

NORGE

[B] (11) UTLEGNINGSSKRIFT Nr. 130016



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

(51) Int. Cl. C 22 c 1/02
C 22 c 21/00

(52) Kl. 40b-1/02
40b-21/00

(21) Patentsøknad nr.	1546/71
(22) Inngitt	26.4.1971
(23) Løpedag	26.4.1971
(41) Søknaden alment tilgjengelig fra	29.10.1971
(44) Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt	24.6.1974
(30) Prioritet begjært fra:	28.4.1970 Sverige nr. 5881/70

-
- (71)(73) GRÄNGES ALUMINIUM AB,
Fack, Kubikenborg, Sundsvall, Sverige.
- (72) Stig Lennart Bäkerud, Vallmovägen 3,
Åkersberga, Sverige.
- (74) Siv.ing. Audun Kristensen.
- (54) Fremgangsmåte for fremstilling av en
aluminiumbasert forlegering.

Den foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av en aluminium-basert forlegering, som ved tilsettnings til en aluminiumsmelte, før denne størkner, bevirker en kvalitetsøkende finkornethet av de støpte aluminiumsprodukter.

Det er kjent at for å oppnå et tilfredsstillende produkt ved støpning må det tilsettes et middel, som letter krystalldannelsen ved størkning og som hindrer at aluminiumsmelten størkner til et grovkrystallinsk produkt. For dette formål tilsettes forskjellige finkorn-dannende midler, vanligvis innblandet i aluminium, som

130016

forlegeringer. Disse tilsettes til aluminiumsmelten i fast form, f.eks. som små barrer eller en tråd som føres kontinuerlig ned i smelten. Forlegeringen kan også tilsettes i smeltet form.

Tidligere er det først og fremst benyttet titan, bor og en kombinasjon av titan og bor. Typiske forlegeringer inneholder 2 - 10 vektprosent titan i aluminium, 0,03 - 5 vektprosent bor i aluminium og 2 - 10 vektprosent titan sammen med 0,3 - 5 vektprosent bor i aluminium. En vanlig sammensetning er 5 vektprosent titan og 1 vektprosent bor i aluminium. Forlegeringer av denne type er tilgjengelig som handelsvarer.

Videre er det fra norsk patentskrift Nr. 121.623 kjent en fremgangsmåte for tilsetning av TiB_2 til en aluminiumsmelte, men denne metode egner seg dårlig fordi TiB_2 partiklene er meget vanskelig å fordele jevnt i smelten, og det fører til dårlig kornforminskende virkning.

Det har nå overraskende vist seg at det ved å fremstille en titan-bor-aluminium-forlegering på en spesiell måte kan oppnås en betraktelig bedre finkornethet, til og med ved anvendelse av en betydelig lavere totalmengde av titan og bor enn den som er mulig med de tidligere fremstilte forlegeringer.

Forlegeringer som inneholder titan og bor fremstilles vanligvis ved at de ønskede mengder av titan og bor oppløses i smeltet aluminium ved en temperatur over ca. $1200^{\circ}C$. Ved denne metode er det nødvendig først å oppløse en viss mengde titan og deretter tilsette bor. Bor tilsettes i form av et borsalt, vanligvis kaliumborfluorid (KBF_4). Borsaltet dissosieres i smelten og det frigjorte bor forener seg deretter hurtig med det tilstedeværende titan.

Den foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for fremstilling av en aluminiumbasert forlegering, som ved tilsetning til en aluminiumsmelte bevirker en finkornethet ved størkning av denne smelte, idet forlegeringen fremstilles ved at det til en smelte av aluminium først tilsettes titan ved en slik temperatur at den tilsatte mengde oppløses og deretter tilsettes bor,

130016

hvorved det oppnås en forlegering som inneholder 0,02 - 6 vektprosent titan og 0,1 - 2 vektprosent bor, der bor forekommer bundet til titan i form av titandiborid, og det særegne ved fremgangsmåten er at forlegeringen som inneholder titandiborid holdes, under omrøring, ved en temperatur fra smeltepunktet og opp til 900°C i en behandlingstid på minst 15 minutter og opp til 9 timer, men fortrinnsvis i omtrent 1 time.

Hvis det skal oppløses større mengder titan, f.eks. 10%, må temperaturen ved oppløsningen økes til minst 1200°C på grunn av termodynamiske årsaker. Derved blir det også nødvendig å avkjøle aluminiumsmelten til en temperatur under 900°C, og denne avkjølingen må skje hurtig for å unngå uønskede reaksjoner. En spesiell egnet måte å utføre slik avkjøling på er å støpe forlegeringen i små vannavkjølte kokiller, da det er meget vanskelig å gjennomføre en regulert hurtig avkjøling til en temperatur like over smeltepunktet og deretter gjenoppvarme metallet til smeltning, men ikke over 900°C.

Titaninnholdet i forlegeringen kan fortrinnsvis være fra 0,2 til 2 vektprosent, borinnholdet fortrinnsvis fra 0,1 til 1 vektprosent og temperaturen ved oppløsningen kan være opp til 1200 - 1500°C. Legeringen oppvarmes deretter til en temperatur mellom smeltepunktet og 900°C, og holdes ved denne temperatur. En foretrukket temperatur er 680 - 720°C og en foretrukket tid er 45 minutter til 2,5 timer, fortrinnsvis i omtrent 1 time. Forlegeringen kan etter varmebehandlingen anvendes direkte eller etter storkning, men vanligvis er det gunstig å dekantere den smeltede forlegering for å hindre at eventuelt dannede større klumper av titandiborid og andre forurensninger følger med forlegeringen.

Forholdene i et aluminium-titan system fremgår av et tilstandsdiagram, hvor det fremgår at rent aluminium storkner ved ca. 660°C og at en peritektisk storkningslinje forekommer fra et titaninnhold av ca. 0,15 vektprosent ved 665°C til den stökiometriske sammensetning for Al_3Ti ved ca. 37,3 vektprosent Ti. For at Al_3Ti skal kunne dannes må således innholdet av Ti ved 665°C være minst 0,15 vektprosent. Likevektslinjen passerer innholdet 1 vektprosent ved ca. 900°C.

130016

Når titan og bor oppløses i smeltet aluminium dannes det hurtig en forening mellom titan og bor til TiB_2 og denne forbindelse omgis siden, ved den lavere temperatur under behandlingstiden, med utkrystallisert Al_3Ti . Denne dannelsen av Al_3Ti forutsetter at konsentrasjonen av Ti i systemet overstiger det innhold som er nødvendig for dannelsen av Al_3Ti ved den angitte temperatur. På denne måte oppnås det rundt TiB_2 -kornene en titankonsentrasjonsgradient. En slik konsentrasjonsgradient oppnås ved at titan frigjøres fra titandiborid og at titanet i dette erstattes med aluminium. Dette er mulig på grunn av at titandiborid og aluminiumdiborid har samme krystallform og kan erstatte hverandre i krystallgitrene.

Det er derfor nødvendig å overskride løslighetsgrensen eller likevektskurven i tilstandsdiagrammet for Al_3Ti , og dette kan skje ved å øke konsentrasjonen av titan eller og forandre stillingen til løslighetskurven ved en liten tilsetning. Hertil kommer at Al_3Ti krystalliseres rundt TiB_2 -kornene og danner små krystaller, som utgjør de virkelige krystallisasjons-kjernene. Denne dannelsen av Al_3Ti skjer under behandlingstiden ved den angitte temperatur. Hvis titaninnholdet i forlegeringen er så høyt at Al_3Ti kan dannes i hele smelten kommer det til å dannes større mengde Al_3Ti krystaller, som når forlegeringen anvendes kommer til å oppløses og gi høyt titaninnhold i sluttproduktet, men som også vil virke som krystallisasjons-kjerner i mindre utstrekning på grunn av at disse krystaller blir vesentlig større og færre enn de som dannes omkring TiB_2 -kornene.

De til å begynne med uregelmessige TiB_2 -kornene vil således etter ca. 1 time være omgitt av flere regelmessige krystallskall, hovedsakelig bestående av Al_3Ti . De dannede krystaller som tilsettes en aluminiumsmelte er istand til å gi en hurtig og effektiv finkornethet. Hvis forlegeringen ikke underkastes denne krystallisering av Al_3Ti rundt TiB_2 -partiklene under behandlingstiden og med samtidig omrøring vil TiB_2 -partiklene klumpe seg sammen og praktisk talt felles helt ut ved gravitasjons-separasjon, og enten ikke komme med ved støpningen

innesluttet i støpningsmaterialet og derved umuliggjør anvendelse av dette for f.eks. folievalsing, fordi de sammenklumpede TiB_2 -partiklene fører til at folien dras i stykker ved valsingen. Av samme grunn kommer sannsynligvis en stor mengde TiB_2 -partikler til å falle til bunnen av ovnen uten å fungere som finkorn-dannende middel, og det vil derfor være nødvendig å tilsette et stort overskudd som derved øker omkostningene ved aluminiumstøpning med slike midler. En større tilsetning av finkorn-dannende midler føres også til at en større mengde titan løses i smelten. En økning av titan-innholdet i aluminium medfører flere uønskede virkninger, som f.eks. dannelse av fjær-krystaller og endring av ledningsevnen.

De foreliggende forlegeringer kan anvendes i vesentlig mindre mengder eller med lavere innhold av titan og bor, på grunn av at alt tilstedeværende titan og bor kan utnytted effektivt.

Det er videre innlysende at hele den endelige aluminiumsmelte kan betraktes som forlegering og derved behandle denne slik at titan og bor først løses ved en høyere temperatur, hvorefter hele smelten holdes ved ca. $700^{\circ}C$ i omtrent en time under omrøring. Derved oppnås en finkornethet av samme type som den som oppnås med den foreliggende forlegering. Det er imidlertid klart at en slik behandling av en aluminiumsmelte vil være meget kostbar, teknisk vanskelig å gjennomføre og gir dessuten et uønsket høyt titan-innhold i de dannede produkter. Det er derfor spesielt fordelaktig å fremstille en forlegering som kan anvendes ved kontinuerlig støpning utenfor ovnen i en spesiell beholder eller i selve støperennen. Den foreliggende forlegering egner seg spesielt for dette formål, fordi den kan tilføres aluminiumsmelten like før denne skal overføres til støpeformen og grundig innblandes i denne. Derved kan det finkorn-dannende middel umiddelbart utøve sin virkning og det oppnås et produkt med en betydelig mindre total mengde titan og bor i de ferdige produktene enn det som tidligere har vært umulig å oppnå.

130016PATENTKRAV

1. Fremgangsmåte for fremstilling av en aluminiumbasert forlegering, som ved tilsetning til en aluminiumsmelte bevirker en finkornethet ved størkning av denne smelte, idet forlegeringen fremstilles ved at det til en smelte av aluminium først tilsettes titan ved en slik temperatur at den tilsatte mengde oppløses, og deretter tilsettes bor, hvorved det oppnås en forlegering som inneholder 0,02 - 6 vektprosent titan og 0,01 - 2 vektprosent bor, der bor forekommer bundet til titan i form av titandiborid, k a r a k t e r i s e r t v e d at forlegeringen som inneholder titandiborid, holdes, under omrøring, ved en temperatur fra smeltepunktet og opp til 900°C i en behandlingstid på minst 15 minutter og opp til 9 timer, men fortrinnsvis i omtrent 1 time.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at den fremstilte smelte som inneholder titandiborid, hurtig avkjøles til en temperatur under 900°C og deretter oppvarmes til en temperatur over smeltepunktet, men ikke over 900°C.

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at smelten etter tilsetning av titan og bor umiddelbart bråkjøles ved støpning i små avkjølte kokiller.

4. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at titan og bor tilsettes ved en temperatur på 1200 - 1500°C til smeltet aluminium.

5. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at smelten holdes ved en temperatur på 680 - 720°C i løpet av den nevnte tid.

6. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at smelten holdes ved en temperatur av 680 - 720°C fra 45 minutter til 2, 5 timer.

(56) Anførte publikasjoner:

Norsk patent nr. 121623 (40b-21/00)