

ZESZYTY STUDENCKICH KÓŁ NAUKOWYCH

Analiza wpływu czasu starzenia na strukturę i twardość stopu AlSi6Cu4

M. Karasiewicz^a, K. Paczka^a, W. Witoszek^a, P. Snopiński^b, T. Tański^b

^a Studenci Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
email: tomasz.tanski@polsl.pl

Streszczenie: Celem pracy było wykonanie analizy wpływu czasu obróbki cieplnej na strukturę i twardość stopu AlSi6Cu4. W początkowym etapie badań wykonano proces obróbki cieplnej – przesycanie oraz sztuczne starzenie. Przesycanie wykonano z temperatury 515 °C w czasie 4 godzin, następnie próbki chłodzono w wodzie. Zabieg sztucznego starzenia wykonano w temperaturze 170°C w czasie 1, 2 oraz 4 godzin. W kolejnym etapie badań wykonano analizę metalograficzną zglądów z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego i skaningowego. Badania te pozwoliły na określenie wpływu parametrów obróbki cieplnej na strukturę stopu. W ostatnim etapie zweryfikowano poprawność wykonania obróbki cieplnej za pomocą pomiarów twardości metodą Vickersa.

1. WSTĘP

Czyste aluminium charakteryzuje się niskimi własnościami wytrzymałościowymi, natomiast dzięki wprowadzeniu dodatków stopowych do roztworu stałego Al oraz zastosowaniu odpowiednich metod odlewania mogą one zostać zwiększone nawet kilkukrotnie. Do najbardziej rozpowszechnionych stopów aluminium zalicza się stopy Al-Si zwane również siluminami. Obok krzemu stopy te mogą zawierać dodatki miedzi, cynku, magnezu, niklu i manganu. Zawartość miedzi w siluminach może wynosić 0,5-5%, cynku 5-12%, magnezu 0,2-1,5%, niklu 0,5-3% i manganu 0,2-0,5%. Siluminy o zawartości miedzi ~ 2% nazywane są miedziowymi, o zawartości cynku ~ 5% - siluminami cynkowymi. Stopy Al-Si charakteryzują się dobrymi własnościami mechanicznymi, małą gęstością, dobrym przewodnictwem cieplnym i elektrycznym, wykazują również dobre własności odlewnicze - dobrą lejność, mały skurcz, dobrą obrabialność oraz wysoką odporność na korozję. Zastosowanie stopów Al-Si ma miejsce głównie w przemyśle maszynowym - motoryzacja, gospodarstwo domowe, lotnictwo, przemysł precyzyjno-optyczny. Niektóre z siluminów odznaczają się dość specyficznymi cechami, co umożliwia zastosowanie ich do pracy w podwyższonej temperaturze - tłoki i głowice silników spalinowych. Klasyfikację siluminów można wykonać ze względu na zawartość krzemu lub zastosowania przemysłowe dla różnych wrobów. Według wykresu równowagi układu Al-Si siluminy można sklasyfikować na:

podeutektyczne zawierające 4-10% Si, okołoeutektyczne o zawartości 10-13% Si i nadeutektyczne z zawartością 17-26% Si. Siluminy mogą zawierać również wyżej wymienione dodatki stopowe oraz różne zanieczyszczenia. Poszczególne dodatki stopowe wywierają różny wpływ na właściwości siluminów. Miedź przez umocnienie fazy α (Al) podwyższa wytrzymałość na rozciąganie, zwiększa twardość, polepsza skrawalność i odporność na obciążenia cieplne. Zmniejsza wydłużenie i pogarsza odporność na korozję. Cynk, podobnie jak miedź, podwyższa znacznie wytrzymałość na rozciąganie i twardość, polepsza skrawalność, zmniejsza wydłużenie i może pogorszyć nieco odporność na korozję. W małych ilościach (0,05-2%) cynk jest zanieczyszczeniem, natomiast w większych ilościach (>5%) jest składnikiem stopowym. Magnez powoduje powstawanie w stopie związku z krzemem Mg_2Si (faza Lavesa), który posiada zmienną rozpuszczalność w roztworze stałym $\alpha(Al)$, co umożliwia obróbkę cieplną odlewów siluminowych. Obróbka cieplna (przesycanie i starzenie) powoduje znaczne zwiększenie ich twardości, granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie. Nikiel, bardziej niż miedź, pozwala zapobiec pogorszeniu właściwości mechanicznych w podwyższonej temperaturze. Mangan neutralizuje szkodliwy wpływ żelaza na właściwości mechaniczne, przez zmianę morfologii wydzielonych kruchych faz zawierających żelazo. Niekorzystna forma faz zawierających żelazo w postaci długich igieł, zmienia się w formy drobnych zwartych kryształów, które w mniejszym stopniu obniżają właściwości mechaniczne. Krzem, który jest podstawowym składnikiem stopowym siluminów, wywiera zasadniczy wpływ na ich dobre właściwości odlewnicze, które są najlepsze dla zawartości krzemu zbliżonej do eutektycznej. Wraz ze wzrostem zawartości krzemu zmniejsza się wartość współczynnika rozszerzalności cieplnej siluminów. Ma to szczególnie duże znaczenie gdy siluminy wysokokrzemowe stosowane są na części użytkowane pracujące w podwyższonej temperaturze, gdzie muszą być spełnione wymagania dotyczące dopuszczalnych zmian wymiarowych pod wpływem zmian temperatury (tłoki silnikowe). Zanieczyszczenia siluminów to: żelazo, cyna, ołów i cynk, przyczym ten ostatni składnik, jak wspomniano wyżej, w ilości > 5% może być także składnikiem stopowym[10].

Siluminy tak jak kilka innych stopów aluminium można poddać procesowi obróbki cieplnej czyli procesowi utwardzania wydzieleniowego w celu poprawienia ich właściwości wytrzymałościowych [1,2,8].

Proces utwardzania wydzieleniowego składa się z dwóch etapów przesycaniu po którym następuje ochłodzenie stopu oraz starzeniu, które w zależności od składu chemicznego stopu można wykonać w temperaturze pokojowej bądź podwyższonej. Materiały poddane takiej obróbce zmieniają swoją strukturę oraz właściwości mechaniczne. Końcowe właściwości zależą przede wszystkim od składu chemicznego stopu, temperatury i czasu obróbki cieplnej. W zależności od dobranych parametrów procesu mogą powstać wydzielenia o różnej wielkości i strukturze[4,9].

W pracy wykorzystano stop $AlSi6Cu4$, w którym umocnienie jest wynikiem wydzielenia się fazy $\beta-Al_2Cu$. Jest to faza Lavesa, (której wzór określany jest jako A_2B), będąca wynikiem działania podwyższonej temperatury. W trakcie obróbki cieplnej, badany stop będzie dążył do osiągnięcia stanu równowagi faz, wydzielając nadmiar rozpuszczonej miedzi, które przybierają formę dyspersyjnych cząstek bogatych w miedź. Wydzielenia powstają w trakcie wykonywania zabiegu starzenia, który jest elementem obróbki cieplnej stopów Al – co jest celem powyższej pracy.

2. MATERIAŁ

Jako materiał do badań wykorzystano odlewniczy stop aluminium AlSi6Cu4, określany przez producenta jako AK64 o składzie chemicznym podanym w tablicy 1.

Tablica 1. Zawartość pierwiastków stopowych w materiale AlSi₆Cu₄

Table 1. Chemical composition of AlSi₆Cu₄

AK64							
Skład chemiczny	Si	Cu	Mg	Mn	Fe	Zn	Ti
Zawartość procentowa [%]	6,49	3,86	0,27	0,45	0,48	0,70	0,14

3. METODYKA BADAŃ

Przesycanie materiału AK64 zostało wykonane w czasie czterech godzin z temperatury 515°C z chłodzeniem w wodzie o temperaturze pokojowej. Następnie próbki poddano zabiegowi sztucznego starzenia w temperaturze 170 °C. Pierwszą próbkę starzono przez 1 godzinę (próbka P1), próbkę drugą (P2) przez 2 godziny, natomiast ostatnia próbka (P3) została poddana starzeniu w czasie 4 godzin. W kolejnym etapie wykonano zglądy metalograficzne. Preparatyka metalograficzna obejmowała szlifowanie, przy użyciu papierów ściernych o gradacji 500, 800, 1200 po czym próbki polerowano z wykorzystaniem zawieszin diamentowych. Powierzchnie zglądów zostały podzielone na dwie równe części, które następnie wytrawiono w dwóch różnych odczynnikach. Pierwszym zastosowanym odczynnikiem – do trawienia elektrolitycznego był odczynnik Barkera (195 ml wody, 5 ml HBF₄), natomiast drugim odczynnikiem trawiącym był odczynnik Zeerledera (100 ml wody destylowanej, 10 g FeCl₃, 0,5 ml HF (40%)).

Weryfikację poprawności wykonania obróbki cieplnej przeprowadzono na podstawie pomiarów twardości wykorzystując mikrotwardościomierz Vickersa typu FM700, posiadającego zintegrowany system komputerowy Smart Hardness. Dla każdej próbki wykonano 6 pomiarów, które zestawiono w tablicy 2.

Badanie struktury wykonano przy użyciu wysokorozdzielczego skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM), z wykorzystaniem detektora EDS pozwoliło uzyskać obraz rozmieszczenia pierwiastków chemicznych w strukturze na zadanym mikroobszarze.

4. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

4.1. Badanie twardości

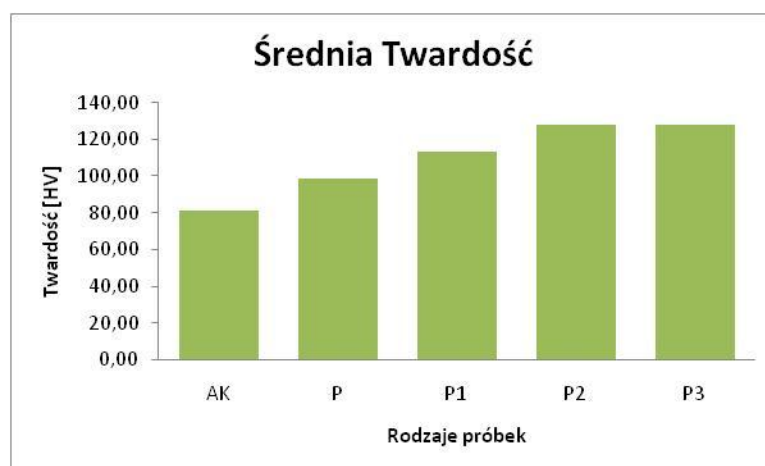
Na podstawie wyników pomiarów twardości zamieszczonych na rysunku 1 oraz w tablicy 2 można stwierdzić, iż zabieg obróbki cieplnej został wykonany prawidłowo. Już po pierwszej godzinie sztucznego starzenia można zaobserwować wzrost twardości o 37% w stosunku do twardości materiału w stanie przesyconym. Po dwóch godzinach starzenia materiał uzyskuje najwyższą twardość względem pozostałych próbek. Wzrost ten najprawdopodobniej związany jest z wydzielaniem się koherentnych wydzieleni fazy Al₂Cu –

co potwierdzają liczne badania zamieszczone w literaturze [5-7]. Po czterech godzinach sztucznego starzenia widoczny jest niewielki spadek twardości, który może być związany z efektem przestarzenia stopu – wydzielenia fazy Al_2Cu tracą swoją koherencję, następuje ich rozrost przez co maleją również własności mechaniczne materiału.

Tablica 2. Wyniki pomiarów twardości materiału AK64. (AK- próbka odlana, P - próbka przesycona 4h, P1 - próbka przesycona i starzona 1h, P2 - próbka przesycona i starzona 2h, P3 - próbka przesycona i starzona 4h)

Table 2. Results of the hardness measure of AK64. (AK – casted probe, P – solution heat treated probe for 4h, P1 – solution heat treated and aged probe for 2h, P3 – solution heat treated and aged probe for 4h)

Rodzaj próbki	AK	P	P1	P2	P3
Wyniki pomiarów [HV]	84	112	113	123	116
	81	97	115	110	139
	82	97	119	132	123
	79	90	112	138	139
	81	100	113	135	127
	80	98	110	129	126
Średnia [HV]	81	99	114	127	128



Rysunek 1. Średnia twardość wszystkich badanych próbek AK64. (AK- próbka odlana, P - próbka przesycona 4h, P1 - próbka przesycona i starzona 1h, P2 - próbka przesycona i starzona 2h, P3 - próbka przesycona i starzona 4h)

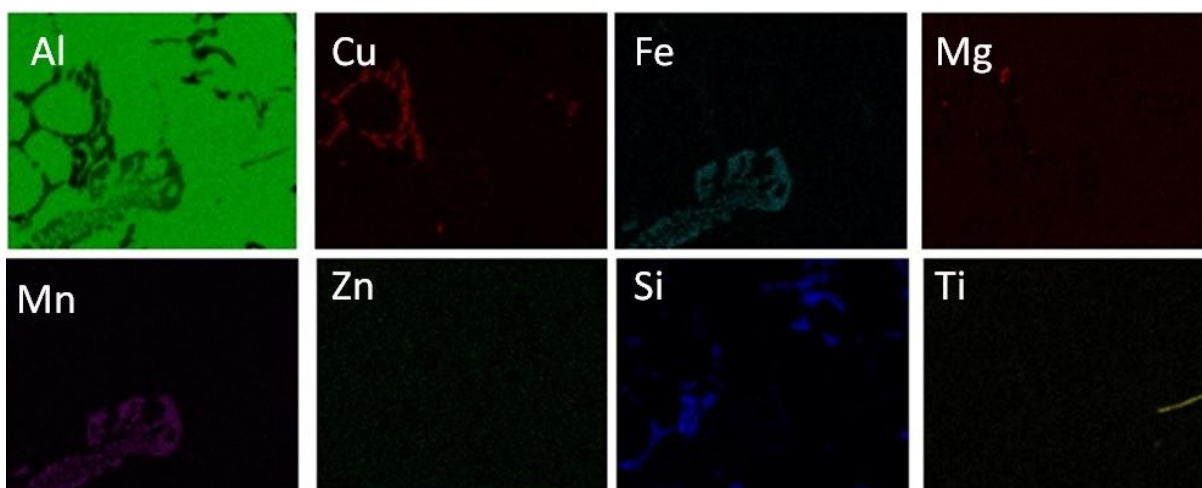
Figure 1. Average hardness of each analyzed probes of AK64. (AK – casted probe, P – solution heat treated probe for 4h, P1 – solution heat treated and aged probe for 2h, P3 – solution heat treated and aged probe for 4h)

Największy wzrost twardości względem próbki wzorcowej (AK) uzyskano dla próbki P3, poddana 4 godzinnemu przesycaaniu oraz starzeniu przez 4 godziny. Twardość ta wynosi 128

HV i jest o 37% większa od twardości próbki AK. Próbki P2 i P3 wykazują porównywalną średnią twardość wynoszącą kolejno 127 i 128 HV.

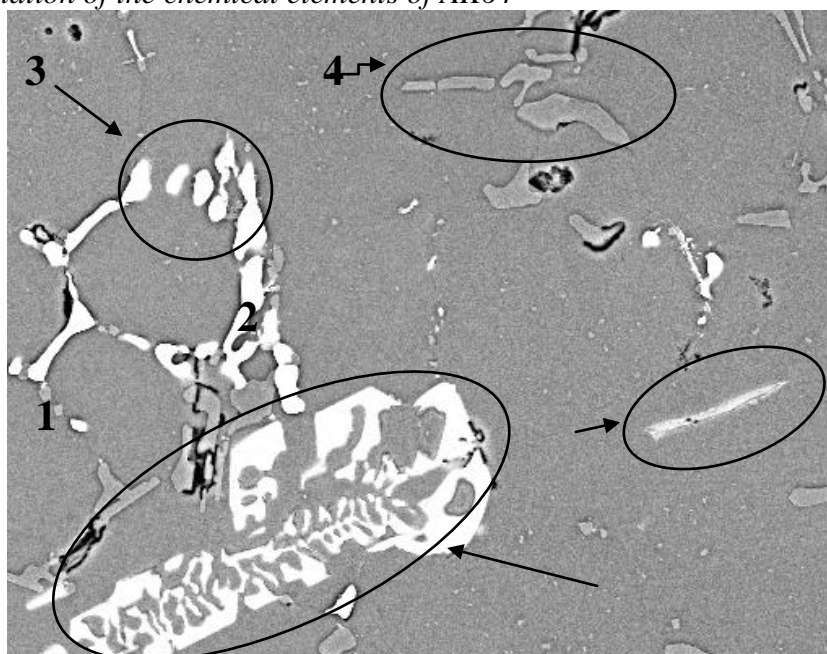
4.2. Badanie rozmieszczenia pierwiastków w stopie AK64

Wykonanie badania rozkładu powierzchniowego pierwiastków i ilościowej mikroanalizy rentgenowskiej, przy pomocy spektrometru energii rozproszonej promieniowania rentgenowskiego EDS, pozwoliło potwierdzić skład chemiczny podany przez producenta stopu(tab.1).



Rysunek 2. Występowanie pierwiastków w stopie AK64

Figure 2. Manifestation of the chemical elements of AK64



Rysunek 3. Zdjęcie z mikroskopu SEM, miejsca wykorzystanego do mapowania pierwiastków

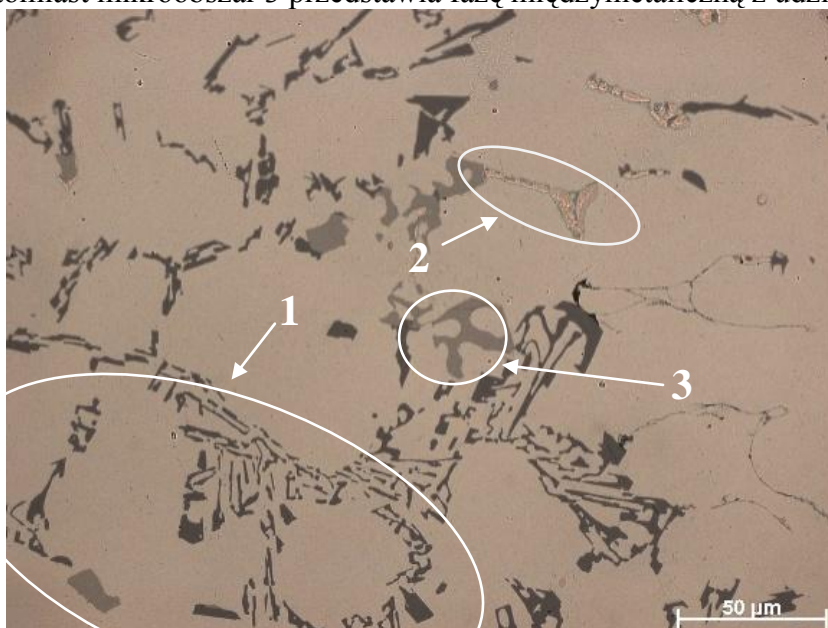
Figure 3. SEM analysis of researched area of chemical elements analysis

Analiza obrazu SEM zamieszczonego na rysunku 3 pozwala również wnioskować, iż pierwiastki takie jak Mn, Fe tworzą fazę międzymetaliczną na badanym obszarze oznaczonym numerem 1. Tytan występuje w postaci pojedynczych wydzielań widocznych w strefie 2, natomiast cynk nie tworzy żadnych skupionych faz. Pierwiastki Mg, Si, Cu tworzą eutektykę wieloskładnikową w miejscu numer 3. Na obszarze numer 4 widoczne są wydzielenia Si.

3.3. Analiza struktur

Wyniki badań metalograficznych wykonanych z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego przedstawiono na zdjęciach 4-8. Zdjęcia wskazują na to, że odlewnicze stopy $AlSi6Cu4$ charakteryzują się mikrostrukturą roztworu stałego α (Al) stanowiącego osnowę stopu oraz faz międzymetalicznych takich jak eutektyka Al-Si oraz faza β - Al_2Cu .

Na rysunku 4 widoczna jest iglasta struktura Al-Si, wydzielenia miedzi oraz innych metali i faz międzymetalicznych, które ukazują wyraźne granice ziarn. Rozdrobniona eutektyka iglasta AlSi w mikroobszarze o numerze 1 potwierdza podeutektyczne stężenie Si. W mikro-strefie 2 widać wydzielenia fazy Al_2Cu , które charakteryzują się nieregularnymi konturami, natomiast mikroobszar 3 przedstawia fazę międzymetaliczną z udziałem Fe, Mn.



Rysunek 4. Materiał AK64 przed obróbką cieplną, pow. 500x

Figure 4. Material AK64 before heat treatment, zoom 500x

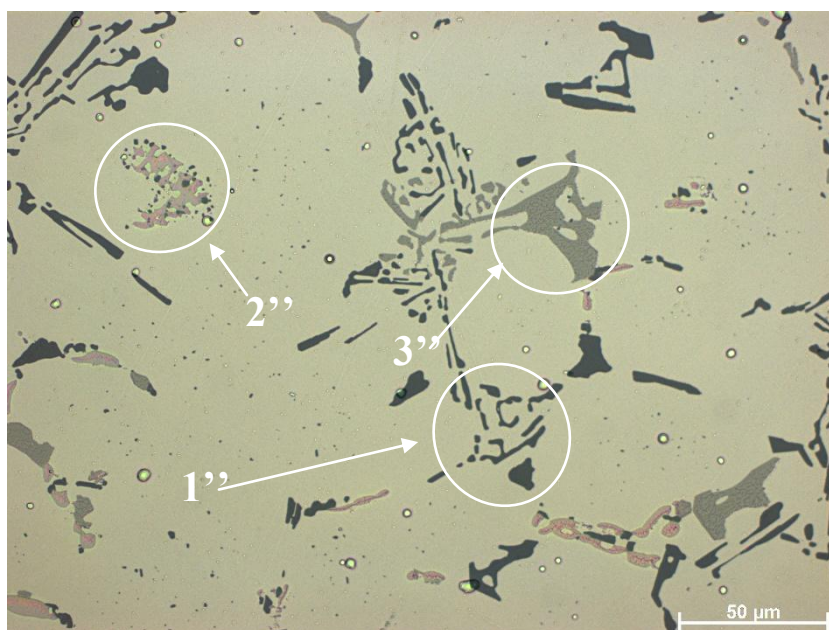
Na rysunku 5 przedstawiono strukturę stopu AK64 po czterogodzinnym przesycaniu. Na zdjęciu widoczne jest powiększenie eutektyki względem stanu wyjściowego (mikrostrefa 1). W mikroobszarze 2 widoczna jest struktura fazy Al_2Cu przedstawiająca rozdrobnione ukształtowanie jej w osnowie, natomiast w obszarze o numerze 3 widać zaokrąglone krawędzie fazy Fe-Mn względem tej samej struktury w materiale referencyjnym.



Rysunek 5. Materiał AK64 po 4h przesycaniu, pow. 500x

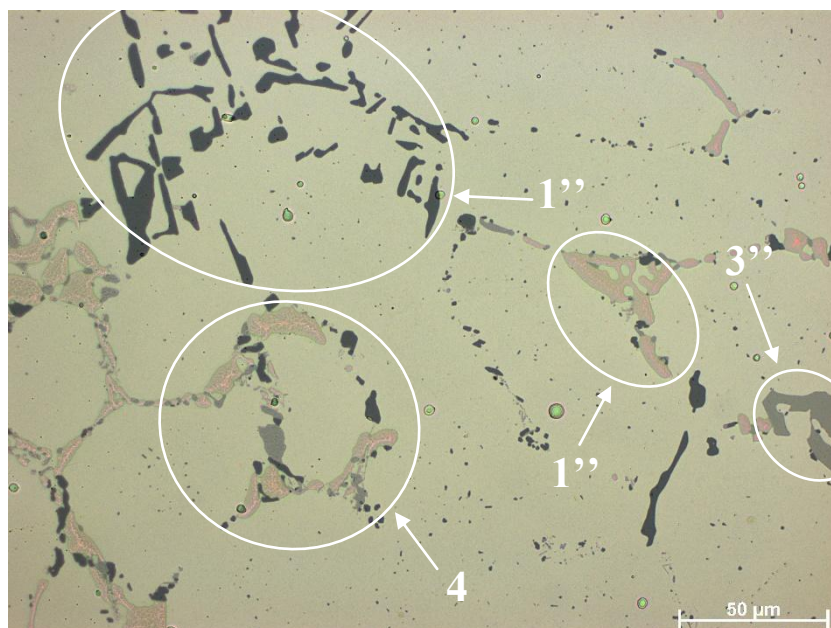
Figure 5. Material AK64 after solution heat treatment for 4h, zoom 500x

Rysunki 6-8 przedstawiają strukturę stopu AK64 po przesycaniu oraz starzeniu, odpowiednio przez 1h, 2h i 4h. W mikroobszarach oznaczonych jako 3'' widać fazę międzymetaliczną Fe-Mn o barwie szarej. Przeprowadzony zabieg starzenia nie wpłynął na strukturę eutektyk krzemowych widocznych w mikrostrefach 1''. Dodatkowo na rysunku 7 wyraźnie widoczną są fazy międzymetaliczne Si-Cu i Fe-Mn, które krystalizowały na granicy ziarn.

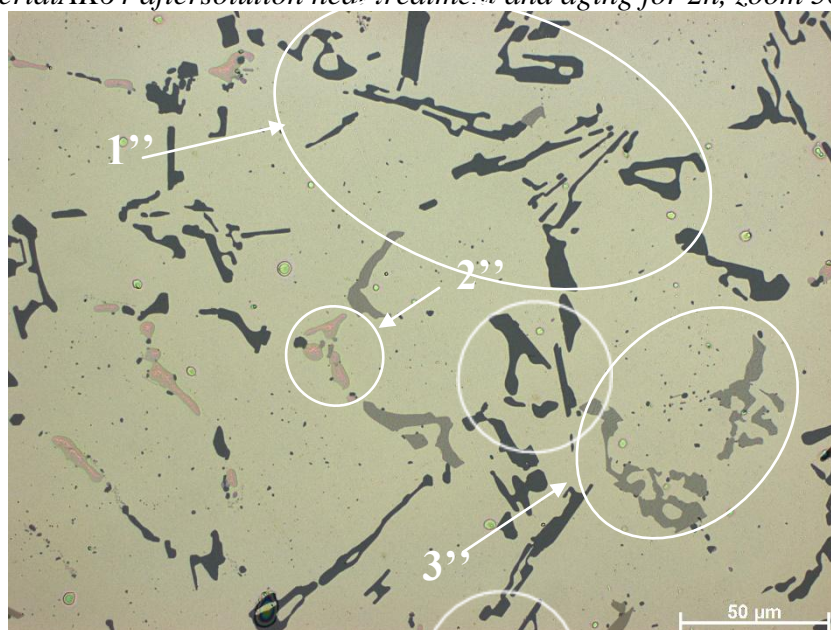


Rysunek 6. Materiał AK64 po przesycaniu i godzinnym starzeniu, pow. 500x

Figure 6. Material AK64 after solution heat treatment and aging for 1h, zoom 500x



Rysunek 7. Materiał AK64 po przesycaniu i dwugodzinnym starzeniu, pow. 500x
Figure 7. Material AK64 after solution heat treatment and aging for 2h, zoom 500x



Rysunek 8. Materiał AK64 po przesycaniu i czterogodzinnym starzeniu, pow. 500x
Figure 8. Material AK64 after solution heat treatment and aging for 4h, zoom 500x

4. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

W pracy została wykonana analiza wpływu czasu starzenia na strukturę i własności mechaniczne stopu AlSi6Cu4o oznaczeniu AK64. Próbkę poddano procesowi utwardzania wydzieleniowo. Proces obróbki cieplnej składał się z czterogodzinnego przesycania z

temperatury 515°C i sztucznego starzenia. Próbki P1, P2 oraz P3 były starzone przez kolejno jedną, dwie oraz cztery godziny.

Wyniki badań metalograficznych wykonanych z wykorzystaniem mikroskopu optycznego oraz skaningowego, pozwoliły zaobserwować wpływ czasu starzenia na minimalny rozrost iglastych wydzieleni eutektyk Si dla próbek starzonych względem próbki referencyjnej. Dodatkowo, zaobserwowano brak zmiany kształtu występujących wydzieleni po wykonanej obróbce cieplnej.

W końcowym etapie, zweryfikowano poprawność wykonania obróbki cieplnej na podstawie pomiarów twardości metodą Vickersa, które wykazało wzrost twardości względem twardości próbki wzorcowej, nie poddanej obróbce cieplnej. Wzrost twardości próbek starzonych wynikał z występujących wydzieleni Al₂Cu.

Na podstawie wykonanych badań, określono następujące wnioski:

- wykonane badania wykazują, że optymalny czas sztucznego starzenia dla stopu AK64 wynosi 2 godziny,
- badanie w mikroskopie SEM, z detektorem EDS potwierdziło skład chemiczny gatunku stopu aluminium AK64,
- materiał po wykonaniu procesu utwardzania wydzieleniowego wykazuje znaczący wzrost twardości o ponad 50% dla próbek P2, P3 względem twardości próbki wzorcowej.
- widoczne wydzielenia w strukturze materiału AK64 po obróbce cieplnej, wskazują na poprawnie wykonany proces utwardzania wydzieleniowego.

LITERATURA

1. Sillimanite group minerals: a new promising raw material for the Russian aluminum industry - G.G. Lepezin, S.A. Kargopolov, V.Yu. Zhirakovskii - Russian Geology and Geophysics Volume 51, Issue 12, December 2010, Pages 1247-1256
2. Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo – L.A. Dobrzański
3. Work hardening and texture during compression deformation of the Al–Si–Cu–Mg alloy modified with V, Zr and Ti - S.K. Shaha, F. Czerwinski, W. Kasprzak, D.L. Chena - Journal of Alloys and Compounds Volume 593, 25 April 2014, Pages 290–299
4. Przybyłowicz K.: Metaloznawstwo, WNT Warszawa, 1999
5. Structure and mechanical properties of age-hardened directionally solidified AlSiCu Alloys – J. Król, Materials & Design, Volume 18, Issues 4-6, 1 December 1997, Pages 345-347
6. Influence of aging treatments and alloying additives on the hardness of Al-11 Si-2,5-Mg Alloys – Z. Ma, E. Samuel, A.M.A. Mohamed, A.M. Samuel, F.H. Samuel, H.W. Doty, Materials & Design, Volume 31, Issue 8, September 2010, Pages 3791-3803
7. Effect of ageing on the evolution of precipitates in AlSiCuMg alloys – W. Reif, J. Dutkiewicz, R. Ciach, S. Yu, J. Król, Materials Science and Engineering: A, Volumes 234-236, 30 August 1997, Pages 165-168
8. Optimisation of solution treatment of cast Al-Si-Cu alloys - E.Sjölander, S.Seifeddine, Materials & Design, Volume 31, Supplement 1, June 2010, Pages S44-S49
9. The precipitation strengthening of directionally solidified Al Si Cu alloys – J. Król, Materials Science and Engineering: A, Volumes 234-236, 30 August 1997, Pages 169-172
10. Krzepnięcie metali i stopów - P. Wasilewski. Monografia, Katowice, Bielsko-Biała, Częstochowa, Opole 1993

11. Influence of Laves phase on creep strength of modified 9Cr-1Mo steel – X.Z. Zhang