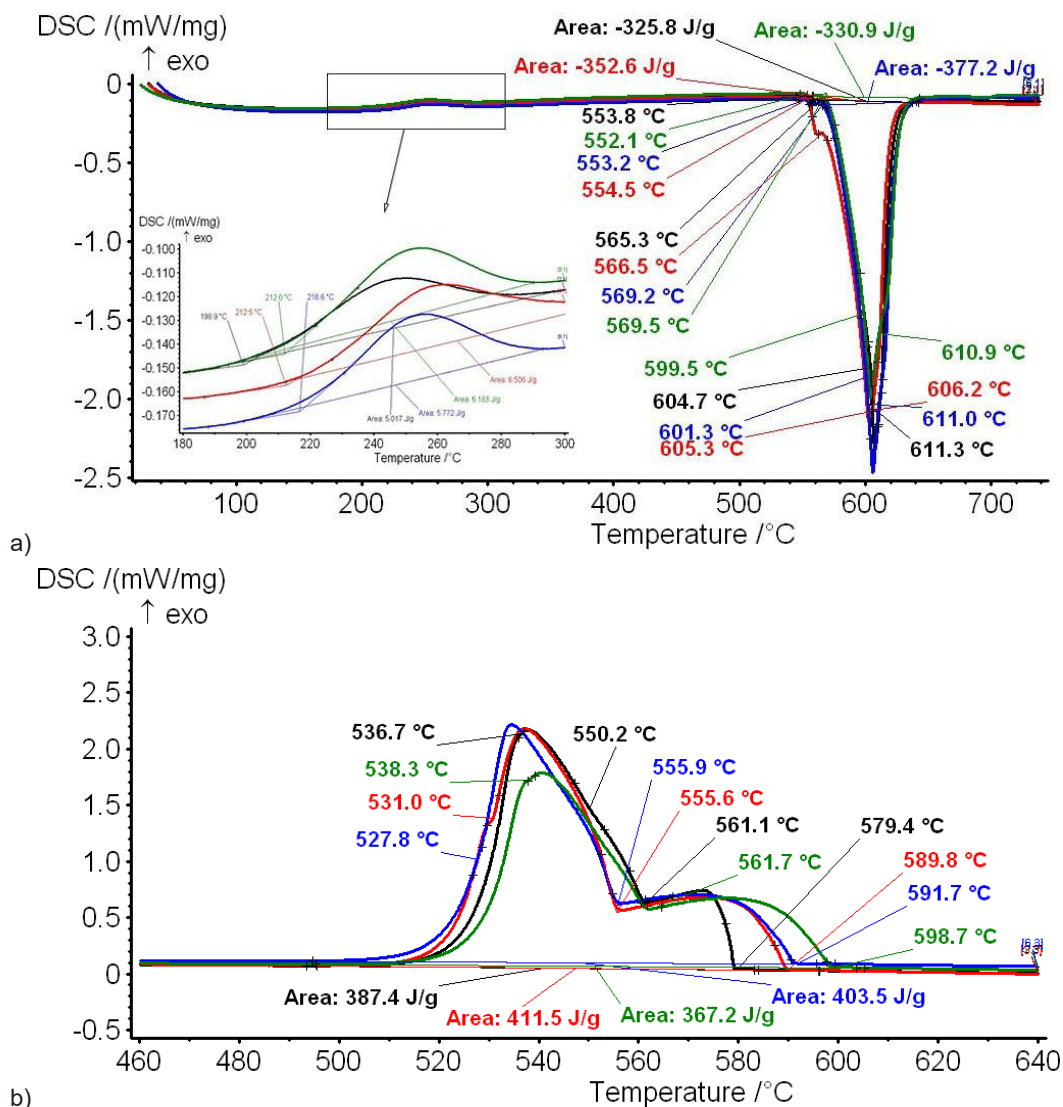
Figure 3. Cooling curves of investigated alloys

3.3 Differential scanning calorimetry

Results obtained from DSC analysis of alloys A1 – A4 are shown in Fig. 4. It is evident that the enthalpy of precipitation (magnified section in Fig. 4a) increases when Zr is added, and begins at a higher temperature, whereas the precipitation is more intense. Furthermore, the melting course of alloys with Zr or Mo additions differs significantly in comparison to the alloy A1 with no additions. Melting enthalpy also indicates on the differences, whereas it increases with the addition of Zr or Mo. Fig. 4b shows a relatively equilibrium solidification process. As already noted by thermodynamic calculations and STA, it can be seen that the addition of 0.2 wt. %

razlikuje od poteka taljenja osnovne zlitine brez dodatkov (S1). Hkrati se spremeni tudi tališna entalpija, ki se z dodatkom Zr in/ali Mo poveča. Na Sliki 4b je predstavljeno

Zr or/and 0.2 wt. % Mo increases liquidus temperature.



Slika 4. Ogrevna DSC krivulja s povečanim območjem izločevanja a) in ohlajevalna DSC krivulja b) vseh preiskovanih vzorcev: S1 – črna, S2 – rdeča, S3 – zelena in S4 – modra krivulja

Figure 4. Heating DSC curves, where the precipitation section is magnified (a) and cooling DSC curves (b) of all experimental samples: A1 – black, A2 – red, A3 – blue and A4 – green

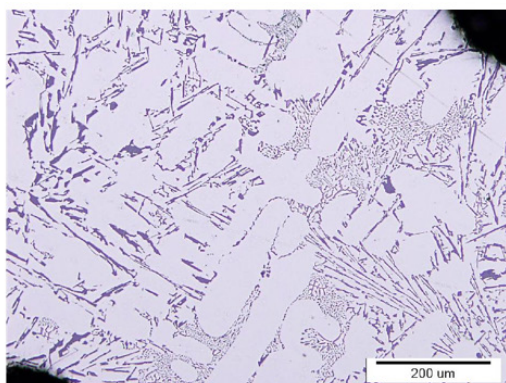
ravnotežno strjevanje. Kot je že bilo ugotovljeno s pomočjo termodinamičnih izračunov in DSC analize, nam dodatek 0,2 mas.% Zr in/ali 0,2 mas.% Mo zviša likvidus temperaturo.

3.4 Optična in elektronsko vrstična mikroskopija

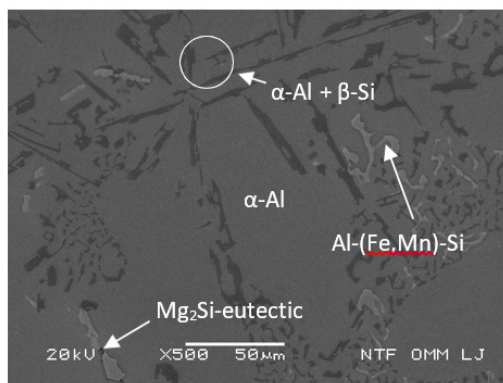
Na Sliki 5 imamo predstavljeno mikrostrukturo DSC vzorcev v litem stanju. V nadaljevanju so prikazane fotografije mikrostruktur, ki so bile posnete s svetlobnim optičnim mikroskopom in elektronskim vrstični mikroskopom. Oblika in porazdelitev mikrostrukturnih sestavin

3.4 Optical and Electron Microscopy

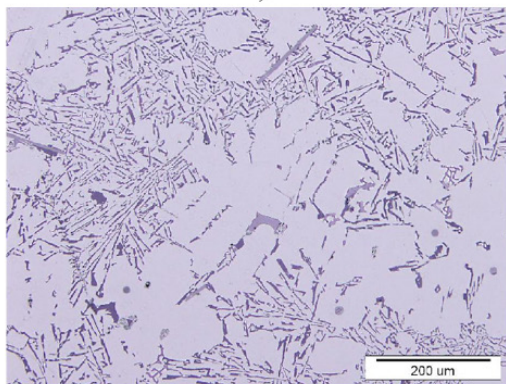
Microstructure of samples from STA in as-cast state are shown in Fig. 5. Optical micrographs, where shape and distribution of microstructural components were observed (Fig. 5a, c, e, g) and images from electron microscopy of investigated alloys, where EDS analysis was made (Fig. 5b, d, f, h), are presented. From the optical micrographs can be concluded that the addition of Zr or/and Mo causes a formation of a smaller microstructure components, which is most evident for the eutectic (α -Al + β -Si). Furthermore, microstructure of the alloy A2 exhibit needles belonging to the Zr-phase, and in the alloy A3 and A4 the modified



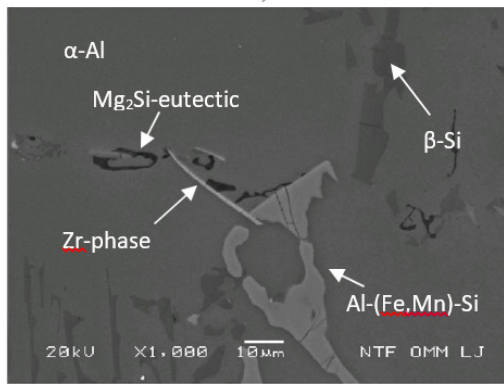
a)



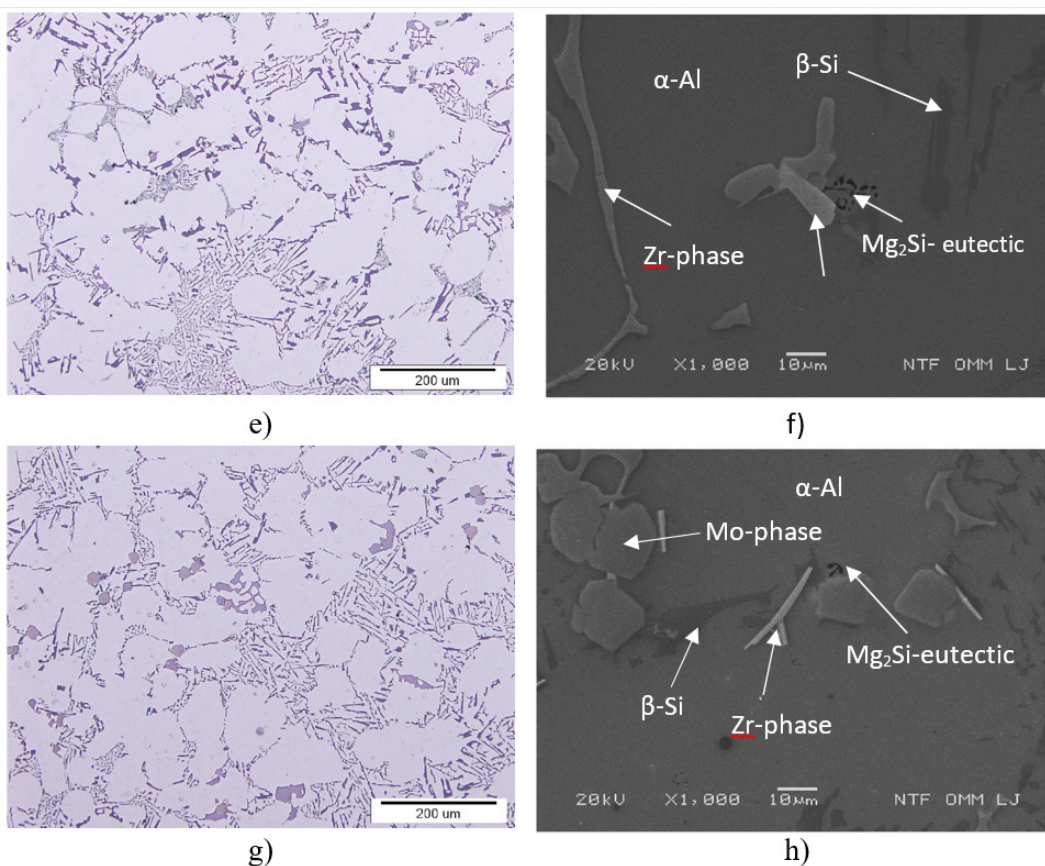
b)



c)



d)



Slika 5. Fotografije mikrostruktur posnete z optično mikroskopijo (a, c, e in g), vrstično elektronsko mikroskopijo in pripadajočimi območji EDS analize (b, d, f in h) za preiskovane vzorce S1 (a, b), S2 (c, d), S3 (e, f) in S4 (g, h)

Figure 5. Optical micrographs (a, c, e, g) and SEM images, where EDS analysis of marked phases was made (b, d, f, h) of experimental AlSi10MgMn alloy A1 (a, b), A2 (c, d), A3 (e, f) and A4 (g, h)

je bila analizirana s pomočjo optičnega svetlobnega mikroskopa. Med tem, ko smo s pomočjo elektronskega vrstičnega mikroskopa analizirali kemijsko sestavo faz preiskovanih zlitin z ali brez dodatka Zr in/ali Mo. Iz mikrostruktur na Slikah 5a, c, e in g lahko ugotovimo, da dodatek Zr in/ali Mo povzroči nastanek manjših mikrostrukturnih sestavin, kar je najbolj opazno pri evtektiku (α -Al + β -Si). V mikrostrukturi vzorca S2

AlFeMnSi phase due to Mo can be seen. In the alloy A4 both newly formed phases belonging to added alloying elements were detected. The morphology of the Zr-phase in the investigated alloys is similar to the phase morphology $(\text{AlSi})_3(\text{ZrTi})$ [10,11] and the morphology of Mo-phase is similar to the phase $\text{Al}(\text{Fe},\text{Mo})\text{Si}$, according to the literature.

opazimo faze v obliki iglic, ki pripadajo Zr fazam, med tem ko pri zlitini S3 opazimo modificirano fazo AlFeMnSi, ki je posledica dodatka Mo. Pri zlitini S4 imamo v mikrostrukturi obe novo nastali fazi, ki sta posledica dodatka Mo in Zr. Morfologija Zr in Mo faz v preiskovanih zlitinah je glede na literaturo podobna morfologiji faze $(\text{AlSi})_3(\text{ZrTi})$ ^{10,11} in Al(Fe,Mo)Si.

4 Zaključki

Glede na literaturne vire in trenutne raziskave vpliva Zr in/ali Mo na potek strjevanja, razvoj mikrostrukture in mehanskih lastnosti, lahko povzamemo naslednje zaključke:

Začetek strjevanja preiskovanih zlitin se z dodatkom Zr in/ali Mo prestavi k višjim temperaturam, istočasno se likvidus rekalescenca zmanjša ali celo izgine, med tem, ko se temperaturni interval strjevanja poveča.

Z dodatkom Zr preiskovanim zlitinam se začnejo tvoriti igličaste Zr faze. Po drugi strani pa se dodani Mo vgrajuje v AlFeMnSi fazo in v nekaterih primerih zamenja Fe in tako tvori novo AlFeMnMoSi fazo z drugačno morfologijo, ki je podobna kitajski pisavi, ampak s to razliko, da je okroglih oblik.

4 Conclusion

According to the literature sources and current research results, the influence of Zr or/and Mo on the course of solidification and the microstructure development, the following conclusion can be made:

The start of solidification of the investigated alloys with the addition of Zr or/and Mo shifts to a higher temperature, while the liquidus recalescence decreases or even disappears and the solidification temperature interval increases.

Zr and/or Mo causes the formation of a smaller microstructure components. When Zr was added in the alloy, a needle-like phase formed. Mo in the alloy is incorporated into AlFeMnSi phase, and in some cases replaced Fe, and formed new AlFeMnMoSi phase with a different morphology in a more roundish Chinese script.

Viri / Literature

- 1 Christian B. Fuller, Albert R. Krause, David C. Dunand, David N. Seidman (2002) Microstructure and mechanical properties of a 5754 aluminum alloy modified by Sc and Zr additions, Materials Science and Engineering A338: 8-16.
- 2 Bendjeddou L, Debili MY, Fekrache A, Boulkhessaim S (2009) Structure and phase transformation in HF melted Al-Fe-Ti alloys, Phiysisc Procedia 02: 1113-1118.
- 3 Forbord B, Hallem H, Ryum N, Marthinsen K (2004) Precipitation and recrystallisation in Al-Mn-Zr with and without Sc, Materials Science and Engineering A 387-389: 936-939.

- 4 Karlík M, Maník T, Lauschmann H (2012) Influence of Si and Fe on the distribution of intermetallic compounds in twin-roll cast Al-Mn-Zr alloys, *Journal of Alloys and Compounds* 515: 108-113.
- 5 Poková M, Cieslar M, Lacaze J (2012) The influence of silicon content on recrystallization of twin-roll cast aluminum alloys for heat exchangers, *Manufacturing Technology* 12: 212-217.
- 6 Johansen A (2000) Microstructures and properties of aluminium-magnesium alloys with additions of manganese, zirconium and scandium, *The Norwegian University of Science and Technology, Trondheim*, p. 15.
- 7 Shaha SK, Czerwinski F, Kasprzak W, Chen DL (2014) Work hardening and texture during compression deformation of the Al-Si-Cu-Mg alloy modified with V, Zr and Ti, *J. Alloy. Compd.* 593: 290-299.
- 8 Gao T, Zhu X, Sun Q, Liu X (2013) Morphological evolution of ZrAlSi phase and its impact on the elevated-temperature properties of Al-Si piston alloy, *J. Alloy. Compd.* 567: 82-88.
- 9 Shaha SK, Czerwinski F, Kasprzak W, Chen DL (2014) Tensile and compressive deformation behavior of the Al-Si-Cu-Mg cast alloy with additions of Zr, V and Ti, *Mater. Des.* 59: 352- 358.
- 10 Shaha SK, Czerwinski F, Kasprzak W, Friedman J, Chen DL (2014) Effect of Zr, V and Ti on hot compression behavior of the Al-Si cast alloy for powertrain applications, *J. Alloy. Compd.* 615: 1019-1031.
- 11 Shaha SK, Czerwinski F, Kasprzak W, Friedman J, Chen DL (2016) Ageing characteristics and high-temperature tensile properties of Al-Si-Cu-Mg alloys with micro-additions of Cr, Ti, V and Zr, *Materials Science & Engineering A*, A 652: 353-364.
- 12 Shaha SK, Czerwinski F, Kasprzak W, Friedman J, Chen DL (2015) Microstructure and mechanical properties of Al-Si cast alloy with additions of Zr-V-Ti, *Materials & Design* 83: 801-812.
- 13 Shaha SK, Czerwinski F, Kasprzak W, Friedman J, Chen DL (2014) Thermal stability of (AlSi)_x(ZrVTi) intermetallic phases in the Al-Si- Cu-Mg cast alloy with additions of Ti, V, and Zr, *Thermochimica Acta* 595: 11-16.
- 14 Kasprzak W, Amirkhiz BS, Niewczas M (2014) Structure and properties of cast Al-Si based alloy with Zr-V-Ti additions and its evaluation of high temperature performance, *Journal of Alloys and Compounds* 595: 67-79.
- 15 Mohamed AMA, Samuel FH, Kahtani SA (2013) Microstructure, tensile properties and fracture behavior of high temperature Al-Si-Mg-Cu cast alloys, *Materials Science & Engineering A577*: 64-72.
- 16 Farkoosh AR, Grant Chen X, Pekguleryuz M (2015) Dispersoid strengthening of a high temperature Al-Si-Cu-Mg alloy via Mo addition, *Materials Science & Engineering A* 620: 181-189.
- 17 Farkoosh AR, Grant Chen X, Pekguleryuz M (2015) Interaction between molybdenum and manganese to form effective dispersoids in an Al-Si-Cu-Mg alloy and their influence on creep resistance, *Materials Science & Engineering A* 627: 127-138.
- 18 MEDVED J, KORES S, VONČINA M (2018) Development of innovative Al-Si-Mn-Mg alloys with high mechanical properties, *TMS 2018: Light Metals*. 373-380.

Opredelitev mikrostrukturnih sestavin v naprednem aluminijevem bronu

Determination of Microstructural Constituents in an Advanced Aluminium Bronze

Izvleček

V tej raziskavi smo preučevali aluminijev bron, ki vsebuje 18 % Ni. Bron je bil lit v pesek. Analize so bile opravljene na prilitih napetih vzorcih. Vzorce smo pripravili z ustreznimi metalografskimi metodami. Preučevali smo jih s pomočjo svetlobne mikroskopije, vrstične elektronske mikroskopije, mikrokemične analize, rentgenske difrakcije in diferenčnih toplotnih analiz.

Tipična mikrostruktura v litem stanju je sestavljena iz globulitne β -faze, ki je pravzaprav intermetalna faza AlNi. Obstajata dve vrsti dvofaznih sestavnih delov v interdendritnih prostorih; obe zajemata α -Cu (trdna raztopina, obogatena s Cu) in β . Pri prvi sestavini (α -Cu + β -AlNi) so grobe β -palice v fazi α , pri drugi sestavini (α -Cu + β -AlNi) pa je prisotna lamelna struktura (α -Cu + β -AlNi)). V mikrostrukturi so prisotni tudi železno-kromovi boridi. Mikrostruktura vzorca DTA je po kakovosti enaka, vendar pa so mikrostrukturni sestavni deli precej bolj grob.

Ključne besede: aluminijev bron, nikelj, mikrostruktura, strjevanje

Abstract

In this investigation, we investigated a sand-cast aluminium bronze containing 18 % Ni. The bronze was sand cast. The analyses were carried out on cast-on tensile specimens. The samples were prepared by appropriate metallographic methods. They were investigated using light microscopy, scanning electron microscopy, microchemical analysis, X-ray diffraction and differential thermal analysis.

A typical as-cast microstructure consists of globular β -phase, which is fact the intermetallic phase AlNi. There are two types of two-phase constituents in the interdendritic spaces; both comprising of α -Cu (Cu-rich solid solution) and β . In the first (α -Cu + β -AlNi) constituent, there are coarse β -rods in phase α , while the second (α -Cu + β -AlNi) constituent exhibits a lamellar (α -Cu + β -AlNi structure. Also, iron-chromium borides are present in the microstructure. The microstructure of the DTA-sample is qualitatively the same, but the microstructural constituents are considerably coarser.

Keywords: aluminium bronze, nickel, microstructure, solidification

1 Uvod

Napredni aluminijevi bronji, ki vsebujejo cink in imajo večjo vsebnost niklja, se uporabljajo v steklarski industriji, zlasti za kalupe za steklenice [1]. Ti kalupi so dolgotrajno izpostavljeni visokim temperaturam in mehanskim obremenitvam, njihova površina pa je v stiku s staljenim steklom. Zlitina za kalupe mora omogočati izjemno toplotno prevodnost, imeti pa mora tudi odlične mehanske lastnosti tako pri sobni kot pri visokih temperaturah [2]. Dodatki niklja k tem aluminijevim bronom so pomembni za zagotavljanje želenih lastnosti. V razpoložljivi literaturi ni nobenih objav v zvezi z mikrostrukturno teh naprednih bronov. Vendar pa brez znanja o tem racionalna optimizacija sestave teh zlitin ni mogoča.

2 Poskusni postopek

V tej raziskavi je poseben poudarek na aluminijevem bronu, ki vsebuje 18 % Ni. Bron je bil lit v pesek. Analize so bile opravljene na prilitih napetih vzorcih. Vzorce smo pripravili z ustreznimi metalografskimi metodami. Preučevali smo jih s pomočjo svetlobne mikroskopije (LM), vrstične elektronske mikroskopije (SEM), mikrokemične analize (EDS), rentgenske difrakcije (XRD) in diferenčnih toplotnih analiz (DTA). Uporabili smo svetlobni mikroskop Nikon 300, Sirion 400 NC, FEI, vrstični elektronski mikroskop, ki je bil opremljen z EDS-analizatorjem, INCA 350. Rentgenska difrakcija (XRD) je bila posneta v sinhotronu Elettra v Trstu, Italija, s pomočjo sevanja z valovno dolžino 0,099996 nm v načinu prenosa. Diferenčna toplotna analiza (DTA) je bila opravljena na temperaturi med sobno temperaturo in 1.200 °C s hitrostjo segrevanja in ohlajanja 10 °C/min.

1 Introduction

Advanced aluminium bronzes, containing zinc and higher contents of nickel, have been used in the glass industry, predominantly for the bottle moulds [1]. These moulds are exposed to high heat and mechanical loads for extended periods, and their surface is exposed to the molten glass. The mould alloy should have excellent heat conductivity and superb mechanical properties at room and elevated temperatures [2]. The additions of nickel to these aluminium bronzes are significant for attaining the desired properties. There are no publications regarding the microstructure of these advanced bronzes in the available literature. However, without this knowledge, any rational optimisation of the composition of these alloys is not viable.

2 Experimental

In this investigation, we give special attention to the aluminium bronze containing 18 % Ni. The bronze was sand cast. The analyses were carried out on cast-on tensile specimens. The samples were prepared by appropriate metallographic methods. They were investigated using light microscopy (LM), scanning electron microscopy (SEM), microchemical analysis (EDS), X-ray diffraction (XRD) and differential thermal analysis (DTA). We used a Nikon 300 light microscope, a Sirion 400 NC, FEI, scanning electron microscope, which was equipped with an EDS-Analyser, INCA 350. XRD was carried at synchrotron Elettra, Trieste, Italy, using radiation with a wavelength of 0.099996 nm in the transmission mode. DTA was carried out between room temperature and 1200 °C with the heating and cooling rates of 10 °C/min.

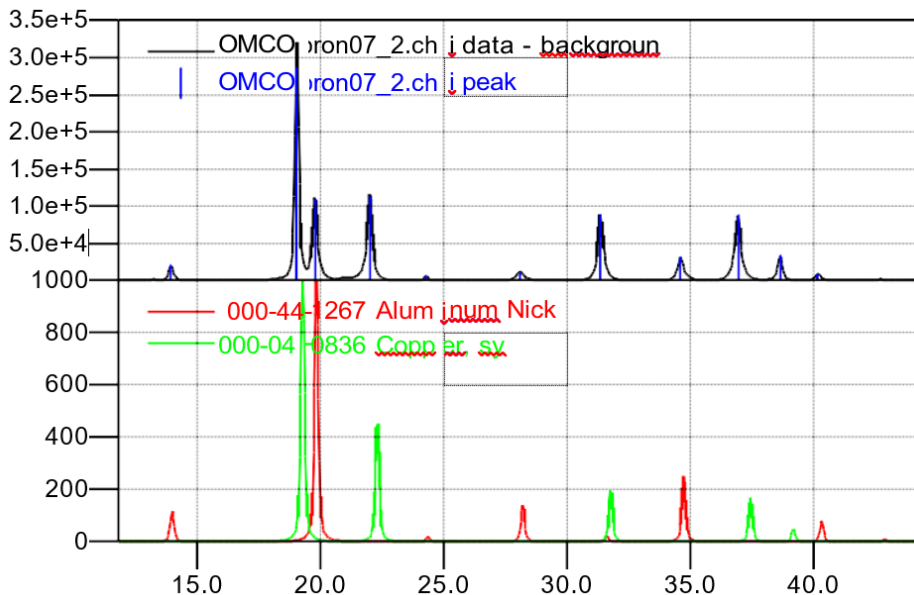
3 Rezultati in razprava

Slika 1 kaže vzorec rentgenske difrakcije raziskovane zlitine v litem stanju. Jasno je razvidno, da zlitina pretežno zajema dve fazi. V prvi fazi ima strukturo FCC, ki je enaka kot pri čistem bakru. Zato je ta faza trdna raztopina, bogata s Cu, α -Cu. Vendar pa je parameter mreže α -Cu zaradi raztopljenih elementov večji kot pri istem bakru. Dodatni vrhovi spadajo k AlNi-fazi [3]. Ta faza je intermetalna sestavina, ki izhaja iz diagrama binarne faze Al-Ni. Ima urejeno strukturo tipa CsCl. Ta struktura je enaka urejeni β -fazi iz sistema Cu-Zn. Faza β je sestavina valentnega elektrona s koncentracijo valentnega elektrona 3/2, označena pa bo kot β -AlNi.

Na Sl. 2 je prikazan svetlobni mikrosposnetek s tipično mikrostrukturo v litem stanju. Zajema globule faze β , ki je

3 Results and discussion

Fig. 1 shows an X-ray diffraction pattern of the investigated alloy in the as-cast condition. It can be clearly seen that the alloy mainly consists of two phases. The first phase has an FCC-structure, which is the same as in the pure copper. Therefore, this phase is a Cu-rich solid solution α -Cu. However, the lattice parameter of α -Cu is larger than that of pure copper due to the dissolved elements. Additional peaks belong to the AlNi-phase [3]. This phase is an intermetallic compound arising from the Al-Ni binary phase diagram. It has an ordered structure, type CsCl. This structure is equal to the ordered β' -phase from the system Cu-Zn. The phase β is an electron-valence compound with a valence electron concentration of 3/2, and will be denoted as β -AlNi.

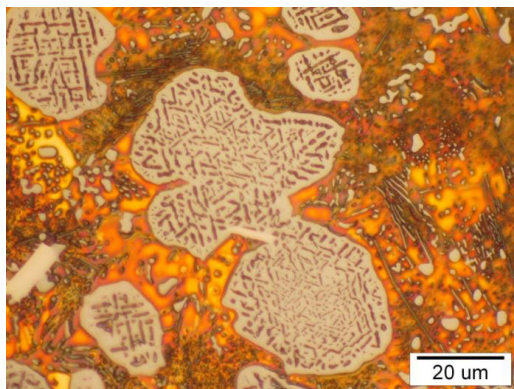


Slika 1. Difraktogram aluminijevega brona, posnet v sinhrotronu Elettra

Figure 1. X-ray diffraction pattern, taken at synchrotron Elettra.

intermetalna faza AlNi. Precipitate faze α -Cu je mogoče videti v globulah β -AlNi.

Obstajata dve vrsti dvofaznih sestavnih delov v interdendritnih prostorih. Obe zajemata α -Cu in β -AlNi. Pri prvi sestavini (α -Cu + β -AlNi) so grobe β -palice v fazi α , pri drugi sestavini (α -Cu + β -AlNi) pa je prisotna lamelna struktura (α -Cu + β -AlNi)). Podobno mikrostrukturo so odkrili Dobrašek in sod. [4]. V mikrostrukturi so prisotni tudi železo-kromovi boridi. Bor in krom vstopita v bron prek reciklažnega materiala.



Slika 2. Mikrostruktura aluminijevega brona v litem stanju (svetlobna mikroskopija)

Figure 2. A microstructure of the investigated aluminium bronze in the as-cast state (light microscopy)

Mikrostrukturne raziskave vzorca DTA so pokazale, da so bile mikrostrukturne sestavine v smislu kakovosti enake kot pri vzorcu v litem stanju, a bistveno bolj grobe (Slika 3). Primarna β -AlNi je nastala v obliki enakoosnih dendritov (Sl. 3a). Znotraj dendritov so bili tudi precipitati α -Cu in občasno boridov. Bolj groba interdendritna struktura je zajemala β -palice v α -Cu. β -palice na sliki imajo obliko ločenih okroglih delcev. Raziskava SEM je pokazala, da je večina β -palic imela v notranjosti precipitate

Fig. 2 shows a light micrograph with a typical as-cast microstructure. It consists of globules of the phase β , which is the intermetallic phase AlNi. Precipitates of the phase α -Cu can be seen within the globules of β -AlNi.

There are two types of two-phase constituents in the interdendritic spaces. Both consist of α -Cu and β -AlNi. In the first, (α -Cu + β -AlNi) constituent, the coarse β -rods are in phase α -Cu, while the second (α -Cu + β -AlNi) constituent exhibits a lamellar (α -Cu + β -AlNi) structure. Similar microstructure was found by Dobrašek et al. [4]. In the microstructure are also iron-chromium borides. Boron and chromium come to the bronze through the recycle material.

The microstructural investigations of the DTA-sample showed that the microstructural constituents are qualitatively the same as were found in the as-cast sample, but were considerably coarser (Figure 3). The primary β -AlNi grew in the shape of equiaxed dendrites (Fig. 3a). Inside the dendrites, there were also precipitates of α -Cu and occasionally borides. The coarser interdendritic structure consisted of β -rods in α -Cu. The β -rods possessed in the images the shapes of separate rounded particles. SEM investigation revealed that most of the β -rods possessed precipitates α -Cu within them. The finer two-phase structure consisted of fine lamellas of α -Cu and β -AlNi.

EDS has shown that in the primary dendrites of β -AlNi the atomic ratio Al:Ni was approximately 1:1, which is consistent with the stoichiometry of AlNi, but it was also found that the phase β -AlNi dissolves almost 30 at.% of Cu, and few atomic percentages of Si, Fe and Zn.

The compositions of both two-phase areas (α -Cu + β -AlNi) were similar. The regions contained around 10 at.% Al, 13–15

α -Cu. Finejši fazi sta zajemali fine lamele α -Cu in β -AlNi.

EDS je pokazala, da je v primarnih dentritih b-AlNi atomsko razmerje Al:Ni znašalo pribl. 1:1, kar je skladno s stehiometrijo AlNi, izkazalo pa se je tudi, da faza β -AlNi raztopi skoraj 30 at.% Cu in nekaj atomskih odstotkov Si, Fe in Zn.

Sestava je bila podobna pri obeh dvofaznih območjih (α -Cu + β -AlNi). Območja so vsebovala pribl. 10 at.% Al, 13–15 at.% Ni, pribl. 70 at.% Cu, 5 at.% Zn in 1 at.% Si v Fe. Sestava najtemnejše faze (β -AlNi) je ustrezala $\text{Al}_4\text{Ni}_4\text{Cu}_2$ (atomske odstotke Ni in Al so bili skorajda identični, vsebnost Cu je bila 18 at.%, dodatno pa je vsebovala 35 at.% Si in okrog 2 at.% Fe).

Ti rezultati so jasno pokazali, da faza b-AlNi, ki izhaja iz diagrama binarne faze Al-Ni, lahko raztopi veliko količino bakra in drugih legirnih elementov. Ta faza je stabilna od sobne temperature do temperature likvidusa. Pri eutektoidni reakciji se ne razgradi, kot β -faza v sistemu Cu-Zn, ali b-faze v aluminijevem bronu vsebuje 5 mas.% Al in 5 mas.% Ni. Pri nižjih temperaturah se faza α loči od prenasočene trdne raztopine β -AlNi. Precipitacija je obilna pri dendritih β -AlNi, pojavi se pa tudi pri palicam podobni eutektični β -AlNi, pri tem pa nismo opazili precipitacije α od lamelnih b-AlNi. Mikrostruktura aluminijevega bronu z visoko vsebnostjo niklja je precej drugačna kot pri aluminijevem bronu, ki vsebuje pribl. 5 wt.% Ni in 5 wt.% Fe [5].

Ta zlitina je vsebovala tudi boride (Sl. 4). Približna sestava boridov je bila $\text{B}_2(\text{Cr}, \text{Fe})$. Vsota kroma in železa je bila 30–35 at.%, pri čemer je vsebnost kroma nihala. Vsebnost kroma je nihala od 3 at.% (skoraj čisti B_2Fe) do 30 at.% (praktično čisti B_2Cr).

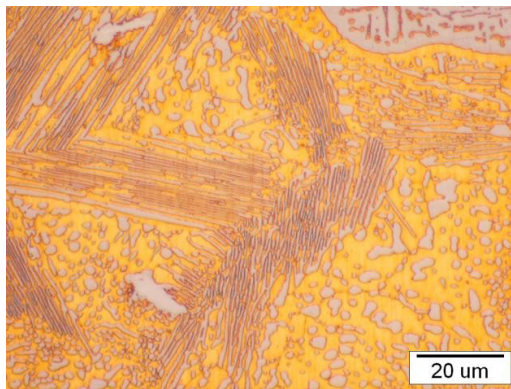
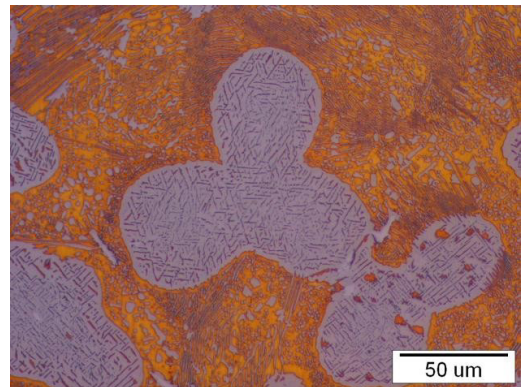
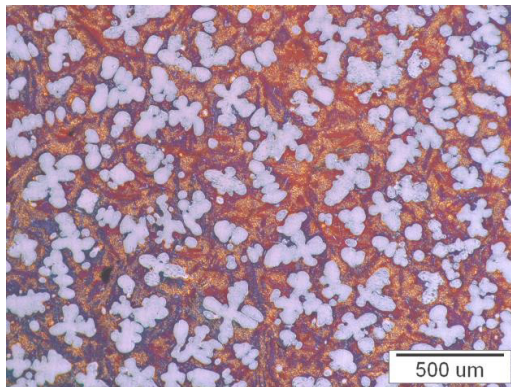
Krivulja ohlajanja DTA je pokazala, da so se med postopkom strjevanja tvorili trije vrhovi (Sl. 5). Prvi vrh je nastal pri temperaturi 1.170–1.180 °C in je vezan na

at.% Ni, around 70 at.% Cu, 5 at.% Zn and 1 at.% of Si in Fe. The composition of the darkest phase (β -AlNi) corresponded to $\text{Al}_4\text{Ni}_4\text{Cu}_2$ (the atomic percentages of Ni and Al were almost the same, the content of Cu was 18 at.%, and it additionally contained 3–5 at.% Si and around 2 at.% Fe).

These results clearly showed that the phase β -AlNi, which arises from the binary phase diagram Al-Ni, can dissolve a lot of copper and other alloying elements. This phase is stable from the room temperature up to the liquidus temperature. It does not decompose through the eutectoid reaction as β -phase in the Cu-Zn system, or β -phase in the aluminium bronzes containing 5 mas.% Al and 5 mas.% Ni. At lower temperatures, phase α precipitates from the supersaturated solid solution β -AlNi. The precipitation is abundant from the β -AlNi dendrites, it also appears from the rodlike eutectic β -AlNi, whereas we were not able to observe the precipitation of α from the lamellar β -AlNi. The microstructure of aluminium bronze, containing high nickel content is considerably different than in aluminium bronze containing around 5 wt.% Ni and 5 wt.% Fe [5].

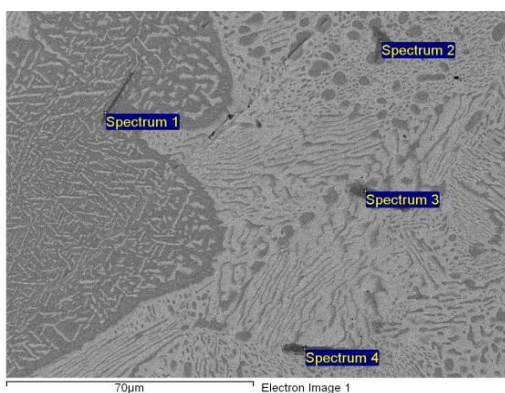
This alloy also contained borides (Fig. 4). The approximate composition of borides was $\text{B}_2(\text{Cr}, \text{Fe})$. The sum of chromium and iron was 30–35 at.%, whereas the content of chromium varied. The content of chromium varied from 3 at.% (almost pure B_2Fe) to 30 at.% (practically pure B_2Cr).

The cooling DTA-curve showed that during solidification three peaks appeared (Fig. 5). The first peak appeared at 1170–1180 °C. It is related to the formation and growth of β -AlNi. The second peak appeared at 1030–1050 °C. It is connected with the creation of the rodlike eutectic (α -Cu + β -AlNi). The third peak appeared when the lamellar two-phase constituent started to form (between 915 and 950 °C).



Slika 3. Mikrostrukture DTA-vzorca preiskanega aluminijevega brona po barvnem jedkanju (svetlobna mikroskopija)

Figure 3. Microstructures of the DTA-sample of the investigated Al-bronze after colour etching (light microscopy)



Slika 4. Elektronski mikroposnetek z odčitimi elektroni DTA-vzorca zlitine OMBX3

Figure 4. The backscattered electron micrograph of a DTA-sample showing all microstructural constituents, borides are specially indicated

tvorbo in rast β -AlNi. Drugi vrh je nastal pri temperaturi 1.030 1.050 °C in je povezan z nastankom palci podobne evtektike (α -

The greatest peculiarity of the microstructure of this aluminium bronze is the presence of the two two-phase

Cu + β -AlNi). Tretji vrh je nastal, ko se je začela tvoriti lamelna dvofazna sestavina (pri temperaturi 915–950 °C).

Največja posebnost mikrostrukture pri tem aluminijevem bronu je prisotnost dveh dvofaznih mikrostrukturnih sestavin (α -Cu + β -AlNi), ki se tvorita med strjevanjem. Mikrokemična analiza (EDS) je pokazala, da imata obe sestavini skorajda isto kemično sestavo. Zdi se tudi, da je bila sestava β -AlNi enaka tudi pri obeh sestavinah. Tukaj so na voljo številne možnosti. Prva možnost je prehod iz neurejenega β -AlNi na urejeni β' -AlNi. Druga možnost je razlika v sestavi faze α -Cu pri obeh sestavinah. Preliminarno modeliranje s programom Thermocalc kaže na to možnost, vendar pa EDS, izvedena s SEM, tega ni potrdila. Vendar pa je mikrostruktura precej fina in rešitev te težave morda leži v transmisijski elektronski mikroskopiji. Tretja možnost je izcejanje legirnih elementov v preostalo tekočino, kar povečuje volumenski delež β -AlNi v evtektiki in povzroča pretvorbo iz paličaste evtektike v lamelno. Modeliranje s programom Thermocalc je prav tako pokazalo, da se lahko v aluminijevih bronih, ki vsebujejo manj kot 17 wt.%, tvori vrzel v likvidusu. To fazno ločevanje privede do tvorbe dveh tekočih faz; ena je bogata z nikljem, druga pa z bronom. Če je strjevanje obeh potekalo ločeno, to lahko privede do edinstvenih mikrostruktur [6].

Pri tej raziskavi smo opredelili mikrostrukturne sestavine tega aluminijevega bronu z visoko vsebnostjo niklja. Vendar pa so potrebne nadaljnje študije za določitev razvoja mikrostrukture med strjevanjem in reakcijami v trdnem stanju.

microstructural constituents (α -Cu + β -AlNi) that form during solidification. EDS showed that both constituents possess almost the same chemical compositions. It also seems that the compositions of β -AlNi were the same in both constituents. There are several possibilities for these. The first possibility is the transition from disordered β -AlNi to ordered β' -AlNi. The second possibility is the difference in composition of the α -Cu phase in both constituents. The preliminary modelling using Thermocalc indicates this option, but EDS in SEM did not confirm this. However, the microstructure is rather fine and the solution of this problem may be solved by transmission electron microscopy. The third possibility is the segregation of the alloying elements into the remaining liquid, which increases the volume fraction of the β -AlNi in the eutectic, and causes the transformation from the rodlike eutectics to the lamellar one. The Thermocalc modelling also indicated that a liquidus gap can form in the aluminium bronzes containing more than 17 wt.%. This phase separation leads to the formation of two liquid phases; one is rich in nickel and the other in copper. If the solidification of both occurred separately, this could lead to unique microstructures [6].

With this investigation, we have identified microstructural constituent of this aluminium bronze with a high content of nickel. However, further studies are required to determine the microstructure evolution during solidification and solid-state reactions.

4 Conclusions

The results of this investigation revealed that in this type of aluminium bronzes two phases prevail. The first is a phase α , which is a Cu-rich solid solution with a face-centered cubic structure. The second phase is a phase

4 Sklepi

Rezultati te raziskave so pokazali, da pri tem tipu aluminijevih bronov prevladujeta dve fazi. Prva je faza α , ki je z bakrom bogata trdna raztopina s ploskovno centrirano strukturo kocke. Druga faza je faza β -Cu z urejeno strukturo CsCl in predstavlja vse intermetalne sestavine AlNi, ki izhajajo iz binarnega sistema Al-Ni, ki lahko pri visokih temperaturah raztaplja bron, silicij in železo. Preiskovani aluminijev bron je vseboval tudi boride, ki v zlitino vstopi prek recikliranih materialov.

Strjevanje te zlitine se začne s primarno kristalizacijo β -AlNi pri temperaturi 1.170–1.180 °C, ki lahko raste v obliki globul ali dentritov. Pri temperaturi 1.030–1.050 °C binarna evtektika za ne tvoriti L' (α -Cu + β -AlNi), pri čemer β -AlNi raste v obliki palic. Proces strjevanja se zaključi s tvorbo lamelne evtektike (α -Cu + β -AlNi) pri temperaturi 915–950 °C.

V trdnem stanju se lahko odvija več procesov. Faza β -AlNi ne začne razpadati z evtektoidno reakcijo. Namesto tega se znotraj prenasičene β -AlNi tvorijo precipitati α . Nasprotno se znotraj faze α -Cu verjetno tvorijo precipitati faze β -AlNi.

Preliminarno modeliranje z uporabo programa Thermocalc kaže na možnost vrzeli v likvidusu pri aluminijevih bronih z več kot 17 wt.%. Ta fazno ločevanje lahko privede do tvorbe dveh tekočih faz; ena je bogatejša z nikljem kot druga. Strjevanje pri obeh lahko poteka ločeno, kar lahko povzroči nastanek edinstvenih mikrostruktur. Prav tako je mogoče, da iz različnih sestav evtektične faze α nastanejo različne morfologije evtektike α -Cu + β -AlNi.

β -Cu, with an ordered CsCl-structure, and represents an AlNi intermetallic compound arising from the binary Al-Ni system, which can dissolve copper, silicon and iron at elevated temperatures. The investigated aluminium bronze also contained borides, which comes to the alloy from the recycle material.

The solidification of this alloy starts with the primary crystallisation of β -AlNi at 1170–1180 °C, which can grow as globules or dendrites. At 1030–1050 °C, a binary eutectic starts to form $L \rightarrow (\alpha\text{-Cu} + \beta\text{-AlNi})$, in which β -AlNi grows in the form of rods. The solidification ends with the formation of a lamellar eutectic ($\alpha\text{-Cu} + \beta\text{-AlNi}$) at 915–950 °C.

Several processes can take place in the solid state. The phase β -AlNi does not decompose by the eutectoid reaction. Instead, precipitates α form within the supersaturated β -AlNi. Conversely, within the phase α -Cu probably form precipitates of phase β -AlNi. Preliminary modelling using Thermocalc indicates the possibility of a liquidus gap in the aluminium bronzes containing more than 17 wt.%. This phase separation can lead to the formation of two liquid phases; one is richer in nickel than the other. The solidification of both can occur separately, which might cause the formation of unique microstructures. It is also possible that different morphologies of α -Cu + β -AlNi eutectic arise from different compositions of the eutectic α -phase.

Viri / Literature

1. Copper Development Association Inc. <https://alloys.copper.org/alloy/99350>; (access date 25. 7. 2018)
2. J. F. Dakan, W. V. Elkins, D. G. Schmidt, I. Hinsdale: BRONZE ALLOY FOR GLASS CONTAINER MOLDS, United States patent No. 4,732,602, 22. 3. 1988,
3. J. Colín, S. Serna, B. Campillo, R. A. Rodríguez, J. Juárez-Islas: Effect of Cu additions over the lattice parameter and hardness of the NiAl intermetallic compound, Journal of Alloys and Compounds, 489 (2010), 26- 29
4. M. Doberšek, I. Naglič, J. Gontarev, B. Ppodgoršek: Mikrostruktura karakterizacija posebnih aluminijevih bronov : poročilo. Ljubljana: IMT-Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, 2007.
5. B. Pisarek: Model of Cu-Al-Fe-Ni Bronze Crystallization. Archives of Materials Science and Engineering. 13 (2013), 72-79
6. F. Zupanič, T. Bončina, J. Medved, M. Vončina: Študija strjevanja nikelj-aluminijevega bronu z mikrostrukturno, EDS-mikrokemično, DTA, XRD analizo ter modeliranja s programom Thermocalc: strokovna študija. Maribor: Fakulteta za strojništvo, 2018.

AKTUALNO / CURRENT**Koledar livarskih prireditev 2019 in 2020**

Datum dogodka	Ime dogodka	Lokacija
26.-30.11. 2019	Online Kongress "Einkauf 4.0" http://einkauf4.lpages.co/kongres	Preko spleta
11.-12.12. 2019	Formstoffbedingte Gussfehler (Seminar)	Düsseldorf, Nemčija
12.-13.12. 2019	Digitale Lösungen für Gießereien (Seminar)	Mainz, Nemčija
18.-19.12. 2019	Werkstoffkunde der Gusseisenwerkstoffe (Seminar)	Düsseldorf, Nemčija
14.-16.01. 2020	Euroguss internationale Fachmesse für Druckguss	Nürnberg, Nemčija
27.01. 2020	OÖ Gießereiindustrie-Treffen	Vöcklabruck, Avstrija
15.-19.06. 2020	AMB-Internationale Ausstellung für Metallbearbeitung	Stuttgart, Nemčija
18.-22.10. 2020	75 th World Foundry Congress	Busan, Južna Koreja

AKTUALNO / CURRENT



Oddelek za materiale in metalurgijo Naravoslovnotehniške fakultete, Univerze v Ljubljani na sejmu GIFA, METEC, THERM PROCESS in NEWCAST 2019

Po štirih letih se je ponovno, štirinajstič zapored, zvrstil svetovno znani, največji metalurški in predvsem livarski mednarodni sejem. Ta se sestoji iz delov Gifa, Metec, Thermprocess in Newcast. Sejem je potekal od 25. do 29. junija letos v Duesseldorfu. Na sejmu so se zvrstili razstavljalci iz celega sveta, skupaj iz 47 držav. Bilo jih je skupaj kar 2395. Sejem si je ogledalo 50 000 obiskovalcev.



Razstavni prostor Oddelka za materiale in metalurgijo Naravoslovnotehniške fakultete, UL; z organizatorjema: doc. dr. Mitja Petrič in doc. dr. Majo Vončina.

Sejem predstavlja najpomembnejše stično mesto v livarskem svetu in prikazuje raznolikost in inovacijsko moč industrije skozi celo paleto livarskih tehnologij. GIFA je pokazatelj, da bo livarstvo tudi v bodoče ena ključnih tehnologij za oblikovanje skupne prihodnosti. Nobena druga tehnologija ne ponuja take raznolikosti, tako v ekonomskem smislu, kot tudi v smislu prihrankov materiala



Obiskovalci razstavnega prostora Oddelka za materiale in metalurgijo Naravoslovnotehniške fakultete, UL – Študentje na ekskurziji

pri proizvodnji kovinskih komponent. Naj gre za velike ulitke majhnih serij ali pa za velikoserijske manjše ulitke, bo livarstvo vodilna tehnologija, ki je ne bo nadomestila aditivna tehnologija. Osnova za položaj na tržišču so nove visokotehnološke tehnike litja, ki so izkoristile prednost v digitalizaciji (industrija 4.0), indirektnih aditivnih tehnologijah, s tiskanjem form in jeder, ter z ohranjanjem virov in okolja. To se kaže v omenjenem sejmu, kot tudi v vzporedno organiziranih forumih v obliki znanstvenih in tehničnih predavanj. Le teh je bilo skoraj 50, od tega eno tudi s strani slovenskega razstavljalca Talum d. d..

CGI or Aluminium?



	<u>Audi 3.0L TDI</u>	<u>Mercedes 3.0L 350d</u>
Cylinder Block Material	CGI (GJV 400)	Aluminium Alloy
Fatigue Strength (MPa)	200	80
Block Size (lwxh, mm)	350x460x270	520x495x350
Block Weight (kg)	440	565
Engine Length (mm)	535	4,050
Block Energy Content (kJ)	272 / 600	258 / 620
Power (ps) / Torque (Nm)	193	208
Engine Weight (kg)		

...you decide!

Primerjava med 3 litrskim blokom motorja iz sive litine z vermikularnim grafitom (CGI) in blokom iz Al zlitine

Sejma se je udeležilo veliko število slovenskih obiskovalcev, še posebej pa je potrebno poudariti, da se je na sejmu predstavljalo kar 19 slovenskih podjetij, tako iz livarske industrije, pomožne livarske industrije ter tudi drugih metalurških podjetij. Nekaj večjih predstavnikov, ki so se predstavljali so: Talum d. d., Termit d. d., Lama avtomatizacija d. o. o. Titus technologies, Livarna Gorica d. o. o., Bosio d. o. o., Filo d. o. o., FerroČrtalič d. o. o. ter druge.

Kot vsako prireditev pa se je, v okviru **The Street of Science**, ki ga organizira Združenje nemške livarske industrije (BDG), predstavljala tudi **Oddelka za materiale in metalurgijo, Naravoslovnotehniške fakultete Univerze v Ljubljani** pod vodstvom predstojnika prof. dr. Gorana Kuglerja in namestnika prof. dr. Primoža Mrvarja. Razstavni prostor smo imeli v hali 13 C 38, kjer so se predstavljale tudi različne tehnične univerze in inštituti kot so: TU Leoben, FH Aalen, TU Freiberg, TU Clausthal, TU Muenchen in druge najpomembnejše univerze iz Evrope in sveta. Razstavni prostor je bil namenjen predstavitvi našega oddelka, raziskovalnega dela ter študijskih programov.



Prof. dr. Primož Mrvar s študenti zaključnih letnikov materialov in metalurgije, OMM, NTF, UL

Predstavljeno je bilo delo vseh kateder in možnosti študija na našem oddelku za tuje študente. Z drugimi organizacijami smo navezali nove stike ter srečali znance s katerimi smo že v preteklosti sodelovali. Organizirali smo tudi ekskurzijo naših dodiplomskih in podiplomskih študentov na sejem, kjer so si lahko ogledali zadnje trende in najnovejši razvoj na področju livarstva in metalurgije na sploh. Vseh skupaj je bilo 40 in smo prepričani, da jim je dogodek pustil lep spomin.

doc. dr. Mitja Petrič

AKTUALNO / CURRENT



WFO-Technical Forum in 59. IFC Portorož 2019



Letošnja že 59. tradicionalna livarska konferenca z razstavo je potekala letos v Portorožu, v času od 18.-20.09.2019, skupaj s The World Foundry Organization- Technical. Forum WFO-Technical Forum in 59. IFC Portorož 2019. WFO - Svetovna livarska organizacija vsako drugo leto organizira Technical Forum v eni izmed držav članic WFO. Pred dvema leti je bil v Južnoafriški Republik. Letošnji dogodek je tako bil občutno širših svetovnih razsežnosti, saj je na njem sodelovalo več kot 400 udeležencev iz 27 držav. Na konferenci in forumu je bilo predstavljenih preko 100 predavanj, ki so potekala v petih sekcijah:

- Lito jeklo in lito železo,
- Neželezne zlitine,
- Tehnologije za livarsko industrijo,
- Razvojni trendi in
- Študenti in mladi raziskovalci.

Na livarski razstavi je sodelovalo 70 razstavljalcev.

Dan pred uradnim pričetkom foruma in konference so se udeleženci lahko udeležili ogledov dveh slovenskih livarn: LTH Castings d.o.o. v Ljubljani in Livarne Kovis d.o.o. v Štorah. Udeleženci obiskov omenjenih livarn so zelo pozitivno ocenili to možnost, da so si lahko ogledali te dve odlični slovenski livarni. Navdušeni so bili tudi nad sami sprejemom, ki so ga podjetja skupaj s Društvom zagotovila udeležencem.



Udeleženci
ogleda livarne
LTH Castings
v Ljubljani



Udeleženci ogleda KOVIS-LIVARNA v Štorah

V času dogodka so potekale tudi seje organov WFO – izvršnega odbora in generalne skupščine ter ustanovna seja nove delovne skupine WFO pod imenom “Management of Foundry Associations”

Na predvečer začetka foruma in konference je na spoznavnem večeru v Piranu prisotne udeležence pozdravil tudi novi župan občine Piran, g. Đenio Zadković.



Pozdravno srečanje
z županom Občine Piran: M. Fenyes,
mag. M. Jan-Blažić, Đ. Zadković



Sprejem na vrtu Georgios, Piran

Uradna otvoritev dogodka, 19.9.2019, se je pričela s kratkim kulturnim programom. Ugledni slovenski umetniki, sopranistka Manca Izmajlova in godalni sekstet Amadeo z dirigentom Tilnom Drakslerjem, so z nacionalno - slovensko obarvanim programom pred pričetkom tega pomembnega livarskega dogodka, spodbudili posebno dobro počutje in pozitivno energijo med udeleženci.



Otvoritev foruma in konference: sopranistka M. Izmajlova, prof. A. Križman, C. Kuhlitz, A. Turner, M. Fenyes, mag. M. Jan-Blažić



Pogled na del plenarne dvorane

Udeležence sta zatem pozdravila mag. Mirjam Jan-Blažič, predsednica organizacijskega odbora dogodka in predsednica Društva livarjev Slovenije, in Mark Fenyés, predsednik WFO ter odposlanec častnega pokrovitelja dogodka, predsednika RS, akademik, prof. Boštjan Žekš.



Pozdravni nagovor predsednice organizacijskega odbora, mag. M. Jan-Blažič



Pozdravni nagovor predsednika WFO, M. Fenyés



Pozdravni nagovor akademika,
prof. B. Žekše, odposlanca predsednika RS



Predsednik programskega odbora,
prof. A. Križman

V nadaljevanju predstavljamo predavanja prvih šestih plenarnih predavateljev, ki so potekala prvi dan dogodka:

P. MURREL, *Cast Metals Federation (UK)*

USPOSABLJANJE IN STROKOVNI RAZVOJ ZA PRIHODNOST LIVARSKE INDUSTRIJE. KAKŠNA JE LAHKO POMOČ WFO?



Plenarna predavateljica, dr. P. Murrell

V svetovnih industrijah številne države poročajo o pomanjkanju usposobljene delovne sile ter o težavah pri novačenju kadrov. Hkrati pa se zahteve v industriji povečujejo in inženiring prinaša vse več tehniških novosti. Številne države so vzpostavile programe stalnih in zahtevam prilagojenih usposabljanj za zahteve livarske industrije. Na voljo so spodbude, ki bi naj mlade privabile k razmišljanju v zahtevni livarski industriji. Svetovna livarska organizacija (WFO) ima ob tem priložnost za delovanje v vlogi povezovalke ter dobrih praks. WFO je na področju usposabljanja in profesionalnega razvoja oblikovala delovne skupine, katerih cilji so:

- zagotavljanje primerjalnih analiz trenutnih ponudb na področju livarskega

izobraževanja in usposabljanja kot pomoč nacionalnim livarskim združenjem, da podprejo svoje livarne pri pridobivanju znanja in razumevanja livarskih procesov in tehnologij;

- razvoj podatkovne baze in na spletni strani WFO in objavljanje prijav za programe livarstva, ki so na razpolago, okvirnih stopenj kvalifikacij in število učnih ur (referenca FEANI);
- omogočanje sodelovanja in partnerstva za razvoj programov usposabljanja;
- stalna skrb za prepoznavnost panoge;
- redna obvestila vsem nacionalnim livarskim združenjem
- ustvarjanje pozitivne podobe o livarski industriji s fokusom na: krožnem gospodarstvu, vključevanjem v globalne gospodarske tokove in povezave, tiskem delu, stalnem inoviranju ter dobro plačanem delu;
- redne objave vseh osnutkov, načrtov in splošnih pregledov izobraževanja in usposabljanja (outline metoda),
- redne primerjalne analize z evropskimi normami kvalifikacij EQF.



Plenarni predavatelj, C. Kuhlitz

C. KUHLGATZ, *Hüttenes –Albertus Chemische Werke GmbH – HA Group (D)*

KAKO DOBAVITELJI IN LIVARNE LAHKO SKUPAJ POSPEŠIJO RAZVOJ TEHNOLOGIJE!

Inovacije so edini način, s katerim lahko livarne zagotovijo dolgoročno konkurenčnost in na globalnem trgu ne samo preživijo, ampak so na njem uspešne. Zahteva po inovativnosti je še močnejše izražena v avtomobilski in strojni industriji, ki sta najpomembnejši skupini odjemalcev ulitkov. Več

kot 75 % podjetij v navedenih panogah je pod velikim pritiskom stalnega inoviranja svojih produktov.

V livarski industriji so inovacijske potrebe izražene z naslednjimi dejavniki: vse kompleksnejše zahteve strank, hiter razvoj razpoložljivega znanja in izkušenj, strožji predpisi (okoljski, varnostni) hiter razvoj novih tehnologij (npr. 3D tiskanje). Za inoviranje produktov in postopkov ter procesov izdelave je interno potrebno zagotoviti stalno generiranje idej in metod ter podatkov informacijskih sistemov, prav tako eksterno vključevanje zunanjih partnerjev in zunanjih presoj. Ključnega pomena za inovacije so omrežja in povezave s partnerji ter združevanje prispevkov različnih deležnikov. Pravočasno in intenzivno sodelovanje med livarnami, proizvajalci industrijske opreme, dobavitelji materialov ter

seveda z univerzami in raziskovalnimi inštituti omogoča skrajšanje časa, potrebnega za inovacije na področju izdelkov in procesov.

Zaradi drastičnih novih okoljskih predpisov je bila velika kitajska avtomobilska industrija primorana proizvodnjo peščenih jeder za litje ulitkov popolnoma spremeniti iz veziv na organski osnovi v veziva na anorganski osnovi v enem samem letu. V tem kratkem času je bilo potrebno namestiti in zagnati proizvodno linijo za 36 različnih jeder. Podjetje HA je prispevalo znanje s področja anorganskih vezivnih sistemov, podjetji Aurrenak in Meissner znanje s področja zasnove in izdelave orodij, podjetij Laempe in Loramendi pa znanje s področja strojev za izdelavo jeder. Zahvaljujoč izvrstnemu sodelovanju med različnimi deležniki projekta, je le ta bil uspešno zaključen v predpisanem roku.

Da bi lahko nove izdelke in rešitve razvijali hitreje in ciljno usmerjeno, je podjetje HA ustvarilo novo platformo za sodelovanje: kompetenčni center HA (CoC-Center of competence), ki je svoja vrata odprl leta 2017 v Baddeckenstedtu in presega s tem obseg pilotske livarne. Ta kompetenčni center v sodelovanju s strankami in partnerji podjetju HA omogoča pospešeno inoviranje in optimizacijo livarskih procesov. Kompetenčni center deluje tudi kot podaljšek livarn in zagotavlja storitve, ki jih je v livarnah težko zagotoviti v okviru serijske proizvodnje, od zasnove jeder in ulitkov za prototipno proizvodnjo

M. MANAPURAM, *North Eastern Regional Institute of Science and Technology* (IN)

NAPOVED PRODNOSTI LITJA, ULITKOV, LIVARJEV IN LIVARSTVA

Livarstvo je ena temeljnih tehniških dejavnosti človeštva in obstaja že 12.000. Najstarejši ohranjeni ulitki iz bakra so bili izdelani že 3200 let pred našim štetjem v Mezopotamiji. Prvo knjigo o litju kovin je napisal vodja papežev livarne v Vatikanu, Vannocio Biringuccio (1480-1539) z naslovom »De La Pirotechnia«. Na svetu je danes približno 53.000 livarn, ki letno proizvedejo 110 milijonov ton kovinskih ulitkov, kar znaša ca. 15 kg na prebivalca, v skupni vrednosti cca. 262 milijard USD in neposredno zaposlujejo cca. 20 milijonov ljudi. Vsako leto je na novoustanovljenih cca. 50 livarn. Največji proizvajalec ulitkov na svetu je danes Kitajska, ki je v preteklem letu proizvedla 49,4 milijone ton ulitkov, na drugem mestu je Indija s proizvedenimi 12,1 milijona ton, tretje so ZDA s 6,0 mio ton. Največji proizvajalec ulitkov v Evropi je Nemčija z letno količino 4,2 Mio ton. Največji indeks porasta proizvodnje ulitkov je v letu 2018 imela Mehika z indeksom 1,49. Slovenija pa ima najvišjo letno proizvodnjo ulitkov na prebivalca na svetu in sicer 95 kg/prebivalca. Dolgoročne projekcije napovedujejo, da bi svetovna proizvodnja ulitkov leta 2050 znašala 142 mio ton.

V procesu razvoja livarske industrije je leta 1927 bila ustanovljena Svetovna livarska organizacija (CIATF), nato jo je leta 2000 nasledila Svetovna livarska organizacija World Foundrymen Organization, ki se je 2010 preimenovala v World Foundry Organization (WFO).

Prikazana je genomska mapa livarstva, sestavljena iz 4 osnovnih kromosomov (material, uporaba, proces in geometrija) in 12 genov (geni materiala: sestava zlitine, zahtevana čistost in osnovne lastnosti; geni uporabe: dimenzije, jedro, površina; geni procesa: izdelava forme, izdelava jeder, pogoji polnjenja; geni geometrije: teža & notranja zgradba, debelina stene, odprtine & votline) ter milijonov kodonov.

Nove in nastajajoče tehnologije se v livarstvu neprekinjeno razvijajo, med drugim: industrija 4.0, livarna 4.0, livarna v oblaku, logistika 4.0, 3D-tiskanje ulitkov, e-livarna,

kibernernetsko-fizikalni sistemi, digitalni dvojčki, pametna livarna itd. Prikazani so livarski avatarji (napovedi prihodnosti) za posamezna obdobja.



Plenarna predavateljica, prof. N. Sobczak

N. SOBCZAK^{1,2}, J. SOBCZAK^{3,4}, L. DRENCHEV⁴, R. PURGERT⁵, ¹*Institute Precision Mechanics (PL)*, ²*Foundry Research Institute (PL)*, ³*AGH University of Science and Technology (PL)*, ⁴*Institute of Metal Science, Equipment and Technologies with Hydroaerodynamics Centre (BG)*, ⁵*Energy industries of Ohio (USA)*

FENOMENI VISOKIH TEMPERATUR PRI LITJU KOVIN

Litje kovin je eden izmed najstarejših tehnoloških postopkov, vendar še vedno obstaja vrzel v znanju v povezavi s fenomenom visokih temperatur, ki spremlja ključne proizvodne tehnologije, ki se uporabljajo v proizvodnji kovinskih komponent tako velikega kot majhnega obsega.

Prikazan je napredek na področju znanosti visokotemperaturnih materialov v tekočem stanju, ki je z vidika prakse pomemben za proizvodnjo visokokakovostnih ulitkov brez napak. Posebna pozornost je ob tem namenjena razvoju posebnih naprav, ki ob naprednih testnih metodah in postopkih, posnemajo realne obdelovalne in delovne pogoje.

Opisani so nekateri primeri termičnih in fizikalnih lastnosti konvencionalnih (jeklo, lito železo, aluminij) in novih/naprednih zlitin na osnovi Mg-, Ni-, Ti-, in Si ter podani prikazi interakcij pri visokih temperaturah ob stiku z ognjevzdržnimi materiali v realnem času med postopkom litja kovin. Podane so tudi interakcije taline s talilnim loncem v fazi taljenja, s filtrom med litjem, s formo med litjem in strjevanjem. Prav tako so podane interakcije dodanih keramičnih faz med strjevanjem kompozitnih materialov s kovinsko matriko. Prikazani so termociklični testi med kovino in keramiko ter nekatere reakcije, ki ob tem nastajajo in imajo za posledico strukturne napake.

Rezultati raziskav tekoče kovine, bodo uporabljeni pri analizah dejavnikov, ki vplivajo na reakcije med talino in refraktornimi sistemi (temperatura, ozračje, legirni aditivi, sproščanje plina iz ognjevzdržnega gradiva) ter prispevajo k nastanku napak med litjem.

P. SCHUMACHER^{1,2}, J.H. LI¹, A. CZIEGLER¹, ¹*Montanuniversität Leoben (A)*, ²*Austrian Foundry Research Institute (A)*

VIDIKI EKSTREMGNEGA UDROBNJEVANJA MED LITJEM LAHKIH KOVIN

Zaradi izpolnjevanja vedno strožjih zahtev za ulitke iz lahkih kovin je treba slediti novim konceptom in proizvodnim metodam. Ne samo, da so ulitki iz lahkih kovin izdelani iz posebnih materialov, temveč so tudi bolj kompliciranih oblik, zanje pa so značilne tudi tanjše stene. Posledično je udrobnjevanje ključni postopek za prehajanje kovine v tanke stene z

masnim napajanjem ter preprečevanje razpok v vročem in distribucijo krhkosti sekundarnih faz ob robovih zrn.

Izboljšanje masnega napajanja je mogoče skozi udrobnjevanje. V primeru zlitine Al-Cu je bil raziskan vpliv udrobnjevanja z dodatkom skandija in cirkonija, ali z optimiziranim dodatkom TiB5:1. Predstavitev je bila osredotočena na mehanizem nukleacije, ki izhaja iz teh dodatkov. Prikazani so bili rezultati preiskave z visokoločljivostnim elektronskim mikroskopom.

Iz prikazanih raziskav izhajajo naslednji zaključki:

- Dodatek skandija v zlitine Al-Cu ima zelo močan učinek na udrobnjevanje kristalnih zrn.
- V zlitinah Al-Cu-Zr-Sc ponavljajoča se evtektična reakcija izostri porazdelitev velikosti delcev pri velikih delcih in majhnih podhladitvah. Udrobnjevanje zrn je doseženo ob zmerni omejitvi rasti. Ekstremno udrobnjevanje pa zahteva usmerjeno strjevanje, ki tako omogoči dobro kakovost ulitkov.
- Dodatek erbija (Er) lahko do določene mere nadomesti skandij
- Pomemben je nadzor primarnega nukleacijskega vira.
- Povečanje velikosti delcev (Ti) ima vpliv na raztezek



Plenarni predavatelj, prof. P. Schumacher



Plenarni predavatelj, prof. P. Mrvar

A. KRIŽMAN^{1, 3}, P. MRVAR^{2, 3}, M. JAN-BLAŽIČ³, M. DEBELAK^{4, 3}, ¹Univerza v Mariboru (SI), ²Univerza v Ljubljani (SI), ³Društvo livarjev Slovenije (SI), ⁴Gospodarska zbornica Slovenije (SI)

USMERITEV SLOVENSКИH LIVARN: TEHNIČNO ZAHTEVNI- TERMIČNO, MEHANSKO IN POVRŠINSKO OBDELANI ULITKI, KOT SESTAVNI IN KOMPLEKSNI DELI ZA NEPOSREDNO UPORABO V KONČNIH IZDELKIH

Celotna proizvodnja slovenskih livarn je v letu 2018 bila 198.255 ton in se je napram letu 2017 (195.116 ton) povečala za 1,61%. Izrazite spremembe so v letu 2018 napram letu 2017 bile: porast proizvodnje ulitkov iz Zn-zlitin za +128% (rast ni realna, ker je

nastala zaradi izpada ene od livarn v statistični obdelavi za leto 2017), nodularne litine za +12,8% in Al-zliti za +9,7% ter zmanjšanje proizvodnje ulitkov iz standardne sive litine za -15,8% in Cu-zliti za -10,3%. Proizvodnje ulitkov iz jeklene litine, temprane litine ter proizvodnja jeklenega granulata so bile v enakem obsegu. V popolnem zastoju pa je bila proizvodnja ulitkov iz Mg-zliti. Zelo pozitivni premiki slovenske livarske industrije pa so tehnično zahtevnejši ulitki, višja stopnja mehanske, termične in površinske obdelave in s tem izdelava komponent za neposredno vgradnjo v finalne produkte.

Trendi razvoja livarske industrije so razumljivo povezani z glavnimi trendi razvoja industrije: digitalizacija, mreže povezovanja, verižno povezani podatkovni bloki, proizvodne in vrednostne verige, informacijske in komunikacijske tehnologije, zmanjšanje teže proizvodov, trajnost proizvodov, v procesne centre povezani zbiralniki podatkov. Ob tem so za livarstvo najpomembnejši: povezovanje z odjemalcem ulitkov in skupen razvoj kakovostnih produktov ter ob tem zagotavljanje gospodarnosti livarn. Za odjemalca pa sta najpomembnejši kakovost ter merska natančnost ulitka, ki mu omogočata neposredno vgradnjo v končni tržni proizvod. Slovensko livarstvo je zasnovano na majhnih in srednje

velikih ter zelo prilagodljivih livarnah z dolgoletno industrijsko tradicijo ter kakovostjo ulitkov in konkurenčnostjo na globalnem trgu ter sledi trendom razvoja in povezovanju z odjemalci proizvedenih ulitkov. Prikazani so bili primeri izdelave tehnično zelo zahtevnih ulitkov petih slovenskih livarn za zelo ugledne svetovne odjemalce in s tem potrditev visoke tehnološke ravni slovenskih livarn:

1. LTH Castings d.o.o., Škofja Loka, Ljubljana, največji in najpomembnejši proizvajalec ulitkov iz Al-zliti po postopku visokotlačnega litja.
2. Mariborska livarna Maribor d.d., Maribor, proizvajalec ulitkov iz Al-zliti po postopku visokotlačnega litja.
3. TALUM d.d. PE Ulitki, Kidričevo, proizvajalec ulitkov iz Al-zliti po postopkih kokilnega, nizkotlačnega in visokotlačnega litja.
4. KOVIS-livarna d.o.o., Štore, proizvajalec ulitkov iz sive in nodularne Fe-litine po postopku litja v peščene forme.
5. ETA d.o.o. Cerkno, največji svetovni proizvajalec grelnih plošč



Osrednji delovni tim za pripravo in izvedbo dogodka, T. Cankar, mag. M. Jan-Blažič in U. Novič



Livarski večer

Celoten slikovni material, Foto: Božidar Šumić

(4,8 milijona grelnih plošč v letu 2018), član mednarodne skupine E.G.O., proizvajalec ulitkov iz sive litine po postopku litja v peščene forme.

V zadnji letošnji številki Livarskega vestnik bomo predstavili drugi del poročila s te livarske prireditve z vrsto predstavljenih predavanj in slikovno predstavitev razstavljalcev na razstavi ter oceno in odzive udeležencev na ta livarski dogodek.

Pripravila:
prof. emeritus A. Križman in mag. M. Jan-Blažić

Nürnberg, Nemčija
14.–16.1.2020



EUROGUSS 2020

Mednarodni strokovni sejem za tlačno litje:
tehnologija, procesi, izdelki

IDEJE za OBLIKOVANJE in PRIHODNOST

Obiščite vodilni
evropski strokovni sejem!

euroguss.com

Strokovni pokrovitelj
VDD Verband Deutscher
Druckgießereien, Düsseldorf
CEMAFON, Frankfurt am Main

**Z veseljem vam bomo
posredovali več informacij.**
NürnbergMesse GmbH
T +49 9 11 86 06-49 16
visitorservice@nuernbergmesse.de

NÜRNBERG MESSE

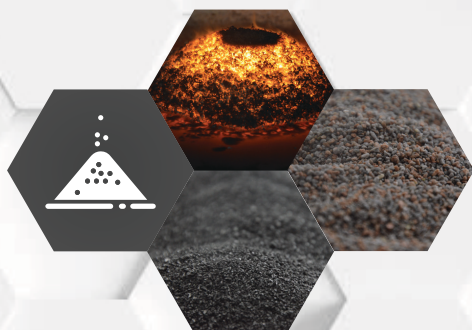
PRODUCTS FOR FOUNDRIES AND STEELWORKS



**COATINGS FOR
FOUNDRIES**



**THERMOINSULATION
MATERIALS FOR
STEELWORKS AND
FOUNDRIES**



OTHER PRODUCTS
*ferro alloys, inoculants,
nodulators, recarburisers*



REPRESENTATIVES
*Magma, Tribo - Chemie,
Henschke*

 **exotherm-it**

exotherm@exotherm.si

IMPROVED PRODUCTIVITY OF GRINDING



PARTNERSHIP WITH WEILER GENERATED AUTOMATED PROCESS WITH SIGNIFICANT ADVANTAGES.

Case Study:

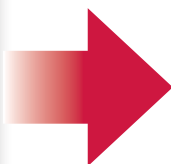
- CNC robotic compatible.
- Dry grinding.
- Stock removal of 6mm/pcs.
- Grinding wheel peripheral speed less than 35m/s.

Properties:

- High durability in dry grinding.
- 5mm thick abrasive layer.

Advantages:

- **Faster Grinding** - 100% higher production rate than original solution.
- **Easy To Automate** - No need for expensive coolant system.
- **High Dependability** - No down-time and cost created by broken belts or clogged wheels.





TERMIT

Družba TERMIT je rudarsko podjetje
za pridobivanje kremenovih peskov



NAŠ PROGRAM:

- Proizvodnja kremenovega peska za: livarstvo, gradbeništvo, športna in otroška igrišča, travnate površine, vrtnarstvo
- Proizvodnja keramičnih in kremenovih oplášenih peskov
- Proizvodnja jeder po Croning in Cold box postopku
- Proizvodnja pomožnih livarskih sredstev za: vse vrste aluminijevih, bakrovih, železovih ter jeklenih zlitin

www.termit.si