

Rezystywność staliwa aluminowego

Resistivity of aluminium alloyed cast steel

Krzysztof Jaśkowiec*¹ , Magdalena Bacior² , Małgorzata Grudzień-Rakoczy¹ ,
Zenon Pirowski¹ , Adam Bitka¹ 

¹ŁUKASIEWICZ – Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Polska

²Uniwersytet Rolniczy im. Hugo Kołłątaj w Krakowie, al. A. Mickiewicza 21, 31-120 Kraków, Polska

¹ŁUKASIEWICZ Research Network – Foundry Research Institute, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Poland

²University of Agriculture in Krakow, al. A. Mickiewicza 21, 31-120 Kraków, Poland

*Corresponding author: krzysztof.jaskowiec@iod.krakow.pl

Received: 16.05.2019. Accepted in revised form: 12.12.2019.

DOI: 10.7356/iod.2019.09

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań dwóch gatunków staliwa (oznaczonych dalej jako Stop 1 oraz Stop 2). Stop 1 zawiera między innymi: 0,25% C, 11,5% Al, 5,85% Cr, 1,97% Mo. W przypadku Stopu 2 zawartość węgla wynosiła 0,035%, natomiast aluminium 13,5%, pierwiastki takie, jak: Cr, Ni, Sb, B, nie przekroczyły 1% udziału w składzie chemicznym tego stopu. Badania rezystywności Stopu 1 przeprowadzono podczas badania odporności na zmęczenie cieplne, natomiast Stop 2 badano na przygotowanym stanowisku, realizując pomiar rezystancji metodą czteropunktową.

Dla Stopu 1 przeprowadzono pomiary rezystancji w funkcji czasu, wydłużenia oraz temperatury. Dla porównania przedstawiono wyniki badań innych stopów badanych na tym stanowisku w ramach realizacji innych prac B+R.

Korzystając z materiału uzyskanego podczas badania lewności Stopu 2, określono wpływ warunków krzepnięcia na rezystywność. Przedstawiono wyniki badań kalorymetrycznych tego stopu, określając temperaturę przemian fazowych dla różnych warunków krzepnięcia Stopu 2.

Słowa kluczowe: rezystywność, rezystancja elektryczna, staliwo aluminowe, wydłużenie

Abstract

The paper presents the results of investigations of two cast steel grades (further referred to as Alloy 1 and Alloy 2). Alloy 1 contains, among others, 0.25% C, 11.5% Al, 5.85% Cr, 1.97% Mo, in Alloy 2 was obtained 0.035% C, 13.5% Al, elements such as Cr, Ni, Sb, B, did not exceed 1% share in the chemical composition of this alloy. Resistivity tests of Alloy 1 were carried out during the test of resistance to thermal fatigue, while Alloy 2 was tested on a prepared test stand and the resistance was measured using a four-point method.

For Alloy 1, the resistance was measured as a function of time, elongation and temperature. For comparison, the results of tests of other alloys conducted on this stand within the framework of other R&D works are presented.

Using the material obtained during the test for castability of Alloy 2, the influence of solidification conditions on resistivity was determined. The results of calorimetric tests of this alloy are presented, determining the phase transition temperature for various solidification conditions of Alloy 2.

Keywords: resistivity, electrical resistance, aluminium cast steel, elongation

1. Wstęp

W ostatnich latach stopy żelaza z aluminium są przedmiotem intensywnych badań ze względu na szereg korzystnych właściwości, takich jak: odporność na utlenianie i korozję oraz wysoką wartość rezystywności

1. Introduction

In recent years, iron alloys with aluminium have been the subject of intensive research due to a number of favourable properties, such as resistance to oxidation and corrosion and high resistivity (even by 50%, exceeding

(przewyższająca nawet o 50% rezystywność komercyjalnych elementów grzewczych), rosnącego dodatkowo ze wzrostem temperatury, predysponuje stopy Fe-Al do zastosowań w różnych gałęziach przemysłu [1,2]. Przewiduje się wykorzystanie tego typu stopów m.in. w produkcji oporowych elementów grzejnych, w osłonach (ekranach) w instalacjach energetycznych [3], a także w przemyśle samochodowym jako części układów wydechowych [4]. Stopy Fe-Al mają też niższą cenę od innych stopów z fazami międzymetalicznymi. Pozwala to ograniczyć dodatek takich pierwiastków, jak nikiel i chrom.

Pomiar wartości rezystywności (ρ) lub rezystancja elektryczna (R) jako funkcji zmiany temperatury jest jedną z metod pozwalających poznać strukturę materiałów przewodzących [5,6]. Wartość rezystywności jest miarą rozpraszania elektronów (poruszających się w zewnętrznym polu elektrycznym) w sieci krystalicznej i dla większości metali znajdujących się w temperaturze pokojowej zależy głównie od oddziaływań elektronów z fononami, choć pewien wpływ mają również defekty punktowe, jak np. obecność atomów międzywęzłowych. W zakresie temperatury od 0°C do 400°C, gdzie dominuje wpływ fononów, ρ rośnie liniowo z temperaturą [7].

Zmiana rezystywności stopów Fe-Al zależy od zawartości aluminium oraz od temperatury. Zależność rezystywności w funkcji udziału Al w stopie Fe-Al została przedstawiona na [rysunku 1a](#), natomiast na [rysunku 1b](#) zaprezentowano zależność rezystywności w funkcji temperatury.

Rezystywność stopu Fe_3Al o sieci krystalicznej DO_3 , znajdującego się w temperaturze pokojowej, rośnie ze wzrostem zawartości Al do wartości maksymalnej (~160 $\mu\Omega\cdot cm$) osiąganą przy zawartości 36% at. Al, przy jakiej występuje przemiana sieci krystalicznej DO_3 w sieć krystaliczną B2 [1,7,8,9,10].

Teoretyczny model opisujący zmianę rezystancji w funkcji zawartości jednego z komponentów dwuskładnikowego stopu był rozważany w pracy Motta i Jonesa [11,12]. Zmiana rezystywności dla stopu Fe-Al w funkcji zawartości Al jest związana z mechanizmem rozpraszania elektronów, na centrach rozpraszających powstałych po wprowadzeniu dodatków stopowych do atomów czystego metalu, co związane jest z zaburzeniem długo zasięgowego, periodycznego potencjału sieci krystalicznej i powoduje powstanie centrów rozpraszających nośniki ładunku. Model tłumaczy również spadek ρ dla stopu o zawartości większej niż 36% at. Al [1]. Spadek rezystancji w fazie FeAl wraz z zawartością Al może być też tłumaczony mniejszą ilością klastrów Fe-Fe rozpraszających elektrony [7].

Dla każdej sieci krystalicznej (DO_3 lub B2) rezystywność w różny sposób zmienia się ze wzrostem temperatury. Dla stopu Fe_3Al o sieci krystalicznej DO_3 , przy zawartości Al równej 30% at., znajdującego się w temperaturze pokojowej rezystywność rośnie ze

the resistivity of commercial heating elements), increasing additionally with temperature increase, predisposes Fe-Al alloys to applications in various branches of industry [1,2]. It is predicted that this type of alloys will be used, among others, in the production of resistance heating elements, in shields (screens) in power installations [3] and in the automotive industry as parts of exhaust systems [4]. Fe-Al alloys are also less costly than other alloys with intermetallic phases, reducing the need to add other elements such as nickel and chromium.

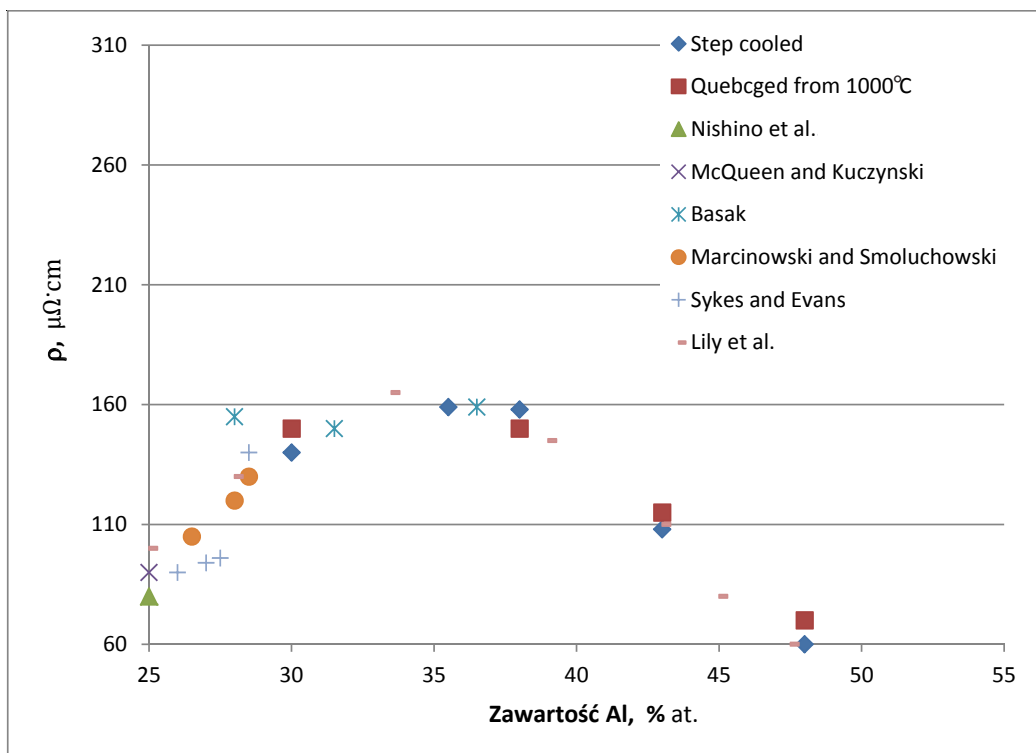
Measurement of resistivity values (ρ) or electrical resistance (R) as a function of temperature change is one of the methods facilitating the increase in knowledge of the structure of conductive materials [5,6]. Resistivity value is a measure of the dispersion of electrons (moving in an external electric field) in a crystal network, and for most metals at room temperature, it depends mainly on the interaction of electrons with phonons, although point defects, such as the presence of interstitial atoms, also have a certain influence. Within the temperature range from 0°C to 400°C, where the influence of phonons dominates, ρ increases linearly with the temperature [7].

The change of resistivity of Fe-Al alloys depends on the aluminium content and temperature. The resistivity dependence in the function of Al in Fe-Al alloy is shown in [Figure 1a](#), while in [Figure 1b](#) the resistivity dependence in the function of temperature is presented.

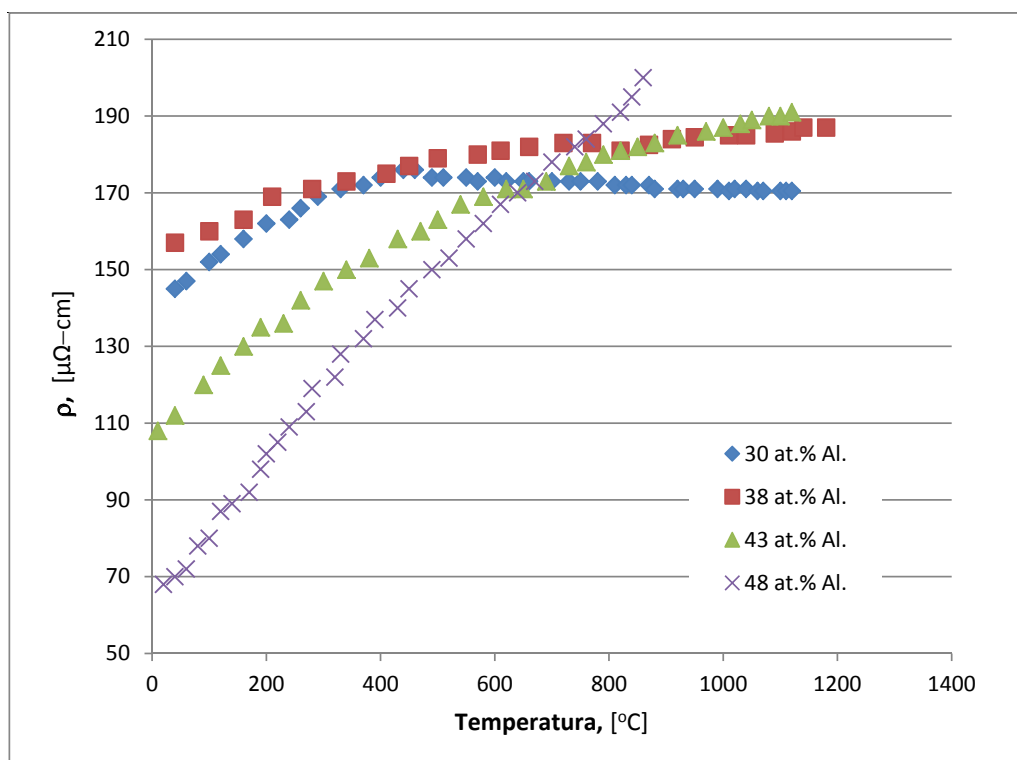
The resistivity of Fe_3Al alloy with crystal lattice DO_3 at room temperature increases with an increase in Al content up to a maximum value (~160 $\mu\Omega\cdot cm$) of 36% at. Al, where the transformation of DO_3 crystal lattice into B2 crystal lattice occurs [1,7,8,9,10].

A theoretical model describing the change of resistance as a function of the content of one of the components of the two-component alloy was considered in the work of Mott and Jones [11,12]. The change of resistivity of Fe-Al alloy in the function of Al content is related to the mechanism of electron dissipation, on the dispersion centres formed after the introduction of alloying additives to pure metal atoms, which is associated with the disturbance of the long-range, periodic potential of the crystal lattice and causes the creation of centres dissipating charge carriers. The model also explains the decrease of ρ for an alloy with a content of more than 36% at. Al [1]. The decrease of resistance in the FeAl phase together with the content of Al can also be explained by a smaller number of Fe-Fe clusters dispersing electrons [7].

For each crystal lattice (DO_3 or B2) the resistivity changes differently with temperature increase. For a Fe_3Al alloy with a DO_3 crystal lattice, with an Al content of 30% at room temperature, the resistivity increases with rising temperatures, up to the maximum value reached at a temperature of approx. 485°C, where a small discontinuity is visible, corresponding to the transition from Fe_3Al to FeAl phase with a B2 struc-



Rys. 1. a) Zależność rezystywności w funkcji zawartości Al dla stopu Fe-Al w temperaturze pokojowej [7]
 Fig. 1. a) Resistivity dependence as a function of Al content for Fe-Al alloy at room temperature [7]



Rys. 1. b) Zależność rezystywności w funkcji temperatury dla stopów Fe-Al przy różnych zawartościach Al [7]
 Fig. 1. b) Resistivity dependence as a function of temperature for Fe-Al alloys with different Al contents [7]

wzrostem temperatury do wartości maksymalnej osiągniętej w temperaturze ok. 485°C, w której widoczna jest niewielka nieciągłość odpowiadająca przejściu z fazy Fe_3Al do fazy $FeAl$ o strukturze B2. Powyżej tej temperatury obserwowano niewielki spadek ρ [7]. Podobną zależność otrzymano dla stopu Fe-Al, przy zawartości równej 27 i 28% at. Al [12,13]. Wartość ρ nie zależy od sposobu chłodzenia próbki, co pośrednio implikuje, że kinetyka wymiany atomów w podsieciach jest relatywnie szybka [7].

Analizując krzywe zmian rezystywności w funkcji temperatury (rys. 1b), dla stopu FeAl (sieć B2) o zawartości Al powyżej 40% at. można wyróżnić dwa obszary. W pierwszym rezystancja wynika z drgań termicznych sieci krystalicznej oraz jej niedoskonałości. W drugim obszarze wzrost rezystancji z temperaturą jest mniejszy w porównaniu z pierwszym obszarem. Może to wynikać z przemian fazowych zachodzących w podwyższonych temperaturach oraz z osłabienia sprzężenia ferromagnetycznego między sąsiadującymi atomami Fe-Fe [14].

Porównanie struktury stopów Fe-Al, o różnych zawartościach procentowych Al (38% at. Al i 47% at. Al) pokazuje, że w temperaturze pokojowej, większy jest stopień uporządkowania dla stopu o zawartości Al równej 47% i dla tego stopu ρ jest niższe w zakresie temperatury od 0°C do 700°C [7].

W literaturze można odnaleźć informacje świadczące o tym, że rezystywność dwuskładnikowych stopów z dominującą fazą FeAl zależy głównie od zawartości Al, natomiast praktycznie nie zależy od warunków chłodzenia i wielkości ziarna. Stopy te posiadają dodatni temperaturowy współczynnik rezystancji w szerokim zakresie temperatury [15]. Pewną anomalię wykazują związki z grupy $(Fe_{1-x}M_x)_3Al$ dla $0,20 < x < 0,35$, gdzie $M = Ti, V, Cr, Mn$ posiadające ujemny temperaturowy współczynnik rezystancji [7,9]. Jeśli w stopie Fe_3Al w miejsce atomów Fe zostaną podstawione atomy V, ρ ma wyższe wartości niż dla dwuskładnikowego stopu, osiągając maksymalną wartość w pobliżu temperatury Curie (T_c), powyżej której rezystywność gwałtownie spada. Podobna zależność temperaturowa oporu właściwego jest widoczna dla stopów z domieszkami atomów Ti, Cr, Mn, Mo, podstawionych w miejsce Fe [16]. Dodatek Cr, V, Ti w sieci DO_3 powoduje zauważalne zwiększenie oporu elektrycznego [8], natomiast w przypadku sieci B2 dodatek C powoduje obniżenie jego oporu elektrycznego [7]. Wpływ poszczególnych pierwiastków, dodanych do stopu Fe-Al, na wartość rezystywności, w bardziej złożonych stopach jest trudny do oszacowania.

A slight decrease of ρ [7] was observed above this temperature. A similar relation was obtained for Fe-Al alloy at the content equal to 27 and 28% at. Al [12,13]. The value of ρ does not depend on the method of cooling the sample, which indirectly implies that the kinetics of exchange of atoms in the sublattices is relatively fast [7].

While analysing the curves of resistivity changes as a function of temperature (Fig. 1b), two areas can be distinguished for FeAl alloy (B2 lattice) with Al content above 40% at. In the first one the resistance results from thermal vibrations of the crystal lattice and its imperfections. In the second area, the increase in resistance with temperature is smaller compared to the first area. This may be due to phase transformations taking place at elevated temperatures and with the weakening of ferromagnetic coupling between adjacent Fe-Fe atoms [14].

Comparison of the structure of Fe-Al alloys with different percentages of Al (38% at. Al and 47% at. Al) shows that at room temperature, the degree of ordering is greater for an alloy with an Al content of 47%, and for this alloy ρ is lower in the temperature range from 0°C to 700°C [7].

There is information in the literature indicating that the resistivity of binary alloys with the dominant FeAl phase depends mainly on the content of Al, but practically does not depend on the cooling conditions and grain size. These alloys have a positive temperature coefficient of resistance over a wide range of temperatures [15]. Some anomalies are found in compounds from the group $(Fe_{1-x}M_x)_3Al$ for $0.20 < x < 0.35$, where $M = Ti, V, Cr, Mn$ have a negative temperature resistance factor [7,9]. If in the Fe_3Al alloy the V atoms are substituted in place of the Fe atoms, ρ has higher values than in the two-component alloy, reaching the maximum value near the Curie temperature (T_c), above which the resistivity drops rapidly. A similar temperature dependence of specific resistance is visible for alloys with admixtures of Ti, Cr, Mn, Mo atoms substituted in place of Fe [16]. The addition of Cr, V, Ti in the DO_3 lattice causes a noticeable increase in electrical resistance [8], whereas in the case of B2 lattices, the addition of C causes a decrease in its electrical resistance [7]. The influence of individual elements, added to the alloy Fe-Al, on the resistivity value, in more complex alloys is difficult to estimate.

2. Materiał badawczy oraz opis stanowisk pomiarowych

2.1. Materiał badawczy

Materiałem badawczym były dwa stopy, których skład chemiczny przedstawiono w tabeli 1. Wytopy realizowano w podobnych warunkach. Użyto pieca indukcyjnego, topiąc na powietrzu i osłaniając lustro metalu żużłem. Więcej informacji dotyczących procesu topienia przedstawiono w publikacji [16]. Próbkę do badań, w przypadku Stopu 1, wykonano z walca o średnicy 25 mm i długości równej 150 mm. Obróbka mechaniczna pozwoliła uzyskać próbkę do badania odporności na zmęczenie cieplne (rys. 2).

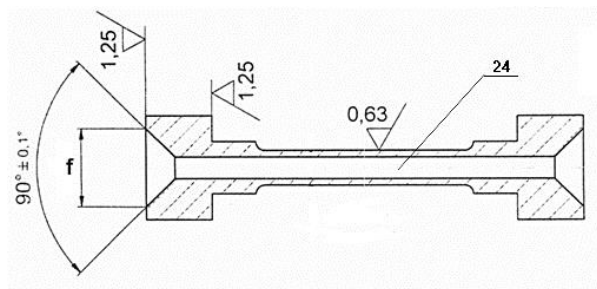
2. Research material and description of measuring stations

2.1. Research material

The research material were two alloys whose chemical composition is presented in Table 1. Alloys was prepared in similar conditions. Melting process was made in air induction furnace with protection flux slag. More detail information about casting procedure is show in literature [16]. Ones of important difference between this alloys is added small amount B, Sb witch could influence on grains size. The test specimen, in the case of Alloy 1, is made from a cylinder with a diameter of 25 mm and a length of 150 mm. A sample for the heat fatigue resistance test was obtained through mechanical treatment (Fig. 2).

Tabela 1. Skład chemiczny badanych stopów (% wag.) wraz ze stanowiskiem pomiarowym użytym do pomiaru
Table 1. Chemical composition of the tested alloys (% by weight) together with the measuring station used for the measurement

Nazwa Name	Stop 1 Alloy 1	Stop 2 Alloy 1
Al	11,50	13,50
Cr	5,85	0,75
Si	0,30	0,10
Ni	0,04	0,35
Nb	-	0,11
Sb	-	0,20
B	-	0,05
C	0,26	0,035
Mo	1,97	-
Cu	0,10	-
Zr	-	0,05
Reszta Other	Fe	Fe
Stanowiska pomiarowe Measuring stations	Pomiar na stanowisku do badania odporności na zmęczenie cieplne Measurement at a test stand for thermal fatigue resistance testing	Pomiar na stanowisku do badania rezystancji metodą czteropunktową Measurement at a test stand for resistance testing with the four-point method



Rys. 2. Przekrój próbki do badania odporności na szoki cieplne
Fig. 2. Cross-section of the sample for heat shock test

W przypadku Stopu 2 jako próbki do badań zmiany rezystancji w temperaturze wykorzystano część odlewu uzyskanego podczas badania lejności (pręty o różnych średnicach). Badania te wykonano z uwzględnieniem normy BN-66/4051-12 i opisano w publikacji [16].

Próbka przedstawiona na [rysunku 2](#) posiada otwór, przez który przepuszcza się medium chłodzące (powietrze) oraz podtoczenia na powierzchniach bocznych, zwiększające powierzchnie styku próbki z elektrodą zasilającą.

2.2. Stanowisko do badania odporności na zmęczenie cieplne

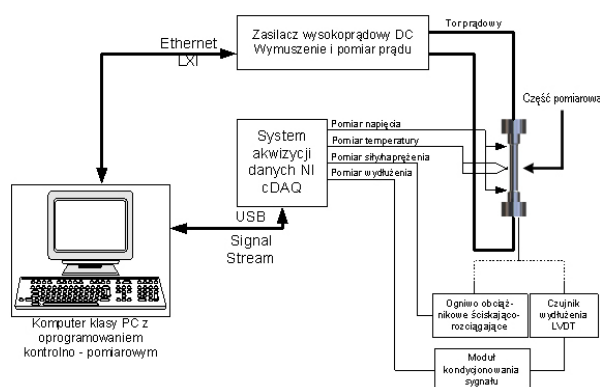
System pomiarowy urządzenia do badania zmęczenia cieplnego zbudowany jest w oparciu o rozwiązania firmy National Instruments typu cDAQ z czterema wejściami analogowymi zgodnie z [rysunkiem 3](#). Pomiaru rezystancji dokonuje się na części pomiarowej poprzez umieszczenie styków na końcach tego obszaru. Dokładność pomiarowa wynosi $\pm 0,01$ m Ω . W aparacie wykorzystano źródło prądowe pozwalające na utrzymanie stałego prądu niezależnie od oporu elektrycznego próbki.

In case of Alloy 2, part of the casting obtained during the castability test (rods of different diameters) was used as samples for temperature resistance change tests. These tests were performed taking into account the BN-66/4051-12 standard and described in publication [16].

The sample shown in [Figure 2](#) has a hole through which the cooling medium (air) is passed, as well as necks on the side surfaces, increasing the contact area between the sample and the supply electrode.

2.2. Thermal fatigue resistance test stand

The measuring system for thermal fatigue testing shall be constructed based on National Instruments type cDAQ solutions with four analogue inputs as shown in [Figure 3](#). Resistance measurement is performed on the measuring part by placing the contacts at the ends of this area. The measurement accuracy shall be ± 0.01 m Ω . The apparatus uses a current source that maintains a constant current regardless of the electrical resistance of the sample.



Rys. 3. Struktura podsystemu pomiarowego (z elementami podsystemu zasilania)

Fig. 3. Structure of the measurement subsystem (including elements of the power supply subsystem)

Pomiar zmiany wymiarów próbki wzdłuż jej osi (wydłużenia) występujący podczas badania odporności na szoki cieplne zrealizowano za pomocą czujnika wydłużenia LVDT. Wartość początkowa wydłużenia została skalibrowana przy temperaturze otoczenia. Wartość rejestrowano w mm i w przypadku zwiększenia tego wymiaru przyjmowała wartość ujemną w stosunku do wartości początkowej.

Pomiar rozpoczęto od pomiaru rezystancji w temperaturze otoczenia. Następnie w pierwszym cyklu pomiar rezystancji realizowano od temperatury pokojowej do temperatury 900°C. Przez cykl należy rozumieć nagrzanie próbki z danej temperatury do temperatury maksymalnej i schłodzenie do wyznaczonej temperatury minimalnej. Chłodzenie odbywało się na powietrzu

The measurement of the change in dimensions of the specimen along its axis (elongation) occurring during the test of resistance to thermal shocks was performed with the use of the LVDT elongation sensor. The initial elongation value was calibrated at ambient temperature. The value was recorded in mm, and when this dimension was increased, it assumed a negative value in relation to the initial value.

The measurement started with the measurement of resistance at ambient temperature. Then, in the first cycle, the resistance measurement was carried out from room temperature up to 900°C. The cycle is understood as heating the sample from a given temperature to a maximum temperature and cooling it to a specified minimum temperature. Cooling was carried out in the

z szybkością ok. 4°C na sekundę. W kolejnych cyklach nagrzewano próbkę do temperatury 800°C , jednak chłodzenie realizowano za pomocą strumienia powietrza z prędkością ok. 10°C/s , po czym powtarzano ten zabieg aż do zakończenia badań.

Ustawiono stały prąd o natężeniu 330 A, który przepływał przez próbkę o przekroju części pomiarowej równym $30,6\text{ mm}^2$. Dodatkowo na próbkę przez pierwsze 100 cykli oddziaływała siła rozciągająca równa 65 N, po czym zwiększono siłę do 153 N. Siła ta spowodowała wystąpienie naprężenia rozciągającego równego 5 MPa.

2.3. Stanowisko do badania rezystancji metodą czteropunktową

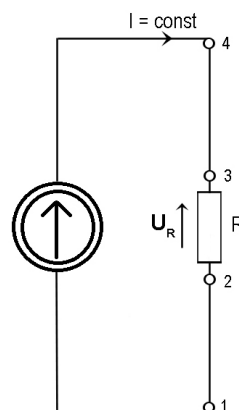
Do oceny rezystywności staliwa aluminium (Stop 2) zastosowano pręty uzyskane w czasie badań lewności [10,16]. Pomiar rezystancji tych prętów realizowano metodą bezpośrednią czteropunktową zgodnie ze schematem przedstawionym na rysunku 4.

air at a speed of approx. 4°C per second. In subsequent cycles, the sample was heated to 800°C , however, cooling was carried out by means of an air stream at a speed of approx. 10°C/s . The procedure was repeated until the end of the testing.

A constant current of 330 A was set, which flowed through a sample with a cross-section of 30.6 mm^2 . In addition, the specimen was subjected to a tensile force of 65 N for the first 100 cycles, and then increased to 153 N. This force resulted in a tensile stress of 5 MPa.

2.3. Stand for resistance testing with the four-point method

For the assessment of the resistivity of aluminium cast steel (Alloy 2), the rods obtained during the castability tests were used [10,16]. The measurement of the resistance of these rods was carried out using the four-point direct method in accordance with the diagram presented in Figure 4.



Rys. 4. Schemat elektryczny stanowiska do pomiaru rezystancji metodą czteropunktową
Fig. 4. Electrical diagram of the station for resistance measurement using the four-point method

Badanie prowadzono dla natężenia prądu w zakresie 10–20 A, na specjalnie przygotowanym stanowisku. W badaniach wykorzystano pręty o średnicy 3, 4, 5, 7 i 10 mm, wyznaczając w każdym przypadku zależność rezystywności w funkcji temperatury.

Należy także podkreślić istotne różnice w warunkach prowadzonych badań. W przypadku Stopu 1 pomiar odporności na zmęczenie cieplne musi być prowadzony w warunkach szybko zmieniającej się temperatury. Odpowiednią szybkość nagrzewania (ok. 12°C/s) w przypadku stosowanego stanowiska uzyskuje się poprzez przepływ dużego prądu. W przypadku próbki wykonanej ze Stopu 2 nagrzewanie realizowane było oporowo, a wartość prądu przepływającego przez próbkę była niższa, co powodowało, że nagrzewanie odbywało się znacznie wolniej w porównaniu z poprzednią metodą ($0,06^{\circ}\text{C/s}$).

The test was conducted for the current intensity in the range of 10–20 A, on a specially prepared stand. The rods with diameters of 3, 4, 5, 7 and 10 mm were used to determine in each case the resistivity dependence as a function of temperature.

Significant differences in test conditions should also be emphasised. For Alloy 1, the measurement of resistance to thermal fatigue must be carried out under conditions of rapidly changing temperature. Adequate heating speed (approx. 12°C/s) at the stand used is achieved by the flow of a high current. In the case of the sample made of Alloy 2, the heating was resistive, and the value of current flowing through the sample was lower, which made heating much slower in comparison with the previous method (0.06°C/s).

3. Dyskusja wyników

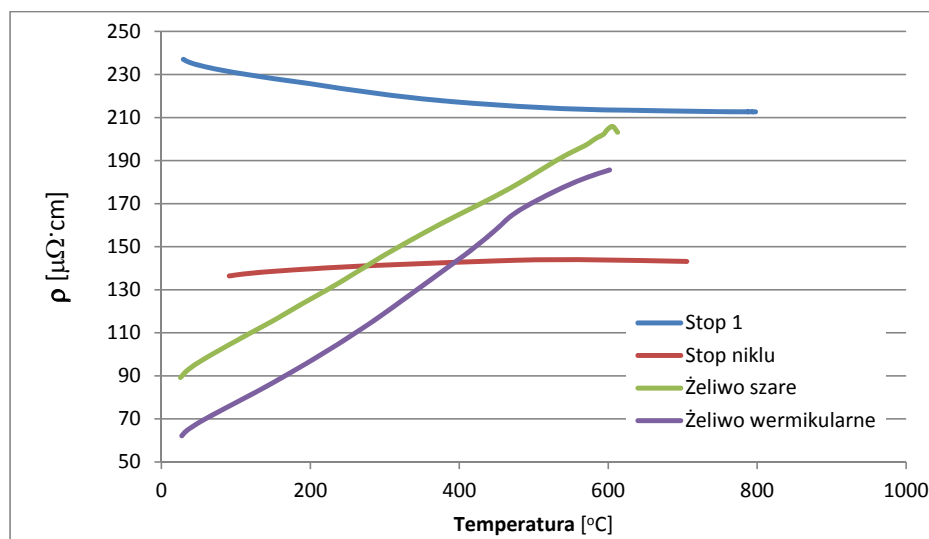
3.1. Wyniki otrzymane podczas badania oporności na zmęczenie cieplne Stopu 1

Przeprowadzone badania pozwoliły stwierdzić, że rezystywność Stopu 1, o składzie chemicznym zgodnym z tabelą 1, w temperaturze otoczenia wynosi $235 \mu\Omega \cdot \text{cm}$. Wyniki badań Stopu 1 zestawiono z wynikami dla żeliwa wermikularnego, szarego i stopu na bazie niklu, które były przeprowadzane na tym samym stanowisku podczas badań własnych. Otrzymane wyniki przedstawiono na rysunku 5. Obrazuje on zmianę rezystywności w funkcji temperatury, dla wszystkich wymienionych powyżej stopów.

3. Discussion of the results

3.1. Results obtained during the heat fatigue resistance test of Alloy 1

The studies carried out led to the conclusion that the resistivity of Alloy 1, with the chemical composition according to Table 1, at ambient temperature is $235 \mu\Omega \cdot \text{cm}$. The results of the tests of Alloy 1 were compared with the results for vermicular cast iron, grey cast iron and nickel-based alloy, which were carried out on the same stand during our own tests. The results obtained are shown in Figure 5. It shows a change in resistivity as a function of temperature for all alloys listed above.



Rys. 5. Rezystywność w funkcji temperatury wybranych stopów: a) Stop 1 (Tabela 1) w zakresie temperatury 25–800°C, b) żeliwo szare w zakresie temperatury 25–700°C, c) stop niklu w zakresie temperatury 100–800°C, d) żeliwo wermikularne w zakresie temperatury 25–700°C [18]

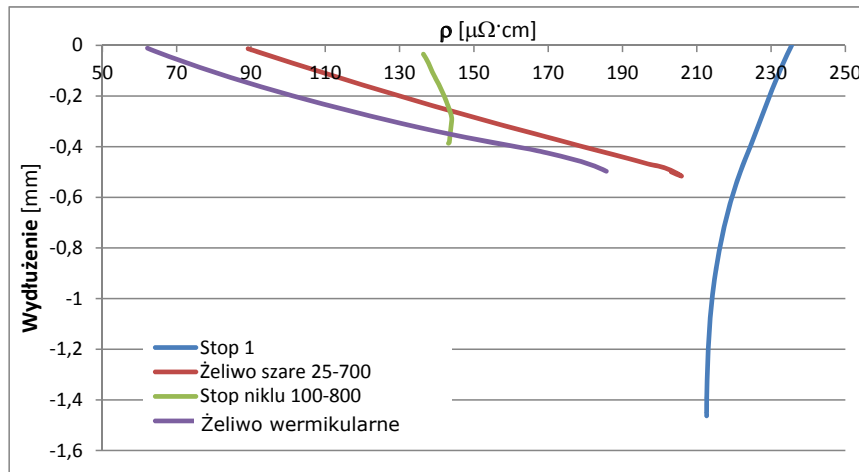
Fig. 5. Resistivity as a function of temperature of selected alloys: a) Alloy 1 (Table 1) in the temperature range 25–800°C, b) nickel alloy in the temperature range 100–800°C, c) grey cast iron in the temperature range 25–700°C, d) vermicular cast iron in the temperature range 25–700°C [18]

Rysunek 6 przedstawia zmianę wydłużenia w funkcji rezystywności, co może być istotne przy analizie możliwości aplikacji tego stopu do danego zastosowania. Na rysunkach 5 i 6 przedstawiono dane uzyskane podczas początkowego cyklu badania oporności na zmęczenie wybranych stopów. Żeliwo szare, wermikularne i stop Fe-Al nie były poddawane żadnym zabiegom obróbki cieplnej, natomiast stop na bazie niklu poddano dwustopniowej obróbce cieplnej [17,18].

Na rysunku 7 przedstawiono zmiany rezystancji w funkcji temperatury dla kolejnych cykli badania oporności na zmęczenie cieplne.

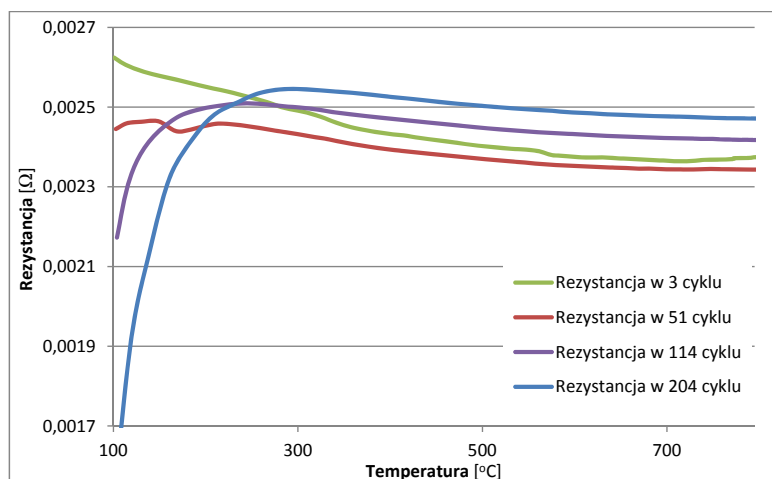
Figure 6 shows the change in elongation as a function of resistivity, which may be important when analysing the possibility of applying this alloy for a given application. Figures 5 and 6 show the data obtained during the initial fatigue life cycle of the selected alloys. Grey cast iron, vermicular cast iron and Fe-Al alloy were not subject to any physical treatment, while the nickel-based alloy was subject to two-stage heat treatment [17,18].

Figure 7 shows the changes in resistance as a function of temperature for the following cycles of the thermal fatigue resistance test.



Rys. 6. Zależność wydłużenia w funkcji rezystywności dla wybranych stopów: a) Stop 1 w zakresie temperatury 25–800°C, b) żeliwo szare w zakresie temperatury 25–700°C, c) stop niklu w zakresie temperatury 100–800°C, d) żeliwo wermikularne w zakresie temperatury 25–700°C (badania własne) [18]

Fig. 6. Elongation dependence in resistivity function for selected alloys: a) Alloy 1 in the temperature range 25–800°C, b) grey cast iron in the temperature range 25–700°C, c) nickel alloy in the temperature range 100–800°C, d) vermicular cast iron in the temperature range 25–700°C (own research) [18]



Rys. 7. Zależność rezystancji w funkcji temperatury dla wybranych cykli podczas badania odporności na zmęczenie Stopu 1

Fig. 7. Resistance as a function of temperature for selected cycles during the resistance to fatigue test of Alloy 1

3.2. Wyniki badań rezystancji Stopu 2

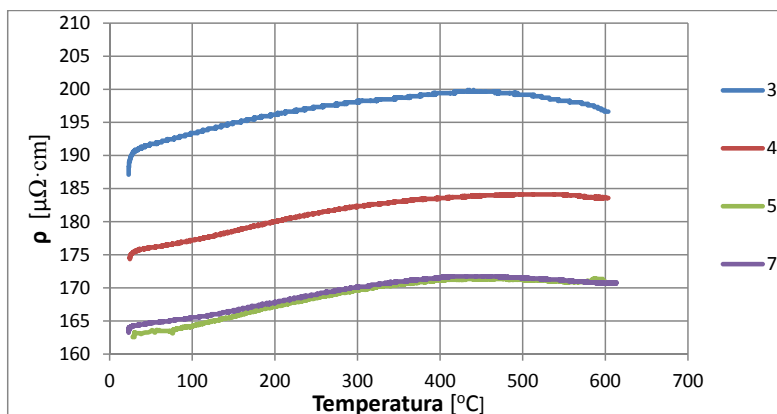
Zależność rezystywności w funkcji temperatury dla różnych średnic odlanych prętów przedstawiono na rysunku 8. Skład chemiczny Stopu 2 przedstawiono w tabeli 1.

W całym zakresie przebadanych temperatur zauważalny jest spadek rezystywności w temperaturze otoczenia wraz ze wzrostem średnicy prętów. W temperaturze ok. 470°C rezystywność przyjmuje wartość maksymalną dla prętów o średnicy 3, 4, 5 i 7 mm, po czym obserwuje się spadek rezystywności.

3.2. Test results for Alloy 2 resistance

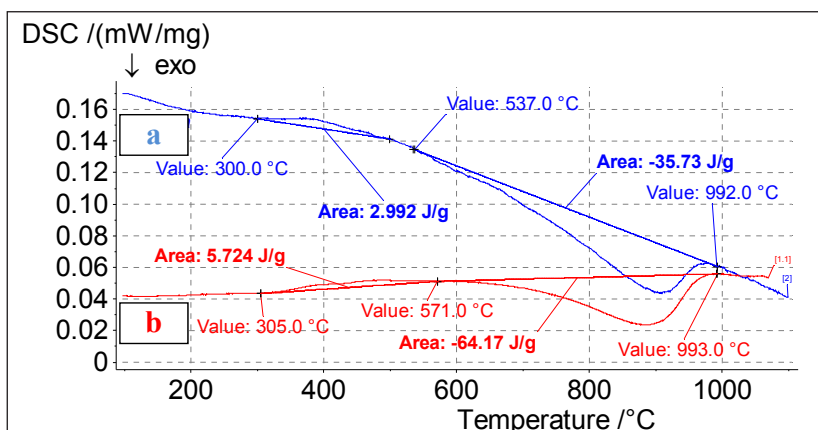
The temperature-resistivity for different diameters of cast rods is shown in Figure 8. The chemical composition of alloy 2 is shown in Table 1.

A decrease in resistivity is noticeable throughout the entire range of temperatures tested at ambient temperature as the diameter of the rods increases. At a temperature of approx. 470°C, the resistivity becomes maximum for 3, 4, 5 and 7 mm diameter rods, after which a decrease in resistivity is observed.

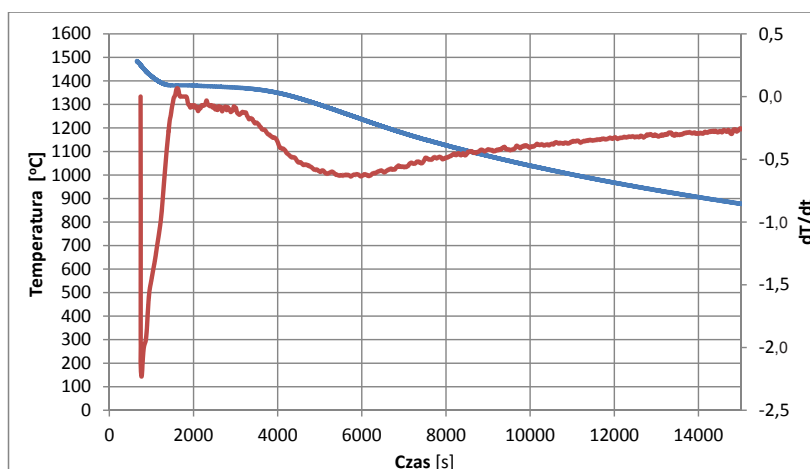


Rys. 8. Rezystywność w funkcji temperatury dla różnych średnic prętów ze Stopu 2 (3 – ϕ 3 mm, 4 – ϕ 4 mm, 5 – ϕ 5 mm, 7 – ϕ 7 mm)

Fig. 8. Resistivity as a function of temperature for different rod diameters of Alloy 2 (3 – ϕ 3 mm, 4 – ϕ 4 mm, 5 – ϕ 5 mm, 7 – ϕ 7 mm)



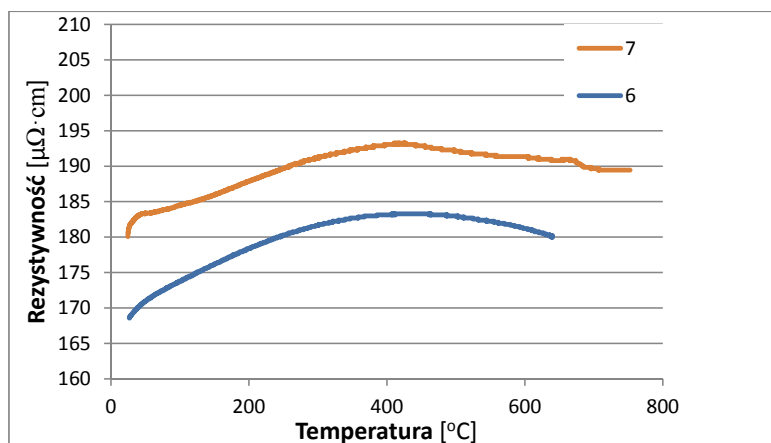
Rys. 9. Wyniki badania kalometrycznego: a) próbka pobrana z odlewu ze Stopu 2 (Tabela 1), krzepnącego zgodnie z wykresem przedstawionym na rysunku 10, b) próbka z odlewu ze Stopu 2 krzepnącego z szybkością ok. $1,1^{\circ}\text{C/s}$
 Fig. 9. Calorimetric test results: a) a sample taken from a casting of Alloy 2 (Table 1), solidifying according to the diagram in Figure 10, b) a sample from a solidifying Alloy 2 casting solidifying at a rate of approx. 1.1°C/s



Rys. 10. Krzywa krystalizacji i stygnięcia oraz krzywa różniczkowa $dT/dt = f(t)$ [16]
 Fig. 10. Crystallisation and cooling curve and differential curve $dT/dt = f(t)$ [16]

Na [rysunku 9](#) przedstawiono wyniki badania kalorymetrycznego próbek ze Stopu 2. Wynika z niego, że dla Stopu 2, poddanemu szybkiemu chłodzeniu, rozpoczęcie przemiany sieci krystalicznej $DO_3 \rightarrow B2$ można umiejscowić w temperaturze 571°C ([rys. 9b](#)), a dla Stopu 2, stygnącego zgodnie z krzywą przedstawioną na [rysunku 10](#), przemiana ta zachodzi w temperaturze 537°C ([rys. 9a](#)), co również zostało potwierdzone w badaniach dylatometrycznych [16].

[Figure 9](#) shows the results of calorimetric test of the samples from Alloy 2. It demonstrates that for Alloy 2, subject to rapid cooling, the start of the transformation of the $DO_3 \rightarrow B2$ crystal lattice can be placed at 571°C ([Fig. 9b](#)), and for Alloy 2, cooling down according to the curve shown in [Figure 10](#), this transformation takes place at 537°C ([Fig. 9a](#)), which was also confirmed by dilatometric tests [16].



Rys. 11. Zależność zmiany rezystywności w funkcji temperatury dla pręta wykonanego ze Stopu 2: poddanego obróbce cieplnej (7); w stanie surowym (6)

Fig. 11. Relationship between the change in resistivity as a function of temperature for a heat-treated (7) and crude (6) Alloy 2 rod

[Rysunek 11](#) przedstawia wyniki badania rezystywności dla Stopu 2. Krzywe na wykresie wykazują podobne zmiany w porównaniu z wykresami na [rysunku 9](#). Wyniki przedstawione na [rysunku 11](#) dotyczą pręta o średnicy 6 mm w stanie lanym oraz pręta o średnicy 7 mm poddanego obróbce cieplnej w temperaturze 500°C przez 2 godziny.

[Figure 11](#) shows the results of the resistivity test for Alloy 2. The curves in the graph show similar changes compared to the graphs in [Figure 9](#). The results shown in [Figure 11](#) refer to a 6 mm diameter rod in a cast state and a rod with a diameter of 7 mm subject to a heat treatment at 500°C for 2 hours.

3.3. Analiza wyników badań

Zestawienie rezystywności różnych stopów z [rysunku 5](#) pozwala zauważyć anomalie w porównaniu do innych stopów, a dokładnie spadek rezystywności wraz ze wzrostem temperatury dla Stopu 1. W przypadku większości metali i ich stopów, a w szczególności dla żeliwa szarego, zauważamy bowiem wzrost rezystywności. Mechanizm powodujący wystąpienie tej anomalii nie został wyjaśniony i wymaga przeprowadzenia dalszych badań. Jednocześnie na [rysunku 7](#) można zauważyć stopniowy zanik spadku rezystancji dla całego zakresu pomiarowego. Krzywa obrazująca zmianę rezystancji w funkcji temperatury dla cyklu 51 wykazuje już cechy pośrednie, natomiast krzywe dla cyklu 114 i 204 przedstawiają wyraźnie wzrost rezystywności do temperatury ok. 320°C , natomiast powyżej tej temperatury zauważamy dla tych krzywych spadek rezystywności.

3.3. Analysis of test results

The comparison of the resistivity of different alloys in [Figure 5](#) shows anomalies in comparison to other alloys, and exactly the decrease in resistivity with the increase in temperature for Alloy 1. In case of most metals and their alloys, and in particular for grey cast iron, we can observe an increase in resistivity. The mechanism causing this anomaly has not been explained and requires further research. At the same time, [Figure 7](#) shows a gradual loss of resistance for the whole measuring range. The curve showing the change of resistance as a temperature function for cycle 51 shows intermediate features, while the curves for cycle 114 and 204 show a clear increase in resistance to the temperature of about 320°C , while above this temperature we notice a decrease in resistivity for these curves. Taking into account the chemical compo-

Biorąc pod uwagę skład chemiczny badanego Stopu 1, można się spodziewać, że w temperaturze otoczenia otrzymano strukturę sieci krystalicznej DO_3 dla tego stopu. Charakter krzywej po 204 cyklach można porównać z krzywą z [rysunku 1b](#) dla zawartości aluminium 30% at. stopu dwuskładnikowego Fe-Al. Można zauważyć, że po przekroczeniu temperatury 400°C następuje spadek rezystywności.

Duże wydłużenie badanego stopu (w szczególności w porównaniu do stopu na bazie niklu) obserwowane na [rysunku 6](#) niesie ze sobą zagrożenie dotyczące (obniżenie) odporności na zmęczenie cieplne. Obserwując powierzchnie próbek, można było zauważyć wzrost warstwy tlenkowej. Po cyklu 5 cała część pomiarowa próbki pokryła się warstwą tlenku.

Wyniki rezystywności w funkcji temperatury przybierają kształt zgodny z kształtem krzywych uzyskanych przez innych badaczy [7]. W temperaturze ok. 400°C uzyskuje się wartość maksymalną rezystywności dla badanego zakresu temperatury. Wartość rezystywności w temperaturze otoczenia jest wyższa ($\sim 170 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) od dwuskładnikowych stopów Fe-Al ($\sim 160 \mu\Omega\cdot\text{cm}$). O ile według danych literaturowych [1] w stopach z fazą FeAl nie zauważa się wpływu parametrów krzepnięcia na rezystywność, to w przypadku stopów z fazą Fe_3Al wpływ tego parametru jest zauważalny, co można potwierdzić obserwując [rysunek 8](#).

Analiza wyników uzyskanych podczas badania kalorymetrycznego DSC (ang. *differential scanning calorimeter*) pozwoliła na określenie natury zjawisk (endotermicznych lub egzotermicznych). Wykres przedstawiony na [rysunku 9](#) dotyczy próbki o składzie chemicznym Stopu 2. W temperaturze 300°C rozpoczyna się trwający do temperatury 500°C proces egzotermiczny, po czym zachodzi przemiana w temperaturze 537°C ([rys. 9a](#)). Mamy do czynienia z dwoma pikami, z których jeden ma charakter egzotermiczny, a drugi – endotermiczny. W przypadku próbki silnie przeschłodzonej ([rys. 9b](#)) położenie poszczególnych pików jest przesunięte w stosunku do próbki A ([rys. 9a](#)), co może być związane z dużą liczbą wakansów, charakterystycznych dla stopów FeAl podanych hartowaniu. Porównując omawiany wykres ([rys. 9](#)) z zarejestrowaną krzywą krystalizacji i stygnięcia ([rys. 10](#)), można stwierdzić, że przemiany fazowe oznaczone za pomocą badania kalorymetrycznego nie są zauważalne na wykresie przedstawionym na [rysunku 10](#).

4. Wnioski

1. Badana próbka staliwa (Stop 1) w temperaturze pokojowej miała rezystywność znacząco wyższą ($220 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) niż rezystywność stopu dwuskładnikowego ($160 \mu\Omega\cdot\text{cm}$).

sition of the examined Alloy 1, it can be expected that at ambient temperature the structure of crystal lattice DO_3 for this alloy will be obtained. The character of the curve after 204 cycles can be compared with curve in [Figure 1b](#) for an aluminium content of 30% at. of a two-component Fe-Al alloy. It can be seen that when the temperature of 400°C is exceeded, the resistivity decreases.

The high elongation of the tested alloy (especially in comparison with a nickel-based alloy) observed in [Figure 6](#) could be considered dangerous in terms of (lowering) heat fatigue resistance. When observing the surface of the sample, an increase in the oxide layer could be observed. After cycle 5, the whole measuring part of the sample was covered with an oxide layer.

Resistivity results as a function of temperature take the shape consistent with the shape of curves obtained by other researchers [7]. At a temperature of about 400°C , the maximum resistivity value is obtained for the investigated temperature range. The resistivity value at ambient temperature is higher ($\sim 170 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) than that of the two-component Fe-Al alloys ($\sim 160 \mu\Omega\cdot\text{cm}$). While, according to literature data [1], in alloys with FeAl phase the influence of freezing parameters on resistivity is not observed, in case of alloys with FeAl phase the influence of this parameter is noticeable, which can be confirmed by observing [Figure 8](#).

The analysis of the results obtained from the DSC calorimetric test determined the nature of the phenomena (endothermic or exothermic). The graph in [Figure 9](#) refers to a sample of chemical composition of Alloy 2. At a temperature of 300°C , an exothermic process begins lasting up to 500°C , followed by a transformation at 537°C ([Fig. 9a](#)). There are two peaks here, one of which is exothermic and the other endothermic. In case of a highly supercooled sample ([Fig. 9b](#)), the position of the individual peaks is shifted in relation to sample A ([Fig. 9a](#)), which may be associated with a large number of vacancies characteristic of FeAl alloys subject to quenching. Comparing the discussed graph ([Fig. 9](#)) with the recorded crystallisation and cooling curve ([Fig. 10](#)), it can be concluded that the phase transitions determined by means of a calorimetric test are not noticeable in the diagram in [Figure 10](#).

4. Conclusions

1. The tested sample of cast steel (Alloy 1) at room temperature had a resistivity significantly higher ($220 \mu\Omega\cdot\text{cm}$) than resistivity of a two-component alloy ($160 \mu\Omega\cdot\text{cm}$).

- Po przeprowadzeniu 204 cykli pomiarowych na powierzchni próbki (Stop 1) zaobserwowano jednolitą warstwę tlenkową.
- W przypadku Stopu 2 charakter uzyskanych krzywych na wykresach (rys. 11 i 8) zgadza się z danymi pozyskanymi w literaturze (rys. 1b).
- W przypadku analizowanego Stopu 2 wpływ warunków krzepnięcia na rezystywność jest zauważalny. Zwiększenie szybkości chłodzenia powoduje zwiększenie rezystywności o około $10 \mu\Omega\cdot\text{cm}$.
- After 204 measurement cycles, a uniform oxide film was observed on the surface of the sample (Alloy 1).
- In case of Alloy 2, the character of the curves obtained in the graphs (Fig. 11 and 8) corresponds to the data obtained in the literature (Fig. 1b).
- In case of the analysed Alloy 2, the influence of solidifying conditions on resistivity is noticeable. Increasing the cooling rate results in increasing the resistivity by about $10 \mu\Omega\cdot\text{cm}$.

Podziękowania

Pracę zrealizowano przy wsparciu finansowym z projektu TANGO2/340100/NCBR/2017.

Acknowledgements

The work was carried out with financial support from the project TANGO2/340100/NCBR/2017.

Literatura/References

- Lilly A.C., S.C. Deevi, Z.P. Gibbs. 1998. „Electrical properties of iron aluminides”. *Materials Science and Engineering: A* 258 (1–2) : 42–49.
- Deevi S.C., V.K. Sikka. 1996. „Nickel and iron aluminides: An overview on properties, processing, and applications”. *Intermetallics* 4 (5) : 357–375.
- Niewielki G., M. Jabłońska. 2007. „Charakterystyka i zastosowania intermetali z układu Fe-Al”. *Inżynieria Materiałowa* 28 (2) : 43–47.
- Bojar Z., W. Przetakiewicz (red.). 2006. *Materiały metalowe z udziałem faz międzymetalicznych*. Warszawa: Wydawnictwo Bel Studio.
- Morris D.G., M.A. Morris-Muñoz. 2000. „The importance of the texture for determining the technical behavior of intermetallics”. *Intermetallics* 8 (9–11) : 997–1003.
- Braunović. 1994. In: J.H. Westbrook, R.L. Fleischer (eds.), *Intermetallics Compounds: Principles and Practice*, Vol. 1, p. 941. New York: John Wiley and Sons.
- McKamey C.G., J.A. Horton. 1989. „The effect of molybdenum addition on properties of iron aluminides”. *Metallurgical Transactions A* 20 (4) : 751–757.
- Kass M., Ch.R. Brooks, D. Falcon. 2002. „The formation of defects in Fe–Al alloys: Electrical resistivity and specific heat measurements”. *Intermetallics* 10 (10) : 951–966.
- Nishino Y. 1998. „Electrical resistance anomaly in Fe₃Al-based alloys”. *Materials Science and Engineering A* 258 : 50–58.
- Marcinkowski M.J., R. Smoluchowski. 1965. „Electrical resistivity of iron-aluminum superlattices near Fe₃Al”. *Journal of Physics and Chemistry Solids* 26 (1) : 185–189.
- Nishino Y., M. Kato, S. Asano, K. Soda, M. Hayasaki, U. Mizutani. 1997. „Semiconductorlike behavior of electrical resistivity in Hausler-type Fe₂Val compound”. *Physical Review Letters* 79 : 1909.
- Mott N.F., H. Jones. 1936. *The Properties of Metals and Alloys*. Oxford: Clarendon Press. Reprinted by Dover Publications, Inc. New York. 1958.

13. Hyde T.A., C.H. Sellers, J.K. Wright, R.N. Wright. 1994. „Electrical resistance analysis of the $D0_3 \leftrightarrow B2$ transition in alloys of Fe_3Al ”. *Scripta Metallurgica et Materialia* 30 (1) : 113–118.
14. Sellers C.H., T.A. Hyde, T.K. O'Brien, R.N. Wright. 1994. „Phase transformations in $Fe_3Al + Ti$ alloys”. *Journal of Physics and Chemistry Solids* 55 (6) : 505–515.
15. Hassemann G., J.H. Schneibel, E.P. George. 2012. „Dependence of the yield stress of Fe_3Al on heat treatment”. *Intermetallics* 21 (1) : 56–61.
16. Jaśkowiec K., W. Uhl. 2014. „Ocena stopnia lejności staliwa aluminiowego / Assessment of aluminium steel casting fluidity”. *Prace Instytutu Odlewnictwa / Transactions of the Foundry Research Institute* 54 (3) : 73–80.
17. Reddy B.V., P. Jena, S.C. Deevi. 2000. „Electronic structure and transport properties of Fe-Al alloys”. *Intermetallics* 8 (9–11) : 1197–1207.
18. Pytel A. 2013. *Nowoczesne tworzywa odporne na zmęczenie cieplne. Część II. Wybrane zagadnienia badawcze*. Kraków: Instytut Odlewnictwa.



Open Access. This article is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution-ShareAlike 3.0 (CC BY-SA 3.0).