

# Optische Beobachtung von peritektischen Erstarrungsmorphologien am Limit der konstitutionellen Unterkühlung durch den Einsatz von organischen Modellsystemen

Johann P. Mogeritsch

Lehrstuhl für Simulation und Modellierung metallurgischer Prozesse

## Einleitung

Während der peritektischen Erstarrung wandeln die Schmelze [L] und die primäre Phase [ $\alpha$ ] bei der peritektischen Temperatur  $T_p$  zu einer neuen sekundären (peritektischen) Phase [ $\beta$ ] um;  $[L] + [\alpha] \rightarrow [\beta]$ . Bei Wachstumsraten, bei denen beide Phasen in Form einer ebenen Front erstarren können (am Limit der konstitutionellen Unterkühlung) ist es möglich, dass die peritektische Temperatur unterschritten wird und eine gleichzeitige Erstarrung der primären und sekundären metastabilen Phase (Abbildung 1) innerhalb eines kleinen Bereiches der peritektischen Region in geschichteter Form erfolgen kann. Metallische Systeme zeigen dabei eine große Vielzahl von möglichen peritektischen Erstarrungsmorphologien wie Bänder, Inseln und peritektisch gekoppeltes Wachstum [1-12]. Die Erstarrungsmorphologie ist jedoch diffusions- und konvektionsabhängig.

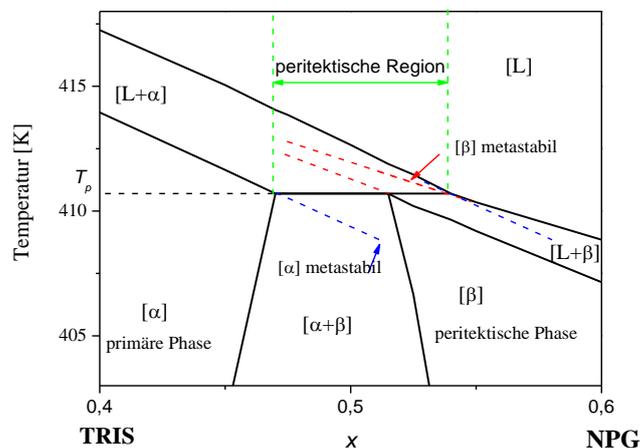


Abbildung 1: Stabile und metastabile Phasen im peritektischen Bereich

Um das Wissen über diese Strukturen zu vertiefen, wurde das binäre organische Phasendiagramm TRIS-NPG [13] als Modellsystem ausgewählt (Abbildung 1). Im Bereich der peritektischen Region sind die beiden organischen Phasen [ $\alpha$ ] und [ $\beta$ ] transparent und erstarren metallähnlich in Form von Dendriten, Zellen oder Planar.

Ziel der Grundlagenforschung war der Nachweis von peritektischen Erstarrungsmorphologien im organischen Phasendiagramm TRIS-NPG und der dabei auftretenden Dynamik der fest/flüssig Grenzfläche. Die Untersuchung erfolgte als gerichtete Erstarrung in einem horizontalen Mikro Bridgman-Ofen in Kombination mit einem Durchlichtmikroskop und einer CCD Kamera.

## Experimentelle Durchführung

Die Probenherstellung erfolgte durch das flüssige Füllen sehr schmaler rechteckiger Glasproben (2000 x 100  $\mu\text{m}$ ), zur Verringerung der Konvektion, durch vorgefertigte Legierungen aus den beiden organischen Komponenten TRIS und NPG. Zur Untersuchung wurde jeweils eine Glasprobe mit einer bestimmten peritektischen Konzentration im horizontalen Mikro Bridgman Ofen eingelegt.

Der Bridgman Ofen besteht aus einer Schmelzzone und einer Kühlzone, sowie einem adiabatischen Spalt. Durch den Temperaturgradienten innerhalb der Glasprobe ist die fest/flüssig Grenzfläche

innerhalb des adiabatischen Spaltes und damit durch das Durchlichtmikroskop beobachtbar, siehe Abbildung 2.

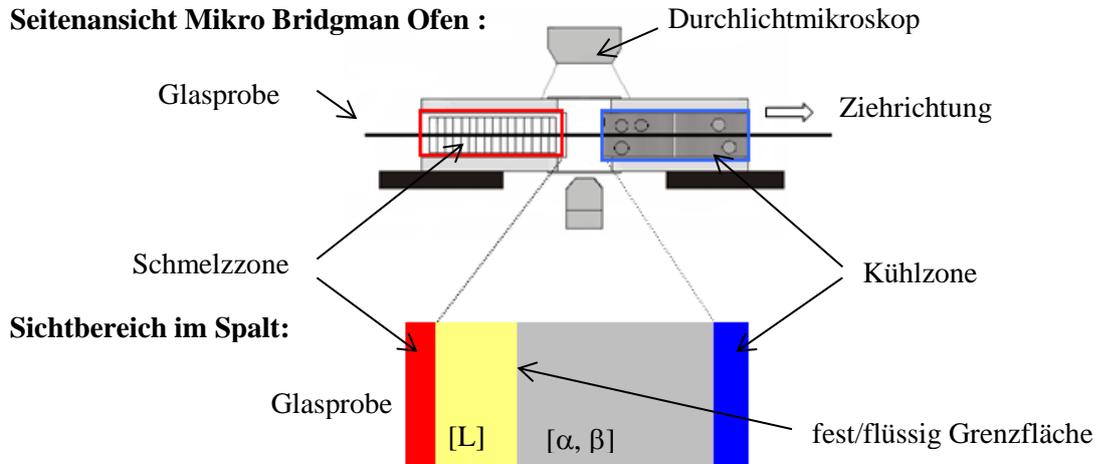


Abbildung 2: Horizontaler Mikro Bridgman Ofen und die Darstellung des adiabatischen Spaltes mit einer Glasprobe als Farbzeichnung

Nach einer Wartezeit von einer Stunde, zur Erreichung eines Gleichgewichtszustandes, wurde die Probe mit konstanter Geschwindigkeit von der Schmelzzone in die Kühlzone gezogen. Während dieser Bewegung änderte sich die fest/flüssig Grenzfläche und zeigte je nach gewählter Konzentration und Ziehgeschwindigkeit unterschiedliche Erstarrungsmorphologien.

### Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 3 zeigt den Übergang von bandartigem Wachstum zum peritektisch gekoppelten Wachstum und die dazugehörige Interpretation als Farbzeichnung. Dabei wurde beobachtet, dass zuerst Bänder entstehen (Abbildung 3a), die durch mehrfache Keimbildung an der Erstarrungsgrenzfläche (Abbildung 3b und c) zu einem isothermalen gekoppelten peritektischen Wachstum führen (Abbildung 3d).

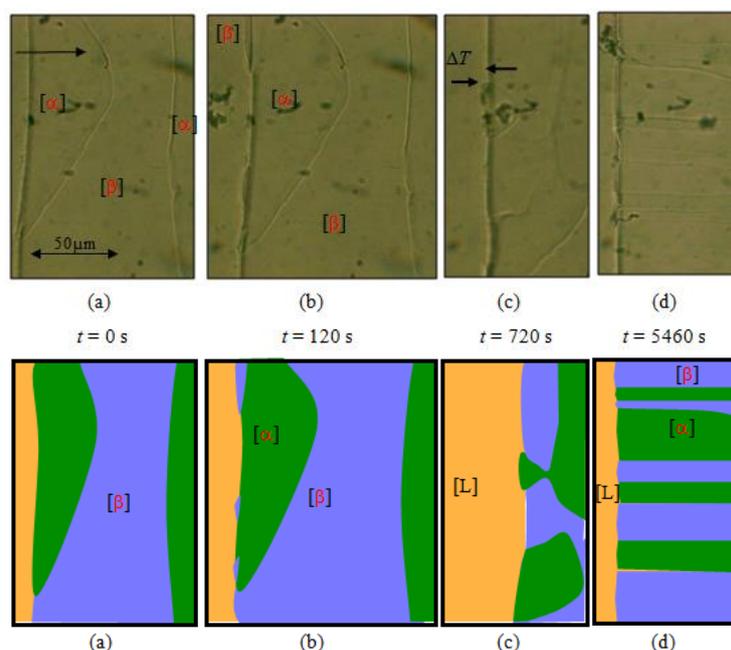


Abbildung 3: Bänderartiges Wachstum der [ $\alpha$ ] und [ $\beta$ ] Phase und der Übergang zum gekoppelten

### peritektischen Wachstum

Diese Erstarrungsmorphologie wurde bei verschiedenen Konzentrationen und unterschiedlichen Ziehgeschwindigkeiten beobachtet. Die Verteilung der beiden Phasen  $[\alpha]$  und  $[\beta]$  entspricht dem zu erwartenden Anteil aufgrund des Phasendiagrammes TRIS-NPG, siehe Abbildung 4a. Untersuchungen an eutektischen Systemen haben gezeigt, dass der Lamellenabstand  $\lambda$  mit Verringerung der Erstarrungsgeschwindigkeit breiter wird. Die Beobachtungen zeigen jedoch für peritektisch gekoppeltes Wachstum bei diesem Phasendiagramm einen abnehmenden Lamellenabstand  $\lambda$  bei verminderter Ziehgeschwindigkeit. Mit zunehmender Versuchsdauer wird das gekoppelte Wachstum instabil und die isothermale fest/flüssig Grenzfläche geht in  $[\alpha]$  und  $[\beta]$  Zellen, bei unterschiedlichen Wachstumstemperaturen, über.

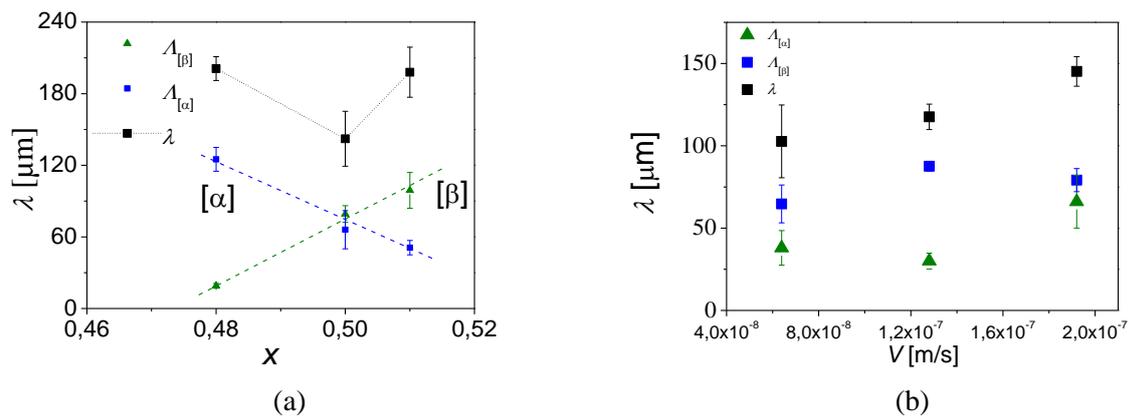


Abbildung 4: Lamellenabstand in Abhängigkeit von der (a) Konzentration und (b) der Ziehgeschwindigkeit

### Zusammenfassung

Innerhalb eines engen Bereiches der peritektischen Region konnte der Nachweis der Bildung von Bändern und isothermalem gekoppeltem peritektischen Wachstum erbracht werden. Erstmals konnte die Dynamik der Erstarrungsmorphologie direkt beobachtet werden. Der Übergang von Bändern zu gekoppeltem Wachstum erfolgt durch mehrfache Keimbildung an der fest/flüssig Grenzfläche. Das Verhältnis zwischen der primären  $[\alpha]$  Phase und der peritektischen  $[\beta]$  Phase während des gekoppelten Wachstums folgte den Vorgaben durch das Phasendiagramm. Die Erstarrungsmorphologie blieb über eine längere Strecke stabil, um anschließend in zelluläres Wachstum überzugehen.

### Literatur

- [1] Y.Li, S.C.Ng and H.Jones, Scripta Mater. **39** (1998)7–11.
- [2] P.Busse and F.Meissen, Scripta Mater. **36** (1997) 653–658.
- [3] L.S.Luo, Y.Q.Su, J.J.Guo, X.Z.Li, S.M.Li, H.Zhong, L.Liu and H.Z.Fu, J. Alloys Compd. **461** (2008) 121–127.
- [4] Y.Q.Su, L.S.Luo, X.Z.Li, J.J.Guo, H.M.Yang and H.Z.Fu, Appl. Phys. Lett. **89** (2006) 2319181-2319183.
- [5] L.S.Luo, Y.Q.Su, X.Z.Li, J.J.Guo, H.M.Yang and H.Z.Fu, Appl. Phys. Lett. **92**, (2008) 0619031-0619033.
- [6] T.S.Lo, S.Dobler, M.Plapp, A.Karma, and W.Kurz, Acta Mater. **51** (2003) 599-611.
- [7] S. Dobler, T.S.Lo, M.Plapp, A.Karma and W.Kurz, Acta Mater. **52** (2004) 2795-2808.
- [8] J.H.Lee and J.D.Verhoeven, J. Cryst. Growth **144** (1994) 353–366.
- [9] H.W.Kerr and W.Kurz, Int. Mater. Rev. **41** (1996) 129–164.
- [10] W.Luo, J.Shen, Z.Min and H.Fu, J. Cryst. Growth **24** (2008) 5441–5446.
- [11] O.Hunziker, M.Vandyoussefi and W.Kurz, ActaMater **46** (1998) 6325–6336.
- [12] W.Z. Luo, J. Shen, Z.X. Min and H.Z. Fu, Mater. Lett. **63** (2009)1419–1421.
- [13] M.Barrio, D.O.Lopez, J.L.Tamarit, P.Negrier and Y.Haget, J. Mater. Chem. **5** (1995) 431 - 439.