

Způsoby optimalizace tvorby licího zrna u polokontinuálně litých kruhových odlitků z hliníkových slitin

Disertační práce

Studijní program: P2303 Strojírenská technologie

Studijní obor: Strojírenská technologie

Autor práce: **Ing. Ivan Skalický**

Školitel práce: prof. Ing. Iva Nová, CSc.

Katedra strojírenské technologie



Prohlášení

Prohlašuji, že svou disertační práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé disertační práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, že na mou disertační práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé disertační práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

Užiji-li disertační práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti Technickou univerzitu v Liberci; v tomto případě má Technická univerzita v Liberci právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má disertační práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

26. listopadu 2020

Ing. Ivan Skalický

Téma:

Způsoby optimalizace tvorby licího zrna u polokontinuálně litých kruhových odlitků z hliníkových slitin.

Theme:

Method of optimizing casting grain creation in polocontinually cast aluminium alloys billets

Anotace:

Disertační práce se zabývá posouzením vlivu tepelných poměrů v licím systému polokontinuálně odlévaných čepů a vlivu licích parametrů na dosahovanou kvalitu odlitku a to především na velikost licího zrna. Současně se zaměřuje na ověření nukleační účinnosti používaných zjemňovacích prostředků a optimalizaci jejich dávkování vzhledem k použité slitině.

Práce se dále zabývá problematikou posouzení alternativních metod pro zjemnění zrna a hodnotí nejen jejich účinnost v zjemnění zrna, ale i jejich dopady na ostatní kvalitativní parametry odlitku, jako je kvalita povrchu a podpovrchové segregace.

Klíčová slova:

DC polokontinuání odlévání čepů, Krystalizace, Hliníkové slitiny, Hliníkové slitiny, Zjemňování zrna, Lisování, Mechanické hodnoty, Míchání taveniny

Annotation:

This doctoral thesis evaluates the influence of thermal conditions in the casting system of semi-continuously cast billets and the influence of casting parameters on the achieved quality of the casting, especially on the size of the casting grain. At the same time, it focuses on verifying the nucleation efficiency of the used refining agents and optimizing their dosing with respect to the used alloy.

The study also deals with the assessment investigates alternative methods for grain refinement and evaluates not only their effectiveness in grain refinement of these methods, but also their impact on other qualitative parameters of the casting, such as surface quality and subsurface segregation.

Key words:

Semi-continuously DC casting of billets, Solidification, Aluminum alloys, Grain refinement, Extrusion, Mechanical Properties, Metal treatment

Poděkování

Mé poděkování patří zejména Prof. Ing. Ivě Nové, CSc, za její cenné rady a věcné připomínky, které mi při tvorbě disertační práce poskytovala a za trpělivost, kterou se mnou při tvorbě této disertační práce měla.

Dále bych rád poděkoval svým kolegům z výzkumného centra UTC při Londýnské Brunelově universitě a kolegům ze slévárny a laboratoří v závodě Constellium Extrusions Děčín za poskytnuté podmínky a umožnění provedení experimentů. A v neposlední řadě i své rodině a všem spolupracovníkům a přátelům, kteří mě po celou dobu studia podporovali a byli mi inspirac

| | |
|---|-----------|
| 1. OBSAH | |
| 2. ÚVOD | 16 |
| 2.1. Cíle disertační práce | 19 |
| 2.2. Publikace doktoranda..... | 22 |
| 3. DC POLOKONTINUÁLNÍ ODLÉVÁNÍ KROHOVÝCH INGOTŮ | 24 |
| 3.1. Konvenční DC lití | 25 |
| 3.1.1. Kokily chlazené vodním filmem | 27 |
| 3.1.2. Kokily s vodní komorou | 29 |
| 3.2. DC lití s horkou hlavou | 30 |
| 3.2.1. Systém Hot Top se vzduchovým polštářem | 31 |
| 3.2.2. Systém Hot Top s použitím podtlaku | 32 |
| 3.3. DC lití do elektromagnetického pole..... | 32 |
| 3.4. DC horizontální lití..... | 33 |
| 3.5. Kvalita odlitku pro lisování..... | 34 |
| 3.5.1. Povrchová kvalita odlitku | 34 |
| 3.6. Parametry ovlivňující kvalitu odlitku | 39 |
| 3.6.1. Licí rychlosť | 39 |
| 3.6.2. Průtok chladící vody | 40 |
| 3.6.3. Teplota vody přiváděna do kokily | 41 |
| 3.6.4. Výška hladiny kovu v kokile | 41 |
| 4. TEPLITNÍ POMĚRY V SYSTÉMU ODLITEK/KOKILA | 42 |
| 4.1. Přenos tepla v odlitku..... | 42 |
| 4.1.1. Odhad součinitele prostupu tepla | 44 |
| 4.1.2. Odhad Pe a Bi čísel a jejich efekt na odlévání | 47 |
| 4.1.3. Teorie přenosu tepla pro aplikaci licího systému | 48 |
| 4.2. Odvod tepla kokilou a chlazením odlitku..... | 51 |

| | | |
|-----------|---|-----------|
| 4.2.1. | Primární chlazení a vzduchová mezera..... | 51 |
| 4.2.2. | Tlakové proudění vody během chlazení kokily | 52 |
| 4.2.3. | Sekundární chlazení..... | 55 |
| 5. | ZPŮSOBY ODLÉVÁNÍ A VAZBA NA KVALITU VÝLISKU | 59 |
| 5.1. | Přímé lisování | 62 |
| 5.2. | Nepřímé lisování | 63 |
| 5.3. | Porovnání toku materiálu mezi způsoby lisování | 65 |
| 5.4. | Lisování trubek na trn a pomocí můstkových matric | 65 |
| 5.5. | Základní charakteristiky lisovacího procesu..... | 66 |
| 5.6. | Vady výlisku a dopad vad čepu na kvalitu výlisku..... | 69 |
| 5.6.1. | Podélný svár způsobeným spojem čep na čep | 70 |
| 5.6.2. | Tepelné praskliny | 70 |
| 5.6.3. | Uvolněné nárůsty na lisovacích ploškách..... | 71 |
| 5.6.4. | Řádkovitost, linky na povrchu výlisku | 72 |
| 5.6.5. | Pomerančový efekt na povrchu výlisku | 72 |
| 5.6.6. | Otlaky zastavením lisování, či grafitové linky | 73 |
| 5.6.7. | Vada lesku po anodické oxidaci | 73 |
| 5.6.8. | Vady odstínu po anodické oxidaci | 74 |
| 6. | TEORIE KRYSTALIZACE A CHARAKTERISTIKA SLÉVÁRENSKÉHO ZRNA | 75 |
| 6.1. | Typy krystalizace | 75 |
| 6.2. | Mikrostruktura při tuhnutí | 76 |
| 6.3. | Transformace sloupcového na rovnoosé zrno (CET) | 79 |
| 6.3.1. | Prezentované modely pro CET..... | 79 |
| 6.3.1.1. | Deterministické modely | 79 |
| 6.3.1.2. | Analytické modely | 79 |
| 6.3.1.3. | Simulační modely | 80 |

| | | |
|----------|--|-----|
| 6.3.1.4. | Stochastické modely | 81 |
| 6.3.2. | Parametry ovlivňující CET | 82 |
| 6.3.3. | Navrhované parametry pro eliminaci sloupcového růstu | 85 |
| 6.4. | Původ rovnoosých zrn..... | 86 |
| 6.4.1. | Volně chlazené krystaly..... | 86 |
| 6.4.2. | Odlamování dendritických ramen | 87 |
| 6.4.3. | Konstituční podchlazení | 89 |
| 6.4.4. | Chlazením od povrchu..... | 90 |
| 6.4.5. | Separační teorie | 90 |
| 6.5. | Nukleace a její mechanismus | 91 |
| 6.5.1. | Homogenní nukleace..... | 92 |
| 6.5.2. | Heterogenní nukleace | 93 |
| 6.5.2.1. | Model sférické kopule | 94 |
| 6.5.2.2. | Maxwell a Hellawell model | 95 |
| 6.5.2.3. | Adsorpční model | 96 |
| 6.5.2.4. | Fletchrův model..... | 98 |
| 6.5.2.5. | Model volného růstu..... | 99 |
| 6.6. | Zjemňování zrna a zjemňovače | 104 |
| 6.6.1. | Mechanismus zjemnění..... | 106 |
| 6.6.1.1. | Boridová a karbidová teorie | 106 |
| 6.6.1.2. | Teorie fázových diagramů..... | 107 |
| 6.6.1.3. | Peritektická Hulkova teorie..... | 109 |
| 6.6.1.4. | Hypernukleační teorie | 109 |
| 6.6.1.5. | Duplexní nukleační teorie..... | 109 |
| 6.6.1.6. | Teorie tuhnutí | 110 |
| 6.6.2. | Účinnost zjemnění zrna | 111 |
| 6.6.3. | Jiné metody zjemnění..... | 113 |

| | | |
|-----------|---|------------|
| 6.6.4. | Testování výkonnéosti zjemnění | 115 |
| 6.6.5. | Metody pro vyhodnocení velikosti zrna..... | 119 |
| 6.6.5.1. | Makrohodnocení velikosti zrna..... | 119 |
| 6.6.5.2. | Miro hodnocení velikosti zrna..... | 120 |
| 7. | TEPELNÁ BILANCE LICÍHO PROCESU PROTOTYPOVÉHO LICÍHO ZAŘÍZENÍ KRUHOVÝCH INGOTŮ O PRUMĚRU 151 MM | 123 |
| 7.1. | Popis testovacího zařízení | 123 |
| 7.2. | Tepelná bilance licího procesu..... | 123 |
| 7.3. | Teplo potřebné k ohřátí vody během chlazení kokily | 123 |
| 7.4. | Teplo potřebné k odpaření chladící vody | 124 |
| 7.5. | Výpočet ztrát vstupního žlabu do kokily | 126 |
| 7.5.1. | Výpočet průtočného průřezu žlabu S_{IAI} | 130 |
| 7.5.2. | Výpočet střední rychlosti kovu v žlabu s hmotností odlitku m_{SAI} . | 130 |
| 7.5.3. | Určení průtočné rychlosti Al taveniny žlabem w_{IAI} | 130 |
| 7.5.4. | Stanovení Reynoldsova, Nusseltova a Prandtlova kritéria pro průtok nekruhovým průřezem – nucené proudění | 130 |
| 7.5.5. | Určení součinitele α pro vzduch volně proudící v neomezeném prostředí kolem žlabu | 131 |
| 7.5.6. | Výpočet určující teploty pro proudění vzduchu kolem žlabu..... | 132 |
| 7.5.7. | Hodnoty odečtené z tabulek pro vzduch při teplotě 100°C | 132 |
| 7.5.8. | Určení Grasshoffova čísla | 132 |
| 7.5.9. | Výpočet ztrát žlabu – vodorovný řez..... | 133 |
| 7.5.10. | Výpočet ztrát žlabu – svislý řez a výpočet teplot na rozhraní | 133 |
| 7.5.11. | Výpočet poklesu teploty kovu vlivem ztrát ve žlabu | 133 |
| 7.6. | Výpočet ztrát licí hlavy kokily – horní část..... | 134 |
| 7.6.1. | Výpočet průtočného průřezu hlavou kokily | 134 |
| 7.6.2. | Určení průtočného množství Al hlavou kokily | 134 |

| | | |
|---------------------------------------|---|------------|
| 7.6.3. | Určení průtočné rychlosti Al taveniny hlavou kokily | 134 |
| 7.6.4. | Stanovení Reynoldsovo kritéria pro průtok kruhovým průřezem | 134 |
| 7.6.5. | Výpočet určující teploty pro proudění vzduchu kolem hl. kokily.. | 136 |
| 7.6.6. | Hodnoty odečtené z tabulek pro vzduch při teplotě 100°C | 136 |
| 7.6.7. | Určení Grasshoffova čísla | 136 |
| 7.6.8. | Výpočet teploty na pozici keramické hlavy „Timbel“ | 137 |
| 7.6.9. | Výpočet ztrát na pozici keramického kroužku „Tplate“ | 137 |
| 7.6.10. | Výpočet poklesu teploty v garfitovém kroužku „T _{vystGR} “ | 137 |
| 7.6.11. | Výpočet ztrát na pozici keramického kroužku „Tplate“ | 138 |
| 7.6.12. | Výpočet poklesu teploty v garfitovém kroužku „T _{vystGR} “ | 138 |
| 7.6.13. | Tlakové proudění vody během chlazení kokily - mezikruží..... | 140 |
| 7.7. | Posouzení přenosu tepla na základě měření teplot lití slitiny AA6008 | 143 |
| 8. VLASTNÍ EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST | | 146 |
| 8.1. | Vliv licích parametrů na velikost zrna během DC odlévání pomocí horké hlavy | 147 |
| 8.1.1. | Vliv licí rychlosti | 147 |
| 8.1.1.1. | Popis experimentu | 148 |
| 8.1.1.2. | Použité metody pro vyhodnocování velikosti zrna | 150 |
| 8.1.1.3. | Dosažené výsledky a diskuze | 153 |
| 8.1.2. | Vliv teploty vody..... | 153 |
| 8.1.2.1. | Popis experimentu | 153 |
| 8.1.2.2. | Dosažené výsledky | 155 |
| 8.1.3. | Vliv použitých materiálů kokily | 155 |
| 8.1.3.1. | Vliv materiálu grafitového kroužku | 155 |
| 8.1.3.1.1. | Popis experimentu | 156 |
| 8.1.3.1.2. | Dosažené výsledky a diskuze | 159 |
| 8.1.3.2. | Vliv použitého materiálu kroužku hlavy kokily (Tplate) ... | 159 |

| | | |
|------------|--|-----|
| 8.1.3.2.1. | Popis experimentu | 159 |
| 8.1.3.2.2. | Dosažené výsledky a diskuze | 165 |
| 8.1.4. | Vliv teploty kovu při odlévání | 165 |
| 8.1.4.1. | Popis experimentu | 165 |
| 8.1.4.2. | Dosažené výsledky a diskuze | 169 |
| 8.2. | Vliv použitého zjemňovače na velikost zrna..... | 169 |
| 8.2.1. | Testy výkonosti typu použitého zjemňovače | 169 |
| 8.2.1.1. | Vyhodnocení nukleační výkonnosti zjemňovače TP1 test | 169 |
| 8.2.1.2. | Metalografické optické porovnání zjemňovačů | 174 |
| 8.2.1.3. | Metalografické porovnání zjemňovačů pomocí analyzátoru obrazu | 175 |
| 8.2.1.4. | Hodnocení mikrostruktury zjemňovačů pomocí EDX | 180 |
| 8.2.1.5. | Analýza lomových ploch porovnávaných zjemňovačů | 186 |
| 8.2.1.6. | Analýza chemického složení porovnávaných zjemňovačů | 194 |
| 8.2.1.6.1. | Dosažené výsledky a diskuze..... | 194 |
| 8.3. | Vliv chemického složení slitiny na výkonnost použitého zjemňovače | 196 |
| 8.3.1. | Vliv typu slitiny dle AA (Aluminium Asotiation)..... | 196 |
| 8.3.1.1. | Slitiny třídy 1xxx | 196 |
| 8.3.1.2. | Slitiny třídy 2xxx | 196 |
| 8.3.1.3. | Slitiny třídy 3xxx | 197 |
| 8.3.1.4. | Slitiny třídy 4xxx | 193 |
| 8.3.1.5. | Slitiny třídy 5xxx | 197 |
| 8.3.1.6. | Slitiny třídy 6xxx | 198 |
| 8.3.1.7. | Slitiny třídy 7xxx | 198 |
| 8.3.1.7.1. | Dosažené výsledky a diskuze..... | 199 |
| 8.3.2. | Vliv přídavku jednotlivých prvků na nukleační účinnost | 200 |
| 8.3.2.1. | Vliv Fe na nukleační účinnost zjemňovače | 201 |

| | |
|---|------------|
| 8.3.2.2. Vliv Si na nukleační účinnost zjemňovače | 201 |
| 8.3.2.2.1. Popis provedeného experimentu | 201 |
| 8.3.2.2.2. Dosažené výsledky a diskuze..... | 206 |
| 8.3.2.3. Vliv B na nukleační účinnost zjemňovače | 207 |
| 8.3.2.3.1. Dosažené výsledky a diskuze..... | 208 |
| 8.3.2.4. Vliv Zr na nukleační účinnost zjemňovače | 208 |
| 8.3.2.4.1. Popis provedeného experimentu | 209 |
| 8.3.2.4.2. Dosažené výsledky a diskuze..... | 211 |
| 8.3.2.5. Vliv dolegovaného množství Zr do taveniny a množstvím Zr získaného z přetaveného vratného materiálu | 211 |
| 8.3.2.5.1. Dosažené výsledky a diskuze..... | 212 |
| 8.3.2.6. Vliv doby od zaledování zjemňovače a ztuhnutím odlitku na nukleační účinnost zjemňovače | 214 |
| 8.3.2.6.1. Dosažené výsledky a diskuze..... | 215 |
| 8.4. Použití alternativních metod pro zjemnění zrna odlitku..... | 217 |
| 8.4.1. Popis a provedení experimentu..... | 217 |
| 8.4.2. Hodnocení segregací v odlitku | 221 |
| 8.4.3. Hodnocení segregací ve výlisku a vyhodnocení mechanických vlastností | 225 |
| 8.4.4. Strukturní vyhodnocení..... | 227 |
| 8.4.5. Dosažené výsledky a jejich diskuze | 230 |
| 9. SHRNUTÍ VÝSLEDKŮ A NOVÝCH POZNATKŮ DISERTAČNÍ PRÁCE.. | 233 |
| 10. ZÁVĚR | 235 |
| 11. PŘÍNOSY DISERTAČNÍ PRÁCE..... | 236 |
| 12. DOPORUČENÍ PRO DALŠÍ VÝZKUM | 240 |
| 13. POUŽITÁ LITERATURA..... | 241 |

Přehled použitých veličin a jednotek

| | |
|--------------|---|
| A | - plocha záriče, plocha průzezu žlabu [m^2] |
| A_c | - příčný průřez čepu [m^2] |
| A_e | - průřez lisované tyče [m^2] |
| b_z | - šířka žlabu [m] |
| B_i | - Biotovo kritérium [1] |
| C_{lAl} | - specifické teplo tekutého hliníku [$J \cdot kg^{-1} K^{-1}$] |
| C_{sAl} | - specifické teplo tuhého hliníku [$J \cdot kg^{-1} K^{-1}$] |
| C_p | - specifické teplo žlabu [$J \cdot kg^{-1} K^{-1}$] |
| C_v | - měrná tepelná kapacita vody [$J \cdot kg^{-1} K^{-1}$] |
| C_{pvz} | - měrná tepelná kapacita vzduchu [$J \cdot kg^{-1} K^{-1}$] |
| d_1 | - vnější průměr ocelového pláště hlavy [m] |
| d_2 | - průměr izolace pyrocast [m] |
| d_3 | - vnější průměr hlavy - timbel [m] |
| d_4 | - vnitřní průměr hlavy - timbel [m] |
| d_{Tp} | - vnitřní průměr hlavy - t-plate [m] |
| d_{GR1} | - vnitřní průměr hlavy - grafit [m] |
| d_{GR2} | - vnější průměr hlavy - grafit [m] |
| d_{kokila} | - vnější průměr kokily [m] |
| d_h | - hydraulický průměr [m] |
| D_e | - ekvivalentní průměr [m] |
| D_c | - průměr čepu [m] |
| D_1 | - vnější průměr vnitřku kokily [m] |
| D_2 | - vnitřní průměr vnějšku kokily [m] |
| D | - průměr vodního kanálu |
| C_p | - měrná tepelná kapacita [$KJ \cdot kg^{-1} K^{-1}$] |
| c | - měrná tepelná kapacita [$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$] |
| c_F | - měrná tepelná kapacita materiálu formy [$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$] |
| c_P | - měrná tepelná kapacita za konstantního tlaku [$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$] |
| c_S | - měrná tepelná kapacita pro tuhý stav látky [$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$] |
| c_L | - měrná tepelná kapacita pro kapalný stav látky [$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$] |
| C | - součinitel záření skutečného tělesa; $C = C_o \cdot \varepsilon$ [$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-4}$] |
| C_o | - součinitel sálání absolutně černého tělesa; $C_o = 5,775 \cdot 10^{-8}$ [$W \cdot m^{-2} \cdot K^{-4}$] |

| | |
|--------------------|---|
| grad T, ΔT | - teplotní gradient (rozdíl teplot ve dvou místech tělesa) [K] |
| g | - tíhové zrychlení [$m.s^{-2}$] |
| h | - součinitel prostupu tepla [$W.m^{-2}.K^{-1}$] |
| H | - entalpie [J] |
| k | - konstanta tuhnutí [$m.s^{-1/2}$] |
| k | - tepelná vodivost slitiny [$W.m^{-1}.K^{-1}$] |
| L_{KR} | - latentní (krystalizační) teplo pro 1 kg kovu [$J.kg^{-1}$] |
| L_v | - latentní teplo fúze na jednotku objemu krystalu [$J.kg^{-1}$] |
| L | - charakteristický rozměr [m] |
| L_e | - zbytek délky čepu v recipioentu [m] |
| L_t | - délka čepu [m] |
| L_{dz} | - délka mrtvé zóny [m] |
| L_b | - výška matrice v kontaktu s Al [m] |
| m | - hmotnost látky [kg] |
| Nu | - konstanta Nusseltova kritéria [1] |
| P_e | - pékletovo číslo [-] |
| Q_{ZDR} | - tepelný výkon všech vnitřních zdrojů tělesa [$W.m^{-2}$] |
| Q | - množství tepla [J] |
| Q_{kovu} | - teplo obsažené kovem [J] |
| dQ | - přírůstek tepla [J] |
| \dot{q} | - měrný tepelný tok [$W.m^{-2}$] |
| \dot{Q} | - tepelný tok [$J.s^{-1} = W$] |
| S | - teplota [$^{\circ}C$], [K] |
| S | - teplosměnná plocha (dotyku; sálání) [m^2] |
| dS | - element plochy [m^2] |
| t | - čas [s] |
| T_{KR} | - teplota krystalizace taveniny [$^{\circ}C$], [K] |
| T_l | - licí teplota [$^{\circ}C$], [K] |
| T_L | - teplota likvidu odlévané taveniny [$^{\circ}C$], [K] |
| T_s | - teplota solidu odlévané taveniny [$^{\circ}C$], [K] |
| T_{PO} | - teplota povrchu odlitku [$^{\circ}C$], [K] |
| T_{TAV} | - teplota tavení [$^{\circ}C$], [K] |
| T_0 | - teplota v čase $t = 0$ [$^{\circ}C$], [K] |

| | |
|-----------------------------------|--|
| T_t | - teplota tání [$^{\circ}\text{C}$], [K] |
| u | - licí rychlosť [$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$] |
| u, v | - souřadnice místa plochy [m] |
| V | - objem tělesa [m^3] |
| x, y, z | - prostorové souřadnice bodu [m] |
| α_{al} | - tepelná difuzivita Al [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| α_{vz} | - součinitel přestupu tepla vzduchu [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| α | - součinitel přestupu tepla [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| α_{Al} | - tepelná difuzivita Al [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| α_s | - součinitel přestupu tepla sáláním [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| β | - efektívni součinitel prostupu tepla mezerou [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| γ_{LN} | - mezifázová interfaciální energie – kapaliny/ nukleant [J] |
| γ_{SN} | - mezifázová interfaciální energie – tuhá látka/ nukleant [J] |
| γ_{SL} | - mezifázová interfaciální energie – tekutá/pevná látka [J] |
| δ | - tloušťka vrstvy, kterou prochází teplo [m] |
| ϵ | - emisní součinitel sálání resp. poměrná sálavost tělesa (0,7 až 0,9) [-] |
| θ | - úhel smáčení [$^{\circ}$] |
| λ | - součinitel tepelné vodivosti materiálu [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| $\lambda_x, \lambda_y, \lambda_z$ | - součinitele tepelné vodivosti ve směrech x, y, z [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| ξ | - tloušťka ztuhlé vrstvy odlitku [m] |
| σ | - Stefan Boltzmannova konstanta $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8}$ [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$] |
| σ | - mezifázová energie [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$] |
| ρ | - hustota hliníkové slitiny [$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$] |
| ∇ | - Laplaceův nabla operator |
| μ | - dynamická viskozita [$\text{m} \cdot \text{Pa} \cdot \text{s}$] |
| ν | - kinematická viskozita [$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$] |

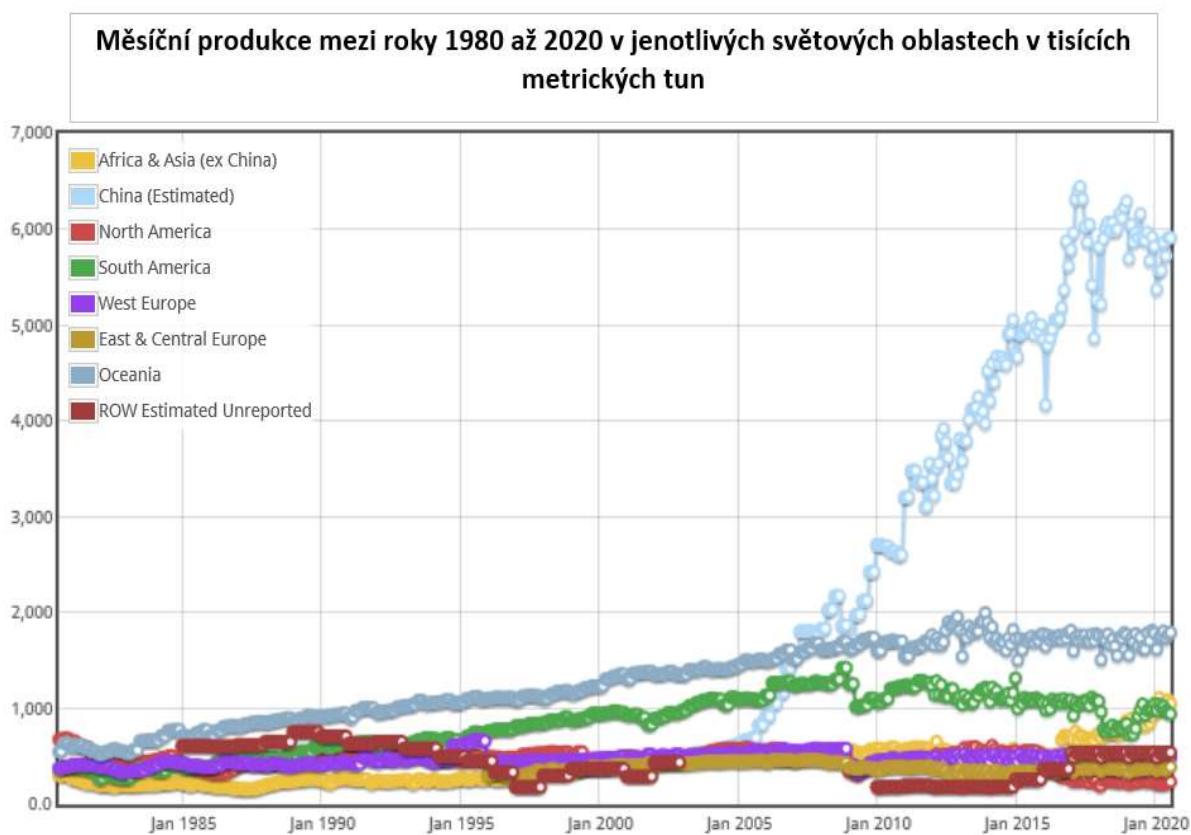
Indexy

| | |
|-----|----------------|
| a | - axiální |
| c | - kritický |
| e | - okraj |
| ekv | - ekvivalentní |

| | |
|------|--------------------------------------|
| g | - plynné skupenství |
| GR | - grafit |
| H | - horizontální |
| HD | - vyzdívkový materiál HD board |
| KKR | - konec krystalizace |
| KR | - krystalizace |
| KS | - kontaktní povrch tavenina/vyzdívka |
| l | - tavenina |
| lAl | - tekutý Al |
| leid | - bod leidenfrostu |
| mfb | - bod minima varu filmu |
| odp | - odparu |
| o | - povrch |
| OC | - ocelový plát' |
| p | - půlrádius |
| PY | - vyzdívkový materiál Pyrocast |
| s | - pevné skupenství |
| sat | - saturace |
| Tp | - vyzdívkový materiál - Tplate |
| Ti | - vyzdívkový materiál - Timbel |
| V | - vertikální |
| v | - voda |
| vst | - vstupní |
| výst | - výstupní |
| vz | - vzduch |
| ZKR | - začátek krystalizace |
| ztr | - ztrátové |
| žl | - žlab |
| ω | - povrch stěny, nebo palivové tyče |

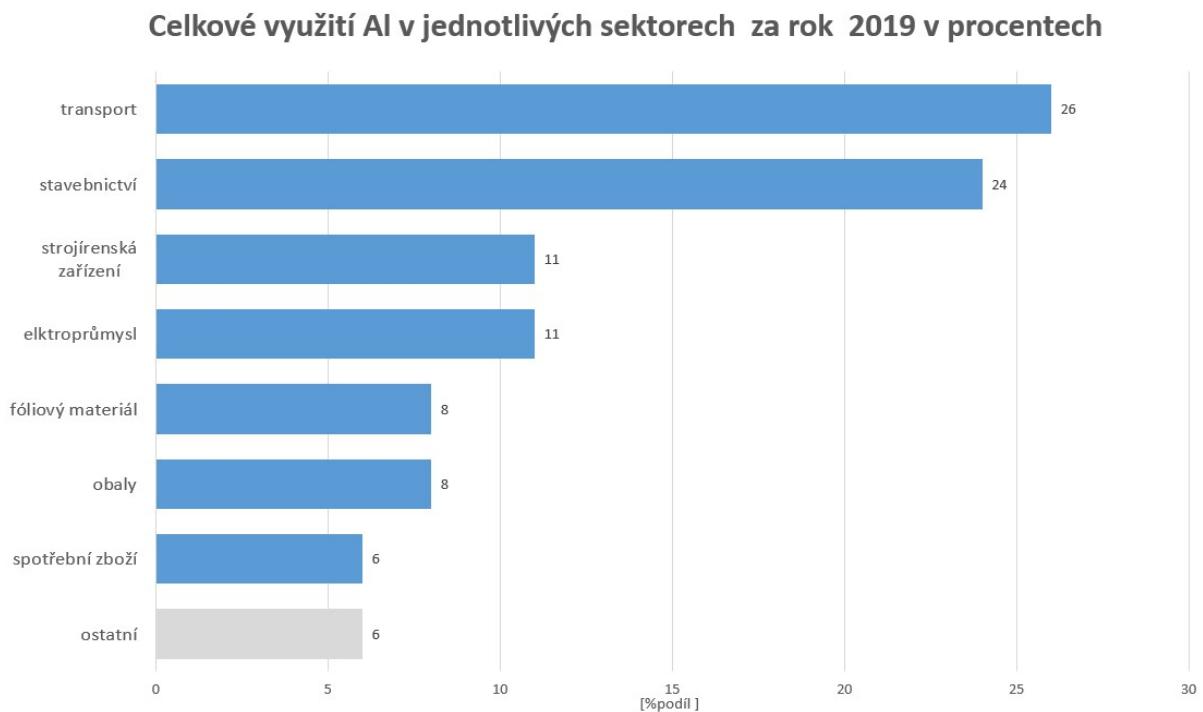
2. ÚVOD

Výběr hliníku jako materiálu pro průmyslové využití je datováno již od konce osmnáctého stolního století, kdy nástup jeho roční průmyslové využití vzrostlo od roku 1884 do roku 1900 prakticky na 8000 tun. Avšak k jeho masivnějšímu využití došlo prakticky až v období před první světovou válkou a to hlavně pro vojenské využití. Na obr. 1 je vyobrazeno celosvětové množství produkce hliníku dle světových oblastí v období mezi roky 1980 až 2020. V dnešní době je hliník jako materiál využíván v celé řadě oblastí a díky svým vlastnostem, jako je nízká hmotnost, dobré mechanické vlastnosti, korozní odolnost a v neposlední řadě i dobrá tvářitelnost a svařitelnost, nachází tento materiál stále většího uplatnění v celé řadě průmyslových odvětví.



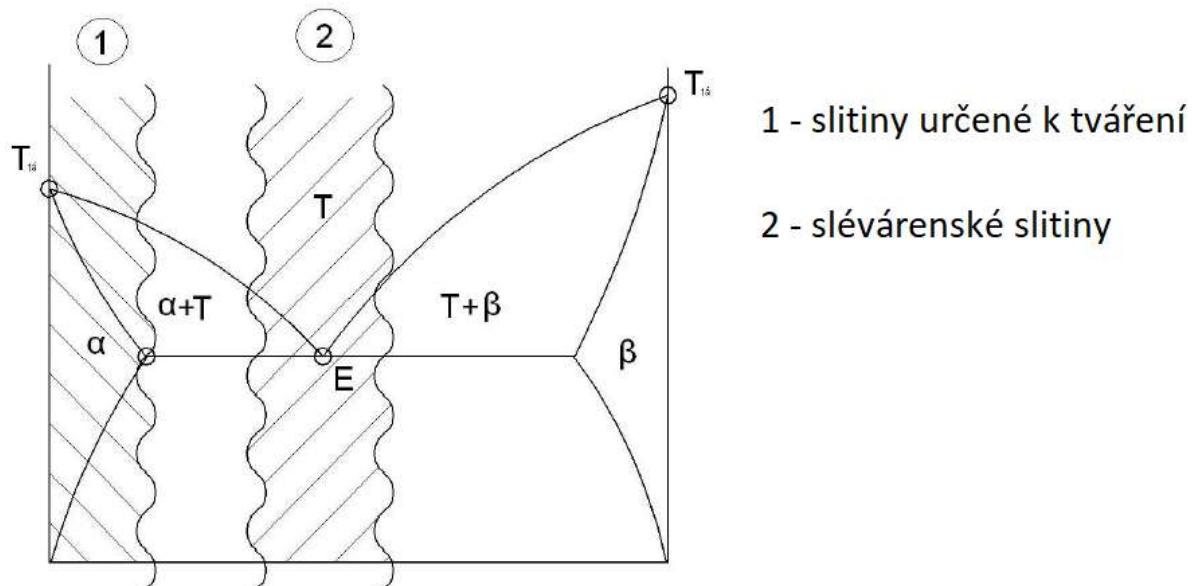
Obr. 1 Měsíční produkce hliníku v období mezi roky 1980 – 2020 dle světových oblastí

Na obr. 2 je vidět zastoupení hliníku v jednotlivých oblastech použití v roce 2019. Jak je obecně známo, hliníkové slitiny se dělí podle různých hledisek a to dle způsobu zpracování, tj. na slitiny slévárenské a slitiny pro tváření, nebo z hlediska zlepšování pevnostních vlastností vlivem tepelného zpracování vytvrzováním. Slitiny hliníku tedy můžeme dělit na další dvě skupiny: slitiny tepelně zpracovatelné (vytvrditelné) a slitiny tepelně nezpracovatelné (nevytvrditelné).



Obr. 2 Využití Al a jeho slitin v jednotlivých průmyslových sektorech

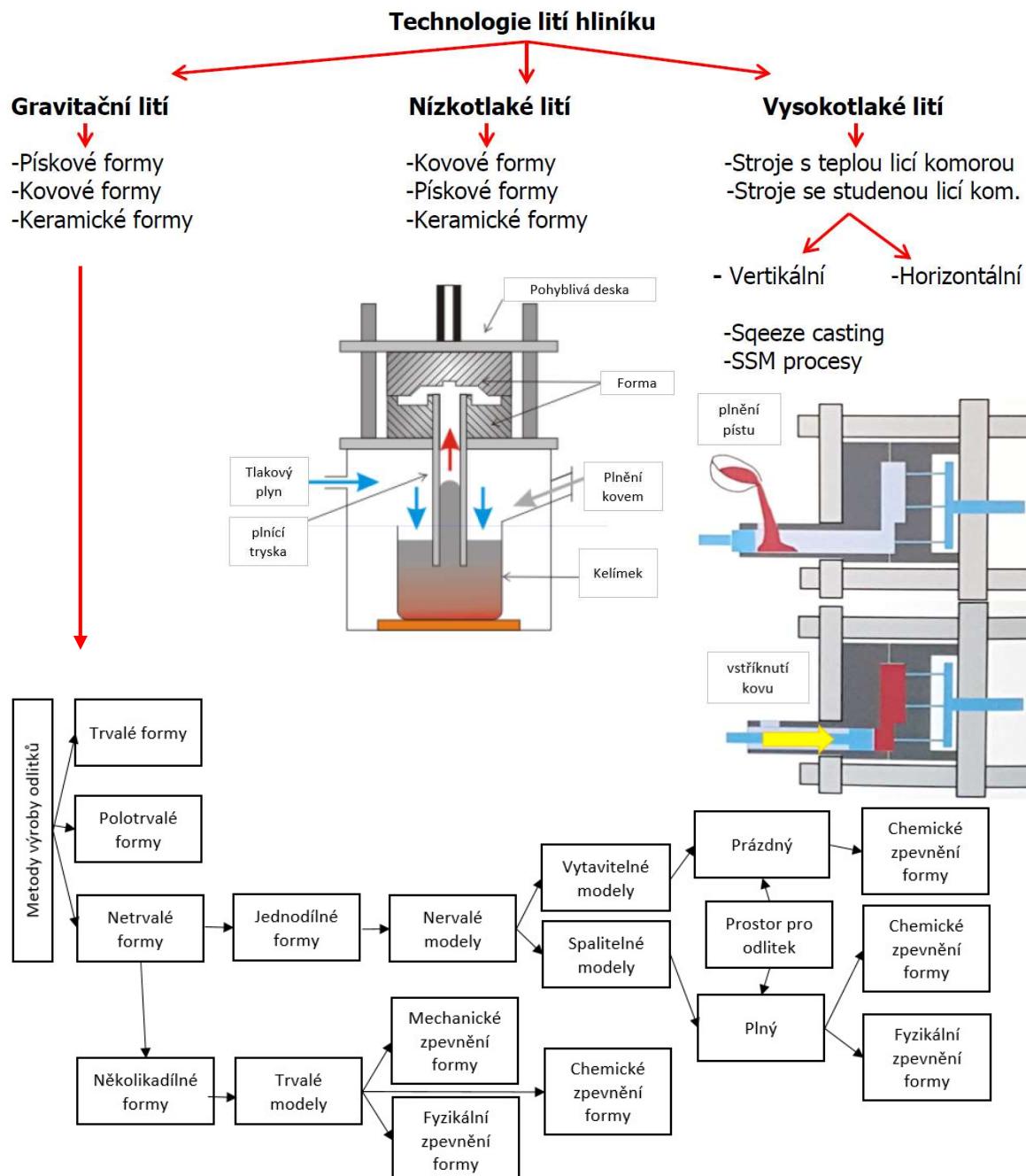
Slitiny hliníku, tj. hliník a přísadové kovy, tvoří většinou tuhé roztoky, kde maximální rozpustnost v tuhém stavu je při eutektické teplotě. Rozpustnost s klesající teplotou klesá a s teplotou okolí je zanedbatelná. Na obr. 3 jsou v diagramu s částečnou rozpustností pro ilustraci uvedeny dvě výrazné oblasti. Oblast 1 vymezuje slitiny určené pro tváření a oblast 2 (okolo eutektického bodu), slitiny pro slévání.



Obr. 3 Definice použití slitin Al na příkladu binárního systému s částečnou rozpustností

Zpracování hliníkových slitin odléváním se dá rozdělit do několika skupin. Na obr. 4 je znázorněno základní rozdělení způsobů lití hliníkových slitin. Technologie výroby se většinou volí podle:

- Konstrukce odlitku – tvar, rozměry, hmotnost
- Požadavky na užitné vlastnosti odlitku
- Počet kusů ve výrobní sérii
- Slitina
- Přesnost rozměrů a jakost povrchu



Obr. 4 Hrubé rozdělení technologií lití hliníkových slitin a druhy forem

Dalšími zvláštními metodami odlévání je technologie odstředivého lití a technologie polokontinuálního lití hliníkových polotovarů (zvláštní metoda gravitačního lití). Odlévání hliníkových polotovarů z hliníkových slitin pro další zpracování tvářením je velmi rozšířená technologie a výrobky zpracováné touto technologií jsou používány v mnoha strojírenských odvětvích a své nezaměnitelné místo zaujímá i ve stavebnictví. Výroba touto technologií je v posledních letech velmi umocněna prudkým rozvojem automobilového průmyslu. Využití hliníkových polotovarů, i pro bezpečnostní díly v automobilech, byla v minulosti doménou především dražších modelů, avšak se zpříšňujícími se emisními limity a s tím spojenou snahou snižovat hmotnosti vozů, se uplatnění rozšiřuje i pro modely nižších tříd.

Ačkoliv dominantní postavení v objemu dílů v automobilu zaujmají stále slitiny železa (hlubokotažný ocelový plech, litina s kuličkovým grafitem, litina s lupíkovým grafitem, popř. ocel na odlitky apod.), slitiny neželezných kovů (Al, Zn, Cu, apod.) a především tvářené nízkolegované hliníkové slitiny, vykazují stále vyšší podíl a nahrazují stále více dílů, které byly dříve výhradně vyráběny ze slitin železa. Dnešní karosérie pro automobily jsou prakticky vyráběny, u některých značek, jen z dílů vyrobených z hliníkových slitin a tyto díly jsou vyráběny různými technologiemi. Najdeme zde díly válcované, průtačně lisované, průtačně lisované a tažené, odlévané a v částech závěsů kol i díly kované.

Tab. 1 Rozdělení slitin pro tváření do tříd (skupin dle legujících prvků) a příklady slitin se značením dle norem ČSN, ČSN EN a DIN [71]

| Technicky čistý hliník – řada 1000 | | | | | |
|---|----------------------------------|---------------------------|-----------------------|----------------------------------|------------------------|
| Označení slitin podle ČSN EN 573-3 | | Označení slitin podle ČSN | | Označení slitin podle DIN 1725-1 | |
| číselné značení | chemické značení | číselné značení | chemické značení | číselné značení | chemické značení |
| EN AW-1070A | EN AW-Al 99.7(A) | ČSN 42 4003 | Al 99.7 | 3.0275 | Al 99.7 |
| Slitiny hliníku – řada 2000 - AlCu | | | | | |
| EN AW-2024 | EN AW-Al Cu4MgSi | ČSN 42 4201 | Al Cu4Mg1 | 3.1355 | AlCuMg2 |
| Slitiny hliníku – řada 3000 - AlMn | | | | | |
| EN AW-3103 | EN AW-Al Mn1 | ČSN 42 4432 | AlMn1 | - | - |
| Slitiny hliníku – řada 4000 - AlSi | | | | | |
| EN AW-4032 | EN AW-AlSi12.5 MgCuNi | ČSN 42 4237 | Al Si 12Ni1Mg1 | - | - |
| Slitiny hliníku – řada 5000 - AlMg | | | | | |
| EN AW-5019 | EN AW-Al Mg5 | ČSN 42 4415 | AlMg5 | 3.3555 | AlMg5 |
| Slitiny hliníku – řada 6000 - AlMgSi | | | | | |
| EN AW-6082 | EN AW-Al Si1MgMn | ČSN 42 4400 | AlMg1Si1Mn | 3.2315 | AlMgSi1 |
| Slitiny hliníku – řada 7000 - AlZn | | | | | |
| EN AW-7075 | EN AW-Al Zn5.5MgCu | ČSN 42 4222 | AlZn6Mg2Cu | 3.4365 | AlZn4.5MgCu 1.5 |
| Slitiny hliníku – řada 8000 - různé | | | | | |
| EN AW-8011A | EN AW-AlFeSi(A) | - | - | 3.0915 | AlFeSi |

Co se týče spojování těchto dílů, je zde opět používána celá škála spojovacích technologií jako svařování, šroubová spojení, nýtování a lepení. Z hlediska použití hliníkových slitin se slitiny rozdělují na slitiny slévárenské a slitiny pro tváření, viz obr. 4 a seznamy těchto slitin jsou uvedeny v tab. 1 a tab. 2. V těchto tabulkách je uvedeno jen základní rozdělení slitin dle tříd s uvedením příkladů slitin a její označení dle ČSN, ČSN-EN, DIN [71] a toto označení bývá shodné s AA.

Tab. 2 Příklady slitin hliníku pro odlitky a značení dle norem ČSN, ČSN EN a DIN [71]

| Slitiny hliníku na odlitky | | | | | |
|-----------------------------------|------------------------|---------------------------|------------------|----------------------------------|------------------|
| Označení slitin podle ČSN EN 1706 | | Označení slitin podle ČSN | | Označení slitin podle DIN 1725-2 | |
| číselné značení | chemické značení | číselné značení | chemické značení | číselné značení | chemické značení |
| EN AC-21000 | EN AC-Al Cu4MgTi | - | - | 3.1371 | AlCu4MgTi |
| EN AC-43000 | EN AC-Al Si10Mg(a) | ČSN 42 4331 | AlSi10MgMn | 3.2381 | AlSiMg(a) |
| EN AC-43300 | EN AC-Al Si9Mg | ČSN 42 4331 | AlSi10MgMn | 3.2373 | AlSi9Mg |
| EN AC-43200 | EN AC-AlSi12 (a) | ČSN 42 4330 | AlSi12Mn | 3.2373 | AlSi12 |
| EN AC-48000 | EN AC-Al Si12CuNiMg | - | - | - | AlSi12CuNiMg |

Tato dizertační práce je zaměřena výhradně na oblast odlévání hliníkových slitin pro tváření a tedy pro třídy slitin dle tab. 1. Tato oblast je poměrně široká a v této práci je řešena jen problematika odlévání kruhových ingotů, které se dále zpracovávají výhradně technologií tvářením – průtlačným lisováním. Práce dává ucelený přehled o variacích technologií pro výrobu hliníkových polotovarů odléváním a dále zpracovávaných tvářením za tepla - lisováním a popisuje nejen vlivy kvality odlitku na tento proces, ale popisuje i v základu proces lisování. Sledování vlastností polokontinuálně odlévaných produktů, a jejich vazba na finální výrobky, je po dlouhou dobu věnována velká pozornost. Vznikla řada analyzačních metod a zařízení pro jejich sledování. Protože kvalita odlitků (chemické složení, velikost zrna, segregace, čistota atd.) je základním faktorem a přímo ovlivňuje kvalitu konečného produktu, je snahou tyto parametry sledovat, zlepšovat a optimalizovat.

2.1. Cíle disertační práce

V návaznosti na problematiku popsanou v úvodu se dají ustanovit cíle disertační práce. Kromě analýzy technologií a metod používaných pro odlévání kruhových ingotů a literární rešerše problematiky krystalizace, se práce dělí na dvě základní téma.

První z těchto dvou témat je posoudit vliv tepelně- fyzikálních veličin licí soustavy v obvyklém uspořádání na tuhnutí a chladnutí odlitků v licí formě pro jednoho zvoleného reprezentanta slitin. V rámci těchto řešení se zároveň řešení práce zaměřuje na stanovení teplot v systému v závislosti na součinitelích přestupu či prostupu tepla.

Druhým cílem této disertační práce je vytvoření uceleného přehledu optimálního dávkování a typu zjemňovače zrna na velikost zrna odlitku v závislosti na použité slitině, licího průměru, licích parametrech. Dále popsat možné způsoby odstranění negativních vlivu na finální strukturu odlitku ať už vlivem vlastního zjemňovače, tak i negativními vlivy některých přísadových prvků.

Dílčí cíle práce jsou:

1. Tepelné poměry v licí soustavě a tepelná bilance licího procesu – prototypového licího zařízení pro odlévání kruhových ingotů pro jednoho zástupce.
2. V experimentální části stanovit ovlivnění velikosti zrna odlitku:
 - licími parametry a použitými materiály licí hlavy
 - použitým typem zjemňovače zrna
 - použitým dávkováním zjemňovače
 - chemickým složením slitiny a některých přídavných elementů
3. Na základě testů stanovit optimální dávkování zjemňovače pro některé slitiny.
4. Prověření alternativních metod zjednění licího zrna a jejich dopad na strukturu odlitku.

Možný přínos:

Ukázat průřezově metody používané ve světě pro proces odlévání kruhových ingotů a propojit vlivy kvality odlitku na proces lisování. Vytvoření přehledu o teplotních ztrátách v licím systému jako podklad při stanovování optimální licích parametrů. Volba optimálního zjemňovacího prostředku a jeho dávkování v závislosti na chemickém složení slitiny a použitých licích parametrech. Minimalizace defektů odlitků způsobených špatným, nebo nedostatečným dávkováním zjemňovače zrna.

2.2. Publikace doktoranda

- [1] MICHNA, Š., SKALICKÝ, I. : Study on AlSi10 and AlSi20 alloys structure from wiewpoit of applicability during alloing of AlMgSi type alloys, 7. 2/1998 transaction of technical university of Kosice, Sborník 2/1998, ISSN 1335-2334
- [2] SKALICKÝ, I.: Type of stabilizing furnace and way of pouring of melt used effect to billets quality from the point of inclusions, transaction of technical university of Kosice Sborník 4/1998, ISSN 1335-2334
- [3] SKALICKÝ, I.: AlTiB wire effictiviry to character of billet grains in connection with chemical composiition of charge input substances and possible adverse effects of grains character to final products , transaction of technical university of Kosice Sborník 4/1998, ISSN 1335-2334
- [4] SKALICKÝ, I.: Test of filtering devices for the casting of aluminium alloys for further wrought processing, possibilitiesin the interpretation of results and description of effects on the efficiency of the filtering devices, sborník mezinárodní konference ALUMINIUM 2001
- [5] NOVÁ, I., MACHUTA, J., SKALICKÝ, I.: Influence of pressure on Al-Si alloys system, Manufacturing Technology September 2017, Vol 17, No 4. pp. 543 - 549, ISSN 1213-2480.
- [6] SKALICKÝ, I. BAJCURA, M. BORUSÍK, R.: Vliv různých metod míchání taveniny na strukturu polokontinuálně odlévaných odlitků Al slitin, Strojírenská technologie, Sborník ISSN 1211–4162, Prosinec 2018, ročník XXIII, číslo 2.
- [7] SKALICKÝ, I. BAJCURA, M. VÁBERER, P. BORUSÍK, R.: Metody pro zjišťování výkonnosti produktu na zjemňování zrna a jejich aplikace ve výrobním procesu polokontinuálně odlévaných odlitků pro tváření, Strojírenská technologie, Sborník ISSN 1211–4162, Prosinec 2018, ročník XXIII, číslo 2.
- [8] BAJCURA, M. SKALICKÝ, I. VLADIVOJ, O. LUŠTINEC, J.: Analýza intermetalických fází hliníkové slitiny AA6050, Strojírenská technologie, Sborník ISSN 1211–4162, Prosinec 2018, ročník XXIII, číslo 2.

- [9] SKALICKÝ, I. BAJCURA, M. VÁBERER, P. BORUSÍK, R.: Metody zjišťování výkonnosti produktů pro zjemňování zrna u vybraných Al-Si slitin, Strojírenská technologie, Sborník ISSN 1211–4162, Prosinec 2019, ročník XXIV, číslo 1 a 2.
- [10] SKALICKÝ, I. BORUSÍK, R. BAJCURA, P.: Vliv licí rychlosti u DC polokontinuálního lití na velikost zrna odlitých čepů, Strojírenská technologie, Sborník ISSN 1211–4162, Prosinec 2019, ročník XXIV, číslo 1 a 2.
- [11] SUBRUTO, T. ESKIN D. G. BECKWITH, CH., SKALICKY, I. ROBERTS, D. TZANAKIS, I. PERICLEOUS, K.: Structure Refinement Upon Ultrasonic Melt Treatment in a DC Casting Launder, SOLIDIFICATION BEHAVIOR IN THE PRESENCE OF EXTERNAL FIELDS, <https://doi.org/10.1007/s11837-020-04269-3> 2020 The Author (s).
- [12] N. S. BAREKARA, I. SKALICKY, C. BARBATTI, Z. FAN, M. JARRETT.: Enhancement of chip breakability of aluminium alloys by controlling the solidification during direct chill casting, Journal of Alloys and Compounds, 0925-8388/© 2020 Elsevier B.V.

3. DC POLOKONTINUÁLNÍ ODLÉVÁNÍ KRUHOVÝCH ODLITKŮ

DC PŘÍMO CHLAZENÉ polo kontinuální odlévání (direct chilled casting) je metoda pro odlévání kruhových, plochooválných i plochých odlitků určených především pro další zpracování tvářením (lisování, válcování). Tato metoda je používána již od jejího vývoje v meziválečném období první a druhé světové války [1,2,3]. Pomocí této metody jsou odlévány prakticky veškeré slitiny dle Aluminium Association (International alloys designation) AA, EN a to viz tab 1 v úvodu:

| | | |
|--------------------|------|---------|
| Aluminium alloys - | 1xxx | Al |
| Aluminium alloys - | 2xxx | AlCu |
| Aluminium alloys - | 3xxx | AlMn |
| Aluminium alloys - | 4xxx | AlSi |
| Aluminium alloys - | 5xxx | AlMg |
| Aluminium alloys - | 6xxx | AlMgSi |
| Aluminium alloys - | 7xxx | AlZn |
| Aluminium alloys - | 8xxx | ostatní |

Tyto slitiny mají velmi široké uplatnění a velmi hrubé rozdělení aplikací je:

Hliníkové slitiny třídy - 1xxx

Tyto slitiny se vyznačují velmi dobrou tvářitelností avšak s velmi nízkými hodnotami mechanických vlastností. Hlavní uplatnění je v elektroprůmyslu pro aplikace různých chladičů, či sběrnic pro svou velmi vysokou vodivost, či v obalové technice.

Hliníkové slitiny třídy - 2xxx AlCu

Tato třída slitin se vyznačuje již velmi vysokými mechanickými hodnotami a slitiny jsou poměrně dobře tvářitelné. Maximálních pevností se dosahuje tepelným zpracováním tzv. precipitačním vytvrzováním. Materiály mají velmi dobrou obrobitelnost, eloxovatelnost a korozní odolnost. Materiály se využívají v široké škále aplikací a to v pevnostních dílech např. v leteckém průmyslu

Hliníkové slitiny třídy - 3xxx AlMn

Slitiny Al-Mn se vzhledem k malé rozpustnosti mangantu ve fázi α nevytvruzují – jsou nevytvrditelné. Slitiny se legují jen do 1,5% Mn, neboť při vyšší koncentraci vznikají fáze Al₆Mn, které zhoršují mechanické vlastnosti. Tyto slitiny lze zpevnit tvářením za studena na R_m = 200 MPa při snížení tažnosti A5 < 3%. Tato slitina se hojně používá ve výrobě plechovek, trubek pro chladicí systémy a přesných tažených trubek.

Hliníkové slitiny třídy - 4xxx AlSi

Obsah Si se u těchto slitin se pohybuje mezi 3 až 13 %. Používají se při požadavcích na odolnost vůči korozi a dobrou slévatelnost. Nejpříznivější vlastnosti vykazují siluminy blížící se svým obsahem Si eutektickému složení (tj. 12 až 13 % Si). Vzhledem k dobré obrobitelnosti siluminů se používají profilové vylisované polotovary po obrobení v automobilovém průmyslu

Hliníkové slitiny třídy - 5xxx AlMn

Rozpustnost hořčíku ve fázi α je značná (Tab. 12 – Rozpustnost legujících prvků), avšak slitiny Al-Mg se nevytvrují, protože malé zvýšení pevnosti je provázeno velkým snížením tažnosti. Používají se slitiny obsahující do 7 % Mg, protože s rostoucím obsahem hořčíku roste i podíl fáze β (Al_3Mg_2), která zhoršuje tvářitelnost a odolnost proti korozi. Pevnost těchto slitin se pohybuje kolem 200 MPa. Deformačním zpevněním je možné zvýšit pevnost až na 420 MPa.

Hliníkové slitiny třídy - 6xxx AlMgSi

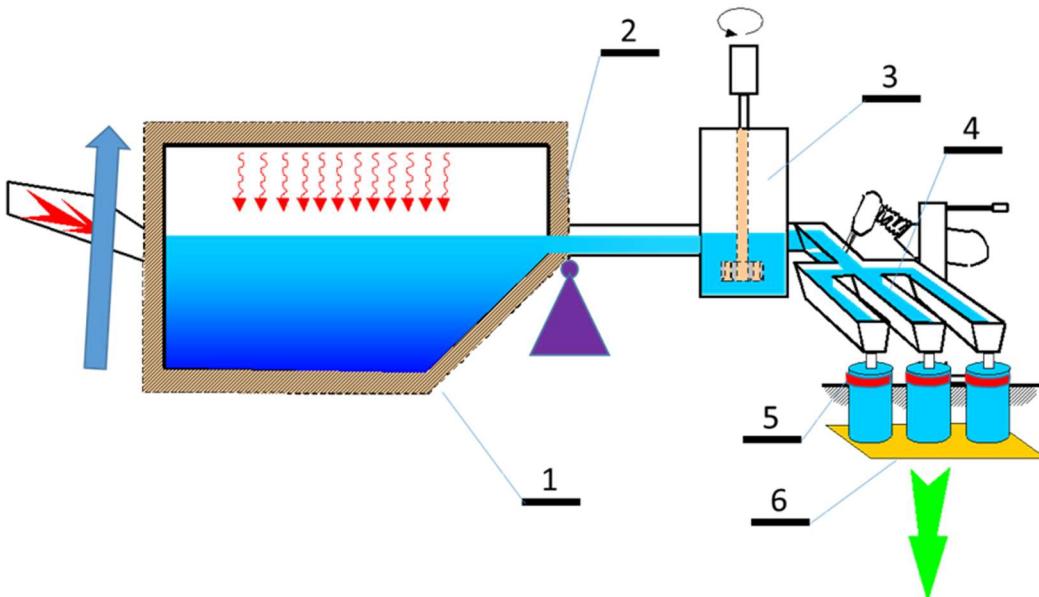
Tyto slitiny jsou velmi často používány v automobilovém a leteckém průmyslu, díky výborným vlastnostem tváření, dobré statické i dynamické odolnosti vůči zátěži, dobré korozní odolnosti, dobré svařitelnosti a vhodnosti na obrábění. Obsah legujících prvků většinou nepřekročí hranici 1,5 %. Slitiny 60xx – 62xx jsou označovány jako avialy nebo pantaly. Jsou tvárnější, odolnější proti korozi, lépe se svařují a jejich tepelné zpracování je méně náročné na přesné dodržení teplot. Při vyšším obsahu legujících prvků jsou tyto slitiny také slévatelné.

Hliníkové slitiny třídy - 7xxx AlZn

Slitiny vykazují výborné pevnostní vlastnosti již v litém stavu a mají poměrně dobrou odolnost vůči korozi. Výhodou je také dosažení pevnostních vlastností po 20 až 30 dnech pomocí přirozeného stárnutí. Nevýhodou je obtížná slévatelnost a při vyšších teplotách možnost tvorby trhlin. Pod napětím se jim velmi snižuje odolnost vůči korozi. Pro své vysoké pevnostní vlastnosti až 750 MPa jsou využívány pro konstrukci vysoko pevnostních dílů a kromě automobilového průmyslu, je těchto slitin využíváno hojně v leteckém průmyslu.

3.1. Konvenční přímo chlazené DC lití a regulace kovu v kokile

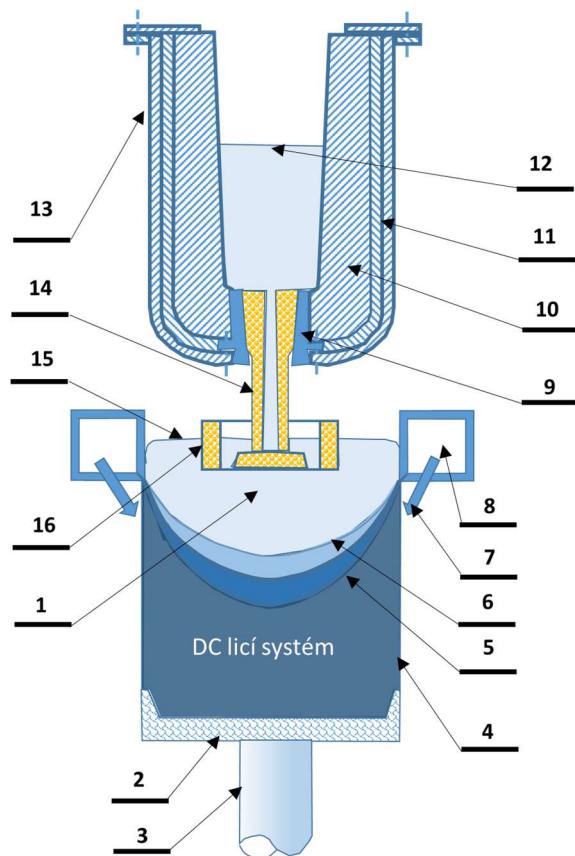
Konvenční systém DC lití, jehož obvyklé uspořádání je znázorněno na obr. 5, je vybaveno vodou chlazenou kokilou, do které je kontinuálně dodáván tekutý kov, který v kokile tuhne a odlitek je postupně spouštěn do licí jámy.



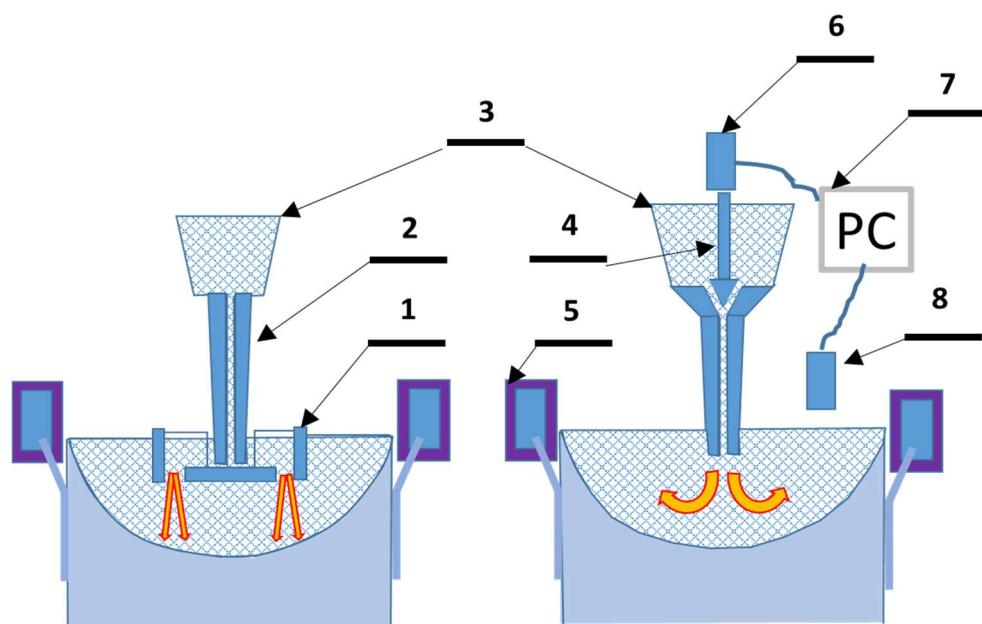
Obr. 5 Konvenční uspořádání licí linky vybavené polo kontinuálním DC odlévacím systémem; 1 – naklápací licí pec; 2 – výtok kovu žlabem; 3 – rotorové rafinační zařízení; 4 – rozdělovač kovu s tryskami; 5 – licí kokila chlazená vodou; 6 – spouštěný licí stůl se startovacími zátkami

Konvenční licí systém DC je již používán téměř 80 let a jeho zavedení do průmyslové výroby je datováno do meziválečného období a tento systém je používán též pro odlévání hořčíku, mědi a zinku. Hnací silou pro vývoj DC odlévání bylo zlepšení kvality výrobků a produktivity. Kontrola pod povrchové mikrostruktury a minimalizace povrchových vad bylo zejména důvodem pro vývoj mnoha nových variant tohoto procesu. Další atributy kvality jsou makro segregace, mikrostruktura, tvar ingotu a stabilita licího procesu optimalizací procesu.

Obecně je popsán systém v obr. 6, kde je vysvětlen princip chlazení kokily a přenos tepla z odlévaného materiálu a jednotlivé fáze procesu. Kokila je chlazena protékají vodou, která po opuštění kokily chladí přímo odlitek a to vodním filmem, nebo sprchou. Odlitek tuhne v kokile a je spouštěn směrem do licí jámy. Tento proces je přerušen v momentě dosažení požadované délky, nebo po dosažení maximální konstrukční délky zařízení. Odlitky se vyjmou z licí jámy a proces se opakuje. Protože u systému konvenčního DC lití je nutno v každé kokile udržovat konstantní úroveň hladiny kovu, z důvodu zachování konstantní parametrů lití, je toto zabezpečeno buď použitím systému plováku a trysky pro každou kokilu v licím systému (což se používá pro menší průměry odlitku a většího počtu odlitků v licím rámu), nebo pro větší odlitky je použito nějakého systému měření výšky hladiny a zpětného řízení ucpávky v licí trysce [4]. Tyto dva základní způsoby jsou popsány a znázorněny v obr. 7.



Obr. 6 Schéma principu kokily DC odlévacího systému a odlitku; 1 – tekutý kov v kokile; 2 – spouštěná zátka; 3 – hydraulický válec; 4 – již ztuhlý odlitek; 5 – solidus; 6 – likvidus; 7 – vodní sprcha, 8 – vodní komora v kokile, 9 – sedlo trysky, 10 – keramika rozdělovače, 11 – izolace rozdělovače, 12 – hladina kovu v rozdělovače, 13 – ocelový plášť rozdělovače, 14 – lící tryska, 15 – hladina kovu v kokile, 16 – plovák



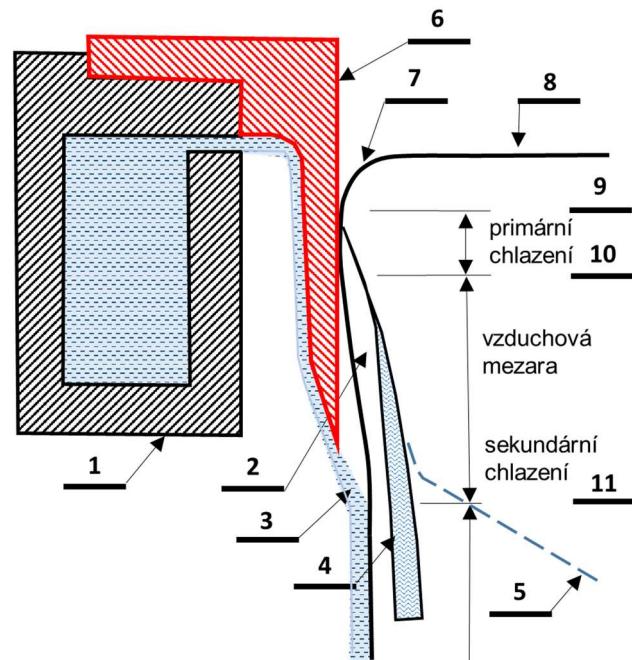
Obr. 7 Schéma principu regulace hladiny kovu v kokile DC odlévacího lití; 1 – plovák; 2 – tryska uzavíraná plovákem; 3 – přiváděcí rozdělovač kovu; 4 – regulační kolík; 5 – vodou chlazená kokila; 6 – pohon přivírání koliku, 7 – řídící PC, 8 – hladinoměr (senzor)

3.1.1. Kokily chlazené vodním filmem pro DC lití

Protože, jak už bylo uvedeno výše, z důvodu zlepšování vlastností odlitku byl základní konvenční licí DC systém během posledních padesáti let různě modifikován celou řadou výrobců. Nebudeme zde detailně popisovat tyto modifikace, ale popíšeme jen základní druhy, z kterých všechny varianty v základě vycházejí. Na obr. 8 jsou uvedeny některé typy varianty DC odlévání. Na obr. 9 můžeme vidět základní konstrukci licího systému DC s tzv. otevřenou kokilou, nebo jinak řečeno kokilu chlazenou vodním filmem. Tento způsob konstrukce je původní konstrukční řešení, které vzniklo mezi válkami a bylo masivně používáno až do osmdesátých let. Tento systém má oproti mladším systémům výhodu rychlé výměny vnitřní kokily, která udává rozměr odlitku, za jiný rozměr bez výměny licího stolu. Naopak nevýhodou je absence kontinuálního mazání kokil, což má zásadní vliv na kvalitu povrchu odlitku a velmi významná je citlivost na kvalitu vody a její čistotu.

| TECHNOLOGIE | Open mold straight | Open mold V-shape | WH | ARWH | WHD AJ | LHC | EMC |
|------------------|--------------------|-------------------|----|------|--------|-----|-----|
| SCHEMA PROVEDENÍ | | | | | | | |

Obr. 8 Příklady různých modifikací DC licího systému

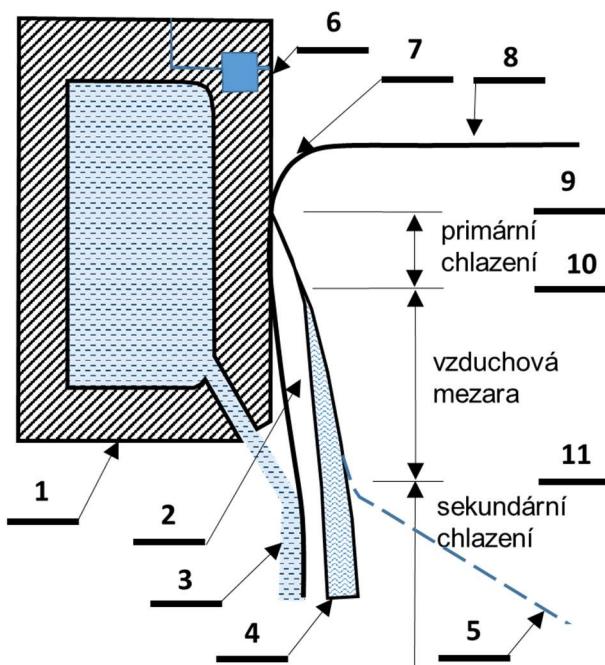


Obr. 9 Princip DC licího systému s kokilou chlazenou vodním filmem; 1 – kokila s vodní komorou; 2 – okrajová segregovaná zóna, která může být zpětně natavována; 3 – vodní clona tvořená štěrbinou ve vodní komoře; 4 – hrubozrnná vrstva; 5 – hranice likvidu; 6 – vyjímatelná kokila; 7 – tvorba menisku, 8 – hladina tekutého kovu, 9 – počáteční bod kontaktu taveniny s kokilou, 10 – koncový bod kontaktu kovu s kokilou, 11 – místo dopadu vody

V případě blokace drážky, která vytváří vodní film, dojde okamžitě k přerušení vodního filmu a k absenci chlazení kokily v daném místě, což se okamžitě projeví v kvalitě povrchu a v extrému může dojít ke zkroucení odlitku, nebo k protečení kovu (bleed out), což je velmi riskantní z důvodu hrozící exploze. Tento licí systém je velmi universální a jeho užití je napříč všemi slitinami, avšak je zde obecně problém s konstantní kvalitou povrchu a proto jeho využití bylo především pro odlitky, které se před lisováním obrábějí

3.1.2. Kokila s vodní komorou

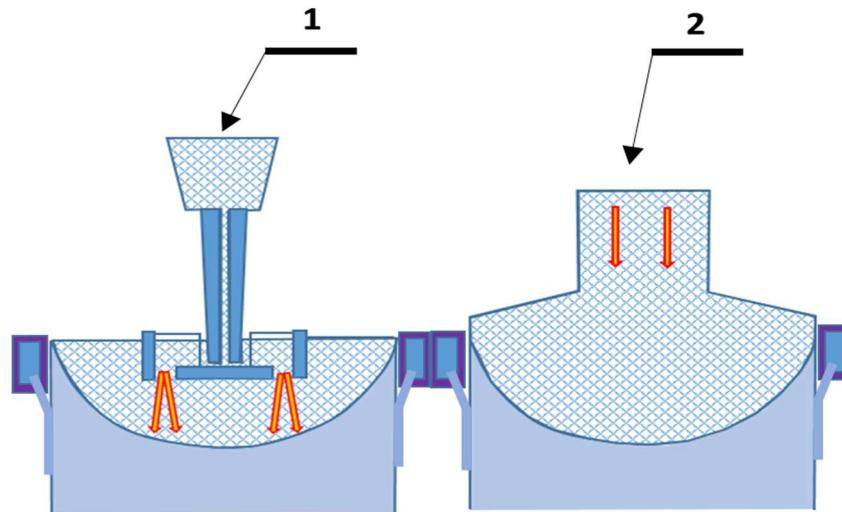
Z důvodů nevýhod uvedených v kapitole 3. 1. byla vyvinuta kokila s vodní komorou, která není tak náchylná na výpadky sekundárního chlazení v důsledku přerušení vodní clony. Z komory je voda odváděna vrtanými otvory po obvodu kokily pod určitým úhlem, nebo s kombinací vývrtů s rozdílnými úhly sklonu k odlitku pro optimalizaci chladícího účinku. Tato tvořená vodní sprcha má stejný účinek, jako vodní clona v předchozím případě. Tyto kokily jsou již vybaveny kontinuálním přimazáváním s přesně stanoveným množstvím mazadla v čase. Tento systém však již ztratil výhodu rychlé výměny kokil a již se mění často celý licí stůl s kokilami, včetně licí desky. Tento systém již má poměrně dobrou stabilní kvalitu povrchu, včetně podpovrchové segregacní zóny a je ho využíváno pro výrobu odlitků bez obrábění, které jsou použity přímo pro tváření lisováním. Na obr. 10 je schematicky znázorněn princip kokily s vodní komorou



Obr. 10 Schéma principu kokily DC odlewacího systému a odlitku; 1 – kokila s vodní komorou; 2 – okrajová segregovaná zóna, která může být zpětně natavována; 3 – vodní clona, či sprcha; 4 – hrubozrnná vrstva; 5 – hranice likvidu; 6 – systém automatického přimazávání, 7 – tvorba menisku, 8 – hladina tekutého kovu, 9 – počáteční bod kontaktu taveniny s kokilou, 10 – koncový bod kontaktu kovu s kokilou, 11 – místo dopadu přímého vodního chlazení

3.2. DC lití s horkou hlavou „Hot Top“

Základní rozdíl mezi konvenčním DC odlévacím systémem a DC litím s horkou hlavou je znázorněn v obr. 11, kde je zřejmé, že základní rozdíl je ve výšce hladiny kovu při lití a tedy zásadně rozdílný metalostatický tlak. Umístění kokily přímo pod vyzdívku byl představen [5]



Obr. 11 Schéma základního rozdílu mezi konvenčním DC licím systémem a DC systémem s horkou hlavou; 1 – konvenční DC licí systém s regulací hladiny kovu pomocí plováku a trysky; 2 – DC lití s horkou hlavou, kde je hladina kovu společná pro všechny odlévané čepy v licím rámu



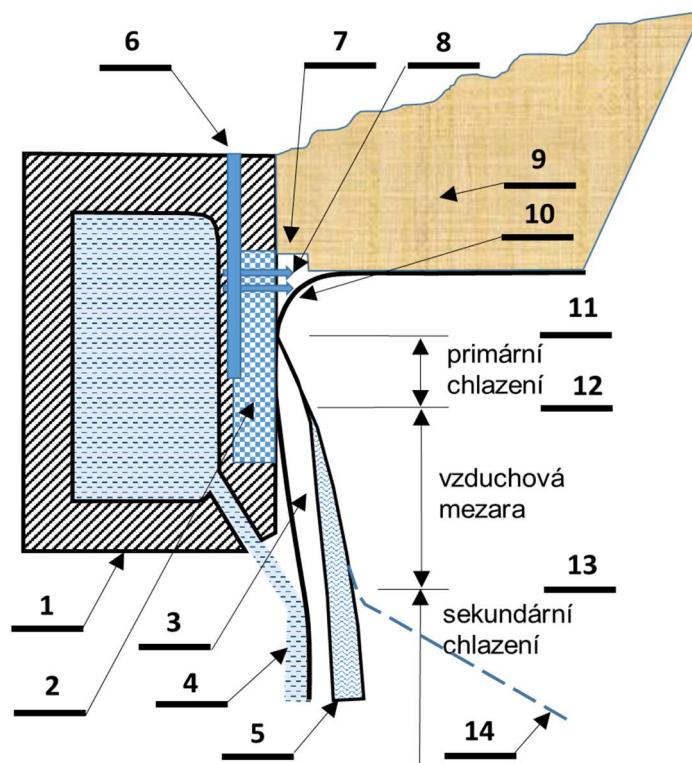
Obr. 12 Hot Top DC licí systém bez přimazávání v řezu; 1 – keramická hlava -Timbel ; 2 – keramický kroužek - Tplate; 3 – grafitový kroužek; 4 – startovací zátka

S vývojem systému Hot Top se vytvořily podmínky pro masovou výrobu čepů pro lisování. Tím, že byla eliminována regulace hladiny kovu pro každý čep v licím stole zvlášť, nebyl zde již problém s dosažitelností čepů uprostřed stolu obsluhou, zvláště při startu lití, kde je nutno upravovat usazení plováků až do úplné stabilizace parametrů a

mohou se tedy konstruovat velkoplošné stoly s vysokým počtem kokil. Tento způsob lití, ale velmi často trpí tvorbou studených svárů, kdy dochází k mrznutí menisku hned pod vyzdívkou častí kokily a přimazávání kokil, které jsou konstrukčně znepřístupněno, je též velmi náročné udržovat tento systém v bezporuchovém stavu.

3.2.1. Systém Hot Top se vzduchovým polštářem

Protože bylo pro výrobce technologií snahou minimalizovat pod povrchové segregace a obecně kvalitu povrchu, aby se tím mohla zvyšovat produktivitu lisování, byl vyvinut systém se vzduchovým polštářem, který snižováním kontaktu kovu s kokilou. Tímto řešením se snížila intenzita přenosu tepla, a tím by se snížilo zpětné natavování pod povrchové zóny, což mělo zásadní vliv na tloušťku povrchové vrstvy a eliminaci tvorby studených svárů [6]. Showa Aluminium Limited (SAL) přinesl první patent v této oblasti a ten byl prodán do mnoha firem ve světě [7,8,9,10,11,12]. Na obr. 13 je znázorněn princip této technologie s použitím porézního grafitového kroužku, přes který je vtlačován vzduch s mazacím olejem do prostoru tvorby povrchu.



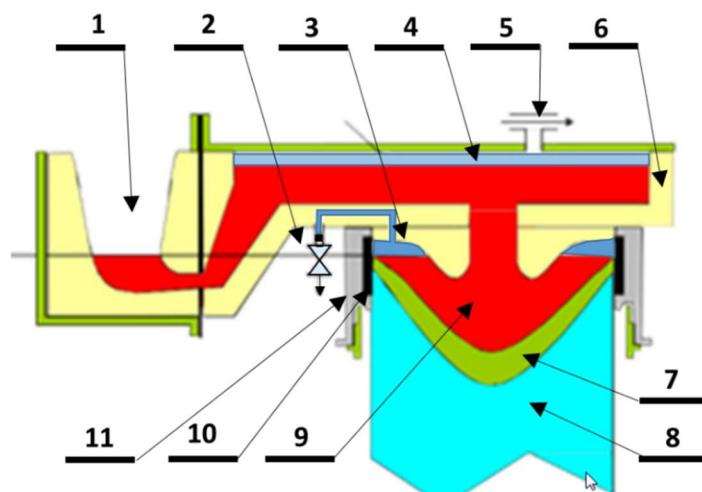
Obr. 13 Schéma principu Hot Top se vzduchovým polštářem; 1 – kokila s vodní komorou; 2 – porézní grafitový kroužek; 3 – pod povrchová obohacená vrstva odlitku; 4 – vodní sprcha; 5 – hrubozrnná vrstva; 6 – systém automatického přimazávání, 7 – přetlaková komora, 8 – pronikající mazadlo s plymem, 9 – keramická hlava - Tplate, 10 - tvorba menisku, 11 – počáteční bod kontaktu taveniny s kokilou, 12 – koncový bod kontaktu kovu s kokilou, 13 – místo dopadu přímého vodního chlazení, 14 - hranice likvidu

Technologie Hot Top je používána mnohými výrobci technologií, které jsou v základu

stejného principu a liší se jen malými detaily. V 80. letech zahájila výzkum firma Wagstaff, která použila pro distribuci mazacího oleje stlačeného vzduchu, který dopravuje mazadlo přes porézní grafitový kroužek a navíc regulovaný přetlak pro každou z kokil vytváří vzduchový polštář (systém Air slip), který redukuje kontakt kovu s kokilou. Podobnou konstrukci používá firma Hycast, která však používá dvou grafitových kroužků, z toho jeden je pro distribuci mazadla a plynu a druhý je jen krystalizační.

3.2.2. Systém Hot Top s použitím podtlaku „LPC“

Dalším vývojovým stupněm je zdokonalení systému Hycast založený na výzkumu SINTEF a IFE, kdy pro licí stůl je použito podtlaku, který dále výrazně snižuje tvorbu pod povrchových segregací snižováním přestupu tepla pro primární chlazení kokilou. Tato nová technologie byla prezentována v časopise Light Metals 2014 [13] a chráněna patenty [14, 15]. Schéma principu tohoto zařízení můžeme vidět na obr. 14.

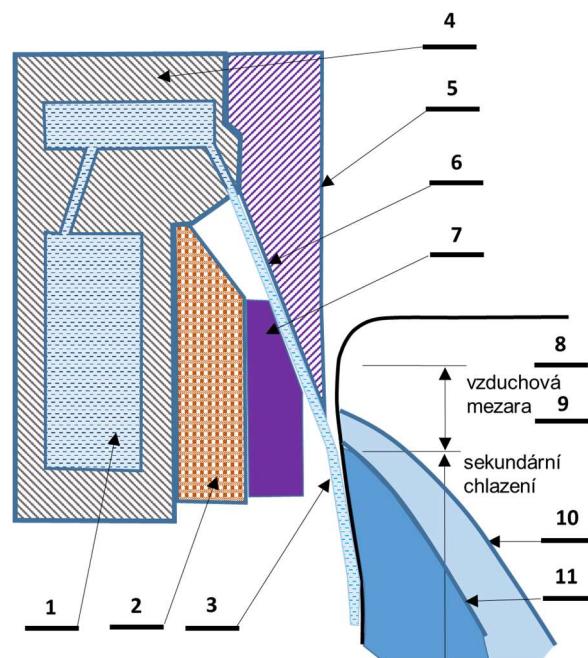


Obr. 14 Schéma principu Hot Top s použitím podtlaku; 1 – přívodní kanál kovu; 2 – přívod a regulace podtlaku; 3 – podtlaková komora v kokile; 4 – odčerpávaný prostor nad kovem; 5 – vývěva; 6 – vyzdívka distributoru; 7 – kašovitá oblast čepu; 8 – ztuhlý čep; 9 – tekutý kov v kokile nad krystalizační zónou; 10 – grafitový kroužek; 11 – chlazené tělo kokily

3.3. Lití do elektromagnetického pole „EMC“

Dalším vývojovým stupněm je lití do elektromagnetického pole, kde je zcela vyloučen kontakt mezi kokilou a krystalizujícím kovem a tedy pro tento způsob lití je charakteristická zcela minimalizovaná okrajová zóna čepu, která je tvořena jen povrchovou oxidickou vrstvou vznikající na hladině kovu. Tento způsob lití je však velmi prostorově náročný a proto se ho využívá především pro odlévání desek a bárníků. Elektromagnetické lití (EMC) bylo vynalezeno panem Getselevem, Cherepokem a kol.

v Samaře v Sovětském Svazu v 1960. letech [16]. Tento vynález využíval indukční cívky napájené vysokofrekvenčním proudem, která držela kov od kokily a až do doby než ztuhnul. Tato technologie byla dále rozvíjena Yoshidou[17], Kaiserem [18,19] a dále pak firmou Alusuisse [20,21,22] Přesto, že tato technologie dosahuje obdivuhodných výsledků, je velmi náročná na stabilitu parametrů, startování lití je jedna z nejnáročnějších fází tohoto procesu a v neposlední řadě zde musí být dokonalá znalost smršťovacích podmínek materiálu pro konečný finální rozměr odlitku. S vývojem automatizace byl tento proces dále rozvíjen a postupně byla odstraňována jednotlivá úskalí lití do magnetického pole [23, 24]. Na obr. 15 je znázorněn princip lití do elektromagnetického pole.

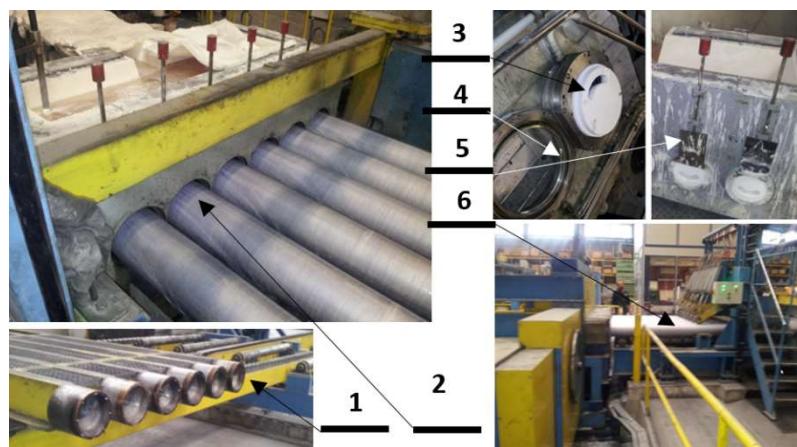


Obr. 15 Schéma principu lití do elektromagnetického pole; 1 – vodní chlazení kokily; 2 – induktor; 3 – vodní clona; 4 – tělo kokily; 5 – stavitevná kokila; 6 – vodní distributor, 7 – krytí induktoru, 8 – tekutý kov držen v poli, 9 – počáteční bod krystallizace, 10 – likvidus, 11 – solidus

3.4. DC horizontální lití

DC horizontální lití není nijak zvlášť odlišné od podstaty komorové kokily DC licího systému a je tento systém prakticky jen modifikován pro variantu vodorovného lití, což znamená implantace gravitačních sil působících na vtokovou soustavu, chladící vodu a vlastní odlitek. Na obrázku 16 je možno vidět tento licí systém v praxi a jsou zde zřetelné i konstrukční odchylky od standardního polokontinuálního DC licího systému. Díky tomuto horizontálními uspořádání dojde vlastně k zásadní změně a to ke změně z polokontinuálního na kontinuální odlévání. Tento systém je vybaven plovoucí pilou, která po dosažení požadované délky provede odříznutí odlitků a jeho odbavení. Odlévání

je kontinuální až do doby, kdy si zhoršení kvality povrchu, či nějaká porucha nevyžadá zastavení procesu.



Obr. 15 DC horizontální kontinuální odlévací systém, 1 – startovací zátoky, 2 - lici žlab s kokilami, 3 – keramický distributor, 4 – kokily, 5 – hradítko, 6- letmá pila

3.5. Kvalita odlitků pro lisování

Tak jak již bylo nastíněno v předchozí kapitole způsob odlévání, respektive typ technologie odlévání, má zásadní vliv na kvalitu odlitku (čepu) a to nejen v povrchových oblastech, ale i v podpovrchové oblasti. Kvalita odlitku v procesu tváření lisováním ovlivňuje přímo parametry lisování, jako je maximální výtoková rychlosť, ale i výsledné vlastnosti výrobku.

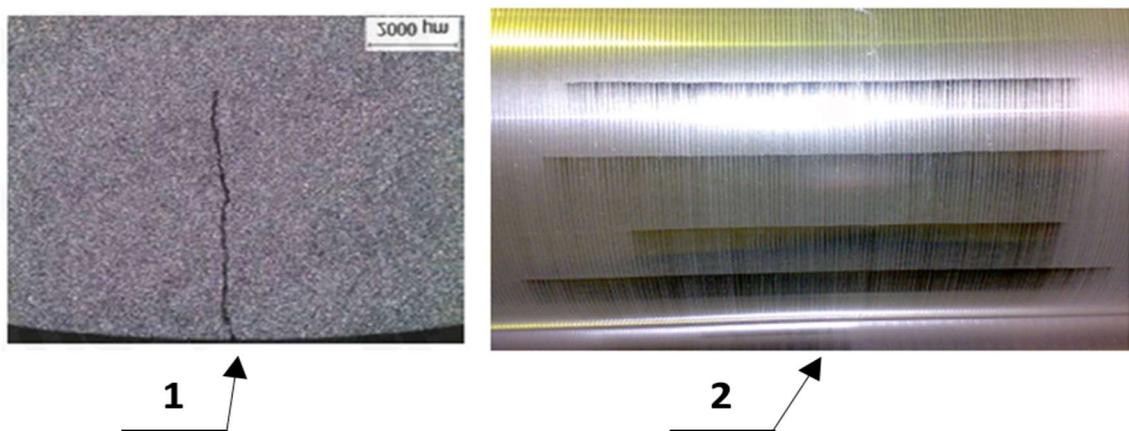
3.5.1. Povrchová kvalita odlitku

V předchozí kapitole již bylo naznačeno, že zásadní vliv na kvalitu povrchu má typ použité technologie. Abychom si mohli rozebrat jednotlivé faktory, které působí na kvalitu povrchu odlévaných čepů, musíme si nejdříve definovat, co je to kvalita povrchu.

U povrchů čepu rozeznáváme tyto typy vad:

- Povrchové praskliny (Surface Cracks) – obr. 16
- Vada zip (Zippers) – obr. 17
- Příčně zvlněný povrch (Snail Trails) – obr. 18
- Příčně potrhaný čep (Tears / Shark Bites) – obr. 19
- Podélné rýhy (Heavy Drags) – obr. 20
- Podélné záděry (Light Drags) – obr. 21
- Podélné bílé stopy (Water / Calcium Strain) – obr. 22
- Stržená oxidická blána (Oxide Patch/Release) – obr. 23
- Studené sváry (Lapping / Cold Folds) – obr. 24
- Puchýřkovitý povrch (Pimples) – obr. 25
- Stržené oxidy (Deducted oxides) – obr. 26
- Místní zatekliny (Flashing) – obr. 27

- Proteklý čep (Bleed-Out) – obr. 28



Obr. 16 Povrchové praskliny; 1 – příčně zvětšená makrostruktura s prasklinou na leptaném vzorku NaOH; 2 – povrch čepu po osoustružení



Obr. 17 Povrchová vada nazývaná zip



Obr. 18 Povrchové zvlnění



Obr. 19 Příčně potrhaný čep



Obr. 20 Podélné rýhy na povrchu čepu



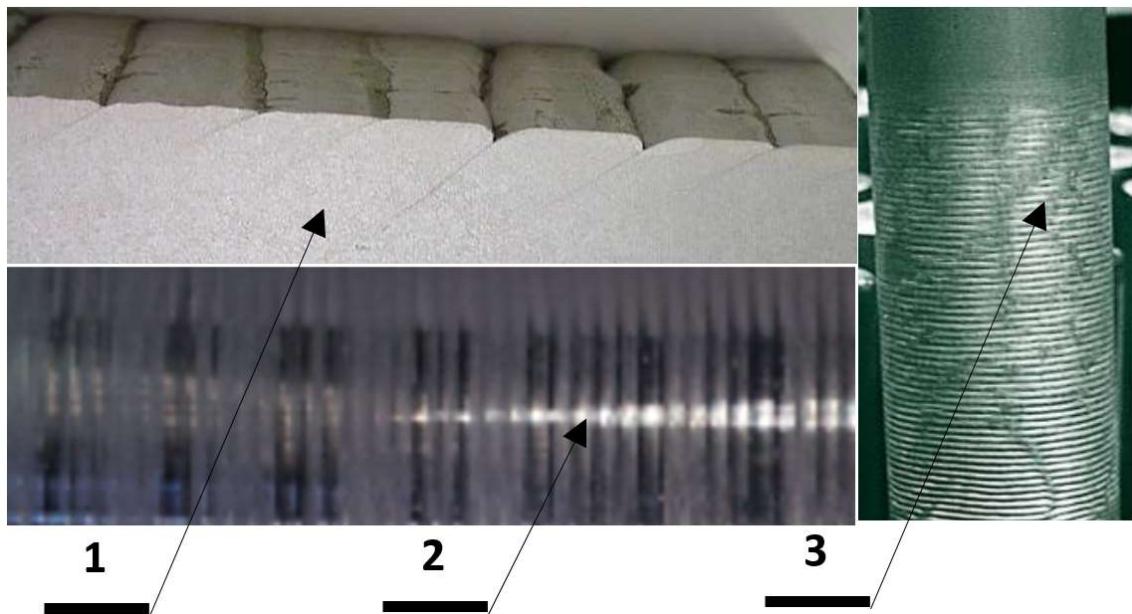
Obr. 21 Podélné záděry



Obr. 22 Podélné bílé vápenaté stopy



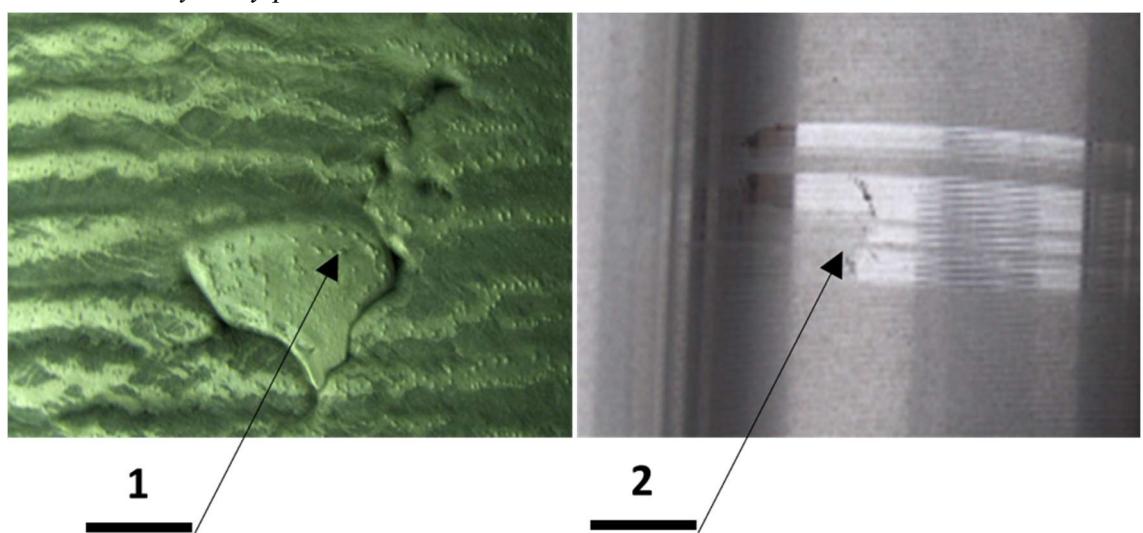
Obr. 23 Stržená oxidická blána



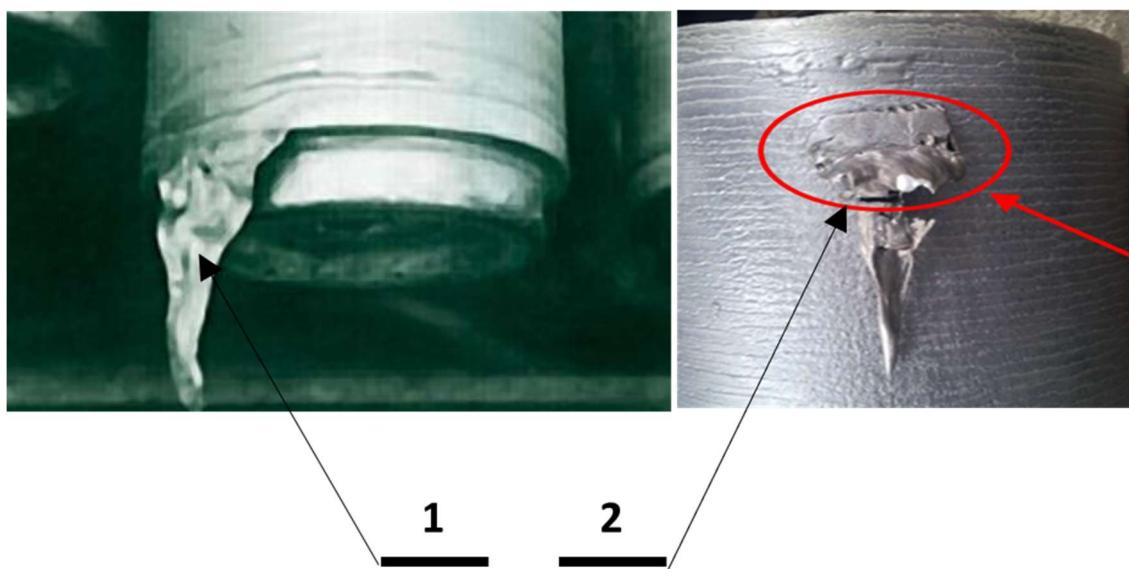
Obr. 24 Studené sváry; 1 – studené sváry na řezu leptaného vzorku; 2 – studené sváry viditelné po osoustružení čepu; 3 – studené sváry viditelné na povrchu čepu



Obr. 25 Puchýřovitý povrch



Obr. 26 Stržené oxidy; 1 – oxidy na povrchu čepu; 2 – viditelné vadky po osoustružení



Obr. 27 Místní zatekliny; 1 – proteklý kov v startovací fázi; 2 – Proteklý kov na povrchu čepu



Obr. 28 Masivní protečení

Kvalita povrchu odlitku je ovlivněna obecně typem odlévané slitiny, kdy základem je množství legujících prvků a tedy podmínky krystalizace (vzdálenost likvidu a solidu, vznikající fáze při krystalizaci, složky nízko tavitelné ve srovnání s hliníkem). Dalším velmi významným faktorem je samozřejmě licí rychlosť, která je opět limitovaná typem slitiny, resp. přípustná licí rychlosť z pohledu tvory vnitřních segregací a vnitřních prasklin a typ použitého mazadla. Právě vlivem nutnosti odlévat některé slitiny omezenou rychlosťí, vede k vzniku vad prezentovaných výše (zvlněný povrch, studené sváry apod.)[6]. Zcela nejzásadnější vliv má ovšem na kvalitu povrchu druh použité technologie, kde tuto kvalitu ovlivňuje především kontakt taveniny s povrchem kokily a konstrukce chlazení kokily. Obecně se dají seřadit licí systémy z hlediska ovlivnění kvality takto:

- EMC Elektromagnetické lití – kap. 3.3
- LPC Lití – kap. 3.2.2

- Air (gas) slip – Hycast, Wagstaff – kap. 3.2.1
- Hot Top konvenční DC lití s horkou hlavou – kap. 3.2.
- Konvenční DC lití do otevřené kokily - kap. 3.1.2

Povrchovou kvalitou není myšlena jen optická kvalita povrchu a jeho hladkost, ale i tloušťka povrchové segregované vrstvy, která je tvořena ztuhnutím kovu vlivem odvodu tepla kontaktem s kokilou a jeho zpětným natavováním po přerušení kontaktu vlivem smrštění kovu, které je kolem 7% dle typu slitiny. Po přerušení odvodu tepla konvekcí dochází k zpětnému ohřevu této zóny až do bodu, kdy začíná být aktivní odvod tepla sekundárním chlazením. Za těchto podmínek, kdy je teplota blízká teplotě likvidu, dochází k segregacím prvků podle segregacní konstanty.

Povrchové vady typu (obr. 17, 20, 26) vznikají z důvodu ulpění oxidů, či ztuhlého kovu na povrchu kokily vlivem absence chlazení a spálením mazadla a drastické změně odvodu tepla, což se projevuje vznikem podélných vad. Pokud dojde k uvolnění těchto oxidů, nebo ulpělého ztuhlého kovu, dojde ke vzniku vady (obr. 21, 26). Pokud dojde k masivnímu ulpění kovu, které způsobí vzpríčení profilu odlitku, může dojít ke vzniku vady (obr. 19) a v extrému může dojít k protečení protavení tekutého kovu skrz nechlazenou zónu a k místnímu (obr. 27), či a k masivnímu (obr. 28) protečení kovu.

3.6. Parametry ovlivňující kvalitu odlitku

3.6.1. Licí rychlost

Při zvýšení rychlosti odlévání se očekává hlubší jímka. J. F. Grandfield a kol. [58] diskutovali o parametrech řízení procesu odlévání slitin hliníku v ustáleném stavu a odezvě hloubky jímky jako funkce čísel Bi a Pe a dospěli k závěru, že hloubka jímky se zvyšuje se čtvercem charakteristiky ingotu, lineárně s rychlosí odlévání a je nepřímo úměrná tepelné vodivosti. Hao a kol. [59] dospěli k závěru, že rychlosť odlévání má velký vliv na hloubku jímky, protože se zvyšuje rychlosť odlévání, roztavený bazén s hliníkem se prohlubuje. Rychlosť odlévání ovlivňuje nejvíce střed polotovaru nebo ingotu a s méně znatelnými účinky směrem k okraji [60]. Zvýšení hloubky jímky je úměrné zvýšení rychlosťi odlévání, dokonce i pro různé slitinové kompozice, protože hodnoty tepelné vodivosti hliníkových slitin se mění pouze v úzkém rozmezí [60].

Larouche a kol. [61] vysvětlili, jak rychlosť odlévání ovlivňuje rychlosť chlazení ingotu, kde zvýšení rychlosťi odlévání způsobuje zvýšení rychlosťi chlazení. Nejdříve je to způsobeno vyšším tepelným gradientem uvnitř ingotu způsobeným vyšší extrakční rychlosťí v místě nárazu, které je nezbytné pro udržení systému v tepelné rovnováze. Zvýšení rychlosťi

odlévání vyžaduje odpovídající tepelný tok, protože z ingotu [49] musí být odstraněno více tepla. Při zvyšování rychlosti odlévání se zvyšují také povrchové teploty v sekundární zóně chlazení, zejména v místě dopadu [62]. To bude mít vliv na režimy chlazení vodou, při startu odlévání se zvýší doba, po kterou ingot stráví ve varném režimu vodního filmu, a jakmile bude odlitek v ustáleném stavu, zvýší se tepelný tok a dojde k varu nukleů [63]. Existuje mez pro zvýšení rychlosti odlévání a je omezena schopností chladicí vody odstranit teplo z povrchu ingotu během chlazení. Když je povrchová teplota vznikajícího ingotu příliš vysoká, dojde k náhlému přechodu - z varu filmu do plného varu. Rychlý pokles rychlosti odvodu tepla bude mít za následek přetavení vznikajícího skořepinového ingotu, následované katastrofickým únikem roztaveného hliníku kapalným kovem, který v kontaktu s vodním chladicím filmem představuje vysoké riziko výbuchu vodíku [49] [64].

3.6.2. Průtok chladící vody

Rychlosť průtoku vody uvnitř formy je důležitým parametrem, který je třeba vzít v úvahu při odlévání slitin hliníku. Zvýšení průtoku vody podporuje vyšší odvod tepla z taveniny a může také ovlivnit hloubku jímky. Existuje minimální průtok vody, který může být bezpečně použit při DC odlévání, aby bylo zajištěno odstranění dostatečného tepla před tím, než ingot opustí formu a zabrání vylomení tekutého kovu [60]. Hloubka jímky se mění v závislosti na intenzitě chlazení; pro Bi 4 má zvýšené chlazení za následek významně sníženou hloubku jímky, zatímco další zesílené chlazení má pouze minimální důsledky pro hloubku jímky a další charakteristické rozměry, jako je tloušťka tuhé skořepiny a tloušťka kašovité zóny [60].

Grandfield a kol. [57] provedli sprejové zkoušky na zahřátých materiálech obsahujících vložené termočlánky pro studium typických rychlostí přenosu tepla během sekundárního chlazení. Na jednu stranu materiálu bylo aplikováno teplo a na protější stranu byl aplikován vodní postřik. Přenos tepla při varu pro teploty v rozmezí nevykázal významný rozdíl, ale když teplota vody byla vyšší než 43°C , k přechodu z nukleačního varu do varu filmu došlo při nižších povrchových teplotách. Jejich studie také ukázala, že koeficienty prostupu tepla v režimu nukleačního varu se příliš neliší od průtoku vody, ale rychlosť průtoku měla důležitý vliv na to, kde dochází k přechodu k varu filmu; jak se zvyšuje rychlosť, dochází k přechodu při vyšší povrchové teplotě. Podle Grandfielda a kol. [60] a Langlais et al. [65], použití chladicí vody s teplotami do 30°C nemá významný vliv na rychlosť chlazení ingotu. Teplota chladicí vody musí být nad 70°C , aby měla znatelný vliv na hloubku a tloušťku kašovité oblasti [60] [66].

Ve většině situací je teplota povrchu ingotu v místě dopadu vody v ustáleném stavu pod teplotou varu a dochází pouze k nukleaci. Změny teploty vody, rychlosti nárazu nebo chemie

vody však mohou podpořit vaření filmu [44] [64]. Prasso a kol. [68] prováděli pokusy s DC litím hliníkové slitiny 3104; na licím ingotu používají zabudované termočlánky, aby dosáhli sledování rozložení teplot. Jejich výsledky ukázaly silnou závislost rozložení teploty a hloubky jímky na rychlosti odlévání, ale relativně slabou závislost na průtoku chladící vody dopadající na vnější stranu ingotu. Prokázalo se, že snížení průtoku vody o 20% jen prohloubilo jímku o 4%.

3.6.3. Teplota kovu přiváděná do kokily

Teplota odlévání má malý vliv na tepelný tok, protože měrné teplo kapaliny je pouze ~ 4-5% celkového tepelného příkonu [58]. Modelové simulace ukázaly, že změny teploty lití v rozsahu 20 K mají malý vliv na rozložení teploty ingotu [67]. Vyšší přehřátí posunula liquidus a solidus isotherm dolů, ale to ovlivnilo solidus izotermu v menší míře [60]. E. D. Tarapore [70] uvedl výsledky experimentální a počítačové simulace DC odlévání slitiny AA2024. Teplota taveniny se pohybovala od 660 do 715 v žlabu. Při vyšší teplotě taveniny byla pozorována prohloubená jímka, vyšší teplotní gradienty v kapalné lázni a tenčí pevný pláště.

J. M. Reese [69] použil analytický model ke studiu proudění roztaveného hliníku v jímce kulatého předlitku z DC odlitku při různých přehřátích, od 30 do 70K. Výsledky studie ukazují, že zvýšení přehřátí taveniny zvyšuje hloubku jímky a rychlosť toku taveniny v kašovité zóně; tloušťka kašovité zóny a rychlosť proudění taveniny vzhůru v centrální části čepu zůstala stejná. Dospěl k závěru, že hlubší jímka je výsledkem zvýšení přehřátí taveniny.

3.6.4. Výška hladiny kovu v kokile

Hladina kovu ve formě je definována jako vzdálenost mezi vrškem ingotu (meniskem) a dnem formy. A. Larouche a C. Brochu [61] studovali relativní význam různých parametrů odlévání na podmínky tuhnutí uvnitř DC ingotu. Snížení hladiny kovu ve formě bude mít za následek pohyb zdroje tepla (roztaveného kovu) a tepelné jímky (extrakce teplem vody) blíže k sobě, čímž se zvýší teplotní gradient, který povede ke zvýšení rychlosti chlazení způsobené ingotem. V jejich práci bylo zjištěno, že vliv hladiny kovu je relativně méně důležitý než vliv rychlosti odlévání. Kolísání hladiny kovu vede k lokálnímu přeskupení tepelné rovnováhy, zatímco změna rychlosti odlévání vede k úplně odlišné tepelné rovnováze. Rovněž zkonstatovali, že při zvětšování průřezu odlitků a ingotů se při lití stala důležitější nízká úroveň kovu. Vysoké hladiny taveniny způsobily větší tepelné napětí, širší přechodové oblasti a větší vzduchovou mezeru mezi polotuhou částí ingotu a stěnou formy. Primární skořepina by se mohla přetavit v důsledku nízkého přenosu tepla v důsledku velké vzduchové mezery a znova stuhnout. Tento efekt pokračuje po celé délce odlitku, který vytváří přetavovací pásy na povrchu ingotu s tekutými kovovými exsudáty a inverzní

segregaci. Když je hladina kovu zvýšena, více přetaveného kovu je schopno stlačit primární obal a ponechat větší pásy na povrchu ingotu (60).

4. TEPLITNÍ POMĚRY V SYSTÉMU ODLITEK/KOKILA

4.1. Přenos tepla v odlitku

Rychlosť extrakcie tepla z odlévaného kovu má silný vliv na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti ingotů ztuhlé slitiny. Přímé měření teploty během tuhnutí odlitku je poměrně komplikované a proto se často navrhuje použití bezrozměrné analýzy k předvídání rozložení teploty na ingotech při jejich odlévání. Uvádí se [46], že bezrozměrné skupiny, které lépe představují vliv procesních proměnných na tuhnutí hliníku a jeho slitin jsou čísla Péclét (Pe) a Biot (Bi). Tak jak již bylo popsáno dříve, téměř všechny odlévací systémy prezentované v kapitole 2, využívají chlazení kokily vodou a odlitek je chlazen primárně stěnou kokily a sekundárně přímým chlazením vodním filmem, nebo sprchou (výjimku tvoří elektromagnetická kokila).

Přenos tepla přechází z kapaliny (horká zóna) na pevnou (studenou zónu). Energie je v podstatě odstraněna konvekčními a vodivými mechanismy. Radiační přenos tepla má na tento proces velmi malý vliv a může být zanedbán. Rozložení teploty závisí na rovnováze mezi vstupem a výstupem tepla. Tepelný příkon závisí na množství tepelné energie uložené v tavenině a rychlosti odlévání. Energetický obsah se skládá ze specifického tepla kapaliny ($\sim 5\text{--}7\%$), latentního tepla solidifikace ($\sim 30\text{--}35\%$) a specifické teplo pevné látky (rovnováha) [44, 45]. Na druhé straně tuhnutí odlitků závisí na hustotě kovu, rychlosti odlévání a velikosti ingotu. Když je latentní teplo odstraněno z taveniny, začnou se v kovu vedle stěny formy vyvíjet počáteční pevné shluky. Čím více je extrahované teplo, tím vyšší pevná frakce je přítomná v tavenině. Jak probíhá chlazení, tuhá frakce vzrůstá, dokud nedosáhne úplného ztuhnutí kovu. Pro určení rozložení teploty uvnitř ingotu při jeho odlévání je nutné řešit celkový přenos tepla [46], které pro polokontinuální lití hliníku má tvar [47]:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k \frac{\partial T}{\partial y} \right) - u \rho C_p \frac{\partial T}{\partial z} = \rho, C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1)$$

V této rovnici je \mathbf{u} rychlosť odlévání [m / s], ρ je hustota hliníkové slitiny odlitku [kg / m^3], C_p je tepelná kapacita (při konstantním tlaku) slitiny hliníku [$\text{J} / \text{kg} / \text{K}$], k je tepelná vodivost slitiny [$\text{W} / \text{m} / \text{K}$], t je čas [s], x a y jsou prostorové souřadnice [m] a T je teplota [K]. Souřadnice z se vztahuje k rychlosti odlévání přes dobu odlévání, takže

může být vyjádřena jako $\mathbf{z} = \text{čas} \times \mathbf{u}$.

Rovnice (1) vyplývá z makroskopické tepelné rovnováhy. První dva členy v rovnici (1) se týkají vedení tepla uvnitř ingotu, zatímco třetí člen vyjadřuje odběr tepla způsobený pohybem ingotu při rychlosti odlévání.

Pro účely výpočtu se často předpokládá, že lití probíhá za ustálených podmínek a že teplo odebrané ve směru \mathbf{z} je zanedbatelné. Takže je uvažováno jen s vedením tepla jak ve směru \mathbf{x} , tak i ve směru \mathbf{y} . Navíc, jak postupuje odlévání a kapalná slitina ochlazuje, musí být do rovnice (1) přidán další termín zahrnující latentní teplo tuhnutí (ΔH_{solid}) uvolněný během fázové přeměny z kapaliny na tuhou; to má za následek:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k \frac{\partial T}{\partial y} \right) = \rho, \frac{\partial(\Delta H_{solid})}{\partial t} \quad (2)$$

Vzorec (2) platí pro tuhou nebo kapalnou fázi, zatímco tepelná vodivost kovu spolu s latentním teplem tuhnutí se mění s teplotou a polohou. Je pozoruhodné, že ΔH_{solid} je funkcií teploty; tedy Vzorec (2) po dosazení bere formu (3)

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k \frac{\partial T}{\partial y} \right) = \rho, \frac{\partial(\Delta H_{solid})}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (3)$$

Levá strana tohoto výrazu může být snadno spojena s konvekčním přenosem tepla v důsledku chlazení vodou. Termín na pravé straně představuje odstranění latentního tepla v důsledku samotné krystalizace [47]. Vzorec (3) lze řešit numericky [48, 49, 47, 50–53]. Teplotní hodnoty mohou být vypočteny z této rovnice, stejně jako napětí a deformační pole; další diskuse o pozdějších otázkách však přesahují rámec této položky. Podle Hakonsena a Myhr [47] lze přenos tepla v procesu lití hliníku popsat pomocí bezrozměrných čísel Péclet a Biot. Číslo Péclet představuje poměr konvekčního a přenosu tepla vedením [46] a je definováno jako

$$Pe = \frac{Lu}{\alpha_{al}} \quad (4)$$

kde L je charakteristická délka (geometrický faktor) [m], u je rychlosť odlévání [m / s] a α_{al} je tepelná difuzivita hliníku [m^2 / s], která je definována jako

$$\alpha_{al} = \frac{k}{\rho Cp} \quad (5)$$

Podobně je číslo Biot definováno jako poměr vnitřní tepelné odolnosti vůči tepelnému

odporu povrchového filmu [54]; to je vyjádřeno jako:

$$Bi = \frac{h L}{k} \quad (6)$$

Ve vzorci (6), je h součinitel prostupu tepla mezi chladicí vodou a hliníkovým ingotem [$\text{W} / \text{m}^2 / \text{K}$]. Ostatní proměnné již byly stanoveny ve vzorcích (4) - (6). Po dosazení do vzorce (3) lze psát jako: [47]

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 T}{\partial Y^2} = \Phi \frac{\partial T}{\partial Y} \quad (7a)$$

$$\frac{\partial^2 T}{\partial R^2} + \frac{1}{R} \frac{\partial T}{\partial R} + \frac{1}{Pe^2} \frac{\partial^2 T}{\partial Y^2} = \Phi \frac{\partial T}{\partial Z} \quad (7b)$$

Vzorec (7a) je určen pro kartézské souřadnice, zatímco (7b) je pro válcové souřadnice. Tyto poslední rovnice jsou úplným vyjádřením v podmínkách bezrozměrných proměnných; R , X a Y a nabývají hodnot od 0 do 1 a představují bezrozměrné směry r , x a y

Vzorec (7a) je určen pro kartézské souřadnice, zatímco (7b) je pro válcové souřadnice. Tyto poslední rovnice jsou úplným vyjádřením v podmínkách bezrozměrných proměnných; R , X a Y a nabývají hodnot od 0 do 1 a představují bezrozměrné směry r , x a y

$$R = \frac{r}{r_0}; Y = \frac{y\alpha_{al}}{uy_0}; X = \frac{x\alpha_{al}}{uy_0} \quad (8)$$

Kromě bezrozměrných parametrů ve vzorci (8), výraz 7a a výraz 7b odvozují parametr Φ , který představuje skutečný proces solidifikace. Φ je funkce teploty a funkcí uvolňování latentního tepla během snižování kapalné frakce v čase. Tato funkce je reprezentována

$$\Phi = 1 + \frac{\Delta H_{solid}}{\rho Cp} \frac{\partial(\rho f_1)}{\partial T} \quad (9)$$

V rovnici (9) f_1 představuje kapalnou frakci v rozsahu tuhnutí. Tato frakce závisí jak na teplotě, tak na rychlosti chlazení. Při stejnosměrném lití zůstává rychlosť chlazení poměrně konstantní, což znamená, že ve skutečnosti závisí f_1 pouze na teplotě. Bylo pozorováno [44, 47], že u DC odlévání hliníku leží číslo Péclét typicky mezi 1,4 a 4,5,

zatímco číslo Biot se pohybuje mezi 2 až 60. Tyto výsledky znamenají, že jak konvekční přenos tepla, tak vedení mají silný vliv na extrakci tepla. Poté, co bylo zjištěno, že přenos tepla konvekcí i přenos tepla vedením hrají podobnou úlohu, je nyní nutno tyto režimy odvodu tepla spojit se skutečnými procesními proměnnými. Tedy na základě odesvy na ně, se dá předpokládat mikrostruktura po ztuhnutí a následně i mechanické vlastnosti, které se dosáhnou v odlitém ingotu. Aby bylo možno tento předpoklad provést, je nutné mít přesný odhad součinitele prostupu tepla.

4.1.1. Odhad součinitele prostupu tepla

Součinitel prostupu tepla je klíčovým parametrem při odhadu konvekčního přenosu tepla. Jak chladicí voda prochází kokilou, získává značné množství tepla. Sekundární chladicí systém odstraňuje zbývající teplo z roztavené fáze.

Problém spojený s koeficientem prostupu tepla je ten, že tento jediný parametr nemůže být vypočítán přímo ze specifické rovnice. Záleží na mnoha faktorech, které existují během výměny tepla: průtok chladicí média, kvalita chladícího média, geometrie systému, existující teplotní gradient, termofyzikální vlastnosti, atd. Proto, aby se mohl, co nejpřesněji určit součinitel přestupu tepla, je třeba to provést na základě experimentálních měření a analýzou dat. V tomto ohledu bylo provedeno mnoho studií, jejichž cílem bylo získat přesné odhady koeficientů prostupu tepla při chlazení hliníkových ingotů [55, 56, 57, 26, 78–83]. Bylo zjištěno [57, 26], že kritický konvekční tepelný tok je dosažen, když přechází z režimu nukleace na vodní var. Tento přechod přímo souvisí s rychlostí odlévání. Pokud tato rychlosť dosáhne kritické rychlosti, může povrch ingotu překročit rychlosť přechodu k nukleačnímu varu, což snižuje schopnost chladicí vody extrahat teplo. Na základě tohoto obecného pozorování bylo navrženo, že typické součinitele prostupu tepla v primárním chladicím systému DC odlévání jsou v rozmezí 2000–3000 W / m² / K [78, 79]. Nezávislé experimenty poskytly různé výrazy pro určení součinitele prostupu tepla jako funkce různých procesních proměnných. Santos a kol. [80] navrhli, že přestup tepla mezi hliníkem a vodou chlazeným koeficientem formy se s časem mění.

$$h = 2000 t^{-0.17} \quad (10)$$

Čas ve vzorci (10) označuje dobu držení taveniny ve formě a vzorec (10) platí v intervalu $0 < t < 250$ s. Podobná analýza byla provedena Awedou a Adeyemi [35]. Studovali součinitel prostupu tepla při odlévání hliníku. Zjistili, že v licí formě je součinitel prostupu tepla mezi taveninou a formou přímou funkcí teploty kovu, a také tlaku při

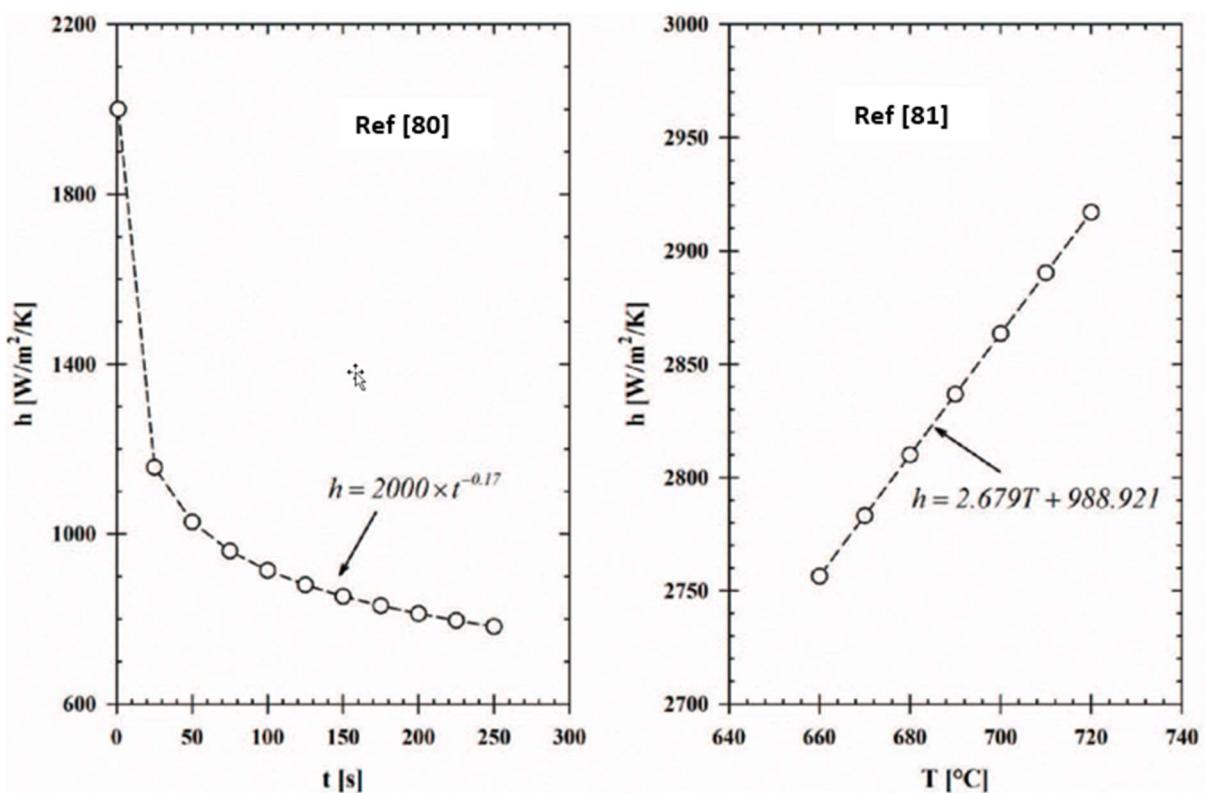
odlévání. Za předpokladu, že tlak v kokile při rovnoramenném odlévání je 0, v kokile není žádná vnější aplikovaná síla. Korelace pro součinitel prostupu tepla jako funkce teploty je

$$h = 2.679T + 988.921 \quad (11)$$

Tato korelace platí pro teploty nad 660°C .

Obrázek 29 ukazuje, jak se s těmito proměnnými mění koeficienty přestupu tepla. V obou případech se součinitel prostupu tepla s časem snižuje výměnou tepla s okolím (teplotní závislost), nebo prodloužením jeho vazby ve formě (časová závislost). Hodnoty součinitele prostupu tepla jsou v každém případě ve stejném pořadí. Korelace (10) a (11) se nevztahují na účinek chladicí vody. Pro tuto proměnnou byla provedena série experimentů [80, 81].

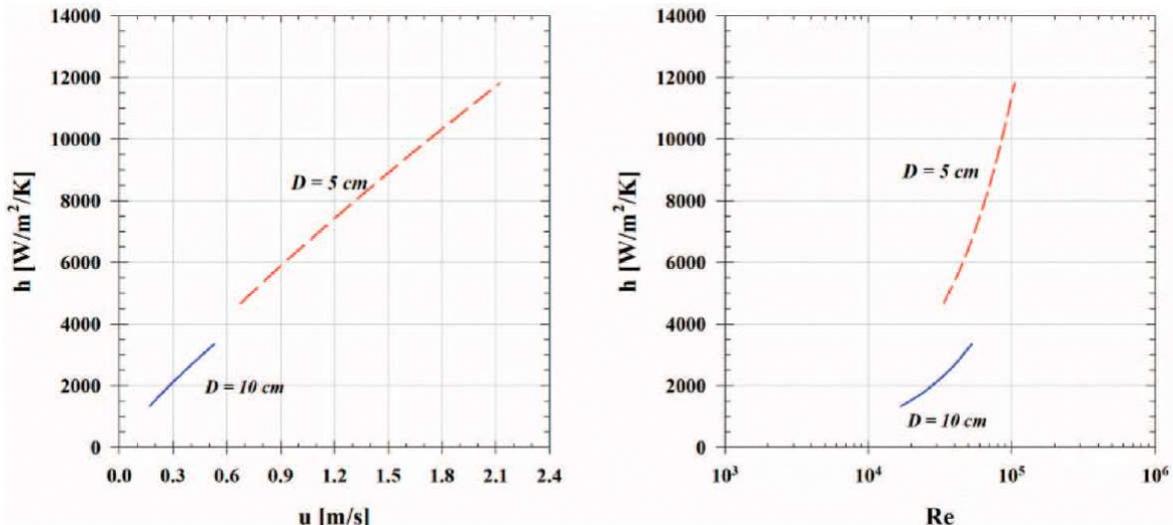
Z tohoto nastavení bylo zjištěno, že měřením teploty napříč ingotem je možné vypočítat hodnoty součinitele prostupu tepla během tuhnutí hliníku. Z provedených výpočtů bylo zjištěno, že součinitel prostupu tepla během DC odlévání hliníku se pohybuje mezi 103 a 107 W / m² / K, což je podstatně vyšší hodnota než hodnoty vypočtené pomocí vzorců (10) a (11).



Obr. 29 Vliv doby udržování ve formě [80] a teploty kovu ve formě [81] na součinitel prostupu tepla během tuhnutí hliníkového ingotu.

Pro stanovení přesnosti uváděných hodnot bylo rozhodnuto zhodnotit další korelace koeficientů přestupu tepla, kterou navrhli Sleicher a Rouse [84]:

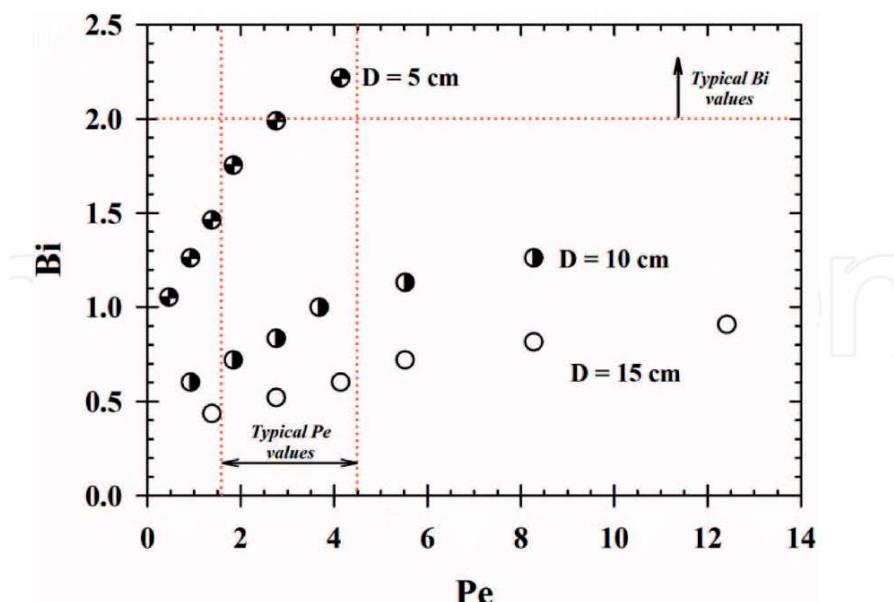
$$h = \frac{k_{vody}}{D} (5 + 0.015 Re^{0.82} Pr^{0.83}) \quad (12)$$



Obr. 30 Odhad součinitele prostupu tepla, jak navrhoje Sleicher a Rouse [84] jako funkce rychlosti vody (u) a Reynoldsova čísla (Re)..

4.1.2. Odhad Pe a Bi čísel a jejich efekt na odlévání DC

Odhad Pe a Bi čísel podle vzorce (4) a (6) pro různé průměry vodního kanálu. To je znázorněno na obrázku 31.



Obr. 31 Biotovo versus Pecletovo číslo v závislosti pro různé podmínky odlévání a průměru vodního kanálu [44,47]

Provedením mnoha experimentů pro kvantifikaci konvekčního přenosu tepla v uzavřených kanálech byl stanoven vzorec (12). Při použití vzorce (12) se předpokládalo, že chladicí voda, která je uvnitř stěny formy, je v turbulentním režimu. Ve vztahu (12) je D průměr vodního kanálu; Re je Reynoldsovo číslo vody při teplotě chladicí vody; Pr je Prandtlovo číslo vody (~ 7) ve formě; a k_{vody} ($0,591 \text{ W} / \text{m} / \text{K}$) je tepelná vodivost vody. Z obr. 29 je vidět, že zvýšením průtoku vody ve formě se zvyšuje rychlosť výměny tepla (vyšší hodnota h), čímž více se snižuje hodnota h , tím více se snižuje teplota formy. Obrázek 31 ukazuje typické hodnoty Pe a Bi uvedené v literatuře [44, 47]. Jak je možné pozorovat na grafu, významné množství dat, které leží v uvedeném intervalu Pe ; avšak, v podmírkách Bi čísla, je jen málo dat ležících uvnitř očekávaných hodnot. Číslo Péclét se přímo vztahuje k rychlosti odlévání, zatímco číslo Biot závisí na koeficientu přestupu tepla. Pro zvýšení hodnoty Biotova čísla by bylo nutné zvýšit součinitel prostupu tepla, což znamená, že se zvýší průtok chladicí vody (Re v rovnici 12). Pokud je do formy přidáno více vody (primární chladicí systém), může to způsobit tepelné namáhání v důsledku rychlejšího odvodu tepla; taková tepelná napětí mohou mít zase vliv na strukturu tuhnutí, tedy mechanické vlastnosti výsledné odlévané slitiny. Na druhé straně, pokud se Pe zvýší, znamenalo by to, že rychlosť odlévání by mohla být příliš vysoká, aby umožnila počáteční tuhnutí ingotu, což by znamenalo nebezpečí protavení krusty počátečního tuhnutí a možného úniku tekutého kovu (bleed out). Aby se zabránilo tomuto efektu, do formy by mělo být přidáno více chladicí vody, aby bylo možné extrahat co nejvíce tepla. Tyto účinky vyvolávají různé metalurgické defekty, které ovlivňují kvalitu odlitku. Schéma Bi versus Pe představuje kompromis mezi množstvím chladicí vody přiváděném do formy a rychlosťí odlévání. Tyto dvě procesní proměnné mají nejzáhadnější vliv na tuhnutí slitin získaných DC odléváním. Správná rovnováha mezi těmito dvěma proměnnými zajišťuje správné rozložení teploty uvnitř ingotu a získání optimální vnitřní struktury. Navíc tyto optimální hodnoty minimalizují pravděpodobnost dosažení špatných mechanických vlastností a dalších vad spojených s nerovnováhou mezi těmito proměnnými.

4.1.3. Teorie přenosu tepla pro aplikaci licího systému

I. Vedení (Fourierův zákon)

- Měrný tepelný tok \dot{q} [W/m^2] přenášený vedením v nějaké látce je přímo úměrný velikosti teplotního gradientu.

Ustálená jednorozměrná forma Fourierova zákona v kartézských souřadnicích:

$$Q - \text{množství tepla (teplo)} [\text{J}]$$

\dot{Q} – tepelný tok [$J \cdot s^{-1} = W$]

\dot{q} – měrný tepelný tok [$W \cdot m^{-2}$], [$W \cdot m^{-1}$]

$$\dot{Q} = k * S * \Delta t \quad (13)$$

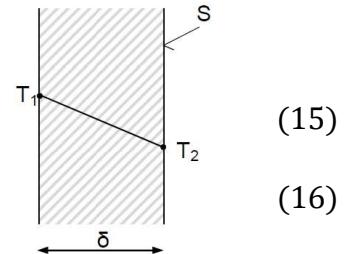
$$\dot{q} = \frac{\dot{Q}}{S} = -\lambda * \frac{\Delta T}{dx} \quad (14)$$

Kde je:

λ - Součinitel tepelné vodivosti [$W \cdot m^{-1} K^{-1}$]

Rovinná stěna:

- skalárni forma: (teplný tok teče od vyšší k nižší teplotě)



$$\dot{q} = -\lambda * \frac{\Delta T}{\delta_x} \quad [W \cdot m^{-2}] \quad (15)$$

$$\dot{Q} = -\lambda * S * \frac{\Delta T}{\delta_x} \quad [W] \quad (16)$$

S – plocha stěny [m^2]

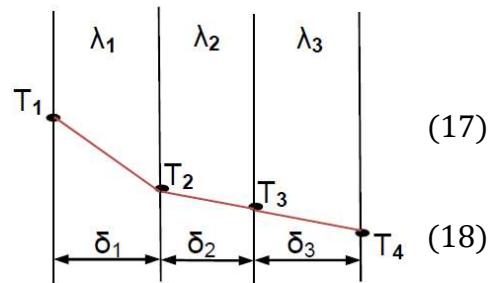
δ – tloušťka stěny ve směru tepelného toku [m]

T – teploty stěn [$^\circ C$]

Pro stěnu z n-vrstev:

$$\dot{q} = \frac{T_1 - T_{n+1}}{\sum_{i=1}^n \frac{\delta_i}{\lambda_i}} \quad [W \cdot m^{-2}] \quad (17)$$

$$\dot{Q} = \frac{T_1 - T_{n+1}}{\frac{\delta_1}{\lambda_1 S} + \frac{\delta_2}{\lambda_2 S} + \frac{\delta_3}{\lambda_3 S}} \quad [W] \quad (18)$$



Válcová stěna:

Dutý válec (např. trubka) velmi dlouhý, jeho délka je mnohem větší než jeho průměr.

$$\dot{q} = \frac{\pi \Delta T}{\frac{1}{2\lambda} \cdot \ln \frac{D}{d}} \quad [W \cdot m^{-2}] \quad (19)$$

$$\dot{Q} = \frac{\pi \cdot L \cdot \Delta T}{\frac{1}{2\lambda} \cdot \ln \frac{D}{d}} \quad [W] \quad (20)$$

Kde je: D - vnější průměr válce [m]

d - vnitřní průměr válce [m]

L - délka válce [m]

Válcová stěna o n-vrstvách:

$$\dot{q} = \frac{\pi \cdot (T_1 - T_{n+1})}{\sum_{i=1}^n \frac{1}{2\lambda_i} \cdot \ln \frac{D_{i+1}}{d_i}} \quad [W \cdot m^{-2}] \quad (21)$$

II. Vedení (Fourierův zákon)

-nucená $Nu = f(Pr, Re)$

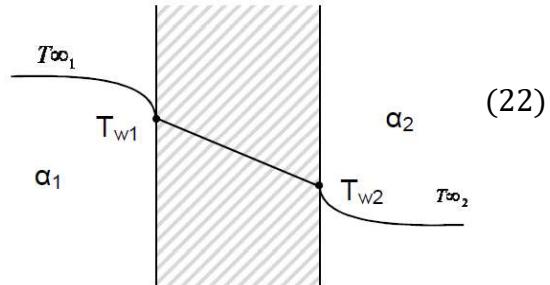
-přirozená $Nu = f(Pr, Gr)$

Newtonův ochlazovací zákon:

$$q = \alpha \cdot (T_w - T^\infty) [W \cdot m^{-2}]$$

T^∞ – teplota tekutiny $[^\circ C]$

T_w – teplota povrchu $[^\circ C]$



$$\dot{Q} = S \cdot q [W] \quad (23)$$

S – plocha stěny $[m^2]$

α – součinitel přestupu tepla $[W \cdot m^{-2} K^{-1}]$ udává míru intenzity přenosu tepla a není fyzikální konstanta

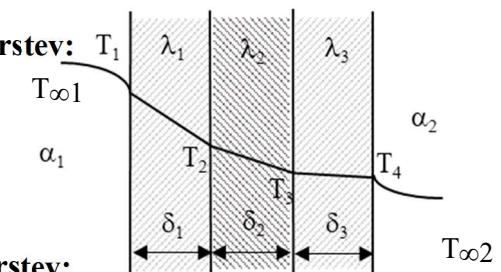
III. Prostup tepla

-kombinace vedení a proudění

$$Q' = k \cdot S \cdot \Delta T [W] \quad (24)$$

Součinitel prostupu tepla pro rovinou stěnu z n vrstev:

$$k_R = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_1} + \sum_{i=1}^n \frac{\delta_i}{\lambda_i} + \frac{1}{\alpha_2}} [W \cdot m^{-2} K^{-1}]$$



Součinitel prostupu tepla pro válcovou stěnu z n vrstev:

$$k_V = \frac{1}{\frac{1}{\alpha_1 d_1} + \sum_{i=1}^n \left(\frac{1}{2 \cdot \lambda_i} \ln \frac{d_{i+1}}{d_{i2}} \right) + \frac{1}{\alpha_2 d_{n+1}}} [W \cdot m^{-2} K^{-1}] \quad (26)$$

IV. Záření

- objevuje se u každého povrchu, který má konečnou teplotu

- záření je proces, který může probíhat v absolutním vakuum

Stefan-Boltzmannův zákon:

$$q = E_o = \sigma * A * T_w^4 [W \cdot m^{-2}] \quad (27)$$

Kde je: σ – Stefan-Boltzmannova konstanta $5,67 \cdot 10^{-8} [W \cdot m^{-2} K^{-4}]$

T_w – teplota povrchu [K]

$$\dot{Q} = \varepsilon * \sigma * A (T_{lití}^4 - T_o^4) [W] \quad (28)$$

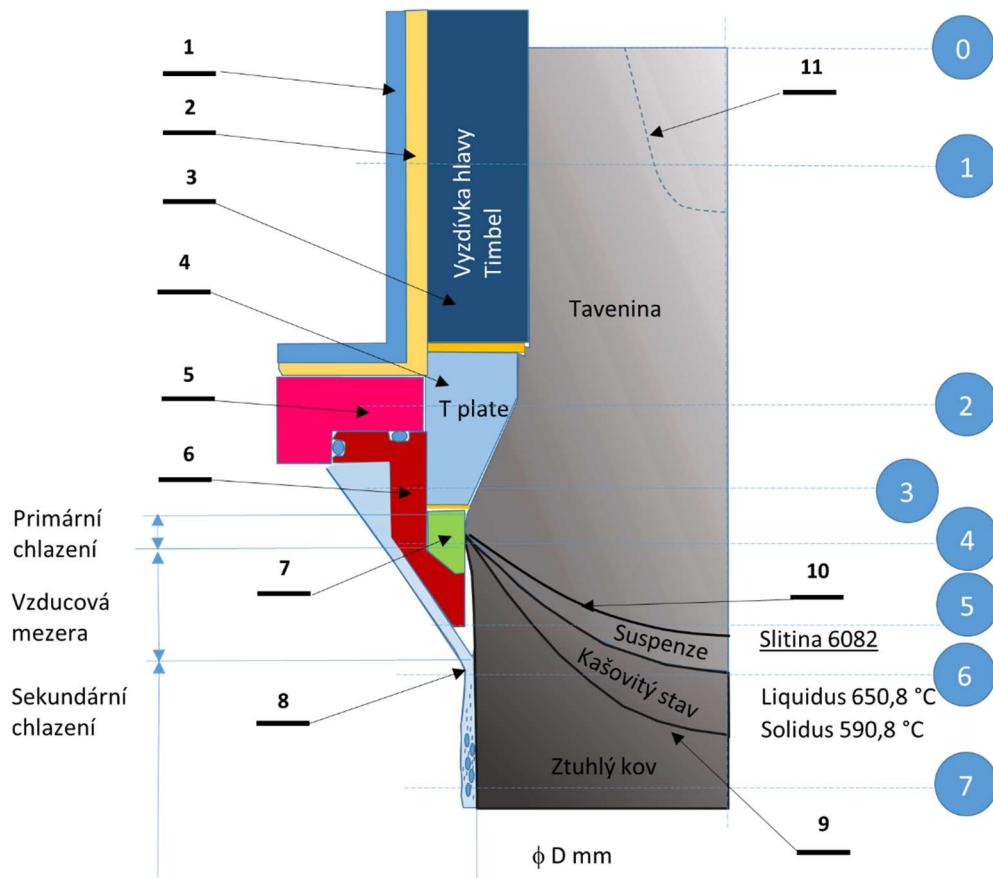
Kde je: ε – poměrná zářivost reálného tělesa, $0 \leq \varepsilon \leq 1$

A – plocha zářiče

4.2. Odvod tepla kokilou a chlazením odlitku

4.2.1. Primární chlazení a vzduchová mezera [26,27]

Pro lepší pochopení tepelných poměrů v kokile si provedeme rozbor licím systému Hot Top a provedeme si několik řezů dle obr 32 a popíšeme si způsoby přenosu tepla v těchto řezech.



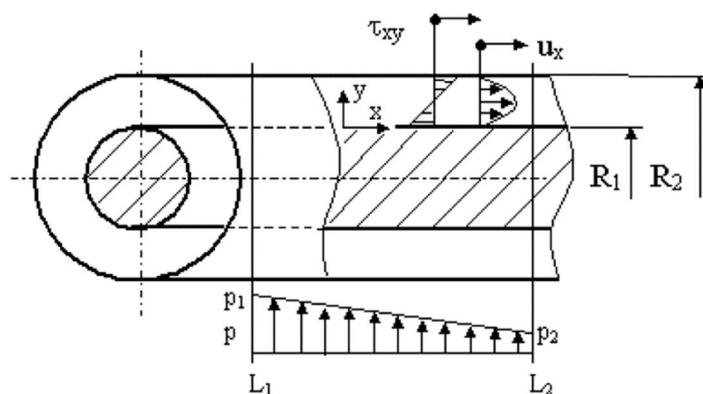
Obr. 32 Schéma konstrukčního uspořádání kokily Hot Top s provedenými řezy (modré bubliny) 1 – Ocelový plášt; 2 – Fixační a izolační zálivky Pyrocast; 3 – Keramická hlava - timbel; 4 – Keramický transformační kroužek T-plate - ; 5 – Nosná ocelová konstrukce kokily; 6 – Vnitřní díl hliníkové kokily; 7 – Grafitový kroužek; 8 – Vodní clona; 9 – Solidus profil v odlitku; 10 – Profil likvidu v odlitku; 11 – Vstupní plnící žlab kokily z centrálního rozdělovače kovu

Přenos tepla na rozhraní kovu / kokila v kontinuálním lití se označuje jako primární chlazení. Liší se časem, nebo vzdáleností formy a může být rozdělena na dvě oblasti chování [28] přímý kontakt kokily a kovu (řez 4) a [29] chlazení vzduchové mezery (řez 5). Na začátku v menisku je pevný kov v těsném kontaktu s formou a rychlosť přenosu tepla je velmi vysoká. Maximální tepelný tok může přesahovat $1 \text{ MW} / \text{m}^2$ u hliníkových DC odlitků. V DC odlévání však trvání tohoto počátečního kontaktu je

poměrně krátké, max. 80 mm (v závislosti na rychlosti lití, složení slitiny a geometrii ingotu, v našem případě pro 6'' ingot jsou to jen asi 3-5 mm) styku kokily s kovem. Řez 4 končí vytvořením významné vzduchové mezery mezi kovem a kokilou, jakmile pevná skořepina je dostatečně silná, aby se oddělila od licí kokily. Smršťování tlusté skořápky od licí kokily způsobuje tvorbu mezery v celém obvodu. Po vytvoření mezery se rychlosť přenosu tepla výrazně sníží, což má za následek opětný ohřev v již ztuhlém plášti (shell zone). Ve 2. etapě se teplo odvádí od skořepiny pomocí řady tepelných odporů: (a) vzduchová mezera, (b) stěna formy a (c) rozhraní kokila / chladicí voda. Primární chlazení v kokile představuje pouze asi 5 - 20% celkového tepla extrahovaného z tuhnoucího ingotu během odlévání hliníkových slitin. Teplo extrahované primárním chlazením určuje povrchovou teplotu ingotu v místě výstupu z formy. To následně ovlivňuje způsob přenosu tepla vroucí vody (vroucí film / jádro) pod formou [30]. Maximální součinitel přestupu tepla u hliníku v kontaktu s chladnou formou se pohybuje od 2000 do 4000 W / m² / K. Pro srovnání ve vzduchové mezeře může mít koeficient přenosu tepla pouze 150 W / m² / K. Vliv chladicí vody na primární chlazení během odlévání hliníku ve vodě nebyl zkoumán, snad proto, že chladicí voda kokily má daleko důležitější roli pod kokilou. Výzkum se většinou zaměřil na sekundární tepelnou extrakci - proces přímého dopadu vody na povrchu horkého kovu opouštějícího kokilu. Pro výpočet tepelných poměrů se mohou použít opět již uvedené vztahy (14 – 18) a pro případ vzduchové mezery i vztahy (13 a 14), ale odvod tepla sáláním je v tomto případě zanedbatelný.

4.2.2. Tlakové proudění vody během chlazení kokily - mezikruží

Jednosměrné proudění newtonské kapaliny v mezikruží mezi dvěma pevnými válci o poloměru R₁ a R₂ (R₁ je menší než R₂)



Obr. 32 Proudění v mezikruží kokily

Protože není splněn předpoklad nekonečně dlouhých válců, jde opravdu jen o přibližný výpočet.

Předpoklady:

- Dva koncentrické válce vodorovné nekonečné délky o poloměru R_1 a R_2 ($R_1 < R_2$).
- Časově ustálené proudění.
- Nestlačitelná newtonská kapalina.
- Izotermní proudění – $\mu = \text{konst.}$, $\rho = \text{konst.}$
- Jednorozměrné proudění – $u_z \neq 0$, $u_r = u_\phi = 0$.
- Proudění v gravitačním poli – g .
- Proudění vlivem tlakového gradientu; $p(x = L_1) = p_1$, $p(x = L_2) = p_2$.

Přibližné řešení

Rozvinutí podle středního poloměru R_s

$$R_s = \frac{R_1 + R_2}{2} \quad (29)$$

- Relace mezi parametry obou geometrií

$$y = r - R_1 \quad \text{pro } r \in \langle R_1; R_2 \rangle \quad (30)$$

$$H = R_2 - R_1 \quad (31)$$

$$B = 2 \cdot \pi \cdot R_s \quad (32)$$

- Rychlostní profil

$$u_z(r) = \frac{1}{2\mu} \cdot \frac{p_1 - p_2}{L_1 - L_2} \cdot (R_2 - R_1)^2 \cdot \left[\frac{r - R_1}{R_2 - R_1} - \left(\frac{r - R_1}{R_2 - R_1} \right)^2 \right] \quad (33)$$

- Střední rychlosť

$$\bar{u} = \frac{1}{12\mu} \cdot \frac{p_1 - p_2}{L_2 - L_1} \cdot (R_2 - R_1)^2 \quad (34)$$

- Maximální rychlosť – maximální rychlosť v ose štěrbiny, tj. $y_{\max} = H/2$

$$r_{\max} = \frac{R_1 + (R_2 - R_1)}{2} \quad (35)$$

$$u_{\max} = \frac{1}{8\mu} \cdot \frac{p_1 - p_2}{L_2 - L_1} \cdot (R_2 - R_1)^2 \quad (36)$$

- Profil dynamického napětí (přímkový profil) – $r \in \langle R_1; R_2 \rangle$

$$(r) = \frac{1}{2} \cdot \frac{p_1 - p_2}{L_2 - L_1} \cdot (R_1 - R_2) \cdot \left[1 - 2 \cdot \frac{r - R_1}{R_2 - R_1} \right] \quad (37)$$

Vztah přesně vzato platí pouze a jen pro nekonečné válce. Avšak v případě konečných válců konečných rozměrů, kdy rozměry válců >>> mezera mezi válci, si můžeme dovolit považovat tyto konečné válce za nekonečné. Můžeme ho použít pro popis rychlostního profilu, profilu dynamického napětí a pro vztahy výpočtu objemového průtoku.

Chyba aproximace je prezentována na porovnání průtoků:

| $\kappa = R_1/R_2$ | 0,9 | 0,8 | 0,7 | 0,6 | 0,5 | 0,4 | 0,3 | 0,2 | 0,1 |
|---------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| \bar{V}_1/\bar{V} | 1,0 00 | 0,9 99 | 0,9 98 | 0,9 96 | 0,9 92 | 0,9 87 | 0,9 78 | 0,9 62 | 0,9 31 |

- Objemový průtok

$$\frac{\dot{V}_r}{\dot{V}} = \frac{2}{3} \cdot \frac{(1 + \kappa) \cdot (1 - \kappa)^3}{1 - \kappa^4 - \frac{(1 - \kappa^2)^2}{\ln \frac{1}{\kappa}}} \quad (38)$$

Předpoklad jednorozměrného proudění je splněn, je-li proudění laminární. Zda je proudění laminární nebo turbulentní se určí dle hodnoty Reynoldsova čísla. V případě nekruhového profilu je Reynoldsovo číslo definováno dle:

$$Re_h = \frac{\bar{u} \cdot d_h}{\nu} = \frac{\bar{u} \cdot d_h \cdot \rho}{\mu} \quad (39)$$

Kde je: d_h – hydraulický průměr,

\bar{u} - střední rychlosť,

v – kinematická viskozita,

μ – dynamická viskozita,

ρ - hustota

Režim toku: laminární proudění $Re_h < 2300$, turbulentní $2300 < Re_h$

Hydraulický průměr

Mezikruží

$$d_h = d_2 - d_1 = 2 \cdot (R_2 - R_1) \quad (40)$$

Kde je:

p_1 – tlak v trubce v délce L_1 , p_2 – tlak v trubce v délce L_2

$$\kappa = R_1 / R_2 = D_1 / D_2$$

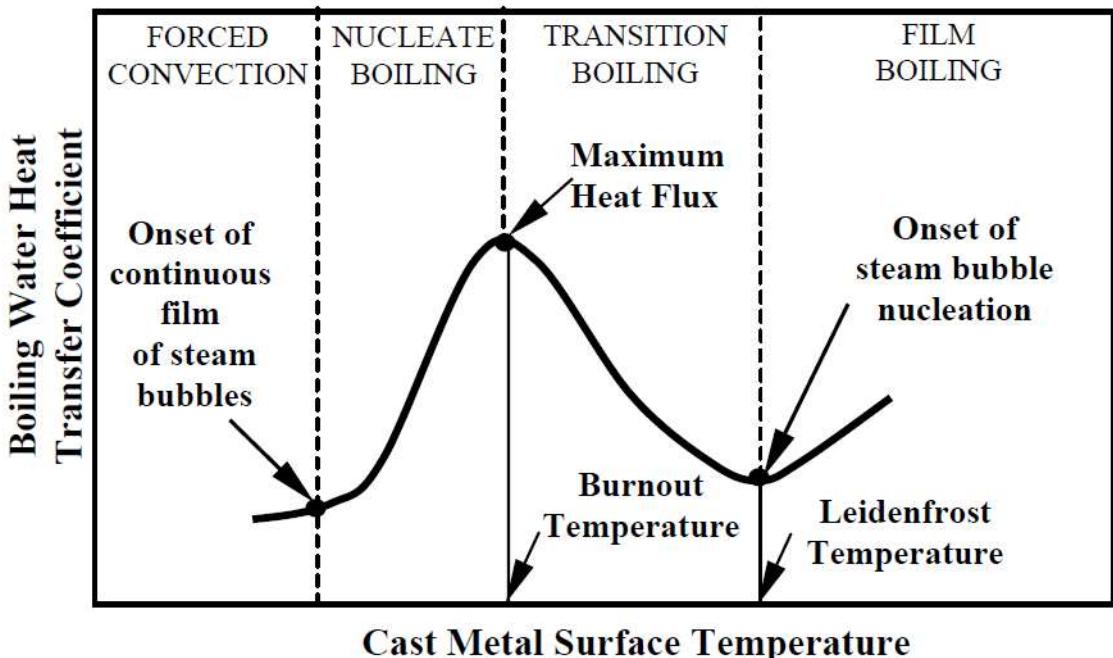
$\Delta p = (p_1 - p_2) - \text{tlakový spád na délce } \Delta L = L_2 - L_1,$ \dot{V}_r – objemový průtok z rovinné approximace R_1 – vnější poloměr vnitřku kokily, R_2 – vnitřní poloměr vnějšku kokily, R_S – střední poloměr; $R_S = (R_1 + R_2)/2$ D_1 – vnější průměr vnitřku kokily, D_2 – vnitřní průměr vnějšku kokily, \dot{V}'_r – objemový průtok z přesného řešení L – délka kokily μ - dynamická viskozita r - poloměr

4.2.3. Sekundární chlazení [26,27]

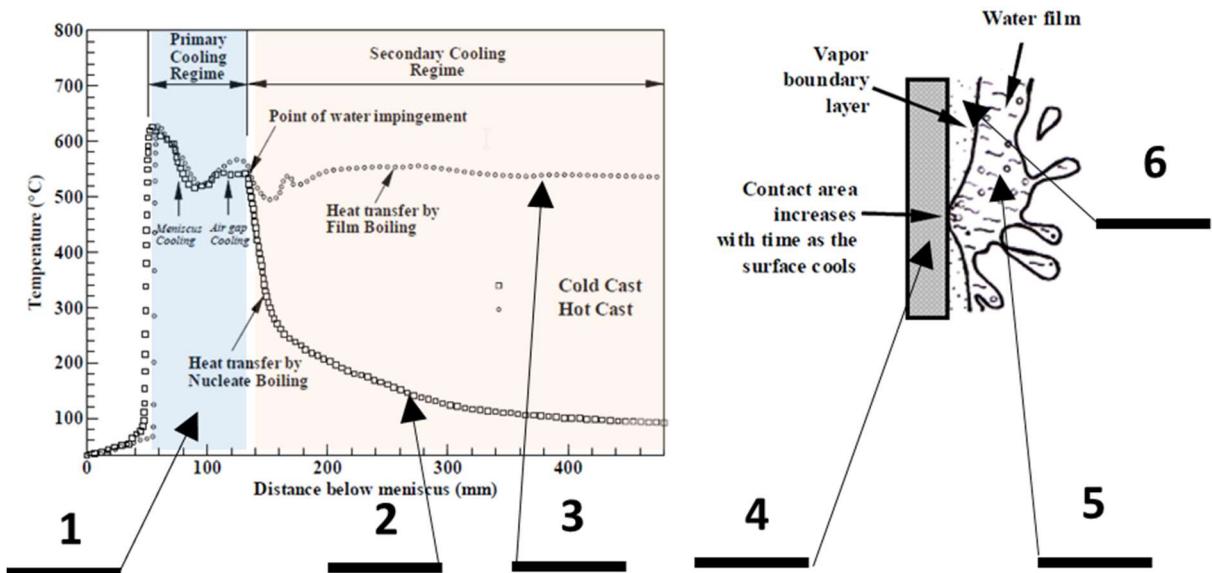
Kontinuální odlévaný čep se chladí přímým kontaktem vody s jeho horkým povrchem poté, co vystupuje z formy, jak je znázorněno na obrázku 32. Toto je označováno jako sekundární chlazení. Pro odlévání hliníku se z otvorů nebo štěrbiny umístěně pod vodou chlazenou formou vzniká vodní clona a přímo dopadá na povrch ingotu. Tato souvislá clona vytváří spojitou fólii, která zvlhčuje povrch ingotu a rotuje dolů. Na povrchu ingotu lze rozlišovat dvě zřetelné podzóny: a) vodní nárazovou zónu, kde dochází k náhlému chlazení vlivem přímého kontaktu s vodou; a b) zóny proudění umístěné pod (a), kde se tepelný tok zmenšuje, protože vodní film ztrácí hybnost s rostoucí vzdáleností od bodu nárazu. Délka pásmá nárazu vody je obvykle 10 až 15 mm, v závislosti na průměru vodních otvorů na základně formy a úhlu nárazu. Tento proces přenosu tepla je důležitý při DC odlévání, protože chladná voda extrahuje přibližně 80% celkového obsahu tepla během ustáleného režimu pod formu. Extrakce tepla chladicí vodou je poměrně složitá, protože je řízena jevem, který závisí na oteplení vody během odlévání. Jak je znázorněno na obr. 33, lze rozlišit čtyři mechanismy přenosu tepla, když se chladicí voda dostane do kontaktu s horkým kovovým povrchem. V pořadí klesající povrchové teploty jsou následující:

- 1) Vaření filmu za vysoké teploty (>Leidenfrost teplota)
- 2) Přechod varu mezi CHF and leidenfrost teplotou
- 3) Vznikající zárodky varu mezi 100 °C a CHF bodem

4) Čistá konvekce pod teplotou 100 °C



Obr. 33 Vygenerovaná křivka pro var vody znázorňující různé režimy přenosu tepla [35]



Obr. 34 Schéma přenosu tepla v systému Hot Top [35]

1 – Primární chlazení; 2 – Sekundární chlazení v režimu nukleace varu; 3 – Sekundární chlazení v režimu vařícího se filmu; 4 – Horká chlazená deska a bod dopadu vodního paprsku (impigement point); 5 – Vodní film; 6 – Parní vrstva;

Ad 1) Vaření filmu za vysoké teploty (>Leidenfrost teplota)

Leidenfrost point (LFP) lze definovat jako "Je to teplota horkého povrchu, při kterém je doba odpařování kapaliny v kontaktu s kovovým povrchem nejdelší a množství extra hovaného tepla za časový interval v závislosti na povrchové teplotě je minimální" [32]. Při teplotách nad LFP se teplo přenáší vedením přes stabilní parní film. S teplotou

a je velmi nízký ve srovnání s teplotou v místě hoření. Teorie založené na hydrodynamické nestabilitě, homogenní a heterogenní nukleaci a termomechanickém efektu byly použity pro konstrukci modelů pro předpovědi LFP. Bernardin a

Mudawar [33] popsali existující teoretické modely pro LFP. Ačkoli některé modely nejsou

$$T_{Leid} = T_1 + \frac{0.844 T_c \left\{ \left[1 - \exp \left[-0.016 \left[\frac{(\rho_s/At)^{1.33}}{\sigma_f} \right]^{0.5} \right] \right\} - T_1}{\exp(3.066 \times 10^6 \beta) \operatorname{erfc}(1758 \sqrt{\beta})} \quad (41)$$

schopny předpovědět teplotu leidenfrostu, dávají představu o parametrech ovlivňujících přechod Baumeister et al [34] představoval nejběžnější korelaci teploty Leidenfrostu, jak je uvedeno v rovnici (41). Model pro minimální teplotu varu filmu T_{MFB}

$$T_{MFB} = T_{1sat} + 0.127 \frac{\rho_v h_{1v}}{\lambda_v} \left(\frac{g(\rho_1 - \rho_v)}{\rho_1 + \rho_v} \right)^{2/3} x \left(\frac{\sigma}{g(\rho_1 - \rho_v)} \right)^{1/2} x \left(\frac{\mu_v}{g(\rho_1 - \rho_v)} \right)^{1/3} \quad (42)$$

založený na Taylor nestabilitě Presentoval Berenson [36] jako závislost (42) a jiný model (43) vypracován p. Henrym [37] se zaměřením na vliv stěny kokily:

$$T_{MFB} = T_{MFB,B} + 0.42 (T_{MFB,B} - T_1) x \sqrt{\frac{\lambda_1 \rho_1 c_{p1}}{\lambda_\omega \rho_\omega c_{p\omega}}} x \left[\left(\frac{h_{1v}}{c_{p\omega} (T_{MFB,B} - T_{sat})} \right) \right]^{0.6} \quad (43)$$

Kde je :

| | |
|---------------|--|
| c_p | - měrná tepelná kapacita |
| λ | - součinitel tepelné vodivosti, |
| β | - teplotně povrchový parametr ($k \rho c_p$) |
| α_{al} | - tepelná difuzivita Al |
| h | - entalpie |
| ε | - emisivita |
| σ_b | - Stefanova–Boltzmannova konstanta |
| σ | - Povrchové napětí |
| T_{leid} | - teplota Leidenfrostu |
| At | - atomová hmotnost povrchu materiálu |
| K | - tepelná vodivost |
| ρ | - hustota |

Indexy

| | |
|----------|------------------------------------|
| l | - tavenina |
| s | - pevné skupenství |
| g | - plynné skupenství |
| mfb | - bod minima varu filmu |
| $leid$ | - bod leidefrostu |
| ω | - povrch stěny, nebo palivové tyče |
| c | - kritický |
| sat | - saturace |

Ad 2) Přechod varu mezi CHF and leidenfrost teplotou

Za bodem kritického tepelného toku (CHF) začnou bubliny přilepovat ke kovovému povrchu a začne se vytvářet vrstva páry, která snižuje cirkulaci tepla. Koeficient přenosu tepla se výrazně snižuje se zvyšující se teplotou, protože parní fólie nadále pokrývá větší část kovového povrchu, přičemž stále klesající množství kovového povrchu je přímo vystaveno působení vody. Když je kovový povrch zcela zakryt stabilní parní fólií, koeficient přenosu tepla spojený s křivkou varu dosáhne minima, což se označuje jako bod leidenfrost.

Ad 3) Vznikající zárodky varu mezi 100 °C a CHF bodem

Jak se zvyšuje povrchová teplota, na povrchu kovu se vytvářejí bubliny vodní páry, oddělují se a proudí ve vodní fólii, případně uniknou z volného povrchu. Intenzita tvorby bublin a odtrhávání se stále zvyšuje s rostoucí teplotou povrchu. Tento účinek podporuje dobré cirkulace ve vodním filmu a způsobuje tak rychlý nárůst koeficientu přenosu tepla, dokud nedosáhne maxima (označovaného jako bod vyhoření). Teplota kritického toku tepla je asi 200 °C pro hliník a zvyšuje se s rostoucím průtokem vody

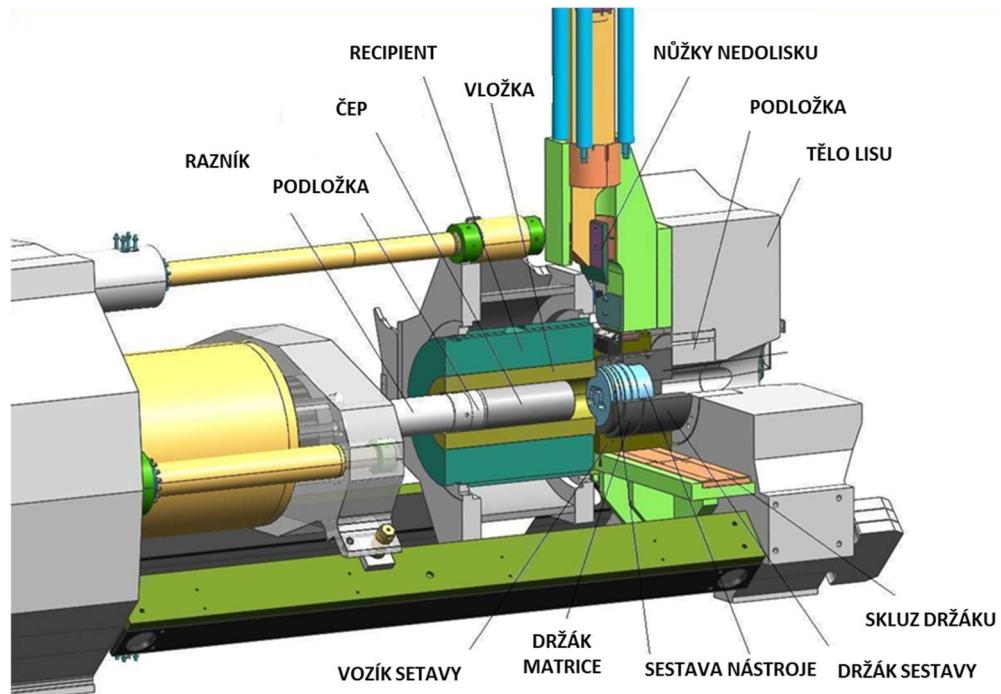
Ad 4) Čistá konvekce pod teplotou 100 °C

V tomto režimu, přenos tepla nastane přes přirozenou konvekcí proudů ve vodním filmu, které ulpěly na povrchu kovu, a koeficient přestupu tepla je velmi nízký.

- Existuje všeobecná shoda mezi různými technikami měření, že maximální tok tepla je mezi 1-5MW / m² a maximální součinitel přestupu tepla leží mezi 40 a 50 kW / m² /K. Odpovídající kritické teplotě (tepelného zatížení) ~ 200-250 °C.
- Zásadně je rozsah provozní teploty 220-620 °C širší než u odlitků z oceli, a to až do teploty krit. teploty, takže teplota povrchu ingotu má větší vliv na přenos tepla.
- Teplota Leidenfrostu je ~ 250-350 °C a zvyšuje se s rostoucím průtokem vody, stejným způsobem jako u oceli. Koeficient přenosu tepla při teplotě Leidenfrostu je velmi citlivý na průtok vody při nízkých průtokových rychlostech. Průtok vody tedy určuje, zda během DC odlévání dojde k varu stabilního filmu, nebo k vypařování vody. Teplota Leidenfrostu může být ovlivněna jak kvalitou vody, tak teplotou vody [31]. Během tohoto procesu lití dojde k ohřátí vody na teplotu 50 – 60°C a tedy i parametry vlastního chladícího média se po délce odlitku mění. Výsledky studie průtoků vody naznačují obecný nárůst přenosu tepla se zvyšujícím se průtokem, zejména v přechodových a nukleačních oblastech varu.

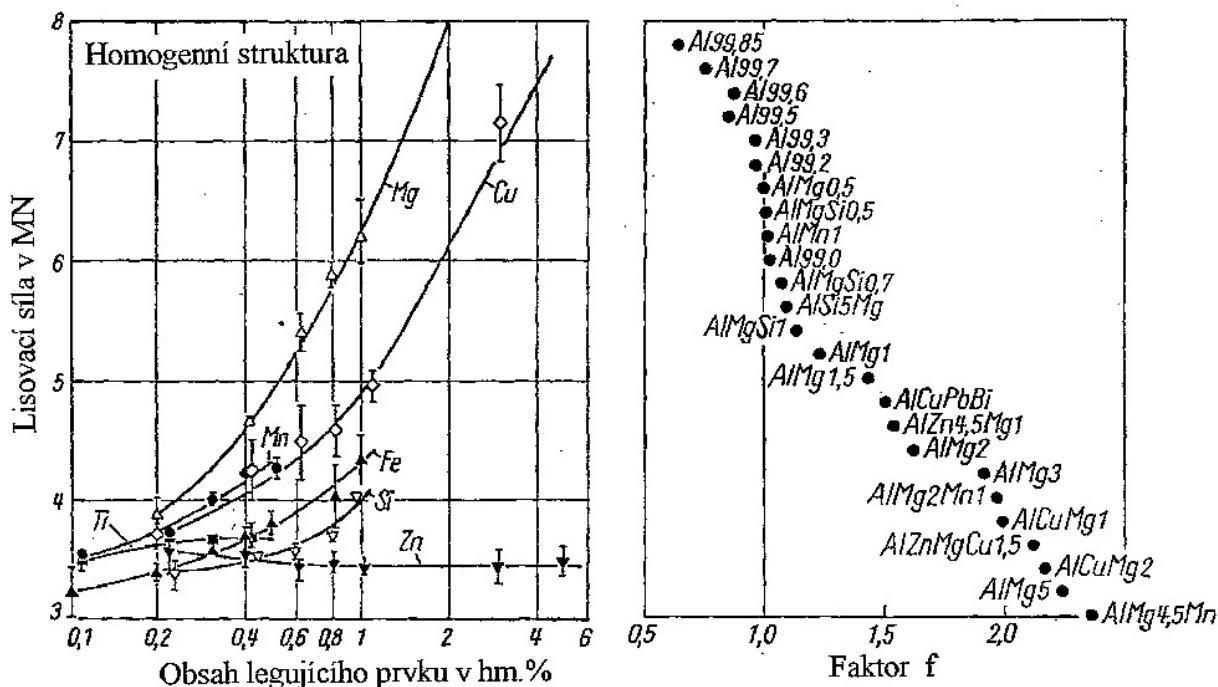
- Šíkmá orientace vodního proudu, používaná v D. C odlévání, výrazně ovlivňuje přenos tepla. Vzhledem k tomu, že průtok je veden směrem dolů podél povrchu ingotu, tepelný tok se velmi liší v závislosti na vzdálenosti nad, nebo pod jeho maximem v bodě nárazu. Výrazně klesá v oblasti zpětného toku nad bodem nárazu. Snižuje se pouze postupně se vzdáleností pod bodem nárazu, protože vodní film ztrácí hybnost a může být vytlačován z povrchu vytvořením stabilní parní bariéry.
- Rychlosť extrakce tepla je silnou funkcí teploty povrchu kovu [30]. Tepelný tok také silně závisí na počáteční teplotě povrchu, když je poprvé přidána voda, což ovlivňuje přechodnou koevoluci vodní vrstvy a teplotu povrchu kovu.
- Bylo zjištěno, že drsnost povrchu má významný vliv na vypočítané chování varu v oběhové a volně padající zóně a že hrubší povrhy zvyšují přenos tepla.
- Zjistilo se, že tepelná vodivost má významný vliv na předpokládanou změnu tepelného toku s teplotou. Efekt je nejvýraznější v režimu vrcholového jádrového varu, kde se zvyšuje míra přenosu tepla se zvyšující se vodivostí. Při vyšších rychlostech přenosu tepla se v režimu jádrového varu (nucleate boiling regime) mění přenos tepla pomocí vodivosti v slitině. Při nižších rychlostech přenosu tepla se v přechodném režimu varu mění přenos tepla do vody.

5. ZPŮSOBY LISOVÁNÍ A VAZBA NA KVALITU ODLITKU [71,72]



Obr. 35 Schéma konstrukčního uspořádání hydraulického lisu [72]

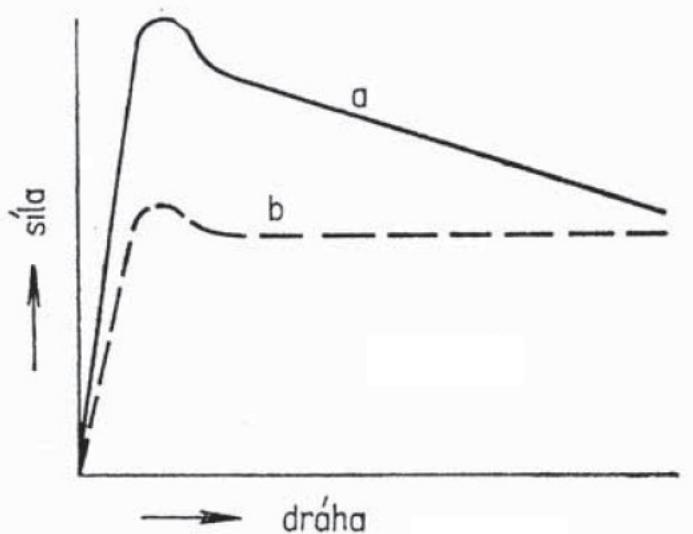
Průtlačné lisování hliníkový odlitků za tepla je spolu s válcováním nejvíce využívanou metodou tváření hliníku a jeho slitin. Na obr. 35 je schéma průtlačného lisu. Výhoda průtlačného lisování spočívá v tom, že při malém počtu operací, lze vyrábět různé typy výlisků od jednoduchého tvaru až po velmi složité tvary, s vysokou přesnosti rozměrů, kvalitním povrchem a s možností rychlého střídání sortimentu. Mezi nevýhody lze počítat větší podíl technologického odpadu, protože nelze vylisovat celý objem materiálu, což je omezeno délkou výběhu lisu a přerušované lisování s sebou nese výmět z důvodu nedostatečného chlazení části výlisku a tedy přímý dopad na mechanické vlastnosti výlisků po následném tepelném zpracování. Poměrně velké rozdíly mezi jednotlivými slitinami hliníku v jejich deformačním chování při průtlačném lisování za tepla - viz obr. 36, jejich rozdílné způsoby zpevnování a různorodé požadavky na tvar, vlastnosti, hmotnost a produktivitu výroby jsou příčinou toho, že je nelze lisovat jednou univerzální metodou, ale že je využívaná řada variant lisování - viz obr. 37. Lisovací tlak, tj. poměr mezi lisovací silou a průřezem recipientu, stoupa významně s klesající teplotou lisování a mírně klesá s rychlosí lisování. Pohybuje se obvykle v mezích od 250 do 1000 N/mm². Hranice mezi snadno a hůře lisovatelnými slitinami lze položit do rozmezí 400 až 600 N/mm².



Obr. 36 Vliv jednotlivých legur a faktoru f dle slitin na lisovací tlak [71]

Vezmeme-li jako měřítko lisovatelnosti velmi dobře tvářitelnou slitinu AlMgSi0,5 a přisoudíme-li ji hodnotu faktoru lisovatelnosti $f=1$, pak pro hůře lisovatelné slitiny bude $f > 1$ a pro snadněji lisovatelné slitiny bude $f < 1$. Na obr. 36. je vynesena závislost lisovací sily na hodnotě faktoru lisovatelnosti f pro různé slitiny hliníku. I když se jedna o orientační

znázorněni, které nezohledňuje vlivy různých faktorů, je možné podle grafu „roztrídit“ jednotlivé typy slitin a udělat si představu o jejich lisovatelnosti. Mezi tyto varianty můžeme počítat jak různé způsoby vlastního deformačního procesu, uspořádání a konstrukce nástroje, tak různé operace následující po opuštění materiálu lisovací matricí. Zjednodušené schéma toku materiálu v technologickém postupu průtlačného lisování je uvedeno na obr. 36.



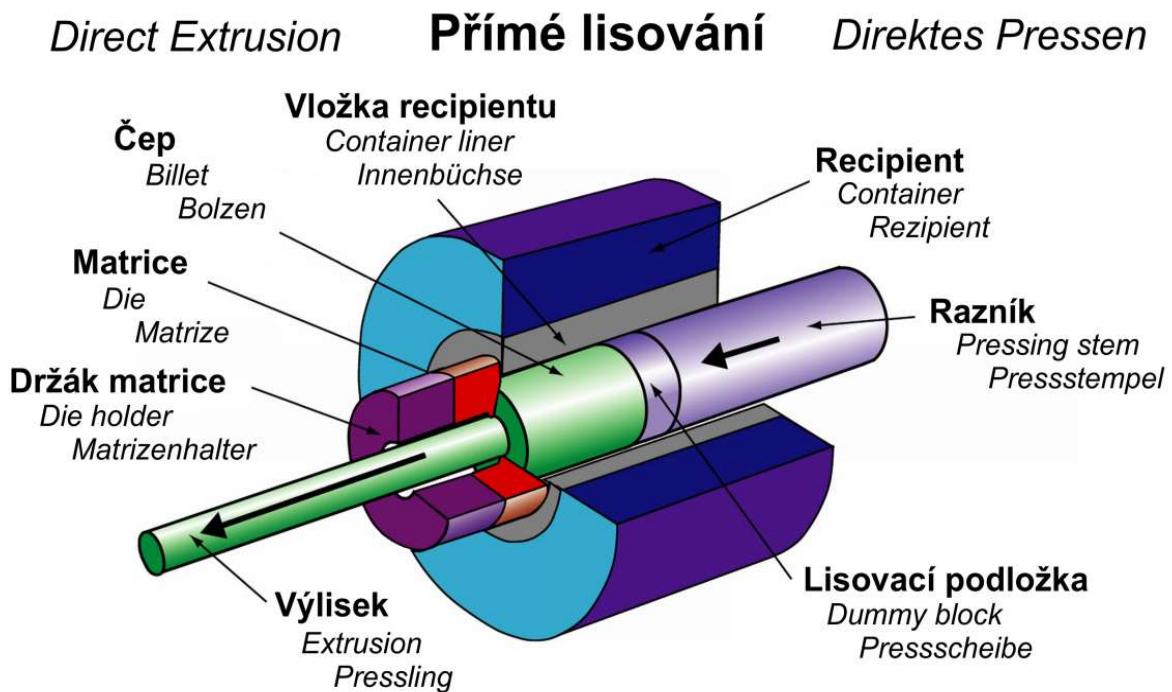
Obr. 37 Závislost lisovacího tlaku na pohybu razníku při přímém (a) a nepřímém (b) způsobu lisování. [71]

Uvedené schéma je obecné, existuje řada dalších operací nejmenovaných (moření, kontrolní operace), některé jmenované operace se v závislosti na typu slitiny, typu výrobku a jeho rozměrech nebo požadavky zákazníka mohou a nemusí provádět (vysokoteplotní žíhaní čepů, obrábění čepů, nebo úprava konečných rozměrů tažením, mezioperační žíhaní). V řadě případů je výlisek výrobkem, který se dále tváří za studena nebo za tepla (trubky, dráty, výkovky). Výlisky jsou lisovány z kruhových čepů, které jsou na lisovací délky nařezány z polo kontinuálně odlitých čepů. Čepy jsou před lisováním ohřáty na požadovanou teplotu, tak, aby přetvárný odpór byl co možná nejmenší, ale aby současně nedocházelo k trhlinám a povrchovým vadám v důsledku příliš vysoké teploty. Čepy jsou před lisováním ohřáty na požadovanou teplotu, tak, aby přetvárný odpór byl co možná nejmenší, ale aby současně nedocházelo k trhlinám a povrchovým vadám v důsledku příliš vysoké teploty. Čep je zasouván do recipientu lisu, který je rovněž předehřát na určitou teplotu. Vnitřní průměr recipientu je přitom jen o něco větší než průměr čepu. Razníkem je potom materiál čepu přes lisovací matrici s příslušným tvarem otvoru nebo otvorům protlačen. Velikost deformace je charakterizovaná lisovacím poměrem, který je dán poměrem průřezu výchozího čepu

$S_0(\text{Ac})$ a průřezem výlisku $S_1(\text{Ae})$ ($= S_0 / S_1$) viz vzorec (22). Část nevylisovaného čepu, tzv. nedolisek, je po odstravení výlisku za matrici z lisu odstraněn. Podle uspořádání a vzájemného pohybu razníku a nástroje se dělí lisování na dva nejvíce využívané postupy. Na přímé a nepřímé lisování. Kromě těchto dvou metod průtlačného lisování se ještě využívá (méně často) hydrostatického lisování nebo speciálního postupu „Conform“. Základním rozdílem mezi přímým a nepřímým lisováním je pohyb materiálu v recipientu resp. tok materiálu bez tření o recipient a s třením o recipient. Na obr. 37 je vidět rozdíl průběhu lisovací síly pro identický materiál, čep a výlisek, kde je patrný vliv tření o recipient.

5.1. Přímé lisování [71,72]

Z uvedených způsobů lisování je nejběžnější způsob přímý. Schéma uspořádání je uvedeno na obr. 38. Z uvedených způsobů lisování je nejběžnější způsob přímý. Lisovací nástroj (matrice) je při tomto uspořádání pevně uložen. Razník s předsazenou podložkou tlačí na předehrátný čep proti matrice, která na výstupu uzavírá recipient. Výstup materiálu z matice má tak stejný směr, jako je směr pohybu razníku. Recipient se přitom nepohybuje. Tento způsob lisování je u hliníku a jeho slitin používán díky jednoduchému uspořádání. Jeho výhodou je velmi krátká vzdálenost mezi výstupem z matice a místem, kde lze výlisek ochlazovat.



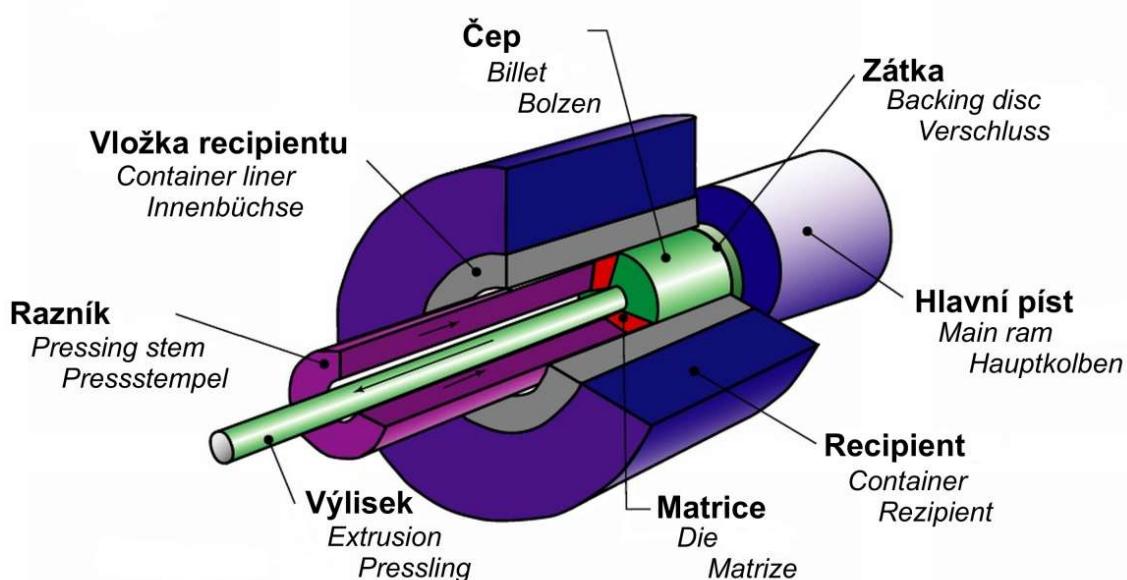
Obr. 38 Schéma konstrukčního uspořádání přímého lisování [72]

Při přímém způsobu lisování se obvykle lisuje bez mazání povrchu čepu, maže se povrch matrice. Při přímém lisování bez mazání lze lisovat tzv. „na košili“, kdy kruhová podložka má průměr o 1 až 2 milimetry menší, než je průměr recipientu. Tím je po obvodu odříznuta povrchová nekvalitní vrstva čepu (košile). Tyto zbytky jsou po vylisování čepu odstraněny společně s lisovací podložkou. Určitou nevýhodou je při tomto způsobu lisování to, že se zvyšuje podíl odpadu o objem materiálu v košili. V současné době převažuje lisování „bez košile“, což je umožněno jednak zvýšenou kvalitou povrchu litých čepů, a jednak tím, že v řadě případů je nutné povrch čep před lisováním osoustružit z důvodu vysokých požadavků na kvalitu povrchu výlisku.

5.2. Nepřímé lisování [71,72]

V poslední době nabývá na významu nepřímý způsob lisování. Při něm - viz obr. 39 je lisovací matrice upevněna do dutého a pevného držáku razníku. Lisovaný čep je přitom společně s kontejnerem natlačován na pevnou matrici. Směr pohybu materiálu výlisku vůči razníku je na rozdíl od přímého způsobu lisování opačný. V porovnání s přímým způsobem lisování při nepřímém způsobu se výrazně snižuje tření mezi materiélem a kontejnerem. Tím se podstatně zmenšují požadavky na lisovací silu. Při srovnatelné velikosti čepu a rozměrech výlisku se snižuje lisovací síla při nepřímém způsobu podle různých měření v rozmezí od 20 do 30 % - viz obr. 37, specifický lisovací tlak se snižuje až o 70 % [73,74].

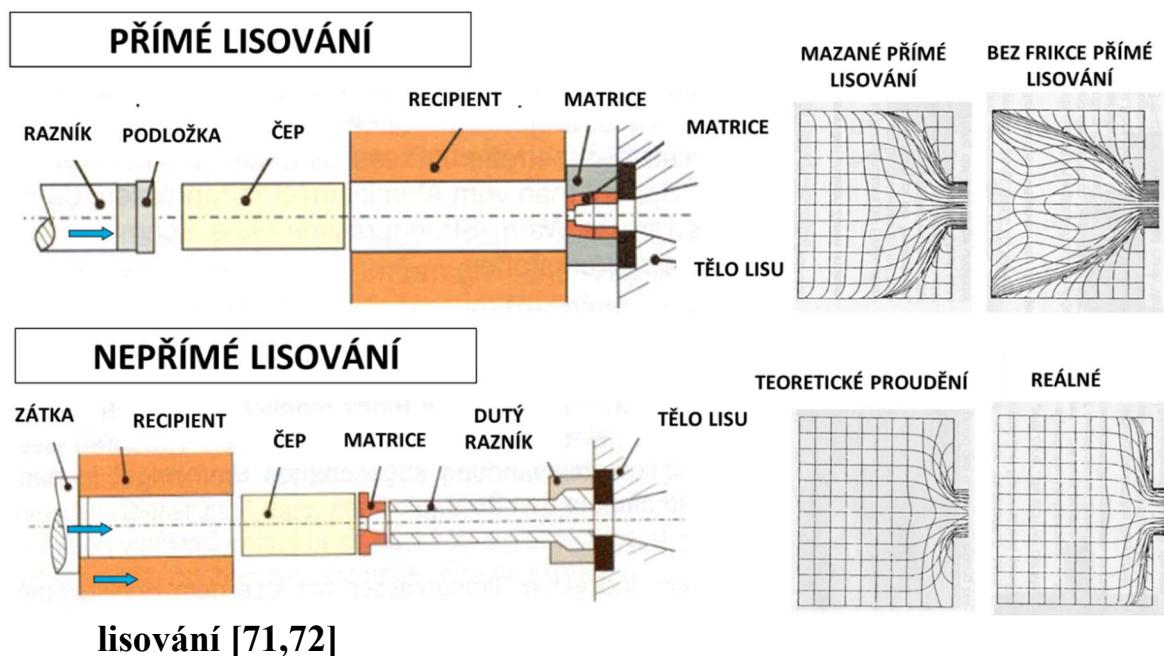
Indirect Extrusion **Nepřímé lisování** *Indirektes Pressen*



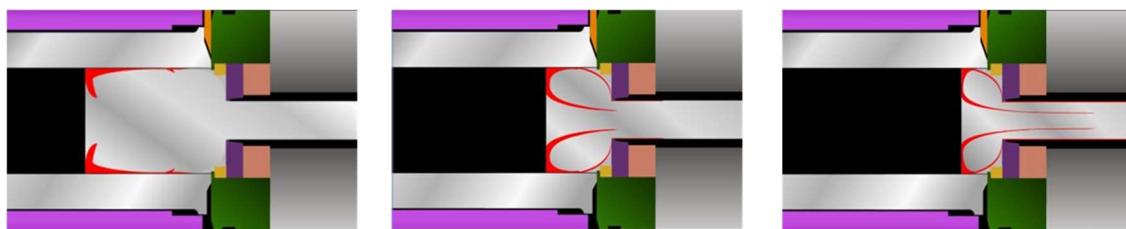
Obr. 39 Schéma konstrukčního uspořádání nepřímého lisování [72]

Snížení lisovacích sil tak umožňuje využit síly, která je k dispozici k vylisování výlisku menšího průřezu, zvětšení průměru čepu anebo snížením teploty čepu lze dosáhnout vyšších lisovacích rychlostí. Protože při nepřímém lisování je vzhledem k lisování přímému odlišný i tok materiálu před matrici (nedochází k relativnímu pohybu vnějších vrstev čepu vně materiálu v ose čepu), není lisovací tlak závislý na délce čepu. Proto není délka čepu omezena silovou kapacitou lisu. Je omezena konstrukcí dutého razníku a jeho tuhosti. Při nepřímém lisování je materiál lépe protažen než při lisování přímém, což vede k menšímu výskytu lisovenských vad a výskytu povrchových rekrytalizovaných vrstev. Díky menší tloušťce nedolisku je vyšší využití materiálu čepu. Oproti přímému lisování je tloušťka nedolisku zhruba poloviční. Nevýhodou nepřímého způsobu lisování vůči lisování přímému, způsobenou odlišným tokem materiálu přes matrici, je přenos vad z povrchu lisovaného čepu na povrchu výlisku. Z tohoto důvodu, je při nepřímém způsobu lisování výhodnější používat obrobené čepy. Vnitřní průměr dutého razníku u nepřímého způsobu lisování omezuje rozměr výlisku, což omezuje využití lisu pro lisování širokého rozměrového sortimentu výlisku. Některé lisy jsou proto konstruovány tak, že je lze použít jak pro přímý způsob, tak pro způsob nepřímý. Vývoji lisování se věnuje, neustálá pozornost, která směřuje nejen k optimalizaci vlastního procesu z pohledu časových úspor, ale i z pohledu vlastního tvářecího procesu. Příkladem může být vývoj nepřímého lisování s aktivním třením (ISA), který je zaměněn na výzkum tření mezi čepem a recipientem. Zavedením třecích sil, které působí ve směru toku materiálu, se mění kinematika pohybu materiálu v recipientu, a tím i průběh celého procesu lisování [75]. Jak již bylo vysvětleno výše, základním rozdílem mezi přímým a nepřímým lisováním v toku materiálu je, že u nepřímého lisování teče povrch čepu na povrch výlisku a tedy horší povrchová kvalita čepu významně ovlivňuje povrch výlisku. U přímého lisování se povrchová vrstva sbaluje v oblasti nedolisku a při příliš malém nedolisku může dojít k vnikání těchto zón dovnitř výlisku – viz obr. 41.

5.3. Porovnání toku materiálu mezi přímým a nepřímým způsobem

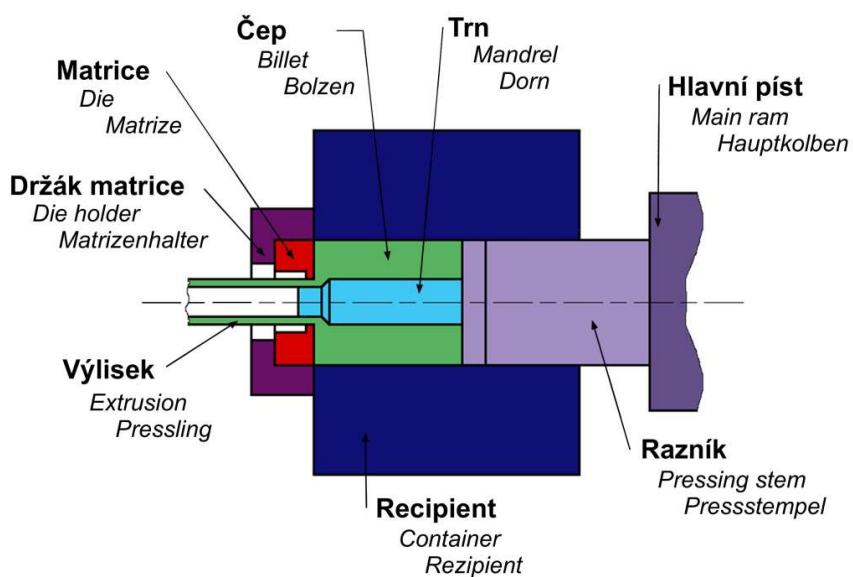


Obr. 40 Schéma toku materiálu u přímého a nepřímého lisování [72]



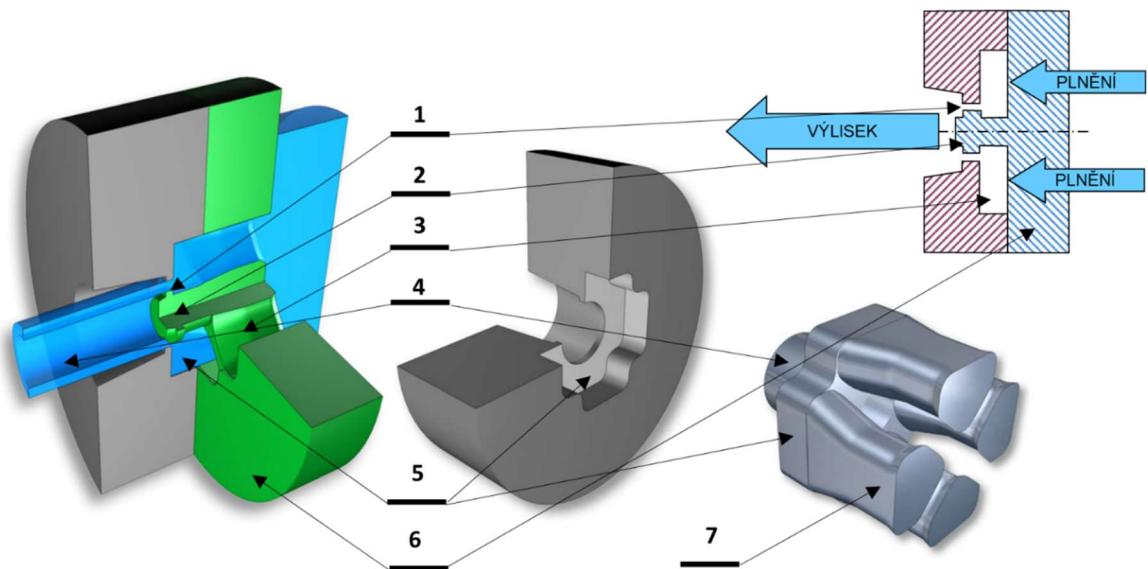
Obr. 41 Schéma toku materiálu a vliv tloušťky nedolisku u přímého lisování [72]

5.4. Lisování trubek na trn a pomocí můstkových matric [72]



Obr. 42 Schéma lisování trubek na trn u přímého lisování [72]

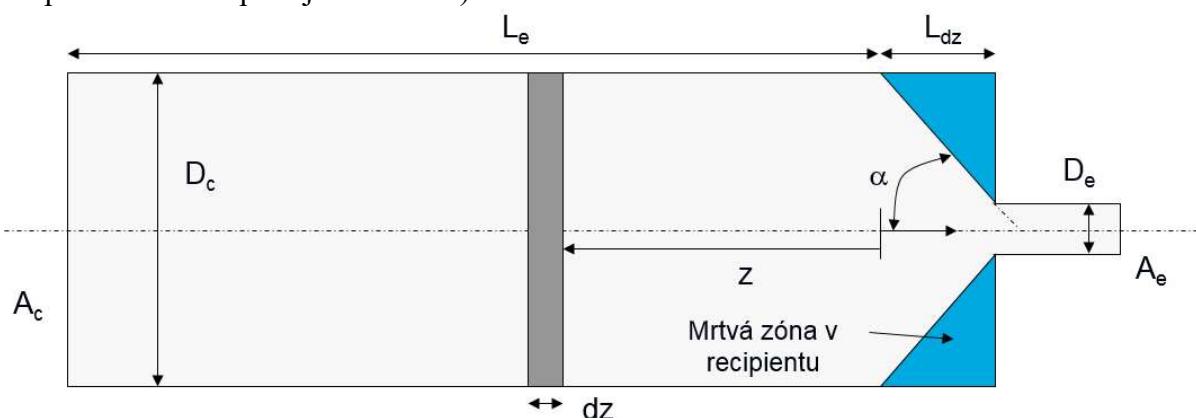
Lisování trubek může být prováděno tzv. bezešvé pomocí propichovacího trnu, nebo pomocí můstkové matrice, kde dochází ke svaření materiálu po obtečení můstků držících lisovací trn. Lisování na trn se provádí u trubek, které jsou velmi výrazně namáhány tlakem (jako jsou např. hydraulické válce) - viz obr. 42 a v případě trubek svařovaných v matricích viz obr. 43, by mohlo dojít k destrukci v místech svárů, které mají, horší mechanické vlastnosti, než základní materiál trubek. Matricové lisování se využívá u všech složitých dutých profilů.



Obr. 43 Schéma toku materiálu a vliv tloušťky nedolisku u přímého lisování [72]
1 – lisovací plošky; 2 – lisovací trn; 3 – plnící komora; 4 – výlisek; 5 – svařovací komora; 6 – trnová deska, 7 plnící komory v matrici

5.5. Základní charakteristiky lisovacího procesu [72]

Pokud se podíváme na lisovací proces jako na čistě osový asymetrický případ (vytlačování tyčí) je možné vyhodnotit vytlačovací tlak (zde je zanedbán příspěvek plošek matrice pro zjednodušení)



Obr. 44 Schéma parametrů pro výpočet základních charakteristik lisování [72]

D_c – průměr čepu; A_c – příčný průřez čepu; D_e – průměr lisované tyče; A_e – průřez lisované tyče; L_{dz} – délka mrtvé zóny; L_e – zbytek délky čepu, α - úhel mrtvé zóny

Slisovací poměr

$$ER = \frac{A_c}{A_e} = \left(\frac{D_c}{D_e} \right)^2 \quad (44)$$

Efektivní deformace ve výlisku

$$\bar{\varepsilon} (výlisku) = \ln(ER) \quad (45)$$

Definice mrtvé zóny

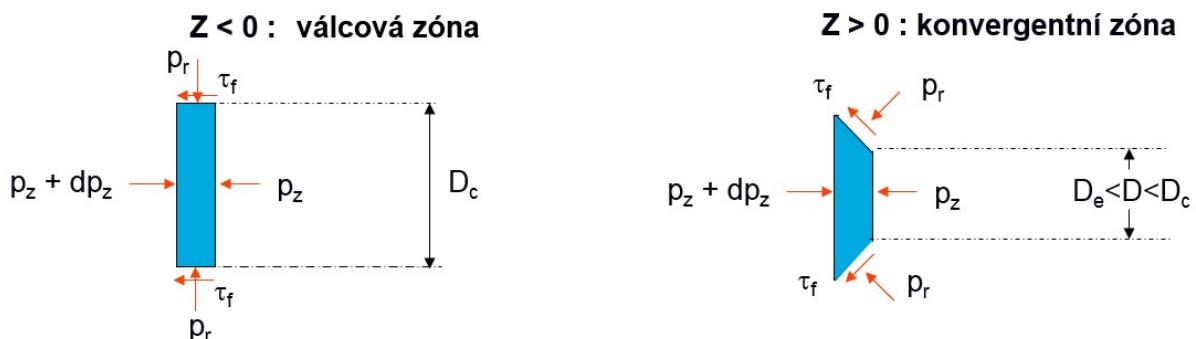
$$\alpha = f(ER, m, \sigma_y) \quad (46)$$

Kde je : σ_y je napětí proudění při střední teplotě čepu,

ER je průměrná efektivní rychlosť deformace a m je součinitel tření v recipientu

$$\dot{\varepsilon}_{mean} = \frac{6 V_r D_c^2 \tan \alpha}{D_c^3 - D_e^3} \ln(ER) \quad (47)$$

Kde je : v_r je průměrná výtoková rychlosť.



Obr. 45 Základní mechanismus lisování - vytlačovací tlak (zadní strana razníku) se vypočítá metodou desek

Výtlačný tlak

$$P(L) = \sigma_y(a + b \ln(ER) + cL) \quad (48)$$

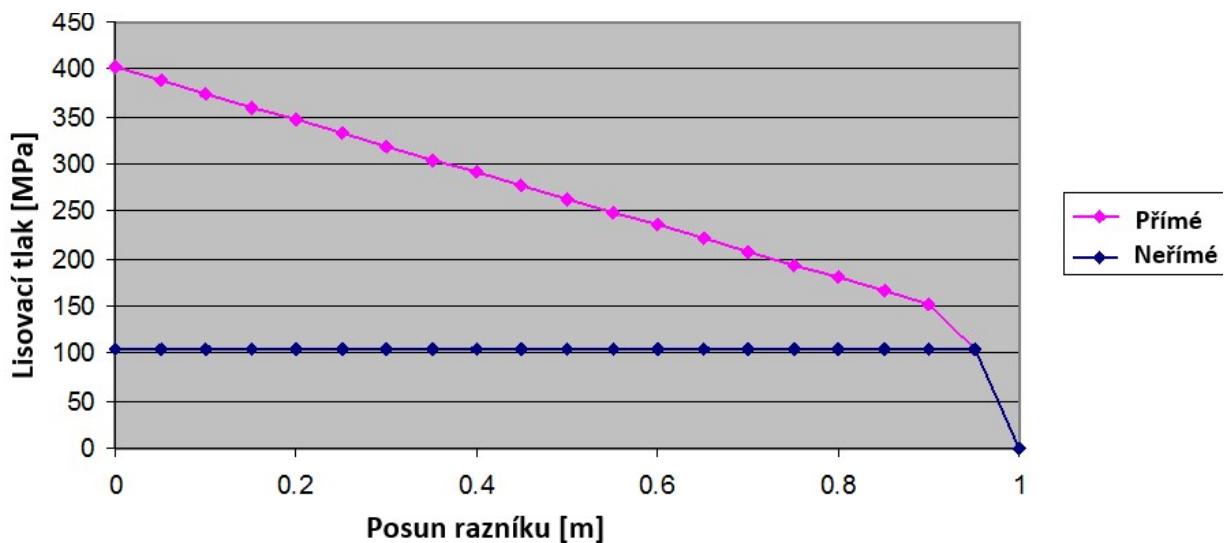
Při aplikování tohoto modelu pro parametry přímého a nepřímého lisování obdržíme následující průběh lisovacího tlaku - viz obr. 47, což je v souladu s již dříve rezentovanou závislostí z literatury [71] – viz obr. 37

| | | | | | | |
|-------------------------|------------------|------------------|-----------------------------|---------------------|--------------|-------------------------|
| $\sigma_y [\text{MPa}]$ | $D_e [\text{m}]$ | $D_c [\text{m}]$ | $L \text{ čepu} [\text{m}]$ | $\alpha [\text{°}]$ | m | <i>Přímé lisování</i> |
| | | | | 45 | 1=bez tření | |
| 81 | 0.05 | 0.25 | 1 | $\alpha [\text{°}]$ | m | <i>Nepřímé lisování</i> |
| | | | | 81 | 0=plné tření | |

Obr. 46 Porovnání uhlu α mrtvé zóny u přímého a nepřímé lisování [72]

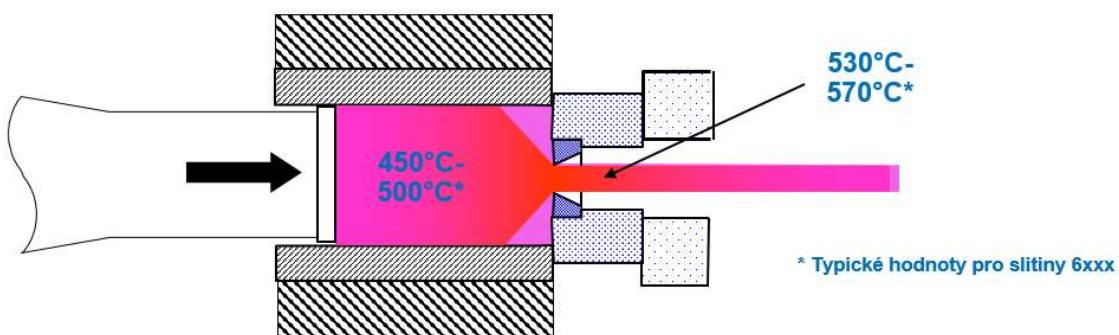
Tab. 3 Hodnoty pro několik 6xxx konvenčních slitin s uvedením původu konstant [72]

| slitina | α (Mpa) | n | Q(J/mol.K) | R (J/mol.K) | In A (/s) | Zdroj |
|---------|----------------|------|------------|-------------|-----------|---------------------------------|
| 6005 | 0.040 | 3.65 | 164800.0 | 8.314 | 25.05 | Hyperextrude |
| 6060 | 0.028 | 5.00 | 156000.0 | 8.314 | 25.00 | REAP Hydro |
| 6060 | 0.093 | 3.11 | 153000.0 | 8.314 | 18.48 | Fit BM n data 84 |
| 6060 | 0.035 | 4.67 | 174000.0 | 8.314 | 26.47 | Verlinden & Voit solid solution |
| 6060 | 0.027 | 5.13 | 161174.4 | 8.314 | 26.46 | R.Shahani |
| 6061 | 0.045 | 3.55 | 145000.0 | 8.314 | 19.30 | Sheppard.p132 |
| 6063 | 0.040 | 2.40 | 140000.0 | 8.314 | 22.52 | Lof.ET2000 |
| 6063 | 0.040 | 5.39 | 1411550.0 | 8.314 | 22.50 | Sheppard.p132 |
| 6063 | 0.180 | 0.89 | 156000.0 | 8.314 | 19.64 | REAP Helsinkz |
| 6082 | 0.045 | 2.98 | 153000.0 | 8.314 | 19.29 | Sheppard.p132 |
| 6082 | 0.036 | 5.00 | 156000.0 | 8.314 | 22.56 | REAP Grandes |
| 6082 | 0.039 | 6.06 | 153000.0 | 8.314 | 21.77 | Fit BM n data 84 |
| 6105 | 0.045 | 3.50 | 145000.0 | 8.314 | 20.51 | Sheppard.p132 |
| 6106 | 0.021 | 5.13 | 161174.4 | 8.314 | 26.46 | 6060 R. Shahani décafé |



Obr. 47 Porovnání lisovacího tlaku pro přímé a nepřímé lisování [72]

Protože během lisování dochází k velmi intenzivnímu tření a přetvárnému odporu, dochází k velmi významnému zahřívání materiálu – viz obrázek 48 :



Obr. 48 Schéma typických teplot pro slitiny řady 6xxx během lisování [72]

Teplota zvyšující se třením čepu o recipient

$$\Delta T_2 = \frac{m\sigma_y}{4\sqrt{3}\rho C} \sqrt{\frac{V_r L(t)}{a}} \quad (49)$$

Teplota zvyšující se deformací

$$\Delta T_1 = \frac{\sigma_y (T_2) \ln(ER)}{\sqrt{3}\rho C} \quad (50)$$

Teplota zvyšující se třením o plošky

$$\Delta T_3 = \frac{m \sigma_y}{4\sqrt{3}\rho C} \sqrt{\frac{V_e L_b}{a}} \quad (51)$$

Celkové zvýšení teploty se tedy vypočítá

$$\Delta T = \Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3 \quad (52)$$

ρ je hustota slitiny, C měrné tepelná kapacita, L_t je délka čepu, a je difuzivita hliníku, L_b je výška matrice v kontaktu s hliníkem (nebo délka lisovacích plošek u ploché matrice), σ přetvárný odpor, a je difuzivita hliníku, m je třecí koeficient a v_r je výtoková rychlosť

Pomocí vzorců (49 – 51) je možno vypočítat o kolik se ohřeje lisovaný materiál a jaká bude teplota na výstupu z matrice. Tyto parametry jsou velmi významné, neboť je nutné, aby výstupní teplota nepřesáhla teplotu solidu pro danou slitinu.

5.6. Dopad vad čepu na kvalitu výlisku [72]

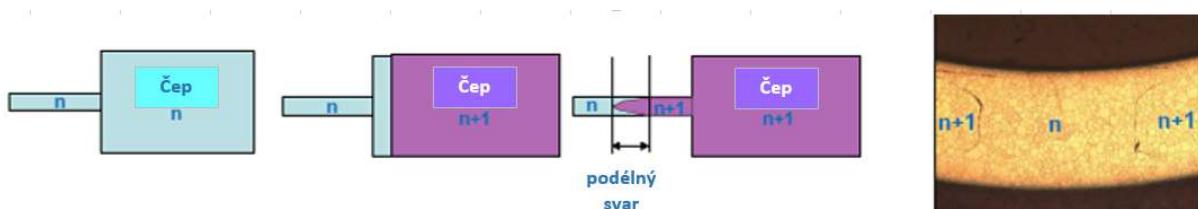
V předcházející kapitole byl vysvětlen rozdíl v toku materiálu u dvou základních způsobů lisování a to pro přímé a nepřímé. Z toho rozdílu je zřejmé proč se používá nesoustružených čepů právě u přímého lisování.

- Přímé lisování – povrch se sbaluje v mrtvé zóně a je zde největší nebezpečí vniku do výlisku před koncem lisování
- Nepřímé lisování – povrch čepu na povrch výlisku

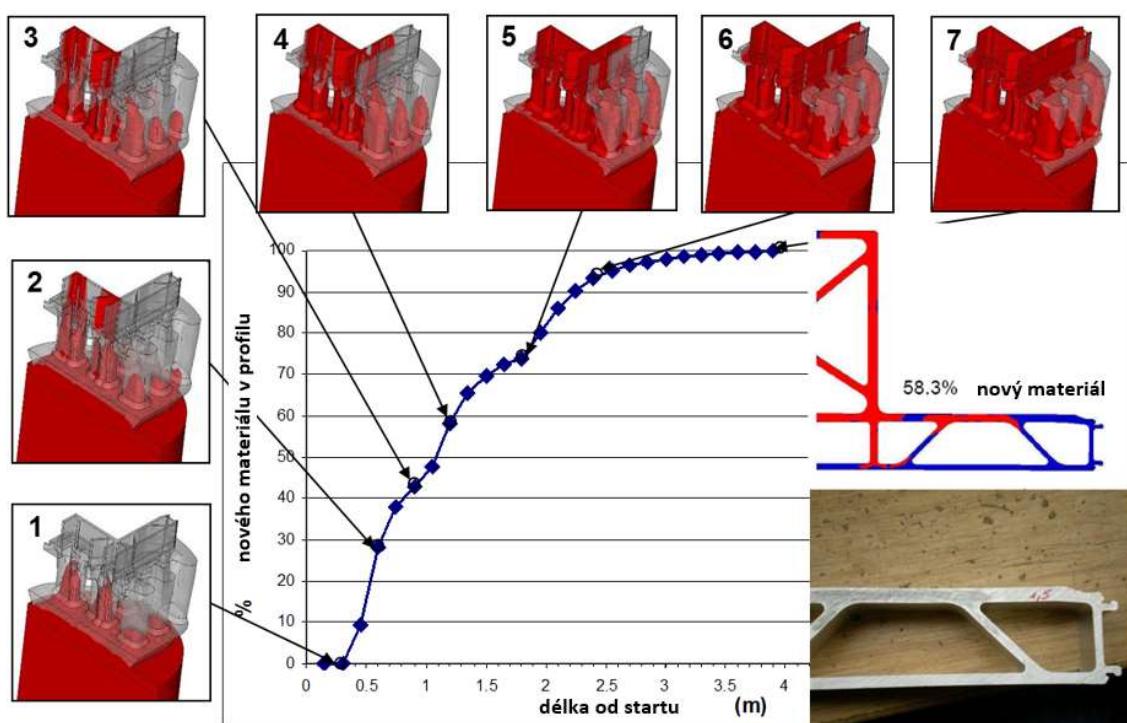
Protože každá ze slitin má rozdílné parametry lisování (lisovací tlaky, lisovací rychlosti, přetvárný odpor a samozřejmě výšku solidu) musí být parametry velice přesně nastaveny, aby nedocházelo k vadám výlisku. Toto je však velmi znatelně ovlivňováno kvalitou lisovaných čepů a to nejen povrchovou kvalitou, ale též kvalitou podpovrchové oblasti (tzv. okrajová vrstva, shall zone, ranzone) a kvalitou v středové oblasti ingotu. U výlisků rozeznáváme několik vad způsobených, nebo přímo ovlivněných kvalitou lisovaných čepů a to:

5.6.1. Podélný svár způsobeným spojem čep na čep [72]

Po ukončení lisování čepů a odstranění nedolisku je zaveden do recipientu nový čep a spoj mezi materiélem starého a nového čepu se dostane do výlisku během začátku lisování, ale ne v jednom okamžiku, ale je roztažen po délce výlisku – viz obr. 49. Z pohledu kvality čepu zde není významný vliv na tuto vadu a kvalita svaru je jen ovlivněna kvalitou řezu čepu, a tedy pro přímé lisování je velmi často aplikováno zařazení teplých nůžek těsně před lisovací proces a to až po ohřevu čepu v plynové, nebo indukční peci, tak aby řez nebyl ovlivněn spalinami a oxidací během předeřevu.



Obr. 49 Schéma protažení spoje čep na čep po startu lisování nového čepu [72]



Obr. 50 Schéma protažení spoje čep na čep po startu lisování nového čepu [72]

5.6.2. Tepelné praskliny [72]

Tak jak bylo vysvětleno na začátku této kapitoly, lisovací rychlosť je nastavena na optimální lisovací rychlosť z pohledu výstupní teploty a lisovatelnosti slitiny a tomu odpovídá i teplota předeřevu čepu před zasunutím do recipientu lisu. – viz tab. 4 [71].

Tab. 4 Seznam obvyklých parametrů používaných pro rozdílné slitiny dle AA [71]

| Slitina | Teplota recipientu /°C/ | Teplota čepu /°C/ | Výtoková rychlosť /m/min/ |
|--------------------|----------------------------|----------------------|------------------------------|
| Al99.8 až 99.9 | 380 | 420 | 50 až 100 |
| Al99.9Mg0.5 až 0.2 | 390 | 430 | 50 až 80 |
| AlMn | 430 | 450 až 480 | 30 až 70 |
| AlMg1 | 390 | 430 | 30 až 75 |
| AlMg3 | 425 | 460 | 3 až 6 |
| AlMg5 | 410 | 460 | 1,5 až 3 |
| AlMgMn | 420 | 450 | 6 až 15 |
| AlMg4,5Mn | 410 | 450 | 2 až 6 |
| AlMgSi0,5 | 410 | 460 až 480 | 35 až 80 |
| AlMgSi1 | 430 | 450 až 500 | 5 až 30 |
| AlMgSiPb | 360 | 350 až 400 | 22 až 50 |
| AlCuBiPb | 360 | 350 až 380 | 3 až 15 |
| AlCuMgPb | 360 | 350 až 420 | 1.5 až 3 |
| AlCuMg1 | 400 | 420 až 450 | 1.5 až 3 |
| AlZnMg1 | 480 | 500 až 530 | 5 až 25 |
| AlZnMgCu0.5 až 1.5 | 400 | 420 až 430 | 0.8 až 2 |

To znamená, že každá heterogenita pocházející z čepu [76] (okrajová zóna díky segregacím je často zásadní místní změna slitiny, a tedy změna podmínek lisovatelnosti a přetvárného odporu) může způsobit v kombinaci se zvýšenou teplotou třením a s místní rozdílnou teplotou v některé oblasti profilu, k překročení solidu a k vytvoření tepelných prasklin – viz obr. 51. Tyto praskliny jsou neakceptovatelnou vadou výrobku a tyto profily musí být bezpodmínečně vyřazeny z produkce.

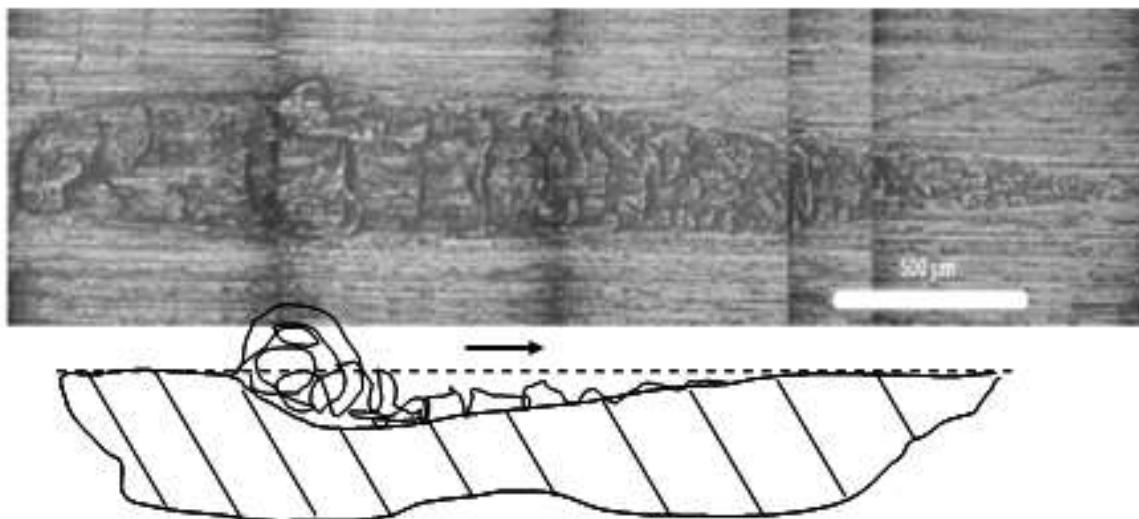


Obr. 51 Typické tepelné trhliny (hot cracks) na povrchu výlisku [72]

5.6.3. Uvolněné nárůsty na lisovacích ploškách [72]

Při nadměrné lisovací rychlosti může docházet k nárůstům materiálu na lisovacích ploškách k a k jeho uvolňování během lisování – viz obr. 52. K odstranění tohoto

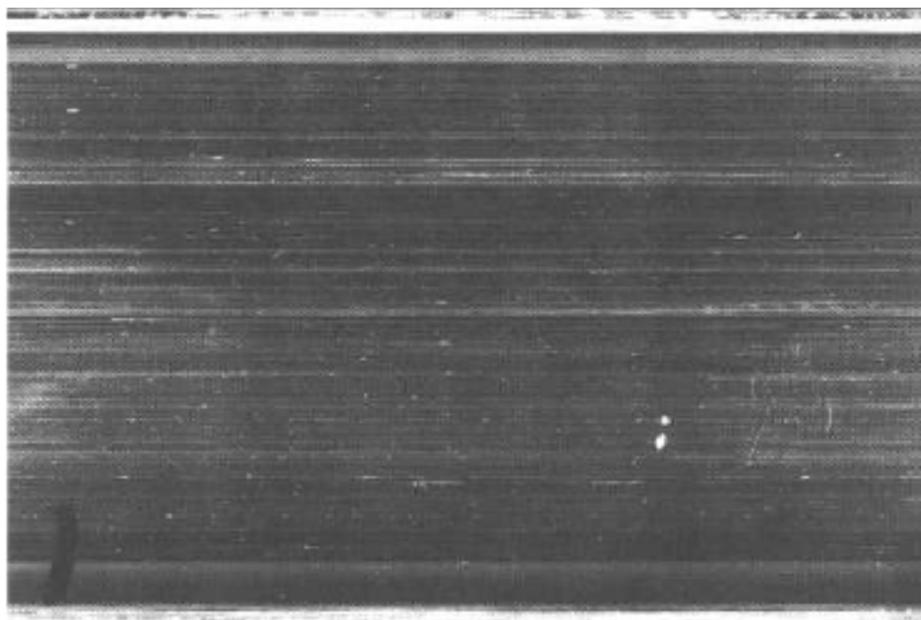
problému často napomáhá přerušení lisování při změně čepu, či snížení lisovací rychlosti.



Obr. 52 typické uvolnění nárůstů na lisovacích ploškách (pick up) [72]

5.6.4. Řádkovitost, linky na povrchu výlisku [72]

Tyto vady vznikají buď špatnou konstrukcí vtokových kanálů u matrice, nebo vlivem akumulovaných nečistot z povrchových vrstev čepu, či opět nárůsty na ploškách matrice



Obr. 53 linky, drážky na povrchu výlisku (die lines) [72]

5.6.5. Pomerančový efekt na povrchu výlisku [72]

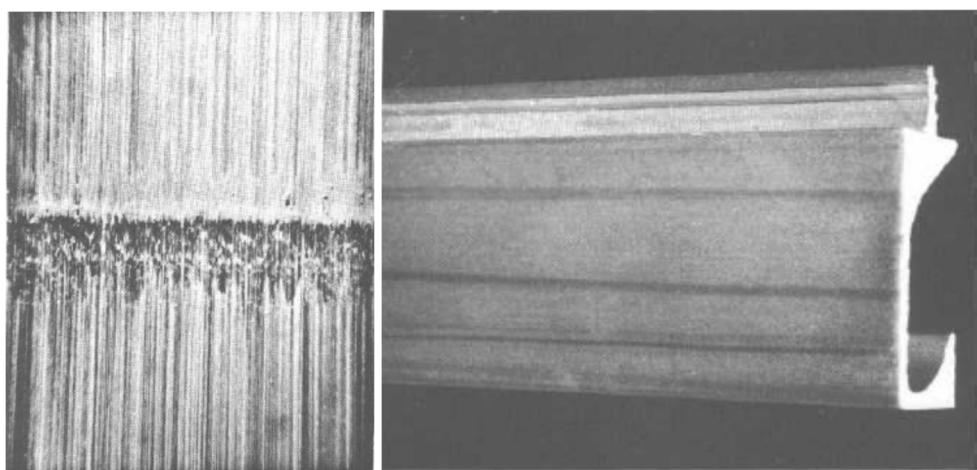
Tyto vady vznikají z důvodu hrubého zrna výlisku a to převážně vlivem rekrytalizace.

Tyto vady mají přímou vazbu na kvalitu čepu z pohledu homogenizace (tvorba disperzoidů, teplota homogenizace) a použitých parametrů (výtoková rychlosť a teplota) lisování. Na tuto vadu má i velmi významný vliv konstrukce matrice a sklon

k rekrystalizaci je ovlivňován i segregacemi pocházejícími z odlitého čepu. Typický vzhled vady můžeme vidět na obr. 54.



Obr. 54 Typický pomerančový vzhled na povrchu výlisku (orange peel) [72]



Obr. 55 Otlaky či linky od lisování (bamboo effect) [72]

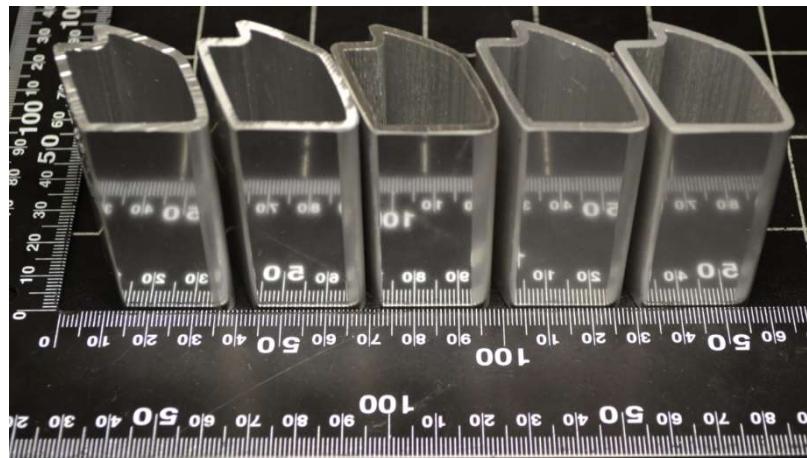
5.6.6. Otlaky zastavením lisování, či grafitové linky [72]

Tyto vady mají přímou vazbu na proces lisování a jsou způsobeny přerušením lisovacího procesu, nebo vliv mazání matrice, či vedením výběhu z grafitových vystýlek. Přerušení lisování může být z důvodu zavezení nového čepu (obvyklé a vždy v stejném místě procesu), nebo náhodné z důvodu nějaké poruchy, úpravy proudů, chlazení atd. Tyto typické vady jsou zobrazeny na obr. 55

5.6.7. Vada lesku po anodické oxidaci [71, 72]

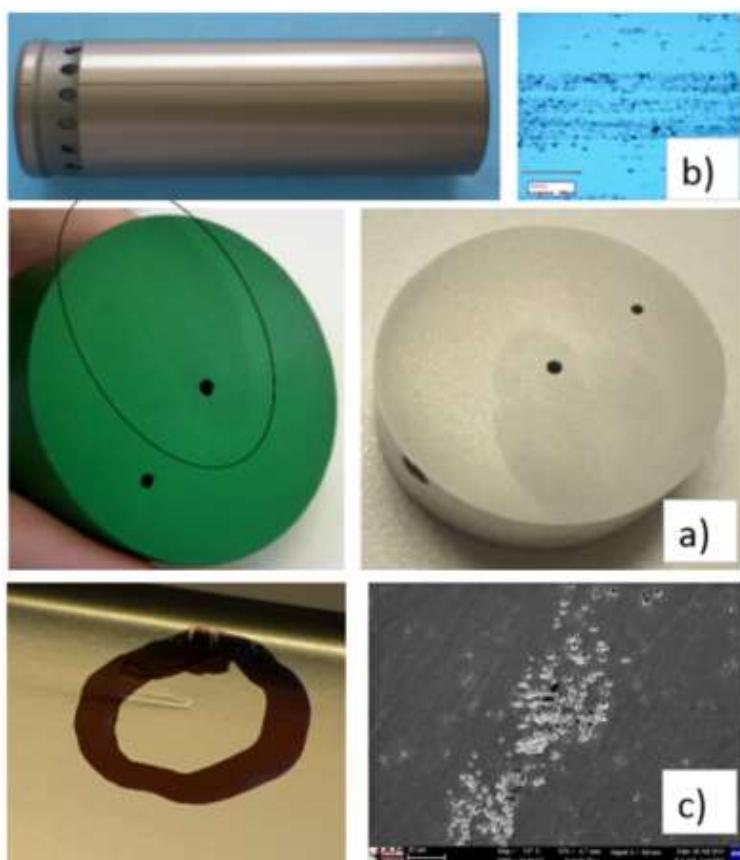
Tato vada je velmi významná pro všechny aplikace anodické úpravy povrchu, zvláště tam, kde se výlisky používají pro design (tzv. optická kvalita). Kromě použitých metod anodické oxidace, je zde zásadní vliv chemického složení použité slitinu a to nejen

v druhu slitiny, ale též i v oblasti nečistot, které někdy významně ovlivňují lesk a barvu eloxovaného povrchu. Tento efekt je ovlivňován i množstvím precipitátů ve slitině po tepelném zpracování. Tyto typické vady jsou zobrazeny na obr. 56



Obr. 56 Kvalita lesku po anodické oxidaci na povrchu výlisku (cloudy aspect) [72]

5.6.8. Vady odstínu po anodické oxidaci [71, 72]



Obr. 57 Povrchové vady eloxovaného povrchu [72] a – vliv rozdílné velikosti zrn na obrobci na změnu odstínu eloxovaného povrchu, b – tmavá linka na povrchu brzdového válečku způsobená strukturální nehomogenitou (Bi částice v kombinaci spolu s TiB_2 částicemi), která zapříčinila zmenšenou tloušťku vrstvy, c – kometa způsobená vyvzlináním chemikalií z děr po vypadlých částicích TiB_2

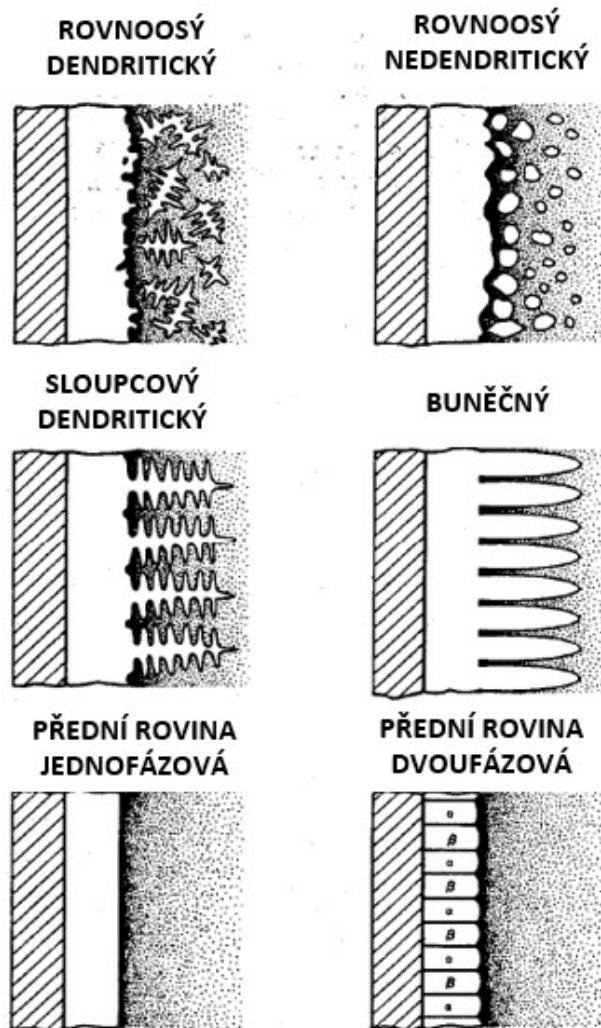
Velmi často se setkáváme s místními vadami na anodizovaném povrchu jako jsou světlé, či tmavé linky, komety, pásy s jiným odstímem a to nejen na povrchu lisovaného profilu, ale i na součástech, které se anodizují po nějakém obrábění. Všechny tyto vady mají většinou stejný jmenovatel a to je nějaká vada materiálu, která způsobí změnu elektrických parametrů při anodizaci a dojde k vzniku rozdílné tloušťky anodizovaném vrstvy, což se ve finále projeví změnou odstínu, či barvy eloxované vrstvy. Touto nehomogenitou může být i ostře ohraničená rozdílná velikost zrna, což znamená jinou velikost a hustotu fází po hranicích zrn, což má stejný efekt jako rozdílné chemické složení (heterogenita). Často v případě přítomnosti nečistot v materiálu, či velkých fází, můžou tyto vady (nehomogeneity) vypadnout během procesu před eloxováním a v těchto vzniklých dírách dochází k zachycování chemických roztoků, které se nepodaří zcela vypláchnout při meziprocesních oplaších a dochází k jejich vyvzlinání a tvorbě eloxovaném povrchu finálních výrobků viditelných vad na eloxovaném povrchu (komety). Na obr. 57 a, b, c můžeme vidět různé projevy těchto vad na eloxovaném povrchu výrobku.

6. TEORIE KRYSTALIZACE A CHARAKTERISTIKA SLÉVÁRENSKÉHO ZRNA

6.1. Typy krystalizace

Solidifikace je definována jako proces, při kterém dochází k růstu pevné látky na úkor kapaliny. Je zde kontaktní místo výstupu kapalných atomů, ve kterém může koexistovat pevná látka i kapalina. Pokud mohou společně existovat, je to rovnovážná podmínka Chalmers, 1964 [85]. Tato situace se však normálně nevyskytuje, a protože krystalizace je dynamický proces, změny teploty způsobují kolísání mezi tuhým / kapalným stavem na rozhraní vedoucí k nerovnovážným podmínkám. Při nerovnovážných podmínkách (tuhnutí), tak jak postupují v čase, atomy kapaliny na rozhraní pevná / kapalina se spojují v pevné rozhraní a tuhnutí pokračuje tím, že kapalina se spotřebovává. V případě čistých kovů, které rostou směrem od stěn formy do sloupcového zrna, mají v podstatě rovinné rozhraní. Zrna rostou v paralelním směru, ale proti tepelnému toku. Krystaly jsou v tomto případě dendritické a rostou paralelně s tepelným tokem, když jsou v roztaveném kovu přítomny legující prvky nebo nečistoty. Obvykle je morfologie sloupcovitých krystalů dendritická a vnitřní části jsou rovnoosé. Obr. 58 ukazuje různé morfologie. Růst čistých kovů je řízen tepelným tokem, zatímco růst slitin je řízen difuzí. Také ve sloupcovité struktuře zrna vždy rostou zrna dovnitř od stěny formy ve směru, který je proti proudu odvodu tepla, zatímco v rovnovážném stavu morfologie zrna rostou v super chlazené

tavenině, která působí jako jejich zdroj tepla (růst ven ze substrátu). Jinými slovy, v sloupcovitém růstu, je nejteplejší částí systému tavenina, zatímco v rovnováze jsou nejžhavější části krystalů. Toto znamená, že tavenina musí být ochlazena předtím, než začnou růst rovnovážná zrna Kurz a Fisher, 1984[39]



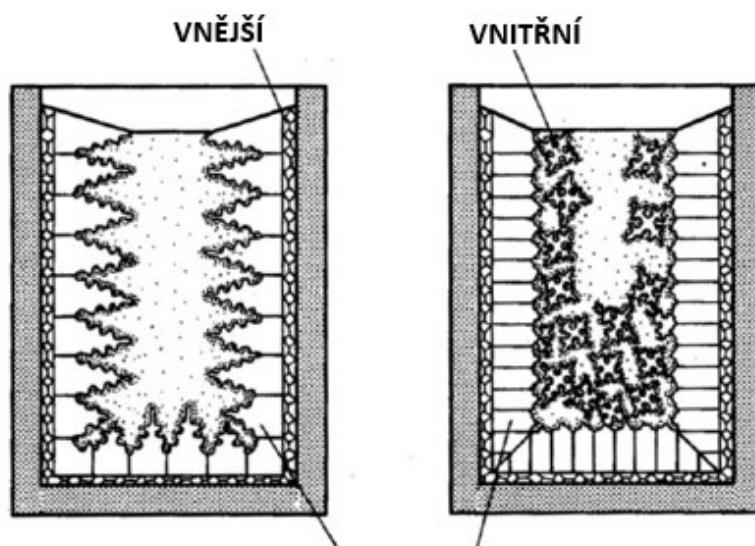
Obr. 58 Typy krystalizace, které můžeme získat při tuhnutí binárních systémů

6.2. Mikrostruktura při tuhnutí

Před diskusí o struktuře tuhnutí je nutné vědět, které parametry ovlivňují konečnou mikrostrukturu. Bez extrakce tepla nedochází k tuhnutí. Kapalina musí být ochlazena na teplotu tuhnutí a poté musí být extrahováno latentní teplo tuhnutí, které se objeví na rostoucím rozhraní mezi pevnou látkou a kapalinou. Tepelná extrakce v kapalné tavenině se provádí ve dvou krocích: nejprve snížením entalpie kapaliny v důsledku chlazení a poté druhým snížením entalpie, vlivem fázové transformace Kurz a Fisher, 1998 [86]. Obecně platí, že morfologie závisí na tepelném gradientu (G), rychlosti růstu

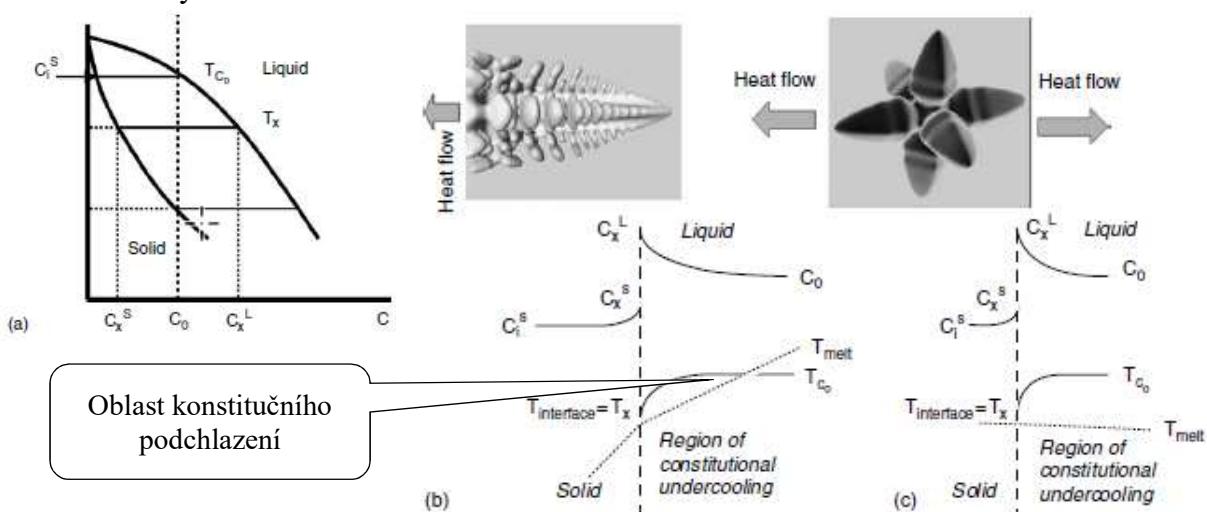
(V) a chemickém složení (C) [Flemings, 1974 (a) [87]. Účinek chemického složení bude podrobněji popsán později. Závislost morfologie na G a V je definována jako poměr G / V. Zvýšením tohoto poměru by se změnila jejich struktura z rovnoosé dendritické / ne dendritické na sloupcovou na dendritickou mikrostrukturu - viz obr. 59. U ingotu nebo odlitku se obecně vytvářejí tři zóny tuhnutí. Nejprve jsou tuhé nukleanty na stěně formy nebo blízko ní a tvoří vnější rovnovážnou zónu. Pak tyto krystaly rostou rovnoběžně a opačným směru toku tepla, který vede ke sloupcové zóně. Po určité době budou některé větve ze slouporážek dendritů oddělené a začnou růst nezávisle, aby vytvořily rovnoosou zónu. Obr. 59 zobrazuje 3 zóny v ingotu. U čistých kovů se obvykle dosahuje sloupcové

ROVNOOSÁ ZÓNA



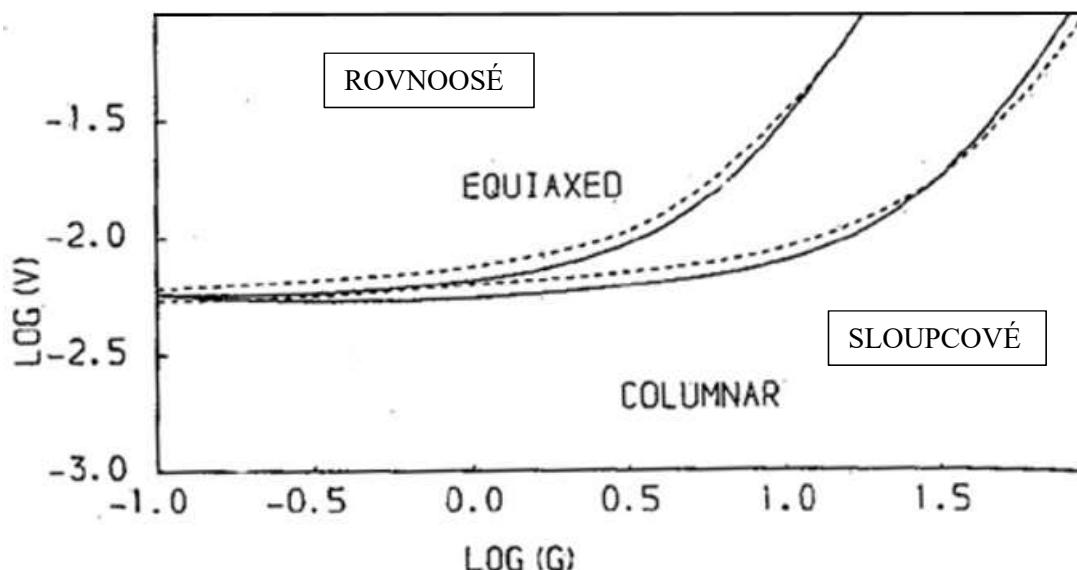
SLOUPCOVÁ ZÓNA

strukturny.



Obr. 59 Tvorba strukturálních zón v ingotu při konstitučním podchlazení: a) Sekce hypoeutektické oblasti binárního eutektického fázového diagramu, b) sloupcové zrno, c) rovnoose zrno [89]

Během sloupového růstu jsou rostoucí dendrity zarovnané jako jedna fronta, od stěny formy směrem ke středu odlitku. Je-li přítomno dostatečné množství legovacích příměsí, dochází často ke vzniku větší rovnováhy. Ve skutečnosti sloupcová krystalizace pochází z dendritických zrn, v nichž radiálně roste z mnoha míst uvnitř odlitku Flemings, 1974 (b) [92]. Nejvhodnější mikrostruktura pro ingoty je jedna struktura složená z rovnovážných zrn, což má za následek lepší vlastnosti, jako je zlepšení tažnosti, vyšší mez kluzu (YS), lepší mez pevnosti v tahu (UTS) a lepší odolnost proti lomu.



Obr. 60 Závislost teplotního gradientu a rychlosti růstu na charakter zrna pro slitinu AlCu3% pro nukleační rovinu 1000 cm^{-3} a ΔT nukleace 0.75K , plná křivka je experimentálně stanovená a přerušovaná čára je vypočítaná Hunt, 1984 [88]

Mnoho empirických studií Morando et al., 1970 [89]; Tarshis a kol., 1971 [91] se pokusilo vyřešit parametry, které určují rovnoosou strukturu. V praxi se právě nízké odlévací teploty často používají pro malé odlitky k podpoře rovnovážného růstu. V hliníkovém průmyslu se zjemňovače zrna používají pro malé odlitky k podpoře rovnovážných mikrostruktur. Obecně vzrůstá sloupcový růst při nízkých rychlostech a vysokých gradientech, ale při nízkých gradientech a vysokých rychlostech může být šířka rovnoběžné zóny velká. Obr. 60 graficky znázorňuje tuto závislost pro Al-3% Cu. Ve skutečnosti může docházet k rovnovážnému růstu jak v dendritických, tak v eutektických systémech. Při nízkých rychlostech růstu závisí rovnovážný růst na účinnosti zjemňovačů zrna, zatímco s vysokým gradientem je důležitější počet nukleačních míst Hunt, 1984 [88].

6.3. Transformace sloupcového na rovnoosé zrno (CET)

Při krystalizaci a tvorbě struktury růst sloupcovitých zrn často končí výskytem zóny složené z rovnoosých zrn. Toto je známé jako " Transformace sloupcového na rovnoosé zrno " (CET - Columnar to equiaxed transition). Ve skutečnosti je na vnější straně odlitku (chlazená zóna) vidět pás rovnoosých zrn. Kvůli výhodám, které nabízejí rovnoosá zrna, byl CET rozsáhle studován v tvářených a litých slitinách. V případě tvářených slitin s jemnozrnou strukturou se snižuje náchylnost k roztržení za tepla [95] a obecně se zlepšuje strukturální homogenita Nadella, Eskin [77]. U slévárenských slitin jemná zrna zlepšují dosazování a v důsledku toho se zlepšuje rozložení porezity vzniklé smršťováním a zvyšuje se únavová životnost Spittle, 2005 [93]. V komerční praxi se pro docílení o vytvoření plně rovnoosých struktur přidávají zjemňovače zrna. Mnoho studií vyvinulo modely pro CET, tak aby se vyloučilo přidání zjemňovačů a došlo k podpoře heterogenní nukleace a zjemnění zrna Zhu and Smith, 1992 [95]. CET modely lze klasifikovat jako stochastické nebo deterministické. Stochastické modely se zaměřují na sledování nukleace a růstu každého jednotlivého zrna Spittle and Brown, 1989 [96]; Zhu a Smith, 1992 [95]. V tomto typu modelu je CET založen na tom, zda se průměrný konečný tvar zrna v části odlitku jeví více sloupcovitý nebo rovnoosý. Hlavní omezení stochastických modelů souvisí s velkým množstvím počítacových prostředků potřebných k vyřešení velkého počtu zrn, které mohou být přítomny v odlitku. Deterministické modely CET se snaží vyřešit nukleaci a růst každého zrna v odlitku zvlášť, ale místo toho spoléhají na průměrná množství a rovnice, které jsou řešeny v makroskopickém měřítku. CET je předpovídán sledováním pohybu sloupcovitého čela a výpočtem růstu rovnovážných zrn v podchlazené kapalině před ním Hunt, 1984 [88].

6.3.1. CET (Columnar to equiaxed transition) modely

6.3.1.1. Deterministické modely

Deterministické modely se spoléhají na množství jader a jsou založeny na růstu jader v makroskopickém měřítku. Následuje stručná kategorizace deterministických modelů:

6.3.1.2. Analytické modely

V posledním půlstoletí bylo navrženo několik analytických modelů pro CET, které se snaží ilustrovat vztah mezi slitinou a procesními podmínkami provádění přechodu Hunt, 1984 [89]; Witzke a kol.[97], 1981]. Hunt [89] vyvinul model ustáleného směrového tuhnutí pro slouporový a rovnovážný růst dendritických a eutektických systémů. Analýza, kterou předložil, představuje kritérium pro ukončení slouporového růstu před plně

rovnoosým růstem, tj. CET byl považován za vyskytující se, když objemový podíl pevného produktu překročil hodnotu 0,66. Ve svém modelu předpokládal pro každou teplotu nezměněný počet a velikost rovnoběžných zrn vzatých na dostatečně velkou plochu zůstávají nezměněny v čase (ustálený stav). Hunt vypočítal, že úplný rovnoosý růst nastane, když je teplotní gradient nižší než kritická hodnota daná vztahem:

$$G < 0.617N_0^{1/3}\{1 - (\Delta T_N)^3 / (\Delta T_C)^3\} \Delta T_C \quad (53)$$

kde N_0 je počet jader na jednotku objemu, T_N je kritická teplota podchlazení pro nukleaci a T_C je podchlazení sloupové přední části, která je úměrná faktoru růstového omezení (který bude popsán později v této kapitola). Model byl aplikován na Al-3% Cu za předpokladu, že objemový podíl rovnoosého zrna se snižuje, přechází do smíšené sloupové a rovnoosé struktury a nakonec se zcela transformuje do sloupové struktury Witzke a kol. [97], považovali tepelná a chemická pole před špičkami dendritů za hlavní důvody pro CET. Odvozený výraz pro konstituční super-podchlazení, který oni předpokládají, je zodpovědný za ukončení sloupovitého růstu. Jejich model uvádí, že vývoj rovnoosých zrn je podporován nízkým přehřátím a silným podchlazením. Wang a Beckermann [98] navrhli jedinou doménu v modelu řízenou difuzí, která předpovídá CET při tuhnutí slitin; rovnice pro zachování energie a hmoty byla řešena pro teplotní pole v rozpuštěné látce. Dále navrhli difuzně řízený model, v němž se předpokládá, že se rovnovážná zrna okamžitě protáhnou při teplotě likvidu, což znamená, že nukleační podchlazení je nulové.

6.3.1.3. Simulační modely

Flood and Hunt [99] simulovali model pro růst sloupovitých a rovnoosých zrn. Jejich model bere v úvahu jak konvekci, tak vedení v objemu tekutého kovu. V modelu se uvolňuje latentní teplo rovnoosými zrny a vypočítá se tepelná interakce mezi tuhnoucími sloupovitými a rovnoosými zrny. Vložením výše uvedených proměnných se podchlazení a rychlosť sloupové fronty dynamicky vypočítají. Předpokládalo se, že rovnoosá zrna budou růst před sloupovou přední částí, jakmile se dosáhne kritického podchlazení, tj. nukleace závisí na teplotě. Tento model popisuje spíše rovnoosý růst než sloupový a také tvrdí, že vliv přehřátí není důležitý. V tomto modelu však nebylo předloženo žádné srovnání modelových a experimentálních výsledků Martorano et al., 2003[100]. Mahapatra a Weinberg [101] používali zcela jiný způsob předpovědi CET. Použili malý válcový ingot slitiny Sn-Pb, který po roztavení ztuhnul ve vodou chlazené formě. Měření teploty bylo provedeno napříč krystalizační frontou ve čtyřech bodech

taveniny v různých výškách. Poté byl použit diferenciální model pro simulaci tuhnutí odlitku a koeficient přenosu tepla na rozhraní chlazení. Opakováním experimentů se podařilo nalézt shodu mezi modelem a měřeními. Nakonec dospěli k závěru, že CET nastala při kritickém teplotním gradientu 0.108, 0.101, 0.126 K / mm pro slitiny obsahující 5, 10, 15 hmotnostních % Pb. Dále bylo zjištěno, že CET je nezávislá na přehřátí a bylo navrženo kritérium pro přechod založené na nestabilitě dendritických špiček pod kritickým teplotním gradientem. Podobného rozboru tepla s konečnými rozdíly bylo použito u Mahapatry a Weinberga [101], avšak Spittle a Tadayon [102] nemohli najít žádné důkazy o tom, že CET nastane v kritickém gradientu. Lipton a kol. [103] (model Lipton-Glicksman-Kurz (LGK)) se snažili spojit dendritickou růstovou rychlosť s podchlazením. Pro rovnovážná zrna byl model založen na průměrné koncentraci rozpuštěné látky v podchlazené kapalině obklopující dendity. Nicméně, oni nakonec zanedbali interakce rozpuštění mezi sloupcovými dendity a rovnoosými zrnami a místo toho použili Huntovo mechanické blokování kritérium Hunt, 1984 [88] k určení, kdy rovnoosá zrna brání přední sloupcové straně. Martorano et al. [100] použil jiný model pro předpověď CET, který byl založen na modelu Wanga a Beckermannova [98]. Jejich model byl založen na interakci rozpuštěných látok mezi rovnoosými zrnami a postupující sloupcovou frontou. Model byl odzkoušen a potvrzen předpovídáním sloupcového až rovnovážného přechodu ve třech slitinách Al-Si (Al-3% hm Si, Al-7% hm Si a Al-11% hm Si), což bylo dříve studováno Gardinem [104]. Jsou přesvědčeni, že jejich údaje jsou v souladu s návrhem podle Gandina, který uvádí, že původ rovnoosých zrn je způsoben rozpadem nebo fragmentací sloupcových dendritů. Nicméně, jak můžeme vidět, některé modely jako LGK, Martorano et al., používají Huntovo kritérium pro CET.

6.3.1.4. Stochastické modely

Modelování v této škále použilo řešení rovnic rozptylu rozpuštěné látky a bylo také provedeno makroskopické sledování pohybu rozhraní pevných a kapalných zrn. Tyto předpoklady jsou však stále založeny na nukleaci zrn. Tyto modely byly omezeny hustotou počtu zrn, která je možno simulovat. Rappaz a Gandin 1993 [106] vyvinuli metodu buněčné automatizace pro simulaci tuhnutí slitin dendritickou strukturou udržovanou při rovnoměrné teplotě. Autoři metody také považují nukleaci za časově nezávislou proceduru. Model je omezen předpokládem jednotné teploty Spittle, 2006 [107]. Nastec, 1999 [108] vyvinul komplexní model pro simulaci vývoje dendritických krystalů během ztuhnutí binárních slitin a tento model je charakterizován geometrií

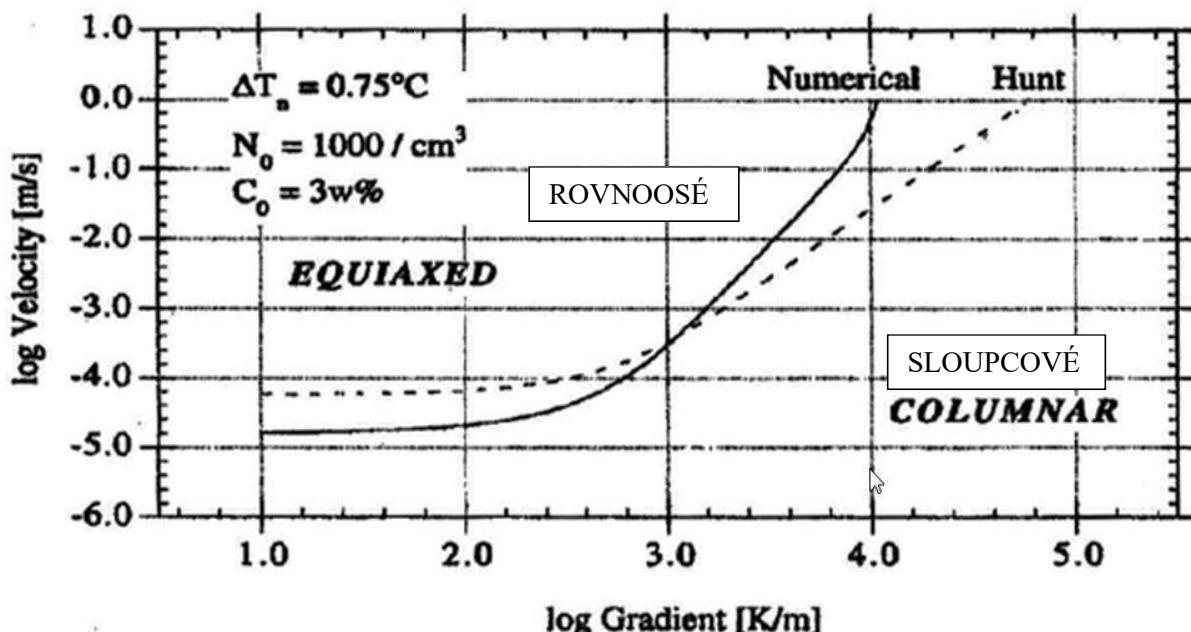
buňky jako čtverce a stav buňky definované jako 3 možné stavy: tekutina, rozhraní nebo pevná látka. Ve svém modelu se skutečně domníval, že přechodná pravidla pro změnu stavu buňky z kapaliny na rozhraní a nakonec na pevnou látku, jsou iniciována buď nukleací, nebo růstem dendritů

6.3.2. Parametry ovlivňující CET

Experimentální hodnocení CET má kvalitativní povahu, a ačkoliv se určitý počet pokusů o kvantitativní určení podmínek již provedl, přesný soubor podmínek ještě stále není dobře pochopen. Jak je ukázáno v analytickém modelu Hunta 1984 [88], lze považovat pět důležitých parametrů pro ovlivnění CET a to:

- teplotní gradient,
- rychlosť tuhnutí,
- chemické složení,
- podchlazení jádra,
- hustota nukleace.

Všechny parametry jsou zobrazeny na obr. 61. Některí výzkumníci Morando et al., 1970 [79] ukázali, že se zvyšujícím se přehřátím se může zvýšit růst sloupců. Ve skutečnosti zvýšením přehřátí se sníží stupeň a hloubka podchlazení a prodlužuje se doba potřebná pro šíření přehřátí. Proto se zpočátku vytvoří a přežije méně jader a většina z nich se znovu roztaví. Zvětšením rychlosti tuhnutí by se však velikost zrna snížila. Jinými slovy, jádra nemají dostatek času na to, aby se jejich růst rozšířil na sloupcové.

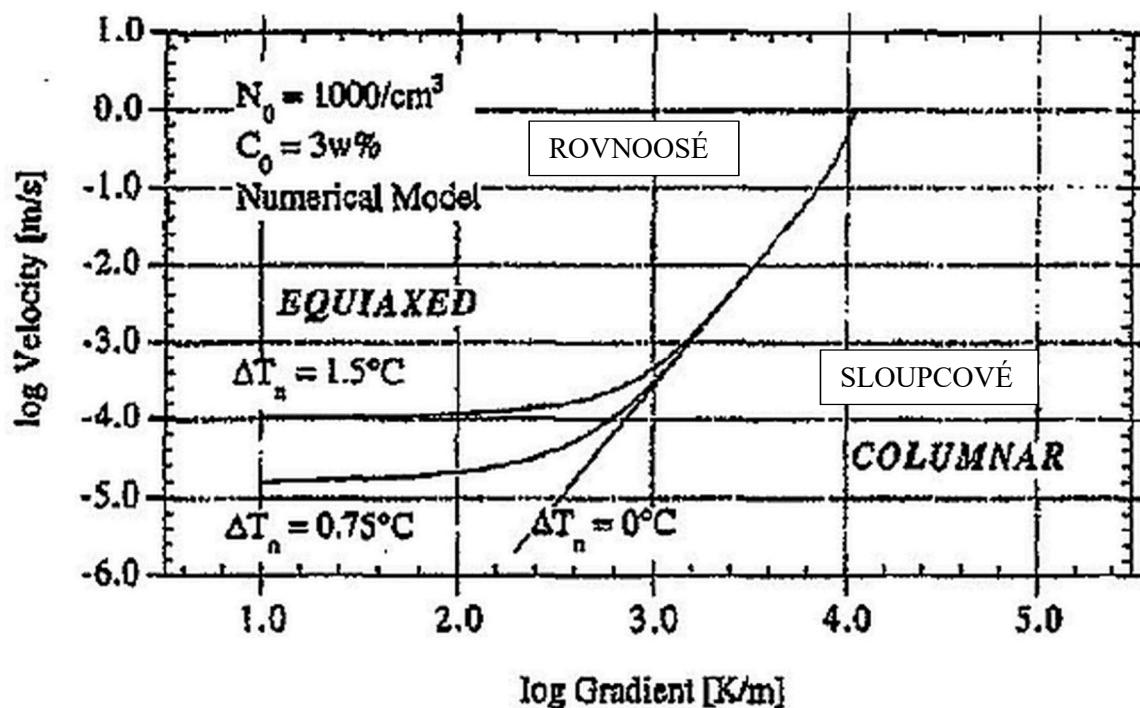


Obr. 61 Parametry, které ovlivňují CET, Huntův model pro slitinu AlCu3% Hunt, 1984 [88]

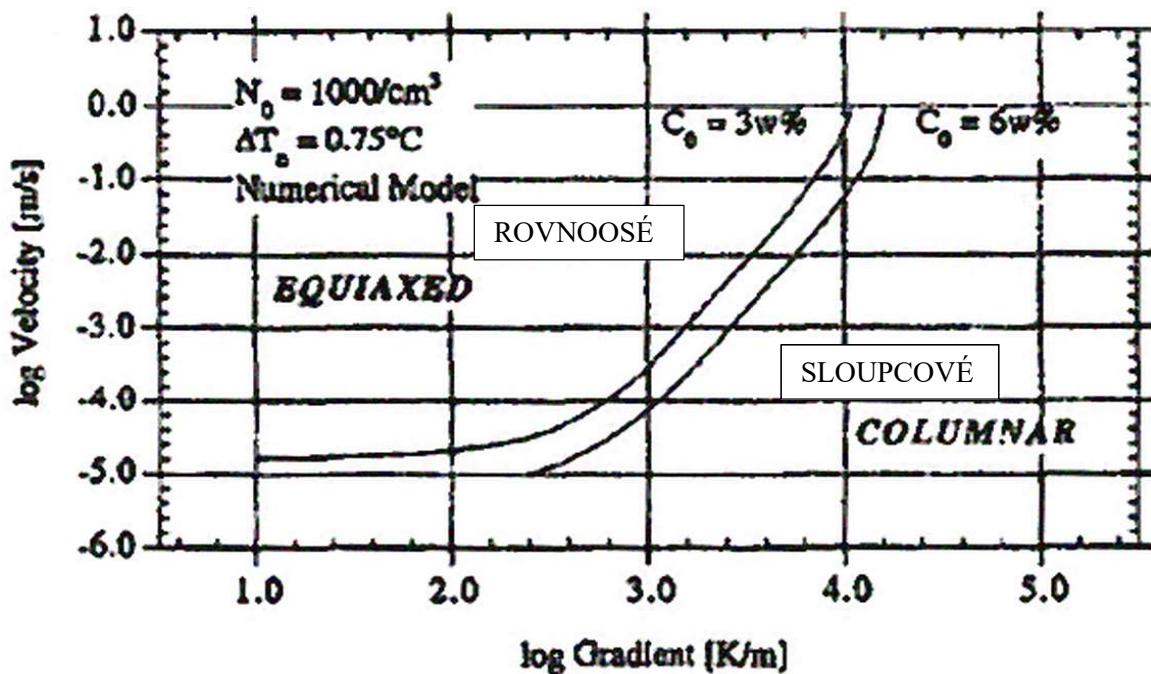
Také rozpuštěná látka v roztaveném kovu poskytuje konstituční podchlazení nezbytné pro přežití a růst rovnoosých zrn a případně pro tvorbu nukleace. Ve skutečnosti odmítáním rozpuštěné látky by se mezifázová teplota místně snížila a příležitost pro tvorbu nukleace by se zvýšila poskytnutým podchlazením. Parametr konstitučního podchlazení (P) se rovná rozsahu rovnovážného zmražení. Hodnota P (32) je dána:

$$P = -mC_o \frac{(1 - K)}{K} \quad (54)$$

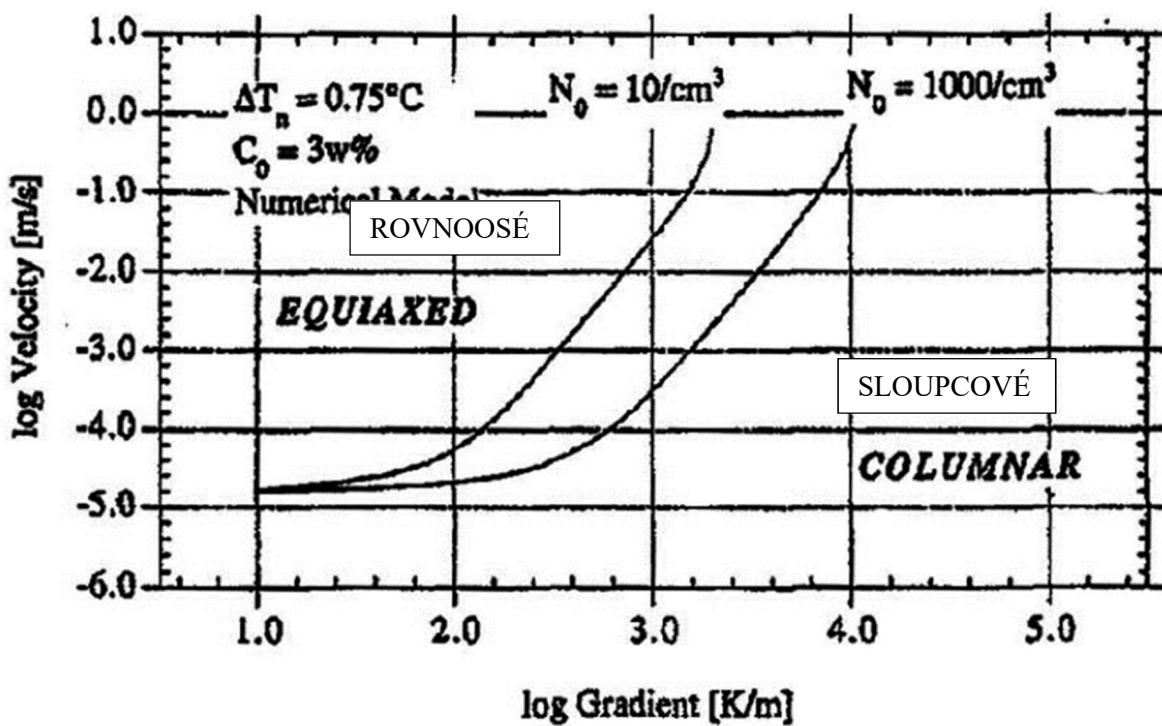
kde m je sklon likvidu, C_o je primární koncentrace slitinových prvků a $k = C_s / C_l$ ukazuje koncentraci pevných látek a kapaliny při požadované teplotě. Obecně platí, že pro danou slitinu při konstantním přehřátí se zvýšenou hodnotou C_o , se zvyšuje sloupcovitá zóna a zvyšuje se podíl rovnoosých zrna, což podporuje CET Spittle a Sadli, 1995 (a) [109]. Při nízkých hodnotách P je struktura sloupcová a mění se ve sloupcově rovnoosou až do plně rovnoosé, jak se zvyšuje hodnota P . Hypotéza konstitučního podchlazení navržená Winegardenem a Chalmerem 1954 [111] předpokládá, že akumulace rozpuštěných látek na špičkách buněčných/dendritických sloupcovitých zrn snižuje teplotu špičky vedoucí ke konstitučnímu podchlazení před špičkami. Pokud je překročeno kritické podchlazení, předpokládá se heterogenní nukleace na neznámých nukleantech v tavenině. Doherty a kol. 1977 [112] nenalezli přímou korelací mezi CET a rozmezím podchlazení, ale přiměřenou korelací s P .



Obr. 62 Ukázka vlivu chemického složení na CET Gaumann et al. 1997 [113]



Obr. 63 Vlivu podchlazení na CET Gaumann et al. 1997 [113]



Obr. 64 Vlivu počtu nukleí na CET Gaumann et al. 1997 [113]

V posledních letech se stále častěji projevuje vliv parametrů fázového diagramu na velikost zrna a nový parametr - faktor růstu Q (33), byl zaveden tam, kde:

$$Q = KP \quad (33)$$

- Ačkoli nepřijmutí a vytlačení rozpuštěných látek by pomohlo zjemnění zrna, některé systémy slitin, jako je Al- ($x > 3\%$ hm Si), by vedly k hrubnutí zrna [102]. Obr. 62 znázorňuje vliv obsahu rozpuštěné látky na konstituční podchlazení a tvorbu rovnoosých zrn. Při nízkých rychlostech je podchlazení dendritického hrotu slabé, a proto jádra pod chlazením hráje selektivní roli. Čím nižší je podchlazování jádra, tím je snazší vytváření rovnoosého zrna Gaumann et al., 1997 [113]. V případě fragmentace ramen dendritu není nutné žádné podchlazení pro vytvoření nových zrn, takže žádné změny ve sklonu CET. Obr. 63 ukazuje vliv podchlazení na CET a jak je vidět na obrázku 63 při konstantní hustotě a koncentraci jader, CET se mění s nukleačním podchlazením. Při vysokých rychlostech není účinek podchlazování nukleace dominantní, protože by vlastně zlepšoval tvorbu nukleace. Avšak při nízké rychlosti, pokud je podchlazení nukleace vysoké; to znamená, že nukleace rovnoosých zrn by byla odložena a rovnoosá oblast začne později. Vliv počtu nukleačních míst je znázorněn na obrázku 64. V oblasti s vyšší rychlostí je důležitým parametrem počet jaderných míst. Opravdu, jakmile nastane nukleace, objemová frakce rovnoosých zrn je spojena hlavně s počtem nukleačních míst. Je zřejmé, že pokud se počet nukleačních míst sníží, sloupcová mikrostruktura se stabilizuje. Počet nukleačních míst a podchlazování nukleace jsou parametry, které jsou specifické pro rovnovážná zrna a kontrolují tvorbu jader. Na druhé straně kompozice je parametrem, který řídí růst fronty dendritického tuhnutí.

6.3.3. Navrhované parametry pro eliminaci sloupcového růstu zrna

Různé parametry byly zmíněny výše a snaží se vysvětlit faktory, které ovlivňují lokální interakci růstu sloupcového zrna a rovnoosé tvorby zrn, které dávají vznik CET. Bez ohledu na parametry je důležitým faktorem, že k transformaci dojde pouze tehdy, jsou-li rovnoosá zrna dostatečné velikosti anebo počtu, aby zastavila růst sloupcového zrna. Avšak pro dobré porozumění těchto mechanismů pro tento přechod krystalizace se potřeba znát i další studie. Winegard a Chalmers 1954 [111] naznačují, že CET nastává nárazem sloupcového dendritického rozhraní na dendritickou kostru plovoucích rovnovážných krystalů. Biloni a Chalmers 1968[114] navrhli, že plovoucí rovnovážné krystaly pravděpodobně rostou zpočátku vpřed dendritickým způsobem a že každý krystal je obklopen difuzním polem vyššího obsahu rozpuštěné látky. Navrhli, že slouporávý růst je ukončen, když difúzní pole plovoucích krystalů před sloupcovými zrny dosáhlo sloupcového dendritického rozhraní.

Fredriksson a Olsson 1986 [115] se domnívají, že CET nastane, když jsou volné

rovnovážné krystaly dostatečně velké nebo početné, aby fyzicky blokovaly růst sloupců tím, že se přidaly k frontě tuhnutí. Navrhují také, že CET nastane, když teplota suspenze dosáhne minima před recalescencí (uvolnění latentního tepla). Burden a Hunt věří, že na základě teploty dendritového hrotu v určitém čase se růst rovnostranných krystalů před sloupcovou frontou rychle zvětšuje a rychlosť růstu sloupkové fronty klesá - Burden and Hunt, 1975 [116]. Konečně by se dosáhlo stavu, kdy se sloupcová fronta téměř zastaví a rovnovážná zrna rychle vedou k CET. Witzke a kol. 1981 [97] také naznačují, že CET nastane pouze tehdy, když kapalina dosáhne dostatečného stupně konstitučního podchlazení a pokud je dostatečný objem podchlazené zóny. Domnívají se, že tyto dvě podmínky je třeba splnit, aby se vytvořily rovnocenné krystaly a zabránilo se růstu sloupců. Hunt 1984 [88] použil pravděpodobnostní přístup k výskytu CET. Diskutuje o tom, že rovnoosý růst nastane, když objemový podíl rovnoosých zrn je větší než 0,49 (kulovitá rovnoosá zrna). Mahapatra a Weinberg 1987 [117] navrhli, že sloupcové špičky dendritů se mohou stát nestabilní, když teplotní gradient před špičkami klesne pod kritickou hodnotu. To by mohlo vést k akumulaci rozpuštěné látky na špičkách dendritů a omezit růst sloupcovitých zrn, takže super chlazená kapalina před sloupcovitými zrny by povzbudila rovnovážná zrna kvůli příznivým podmínkám pro heterogenní nukleaci. Navrhovaná kritéria pro ukončení sloupcovitého růstu jsou diskutována po mnoho let a nejvíce se doposavad používají Huntovi teorie [88].

6.4. Původ rovnoosého zrna

Mechanismy nukleace a růstu podílející se na tvorbě chlazených, sloupcovitých, rovnoosých krystalů jsou obecně akceptovány. Nicméně, některé teorie byly vyvinuty jen pro původ rovnostěnných krystalů. Žádná z pěti hlavních teorií podrobně popsána níže nebyla přijata jako jediný mechanismus pro tvorbu rovnoosých zrn vzhledem k silným důkazům proti každému z nich.

6.4.1. Volné chlazené krystaly

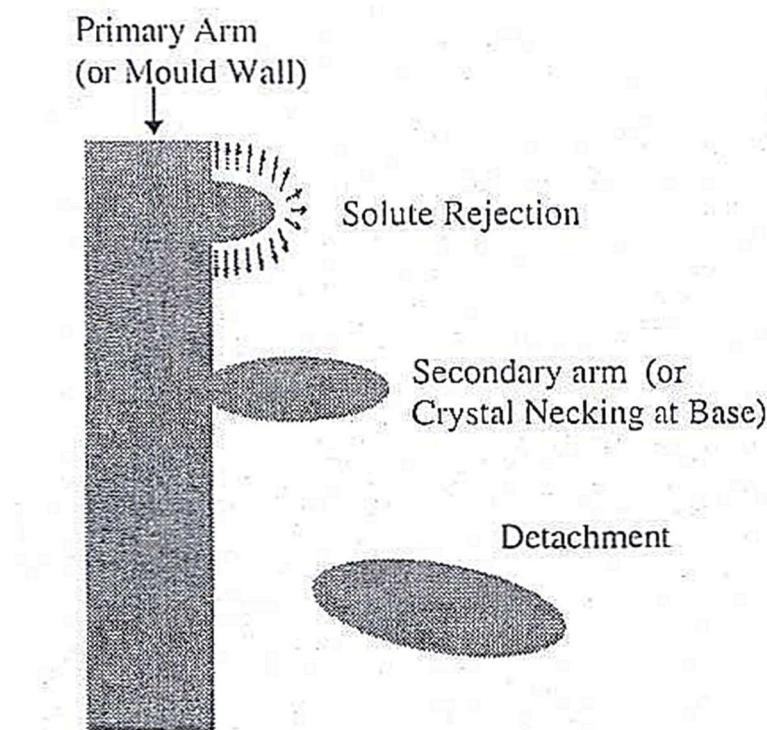
Teorie, která byla vyvinuta Chalmersem 1963 [118] navrhoje, aby při nalití byla rovnovážná zóna tvořena volnými chlazenými krystaly, které se nukleují v tepelně nedostatečně ochlazené oblasti přiléhající ke stěně studené formy a jsou vtahovány do vnitřku odlitku průtokem taveniny. Krystaly jsou nukleovány přímo na stěně formy a pak rostou směrem do taveniny a tlačí před sebou rozpuštěné látky. Tudíž tvoří malou oblast konstitučně podchlazené kapaliny a tato podchlazená oblast chrání některé dravěji vykrystalizované krystaly. Ta jádra, které přežila přehřátí, jsou přenesena do středu

odlitku turbulencí a konvekcí. Chalmers navrhl, že zvýšená konvekce a turbulence zlepší počet jader přítomných v čerstvě podchlazené tavenině. Jednou z představených teorií chladných krystalů je, že zavedením konceptu přežití krystalů se jedná o variaci s tekoucí teplotou v makrostruktúre. Vysoká teplota odlévání zmenšuje velikost tepelně podchlazené oblasti a prodlužuje dobu, po kterou forma absorbuje přehřátí. Proto se vytvoří méně krystalů a přežívá jejich menší procento. Také tato teorie představuje účinek zvýšené turbulence, která obecně vede ke snížení velikosti zrna a ke zvýšení rovnovážné oblasti. Morando a kol. 1970 [89] také tuto teorii uznávají a podporují. Námítky k této teorii se soustředí na jeho závislost na velkém tepelném podchlazení pro tvorbu rovnovážných krystalů. Pokud je rychlé chlazení na stěně formy jediným generátorem rovnoosých jader, očekáváme pak systematické zvyšování počtu rovnoosých zrn se stoupajícím podchlazením nebo chlazením na stěně formy. Ohno 1987 [119] provedl experiment za účelem testování účinků rychlého chlazení na tvorbu rovnoosých zrn se zvyšujícím se chlazením. Slitina Al-0,1% Cu hmotn. Ta byla nalita do dvou forem z nerezové oceli, jedna byla chlazena vzduchem a druhá ledovou vodou. Forma chlazená vzduchem vykazovala jemnou rovnovážnou strukturu v celém ingotu, zatímco forma, která byla chlazena ledovou vodou, vykazovala středovou rovnovážnou zónu obklopenou vnější sloupcovou oblastí. Proto dospěl k závěru, že v této slitině nepůsobí rychlé ochlazování tvarování rovnoosé zóny.

6.4.2. Odlamování dendritických ramen

Tato teorie byla navržena Jacksonem a kol. 1966 [120] a stala se jednou z nejvíce široce přijímaných teorií pro tvorbu rovnoosých zrn. Tato teorie navrhuje, aby sekundární dendritická ramena rostla s krčkovitým tvarem kvůli tomu, že se rozpuštěné látky nacházejí blízko jejich základny. Difúze rozpuštěné látky do suspenze je omezena základnou pevných primárních ramen, přičemž kapalina v této oblasti již byla rozpuštěna z růstu na základně sekundárních ramen. Kvůli lokální změně teploty zamrznutí by došlo k oddělení (zlomenině) a při proudění taveniny by byly do suspenze přenášeny úlomky. Na základě této teorie bylo navrženo, že hlavní zdroj zlomenin ramen dendritů se v odlitku znova roztaví interakcí mezi dvěma difúzními toky: teplem a chemickým složením. Počáteční stavy růstu sekundárních ramen se vyskytují ve vrstvě s vysokou koncentrací rozpuštěné látky, která obklopuje primární rameno. Růst v této fázi je při relativně nízké místní teplotě. Jakmile růst prošel touto oblastí s vysokým rozpuštěním, hrot sekundárního ramene může růst v čistší kapalině při vyšší teplotě. Ve skutečnosti může růst špičky ramene uvolnit dostatek tepla pro roztavení kmene nebo

hrdla.



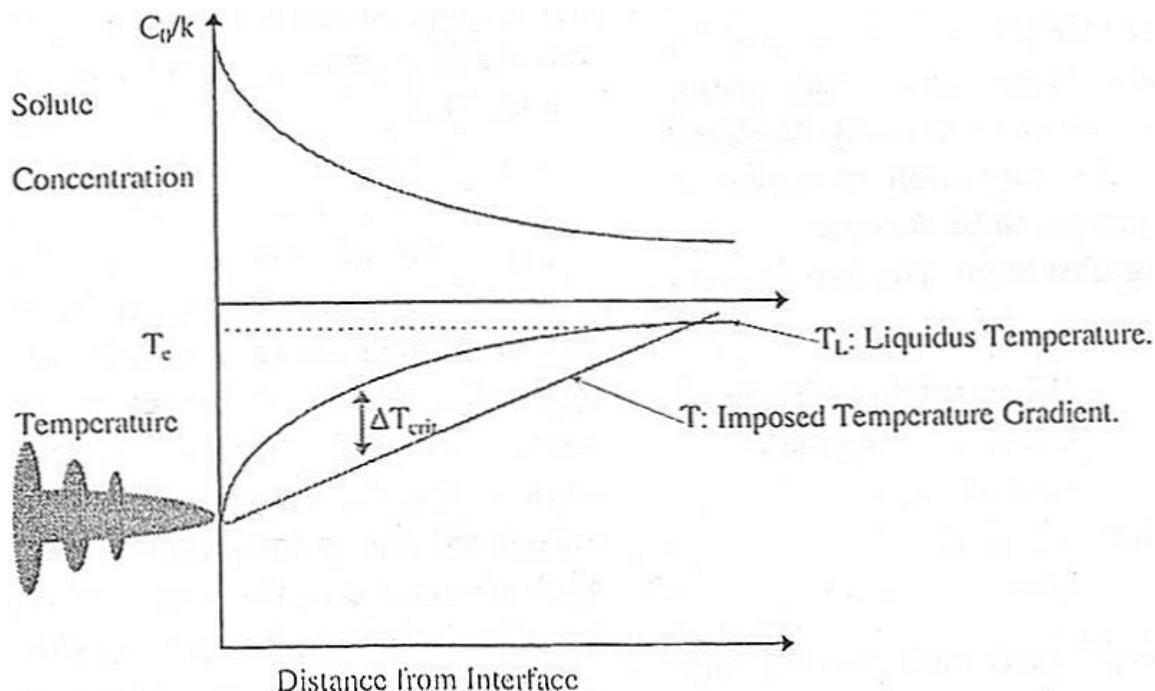
Obr. 65 Fragmentace dendritických ramen Hutt a StJohn 1998 [123]

Teplo vytvořené růstem primárního ramene v poměrně čisté kapalině by také mohlo pomoci k opětovnému přetavení. Postup růstu a oddělování sekundárních ramen je uveden níže – viz obr. 65. Energie povrchového natavení byla dalším mechanismem navrhovaným Jacksonem a spol. 1966 [120] zahrnující oddělení sekundárních a terciárních ramen a natavení krčku, kde je největší zakřivení pevné látky (tj. u paty). Murakami a Okamoto 1984 [121] také došli k závěru, že oddělení dendritického ramene je hlavním mechanismem pro vytvoření rovnovážné zóny. Navrhli, že mechanické odlomení dendritických ramen v důsledku nárazu volných fragmentů se považuje za významný příspěvek k vytvoření rovnoosých krystalů. Hellawell 1996 [122] také dospěl k závěru, že je velmi nepravděpodobné, že bude vykristalizovaný dendrit zlomen i přesto, že je velmi nepravděpodobná plastická deformace tohoto dendritu. Jednou z námitek k této teorii je, jak se fragmentovanému dendritickému rameni podaří uniknout z okolní dendritické sítě. Pokud nastane odlomení jen malého objemu dendritu, je pochybné, že se může dopravit bezpečnou cestou do středu ingotu a že se ramena neroztaví. Pokud dojde k odlomení většího objemu dendritu, lze očekávat, že se odlamují další ramena na jeho cestě, a že tedy bude ve struktuře viditelná řada regionů bez sekundárních ramen Hutt a StJohn, 1998 [123].

6.4.3. Konstituční podchlazení

Teorie navržená Winegardem a Chalmerem 1954 [111] je založena na myšlence, že rovnovážné krystaly se v tavenině protáhnou před rostoucím rozhraním pevná / kapalná fáze. Vytlačená obohacená tavenina na rozhraní tvoří difuzní vrstvu rozpuštěné látky, což vede k poklesu teploty taveniny před rozhraním. Proto tavenina před rostoucím rozhraním může být konstitučně podchlazena a vzniká možnost kritického stupně podchlazení (ΔT_{krit}) pro heterogenní nukleaci. Heterogenní nukleace může nastat na jakémkoliv vhodném substrátu, kde stupeň podchlazení je dostačující, jak je znázorněno na obrázku 67. Na tuto teorii však byly vneseny následující námítky:

(a) Konstituční podchlazení nezohledňuje korelací mezi délkou sloupcových zrn a počtem rovnoosých zrn. Winegard a Chalmers 1954 [111] naznačují, že nemůže být započata krystalizace nových zrn předtím, než je tavenina dostatečně podchlazena a že k tomu nedojde dříve, než sloupcovitá zóna naroste alespoň do poloviny vzdálenosti směrem ke středu ingotu. Avšak Tiller a kol. 1953 [124] naznačují, že úroveň zvýšení vytlačené obohacené taveniny dosahuje ustáleného stavu ve velmi raných stádiích růstového procesu, a proto se růst zbytků sloupcových zrn musí zastavit dříve, než by byl započat.



Obr. 67 Mechanismus konstitučního podchlazení Hutt a StJohn 1998[123].

(b) Teplotní profil přes ingot v procesu tuhnutí se zpomalí velmi brzy, a proto teplota ve středu taveniny rychle klesá směrem k rozhraní pevná látka / kapalina a příznivý teplotní gradient pro sloupový růst není k dispozici. Výsledkem je, že růst rovnoosých zrn se musí zastavit dříve, než se skutečně vyskytne Chalmers, 1963 [118].

6.4.4. Chlazením od povrchu

Southin 1967 [125] navrhl pozorování povrchu ztuhlé struktury laboratorních ingotů Al, Al-0,1% Cu a Al-2% Cu, tak jak se z povrchu ingotu ztratí teplo, zóna hrubých dendritických zrn tvoří povrchovou (horní) vrstvu. V některých fázích se dendrity nebo fragmenty dendritů a rovnoosá jádra vytvářejí, když dendrity z tohoto fragmentu vrstvy propadnou do kapaliny před rostoucí sloupcovou zónou. Ve skutečnosti navrhl, že ingot obsahuje čtyři zóny, spíše než běžné tři zóny (Chlazenou povrchovou, sloupcovou, rovnoosou). Čtvrtá zóna je považována za hrubou dendritickou vrstvu na povrchu ingotu vystavené atmosféře. Mechanismus roztríštěnosti není jasný, ale Southin 1967 [125] naznačuje, že hmotnost rostoucích krystalů musí stačit k překonání povrchového napětí, které ji drží na povrchové dendritické vrstvě. Rostoucí krystaly klesají tak dlouho, až se dostanou do kontaktu se sloupcovou strukturou a rostou za stejných podmínek jako sloupcová zóna směrem k zdroji tepla - směrem od stěny formy. Tento proces pokračuje a opakuje se, dokud centrální oblast ingotu není plná rovnoosé mikrostruktury. Tím se bere v úvahu nárůst velikosti zrna se zvětšujícím se přehřátím, přičemž vyšší teplota snižuje počet dendritů spadajících z horní plochy. Nicméně, jedna námitka k této teorii je to, že když krystaly pocházejí z horní vrstvy povrchu, očekávali bychom, že objem rovnoosé struktury závisí na tvaru ingotu a velikosti. V tomto případě by měl mělký, nebo menší ingot s velkým odkrytým povrchem, vytvořit větší rovnovážnou zónu, než velký ingot Hutt a D. St John, 1998 [123].

6.4.5. Separační teorie

Tento mechanismus byl představen Ohnem et al. 1971 [119], kteří naznačují, že po nalití taveniny do formy, krystaly hned okamžitě začínají růst na stěně formy a rostou před tvořenou chladnou vrstvou a vyrůstají ze stěny formy ve tvaru hrdla a oddělují se tepelnými výkyvy. Tato jádra jsou pak přenášena do středu ingotu kvůli lokálním změnám teploty a konvekcí z rovnovážných zrn. Také navrhli přenášení částic směrem ke středu ingotu, a také že by mohlo dojít k odlamování dendritických ramen a vzniku řetězce jader, který by pomohl vytvořit rovnoosou mikrostrukturu. Předpokládá se však, že jádra se budou úspěšně tvořit a většinou přežijí bez natavení Hutt a St John, 1998

[123]. Na druhou stranu by bylo možné vysvětlit některé specifické podmínky rozbíjení dendritických ramen a vytvoření řetězce jader, kde ještě nebyla vytvořena chladná vrstva. Všechny výše uvedené mechanismy jsou shrnutы v obrázku 68.

Obr. 68 Mechanismy nukleace a formování rovnoosé struktury Hutt and St John, 1998 [123]

| | |
|--|---------------------------|
| každý nukleační mechanismus je možný za příznivých licich podmínek | |
| - Zvýšení lici teploty nebo teploty kokily: | |
| Mechanismus růstu od stěny | → Konstituční podchlazení |
| - Vibrování kokily, zpětná konvekce a turbulence taveniny: | |
| Mechanismus růstu od stěny, Chlazení od povrchu, fragmentace dendritických ramen | → Konstituční podchlazení |
| - Zvětšování nukleačního výkonu (přidávání zjemňovačů): | |
| Separace, chlazení od povrchu ,fragmentace dendritických ramen | → Konstituční podchlazení |
| - Zvýšení tepelné kapacity/ snížení tepelné vodivosti slitin (i další analogie) | |
| Chlazení od povrchu , fragmentace dendritických ramen | → Konstituční podchlazení |
| - Zvýšení obsahu roztoku: Zvyšuje se pravděpodobnost všech mechanismů | |

6.5. Nukleace a její mechanismus

Mnoho výzkumů Hutt a StJohn, 1998 [123] a Spittle a Sadli, 1995 (a) [109] byly zaměřeny na růst a formování různých struktur, ale jen málo výzkumných studií se zaměřilo především na nukleaci. Pokud by bylo možné řídit nukleaci, dosažení požadované mikrostruktury by nebylo obtížné. Například ve většině experimentů byl proveden výzkum k získání rovnoosých mikrostruktur, ale jestliže by jádra mohla být rovnoměrně rozprostřena v celém ingotu a byly by poskytnuty vhodné parametry tuhnutí, dosažení rovnovážné mikrostruktury by nebylo obtížné. Konvenční dělení nukleace je ve dvou hlavních skupinách: homogenní a heterogenní nukleace. V homogenní nukleaci by byla jádra / jádro produkovaný pomocí parametrů tuhnutí a žádný jiný zdroj nukleace, jako je stěna formy nebo externí zárodky, které by podporovaly nukleaci, zde nejsou. Případ homogenní nukleace se používá pro specifické účely; Jeden jednoduchý příklad je rozklad uhličitanu, ve kterém se BaCO₃ transformuje na BaO, kde nukleace a transformace jsou homogenní, protože se jedná pouze o teplo Ropp, 2004 [126]. V heterogenní nukleaci by však vnější částice pomohly nukleaci.

6.5.1. Homogenní nukleace

Heterogenní nukleace se obecně považuje za geometrický pojem, v němž je proces

ovlivněn především geometrií substrátu. V klasickém modelu, aby se na substrátu vytvořilo kulové zakončené jádro, musí být poskytnuta minimální povrchová energie a vhodné smáčivé schopnosti. Homogenní nukleace vyžaduje velkou hnací sílu kvůli poměrně velkému přínosu povrchové energie k celkové volné energii velmi malých částic. Výsledky Hollomana a Turnbulla 1953 [127] ukázaly, že u kovů je požadované podchlazení (hnací síla) pro homogenní nukleaci (teoreticky) asi 0,18-0,3 absolutní teploty tání (teoreticky). V normálním případě jsou dostupné heterogenní jádra a velkého podchlazení pro homogenní nukleaci se nikdy nedosáhne. Pokud by takovéto podchlazení mohlo být získáno ve slitinách, mohly by se velké objemy taveniny adiabaticky ztuhnout v mimořádně krátkém čase a získat velmi jemnou mikrostrukturu. Teorie homogenního nukleace naznačuje, že tvorba kapalných jader by neměla být znatelná, dokud se přehřátí stane téměř tak velkým jako požadované podchlazení (např. 195 °C pro Al) Flemings 1974 (b) [92]. Ve skutečnosti, jelikož většina krystalů je zcela smáčená kapalnou fází stejného složení při jejich teplotě tání; proto není čistý nárůst povrchové energie, když kapalina vzniká na pevném povrchu v homogenní nukleaci a je závislá především na podchlazení Holloman & Turnbull, 1953 [127]. Nicméně homogenní nukleace podchlazení se nedá získat v kovových slitinách komerčního složení. V reálném případě by podchlazení o několik stupňů aktivovalo nukleaci na nečistotách, nukleačních činidlech nebo stěnách forem, ve kterých se změní povrchová energie a tím se vyhne velmi velké termodynamické bariére vůči homogenní nukleaci. V homogenní nukleaci se pro jednoduchost předpokládá, že Gibbs je volná energie dvou fází, které jsou nezávislé na tlaku a tudíž: změna volné energie odpovídající sférické pevné látce o poloměru r je tudíž tvořena objemovým termínem $\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V$, což je negativní pod teplotou T_{Equil} a povrchová energie, která je vždy pozitivní a tedy:

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_V + 4\pi r^2 \sigma \quad (55)$$

Kde: r je poloměr jádra nuklea

σ je mezifázová energie.

Při r^* (kritický poloměr), v němž před tím, než jsou klastry a za jádry dostupné a stabilní, by měla být Gibbs volná energie nulová. Je třeba zmínit, že volná Gibbsova energie je termodynamická rovnice a považuje se za rovnovážný stav. Proto by diferenciace ΔG (bariéra pro nukleaci) pomocí r by měla být nula, protože r^* je axtrém. Potom:

$$\frac{\partial G}{\partial r} = 0 \quad (56)$$

$$4\pi r^2 \Delta G_V + 8\pi r \sigma = 0 \quad r^* = \frac{2\sigma}{\Delta G_V} \quad (57)$$

$$\Delta G_V = \frac{L\Delta T}{T_E} \text{ pak:} \quad r^* = \frac{2\sigma T_E}{L\Delta T} \text{ Chalmers [139]} \quad (58)$$

Jinými slovy, jakmile bude tento kritický poloměr splněn, celková volná energie Gibbs se sníží a dojde ke vzniku nukleace a růst by byl možný. Tento poloměr by se nedosáhl, pokud by se podchlazení nezvýšilo. Homogenní ztuhnutí probíhá u čistých kovů, ve kterých je složení embrya shodné s taveninou. Výše uvedené rovnice jsou základem nukleace; ve většině případů by však nedocházelo k homogenní nukleaci.

6.5.2. Heterogenní nukleace

Turnbull 1952 [128] navrhl, že tvorba jádra kritické velikosti může být katalyzována vhodným povrchem v kontaktu s kapalinou. Tento proces se nazývá heterogenní nukleace. Avšak všechny heterogenní nukleační modely a hypotézy diskutují o zahájení růstu zrna spíše než o nukleaci. Jinými slovy, modely řešily problém nukleace na substrátu a diskutovaly o nástupu zrna. Heterogenní nukleace na substrátu je obvykle považována za klasický model s pevným embryem ve formě kulového víčka, který vytváří kontaktní úhel a, na obr. 69. Ve skutečnosti pro stabilitu rozhraní kapalina / pevná látka by měla být splněna následující rovnice:

$$\gamma_{LN} = \gamma_{SN} + \gamma_{SL} \cos \theta \quad (59)$$

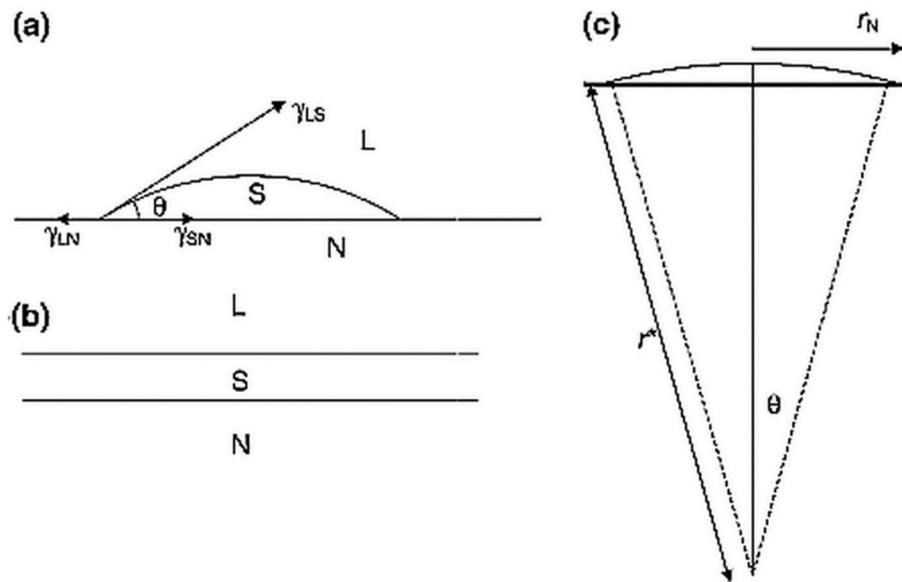
Kde: γ_{LN} je mezifázová energie kapalina / nukleant,

γ_{SN} je tuhá látka / nukleant interfacialní energie a

γ_{SL} je tekutá / pevná mezifázová energie.

V tomto vztahu je nutno podotknout, že platí jen pokud, je splněna podmínka:

$$\gamma_{LS} \geq |\gamma_{LN} - \gamma_{SN}|$$



Obr. 69 a) Klasické heterogenní embryo sférického víčka pevné, s kontaktním úhlem θ určeným rovnováhou mezi fázových energií; b) „smáčení“ nukleacní oblasti pevnou látkou, která nastává, když $\gamma_{LN} + \gamma_{SN} < \gamma_{LN}$ (c) příklad kritického heterogenního jádra ilustrujícího, že pro silný nukleant (malý θ) může kritický poloměr nukleace r^* překročit poloměr r_N nukleacní oblasti. Turbull 1952 [128]

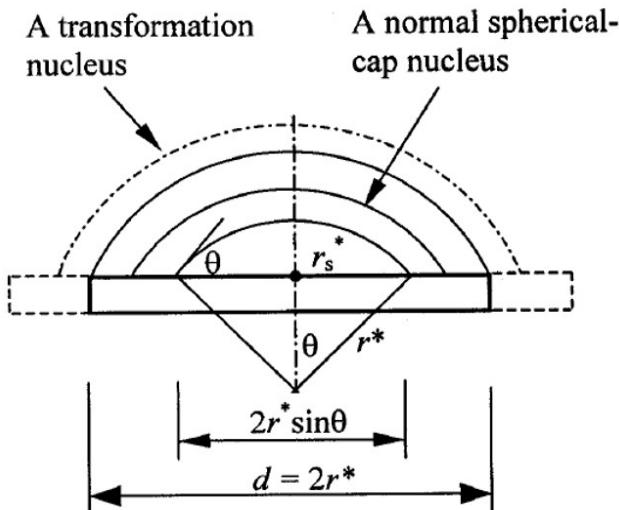
6.5.2.1. Model sférické kupule

Většina fenoménů tuhnutí zahrnuje heterogenní nukleaci a vzhledem k její významnosti byla většina modelů založena na nukleaci substrátu s různými účinnostmi měřenými kontaktním úhlem a geometriemi Turnbull, 1953 [127]. V modelu klasického plochého substrátu musí minimální rozměr substrátu (d) splňovat podmíinku ($2r^*\sin\theta$), kde r^* je kritický poloměr pro nukleaci. V zásadě plochý substrát v rozmezí $(2r^*\sin\theta)^2 < d < 2r^*$, může fungovat jako jádro, ale nebude schopno růst jako zrno Turnbull, 1953 [127]. Turnbull věří, že jakýkoliv substrát větší než $2r^*$ jako přilepek na jakémkoliv jádru větším než $2r^*\sin\theta$ bude schopen se stát transformačním jádrem. Poté musí tyto jádra růst na povrchu s rozměrem přesahujícím $2r^*$ a pak tedy může nastat růst směrem dovnitř podchlazené kapaliny tak, aby se vytvořilo zrno. Avšak když se krystalizační jádra $d < 2r^*$ tvoří na přilepech, nejsou schopny se stát transformačními jádry kvůli poloměru zakřivení. Ve skutečnosti, když nastane další růst (kolmý na povrch), poloměr zakřivení klesá a vzhledem k $\Delta P = 2\sigma/r$, kde by se ΔP zvětšilo (ΔP je rozdíl v řídícím tlaku systému, σ je mezifázová / povrchová energie a r je poloměr zakřivení) a energie by byla maximální, což není pro systém příznivé. Jinými slovy, kritický poloměr musí být splněn a nemohl by se snížit při okamžité teplotě, pokud nedojde ke zvýšení podchlazení. Je-li průměr částic takový, že $d < 2r^*$, růst je možný pouze tehdy, je-li

poskytnuto větší množství chlazení, které vede k nižší hodnotě r^* . Minimální poloměr polokulovitého tvaru je $d = 2r^*$ Greer et al., 2000 [129]. Kritickým stavem je:

$$d = 2r^* \quad a \quad d = \frac{4\gamma_{SL} T_m}{L_v \Delta T} \quad [Qian, 2007] \quad (60)$$

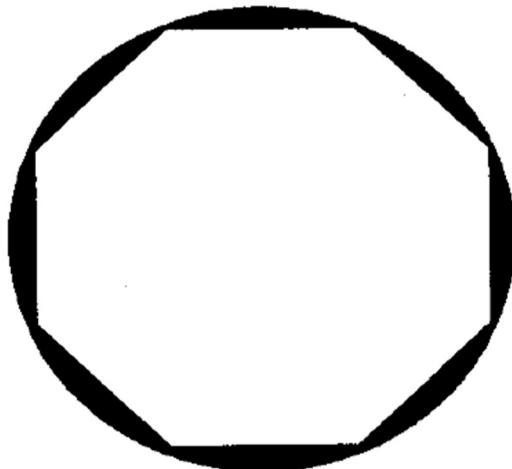
kde γ_{SL} je mezifázová energie, T_m je bod tání, L_v je latentní teplo fúze na jednotku objemu krystalu a ΔT je podchlazení. Výše uvedená rovnice definuje minimální podchlazení (ΔT_{min}) pro tvorbu transformačního jádra na plochém substrátu Qian, 2007 [130]. Obrázek 71 zobrazuje model kulového uzávěru. Předpokládá se však, že v případě plného využití bude mít model sférického vrchlíku potíže; v případě silné nukleace, když θ je malá. Jestliže bude $\theta < 10^\circ$ jádro bude menší než jedna atomová monovrstvová hustota Cantor, 2003 [131] a tedy geometrie sférického vrchlíku nebude použitelná. Ve skutečnosti, pro menší θ a ΔT model není schopen popsat pozorovanou kinetiku rozumnými parametry- Kim a Cantor, 1992, 1994 (a), 1994 (b) [132,133,134].



Obr. 70 Turbul model pro sférický nukleační vrchlík, který se stává transformačním nukleantem Qian 2007 [130]

6.5.2.2. Maxwell and Hellawell model

Ve snaze vyvinout model sférického vrchlíku (kupule) Maxwell a Hellawell (M-H model) 1975 [135] předpokládali, že jádro sférického vrchlíku se vytvoří na plošné částici (substrátu). Substrát bude okamžitě obalen v matrici kvůli efektivnímu zvlhčení implikovanému v malém podchlazení, což dále znamená malý θ . To vede k sférické obálce, jejíž poloměr se předpokládá přibližně stejný jako rozměry částice. Jedinečnou vlastností modelu M-H je skutečnost, že ačkoliv se předpokládá klasická nukleace, skutečné účinné jádro je sférická obálka s nulovou tloušťkou, která je opatřena účinným smáčením Qian, 2007 [130]. Zmáčení je užitečnější pro kondenzační systémy a jako mechanismus byl přijat při kondenzaci páry na smáčitelných nerozpustných částicích



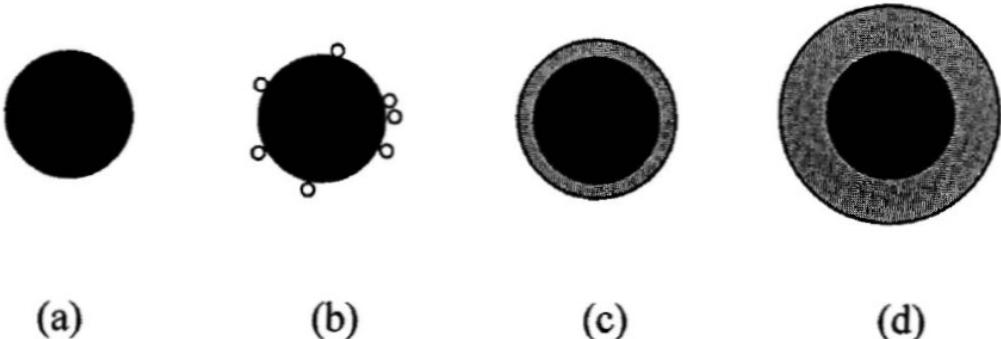
Obr. 71 Maxwell a Hellawell model (efektivní smáčení) [Qian 2007 [130]

Maxwellova a Hellawellova teorie je založena na silném / smáčitelném substrátu za předpokladu, že rychlosť nukleace na časticích závisí na podchlazení, a velikosti častice. Obrázek 71 zobrazuje tento model. Ačkoli model sférického vrchliku byl vyvinut touto teorií, nepočítá s nízkým úhlem kontaktu θ , či dobrou smáčivostí a sférické nulové tloušťce obálky. Nicméně kapaliny se nerozšířily na monovrstvé rozměry kvůli vlivu povrchového napětí a kapilárních účinků a skutečná drsnost substrátu by ovlivnila rozptýlenou topografiu kapaliny na ní - Adamson and Gast, 1997 [137]; Hwang et al., 2001, Kim[138] a Cantor, 1992 [132]. Bohužel nebyly provedeny kvantitativní experimentální testy provedené společníky Maxwell a Hellawell a považovaly se pouze za samočinné binární systémy (Al-Ti, Al-Zr a Al-Cr) a předpokládaly, že velikost častic měla slabý vliv na velikost zrna - Greer et al., 2000 [129].

6.5.2.3. Adsorpční model

Chalmers 1964 [139] již naznačil, že monovrstva atomů na povrchu substrátu nemůže být považována za skupinu atomů spojenou fluktuací kapaliny; je rozumnější považovat to za adsorbovanou vrstvu, ve které atomy mohou být uspořádány mnoha způsoby. Skupina atomů v adsorbované vrstvě hraje inteligentní roli v kapalině; některé mají strukturu krystalu, a pokud jsou dostatečně velké, mohou poskytnout výchozí bod pro růst jádra. Důkaz Al nukleace monovrstvou katalytického $TiAl_3$ na substrátu TiB_2 byl prokázán Schumacherem a kol. 1998 [140]. Coudurier a kol. 1978 [141] naznačují, že heterogenní nukleace může být zpracována jako adsorpce pevné vrstvy na substrátu. V tomto modelu

existuje kritické podchlazení, a že nad kritickou hodnotou je adsorpce atomů termodynamicky příznivá, a která konečně vede k vytvoření pevné vrstvy na substrátu. Pokud jde o mezifázové povrchové energie, musí být splněna následující rovnice.



Obr. 72 Adsorpční model: (a) zárodkový sférický substrát s velikostí $dp > 2r$ v tekutém kovu; (b) zachycené atomy jsou adsorbovány na povrchu substrátu, aby obsadily atomová místa a snížily místní teplotu; (c) ostrý nástup adsorpce rozhraní nastává při kritickém podchlazení s vytvořením tenké vrstvy atomů obklopujících substrát; (d) tenká vrstva krystalů roste do kapaliny Qian, 2007 [130].

$$\gamma_{LS} + \gamma_{SN} > \gamma_{LN} \quad (61)$$

V tomto případě je zapotřebí podchlazení pro nukleaci pevné látky. Substrát není vlhčený pevným materiélem a tvorba tenké pevné vrstvy by byla méně energeticky příznivá než tvorba embrya sférického víčka - Quested and Greer, 2005 [142]. Obrázek 72 zobrazuje schematicky model adsorpce. Jak je ukázáno, model navrhl nukleace a tvorbu zrn na silném substrátu v super chlazeném tekutém kovu. V tomto procesu jsou primární předpoklady: izotropie mezifázových vlastností, téměř úplné smáčení (malé θ) a sférický substrát, který má na svém povrchu identické body. Jakmile se dosáhne kritické teploty, která předpokládá heterogenní nukleaci, růst bude probíhat současně, protože $r_p > r^*$ [Qian, 2006]. Ve skutečnosti pro vytvoření tenké vrstvy na kulovém substrátu:

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi[(r_p + \Delta r)^3 - r_p^3]\Delta G_V + 4\pi(r_p - \Delta r)^2\gamma_{SL} + 4\pi r_p^2 \gamma_{SN} - 4\pi r_p^2 \gamma_{NL} \quad (62)$$

Kde γ_{SL} , γ_{SN} a γ_{NL} jsou mezifázové energie na hranicích mezi tuhnoucí pevnou látkou (S), kapalinou (L) a nukleantem (N). Vzhledem k tomu, že $r_p \leq r^*$ * kromě malé bariéry povrchové energie neexistuje žádná bariéra pro tvorbu vrstvy na substrátu a je nutná pouze malá hnací síla, která je podchlazení. Pro nalezení minimální r_p

$$\frac{\partial(\Delta G)}{\partial(\Delta r)} = 4\pi(r_p - \Delta r)^2\Delta G_V - 8\pi(r_p - \Delta r)\gamma_{SL} \quad (63)$$

Podmínka pro růst je $\frac{\partial(\Delta G)}{\partial(\Delta r)} < 0$ a proto

$$(r_p + \Delta r)\Delta G_V + 2\gamma_{SL} < 0 \quad (64)$$

Substitucí $\Delta G_V = -L_V \Delta T / T_m$ proto do výše uvedené:

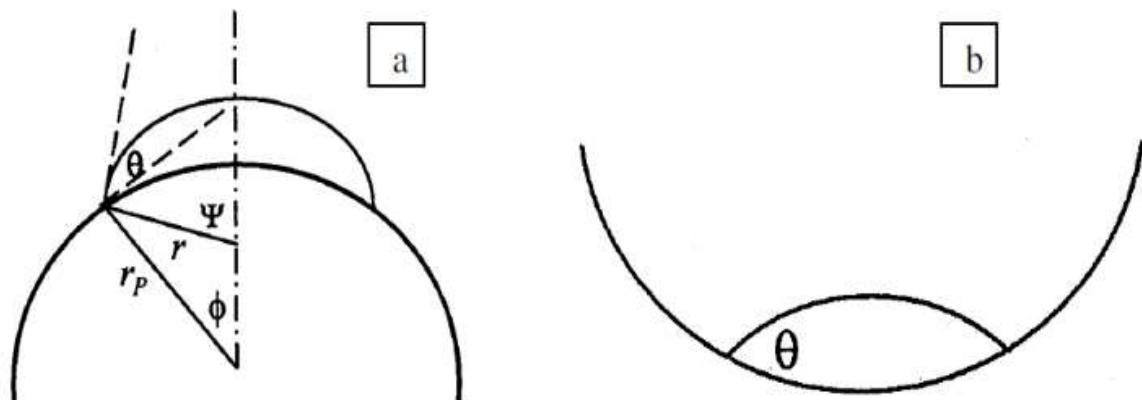
$$\Delta T > \frac{2\lambda_{SL} T_m}{L_V(r_p + \Delta r)} \text{ a protože } d_p = 2r_p \text{ a tedy:} \quad (65)$$

$$\Delta T_{ckrit} = \frac{4\gamma_{SL} T_m}{L_V d_p} \quad (66)$$

To znamená, že pro vytvoření vrstvy Δr je třeba uvést přibližné podchlazení ΔT_{crit} , aby byla podmínka splněna. Jak je zřejmé z výše uvedené rovnice (66), ΔT_{crit} klesá s nárůstem d_p . Nicméně, pro nukleaci na dané velikosti částic, kritické podchlazení je stále požadováno, i když $\theta = 0$. Tato rovnice je stejná jako Turnbullova rovnice pro vytvoření kulového uzávěru na substrátu. Avšak, pro $\theta > 20^\circ$ Turnbullův model není příliš zdařilý a některé jiné modely, jako je smáčivost nebo adsorpce mohou pracovat lépe.

6.5.2.4. Fletcherův model

Fletcher 1958 [143] považoval heterogenní nukleaci na konvexním substrátu za použití klasického přístupu a diskutoval pouze vliv velikosti substrátu. Tento model naznačuje, že velký sférický substrát je výhodnější než nukleační místo ve srovnání s menším - Qian, 2007 [130]. Tento model zohledňuje energii a povrchový reliéf povrchu.



Obr. 73 Fletcherův model nukleace na (a) Konkávním; b) Konvexním substrátu Qian, 2007 [130]

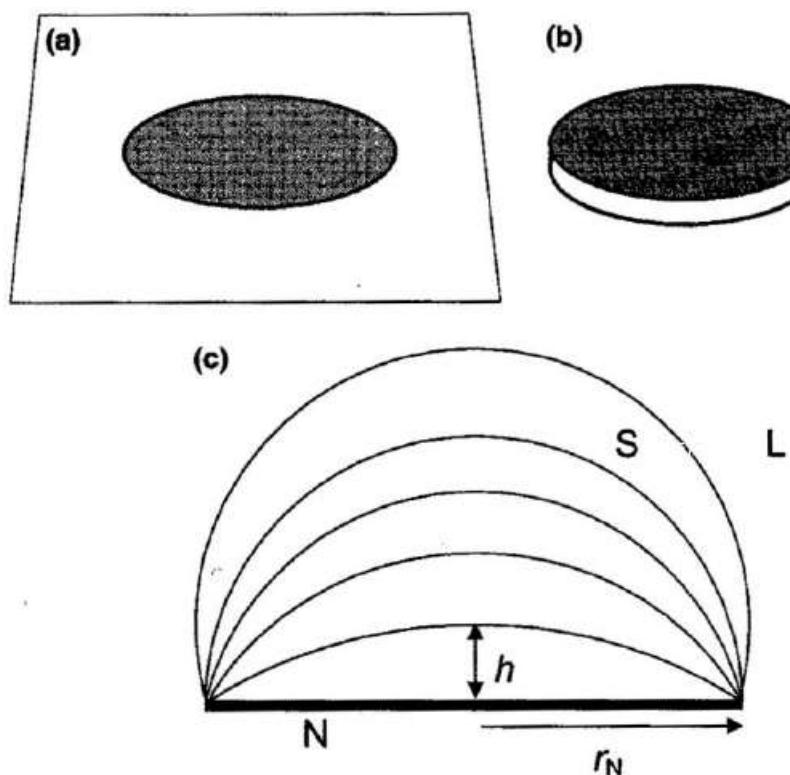
Nicméně "energetická" heterogenita povrchu může hrát důležitější roli než "topografická" při zvažování konečné pozice jader na substrátu - Smorodin and Hopke, 2006 [144]. Obrázek 73 zobrazuje model. Fletcher definoval tvarový faktor $f(m, x)$, který odráží povrchovou energii i topologické problémy v nukleaci Fletcher's, 1958 [143]. V tomto modelu se volná energie Gibbs změní na následující rovnici Smordin, 1990 [145]:

$$\Delta G_{het}^* = \Delta G_{hom}^* f(m, x) \quad (67)$$

S touto rovnicí je volná energie Gibbs modifikována díky konkávní nebo konvexní formě povrchu. Pro dané θ a r^* , nejčastěji dochází k nukleaci na konkávních substrátech - Chalmers, 1964 [85].

6.5.2.5. Model volného růstu

Při vysvětlování tohoto modelu použijme obrázek 74. Turnbull 1953 [146] předpokládá, že je k dispozici jen jeden plochý nukleant (povrchová náplast).



Obr. 74 (a) povrchový přilepek, (b) aktivní plocha nukleacní částice, (c) zvětšené zakřivení rozhraní pevná/kapalina fáze.

Zakřivení je maximální, když je rozhraní hemisférické a nástup volného růstu je od tohoto bodu Quested and Greer, 2005 [142]. Tvorba pevné látky nastává navlhčením nebo adsorpčí a pokračuje zvýšeným zakřivením rozhraní kapalina / pevná látka. Když je zakřivení maximální, rozhraní pevné kapaliny je hemisférické a je nad tímto bodem volný růst. Nástup volného růstu je čas, kdy je možné další růst pouze zvýšením podchlazení, aby se snížil r^* Quested and Greer, 2005 [142]. Při daném podchlazení může být na substrátu vytvořena pevná látka, ale šíření pevné látky je omezeno oblastmi nukleantů a jejich růst je reprezentován výškou (h). Jak se zvětšuje, zvyšuje se poloměr zakřivení r_{LS} rozhraní pevná látka / kapalina. Takový růst se zastaví, když r_{LS} je roven r^* :

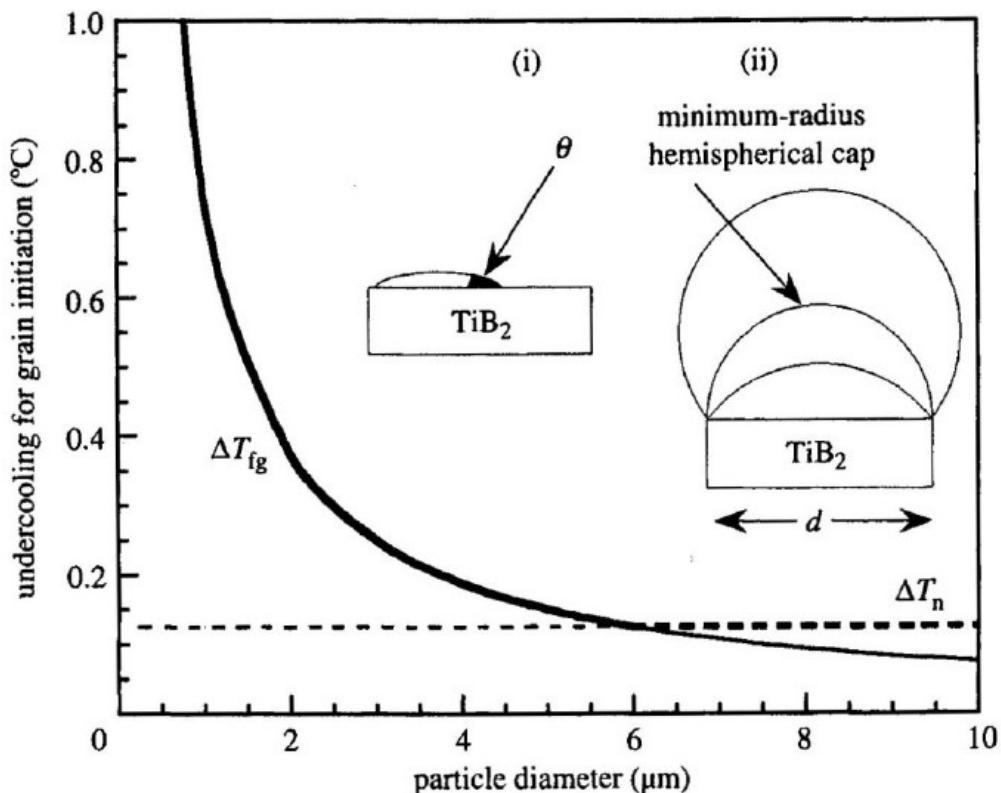
$$r^* = \frac{2\sigma}{\Delta G_V} \quad a \quad \Delta G = \Delta S_V \Delta T \quad (68)$$

Kde: σ je mezifázová energie,
 ΔG_V je objem volné energie a
 ΔS_V je entropie fúze na jednotku objemu.

Takže krit. podchlazení ΔT_{fg} pro start volného růstu je dosaženo - Quested and Greer, 2005 [142]:

$$\Delta T_{fg} = \frac{2\gamma_{LS}}{\Delta S_V d} \quad (69)$$

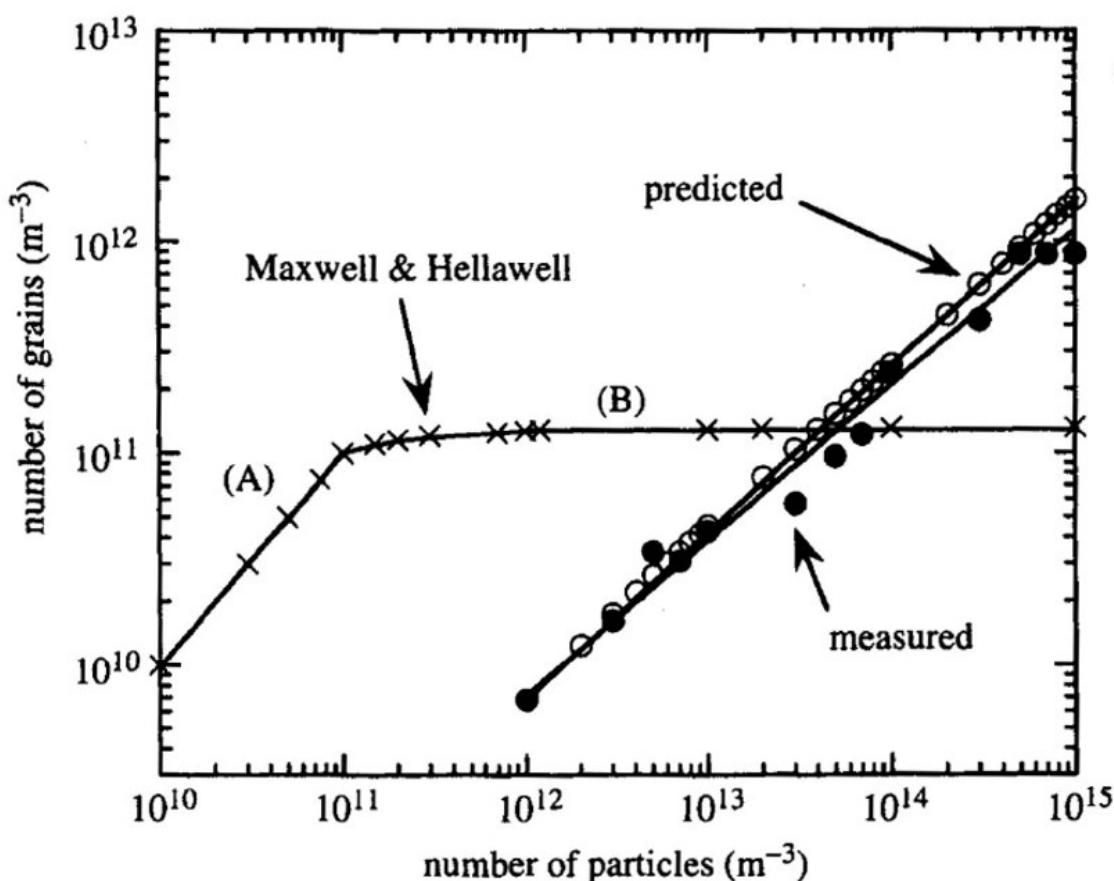
Podmínky modelu volného růstu nejsou významně ovlivněny tím, zda jsou na krystalu zvlhčeny některé, nebo všechny plochy částic



Obr. 75 Schéma volného růstu podchlazením, pod obrázkem (i) ukazuje sférický vrchlik heterogenní nukleace, pod obrázkem (ii) ukazuje růstové víčko na nukleantu, jak je ukázáno ΔT_n se předpokládá nízká Greer, 2003 [147].

Předpokládá se, že každá částice nukleantu může být středem růstu pro nejvýše jedno zrno. Také růst je řízen nezávisle na nukleaci; není časově závislý a není stochastický. To znamená, že v tomto modelu se předpokládá, že kinetické chování tuhnutí je konstantní po celou dobu tuhnutí (není časově závislé) a volné atomy mají nějaká vhodná místa k usazení a nukleace v tomto modelu není jako homogenní nukleace (stochastická).

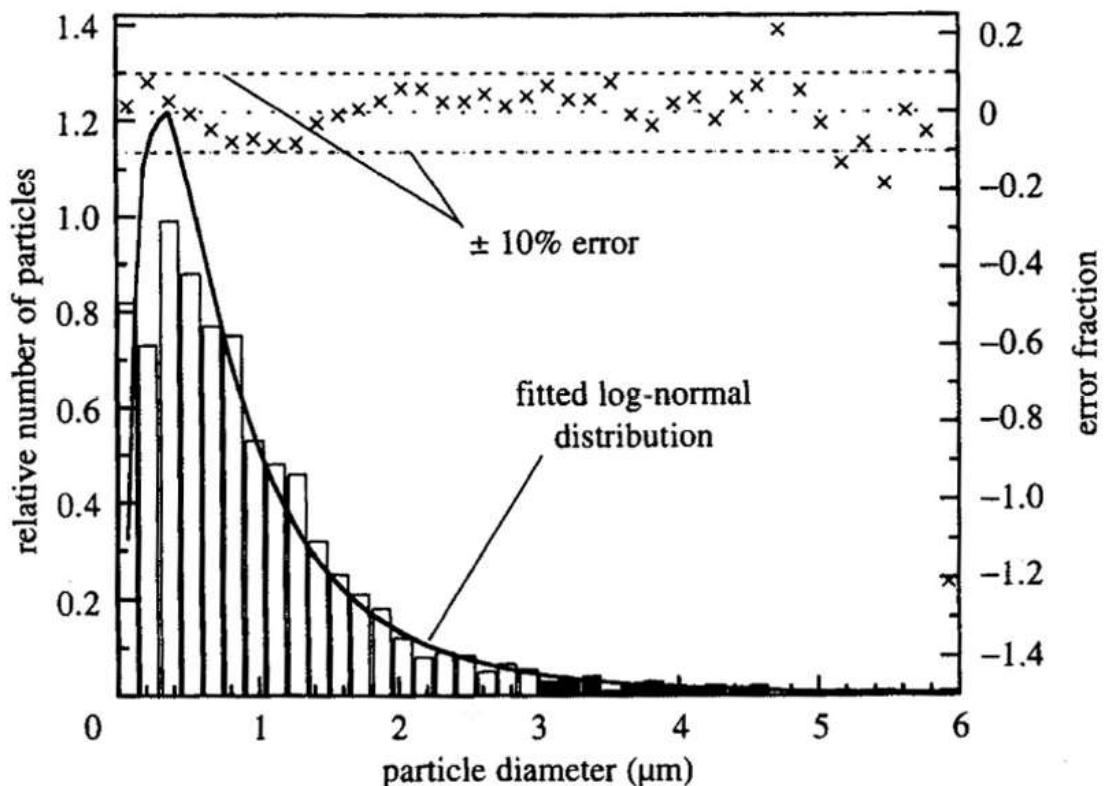
V obecném pohledu je většina analýz založena na klasické heterogenní nukleaci zahrnující tepelnou aktivaci nad energetickou bariérou. Naproti tomu Greer et al. 2000 [129] mají jiný názor a naznačují, že každé místo nukleantu nebo častic má definovanou hodnotu podchlazení, při které se stává transformačním jádrem Turbull, 1953 [146]. Ve skutečnosti je tuhá látka neaktivní, dokud nedosáhne kritického podchlazení pro model volného růstu zrna. Byly analyzovány účinky neaktivního tuhého tělesa a konkurence mezi stochastickou tepelnou nukleací a deterministickou atermickou nukleací (model volného růstu) Greer and Quested, 2006 [148].



Obr. 76 Počet zrn na jednotku objemu v závislosti na počtu zjemněných častic na jednotku objemu. Plné body jsou výsledky měřením a prázdné body jsou modelem volného růstu. Model ukazuje dobrou shodu s Greerem a kol. A je kvalitativně odlišný od Maxwellova a Hellawella - Greer, 2003 [147].

Bylo zmíněno, že jádro zárodku by mělo být menší než 10^{-8} , aby se zaktivovala tepelná nukleace; zatímco u typické předslitin Al-Ti-B, ve které se nukleace skutečně vyskytuje na povrchu jader o velikosti alespoň 1,5 um, je pravděpodobnost volného růstu tepelnou aktivací nebo stochasticky zanedbatelná. Ve skutečnosti dokonce i při $\Delta T = 0,99 T_{fg}$ je tepelná aktivační energie velmi nízká a zdá se, že není schopna započít nukleaci. Vzhledem k tomu, že se podchlazení zvyšuje, menší částice se stanou centry volného

růstu, k nimž dochází, jakmile se dosáhne požadovaného podchlazení [Greer et al., 2000]. V modelu volného růstu je zřejmé, že ΔT_{fg} se mění s průměrem částic a větší částice by rostly snadněji. Také se předpokládá, že podmínka $\Delta T_{fg} > \Delta T_n$ Hunt, 1984 [88] Obrázek 75 platí, že se známou velikostí částic inokulantu se předpokládá, že ΔT_n je malé. Jinými slovy, předpokládá se, že nukleace je tak silná a není nutné, aby byly všechny částice inokulace velké velikosti. Greer a kol. 2000 [129] věří, že na každé částici dochází k nukleaci, ale začátek zrnu nastává pouze tehdy, když je překročena hodnota ΔT_{fg} , která při chlazení ovlivňuje nejdříve největší částice. Počet zahájeného růstu zrn v každém kroku podchlazení závisí na rozložení velikosti částic nukleantu.



Obr. 77 histogram zastoupení velikosti částic (inokulantů); sloupce ukazují částice, které mohou být aktivní pro dle kritéria modelu volného růstu Greer, 2003 [147]

V tomto modelu se předpokládá, že tavenina je izotermická, což má významný důsledek, protože jediná velikost částic povede k zahájení růstu zrna, které se začíná současně na všech částicích. Tento model je v souladu s předpovědí; Obrázek 76 ukazuje dobrou shodu s experimenty. Jak jsme viděli, model Maxwella a Hellawella právě předpokládal klasickou heterogenní nukleaci na částice stejnoměrné velikosti s pouze jednou jádrovou událostí povolenou na jednu částici. Nicméně model volného růstu vykazuje dobrou shodu s experimentálními daty. Výsledky Spittle a Sadli, 1995 (b)[110], které zkoumají vliv Q na zjemnění zrna, jsou obecně v souladu s předpovědí volného růstu. V modelu

volného růstu se růst nejprve objevuje na větších částicích a pak tepve na menších částicích s rostoucím podchlazením. Všechny rostoucí krystaly uvolňují latentní teplo, které je rovnoměrně rozptýleno v tavenině, což způsobuje, že teplota stoupá a následně klesá. Po začátku zvyšování teploty nedochází již k dalšímu volnému růstu. Nakonec by zpětný ohřev omezil a zcela potlačil zjemnění zrna. Jedním z důležitých parametrů v tomto modelu je distribuce velikosti silných částic nebo zjemnění zrna. Primární práce na tomto problému s předpokládaným Gaussovým rozložením velikosti částic Tronche a Greer, 2000 [129] a log-normální distribucí částic Quested et al., 2002 [149] se vzájemně shodují a také s předpokladem, že existuje optimální průměr částic, při kterém je zrnitost minimální. První práce [129] je matematicky přímočará a ideální, ale druhá [149] je spíše vhodnější pro typickou distribuci v metalurgických mikrostrukturách a dobré se hodí k modelu volného růstu. Ve skutečnosti model volného růstu by mohl přispět k zjištění, který zjemňovač zrna je nejlepší pro dosažení nejjemnější velikosti zrna. V rámci modelu volného růstu, ve kterém větší částice iniciují zrna dříve než menší částice, by se dosáhlo 100% účinnosti u mono-velikostních částic. Jinými slovy, počet zrn iniciovaných v každém přírůstku podchlazení závisí na rozložení velikosti částic jádra - viz obr 77. V izotermické tavenině by všechna zrna s rovnoměrnou velikostí rostla, dokud by je souběžný růst nepřivedl současně ke kritickému poloměru. V tomto bodě by stochastické účinky určovaly, která zrna by rostla a která by se znova roztavila [Greer, 2003]. Číselný model volného růstu vypočítává rovnováhu mezi extrakcí vnějšího tepla a tvorbou latentního tepla jak zrna rostou; když tvorba tepla dominuje, následně opětovně ohřátí taveniny (recalcescence) potlačuje jakékoli další atermické nukleace, které určuje počet jaderných zrn a tím i velikost zrna Greer and Quested, 2006 [148]. Počáteční tvorba pevné látky může zahrnovat skutečnou heterogenní nukleaci, ale jen u malých podchlazení, která jsou relevantní a je pravděpodobné, že klasická nukleace nemůže být aktivní Quested and Greer, 2005 [148]. Pokud je počáteční tvorba pevné látky adsorpčí, pak neexistuje nukleace. Bez ohledu na mechanismus, kterým se tvoří počáteční pevná látka, nepůsobí jako transformační jádro, dokud není dosaženo volného růstového podchlazení. Iniciace modelu volného růstu a atermální nukleace jsou podobné, ale u druhé z nich, frakce ztuhlé kapičky závisí pouze na podchlazení. Nicméně při volném růstu se toto rozšiřuje více a předpokládá se, že tavenina je také izotermická a když se dosáhne kritického podchlazení, jediné částice průměr by vedl ke zrychlení zrna na všech částicích stejně velikosti Greer, 2003[181]. Jak bylo uvedeno, při modelu volného růstu by zpočátku začaly růst větší částice a s dalším podchlazením by začaly růst ostatní částice

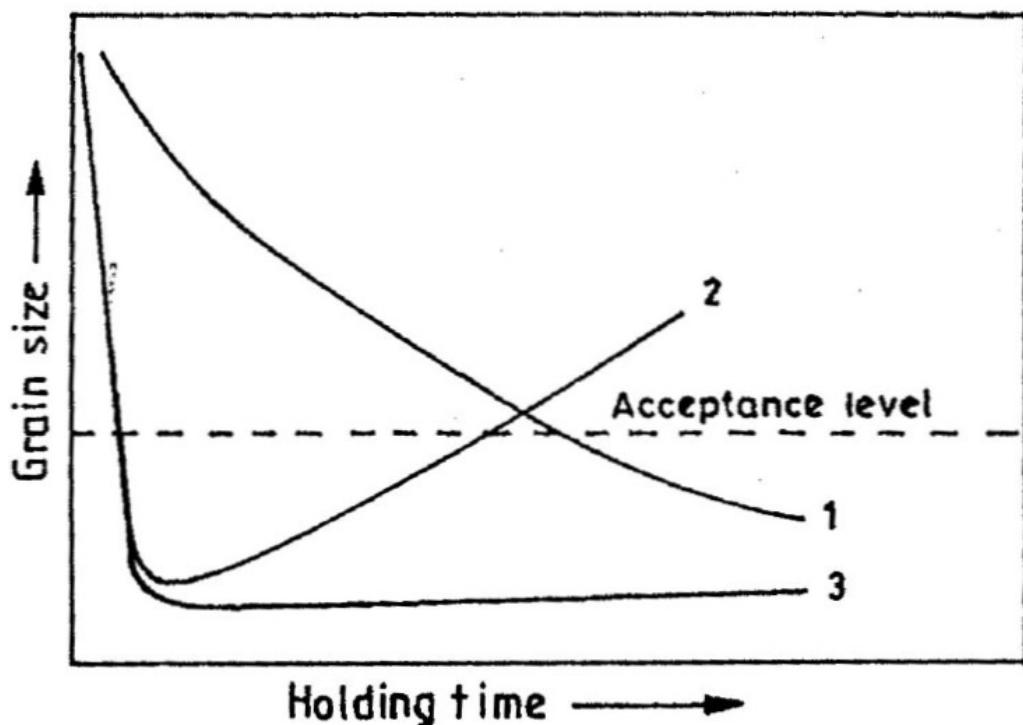
v pořadí podle jejich velikosti. Avšak velkých částic pro pevnou objemovou frakci je nutně méně a dávají velké zrna. Na druhé straně malé částice se aktivují pouze při větším podchlazení teploty. Přidávání zjemňovačů je jednou z hlavních metod, které se používají v řadě odvětví průmyslu, by model volného růstu mohl určit, která velikost částic, nebo která distribuce částic je vhodná s ohledem na kritické podchlazení. Pokusy Tronche a Greer, 2000 [129] však ukazují obecnou distribuční velikost částic komerčního zjemňovače a ukazují, že velikost zrna je spíše citlivá na rychlosť chlazení v rozsahu nejvíce používaného v praxi, což je 1-5 K / s. Ve skutečnosti je podchlazení nezbytné k zahájení volného růstu, který je nepřímo úměrný průměru částic (zjemňovače zrna) a rozdelení velikosti částice (zjemňovače zrna), které určení výkonu zjemňovače Greer, 2003 [147]. Jak je zřejmé, zjemňovače zrna hrají důležitou roli v získané makrostrukturu, a usnadňují nám tedy pochopení vlivu zjemňovače zrna.

6.6. Zjemnění zrna a zjemňovače

Jak poznamenal Hunt 1984 [88], rovnoosý růst je zvýhodněný zvýšeným počtem nukleačních částic a menším stupněm podchlazování, avšak tento jev je více důležitý. Avšak protože ve většině případů není kontrola rychlosti chlazení v našich rukách, například při DC odlévání, přidáním zjemňovače zrna je nejjednodušší způsob, jak lze dosáhnout rovnoosé mikrostruktury. Ve skutečnosti přidáním zjemňovače zrna, které zvyšuje počet jaderných míst, je možné dosáhnout jemného rovnoosého zrna ve strukturách během odlévání McCartney, 1989 [151]. McCartney prokázal zjemnění zrna jako tvarování rovnovážné struktury zrna v ingotu. Zájem o zjemnění zrna vychází z faktu, že mnoho mechanických vlastností slitin může být zvýšeno jemným zrnem. Dobrá tvářitelnost, vysoká pevnost a vysoká houževnatost jsou některé z výsledků jemnozrnné mikrostruktury. Požadavky na to, aby inokulanty byly účinnými nukleačními místy, jsou následující:

- Měly by mít podobné krystalografické roviny a dobrou smáčivost,
- Měly by mít teplotu tání vyšší než odlévané slitiny,
- Měly by být schopny zahájit krystalizaci při velmi malém podchlazení,
- Měly by mít dostatečná rozptýlená místa pro nukleaci, která jsou rovnoměrně distribuována,
- Velikost částic by měla být větší než kritický poloměr,
- a $\gamma_{ps} < \gamma_{pl}$ Murty et al., 2002 [152].

Zjemňovače zrna jsou rozděleny do tří typů: pomalé působení, při kterých je optimální doba kontaktu dlouhá, rychle působí, pokud je optimální doba kontaktu krátká, a za třetí ideální zjemnění zrna, která je nejen rychlé, ale i dlouhodobé, jak uvádí [152] tři typické zjemňovače (rafinéry). Jak lze vidět v případě křivka (2) v obr 78, s časem, kdy se velikost zrna zvětšila, se nazývá „Slábnutí“. Slábnutí může být způsobeno buď rozpuštěním nukleačních míst, reakcí usazováním nebo plováním zjemňovačů zrna odpovídající jejich rozdílu hustoty vzhledem k tavenině Murty et al., 2002 [152]. V současné době se chemické vylepšení široce používá kvůli své jednoduchosti a někdy se nazývá zjemnění zrna inokulací. Zjemnění zrna inokulanty se provádí přidáním předslitiny ve formě drátu do taveniny. Nejběžnější složení předslitiny je založeno na složkách Al-Ti-B se složením Al-5% Ti-1% B a přidávané množství je obvykle 1 kg/ t. Literatura a zkušenosti autora Murthy et al., 1999 [154]; Arjuna et al., 1996 [155] ukázaly, že mikrostruktura předslitiny a zejména její morfologie, velikost a rozdelení velikosti částic $TiAl_3$, to všechno má silný vliv na charakteristiku zjemňování zrna předslitiny. Arnberg a kol. 1983 [156] ukázali, že pokud se tavenina rychle ochladí z vysoké teploty, vytvářejí se krystalky aluminidů podobné plátkům, zatímco pomalé ochlazování z vysoké teploty vytváří krystaly podobné destičkám. Při pomalém ochlazování z bloku s nízkou teplotou tavení se vytváří aluminidy (Blokové).



Obr. 78 Typické druhy zjemňovačů; (1): pomalý nástup, (2) rychlý nástup a postupné slábnutí, (3) rychlý nástup a dlouhá výdrž Jones and Pearson, 1976 [153].

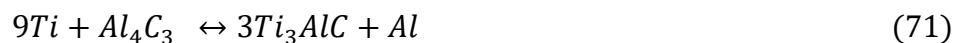
Ploché částice generují a tvoří krystaly podobné vločkám. Morfologie částic TiAl₃ silně ovlivňuje chování zjemňování zrna předslitiny. Blokové částice s většími rozměry jsou rychlé a s dlouhotrvající povahou, zatímco větší deskové částice jsou pomalu působící a časně slábnou. Blokové částice aluminidu jsou spíše efektivnějšími místy pro vytváření jádra, než jsou vločky a krystaly podobné okvětním lístkům a jejich povrchy (011) jsou vhodné substráty, na kterých mohou být hliníkové desky (012) snadno nukleovány Murthy a kol., 1999 [154]. Výsledky ukazují, že částice Al₃Ti vytvořené při vyšší teplotě mají tendenci se stávat jehlicovitými (deskovitými / vločkovitými) a při nízkých teplotách se stávají přibližně rovnocenný Murty et al., 2002 [157].

6.6.1. Mechanismus zjemnění

Mechanismy zjemňování zrna v hliníkových slitinách po přidání hliníkové předslitiny Al-Ti-B jsou stále předmětem kontroverze. Bylo předpokládáno několik mechanismů, ale dosud nebylo dosaženo jasného konsenzu. Počáteční práce na mechanismech byla přezkoumána McCartnem 1989 [151] a později Eastonem a StJohnem 1999 [158]. Mechanismy a teorie jsou rozděleny do 6 kategorií: boridové / karbidové teorie, teorie fázového diagramu, peritektická hulk teprie, hyper nukleační teorie, duplexní nukleační teorie a rozpouštěcí teorie. Tyto teorie jsou diskutovány níže.

6.6.1.1. Boridová karbidová teorie

Tato teorie byla navržena Cibulou, 1951-1952 [159] a byla podpořena Jonesem a Pearsonem 1976 [160]. Podle této teorie je účinek zušlechtování zrna binární hliníkové slitiny Al-Ti způsoben přítomností TiC nebo boridů, jako jsou TiB₂, AlB₂ a (Al, Ti) B₂, které jsou přítomny ve předslitinách Al-Ti-B. Je stále ještě mnoho diskusí o stabilitě TiC. Bylo zjištěno, že za použití elektronové difrakce, se TiC degraduje na Al₄C₃, který má šestiúhelníkovou mřížku a mají extrémně velmi silnou rezistenci reagovat s hliníkem. Al₄C₃ je také degradován na Ti₃AlC. Reakce jsou následující Banerji et al., 1994 [161]:

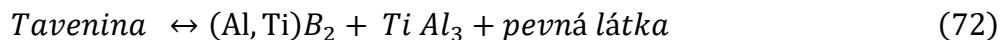


Nejenže Al₄C₃ by způsobily, že by částice karbidu nebyly vhodné pro nukleaci hliníku, ale také by se mohly přeměnit na Ti₃AlC, což by též nepomohlo nukleaci Riaz et al., 2000 [29]. Pokud jde o boridy popsané Cibulou 1972 [28] navrhl, že částice TiB₂ jsou rozptýleny v roztaveném kovu a působí jako nukleační centra pro hliník. Nicméně TiB₂ a AlB mají šestíhranné struktury a nemají dobrou shodu s žádnou krystalografickou

rovinou hliníku. Maxwell and Hellawell, 1972 [162] a Marcantino a Mondolfo, 1970 [163] ukázali, že nukleace hliníku vyžaduje malé, nebo žádné podchlazení v přítomnosti Al_3Ti ve srovnání s TiC nebo TiB_2 . Davis et al. [166] ukázali existenci mnoha mřížkových orientačních vztahů mezi hliníkem a Al_3Ti , zatímco mezi hliníkem a TiB_2 nebyl nalezen žádný. Mohanty a Gruzleski 1995 [164] potvrdili, že boridy jsou tlačeny na hranice zrn. Ve skutečné diregistraci mezi AlB_2 a Al je mnohem větší než mezi Al_3Ti a hliníkem Mondolfo, 1983 [165]. Je známo, že TiAl_3 je silným nukleačním místem pro hliník. Dobré zjednění bylo pozorováno při hyperperitektických koncentracích a obecně se zdá, že Al_3Ti je lepší nukleace pro hliník než TiB_2 Davis et al., 1970 [166]. Mohanty a Gruzleski 1995 [164] navrhli, že Al_3Ti je tvořen při 665°C a bude produkovat dobrý substrát pro nukleaci Al kvůli dobrému smáčení a nízkému kontaktnímu úhlu (α -Al, který vzniká při 660°C) pro proces nukleaci Al na TiAl_3 . Pro hypoperitectic, TiAl_3 není stabilní a TiB_2 částice byly pozorovány sekundárními X-ray elektronovými obrazy a rentgenovými paprsky a byly nalezeny ve středu zrn Easton a St John, 1999 [158]. Obecně platí, že mřížková disregistrační meze mezi boridy a hliníkem je velká a boridy nemohou být dobrými nukleanty Mohanty a Gruzleski, 1995 [164]. Je také známo, že boridy vyžadují určité podchlazení za účelem nukleace hliníku Maxwell a Hellawell, 1972 [162], zatímco aluminidy vyžadují zanedbatelné podchlazení. Rovněž stabilita karbidů (např. TiC) je předmětem diskuse, jak bylo uvedeno výše. Ve skutečnosti tato teorie naznačuje, že Ti je silný segregant a omezuje růst zrn, což umožňuje další nukleační události. Teorie fázového diagramu byla vyvinuta, aby vysvětlila, jak by mohl být Al_3Ti aktivním nukleantem v hypoperitektické kompozici.

6.6.1.2. Teorie fázových diagramů

Tato teorie se zabývá změnami ve fázovém diagramu a posunem peritektického bodu na nižší koncentraci (např. 0,05 pct Ti) přídavkem boru, což se prezentuje jako důvod pro zjednění zrna Marcantonio a Mondolfo, 1971 [163]. Předpokládá se, že vzniká ternární peritektikum Al-Ti-B a Marcantino a Mondolfo 1971 [163] navrhli následující reakci:



Nebyly však publikovány žádné přímé experimentální údaje. Jones a Pearson 1976 [153] a Sigworth 1984, 1986 [167, 168] provedli teoretické termodynamické analýzy a dospěli k závěru, že přídavky boru nemohly vysvětlit zjednění zrna a že neexistuje ternární peritektikum. Alternativně by měl Al_3Ti zůstat, aby působil jako rafinér, ale i kdyby existoval Al_3Ti , rozpustil by se. Johnsson a Backerud 1996 [169] naznačují, že

aluminidy budou trvat méně než 1 minutu, aby se rozpustily při $775 \pm 10^\circ\text{C}$. Výpočty od Backeraud et al. 1991 [170] ukázaly, že kulovitý $20\text{ }\mu\text{m}$ Al_3Ti se rozpouští za 3 až 4 sekundy. Hlavním problémem této teorie je to, že při hypoperitektických koncentracích se Al_3Ti chová jako jádro pro velmi krátkou dobu a velmi rychle se rozpouští; z tohoto důvodu nemůže být tato teorie vysvětlena zjemněním zrna v hypoperitektice.

6.6.1.3. Peritektická hulk teorie

Teorie peritektických přeměn byla jednou z nejoblíbenějších teorií konce 80. let podporované Vader a Noordegraaf 1990 [171] a Backerud a kol., 1991 [170]. Tato teorie připouští, že Al_3Ti je silnější nukleant než TiB_2 . Tato teorie se pokouší vysvětlit, jak boridy mohou zpomalit rychlosť rozpouštění Al_3Ti , když je předslitina přidána do taveniny. Teorie peritektických přeměn naznačuje, že boridy vytvářejí kolem aluminidů skořápku, a tím zpomalují jejich rozpouštění, protože difúze musí probíhat skrze borid. Aluminid se nakonec rozpustí a zanechá buňku kapaliny uvnitř boridové skořápky přibližně peritektické kompozice a pak dojde k peritektické reakci a $\alpha\text{-Al}$ bude nukleovat a růst - Easton a StJohn, 1999 [158]. Teorie peritektických přeměn naznačuje, že boridy jsou více rozpustné než Al_3Ti , neboť boridy se rozpouštějí nejprve. Nicméně s borem v předslitině se Al_3Ti rozpouští během 1 minuty při vysokých teplotách [Johnsson a Beckurd, 1996]. Také boridové skořápky byly nalezeny v hliníkových zrnech a častěji boridy byly nalezeny ve středu zrna při hypoperitektických koncentracích - Johnsson a Backurd ,1992 [169]. Dokonce bylo zjištěno opakováním cyklu rafinace zrna, že se účinnost nemění ani po cyklech tavení a tuhnutí - Johnsson et al., 1993 [172]. Nicméně, je-li teorie peritektické přeměny účinná, měla by se účinnost zjemnění zrna snížit s nárůstem počtu cyklů způsobených difúzí titanu z konglomerátu, což brání peritektické reakci. Důkazy svědčí o tom, že teorie peritektické přeměny není schopna správně vysvětlit zjemnění zrna.

6.6.1.4. Hyper nukleační teorie

Hyper-nukleační teorie byla navržena Jonesem 1987 [173] a nazývána jako taková kvůli velkému efektu, který i při malém množství titanu a boru, může udělat pro zjemnění zrna. Navrhla následující:

- Rozpuštěné látky se mohou stabilně oddělit od rozhraní inokulantů taveniny.
- Při správných podmínkách mohou vzniknout stabilní pseudokrystaly i nad likvidem.
- Tyto pseudokrystaly bezprostředně pod likvidem umožňují tvorbu nukleace a růst $\alpha\text{-Al}$.

- Klíčový faktor je atomová velikost segregujícího prvku vzhledem k hliníku v hyper-nukleaci.
- Konkurenční segregace rozpuštěných látek s rozdílnými mřížkovými rozměry může otravovat proces.

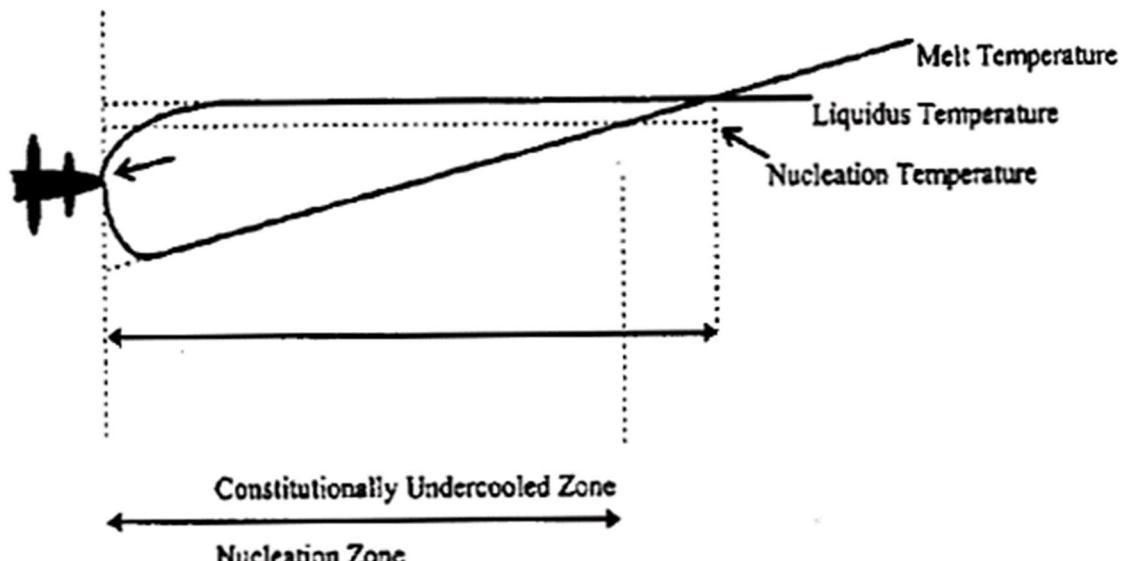
Ve skutečnosti by tato teorie naznačovala, že TiB_2 zavádí gradient aktivity vzhledem k Ti, což vede k atomům Ti segregujícím na rozhraní TiB_2 / tavenině. Tím dochází k vysrážení tenké vrstvy $TiAl_3$ na boridu, který končí peritektickou reakci a nukleaci α -hliníku. Hlavním problémem s touto teorií je, že neexistuje žádný experimentální důkaz tohoto mechanismu, který by Jones prohlásil, že je obtížné otestovat. Je pravda, že by se elementy rozdělily na rozhraní, ale to nemohlo vysvětlit značné změny v nukleaci. Navrhuje, aby přidání TiB_2 změnilo chemický potenciál a gradient aktivity, který se zdá být termodynamicky špatný, protože jsou konstantní Sigworth, 1996 [174].

6.6.1.5. Duplexní nukleační teorie

Tuto teorii navrhl Mohanty a Gruzelski, 1995 [164]; Mohanty a kol., 1995 [175] a další přesvědčivé důkazy poskytli spolupracovníci Schumacher and Greer, 1994 (a), (b) [177,178]; Greer, 1996[176]. Tato teorie tvrdí, že s hyperperitektickou koncentrací titanu se vytvoří vrstva Al_3Ti na povrchu TiB_2 a kolem se tvoří α -Al. Nicméně s hypoperitektickou koncentrací titanu mezi vrstvami TiB_2 a α -Al, které Mohanty a Gruzleski, 1995 [164] předpokládají, že je Al_3Ti , založili své důkazy na extrapolaci pozorování při hyperperitektické koncentraci. Formace Al_3Ti může být způsobena adsorpčním účinkem na rozhraní borid / aluminid Schumacher a Greer, 1995 [179], ale stabilita této vrstvy nebyla potvrzena. Greer a Schumacher navrhli, že by se vrstva tvořila při $740^\circ C$ na TiB_2 , ale že při $370^\circ C$ je tloušťka vrstvy menší než při vyšších teplotách Schumacher a Greer, 1995 [179]. Zdá se, že to nedává velký smysl, proč by měla být za vysokého přehřátí zachována vrstva, která pak roste s udržovací dobou, ale při nízkých teplotách hliníkové vrstvy ztrácí svou tloušťku Easton a StJohn, 1999 [158]. Jinými slovy, změna tloušťky nemohla být vysvětlena změnou teploty odlévání a času. Vskutku, Johnsson et al., 1993 [172] změřili nukleaci a růstovou teplotu ve fázovém diagramu Al-Ti a zmínili, že kapalina sousedící s Al_3Ti musí mít obsah 0,15 wt. % Ti, což znamená teplotu nukleace odpovídající teplotě nukleace při peritektické koncentraci. Pro slitinu obsahující 0,05% hmotn. % Ti znamená, že teplota nukleace by měla být vyšší o $3^\circ C$ nad teplotou likvidu a duplexní nukleační teorie by to neuměla vysvětlit.

6.6.1.6. Teorie tuhnutí

Tato teorie byla navržena Johnssonem a spol., 1993 [172] a popisuje, jak by bylo zjemnění zrna ovlivněno nukleanty a segregujícími rozpuštěnými látkami.



Obr. 79 Konstitučně podchlazená zóna před rozhraním. Velikost zóny závisí na nukleantu a složení taveniny Easton and StJohn, 1999 [158].

Segregace se měří faktorem nazývaným faktor omezení růstu (GRF- Growth Restriction Factor). Role příměsí pro řízení růstu, jako je Ti pro zjemnění zrna, byla zkoumána mnoha výzkumníky McCartney, 1989 [151]; Greer a kol., 2000 [129]. Růst α -Al, řízeným tuhnutím, může být dobře popsán parametrem růstové restrikce Q pro řadu růstových režimů a morfologií. V binárním hliníkovém systému je předpoklad, že Q je úměrný obsahu rozpuštěné látky v systému. Navíc mnoho vědců Maxwell a Hellawell, 1975 [135]; Hunt, 1984 [88]; Greer et al., 2000[129] prokázali, že Q ovlivní zjemnění zrna a morfologii. Zdá se tedy, že Johnssonova hypotéza byla zvažována různými způsoby. Johnsson a kol., 1993 [172] naznačují, že částice nukleantů a segregující prvky jsou dva důležité faktory pro zjemnění zrna. Maxwell a Hellawell 1975 [135] ve svém modelu porovnávali vliv změny počtu částic nukleantu a množství rozpuštěné látky na rafinování zrna. Model předpovídá vliv jaderné energie, rychlosti ochlazování, velikosti částic nukleantu a segregacní sílu rozpuštěných prvků. Tento model předpovídá, že každá z nich má vliv na konečnou velikost zrna, ale rozpustná látka, která je kvantifikována GRF, má největší účinek. V jiných studiích tento efekt podporoval Spittle a S. Sadli, 1995 (a)[109], Young a kol., 1991) potvrdili účinek nukleačních částic. Nicméně Johnson 1995 [180] a Spittle a Sadli 1995(a) [109J.A. Spittle a S. Sadli,] ukázali počáteční rychlý pokles velikosti zrna, ale s dalším přidáváním se velikost zrna zvětšuje.

Tab. 5 Seznam důležitých teorií zjemnění zrna Easton a StJohn, 1999 [158]

| Teorie | Nukleační substrát | Efekt rozpouštění na výkonnost zjemnění zrna |
|-------------------------------------|--|---|
| <u>Nucleační paradigma</u> | | |
| Boridová/karbidová teorie | Nukleace je započata na karbidech nebo boridech | Účinek rozpouštěné látky na účinnost zjemnění zrna, kromě některých, naznačuje, že Ti jako silný segregátor a omezuje růst zrna, což umožňuje vzniku dalších nukleačních záležitostí |
| Teorie fázových diagramů | pomocí peritektické reakce | Ti je přítomen ve fázích TiAl3, které fungují jako nukleanty |
| Peritektik bulk | objevuje se na boridových površích ve vrstvě bohaté na Ti pomocí peritektické reakce | Ti je přítomen na povrchu boridových částic po rozpouštění TiAl3 v peritektické koncentraci |
| Hypernukleace | TiAl3 která je formována na povrchu TiB2 částic | Ti snižuje gradient aktivity boridu, aby poskytl vhodné prostředí pro nukleaci α -Al |
| Duplexní nukleace | na Boridových částicích (nebo jiných částicích) | Ti segreguje na povrch TiB2 a snižuje gradient aktivity za vzniku TiAl3, který pak aktivuje nukleaci α -Al |
| <u>paradigma tuhnutí</u> | | |
| podchlazení jako řídící mechanismus | na boridech (jiných částicích) | Tuhnutí ovlivňuje růst dendritu a před rozhraním vytváří konstitučně podchlazenou zónu. Tato podchlazená zóna usnadňuje nukleaci a nové zrno dělá to samé pro další zrno. Tvar a velikost konstitučně podchlazené zóny závisí na růstu dendritu, který je ovlivněn tuhnutím, což má vliv na následné nukleační chování. |

Tabulka 5 shrnuje rozdíly mezi hlavními teoriemi a popisuje, co je v každém případě nukleačním substrátem a jaký je účinek rozpouštěné látky na zjemnění zrna. Je zřejmé, že v teoretické základně roztoku je rozpouštěná látka integrální součástí procesu Easton a StJohn, 1999 [158]. Mechanismus zjemnění zrna však stále není zcela jasný a značné množství protichůdných tvrzení stále obklopuje tento problém. McCartney 1989 [151] navrhl, že nejdůležitější částí problému je pochopení povahy substrátů nebo jinými slovy kontrolní nukleační událost. Pokud je možné regulovat nukleaci, není dosažení rovnoměrné mikrostruktury těžké.

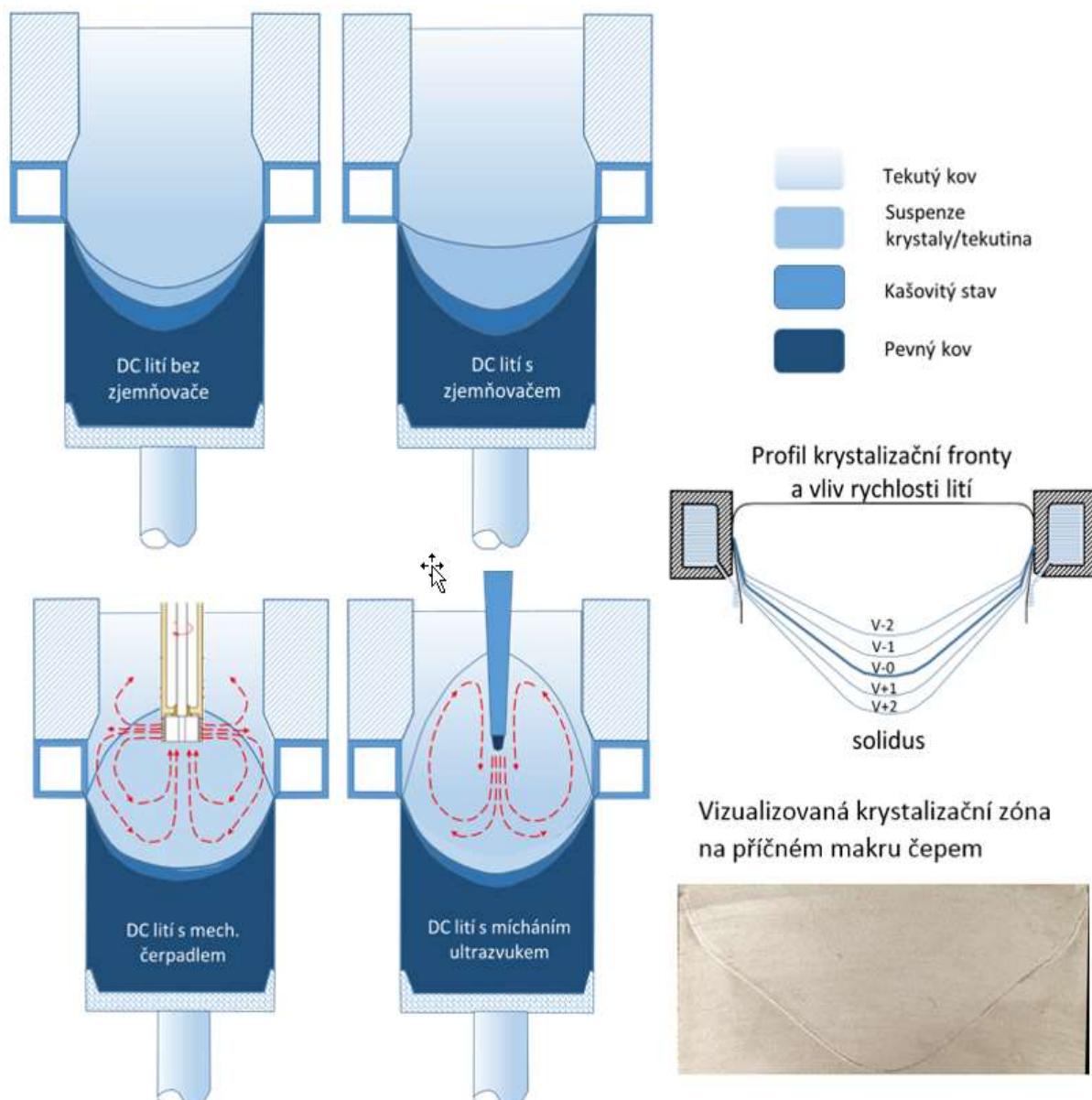
6.6.2. Účinnost zjemnění zrna

Bez ohledu na mechanismus je třeba zvážit účinnost substrátu; některé substráty jsou pro jeden systém účinné a naopak, pro jiné nejsou. Složení slitin také ovlivňuje účinnost nukleantů. Účinek koncentrace rozpouštěné látky je v souladu s konceptem faktoru omezuje růst (GRF) McCartney, 1989 [151], který naznačuje, že růst tuhnutí materiálu je zpomalen v důsledku konstitučního podchlazení způsobeného obohacením rozpouštěné látky na rozhraní pevná látka / kapalina. V důsledku toho se v určitém podchlazení aktivuje více nukleačních častic a mohou se vytvořit jemnější zrna. Vliv GRF závisí na druhu a koncentraci rozpouštěné látky Johnsson, 1995 [180], která by

zlepšila účinnost částic nukleantu tím, že by se zvýšil obsah rozpuštěné látky na určitou úroveň, ale při této vyšší hladině rozpuštěná látka negativně ovlivňuje účinnost nukleantů Qiu et al., 2007 [182] Také co se týče účinnosti, někteří badatelé jako Zhang & Cantor, 1992 [183] uvádí, že krystalografická podobnost není důležitá pro účinnost nukleantu. Jiní dokázali, že fyzikální a chemické vlastnosti povrchu nukleantu jsou důležitější spíše pro nukleaci než pro mřížovou nepravidelnost Glicksman and Childs, 1962 [184]. Porter a Easterling, 1992 [185] dospěli k závěru, že podobnost mřížky není důležitá pro účinnost nukleantů. Cantor a O'Reilly 1997 [186] ukázali, že chemická katalýza dominuje spíše než mřížková podobnost (strukturální kompatibilita) na nukleačním rozhraní. Khalifa a kol., 2005 [187] ukázali, že účinnost nukleantu není ovlivněna chemickou charakteristikou povrchu nukleantů nýbrž, že reaktivní inkluze jsou velice aktivní v nukleaci intermetalických látek v matrici a může jim být přičítána spotřeba atomů způsobujících otravu a udržování vysoké účinnosti nukleantů. Ve skutečnosti zjistili, že v interdendritické oblasti všechny inkluze účinně podporují nukleaci, avšak účinnost chemicky aktivního nukleantu není zjevná. U hliníkových slitin je hlavním zjemňovačem zrna předslitina Al-5Ti-1B, která se vztahuje k zvyšování růstového restrikčního faktoru Ti a nízké neshody mřížky Al_3Ti s Al (0,2%) Mondolfo, 1993 [188] Blokové Al_3Ti jsou účinnější místa pro nukleaci než částice podobné okvětních lístkům kvůli většímu počtu míst pro nukleaci Al. Blokové částice aluminidů se vytvářejí při pomalé rychlosti chlazení, protože při pomalých rychlostech ochlazování je nižší podchlazení a rychlosť růstu nekoherentních a koherentních rovin, které jsou blízko sebe a vytváří se tak blokáda Al_3Ti . Účinnost zjemňování zrna předslitinami je citlivá na kvalitu mikrostruktury, a to zejména morfologii a rozložení velikosti částic TiAl_3 . Mnoho faktorů ovlivňuje účinnost rafinérů zrna a jako velmi důležité parametry při zjemňování zrna jsou posuzovány i rychlé a dlouhodobé účinky zjemnění po aplikaci. Rozložení částic v struktuře zjemňovače by mělo být v širokém rozmezí a pro případ jemnějších částic, které působí jako silná nukleační místa při kratších dobách držení a pro větší částice, které pracují více při delších časových intervalech. Dalším parametrem je správná smáčivost mezi aluminidy a α -Al; lepší smáčivost částic znamená lepší místa pro nukleaci Murty et al., 2002 [152]. Legovací prvky jsou také důležité pro účinnost zjemnění zrna. Arjuna Rao et al., 1995, 1997 [189,190] kteří potvrdili, že přítomnost malého množství Fe, Si, Cr a Zr může zlepšit potenciál heterogenních nukleačních míst. Zdá se, že rozpuštěním těchto prvků je povrchové napětí kapaliny sníženo, což vede k lepší smáčivosti částic nukleace. Legující prvky, stejně jako nečistoty přítomné v hliníkové slitině, hrají významnou roli v

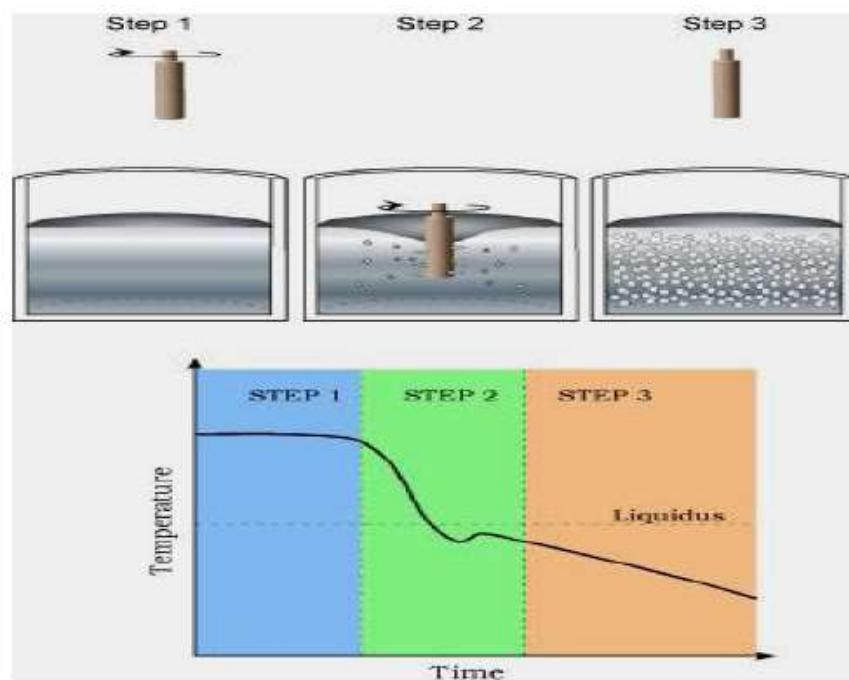
účinnosti zjemňovacích předslitin. Zatímco velké množství legujících prvků a některých nečistot zvyšuje sílu jader, prvky jako Cr, Si a Zr vedou k otravě předslitiny Al-5Ti-1B s výjimkou menších úrovní a vhodného Ti pozadí [Pad 3]. Mechanismus otravy nebyl ještě jasně pochopen, ale zdá se, že reakce legujících prvků s nukleačními částicemi je hlavním důvodem snížení účinnosti zjemňovačů A. Arjuna Rao a kol., 1997[189], Hamid, 1989 [191].

6.6.3. Jiné metody zjemnění zrna



Obr. 80 Proudění kovu v HOT TOP hlavě licího systému pro různé typy míchání a tvar krystalizační fronty při použití AlTiB zjemňovače Skalicky a kol. 2019 [Pad 7]

Zjemňování zrna je aplikováno již od objevu příznivého vlivu přídavku očkovacích zárodků pro heterogenní nukleaci Cibulou [159,192] a dále pak propracovaná Schumacher a kol.[140]. Jemná struktura odlitku je nutností pro eliminaci vzniku sloupcové krystalizace Skalicky 1998 [Pad3], či vzniku trhlin za tepla Rappaz 2016 [193] spojené s nedostatečným dosazováním kovu při objemových změnách při krystalizaci se vznikem mezidendritické porezity, či pro zamezení vzniku praskání za studena spojené s velmi nízkými hodnotami tažnosti materiálu v litém stavu Lalpoor 2011 [194]. Licí parametry jsou vždy voleny tak, aby byl dosažen co nejlepší povrch odlitku, bez kosovitých segregací (studených svárů), což většinou znamená vyšší licí rychlosť a tedy větší senzitivitu k tvorbě trhlin za tepla a základním předpokladem je dosažení CET homogenní jemnozrnné licí struktury, Zhu a Smith 1992 [95]. Nerovnoměrnost struktury a heterogenní rozložení legujících prvků Nadella, Eskin [77] se přenáší do konečných produktů a negativně ovlivňuje po anodizaci produktu, či přímo dosažené mechanické vlastnosti produktu v jeho dílčích částech. Běžným průmyslovým standardem je přidávání zjemňovačů na bázi AlTi, AlTiB, AlTiC, AlB₄C [192,195,196], či v současnosti využívané metody pro slévárenské slitiny s vyšším obsahem Si na bázi Nb. [197,198,199]. Alternativní metody testované v současnosti, které alternují zjemňovač, jsou pro aplikaci při odlévání tyto: – mechanické míchání taveniny pomocí čerpadla [200], mechanické míchání pomocí ultrazvuku [201], pulzní magnetická oscilace [202,203] apod.



Obr. 81 SSR proces Yourko et al, 2004 [204]

Tento experiment byl zaměřen především na možné sekundární vlivy při použití již zmiňovaných metod. Schémata principu proudění taveniny pro nejpoužívanější metody jsou vyobrazena- viz obr. 80. Vedle přídavku zjemňovačů zrna mohou být pro zjemnění zrna použity metody míchání, jako je proces SSR, Yurko et al., 2004 [204], ve kterém je studená tyč vložena do tavné lázně několik stupňů nad likvidem. Po velmi krátkém míchání a současném ochlazení, kdy je pouze velmi malá pevná frakce, se tyč odstraní a kov se rychle ochladí. Ve skutečnosti tento proces kombinuje míchání, rychlé odstranění tepla konvekcí velmi blízko likvidu, obr. 81 ukazuje proces. Přednosti a konkurence metod rafinace zrna jsou stále diskutovány a ve všech procesech by měla být zvažována efektivita i ekonomická otázka jejich aplikace.

6.6.4. Testování výkonnosti zjemnění zrna

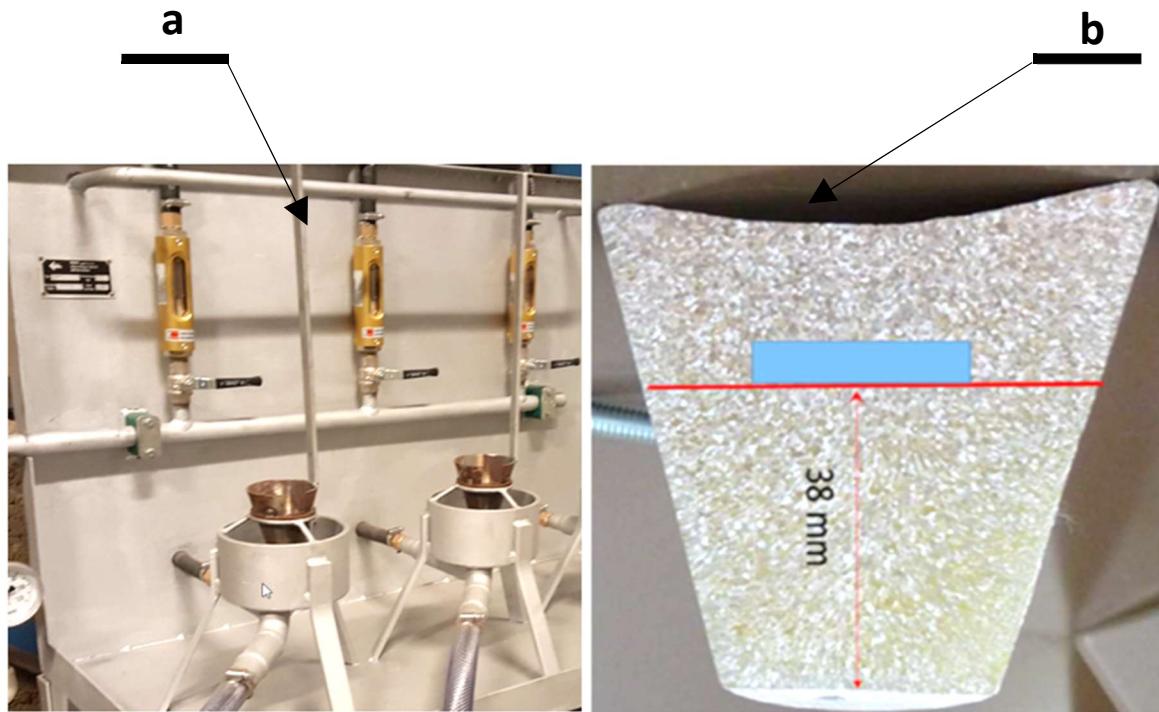
Ve světě je používáno několik metod, které se snaží docílit co možná nejvíce identické podmínky tuhnutí testovaného kovu, tak aby výsledky byly vždy srovnatelné. Tyto metody jsou:

- Alcan [205]
- Alcoa [206]
- KBM ring test [207]
- TUB testovací metoda [208]

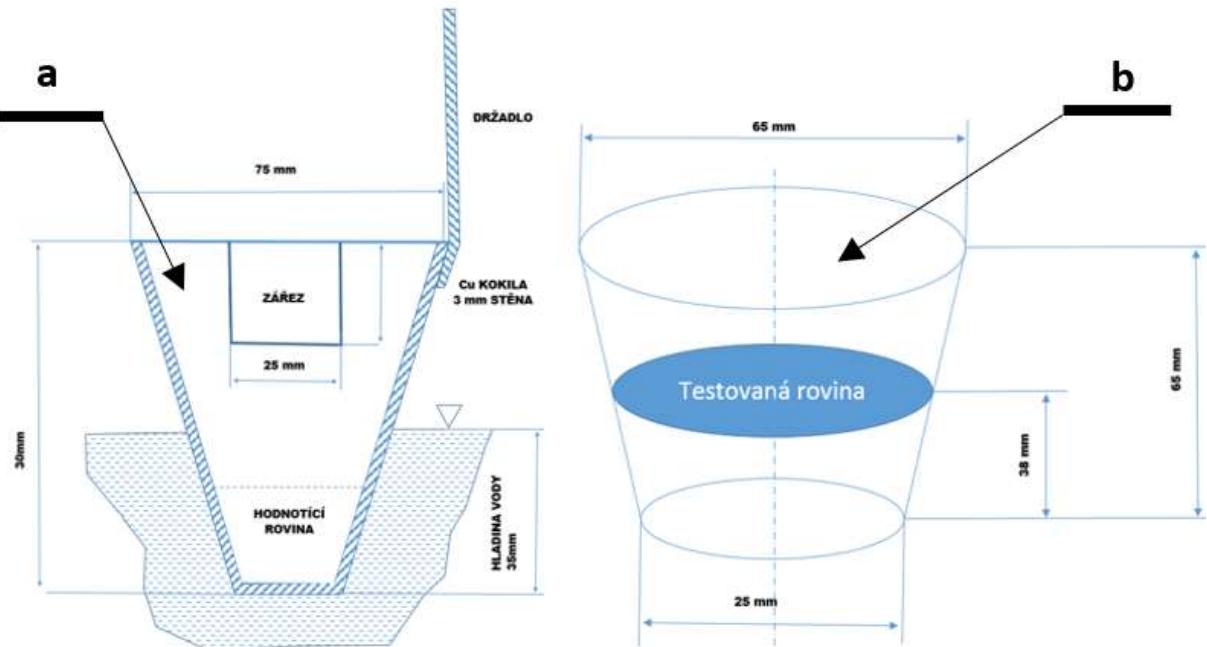
Nejlépe z výše popsaných metod napodobuje standardní licí proces metoda Alcan díky chladící rychlosti v K/s – nazývaná též TP1 test.

Tento test je asi nejrozšířenějším testem pro testování Al a jeho slitin. Do připravené a natavené testovací slitiny o známém chemickém složení se nadávkujeme testovaný zjemňovač a po 30 sekundovém zamíchání a dosažení požadované teploty se nalije do kovové formy - viz obr. 83a. Forma je poté umístěna do chladícího zařízení - viz obr. 82 a. Pro hodnocení zrna větších rozměrů, kdy není možno provést měření na mikrovýbrusu, ale je potřeba kvantifikovat účinnost zjemnění, je pro hodnocení použito příčného leptaného makra NaOH, nebo se použije speciálního leptadla, které hlavně u nízkolegovaných slitin velmi dobře prokreslí dosažené zrno - viz obr 82. Další výše zmiňovanou metodou je metoda Alcoa, kde se do taveniny připravené obdobným způsobem, jako pro test TP1, zatlačuje měděný vodou chlazený kužel – viz obr. 82. Zde se provádí hodnocení na příčném řezu opět obdobným způsobem jako u testu TP1, nebo opětovně na naleptaném příčném řezu – viz obr. 82. Po zchladnutí a vyjmutí vzorku z kokily je definovaná rovina pro testování v hloubce 1 inch. Tato metoda využívá nejen

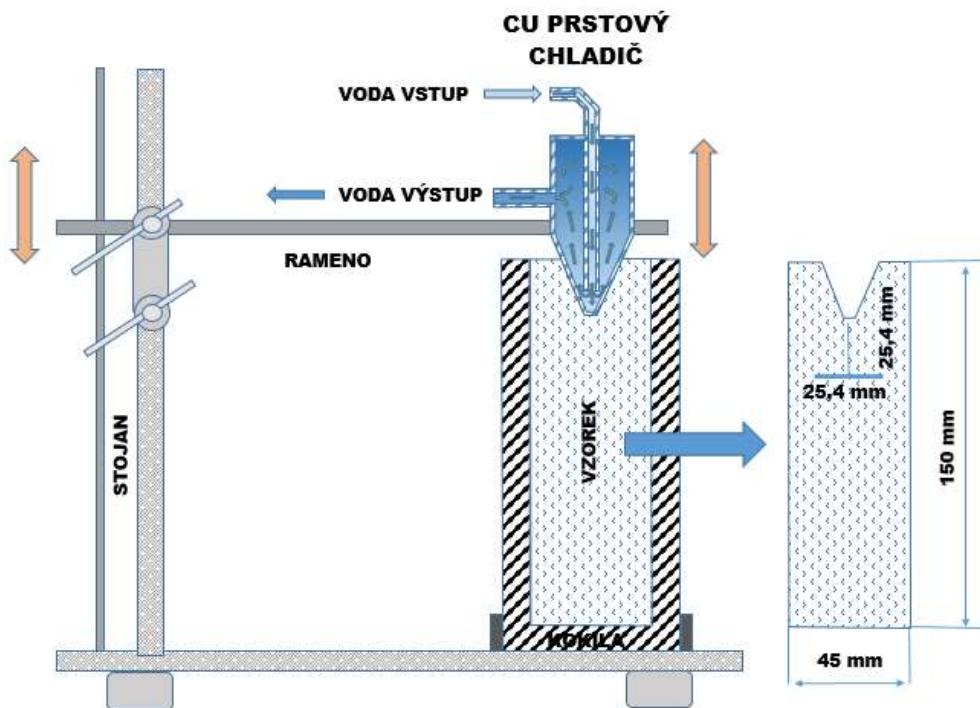
rozdílného průtoku vody pro chlazení trnu, aby se docílilo co největšího přiblížení k teplotnímu gradientu v reálném odlitku, ale metoda též může užívat rozdílných materiálů trnu (grafit, ocel, měď, žáruvzdorná keramika a oxid hlinity).



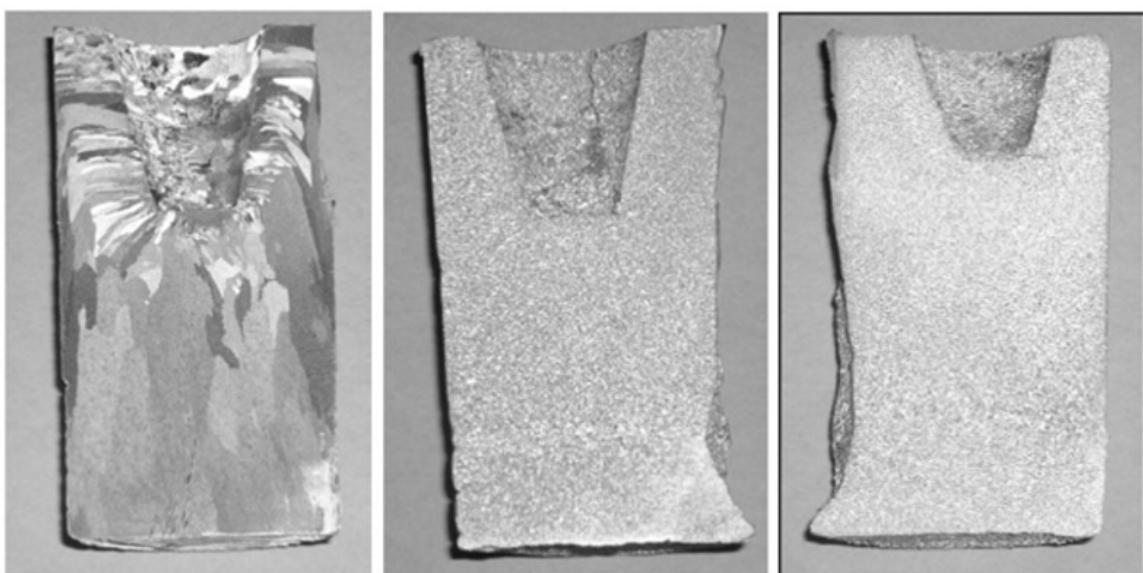
Obr. 82 Alcan test TP1, a – chladící zařízení, b- testovací rovina z TP1 testu [205]



Obr. 83 Alcan test TP1, a – řez kokilou, b- testovací rovina odlitkem z TP1[205]



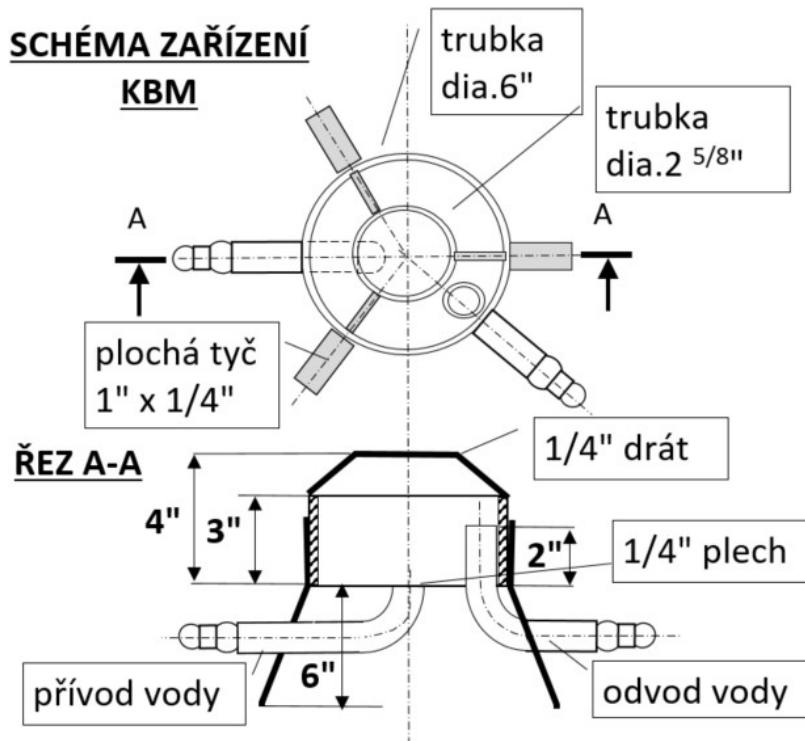
Obr. 84 Schéma měřicího zařízení Alcoa (metoda chlazeného prstu) a rozměry odlitého vzorku s pozicí testovací roviny [206]



Obr. 85 Podélně rozříznuté, ofrézované a naleptané řezy vzorky ze zařízení Alcoa s rozdílnými velikostmi zrna [2] [206]

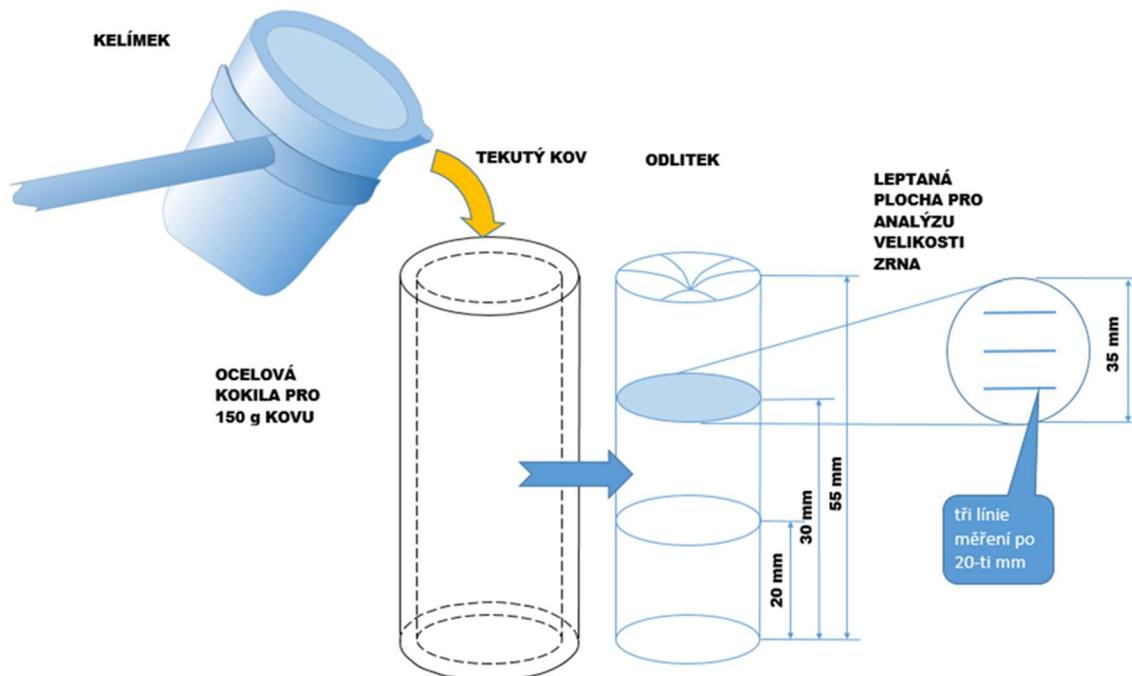
Metoda KBM je založena na principu odlítí připravené taveniny s přidaným zjemňovačem do ocelového kroužku (\varnothing 75mm a výška 25mm) [7]. Tento test je navržen pro tři typy rychlosti chlazení a to:

- Volně na vzduchu
- Ocelová chlazená forma
- Silikátový blok



Obr. 86 Schéma měřícího zařízení KBM (metoda chlazeného kroužku) [2] [207]

Přestože tato metoda je velmi jednoduchá, příprava vzorku a leštění v celé ploše kroužku je časově náročné. Schématický nákres tohoto zařízení je vyobrazen na obr. 86 a ukazuje konstrukci tohoto zařízení. Poslední ze zmiňovaných metod je TUB metoda viz obr. 87, která spočívá v odlití kovu do kovové formy z obvykle pokojové teploty a poté následuje analýza velikosti zrna ve třech řezech.



Obr. 87 Schéma měřícího systému TUB do ocelové formy [2] [208]

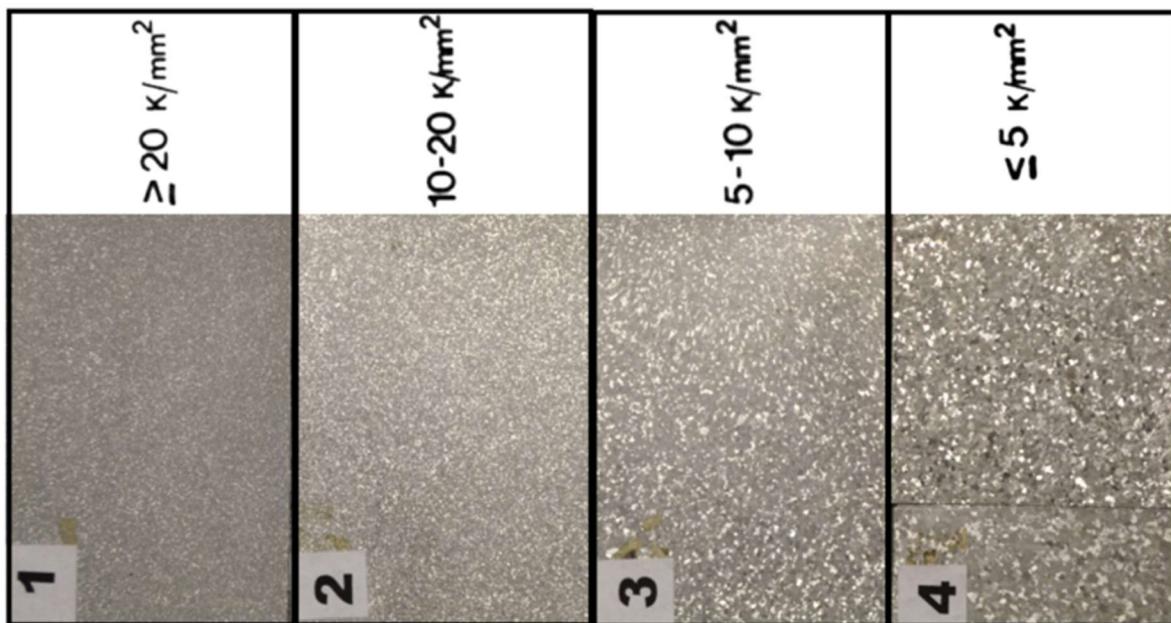
6.6.5. Metody pro stanovení velikosti zrna

6.6.5.1. Makro hodnocení velikosti zrna

Makro hodnocení zrna se používá většinou pro testování u odlitků a obecně u struktur s poměrně velkým zrnem, které je těžko měřitelné na mikro výbrusu a obecně pro makro pohled na uspořádání zrna napříč odlitkem. V praxi je používána celá řada způsobů hodnocení a jako příklad je na obr. 88 ukázána srovnávací metoda pro polo kontinuálně odlévané odlitky s hliníkových slitin. Pro zvýraznění struktury se používá celá řada leptadel – viz tab. 6 [71], které více, či méně zvýrazňují kresbu a velikost zrna a používají se jak pro hodnocení makrostruktury, tak i pro leptání mikro výbrusů. Tyto metody slouží pro rychlé zhodnocení kvality odlitku a často jsou používány jako podklad pro rozhodnutí o dalším detailnějším hodnocení výrobku, v případě nevyhovující, či hraniční kvality jak z pohledu zrna, tak i z pohledu dalších hodnotících kritérií.

Tab. 6 Přehled leptadel pro makrostrukturu hliníkových slitin [71]

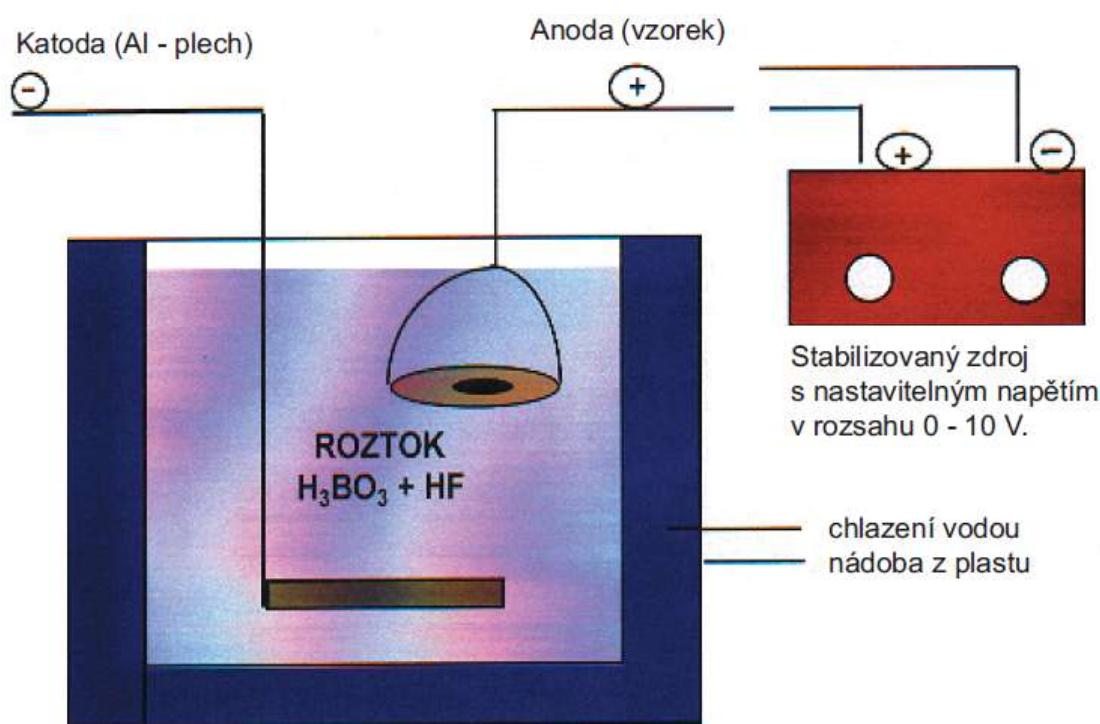
| Složení leptacího roztoku: | Aplikace |
|---|---|
| 100 ml HCl (techn. 31%) | leptání 1 - 3 min |
| 100 ml HNO ₃ (techn. 70%) | vzorek se nepředehřívá |
| 100 ml H ₂ O dest. | |
| 5 ml HF (techn. 40%) | |
| 100 g NaOH 1000 ml H ₂ O | leptání 1 - 3 min teplota roztoku do 40°C oplach v roztoku HNO ₃ |



Obr. 88 : Srovnávací etalony pro hodnocení velikosti zrna na makrostrukturu [72]

6.6.5.2. Mikro hodnocení velikosti zrna

Tak jak bylo již řečeno, výše stanovení velikosti zrna na mikro výbrusech se provádí velmi často v kombinaci s hodnocením makrostruktury a pomáhá dokreslovat celkový pohled na kvalitu odlitku. Po přípravě mikro výbrusu se používá celá řada leptadel pro zvýraznění struktury a tedy i hranice zrn – viz tab. 7 [71], anebo se používá anodické oxidace dle Barkera. V současnosti je většina mikroskopů vybavena dvěma Nikolovými hranoly, z nichž jeden slouží jako polarizátor a druhý jako analyzátor. Jejich vzájemnou polohu je možné natáčet. Odliší se tak opticky izotropní a opticky anizotropní látky, které jsou dvojlamé. Vzorky hliníkových slitin pro barevné pozorování v polarizovaném světle se musí před samotným pozorovaným na mikroskopu podrobit anodické oxidaci (Barkerová metoda).



Obr. 89 Schéma zapojení anodické oxidace. [71]

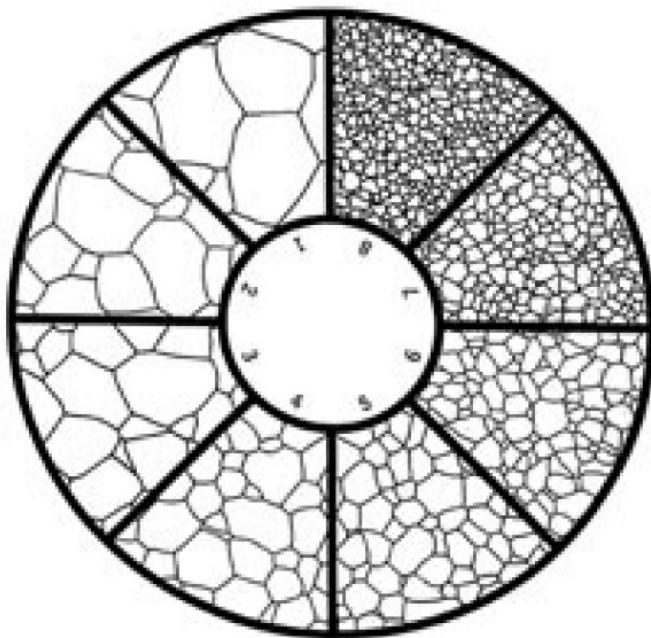
Cílem metody je získat jemný oxidický povlak na povrchu vzorku, který umožní na světelném mikroskopu v polarizovaném světle barevné pozorování a vyhodnocování. Podstata metody spočívá v tom, že se provede běžná příprava vzorku mechanickým broušením a leštěním. Místo mechanického leštění je výhodnější provést elektrolytické leštění. Po vyleštění se vzorek, který slouží jako anoda, vodivě se spojí s hliníkovým drátem (nesmí se použít žádné materiály na bázi železa). Katoda je plech nebo plocha tyč z čistého hliníku (čistota hliníku min. 99.5 %). Vzorek i hliníkový plech se ponoří

do roztoku kyseliny borité a kyseliny fluorovodíkové a propojí se se stabilizovaným univerzálním zdrojem - viz obr. 89. Vlastní vyhodnocení velikosti zrna na mikro výbrusu se provádí buď srovnávací metodou dle ASTM. (Norma ASTM E112 je běžně používána ve Spojených státech pro určování kvality konkrétní slitiny), nebo výpočtem počtu zrn proložením úseček.

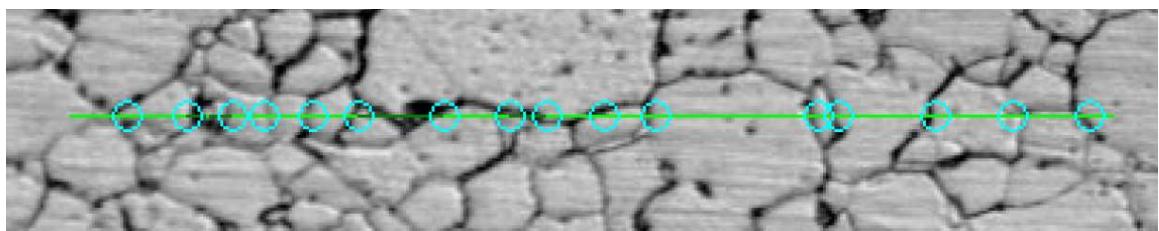
Tab. 7 Přehled leptadel pro zvýraznění mikrostruktury hliníkových slitin [71]

| Složení leptadla | Příprava a použití leptadla |
|---|---|
| 8g KMnO ₄ 2g NaOH 200 ml destilované vody | Použití roztoku max. do 2-3 hodin od přípravy Leptání po dobu 20 sekund až 1.5 minuty |
| 6g Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O 5ml HCl 4g NH ₄ FHF 200 ml destilované vody | Použití roztoku do 24 hodin Doba leptání 0.5-1 minuta |
| 1. etapa: 10ml H ₃ PO ₄ 90ml destilované vody 2. etapa: 6g Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O 10ml HCl 4g NH ₄ FHF 200 ml destilované vody | 1. etapa: Leptání po dobu 5-15 minut 2. etapa: Leptání po dobu 1-1.5 minut teplota roztoku 20-24 °C |
| 10g KMnO ₄ 1-2g NaOH 200 ml destilované vody | Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy Leptání po dobu 1-2 minut |
| 1. etapa: 10ml H ₃ PO ₄ 90ml destilované vody 2. etapa: 8g KMnO ₄ 2g NaOH 200 ml destilované vody | 1. etapa: Leptání po dobu 5-15 minut 2. etapa: Použití roztoku max. do 2 hodin Doba leptání 1-2 minut |
| 8g KMnO ₄ 2g NaOH 2g KOH 200 ml destilované vody | Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy Leptání po dobu 1-2 minut |
| 24g NH ₄ FHF 10ml HCl 1000ml destilované vody 1g K ₂ S ₂ O ₅ | Leptání po dobu 0.5-1 minuty |

Tento standard se rutinně provádí inspekci leštěného vzorku pod optickým mikroskopem a stanovuje se distribuce zrn v konkrétní oblasti. Použitím tohoto standardu je odvozeno „G Number“ (počet zrna na plochu), které přímo souvisí s kvalitou slitiny. Tab. 7 ukazuje přehled leptadel pro zvýraznění mikrostruktury hliníkových slitin [72] Velikost zrna se provádí srovnávací metodou, kde se promítá na vzorek síťka s různými velikostmi zrna a vybere se velikost, která se nejvíce blíží velikosti zrna na vzorku – viz obr. 90. Další metodou, která se hojně využívá, je výpočet protnutých hranic zrn P_{hz} , kdy se proloží úsečka známé délky L_{us} přes obraz struktury a provede se výpočet. Počet zrn V_{zrma} se pak vypočte vzorcem (50)



Obr. 90 Příklad použití srovnávací metody dle normy ASTM-E112. [72]



Obr. 91 Příklad použití normy ASTM-E112 . proložením úsečky [72]

$$V_{zrna} = \frac{\sum P_{hz}}{L_{us}} \quad (73)$$

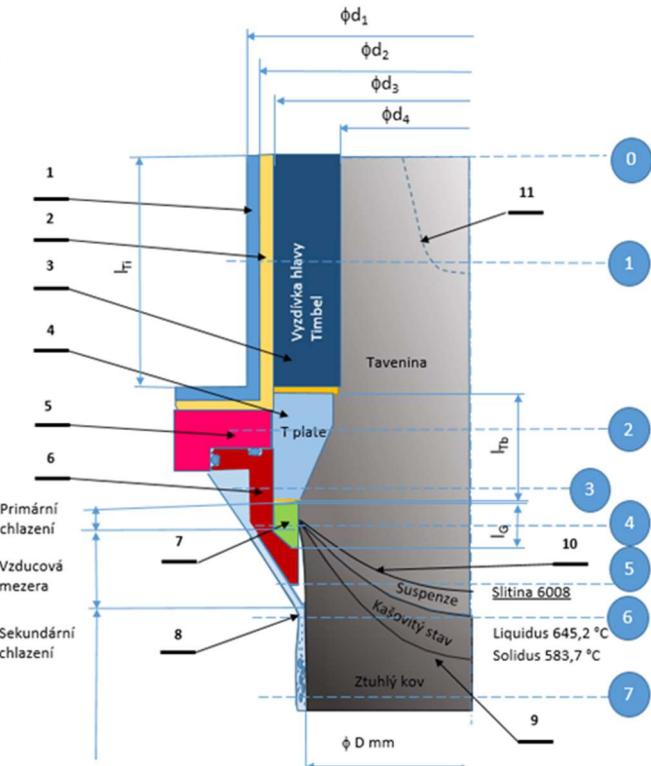
Většinou se přes obraz proloží několik úseček s rozdílnou orientací a výsledná velikost se vypočítá jako aritmetický průměr ze všech měření – viz obr. 91

7. TEPELNÁ BILANCE LICÍHO PROCESU PROTOTYPOVÉHO LICÍHO ZAŘÍZENÍ KRUHOVÝCH INGOTŮ O PRŮMĚRU 151 MM

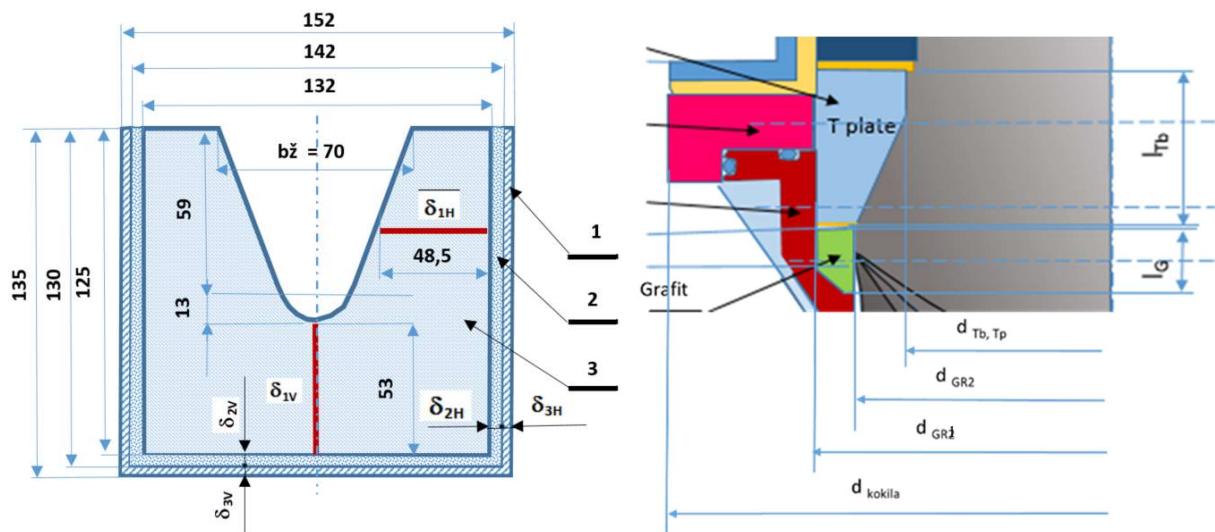
7.1. Popis experimentálního testovacího zařízení

Licí zařízení použité pro experimentální tavby této dizertační práce je prototypove DC licí zařízení s horkou hlavou „HotTop“ ve výzkumném ústavu UTC při Brunelově technické universitě v Londýně pro zvolená slitina pro kalkulace byla AA6008 . Zařízení má moderní konstrukci s elektronickým řízením – Alan Bradly. Toto zařízení se používá pro výrobu experimentálních taveb (odlitky průměru 151 mm) pro vývoj nových slitin,

které se dále zpracovávají tvářením na přímém lisu 16MN. Na tomto zařízení se vyvýjí součásti především pro automobilový průmysl. Jednotlivé části tohoto zařízení jsou popsány v obr. 92



Obr. 92 Licí zařízení a řez hlavou kokily – 1- ocelový plášt', 2- zálivka pyrocast, 3 – keramika hlavy, 4- T plate, 6 – hliníková kokila, 7 – grafitový kroužek, 8 – vodní film chlazení, 9 – odlitek, 10 – krystalizační fronta likvidu, 11 – vstup tekutého kovu do kokily, modré bublinky 1 – 7 jsou řezy hlavou pro energetické výpočty



Obr. 93 Příčný řez přívodním žlabem taveniny a detail hlavy- 1-ocelový plášt', 2-pyrocast, 3 – HD - board

Tab. 8 Chemické složení slitiny AA6008

Chemické složení slitiny 6008 podle A4

Aluminium Association 6008 composition range

| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | V | ost.jedn. | ost.celk. |
|--------------------------|------------|------|------|------|-------------|------|------|------|-------------|-----------|-----------|
| Rozsah koncentrace [hm%] | 0.50 - 0.9 | 0.35 | 0.30 | 0.30 | 0.40 - 0.70 | 0.30 | 0.20 | 0.10 | 0.05 - 0.20 | 0.05 | 0.15 |

Tab. 9 Použité materiály v licím žlabu a v licí hlavě a kalkulace celkových, či průměrných hodnot

| keramický materiál | HD board | | Pyrocast 450 | | Pyrotek N17 | | | |
|--|-----------------|-----------------------|-------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-----------------|----------|
| | hustota | 320 kg/m ³ | hustota | 345 kg/m ³ | hustota | 817 kg/m ³ | | |
| | teplota | vodivost | teplota | vodivost | teplota | vodivost | | |
| hodnoty tepelné vodivosti udávané výrobcem | °C | W/m.K | °C | W/m.K | °C | W/m.K | | |
| | 200 | 0.06 | 25 | 0.093 | | | | |
| | 400 | 0.08 | 125 | 0.091 | | | | |
| | 600 | 0.12 | 250 | 0.101 | | | | |
| | 800 | 0.14 | 350 | 0.109 | 300 | 0.18 | | |
| | 1000 | 0.18 | 500 | 0.123 | 500 | 0.19 | | |
| | | | 600 | 0.135 | 700 | 0.20 | | |
| materiál žlabu svisle | tloušťka vrstvy | | hustota | pr.teplota | vodivost λ _x | | plocha | hmotnost |
| | | | licí hlavy | ve vrstvě | | | A _{hl} | m |
| | ozn. | m | kg/m ³ | °C | ozn. | W/mK | m ² | kg |
| | HD board | δ _{1V} | 0.053 | 320 | 426.5 | λ _{HD} | 0.080 | 0.0140 |
| | Pyrocast | δ _{2V} | 0.005 | 345 | 153.0 | λ _{PY} | 0.093 | 0.0020 |
| | Ocel | δ _{3V} | 0.005 | 7850 | 127.5 | λ _{OC} | 46.400 | 0.0021 |
| | celk/prům | | 0.063 | 920 | | | 3.76 | 0.0181 |
| materiál hlavy vodorovně | tloušťka vrstvy | | hustota | pr.teplota | vodivost λ _x | | plocha | hmotnost |
| | | | licí hlavy | ve vrstvě | | | A _{hl} | m |
| | | | ozn. | m | ozn. | W/mK | m ² | kg |
| | HD board | δ _{1H} | 0.049 | 320 | 434.6 | λ _{HD} | 0.080 | 0.0173 |
| | Pyrocast | δ _{2H} | 0.005 | 345 | 170.6 | λ _{PY} | 0.092 | 0.0032 |
| | Ocel | δ _{3H} | 0.005 | 7850 | 145.5 | λ _{OC} | 46.400 | 0.0033 |
| | celk/prům | | 0.0585 | 966 | | | 4.04 | 0.0238 |

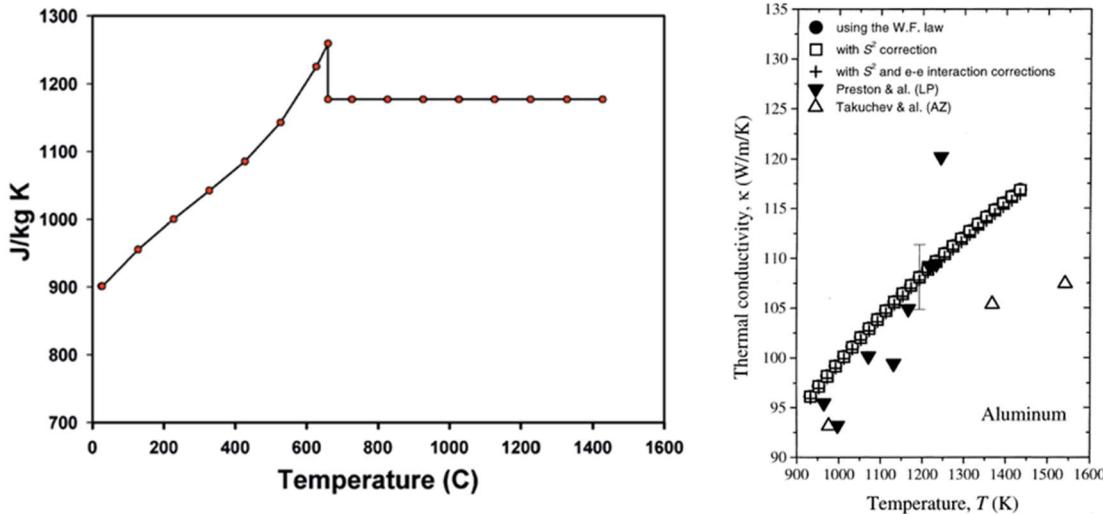
7.2. Tepelná bilance licího procesu – teplo, které je nutno odebrat kovu během odlévání (slitina AA6008)

$$Q_{kovu} = m_{kovu} \left[\int_{T_{zkr}}^{T_{lití}} C_{LAI} dT + L_{kr} + \int_{T_{kkkr}}^{T_{kon}} C_{SAI} dT \right] \quad (74)$$

$$Q_{kovu} = m_{kovu} [C_{LAI} (T_{lití} - T_{zkr}) + L_{kr} + C_{SAI} (T_{kkkr} - T_{kon})] \quad (75)$$

Kde je : m_{kovu} - hmotnost odlitého kovu [kg] C_{LAI} - měrná tepelná kapacita tekutého Al [J.kg⁻¹.K⁻¹] C_{SAI} - měrná tepelná kapacita ztuhlého Al [J.kg⁻¹.K⁻¹]

| | | |
|------------------|--|-----------------------|
| T_{lit} | - teplota lití (vstup do licího žlabu) | [°C] |
| T_{zk} | - teplota počátku tuhnutí | [°C] |
| T_{kkr} | - teplota konce tuhnutí | [°C] |
| L_{kr} | - latentní teplo kovu | [J.kg ⁻¹] |
| T_{kon} | - konečná teplota odlitku | [°C] |



Obr. 94 Měrná tepelná kapacita a tepelná vodivost čistého Al [217]

Tab. 10 Měrné tepelné kapacity některých slitin a krystalyzační teplo

| Materiál | Krystalizační teplo [J.K ⁻¹] | Měrná tepelná kapacita [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹] | |
|----------------|--|---|-------|
| | | C_L | C_S |
| Čistý Al | 397163 | 1290 | 896 |
| Slitina 6061 | 401253 | 1270 | 897 |
| Slitina AlSi12 | 513335 | 1131 | 1080 |

| | | | | | | |
|-------------------------------|-----|------|-----|---------------------------------|------|-----|
| dia. 151 | 11 | 6008 | | | | |
| Casting speed [mm/min] | 100 | 108 | 116 | 124 | 130 | 140 |
| Start length [mm] | | 30 | 60 | 90 | 120 | 150 |
| End length [mm] | | 59 | 89 | 119 | 149 | 150 |
| Water flow rate [l/min] | 56 | 69 | 74 | 79 | 85 | 95 |
| Start length [mm] | | 30 | 60 | 90 | 120 | 150 |
| End length [mm] | 3 | 59 | 89 | 119 | 149 | 150 |
| Cast speed valve preset [%] | 10 | | | Cast length SP [mm] | 1950 | |
| Platen start time delay [sec] | 20 | | | Furnace tilback offset SP [mm] | 30 | |

Obr. 95 Parametry pro odlevání slitiny AA6008 použité při experimentech

7.3. Teplo potřebné k ohřátí chladící vody během chlazení kokily – použito obdobného vzorce jako pro kov (75)

$$Q_{voda} = m_{ohř vody} * C_{vody} \Delta T \quad (76)$$

| | | |
|----------|----------------|---|
| kde je : | $m_{ohř vody}$ | - je množství vody použité pro daný objem odl. kovu |
| | C_{vody} | - je měrná kapacita vody |
| | $T_{vpoč -}$ | - teplota vody vstupní pro chlazení |
| | $T_{vkon -}$ | - teplota vody výstupní po ochlazení odlitku |

$$Q_{voda} = 1271 * 4181,8 * (40 - 28)$$

$$Q_{voda} = 63,78 * 10^6 J$$

7.4. Teplo potřebné k odpaření chladící vody

$$Q_{odp} = m_{vody} * L_{odp vody} \quad (77)$$

Protože by bylo velmi složité empiricky určit množství odpařené vody během odlévání, bylo provedeno měření poklesu vody v uzavřeném systému během odlévacích kampaní. Jelikož se odlévalo více slitin s různými parametry lití, pro výpočet se použil aritmetický průměr ze všech provedených měření. V tabulkách č.11, 12, 13 je uveden odečet množství vody v licím systému a její teplota a toto množství bylo přeypočteno na normální teplotu 20 °C pomocí vzorce

$$V = V_1 * (1 + \beta \cdot \Delta T) \quad (78)$$

Kde je: V_1 – je odměřený objem odpařené vody z chladicího systému
 β_v – je součinitel tepelné roztažnosti

$$Q_{odp} = 0,1 * 96 * 2260 \cdot 10^3 = 21,7 \cdot 10^6 J$$

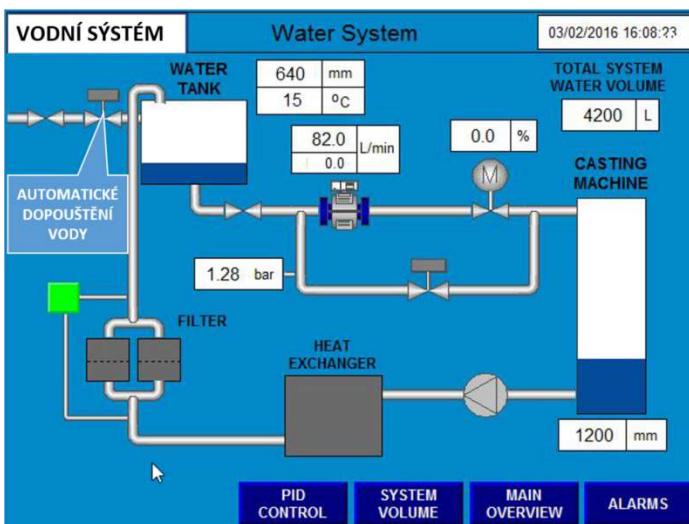
Teplo odvedené sáláním během odlévání

$$\dot{Q}_{sal} = \varepsilon * \sigma * A (T_{lití}^4 - T_o^4) \quad A = b_z * l_z + \pi * r_4^2 \quad (79)$$

$$\dot{Q}_{sal} = 0,3 * 5,67 \cdot 10^{-8} * 0,07 * 0,15 + \pi * 0,0655^2 (675^4 - 20^4) = 84,67 W$$

$$Q_{sal} = \dot{Q}_{sal} * t = 0,07 * 10^6 * 14,29 * 60 = 0,005 * 10^6 J$$

Kde je: σ – Stefan - Boltzmannova konstanta $5,67 \cdot 10^{-8} [W \cdot m^{-2} K^{-4}]$
 $T_{lití}$ – teplota povrchu [K]
 T_o – teplota povrchu [K]
 ε – poměrná zářivost reálného tělesa, $0 \leq \varepsilon \leq 1$
A – plocha zářiče



Obr. 96 Vodní systém – pro měřící kampaň bylo vypnuto automatické dopouštění

Tab. 11 Stanovení závislosti odlitého množství a odparu vody během odlévání čepů – měřící kampaň č. 1

1. měřicí kampaň (systém naplněn na maximální objem a uzavřeno automatické dopouštění)

| přepočtený objem na 20°C * | naměřený objem [m³] | teplota [°C] | počet odl. čepů[1] | odl.délka[m] | odlitá hmotnost[kg] | odl. hmotnost kumulace[kg] |
|----------------------------|---------------------|--------------|--------------------|--------------|---------------------|----------------------------|
| 5385 | 5380 | 15 | | | | |
| 5391 | 5394 | 23 | 2 | 2.40 | 250 | 250 |
| 5369 | 5369 | 20 | | | 0 | 250 |
| 5352 | 5355 | 23 | 3 | 1.70 | 265 | 515 |
| 5328 | 5345 | 38 | 4 | 1.24 | 258 | 773 |
| 5301 | 5305 | 24 | 4 | 1.24 | 258 | 1031 |
| 5265 | 5273 | 28 | 2 | 2.30 | 239 | 1270 |
| 5237 | 5248 | 32 | 2 | 2.40 | 250 | 1519 |
| 5194 | 5194 | 20 | | | 0 | 1519 |
| 5166 | 5173 | 28 | 2 | 2.20 | 229 | 1748 |
| 5143 | 5155 | 33 | 2 | 2.30 | 239 | 1987 |
| 5111 | 5114 | 23 | | | 0 | 1987 |
| 5086 | 5094 | 29 | 4 | 1.50 | 312 | 2299 |
| 5051 | 5056 | 26 | 2 | 2.40 | 250 | 2549 |
| 5029 | 5040 | 32 | 2 | 2.40 | 250 | 2799 |
| 4993 | 5010 | 39 | 3 | 2.40 | 374 | 3173 |
| 4965 | 4970 | 26 | 3 | 2.40 | 374 | 3547 |

* Objem přepočtený dle vzorce (78) [m³]

| | |
|-------------------|---------------|
| hmotn. 1m čepu | 48 kg |
| delta vody | 420 l |
| odlito celkem | 3547 kg |
| energie celkem | 949670 kJ |
| energie na kg | 2260 kJ/kg |
| odpar /1kg | 0.12 l/kg |
| energie/kg odlito | 267706 J/kg |
| energie/2m odlito | 25699762 J/2m |

Množství vody v systému vs.odlíté



Tab. 12 Stanovení závislosti odlitého množství a odparu vody během odlévání čepů – měřící kampaň č. 2

2. měřící kampaň

| přeypočtený objem na 20°C | naměřený objem [m³] | teplota[°C] | počet odl. čepů[1] | odl.délka[m] | odlitá hmotnost[kg] | odl. hmotnost kumulace[kg] |
|---------------------------|---------------------|-------------|--------------------|--------------|---------------------|----------------------------|
| 5510 | 5513 | 23 | | | | 0 |
| 5484 | 5500 | 36 | 2 | 1.90 | 198 | 198 |
| 5485 | 5488 | 23 | | | | 198 |
| 5477 | 5479 | 22 | | | | 198 |
| 5462 | 5473 | 31 | 2 | 2.30 | 239 | 437 |
| 5449 | 5463 | 34 | 2 | 2.30 | 239 | 676 |
| 5419 | 5436 | 37 | 2 | 2.30 | 239 | 915 |
| 5392 | 5400 | 28 | | | | 915 |
| 5376 | 5390 | 34 | 2 | 2.40 | 250 | 1165 |

* Objem přeypočtený dle vzorce (78) [m³]

| | | |
|-------------------|----------|---------|
| hmotn. 1m čepu | 48 | kg |
| delta vody | 193 | l |
| odlito celkem | 1706 | kg |
| energie celkem | 435233 | kJ |
| energie na kg | 2260 | kJ.kg⁻¹ |
| odpar /1kg | 0.11 | kg |
| energie/kg odlito | 255179 | kJ.kg⁻¹ |
| energie/2m odlito | 24497152 | kJ.kg⁻¹ |

Množství vody v systému vs.odlité



Tab.. 13 Stanovení závislosti odlitého množství a odparu vody během odlévání čepů – měřící kampaň č. 3

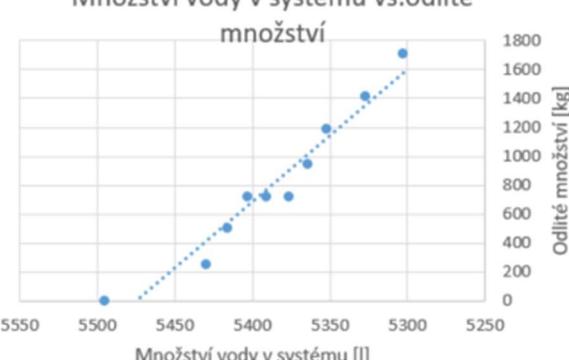
3. měřící kampaň

| přeypočtený objem na 20°C | naměřený objem [m³] | teplota[°C] | počet odl. čepů[1] | odl.délka[m] | odlitá hmotnost[kg] | odl. hmotnost kumulace[kg] |
|---------------------------|---------------------|-------------|--------------------|--------------|---------------------|----------------------------|
| 5495 | 5490 | 15 | | | | 0 |
| 5430 | 5430 | 20 | 2 | 2.40 | 250 | 250 |
| 5416 | 5420 | 24 | 2 | 2.40 | 250 | 499 |
| 5403 | 5410 | 27 | 2 | 2.15 | 224 | 723 |
| 5391 | 5393 | 22 | | | | 723 |
| 5376 | 5376 | 20 | | | | 723 |
| 5364 | 5370 | 26 | 2 | 2.10 | 218 | 941 |
| 5352 | 5360 | 28 | 2 | 2.40 | 250 | 1191 |
| 5327 | 5330 | 23 | 2 | 2.10 | 218 | 1409 |
| 5302 | 5310 | 28 | 4 | 1.43 | 296 | 1706 |

* Objem přeypočtený dle vzorce (78) [m³]

| | | |
|-------------------|----------|---------|
| hmotn. 1m čepu | 48 | kg |
| delta vody | 193 | l |
| odlito celkem | 1706 | kg |
| energie celkem | 435233 | kJ |
| energie na kg | 2260 | kJ.kg⁻¹ |
| odpar /1kg | 0.11 | kg |
| energie/kg odlito | 255179 | kJ.kg⁻¹ |
| energie/2m odlito | 24497152 | kJ.kg⁻¹ |

Množství vody v systému vs.odlité



Tab. 14 Stanovení závislosti odlitého množství a odparu vody během odlévání čepů – měřící kampaň č. 4

4. měřící kampaň

| přeypočtený objem na 20°C | naměřený objem [m³] | teplota [°C] | počet odl. čepů[1] | odl.délka[m] | odlitá hmotnost[kg] | odl. hmotnost kumulace[kg] |
|---------------------------|---------------------|--------------|--------------------|--------------|---------------------|----------------------------|
| 5303 | 5300 | 17 | | | | 0 |
| 5278 | 5280 | 22 | 2 | 2.40 | 250 | 250 |
| 5262 | 5270 | 28 | 2 | 2.40 | 250 | 499 |
| 5250 | 5255 | 25 | 2 | 2.20 | 229 | 728 |
| 5236 | 5235 | 19 | | | 0 | 728 |
| 5212 | 5220 | 29 | 4 | 2.40 | 499 | 1227 |
| 5199 | 5205 | 26 | 2 | 1.80 | 187 | 1414 |
| 5185 | 5183 | 18 | | | 0 | 1414 |
| 5182 | 5185 | 23 | 2 | 2.40 | 250 | 1664 |
| 5178 | 5185 | 28 | 2 | 2.40 | 250 | 1914 |
| 5173 | 5180 | 27 | 2 | 2.40 | 250 | 2163 |
| 5150 | 5150 | 20 | | | 0 | 2163 |
| 5137 | 5140 | 23 | 2 | 2.30 | 239 | 2402 |

* Objem přeypočtený dle vzorce ()

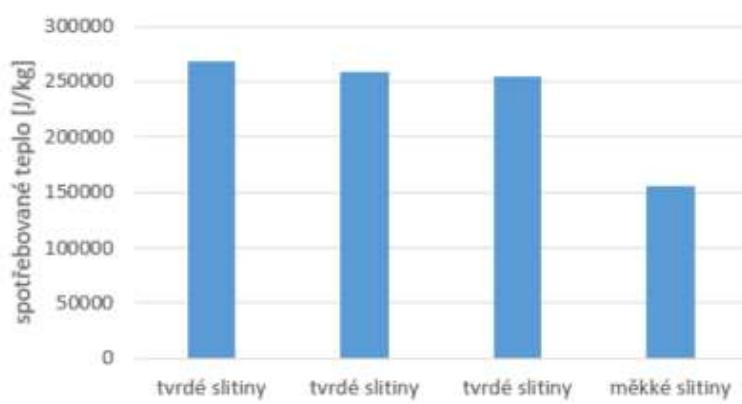
| | |
|-------------------|---------------|
| hmotn. 1m čepu | 48 kg |
| delta vody | 166 l |
| odlito celkem | 2402 kg |
| energie celkem | 374341 kJ |
| energie na kg | 2260 kJ/kg |
| odpar /1kg | 0.07 kg |
| energie/kg odlito | 155820 J/kg |
| energie/2m odlito | 14958685 J/2m |

| Průměrná energie na odlitý kg Al slitiny [J/kg] | Průměrná energie na odlité 2m Al slitiny [J/2m] |
|---|---|
| 234467 | 22508863 |

Množství vody v systému vs.odlité



Energie odparu na kg odlitku



Obr. 97 Výsledné hodnoty potřebné energie vypočítané pro odpar vody na jeden kg odlitku, měkké slitiny jsou nízkolegované slitiny třídy 6xxxx a tvrdé slitiny jsou výše legované slitiny kategorie 6xxx (např 6060 vs. 6082)

7.5. Výpočet ztrát vstupního žlabu do kokily

Abychom mohli použít vztahu (18) pro výpočet ztrát, musíme nejprve vypočít součinitele přestupu tepla pro hliník proudící v žlabu α_1 a pro vzduch proudící kolem kokily α_2

7.5.1. Výpočet průtočného průřezu žlabu S_{lAl}

$$S_{lAl} = S_z = 0,059 * 0,022 + 0,059 * 0,026 + \pi * 0,013^2 = 0,0035 [m^2]$$

7.5.2. Výpočet střední rychlosti kovu v žlabu z hmotnosti odlitku m_{SAI}

$$m_{SAI} = \rho_{SAI} \frac{\pi D_c^2}{4} v_l [kg * s^{-1}] \quad (80)$$

Kde je: D_c – průměr odlitku [m]

ρ_{SAI} – hustota hliníku [$kg \cdot m^{-3}$]

v_l – rychlosť lití [$m \cdot s^{-1}$]

$$m_{SAI} = 2700 * \frac{\pi * 0,151^2}{4} 0,0023 = 0,111 [kg * s^{-1}]$$

7.5.3. Určení průtočné rychlosti hliníkové taveniny žlabem w_{lAl}

$$w_{lAl} = \frac{m_{SAI}}{\rho_{lAl} * S} [m * s^{-1}] \quad (81)$$

$$w_{lAl} = \frac{m_{SAI}}{\rho_{lAl} * S} = \frac{0,111}{2380 * 0,0035} = 0,0133 [m * s^{-1}]$$

7.5.4. Stanovení Reynoldsova, Nusseltova a Prandtlova kritéria pro průtok nekruhovým průřezem – nucené proudění

$$Re = \frac{w \cdot d_e}{\gamma} [-] \quad (82)$$

$$d_e = 4 \cdot \frac{S_{lAl}}{O_z} = 4 \cdot \frac{0,0035}{2 \cdot 0,06735 + \pi \cdot 0,013} = 0,079 [m]$$

Kde je: w – Kinematická viskozita [$m^2 \cdot s^{-1}$]

$$\eta(T) = \eta_o \exp(E/RT) [mPa \cdot s] \quad (83)$$

η – Dynamická viskozita [$m \cdot Pa \cdot s$]

η_o – Dynamická pre-exponenciální viskozita [$mPa \cdot s$]

T – Teplota, pro kterou je viskozita kalkulována [K]

R – Plynová konstanta $8,3144 [J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}]$

O_z – Smáčený obvod kovem [m]

d_e – Ekvivalentní průměr [m]

$$\nu = \frac{\eta}{\rho_{lAl}} \quad [m^2 * s^{-1}] \quad (84)$$

$$\eta(675) = 0,257 \exp\left(\frac{13,8}{8,3144 * 948}\right) = 0,986 \text{ [mPa.s]}$$

$$\nu = \frac{\eta}{\rho_{lAl}} \quad [m^2 * s^{-1}] \quad (85)$$

$$\nu = \frac{0,986}{2380} = 0,414 * 10^{-3} \quad [m^2 * s^{-1}]$$

$$Re = \frac{0,0133 * 0,079}{0,414 * 10^{-3}} = 2,54 \quad [-]$$

$$Pr = \frac{\nu * \rho_{lAl} * C_{plAl}}{\lambda_{lAl}} \quad [-] \quad (86)$$

Kde je:

 ρ_{lAl} - Hustota tekutého Al [$kg \cdot m^{-3}$] λ_{lAl} - Součinitel tepelné vodivosti [$W \cdot m^{-1} K^{-1}$] C_{plAl} - Měrná tepelná kapacita tekutého Al [$W \cdot m^{-2} K^{-1}$]

$$Pr = \frac{0,414 * 10^{-3} * 2380 * 1170}{97} = 11,88 \quad [-]$$

$$Nu = 0,664 * Re^{\frac{1}{2}} * Pr^{\frac{1}{3}} = \frac{\alpha * L}{\lambda} \quad (87)$$

$$Nu = 0,664 * 2,54^{\frac{1}{2}} * 11,88^{\frac{1}{3}} = 2,41$$

$$\alpha_{1A} = \frac{\lambda_{lAl} \cdot Nu}{d_e} = \frac{97 \cdot 2,41}{0,079} = 2963 \quad [W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}]$$

7.5.5. Určení součinitele α pro vzduch volně proudící v neomezeném prostředí kolem žlabu

$$Nu = c * (Gr * Pr)^n \quad [-] \quad (88)$$

Tab. 15 Hodnota koeficientů c a n pro výpočet Nusseltova čísla

| Gr.Nu | c | n |
|----------------------------------|-------|-----|
| 10^{-5} až $5 \cdot 10^2$ | 1,18 | 1/8 |
| $5 \cdot 10^2$ až $2 \cdot 10^7$ | 0,54 | 1/4 |
| $> 2 \cdot 10^7$ | 0,135 | 1/3 |

Kde je:

 Gr - Grasshoffovo číslo [-]

$$Gr = \beta \cdot \frac{g \cdot l^3}{\nu^2} \cdot \Delta t \quad (89)$$

 Pr - Prandtlovo číslo [-]

$$Pr = \frac{\rho \cdot c_p \cdot \nu}{\lambda} \quad (90)$$

 Nu - Nusseltovo číslo [-]

$$Nu = \frac{\alpha_{vz} \cdot l}{\lambda_{vz}} \quad (91)$$

Kde je: λ_{vz} - Součinitel tepelné vodivosti [$W \cdot m^{-1} K^{-1}$]

α_{vz} - Součinitel přestupu tepla ve vzduchu [$W \cdot m^{-2} K^{-1}$]

c_{pvz} - Měrná tepelná kapacita vzduchu [$W \cdot m^{-2} K^{-1}$]

β - Součinitel objemové roztažnosti [K^{-1}]

g - Gravitační zrychlení [$m \cdot s^{-2}$]

l - Charakteristický rozměr [m]

7.5.6. Výpočet určující teploty pro proudění vzduchu kolem žlabu T_ω

$$T_\omega = \frac{T_{oc} + T_o}{2} \quad [^\circ C] \quad (92)$$

$$T_\omega = \frac{128 + 20}{2} = 74 \text{ } ^\circ C$$

Kde je:

T_{oc} - teplota ocelového pláště žlabu $^\circ C$

T_o - teplota okolí $^\circ C$

7.5.7. Hodnoty odečtené z tabulek pro vzduch při teplotě 100°C

Kde je: β_{vz} - $3,04 \cdot 10^{-3} K^{-1}$

ν_{vz} - $2,334 \cdot 10^{-5} Pa \cdot s$

λ_{vz} - $0,0307 \text{ } W \cdot m^{-1} K^{-1}$

Pr - $0,727$

7.5.8. Určení Grasshoffova čísla použitím vztahu (89)

$$Gr = \beta_{vz} \cdot \frac{g \cdot O_z^3}{\nu_{vz}^2} \cdot \Delta t = \frac{3,04 \cdot 10^{-3} \cdot 9,81 \cdot 0,412^3}{(2,334 \cdot 10^{-5})^2} \cdot (128 - 20) = 4,1 \cdot 10^8$$

Kde je:

O_z - obvod žlabu viz obr. 93 je $0,412 \text{ m}$

Pro součin Grasshoffova a Prandtlova vztah (88) dosazením hodnot z tab. 15

$$C = 0,135 \text{ a } n = 0,3333$$

$$Nu = c * (Gr * Pr)^n = 0,135 * (4,10 * 10^8 * 0,727)^{0,3} = 89,99$$

$$\alpha_{2vz} = \frac{\lambda \cdot Nu}{O_z} = \frac{0,0307 * 101,94}{0,412} = 6,71 \text{ } W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$$

7.5.9. Výpočet ztrát žlabu – vodorovný řez

$$q_{1\dot{z}l} = \frac{(T_{lití1} - T_O)}{\frac{1}{\alpha_{1Al}} + \frac{\delta_{1H}}{\lambda_{HD}} + \frac{\delta_{2H}}{\lambda_{PY}} + \frac{\delta_{3H}}{\lambda_{Oc}} + \frac{1}{\alpha_{2vz}}} \quad (93)$$

$$q_{1\dot{z}l} = \frac{(675 - 20)}{\frac{1}{2963} + \frac{0,0485}{0,08} + \frac{0,005}{0,093} + \frac{0,005}{46,4} + \frac{1}{6,71}} = 809,15 \quad W * m^{-2}$$

$$\dot{Q} = \frac{A \cdot (T_{lití} - T_O)}{\frac{1}{\alpha_{1Al}} + \frac{\delta_{1H}}{\lambda_{HD}} + \frac{\delta_{2H}}{\lambda_{PY}} + \frac{\delta_{3H}}{\lambda_{Oc}} + \frac{1}{\alpha_{2vz}}} \quad (94)$$

$$\dot{Q} = \frac{0,0585 * 0,15 * (675 - 20)}{\frac{1}{2963} + \frac{0,0485}{0,08} + \frac{0,005}{0,093} + \frac{0,005}{46,4} + \frac{1}{6,71}} = 7,1 \quad W$$

$$T_{KS} = T_{lití1} - q_{1\dot{z}l} \cdot \frac{1}{\alpha_1} = 675 - 809,15 * \frac{1}{2963} = 674,73 \quad ^\circ C \quad (95)$$

$$T_{HD} = T_{KS} - q_{1\dot{z}l} \cdot \frac{\delta_1}{\lambda_1} = 674,73 - 809,15 * \frac{0,0485}{0,08} = 184,18 \quad ^\circ C$$

$$T_{PY} = T_{HD} - q_{1\dot{z}l} \cdot \frac{\delta_2}{\lambda_2} = 184,18 - 809,15 * \frac{0,005}{0,093} = 140,68 \quad ^\circ C$$

$$T_{OC} = T_{PY} - q_{1\dot{z}l} \cdot \frac{\delta_3}{\lambda_3} = 140,68 - 809,15 * \frac{0,005}{46,4} = 140,59 \quad ^\circ C$$

$$T_{OC} = T_{2\infty} - q_{1\dot{z}l} \cdot \frac{1}{\alpha_2} = 20 + 809,15 * \frac{1}{6,71} = 140,59 \quad ^\circ C$$

7.5.10. Výpočet ztrát žlabu – svislý řez a výpočet teplot na rozhraní vrstev

$$q_2 = \frac{(T_{lití1} - T_O)}{\frac{1}{\alpha_{1Al}} + \frac{\delta_{1V}}{\lambda_{HD}} + \frac{\delta_{2V}}{\lambda_{PY}} + \frac{\delta_{3V}}{\lambda_{Oc}} + \frac{1}{\alpha_{2vz}}} \quad (96)$$

$$q_2 = \frac{(675 - 20)}{\frac{1}{2963} + \frac{0,053}{0,08} + \frac{0,005}{0,093} + \frac{0,005}{46,4} + \frac{1}{6,71}} = 756,58 \quad W * m^{-2}$$

$$T_{KS} = T_{lití} - q_2 \cdot \frac{1}{\alpha_1} = 675 - 756,58 * \frac{1}{2963} = 674,74 \quad ^\circ C$$

$$T_{HD} = T_{KS} - q_2 \cdot \frac{\delta_1}{\lambda_1} = 674,74 - 756,58 * \frac{0,053}{0,08} = 173,51 \quad ^\circ C$$

$$T_{PY} = T_{HD} - q_2 \cdot \frac{\delta_2}{\lambda_2} = 173,51 - 756,58 * \frac{0,005}{0,093} = 132,83 \quad ^\circ C$$

$$T_{OC} = T_{PY} - q_2 \cdot \frac{\delta_3}{\lambda_3} = 132,83 - 756,58 * \frac{0,005}{46,4} = 132,75 \quad ^\circ C$$

$$T_{OC} = T_{2\infty} - q_2 \cdot \frac{1}{\alpha_2} = 20 + 756,58 * \frac{1}{6,71} = 132,75 \quad ^\circ C$$

7.5.11. Výpočet teploty kovu vlivem ztrát ve žlabu T_{vyst}

$$\dot{Q}_{vst} = \frac{m_{SAl}}{60} * C_{plAl} * T_{lití1} = 0,111 * 1180 * 675 = 88411,5 \quad W \quad (97)$$

$$\dot{Q}_{ztr} = q_{žl} * A_{žl} = 774,10 * 0,16642 = 128,83 \quad W$$

$$\dot{Q}_{ztr\,celk} = \dot{Q}_{ztr} + \dot{Q}_{sal} = 128,83 + 84,67 = 213,50 \quad W$$

$$A_{žl} = (2 \cdot h_{žl} + \pi \cdot r) \cdot l_{žl} = 0,073 * 2 + \pi * \frac{0,013}{2} = 0,16642 \quad m^2$$

$$T_{vyst} = \frac{\dot{Q}_{vst} - \dot{Q}_{ztr}}{\frac{m_{SAl}}{60} \cdot C_{plAl}} = 673,37 \quad ^\circ C$$

7.6. Výpočet ztrát licí hlavy kokily – horní část

7.6.1. Výpočet průtočného průřezu hlavou kokily S_{lAl}

$$S_{lAl} = \frac{\pi d_4^2}{4} \quad [m^2] \quad (98)$$

Kde je: d_4 – vnitřní průměr hlavy kokily [m]

$$S_{lAl} = \frac{\pi * 0,131^2}{4} = 0,0135$$

7.6.2. Určení průtočného množství hliníku hlavou kokily m_{SAl} :

$$m_{SAl} = \rho_{SAl} \frac{\pi D_{č}^2}{4} v_l \quad [kg * s^{-1}] \quad (99)$$

Kde je: $D_{č}$ – průměr odlitku [m]

ρ_{lAl} – hustota tekutého hliníku [$kg \cdot m^{-3}$]

v_l – rychlosť lití [m^*s^{-1}]

$$m_{SAl} = 2700 \cdot \frac{\pi * 0,151^2}{4} \cdot 0,0023 = 0,111 \quad kg * s^{-1}$$

7.6.3. Určení průtočné rychlosťi hliníkové taveniny hlavou

kokily w_{lAl} :

$$w_{lAl} = \frac{m_{SAl}}{\rho_{lAl} * S} \quad [m * s^{-1}] \quad (100)$$

$$w_{lAl} = \frac{0,111}{2380 * 0,0135} = 0,00357 \quad m * s^{-1}$$

7.6.4. Stanovení Reynoldsovo kritéria pro průtok kruhovým

průřezem (92)

$$Re = \frac{w_{SAl} * d_4}{\nu} \quad [-]$$

Kde je: ν - Kinematická viskozita [$m^2 \cdot s^{-1}$]

$$\eta(T) = \eta_o \exp(E/RT) \quad [mPa \cdot s]$$

Kde je: η - Dynamická viskozita [$m \cdot Pa \cdot s$]

η_o - Dynamická pre-exponenciální viskozita [$mPa \cdot s$]

T - Teplota, pro kterou je viskozita kalkulována [K]

R - Plynová konstanta $8,3144 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

$$\nu = \frac{\eta}{\rho_{lAl}} \quad [m^2 * s^{-1}]$$

$$\eta(675) = 0,257 \exp(13,8/8,3144 * 948) = 0,986 \text{ m.Pa.s}$$

$$\nu = \frac{\eta_{(675)}}{\rho_{lAl}} \quad [m^2 * s^{-1}]$$

$$\nu = \frac{0,986}{2380} = 0,414 * 10^{-3} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

$$Re = \frac{0,00357 * 0,131}{0,414 * 10^{-3}} = 1,13$$

$$Pr = \frac{\nu * \rho_{lAl} * c_{plAl}}{\lambda_{lAl}}$$

Kde je: ρ_{lAl} - Hustota tekutého Al [$kg \cdot m^{-3}$]

λ_{lAl} - Součinitel tepelné vodivosti [$W \cdot m^{-1} K^{-1}$]

ρ_{lAl} - Hustota tekutého Al [$kg \cdot m^{-3}$]

$$Pr = \frac{0,414 * 10^{-3} * 2380 * 1170}{97} = 11,78 \quad [-]$$

$$Nu = 0,3 + \frac{0,62 \cdot Re^{\frac{1}{2}} \cdot Pr^{\frac{1}{3}}}{\left[1 + \left(\frac{0,4}{Pr} \right)^{\frac{2}{3}} \right]^{\frac{1}{4}}} \left[1 + \left(\frac{Re}{282000} \right)^{\frac{5}{8}} \right]^{\frac{4}{5}} = \frac{\alpha \cdot D}{\lambda} \quad (101)$$

$$Nu = 0,3 + \frac{0,62 \cdot 1,13^{\frac{1}{2}} \cdot 11,78^{\frac{1}{3}}}{\left[1 + \left(\frac{0,4}{11,78} \right)^{\frac{2}{3}} \right]^{\frac{1}{4}}} \left[1 + \left(\frac{1,13}{282000} \right)^{\frac{5}{8}} \right]^{\frac{4}{5}} = 8,78$$

$$\alpha_{lAl} = \frac{\lambda \cdot Nu}{D_o} \quad [W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}]$$

$$\alpha_{lAl} = \frac{97 \cdot 8,775649}{0,412} = 2068,38 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$$

7.6.5. Výpočet určující teploty pro proudění vzduchu kolem hlavy kokily T_ω

$$T_\omega = \frac{T_{oc} + T_o}{2} \quad [^\circ C]$$

$$T_\omega = \frac{188 + 20}{2} = 104,2 \text{ } ^\circ C$$

Kde je: T_{oc} - Teplota ocelového pláště $[^\circ C]$
 T_o - Teplota okolí $[^\circ C]$

7.6.6. Hodnoty odečtené z tabulek pro vzduch při teplotě 100°C

$$\beta = 3,04 \cdot 10^{-3} K^{-1}$$

$$\nu = 2,334 \cdot 10^{-5} Pa \cdot s$$

$$\lambda = 0,0307 W \cdot m^{-1} K^{-1}$$

$$Pr = 0,727$$

7.6.7. Určení Grasshoffova čísla použitím vztahu (89)

$$Gr = \beta \cdot \frac{g \cdot d_1^3}{\nu^2} \cdot \Delta t = \frac{3,04 \cdot 10^3 * 9,81 * 0,218^3}{(2,334 * 10^{-5})^2} * (175 - 20) = 8,79 \cdot 10^7$$

Pro součin Grasshoffova a Prandtlova dle vztahu (88) dosazením hodnot z tab. 15

$C = 0,54$ a $n = 0,25$ a výpočet teplot na rozhraní vrstev

$$Nu = c * (Gr * Pr)^n = 0,54 * (8,79 \cdot 10^7 * 0,727)^{0,25} = 48,25$$

$$\alpha_{vz} = \frac{\lambda \cdot Nu}{D} = \frac{0,0307 * 48,25}{0,218} = 6,79 W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$$

$$\dot{Q}_s = \frac{(T_{vstup} - T_o) * \pi * L_{Tb}}{\frac{1}{\alpha_{Al} \cdot d_4} + \frac{1}{2 \cdot \lambda_{HD}} * \ln \frac{d_3}{d_4} + \frac{1}{2 \cdot \lambda_P} * \ln \frac{d_2}{d_3} + \frac{1}{2 \cdot \lambda_{oc}} * \ln \frac{d_1}{d_2} + \frac{1}{\alpha_{vz} \cdot d_1}} =$$

$$= \frac{(673,37 - 20) * \pi * 0,133}{\frac{1}{2068,0,131} + \frac{1}{2,0,08} * \ln \frac{0,198}{0,131} + \frac{1}{2,0,093} * \ln \frac{0,208}{0,198} + \frac{1}{2,46,4} * \ln \frac{0,218}{0,208} + \frac{1}{6,79,0,218}}$$

$$\dot{Q}_s = \frac{273,00}{0,0036 + 2,58 + 0,265 + 0,005 + 0,675} = 77,368 W$$

$$T_{KS} = T_{Lití} - \frac{\dot{Q}_s}{\alpha_{lAl} \cdot \pi \cdot d_4 \cdot l_{Tb}} = \left[K(\text{ }^\circ C) - \frac{W}{\frac{W}{K(\text{ }^\circ C) * m^2} \cdot m * m} \right]$$

$$T_{KS} = 673,00 - \frac{77,368}{2,068 * 10^3 * \pi * 0,131 * 0,133} = 672,32^\circ C$$

$$T_{Hb} = T - \frac{\dot{Q}_S \cdot \ln d_3}{2 \cdot \pi \cdot \lambda_{Hb} \cdot l_{Tb}}$$

$$T_{Hb} = 672,32 - \frac{77,368 \cdot \ln \frac{0,198}{0,131}}{2 \cdot \pi \cdot 0,08 \cdot 0,133} = 652,21 - \frac{31,99}{0,067} = 194,28^\circ C$$

$$T_{PY} = T_2 - \frac{\dot{Q}_S \cdot \ln \frac{d_2}{d_3}}{2 \cdot \pi \cdot \lambda_{PY} \cdot l_{Tb}}$$

$$T_{PY} = 194,28 - \frac{77,368 \cdot \ln \frac{0,208}{0,198}}{2 \cdot \pi \cdot 0,093 \cdot 0,133} = 174,17 - \frac{3,82}{0,069} = 145,23^\circ C$$

$$T_{OC} = T_O + \frac{\dot{Q}_S}{\alpha \cdot \pi \cdot d_1 \cdot l_{Tb}}$$

$$T_{OC} = 20 + \frac{77,368}{6,79 \cdot \pi \cdot 0,218 \cdot 0,133} = 145,09^\circ C$$

7.6.8. Výpočet ztrát na pozici keramické hlavy „Timbel“

$$\dot{Q}_{vst} = \frac{m_{sAl}}{60} * C_{plAl} * T_{lití} = 0,111 * 1180 * 673,37 = 88198 W$$

$$\dot{Q}_{ztr} = q_{TB} * A_{Ti} = 77,368 * 0,0535 = 4,14 W$$

$$A_{Ti} = 2\pi r_4 \cdot l_{Ti} = 2 \cdot \pi \cdot 0,0655 \cdot 0,13 = 0,0535 m^2$$

$$T_{vydsti} = \frac{\dot{Q}_{vst} - \dot{Q}_{ztr}}{\frac{m_{sAl}}{60} \cdot C_{plAl}} = 673,33^\circ C$$

7.6.9. Výpočet ztrát na pozici keramického kroužku „T-plate“

$$\dot{q}_{TP} = \frac{(T_{vydst2} - T_O)}{\frac{1}{\alpha_2} + \frac{d_{GR2} - d_{Tp}}{\lambda_{Tp}} + \frac{d_{kokila} - d_{GR2}}{\lambda_{Al}} + \frac{d_{ocel} - d_{kokila}}{\lambda_{Ocel}}} \quad (102)$$

$$\dot{q}_{TP} = \frac{(673,33 - 20)}{\frac{1}{2068} + \frac{0,04}{0,198} + \frac{0,06}{268} + \frac{0,2}{46,4}} = 3155,60 W \cdot m^{-2}$$

7.6.10. Výpočet teploty kovu v keramickém kroužku „T-plate“ T_{vydstp}

$$\dot{Q}_{vst} = \frac{m_{sAl}}{60} * C_{plAl} * T_{lití} = 0,111 * 1180 * 673,33 = 88192,76 W$$

$$\dot{Q}_{ztr} = \dot{q}_{TP} * A_{zL} = 3155,60 * 0,01646 = 51,94 W$$

$$A_{zl} = 2\pi r_4 \cdot l_{Tp} = 2 \cdot \pi \cdot 0.0655 \cdot 0.04 = 0,01645 \quad m^2$$

$$T_{vystTp} = \frac{\dot{Q}_{vst} - \dot{Q}_{ztr}}{\frac{m_{sAl}}{60} \cdot c_{pAl}} = 672,93 \quad ^\circ C$$

7.6.11. Výpočet ztrát na pozici grafitového kroužku

$$\begin{aligned} q_{GR} &= \frac{(T_{vyst2} - T_V)}{\frac{1}{\alpha_2} + \frac{d_{GR2} - d_{GR1}}{\lambda_{Tp}} + \frac{d_{kok1} - d_{GR2}}{\lambda_{Al}} + \frac{1}{\alpha_1}} & (103) \\ q_{GR} &= \frac{(672,93 - 20)}{\frac{1}{2068} + \frac{0,0162}{138} + \frac{0,005}{198,7} + \frac{1}{1024}} = 407399,78 \quad W \cdot m^{-2} \end{aligned}$$

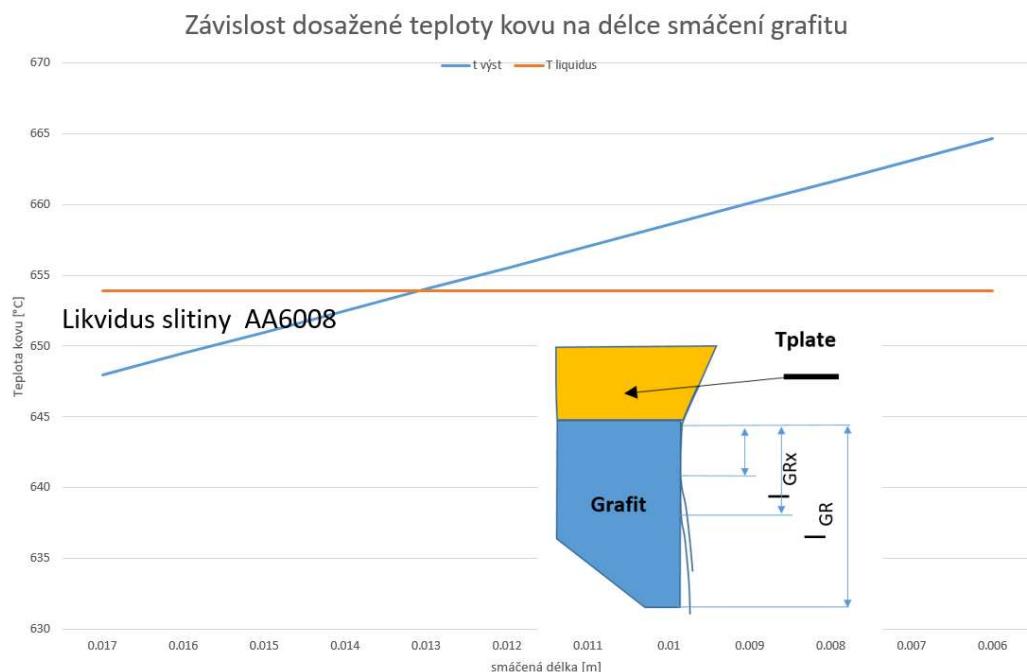
7.6.12. Výpočet teploty kovu v grafitovém kroužku T_{vystGR}

$$\dot{Q}_{vst} = \frac{m_{sAl}}{60} * C_{plAl} * T_{lití} = 0,111 * 1180 * 672,93 = 88140,37 \quad W$$

$$\dot{Q}_{ztr} = q_{GR} * A_{GR} = 407399,78 * 0.00829 = 3377,34 \quad W$$

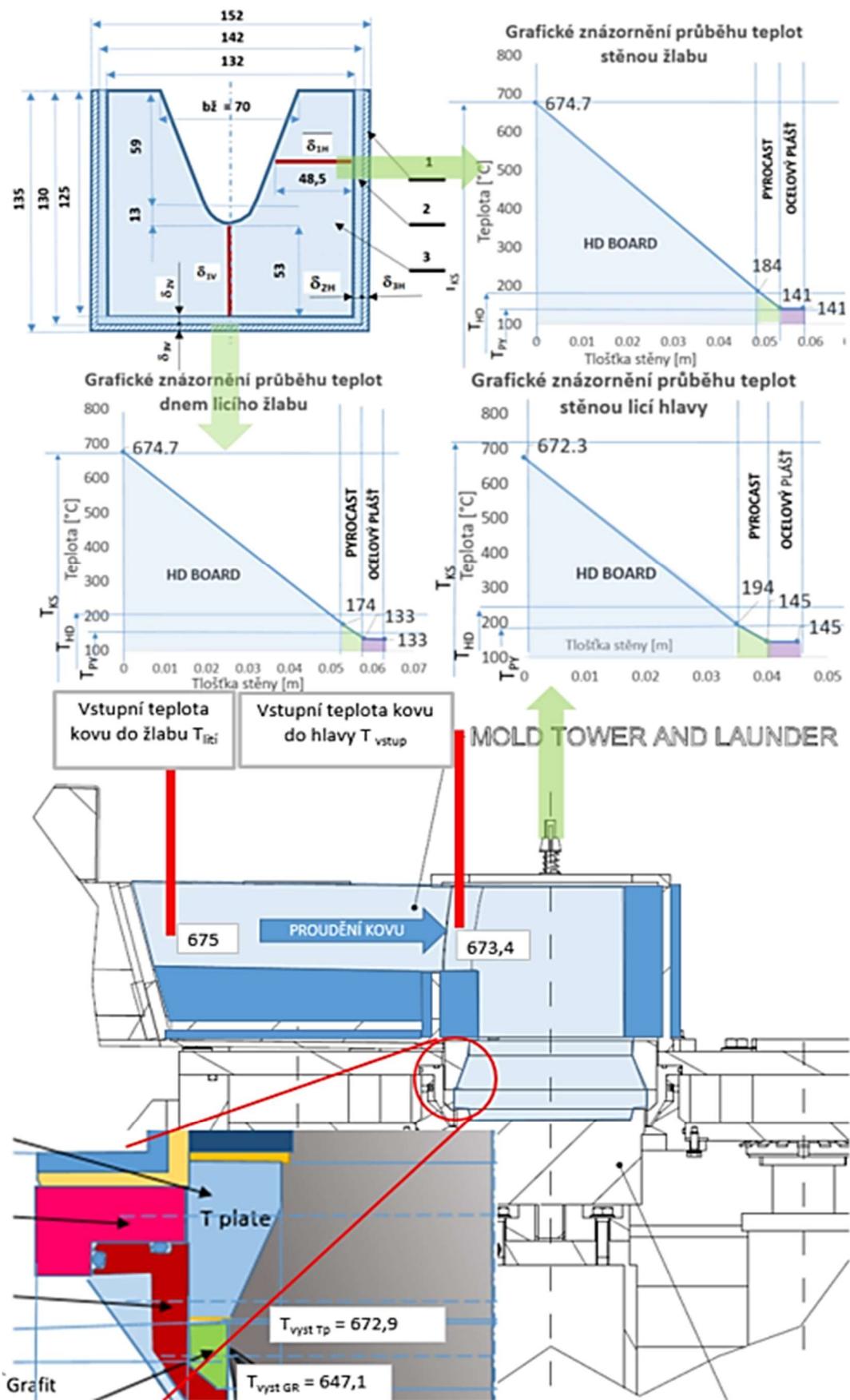
$$A_{GR} = 2\pi r_{GR1} \cdot l_{GR} = 2 \cdot \pi \cdot 0.0775 \cdot 0.017 = 0,00829 \quad m^{-2}$$

$$T_{vystGR} = \frac{\dot{Q}_{vst} - \dot{Q}_{ztr}}{\frac{m_{sAl}}{60} \cdot c_{pAl}} = 647,14 \quad ^\circ C$$



Obr. 98 Závislost dosažené teploty kovu odvodem tepla přes stěnu grafitu v závislosti na smáčené (kontaktní) délce grafitového kroužku

Vzhledem k změně objemu při krystalizaci kovu a odtržení kovu od povrchu grafitového kroužku viz obr. 98, kde je v grafu vyobrazena změna teploty vlivem rozdílného odvodu tepla vlivem délky smáčené plochy



Obr. 99 Shrnutí vypočtených teplot v důležitých bodech licího systém [$^{\circ}\text{C}$], kalkulace byla provedena pro slitinu AA 6008 dle licích parametrů uvedených v obr. 95

7.6.13. Tlakové proudění vody během chlazení kokily - mezikruží

Při výpočtech v této kapitole vycházíme z již popisovaných závislostí pro jednosměrné newtonské kapaliny popisované v kapitole 4.2.2. Do všech uváděných vztahů, týkajících se proudění uvnitř trubek, se za charakteristický rozměr u trubky kruhového průřezu dosazuje její vnitřní průměr. Vztahu však může být použito i pro kanály nekruhového průřezu i pro výpočet koeficientu přestupu tepla na stěnu trubek podélne obtékaného svazku uzavřeného v pláště a dosazujeme do vztahu tzv. ekvivalentního průměru d_{ekv} . Vzhledem k tomu, že neznáme tlakové poměry uvnitř kokily, použijeme ho pro výpočet Reinoldsova čísla a stanovení druhu proudění.

$$d_{ekv} = \frac{4S}{O} = \frac{4 \cdot 0,000496}{0,9927} = 0,002 \text{ m} \quad (104)$$

Kde: O je obvod smáčený tekutinou a

S je průřez kanálu.

$$S = \pi \cdot (R_2^2 - R_1^2) = \pi \cdot (0,0795^2 - 0,0785^2) = 0,000496 \text{ m}^2$$

$$O = 2\pi(R_1 + R_2) = 2 \cdot \pi \cdot (0,0795 + 0,0785) = 0,9927 \text{ m}$$

Kde $R_1 = 0,0795 \text{ m}$ - vnitřní rozměr kanálu kokily,

$R_2 = 0,0785 \text{ m}$ - vnější rozměr kanálu kokily,

Výpočet Reinoldsova čísla dle vztahu (39)

$$Re = \frac{v \cdot d_{ekv}}{\nu} = \frac{3,192 \cdot 0,002}{1,004 \cdot 10^{-6}} = 6340$$

$$v = \frac{Q_v}{S} \quad [m \cdot s^{-1}] \quad (105)$$

$$Q_v = S \cdot v = 0,000496 \cdot 3,192 = 0,00158 \text{ [m}^3 \cdot \text{s}^{-1}\text{]}$$

$$v = \frac{m}{\rho_v \cdot S} = \frac{1,579}{997,0 \cdot 0,000496} = 3,192 \quad [m \cdot s^{-1}] \quad (106)$$

Kde: $v = 1,004 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (pro tepl. vody 20°C) kinem. viskozita - viz obr. 100

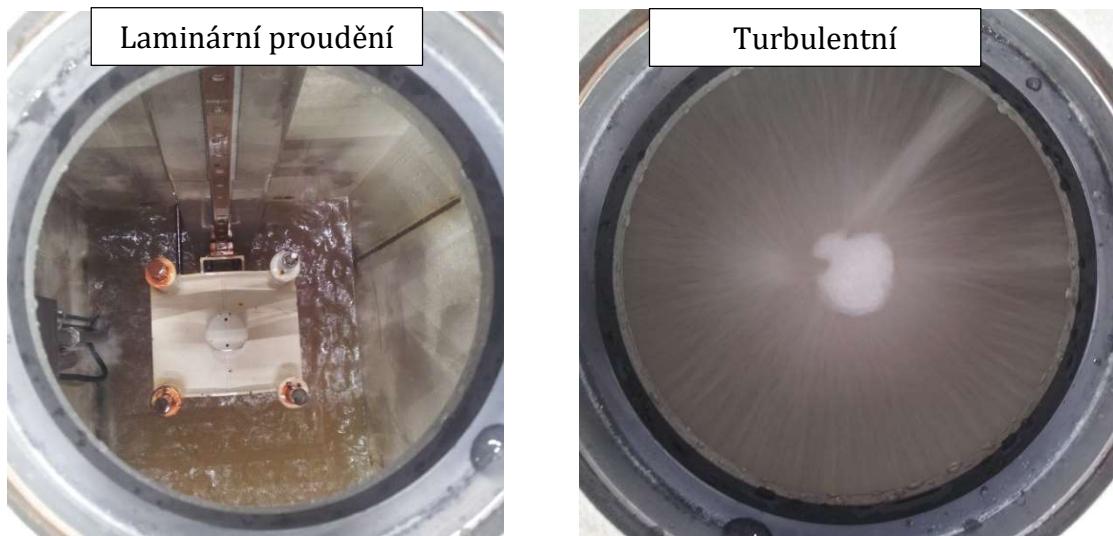
$\rho_v = 997 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ je hustota vody

$l = 0,04 \text{ m}$ – délka kanálu,

Q_v je objemový průtok vody

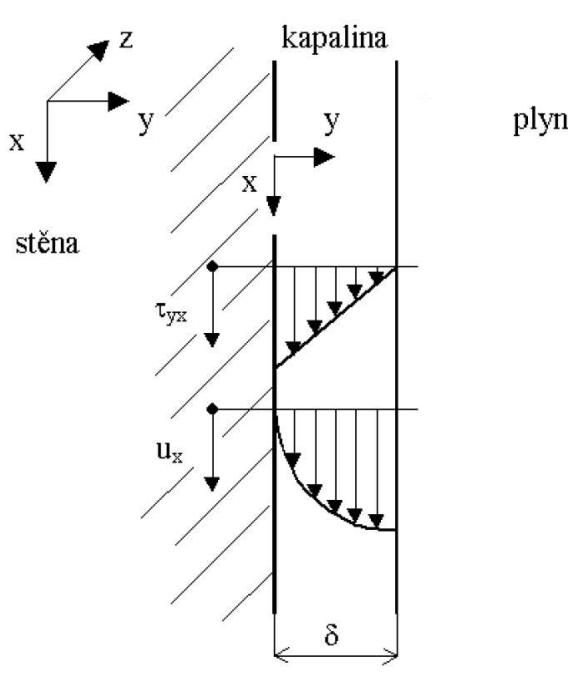
průtok kokilou = 95 l/min (viz parametry lití obr. 95), Tedy je splněna podmínka $2300 < Re < 5 \cdot 10^6$ – to znamená, že se jedná o turbulentní proudění

$$\lambda = \frac{0,3164}{\sqrt[4]{Re}} = \frac{0,3164}{\sqrt[4]{6340}} = 0,0355 \quad [W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}] \quad (107)$$



Obr. 100 Ukázka laminárního a turbulentního proudění při změně průtoku chladící vody kokilou

Tento turbulentní proud dopadá na horký odlitek a postupně zpomaluje a ustálí se na konstantní rychlosti v oblasti teplot pod 100°C . Viskózní kapalina, která ulpívá na svislé stěně, stéká po ní vlivem tříhového zrychlení - obr. 100. Předpokládá se již izotermické proudění ($t = \text{konst.}$), které je také izoviskózní. ($\eta = \text{konst.}$).



| Teplota [$^{\circ}\text{C}$] | Dynamická viskozita $10^{-3} [\text{Pa.s}]$ | Kinematická viskozita $10^{-6} \text{m}^2\text{s}^{-1}$ |
|-----------------------------------|--|--|
| 0 | 1,787 | 1,787 |
| 5 | 1,519 | 1,519 |
| 10 | 1,307 | 1,307 |
| 20 | 1,002 | 1,004 |
| 30 | 0,798 | 0,801 |
| 40 | 0,653 | 0,658 |
| 50 | 0,547 | 0,553 |
| 60 | 0,467 | 0,475 |
| 70 | 0,404 | 0,413 |
| 80 | 0,355 | 0,365 |
| 90 | 0,315 | 0,326 |
| 100 | 0,282 | 0,294 |

Obr. 101 Proudění vody kolem odlitku a hodnoty viskozity vody [38]

Stékání po svislé stěně – povrchu čepu během DC polokontinuálního lití. Ověření předpokladu jednorozměrného proudění laminární, nebo turbulentní se určí dle hodnoty

Reynoldsovo čísla. V případě nekruhového profilu je Reynoldsovo číslo definováno dle vztahu:

$$Re_h = \frac{\bar{u} \cdot d_h}{\nu} = \frac{\bar{u}}{\mu} d_h \cdot \rho_v$$

Kde :
 d_h - je hydraulický průměr,
 \bar{u} – střední rychlosť,
 ν - kinematická viskozita,
 μ - dynamická viskozita,
 ρ_v – hustota vody

Pro určení tloušťky vodního filmu stékajícího po stěně můžeme použít vztahu:

$$h = \sqrt[3]{\frac{3Q_v \nu}{gb}} = \sqrt[3]{\frac{3 \cdot 0,00158 \cdot 1,002 \cdot 10^{-6}}{9,81 \cdot 0,001}} = 0,00786 \text{ m} \quad (108)$$

Hydraulický průměr: $d_h = 4\delta = 4 \cdot 0,00198 = 0,00792 \text{ mm}$

Střední rychlosť:

$$\bar{u} = \frac{1}{3} \cdot \frac{g \cdot h^2}{\nu} = \frac{997 \cdot 9,81 \cdot 0,00786^2}{3 \cdot 3,192} = 0,063 \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (109)$$

Reynoldsovo číslo:

$$Re_h = \frac{\bar{u} \cdot 4\delta}{\nu} = \frac{4 \cdot V_{1m}}{\nu} = \frac{0,063 \cdot 4 \cdot 0,00792}{6,61 \cdot 10^{-7}} = 3019$$

Kde: V_{1m} – intenzita skrápění (objemový tok na 1 m délky)

| | | |
|-------------|----------------------|--------------------|
| Režim toku: | laminární oblast | $Re < 25$ |
| | pseudolaminární | $25 < Re < 1000$ |
| | přechodová oblast | $1000 < Re < 1500$ |
| | turbulentní proudění | $1500 < Re <$ |

Pozn. Pseudolaminární oblast – v jádru proudu je laminární proudění na povrchu proudící vrstvy se objevuje zvlnění a víry

Pro turbulentní oblast můžeme použít vztahu:

$$Pr = \frac{\nu \cdot \rho \cdot c_p}{\lambda} = \frac{0,658 \cdot 997 \cdot 4,181}{0,634} = 4326 \quad (110)$$

Pro výpočet Prandtlova čísla použijeme hodnotu $C_p = 4181 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ K}$ a koeficient tepelné vodivosti vody $\lambda_v = 0,634 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

$$\alpha = \frac{N_u \cdot \lambda_v}{l} \quad (111)$$

Abychom rozhodli, jaký použijeme výpočet pro Nusseltovo číslo, musíme ještě vypočítat číslo Grashoffovo, objemová roztažnost vody = $190 \cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$.

$$Gr = \gamma \cdot \Delta T \cdot \frac{g \cdot l^3}{\nu^2} = 0,18 \cdot 10^{-3} \cdot (60 - 30) \cdot \frac{9,81 \cdot 0,304^3}{(6,61 \cdot 10^{-7})^2} = 3,04 \cdot 10^9 \quad (112)$$

Přechod k turbulentnímu proudění dochází při $10^8 < Gr_L < 10^9$ pro přirozenou konvekci na svislé stěně. Při vyšších Grashofových číslech je mezní vrstva turbulentní a při nižších laminární.

$$Nu = \left(0,825 + \frac{0,387 \cdot (Gr \cdot Pr)^{\frac{1}{6}}}{\left[1 + \left(\frac{0,492}{Pr} \right)^{\frac{9}{15}} \right]^{\frac{8}{27}}} \right)^2 = \frac{\alpha \cdot L}{\lambda} \quad (113)$$

$$Nu = \left(0,825 + \frac{0,387 \cdot (2,27 \cdot 10^9 \cdot 4326)^{\frac{1}{6}}}{\left[1 + \left(\frac{0,492}{4326} \right)^{\frac{9}{15}} \right]^{\frac{8}{27}}} \right)^2 = 3293,06$$

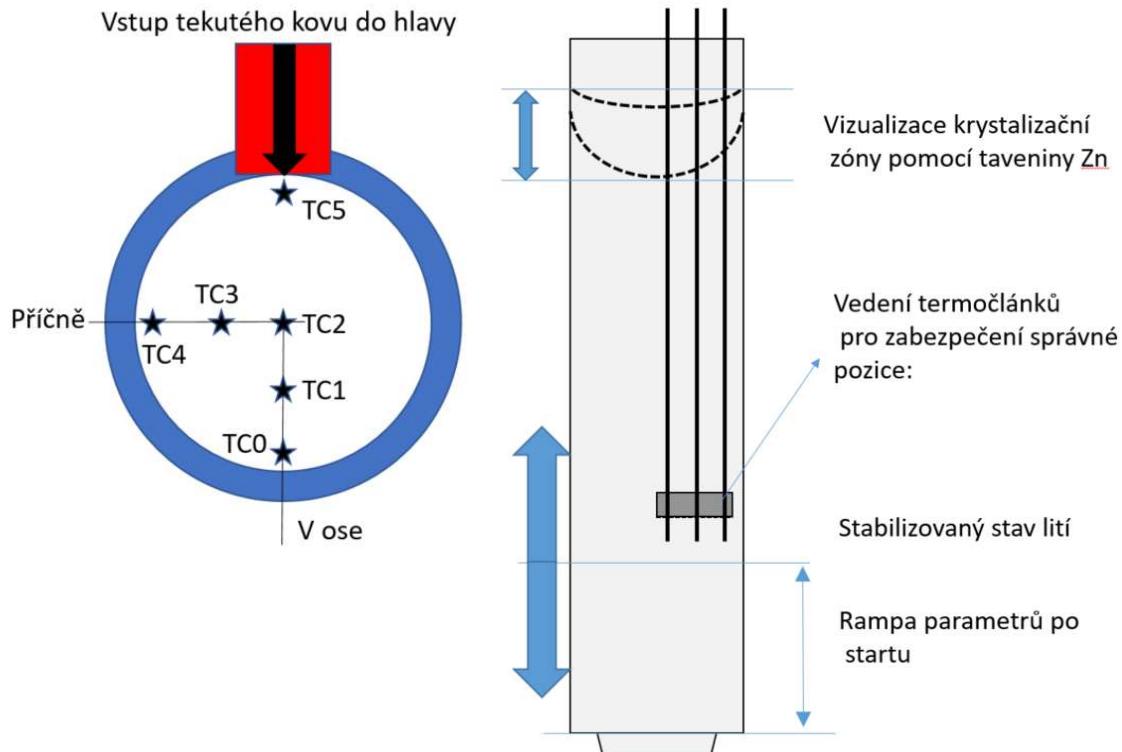
$$\alpha = \frac{Nu \cdot \lambda}{L} = \frac{3293,06 \cdot 0,634}{2} = 1043,9 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$$

Pokusil jsem se popsat a spočítat oblasti proudění a přestupu tepla v kokile a v oblasti bez změny skupenského tepla. Pro oblast dopadu vody na odlitek a oblast varu vody s odtrháváním vodní clony je příliš složitý a proto bylo provedeno reálné měření během lití.

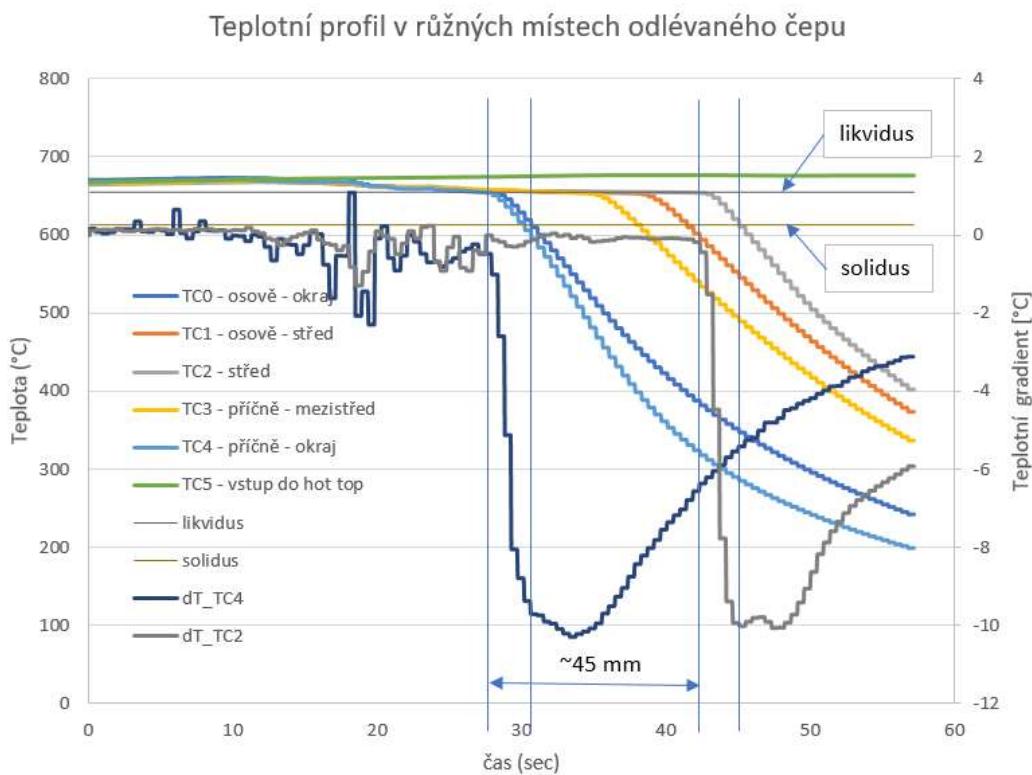
7.7. Posouzení přenosu tepla na základě měření teplot během odlévání slitiny AA6008

Během odlévání slitiny AA 6008 byly po stabilizaci parametrů zavedeny termočlánky do tekutého kovu v hlavě HotTop a jejich posuv byl synchronizován s pohybem licího stolu a termočlánky se posouvaly spolu s taveninou přes přechodovou oblast až do ztuhlého kovu. Termočlánky byly rozmištěny dle obr. 101. Na obr 102 je viditelný pokles teplot v jednotlivých místech odlévaného čepu. Časový posun poklesu teploty mezi středem a okrajem je způsobem tvarem krystalizační fronty a její profil je

vyobrazen na obr. 104. Tento profil byl získán přidáním tekutého Zn během odlévání a následného rozříznutí čepu v podélném směru a zvýrazněním leptáním NaOH po ofrézování povrchu.



Obr. 102 - Vzdálenosti os termočlánků od středu čepu:

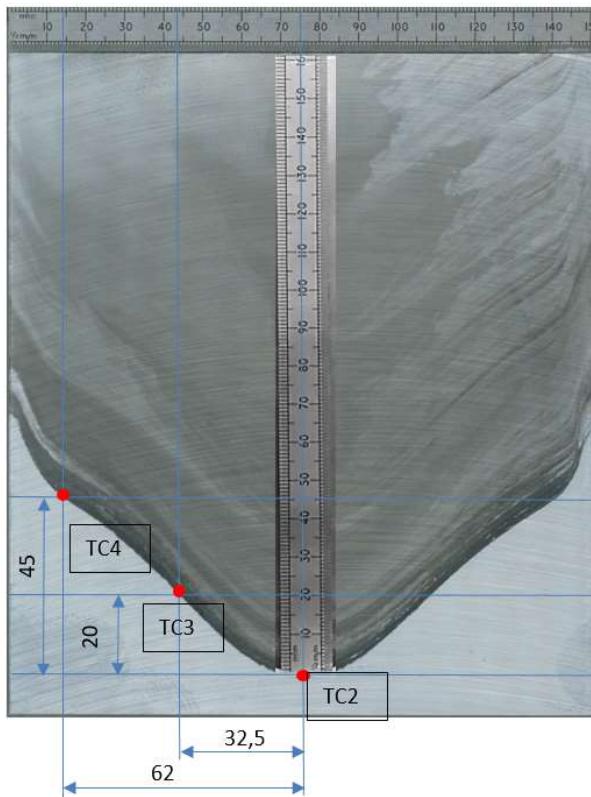


Obr. 103 Průběhy teplot naměřených termočlánky rozmištěných dle obr. 101

TC0 (okraj v ose vstupu): 62 mm, TC1 (mezistřed v ose vstupu): 32.5 mm

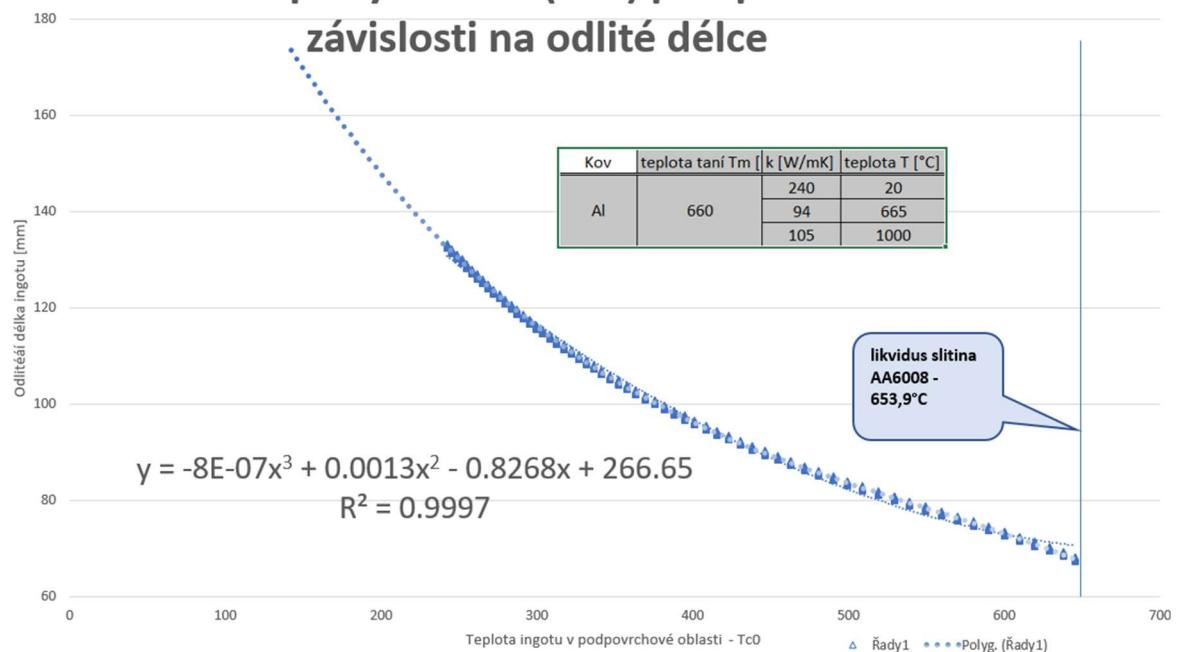
TC2 (střed čepu): 0 mm, TC3 (mezistřed příčně): 32.5 mm

TC4 (okraj příčně): 62 mm



Obr. 104 Rozmístění termočlánků během odlévání slitiny AA6008 a jejich pozice v momentě průchodu krystalizační fronty (izotermy)

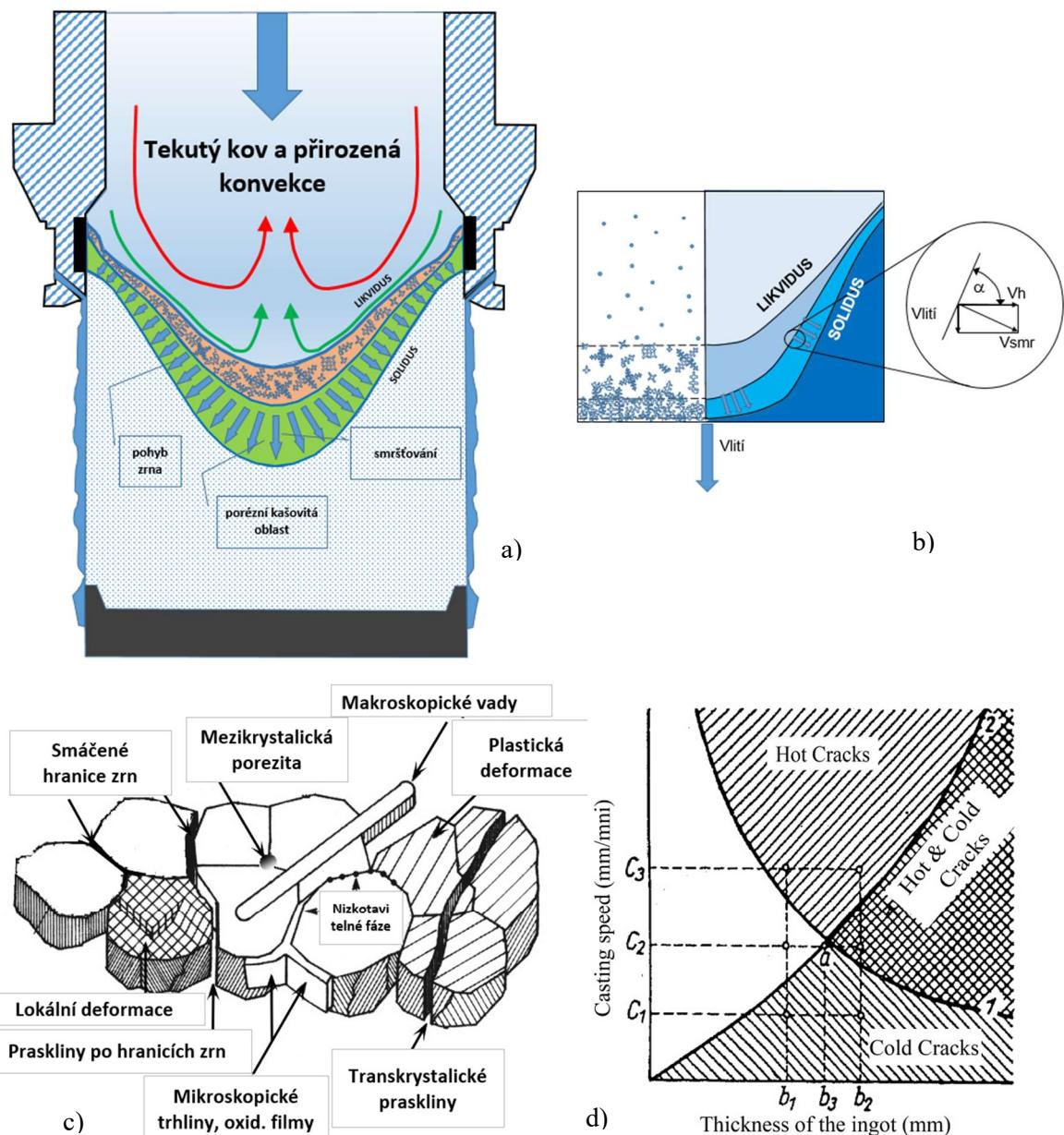
Pokles teploty odlitku (TC0) pod povrchem v



Obr. 105 Průběh teploty odlitku pod povrchem v pozici TC0 během odlévání slitiny AA6008 v stabilizovaném stavu – rozložení termočlánků viz Obr. 103

8. VLASTNÍ EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Vlastní licí proces je nastaven s cílem co nejlepší kvality odlévaného čepu a to nejen z pohledu povrchové kvality, ale i z pohledu struktury po průřezu odlitku. Cílem je tedy co nejkvalitnější povrch, minimální segregace jak v podpovrchové vrstvě čepu, tak po průřezu odlitku, rovnoměrné zrno po průřezu, bez porezity, vnitřních nespojitostí, vmešťků a prasklin..



Obr. 106 a) schéma licí hlavy a proudění kovu b) Detail kryštalinizace c) Souhrn možných vlivů na iniciaci prasklin d) Závislost velikosti ingotu a licí rychlosti na vznik prasklin.

Jeden z hlavních kritérií pro stanovení optimálních licích parametrů je zamezení tvorby vnitřních prasklin. Jeden z nejdůležitějších předpokladů pro kvalitní odlitek je jemnozrnná struktura Než se zaměříme na analyzování ovlivnění velikosti zrna různými

metodami očkování, či rafinací intermetalických fází apod., musíme si nejprve ověřit, jaký vliv mají základní licí parametry na ovlivňování tvorby licího zrna. Jedná se o licí rychlost, množství chladící vody, teplota chladící vody, teplota kovu, výška kovu v kokile. O licích technologiích a jejich vlivu na kvalitu odlitků toho bylo již popisováno v kapitole č 3 velmi mnoho, ale na detaily vlivu vlastních licích parametrů, bych se chtěl zaměřit v této části práce. Na obr. 106 a) je schéma testovacího licího systému „Hot Top“ a na obr. 106 d) je znázorněna závislost velikosti odlitku a licí rychlosti a oblast s vznikem prasklin za tepla a za studena. Na obr 106 c) je znázorněno, které všechny faktory mohou přispívat k iniciaci vzniku prasklin.

8.1. Vliv licích parametrů na velikost zrna během DC odlévání pomocí horké hlavy (HotTop)

8.1.1. Vliv licí rychlosti

V řadě publikací již byl popisován vliv licí rychlosti na krystalizaci kruhových ingotů [49,58,59,60,61]. V literatuře je popisováno, že se zvyšující rychlostí se zvyšuje rychlosť krystalizace, a že tím pádem dochází k vzniku jemnějšího zrna. O důležitosti dosažení co nejjemnějšího zrna v odlitku již bylo prezentováno v pracích [Pad1] a dosažení co nejmenšího zrna a tím i rovnoměrnost a velikost intermetalických fází, je základním požadavkem pro kvalitativní ukazatel odlitku. Pro dosažení co nejjemnějšího zrna je nutno zvolit nejen optimální zjemňovač, ale i optimální dávkování tak, aby byly pokud možno eliminovány veškeré negativní vlivy, které v procesu nastávají [Pad8]. Abychom si ověřili, do jaké míry mají vliv licí parametry na velikost zrna, byl navržen tento experiment, který by měl s dostatečnou přesností kvalifikovat vliv jen parametru licí rychlosti na velikost zrna při zachování konstantní úrovně ostatních parametrů.

Tab. 16 Změna licích parametrů během experimentální tavby – jediným měněným parametrem byla licí rychlost – detail výpočtu viz tab. 17

| Parametr | jednotky | varianta 4 | varianta 3 | varianta 2 | varianta 1 |
|----------------------------|----------------|------------|------------|------------|------------|
| odlitá délka l | mm | 0 | 700 | 1300 | 1800 |
| licí rychlosť $v_{lití}$ | mm/min | 110 | 120 | 130 | 140 |
| průtok kovu V | kg/min | 10.6 | 11.6 | 12.6 | 13.5 |
| chl. voda Q | l/min | 116.0 | 126.5 | 137.0 | 147.6 |
| zjemňovač posuv $l_{draž}$ | cm/min | 5.3 | 5.8 | 6.3 | 6.8 |
| dávkování na tunu | kg/t | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| chlazená plocha S | m ² | 0.052 | 0.057 | 0.062 | 0.066 |
| poměr V/S | 1 | 204 | 204 | 204 | 204 |
| poměr Q/S | 1 | 2222 | 2222 | 2222 | 2222 |

8.1.1.1. Popis experimentu

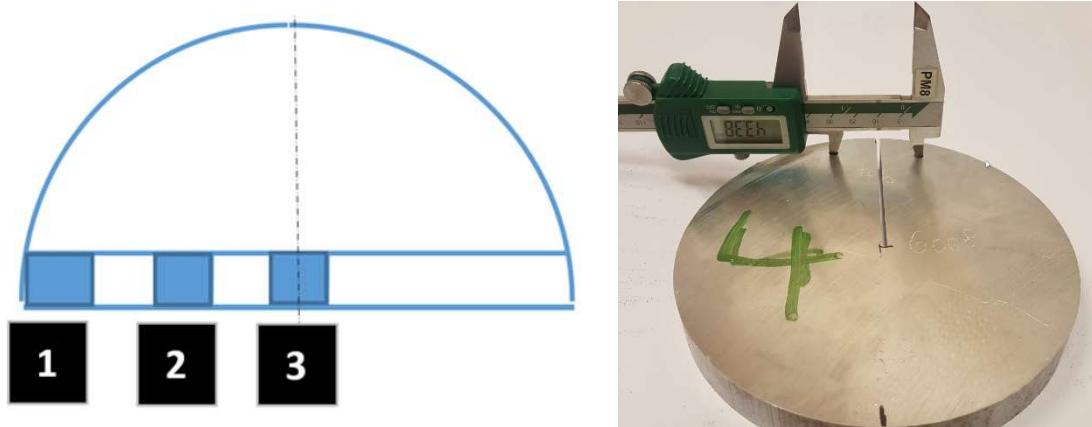
Pro tento experiment bylo použito slitiny AA6008 viz tab. 8 a během odlévání čepů průměru 151mm (6“) se měnila rychlosť lití dle obr. 107. Cíl experimentu byl měnit jen parametr rychlosti lití, aby bylo možno jednoznačně určit vliv jen tohoto parametru na strukturu odlitku. Z tohoto důvodu se musely ostatní parametry přepočítat a byly měněny v závislosti na průtoku kovu kokilou – viz tab. 16, 17. Tento cíl byl aplikován též na dávkování AlTiB 3/1 zjemňovacího drátu a jeho dávkování bylo tedy přepočítáno v závislosti na změně průtoku kovu licím žlabem – viz tab. 17. Protože změna rychlosti lití mění průtok kovu systémem a znamená přímý dopad na velikost ztráty tepla, muselo se měnit i dohřívání kovu během lití, tak aby se udržela teplota v licí hlavě v co možná nejužším rozsahu – viz obr. 112. Díky této regulaci se podařilo kompenzovat vliv zvyšujícího se průtok kovu během odlévání a tedy zvyšování teploty v licí hlavě. Vzorky pro hodnocení mikrostruktury byly vždy odebrány z oblasti čepu po stabilizaci parametrů - viz obr. 107 což znamená, že množství proteklého kovu ovlivněné změnou parametru, bylo vyjmuto z hodnocené oblasti odlitku. Pro ověření vlivu licí rychlosti na profil krystalizační fronty byla do taveniny přidávána tavenina roztaveného Zn pro vizualizaci profilu krystalizační fronty v extrémech rozsahu - viz obr. 111.

Tab č. 17 Pomocná tabulka pro výpočet změny parametrů slitiny experimentu v závislosti na měnící se rychlosti odlévání

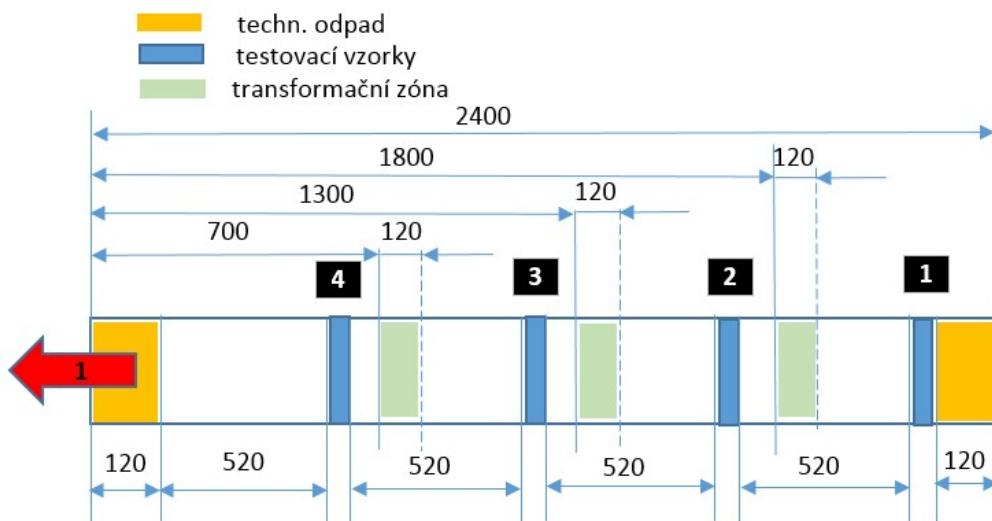
| Přepočet parametrů slitiny v závislosti na změně licí rychlosti | | | | | | | | | |
|--|--------------------|------------------------|---------------------------------------|----------------------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|------------------------|-------------------|
| Průměr čepu [mm] | Počet kokil v rámu | Licí rychlosť [mm/min] | Hustota slitiny [kg/dm ³] | Průtočné množství [kg/min] | Průtočné množství [t/hod] | Rychlosť drátu [cm/min] | Přírůstek obsahu Ti [%] | Přírůstek obsahu B [%] | AlTiB drát [kg/t] |
| 151 | 2 | 110 | 2.7 | 10.64 | 0.638 | 5.3 | 0.0030 | 0.0010 | 1.01 |
| | | 120 | | 11.60 | 0.696 | 5.8 | 0.0030 | 0.0010 | 1.01 |
| | | 130 | | 12.57 | 0.754 | 6.3 | 0.0030 | 0.0010 | 1.01 |
| | | 140 | | 13.54 | 0.812 | 6.8 | 0.0030 | 0.0010 | 1.01 |
| hmotnost - 1 metr AlTi3B drátu = 0,202 kg | | | | | | | | | |

Po odlítí byly z ingotu odebrány vzorky pro hodnocení makrostruktury a poté rozřezány pro hodnocení mikrostruktury – viz obr. 107. Z odlitku byly též odebrány vzorky pro hodnocení profilu krystalizační fronty. Kromě hodnocení makrostruktury, byly ostatní vzorky hodnoceny v podélném směru, tedy ve směru lití. Vzorky pro hodnocení makrostruktury byly leptány v 10 – ti % roztoku NaOH po dobu 3 minut a po oplachu ve vodě a vybělení v roztoku HNO₃ a poté byly rozřezány- viz Obr. 107. Vzorky pro

mikrostruktury byly zalyty do Aralditu a leštěny pro metalografické hodnocení. Vzorky pro hodnocení okrajové vrstvy byly leptány roztokem Keller po dobu 5 - ti sekund. Vzorky pro hodnocení zrna byly anodicky povlakovány v roztoku Barker a hodnoceny v polarizovaném světle [8]. Profily krystalizační fronty byly naskenovány a byl u nich proveden výpočet rychlostí krystalizace v oblasti středu, mezistředu a okraje odlitku - viz obr. 111



Obr. 107 Schéma jednotlivých zón experimentu a odebrané vzorky pro analýzy



Obr. 108 Schéma odběru vzorků pro mikroskopické hodnocení v metalografii a způsob měření vnitřního pnutí v odlitku

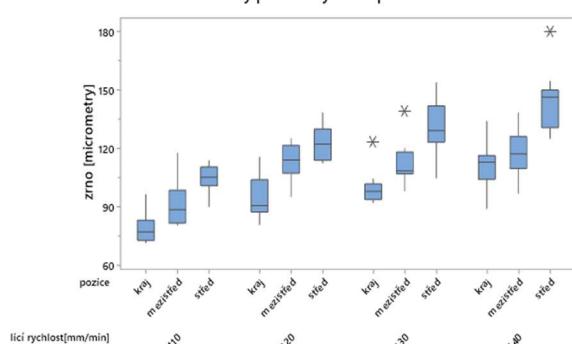
Po odlití byly z ingotu odebrány vzorky pro hodnocení makrostruktury a poté rozřezány pro hodnocení mikrostruktury – viz obr. 108. Z odlitku byly též odebrány vzorky pro hodnocení profilu krystalizační fronty. Kromě hodnocení makrostruktury, byly ostatní vzorky hodnoceny v podélném směru, tedy ve směru lití. Vzorky pro hodnocení makrostruktury byly leptány v 10 – ti % roztoku NaOH po dobu 3 minut a po oplachu ve vodě a vybělení v roztoku HNO₃ a poté byly rozřezány- viz obr. 108. Vzorky pro

mikrostruktury byly zálity do Aralditu a leštěny pro metalografické hodnocení. Vzorky pro hodnocení okrajové vrstvy byly leptány roztokem Keller po dobu 5 - 10 sekund. Vzorky pro hodnocení zrna byly anodicky povlakovány v roztoku Barker a hodnoceny v polarizovaném světle [8]. Profily krystalizační fronty byly naskenovány a byl u nich proveden výpočet rychlostí krystalizace v oblasti středu, mezistředu a okraje odlitku - viz obr. 111

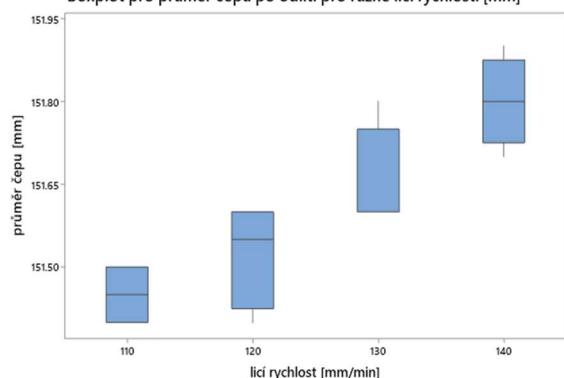
8.1.1.2. Použité metody pro vyhodnocení odlitku

Na metalografickém výbrusu z výřezu se provede hodnocení zrna standardním způsobem dle ASTM E112-96. Vzorky se připraví standardním způsobem, tzn. broušením, leštěním a pak se vzorky anodicky naleptají v elektrolytu dle Barkera a hodnocení velikosti zrna se pozoruje v polarizovaném světle. Hodnocení se provede ve třech směrech napříč polem a výsledná hodnota velikosti zrna je vypočítána jako aritmetický průměr z těchto měření. Měření se opakuje čtyřikrát pro každý vzorek. Toto hodnocení se provede ve třech oblastech čepu a to z okraje, mezistředu a středu odlitku - viz obr. 108

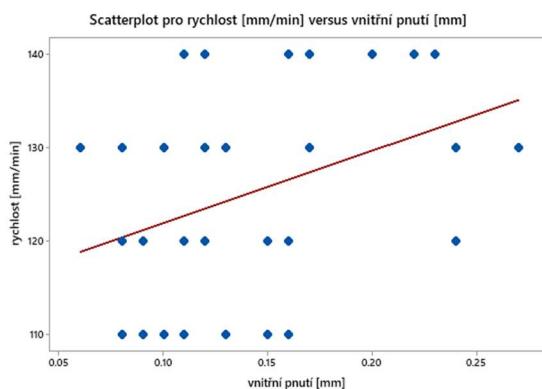
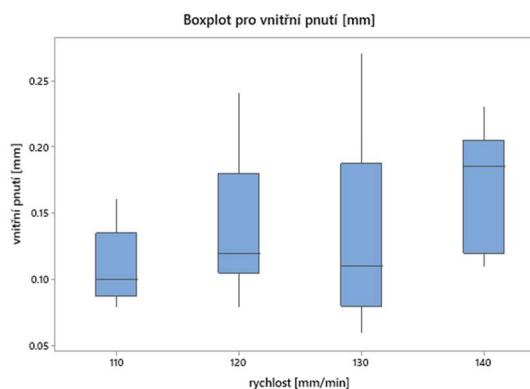
Boxplot pro zrno v různých oblastech čepu vs licí rychlosť pro slitinu AA6008
Všechny ostatní parametry byly modifikovány, aby byly co nejvíce zachovány parametry lichení procesu



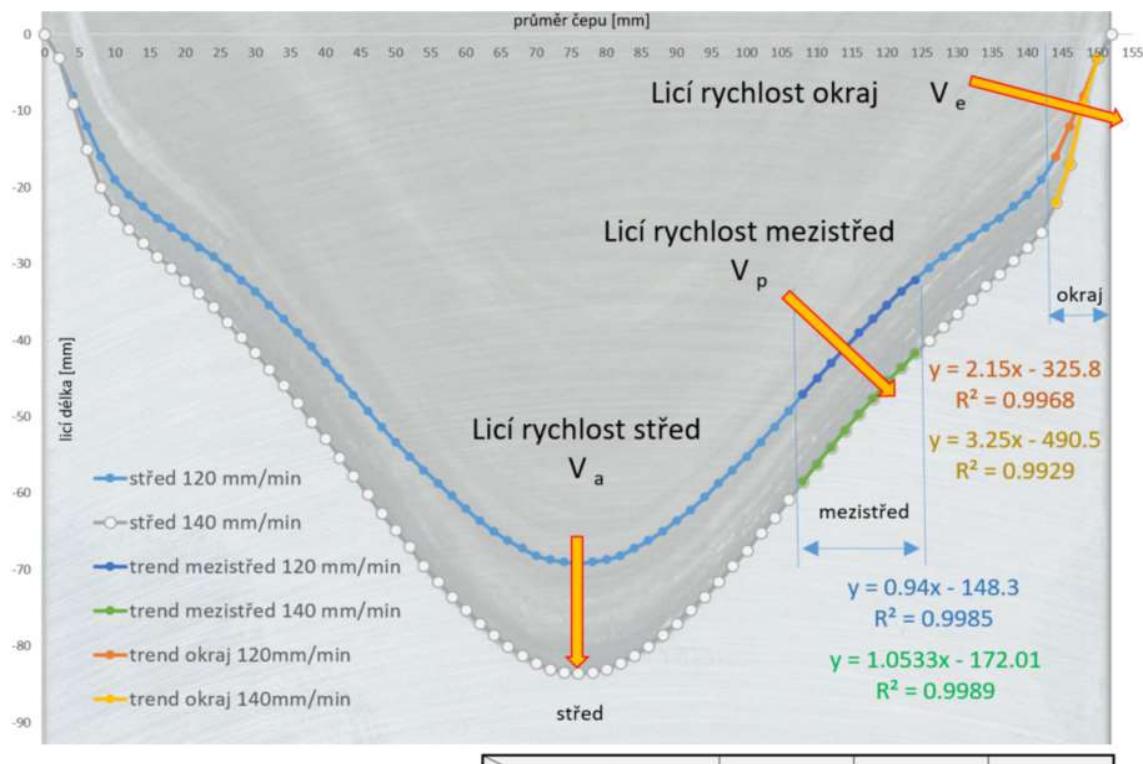
Boxplot pro průměr čepu po odlití pro různé licí rychlosťi [mm]



Obr. 109 Velikost zrna v různých mísťech odlitku a průměr odlitku v závislosti na licí rychlosťi



Obr. 110 Velikost změřeného vnitřního pnutí a trend v bodovém diagramu, vnitřní pnutí se měřilo na nehomogenizovaném výřezu z odlitého čepu, kde se odvrtaly otvory a jejich vzdálenost byla měřena před a po naříznutí výřezu – viz obr. 107 b)



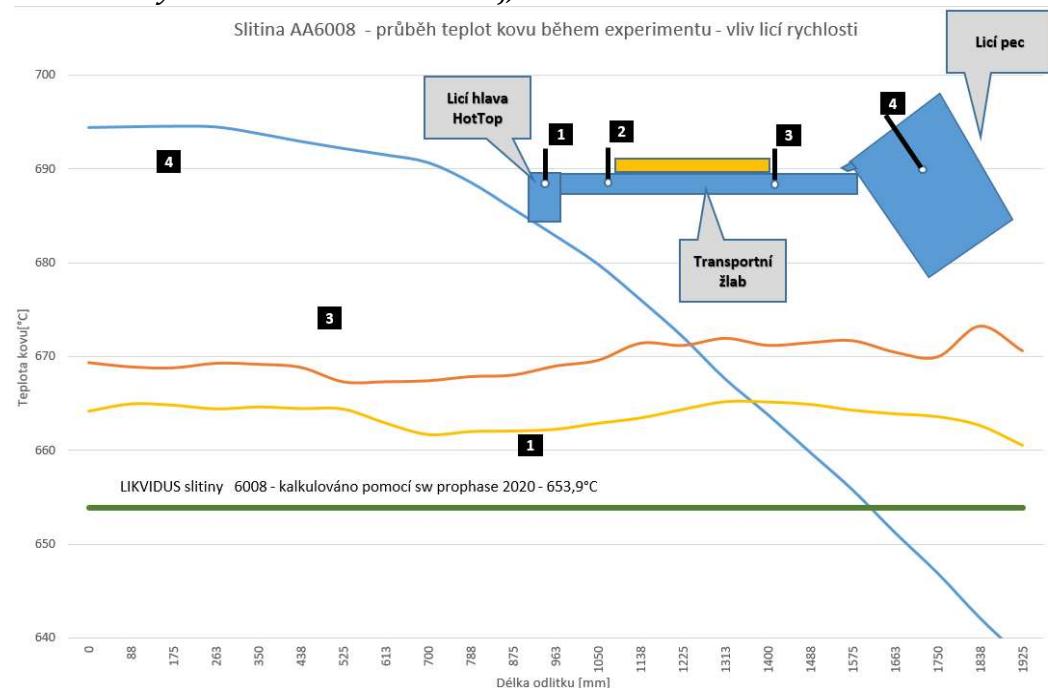
$$y = kx + q \quad (114)$$

$$k = tg \alpha \quad (115)$$

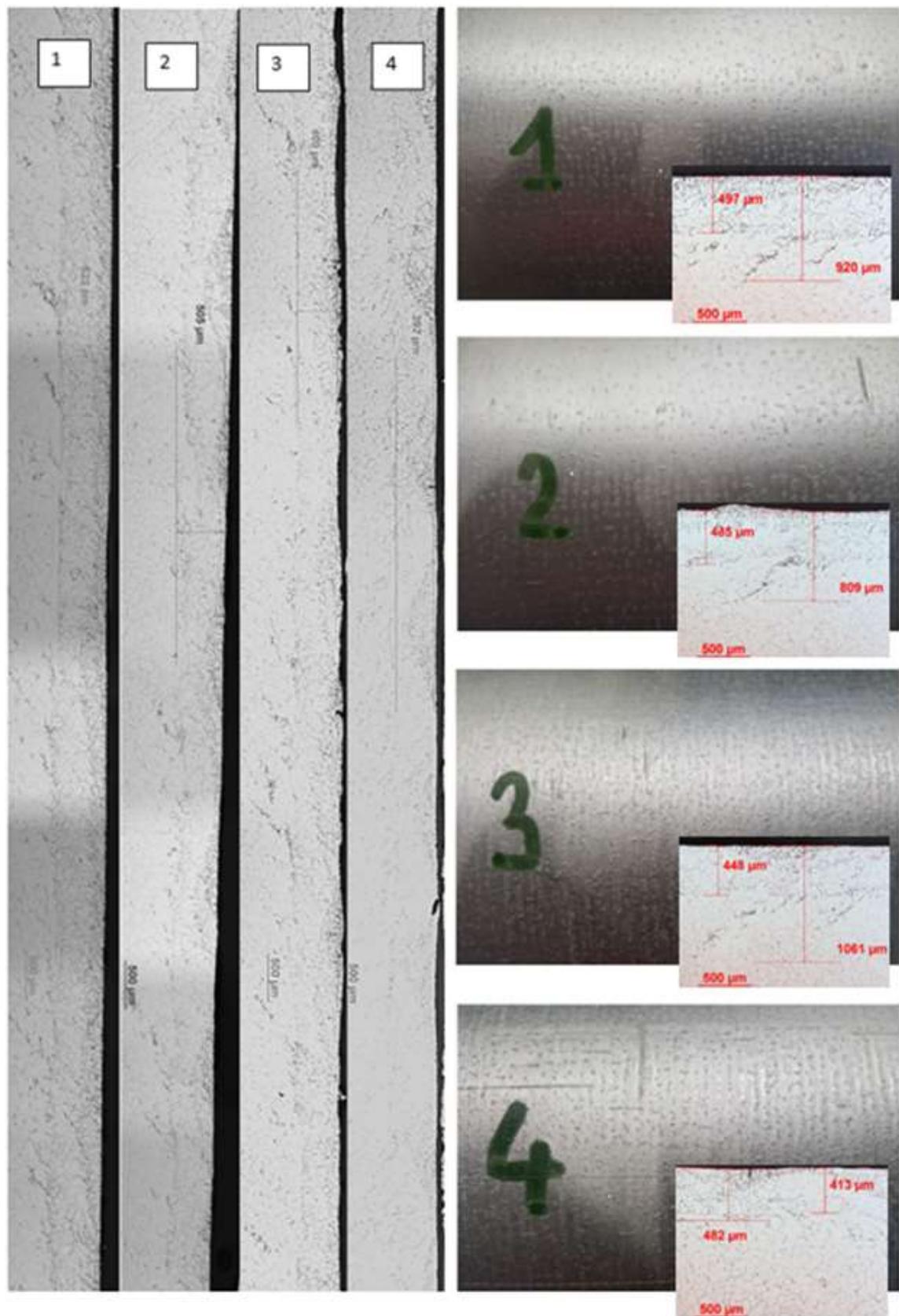
$$v_a = v_{p,e} \cos \alpha \quad (116)$$

| Licí rychlosť oblast | Licí rychlosť | 120 [mm/min] | 140 [mm/min] | procenta |
|----------------------|---------------|--------------|--------------|----------|
| okraj | v_e | 174.3 | 476.1 | 273.1% |
| mezistřed | v_p | 164.7 | 284.5 | 172.8% |
| střed | v_a | 120.0 | 140.0 | 116.7% |

Obr. 111 Profil krystalizační fronty pro různé rychlosti lití a výpočet složek rychlosti ve směru krystalizace v oblastech: okraj, mezistřed a střed

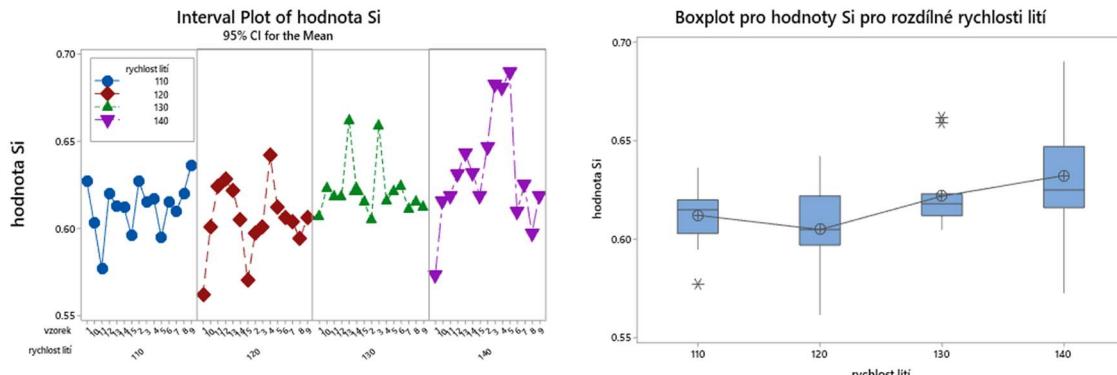


Obr. 112 Průběh teploty kovu v různých místech licího systému během experimentu. Pokles teploty termočlánku č. 4 je způsoben jeho vynořováním z taveniny během naklápení peci.



Obr. 113 Detaily mikrostruktury a vzhled povrchu pro licí rychlosti 1 - 140 mm/min, 2 - 130 mm/min, 3 - 120 mm/min, 4 - 110 mm/min

Pro ověření vlivu licí rychlosti na segregace v odlitku bylo provedeno měření na spektrometrickém přístroji a to napříč výřezem z odlitého čepu pro každý vzorek pro danou licí rychlost. Na obr. 114 je zobrazen vliv na segregace Si, jako příklad, který je reprezentativní pro všechny ostatní legované prvky.



Obr. 114 Hodnoty Si měřené napříč odlitkem pro různé rychlosti lití (110, 120, 130 a 140 mm/min)

8.1.1.3. Dosažené výsledky a diskuse

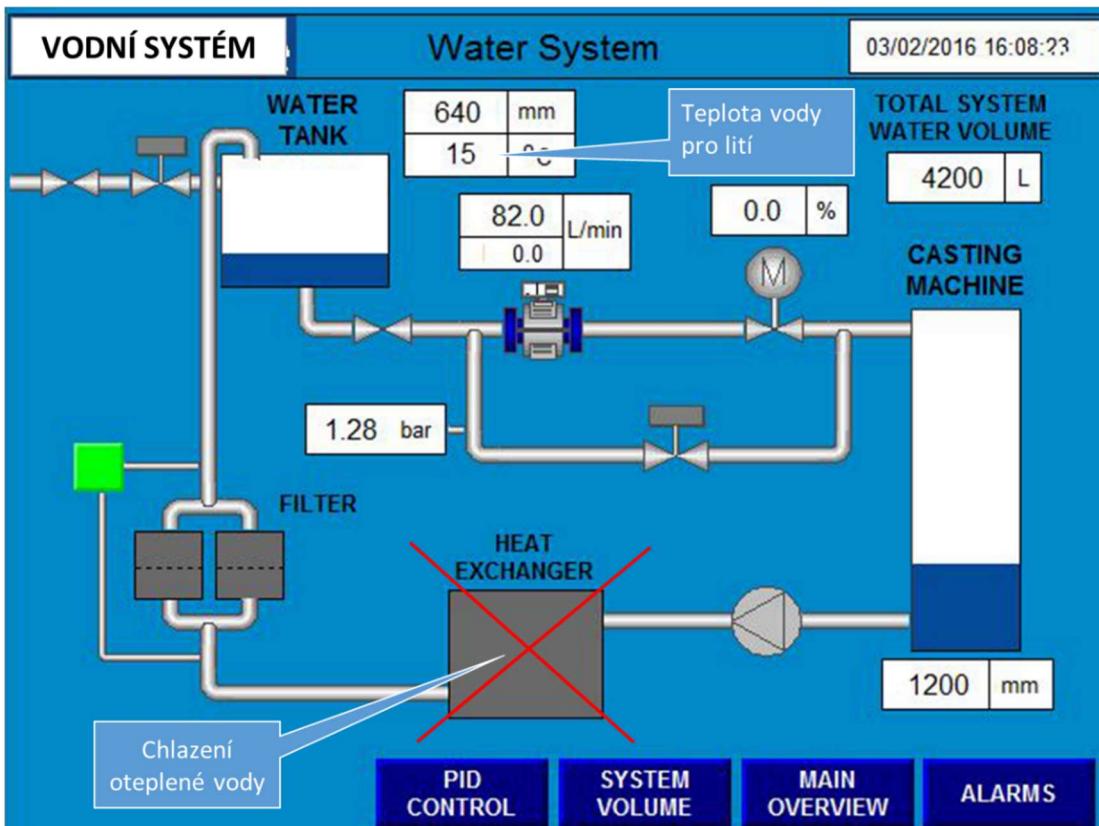
Z dosažených výsledků je dobře patrné, že se zvyšující rychlosti dochází k prohlubování krystalizační fronty a tedy dochází ke změně krystalizační rychlosti, která jde proti směru odvodu tepla. K nejmarkantnějšímu rozdílu dochází v okrajové oblasti čepu, kde díky zásadnímu vlivu primárního chlazení čepu kokilou prudce stoupá rychlosť krystalizace a to se značně projevuje v hloubce okrajové vrstvy [9], kde dochází k výraznějším segregacím, a tedy ke zvýšení hloubky okrajové vrstvy. Z analýz profilu jednotlivých legujících prvků napříč odlitkem je zřejmé, že se zvyšující se rychlosti lití narůstají i segregace jednotlivých prvků – viz obr. 114. I přesto, že povrch čepu naznačuje více studených svárů při malé rychlosti lití – viz obr. 113, metalografická analýza ukázala pravý opak a nejlepšího výsledku se dosáhlo právě při nízké rychlosti lití, kde hloubka jak studených svárů, tak okrajové vrstvy, byla nejmenší. Změnou hloubky krystalizační fronty se mění i poměry vnitřního pnutí v odlitku, což má vliv na výsledný rozměr průměru čepu po odlítí. Překvapivým zjištěním je, že vlivem rychlosti lití došlo k částečnému zhrubnutí zrna a to ve všech oblastech odlitku. Vysvětlení tohoto výsledku by mohlo být v aktivaci nukleačních zárodků díky delšímu času při nižší rychlosti lití, či v homogenitě nukleačních částic.

8.1.2. Vliv teploty vody

8.1.2.1. Popis experimentu

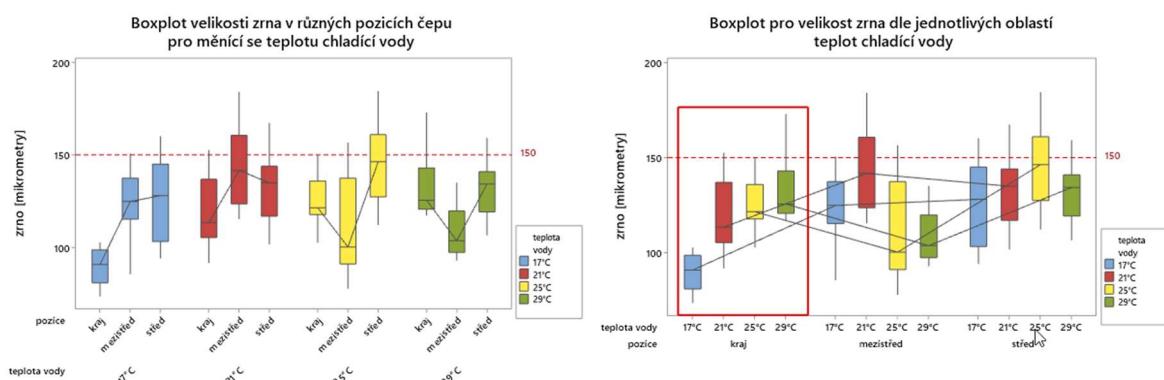
Tento experiment nemohl být prováděn obdobným způsobem jak o experiment pro sledování vlivu licí rychlost, neboť teplota vody se v systému mění velice pozvolna a

nedá se tedy měnit v průběhu jednoho lití. Tento experiment byl prováděn na tavbách stejné slitiny po sobě jsoucích a teplota vody se měnila způsobem, že bylo vypnuto chlazení vodního okruhu a teplota se vždy zvedla po vyčerpání licí jámy a homogenizováním čerpadlem. Použité parametry pro experiment byly stejné, jako při předchozím experimentu.

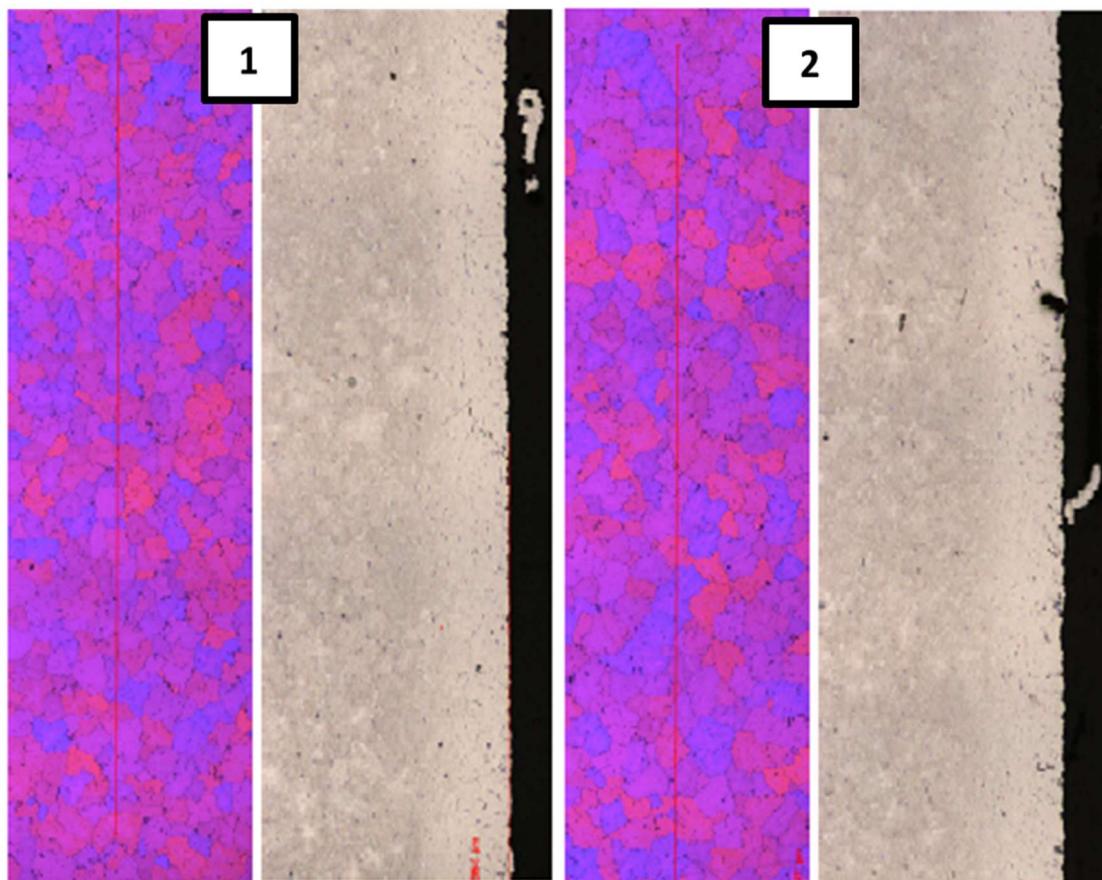


Obr. 115 Schéma vodního systému pro DC HotTop lití s naznačením vypnutí výměníku

Tak jak je popisováno v literatuře [60,65], nemá tento parametr zásadní vliv na strukturu odlitku, resp. ne v oblastech provozních teplot a k zásadnějšímu vlivu dochází až mimo rámec používaných teplot 15 – 30°C literatura hovoří až o kritické teplotě 70°C.



Obr. 116 Velikosti zrn pro čepy chlazené vodou s různou teplotou



Obr. 117 Porovnání velikosti okrajové vrstvy pro extrémy teploty vody pro chlazení odlitku a velikosti zrna - vz.1 je pro vodu 17°C a vz.2 pro vodu 29°C

8.1.2.2. Dosažené výsledky a diskuse

Z dosažených výsledků je zřejmé, že teplota vody jako parametr nebude hrát v rozsahu doporučených hodnot významnou roli a to jak z pohledu velikosti zrna, tak hloubky okrajové vrstvy. Z výsledků hodnocení zrna se zdá, že nízká teplota vody ovlivňuje velikost zrna především v okrajové zóně čepu a zrno při nižší teplotě vody je jemnější.

8.1.3. Vliv použitých materiálů kokily

8.1.3.1. Vliv grafitového kroužku

Tento parametr, ač se zdá být ne příliš významný, projevuje se jako parametr s velkým dopadem na kvalitu dosaženého povrchu odlitku, neboť hlavně kvalita (zrnitost) zrnitost spolu s použitým mazacím prostředkem hraje významnou roli v přenosu tepla pro primární chlazení a tedy přímo ovlivňuje kontaktní plochu mezi odlitkem a grafitem. U licích systémů Hot Top jsou využívány dva způsoby použití grafitových kroužků a to:

- Porézní grafitové kroužky, u kterých se mazadlo transportuje skrze grafit stlačeným plynem – viz obr. 118 pozice 2

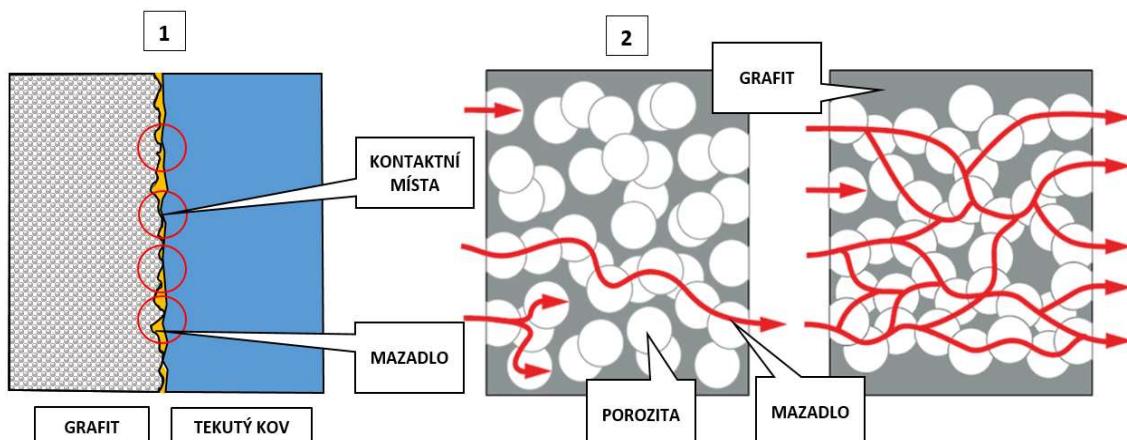
- Mazadlo je dopravováno nějakým jiným způsobem obvykle nad grafitovým kroužkem, nebo se mazadlo nanese na povrch grafitu před odléváním – viz obr. 118 pozice 1

V našem případě se mazadlo nanáší na grafit ručně před odléváním a je nepenetrováno v pórech grafitu a postupně se uvolňuje během odlévání.

8.1.3.1.1. Popis experimentu

Ten to experiment byl proveden opět u slitiny AA6008 a to tak, že se odlévaly dva identické čepy současně a tedy s identickými parametry lití a pro jednu kokilu byl použit grafitový kroužek ze standardního grafitu a do druhé kokily byl osazen speciálním kroužkem z vysokojakostního grafitu, který je vyráběn přímo pro použití pro odlévání hliníkových slitin pomocí systému „Hot Top“.

Po odlití čepů byly odebrány vzorky z hlav čepů po zařezání technologického odpadu a vyhodnoceny. Použité metody a postupy byly použity identicky jako u předchozích experimentů. V obr. 118 je znázorněn vliv kvality grafitu na efektivitu mazání odlitku a to v případě ručního mazání, tak mazání aplikovaného skrze grafit. Na obr. 119 je vidět rozdíl v kvalitě povrchu, který byl v celé délce odlitků konstantní.



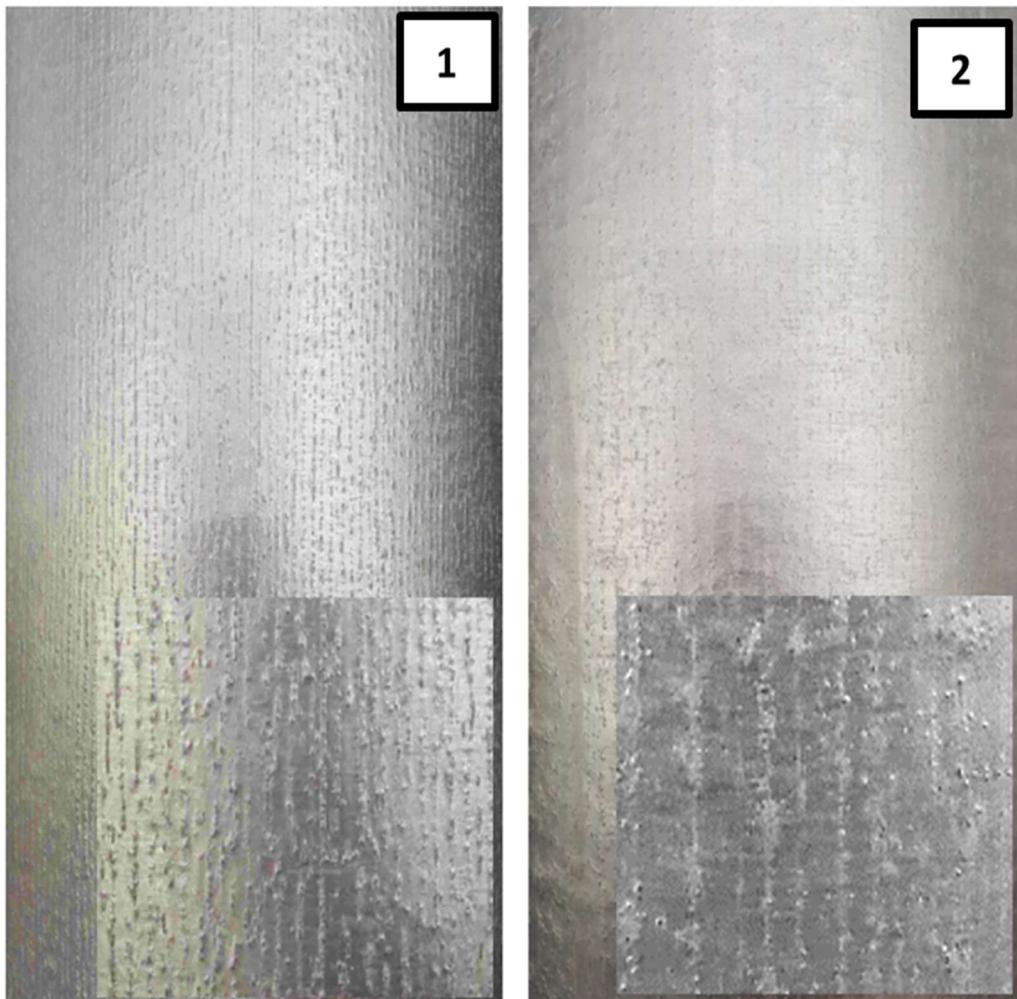
Obr. 118 Vliv kvality grafitu na povrchovou kvalitu odlitku, 1 – mazadlo aplikováno před odléváním, 2 – prodyšný grafit, kde mazadlo prochází s nosným plynem skrze grafit, kde levý obrázek ukazuje grafit s dobrou porozitou, ale špatnou propustností a napravo s dobrou propustností i porozitou

Grafitové kroužky jsou vyráběny obráběním z izostaticky vyrobeného kusu a v obou případech použití jsou důležité tyto parametry

- Kvalita obrobení a tedy kvalita povrchu
- Porozita grafitu a jeho homogenita
- Propustnost v případě mazání skrze grafit
- Smáčivost (povrchové napětí) zabezpečené penetrací grafitu

- Velikost zrna
- Čistota grafitu (chemické složení)
- Tepelná roztažnost, hustota, mechanické vlastnosti a tvrdost

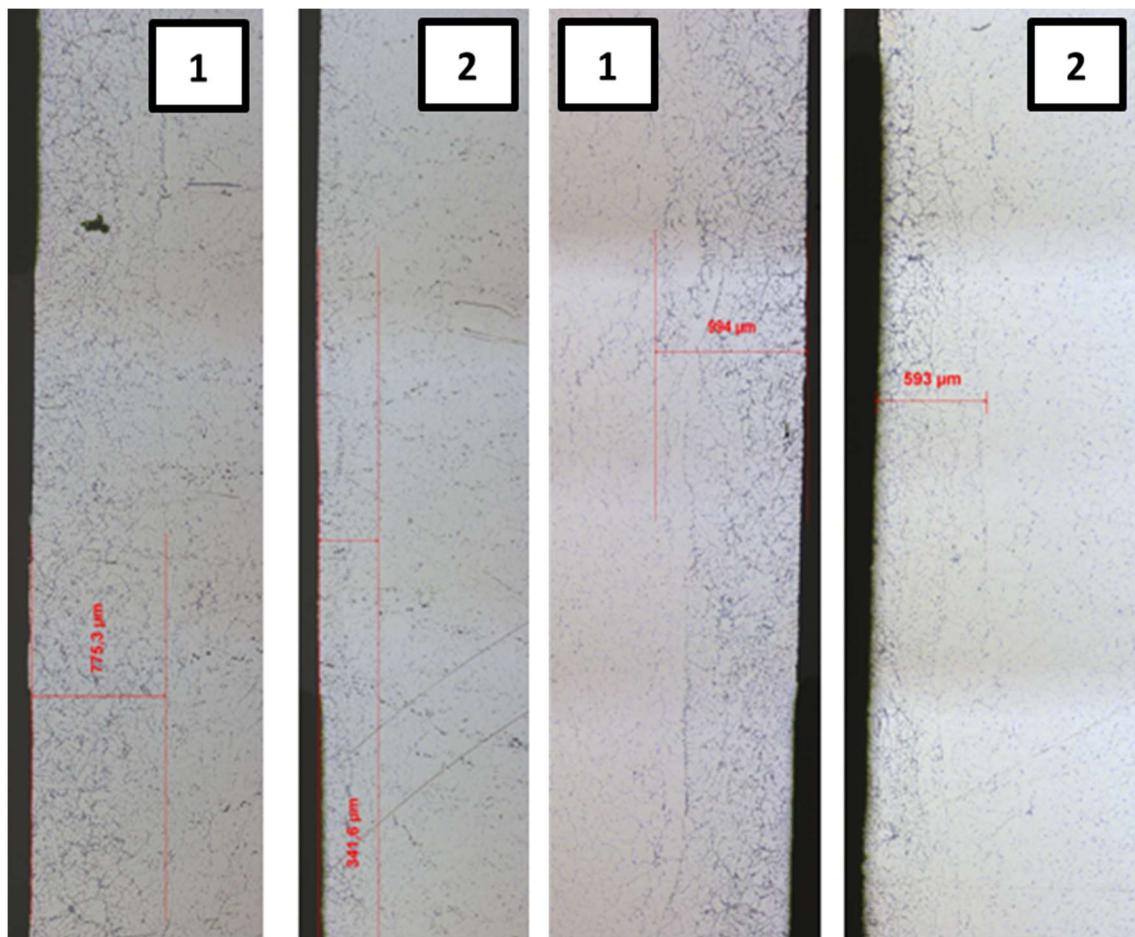
V tab. 18 jsou uvedeny hodnoty stanovené výrobcem pro vysokojakostní grafit [72]



Obr. 119 Porovnání povrchové kvality odlitků s použitím různých grafitových kroužků, vzorek č. 1 je standardní grafit a vzorek č. 2 je vysokojakostní grafit – průměr čepu je 151 mm

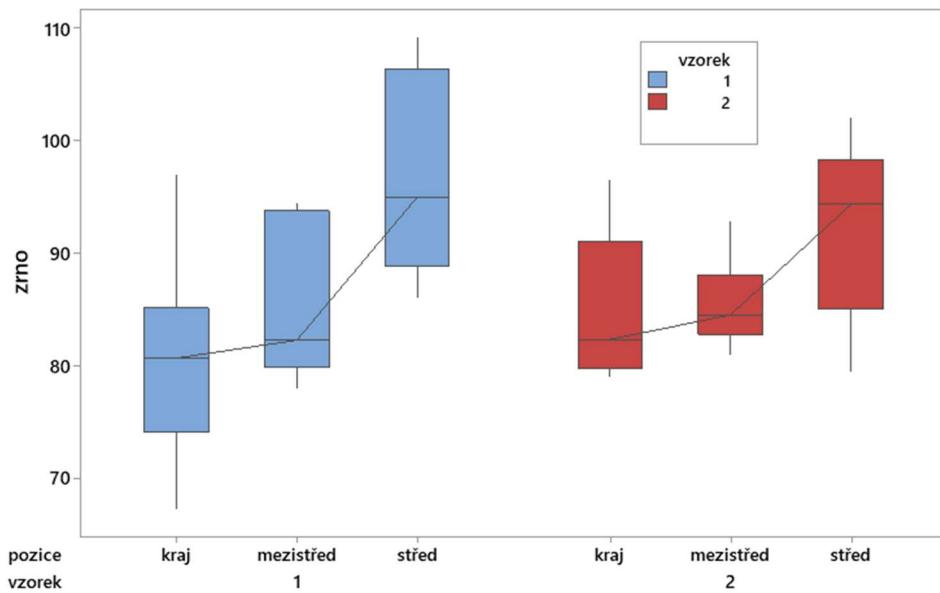
Tab. 18 Tabulka parametrů vysokojakostního grafitu uvedená výrobcem [72]

| Parametr | jednotky | nespecif. | po směru zrna | proti zrnu | Obsah složky | jednotky | hodnota |
|-------------------------------|--------------------|-----------|---------------|------------|--------------|----------|---------|
| Hustota | g/cm ³ | 1.8 | | | popeł | ppm | <900 |
| Tvrdost Rockwell | | | | | Ca | ppm | <200 |
| Otevřená porezita | % | 7 | | | Al | ppm | <100 |
| Velikost zrna max. | mm | 0.8 | | | Si | ppm | <50 |
| Specifická elektrický odpor | μohm.m | | 8.4 | 12 | Mg | ppm | <10 |
| E modul | kN/mm ² | | 13 | 10 | V | ppm | <6 |
| Pevnost v ohybu | MPa | | | | Fe | ppm | <100 |
| Pevnost v tlaku | MPa | | 38 | 38 | Ni | ppm | <10 |
| Pevnost v tahu | MPa | | 21 | 15 | Ti | ppm | <10 |
| Koef.tep. Linearní zotážnosti | μm/(K.m) | | 1.6 | 3.4 | B | ppm | <5 |
| Tepelná vodivost | W/(K.m) | | 200 | 150 | Cu | ppm | - |



Obr. 120 Porovnání hloubky okrajové vrstvy analyzované v podélném směru – tedy ve směru lití s použitím různých grafitových kroužků, vzorek č. 1 je standardní grafit a vzorek č. 2 je vysokojakostní grafit

Boxplot pro zrno slitina 6008 pro různé grafitové kroužky



Obr. 121 Porovnání velikostí zrna pro obě varianty

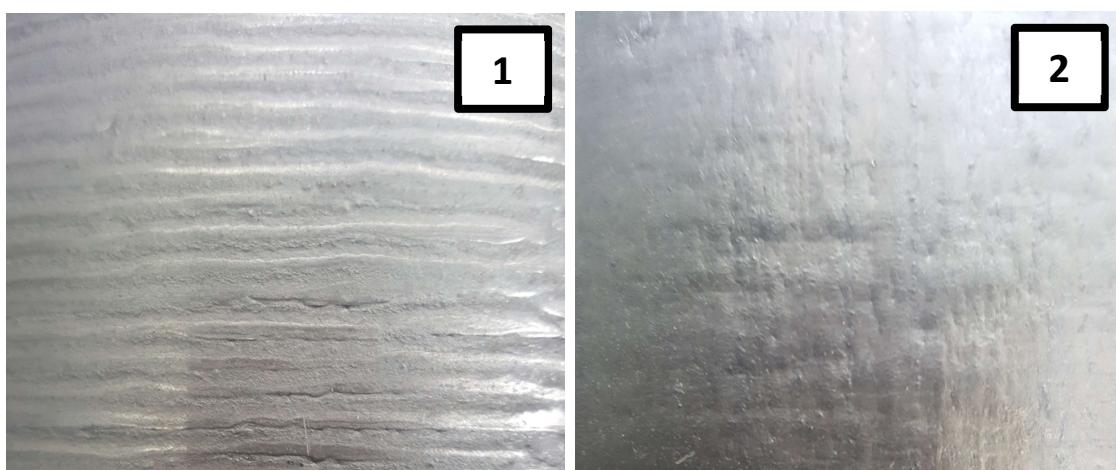
8.1.3.1.2. Dosažené výsledky a diskuse

Z dosažených výsledků je zřejmé, že typ použitého grafitového kroužku má zásadní vliv na hloubku segregované vrstvy, a že tato tloušťka pro standardní grafit dosahuje dvojnásobné hloubky. Tento výsledek je obzvláště důležitý pro použití čepů bez dalšího obrábění pro lisování hlavně u nepřímých lisů, kde povrchová kvalita odlitku se přenáší přímo na povrch výlisku a ovlivňuje tak nejen kvalitu povrchu, ale i výkonnost lisu. Tyto segregace způsobují vznik termických trhlin, a tedy je nutné snižovat výtokové rychlosti

8.1.3.2. Vliv použitého keramického materiálu kroužku hlavy kokily (T-plate)

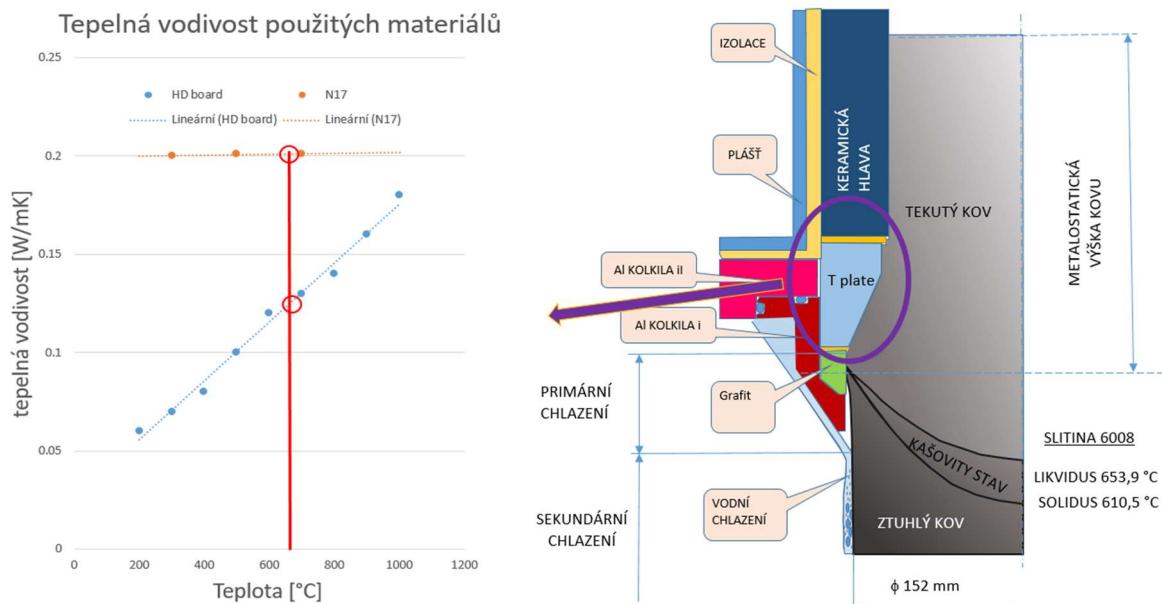
8.1.3.2.1. Popis experimentu

Tento experiment byl zaměřen na objasnění vlivu použitého materiálu kroužku keramické hlavy „Hot Top“ na vlastnosti odlitku. Pro experiment byly zvoleny dva materiály, které se standardně používají pro výrobu licích stolů a to materiál N17 od firmy pyrotek a standardně námi používaný vakuum formed board materiál. Asi tím nejzásadnějším rozdílem těchto materiálů je tepelná vodivost kde pro HD Board je 0,13 W/mk pro teplotu 700°C, kdežto pro materiál N17 je tepelná vodivost na úrovni 0,2 W/mk pro teplotu 700°C. Toto je dobře patrné i při srovnání hustot těchto materiálů, kde pro HD Board je hustota 320 kg /m³ a pro N17 je 870 kg/m³ viz tab č. 9. Jak bylo ověřeno v kapitole 7.6.4 jde o laminární proudění v kovu v této hlavě a mění se tedy zásadně jen teplotní profil kovu napříč hlavou. Tento experiment byl proveden opět při odlévání dvou čepů s identickými parametry lití a s jediným rozdílem bylo osazení materiálu keramické hlavy.

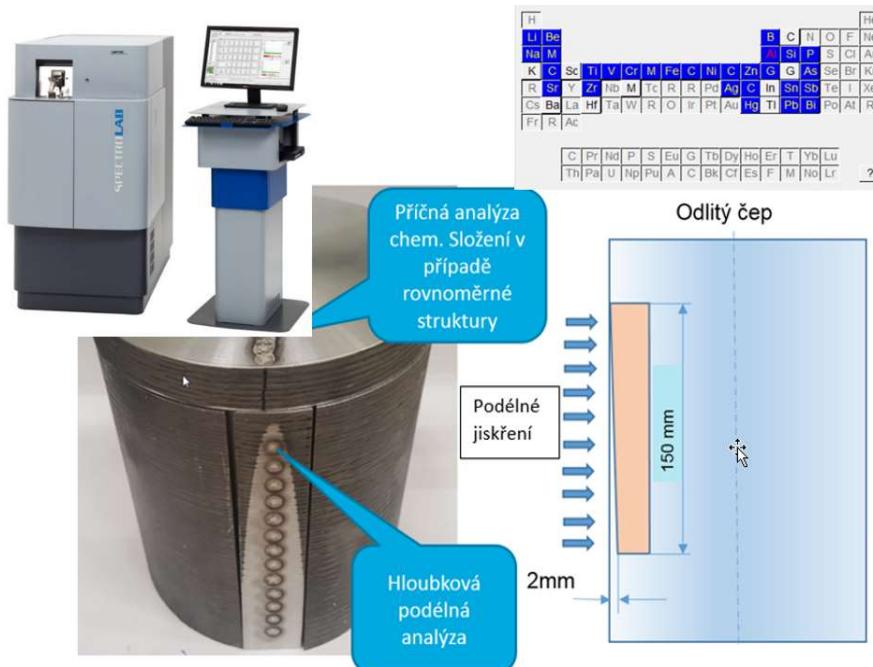


Obr. 122 Porovnání povrchové kvality odlitků s použitím různých materiálů keramické hlavy, vzorek č. 1 je HD board a vzorek č. 2 je materiál N17 od firmy pyrotek – průměr čepu je 151

Pro odlévání byly použity standardní licí parametry - viz obr. 95 Z obr. 122 je na první pohled zřejmé, že povrchová kvalita odlitého čepu je pro materiál N17 od firmy Pyrotek o poznání lepší a u tohoto povrchu zcela vymizel problém se studenými sváry. Pro oba odlitky byly odebrány vzorky pro hodnocení hloubky okrajové vrstvy v podélném směru, vzorky pro hodnocení zrnu z okraje, mezi středu a středu čepu.



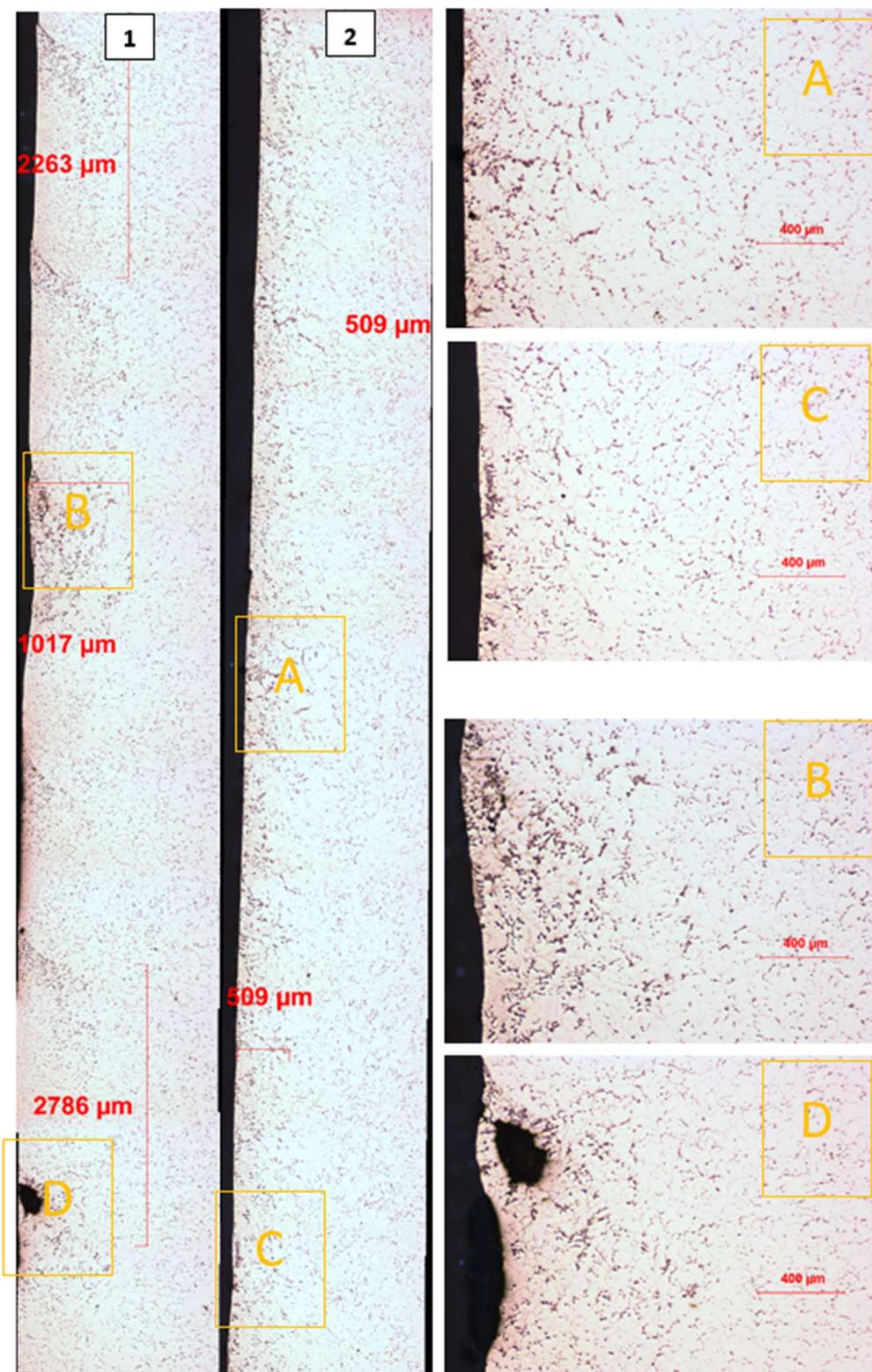
Obr. 123 Tepelná vodivost materiálů uváděných výrobcem kroužku keramické hlavy, vzorek č. 1 je standardní materiál HD board a vzorek č. 2 je materiál N17 od firmy Pyrotek – průměr čepu je 151 mm



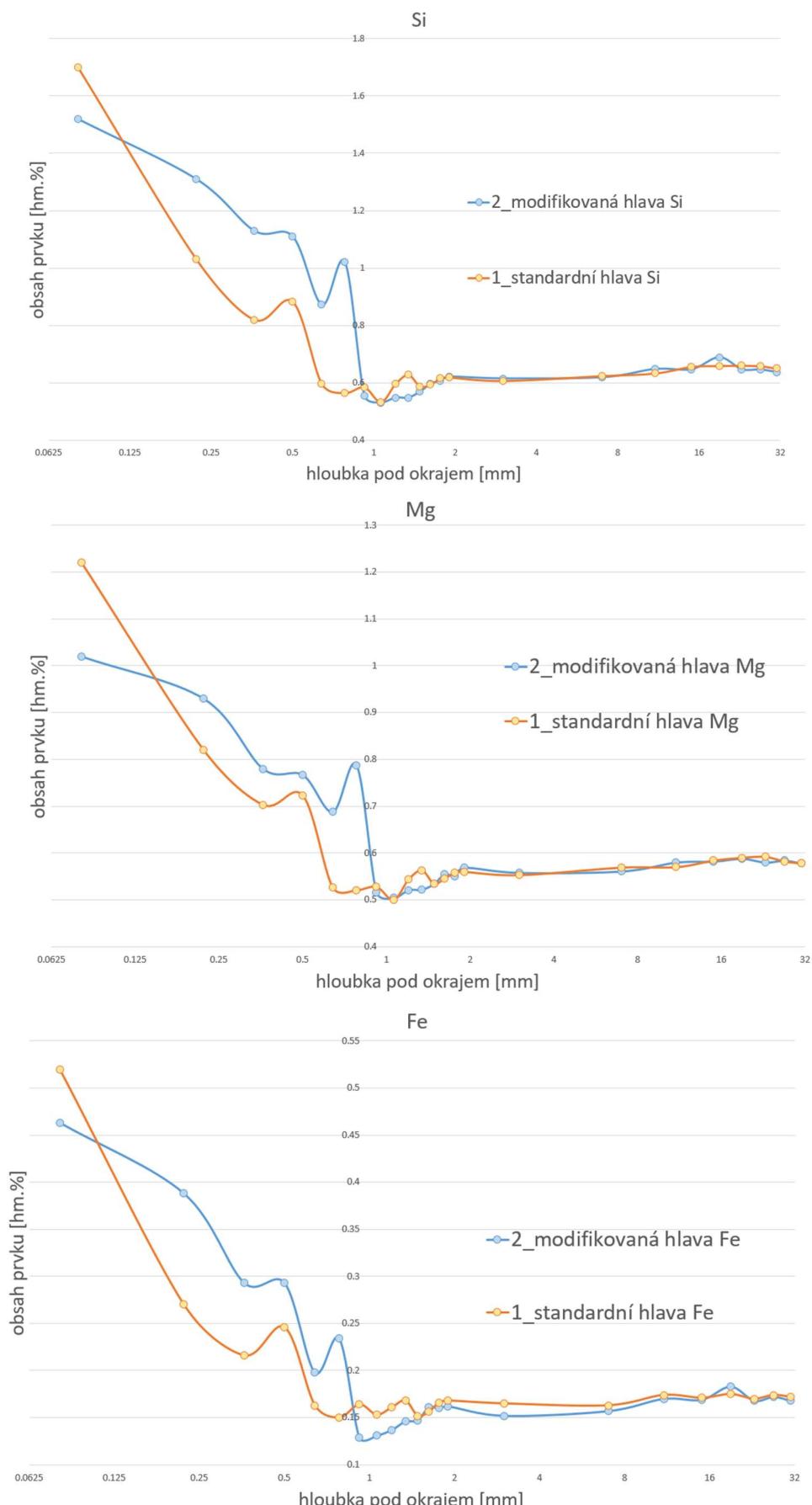
Obr. 124 Odběr vzorku a šikmé frézování pro stanovení segregací v pod povrchové oblasti čepu pomocí spektrální analýzy

Dále byly pro porovnání segregací odebrány podélné vzorky pro analyzování segregací

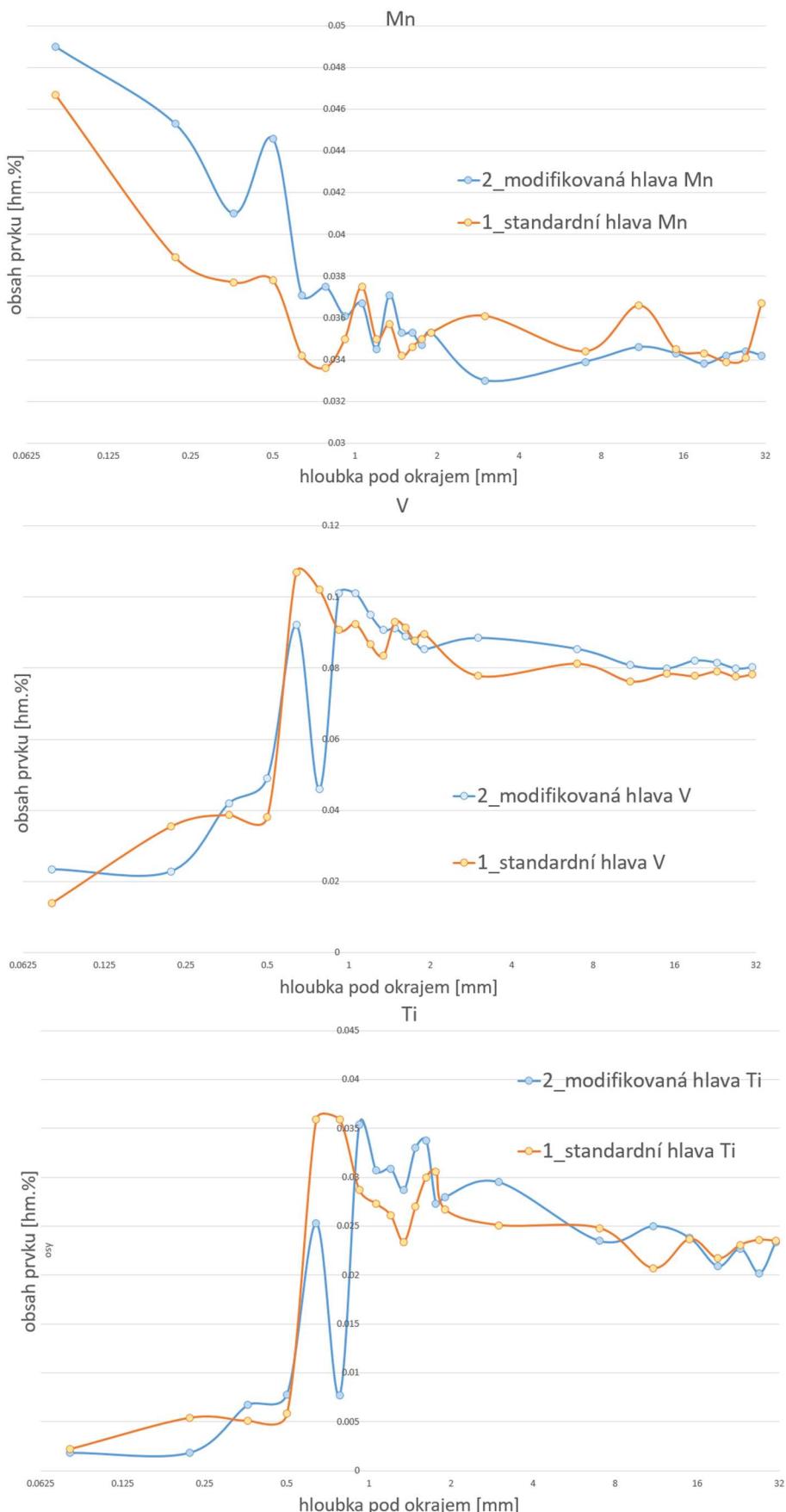
v podpovrchových oblastech pomocí spektrální analýzy. Na obr. 124 je zobrazen postup odebrání a přípravy vzorků pro hodnocení podpovrchové segregace. Vzorky byly frézovány v podélném směru pod úhlem a poté analyzovány s přestě daným odstupem jisker.



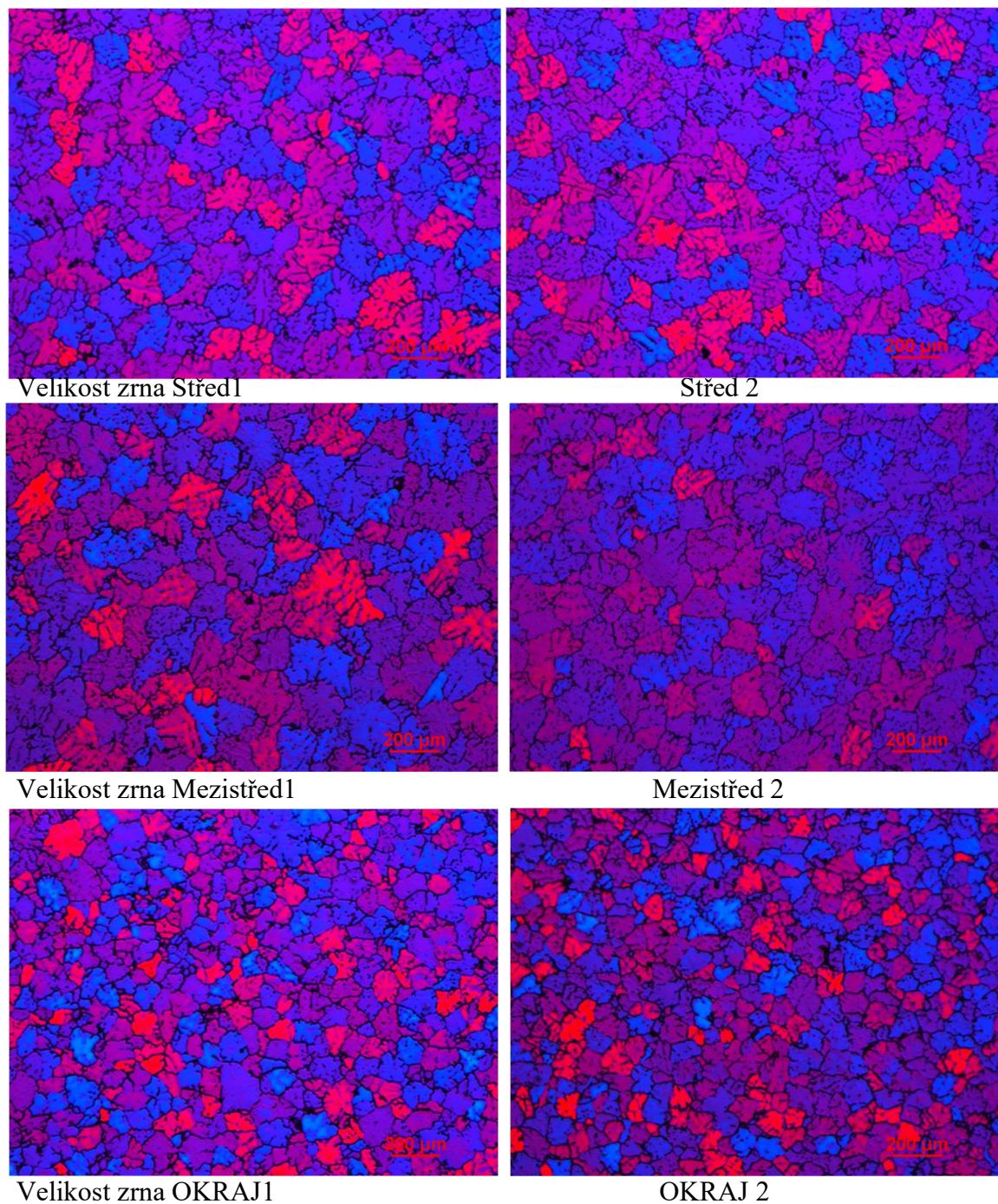
Obr. 125 Porovnání okrajových vrstev mezi odlitky litymi s různými materiály licích kroužků s ukázkami detailů struktury v okrajové vrstvě



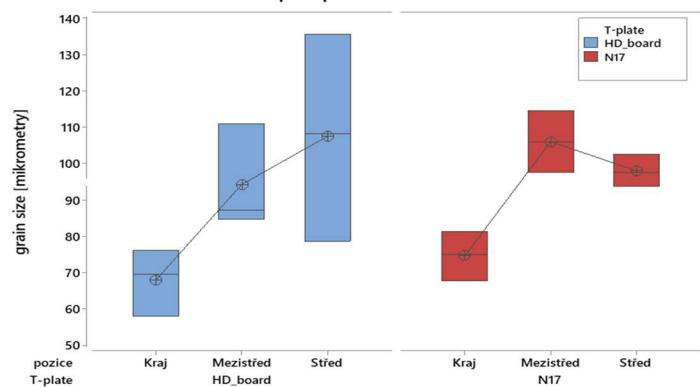
Obr. 126 Výsledky spektrální analýzy pro obsah prvků Si, Fe, Mn pro obě varianty odlitku, 1- standardní kroužek s HD boardem, 2 - kroužek s materiálem N17



Obr. 127 Výsledky spektrální analýzy pro obsah prvků Mg, V, Ti pro obě varianty odlitku, 1- standardní kroužek s HD boardem, 2 – kroužek s materiálem N17ek s HD boardem,



Boxplot pro velikost zrna



Obr. 128 Porovnání velikosti zrna pro obě varianty

8.1.3.2.2. Dosažené výsledky a diskuse

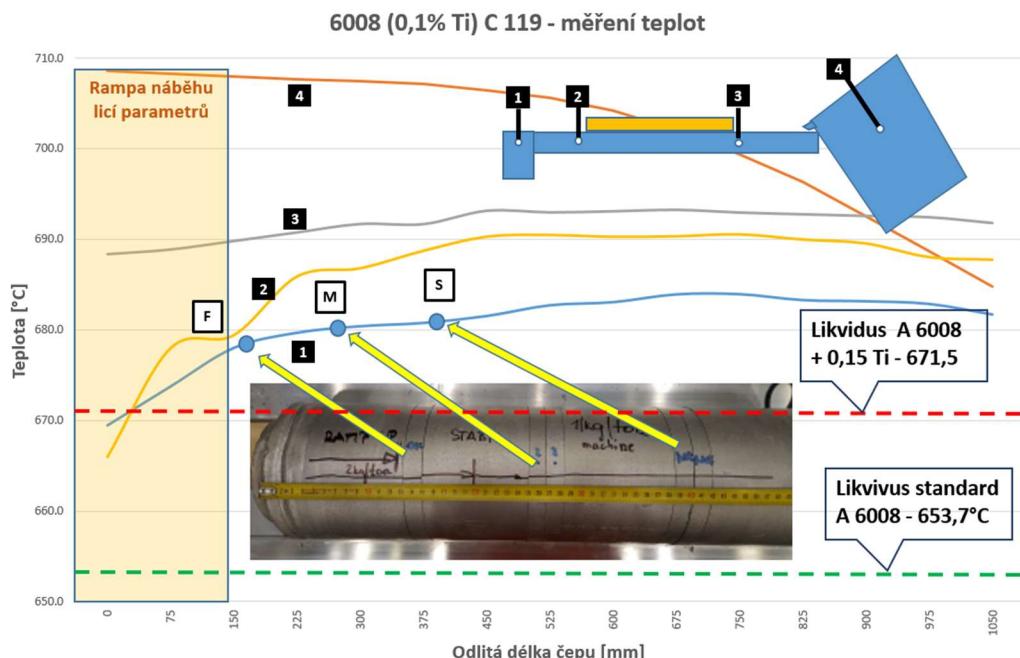
Tento experiment ukázal velmi zajímavé výsledky a to především z pohledu hloubky okrajové vrstvy a segregacím v podpovrchových oblastech čepu. I přesto, že by se zdálo, že kvalitnější, hladší povrch čepu dosažený u kokily s materiélem N17 viz obr 122 musí být tou lepší variantou, při analýze a porovnání segregací je to právě naopak viz obr. č. 124 Prvky dle segregacní konstanty $K > 1$ jsou více, či méně obsaženy v podpovrchové oblasti čepu, což naznačuje, že zvýšený odvod tepla kroužkem při použití materiálu N17 má za následek, že tavenina v povrchových vrstvách vstupuje na grafit s podstatně nižší teplotou, což znamená dřívější přerušení kontaktu s grafitem vlivem smrštění, ale tím dochází k snížení přenosu tepla a z důvodu vyšší akumulace tepla v podpovrchové oblasti čepu dochází k zpětnému ohřevu a natavovaní již ztuhlého materiálu a vzniku segregací. Protože odvod tepla ztuhlým kovem je podstatně vyšší než taveninou u varianty s materiélem HD board, kde tavenina vstupující na grafit s vyšší teplotou, dochází k intenzivnějšímu odvodu tepla na grafitu a za vzniku tzv. Bergmanových zón, což je přímý důsledek rychlosti přenosu tepla mezi ztuhlým kovem a taveninou. Tento výsledek není možno zevšeobecňovat, protože pro tento „Hot Top“ systém je tavenina v kontaktu s grafitem, na rozdíl od systému „Air Slip“, kde se odlévá do vzduchového polštáře a tavenina nepřichází do kontaktu s povrchem grafitového kroužku, a tedy k značně menšímu odvodu tepla primárním chlazením.

8.1.4. Vliv teploty kovu při odlévání

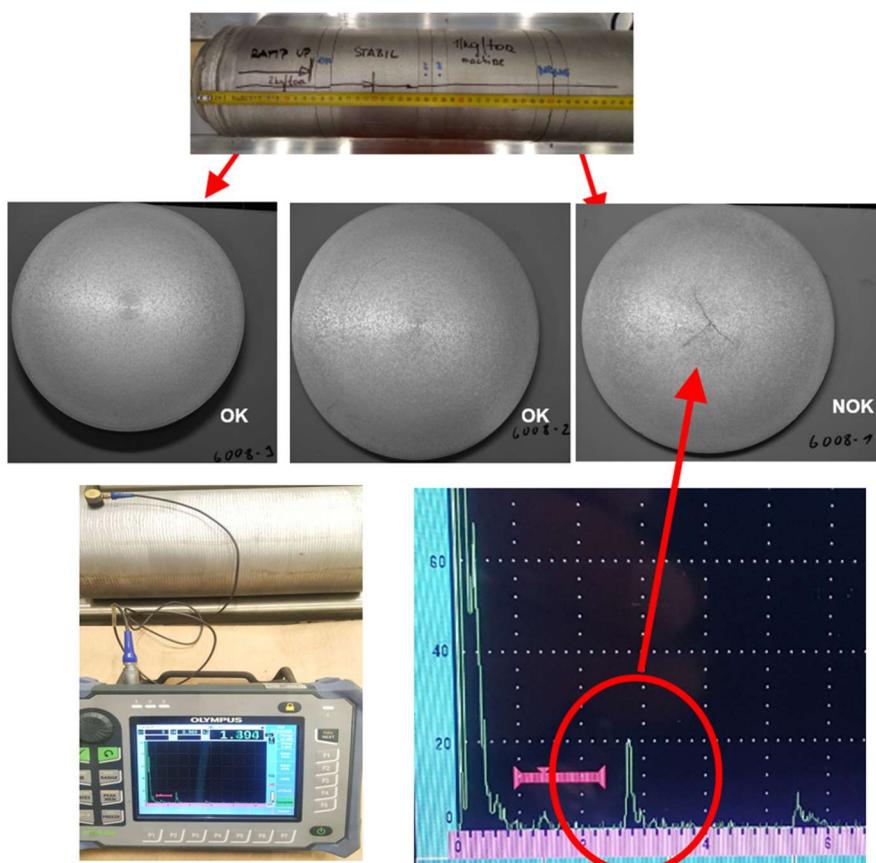
8.1.4.1. Popis experimentu

Obecně teplota kovu při odlévání nemá příliš zásadní vliv na kvalitu odlitku, pokud se pohybujeme v oblasti $10 - 20^{\circ}\text{C}$ nad teplotou likvidu v hlavě licí kokily. Pro slitinu A6008, která je nízko legovaná, nemá teplota lití příliš zásadní vliv. Abychom otestovali tento teplotní vliv pro slitiny s vyšší senzitivitou na tento parametr, vybrali jsme opět slitinu A6008, ale se zvýšeným obsahem Ti, který zásadně ovlivňuje teplotu likvidu a navíc díky své maximální rozpustnost v tekutém Al, má tendenci tvořit tzv. primární fáze, které nejenže jsou díky své velikosti ve struktuře nežádoucí, ale chovají se jako iniciátory prasklin odlitků za studena. V obr. 128 je zobrazen průběh teplot během lití a jsou zde naznačeny kalkulované teploty likvidu pro slitinu bez Ti a s 0,15 Ti (kalkulace provedena pomocí sw PROPHASE 2020). Teplota lití byla úmyslně pomalu zvyšována, aby bylo možné ověřit vliv teploty na strukturu odlitého čepu. Parametry lití byly opět použity, jako u předchozích experimentů viz obr. 95. Po odlítí čepů byla

provedena kontrola pomocí ultrazvuku na přítomnost prasklin a lokalizován začátek praskliny. Poté byly odebrány vzorky ze třech míst odlitku pro analyzování mikrostruktury.

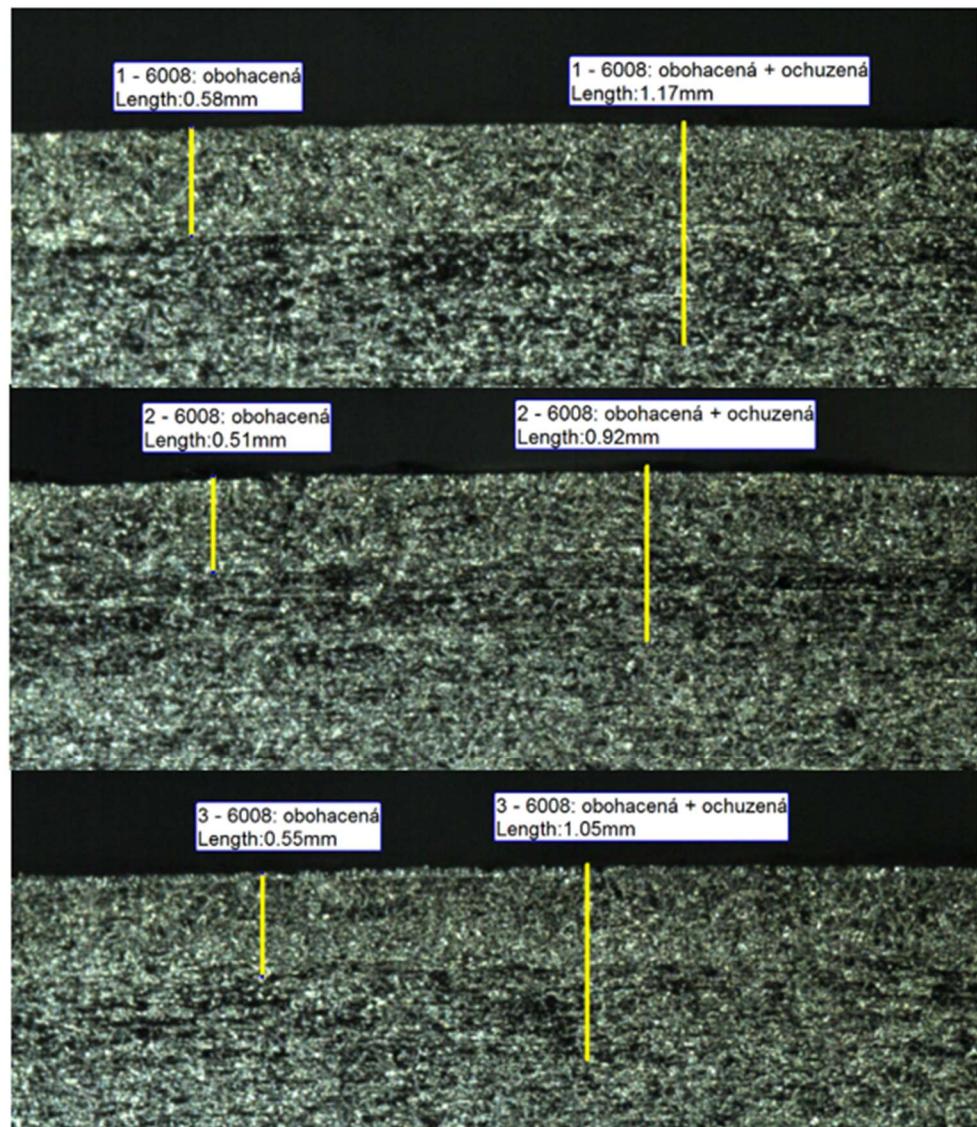


Obr. 129 Průběh teplot v jednotlivých místech lítacího systému a místa odběru vzorků pro analýzy mikro a makrostruktury po lokalizaci vnitřních prasklin ultrazvukem

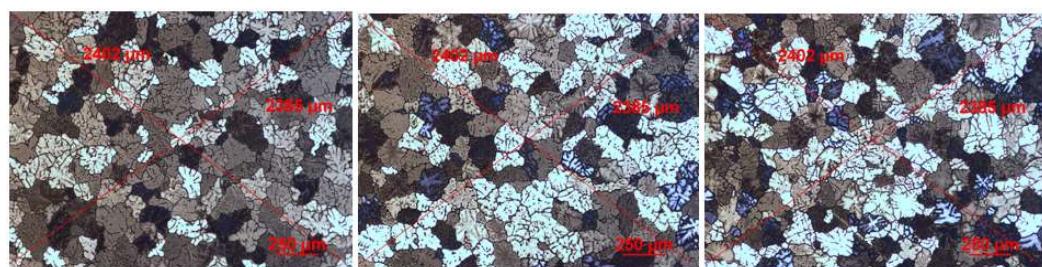


Obr. 130 Makrostruktura příčných výřezů z odlitého čepu po lokalizaci praskliny ultrazvukem a detail detekce vadového echa

Na obr. 132 je možno vidět velikost zrna pro jednotlivé vzorky a na obr. 133 je vidět velikost zrna pro oblasti: okraj, mezi střed a střed čepu. V mikrostruktúře bylo nalezeno velké množství primárních intermetalických fází Al_3Ti , které byly vždy nalezeny ve středu zrn. Na obr. 131 je možno vidět hloubku okrajové vrstvy se zvyšující se teplotou lití. Typ a chemické těchto fází byl proveden na přístroji ADAX.

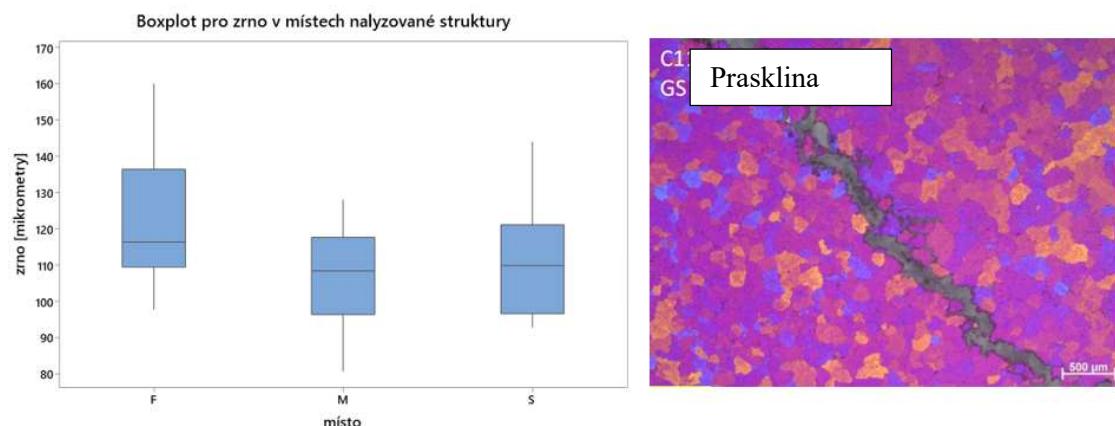


Obr. 131 Makrostruktura příčných výřezů z odlitého čepu po lokalizaci praskliny ultrazvukem a detail detekce vadového echa

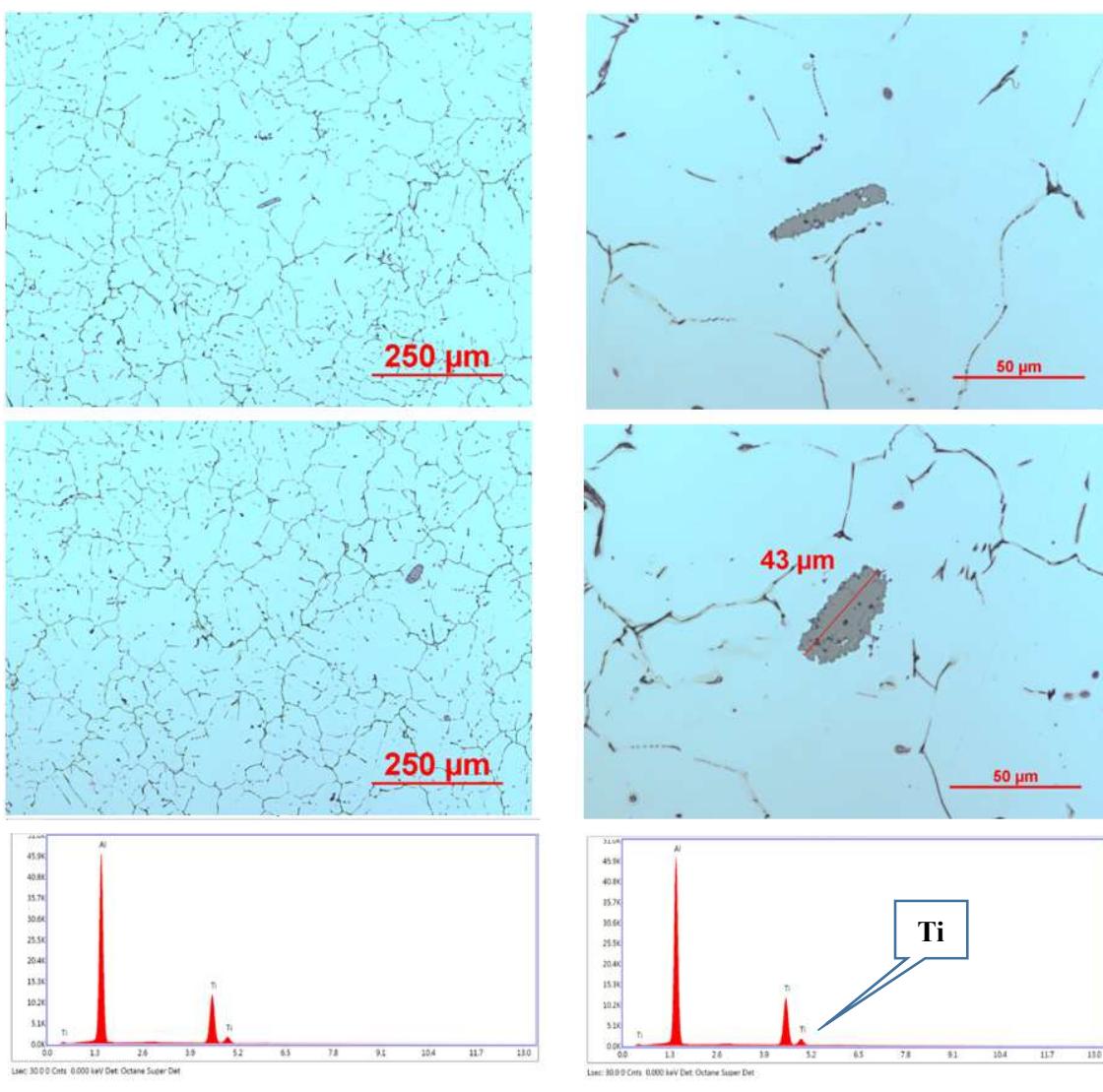


Obr. 132 Porovnání velikosti zrna v okrajové, mezistředové a okrajové oblasti čepu – vzorek M

Srovnání velikosti zrna v mezistředové oblasti čepu s rostoucí teplotou je možno vidět v obr. 133



Obr. 133 Porovnání velikosti zrna v analyzovaných oblastech s rostoucí teplotou a detail zrna kolem středové praskliny



Obr. 134 Primární fáze Al_3Ti a jejich analýza pomocí ADAX

8.1.4.2. Dosažené výsledky a diskuse

Tento experiment ukázal, že pro slitiny, které mají sklon k tvorbě prasklin za studena, hraje licí teplota významnou roli a je nutno tento parametr držet v úzkém rozmezí. Experiment ukázal, že licí teplota nemá zásadní vliv na velikost zrna při konstantním dávkování zjemňovače zrna. I přesto, že tato slitina není obecně k tvorbě prasklin náchylná, zvýšením obsahu Ti dojde k razantní změně teploty likvidu a spolu s tvorbou primárních intermetalických fází se senzitivita k praskání prudce zvyšuje. Zvýšená teplota samozřejmě zvyšuje i teplotní gradient v oblasti krystalizační fronty, což přímo ovlivňuje schopnost dosazování kovu v dendritické síti a tvorbě mezidendritické porezity, která snižuje pevnost slitiny za vysokých teplot a k inicializaci prasklin. Tedy i přesto, že v odlitku udržujeme velmi jemné zrno, může dojít vlivem překročení teploty k prasknutí čepu a efekt je tím významnější, čím má odlitek větší průměr.

8.2. Vliv použitého zjemňovače na velikost zrna

Teorie ovlivňování krystalizace již byla dopodrobna popsána v kapitole 6.6 teoretické části. Ve světě se používá celá řada zjemňovacích prostředků a jejich účinností bylo publikováno nepřeberné množství výzkumných zpráv a studií. Obecně se zjemňuje zrno u odlitků z důvodu homogenity struktury a odolnosti proti praskavosti.

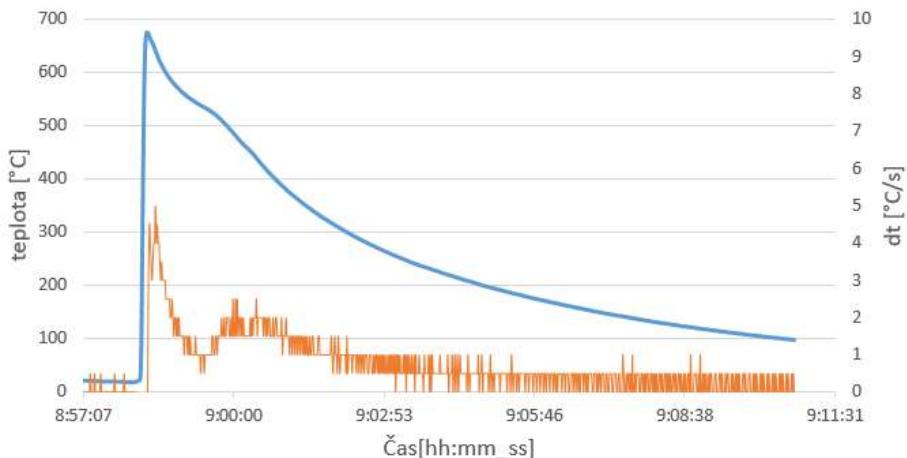
8.2.1. Testy výkonnosti typu použitého zjemňovače

8.2.1.1. Vyhodnocení nukleační výkonnosti zjemňovače pomocí TP1 testu

Pro tento experiment bylo použito třech základní zjemňovačů, které jsou k dispozici na trhu a to zjemňovač na bázi AlTiB a to v poměru Ti/B 5/1 a 3/1 a zjemňovače na bazi AlTiC, kde je poměr pro Ti/C 3/0,15. Pro první test nebylo použito hliníkové slitiny, ale čistého hliníku 99,7. Protože ze všech prezentovaných metod v kap 6.6.4 je metoda TP1 nejblíže reálnému gradientu chlazení u DC lití a je v porovnání s ostatními metodami asi nejsnazší i co se týče použití a vyhodnocení vzorků, byla tato metoda použita pro testování výkonnosti zjemňovacího prostředků. Ověření tohoto tvrzení byl proveden test rychlosti chlazení během testu TP1 a může být porovnán s reálným gradientem při odlévání čepů – viz obr. 135.

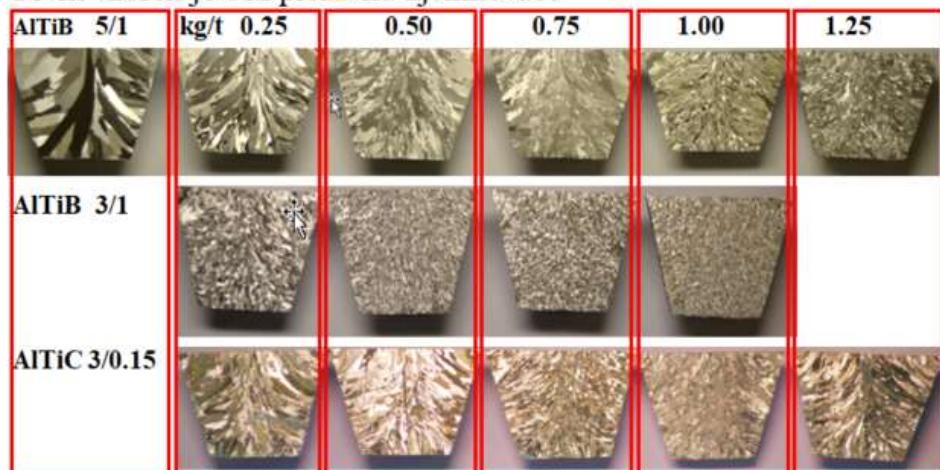
Měření ukázalo, že teplotní gradient pro metodu TP1 je svými hodnotami mezi rychlostmi chlazení DC odlitých čepů v průměru 151 a 372. To znamená, že skutečně rychlosť chlazení je podobná jako u reálného odlévání ingotů.

Měření gradientu teploty během testu TP1

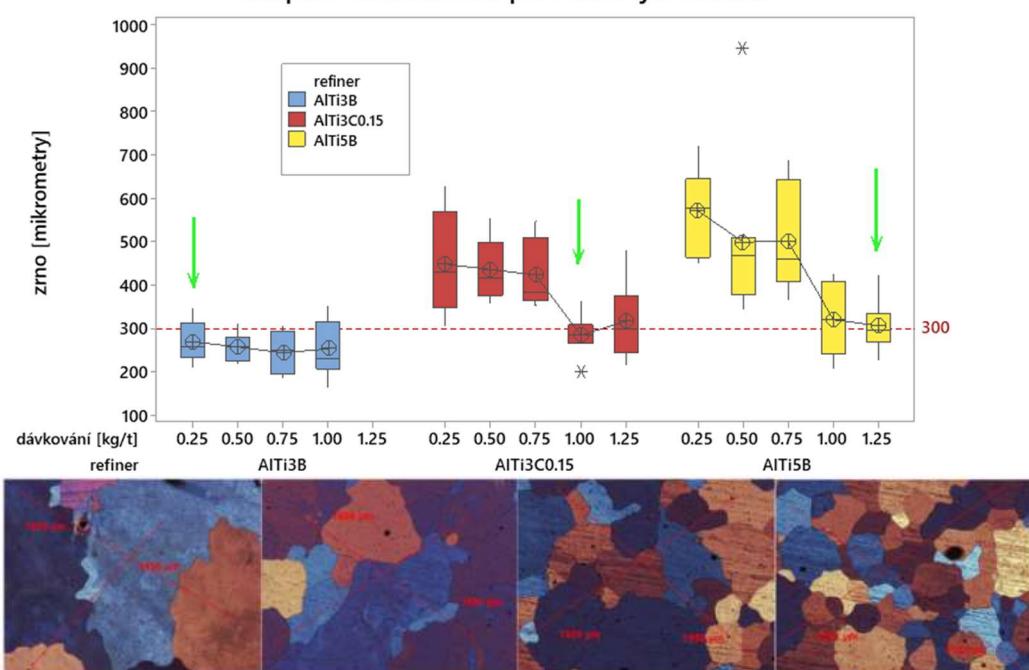


Obr. 135 Měření teplotního gradientu během testu TP1

První vzorek je bez přídavku zjemňovače



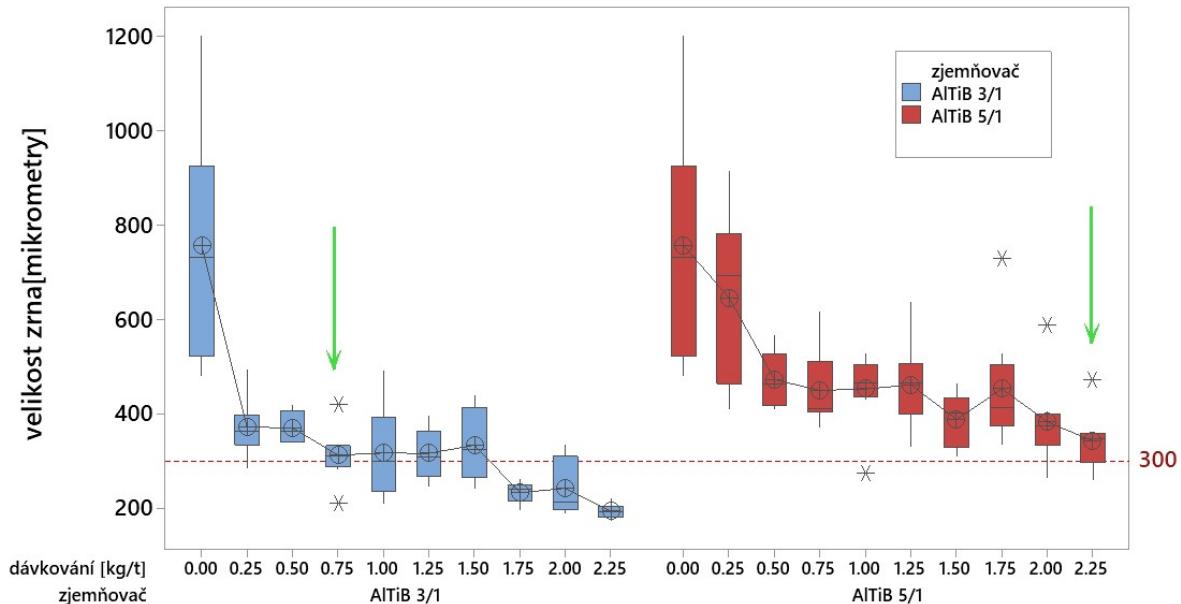
Boxplot velikosti zrna pro různé zjemňovače



Obr. 136 Test různých zjemňovačů pomocí testu TP1 pro AL99,7 a porovnání podélně připravených leptaných vzorků a příklad vyhodnocení velikosti zrna na mikro výbrusech

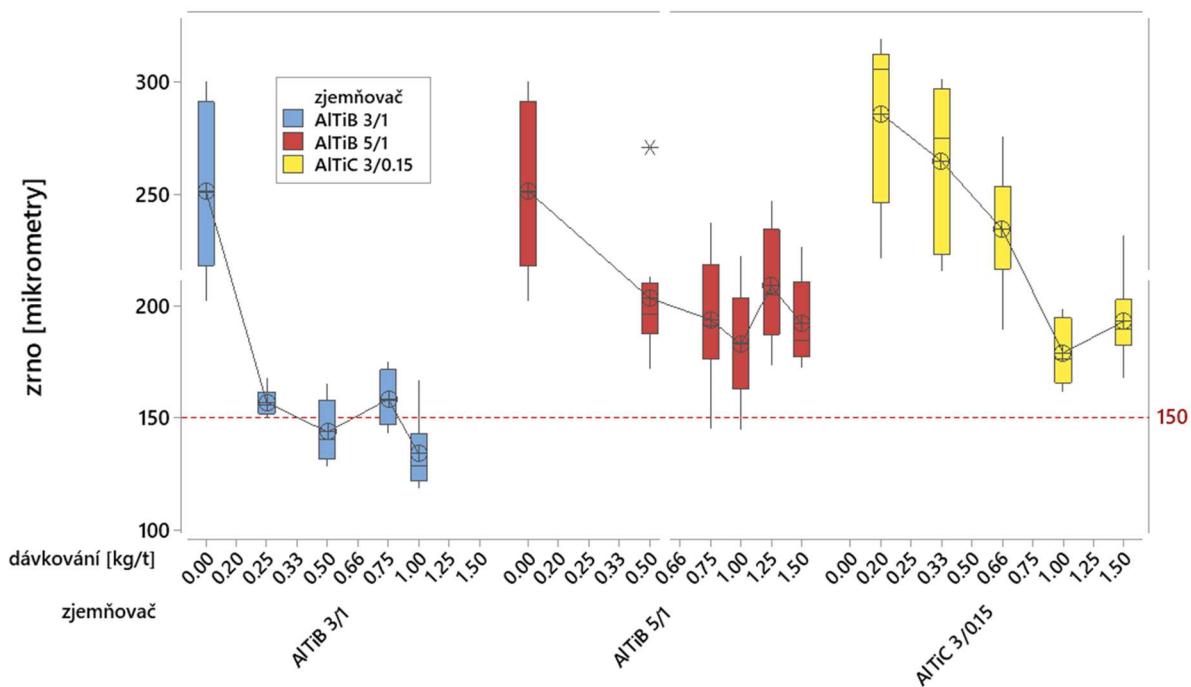
Podobný test byl proveden pro již reálně vyráběnou slitinu AA6082, a byly u ní porovnány již jen zjemňovače na bázi AlTiB. Dávkování bylo rozšířeno až do hodnoty 2,25kg/tunu.

**Boxplot velikosti zrna pro slitinu AA6082 a různé zjemňovače
porovnání zjemňovačů AlTiB 3/1 a AlTiB 5/1**



Obr. 137 Test různých zjemňovačů pomocí testu TP1 pro slitinu AA6082. Tato použitá varianta slitiny 6082 má legován Zr v úrovni 0,05 %

**Boxplot velikosti zrna pro různé typy zjemňovače
TP1 test - slitina A6110 - AlTiB 5/1, AlTiB 3/1 a AlTiC 3/0.15**



Obr. 138 Test různých zjemňovačů pomocí testu TP1 pro slitinu A6110 – identicky dodavatel. Tato použitá varianta slitiny 6110 má legován Zr v úrovni 0,1 %

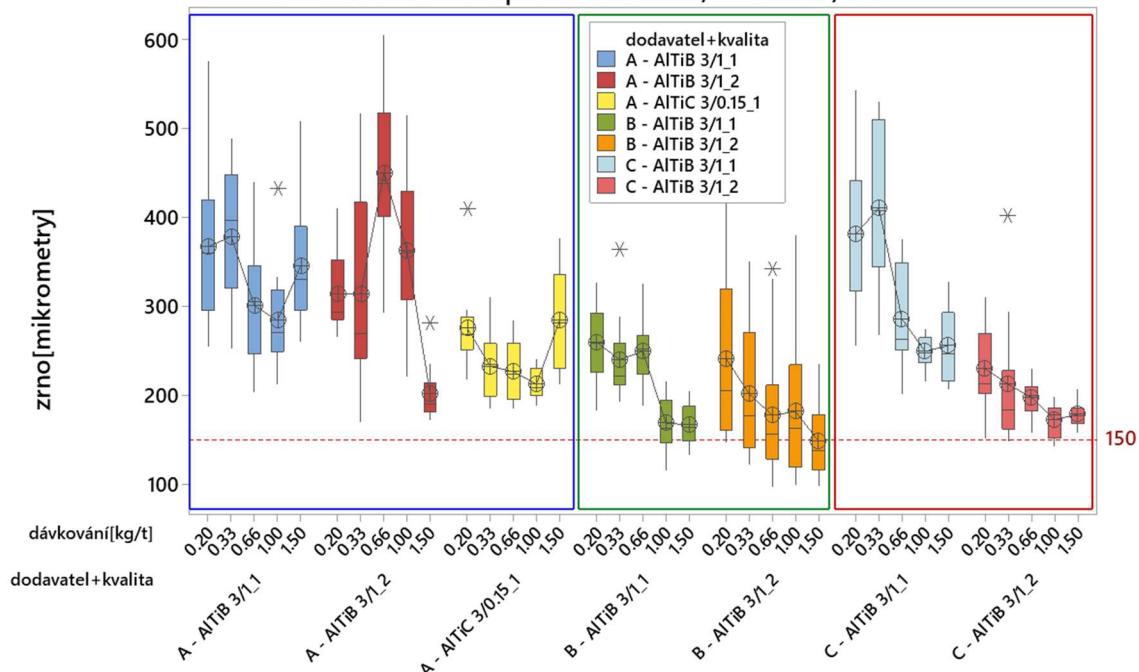
Obdobného testu bylo využito pro porovnání účinnosti zjemňovače pro slitinu AA6110, která je v praxi velmi náchylná na tvorbu prasklin za tepla. Protože je zřejmé, že zjemňovač na bázi AlTiB s poměrem 3/1 má pro všechny provedené testy nejrychlejší nástup zjemnění zrna a jeho nukleační účinnost se zdá být největší, zaměřil jsem se v dalších testech již jen na porovnání tohoto typu zjemňovače od různých dodavatelů. Pro tyto testy jsem použil slitiny, která je nejvíce náchylná z pohledu tvorby prasklin za tepla, což je úzce spojeno se strukturou zrna a obecně platí, že čím jemnějšího zrna se dosáhne, tím je nebezpečí trhlin za tepla menší. V tab. 19 jsou uvedeny některé slitiny podle AA a kalkulované údaje pro teploty solidu, likvidu a indexu náchylnosti k praskavosti pomocí SW PROPHASE 2020 [216]. V tabulce jsou označeny slitiny s diferencí teplot solidu a likvidu vyšší než 100 °C a červeně je označen nejvyšší kalkulovaný index praskavosti, což je právě slitina AA6110. Z tohoto důvodu používám tuto slitinu pro hodnocení nukleační výkonnosti zjemňovacích prostředků.

Tab. 19 Tabulka s uvedenými vypočtenými teplotami solidu a likvidu pro vybrané slitiny dle AA pomocí koncernového SW PROPHASE 2020 [216] a tabulka [215] s informacemi o vlivu přídavného prvku na změnu hustoty mezi tekutým a tuhým stavem pro binární systémy

| Skupina AA | slitina | likvidus [°C] | solidus [°C] | delta [°C] | ICC index | Systém | $\sigma_{V_{ij}}$, cm ³ /mol | refer. |
|------------|---------|------------------|-----------------|---------------|-----------|--------|--|--------|
| 1xxx | 1350 | 655 | 645 | 10 | | Al-Ag | -2.7, -2.6 | [215] |
| | 1100 | 655 | 643 | 12 | | Al-Co | -8.0 | [215] |
| 2xxx | 2011 | 643 | 639 | 4 | | Al-Cr | -4.0 | [215] |
| | 2219 | 643 | 543 | 100 | 2276 | Al-Cu | -3.4 | [215] |
| | 2024 | 638 | 522 | 116 | 108 | Al-Mg | -1.6 | [215] |
| 3xxx | 3003 | 655 | 636 | 19 | | Al-Ni | -5.6, -7.2 | [215] |
| | 3004 | 655 | 630 | 25 | | Al-Si | 0 | [215] |
| 4xxx | 4343 | 613 | 577 | 36 | | Cr-Ni | 0.74 | [215] |
| | 4032 | 570 | 532 | 38 | | | | |
| 5xxx | 5657 | 657 | 638 | 19 | | | | |
| | 5056 | 638 | 568 | 70 | | | | |
| 6xxx | 6026 | 649 | 577 | 72 | | | | |
| | 6063 | 655 | 615 | 40 | | | | |
| | 6066 | 645 | 565 | 80 | | | | |
| | 6110 | 712 | 592 | 120 | 34983 | | | |
| | 6182 | 716 | 574 | 142 | 5358 | | | |
| 7xxx | 7020 | 746 | 591 | 155 | 13402 | | | |
| | 7072 | 655 | 640 | 15 | | | | |
| | 7050 | 717 | 490 | 227 | 1025 | | | |
| | 7075 | 635 | 522 | 113 | 3863 | | | |
| 8xxx | 8030 | 655 | 645 | 10 | | | | |
| | 8176 | 655 | 645 | 10 | | | | |

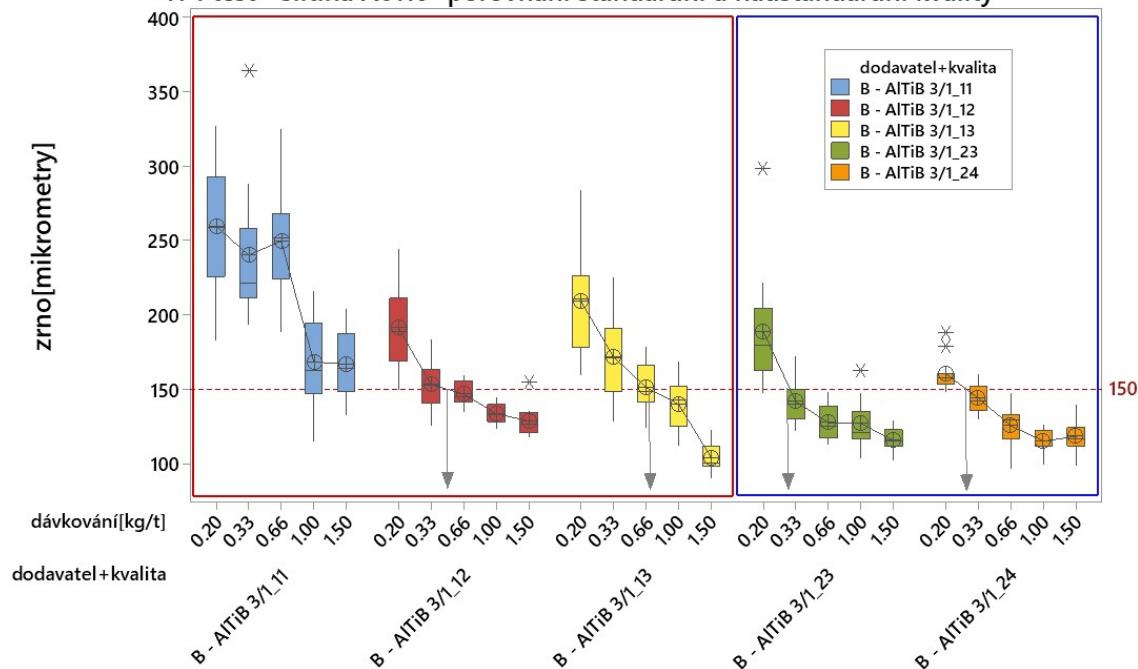
Protože index praskavosti ICC je převážně spojen s teplotní delhou mezi likvidem a solidem. provedl jsem výpočty pomocí SW PROPHASE 2020 jen pro slitiny s největším teplotním rozdílem mezi solidem a likvidem.

Boxplot velikosti zrna pro různé zjemňovače od různých dodavatelů
TP1 test - slitina A6110 -porovnání AlTiB3/1 + AlTiC 3/0.15



Obr. 139 Test zjemňovačů AlTiB 3/1 pomocí testu TP1 pro slitinu A6110 – různí dodavatelé. Do testu byl zařazen opakováný test AlTiC 3/0,15

Boxplot velikosti zrna pro různé zjemňovače od B dodavatele
TP1 test - slitina A6110 -porovnání standardní a nadstandardní kvality

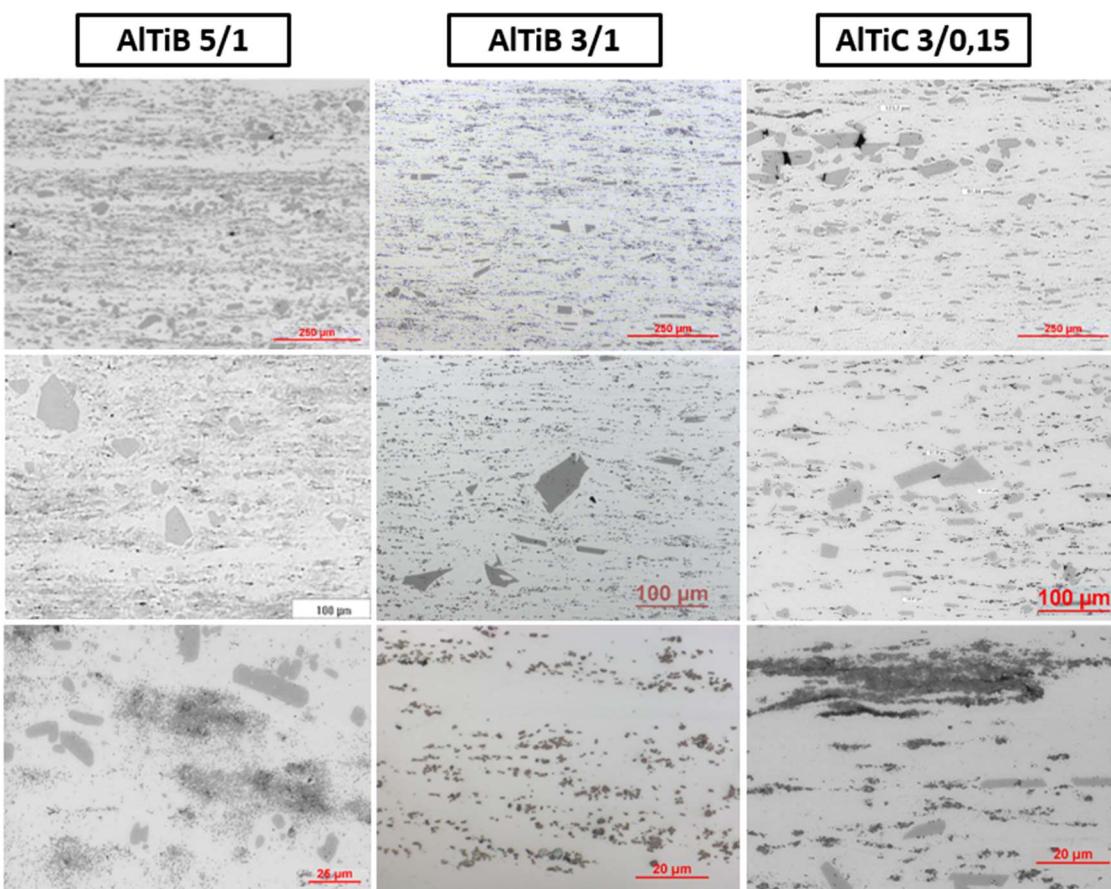


Obr. 140 Test různých zjemňovačů pomocí testu TP1 pro slitinu A6110 – identický dodavatel. Tato použitá varianta slitiny 6110 má legován Zr v úrovni 0,1 %

V grafu – viz obr. 140 jsou vyneseny výsledky testů hodnocení nukleační účinnosti již jen zjemňovačů typu AlTiB 3/1 od různých dodavatelů a do testů byl zahrnut opakovaný test pro AlTiC 3/0,15. Z výsledků je patrné, že i pro identický systém zjemňovače jsou výsledky velmi rozdílné. Na základě provedených testu jsem provedl srovnání mikrostruktury mezi základními systémy a to AlTiC 3/0,15, AlTiB 5/1 a 3/1.

8.2.1.2. Metalografické optické porovnání zjemňovačů

Pro objasnění rozdílné účinnosti mezi AlTiB 5/1, AlTiB 3/1 a AlTiC 3/0,15 bylo provedeno metalografické porovnání, analýza rozložení velikosti a hustoty částic, včetně SEM analýz. Vzorky zjemňovačů byly analyzovány v podélném směru a po broušení, leštění byly pozorovány na optickém mikroskopu při rozdílném zvětšení. Na obr. 141 jsou viditelné struktury jednotlivých zjemňovačů.



Obr. 141 Metalografické porovnání zjemňovačů AlTiB 5/1, AlTiB 3/1 a AlTiC 3/0,15 v podélném směru při různém zvětšení na optickém mikroskopu

Z metalografických výbrusů je zřejmé, že zásadním strukturním rozdílem mezi jednotlivými zjemňovači je:

- Velikost a rozložení částic $TiAl_3$
- Velikosti částic TiB_2 a jejich rozložení

- Výskyt klastrů (shluků) TiB₂ částic
- Výskyt řádků (ochuzených zón)

Porovnání velikosti části TiAl₃ mezi jednotlivými vzorky je možné provést na analyzátoru obrazu, ale pro velikost drobných fází na bázi TiB₂ je to již velmi obtížné. Pro ověření chemického složení jednotlivých fází bylo použito elektronového mikroskopu EDS ADAX. Pro ověření přítomnosti solí v struktuře byly provedeny lomy po zachlazení zkušebních vzorků v tekutém dusíku. Tyto lomy byly opět provedeny v podélném směru zjemňovacího drátu.

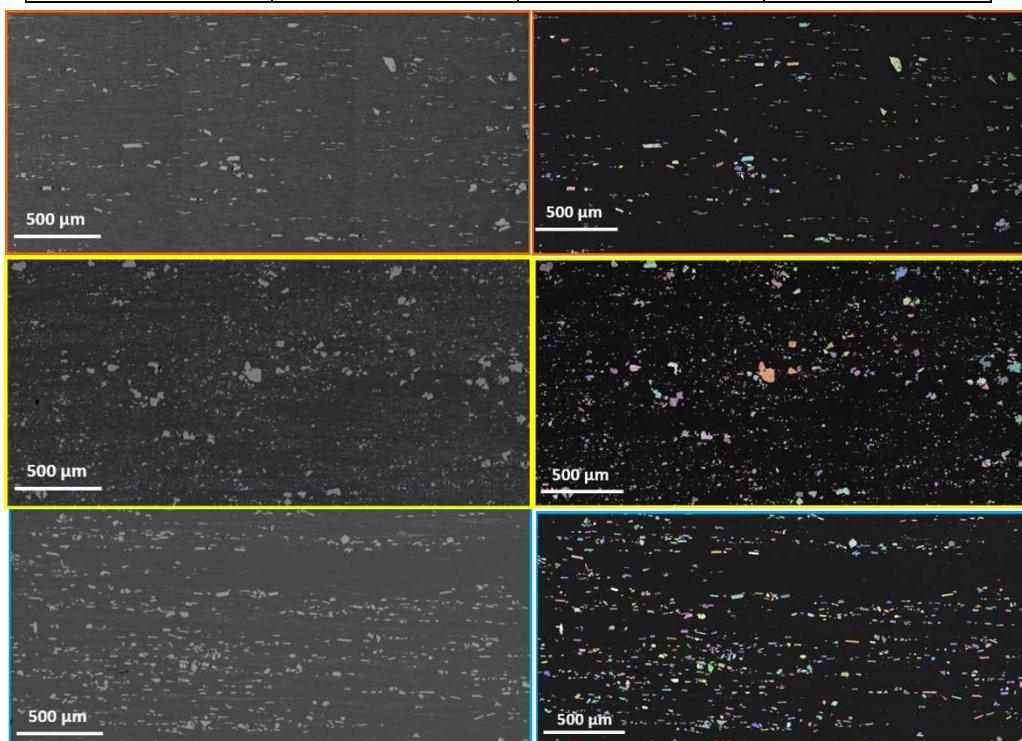
8.2.1.3. Metalografické porovnání zjemňovačů pomocí analyzátoru obrazu

Parametry a nastavení okrajových podmínek:

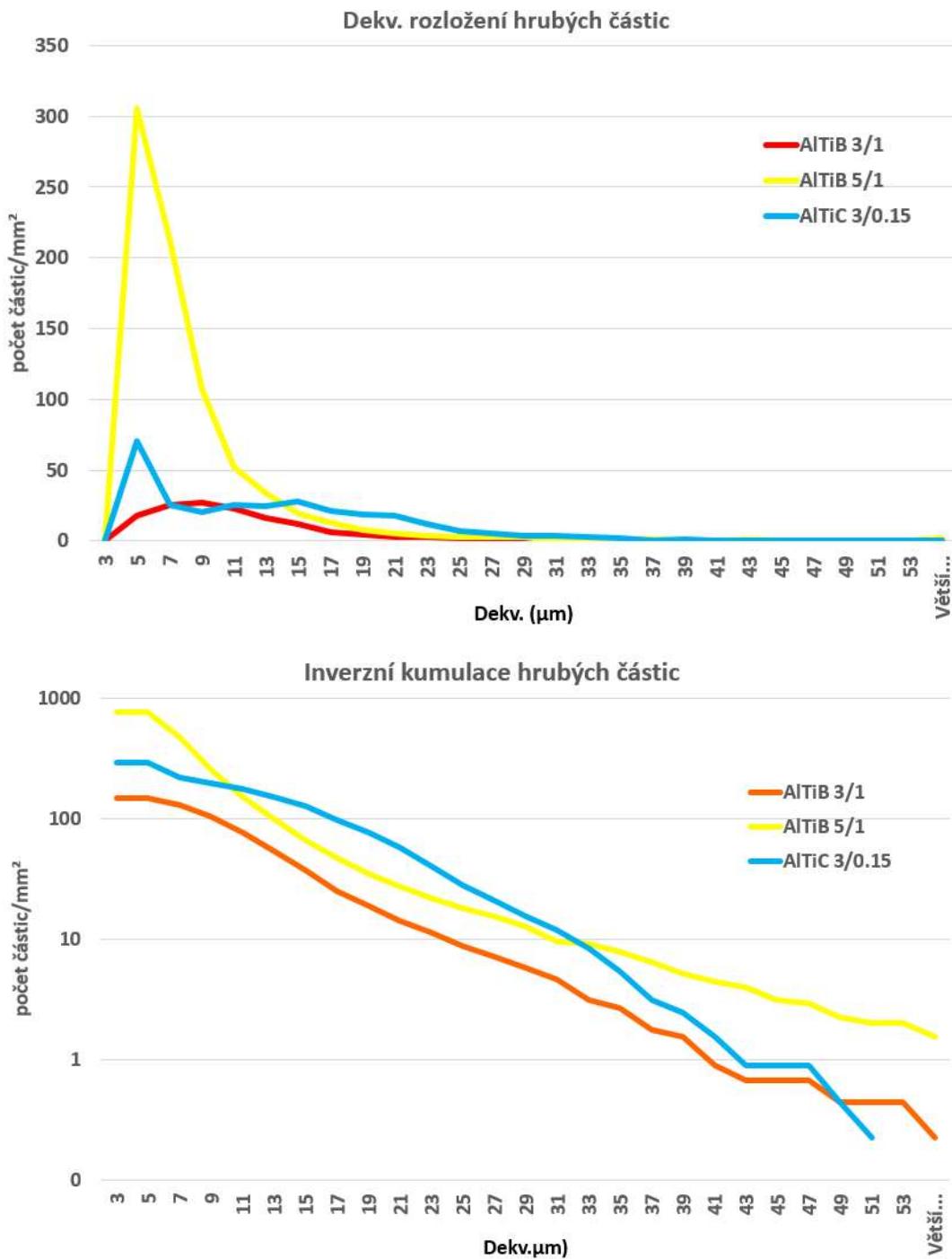
Velikost pole: 1000 x 750 [μm] Počet polí: 3 x 2 polí

Celková plocha: 4,5 [μm^2] Prahování: 10 μm^2 (Dekv = 3,57 μm) Při D/2

| Hrubé částice | AlTiB 3/1 | AlTiB 5/1 | AlTiC 3/0.15 |
|--------------------------------|-----------|-----------|--------------|
| Fs% | 2 | 5 | 5 |
| Min Dekv. (μm) | 3.6 | 3.6 | 3.6 |
| Max Dekv. (μm) | 64.5 | 93.2 | 49.4 |
| Průměr Dekv. (μm) | 10.9 | 7.3 | 12.5 |
| Počet fází / mm^2 | 148.0 | 776.4 | 292.4 |



Obr. 142 Tabulka vyhodnocení počtu hrubých fází a ukázka hodnocených polí



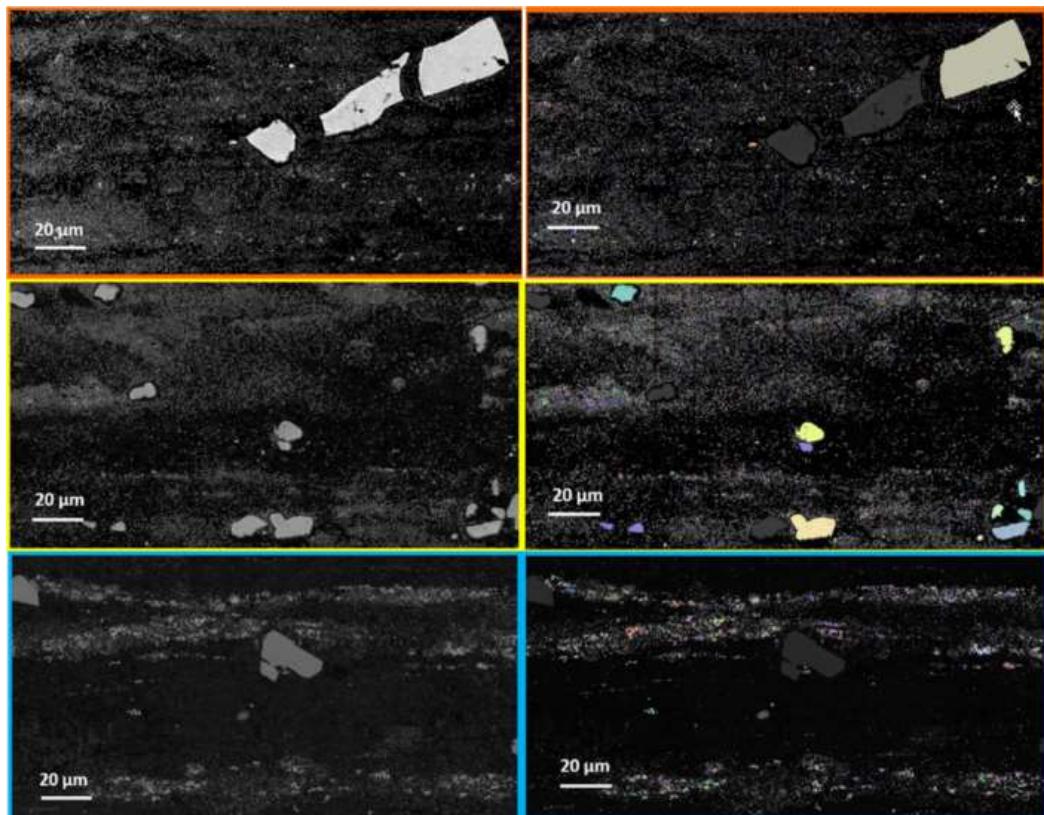
Obr. 143 Histogramy pro počty fází v jednotlivých velikostních kategoriích pro různé zjemňovače a jejich inverzní kumulativní součet vynesený v logaritmickém měřítku

Další měření a kalkulace byla provedena pro jemné fáze a jednotlivé parametry nastavení okrajových podmínek bylo:

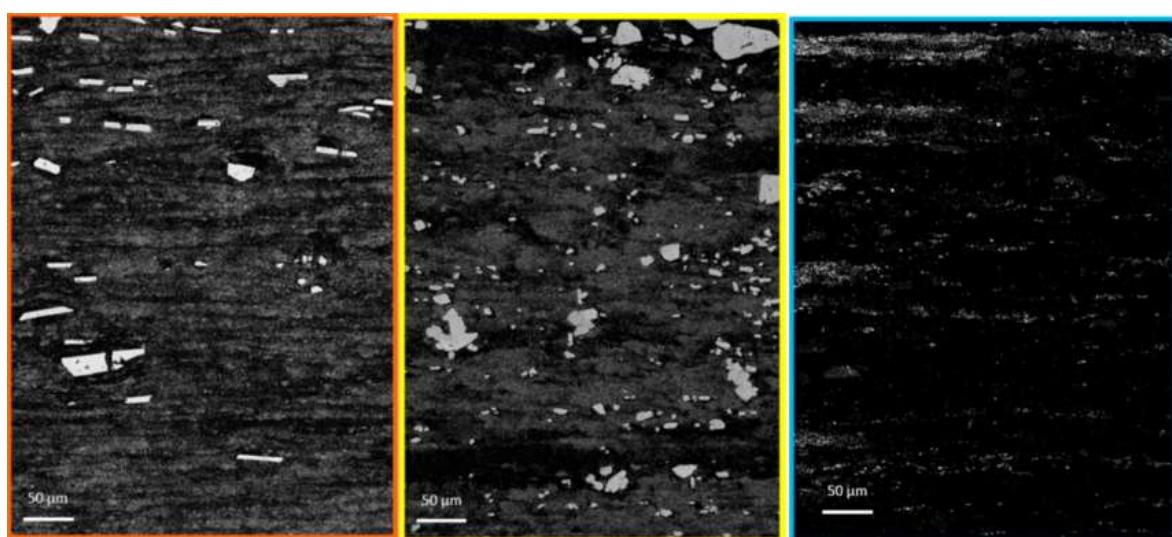
| | |
|--|--|
| Velikost pole: 50 x 37,5 [mm] | Počet polí: 5 x 3 polí |
| Celková plocha: 4,5 [mm ²] | Prahování: 10 mm ² (Dekv = 3,57 mm) |
| | Při D/2 |

| Jemné částice | AlTiB 3/1 | AlTiB 5/1 | AlTiC 3/0.15 |
|-------------------|-----------|-----------|--------------|
| Fs% | 23 | 12 | 1 |
| Min Dekv. (μm) | 0,25 | 0,25 | 0,25 |
| Max Dekv. (μm) | 1,59 | 1,59 | 4,06 |
| Průměr Dekv. (μm) | 0,36 | 0,4 | 0,39 |

Plocha pro měření morfologie fází



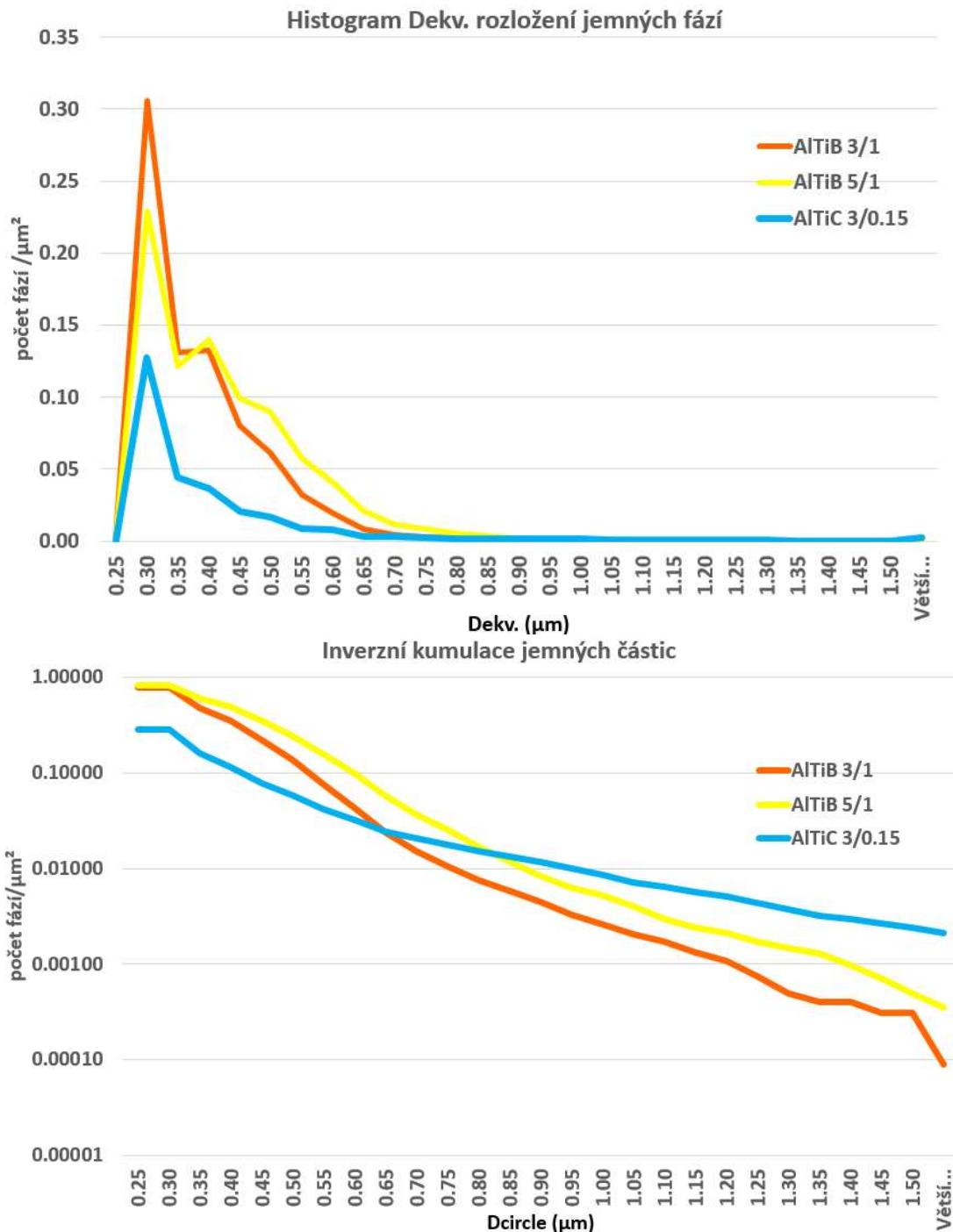
Obr. 144 Tabulka vyhodnocení počtu jemných fází a plochy pro hodnocení morfologie fází



Obr. 145 Plochy pro hodnocení Fs% plochy fází

Vzorky zjemňovačů byly rozříznuty podélně ve středu a vyleštěny - tři vzorky.

Pozorování bylo prováděno v podélném směru.



Obr. 146 Histogramy pro počty fází v jednotlivých velikostních kategoriích pro různé zjemňovače a jejich inverzní kumulativní součet vynesený v logaritmickém měřítku

Pro kvantifikaci všech částic byly tedy analýzy provedeny ve 3 krocích:

1- Hrubé částice Al_3Ti : prahová velikost částic více než $3,57 \mu\text{m}$ v kruhovém ekvivalentním průměru (Dekv) v zpětně rozptýlených elektronových obrazech (celková plocha: $4,5 \text{ mm}^2$ / akviziční mřížka: 3×2 pole).

2 - Povrchová frakce (Fs%) jemných částic (TiB_2): prahová velikost částic více než $0,38 \mu\text{m}$ v Dekv v zpětně rozptýlených elektronových obrazech (celková plocha je pro každý

vzorek odlišná). Protože v této analýze byly hrubé částice změřeny v analyzované oblasti spolu s jemnými a proto během zpracování dat jsme aplikovali tzv. prahovou velikost částic, abychom co nejvíce odstranili jemnější populaci částic. Výsledky nemusí být příliš přesné, ale přinejmenším v každém případě poskytují dostatečně vypovídající hodnoty pro Fs%.

3 - Morfologie jemných částic: rovněž uvedena v D_{ekv}, je získána stejnou metodikou, jak je popsána v bodech 1 a 2 výše, s prahovou velikostí částic větší než 0,25 µm v D_{ekv} (celková plocha: 22584 µm² / akviziční mřížka: 4x3 pole).

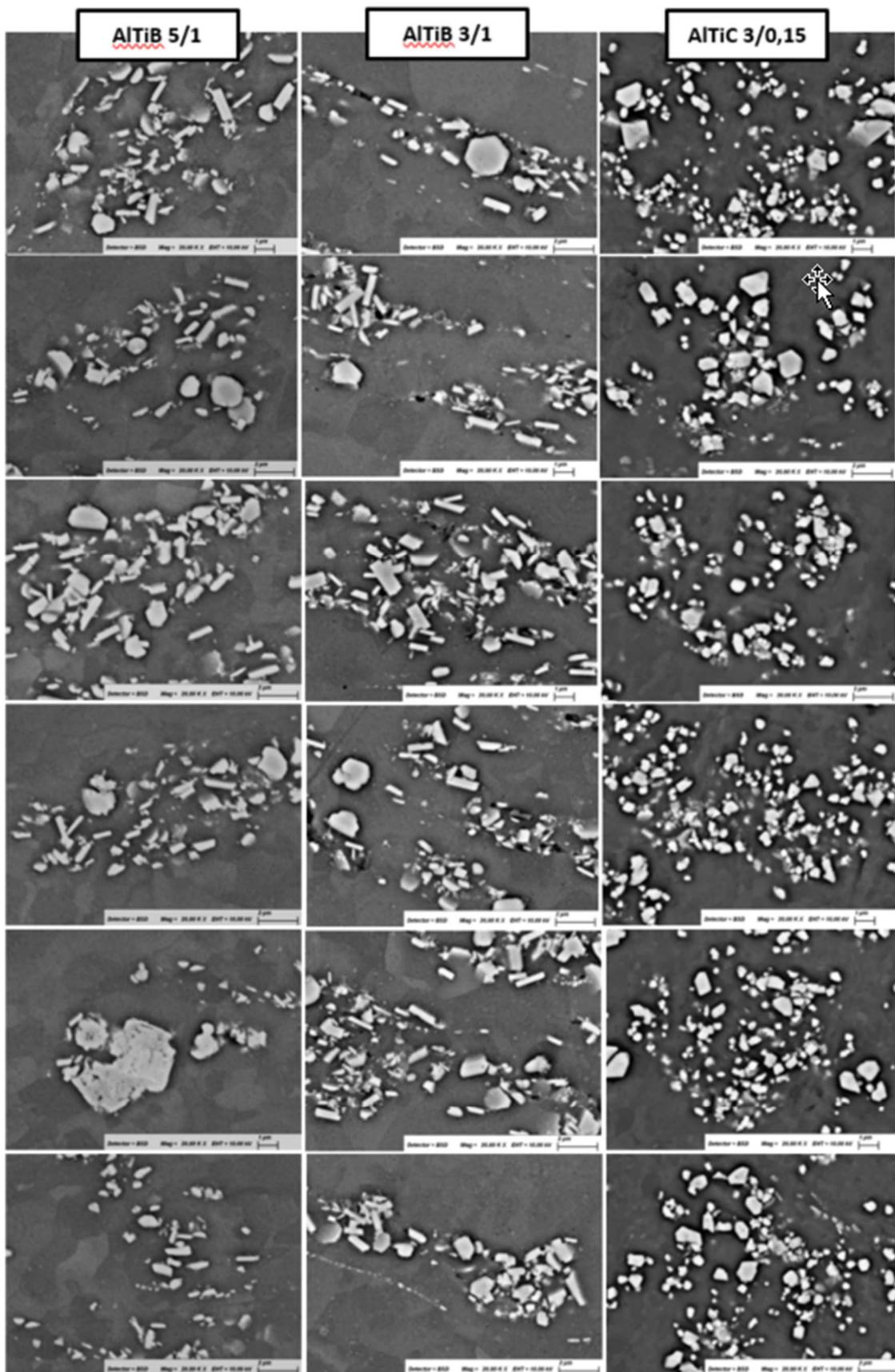
Celkové shrnutí výsledků analýzy velikosti a počtu fází ve struktuře mezi jednotlivými zjemňovači

Tab. 20 Tabulka porovnání počtu fází u jednotlivých zjemňovačů

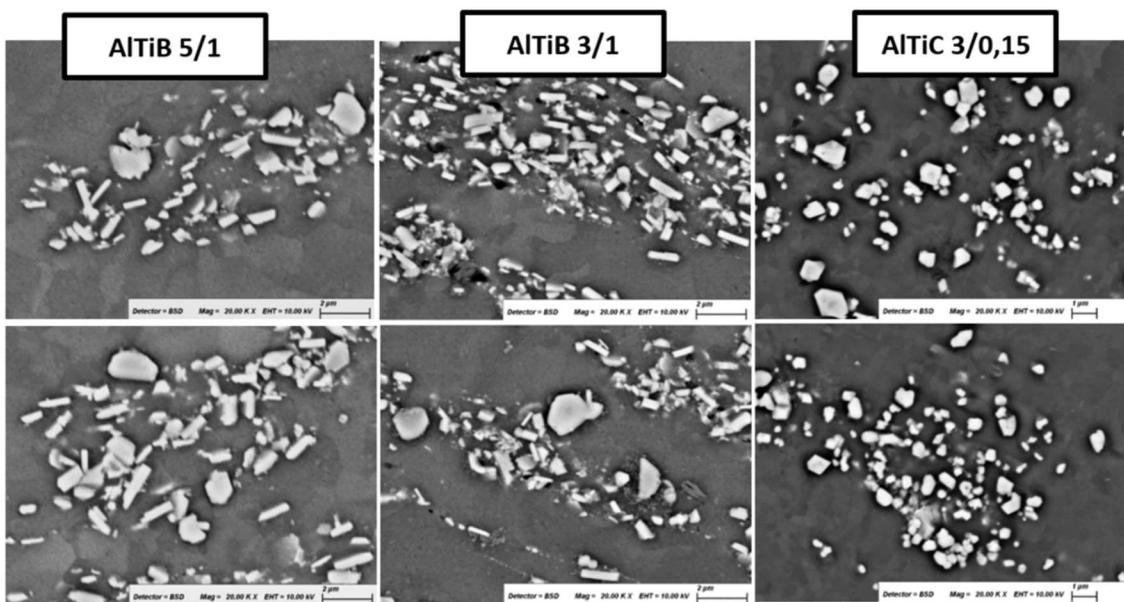
| | AlTiB – 3/1 | AlTiB – 5/1 | AlTi3C0.15 |
|---------------|---|---|---|
| Hrubé částice | 3 – 10 – nejmenší zastoupení ze všech zjemňovačů 10 - 30 střední obsah 31 – 50 – nejméně | 3 – 10 – nejvyšší zastoupení ze všech zjemňovačů 10 - 30 nejmenší obsah 31 – 50 – střední | 3 – 10 – střední zastoupení ze všech zjemňovačů 10 - 30 nejvyšší obsah 31 – 50 – střední |
| Jemné částice | 0,25 – 0,40 – střední zastoupení ze všech zjemňovačů 0,41 – 0,80 – střední obsah 0,81 – 1,5 – nejméně | 0,25 – 0,40 – nejvyšší obsah ze všech zjemňovačů 0,41 – 0,80 – nejvyšší zastoupení 0,81 – 1,5 – střední obsah | 0,25 – 0,40 – nejmenší počet ze všech zjemňovačů 0,41 – 0,80 – nejmenší počet 0,81 – 1,5 – nejvyšší počet |

Zkoumání velikosti licího zrna jako funkce typu zjemňovače zrna a jeho rychlosti přidávání do čistého Al, či do slitin 6082, 6110A ukazuje, že nejmenší velikosti licího zrna jsou získány použitím zjemňovače AlTiB 3/1. Navzdory technickým obtížím s prahováním nejjemnějších a tedy numericky hustých částic TiB₂ analýza nám ukazuje distribuci velikostně účinných heterogenních jader přítomných v různých studovaných zjemňovačích zrna. Na základě analýz SEM je nám dovoleno pozorovat přítomnost heterogenně distribuovaných shluků TiB₂ v referenčních vzorcích zjemňovače AlTiB 5/1 charakterizovaných povrchovou frakcí Fs%. Tato frakce je nižší, než byla pozorována ve variantě AlTiB 3/1, což potvrzuje hypotézu, že výkon refinéru zrna souvisí s distribucí účinných heterogenních jader. Tento výklad může objasnit, proč systém AlTiB 3/1 dosahuje lepších výsledků v nukleační účinnosti s velmi rychlým nástupem již od velmi nízkého dávkování zjemňovače.

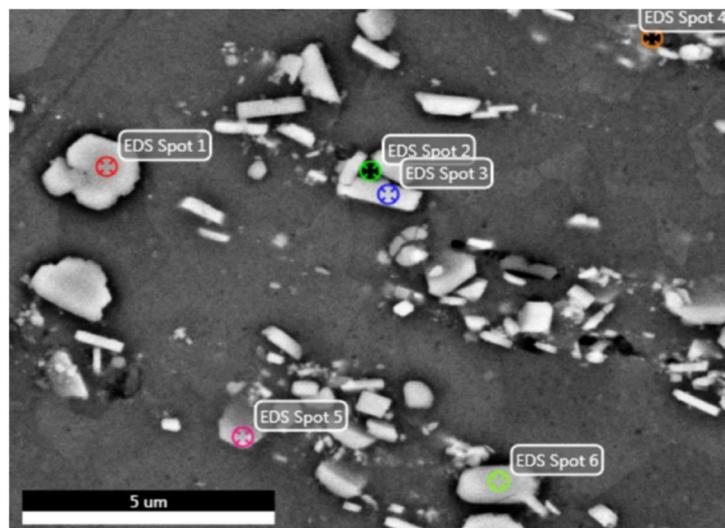
8.2.1.4. Hodnocení mikrostruktury zjemňovačů pomocí EDX



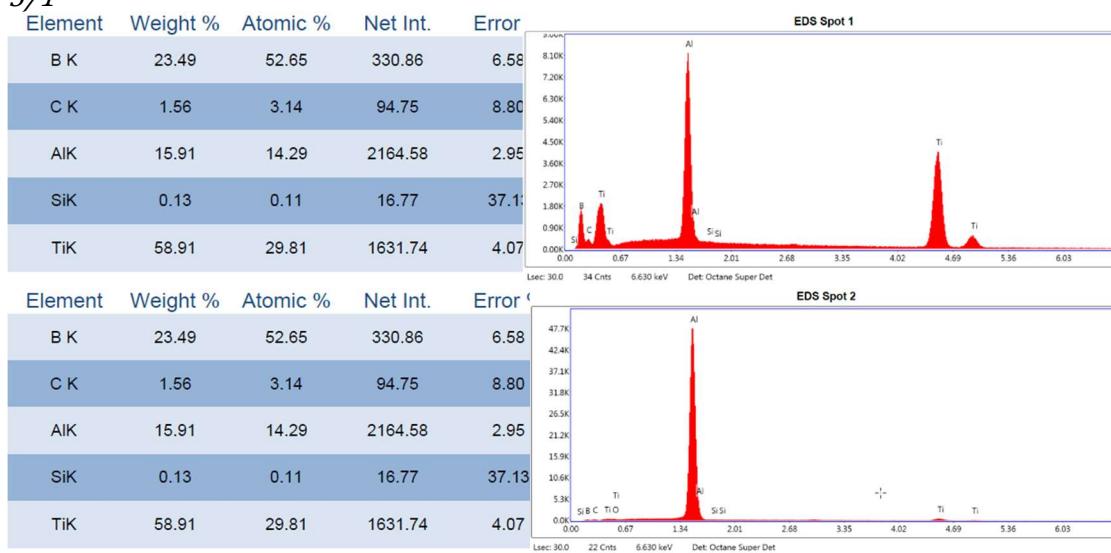
Obr. 147 Detaily struktury pořízené elektronovým mikroskopem pro porovnání zjemňovačů AlTiB 5/1, AlTiB 3/1 a AlTiC 3/0,15 v podélném směru

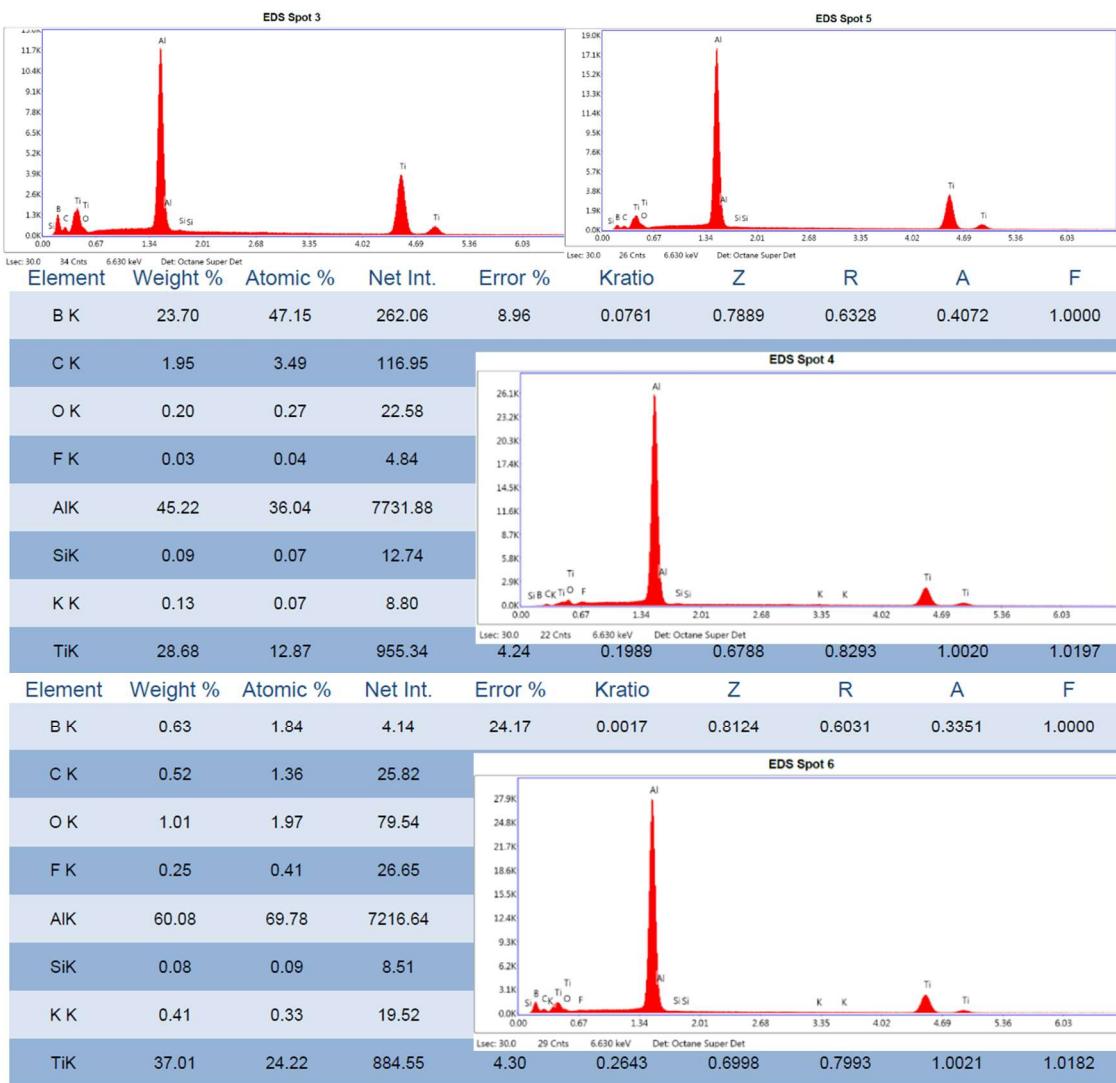


Obr. 148 Detaily struktury pořízené elektronovým mikroskopem pro porovnání zjemňovačů AlTiB 5/1, AlTiB 3/1 a AlTiC 3/0,15 v podélném směru

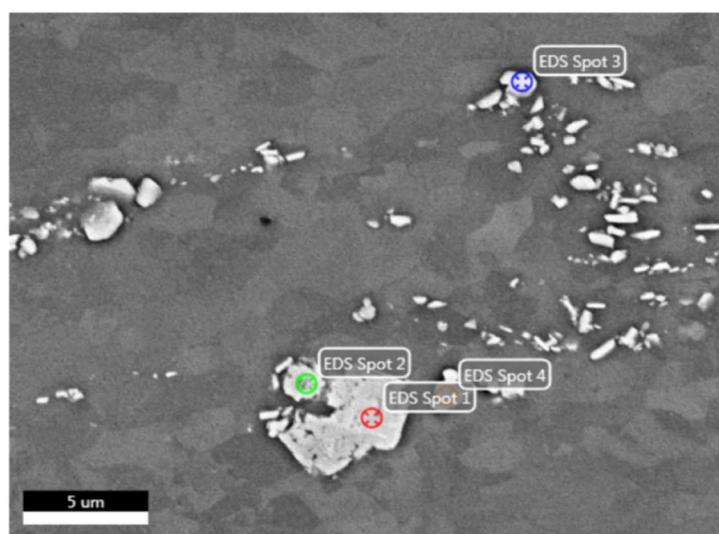


Obr. 149 Označení míst ve struktuře pro jednotlivé bodové analýzy pro zjemňovač AlTiB 3/1

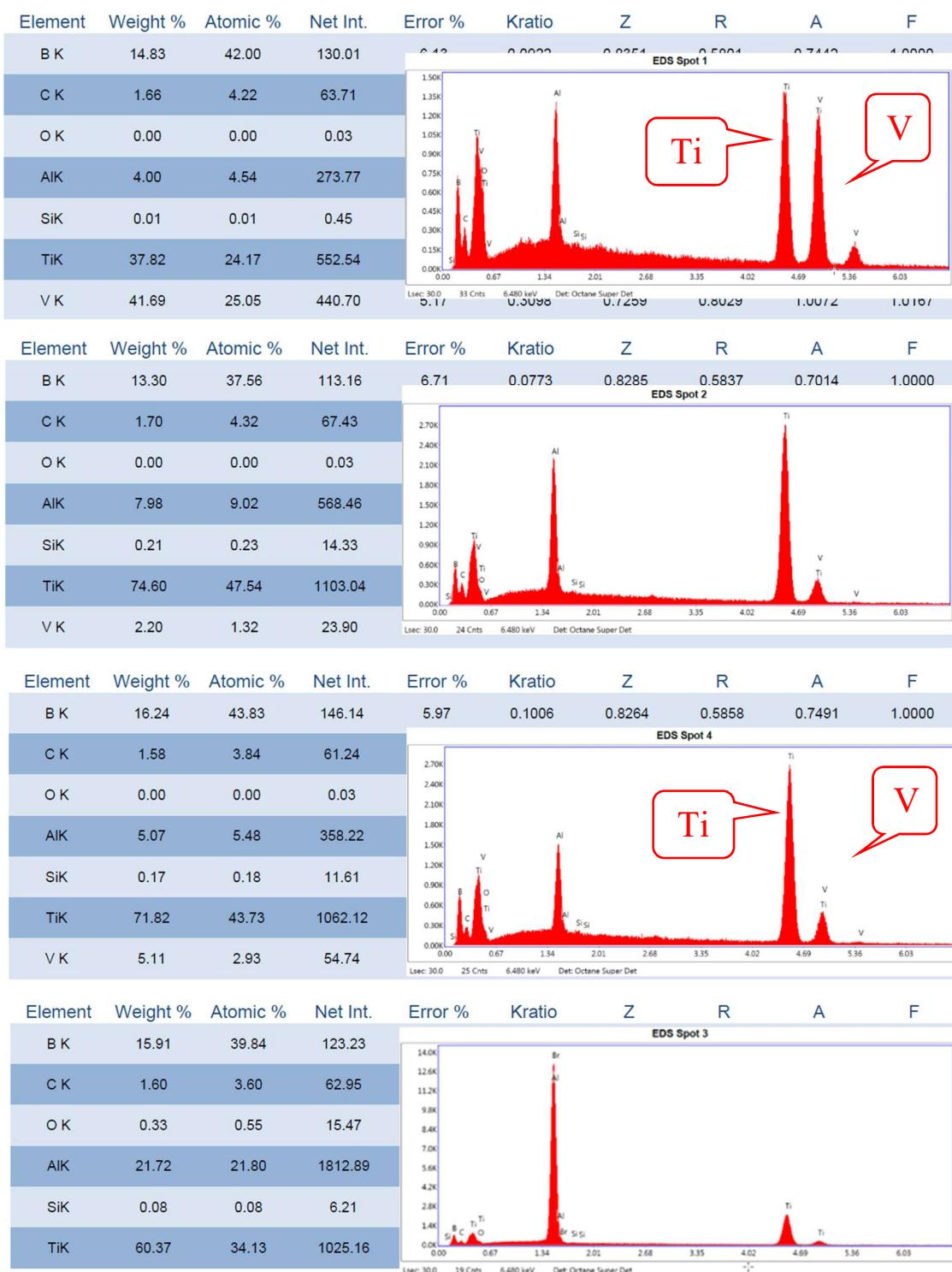




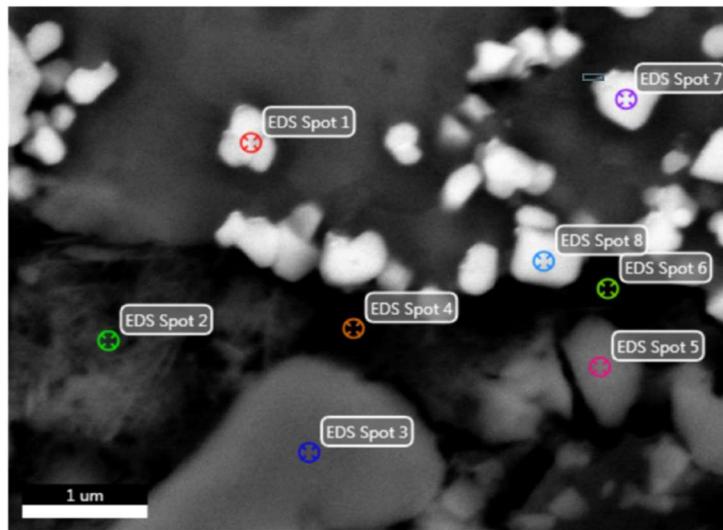
Obr. 150 Jednotlivé „eZAF Smart Quant Results“ bodové analýzy částic zjemňovače AlTiB 3/1



Obr. 151 Označení míst ve struktuře pro jednotlivé bodové analýzy pro zjemňovač AlTiB 5/1



Obr. 152 Jednotlivé eZAF Smart Quant Results bodové analýzy částic zjemňovače AlTiB 5/1



Obr. 153 Označení míst ve struktuře pro jednotlivé bodové analýzy pro zjemňovač AlTiC 3/0,15



Obr. 154 Jednotlivé „eZAF Smart Quant Results“ bodové analýzy částic zjemňovače AlTiC 3/0,15 – spot 1, 2, 3

| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | R | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 1.06 | 2.38 | 26.30 | 12.36 | 0.0049 | 0.8152 | 0.6289 | 0.5618 | 1.0000 |
| O K | 8.77 | 14.73 | 356.24 | | | | | | |
| F K | 5.43 | 7.67 | 286.67 | | | | | | |
| NaK | 0.97 | 1.13 | 48.79 | | | | | | |
| MgK | 1.20 | 1.32 | 74.77 | | | | | | |
| AlK | 50.09 | 49.87 | 2829.54 | | | | | | |
| SiK | 3.20 | 3.06 | 156.59 | | | | | | |
| S K | 0.07 | 0.06 | 2.38 | | | | | | |
| K K | 12.78 | 8.78 | 275.38 | 4.95 | 0.0909 | 0.6921 | 0.7635 | 0.9948 | 1.0333 |
| CaK | 16.43 | 11.01 | 268.44 | 5.02 | 0.1181 | 0.7152 | 0.7797 | 0.9927 | 1.0124 |
| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | R | A | F |
| C K | 1.19 | 2.98 | 30.67 | | | | | | |
| O K | 3.07 | 5.77 | 121.61 | | | | | | |
| F K | 2.38 | 3.75 | 127.13 | | | | | | |
| NaK | 0.21 | 0.27 | 11.03 | | | | | | |
| MgK | 0.63 | 0.78 | 41.37 | | | | | | |
| AlK | 50.99 | 56.69 | 3035.24 | | | | | | |
| SiK | 3.87 | 4.13 | 199.12 | | | | | | |
| S K | 0.14 | 0.14 | 5.48 | | | | | | |
| K K | 5.72 | 4.39 | 132.25 | | | | | | |
| CaK | 9.80 | 7.33 | 175.35 | | | | | | |
| TiK | 21.99 | 13.77 | 258.80 | | | | | | |
| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | | | | | | |
| C K | 2.05 | 4.78 | 76.92 | | | | | | |
| O K | 0.54 | 0.94 | 44.27 | | | | | | |
| FeL | 1.97 | 0.99 | 81.01 | | | | | | |
| MgK | 0.52 | 0.60 | 63.86 | | | | | | |
| AlK | 81.87 | 84.98 | 8816.85 | | | | | | |
| SiK | 0.10 | 0.10 | 9.21 | | | | | | |
| K K | 0.24 | 0.17 | 9.74 | | | | | | |
| TiK | 12.70 | 7.43 | 265.19 | | | | | | |
| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | R | A | F |
| C K | 11.08 | 26.12 | 680.59 | | | | | | |
| O K | 1.01 | 1.79 | 79.27 | | | | | | |
| F K | 0.41 | 0.62 | 44.64 | | | | | | |
| CuL | 0.27 | 0.12 | 16.74 | | | | | | |
| AlK | 42.95 | 45.07 | 5443.04 | | | | | | |
| SiK | 0.26 | 0.26 | 28.92 | | | | | | |
| TiK | 44.02 | 26.02 | 1119.92 | | | | | | |

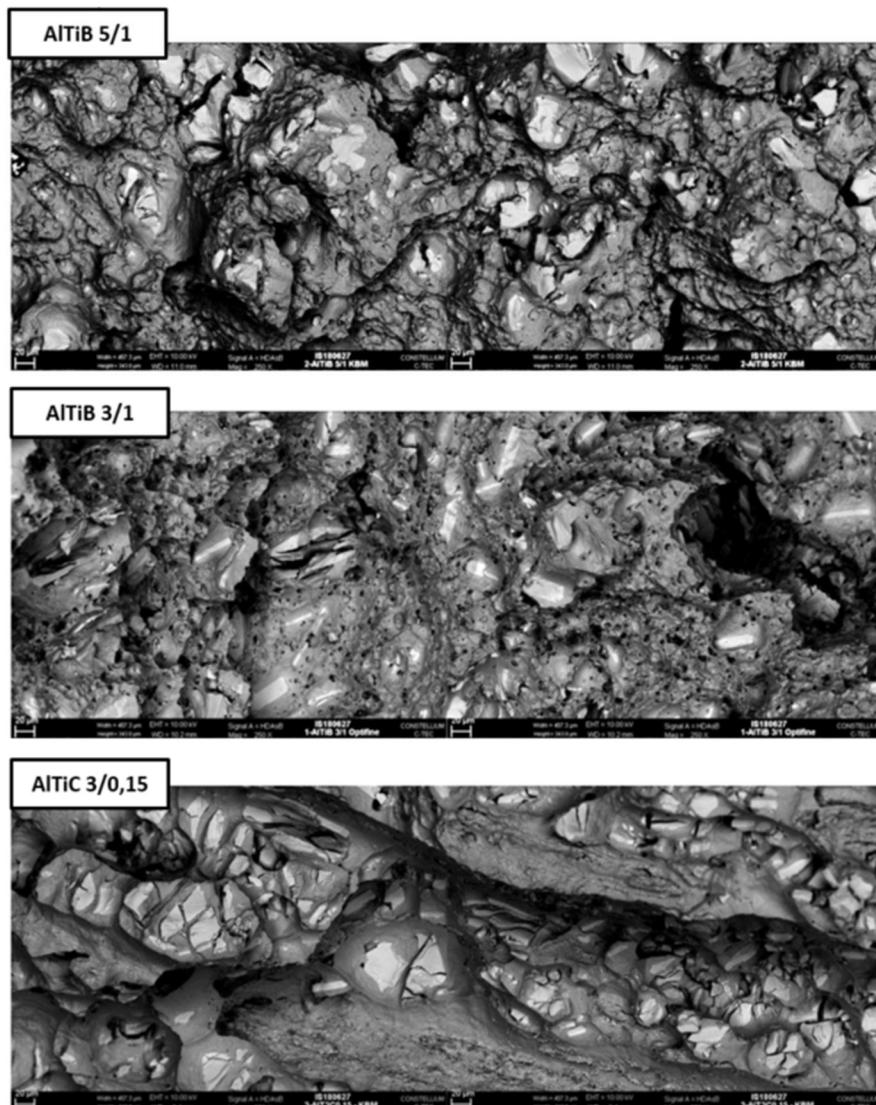
Obr. 155 Jednotlivé „eZAF Smart Quant Results“ bodové analýzy částic zjemňovače AlTiC 3/0,15 – spot 4, 5, 6, 7, 8

8.2.1.5. Analýza lomových ploch porovnávaných zjemňovačů

Protože pro provedené hodnocení bylo vždy použito výbrusů v podélném směru a tyto výbrusy se připravovaly klasickým způsobem, což znamená broušením a leštěním na bázi vody, nemohly být zjemňovače hodnoceny z pohledu výskytu zbytkových solí, které pocházejí z procesu výroby. Abych toto hodnocení mohl provést, byly provedeny lomy taktéž v podélném směru zjemňovačů, jako u metalografických výbrusů. Protože materiál zjemňovačů je na bázi Al bez vytvrzujících příměsí, drát je velmi houževnatý a provedení lomu je velmi obtížné.

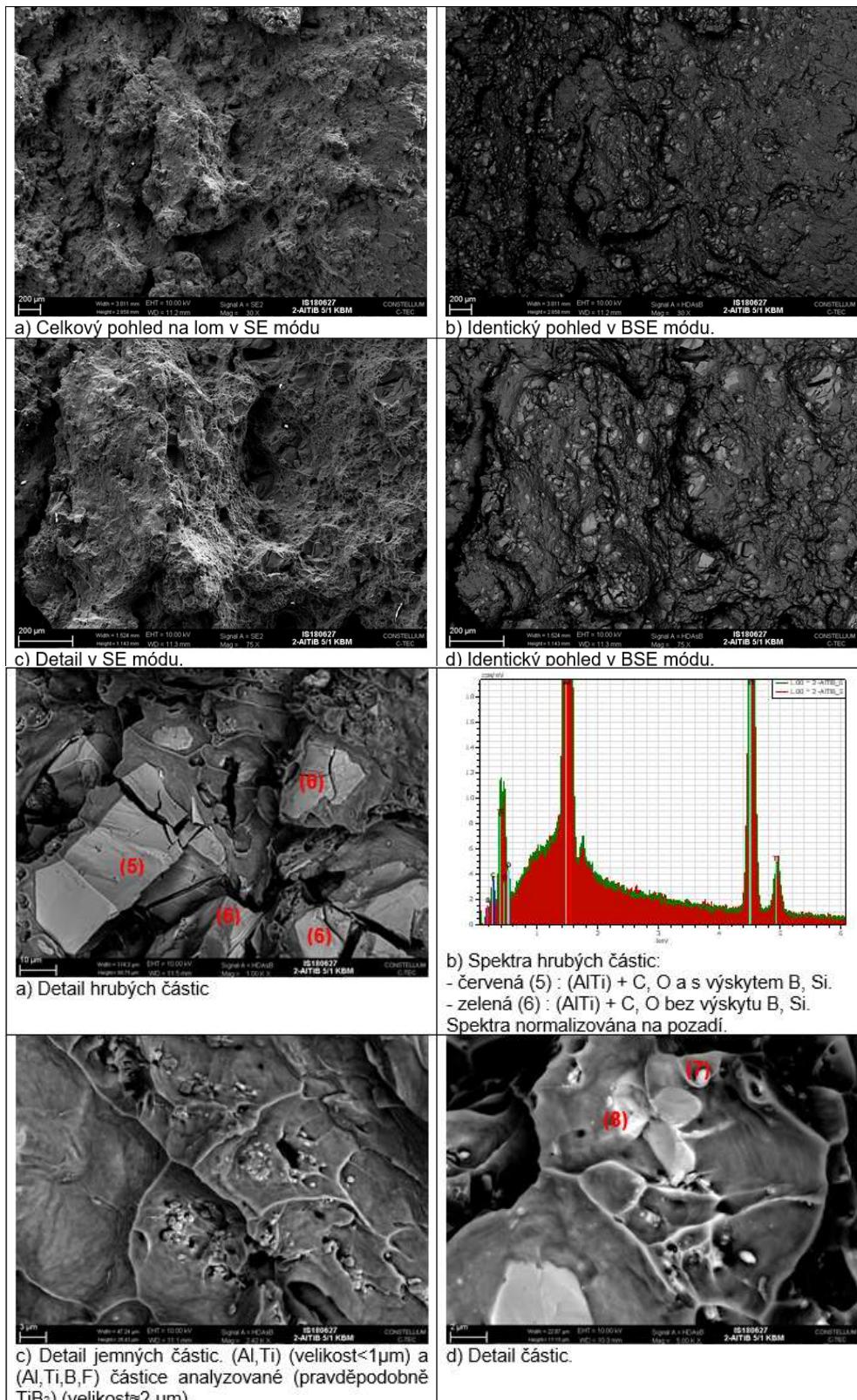


Obr. 156 Schéma zkušebního vzorku zjemňovače s připravenými vruby na drátořezném stroji

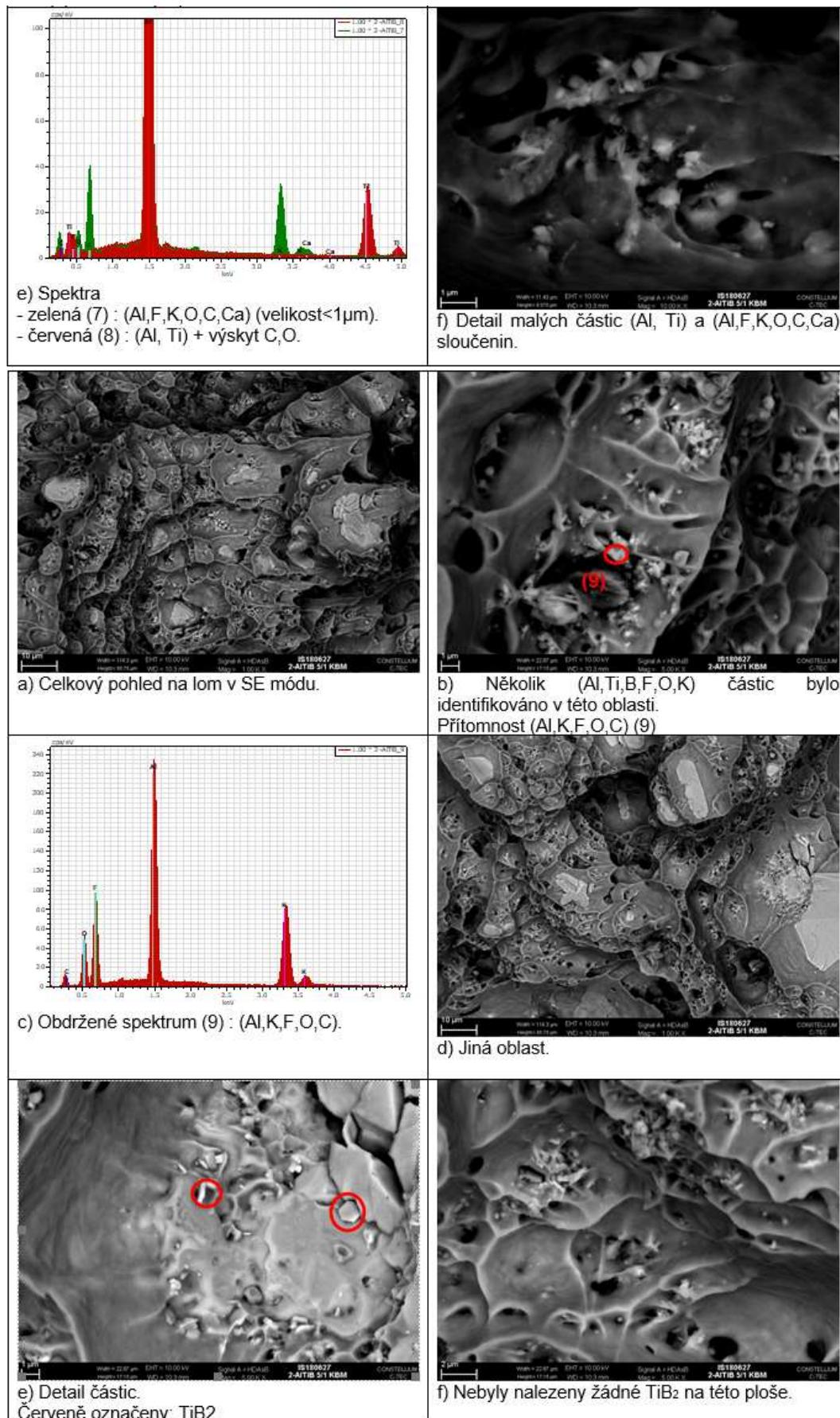


Obr. 157 Fotografie lomových ploch při vysokém zvětšení na elektronovém mikroskopu

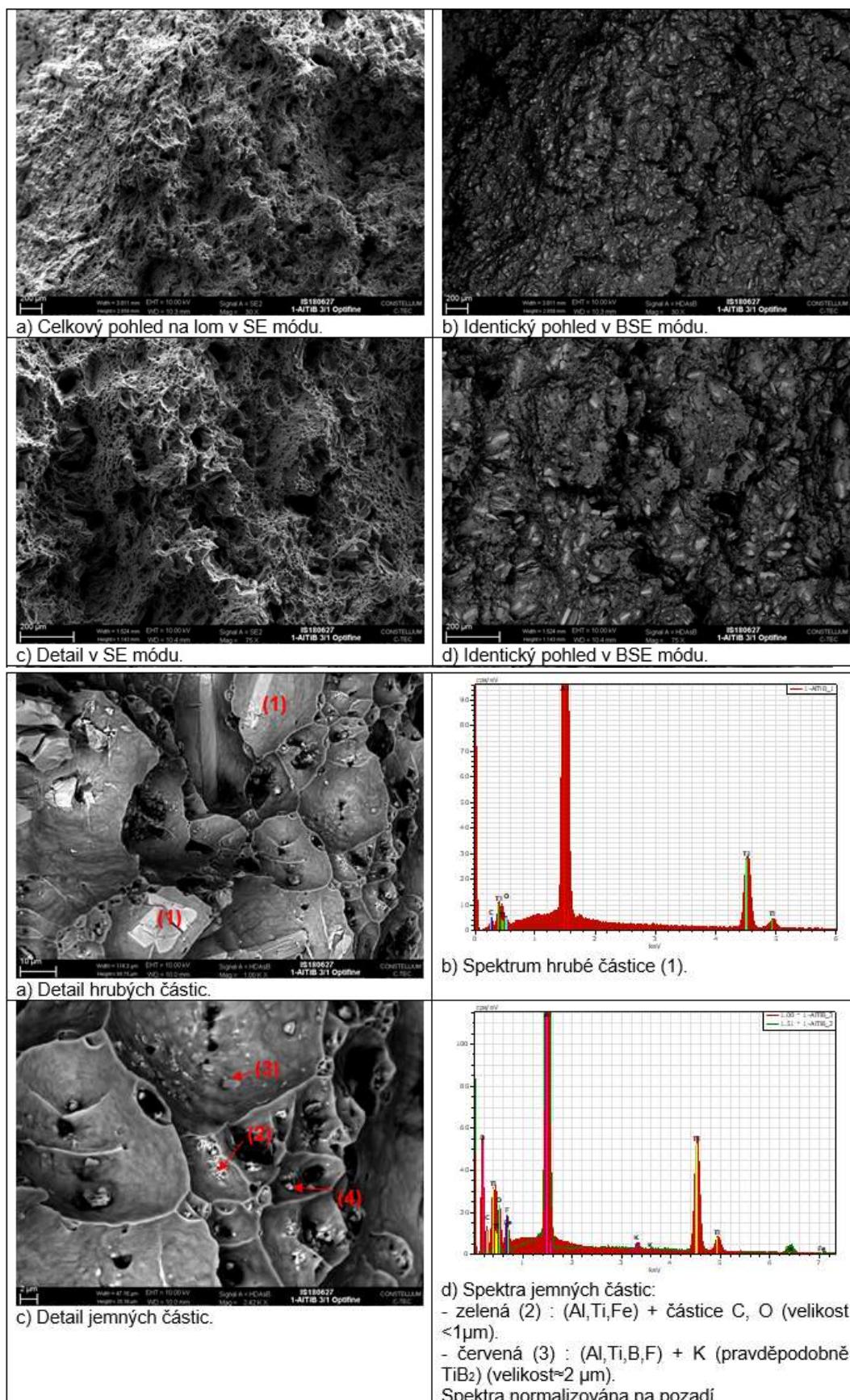
Z tohoto důvodu byly zkušební vzorky opatřeny vruby – viz obr. 156 a před vlastním zlomením byly vzorky hluboce podchlazené v tekutém dusíku. Po vyjmutí byly vzorky rozloženy a struktura byla pozorována optickým a elektronovým mikroskopem.



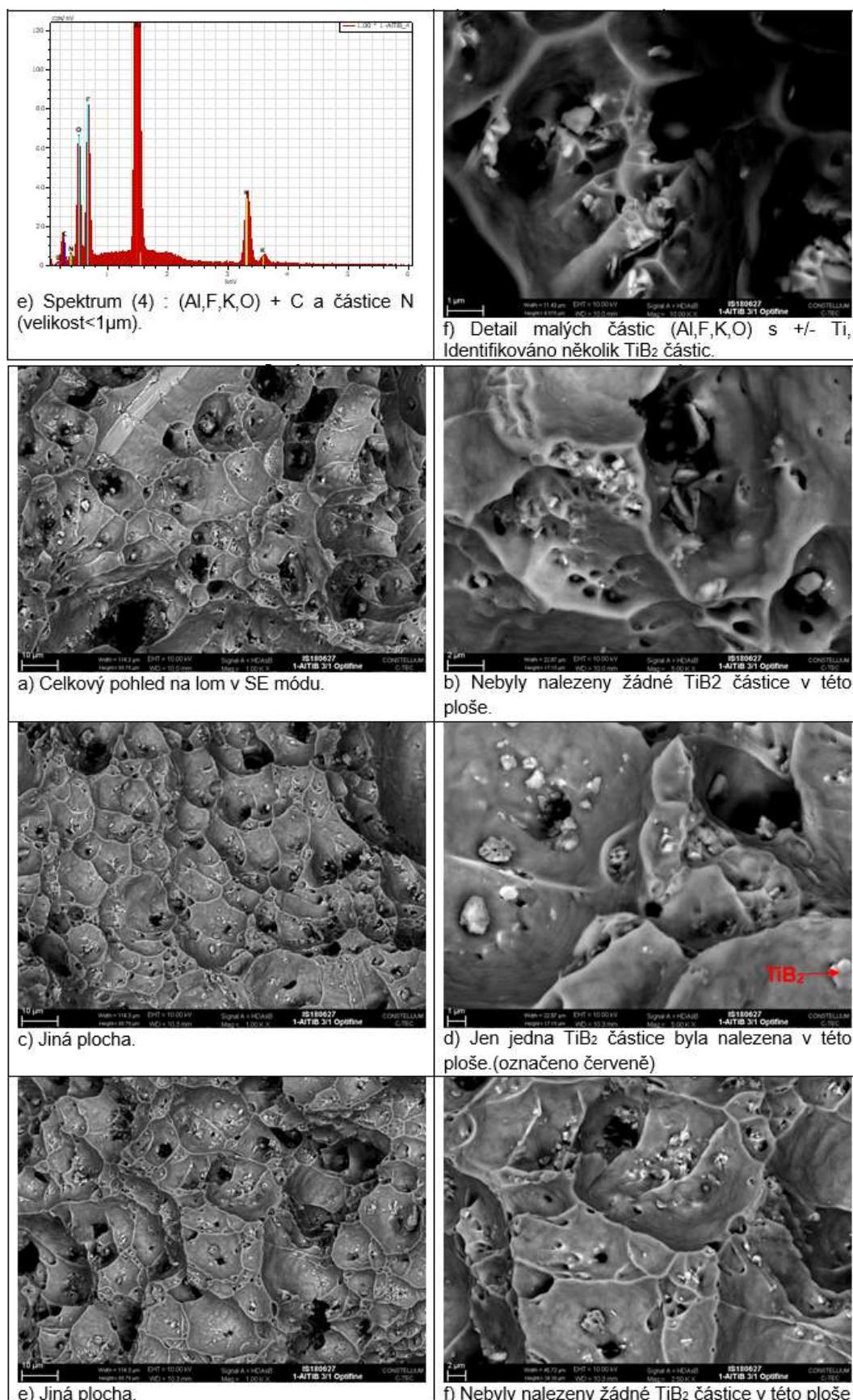
Obr. 158 Zjemňovač AlTiB 5/1 - SEM mikrografie v SE módu (topographic contrast) a BSE (backscattered electron contrast) módu



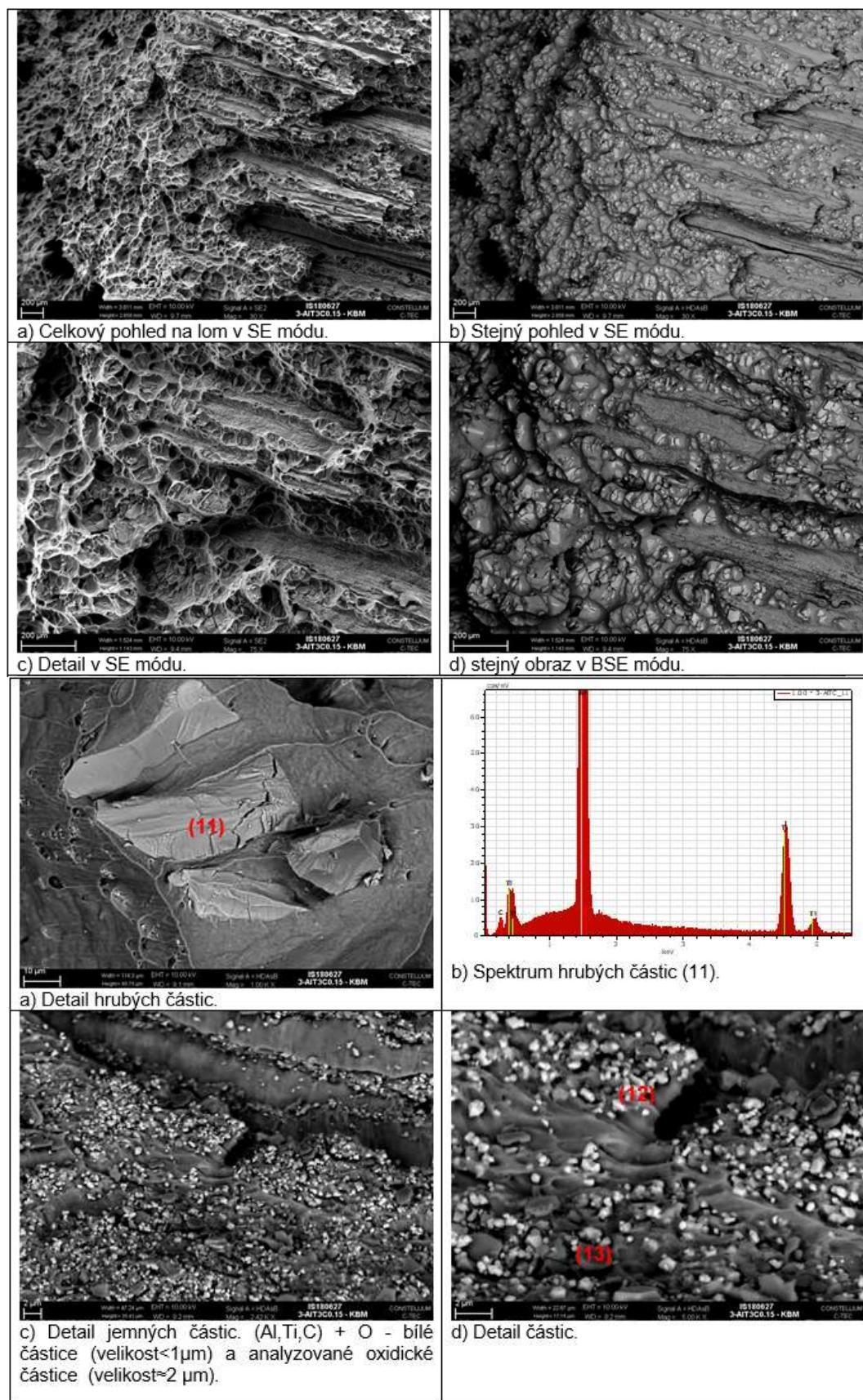
Obr. 159 Zjemňovač **AlTiB 5/1** - SEM mikrografy v SE módu (topographic contrast) a BSE (backscattered electron contrast) módu



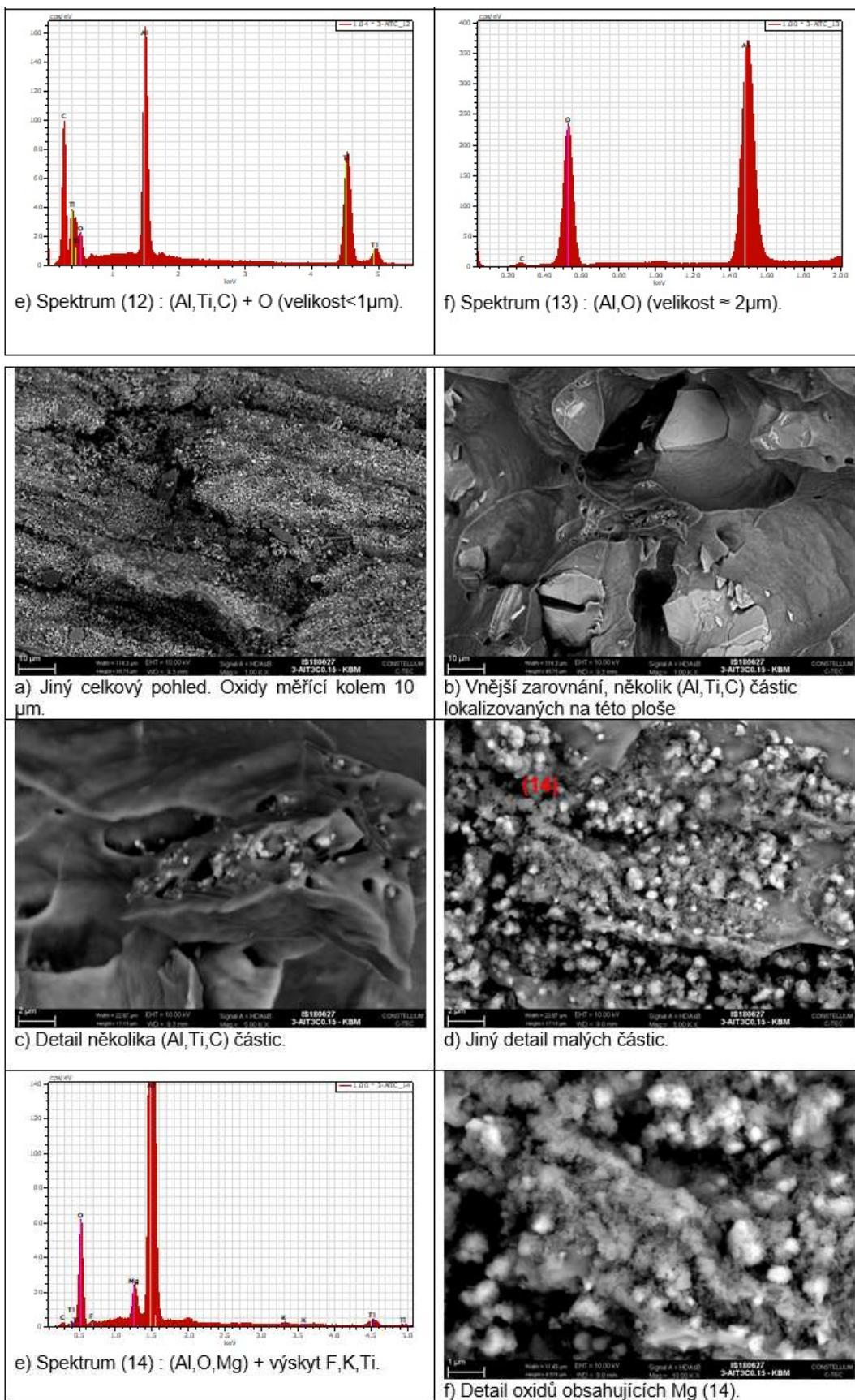
Obr. 160 Zjemňovač AlTiB 3/1 - SEM mikrografy v SE módu (topographic contrast) a BSE (backscattered electron contrast) módu



Obr. 161 Zjemňovač **AlTiB 3/1** - SEM mikrografy v SE módu (topographic contrast) a BSE (backscattered electron contrast) módu



Obr. 162 Zjemňovač AlTiC 3/0,15 - SEM mikrografie v SE módu (topographic contrast) a BSE (backscattered electron contrast) módu



Obr. 163 Zjemňovač AlTiC 3/0,15 - SEM mikrografy v SE módu (topographic contrast) a BSE (backscattered electron contrast) módu

Celkové shrnutí výsledků fraktografie

Tab. 21 Tabulka výsledků z fraktografické analýzy

| | AlTiB – 3/1 | AlTiB – 5/1 | AlTi3C0.15 |
|---------------|--|--|--|
| Vzhled lomu | | | |
| Hrubé částice | - (Al, Ti) + stopy C - Homogenní rozložení částic na lomové ploše | - (Al, Ti) + stopy C (vice frekventované) - (Al, Ti) + stopy C a B - <u>Heterogenní rozložení částic na lomové ploše</u> (klastry) | - (Al, Ti) + stopy C - <u>Heterogenní rozložení částic na povrchu lomu</u> (klastry) |
| Jemné částice | Byly analyzovány některé částice (Al, Ti, B), pravděpodobně TiB2 (Al, Ti, Fe) | Byly analyzovány některé částice (Al, Ti, B), pravděpodobně TiB2 (Al, Ti, Fe) | Velmi mnoho (Al,Ti,C) částic bylo analyzováno – velikost menší než 1 μm |
| Ostatní | <u>Velmi mnoho (Al,F,K,O, C)</u> částic s vice méně přítomným N. Velikost menší než 1 μm (\approx). Homogenní rozložení částic v matrici. | Velmi mnoho částic (Al,F,K,O, C) a (Al,F,K,O,C,Ca) Velikost menší než 1 μm (\approx). Homogenní rozložení částic v matrici. | Bylo analyzováno velmi mnoho částic: - (Al,O) (kompaktní morfologie < 10 μm) - (Al, O, Mg) + stopy F, K (práškovitá morfologie). <u>Heterogenní rozložení jemných částic v klastrech</u> (viz foto výše). |

Tvar hrubých částic se liší mezi AlTiB 3/1 a AlTiB 5/1, větší a heterogenní rozdělení se nachází v zjemňovači AlTiB 5/1.

- AlTiB zjemňovače

Některé částice TiB2 byly analyzovány v drátech AlTiB. Homogenní rozložení. Na povrchu lomových ploch bylo analyzováno mnoho částic s F, K, O, C, Ca, což hovoří o přítomnosti solí ve struktuře

- AlTi3C0.15 zjemňovač

Velmi mnoho (Al, Ti, C) částic bylo identifikováno v AlTi3C0.15 zjemňovači, ale ty jsou uspořádány v klastrech s délkou kolem 2 mm.

V těchto klastrech byly identifikovány : (Al, O) a (Al, O, Mg) + stopy F, K

8.2.1.6. Analýza chemického složení porovnávaných zjemňovačů

Aby bylo hodnocení komplexní, provedl jsem ještě analýzu chemické složení a to pomocí rentgenového zařízení Delta a spektrometrické hodnocení pomocí přístroje SPECTRO M10. Protože pro tak vysoký obsah Titanu a Bóru nejsou zařízení kalibrovány, dosažené výsledky jsou jen orientační. Přesto však výsledky jednoznačně hovoří o čistotě slitiny a o obsahu nečistot.



Obr. 164 X-ray zařízení pro měření chemického složení ED-XRF spektrometr DELTA a zařízení SPECTRO M10

Tab. 22 Výsledky chemického složení [hm. %] z analýz přístroji Delta a Spectro

| Přístroj | Zjemňovač | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Ni | Zn | Ti | V | Al |
|----------|--------------|------|------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------|-------|-------|
| Bass | AlTiB 3/1 | 0.18 | 0.10 | | | | | 0.0056 | 0.0096 | 3.06 | | 96.63 |
| Spectro | | 0.10 | 0.11 | 0.0026 | 0.0032 | 0.0019 | 0.0021 | 0.0068 | 0.0125 | 4.03 | 0.010 | 95.34 |
| Bass | AlTiB 5/1 | 0.17 | 0.18 | | | | | 0.0069 | 0.0104 | 4.48 | 0.186 | 94.95 |
| Spectro | | 0.15 | 0.19 | 0.0037 | 0.004 | 0.001 | 0.0025 | 0.008 | 0.0095 | 4.84 | 0.073 | 94.36 |
| Bass | AlTiC 3/0.15 | 0.15 | 0.17 | | | | | 0.0066 | 0.0089 | 4.60 | 0.117 | 94.94 |

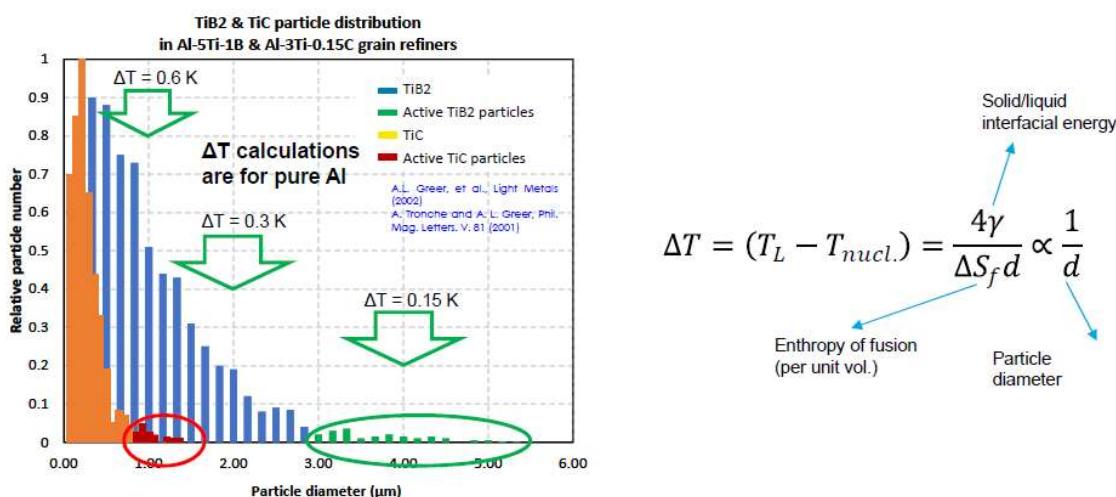
8.2.1.6.1. Dosažené výsledky a diskuse

Testy nukleační výkonnosti použitého zjemňovače (rafínér) ukázaly, že pro všechny testované slitiny je nejvýkonnější zjemňovač na bázi AlTiB 3/1. Tyto testy byly provedeny na TP1 testovacím zařízení a protože na trhu existuje celá řada dodavatelů, kteří dodávají produkt se stejným stechiometrickým poměrem, byly provedeny i testy mezi jednotlivými dodavateli. Obvyklou praxí u dodavatelů je nabízet produkty se stejnou stechiometrií, ale s rozdílnou nukleační účinností, kde je samozřejmě i velmi

rozdílná cena. To v praxi znamená, že v případě dražšího produktu dosáhnu požadovaného zjemnění při podstatně nižším dávkování, než u produktu standardní kvality. Protože se jedná o dosti nákladný výrobní komponent a při správném nastavení mezi typem produktu a dávkováním, můžou být velmi významně ovlivňovány výrobní náklady. Postup výroby AlTiB zjemňovače je znám již mnoho desetiletí, ale výrobní nuance ovlivňující nukleační účinnost, jsou drženy v tajnosti a každá firma si velmi důsledně hlídá své „Know how“ V každém případě výrobce provádí selekci produktu s vyšší a nižší účinností a prodává je pod různým označením produktu.

Pokusil jsem se komplexním hodnocením odhalit důvody rozdílné nukleační účinnosti mezi základními typy zjemňovačů. Dosažené výsledky:

- Z analyzovaného chemického složení – viz kap. 2.2.1.6. je zřejmé, že pro výrobu testovaných zjemňovačů jsou používány rozdílné vstupní suroviny z pohledu čistoty (AlTiB 3/1 má významně méně nečistot Fe, V,
- Z pohledu homogenity produktů méně rovnoměrností rozložení fází – viz kap. 2.2.1.2. je jako nejlepší hodnocen zjemňovač na bázi AlTiB 3/1
- V porovnání množství fází a jejich velikosti – viz kap. 2.2.1.3. s ohledem na prezentované nukleační teorie se zdá být nejlepší zjemňovač AlTiB 5/1, ale to není v souladu s dosaženými výsledky TP1 testů. V literatuře je prezentováno, že za dobrou nukleační účinností jsou hrubější TiB₂(TiC)fáze, protože vyžadují menší úroveň podchlazení – viz obr. 165.



Obr. 165 Prezentované různé velikosti podchlazení v závislosti na velikosti zárodku [72]

- Velmi silným vlivem pro nukleační výkonnost zjemňovače bude množství klastrů ve struktuře, které jsou vždy spojeny s přítomností solí pocházející z výrobního procesu zjemňovače - viz kap. č. 2.2.1.5. a 2.2.1.3. Měřítkem

výskytu není jen vizuální stránky na lomových plochách, ale i kalkulovaný koeficient $F_s \%$, který naznačuje přítomnost těchto klastrů

8.3. Vliv chemického složení slitiny na výkonnost zjemňovače

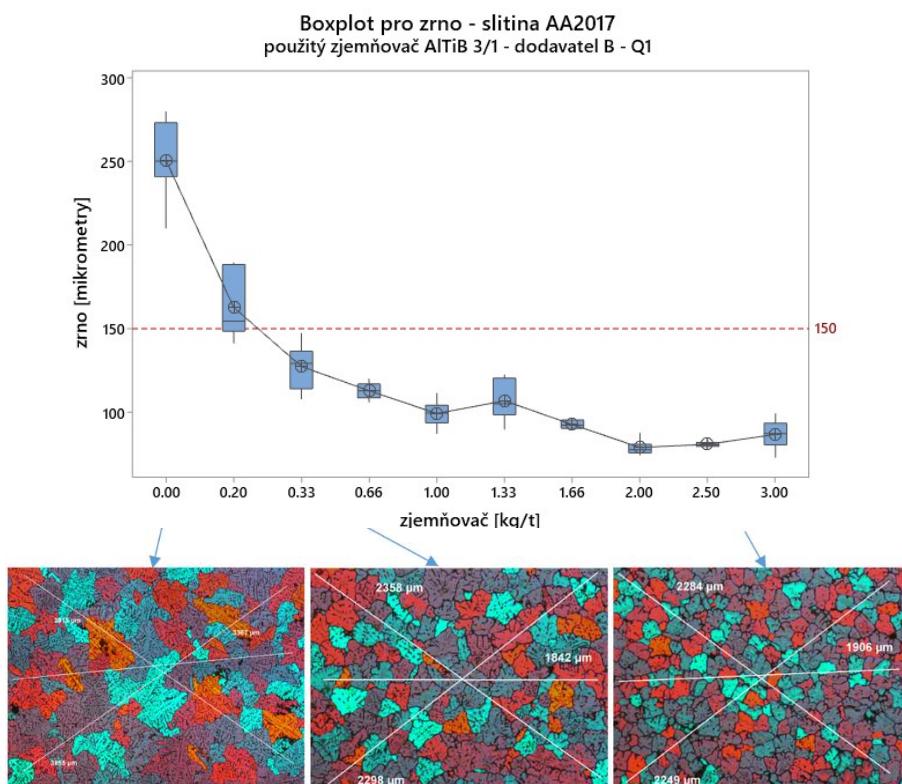
8.3.1. Vliv typu slitiny dle AA

8.3.1.1. Slitiny třídy 1000

Tato kategorie slitin podle AA je založena na základu čistého Al s velmi malými přídavky legujících prvků. Slitiny z této kategorie se využívají především v oblasti elektrotechnického průmyslu a pro potravinářství. Protože pro testování ovlivnění velikosti zrna v závislosti na dávkovaném množství zjemňovače v kg/t již bylo provedeno v kapitole 8.2.1, můžeme tohoto výsledku použít pro porovnání vlivů slitiny na nukleační účinnost zjemňovače.

8.3.1.2. Slitiny třídy 2000

Pro tuto kategorii slitin jsem vybral velmi frekventovanou slitinu AA2017 jako reprezentanta této skupiny. Pro test pomocí TP1 byl opět použit stejný zjemňovač jako pro předchozí experimenty – AlTiB 3/1 – dodavatel B – Q1. Vyhodnocení se provedlo dle postupu TP1 v podélném směru na čtyřech polích po třech měřeních. Výsledky velikosti zrna a typický charakter zrna je vidět v obr. 166.



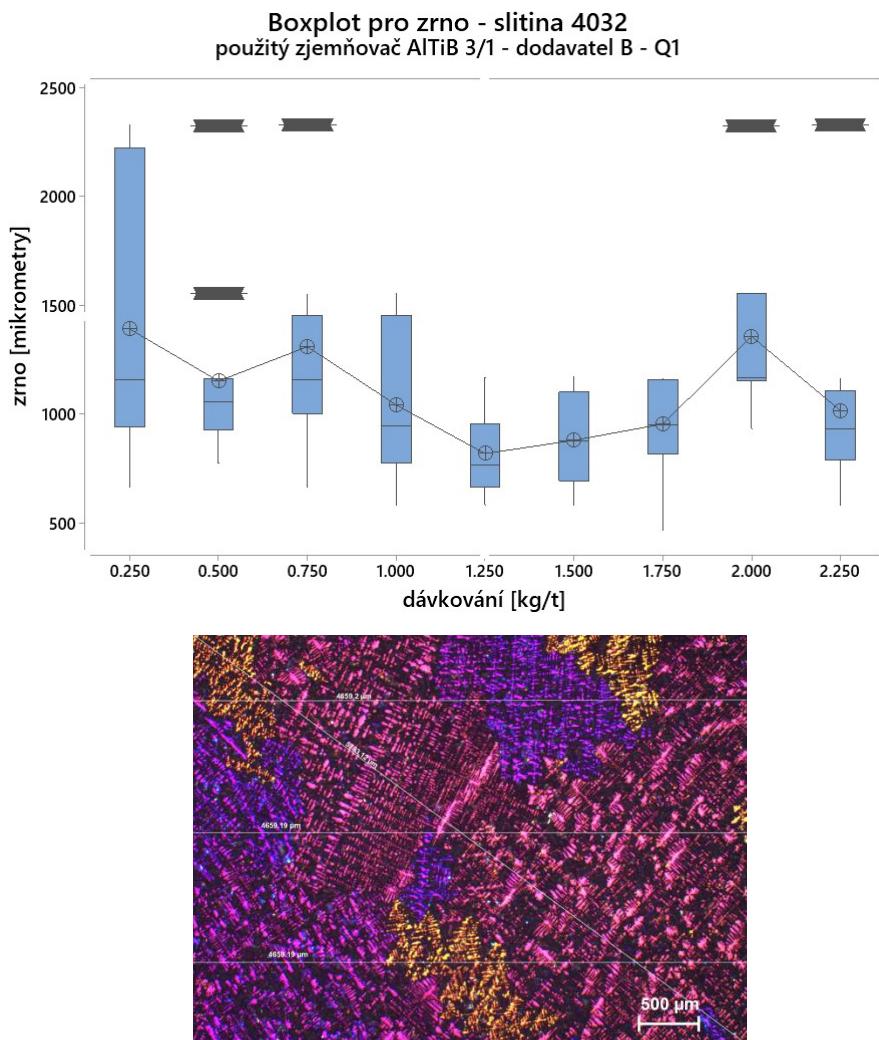
Obr. 166 Průběh velikosti zrna v závislosti na dávkovaném množství zjemňovače zrna AlTiB 3/1 a příklady charakteru zrna v dosažené pro některé dávkování

8.3.1.3. Slitiny třídy 3000

Tato kategorie nebyla součástí provedených experimentů

8.3.1.4. Slitiny třídy 4000 a popis experimentu

Pro tuto kategorii slitin jsem vybral slitinu AA4032 jako reprezentanta této skupiny. Tato slitina je asi jedna z mála slitin, která se používá jak pro slitiny na tváření, tak na lití do kokil a talkové odlitky. Pro test pomocí TP1 byl opět použit stejný zjemňovač jako pro předchozí experimenty – AlTiB 3/1 – dodavatel B – Q1. Tento test budu popsán podrobněji v kapitole č. 8.3.2.2.



Obr. 167 Průběh velikosti zrna v závislosti na dávkovaném množství zjemňovače zrna AlTiB 3/1 pro slitinu 4032 a typický příklad charakteru zrna – použito objektivu se zvětšením 2,5x

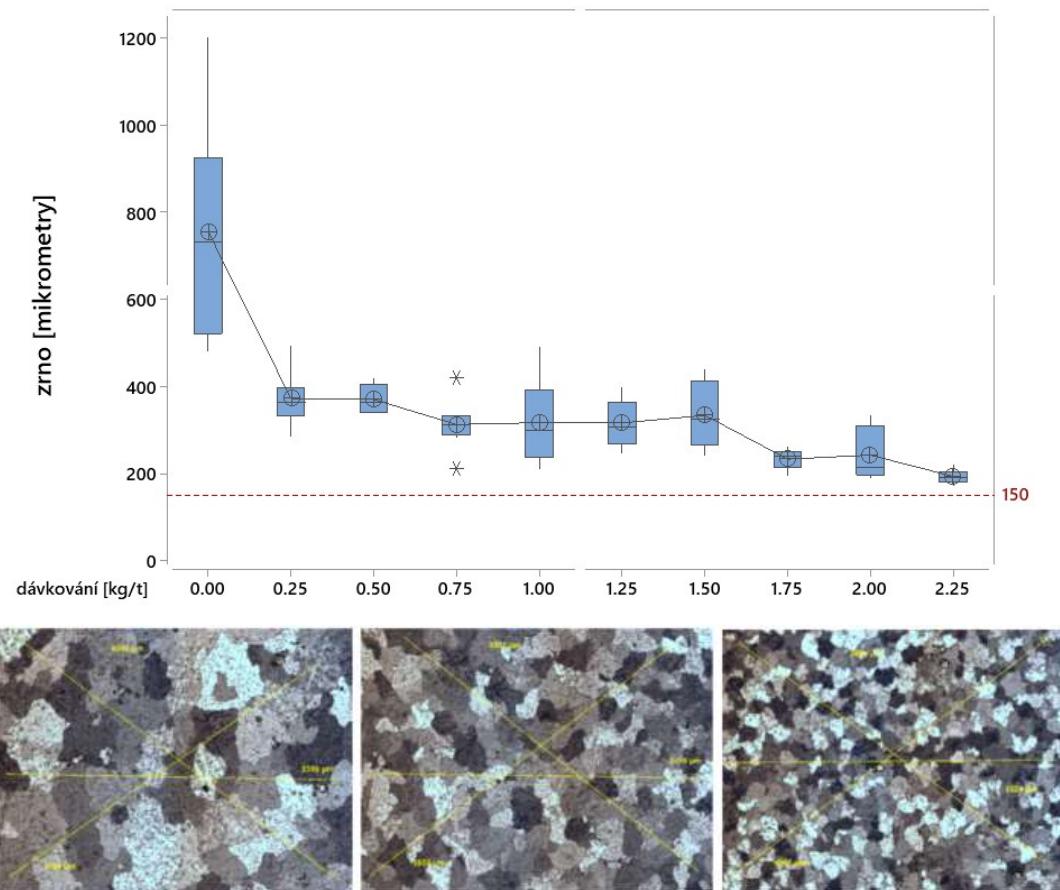
8.3.1.5. Slitiny třídy 5000

Tato kategorie nebyla součástí provedených experimentů. Tato kategorie je na bázi Al-Mg a dle literatury se u ní dosahuje velmi jemného zrnu při dávkování od 0,3 kg/t

8.3.1.6. Slitiny třídy 6000 a popis experimentu

Pro tuto kategorii slitin jsem vybral slitinu AA6082 jako reprezentanta této skupiny. Tato slitina je asi jedna z nejfrekventovanějších slitin této třídy. Pro test pomocí TP1 byl opět použit stejný zjemňovač jako pro předchozí experimenty – AlTiB 3/1 – dodavatel B – Q1. Výsledky velikosti zrna a typický charakter zrna je vidět v obr. 166. Protože zde není viditelný trend v poklesu velikosti zrna v závislosti na dávkování, je zde vyobrazen jen jeden obraz zrna, aby byl zřejmý jeho charakter.

**Boxplot pro zrno - slitina 6082
použitý zjemňovač AlTiB 3/1 - dodavatel B - Q1**



Obr. 168 Průběh velikosti zrna v závislosti na dávkovaném množství zjemňovače zrna AlTiB 3/1 pro slitinu 6082 a typický příklad charakteru zrna pro dávkování 0, 0,25 a 2,25 kg/t. – použito objektivu se zvětšením 2,5x

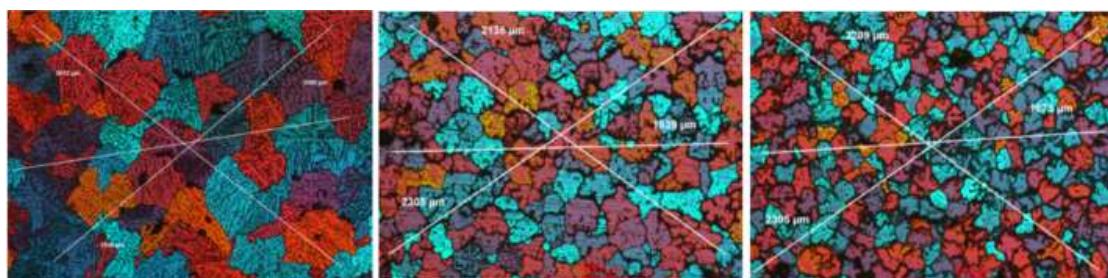
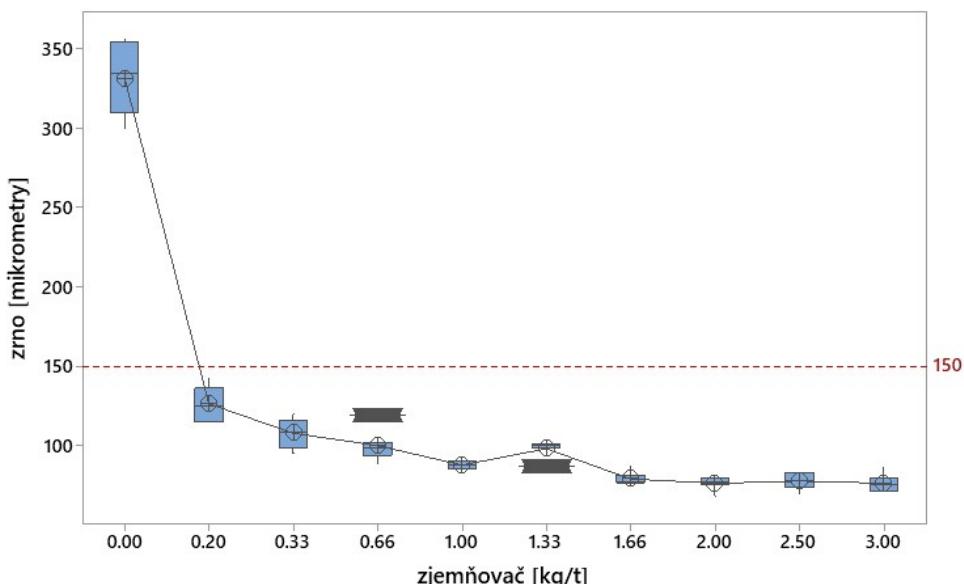
8.3.1.7. Slitiny třídy 7000 a popis experimentu

Jako zástupce kategorie slitin 7000 jsem vybral slitinu AA7075. Tato slitina je jedna z nejfrekventovanějších slitin této třídy. Pro test pomocí TP1 byl opět použit stejný zjemňovač jako pro předchozí experimenty – AlTiB 3/1 – dodavatel B – Q1. Výsledky velikosti zrna a typický charakter zrna je vidět v obr. 169.

Tab. 23 Tabulka chemického složení slitiny AA6082, 2017, 7075

Chemické složení slitiny 6082 podle AA

| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | ost.jedn. | ost.celk. |
|---|------------|-----|-----------|-----------|-------------|-------------|-----------|------|-----------|---------------------|
| Rozsah koncentrace [hm%] | 0.70 - 1.3 | 0.5 | 0.10 | 0.4 - 1.0 | 0.60 - 1.20 | 0.25 | 0.20 | 0.10 | 0.05 | 0.15 |
| <i>Chemické složení slitiny 2017 podle AA</i> | | | | | | | | | | |
| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Ni | ost.jedn. ost.celk. |
| Rozsah koncentrace [hm%] | 0.2 - 0.8 | 0.7 | 3.5 - 4.5 | 0.4 - 1.0 | 0.4 - 0.8 | 0.1 | 0.25 | 0.15 | | 0.05 0.15 |
| <i>Chemické složení slitiny 7075 podle AA</i> | | | | | | | | | | |
| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Ni | ost.jedn. ost.celk. |
| Rozsah koncentrace [hm%] | 0.4 | 0.5 | 1.2 - 2.0 | 0.30 | 2.1 - 2.9 | 0.18 - 0.28 | 5.1 - 6.1 | 0.20 | | 0.05 0.15 |

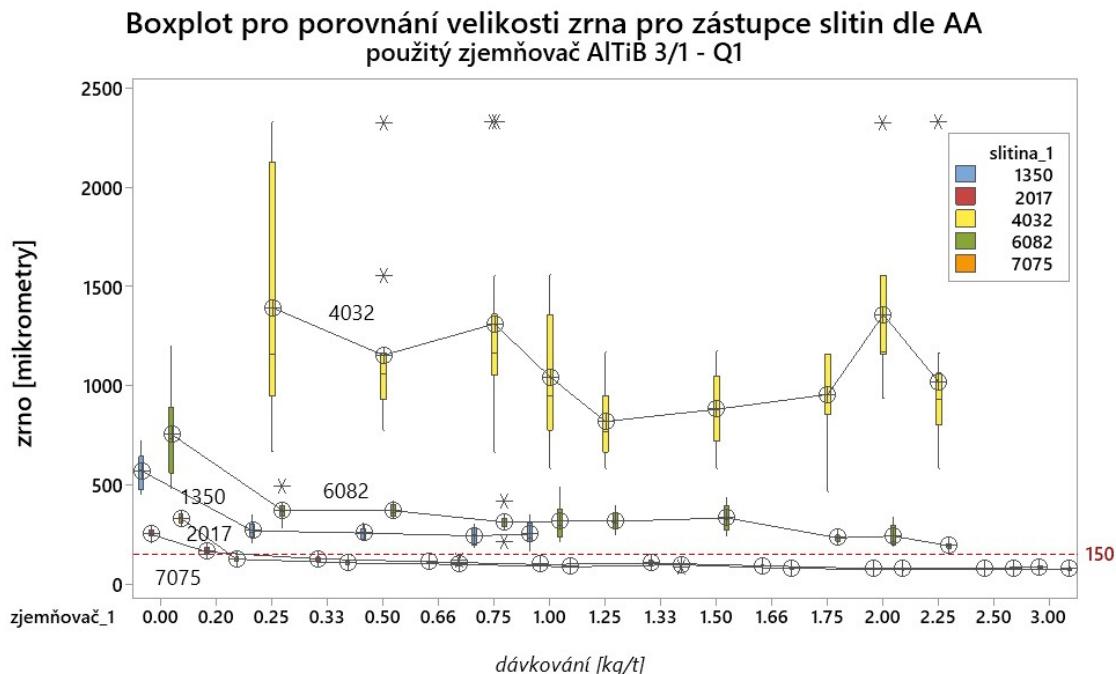
Boxplot pro zrno - slitina 7075
použitý zjemňovač AlTiB 3/1 - dodavatel B - Q1

Obr. 169 Průběh velikosti zrna v závislosti na dávkovaném množství zjemňovače zrna AlTiB 3/1 pro slitinu 7075 a typický příklad charakteru zrna - použito objektivu se zvětšením 2,5x

8.3.1.7.1. Dosažené výsledky a diskuse

Z dosažených výsledků je zřejmé, že u každé slitiny se dosahuje jiné velikost zrna pro stejné dávkování zjemňovače. Tyto výsledky naznačují, že každá kombinace slitinových prvků se chová jinak, a že nukleační účinnost drátu může být ovlivněna velice zásadně. Na obr. 168, kde jsou testy zjemnění pro jednotlivé slitiny porovnány v jednom grafu, je možno vidět, jak stejný použitý zjemňovač při stejném dávkování dosáhl jiného zjemnění. To jak mohou ovlivnit jednotlivé prvky nukleační účinnost zjemňovače si

vysvětlíme v další kapitole, kde se budeme především soustředit na prvky s velkým ovlivněním výkonnosti zjemňovacího produktu. Bohužel výsledky se mohou lišit od slitiny ke slitině v rámci jedné kategorie podle AA, a je tedy nutno při stanovování optimálního dávkování mít k dispozici nějaké provedené testy nukleační účinnosti. Některé prvky jsou tak agresivní, že dokáží ovlivnit nukleační účinnost tak zásadně, že může dojít i k totální negaci zjemnění.



Obr. 170 Porovnání dosažené velikosti zrna pro různé slitiny v závislosti na dávkovaném množství zjemňovače zrna AlTiB 3/1

8.3.2. Vliv přídavku jednotlivého prvku na nukleační účinnost zjemňovače

V praxi se často setkáváme s variacemi jedné slitiny dle AA (široké rozmezí) s vzájemně kombinovanými rozsahy přídavných prvků, aby byly dosaženy co nejlepší parametry finálního produktu po tváření a tepelném zpracování s ohledem na použití produktu. To má za následek, že díky rozdílnému chemickému složení je ovlivněna nukleační výkonnost zjemňovače a tedy dosažená velikost zrna. Protože některé slitiny, jak jsme si již uvedli v kap. 8.2.1.1., mají poměrně velkou teplotní diferenci mezi likvidem a solidem a navíc mají silný sklon k tvorbě prasklin za tepla, je u nich velikost dosaženého zrna stěžejní a v případě snížení dávkování zjemňovače, či jeho nukleační účinnosti (poissoningu/otravy) nějakým prvkem, dochází k defektům odlitků. V této kapitole se tedy zaměříme na prvky, které nejvýznamněji ovlivňují výkonnost zjemňovače na bázi AlTiB.

8.3.2.1. Vliv Fe na nukleační účinnost zjemňovače

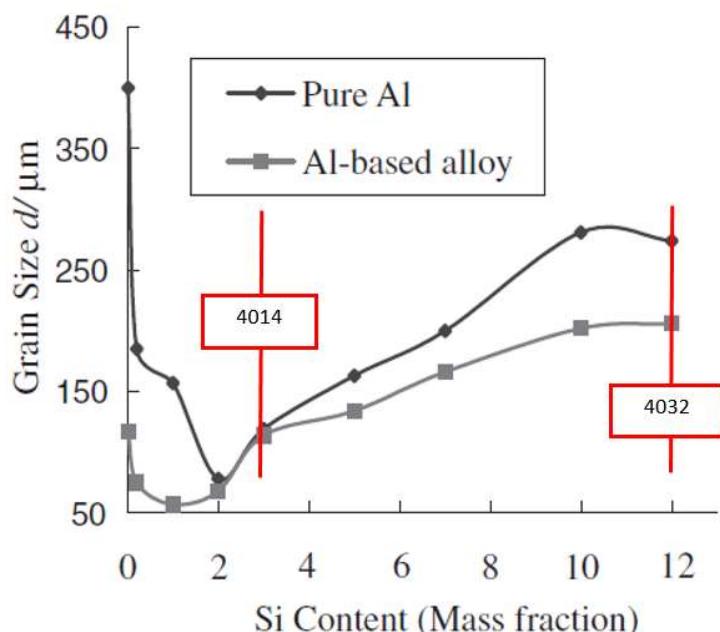
Efekt Fe byl studován při nukleaci čistého hliníku [209] zjemňovačem AlTiB 5/1 a jeho účinek na segregace v povrchových oblastech TiB₂ částic, kde se zvyšujícím obsahem Fe docházelo k zvyšování počtu aktivních nukleačních jader a tedy k tvorbě jemnějšího zrna.

8.3.2.2. Vliv Si na nukleační účinnost zjemňovače

V řadě publikací byl popisován vliv vysokého obsahu Si na výkonnost zjemnění zrna u Al slitin při použití konvenčních zjemňovačů AlTiB i AlTiC, kde dochází k tzv. „poissoningu“ jedovatému účinku Si na vrstvu TiAl₃ pokrývající TiB₂ částice a negující jejich nukleační účinek. [210, 211, 212] V literatuře je popisován tento negativní vliv Si již od hranice 3–4 % hm. obsahu.

8.3.2.2.1. Popis a provedení experimentu

Aby byly ověřeny závěry prezentované v literatuře [210], byly vybrány slitiny z oblasti koncentrace s prezentovanou oblastí jedovatého účinku Si. Vybral jsem slitiny AlSi12CuMgNi (AA4032) a AlSi4Cu (AA4014), které jsou určeny pro výrobu součástí pro automobilový průmysl odléváním, ale svoje uplatnění nalezly i pro výrobky vyráběné z lisovaných polotovarů. Tyto slitiny byly otestovány opět pomocí TP1 testu a do testů byl přidán nově vyvíjený zjemňovač na bázi Nb [197,198,199], který by měl být rezistentní k Si „poissonongu“. Tyto testy byly prezentovány v příspěvku [Pad9]



Obr. 171 Vliv obsahu Si (poissoningu) na výkonnost zjemňovače [210] a naznačení slitin pro testování

Protože u slitiny s vysokým obsahem (eutektické složení) je nutno modifikovat primární Si, bylo jako modifikátor použito Stroncia v obsahu 0,02 hm. % a tento modifikátor byl přidáván do taveniny spolu s zjemňovačem těsně před odléváním do kokily. Postup pro odběr vzorků, dávkování zjemňovače a doba homogenizace taveniny mícháním a odlití vzorků byl proveden obvyklým způsobem dle kap. 6.6.4. Vyhodnocení bylo provedeno též standardním způsobem. Pro slitiny s eutektickým složením Si byly též provedeny testy na zařízení pro termickou analýzu pro ověření podchlazení.

Tab. 24 Chemické složení testovaných slitin dle AA

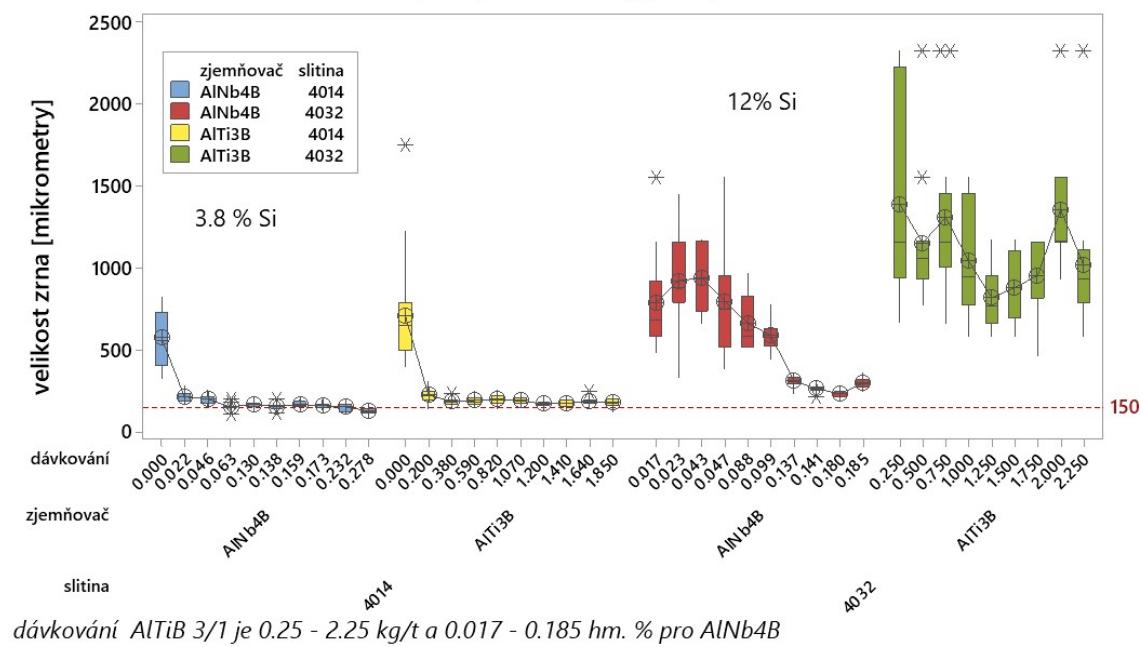
Chemické složení slitiny 4032 podle AA

| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Ni | ost.jedn. | ost.celk. |
|-------------------------|-------------|-----|---------|----|-----------|-----|------|------|------------|-----------|-----------|
| Rozsah koncentrace[hm%] | 11.50 -13.5 | 1.0 | 0.5-1.3 | | 0.8 - 1.3 | 0.1 | 0.25 | 0.10 | 0.50 - 1.3 | 0.05 | 0.15 |

Chemické složení slitiny 4014 podle AA- upravená

| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Ni | ost.jedn. | ost.celk. |
|-------------------------|----------|-----|------|------|------------|----|------|------|----|-----------|-----------|
| Rozsah koncentrace[hm%] | 1.4 -4.0 | 0.7 | 0.20 | 0.65 | 0.30 - 0.8 | | 0.20 | 0.10 | | 0.05 | 0.15 |

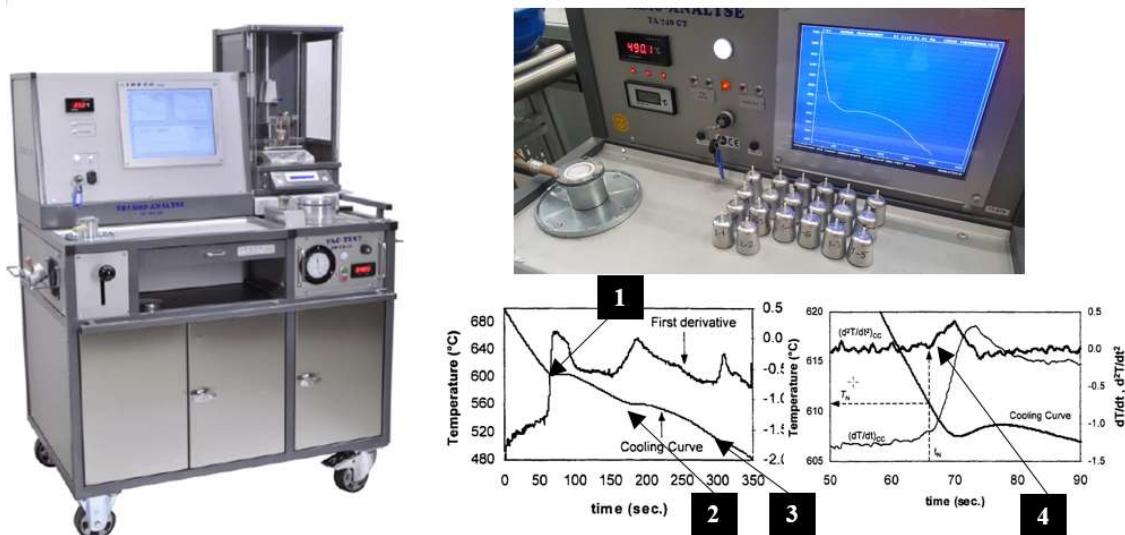
Porovnání účinnosti zjemnění pro zjemňovač na bázi AlNb4B a konvenčním zjemňovačem AlTiB 3/1 pro slitinu AlSi12CuMgNi (4032) a AlSi4MnMg (4014)



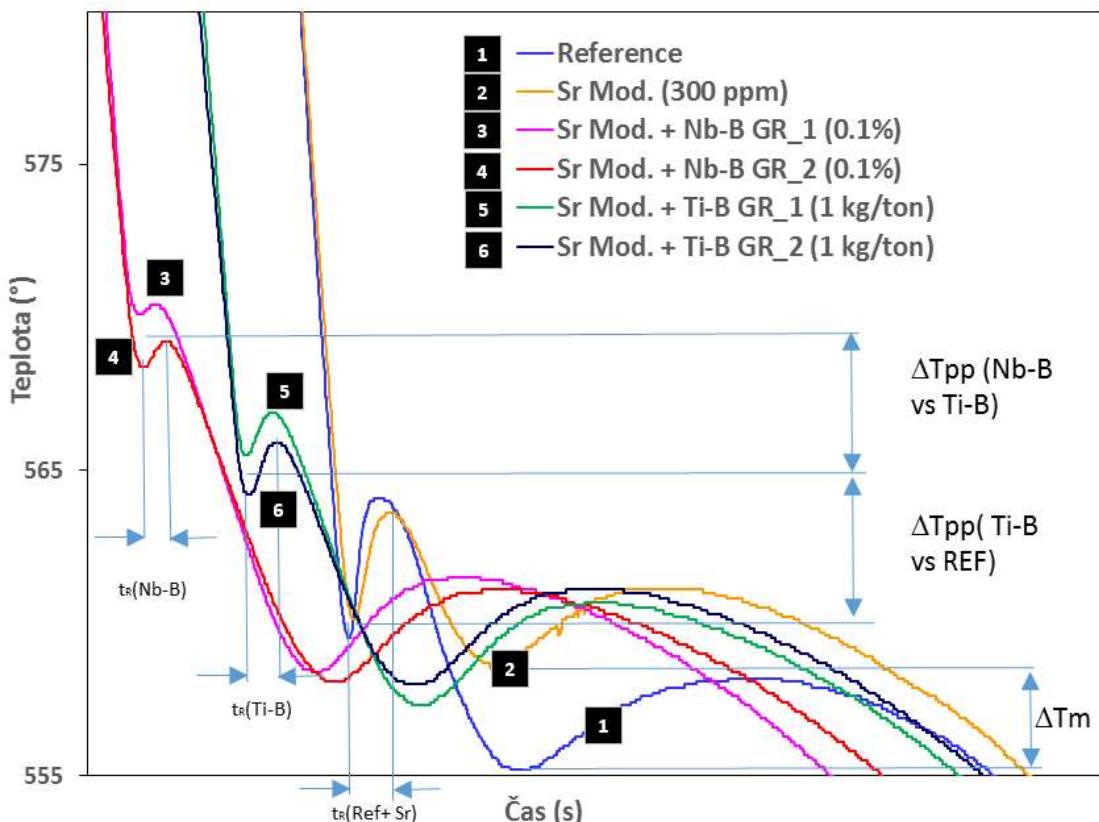
Obr. 172 Výsledky TP1 testu pro obě slitiny 4014 a 4032 S různými zjemňovači a dávkováním

Abychom si ověřili vliv modifikace a účinku jednotlivých zjemňovačů a určili dosažené podchlazení pro nukleaci primárního α Al, použil jsem přístroje pro měření termální analýzy a provedl jsem měření pro jednotlivé varianty: Bez a s modifikací stronciem, použití různých zjemňovačů a dávkování. Dalším experimentem bylo porovnání účinnosti zjemňovačů pomocí termické analýzy. Postup pro provedení termické analýzy

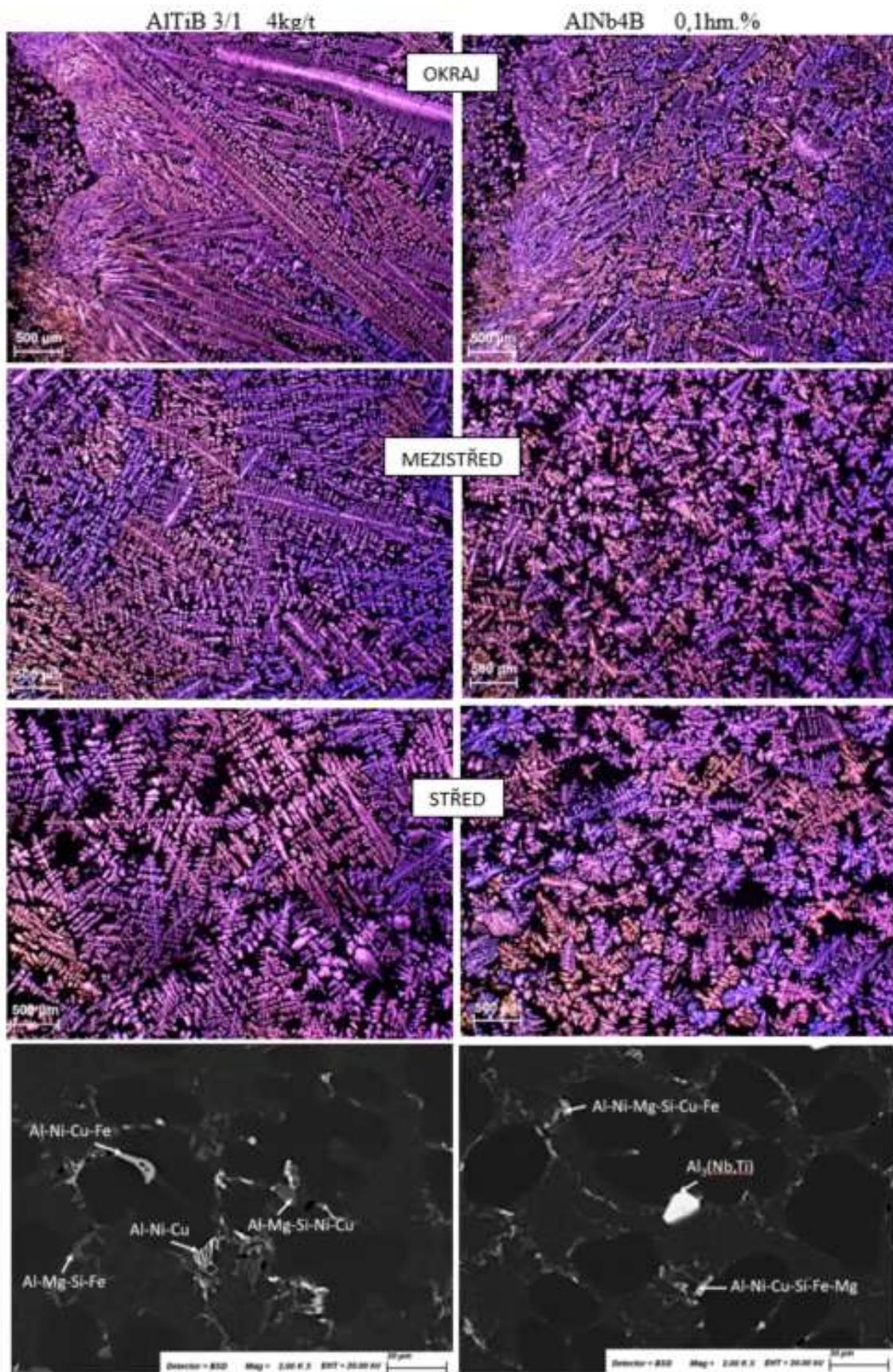
byl obdobný jako pro TP1 test jen s tím rozdílem, že na základě výsledků z TP1 byly provedeny testy již jen pro eutektickou slitinu 4032 a dávkování bylo pro AlNb4B 0.1 hm% a pro AlTi3B použito dávkování 1kg/t. Průběhu teplot byly vyneseny v grafu – viz obr. 174.



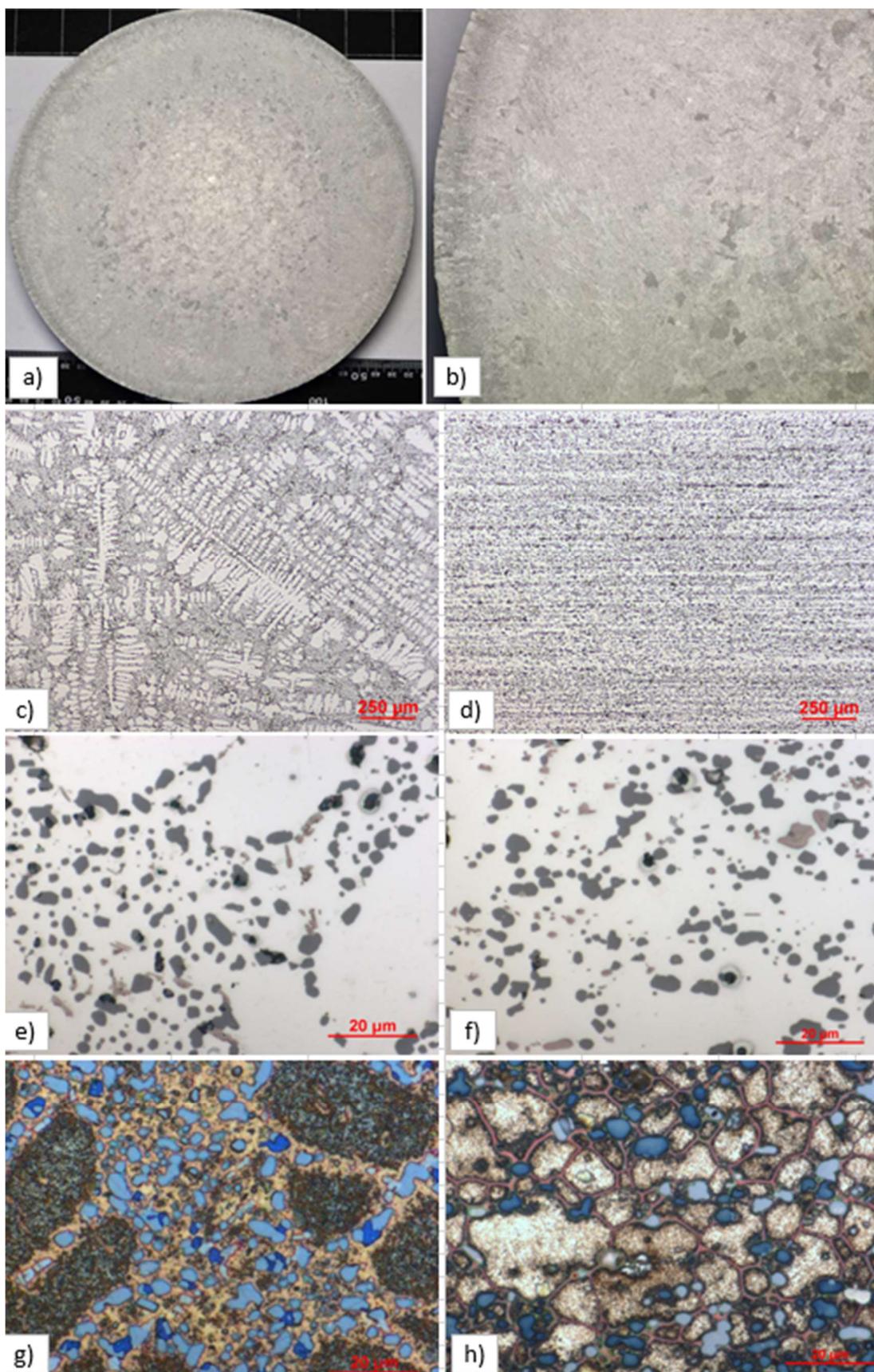
Obr. 173 Zařízení pro provádění termické analýzy od firmy Foseco s vyobrazením způsobu výpočtu důležitých bodů a parametrů z naměřených dat během chlazení taveniny: 1 - krystalizace primárního a Al; 2 - Al-Si eutektikum; 3 - Al-AlCu₂ eutektikum; 4 - teplota nukleace z druhé derivace



Obr. 174 Výsledky teplotního průběhu v čase při použití přístroje pro hodnocení termoanalýzy



Obr. 175 Obrázky dosaženého zrnu u odlitků ϕ 151 ve středu, mezi středu a okrají a analyzované fáze pomocí elektronového mikroskopu



Obr. 176 Porovnání struktur slitiny 4032 v litém a lisovaném stavu při použití dávkovače zrna AlTiB s dávkováním 0.5kg/t, a) a b) struktura v litém stavu, c) litý stav, d) lisovaný stav, e) 500x v litém stavu, f) 500x v lisovaném stavu, g) 1000x barevně leptaný litý stav, h) 1000x barevně leptaný lisovaný stav

Tab. 25 Výsledky vyhodnocené sw zařízením pro termickou analýzu

| slitina 4032 | Reference | Sr Mod. (300 ppm) | Sr Mod. + Nb-B GR_1 (0.1%) | Sr Mod. + Nb-B GR_2 (0.1%) | Sr Mod. + Ti-B GR_1 (1 kg/ton) | Sr Mod. + Ti-B GR_2 (1 kg/ton) |
|-----------------------------------|-----------|-------------------|----------------------------|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| recalescence 1 [°C] | 4.6 | 3.5 | 0.3 | 0.8 | 1.4 | 1.7 |
| teplota likvidu [°C] | 566.6 | 566 | 573 | 571.7 | 569.4 | 568.4 |
| teplota solidu [°C] | 558.2 | 563.6 | 561.5 | 561.1 | 560.7 | 561.1 |
| delta solidus likvidus [°C] | 8.4 | 2.4 | 11.5 | 10.6 | 8.7 | 7.3 |
| teplota primár. podchlazení [°C] | 559.6 | 560.1 | 570.1 | 568.4 | 565.5 | 564.2 |
| teoretická teplota eutektika [°C] | 555.6 | 555.9 | 562.4 | 559.9 | 555.9 | 555.9 |
| změrená teplota eutektika [°C] | 558.2 | 563.6 | 561.5 | 561.1 | 560.7 | 561.1 |
| recalescence 2 [°C] | 3.0 | 3.5 | 3.1 | 3.0 | 3.4 | 3.1 |
| Si zjemnění [°C] | 1.7 | 8.9 | 3.7 | 6.9 | 6.1 | 8.9 |
| deprese [°C] | -2.6 | -7.7 | 0.9 | -1.2 | -4.8 | -5.2 |

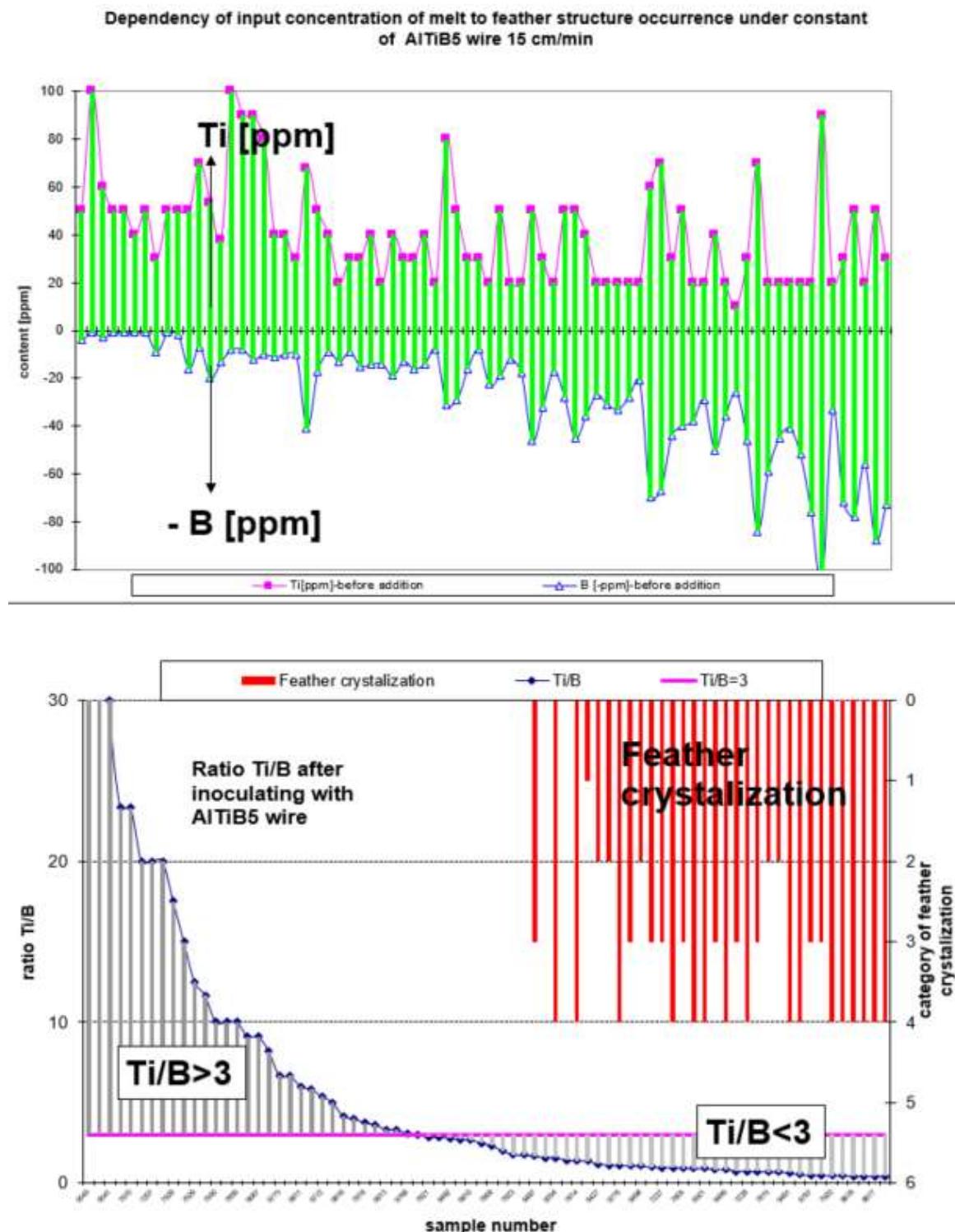
8.3.2.2.2. Dosažené výsledky a diskuse

Z prvního testu je dobře patrné, že nukleační schopnost pro standardní zjemňovač AlTi3B je pro vysoký obsah Si neúčinná, což je zcela v souladu s výsledky prezentovanými [210, 211, 212] a toto je potvrzeno i snímky struktury odlitků – viz obr. 174 a), b), kde je viditelná peříčková struktura [Pad3], což nasvědčuje, že ke zjemnění struktury nedošlo a proběhla zde reakce mezi Si a Ti zjemňovače [209]. Z metalografického šetření je zřejmé, že nerovnoměrnost lité struktury se přenáší i do výlisků a jsou zde viditelné pruhy ve struktuře - viz obr. 176 d). Z testů porovnání nukleační účinnosti různých typů zjemňovačů na bázi Nb-B a Ti-B jasně vyplývá, že při použití zjemňovače na bázi Nb-B došlo k výrazně lepšímu výsledku než u použití konvenčního zjemňovače, co se týče eutektického obsahu Si ve slitině 4032. Pro obsah Si kolem 4% hm u slitiny 4014 je účinnost zjemňovačů srovnatelná, i když z výsledků TP1 testu se zdá být zjemnění pro zjemňovač na bázi Nb-B poněkud lepší, tedy dosažená velikost zrna je lepší. Tyto dosažené výsledky jsou potvrzeny i testy termické analýzy – viz obr. 174, kde na průbězích je viditelný efekt zjemnění a to jednak na velikosti rekalescence, ale i na době trvání této rekalescence. Pokud budeme hledat důvody rozdílné účinnosti, je velmi pravděpodobné, že právě Si „poissoning“ u Ti-B systému je tou hlavní přičinnou rozdílné účinnosti. Z grafu – viz obr. 174 je i velmi dobře viditelný efekt Sr na modifikaci eutektika (označeno ΔT_m). V grafu jsou též naznačeny rozdíly v primárním podchlazení mezi Nb-B, Ti-B a Ref(Ref + Sr) - viz obr. 174 označeno jako ΔT_{pp} . Ze snímků struktury připravených barevným leptáním jsou viditelné rozdílné fáze eutektika a jedná se pravděpodobně o fáze analyzované v práci [210] :

- tmavomodré fáze (Al10SiNiMn) je charakteristický vysoký obsah Ni
- světlemodré intermetalické fáze (Al5Si2Mn) [2].

8.3.2.3. Vliv B na nukleační účinnost zjemňovače

Vliv B na nukleační účinnost nebyl zkoušen laboratorně, ale vyhodnocení je provedeno na základě provozních dat.



Obr. 177 Závislost výskytu peříčkové struktury po průřezu odlitého čepu (kategorie 1 – 4, což vyjadřuje 25, 50, 75 a 100% výskytu po průřezu čepu) na vstupní koncentraci B a Ti a koncentraci po přídatku AlTiB 5/1 zjemňovače (konstantní dávkování 0,6 kg/t). V grafu je znázorněn poměr koncentrace Ti/B, jednotlivé tavby setříděny dle tohoto klesajícího poměru [Pad3]

Tyto výsledky jsou uvedeny pro kompletnost zaznamenaných negativních vlivů prvků na výkonnost zjemňovacího drátu a byly prezentovány v práci [Pad 3]. Negativní vliv B byl zaznamenán u slitiny 6060, kdy vlivem zvýšeného obsahu B ve vstupním materiálu došlo k destrukci TiAl₃ povlaku na TiB₂ částicích a došlo k drastickému poklesu nukleační účinnosti zjemňovače a tedy struktura čepu zhrubla až do výskytu peříčkové struktury a čepy začaly praskat (výskyt centrálních prasklin – viz obr. kapitola 8.1.5.). Na obr. 177 je zdokumentován masivní výskyt peříčkové struktury v celém průřezu odlitého čepu. Chemické složení slitiny 6060 – viz tab. 26.



Obr. 178 Výskyt peříčkové struktury po průřezu odlitého čepu – kategorie č.4

8.3.2.3.1. Dosažené výsledky a diskuse

Vliv vstupní koncentrace B na nukleační účinnost zjemňovače se ukázala jako velmi zásadní a i přesto, že k takovéto zvýšené koncentraci v praxi dochází zřídka, mohou být škody způsobené B „poissoiningem“ opravdu významné. Aby se takovýmto situacím předešlo, existují dvě možné opatření a to:

- Zvýšení dávkovaného množství AlTiB zjemňovače (velmi nákladné)
- Vytvořit (dolegovávat) Ti pozadí (100 – 200 ppm), jako ochranný prvek proti takovýmto výkyvům chemického složení vstupního materiálu

8.3.2.4. Vliv Zr na nukleační účinnost zjemňovače

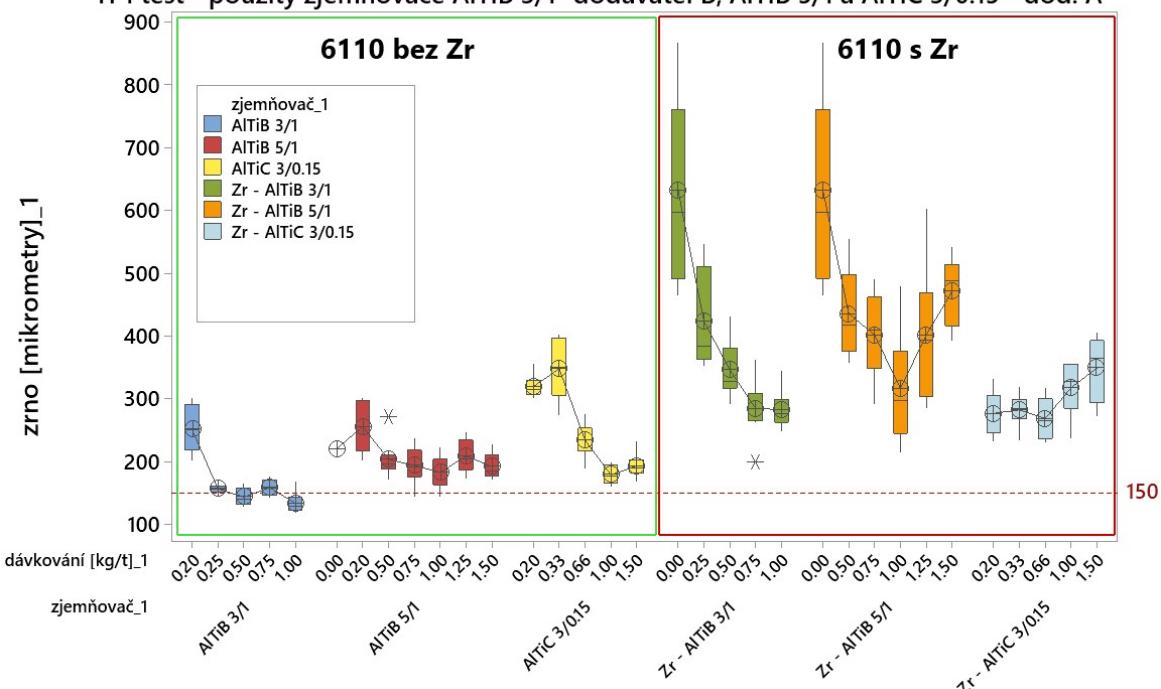
Zr jako prvek můžeme asi považovat za prvek, který pro slitiny hlavně třídy 6xxx dle AA, bude asi jeden z nejnebezpečnějších prvků z hlediska ovlivňování krystalizace odlitků a bude tedy ovlivňovat zásadně nukleační účinnost zjemňovací prostředků. U této třídy slitin se navíc velmi často používají slitiny, které právě díky legování Zr, mají vysoký index praskavosti ICC – viz tab č. 19 kap. 2.2.1. Protože v praxi byl pozorován výmět na přítomnost centrálních prasklin, začal jsem se zajímat o příčiny a závislosti těchto výmětů. Problém byl zaznamenán především u slitiny AA 6110 – viz tab. 19,

která má pro variantu s legovaným Zr velmi vysoký ICC index, připravil jsem experiment na zjištění nukleační účinnosti pro tuto slitinu.

8.3.2.4.1. Popis a provedení experimentu

Abych ověřil vliv Zr na nukleační účinnost, vybral jsem právě slitinu AA6110, která má nejvyšší index praskavosti a porovnal jsem variantu s a bez legovaného Zr. Pro tyto varianty jsem použil TP1 testu a aplikoval jsem opět tři typy různých zjemňovačů (jako v předešlých testech) s rozdílným dávkováním. Zr. Výsledky testu jsou zobrazeny v obr. 176.

**Boxplot velikosti zrna pro slitinu 6110 ve variantě s Zr (0,1%) a bez Zr
TP1 test - použity zjemňovače AlTiB 3/1- dodavatel B, AlTiB 5/1 a AlTiC 3/0.15 - dod. A**



Obr. 179 Test různých zjemňovačů pomocí testu TP1 pro slitinu AA6110 -bez a s přídavkem Zr (0,1%)

Podobný test na variantu s a bez Zr byl proveden pro slitinu 6082 bez Zr a dolegován Zr v úrovni 0,15 hm. % (což je slitina AA6182). Vliv přídavku Zr na hrubnutí zrna je jednoznačný (a to platí pro oba provedené testy - AA6110, AA6082 a po dolegování Zr na slitinu AA6182) a jeho vliv je zřejmý pro všechny druhy zjemňovačů. %.

Tab č. 26 Chemické složení testovaných slitin dle AA6182 (rozdíl oproti AA6082 je jen v Zr), 6110 a 6060

Chemické složení slitiny 6182 podle AA

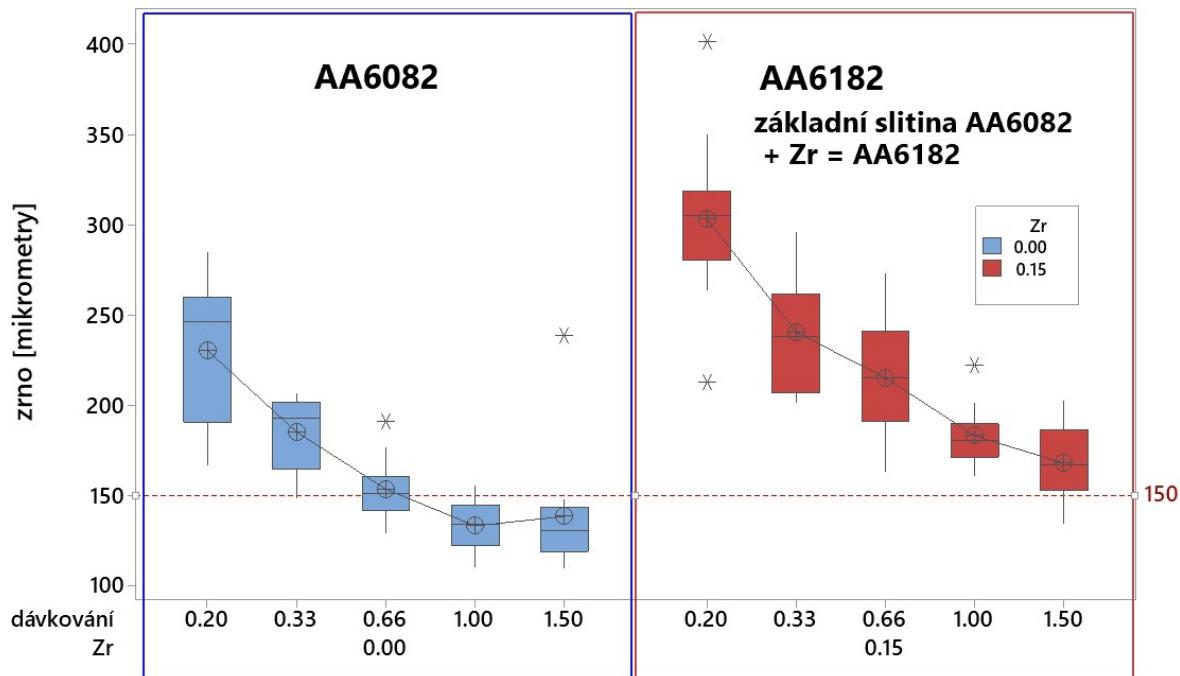
| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Zr | ost.jedn. | ost.celk. |
|-------------------------|------------|-----|------|---------|-------------|------|------|------|-----------|-----------|-----------|
| Rozsah koncentrace[hm%] | 0.70 - 1.3 | 0.5 | 0.10 | 0.4-1.0 | 0.60 - 1.20 | 0.25 | 0.20 | 0.10 | 0.05-0.20 | 0.05 | 0.15 |

| Chemické složení slitiny 6110 podle AA - upravená | | | | | | | | | | | |
|---|-----------|-----|---------|---------|-----------|-----------|------|----|-----------|-----------|-----------|
| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Zr | ost.jedn. | ost.celk. |
| Rozsah koncentrace[hm%] | 0.7 - 1.1 | 0.5 | 0.3-0.8 | 0.3-0.9 | 0.7 - 1.1 | 0.05-0.25 | 0.20 | | 0.08-0.12 | 0.05 | 0.15 |

| Chemické složení slitiny 6060 podle AA | | | | | | | | | | | |
|--|-----------|-----------|------|------|------------|-----|------|------|----|-----------|-----------|
| Prvek | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Cr | Zn | Ti | Ni | ost.jedn. | ost.celk. |
| Rozsah koncentrace[hm%] | 0.3 - 0.6 | 0.1 - 0.3 | 0.10 | 0.10 | 0.35 - 0.6 | 0.1 | 0.15 | 0.10 | | 0.05 | 0.15 |

Protože pro slitinu AA6110 je Zr legován v širokém rozmezí až do hodnoty 0,19 hm. Abych ověřil vliv úrovně legování Zr na velikost zrna při různém dávkování zjemňovače, provedl jsem experiment pro rozsah Zr (0,12 – 0,19) hm. % a tři různé

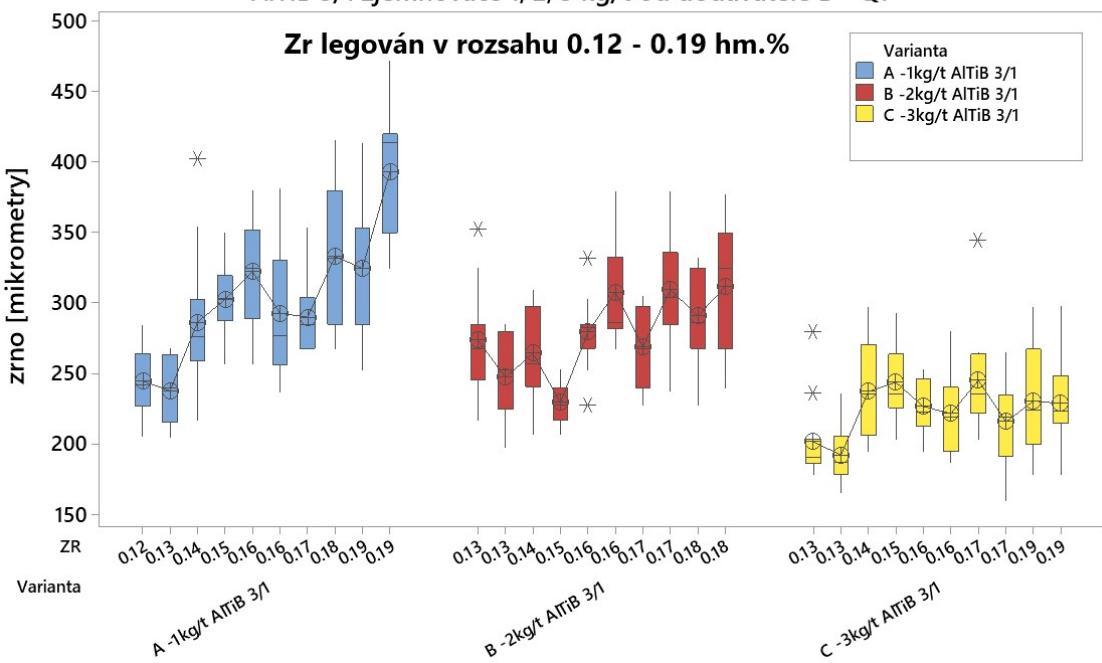
Interval plot zrna pro slitinu 6082 bez Zr a s 0.15Zr (6182)
Dávkování zjemňovače AlTiB 3/1 - dodavatel B-Q1 s rozdílným dávkováním



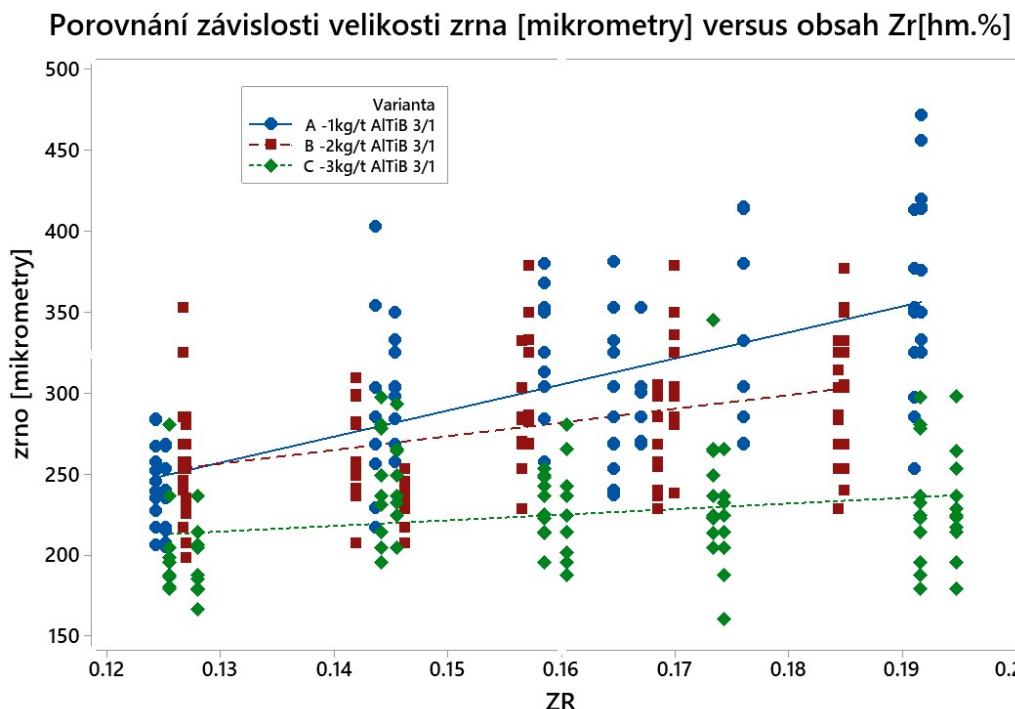
úrovně dávkování AlTiB 3/1 zjemňovače.

Obr. 180 Test zjemňovače pomocí testu TP1 pro slitinu AA6082 – bez a s Zr (AA6182 - 0,15 hm. %)

Boxplot velikosti zrna pro rozdílný obsah Zr a tři varianty dávkování AlTiB 3/1 zjemňovače 1, 2, 3 kg/t od dodavatele B - Q1



Obr. 181 Test pomocí testu TP1 pro slitinu AA6110 s různými úrovněmi Zr a třemi úrovněmi drátu



Obr. 182 Porovnání závislosti velikosti zrna [μm] versus obsah Zr [hm. %] pro slitinu AA6110

8.3.2.4.2. Dosažené výsledky a diskuse

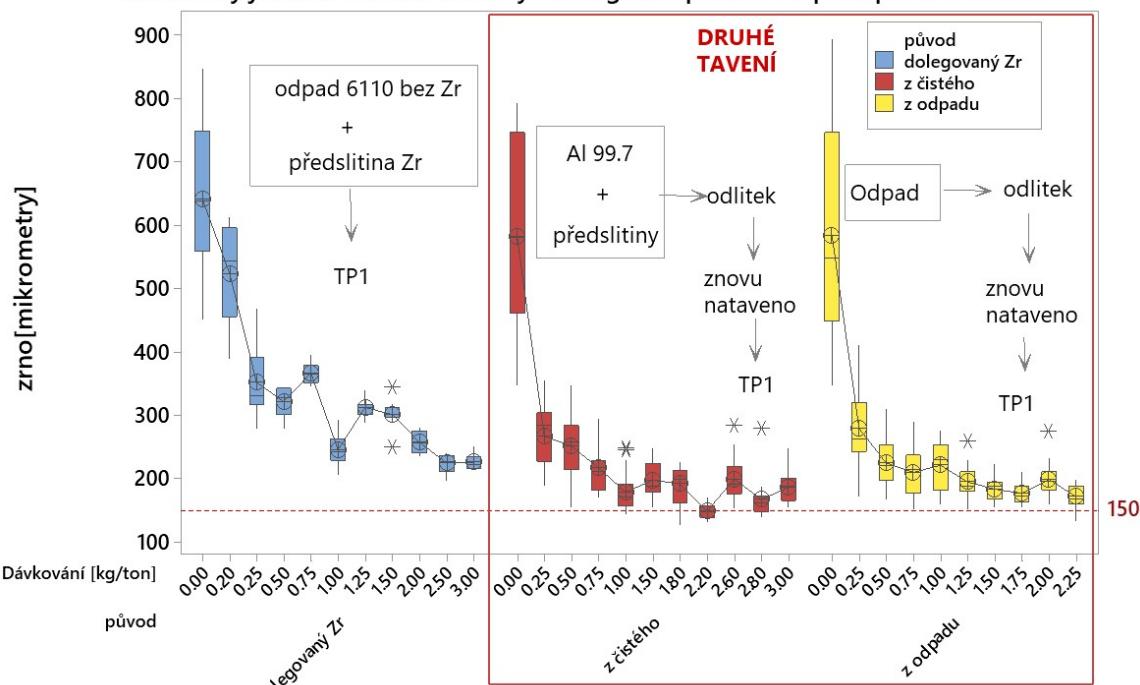
Z provedených experimentů jednoznačně vyplývá škodlivý vliv Zr na nukleační účinnost zjemňovačů. Pro slitiny s přídavkem Zr je proto nutné používat zvýšené dávkování zjemňovače až k hodnotám 3kg/t - viz obr. 181. Vliv Zr se projevil u všech testovacích typů zjemňovačů a nejlepších výsledků opět dosáhl zjemňovací drát na bázi AlTiB 3/1. Protože všechny tyto závislosti byly testovány za použití tzv. „fresh“ Zr, což znamená, že potřebný objem předslitiny, byl dolegován do taveniny před vlastním experimentem, bude nutno ještě provértit vazbu mezi množstvím dolegovaného Zr do taveniny a množstvím Zr získaného z přetaveného vratného materiálu. Výsledky z praxe naznačují silnou korelaci mezi množstvím Zr dolegovaného do natavené šárze a výskytem počtu defektních čepů. To znamená, čím větší objem Zr předslitiny je nutno dolegovat, tím větší je výskyt defektních odlitků. Samozřejmě to není jen jeden parametr, který ovlivňuje tvorbu trhlin za studena a je velmi významné i dodržení maximální licí teploty – viz kapitola 8.1.4.

8.3.2.5. Vliv dolegovaného množství Zr do taveniny a množstvím Zr získaného z přetaveného vratného materiálu

Abych ověřil předpoklad aktivity Zr v tavenině a jeho negativní dopad na nukleační účinnost zjemňovače jen v případě delegováním před vlastním odléváním, provedl jsem test mezi připravenou taveninou dolegovanou před testem a taveninou sekundárně

natavenou již s finálním chemickým složením a to ve dvou variantách (z odpadu vs. z Al 99,7 a delegovanými předslitinami).

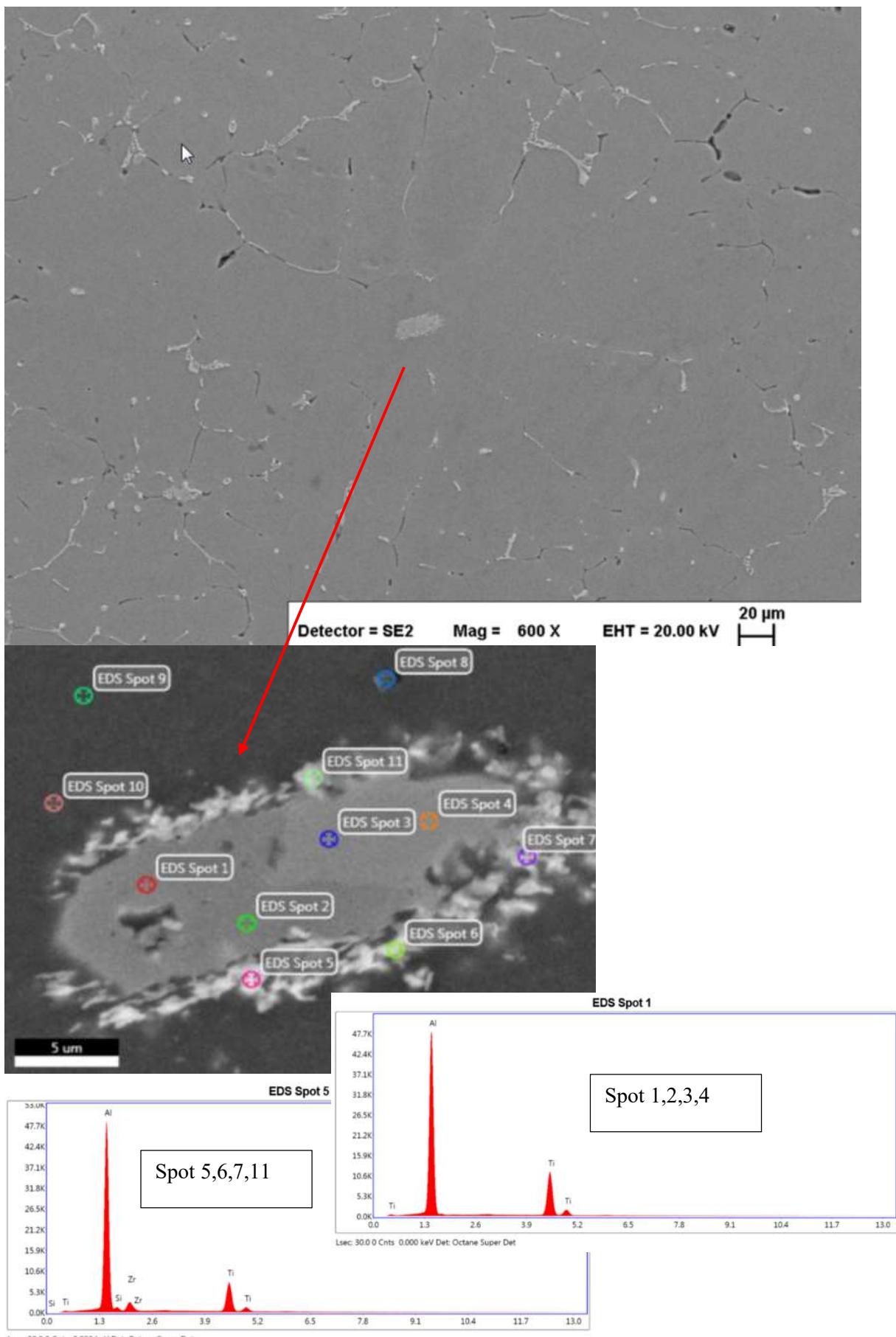
Boxplot zrna pro přetavenou slitinu AA6110 z odpadu bez a s Zr a z čistého Al dva vzorky již sekundárně nataveny - Zr legován před TP1 a před prvním odlitím



Obr. 183 Porovnání dosažené velikosti zrna mezi různými variantami přípravy taveniny - doleg. Zr

8.3.2.5.1. Dosažené výsledky a diskuse

Poslední provedený test nám potvrdil, že Zr je výrazně aktivnější z pohledu snižování účinnosti zjemňovače zrna v případě jeho dolegování do taveniny před vlastním odléváním, než v případě přetavení materiálu s již obsaženým patřičným množstvím Zr. Tento efekt je otestován v jednom z následujících testů. Je velmi dobře patrné, že částice $TiAl_3$ je umístěna přesně ve středu zrna a byla tedy krystalizačním zárodkem pro růst zrna. Tento efekt je pravděpodobně způsoben tvorbou fází $ZrAl_3$ při tuhnutí odlitku, které jsou velmi stabilní a jejich zpětné natavování při druhém tavení je velmi omezeno a pravděpodobně některé vazby v tavenině zůstávají zachovány a Zr tedy již není tak aktivní. Ukázka napadání částic $TiAl_3$ v taveniny Zr, kdy dochází k nahrazování Ti, či tvorbě kombinovaných částic $(Ti_x, Zr_x)Al_3$, je možno vidět na obr. 183, kde je velmi dobře vidět toto napadání $AlTi_3$ částice ve středu zrna Zr po obvodu částice.

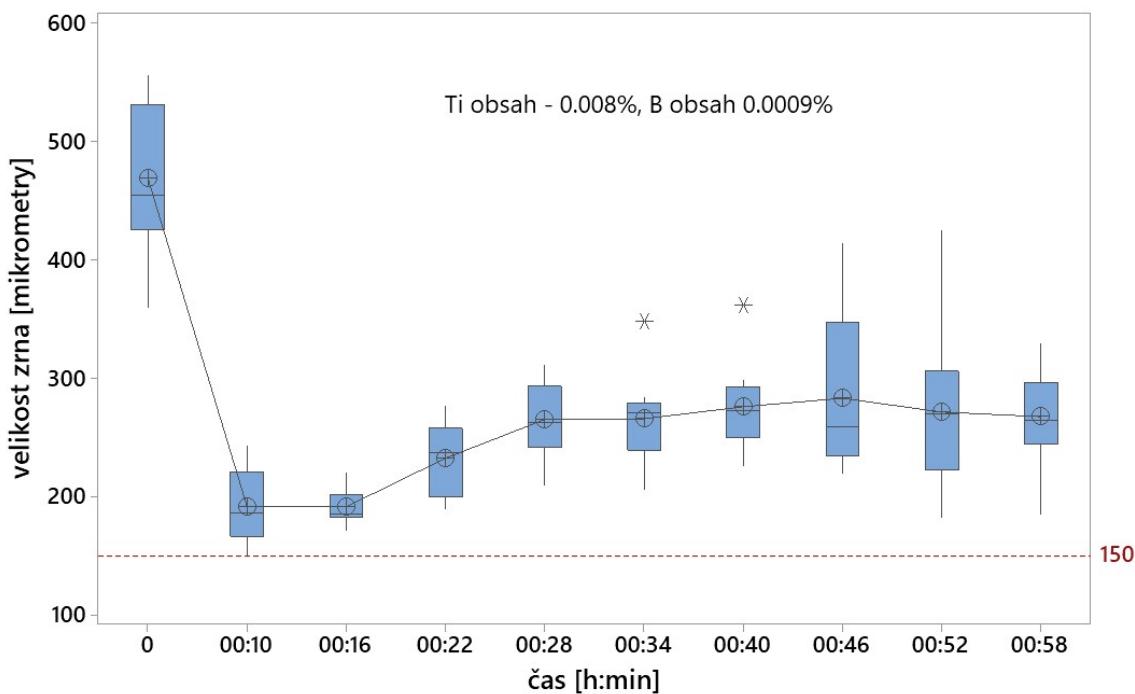


Obr. 184 EDS analýzy TiAl₃ částice napadené Zr po obvodu částice

8.3.2.6. Vliv doby od zaledování zjemňovače a ztuhnutí odlitku na nukleační účinnost zjemňovače

Velmi častou otázkou je, jak dlouho, či kdy nejpozději je nutno přidat zjemňovací prostředek před odlitím do kokily, aby jeho účinnost byla co nejfektivnější. První byl tedy proveden test, jak dlouho je aktivní zjemňovač po jeho nadávkování do taveniny.

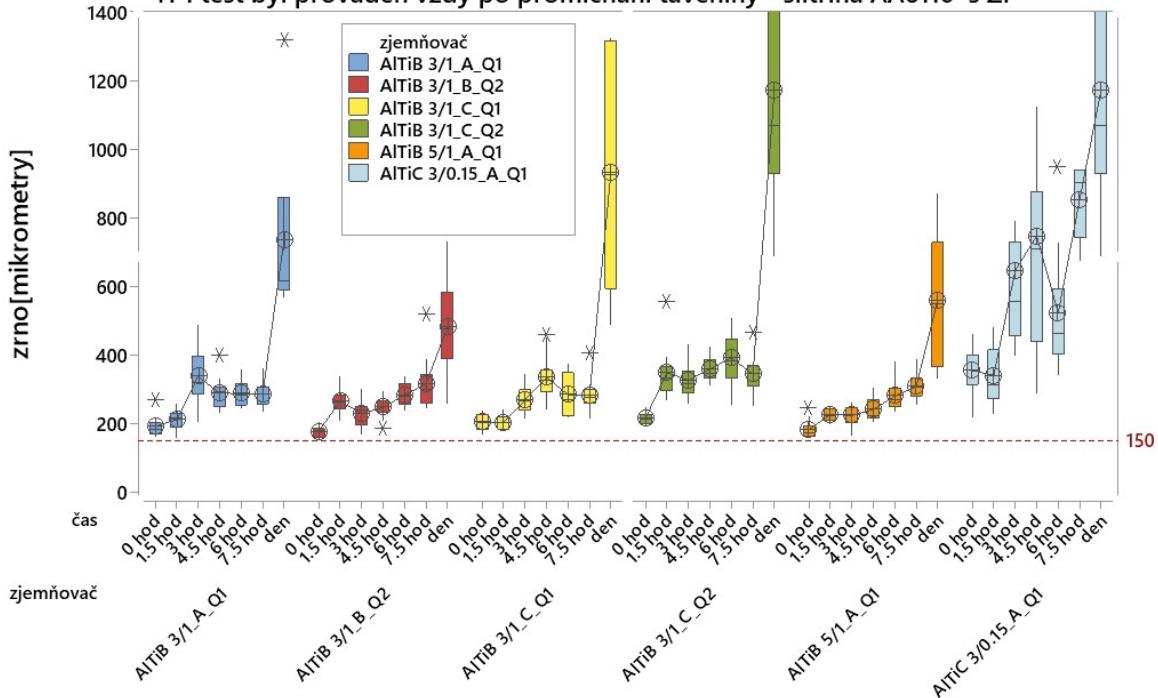
Interval Plot velikosti zrna vs. čas odběru vzorku po zaledování
Zjemňovač AlTiB 3/1 dodavatel B - 0.3 kg/t, slitina 6060



Obr. 185 TP1 test pro slitinu AA6060 – závislost nukleační výkonnosti v čase po zadávkování

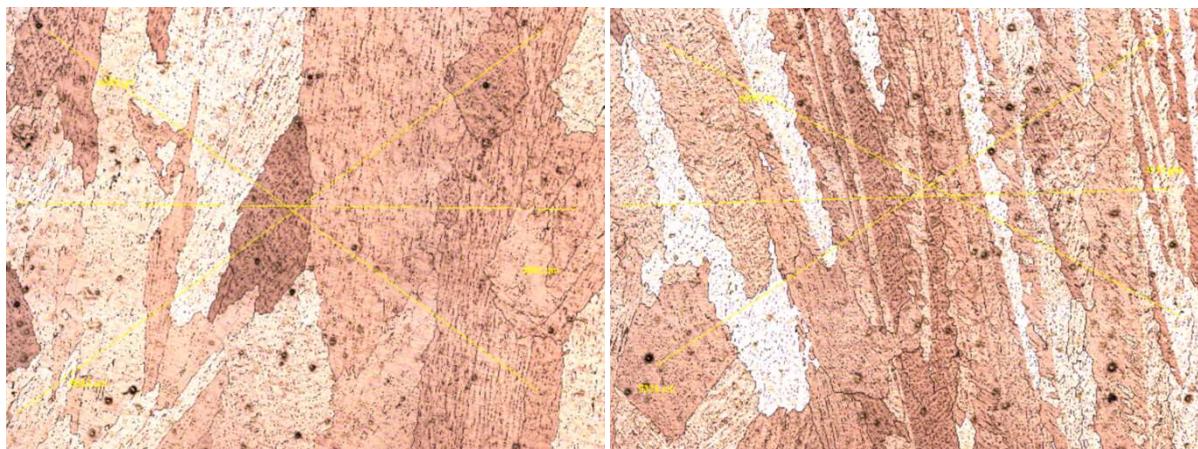
Pro testování byl nataven hliník čistoty 99,7 a dolegován na složení AA6060. Poté byl do něj nadávkován zjemňovač AlTi3B v množství 0,3kg/tunu a intenzivně míchán po dobu 3 min. Po dosažení požadovaného času byla tavenina nalita do kokily a okamžitě vložena do chladícího zařízení. Po zchladnutí byly vzorky analyzovány na optickém mikroskopu Nikon Epiphot 300 a hodnoceny polarizovaném světle po anodizaci v leptadle Barker ($H_2O + 3\% HBF_4$) po dobu 3 minut. Výsledky jsou vyneseny v grafu – viz obr. 185. Podobný test byl proveden pro obvyklou slitinu 6110 jen s tím rozdílem, že výdrž taveniny před TP1 vzorkem byla až 24 hodin, abych ověřil vliv materiálu, který byl již jednou zjemňován pomocí zjemňovače na výkonnost zjemnění při opětovném přetavení a nadávkování – viz obr. 186. Tento test je velmi důležitý pro ověření vlivu poměru vsazovaného recyklátů do vsádek na účinnost přidávaných zjemňovačů a vlivu jejich dávkovaného množství.

**Boxplot zrna pro různé zjemňovače testovaných pro různé časy po zaledování
TP1 test byl prováděn vždy po promíchání taveniny - slitrina AA6110 s Zr**



Obr. 186 TP1 test pro slitinu AA6110 – závislost nukleační výkonnosti v čase po nadávkování různých zjemňovačů

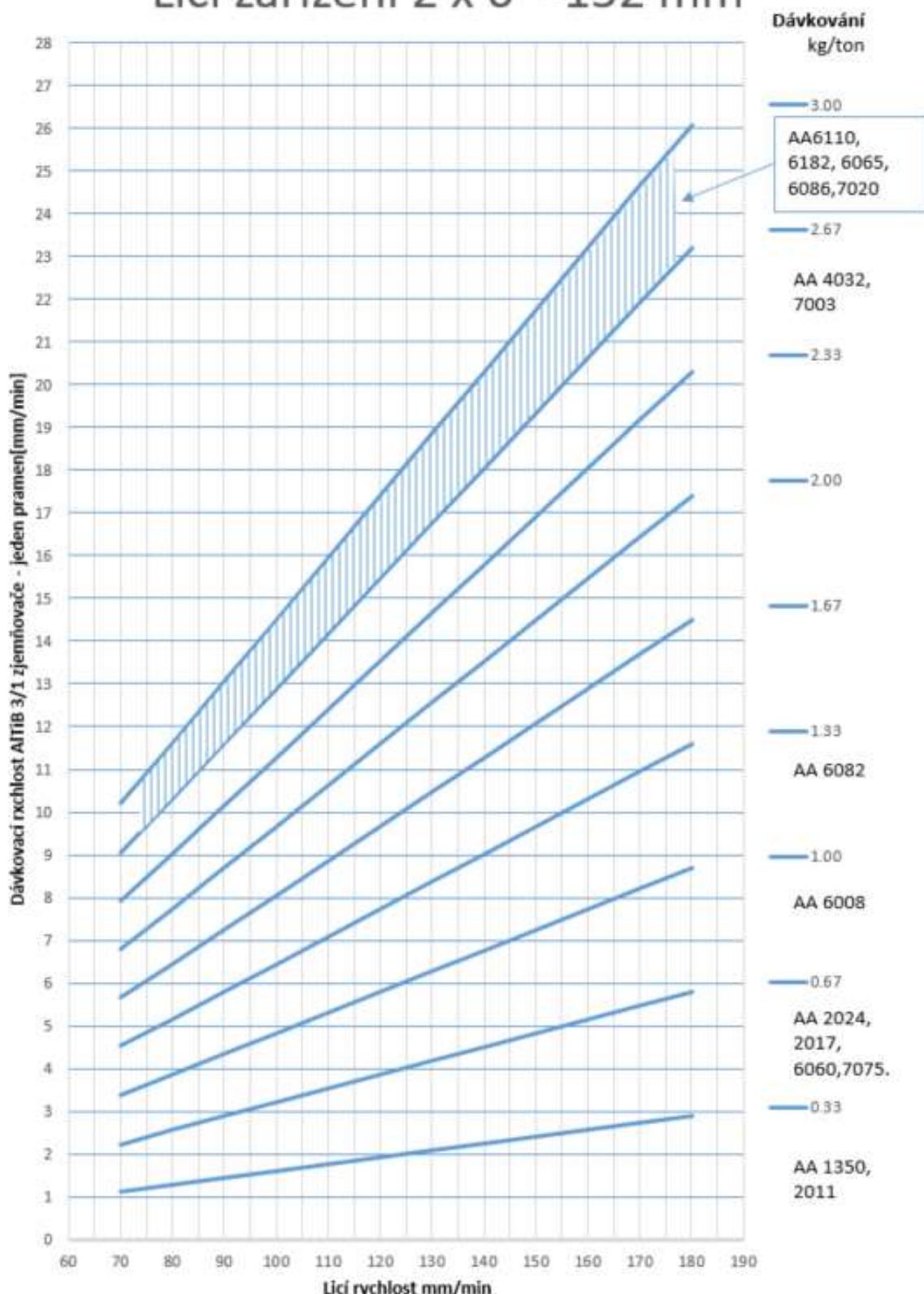
Výsledky posledního testu potvrzují důvody dávkování zjemňovače až v průběhu lití a to do žlabového systému tak, aby měl zjemňovač dostatečný čas pro roztavení a homogenizaci rozložení částic v tavenině, ale aby čas nebyl příliš dlouhý a nedošlo k slábnutí nukleační účinnosti. V druhé části experimentu byl čas prodloužen až na dobu 24 hod, abychom si ověřili vliv opětovného použití materiálu pro experiment.



Obr. 187 TP1 test pro slitinu AA6110 – znova natavení a otestování vzorků s nulovou a 1,5 hodinovou prodlevou a i přes intenzivní míchání zcela vymizela nukleační účinnost zjemňovačů z předchozího experimentu (úhlopříčka snímků je 6000 µm)

Materiál, do kterého byl již jednou nadávkován zjemňovač při předchozím testu, nebude tímto dávkování nijak ovlivněn při krystalizaci po opětovném natavení.

Licí zařízení 2 x 6''-152 mm



Obr. 188 Příklad využití optimalizace dávkování zjemňovače AlTiB 3/1 dle testu TP1 pro stanovení optimálního dávkování dle slitiny a licí rychlosti

První dva vzorky v řadě ze všech variant prvního experimentu (to znamená vzorky odlévané po prodlevě 0 hod a 1,5 hodiny) byly znovu nataveny (doba cyklu 4 hod)

intenzivně promíchány a znovu otestovány pomocí TP1 testu. Všechny tyto vzorky vykazovaly velmi hrubou, sloupcovou strukturu a zcela vymizel efekt použitého zjemňovače z předchozího testu – viz obr. 187.

8.3.2.6.1. Dosažené výsledky a diskuse

V této experimentální části jsem provedl komplexní rozbor problematiky zjemňování struktury pomocí zjemňovacího prostředku (rafinérů). Provedl jsem porovnání základních druhů zjemňovačů, které jsou nabízeny a používány na trhu. Z provedených testů vyšel jako nejvýkonnější produkt na bázi AlTiB 3/1 od všech výrobců, i když jejich výkonnost se liší kvalitou těchto nabízených produktů. Rozdíly jsou jednak mezi kvalitativními třídami, již stanovenými výrobci (produkty nabízeny pod různými obchodními názvy na základě nukleační účinnosti), ale i mezi vlastními výrobci, kdy se do výkonnosti zjemňovačů odráží použitá technologie výroby. Z provedených testů je zřejmé, že jedním z nejdůležitějších faktorů ovlivňující nukleační výkonnost, je homogenita rozložení fází produktu bez výskytu shluků (klastrů, aglomerátů), které jsou spojeny s výskytem solí. Nukleační účinnost velikosti fází, která je uváděna v literatuře, se nepodařilo zcela potvrdit. Samozřejmě ty nejlepší produkty s velmi rychlým nástupem nukleační účinnosti mají i nejvyšší cenu a proto je velmi důležité volit jejich použití tam, kde je to nezbytné, ale obecně platí, že dávkování takového produktu je podstatně nižší při dosažení požadované velikosti zrna a tedy i náklady na tunu odlitku nemusí být použitím takového produktu ovlivněny. Na obr. 188 je zobrazen výstup z testování jednotlivých slitin a optimální dávkování zjemňovače v závislosti na licí rychlosti (což má nevětší význam při změně průměru odlitku – tedy přepočet na litou plochu a počtu odlitků na jedno lití)

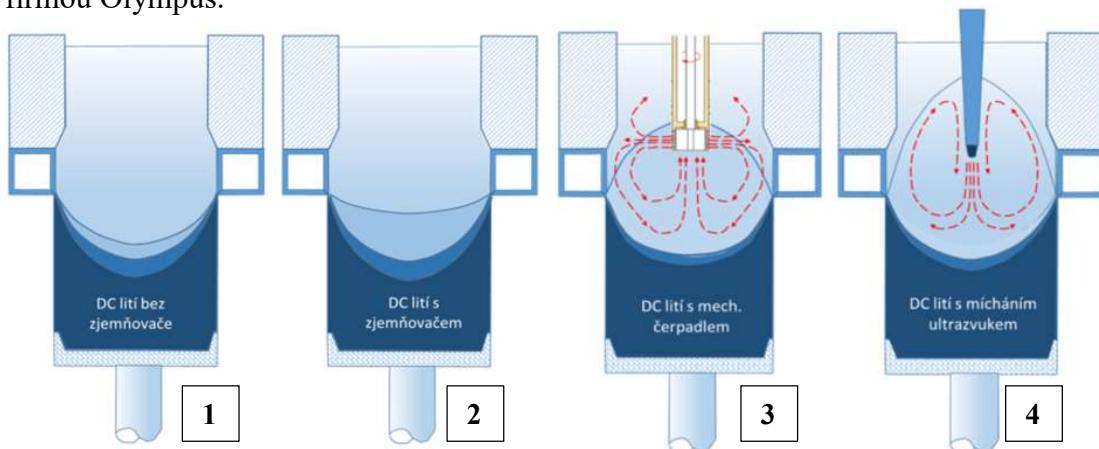
8.4. Použití alternativních metod pro zjemnění zrna odlitku

Pozitivní vliv aplikace míchání taveniny u polokontinuálně litých čepů z pohledu dosažení jemné globulitické struktury byl již prezentován v mnoha pracích a známé druhy metod míchání již byly popisovány v kapitole 6.6.3. Experiment v této práci se zaměřuje na sekundární vlivy míchání taveniny polokontinuálně odlítých čepů a to především na homogenitu rozložení legujících prvků a rovnoměrnost litého zrna.

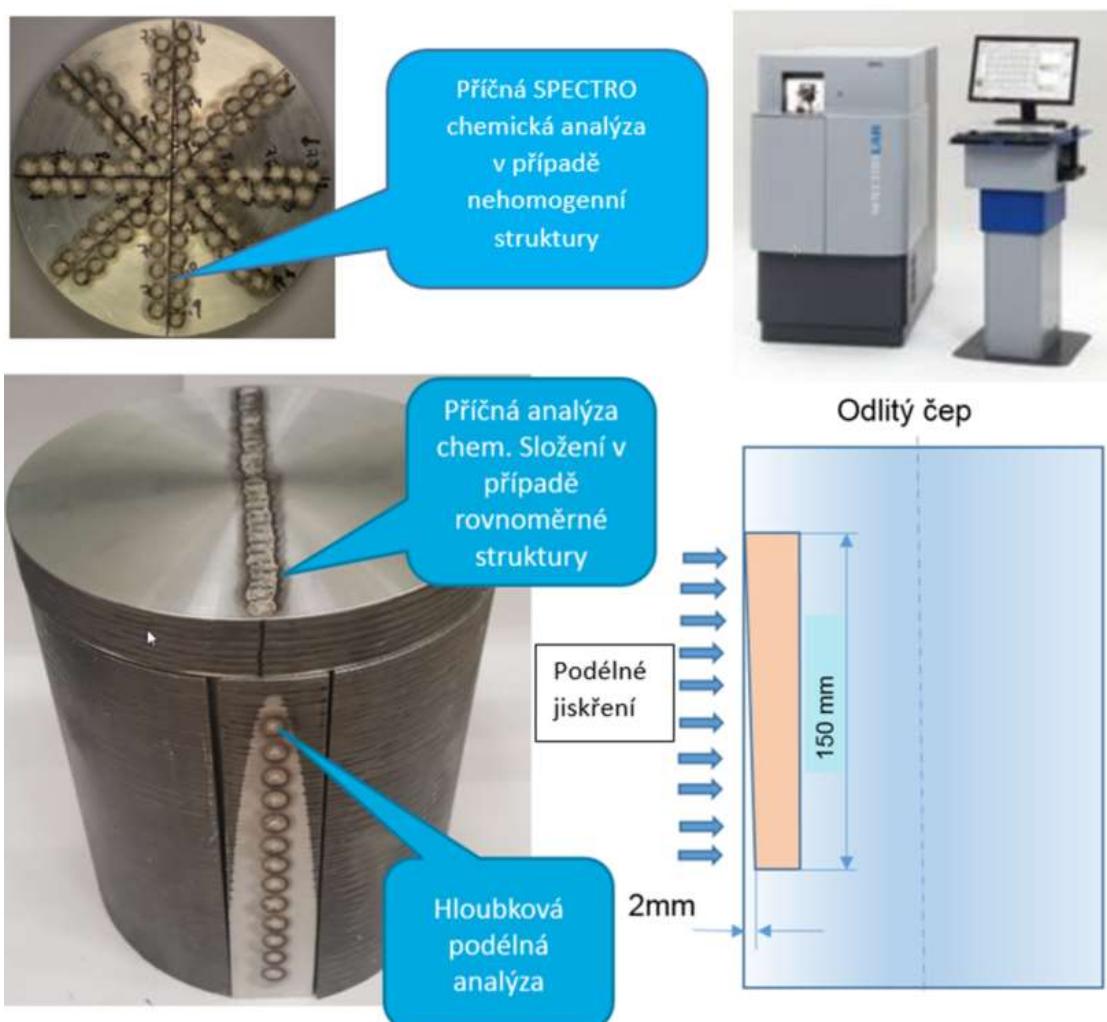
8.4.1. Popis a provedení experimentu

V tomto experimentu bylo použito **ultrazvukového míchání, míchání pomocí čerpadla** a bylo porovnáno s **odlitky odlitymi konvenčním způsobem s použitím AlTiB 3/1** zjemňovacího drátu u slitiny AA6008. Dále byly tyto způsoby porovnány i

na profilových výliscích a ověřen dopad na mechanické vlastnosti jednotlivých částí výlisků. Metody míchání taveniny jsou obecně vyvíjeny s cílem eliminace použití zjemňovačů struktury, at' už kvůli potřebě snížení množství hlavně přidávaného titanu pro dosažení lepší vodivosti materiálu použitého pro energetický průmysl, nebo pro eliminaci možných nepříznivých kvalitativních vlivů, které způsobuje přidávaný zjemňovač (řádkovitost na finálním eloxu), či obecně pro dosažení co nejjemnější struktury s rovnoměrnou distribucí intermetalických fází v odlitku. Pro experiment bylo použito DC licího systému s horkou hlavou v průměru kokily 151 mm, pomocí kterého byly odlévány čepy s použitím jednotlivých technik - viz obr. 187. Pro experiment byla použita slitina AA6008 viz tab. 8, která byla natavena v 350 kg tavící peci, nalegována a po rafinaci odlévána s identickými parametry lití. Po odlítí byly odebrány z čepů kruhové kotouče pro analýzu makro a mikrostruktury a z čepů byly též vyřezány podélné vzorky pro analyzování okrajové zóny pomocí optického emisního spektrometru SPECTRO LAB M11. Pro kontrolu měřící přesnosti tohoto přístroje bylo použito standardů CRM 661/02 a 662/02. Příčné kotouče byly použity pro analýzu příčného chemického složení a pro analýzu chemického složení pod povrchové zóny byly nejprve použity ofrézované podélné výřezy - viz obr. 190. Vzorky pro analyzování vnitřní struktury (velikost zrna, velikost a distribuce fází) byly vždy odebírány z okraje čepu, mezistředu a středu čepu – viz obr. 107. Hodnocení bylo provedeno na optickém mikroskopu Nikon Epiphon a pro analyzování velikosti a distribuce intermetalických fází bylo použito software NIS Elements AR. Pro analyzování velikosti zrna byly vzorky eloxovány v Barker elektrolytu $H_2O + 3\%HBF_4$ po dobu 3 min a hodnoceny v polarizovaném světle. Pro zvýraznění struktury bylo použito leptadla Keller v délce 10 sekund. Pro hodnocení prozvučitelnosti čepů byl použit přístroj Epoch 650 vyrobený firmou Olympus.



Obr. 189 Jednotlivé metody použité během experimentu - 1- bez zjemňovače, 2- zjemňovač, 3 - čerpadlo, 4-ultrazvuk



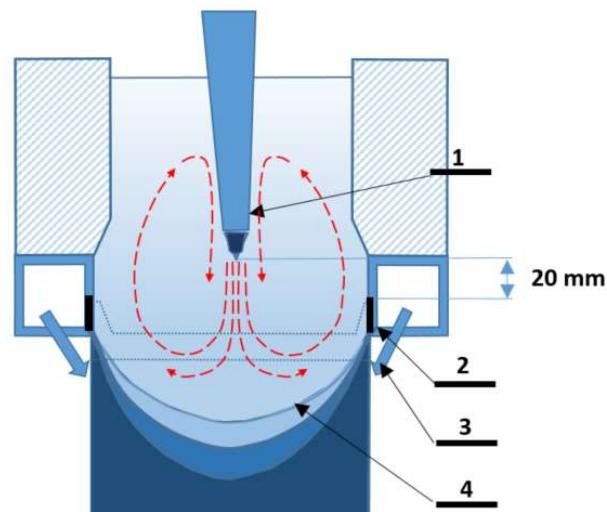
Obr. 190 Schéma způsobu analyzování chemického složení v průřezu odlitku pomocí zařízení SPECTRO LAB M11

Experimentální nastavení ultrazvukového zařízení odlévání UST-DC [201, Pad9] je znázorněno na obr. 1a. UST bylo provedeno vodou chlazeným 5kW magnetostriktčním měničem (Reltec) s budicí frekvencí 17,3 kHz při pracovním výkonu 3,5 kW (což odpovídá amplitudě 40 µm). Předehrátá kónická sonotroda Nb s pracovním průměrem 20 mm dodávala tavenině ultrazvukovou energii. Hrot sonotrody byl přibližně 20 mm nad úrovní grafitového prstence. Odlévání bylo odstartováno bez použití ultrazvukového zařízení jen s přídavkem AlTiB zjemňovače, aby nedošlo k tvorbě trhlin za studena a ultrazvuk byl ponořen do hlavy „HotTop“ až po ukončení startovací rampy a poté bylo zapnuto míchání.

Tab. 27 Parametry lití použité pro experimenty

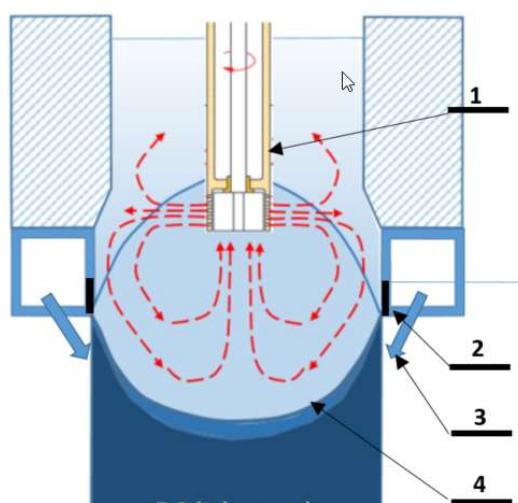
| parametr | jednotky | hodnota | parametr | jednotky | hodnota |
|------------------------|----------|---------|--------------------------|----------|-------------|
| Liti rychlosť | mm/min | 140 | Teplota kovu UZK | °C | 662 |
| Množství chladící vody | l/min | 180 | Teplota chladící vody | °C | 25 |
| Vstupní teplota kovu | °C | 674 | Teplota likvidus/solidus | °C | 654,8/612,8 |

Ukončení **míchání pomocí ultrazvukového zařízení** bylo provedeno v předstihu před ukončením lití.



Obr. 191 Umístění sonotrody v „Hot top hlavě“ – 1-sonotroda 2-grafit, 3-chladící voda, 4-kryštalační fronta

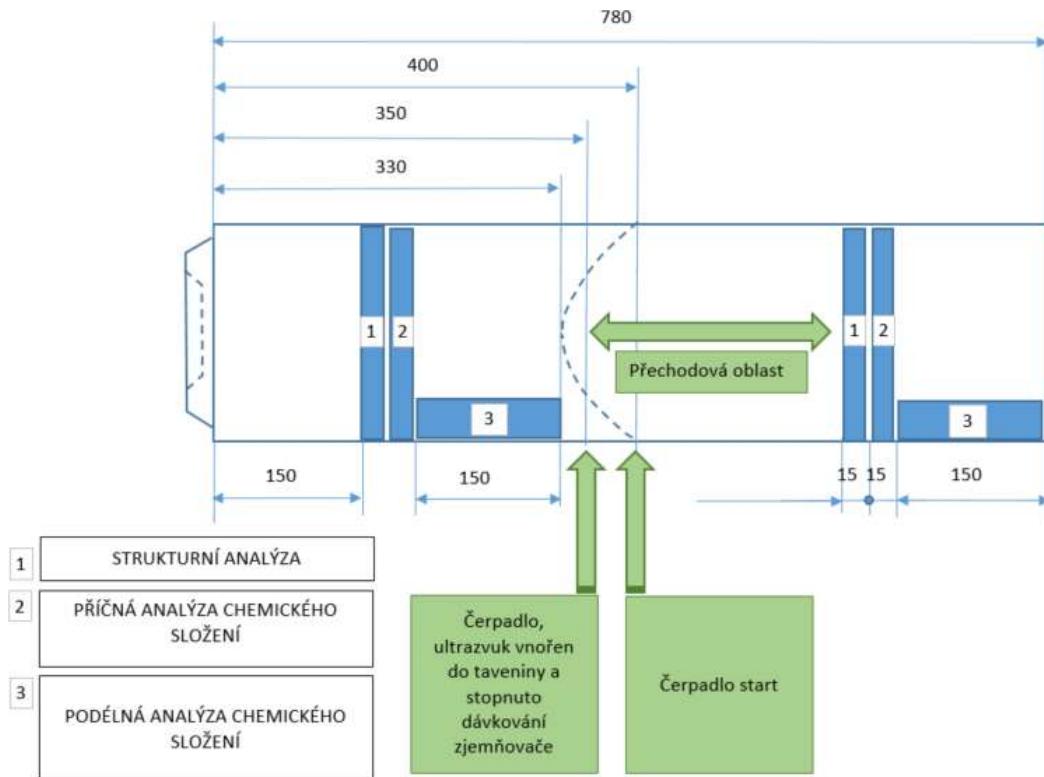
Míchání čerpadlem



Obr. 192 Umístění čerpadla v „Hot top hlavě“ – 1-čerpadlo, 2-grafit, 3-chladící voda, 4-kryštalační fronta

Experimentální odlévání MC-DC [200,211] je znázorněno na obr. 192. Předehřáté keramické čerpadlo s pracovním průměrem 40 mm je v uspořádání stator a rotor ponořeno do hlavy licí hlavy „Hot top“. Konec čerpadla byl přibližně 30 mm nad úrovní grafitového prstence. Odlévání bylo odstartováno bez použití čerpadla jako u experimentu s ultrazvukovým zařízením jen s přídavkem AlTiB zjemňovače, aby nedošlo k tvorbě trhlin za tepla a ultrazvuk byl ponořen do hlavy „Hot top“ až po ukončení startovací rampy a zapnuto míchání (s otáčkami 2000 ot/min). Parametry odlévání byly použity obdobné, jako u předchozího experimentu s ultrazvukem – viz

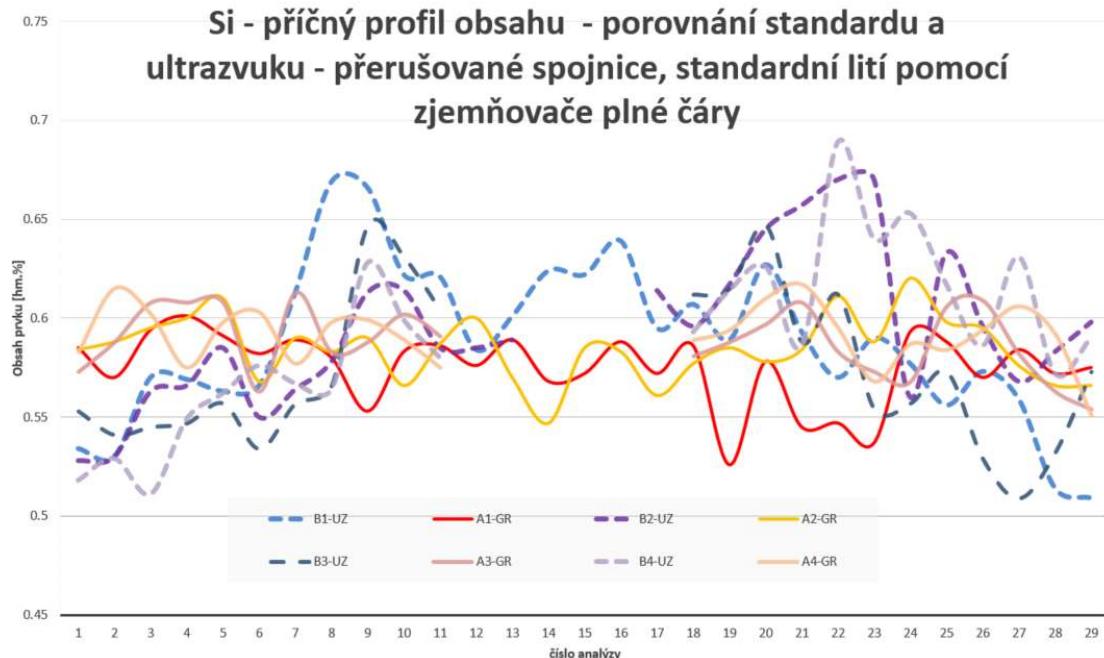
obr. 191.



Obr. 191 Schéma použití technologií a odběr vzorků pro analýzy

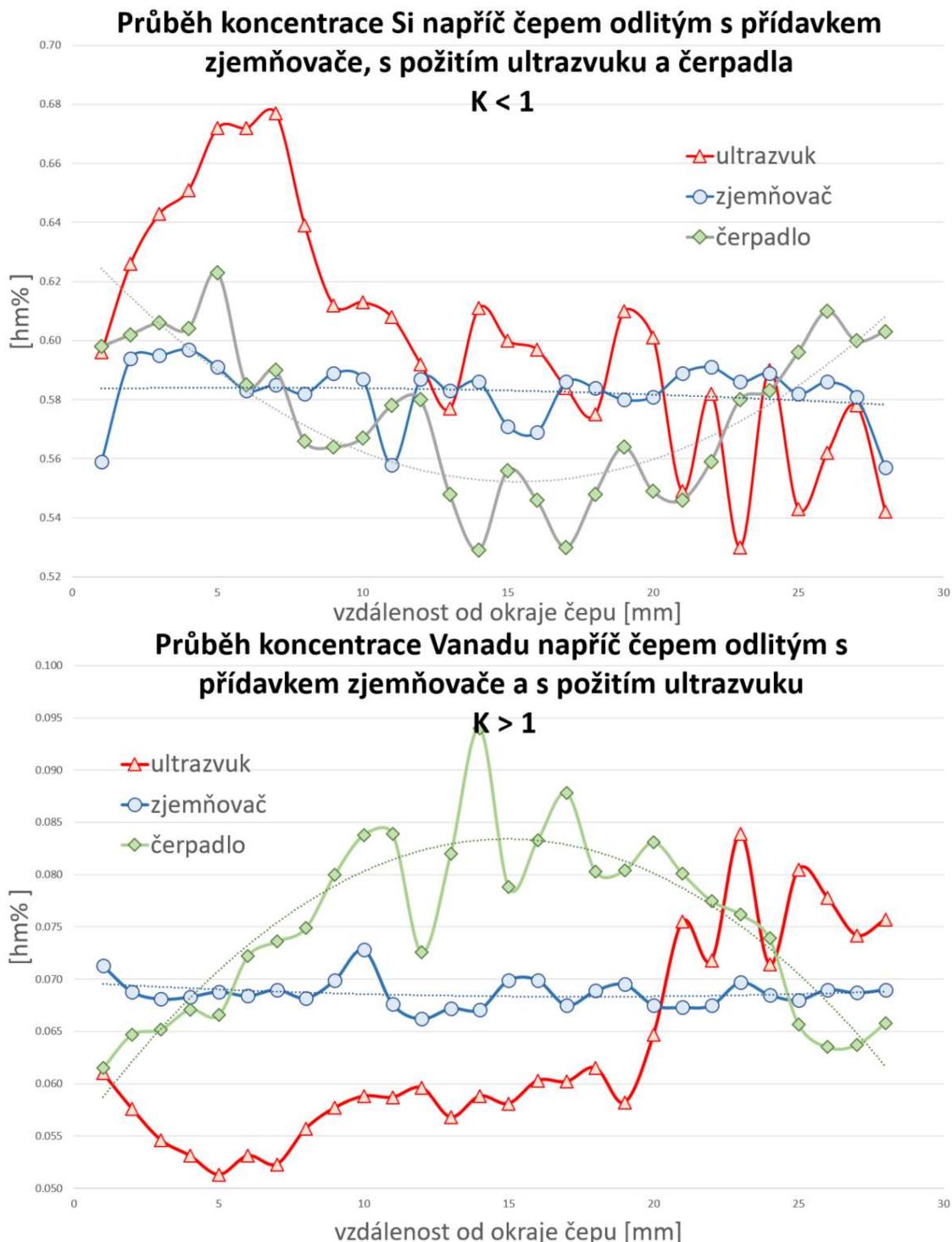
8.4.2. Hodnocení segregací v odlitku

Po analýze příčných a podélných výřezů pomocí spektrometrické analýzy byly výsledky porovnány v grafech.



Obr. 194 Porovnání profilu Si po průřez čepu mezi standardním litím a ultrazvukem – příčné analýzy po 45° přes průřez odlitku – pro ultrazvuk byl získán velmi variující výsledek

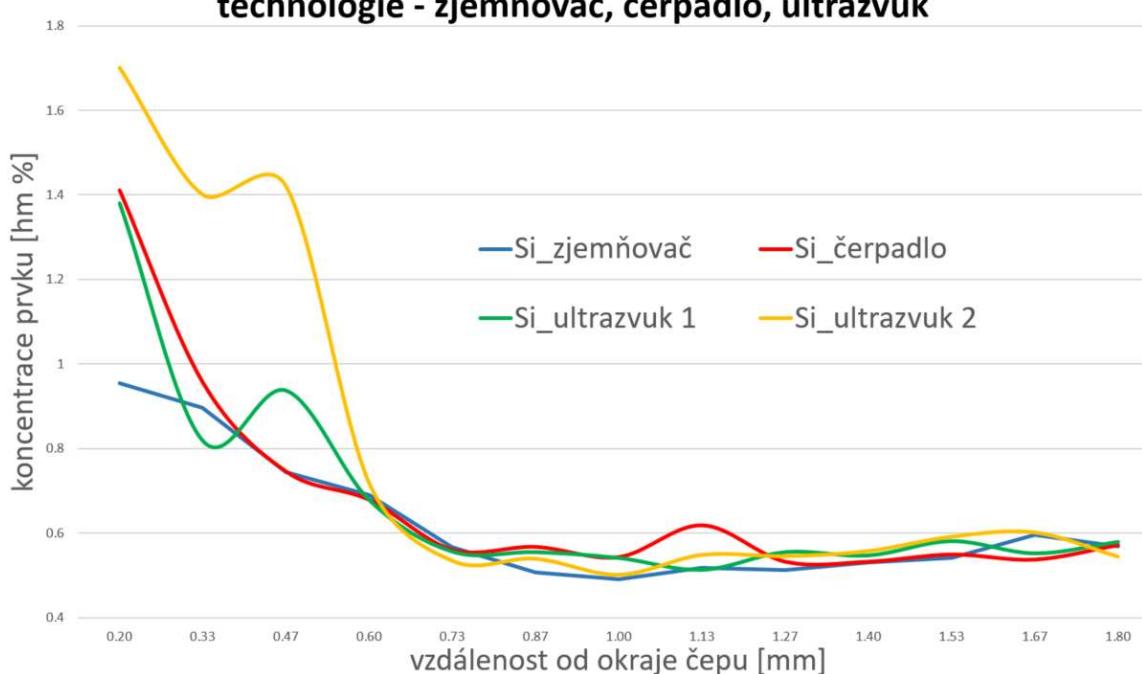
Metoda konvenční s přídavkem zjemňovače a metoda s použitím čerpadla jsou technologie se symetrickými výsledky kolem středové osy odlitku. Bohužel metoda míchání pomocí ultrazvuku vykazuje velmi rozdílné výsledky po obvodu - viz obr. 194 a proto do porovnávacích grafů byly vyneseny jen hodnoty z jednoho řezu a hodnocení segregací pro ultrazvuk bude provedeno separátně ve 3D modelu.



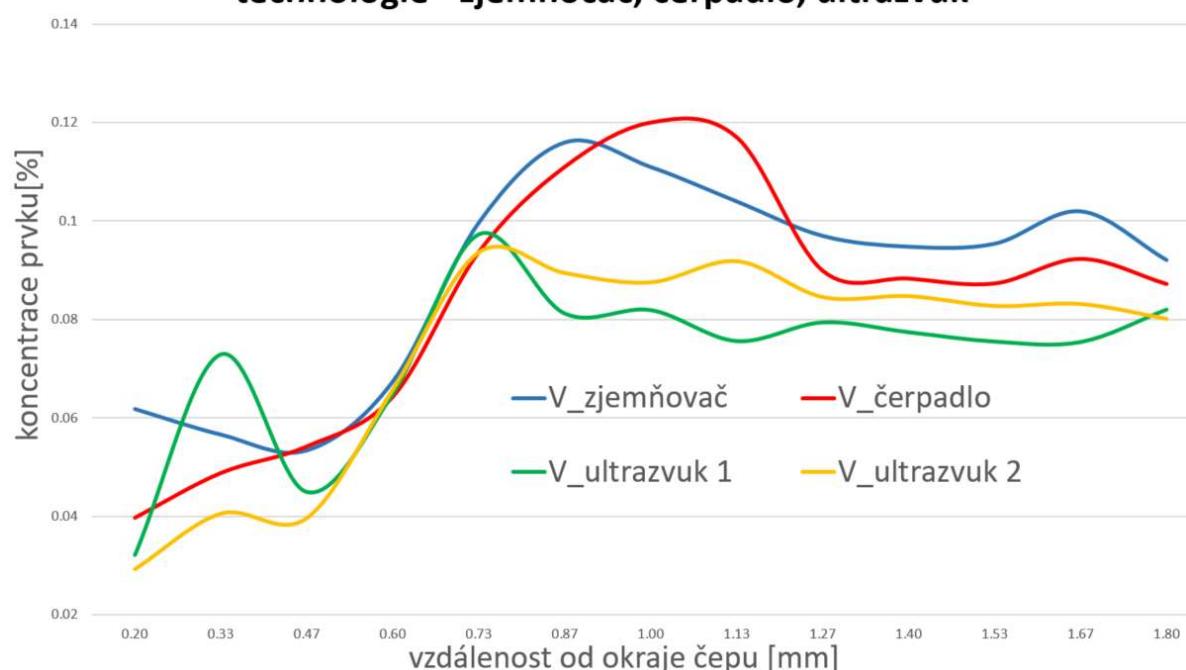
Obr. 195 Porovnání profilu obsahu Si a V po průřezu čepu mezi standardem, ultrazvukem a čerpadlem. Porovnání je ukázáno jen pro reprezentanty prvků se segregacní konstantou $K>1$ a $K<1$

Výsledky pro jednotlivé prvky u slitiny AA6008 vykazují velmi podobné profily a proto se omezím jen na zástupce dle segregacní konstanty $K<1$ (Si, Fe, Cu, Mn, Mg) $K>1$ (V, Ti, Cr). Podobné porovnání jsem provedl pro pod povrchovou zónu čepu na šikmo frézovaných podélných výřezech.

Porovnání segregace Si pod okrajem čepu pro různé technologie - zjemňovač, čerpadlo, ultrazvuk

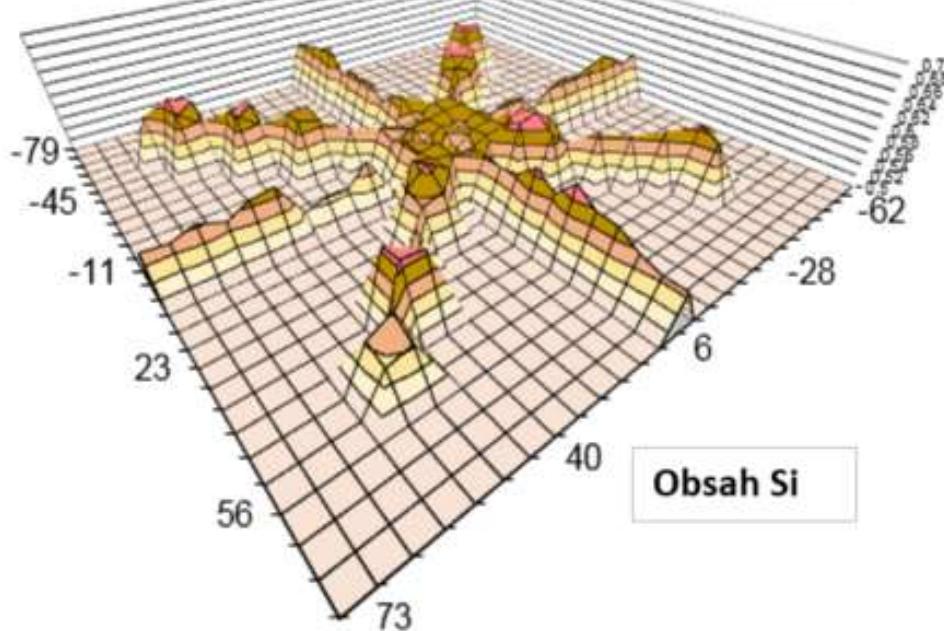


Porovnání segregace Vanadu pod okrajem čepu pro různé technologie - zjemňovač, čerpadlo, ultrazvuk

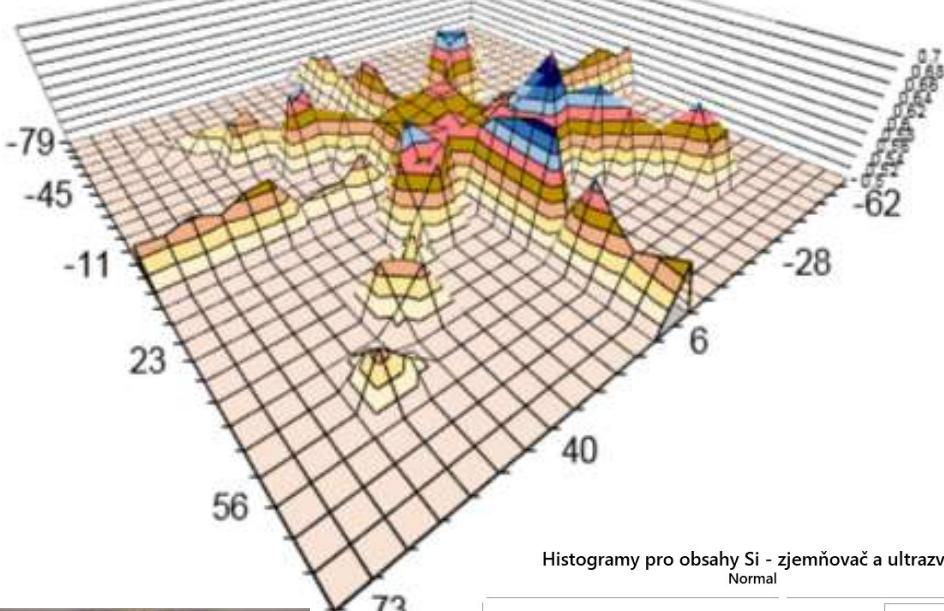


Obr. 196 Porovnání profilu obsahu Si po okraj čepu mezi standardem, ultrazvukem a čerpadlem. Porovnání je ukázáno jen pro reprezentanty prvků se segregacní konstantou $K>1$ a $K<1$

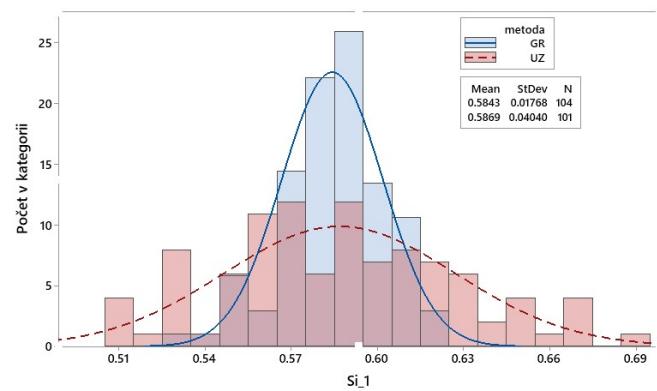
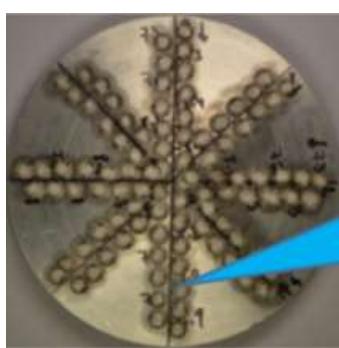
Konvenční lití se zjemňovačem AlTiB 3/1



Odlévání s ultrazvukovým mícháním



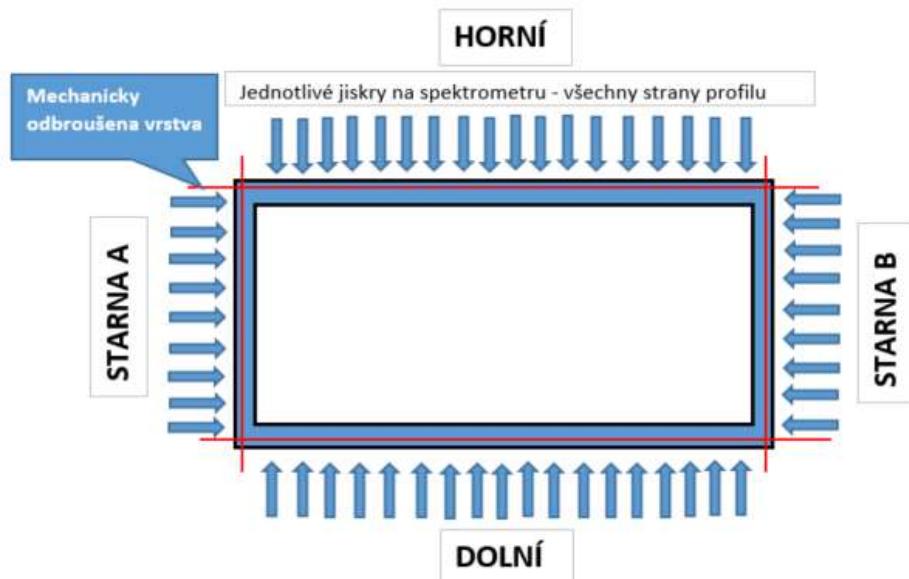
Histogramy pro obsahy Si - zjemňovač a ultrazvuk
Normal



Obr. 197 3D porovnání profilu obsahu Si po průřezu odlitku – standardní lití s zjemňovačem GR a ultrazvukem UZ. Pro přehlednost je provedena ve spodní části též statistika

8.4.3. Hodnocení segregací ve výlisku a vyhodnocení mechanických vlastností

Z odlitých čepů byly průtlačně vylisovány zkušební profily a u nich jsem obdobným způsobem provedl kontrolu chemického složení. Protože nejvýraznější odchylky v chemickém složení byly nalezeny u odlitků míchaných pomocí ultrazvuku, provedl jsem jen porovnání segregací mezi profilem vylisovaným z čepu (odlitku) konvenčně odlévaným a profilem vylisovaným z čepu s přídavkem zjemňovače.



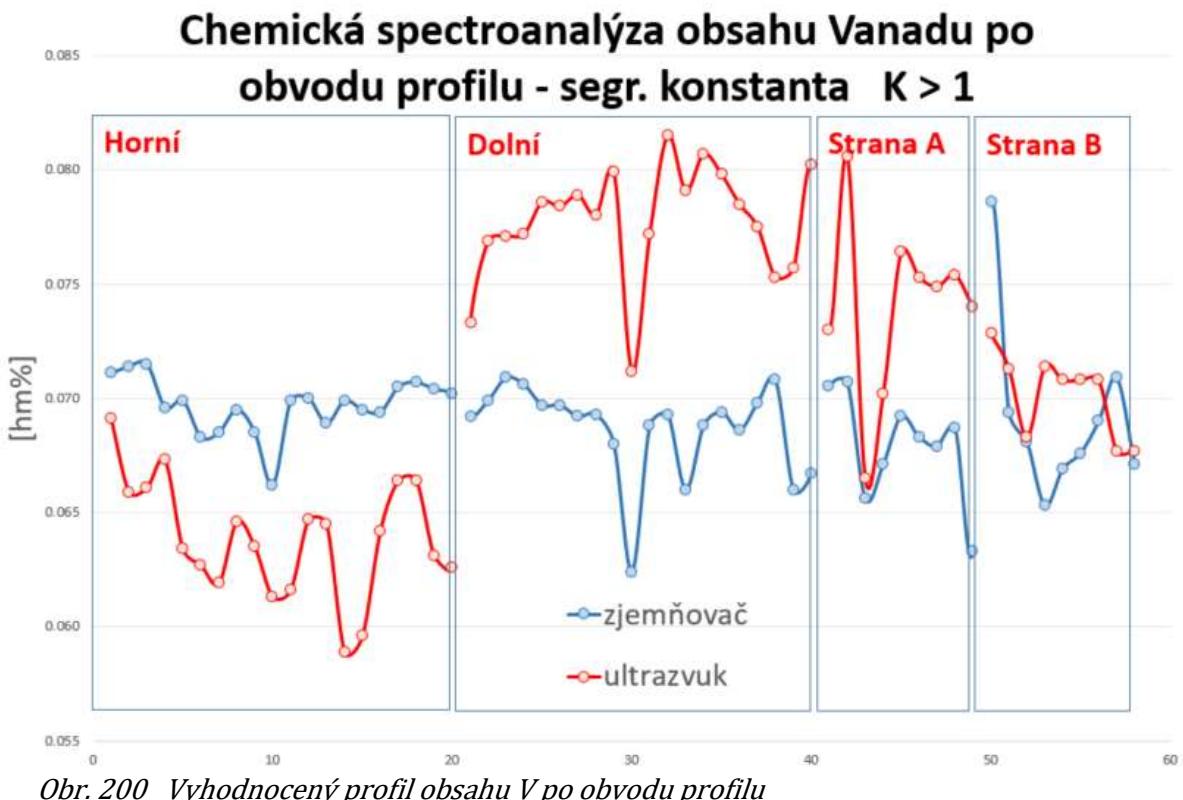
Obr. 198 Schéma přípravy a analýzy chemického složení vylisovaného profilu

Chemická spectroanalýza obsahu Si po obvodu profilu - segr. konstanta $K < 1$

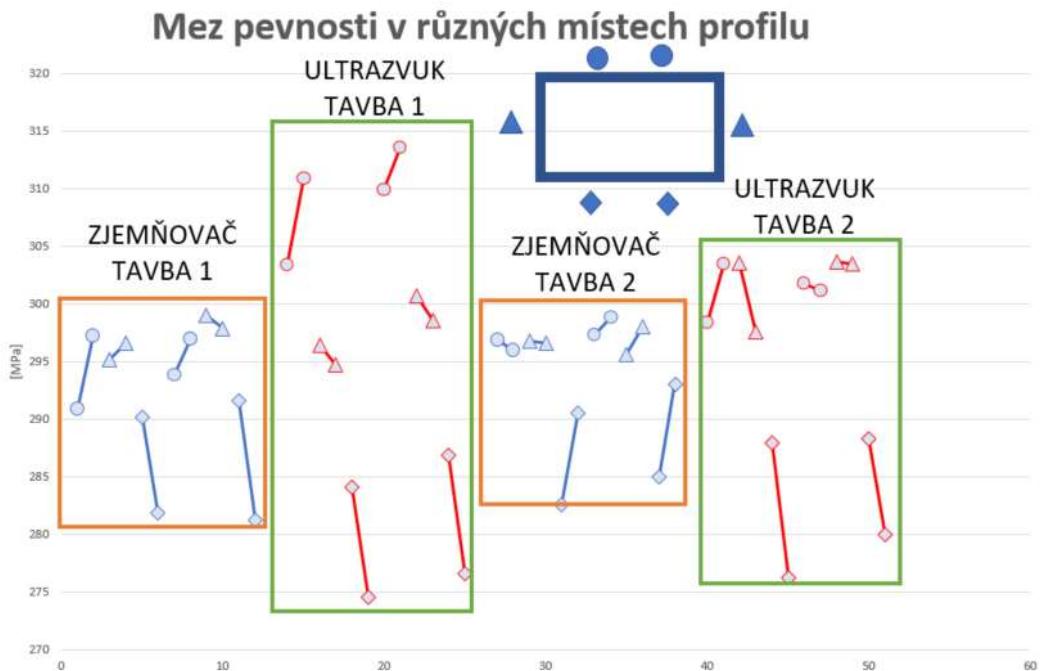


Obr. 199 Vyhodnocený profil obsahu Si po obvodu profilu hodnocený profil obsahu Si po obvodu profilu

Účelem tohoto testu bylo ověřit, jak se projeví přenesené segregace z odlitku na výlisek. Výlisek byl rozřezán dle schématu a z jednotlivých stěn profilu byla mechanicky odstraněna povrchová vrstva a stěny byly analyzovány na spektrometru. Dosažené výsledky jsou vyneseny v grafu – viz obr. 198.



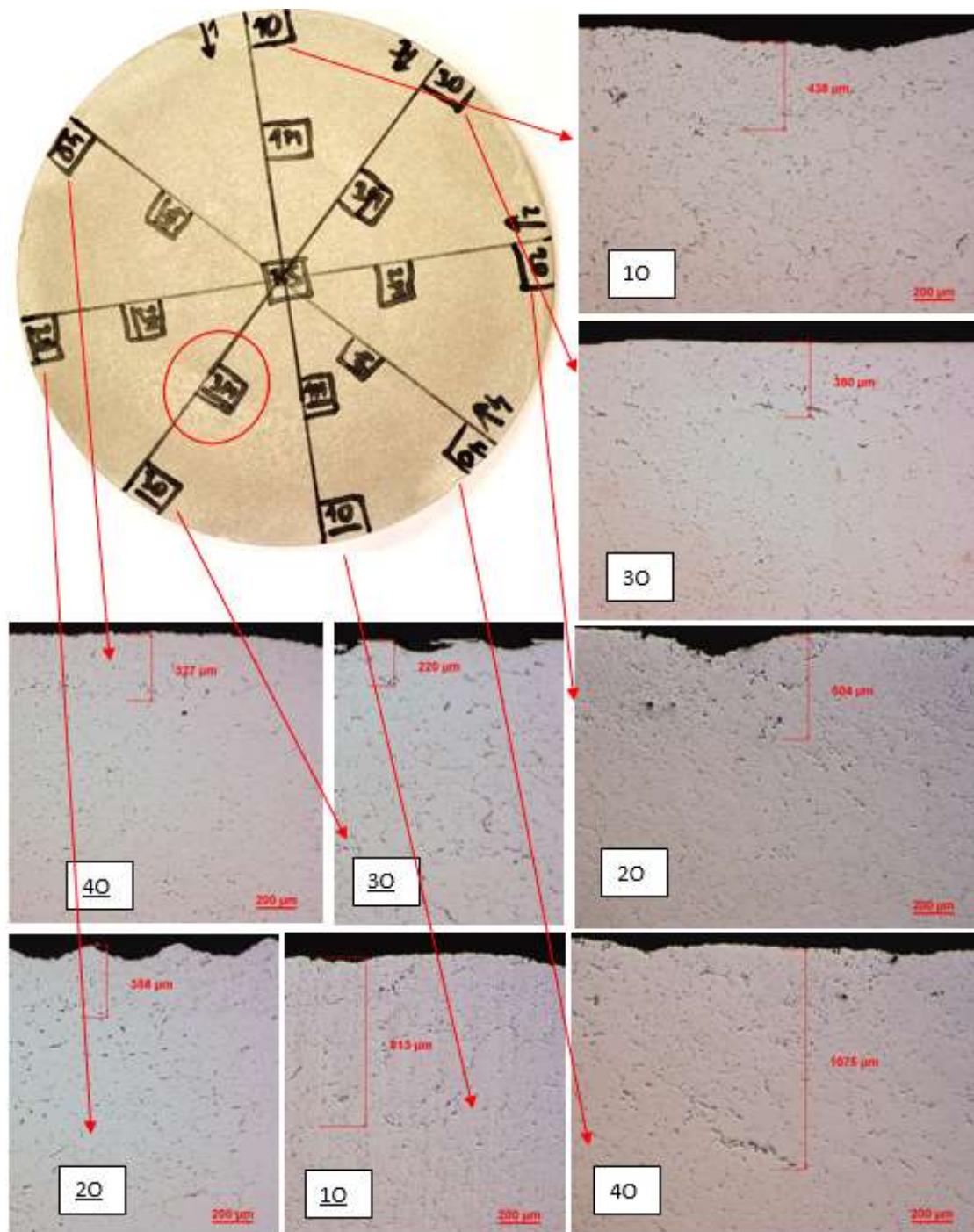
Obr. 200 Vyhodnocený profil obsahu V po obvodu profilu



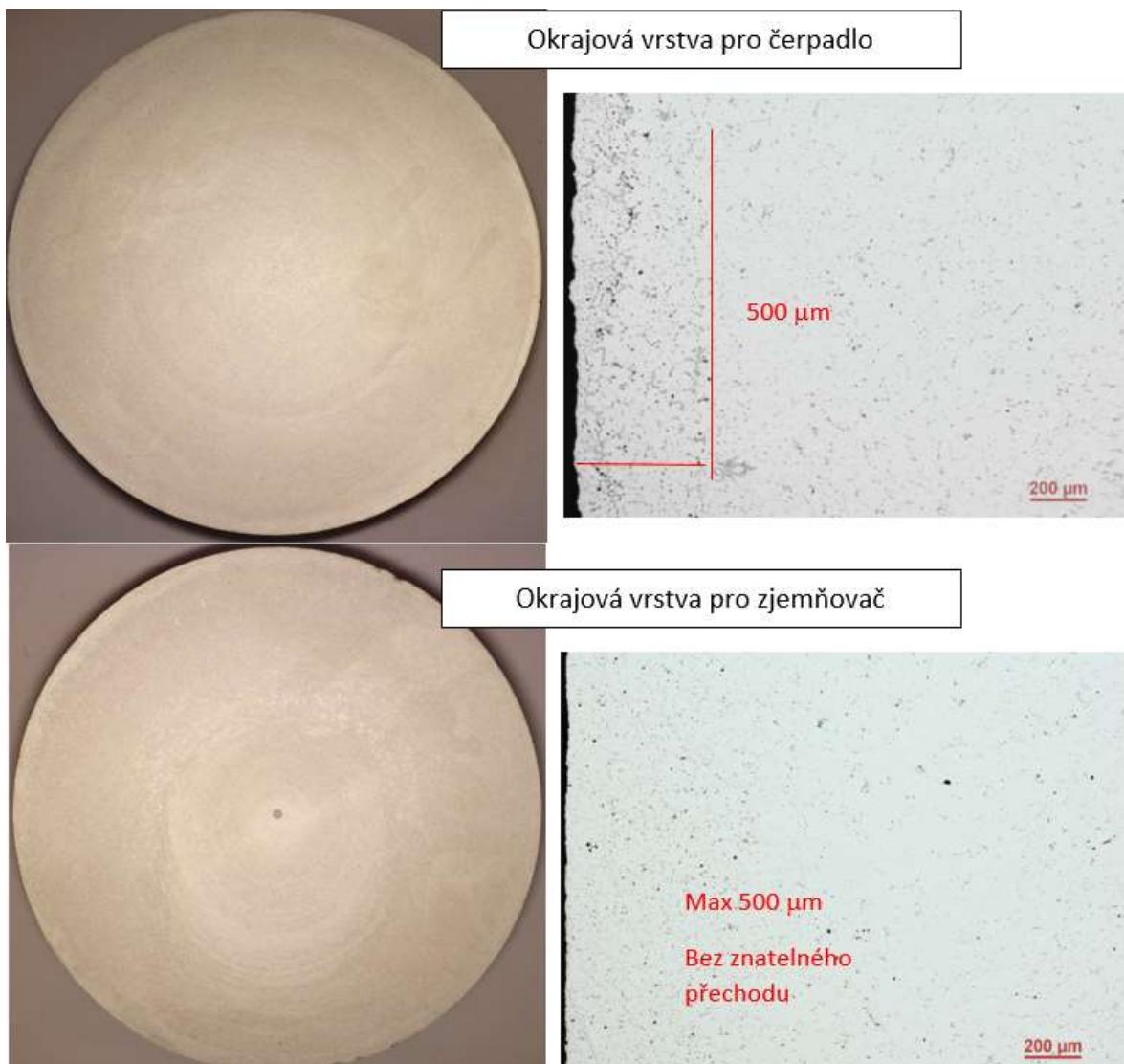
Obr. 201 Výsledky meze pevnosti ze zkušebních tyčí připravených z jednotlivých stran profilu, rozlišení výsledků z jednotlivých trhacích zkoušek je ve schématu v horní části obrázku

8.4.4. Strukturní hodnocení

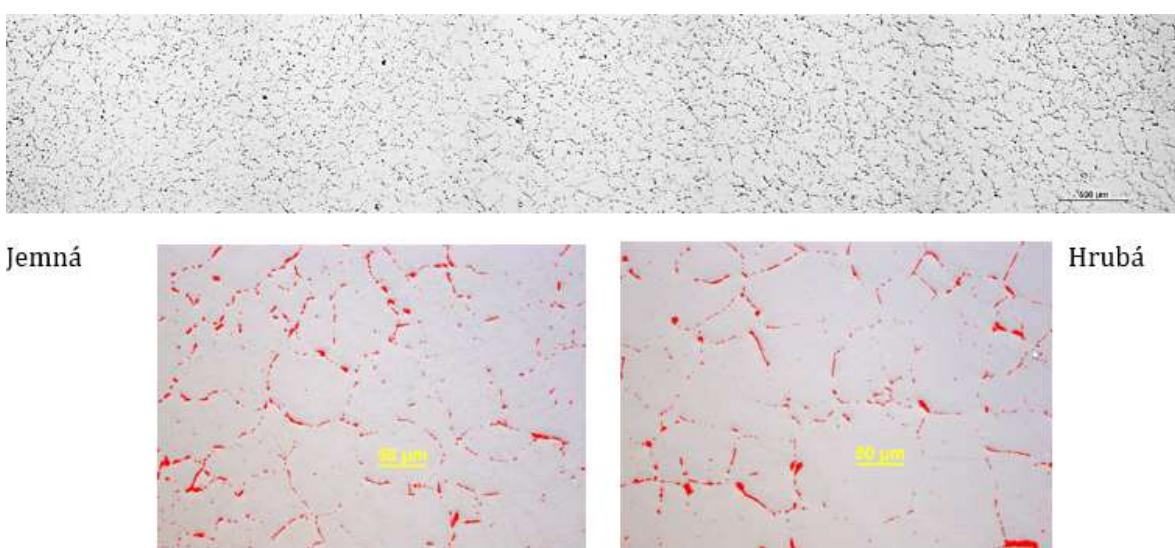
Podobného výsledku jako pro hodnocení chemického složení po průřezu čepu jsme dosáhli i pro hodnocení makrostruktury a mikrostruktury. Makrostruktura příčně připravených výřezů, které byly osoustruženy a naleptány v 20 % NaOH ukázaly velmi rovnoměrnou strukturu pro odlitky s použitím zjemňovače a částečně pro míchání pomocí čerpadla. Pro metodu míchání ultrazvukem byla struktura více nerovnoměrná z hlediska zrna i hloubky okrajové vrstvy.



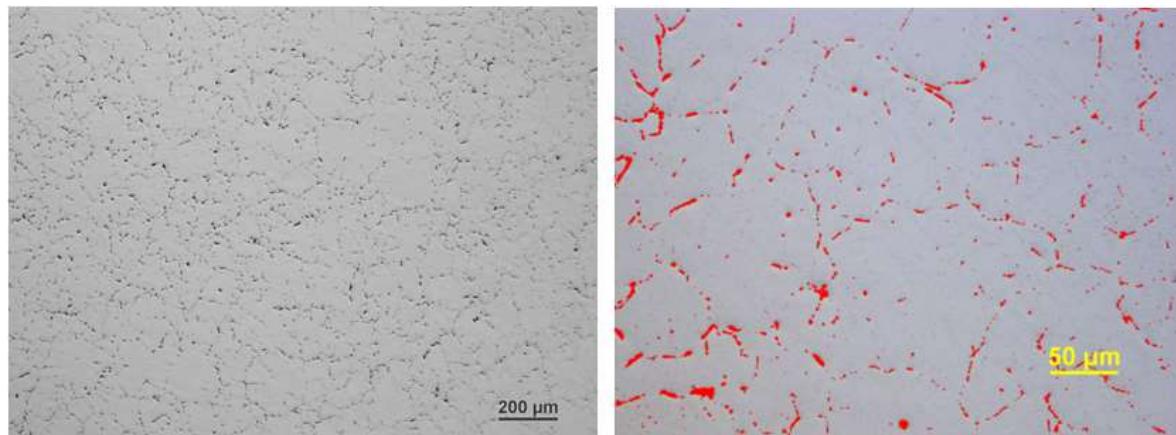
Obr. 202 Vyhodnocení hloubky okrajové zóny pro ultrazvuk



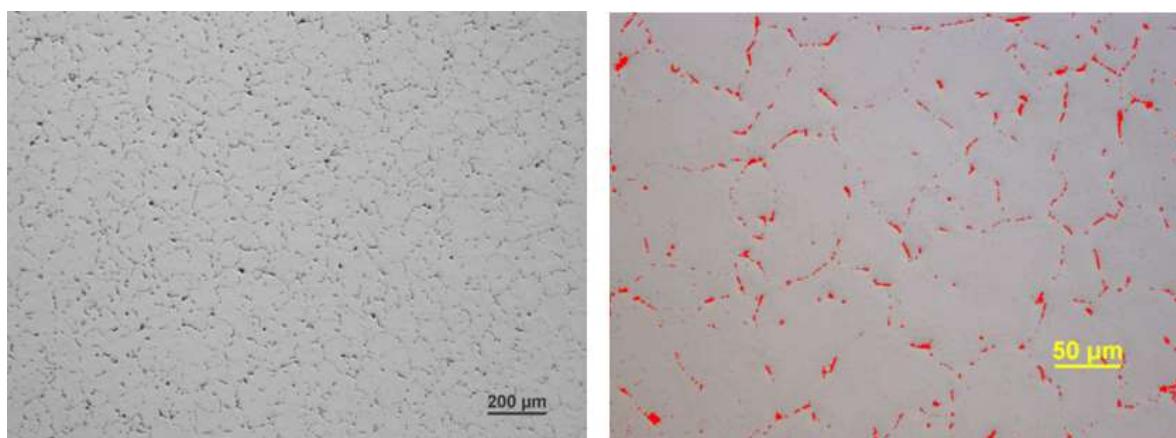
Obr. 203 Vyhodnocení hloubky okrajové zóny pro čerpadlo a zjemňovač



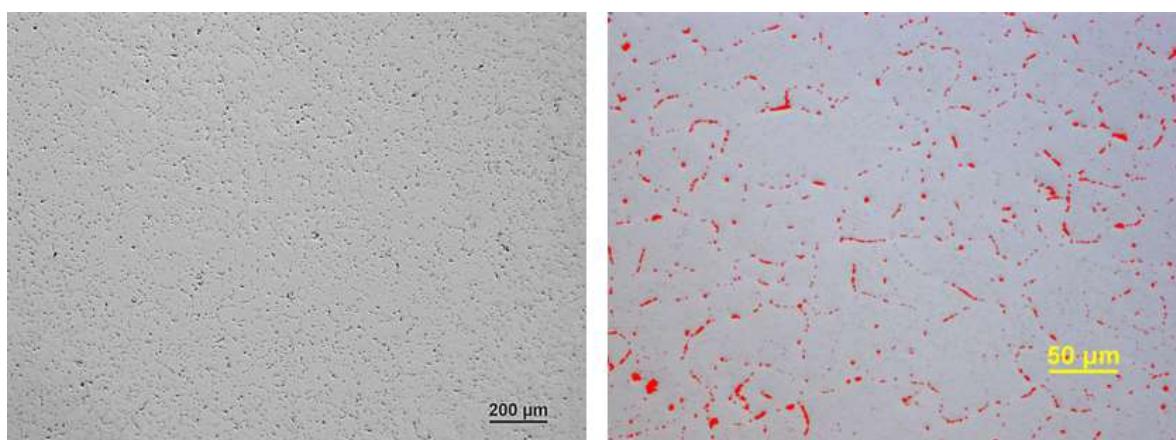
Obr. 204 Detail struktury pozice 3M – oblast s přechodem mezi jemnou a hrubší strukturou



Obr. 205 Struktura v středové oblasti – zjemňovač AlTiB 3/1



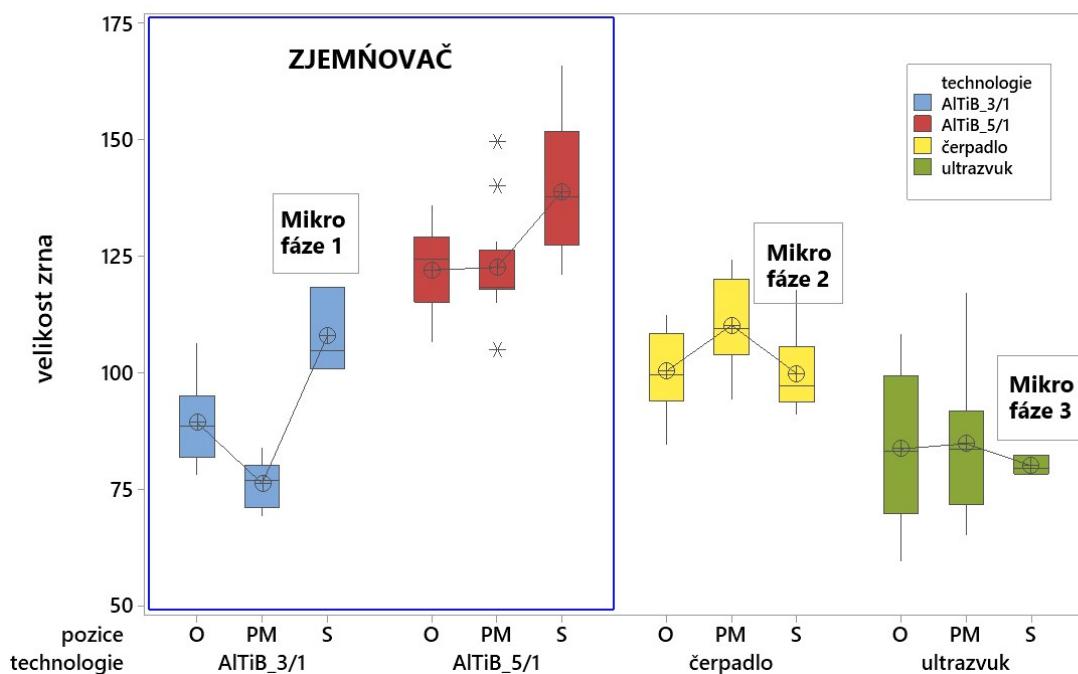
Obr. 206 Struktura v středové oblasti – čerpadlo



Obr. 207 Struktura v středové oblasti – ultrazvuk

Hodnocení zrna bylo provedeno standardním způsobem a velikost zrna byla porovnána v okrajové, mezi středové a středové oblasti odlitku. Protože pro ultrazvuk je struktura v mezi středové oblasti poměrně nerovnoměrná, byl vybrán reprezentativní vzorek. Velikosti zrna jsou porovnány v grafu – viz obr. 208. Pro porovnání dosažené velikosti zrna u zjemňovače byl přidán do porovnání též analýzy z odlitku s použitím zjemňovače AlTiB 5/1.

Boxplot porovnání velikosti zrna pro jednotlivé metody odlévání

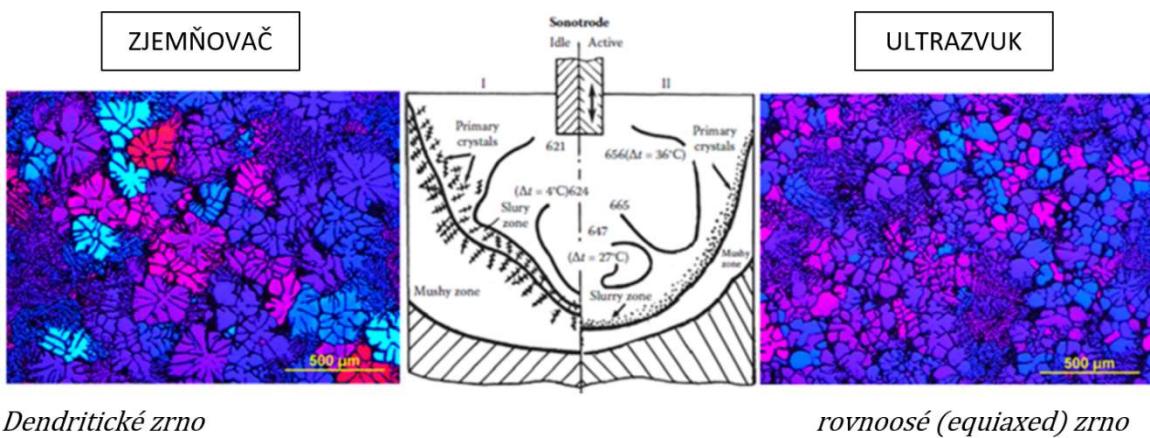


Obr. 208 Výsledky velikosti zrna z odlitků, u kterých byla při odlévání použita různá metoda pro zjemnění - zjemňovač AlTiB 3/1, AlTiB 5/1, čerpadlo a ultrazvuk

8.4.5. Dosažené výsledky a jejich diskuze

Z analýz segregací napříč čepem vyplývá, že nejrovnoměrnější strukturu vykazuje čep s použitím zjemňovače zrna viz obr. 195. Naopak největší segregace byly zaznamenány u čepů odlévaných s pomocí mícháním ultrazvukem, které jsou navíc nesymetrické kolem osy čepu, což je dobře viditelné na obr. 197. Podobný výsledek vykazuje i hodnocení mikrostruktury v podpovrchové oblasti odlitku, kde nejmenší segregace v povrchové oblasti vykazuje konvenční odlévání s přídavkem zjemňovače viz obr. 196 a naopak největší segregace vykazuje ultrazvuk. Navíc struktura napříč odlitkem je nerovnoměrná a vyskytuje se zde i místa s hrubší a jemnější strukturou, kde se struktura skokovitě mění – viz obr. 204. Pro odlévání s čerpadlem jsou segregace podstatně menší než u odlévání s ultrazvukem a co je důležité, že jsou symetrické kolem osy odlitku - viz obr. 194. Pokud se provede porovnání struktury z pohledu velikosti a rozložení fází, pak nejjemnější strukturu vykazuje v pořadí od nejjemnější ultrazvuk, čerpadlo a zjemňovač – viz obr. 205, 206, 207. Co se týče mechanických hodnot z různých stran profilu – viz obr. 201, z výsledků je zřejmé, že segregace přenášející se do výlisků velmi významně ovlivňují rozptyl dosažených výsledků. V obr. 199, 200 jsou vidět vytvořené segregacní křivky pro prvky (Si, V), jako reprezentanty pro prvky s rozdílným segregacním koeficientem K a v obr. 208 jsou vyneseny výsledky měření

zrna, které potvrdily již dříve prezentované výsledky [212], že metody míchání dosahují velmi jemného rovnoosého zrna a to hlavně v středové oblasti čepu ve srovnání s konvenčním litím s přídavkem zjemňovače. Z výsledků velikosti zrna je též zřejmý vliv použitého zjemňovače zrna, kdy zjemňovač AlTiB s poměrem Ti/B 3/1 měl lepší nukleační účinnost než ATiB zjemňovač s poměrem Ti/B 5/1 při identickém dávkování 1kg/tunu viz obr. 205, což je v souladu s dosaženými výsledky v předchozích testech pomocí TP1 testu. Dosažené výsledky potvrzují teorii segregacních koeficientů [158] a to jak v příčném průřezu čepem, tak i v pod povrchové oblasti.



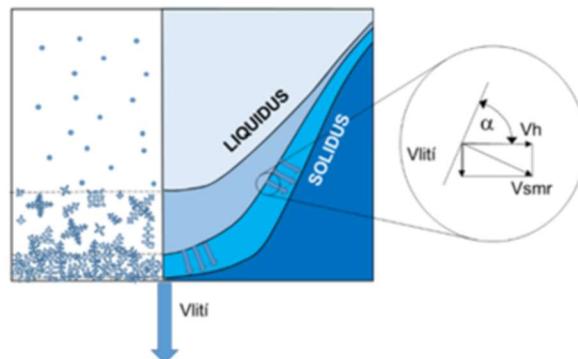
Obr. 209 Znázornění dosahovaného typu zrna mezi použitím zjemňovače a mícháním podle [213] – publikované pro slitinu 7075, snímky zrna jsou reálně ukázky z tohoto experimentu

V obr. 211a je naznačen profil chování prvků po průřezu čepu a v obr. 211b v pod povrchových oblastech. Tyto profily jsou odvislé od směru míchání taveniny - viz obr. 189, kde je vidět rozdílný směr proudění taveniny a segregace jsou způsobeny fragmentací dendritických ramen proudem taveniny a vyplachování mezidendritických prostorů s obohacenou taveninou. Obě technologie míchání taveniny zabezpečují rovnoosé globulitické zrno, což je v souladu s publikacemi [212, 214] viz obr. 208 a s tvarem krystalizační fronty včetně suspenze a kašovité oblasti jsou porovnány s dosaženým typem zrna v experimentu. Protože mícháním taveniny se značně redukuje teplota těsně nad likvidem a rozdíl mezi teplotou těsně nad likvidem u odlévání s použitím zjemňovače a mícháním taveniny v hlavě HOT TOP DC lití je více jak 20°C a tedy i rychlosť krystalizace, je podstatně zvýšena u míchání taveniny. Toto je zřejmé z obr. 210 a vzorce (117) podle [213], kde rychlosť krystalizace jde proti rychlosti smršťování a je opačného znaménka. Přestože míchání taveniny deformuje krystalizační frontu a tedy snižuje složku rychlosť krystalizace, teplotní gradient je mnohem významnější řídící veličinou vzniku rovnoosého globulitického zrna [213].

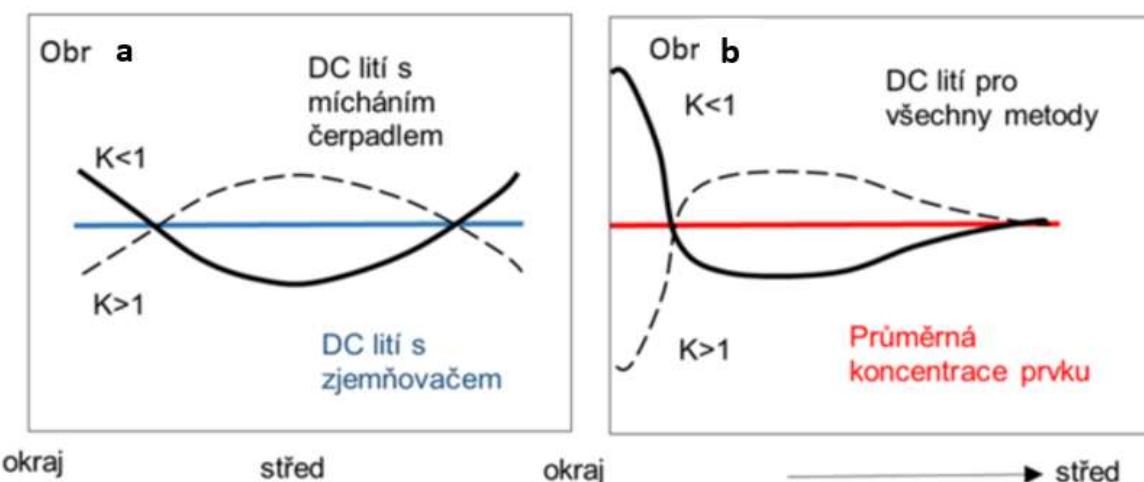
$$V_{lití} = V_{smr} \cdot g_1 \cdot \beta \cdot \cos \alpha \quad (117)$$

Kde: β značí koeficient objemového smrštění
 (pro hliníkové slitiny se uvažuje 0,06),
 V lití je rychlosť odlévání,
 g_1 je objemový podíl taveniny a
 α je úhel mezi horizontálním směrem a krystalizační frontou

Součástí této práce bylo i porovnání velikostí fází a jejich distribuce s vazbou na segregace. Tyto výsledky potvrdily vazbu mezi těmito faktory, tedy vazbu mezi velikosí zrna a velikostí fází. Zajímavostí je i možnosti použití jiných metod na zjišťování segregací v průřezu odlitku a to pomocí měření vodivosti, či měření prozvučitelnosti pomocí ručního ultrazvuku. Touto metodou se sleduje útlum odrazových ech v obvodových segmentech čepu.



Obr. 210 Schéma krystalizace v oblasti krystalizační fronty



Obr. 211 Srovnání profilů segregacích křivek po průřezu odlitku a v okrajové zóně čepu (odlitku) pro technologie lití s použitím zjemňovače a s použitím čerpadla. Ultrazvuk zde není uveden, protože segregace nejsou symetrické a segregace se nedají zevšeobecnit.

9. SHRNUTÍ VÝSLEDKŮ A NOVÝCH POZNATKŮ DISERTAČNÍ PRÁCE

Doktorandská práce se zpracována na téma „Způsoby optimalizace tvorby licího zrnu u polokontinuálně litých kruhových odlitků z hliníkových slitin“ a svým obsahem přispívá k pochopení tepelných poměrů v licích systémech s horkou hlavou nazývaných „HotTop“ a dává ucelený přehled o způsobech dosažení co nejjemnějšího licího zrnu v odliticích nejen optimalizací licích parametrů, použitých materiálů, ale též použitím správného typu zjemňovacího prostředku a jeho optimálního dávkování. Práce též popisuje kvalitu zjemňovacích produktů z pohledu nukleační účinnosti a důvody jejich odchylek. Tato práce dává též přehled o způsobech zjemnění napříč slitinovým portfoliem dle AA „Aluminium Asociation“ a popisuje, kvantifikuje vlivy některých legujících prvků na výkonnost zjemňovačů, a též navrhuje, jakým způsobem se může dopad těchto negativních efektů snížit, nebo zcela eliminovat. Závěrem této práce jsou ukázány alternativní metody zjemnění zrnu ke konvenčnímu zjemnění zjemňovačem. Práci je možno rozdělit na tyto dílčí závěry:

- **Rozbor tepelných poměrů v licím systému** prototypového DC odlévacího zařízení s horkou hlavou pro čepy průměru 151 mm (6“). Tento rozbor byl proveden pro licí parametry stanovené pro slitinu AA6008. To znamená, že vypočtené tepelné poměry a všechny obdržené teploty platí jen pro tuto slitinu a použité parametry v experimentu. Tento rozbor kvantifikoval ztráty teploty v jednotlivých částech licího systému pro jeden čep a měření teplot v odlitku během krystalizace ukázalo spolu s vizualizací licí fronty, jak probíhá přenos tepla v odlitku. Tato část práce dává dobré základy pro pochopení přenosu tepla pro polokontinuální lití a dosažené výsledky mohou být vodítkem pro odhad parametrů pro ostatní sortiment odlévaný touto metodou.
- Protože tato práce byla zaměřena především na optimalizování tvorby licího zrnu, **bylo prvním krokem experimentální práce posoudit efekt vlivu změny základních licích parametrů na tvorbu licího zrnu**. Tato část práce ukázala, že nejzásadnějším licím parametrem ovlivňujícím velikost tvořeného zrnu, je licí rychlosť a že **se zvyšující se licí rychlosť dochází k částečnému zhrubnutí zrnu pro testovaný průměr odlitku 151 mm a ke zvýšení segregací legujících prvků hlavně ve středové oslasti odlitku**. Tento závěr je překvapující a důvod opačného efektu oproti teorii je možné hledat v množství krystalizačních zárodků, které jsou

dodávány ve formě částic TiB₂ a z dávkovaného zjemňovače. Protože vzdálenost mezi místem dávkování zjemňovače a hlavou kokily je jen asi jeden metr dá se předpokládat, že při zvyšující se rychlosti lití a tedy zvyšujícím se průtokem kovu žlabem, se snižuje doba pro homogenní distribuci částic ze zjemňovače.

- V další části práce byl analyzován vliv použitého materiálu licí hlavy a materiálu grafitového krystalizačního kroužku. Protože zařízení odlévá vždy dva odlitky (čepy) s identickými parametry, je velmi jednoduché porovnávat variace různých materiálů a porovnáním povrchu a struktury odlitků jsou zřejmě rozdíly. **Z provedených testů vyplynul velmi významný dopad použitých materiálů na povrchovou kvalitu, hloubku podpovrchových segregací ve formě okrajové vrstvy a studených svárů.**
- V další části experimentů byla posouzena nukleační účinnost různých typů zjemňovačů v závislosti na dávkovaném množství. **Z těchto testů se ukázal jako nejvýkonnější zjemňovač na bázi AlTiB s poměrem Ti/B - 3/1.**
- Pro objasnění příčin této nukleační efektivity byla provedena celá řada strukturních analýz:
 - Metalografické porovnání
 - Porovnání chemického složení
 - Fraktografické hodnocení
 - Porovnání pomocí elektronového mikroskopu

Analýzy ukázaly, že **hlavní příčinu v této rozdílné nukleační efektivitě musíme hledat ve velikosti částic a jejich distribuci.** V případě tvorby aglomerátů těchto částic spolu se solemi pocházejícíma z výroby zjemňovače se tyto aglomeráty váží velké množství částic, které se nepodílejí na zjemňování.

- Následující část práce se zabývá posouzením vlivu chemického složení slitiny na nukleační účinnost zjemňovače . Pro tyto testy byly vybrány zástupci jednotlivých tříd dle AA (Aluminium Asotiation) a byly u nich porovnána velikost licího zrna při různém dávkování. **Výsledky ukázaly velmi dobrou zjemňovací účinnost u slitin 2xxx, 7xxx a naopak nejhorších výsledků bylo dosaženo u slitin 4xxx.**
- V předposlední části práce byl posuzován negativní vliv některých legujících prvků na nukleační výkonnost použitého zjemňovače a možné alternativy eliminace těchto vlivů. **Jako jeden z prvků s nejnegativnějším vlivem na nukleační výkonnost zjemňovače byl stanoven Si s vyšším obsahem než 3,5 % u slitin 4xxx a Zr u slitin 6xxx.** Dále zde byl posuzován vliv výkonnosti zjemňovače v čase

po přidání do taveniny a vliv opětovného přetavení slitiny na aktivitu jedovatých prvků.

- Poslední část práce posuzuje vliv použitých alternativních metod pro zjemnění licí struktury a ovlivnění tvorby slévárenského zrna bez použití zjemňovacího drátu.

Testy ukázaly, že tyto metody dosahují velmi dobrých výsledků v oblasti zjemnění zrna, ale intenzivní míchání taveniny způsobuje výrazné segregace v odliticích a tyto nehomogeneity se přenášejí do výlisků a ovlivňují velice zásadně jejich dosahované parametry.

10. ZÁVĚR

Technologie polokontinuálního DC lití polotovarů pro další zpracování tvářením hraje významnou roli ve výrobě hliníkových součástí. Tak jak bylo popsáno v úvodu této práce, jedná se o velmi rozšířenou metodu a její použití pro řadu průmyslových odvětví má nezastupitelnou roli a především pro speciální výrobky pro automobilový, letecký a vlakový průmysl je dosahovaná kvalita polotovarů zásadním faktorem.

Tato práce přistoupila k problematice tvorby licího zrna velmi komplexně a pokusila se zmapovat zásadní vlivy mající dopad na tento kvalitativní faktor odlitého čepu metodou polokontinuálního přímo chlazeného DC odlévání s horkou hlavou „HotTop“. Tato práce neřešila jen vliv účinnosti požitých zjemňovacích prostředků, ale řešila i vliv vlastních licích parametrů a vlivu odlévaných slitin, respektive vliv jejich chemického složení na tvorbu licího zrna.

Práce nebyla řešena jen na vědecké úrovni, ale díky kombinaci s prototypovým licím zařízením ve výzkumném ústavu UTC na Brunelově universitě v Londýně, kde bylo možno odlít experimentální tavby prakticky srovnatelnou technologií jako ve výrobních závodech, jsou výsledky přímo aplikovatelné v praxi. Kromě laboratorních testů nukleační účinnosti zjemňovačů, vlivu chemického složení, jedovatého účinku některých prvků a legovacích přísad, byly odlity i testovací tavby s nově vyvýjenými metodami pro zjemňování struktury pomocí čerpadla, či ultrazvuku bez použití zjemňovače zrna. Tyto metody byly aplikovány do hlavy licího systému a jde tedy o poloprovozní testy a i přesto, že dosavadní testy neprokázaly jednoznačné výsledky v případě dosažení pozitivního výsledku dalším testováním, je možno velmi rychle zahájit testování v praxi. Volba správného typu zjemňovače a stanovení jeho dávkování dle slitiny a vyráběného sortimentu pro použití ve výrobě, je jedním z nejdůležitějších faktorů pro ovlivnění kvality odlitků.

11. PŘÍNOSY DISERTAČNÍ PRÁCE

Výsledky první části práce posloužily k získání poznatků o tepelných poměrech v licím systému. V tomto procesu jsou obsaženy všechny druhy sdílení tepla, které jsou tvořeny prouděním, vedením a sáláním. Celý systém sdílení tepla v tomto procesu je poměrně složitý, ale provedené výpočty kvantifikují význam jednotlivých součástí tohoto systému. Výsledky by měly posloužit k pochopení tepelných poměrů v procesu polokontinuálně odlévaných odlitků a určit místa s nejzásadnějším vlivem na tento proces.

Dosažené výsledky mohou být použity jako vodítko pro posuzování obdobných licích systémů s mnohem vyšší průmyslovou licí kapacitou. Tepelné poměry ve vlastní licí hlavě u tohoto prototypového zařízení se příliš neliší od licích hlav používaných pro průmyslovou výrobu. V této části byl proveden rozbor vlivu použitých materiálů a rozbor tepelných ztrát a výsledky se dají rozdělit na tři hlavní části a to:

- Ztráty ve vstupním licím žlabu
- Vlastní licí keramická hlava
- Krystalizační část kokily chlazená vodou

Vlastní experimentální část je již přímo cílena na odhalení vlivu jednotlivých částí licího systému, parametrů procesu lití na kvalitu odlitku a to jak z pohledu kvality povrchu odlitku, vznikajících podpovrchových segregací, segregací v průřezu odlitku, tak především na velikost dosahovaného zrna. Tato experimentální část je rozdělena na tyto základní oblasti:

- Vliv licích parametrů na velikost zrna
- Vliv použitého typu zjemňovače a jeho dávkování na velikost zrna
- Vliv chemického složení slitiny na velikost zrna
- Vliv použitých alternativních metod na zjemnění zrna

Výsledky a poznatky z řešení z první části práce nám ukázaly míru ovlivnění struktury odlitku jednotlivými licími parametry. Z pohledu velikosti licího zrna se ukázalo, že licí parametr nejvíce ovlivňující tento faktor je licí rychlosť, u které v rozsahu zkoušených parametrů se nejvíce měnila velikost zrna. Obecně se tedy dá říci, že se vzrůstající rychlosť nám tzv. hrubne zrno a přesto, že kvalita povrchu odlitku se opticky zlepšuje se vzrůstající rychlosťí, při analýze vnitřních podpovrchových segregací, dochází k jejich prohlubování a tedy k zhoršování z pohledu odměšování, obohacování (dle segregacní konstanty K). Na povrchu dochází k tvorbě tzv.

„Bergmanových“ zón, které přímo souvisejí se změnou tepelné vodivosti mezi tekutým a ztuhlým Al a při příliš nízké licí rychlosti je tento efekt vždy výraznější. Výskyt a hloubka těchto zón je též významně ovlivňována licí teplotou a materiály keramické hlavy, atď už je to vlastní keramická hlava pro transport kovu do krystalizátoru, tak vlastní grafitový kroužek, na kterém dochází vlivem odvodu tepla ke krystalizaci kovu. Testy ukázaly, že i kvalita vlastního krystalizátoru (porozita, zrnitost) může zásadně ovlivnit hloubku podpovrchových segregací. Samozřejmě, že vždy při odlévání se jedná o kombinaci parametrů a je velmi těžké rozhodnout, jakou měrou se každý z hlavních parametrů na daném faktoru podílí. Z tohoto důvody se testy prováděly vždy tak, že se měnil jen jeden sledovaný parametr a ostatní parametry zůstávaly v rámci možností konstantní.

Druhá část experimentů se zbývá hodnocením použitych zjemňovacích prostředků, tedy nukleační výkonností zjemňovačů (refinérů) a to jednak porovnáním používaných základních typů zjemňovačů a pak porovnáním zjemňovačů stejného druhu, ale dodávané různými výrobci, anebo výrobce dodává stejný produkt, ale různé kvality. Tyto testy se prováděly na testovacím zařízení TP1, které nám dovoluje testovat výkonnost zjemňovacího prostředku za konstantních zkušebních podmínek pro danou slitinu. Testy velmi jednoznačně určily typ produktu, který je z pohledu nukleační účinnosti nejlepší. Jako nejúčinnější produkt byl určen zjemňovač AlTiB 3/1. Abych určil důvody těchto rozdílných výsledků, byly produkty podrobeny chemické, metalografické analýze. Pro ověření složení fází, doprovodných solí bylo použito hodnocení na elektronovém mikroskopu a to jak na metalografických výbrusech, tak na lomech jednotlivých typů zjemňovačů, které byly před provedením lomů hluboce podchlazený v tekutém dusíku. I přesto, že si jednotliví výrobci chrání své technologie výroby je z analýz zřejmé že:

- velikost a rozložení TiB₂ (TiC) fází je jeden z nedůležitějších faktorů pro výkonnost,
- velké množství solí a aglomerátů (klastrů) částic a solí má negativní dopad na produkty nejen z hlediska kvality, ale snižuje významně i nukleační výkonnost těchto zjemňovačů,
- čistota (respektive použité vstupní suroviny) se zdá být důležitá pro účinnost zjemňovače.

Výrobci si sami provádějí hodnocení výkonnosti zjemňovačů (výrobních šarží) a na základě výsledků provádějí jejich selekci a zařazují je do kvalitativních skupin, které nabízejí pod různým obchodním názvem. Samozřejmě, že zjemňovače s nejvyšší

nukleační účinností jsou nabízeny s nejvyšší cenou. Práce ukázala i způsob ověření jakým je možno dosáhnout co nejlepšího výsledku v poměru mezi cenou a dosažením optimálního zjemnění zrna. Dále byly jednotlivé zjemňovače porovnány z hlediska chemického složení a to ne z pohledu použitého typu (poměru Ti/B, či TiC), ale z pohledu obsahu doprovodných prvků. Z dosažených výsledků je zřejmé, že zjemňovače s nejvyšší nukleační účinností jsou vyrobeny z vstupních surovin vysoké čistoty a to především obsahem prvků, které zásadně ovlivňují funkci nukleantů. Z teorie víme, že částice TiB_2 jsou potaženy povlakem $TiAl_3$ a že právě tento povlak má nejbližší příbuznost v mřížkových parametrech k Al a tedy vytvářejí základ pro krystalizaci α Al. Z doprovodných prvků, které mohou zhoršovat tento efekt je V, který díky své afinitě k Ti je součástí povlaku na TiB_2 částicích a zhoršuje mřížkovou příbuznost vrstvy k Al.

Ve třetí experimentální části byl analyzován vliv jednak chemického složení slitiny dle AA (Aluminium Asotiation) na účinnost standardního zjemňovače $AlTiB$ 3/1, který vyšel z testů jako nejúčinnější, tak vliv prvků, které zásadně ovlivňují jeho účinnost v rámci jedné testované slitiny. V této části práce byly ověřovány vlivy prvků, jako je Fe s velmi nízkým vlivem, či B, ale jejich efekt není příliš silný, respektive při dodržení některých zásad, jako je ochranné legování Ti (titanového pozadí) zvládnutelné. Z porovnání slitin dle AA je asi nejzásadnější ovlivnění zjemňovací účinnosti pro slitiny 4xxx, kde vzhledem k jedovatému účinku Si, je velmi obtížné dosáhnout jemnozrnné struktury odlitku, a proto byl v této části otestován alternativní zjemňovací prostředek na bázi Nb, který je rezistentní k vlivu Si. Jeho účinnost byla prokázána, ale jeho průmyslové využití díky své ceně nebude zřejmě v blízké budoucnosti možné. Dalším testovaným prvkem, tedy z pohledu jeho škodlivosti, byl prvek Zr, který se hodně využívá především u slitin 6xxx a 7xxx, kde se ho přidává pro jeho schopnost brzdit rekrytalizační procesy u výlisků za tepla (tvorba dispersoidů spolu s Cr a Mn) a jeho příznivý vliv na zvyšování dosahovaných mechanických vlastností. Tento prvek je asi nejvýznamnějším prvkem z pohledu negativního vlivu na výkonnost zjemňovačů, protože i přesto že jeho jedovatý vliv je nižší než třeba u Si, ale co se týče objemu produkce slitin s jeho využíváním, asi bezkonkurenčně nejvyšší. Protože v praxi je pozorován nejen vliv Zr na slitinu a velikost dosahovaného zrna v odlitku, ale i různý efekt Zr u slitin stejného chemického složení, ale různého původu Zr (předslitina, či přetavovaný recyklační materiál). V této části práce byl sledován vliv tohoto prvku na nukleační výkonnost zjemňovače a to nejen z pohledu klasifikace účinku na zjemnění,

ale i z pohledu možnosti odstranění, tedy spíše zmírnění, tohoto efektu. Z výsledků jasně vyplynula nutnost u těchto slitin dávkovat zjemňovač s výrazně vyšším dávkováním, než u slitin bez přídavku Zr. Dále byla v této části posuzována výkonnost zjemňovače v čase a efekt druhého tavení na velikost dosahovaného zrna. Výsledky ukázaly, že při normálním výrobním cyklu není nijak ovlivněna účinnost zjemňovače, tedy není zde žádný zůstatkový efekt předchozího zjemňování materiálu. Na závěr této části práce byl vytvořen model pro stanovení optimálního dávkování dle slitiny a licí rychlosti pro daný průtok kovu (počet odlitků určitého průměru).

V poslední části práce byly provedeny experimenty s alternativními metodami zjemnění zrna jako náhrada za používaný zjemňovač zrna. Tyto metody využívají efektu odlamování dendritických ramen, které fungují jako další zárodky krystalizace během intenzivního míchání taveniny, tak i na zvyšování teplotního gradientu mezi likvidem a solidem, což vede k aktivaci vyššího počtu zárodků pro krystalizaci. Provedené experimenty ukázaly, že obě alternativní metody míchání jak pomocí čerpadla, tak i pomocí ultrazvuku, dosáhly pozitivního výsledku z pohledu zjemňování zrna, ale bohužel z pohledu hloubky segregací pod povrchem a i napříč odlitkem dosáhly horších výsledků než odlévání standardním způsobem s použitím zjemňovače. I přesto, že dosažené výsledky nebyly srovnatelné se standardně odlévanými odlitky, musí se brát v potaz, že tyto metody jsou zcela nové a parametry nastavení těchto metod skýtají nepřeberné možnosti. To znamená, že hloubka ponoření, teplota vstupního kovu, licí rychlosť, použité otáčky, či frekvence u ultrazvuku, mohou významně ovlivnit dosahované výsledky. Tento výzkum nebyl součástí této práce a cílem bylo jenom ukázat další možnosti jak zjmenit licí zrno u odlitků polokontinuálně odlévaných. Jedním ze zásadních omezujících faktorů pro použití těchto metod je nutnost jejich aplikace do licí kokily a to znamená v praxi licí stoly s desítkami kokil. Navíc každá hlava čerpadla, či sonotroda u ultrazvuku, musí být před použitím velmi dobře předehřáta a zatím není možno těchto metod použít od samotného startu lití, což znamená, bud' použít nějakého zjemňovače pro start lití až do doby, než se aktivuje nějaká z metod, nebo použít velmi pozvolného nájezdu na licí parametry, ale vždy tu existuje velmi vysoké riziko výskytu prasklin za tepla. Dalším významným omezením je, že se dá těchto metod potenciálně použít jen u systémů s horkou hlavou, to znamená, že licí distribuční systém kovu je součástí hlav lití a není ho možno použít u konvenčního způsobu odlévání se systémem tryska plovák.

12. DOPORUČENÍ PRO DALŠÍ VÝZKUM

Protože tato disertační práce ukázala rozdíly mezi nukleačními výkonnostmi jednotlivých typů zjemňovačů a provedla testy i zcela nového typu zjemňovače použitého pro slitiny s vysokým obsahem Si, vyvstává zde celá řada dalších otázek, v jakých oblastech by mohlo být pokračováno v dalším vývoji a to:

- Vzhledem k znalosti vlivu nukleačních vlastností Ti na slitiny s vysokým obsahem Si, nabízí se zde možnost **otestování vzájemné kombinace zjemňovačů jak standardních na bázi AlTi(B, C), tak AlNb4B v kombinaci s legováním Ti**, aby byl eliminován jedovatý účinek Si a mělo by teoreticky dojít k zvýšení nukleačního účinku zjemňovačů.
- **Prověřit vliv ochranného legování Ti a sekvenci legování Zr**, protože byl v disertační práci prokázán negativní vliv Zirkonia na nukleační výkonnost zjemňovačů jak na bázi AlTiC, tak na bázi AlTiB a v praxi se tento efekt velmi významně podílí na výskytu centrálních prasklin u odlitků. Toto je oblast, která velmi zásadně ovlivňuje jak ekonomii výroby, tak i kvalitu odlitků (hrubozrnná struktura, či zvýšená porozita).

13. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] W. ROTH, Deutsches Reichs patent No. 974203, Day of registration 8/9/1936.
- [2] W. S. PETERSON, in Hall-Heroult Centennial First Century of Aluminium Process Technology, 1886-1986, The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, P.A., 1986, p. 154
- [3] W. T. ENNOR, US patent 2301027, Nov. 3, 1942.
- [4] E. F. EMLEY, International Metals Reviews, June 1976, p. 75.
- [5] G. E. MORITZ, US Patent No. 2983972, 1961
- [6] W. J. BERGMAN, Met. Trans. Vol. 1, 1970, p. 3361.
- [7] R. MITAMURA and T. ITO, Light Metals 1978, The Metallurgical Society of AIME,
- [8] Showa Aluminium, Australian patent 30186/77, 1977
- [9] Showa Aluminium, Australian patent 46379/85, 1985.
- [10] Showa Aluminium, US patent 4157728, 1979.
- [11] Showa Aluminium, US patent 4688624, 1987.
- [12] Showa Aluminium, US patent 4653571, 1987.
- [13] Light metals 2004. stánka 878
- [14] Fagérlie, US patent 8413711, 2007.
- [15] Anesbug, US patent 20060219378, 2003.
- [16] Z. N. GETSELEV, et al., US patent 34467166, 1969.
- [17] M. YOSHIDA, Technical Reports of Sumitomo Light Metals Industries Ltd., Vol. 28, No. 3, p. 30. 1987
- [18] T. R. PRITCHETT, Light Metal Age, Oct. 1981, p. 12.
- [19] D. G. GOODRICH, J. Metals, May 1982, p. 45.
- [20] Y. KRAHENBUHL, et al., Light Metals 1990, C. M. Bickert, ed., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, P. A., 1990, p. 893.
- [21] J. C. WEBER, et al., Light Metals 1988, L. G. Boxall, ed., The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, P. A., 1987, p. 503.
- [22] SAUTEBIN and W. HALLER, Light Metals 1985, H.O. Bonner, ed., The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, P. A., 1984, p. 1301.
- [23] J. W. EVANS, et al., ISIA J. Int., Vol. 29, No. 12, 1989, p. 1048.
- [24] D. COOK and J. W. EVANS, Light Metals 1991, E. L. Rooy, ed., The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, P. A., 1991, p. 915.
- [25] KÁCOVSKÝ, P. (2016). Experimenty podporující výuku termodynamiky na

- středoškolské úrovni. (Disertační práce.) Matematicko-fyzikální fakulta UK, Praha.
- [26] J. SENGUPTA , B. G. THOMAS, and M. A. WELLS Understanding the Role Water-cooling Plays during Continuous Casting of Steel and Aluminum Alloys
- [27] E. CARON, A. BASERINIA, R. O. PELAYO, D. C. WECKMAN, M. A. WELLS Primary cooling heat transfer during the direct-chill casting of aluminium alloy AA6111,
- [28] A. CIBULA, “ Discussion of "The Mechanisms of Grain Refinement in Dilute Aluminum Alloys,” Metallurgical Transactions, vol. 3, March pp. 751–753, 1972.
- [29] S. RIAZ, H. M. FLOWER & D. R. F. WEST, “ Phase relationships involving TiC and Ti₃AlC (P phase) in Ti-Al-C system,” Materials Science and Technology, ISSN 0267-0863 vol. 16 , pp. 984–992, September 2000.
- [30] J. BERNARDIN and I. MUDAWAR, “Experimental and statistical investigation of changes in surface roughness associated with spray quenching,” International Journal of Heat & Mass Transfer, vol. 39(10), pp. 2023–2037, 1996.
- [31] R. CHEN, L. CHOW, and J. NAVEDO, “Optimal spray characteristics in water spray cooling,” International Journal of Heat & Mass Transfer, vol. 47, pp. 5095–5099, 2004.
- [32] K. EHRKE and W. SCHNEIDER, Continuous casting. WILEY-VCH, 2000.
- [33] J. BERNARDIN and I. MUDAWAR, “The leidenfrost point: Experimental study and assessment of existing models,” ASME Journal of Heat Transfer, vol. 121, pp. 894–903, 1999.
- [34] K. BAUMEISTER and F. SIMON, “Leidenfrost temperature: its correlation for liquid metal, cryogens, hydrocarbons and water,” ASME Journal of Heat Transfer, vol. 95(2), pp. 166–173, 1973.
- [35] F. M. WHITE, Heat and Mass Transfer, A-W Publishing Company, 1991).
- [36] P. BERENSON, “Film boiling heat transfer from a horizontal surface,” ASME Journal of Heat Transfer, vol. 83, pp. 351–358, 1961.
- [37] R. HENRY, “A correlation for the minimum film boiling temperature,” Chemical Engineering Program, vol. 70(138), pp. 81–90, 1974.
- [38] Materiály Ústavu procesní a zpracovatelské techniky FS ČVUT v Praze.
- [39] W. KURZ, D. J. FISHER, „Fundamental of solidification „, TRANS TECH PUBLICATIONS 1992 SWITZERLAND - GERMANY - UK – USA- 1984, ISBN 0-87849-522-3
- [40] J. SENKUPTA et al., "The Effects of Water Ejection and Water Incursion on the
-

- Evolution of Thermal Field during Start-up Phase of the D. C. Casting Process", Journal of Light Metals, 2(3), 137-148, 2002.
- [41] J. SENKUPTA et al., "On the development of a 3-D transient thermal model to predict ingot cooling behaviour during the start-up phase of Direct Chill casting process for an AA5182 aluminum alloy ingot", Metallurgical & Materials Transactions B, 35B, 523-540, 2004.
- [42] J. BIRAT et al., "The Continuous Casting Mold: A Basic Tool for Surface Quality and Strand Productivity", Mold Operation for Quality and Productivity (Edited by A. W. Cramb and E. Szekeres), ISS, Warrendale, USA, 3-14, 1991.
- [43] H. M. TANSI and G. E. TOTTEN, "Water Spray and Water Film Cooling", in Proceedings of the 3rd International Conference on Quenching and Control of Distortion, 1999, Prague, Czech Republic.
- [44] J. F. GRANDIELD, P. T. McGlade. DC casting of aluminium: Process behaviour and technology Materials Forum. 1996;20:29-51
- [45] C.MÉNDEZ, C. C. SANCHEZ, G. PLASCENCIA, M.A. RUBIO, D.JARAMILLO Thermal assessment of the casting operation at IMASA shop. In: Johnson JA, editor. Light Metals, 2010. TMS; 2010. pp. 715-719
- [46] J. SZEKELY, N. J. THEMELIS. Rate Phenomena in Process Metallurgy. 1st ed. USA: John Wiley; 1971. pp. 150-170
- [47] H. HAKONSEN, O. E. MYHR. Dimensionless diagrams for the temperature distribution in direct-chill continuous casting. Cast Metals. 1995;8:147-157
- [48] C. MÉNDEZ, M. RIOS, M. A. BARRÓN, A. A. TORRES, G.PIASCENCIA, G.JARAMILLO. Efect of the cooling rate on the microstructure of Aluminium bars continuously casted. In: Bilodeau M, Galliene D, editors. Light Metals 2010. Vancouver, B. C. Canada: The Metallurgical Society of CIM; 2010. pp. 33-4
- [49] D. C.WECKMAN, P.NISSEN A numerical simulation of the D. C. continuous casting proces including nucleate boiling heat transfer. Metallurgical and Materials Transactions B. 1982;13(B):593-602
- [50] Y. H. KN LIE, M.T.CHEN, A.TSAI. Control system analysis pf a direct-chill cast process of Aluminium ingots by an inverse method. International Journal of Applied Science and Engineering. 2014;12:257-274
- [51] J. M. DREZET, M. RAPPAZ, G. U. GRUN, M.GREMAUD. Determination of Thermophysical properties and boundary conditions of direct -chill cast Aluminium alloys using inverse methods. Metallurgical and Materials Transactions A.

2000;31(A):1627-1634

- [52] P. THÉVOZ, J. L. DESBIOLLES, M. RAPPAZ. Modeling of Equiaxed microstructure formation in casting. Metallurgical Transactions A. 1989;20(A):311-322
- [53] J. M. DREZET, M.RAPPAZ. Modelling of ingot distortions during direct chill casting of Aluminium alloys. Metallurgical Transactions A. 1996;27(A):3214-3225
- [54] J. SZEKELY, J. W. EVANS, J. K. BRIMACOBRE. The Mathematical and Physical Modeling of Primary Metals Processing Operations. 1st ed. USA: Wiley; 1988. xx p
- [55] A.PRASAD, I. BAINBRIDGE. Experimental determination of heat transfer across the metal/gap in a direct chill (DC) casting mold - part I. Metallurgical and Materials Transactions A. 2013;44(A):456-468
- [56] A. PRASAD, I. BAINBRIDGE. Experimental determination of heat transfer across the metal/mold gap in a direct chill (DC) casting mold - part II: Efect of casting metal, and other casting parameters. Metallurgical and Materials Transactions A. 2013;44(A):3099-3113
- [57] J. GRANDIELD, A. HOADLAY, S. INSTONE. Water cooling in direct chill casting: Part I, boiling theory and control. In: Grandield JF, Eskin DG, editors. Essential Readings in Light Metals. 1st ed. USA: TMS; 2016. pp. 681-688
- [58] J. F. McGLADE and P. T. GRANFIELD, "DC Casting of Aluminum: Process Behaviour and Technology", 1996, Materials Forum, Vol. 20, pp. 29-51.
- [59] H. HAO, D. M. MAIER, M. A. WELLS, S. L. COCKCROFT, and D. SEDIAKO, "Development and Validation of a Thermal Model of the Direct Chill Casting of AZ31 Magnesium Billets," Metallurgical and Materials Transactions, December 2004, Vol. 35A, pp. 3843-3854.
- [60] D. G. ESKIN, "Solidification patterns and structure formation during Direct Chill Casting", Physical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminum Alloys, Taylor & Francis Group, Ed.: CRC Press, New York, 2008.
- [61] A. LAROCHE and C. BROCHU, "Solidification Conditions in Aluminum DC Sheet Ingot: Understanding and Control," in 31th Annual Conference of Metallurgists on Light Metals (CIM), Montreal, Quebec, 1996, pp. 597-604.
- [62] I. L. OPSTELTEN and J. M. RADENBERG, "Determination of the Thermal Boundary Conditions During Aluminum DC Casting from Experimental Data Using Inverse Modeling", Light Metals, 1999, pp. 729 - 735.

- [63] A. LAROUCHE, Y. CARON and D. KOKAFE, "Impact of Water Heat Extraction and Casting Conditions on Ingot Thermal Response", Light Metals, 1998, pp. 1059-1064.
- [64] J. F. GRANDFIELD, K. GOODALL, P. MISIC, and X. ZHANG, "Water Cooling in Direct Chill Casting: Part 2, Effect on Billet Heat Flow and Solidification", Technical Session on Light Metals, at the 126th TMS Annual Meeting, Orlando, Fl, 1997, The Minerals Metals and Materials Society. Warrendale, Pennsylvania, pp. 1081-1089.
- [65] J. LANGLAIS, T. BOURGEOIS, Y. CARON, G. BELAND, and D. BERNARD, "Measuring the Heat Extraction Capacity of DC Casting Cooling Water," Light Metals, The Metallurgical Society of the AIME, Warrendale, PA, 1995, pp. 979-986.
- [66] V. A. LIVANOW, R. M. GABIBULLING and V. S. SHEPILOV, "Continuous casting of aluminum alloys", Metallurgiya. 1977.
- [67] C. GRANDFIELD and C. F. DEVADAS, "Experiences with Modelling DC Casting of Aluminum", Light Metals, pp. 883-892.
- [68] D. C. PRASSO, J. W. EVANS, and I. J. WILSON, "Heat transport and solidification in the electromagnetic casting of aluminum alloys: Part I. Experimental measurements on a pililot-scale caster", Metallurgical and Materials Transactions, 1995, Vol. 26B, No. B, pp. 1243-1251.
- [69] M. REESE, "Characterization of the Flow in the Molten Metal Sump during Direct Chill Aluminum Casting," Metallurgical and Materials Transactions, June 1997, Vol. 28B, pp. 491-499.
- [70] E. D. TARAPORE, , "Thermal Modelling of DC Continuous Billet Casting", Light Metals, 1989, pp. 875-888.
- [71] Š. MICHNA, et al. Encyklopédie hliníku. 1. Prešov : Adin, s.r.o., 2005. 700 s. ISBN 80-89041-88-4.
- [72] Firemní podklady Constellium.
- [73] K. LAUE, H. STEGNER,: Extrusion, ASM, Metals Park, Ohio 44073, 1981
- [74] Aluminium Taschenbuch, Aluminium-Verlag, Düsseldorf, 1988, s. 266
- [75] THEDJA,W. W, MULLER, K.: Aluminium 79 (2003) 11, s. 972
- [76] J. J. JONAS, C. M. SELLARS, and W. J. McG. TEGART: Met. Rev., 1969, vol. 14, pp. 1-24.
- [77] R. NADELLA,; D. G. ESKIN,; Du, Q.; Katgerman, L. Macrosegregation in direct-
-

- chill casting of aluminium alloys. *Prog. Mater. Sci.* 2008, 53, 421–480. [CrossRef]
- [78] J. A. PRASAD, I. F. TAYLOR. Bainbridge. The measurement of heat low within a DC casting mould. In: Grandfield JF, Eskin DG, editors. Essential Readings in Light Metals V2.
- [79] K. KUWANA, S. VISWANATHAN, J. A. Clark, A. SABAU, M. I. HASSAN, K. SAITO, S. DAS. Calculation of heat transfer coeicients at the ingot surface during DC casting. In: Kvande H, editor. *Light Metals 2005*. USA: TMS; 2005. pp. 989-993
- [80] C. A. SANTOS, J. M. V. QUARESMA, A. GARCIA. Determination of transient interfacial heat transfer coeicients in chill mold castings. *Journal of Alloys and Compounds*. 2001;319:174-186
- [81] J. O. AWEDA, M. B. ADEYEMI. Experimental determination of heat transfer coeicients during squeeze casting of aluminium. *Journal of Materials Processing Technology*. 2009;209:1477-1483
- [82] J. A. BAKKEN, T. BERGSTROM. Heat transfer measurements during DC casting of aluminium. Part I: Measurement technique. In: Grandfield JF, Eskin DG, editors. Essential Readings in Light Metals V2. 1st ed. USA: TMS; 2016. pp. 646-652
- [83] E. K. JENSEN, S. JOHANSEN, BERGSTROM I, J. A. BAKKEN. Heat transfer measurements during DC casting of aluminium. Part II: Results and veriication for extrusion ingots. In: Grandfield JF, Eskin DG, editors. Essential Readings in Light Metals V2. 1st ed. USA: TMS; 2016. pp. 653-658
- [84] C. A. SLEICHER, M. W. ROUSE. A convenient correlation for heat transfer to constant and variable property luids in turbulent pipe low. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 1975;18:677-683
- [85] B. CHALMERS, *Principles of Solidification*, John Wiley and Sons, 1964.
- [86] W. KURZ, D. J. FISHEER, *Fundamentals of Solidification*, Trans Tech Publications, 1998
- [87] M. C FLEMINGS,(a) “Solidification Processing”, *Metall Trans*, Vol. 5 , October 1974, PP.2121-2134
- [88] J. D. HUNT, *Journal of Materials Science and Engineering*, Vol. 65, 1984, PP. 75-83
- [89] J R. MORANDO, H. BILONI, G. S. COLE, G. F. BOLLING, „The Development of Macrostructure in Ingots of Increasing Size“ *Met Trans A*, Vol.1A, May 1970, PP. 1407-1412

- [90] I. G. BRODOVA, P. S. POPEL and G. I. ESKIN Liquid Metal Processing: Applications to Aluminum Alloy Production edited by J. N. Fridlyander, All-Russian Institute of Aviation Materials, Moscow, Russia and D. G. Eskin, Netherlands Institute for Metals Research, Delft, The Netherlands
- [91] L. A. TARSHIS, J. L. WALKER and J. W. RUTTER, „Experiments on the Solidification Structure of Alloy“ CastingsMetall TransA, Vol.2A, September1971, PP. 2589-2597.
- [92] M. C. FLEMINGS ,(b) Solidification processing, McGraw Hill, New York, 1974
- [93] J. A. SPITTLE, Materials Numerical modelling of permeability variation with composition in aluminium alloy systems and its relationship to hot tearing susceptibility, Science and Technology, 21, 2005, PP. 546-550
- [94] M. LALPOOR, Study of Cold Cracking during DC-casting of High Strength Aluminum Alloys, PhD Thesis
- [95] P. ZHU and R. W. SMITH, Acta Metal Mater, 1992, Vol. 40, PP. 683-692
- [96] J. A. SPITTLE and S. G. R. BROWN, J. Numerical modelling of permeability variation with composition in aluminium alloy systems and its relationship to hot tearing susceptibility, Mater Sci, 1989, Vol. 23, PP. 1771-1781
- [97] S. WITZKE, J. P. RIQUET and F. Durand, Acta Metallurgica, Vol. 29, 1981, PP.365-374
- [98] C. Y. WANG and C. BECKERMANN, „Prediction of Columnar to Equiaxed Transition“ during Diffusion-Controlled Dendritic Alloy Solidification Metall Mater Trans A, Vol.25A, 1994, PP. 1081-1093
- [99] S. C. FLOOD and J. D. HUNT, Journal of Crystal Growth, Vol. 82, issue 3, 1987, PP. 552-560
- [100] M. A. MARTORANO, C. BECKERMANN and Ch-A.GANDIN, A Solutal Interaction Mechanism for the Columnarto-Equiaxed Transition in Alloy Solidification Metallurgical and Materials Transaction A, Vol. 34, 2003, PP. 1657-1674
- [101] R. B. MAHAPATRA and F. WEINBERG, The Columnar to Equiaxed Transition in Tin-Lead Alloys Meat Trans B, Vol.18B, June 1987, P. 425
- [102] A. SPITTLE and M. R. TADAYON, Cast Met, 1994, Vol. 7, 123-126.
- [103] J. LIPTON, M. E. GLICKSMANN, W. KURZ, Dendritic Growth into Undercooled Alloy Melts Mater Sci and Eng., Vol. 65, 1984, PP. 57-63
- [104] Ch.- A. GANDIN, ISIJ International, Vol. 40, no. 10, 2000, PP. 971- 979
- [105] J. C. MÉNDEZ, R. R. AMBRIZ, D. JARAMILLO and G. PLASCENCIA, Depicting Aluminium DC Casting by Means of Dimensionless Numbers

- [106] M. RAPPAZ and Ch.- A. GANDIN, Acta Metall Mater., Vol. 41, 1993, PP. 345-35
 - [107] J. A. SPITTLE, Int. Mater Rev., Vol. 51, 2006, No. 4, PP. 247-269
 - [108] L. NASTEC, Numerical modeling of solidification morphologies and segregation patterns in cast dendritic alloys, Acta Mater, Vol. 47, No. 17, 1999, PP. 4253-4262
 - [109] J. A. SPITTLE and S. B. SADLI (a), Mater Sci Technol, Vol. 11, 1995, PP. 533-537
 - [110] J. A. SPITTLE and S. B. SADLI (b), Mater Sci Technol, Vol. 14, 1995, PP. 394-404.
 - [111] W. C. WINEGARD, B. CHALMERS, Metallurgical Transaction, AIME, Vol. 46, 1954, PP. 1214-1223
 - [112] R. D. DOHERTY, P. D. COOPER, M. H. BRADBURY and F. J. HONEY, "On the Columnar to Equiaxed Transition in Small Ingots" Metall TransA, Vol. 8A, March 1977, PP. 379-402.
 - [113] M. GAUMANN, R. TRIVEDI, W. KURZ, "Nucleation ahead of the advancing interface in directional solidification", Mater Sci Eng A, Vol. 226-228, 1997, PP. 763-769.
 - [114] H. BILONI and B. CHALMERS, Journal of Mater Sci, Vol. 3, 1968, PP. 139-149.
 - [115] H. FREDRIKSSON and A. OLSSON, Mater Sci Technol, Vol. 2, 1986, PP. 508-516.
 - [116] M. H. BURDEN and J. D. HUNT, „A Mechanism for the Columnar to Equiaxed Transition in Castings or Ingots“ Metallurgical Transaction A, Vol. 6A, January 1975, PP. 240-241.
 - [117] R. B. MAHPARATA and F. WEINBERG, „The Columnar to Equiaxed Transition in Tin-Lead Alloys“, Metal Trans B, Vol. 18B, June 1987, P. 425-432
 - [118] B. CHALMERS, J. AUST. Inst of Metals, 1963, Vol. 8, P. 255-260
 - [119] A. OHNO, Solidification: the separation theory and its practical applications, translated by J. Wakabayashi, Springer-Verlag, Berlin, 1987, PP. 17-82
 - [120] K. A. JACKSON, J. D. HUNT, D. UHLMANN, T. SEWARD, Metallurgical Transaction, AIME, Vol. 236, No. 2, 1966, PP. 149-158.
 - [121] K. MURAKAMI, T. OKAMOTO, Metal Science, Vol. 18, 1984, P. 103-111.
 - [122] A. HELLA WELL, Proc of 4th international conference on semisolid processing of alloys and composites, D. H. Kirkwood and P. Kaprinos (Eds.), Sheffield, UK, 1996, PP. 60-65
 - [123] J. HUTT and D. St JOHN, „The origins of the equiaxed zone - Review of theoretical and experimental work“ Int. J. Cast Metals Res, Vol. 11, 1998, PP. 13-22
 - [124] W. A. TILLER, K. S. JACKSON, J. RUTTER, B. CHALMERS, Acta Mater, 1953, Vol. 1, P. 428-437
 - [125] R. T. SOUTHIN, Metallurgical Transaction, AIME, Vol. 239, 1967, PP. 220-225.
-

- [126] R. C. ROPP, Luminescence and the Solid State, Elsevier Science, 2004, second edition, P. 164, 762Pages
 - [127] J. H. HOLLOMON and D. TURNBULL, „nucleation”, Prog. Met. Phys, Vol. 4, 1953, P. 333-388.
 - [128] D. TURBULL, J. chem. Phys., Vol. 20, 1952, P. 411
 - [129] A. I. GREER, A. M. BUNN, A. TRONCHE, P. V. EVANS and D. J. BRISTOW, „MODELLING OF INOCULATION OF METALLIC MELTS: APPLICATION TO GRAIN REFINEMENT OF ALUMINIUM BY Al-Ti-B“ Acta Mater, Vol. 48, February 2000, PP. 2823-2835
 - [130] M. QIAN, „ Heterogeneous nucleation on potent spherical substrates during solidification „, Acta Mater, Vol. 55, 2007, PP. 943-953
 - [131] B. CANTOR, „Heterogeneous nucleation and adsorption“ Phil Tran Roy Soc Lon A, Vol. 361, January 2003, PP. 409-417
 - [132] W. T. KIM, B. CANTOR, Acta Metallurgica et Materilia, Vol. 40, 1992, PP. 3339-3347
 - [133] W. T. KIM, B. CANTOR (a),“ Solidification of Sn droplets embedded in an Al matrix. J. Mater. Sci. 26, 1991, PP. 2868–2878.
 - [134] W. T. KIM, B. CANTOR (b), „An adsorption model of the heterogeneous nucleation of solidification“ Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 42, 1994, PP. 3115-3127
 - [135] I. MAXWELL and A. HELLA WELL, „The Constitution of the System Al-Ti-B With Reference to Aluminum-Base Alloys“ Acta Mater, Vol. 3, June1972, PP. 1487-1493.
 - [136] M. KUNI, A. K. SHCHEKIN, A. I. RUSANOV, B. WIDOM, „Role of surface forces in heterogeneous nucleation on wettable nuclei“ Advanced Colloid and Interface Science, Vol. 65, 1996, PP. 71-124
 - [137] A. W. ADAMSON and A. P. GAST, Physical Chemistry of Surfaces (6th ed.), John Wiley and Sons, New York, 1997
 - [138] CHI-CHUAN HWANG, YEAU-REN JENG, YU-LIN HSU and JEE-GONG CHANG, Journal of Physical Society of Japan, Vol. 70, 2001, PP. 2626-2632
 - [139] B. CHALMERS, Principles of Solidification, John Wiley and Sons,1964.
 - [140] P. SCHUMACHER, A. L. GREER, J. WORTH, P. V. EVANS, M. A. KEARNS, P. FISHER and A. H. GREER, „New studies of nucleation mechanisms in aluminium alloys: implications for grain refinement practice“ Mater Sci Technol., Vol. 14, 1998, PP. 394-404
 - [141] L. COUDURIER, N. EUSTATHOPOULOS, P. DESRE and A. PASSRONE, Acta Metall, Vol. 26, 1978, PP. 465-475.
-

- [142] T. E. GREER and A. L. GREER, Acta mater, Vol. 53, 2005, PP. 2683-2692
 - [143] N. H. FLETCHERS, J Chemistry Physics, Vol. 29, 1958, PP. 572-576
 - [144] V. Y. SMORODIN and P. K. HOPKE, „Relationship of heterogeneous nucleation and condensational growth on aerosol nanoparticles“, Vol. 82, 2006, PP. 591-604
 - [145] V. Y. SMORODIN, Heterogeneous ice nucleation on reports of the USSR academy of sciences, Ser. Phys. Atoms. Ocean, Vol. 26, 1990, PP. 820-830
 - [146] D. TURNBULL, Acta Metal, 1953, Vol. 1, PP. 8-14
 - [147] A. L. GREER, Phil. Trans. Math. Phys and Eng Sci., Vol. 361, 2003, PP. 479-495
 - [148] A. L. GREER and T. E. QUESTED, „Heterogeneous grain initiation in solidification“ Philosophical Magazine Letter, Vol. 86, August 2006, PP. 3665-3680
 - [149] T. E. QUsted, A. L. GREER, P. S. COOPER, „Grain refinement of aluminium alloys by inoculation“ Mater Sci Forum, Vol. 53, 2002, PP. 396-402
 - [150] A. L. GREER, P. S. COOPER, M. W. MEREDITH, W. SCHNEIDER, P. SCHUMACHER, J. A. SPITTLE and A. TRONCHE, Adv. Eng. Mater, Vol. 5, No. 1-2, 2003, PP. 81-91,
 - [151] D. G. McCARTNEY, „Grain refining of aluminium and its al'loys using inoculants“ Int Mater Rev, Vol. 34, 1989, PP. 247-260
 - [152] B. S. MURTY, S. A. KORI and M. CHAKRABORTY, „ Grain refinement of aluminium and its alloys by heterogeneous nucleation and alloyingInt. Mater. Rev., 47, 2002, 3-29
 - [153] G. P. JONES and J. PEARSON, „Factors Affecting the Grain-Refinement of Aluminum Using Titanium and Boron Additives“ Mater Metal Trans B, Vol.7B, June 1976, PP. 223-234.
 - [154] B. S. MURTY, S. A. KORI, K. VENKATESHWRALU, R. R. Bhat and M. Chakraborty, J. Mater Process Technol, Vol. 89-90, 1999, PP. 152-158
 - [155] A. ARJUNA, B. S. MURTHY and M. CHAKRABORTY, “Influence of chromium and impurities on the grain- refining behaviour of aluminium” Metal Mater Trans A, Vol.27A, March 1996, PP.791-800
 - [156] L. ARNBERG, L. BACKERUD and H. KLANG, In Proc. Conference on Solidification Technology in Foundry and Casthouse, The Metal Society, London, 1983, PP.74-78.
 - [157] B. S. MURTY, S. A. KORI and M. CHAKRABORTY, Int. Mater. Rev., 47, 2002, 3-29
 - [158] M. EASTON and D. StJOHN, Metall Mater Trans A, Vol.30A, 1999, PP. 1613-1622
 - [159] A. CIBULA, J. Inst Metals, 1951-1952, Vol. 80, PP. 1-16
 - [160] G. P. JONES and J. PEARSON, Mater Metal Trans B, Vol.7B, 1976, PP. 223-234.
-

- [161] A. BANERJI, W. REIF, Q. FENG, J Mater Sci, Vol. 29, 1994, PP. 1958-1965
 - [162] I. MAXWELL and A. HELLAWELL, Acta Mater, Vol. 23, 1975, PP. 229-237.
 - [163] J. A. MARCANTONIO and L. F. MONDOLFO, „Grain Refinement in Aluminum Alloyed with Titanium and Boron“ Metall Trans, Vol. 2, February 1970, PP. 465-466
 - [164] P. S. MOHANTY and J. E. GRUZLESKI, „ Mechanism of grain refinement in aluminium“ Acta Metall, Vol. 43, January 1995, PP. 2001-2012
 - [165] L. F. MONDOLFO, Proceedings of grain refinement in castings and welds, G. J. Abbaschian (Ed.), Warrendale, PA, TMS, 1983, PP. 3-50
 - [166] I. G. DAVIS, J. M. DENNIS and A. HELLAWELL, Metall Trans, Vol. 1, 1970, PP. 275-280
 - [167] G. K. SIGWORTH, „The Grain Refining of Aluminum and Phase Relationships in the Al-Ti-B Systém“ Metal Trans A, Vol.15A, February 1984, PP. 277-282
 - [168] G. K. SIGWORTH, Metal Trans A, Vol. 22A, 1986, PP. 349-351
 - [169] M. JOHNSON, and L. BECKURD, Z. Metallk, Vol. 87, 1996, PP. 216-220.
 - [170] L. BACKERUD, P. GUSTAVSON and M. JOHNSSON, Aluminium, 1991, Vol. 67, PP. 910-915
 - [171] M. VADER and J. NOORDEGRAFF: Light Metals, (Ed.) C. M. Bickert, TMS, Warrendale, PA, 1990, PP. 851-857
 - [172] M. JOHNSSON, L. BACKERUD and G. K. SIGHWORTH, „ Study of the Mechanism of Grain Refinement of Aluminum after Additions of Ti- and B-Containing Master Alloys“ Metall Trans A, Vol.24A, February 1993, PP. 481-491.
 - [173] G. P. JONES, Conf. on Solidification Processing, J Beech and H Jones (Eds.), The Institute of Metals, London, 1987, PP. 496-499.
 - [174] G. K. SIGWORTH, Scripta Mater, Vol. 34, 1996, PP. 912-922
 - [175] P. S. MOHANTY, F. H. SAMUEL and J. E. GRUZLESKI, „Studies on Addition of Inclusions to Molten Aluminum Using a Novel Technique“ Met Trans B, Vol.26b, February 1995, PP. 103-110
 - [176] A. L. GREER, „Crystallization of Amorphous Alloys“ Meta Mater Trans A, Vol.27A, March 1996, PP. 549-555
 - [177] P. SCHUMACHER and A. L. GREER, Mater Sci Eng A, Vol.A178, 1994, PP309-313
 - [178] P. SCHUMACHER and A. L. GREER, Mater Sci Eng A, Vol.A181-182, 1994, PP. 1335-1339
 - [179] P. SCHUMACHER and A. L. GREER, Light Metals, 1995, J. Evan (Ed.), TMS, Warrendale, PA, PP. 869-877
 - [180] M. JOHNSSON, Thermochemica Acta, Vol. 256, 1995, PP. 107-121.
-

- [181] A. L. GREER, Phil. Trans. Math. Phys and Eng Sci., Vol. 361, 2003, PP. 479-495
 - [182] D. QIU, J. A. TAYLOR, M-X. ZHANG, P. M. KELLY, Acta Mater, Volume 55, 2007, PP. 1447-1456
 - [183] D. L. ZHANG and B. CANTOR, Acta Metall Mater, Vol. 40, 1992, PP. 2951-2960
 - [184] M. E. GLICKSMANN and W. J. CHILDS, Acta Metall, Vol. 10, 1962, PP. 925-933
 - [185] D. A. PORTER and K. E. EASTERLING, Phase transformation in metals and alloys, Chapman & Hall, 1992, London, PP. 192-197
 - [186] B. CANTOR, K. A. Q. O'REILLY, "The nucleation of solidification in liquid droplets embedded in a solid matrix" Curr. Opin. Solid State Mater Sci, Vol. 2, 1997, PP. 318-323
 - [187] W. KHALIFA, F. H. SAMUEL, J.E. GRUZLESKI, H. W. DOTY and S. VALTIERRA, „Nucleation of Fe-Intermetallic Phases in the Al-Si-Fe Alloys „, Metall Mater Trans A, Vol.36A, April 2005, PP. 1017-1032
 - [188] L. F. MONDOLFO: Proc. "Grain refinement in castings and welds", G. J. Abbaschian and S. A. David (Eds.); 1993, Warrendale, PA, TMS
 - [189] A. A. RAO, B. S. MURTY and M. CHAKRABORTY: Metall. Mater. Trans A, 1995, Vol. 27A, PP. 791-800
 - [190] A. ARJUNA RAO, B. S. MURTY and M. CHAKRABORTY, „Role of zirconium and impurities in grain refinement of aluminium INith Al-Ti-B „, Mater Sci Technol., Vol. 13, September 1997, PP. 769-77
 - [191] A. A. A. HAMID, Z. Metallkd, Vol. 80, 1989, PP. 566-569.
 - [192] A. CIBULA 1949 J. Inst. Met. 76 321
 - [193] RAPPAZ, M. et al., Metall. Mater. Trans. A, 2016, 30, 449–455
 - [194] LALPOOR, M. et al., Mater. Sci. Eng. A, 2011, 528, 2831–2842
 - [195] P. SCHUMACHER, A. L. GREER, J. WORTH, P. V. EVANS, M. A. KEARN, P. FISHER, and A. H. GREEN: Mater. Sci. Technol., 1998, vol. 14, pp. 394–404.
 - [196] A. BANERJI, and W. REIF, (1986) Development of Al-Ti-C Grain Refiners Containing TiC. Metallurgical Transactions A, 17, 2127-2137.
 - [197] L. BOLZONI, M. NOWAK, , N. HARI BABU, 2015a. Assessment of the influence of Al–2Nb–2B master alloy on the grain refinement and properties of LM6 (A413)alloy. Mater. Sci. Eng., A 628, 230–237.
 - [198] L. BOLZONI, M. NOWAK , N. HARI BABU, 2015b. Grain refinement of Al–Si alloys by Nb–Binoculation. Part II: Application to commercial alloys. Mater. Des. 66, 376–383.
 - [199] L. BOLZONI, M. NOWAK, N. HARI BABU, 2015c. Grain refining potency of Nb–
-

- B inoculation on Al–12Si–0.6Fe–0.5Mn alloy. *J. Alloys Compd.* 623, 79–82.
- [200] H. - T. LI, J. B. PATEL and Z. FAN -Solidification Mechanisms of Melt Conditioned Direct-chill (MC-DC) Casting, International Conference on Solidification Processing, Old Windsor, July 2017
- [201] G. I. ESKIN, et al., Ultrasonic Treatment of Light Alloy Melts. CRC Press, Boca Raton (2014).
- [202] GONG, Y.-Y. et al., *Mater. Sci. Eng. A*, 2008, 497, 147–152.
- [203] LIANG, D. et al., *Mater. Lett.*, 2014, 130, 48–50.
- [204] J. A. YURKO, R. A. MARTINEZ, M. C. FLEMINGS, Proc of 8th international conference on semisolid processing of alloy and composites, D.Apelian & A. Alexandrou (Eds.), Limassol, Cyprus, 2004, PP. 296-307.
- [205] Aluminum association, 1990], Standard test procedure for Al alloy grain refiner(TP-1), The Aluminium Association, Washington DC, USA, 1990
- [206] D. A. GRANGER, International seminar on refining and alloying of liquid Al and ferro-alloys, T. A. Engh et al.(Eds.), Trondheim, Norway, 1985, PP. 231-245.
- [207] S. NANDA, B. P. MANDAL, V. K. W. KUKARNI and N. R. RAO, Souvenir preprint of 41st Indian foundry con-gress, 1993, PP. 24-28
- [208] M. BUTU, C. D. URBAN, C. STANICA , M. CUHUTENCU, Assesment of AlTiB and AlTiC Grain refiners performance using the ALCOA TEST U. P. B. Sci. Bull., Series B, Vol. 69, No. 1, 2007
- [209] L. BOLZONIA, Nadendla Hari BabubaWaikato, Engineering the heterogeneous nuclei in Al-Si alloys for solidification contro, *Applied Materials Today* 5 (2016) 255–259
- [210] M. BAJCURA, Š. MICHNA, I. LUKÁČ, Nové poznatky o strukture tvárené slitiny AlSi12CuMgNi (AA 4032), Arcchives of foundry ,Year 2006, Volume 6, No 18 (1/2), PAN – Katowice PL ISSN 1642-5308 2007
- [211] Z. FAN, PCT, Apparatus and method for liquid metals treatment, Patent WO 2012/035357 A1
- [212] G. SALLOUM-ABOUT-JAOUDEL, D. G. ESKIN, C. BARBATTI, P. M. JARRY, M. JARRETT, Effect of ultrasonic melt tre-atment on grain refinement of direct chill cast AA6082 aluminium alloy, International Conference on Solidification Processing, Old Windsor, July 2017
- [213] D. G. ESKIN, Q. DU, L.KATGERMAN. *Scr Mater* 2006;55:715–18.
- [214] H.- T. LI, J. B. PATEL and Z. FAN -Solidification Mechanisms of Melt Conditioned Direct-chill (MC-DC) Casting, International Conference on Solidification Processing, Old Windsor, July 2017

- [215] P. QUESTED, R. MORRELL, A. Dinsdale and L Chapman-The Measurement and Estimation of Density for Selected Liquid Alloys., International Conference on Solidification Processing, Old Windsor, July 2017
- [216] A. MARIAUX, P. JARRY, C. SIGLI- A new hot tearing sensitivity index for Prophase., Internal document Ctec – Constellium 2014
- [217] B. GIORDANENGO, N. BENAZZI, J. VINCKEL, J.G. GASSER, L. ROUBI - Thermal conductivity of liquid metals and metallic alloys., B. Giordanengo et al. / Journal of Non-Crystalline Solids 250±252 (1999) 377±383