

Stanisław Król, Adam Micker, Mieczysław Tokarski

## WPLYW SZYBKOŚCI CHŁODZENIA PODCZAS KRYSZALIZACJI NA PRZEBIEG STARZENIA STOPU AlMg 8,65

### 1. Wprowadzenie

Spośród wielu czynników, objętych wspólnym pojęciem warunków krystalizacji, do najbardziej istotnych należy szybkość chłodzenia. Wpływ jej na strukturę i własności odlewów ze stopów Al-Mg, o wysokiej zawartości magnezu, był przedmiotem wielu prac badawczych. Natomiast w nielicznych tylko pracach ujęto zagadnienie wpływu szybkości chłodzenia podczas krystalizacji na przebieg starzenia wysokomagnezowych stopów aluminium z magnezem [1-6]. Oczywiście to ostatnie zagadnienie może być rozpatrywane jedynie po przyjęciu hipotezy, że jest możliwe ustalenie szybkości chłodzenia odlewów ze stopów Al-Mg, zapewniającej stopień przesyconia roztworu stałego porównywalny ze stopniem przesyconia uzyskiwanym w klasycznym przesyconiu [7-8].

Dla udowodnienia powyższej hipotezy przeprowadzono badania nad wpływem szybkości chłodzenia podczas krystalizacji stopu AlMg 8,65 na przebieg starzenia samorzutnego oraz przyspieszonego.

### 2. Badania własne

Stop do badań wytopiono z aluminium A00 i z magnezu hutniczego Mg1. Aluminium A00 topiono w tyglu "Salamander", stosując temperaturę topnienia  $680^{\circ}\text{C}$ , a następnie wprowadzono magnez zawinięty w folię aluminiową. Tę ostatnią zanurzano całkowicie w kąpielu aluminiowej za pomocą pręta grafitowego, aż do całkowitego rozpuszczenia magnezu. Kąpiel metalową pokrywano topnikiem o składzie 45% NaCl + 45% KCl +

+ 10% NaF. Odtlenianie przeprowadzano za pomocą heksachloroetanu. Próbki badanego stopu odlewano z temperatury 650°C do form metalowych, cylindrycznych, o średnicy wewnętrznej 25 mm i o grubości ścianki 15 mm, pokrytych wewnątrz proszkiem grafitowym. Odlewanie przeprowadzono w trzech wariantach:

- do formy nagrzanej do temperatury 500°C, uzyskując szybkość chłodzenia  $v_1$ , równą 7,2°C/min;
- do formy o temperaturze pokojowej, otrzymując szybkość chłodzenia  $v_2$ , równą 14,4°C/min;
- formy zanurzonej w wodzie o temperaturze pokojowej, uzyskując szybkość chłodzenia  $v_3$ , równą 216,6°C/min.

Badany stop AlMg 8,65 zawierał: 8,65% Mg, 0,18% Fe, 0,24% Cu, 0,12% Si, 0,001% Be, 0,001% Cr, 0,001% V, resztę Al [9].

Obróbkę cieplną odlanych próbek stopu AlMg 8,65 przeprowadzono w dwóch wariantach. Wariant pierwszy polegał na poddaniu próbek, bez wyżarzania homogenizującego, starzeniu samorzutnemu do 150 dni oraz starzeniu przyspieszonemu w temperaturze 200°C przez 24 godziny. Wariant drugi obejmował homogenizację odlanych próbek w temperaturze 440 ± 5°C przez 22 godziny, oziębienie w wodzie z lodem oraz w wodzie o temperaturze 80°C, a także starzenie samorzutne i przyspieszone z zastosowaniem parametrów, jak w wariantcie pierwszym.

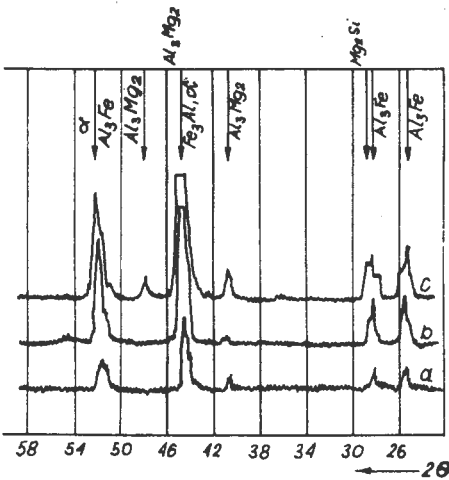
### 2.1. Przebieg i wyniki badań

Dla określenia wpływu szybkości chłodzenia podczas krystalizacji na przebieg starzenia stopu AlMg 8,65 przeprowadzono badania rentgenograficzne, dylatometryczne, badania za pomocą termicznej analizy różnicowej oraz pomiary twardości.

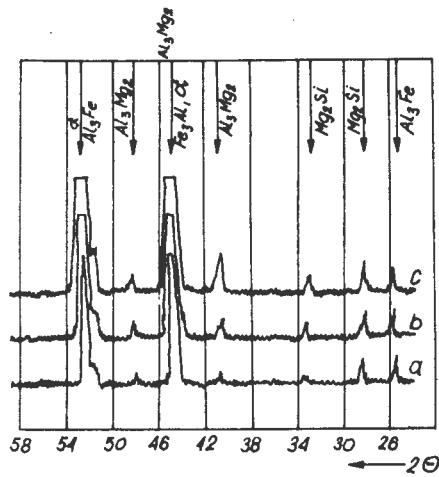
Badania rentgenograficzne - przeprowadzono za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego DRON-2, stosując odfiltrowane promieniowanie  $\text{CoK}_\alpha$ . W wyniku tych badań w próbkach stopu AlMg 8,65, chłodzonych podczas krystalizacji z szybkością 216,6°C/min, stwierdzono istnienie roztworu stałego  $\alpha$  oraz faz  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  i  $\text{Al}_3\text{Fe}$  (rys. 1a).

Intensywność refleksów pochodzących od faz  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  i  $\text{Mg}_2\text{Si}$  zmienia się zarówno w próbkach poddanych starzeniu samorzutnemu, jak też

starzeniu przyspieszonemu (rys. 1b i c). W stopie badanym obrobionym według wariantu drugiego po przesycaeniu w wodzie zimnej występują oprócz roztworu stałego  $\alpha$  także fazy  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  i  $\text{Al}_3\text{Fe}$  (rys. 2a). Te same fazy występują zarówno po starzeniu samorzutnym (rys. 2b), jak i po starzeniu przyspieszonym (rys. 2c).



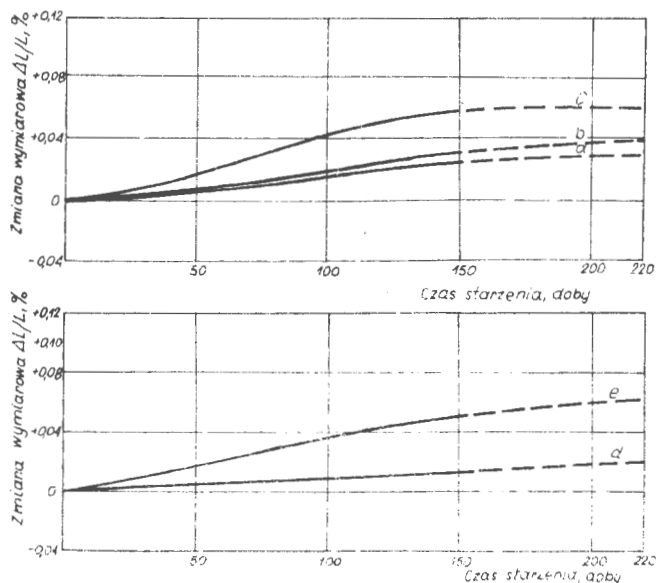
Rys. 1. Dyfraktogramy stopu  $\text{AlMg}_{8,65}$  po odnaniu z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji  $216,6^\circ\text{C}/\text{min}$ : a - z szybkością  $216,6^\circ\text{C}/\text{min}$  i starzeniu, b - z szybkością  $216,6^\circ\text{C}/\text{min}$  i starzeniu samorzutnym, c - z szybkością  $216,6^\circ\text{C}/\text{min}$  i starzeniu w  $200^\circ\text{C}$  przez 9 h



Rys. 2. Dyfraktogramy stopu  $\text{AlMg}_{8,65}$  po: a - przesycaeniu w wodzie zimnej, b - przesycaeniu i starzeniu samorzutnym do 150 dni, c - przesycaeniu i starzeniu w  $200^\circ\text{C}$  przez 9 h

Badania dylatometryczne - przeprowadzono za pomocą dylatometru różnicowego firmy Sadamel z zapisem świetlnym, stosując głowicę Mikro i przystawkę izotermiczną o posuwie 150 mm/168 godzin.

Badania dylatometryczne próbek chłodzonych podczas krystalizacji z szybkościami  $7,2^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $14,4^\circ\text{C}/\text{min}$  oraz  $216,6^\circ\text{C}/\text{min}$  i starzonych samorzutnie wykazały stały, powolny wzrost wymiarów liniowych (rys. 3a-c). Zmiany wymiarów liniowych były tym większe, im większa była szybkość chłodzenia. Podobnie zmiany wymiarów liniowych występują podczas starzenia samorzutnego próbek chłodzonych podczas krystaliza-



Rys. 3. Zmiana wymiarów liniowych próbek starzonych samorzutnie po odłaniu z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji: a -  $7,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , b -  $14,4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , c -  $216,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  oraz po przesycańiu: d - w wodzie zimnej, e - w wodzie gorącej

cji z szybkością  $216,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  a następnie przesyconych w wodzie zimnej i gorącej (rys. 3 - krzywe d i e.). Zwiększanie wymiarów liniowych próbek przesyconych w wodzie zimnej jest jednak szybsze niż w wodzie gorącej.

Z porównania zmian wymiarów liniowych towarzyszących starzeniu samorzutnemu próbek chłodzonych podczas krystalizacji z szybkością  $216,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$  oraz próbek przesyconych w wodzie zimnej wynika, że wartości tych zmian po upływie 150 dni starzenia są bardzo zbliżone (rys.3, krzywe c i e.).

Badania za pomocą termicznej analizy różnicowej - przeprowadzono za pomocą mikrokalorymetru typu 1.-62 firmy Linseis, stosując termoparę Pt-PtRh, szybkość przesuwu taśmy 5 mm/min oraz skok pisaka 2,5 mm. Próbkę były umieszczone w pojemniku platynowym. Próbkę bierną stanowiło aluminium 99,95% Al.

Badania przeprowadzono na próbkach stopu AlMg8,65 chłodzonych podczas krystalizacji z szybkością  $7,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,  $14,4^{\circ}\text{C}/\text{min}$  oraz

216,6°C/min i starzonych w temperaturze 200°C przez 24 godziny. Badania te przeprowadzono także dla próbek przesyconych w zimnej i gorącej wodzie oraz starzonych w temperaturze 200°C przez 24 godziny (rys. 4). Próbki te były uprzednio odlane z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji 216,6°C/min.

Przebieg jakościowych krzywych DTA charakteryzuje:

- dla próbek odlanych z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji 7,2°C/min i starzonych w temperaturze 200°C przez 24 godziny występowanie

- slabych pików egzotermicznych po ok. 2,5 i 9 godzinach starzenia (rys. 4, krzywa 1);

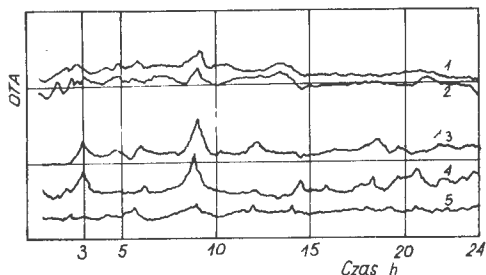
- dla próbek odlanych z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji 14,4°C/min i starzonych (jak wyżej) występowanie

- nieco wyraźniejszych aniżeli uprzednio kilku pików egzotermicznych po około 1,5; 2; 3; 5 i 9 godzinach starzenia (rys. 4, krzywa 2). W zasadzie przebieg krzywych DTA dla próbek odlanych z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji 7,2°C/min oraz 14,4°C/min jest zbliżony.

- dla próbek odlanych z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji 216,6°C/min i starzonych w temperaturze 200°C przez 24 godziny występowanie dwóch słabych pików egzotermicznych po 3 i 6 godzinach oraz silnego pika egzotermicznego po około 9 godzinach. Po około 20 godzinach obserwuje się rozmyty pik endotermiczny (rys. 4, krzywa 3).

Przebieg jakościowych krzywych DTA, próbek obrobionych cieplnie według drugiego wariantu cechuje:

- dla próbek przesyconych w wodzie zimnej liczne, słabsze i silniejsze piki egzotermiczne. Szczególnie wyraźne piki występują po 3 i 9 godzinach starzenia w temperaturze 200°C (rys. 4, krzywa 4). Przebieg krzywych 3 i 4 jest zbliżony;



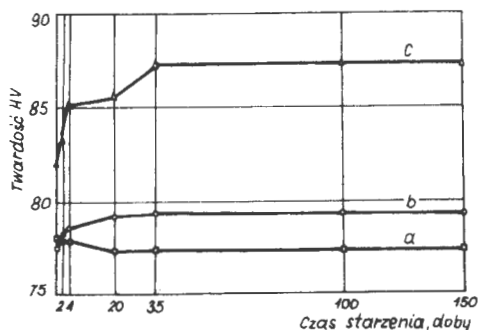
Rys. 4. Przebieg jakościowych krzywych DTA stopu AlMg<sub>8,65</sub> starzonego w 200°C przez 24 h po odlaniu z szybkością: 1 - 7,2°C/min, 2 - 14,4°C/min, 3 - 216,6°C/min oraz po przesycaeniu: 4 - w wodzie zimnej, 5 - w wodzie gorącej

- dla próbek przesyconych w wodzie gorącej i starzonych w temperaturze  $200^{\circ}\text{C}$  przez 24 godziny występowanie drobnych pików egzotermicznych po około 6, 9 i 13,5 godzinach starzenia (rys. 4, krzywa 5).

Pomiary twardości - wykonano metodą Vickersa na twardościomierzu HPO-250 przy obciążeniu 98 N i czasie działania obciążenia 30 s.

Wyniki pomiarów opracowano statystycznie, wyznaczając średnie odchylenie standardowe i przedział ufności na poziomie istotności  $\alpha = 0,05$ .

Wyniki pomiarów twardości próbek obrobionych cieplnie według wariantu pierwszego, to jest bez ich homogenizacji, przedstawiono na rys. 5-6.



Rys. 5. Zmiana twardości HV stopu AlMg8,65 starzonego samorzutnie po odlaniu z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji: a -  $7,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , b -  $14,4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , c -  $216,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$

Zmianę twardości HV próbek stopu AlMg8,65, odlanych z trzema różnymi szybkościami chłodzenia podczas krystalizacji i starzonych samorzutnie do 150 dni, pokazano na rys. 5.

W trakcie starzenia samorzutnego nie występują praktycznie zmiany twardości HV próbek badanego stopu, odlanych z szybkościami chłodzenia podczas krystalizacji  $7,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  oraz  $14,4^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (rys. 5, krzywa a i b).

Nieznaczny wzrost twardości HV do około 35 dni starzenia samorzutnego obserwuje się dla próbek, odlanych z szybkością  $216,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Od około 35 dni do 150 dni starzenia samorzutnego twardość HV nie ulega zmianie (rys. 5, krzywa c).

Bardziej wyraźne zmiany twardości HV obserwuje się dla próbek, odlanych z szybkościami chłodzenia podczas krystalizacji  $7,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,  $14,4^{\circ}\text{C}/\text{min}$  i  $216,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , nie poddanych homogenizacji i starzonych w temperaturze  $200^{\circ}\text{C}$  przez 24 godziny (rys. 6).

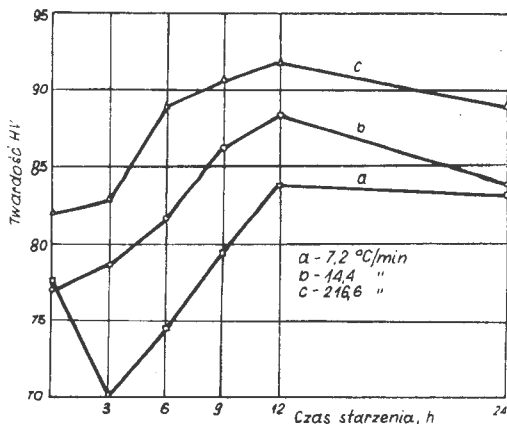
W próbkach odlanych z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji

7,2°C/min i starzonych w temperaturze 200°C obserwuje się po około 3 godzinach wyraźne minimum, następnie wzrost twardości HV do około 12 godzin i nieznaczny jej spadek do około 24 godzin (rys. 6, krzywa a).

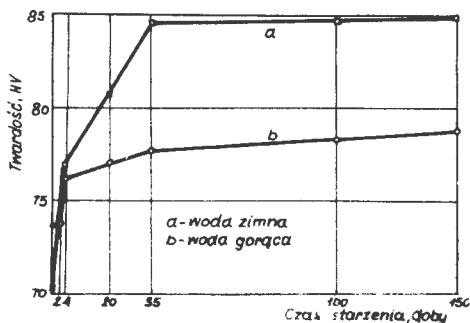
Wspomnianego minimum nie obserwuje się na krzywych zmian twardości HV w próbkach odlanych z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji 14,4°C/min oraz 216,6°C/min. Krzywe te mają maksimum twardości HV po około 12 godzinach starzenia, z następnym wyraźnym spadkiem twardości do około 24 godzin (rys. 6, krzywa b i c).

Zmiany twardości HV próbek stopu AlMg8,65, obrabionych cieplnie według wariantu drugiego i starzonych samorzutnie do 150 dni, charakteryzuje wyraźny wzrost twardości HV do 35 dni i prawie stałą jej wartość do 150 dni starzenia

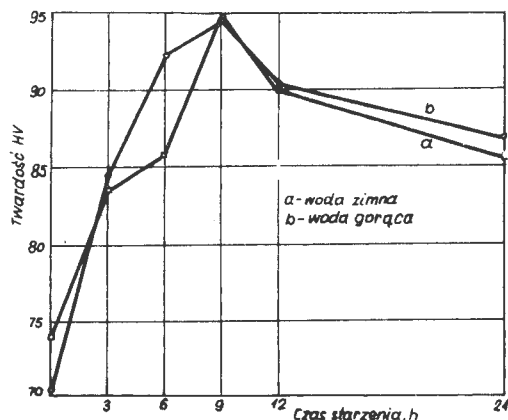
samorzutnego. Przy czym wzrost twardości HV jest większy dla próbek przesyconych w wodzie zimnej aniżeli w wodzie gorącej (rys. 7, krzywa a i b). Po przesyconiu w wodzie zimnej i starzeniu w temperaturze 200°C przez 24 godziny obserwuje się znaczny wzrost twardości HV do około 9 godzin, z następnym początkowo szybkim jej spadkiem do około 12 godzin i powolnym do około 24 godzin starzenia (rys. 8, krzywa a).



Rys. 6. Zmiana twardości HV stopu AlMg8,65 starzonego w 200°C po odlaniu z szybkością: a - 7,2°C/min, b - 14,4°C/min



Rys. 7. Zmiana twardości HV stopu AlMg8,65 starzonego samorzutnie po przesyconiu: a - w wodzie zimnej, b - w wodzie gorącej.



Rys. 8. Zmiana twardości HV stopu AlMg<sub>8,65</sub> starzonego w 200°C po przesycaaniu: a - w wodzie zimnej, b - w wodzie gorącej

W próbkach przesyconych w wodzie gorącej i starzonych w 200°C przez 24 godziny obserwuje się bardzo zbliżony do poprzedniego przebieg zmian twardości HV (rys. 8, krzywa b).

### 3. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań oraz analizy częściowo danych literaturowych można przedstawić następujące wnioski:

- szybkość chłodzenia odlewów 216,6°C/min można uznać za porównywalną z szybkością przesycaania próbek, poddanych uprzedniej homogenizacji;

- wpływ tej szybkości zaznacza się wyraźnie na przebiegu starzenia przyspieszonego w temperaturze 200°C przez 24 godziny;

- szybkość chłodzenia podczas krystalizacji rzędu 200°C/min powoduje częściowe przesycaenie stopu AlMg<sub>8,65</sub>. Prawdopodobnie wzrost szybkości powinien zwiększyć stopień przesycaenia badanego stopu;

- fazą utwardzającą jest w obu wariantach obróbki cieplnej stopu AlMg<sub>8,65</sub> faza Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> i Mg<sub>2</sub>Si;

- przebieg zmian wymiarowych próbek starzonych samorzutnie, uprzednio nie homogenizowanych i homogenizowanych, jest bardzo podobny; wartości tych zmian są także bardzo zbliżone;



- przebieg jakościowych krzywych DTA próbek stopu AlMg<sub>8,65</sub> starzonych w temperaturze 200°C przez 24 godziny, uprzednio nie homogenizowanych i homogenizowanych, jest bardzo zbliżony. Szczególnie odnosi się do próbek odlanych z szybkością chłodzenia podczas krystalizacji 216,6°C/min oraz przesyconych w wodzie zimnej i gorącej.

Możliwość uniknięcia stosowania w praktyce wyżarzania homogenizującego odlewów ze stopów AlMg<sub>8,65</sub> dałoby duże korzyści ekonomiczne. W tym celu należałoby przeprowadzić dalsze badania nad wpływem większych od 216,6°C/min szybkości chłodzenia podczas krystalizacji, możliwych w praktyce, na własności wysokomagnezowych stopów Al-Mg.

#### Literatura

- [1] J.F. Kolobniew: *Tiermicheskaja obrabotka aluminjewich splawow*, Wyd. II, *Mietallurgia*, Moskwa 1966.
- [2] M. van Lancker: *Metallurgy of Aluminium Alloys*, Clarendon Press, London 1967.
- [3] S. Misra, K.J. Vasu: *Indian Journal of Technology*, 9 (1971) 10.372-379.
- [4] T. Morinaga, T. Takawashi, Y. Kojima: *Aluminium*, 48 (1972) 540-544.
- [5] A. Orlova, J. Čadek: *Z.f. Metallkunde*, 25 (1977) 815-821.
- [6] Y. Ishida, M. Mori, F. Iida: *Acta Metallurgica*, 25 (1977) 825-831.
- [7] J.J. Nowikow: *Diagrammy izotermicznego raspada rastwora w aluminjewich splawach*. *Mietallurgia*, Moskwa 1973.
- [8] A.W. Dobromysłow, L.J. Kajgorodowa: *Fizika mietallow i mietallow-wiedienije*, 43 (1977) 1228-1234.
- [9] Praca zbiorowa: *Określenie wpływu warunków krystalizacji pierwotnej i wtórnej na przebieg rozpadu przechłodzonego roztworu stałego magnezu w aluminium*, MPBP nr 20. Etap I. Gliwice 1981; nie publikowana.