

Praćenje količine formirane čvrste faze u leguri aluminijuma u uslovima slobodnog hlađenja

ALEKSANDAR M. MITRAŠINOVIĆ, Institut tehničkih nauka SANU, Beograd

JASMINA V. NEŠKOVIĆ, Rudarski institut, Beograd

OGNJEN M. RISTIĆ, Institut IMS, Beograd

NEBOJŠA J. LABUS, Institut tehničkih nauka SANU, Beograd

MILINKO LJ. RADOSAVLJEVIĆ, Rudarski institut, Beograd

ZORAN D. ODANOVIĆ, Institut IMS, Beograd

Originalni naučni rad

UDC: 620.181.4:669.71

DOI: 10.5937/tehnika2302138M

Jedan od najefikasnijih načina za buduće projektovanje, proizvodnju, analizu i optimizaciju novih procesa koji uključuju faznu promenu materijala je razvoj visokoosetljivih kvantitativnih metoda zasnovanih na detekciji temperaturnih promena tokom trajanja procesa i korelaciji tih promena sa promenama u tretiranom materijalu. U ovom radu, sekundarna legura Al-8wt%Si-3wt%Cu je formirana iz tečnog stanja u uslovima slobodnog hlađenja. Identifikovane su karakteristične temperature transformacija i formalizovan je metod za praćenje količine čvrste faze tokom procesa očvršćavanja. Iz snimljene krive hlađenja određene su vrednosti prvog izvoda i formirana je odgovarajuća referentna kriva. Površina između prvog izvoda krive hlađenja i referentne krive je korišćena za praćenje količine očvršlog dela materijala tokom procesa očvršćavanja. Dobijeni rezultati su pokazali da je predložena metoda efikasna u dobijanju podataka o količini očvršlog dela materijala u svakom trenutku procesa očvršćavanja, kao i da se mogu dalje koristiti za detekciju broja faza i mikrokonstituenata u formiranoj strukturi i eksperimentalnu potvrdu latentne toplote očvršćavanja novih materijala. Metoda praćenja količine formirane čvrste faze u uslovima slobodnog hlađenja ne zahteva posebnu pripremu uzoraka niti kompleksnu laboratorijsku opremu, pa shodno tome, u praktičnoj primeni efikasno zamenjuje standardne metode za detekciju termofizičkih osobina materijala, kao što su diferencijalna termijska analiza ili diferencijalna skenirajuća kalorimetrija.

Ključne reči: legura aluminijuma, termička analiza, fazna transformacija, matematičko modelovanje, očvršćavanje, referentna kriva

1. UVOD

Diferencijalna termička analiza (DTA) i diferencijalna skenirajuća kalorimetrija (DSC) su superiorne metode za detekciju i najmanjih promena u razmeni toplote tokom trajanja složenih hemijskih reakcija ili faznih transformacija.

Međutim, dok su takve metode efikasne u proceni termodinamičkih ravnoteža, nisu efikasne u simulaciji makro sistema, gde su količina reaktanata i kontaktna površina reaktanata veoma važni [1]. S obzirom da su DTA uzorci mali, čini ih savršenim za ravnotežnu karakterizaciju materijala, jer se toplota koja se osloba-

đa ili apsorbuje usled fazne transformacije može izračunati uzimanjem razlike između toplotnih promena uočenih u ispitivanom uzorku i referentnom uzorku, koji ne prolazi kroz transformaciju koja uključuje apsorpciju ili oslobađanje toplote unutar temperaturnog opsega koji se prati. Glavna ograničenja DTA i DSC su složeni i skupi instrumenti i strogi zahtevi procedure uzorkovanja. U industrijskim uslovima, gde fenomeni kao što su segregacija, potisak tečne faze ili metalostatski pritisak imaju značajan uticaj na formiranje strukture materijala, rezultati dobijeni DTA ili DSC analizama imaju ograničenu primenu.

Krajem 19-og veka, francuski naučnik Le Šatelije je prvi primetio nesinhronu promenu temperature u funkciji vremena tokom promene svojstava materijala [2]. Između dva svetska rata, zbog velike razlike između solidus i likvidus temperature, termičke analize su postale korisno sredstvo za procenu ugljeničnog

Adresa autora: Aleksandar Mitrašinović, Institut tehničkih nauka SANU, Beograd, Knez Mihaila 35

e-mail: aleksandar.mitrasinovic@itn.sanu.ac.rs

Rad primljen: 09.03.2023.

Rad prihvaćen: 07.04.2023.

ekvivalenta i faznih dijagrama otkrivenih u livenom gvožđu. Sa razvojem termoparova veće osetljivosti, Mondolfo [3] je detaljno opisao tehnike termičke analize na materijalima u kojima su razlike između likvidus i solidus temperatura manje od 100°C.

Napredak u kompjuterskim tehnologijama umanjio je glavna ograničenja termičke analize, a to je bilo slabo vreme odziva pri registrowanju signala sa termoparova i niska osetljivost registrowanja vrednosti temperature. Bekerud [4] i Gruzleski [5] su počeli kvalitativna određivanja ključnih vrednosti faznih transformacija u legurama aluminijuma primenom prvog i drugog izvoda krive hlađenja u funkciji vremena.

Kvantitativno određivanje rastvorenih gasova u tačnoj leguri tokom procesa očvršćavanja, gde su razlike temperatura karakterističnih transformacija manje od 10°C, je prvi put postignuto na Univerzitetu Windsor u Kanadi, zahvaljujući novoj metodi izrade zaštićenih termoparova prečnika žice 0.14 mm, osetljivošću od 0.01°C, vremenskom konstantom odziva od 0,003s, i frekvencijom registrowanja promene od 100Hz [6].

Danas, kompjuterska analiza krive hlađenja omogućava očitavanje signala sa termoparova frekvencijama iznad 100 Hz i na nivou osetljivosti ispod 0,01°C. Vremenska konstanta odziva komercijalnih termoelemenata napravljenih sa nezaštićenim spojem može biti ispod 0,003 s za elemente sa tankim žicama. Komercijalni zaštićeni termoparovi, za aplikacije na visokim temperaturama, imaju vremensku konstantu odziva oko 0,025 s, što čini najslabiju kariku u tehnici termičke analize [7].

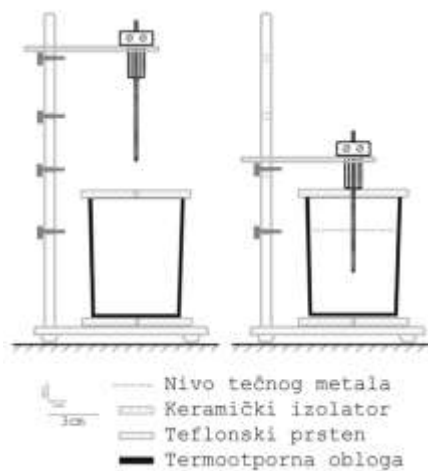
Razvoj termoparova i kompjutera omogućili su da se kriva hlađenja snima direktno tokom formiranja krajnjeg proizvoda ili indirektno ulivanjem male količine tečnog materijala u cilindričnu posudu, gde se beleži promena temperature tokom očvršćavanja.

Dalja analiza se sastoji iz izračunavanja izvoda krive hlađenja u funkciji vremena ili temperature, koji se zatim koriste za potpuniju interpretaciju faznih transformacija tokom procesa očvršćavanja. Ako se delovi krive prvog izvoda krive hlađenja gde se fazna transformacija ne odvija, interpoliraju u oblast gde se fazna transformacija odvija, onda je moguće dobiti rezultate kvantitativne termičke analize, slično kao DTA. Jednostavna za podešavanje i rukovanje, jeftina, visoke osetljivosti i preciznosti sa velikom ponovljivošću su neke od osobina koje čine termičku analizu jednom od najpodobnijih tehnika za analizu osobina materijala u industrijskom okruženju [8]. Ključni izazov u karakterizaciji kompleksnih legura je nedoslednost u hemijskom sastavu i složenost zbog velikog broja različitih elemenata i mikrokonstituenata

[9]. Da bi imali detaljan uvid u materijal koji koriste, proizvođači metalnih delova sve više primenjuju tehnike termičke analize u svojim sistemima kontrole kvaliteta. U ovom radu smo izvršili termičku analizu sekundarne legure Al-8wt%Si-3wt%Cu, koja se koristi u automobilske industriji. Dat je detaljan opis izračunavanja prvog izvoda krive hlađenja u funkciji vremena i formalizovanja referentne krive. Prikazano je takođe i eksperimentalno određivanje količine očvrsele faze u svakom trenutku procesa očvršćavanja u kompleksnim legurama. Razmatrana je i korelacija između eksperimentalno određenih količina očvrsele faze i karakterističnih temperatura u ispitivanom materijalu.

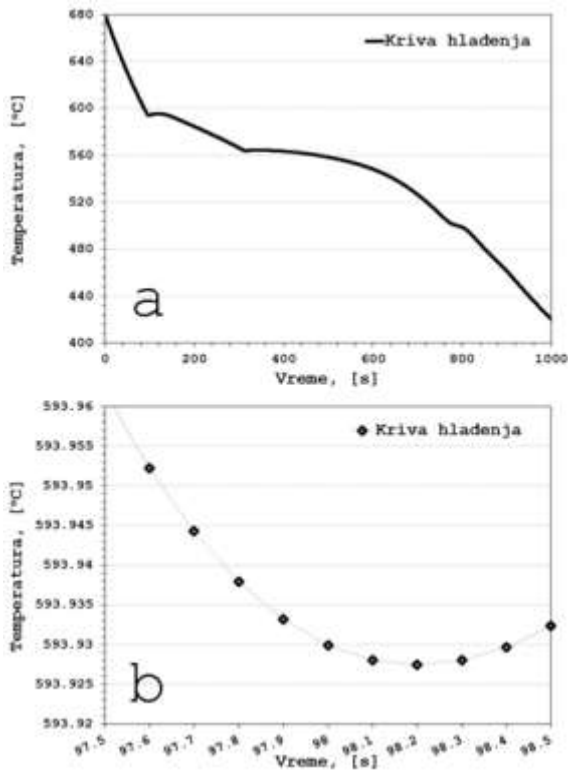
2. EKSPERIMENTALNO REGISTROWANJE OSLOBOĐENE TOPLOTE TOKOM SLOBODNOG HLAĐENJA

Materijal korišćen za istraživanje je legura aluminijuma koja se najčešće koristi u automobilske industriji za izradu blokova motora. Hemijski sastav ispitivane legure, dobijen optičkom emisijom spektroskopijom, bio je Si 7,89 – Cu 3,23 – Fe 0,37 – Mg 0,17 – Mn 0,25 – Zn 0,18 – Ti 0,12 – Ni 0,04 – Sn 0,04 u težinskim procentima, dok je ostatak bio aluminijum. Slika 1 prikazuje eksperimentalnu postavku sa čašom za ispitivanje od nerđajućeg čelika i držačem termoelementa. Termopar tipa K je pričvršćen na horizontalni držač, sa vrhom termopara postavljenim iznad središnje linije prazne posude za ispitivanje, dok je druga strana termopara bila povezana sa sistemom za prikupljanje podataka. Zatim je tečna legura aluminijuma sipana u posudu za ispitivanje od nerđajućeg čelika. Neposredno nakon toga, horizontalni držač sa pričvršćenim termoparom je spušten u unapred određeni položaj, 2 cm od dna posude.



Slika 1 - Eksperimentalna postavka termičke analize tokom ulivanja tečnog metala (levo) i tokom očvršćavanja (desno)

Snimanje temperature je počelo na 680°C i završilo se kada se temperatura ispitivanog materijala spustila ispod 400°C. National Instruments System uređaj korišćen je za prikupljanje podataka i bio je podešen da beleži vrednosti temperature svakih 0.1s, što predstavlja balans između odlične osetljivosti metode i količine podataka koji se obrađuju. Kriva hlađenja konstruisana od snimljenih podataka je data na slici 2.



Slika 2 - Kriva hlađenja legure aluminijuma sa sadržajem silicijuma od 7,89wt% i 3,23wt% bakra (a) i uveličani segment krive hlađenja registrovane alumel-hromel termoparom osetljivosti 0.007°C i frekvencijom očitavanja 10Hz (b)

3. MATEMATIČKA FORMULACIJA OSLOBOĐENE TOPLOTE TOKOM SLOBODNOG HLAĐENJA

Kada se prenos toplote odvija direktnim kontaktom tečnog metala i posude u kojoj se taj metal nalazi može se smatrati da se odvod toplote odvija po Njutnovom zakonu hlađenja, gde se toplota oslobođena iz metala može izraziti kao razlika između toplote generisane faznom transformacijom i odvedene toplote usled procesa slobodnog hlađenja:

$$\frac{dQ_L}{dt} - V\rho C_p \frac{dT}{dt} = hA (T - T_0) \quad (1)$$

gde je: V zapremina uzorka, ρ gustina metala, C_p specifična toplota materijala, T temperatura, t vreme, h

koeficijent prenosa toplote, A površina, T_0 temperatura okoline i Q_L latentna toplota očvršćavanja. Preuređivanjem jednačine 1 dobija se jednačina krive hlađenja:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{1}{V\rho C_p} \left[\frac{dQ_L}{dt} - hA (T - T_0) \right] \quad (2)$$

Ako tokom procesa hlađenja ne dolazi do fazne transformacije, jednačina 2 se svodi na:

$$\frac{dT}{dt} = - \frac{hA(T-T_0)}{V\rho C_p} \quad (3)$$

Jednačina 3 predstavlja krivu hlađenja bez faznih transformacija ili referentnu krivu. Razlika u oslobođenoj toploti usled fazne transformacije $\left(\frac{dT}{dt}\right)_{kFT}$ (jednačina 3) i pretpostavljena odvedena toplota definisana referentnom krivom $\left(\frac{dT}{dt}\right)_{Rk}$ (jednačina 2), gde nominatori kFT predstavljaju krivu fazne transformacije i Rk referentnu krivu, predstavlja brzinu oslobađanja toplote tokom fazne transformacije:

$$\frac{dQ_L}{dt} = V\rho C_p \left[\left(\frac{dT}{dt}\right)_{kFT} - \left(\frac{dT}{dt}\right)_{Rk} \right] \quad (4)$$

Integracijom jednačine za brzinu oslobađanja toplote, gde je t_{ocv} vreme očvršćavanja ili vreme od početka topljenja do kraja procesa očvršćavanja, dobija se:

$$Q_L = V\rho C_p \int_0^{t_{ocv}} \left[\left(\frac{dT}{dt}\right)_{kFT} - \left(\frac{dT}{dt}\right)_{Rk} \right] dt \quad (5)$$

Razlika površina ispod izvoda krive hlađenja i izvoda referentne krive u intervalu temperatura između početka topljenja i kraja procesa očvršćavanja, pomnožena sa specifičnom toplotom ispitivanog materijala, odgovara latentnoj toploti očvršćavanja datog materijala (L), koje se izražava kao:

$$L = \frac{Q_L}{V\rho} \quad (6)$$

Numeričkom integracijom jednačine 6 se može odrediti udeo čvrste faze u svakom trenutku t tokom procesa očvršćavanja.

Odnos kumulativne površine u datom trenutku i ukupne kumulativne površine između izvoda krive hlađenja i izvoda referentne krive nakon završetka procesa očvršćavanja, predstavlja udeo čvrste faze u datom trenutku.

$$\text{Čvrsta faza} = \frac{C_p}{L} \int_0^t \left[\left(\frac{dT}{dt}\right)_{kFT} - \left(\frac{dT}{dt}\right)_{Rk} \right] dt \quad (7)$$

$$\text{Čvrsta faza} = \frac{\int_0^t \left[\left(\frac{dT}{dt}\right)_{kFT} - \left(\frac{dT}{dt}\right)_{Rk} \right] dt}{\int_0^{t_{ocv}} \left[\left(\frac{dT}{dt}\right)_{kFT} - \left(\frac{dT}{dt}\right)_{Rk} \right] dt} \quad (7a)$$

gde jednačina 7a omogućava numeričko modelovanje količine čvrste faze tokom procesa očvršćavanja ako postoji snimljena kriva hlađenja.

4. NUMERIČKO ODREĐIVANJE ODVOĐENJA TOPLOTE TOKOM SLOBODNOG HLAĐENJA

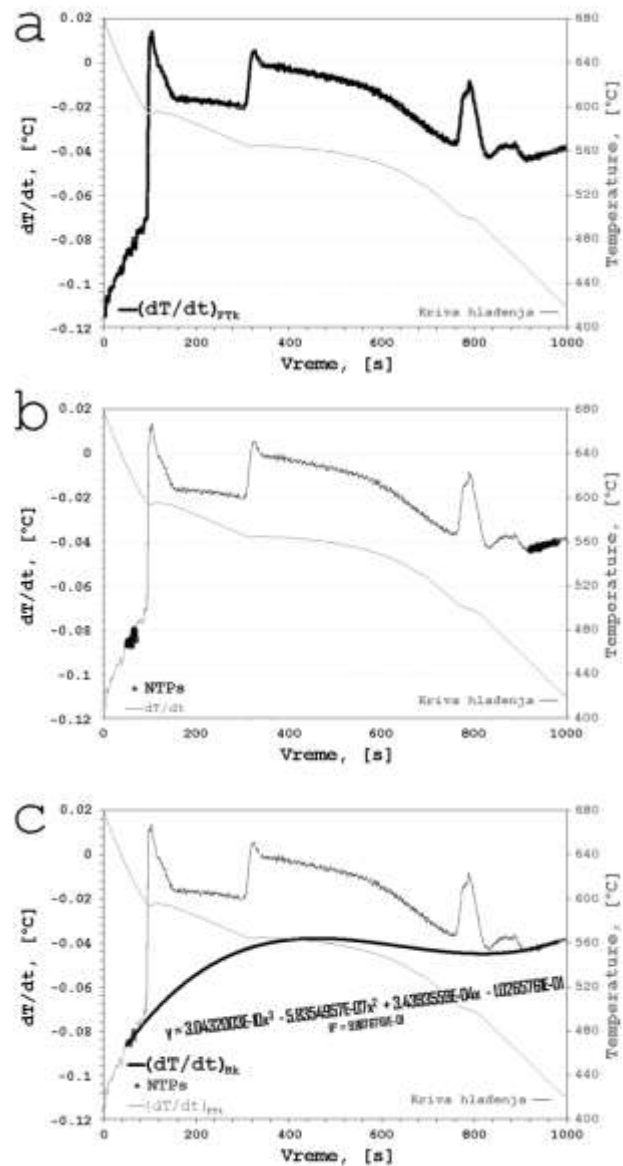
Usvojena procedura za kvantifikovanje količine očvršle faze numeričkim proračunom je sledeća: snimiti krivu hlađenja, odrediti prvi izvod i po potrebi drugi izvod (ako temperature likvidusa i solidusa nisu jasne) u funkciji vremena, identifikovati temperaturu početka i kraja očvršćavanja, izabrati tačke na prvom izvodu krive hlađenja koje ne pripadaju periodu očvršćavanja, tj. tačke pre likvidusa i posle solidus temperatura, interpolirati referentnu krivu za period očvršćavanja, identifikovati i integraliti područje između krive prvog izvoda i izvoda referentne krive, i konačno odrediti udeo očvršle količine materijala tokom procesa očvršćavanja.

Izračunavanje prvog izvoda krive hlađenja po vremenu. Podaci krive hlađenja (vreme-temperatura) se generišu tokom očvršćavanja ispitivanog uzorka (slika 2). Slika 3a prikazuje prvi izvod po vremenu krive hlađenja. U ovom istraživanju, frekvencija registrovanja temperature je bila 10Hz ili jedno očitavanje na svakih 0.1s.

Određivanje temperature početka i kraja očvršćavanja. Promena nagiba ili brzine promene krive prvog izvoda je indikacija promene strukture ispitivanog materijala. Tačka u kojoj kriva prvog izvoda po vremenu menja svoj oblik od konkavne nadole ka konveksnoj nagore (slika 3a) identifikovana je kao početna tačka očvršćavanja označena kao likvidus temperatura, 597,1°C [10]. Kriva prvog izvoda zatim brzo raste ujednačenom brzinom tokom vremenskog perioda koji predstavlja period očvršćavanja primarnih kristala aluminijuma, da bi počela da se smanjuje dok ne postigne lokalni minimum. Promena monotone brzine hlađenja na 567,1°C ukazuje na Al-Si eutektičku transformaciju, dok sličan oblik, ali manjeg intenziteta, na 507,4°C ukazuje na Al-Si-Cu eutektičku transformaciju. Pošto se u leguri Al-8wt%Si-3wt%Cu ne očekuju fazne transformacije u čvrstom stanju iznad 400°C, poslednji lokalni minimum na 460,4°C je identifikovan kao poslednja tačka fazne transformacije koja odgovara temperaturi solidusa. Posle poslednjeg lokalnog minimuma, kriva prvog izvoda po vremenu raste manjom brzinom i monotono, pri čemu se promena vrednosti prvog izvoda pripisuje brzini hlađenja ispitivanog materijala u uslovima slobodnog hlađenja.

Formiranje referentne krive. Formiranje referentne krive se vrši odabirom dela krive prvog izvoda koji ne pripada periodu očvršćavanja (slika 3b), tj. vrednosti tačaka na krivoj prvog izvoda pre nego što počne očvršćavanje (likvidus) i nakon što je očvršćavanje završeno (solidus) korišćenjem linear-regression-solver aplikacije integrisane u Microsoft Excel programu.

Parametarska jednačina u obliku $f(k)=ak^3+bk^2+ck+d$, gde je k vreme, dok su a , b , c i d konstante, najčešće se koristi za korelaciju vrednosti sa jednačinom 3 za toplotni tok simuliranog referentnog uzorka [11]

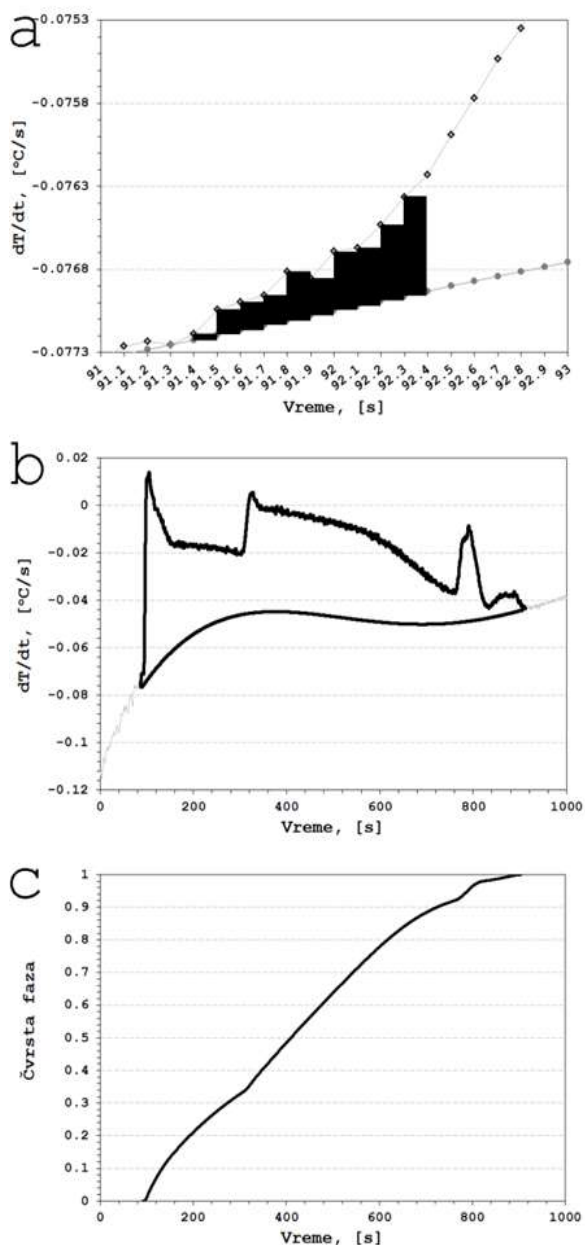


Slika 3 - Prvi izvod krive hlađenja (a), netranzicione tačke na krivoj prvog izvoda (b), i prvi izvod referentne krive (c)

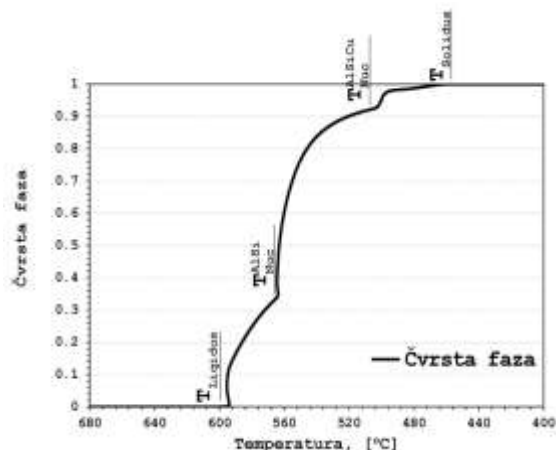
U ovom radu, jednačina $f(x) = 3.0432E-10x^3 - 5.8355E-07x^2 + 3.4393E-04x - 0.10266$ predstavlja izvod neutralne referentne krive gde su vrednosti $3.0432 \cdot 10^{-10}$, $-5.8355 \cdot 10^{-07}$, $3.4393 \cdot 10^{-04}$ i -0.10266 konstante a , b , c i d , respektivno (slika 3c).

Identifikovanje i integracija područja između krive prvog izvoda i izvoda referentne krive. Slika 4a prikazuje uveličani segment početka procesa očvršćavanja prikazanog na slici 3c. Daljim izračunavanjem kumulativne površine između dve krive (prvi izvod krive hlađenja i odgovarajući izvod

referentne krive) i poređenjem sa ukupnom površinom nakon završetka očvršćavanja (slika 4b), prema jednačini 7, vrednosti udela čvrste faze se mogu predstaviti u funkciji vremena (slika 4c) ili u funkciji temperature gde se zajedno sa udelom očvrste faze mogu očitati i temperature faznih transformacija kao što je dato na slici 5



Slika 4 - Površina tokom prve sekunde procesa očvršćavanja (a), kumulativna površina između prvih izvoda krive hlađenja i izvoda referentne krive od početka do završetka procesa očvršćavanja (b), i udeo čvrste faze tokom slobodnog hlađenja sekundarne Al-8wt%Si-3wt%Cu legure sa 680°C na 400°C temperature (c)



Slika 5 - Proces očvršćavanja Al-8wt%Si-3wt%Cu legure počinje formiranjem primarnih aluminijumskih kristala ($T_{Liquidus}$), nakon čega sledi formiranje sekundarne Al-Si eutektičke faze (T_{ALSi}^{Nuc}), koja se nastavlja do formiranja Al-Si-Cu faze (T_{ALSiCu}^{Nuc}) i konačno se završava na temperaturi očvršćavanja ($T_{Solidus}$)

5. RAZMATRANJA LATENTNE TOPLOTE

Matematičko i kompjutersko modelovanje očvršćavanja i prenosa toplote zahteva poznavanje vrednosti termofizičkih svojstava, kao što su latentna toplota, koeficijenti prenosa toplote i druga termofizička svojstva materijala. Vrednosti latentne toplote navedene u dostupnoj literaturi su samo za čiste materijale i uobičajene legure. Termička analiza je postala jednako precizna metoda kao DTA ili DSC za određivanje latentne toplote novih legura, omogućavajući tako postavljanje baze podataka latentne toplote za različite metalne sisteme [12].

Udeo čvrste faze tokom procesa očvršćavanja je direktno proporcionalan količini latentne toplote oslobođene tokom procesa očvršćavanja. Ako se integrisana površina između prvog izvoda i referentne krive (slika 4b) pomnoži sa specifičnom toplotom ispitivanog materijala, dobija se vrednost latentne toplote očvršćavanja.

Dalji razvoj kvantitativnog određivanja referentne krive (ekvivalentne krivoj referentnog uzorka u DTA ili DSC) omogućiće precizno izračunavanje latentne toplote koja se razvija tokom formiranja određenog materijala, bez obzira na njegovu složenost.

Tačne informacije o latentnoj toploti su veoma važne u oblastima kao što je modeliranje prenosa toplote, gde je neophodno formirati bazu podataka za nove materijale, koji su često veoma složeni po hemijskom sastavu i mikrostrukturi. Eksperimentalno dobijeni rezultati udela čvrste materije mogu poboljšati tačnost modeliranja procesa očvršćavanja.

6. PRAKTIČNA PRIMENA

Teoretska razmatranja koja se odnose na udeo čvrste faze moraju uzimati u obzir sastav početnog materijala, geometrije uzoraka, brzine hlađenja i očvršćavanja uzorka, eksperimentalne uslove, i mnoge druge faktore. Jednačine dobijene termičkom analizom služe kao efikasne zamene za teorijske jednačine razvijene iz fundamentalnih zakona nukleacije i rasta zrna, i služe za ocenu tačnosti teorijskih ili semiempirijskih razmatranja zakona nukleacije i rasta, koji se sve više istražuju za potrebe kompjuterskog modelovanja velikog broja procesa [13, 14].

U praksi, sastav legure je često neizvestan, što dodatno otežava uporedne analize, standardizaciju i konačno smanjuje konzistentnost kvaliteta konačnog proizvoda. U takvim okolnostima, u npr. industriji livenog gvožđa, termička analiza je uspešno zamenila hemijsku analizu za proračun ekvivalenta ugljenika, klin test za kontrolu inokulacije, metalografske analize za modifikaciju grafita ili proračun količine primarne faze koja se formira tokom očvršćavanja [15]. Spoznavanje karakterističnih transformacija u materijalima neizvesnog hemijskog sastava omogućava pravovremeni prestanak degazacije, početak naglog hlađenja, oslobađanja kalupa ili neke druge operacije usmerene ka povećanju poboljšanja karakteristika formiranog materijala. Sveobuhvatna informacija, koja sadrži podatke vreme-temperatura-količina čvrste faze, omogućava predviđanje mehaničkih svojstava, kao i potencijalnih nepravilnosti u gotovim proizvodima.

7. ZAKLJUČCI

Prikazani postupak je primenljiv na bilo koji metal, leguru ili metalni kompozit bez obzira na njegov hemijski sastav, parametre obrade i fizička svojstva, i omogućava proračun udela čvrste faze tokom celokupnog procesa očvršćavanja, jedino na osnovu zabeležene temperature očvršćavanja ispitnog uzorka. Procedura za numeričko određivanje je sledeća: snimiti podatke krive hlađenja, izračunati prvi i, ako je potrebno, drugi izvod krive hlađenja po vremenu, identifikovati temperaturu početka i kraja očvršćavanja, izabrati tačke pre likvidusa i posle solidus temperature na osnovu kojih se formira referentna kriva, identifikovati oblast između prvih izvoda krive hlađenja i referentne krive, i konačno odrediti udeo čvrste faze tokom procesa očvršćavanja. Eksperimentalno dobijene vrednosti za udeo čvrste faze tokom procesa očvršćavanja značajno poboljšavaju tačnost matematičkog i kompjuterskog modelovanja procesa očvršćavanja. Ovi podaci služe kao efikasna zamena za jednačine razvijene zakonima kinetike nukleacije i kristalizacije, a koji nisu primenljivi na složene multi-komponentne, višefazne ili kompozitne materijale,

koji se formiraju procesom očvršćavanja. Takođe, podaci dobijeni radi određivanja čvrste faze se mogu koristiti i za određivanje broja mikrokonstituenata u formiranoj strukturi na kraju očvršćavanja, što dalje proširuje primenljivost u oblasti kontrole kvaliteta u industrijskim uslovima.

7. ZAHVALNICA

Ovaj rad je finansiran od strane Ministarstva nauke, tehnološkog razvoja i inovacija Republike Srbije (Evidencioni broj: 451-03-47/2023-1/200175). Autori takođe žele da se zahvale gospođi Aleksandri Stojičić na pomoći u pripremi rada.

LITERATURA

- [1] A. M. Mitrašinović, *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol 54, no. 4, pp. 494-499, 2015.
- [2] H. Le Chatelier, *Über die Konstitution der Thone*, *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, vol. 1U, no. 1, pp. 396-402, 1887.
- [3] L. F. Mondolfo, *Aluminum Alloys: Structure and Properties*, 1976, Butterworth & Co Publishers Ltd,
- [4] L. Backerud, *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys*, vol. 2: Cast Alloys. American Foundrymen's Society Inc., Des Plaines, Illinois, USA, 1990.
- [5] J. E. Gruzleski, and B. M. Closset, *The treatment of liquid aluminum-silicon alloys*, American Foundryman's Society Inc., Des Plaines, Illinois, USA, 1990.
- [6] A. M. Mitrašinović, and R. D'Souza, Hydrogen Effervescence from Aluminum Alloy Melts, *JOM*, vol. 64, no. 12, pp. 1448-1452, 2012.
- [7] Dostupno na: <https://www.omega.com/en-us/resources/thermocouples-response-time>,
- [8] F. Audet, and Y. Tremblay, Applications of Advanced Thermal Analysis for Aluminum Foundries, In: *Proceedings of the 61st Conference of Metallurgists, COM 2022*. COM 2022. Springer, Cham.
- [9] I. Manasijević, N. Štrbac, D. Živković, Lj. Balanović, D. Minić, and D. Manasijević, Uticaj cinka na mikrostrukturu i fazne transformacije livenih Al-Cu legura, *Tehnika*, vol. 71, no. 4, pp. 553-559, 2016.
- [10] A. M. Mitrašinović, J. B. Nešković, N. J. Labus, and M. J. Radosavljević, Uticaj termootporne obloge na parametre fazne transformacije tokom formiranja Al-8wt%Si-3wt%Cu strukture, *Tehnika*, vol. 32, no. 1, pp. 9-14, 2023.
- [11] L. A. Dobrzański, R. Maniara, and J. H. Sokolowski, The effect of cast Al-Si-Cu alloy solidification rate on alloy thermal characteristics, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 17, no. 1-2, pp. 217-220, 2006.

- [12] CRC *Handbook of Chemistry and Physics*, R. C. Weast, ed., Boca Raton, Florida: CRC Press. Inc., p D185, 1986.
- [13] S. Cui, and I. Jung, Thermodynamic modeling of the quaternary Al-Cu-Mg-Si system, *Calphad*, vol. 57, pp. 1-27, 2017.
- [14] S. Cui, R. Mishra, and I.-H. Jung, Thermodynamic analysis of 6xxx series al alloys: phase fraction diagrams, *Journal of mining and metallurgy*, section B: Metallurgy, vol. 54, no. 1, pp. 119-131, 2018.
- [15] H. T. Angus, Cast iron: *Physical and Engineering Properties*, London: Butterworths, p 117 (1976).

SUMMARY

MONITORING THE AMOUNT OF FORMED SOLID PHASE IN ALUMINUM ALLOY UNDER FREE COOLING CONDITIONS

One of the most effective ways for the future design, production, analysis and optimization of new processes, involving phase change of materials, is the development of highly sensitive quantitative methods based on the detection of temperature changes during the solidification process and the correlation of these changes with changes in the treated material. In this work, the secondary Al-8wt%Si-3wt%Cu alloy was formed from the liquid state under free cooling conditions. Characteristic transformation temperatures were identified and a method for monitoring the amount of solid phase during the solidification process was formalized. From the recorded cooling curve, the values of the first derivative were determined and the corresponding reference curve was formed. The area between the first derivative of the cooling curve and the reference curve was used to assess the amount of solidified part of the material during the solidification process. The obtained results showed that the proposed method is effective in obtaining data of the fraction solid at every moment of the solidification process, as well as that it can be further used to detect the number of phases and microconstituents in the formed structure, as well as an experimental examination of the latent heat of solidification of new materials. The method of monitoring the amount of solid phase, formed under free cooling conditions, does not require specific preparation of samples or complex laboratory equipment, and accordingly, in practical application it effectively replaces standard methods for detecting thermophysical properties of materials, such as differential thermal analysis or differential scanning calorimetry.

Key Words: *aluminum alloy, thermal analysis, phase transformation, mathematical modeling, solidification, reference curve*