

Wpływ chromu na proces krystalizacji, mikrostrukturę i właściwości siluminu podeutektycznego

Effect of chromium on the crystallization process, microstructure and properties of hypo-eutectic Al-Si alloy

Tomasz Szymczak^{1*}, Grzegorz Gumienny¹, Dorota Wilk-Kołodziejczyk^{2,3}, Tadeusz Pacyniak¹

¹Politechnika Łódzka, Katedra Technologii Materiałowych i Systemów Produkcji, ul. Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź, Polska

²Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Polska

³AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie, Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej, ul. Czarnowiejska 66, 30-059 Kraków, Polska

¹Lodz University of Technology, Department of Materials Engineering and Production Systems, ul. Stefanowskiego 1/15, 90-924 Łódź, Poland

²Foundry Research Institute, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków, Poland

³AGH University of Science and Technology, Faculty of Metals Engineering and Industrial Computer Science, ul. Czarnowiejska 66, 30-059 Kraków, Poland

*Corresponding author: tomasz.szymczak@p.lodz.pl

© 2018 Instytut Odlewnictwa. All rights reserved.

Received: 23.04.2018. Accepted in revised form: 30.06.2018.

DOI: 10.7356/iod.2018.06

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań siluminu podeutektycznego z dodatkiem chromu przeznaczonego do odlewania pod ciśnieniem. W charakterze stopu wyjściowego zastosowano silumin o składzie chemicznym zbliżonym do siluminu gatunku EN AC-46000. W celu wprowadzenia chromu do siluminu wyjściowego zastosowano zaprawę AlCr15. Ilość siluminu wyjściowego oraz zaprawy AlCr15 dobrano w proporcjach pozwalających na uzyskanie w stopie zawartości Cr około 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 i 0,5% wag. W ramach realizacji pracy zbadano zarówno silumin wyjściowy, jak również siluminy z dodatkiem chromu. Przedstawiono wyniki analizy termicznej i derywacyjnej ATD (ang. Differential Thermal Analysis – DTA), przeprowadzonej w celu zbadania procesu krystalizacji siluminów. Pokazano mikrostrukturę siluminów odlewanych do próbnika ATD oraz ciśnieniowo. Określono podstawowe

Abstract

The paper presents the results of studies of hypo-eutectic silumin with a chromium addition used for pressure casting. A silumin with the composition similar to that of EN AC-46000 was used as the initial one. In order to introduce chromium into the initial silumin, an AlCr15 master alloy was applied. The amounts of the initial silumin and the AlCr15 master alloy were selected in the proportions making it possible to obtain about 0.1; 0.2; 0.3; 0.4 and 0.5 wt. % of Cr in the alloy. Both the initial silumin and the silumins with the chromium addition were examined. The results of the thermal and derivational analysis performed to investigate the silumins' crystallization process have been presented. The microstructure of the silumins cast into an DTA tester and under pressure has been demonstrated. The basic mechanical properties of the pressure cast silumins have been

właściwości mechaniczne siluminów odlewanych pod ciśnieniem. Przedstawione wyniki analizy ATD wykazały wpływ dodatku chromu na przebieg procesu krystalizacji badanego siluminu. Na krzywych ATD siluminu wyjściowego występują trzy efekty cieplne wywołane odpowiednio krystalizacją roztworu stałego $\alpha(\text{Al})$, oraz dwóch eutektyk $\alpha + \text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2 + \beta$ i $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMnMgNi} + \beta$. Wprowadzenie chromu w ilości około 0,2% wag. spowodowało wystąpienie na krzywej derywacyjnej dodatkowego efektu cieplnego pochodzącego od krystalizacji fazy międzymetalicznej zawierającej chrom. Krystalizacja tej fazy zachodzi przed wydzieleniem się z cieczy dendrytów fazy $\alpha(\text{Al})$. Analiza mikrostruktury siluminów odlewanych do próbnika ATD wykazała pojawienie się wydzieleni „nowej” fazy w siluminach zawierających 0,2% wag. lub więcej Cr. Wraz z pojawieniem się na krzywych ATD dodatkowego efektu cieplnego oraz „nowej” fazy w mikrostrukturze siluminu zauważono brak fazy $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$. W siluminach odlewanych ciśnieniowo dodatek chromu również spowodował powstanie „nowej” fazy międzymetalicznej. Faza ta pojawia się przy zawartości około 0,3% wag. lub większej Cr. Ma ona morfologię zbliżoną do ścianowej. Wraz z podwyższaniem ilości chromu rozmiary tej fazy znacząco się zwiększają. Badania podstawowych właściwości mechanicznych siluminów odlewanych pod ciśnieniem wykazały, że dodatek Cr daje możliwość znaczącego podwyższenia głównie wytrzymałości na rozciąganie R_m i wydłużenia względnego A. Pierwiastek ten w mniejszym stopniu wpłynął na podwyższenie twardości HB. Wartości umownej granicy plastyczności $R_{p0,2}$ siluminu wyjściowego i siluminów z podwyższoną zawartością chromu nie zmieniają się istotnie. Najwyższe właściwości mechaniczne uzyskano dla siluminów zawierających około 0,2 i 0,3% wag. Cr.

Słowa kluczowe: silumin, chrom, mikrostruktura, właściwości mechaniczne, odlewanie ciśnieniowe

presented. The results of the DTA analysis showed an effect of the chromium addition on the course of the crystallization process of the examined silumin. Three thermal effects are present on the silumin's DTA curves, caused by the crystallization of the solid solution $\alpha(\text{Al})$, and of two eutectics $\alpha + \text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2 + \beta$ and $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMnMgNi} + \beta$. The introduction of chromium in the amount of about 0.2 wt. % caused the presence of an additional thermal effect on the derivation curve, originating from the crystallization of the intermetallic phase containing chromium. The crystallization of this phase occurs before the precipitation of the dendrites of phase $\alpha(\text{Al})$ from the liquid. The microstructure analysis of the silumins cast into the DTA tester showed the presence of precipitations of a “new” phase in the silumins containing 0.2% wt. Cr or more. With the occurrence of an additional thermal effect on the DTA curves as well as the “new” phase in the silumin's microstructure, the lack of phase $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}_2$ was observed. In the pressure cast silumins, the chromium addition also caused the formation of a “new” intermetallic phase, which occurs with the Cr content of about 0.3 wt. % or more. Its morphology is similar to a faceted one. With an increase of the chromium content, the size of this phase significantly increases as well. The investigations of the basic mechanical properties of the pressure cast silumins showed that the Cr addition makes it possible to significantly increase mainly the tensile strength R_m and the unit elongation A. To a lesser extent, this element caused an increase of the hardness HB. The values of the proof stress $R_{p0,2}$ of the initial silumin and the silumins with an increased chromium content do not change significantly. The highest mechanical properties were obtained for the silumins containing about 0.2 and 0.3 wt. % Cr.

Keywords: silumin, chromium, microstructure, mechanical properties, high pressure die casting

1. Wstęp

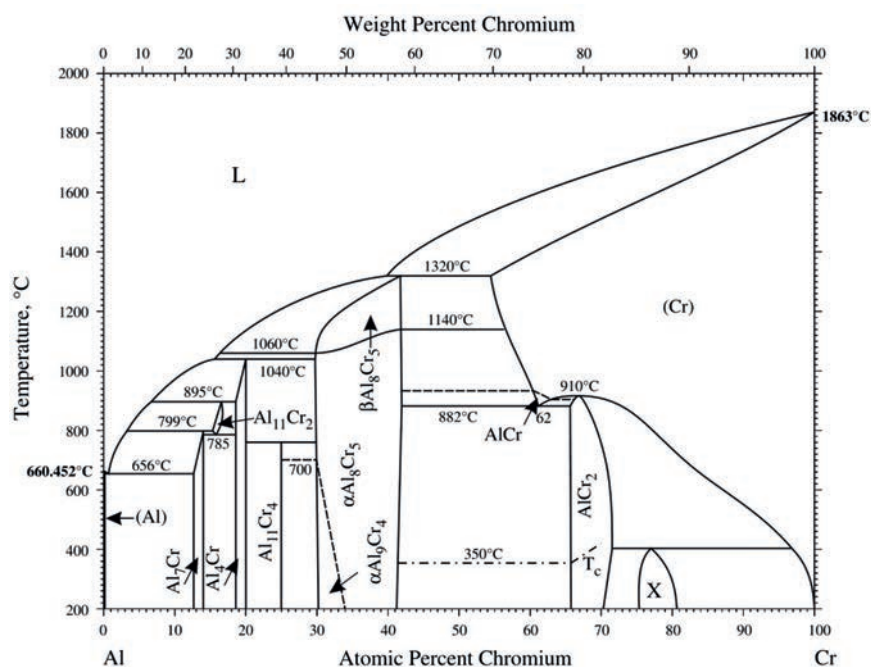
Stopy aluminium to stopy nader często stosowane tam, gdzie wymagany jest niski ciężar właściwy oraz wysoki stosunek wytrzymałości do masy (tzw. wytrzymałość względna). Niskie właściwości wytrzymałościowe stopów Al podwyższa się poprzez dodatek krzemu, który wydziela się w postaci twardej fazy β . Rozdrobnienie jej wydzieleni uzyskuje się w wyniku zabiegu modyfikacji lub zwiększenia szybkości studzenia odlewu (stosowanie form metalowych). Dalsze podwyższenie właściwości stopów Al może być osiągnięte w wyniku np. wprowadzania dodatków stopowych wykazujących zmienną rozpuszczalność w funkcji temperatury, głównie magnezu i miedzi [1–3]. Umożliwia to przeprowadzenie obróbki cieplnej polegającej na przesycaaniu i starzeniu (utwardzaniu wydzieleniowym). Innym sposobem może być umocnienie fazy α , co osiąga się przez wprowadzenie cynku [4–6]. Znacznie mniej uwagi w literaturze przedmiotu poświęca się pierwiastkom trudno topliwym,

1. Introduction

Aluminum alloys are very often used in the cases when a low specific gravity and a high strength-mass ratio (relative strength) are required. The low strength properties of Al are increased through a silicon addition, which precipitates in the form of a hard phase β . The size reduction of its precipitations is carried out by way of modifying or increasing the cast's cooling rate (application of metal moulds). A further increase of the properties of Al alloys can be obtained as a result of e.g. introducing alloy additions exhibiting a varying solubility in the function of temperature, mainly those of magnesium and copper [1–3]. This makes it possible to perform a thermal treatment consisting in oversaturation and ageing (precipitation hardening). Another method is reinforcement of phase α , which is obtained through the introduction of zinc [4–6]. A much less attention in the literature is devoted to high melting elements, such as chromium, molybdenum, tungsten or vanadium [7,8].

takim jak np. chrom, molibden, wolfram czy wanad [7,8]. Ich dodatek może wiązać się z niebezpieczeństwem tworzenia kruchych faz międzymetalicznych w wyniku minimalnej rozpuszczalności w aluminium wspomnianych pierwiastków. Ilustrują to dwuskładnikowe wykresy równowagi fazowej pomiędzy Al a Cr, W, V i Mo. Przykładowo na rysunku 1 pokazano układ równowagi fazowej Al-Cr.

Their addition can be connected with the risk of the formation of brittle intermetallic phases as a result of the minimal solubility in aluminum of those elements. This is illustrated by the two-component diagrams of phase equilibrium between Al and Cr, W, V and Mo. As an example, Figure 1 shows the phase equilibrium system of Al-Cr.



Rys. 1. Układ równowagi fazowej Al-Cr [9]
 Fig. 1. Phase equilibrium system of Al-Cr [9]

Tabela 1. Rodzaje faz w układzie Al-Cr i ich parametry krystalograficzne [9]

Table 1. Types of phases in the Al-Cr system and their crystallographic parameters [9]

Faza/Phase	Stężenie Cr, % at. / Cr concentration, at. %	Symbol Pearsona / Pearson symbol	Grupa przestrzenna / Space group
(Al)	0	cF4	$Fm\bar{3}m$
Al ₇ Cr	12,5–14	mC104	C2/m
Al ₁₁ Cr ₂	15,2–17	mP48	P2
Al ₄ Cr	18,5–20	mP180	P2/m
Al ₁₁ Cr ₄	25	aP30	$P\bar{1}$
αAl ₉ Cr ₄	30–34	cI52	$I\bar{4}3m$
βAl ₈ Cr ₅	30–42
αAl ₈ Cr ₅	30–42	hR26	$R\bar{3}m$
AlCr	60,5–63	cP2	$Pm\bar{3}m$
AlCr ₂	65,5–71,4	tI6	I4/mmm
X	~75
(Cr)	54,5–100	cI2	$Im\bar{3}m$

Uwaga: Oznaczenie [...] wskazuje, że zgodnie z [9] nie są znane symbol Pearsona oraz grupa przestrzenna danej fazy / Note: The denotation [...] shows that, according to [9], the Pearson symbol and the space group of a given phase are not known

Z danych przedstawionych na rysunku 1 wynika, że aluminium tworzy z chromem wiele faz międzymetalicznych. Ich parametry krystalograficzne oraz zakres stężenia chromu podano w tabeli 1. Rozpuszczalność Cr w Al według [9] wynosi 0% at., natomiast według [10] jest znikoma i wynosi 0,71% at. Maksymalna rozpuszczalność Al w Cr występuje w temperaturze 1320°C i wynosi 45,5% at. Fazy: $\beta\text{Al}_8\text{Cr}_5$, Al_4Cr , $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$ oraz Al_7Cr tworzą się w wyniku przemian perytektycznych zachodzących w temperaturze odpowiednio: 1320, 1040, 895 oraz 799°C. Fazy AlCr_2 , $\text{Al}_{11}\text{Cr}_4$ oraz X tworzą się w wyniku przemian perytektoidalnych w temperaturze odpowiednio: 910, 760 oraz ~400°C.

Możliwość krystalizacji wielu rodzajów faz międzymetalicznych może zwiększać kruchość stopów aluminium, zwłaszcza krystalizujących w sposób zbliżony do równowagowego. Inaczej wygląda sytuacja w przypadku stopów predystynowanych do odlewania pod ciśnieniem. Ich krystalizacja przebiega ze znacznymi prędkościami, a konsekwencją jest mikrostruktura znacznie odbiegająca od równowagowej. W związku z powyższym wprowadzenie pierwiastka o znikomej rozpuszczalności w aluminium w stanie stałym może skutkować np. wydzielaniem nierównowagowych faz drobnodyspersyjnych bądź przesyleniem roztworu α . Istotne braki w tym obszarze badawczym skłoniły autorów do próby ich uzupełnienia. W związku z powyższym celem pracy jest zbadanie wpływu chromu na krystalizację, mikrostrukturę oraz właściwości mechaniczne siluminu predystynowanego do odlewania pod ciśnieniem.

2. Metodyka badań

Jako stop wyjściowy zastosowano do badań silumin podeutektyczny o składzie chemicznym przedstawionym w tabeli 2. Jest to silumin gatunku EN-AC 46000, który jest typowym siluminem przeznaczonym do odlewania pod ciśnieniem.

Tabela 2. Skład chemiczny siluminu wyjściowego

Table 2. Chemical composition of the initial silumin

Skład chemiczny, % wag. / Chemical composition, wt. %									
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Al
9,37	0,77	2,15	0,19	0,20	0,039	0,064	1,04	0,041	reszta/ residue

Do siluminu wyjściowego wprowadzono chrom w postaci zaprawy AlCr_{15} . Silumin wyjściowy oraz zaprawę AlCr_{15} dobierano w takich proporcjach, aby uzyskać w kolejnych wytopach około 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 i 0,5% wag. Cr. Zbadany skład chemiczny siluminów o podwyższonej zawartości Cr przedstawiono w tabeli 3.

The data presented in Figure 1 suggest that aluminum forms many intermetallic phases with chromium. Their crystallographic parameters and the concentration range of chromium have been shown in Table 1. The solubility of Cr and Al according to [9] is 0 at. %, whereas according to [10], it is scant and equals 0.71 at. %. The maximal solubility of Al in Cr is observed at 1320°C and equals 45.5 at. %. Phases: $\beta\text{Al}_8\text{Cr}_5$, Al_4Cr , $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$ and Al_7Cr are formed as a result of peritectic transformations occurring at: 1320, 1040, 895 and 799°C, respectively. Phases: AlCr_2 , $\text{Al}_{11}\text{Cr}_4$ and X are formed as a result of peritectoidal transformations at: 910, 760 and ~400°C, respectively.

The possibility of crystallization of many types of intermetallic phases can increase the brittleness of aluminum alloys, especially those crystallizing in a way similar to equilibrium. The case is different for alloys predestined to pressure casting. Their crystallization runs at significant rates, the consequence of which is a microstructure far from equilibrium. And so, introducing an element of scant solubility in aluminum in the solid state may result in e.g. precipitation of non-equilibrium fine-dispersive phases or oversaturation of the solution α . The significant lacks in this research area has led the authors to attempt at filling those blanks. In view of this fact, the aim of the study is the examination of the effect of chromium on the crystallization, microstructure and mechanical properties of the silumin predestined to pressure casting.

2. Test methodology

As the initial alloy, the hypoeutectic silumin with the chemical composition shown in Table 2 was used. This is silumin AC EN-46000 grade – a typical Al-Si alloy designed for pressure die casting.

Chromium in the form of a AlCr_{15} master alloy was introduced into the initial silumin, both being selected in the proportions which made it possible to obtain about 0.1; 0.2; 0.3; 0.4 and 0.5% wt. Cr in the consecutive melts. The examined chemical composition of the silumin with an elevated Cr content are presented in Table 3.

Tabela 3. Skład chemiczny siluminów o podwyższonej zawartości Cr
 Table 3. Chemical composition of silumins with an elevated Cr content

Lp.	Skład chemiczny, % wag. / Chemical composition, wt. %									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Al
1	9,29	0,70	2,11	0,18	0,19	0,11	0,063	1,04	0,042	reszta/ residue
2	9,55	0,70	2,20	0,18	0,20	0,19	0,065	1,04	0,040	reszta/ residue
3	9,18	0,78	2,10	0,20	0,19	0,33	0,065	1,03	0,040	reszta/ residue
4	9,10	0,64	2,23	0,16	0,21	0,43	0,066	1,04	0,039	reszta/ residue
5	8,94	0,72	2,08	0,18	0,20	0,49	0,066	1,02	0,040	reszta/ residue

Silumin wyjściowy topiono w piecu szybowym ogrzewanym gazowo o pojemności 1,5 tony. Wewnątrz pieca szybowego silumin był rafinowany rafinatorem stałym Ecosal Al 113.S. Po procesie topienia silumin zlewano do kadzi rozlewczej, w której był odżużlany i transportowany do pieca podgrzewczego. Zaprawę AlCr15 wprowadzano do siluminu w piecu podgrzewczym. Temperatura siluminu w momencie wprowadzenia do niego zaprawy wynosiła około 750°C. Zaprawa miała postać kawałków o masie ~100 g. Czas izotermicznego wytrzymania siluminu w piecu podgrzewczym po wprowadzeniu zaprawy wynosił 30 min, co zapewniało całkowite jej rozpuszczenie. Następnie w celu odgazowania ciekłego metalu był on ponownie rafinowany rafinatorem stałym Ecosal Al 113.S. Zarówno z siluminu wyjściowego, jak i siluminów o podwyższonej zawartości chromu wykonano odlewy ciśnieniowe pokrywy obudowy rolet. Odlew ten ma w przybliżeniu kształt płyty o grubości ścianki $g = 2$ mm. Odlewy ciśnieniowe wykonywano na maszynie zimnokomorowej z poziomą komorą prasowania IDRA 700S. Skuteczność rozpuszczania się zaprawy AlCr15 była kontrolowana poprzez pomiar składu chemicznego siluminu (tab. 3) przygotowanego do wykonania odlewów ciśnieniowych. Próbkę do pomiaru składu chemicznego były odlewane bezpośrednio przed zalewaniem komory ciśnienia. Skład chemiczny siluminu badano na spektrometrze emisyjnym Spectro MAXx. Wyniki pomiarów zawartości chromu w poszczególnych siluminach w dużym stopniu pokrywały się z obliczonym zamiarem. Procesy przygotowania ciekłego siluminu oraz wytwarzania odlewów ciśnieniowych przeprowadzone zostały w Przedsiębiorstwie Innowacyjno-Wdrożeniowym Wifama-Prexer sp. z o.o. Na siluminach o składzie chemicznym przedstawionym w tabelach 2 i 3 przeprowadzono analizę termiczną i derywacyjną ATD. Dla każdego składu chemicznego siluminu wykonywano jedną próbę ATD. Jest to uniwersalna metoda badania procesu krystalizacji stopów metali. Teoretyczne podstawy analizy ATD przedstawiono w pracach [11–13]. Przykłady zastosowania tej metody do badania procesu krystalizacji siluminów oraz innych

The initial silumin was melted in a gas heated shaft furnace of the capacity of 1.5 ton. Inside the shaft furnace, the silumin was refined with solid refiner Ecosal Al 113.S. After the melting process, the silumin was poured into a pig casting ladle, where it was deslagged and then transported to a heating furnace. The AlCr15 master alloy was introduced into the silumin in the heating furnace. The silumin's temperature at the moment of the master alloy's introduction was about 750°C. The master alloy had the form of pieces with the mass of ~100 g. The time of the silumin's isothermal annealing in the heating furnace after the introduction of the master alloy was 30 min, which ensured its complete dissolution. Next, for degassing the liquid metal was re-refined using Ecosal Al 113.S solid refiner. Both the initial silumin and the silumins with elevated chromium contents were used to make pressure casts of a roller blind casing cover. The cast has approximately the shape of a panel with the wall thickness $g = 2$ mm. The pressure casts were made on a cold chamber machine with a horizontal pressing chamber IDRA 700S. The effectiveness of AlCr15 master alloy dissolution was controlled by measuring the chemical composition of silumin (Table 3) prepared for manufacturing pressure castings. Specimens for the chemical composition tests were casted immediately before pouring the pressure chamber. The chemical composition was tested on the Spectro MAXx emission spectrometer. The results of the chromium concentration tests in individual silumins largely coincide with the calculated value. The processes of preparing the liquid silumin and producing the pressure casts were performed at P.I.W. Wifama-Prexer sp. z o.o. The silumins with the chemical composition given in Tables 2 and 3 underwent a thermal and derivational (DTA) analysis. One DTA test was performed for each chemical composition of silumin. It is a universal method of investigating the crystallization of metal alloys. The theoretical bases of the DTA analysis were presented in the papers [11–13]. Examples of the use of this method to examine the crystallization of silumins and other types of alloys were discussed in the pa-

rodzajów stopów przedstawiono w pracach [11–16]. Do rejestracji krzywych ATD zastosowano próbnik ATD10-PŁ wyposażony w termoelement typu S. Próbnik wykonano z masy skorupowej. Jego wymiary przedstawiono w pracy [7].

Zbadano podstawowe właściwości mechaniczne siluminów odlewanych pod ciśnieniem. W tym celu przeprowadzono statyczną próbę rozciągania. Do wykonania tego badania zastosowano próbki płaskie o przekroju prostokątnym 2×10 mm. Jest to przekrój zalecany przez normę [17]. Z pojedynczych odlewów ciśnieniowych pokrywy obudowy rolet, dla każdego badanego składu chemicznego siluminu, wycięto po trzy próbki do badań wytrzymałościowych. Przy wykonywaniu tych odlewów dla każdego składu chemicznego siluminu stosowano jednakowe warunki przygotowania ciekłego stopu oraz parametry pracy maszyny ciśnieniowej. Odlewy ciśnieniowe po usunięciu z formy były studzone w powietrzu otoczenia. W próbie rozciągania określono wytrzymałość na rozciąganie R_m , umowną granicę plastyczności $R_{p0.2}$ oraz wydłużenie względne A siluminów. Próby wykonano na maszynie wytrzymałościowej Instron 3382. Zastosowano szybkość rozciągania wynoszącą 1 mm/min. Określono również twardość HB siluminów odlewanych pod ciśnieniem. Użyto w tym celu uniwersalnego twardościomierza HPO-2400. Parametry próby były następujące: średnica kulki $d = 2,5$ mm, obciążenie 613 N, czas statycznego wytrzymania obciążenia 30 s. Na każdej z trzech próbek dla każdego składu chemicznego siluminu wykonano po pięć pomiarów twardości.

Mikrostrukturę zbadano na mikroskopie optycznym Eclipse MA200 firmy Nikon. Analizowano zarówno mikrostrukturę odlewów ciśnieniowych, jak również wykonanych w próbniku ATD. Badania mikrostruktury odlewów ciśnieniowych wykonano przy powiększeniu $\times 1000$, natomiast odlewów wykonanych w próbniku ATD z zastosowaniem powiększenia $\times 100$. Zgłady metalograficzne trawiono w 2% wodnym roztworze kwasu HF.

3. Wyniki badań

Na rysunku 2 przedstawiono krzywe ATD siluminu wyjściowego. Występują na nich trzy efekty cieplne oznaczone jako PkAB, BEH i HKL. Z danych przedstawionych w pracy [7], w której opisano proces krystalizacji siluminu o zbliżonym składzie chemicznym, wynika, że efekt PkAB został wywołany krystalizacją dendrytów roztworu stałego $\alpha(\text{Al})$, efekt BEH eutektyki $\alpha + \text{AlFeSi} + \beta$, natomiast powstanie efektu HKL spowodowała krystalizacja eutektyki $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMgMnNi} + \beta$. W dalszej części pracy mieszanina faz $\alpha + \text{AlFeSi} + \beta$ nazywana jest eutektyką potrójną, natomiast mieszanina $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMgMnNi} + \beta$ eutektyką poczwórną. Autorzy prac [18–20] podają, że występująca w eutektyce $\alpha + \text{AlFeSi} + \beta$ faza międzymetaliczna z układu

pers [11–16]. For the recording of the DTA curves, the DTA10-TUL tester was used, equipped with an S-type thermocouple. The tester was made of shell mass. Its dimensions were presented in the study [7].

The basic mechanical properties of pressure cast silumins were investigated. To that end, a static tensile test was performed. For the test, flat samples with the rectangular section 2×10 mm were used, recommended by the standard [17]. From single pressure casts of the roller shutter cover, for each examined silumin's chemical composition, three samples were cut out for the strength tests. When making these casts, for each chemical composition of silumin, the same conditions for the preparation of the liquid alloy and the operating parameters of the pressure machine were applicable. Pressure castings after being removed from the mould were cooled in ambient air. In the tensile test, the tensile strength R_m , the proof stress $R_{p0.2}$ and the unit elongation A of the silumins were determined. The test was performed on the testing machine Instron 3382. The applied tensile rate was 1 mm/min. The hardness HB of the pressure cast silumins was also determined. To that end, the universal hardness tester HPO-2400 was used. The test parameters were as follows: nodule diameter $d = 2.5$ mm, loading 613 N, time of static load withstanding 30 s. On each of the three samples, for each silumin's chemical composition, five hardness measurements were performed.

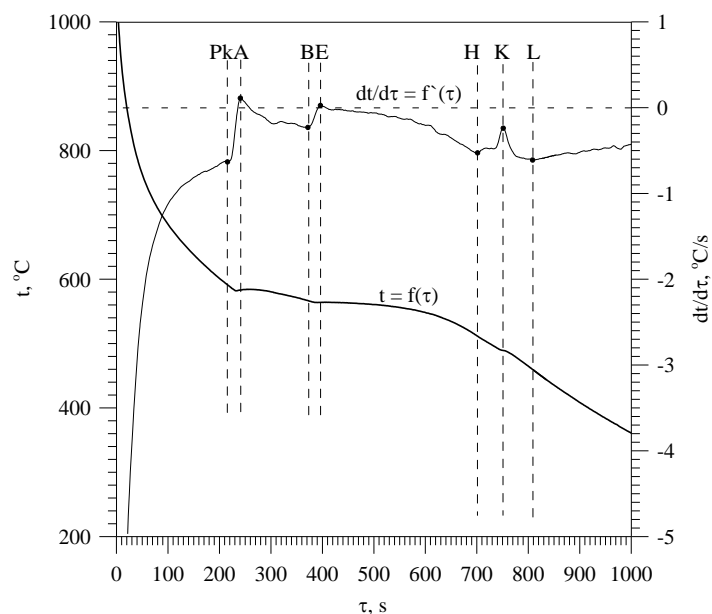
The microstructure was examined on the optical microscope Eclipse MA200 by Nikon. Both the microstructure of the pressure cast silumins and those made on the DTA tester were investigated. The examinations of the microstructure of the pressure cast silumins were carried out with the magnification $\times 1000$, while that of those made on the DTA tester – with the magnification $\times 100$. The microsections were etched in a 2% water solution of HF acid.

3. Test results

Figure 2 shows the DTA curves of the initial silumin. Three thermal effects are present on them, denoted as PkAB, BEH and HKL. The data presented in the study [7], which discusses the process of crystallization of a silumin with a similar chemical composition, suggest that the PkAB effect was caused by the crystallization of dendrites of the solid solution $\alpha(\text{Al})$, the BEH effect – of the eutectic $\alpha + \text{AlFeSi} + \beta$, while the origin of the HKL effect was the crystallization of the eutectic $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMgMnNi} + \beta$. In the further part of the study, the mixture of phases $\alpha + \text{AlFeSi} + \beta$ is referred to as ternary eutectic, whereas the mixture $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMgMnNi} + \beta$ – as quaternary eutectic. The authors of the papers [18–20] report that the intermetallic phase from the Al-Si-Fe equilibrium present in the eutectic $\alpha + \text{AlFeSi} + \beta$ is the phase Al_5FeSi . It has an

równowagi Al-Si-Fe jest fazą Al_5FeSi . Faza ta posiada morfologię iglastą. Jednak wprowadzenie do siluminu manganu w odpowiedniej ilości powoduje krystalizację fazy $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ o morfologii określanej jako „chińskie pismo”. Mikrostrukturę siluminu wyjściowego przedstawiono na rysunku 3. Wynika z niego występowanie w eutektyce potrójnej fazy $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$. Zaznaczone na krzywej derywacyjnej „ $dt/d\tau = f'(\tau)$ ” punkty oznaczają: Pk – początek krystalizacji roztworu stałego $\alpha(Al)$, B – koniec krystalizacji roztworu stałego $\alpha(Al)$ oraz początek eutektyki potrójnej, H – zakończenie krystalizacji tej eutektyki oraz początek krystalizacji eutektyki poczwórnej, L – zakończenie krystalizacji tej eutektyki i całego stopu. Punkty A, E i K występują w chwili najintensywniejszego wydzielania się ciepła krystalizacji kolejno: fazy $\alpha(Al)$ oraz eutektyki potrójnej i poczwórnej.

acicular morphology. However, introducing manganese in a proper amount into the silumin causes crystallization of phase $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ with the morphology referred to as “Chinese character” morphology. The microstructure of the initial silumin has been presented in Figure 3. It suggests the presence of a ternary phase $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ in the eutectic. The points marked on the derivation curve “ $dt/d\tau = f'(\tau)$ ” denote the following: Pk – crystallization beginning of solid solution $\alpha(Al)$, B – crystallization end of solid solution $\alpha(Al)$ and crystallization beginning of ternary eutectic, H – crystallization end of this eutectic and crystallization beginning of quaternary eutectic, L – crystallization end of this eutectic and the whole alloy. Points A, E and K occur at the moment of the most intensive emission of crystallization heat of phase $\alpha(Al)$, followed by that of ternary and quaternary eutectic.

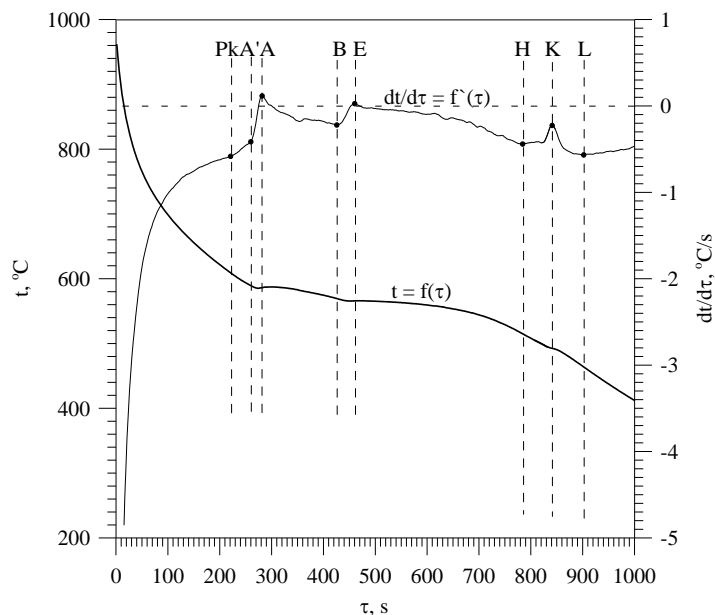


Rys. 2. Krzywe ATD siluminu wyjściowego
Fig. 2. DTA curves of the initial silumin

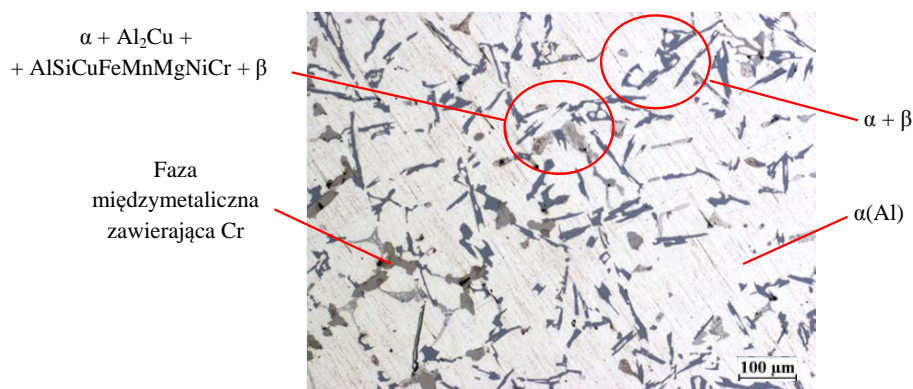


Rys. 3. Mikrostruktura siluminu wyjściowego w odlewie wykonanym w próbniku ATD: α , $\alpha + Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2 + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMnMgNi + \beta$

Fig. 3. Microstructure of the initial silumin in a cast made in the DTA tester: α , $\alpha + Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2 + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMnMgNi + \beta$



Rys. 4. Krzywe ATD siluminu z dodatkiem około 0,2% wag. chromu
 Fig. 4. DTA curves of the silumin with about 0.2 wt. % chromium



Rys. 5. Mikrostruktura siluminu z dodatkiem około 0,2% wag. chromu w odlewie wykonanym w próbniku ATD:
 faza międzymetaliczna zawierająca Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

Fig. 5. Microstructure of the silumin with about 0.2 wt. % chromium in a cast made in the DTA tester: intermetallic phase containing Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

Zwiększenie w badanym siluminie zawartości chromu do 0,1% wag. nie zmieniło przebiegu krzywych ATD. Również w jego mikrostrukturze nie stwierdzono różnic w stosunku do siluminu wyjściowego. Wprowadzony chrom mógł w niewielkim stopniu rozpuścić się w roztworze stałym $\alpha(Al)$ lub też wystąpić w fazach międzymetalicznych będących składowymi mieszanin eutektycznych. Chrom wprowadzony do siluminu w ilości około 0,1% wag. nie spowodował zmiany morfologii faz międzymetalicznych w nim występujących. Na rysunku 4 przedstawiono krzywe ATD siluminu zawierającego około 0,2% wag. Cr. Wprowadzenie do siluminu takiej zawartości Cr spowodowało powstanie na krzywej derywacyjnej załamania oznaczonego symbolami PkA' charakteryzującego się zwiększającą się stopniowo szybkością stygnięcia stopu. Przyjęto,

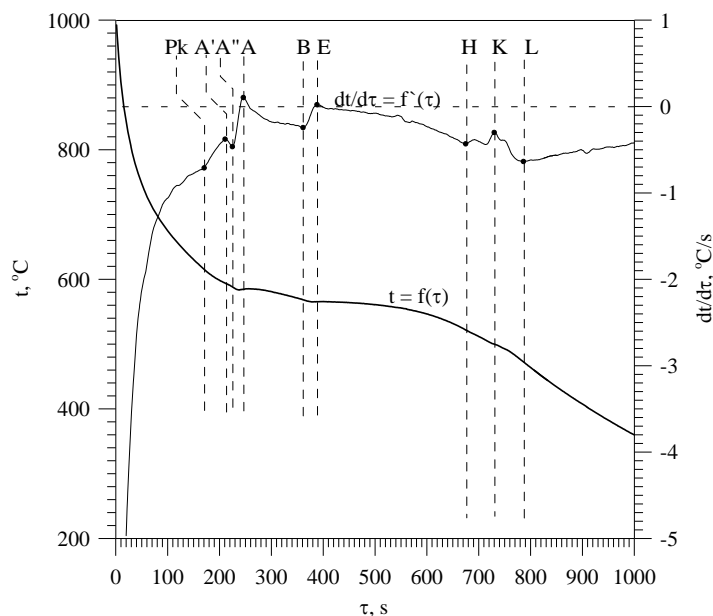
Increasing the content of chromium to 0.1 wt. % in the examined silumin did not change the course of the DTA curves. Also in its microstructure, no differences were observed in respect of the initial silumin. The introduced chromium could, to a small extent, dissolve in the solid solution $\alpha(Al)$ or be present in the intermetallic phases being part of the eutectic mixtures. Chromium introduced into the silumin in the amount of about 0.1 wt. % did not cause a change in the morphology of the intermetallic phases present in it. Figure 4 shows the DTA curves of the silumin containing about 0.2 wt. % Cr. Introducing such an amount of Cr into the silumin caused an inflection on the derivation curve denoted as PkA', characterizing in a gradually increasing cooling rate of the alloy. It was assumed that this is a thermal effect originating from the peritectic crystal-

że jest to efekt cieplny pochodzący od perytektycznej krystalizacji fazy międzymetalicznej zawierającej Cr. W obrębie tego efektu nie występuje maksimum lokalne, a najintensywniejsze wydzielanie się ciepła krystalizacji fazy ma miejsce w punkcie A'. Z przedstawionych danych wynika, że krystalizacja faz międzymetalicznych wywołująca efekt cieplny PkA' ma miejsce przed efektem A'AB wywołanym krystalizacją dendrytów fazy $\alpha(\text{Al})$. Mikrostrukturę siluminu zawierającego około 0,2% wag. Cr przedstawiono na rysunku 5. Wynika z niej występowanie w tym siluminie przeddendrytycznych wydzieleni fazy międzymetalicznej zawierającej Cr. Kolejną istotną różnicę w stosunku do siluminu o mniejszej zawartości chromu stanowi niewystępowanie w przedstawionej mikrostrukturze fazy $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$. Prawdopodobnie front krystalizacji fazy międzymetalicznej zawierającej chrom (efekt PkA') pochłania także atomy Fe i Mn. Powoduje to, w obrębie efektu cieplnego BEH, krystalizację eutektyki podwójnej $\alpha + \beta$, niezawierającej fazy $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$, jak to miało miejsce w eutektyce potrójnej siluminu wyjściowego oraz zawierającego około 0,1% wag. Cr. Efekt HKL (rys. 4) pochodzący od krystalizacji eutektyki poczwórnej jest analogiczny w stosunku do krzywych ATD uzyskanych dla badanych siluminów o mniejszej zawartości chromu.

Krzywe ATD siluminu zawierającego około 0,3% wag. Cr przedstawiono na rysunku 6. Taka ilość chromu spowodowała wystąpienie na krzywej derywacyjnej pełnego efektu cieplnego, oznaczonego jako PkA'A", wywołanego krystalizacją przeddendrytycznych wydzieleni fazy międzymetalicznej zawierającej chrom. Efekt ten posiada wyraźne maksimum lokalne w punkcie A' odpowiadające momentowi najintensywniejszego wydzielania się ciepła krystalizacji tej fazy.

Within this effect, no local maximum is present, and the most intensive emission of crystallization heat of the phase takes place at point A'. The presented data suggest that the crystallization of intermetallic phases causing the thermal effect PkA' occurs before the effect A'AB originating from the crystallization of dendrites of phase $\alpha(\text{Al})$. The microstructure of the silumin containing about 0.2 wt. % Cr has been presented in Figure 5. It suggests the presence of predendritic precipitations of the intermetallic phase containing Cr in this silumin. Another important difference in respect of a silumin with a lower chromium content is the absence of phase $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ in the presented microstructure. Probably, the crystallization front of the intermetallic phase containing chromium (effect PkA') also absorbs the Fe and Mn atoms. This, within the thermal effect BEH, causes crystallization of binary eutectic $\alpha + \beta$, which does not contain phase $\text{Al}_{15}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$, as was the case in ternary eutectic of the initial silumin and that containing about 0.1 wt. % Cr. The effect HKL (Fig. 4) coming from the crystallization of quaternary eutectic is analogical in respect of the DTA curves obtained for the examined silumins with a lower chromium content.

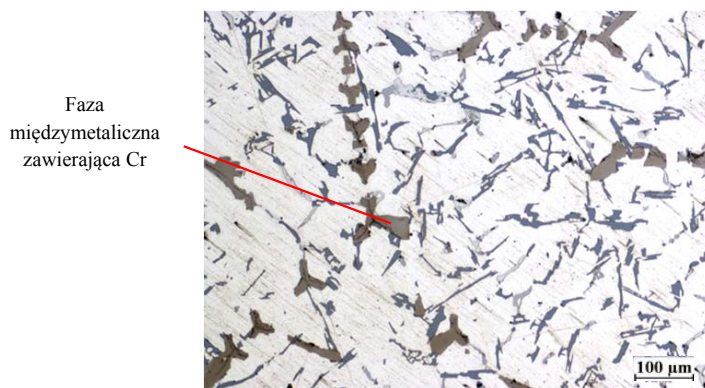
The DTA curves of the silumin containing about 0.3% wt. Cr have been shown in Figure 6. Such an amount of chromium caused the presence of a full thermal effect on the derivation curve, denoted as PkA'A", originating from the crystallization of predendritic precipitations of the intermetallic phase containing chromium. This effect has its clear local maximum at point A', corresponding to the moment of the most intensive emission of crystallization heat of this phase.



Rys. 6. Krzywe ATD siluminu z dodatkiem około 0,3% wag. chromu
Fig. 6. DTA curves of the silumin with about 0.3 wt. % chromium

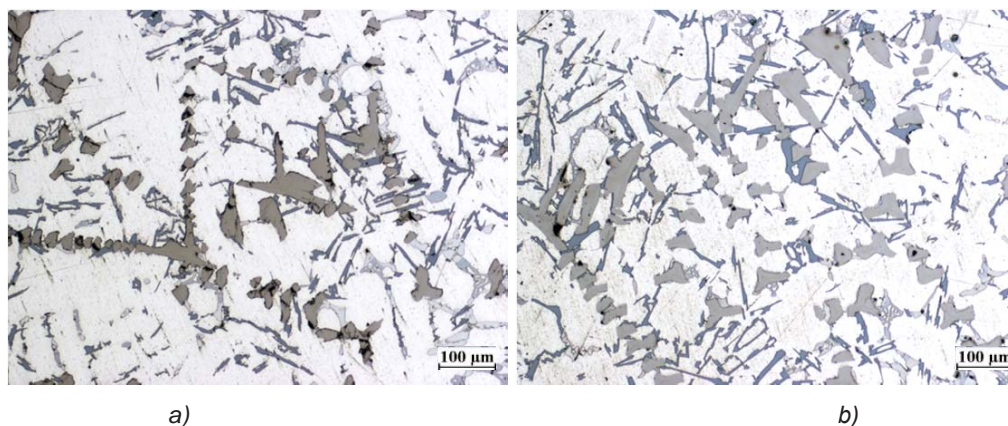
Większy obszar występowania efektu PkA'A" (rys. 6) w porównaniu z efektem PkA' (rys. 4) spowodowany jest większą ilością fazy międzymetalicznej zawierającej chrom w siluminie z dodatkiem 0,3% wag. Cr w porównaniu z siluminem zawierającym 0,2% wag. Cr. Zwiększoną ilość tej fazy w siluminie z dodatkiem 0,3% wag. Cr przedstawiono na rysunku 7.

A larger area of the presence of the effect PkA'A" (Fig. 6) compared to that of the effect PkA' (Fig. 4) is caused by a larger amount of the intermetallic phase containing chromium in the silumin with the addition of 0.3 wt. % Cr in comparison with the silumin containing 0.2 wt. % Cr. The increased amount of this phase in the silumin with 0.3 wt. % Cr has been shown in Figure 7.



Rys. 7. Mikrostruktura siluminu z dodatkiem około 0,3% wag. chromu w odlewie wykonanym w próbniku ATD: faza międzymetaliczna zawierająca Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

Fig. 7. Microstructure of the silumin with about 0.3 wt. % chromium in a cast made on the DTA tester: intermetallic phase containing Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$



Rys. 8. Mikrostruktura odlewu z próbnika ATD wykonanego z siluminu o podwyższonym dodatku chromu w ilości: a) 0,4% wag., b) 0,5% wag.: faza międzymetaliczna zawierająca Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

Fig. 8. Microstructure of a cast made in the DTA tester from silumin with an increased chromium content in the amount of: a) 0.4 wt. %, b) 0.5 wt. %: intermetallic phase containing Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

Poza zwiększeniem ilości fazy zawierającej chrom przedstawiona mikrostruktura jest analogiczna do siluminu o zawartości 0,2% Cr wag. W związku z powyższym należy przyjąć, że przedstawione na krzywych ATD siluminu zawierającego około 0,3% wag. Cr efekty cieplne A"AB, BEH i HKL zostały wywołane odpowiednio krystalizacją: dendrytów fazy α (Al), eutektyki $\alpha + \beta$ oraz eutektyki $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$. Mikrostrukturę siluminów o zawartości chromu 0,4 i 0,5% wag. przedstawiono na rysunku 8. W mikrostrukturach tych występują analogiczne fazy siluminów zawierających 0,2 i 0,3% wag. Cr. Różnica sprowadza się do zwiększenia

Except for the increased amount of the phase containing chromium, the presented microstructure is analogical to that of the silumin with the 0.2 wt. % Cr content. And so, it should be assumed that the thermal effects A"AB, BEH and HKL presented on the DTA curves of the silumin containing about 0.3 wt. % Cr were caused by the crystallization of: dendrites of phase α (Al), eutectic $\alpha + \beta$ and eutectic $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$, respectively. The microstructure of the silumins with the chromium content of 0.4 and 0.5 wt. % are shown in Figure 8. In these microstructures, we observe analogical phases of silumins containing 0.2 and 0.3 wt. % Cr.

szenia ilości i wielkości wydzieleni predendrytycznych faz międzymetalicznych zawierających chrom. Również na uzyskanych dla siluminów zawierających 0,4 i 0,5% wag. Cr krzywych ATD występują analogiczne efekty cieplne, jak miało to miejsce w przypadku siluminu z dodatkiem około 0,3% wag. Cr. Różnice pomiędzy nimi polegają na różnych współrzędnych punktów charakterystycznych na poszczególnych krzywych. Temperatury „ t ” oraz szybkości stygnięcia „ $dt/d\tau$ ” badanych siluminów przedstawiono w tabelach 4 i 5.

The difference is in the increased amount and size of the predendritic precipitations of intermetallic phases containing chromium. Also the DTA curves obtained for the silumins with 0.4 and 0.5 wt. % Cr contain analogical thermal effects to those in the case of the silumin with about 0.3 wt. % Cr. The differences between them are in the coordinates of the characteristic points for the particular curves. The temperatures “ t ” and cooling rates “ $dt/d\tau$ ” of the examined silumins have been given in Tables 4 and 5.

Tabela 4. Zestawienie wartości temperatury „ t ” w punktach charakterystycznych siluminu wyjściowego oraz siluminów zawierających Cr

Table 4. Compilation of the temperature values “ t ” at the characteristic points of the initial silumin and silumins containing Cr

Nominalna zawartość Cr, % wag. / Nominal content of Cr, % wt.	Temperatura t , °C / Temperature t , °C								
	Pk	A'	A''	A	B	E	H	K	L
0,0	590	–	–	580	566	562	519	496	469
0,1	591	–	–	583	567	564	511	489	460
0,2	609	589	–	586	570	566	515	493	464
0,3	615	594	589	585	569	565	522	500	473
0,4	620	606	592	585	569	566	524	503	470
0,5	639	617	598	585	570	566	525	506	473

Tabela 5. Zestawienie wartości szybkości stygnięcia „ $dt/d\tau$ ” w punktach charakterystycznych siluminu wyjściowego oraz siluminów zawierających Cr

Table 5. Compilation of the cooling rate values “ $dt/d\tau$ ” at the characteristic points of the initial silumin and silumins containing Cr

Nominalna zawartość Cr, % wag. / Nominal content of Cr, % wt.	$dt/d\tau$, °C/s								
	Pk	A'	A''	A	B	E	H	K	L
0,0	-0,60	–	–	0,13	-0,21	0,03	-0,40	-0,14	-0,65
0,1	-0,63	–	–	0,11	-0,23	0,03	-0,53	-0,24	-0,61
0,2	-0,58	-0,41	–	0,12	-0,22	0,03	-0,44	-0,23	-0,57
0,3	-0,71	-0,38	-0,46	0,11	-0,24	0,02	-0,43	-0,30	-0,64
0,4	-0,65	-0,39	-0,55	0,11	-0,24	0,04	-0,43	-0,23	-0,67
0,5	-0,73	-0,34	-0,58	0,15	-0,24	0,05	-0,41	-0,19	-0,66

Z danych przedstawionych w tabeli 4 wynika, że zwiększenie zawartości chromu w siluminie powoduje podwyższenie wartości temperatury w punkcie Pk, czyli temperatury początku krystalizacji stopu. Zauważyć można również wzrost wartości „ t ” w punktach A' i A''. Są to punkty związane z tworzeniem się predendrytycznych wydzieleni faz międzymetalicznych zawierających chrom. W pozostałych punktach nie wykazano usystematyzowanego wpływu zawartości chromu w siluminie na zmiany wartości temperatury „ t ”. Zestawione w tabeli 5 szybkości stygnięcia „ $dt/d\tau$ ” nie wykazują istotnych zmian wywołanych wzrostem zawartości chromu w siluminie

The data presented in Table 4 suggest that increasing the content of chromium in the silumin causes an increase of the temperature value at point Pk, that is the temperature of the crystallization beginning of the alloy. We can also notice an increase of the value of “ t ” at points A' and A''. These are points connected with the formation of predendritic precipitations of intermetallic phases containing chromium. At the remaining points, no systematized effect of the chromium content in the silumin on the temperature value “ t ” was stated. The cooling rates “ $dt/d\tau$ ” compiled in Table 5 do not exhibit significant changes caused by the increase of the chro-

(punkty A, B i E) lub też zachodzące zmiany nie mają usystematyzowanego charakteru.

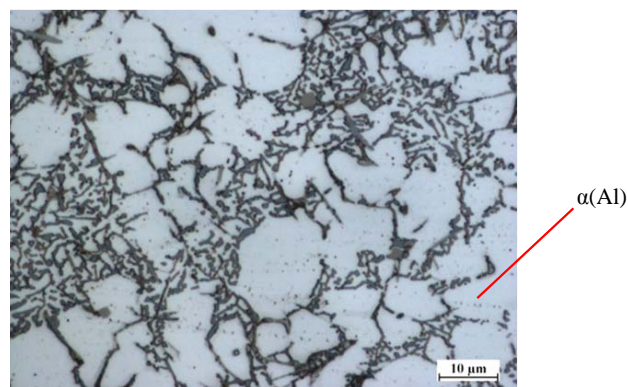
Na [rysunku 9](#) przedstawiono mikrostrukturę siluminu wyjściowego odlewane go ciśnieniowo. Jego mikrostruktura składa się z dendrytów roztworu stałego $\alpha(\text{Al})$ oraz eutektyk złożonych z roztworów $\alpha(\text{Al})$, $\beta(\text{Si})$ i faz międzymetalicznych. Eutektyczne wydzielenia fazy $\beta(\text{Si})$ posiadają morfologię płytkową. Mikrostruktura ta różni się od siluminu wyjściowego odlewane go do formy skorupowej przede wszystkim wielkością wydzieleni poszczególnych faz. Spowodowane jest to znacznie większą intensywnością odbierania ciepła z odlewu przez formę ciśnieniową w porównaniu z formą skorupową (próbnik ATD). W przypadku odlewania pod ciśnieniem intensyfikację odprowadzania ciepła uzyskuje się przez stosowanie masywnej formy stalowej oraz stosunkowo małą grubość ścianek odlewu. Oprócz znaczącego zmniejszenia wielkości wydzieleni poszczególnych faz intensywne odbieranie ciepła przez formę ciśnieniową może skutkować przesyleniem roztworu stałego $\alpha(\text{Al})$ dodatkami stopowymi, w wyniku czego można uzyskać mniejszy udział objętościowy faz międzymetalicznych w siluminie. Duża intensywność odprowadzania ciepła z odlewu może doprowadzić również do uzyskania bardziej zwartej morfologii wydzieleni faz międzymetalicznych. W przedstawionej mikrostrukturze nie występują fazy międzymetaliczne o morfologii „chińskiego pisma”. Mikrostrukturę siluminów po wprowadzeniu dodatku 0,1 i 0,2% wag. Cr przedstawiono na [rysunku 10](#).

Z przedstawionych na [rysunku 10](#) danych wynika, że dodatek chromu spowodował zmianę morfologii eutektycznych wydzieleni krzemu płytkowej na bardziej zwartą. Wprowadzenie 0,1 i 0,2% wag. Cr nie spowodowało znaczących zmian pod względem rodzaju faz występujących w siluminie. Widoczne tam fazy międzymetaliczne występują głównie w obszarach eutektyk lub w przestrzeniach międzidendrytycznych. Na [rysunku 11](#) przedstawiono mikrostruktury siluminów zawierających 0,3; 0,4 i 0,5% wag. Cr.

mium content in the silumin (points A, B and E), or the occurring changes have no systematized character.

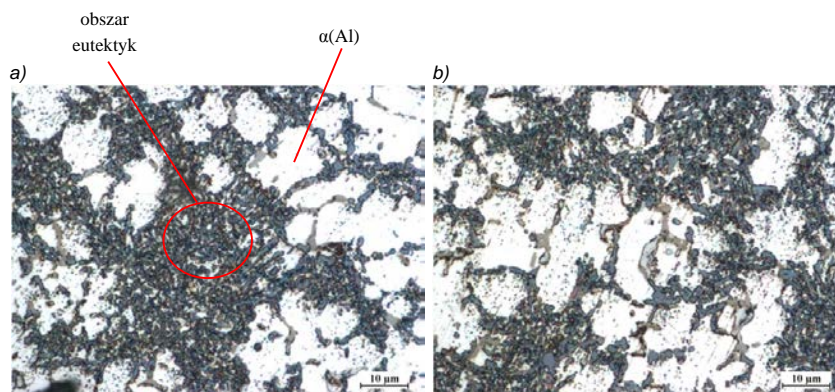
[Figure 9](#) shows the microstructure of the initial pressure cast silumin. It consists of dendrites of the solid solution $\alpha(\text{Al})$ and eutectics composed of the solutions $\alpha(\text{Al})$, $\beta(\text{Si})$ and intermetallic phases. The eutectic precipitations of phase $\beta(\text{Si})$ have a lamellar morphology. This microstructure differs from that of the initial silumin cast into a shell mould mostly in the size of the precipitations of the particular phases. This is caused by the significantly higher intensity of collecting the heat from the cast by the pressure mould, compared to the shell mould (DTA tester). In the case of pressure casting, the intensification of the heat removal is obtained by way of applying a massive steel mould and relatively thin walls of the cast. Beside the reduced size of the precipitations of the particular phases, the intensive heat reception by the pressure mould may result in oversaturation of the solid solution $\alpha(\text{Al})$ by the alloy additions, as a result of which it is possible to obtain a lower volume fraction of intermetallic phases in the silumin. A high intensity of the heat removal from the cast can also lead to a more compact morphology of the intermetallic phase precipitations. In the presented microstructure, intermetallic phases with the “Chinese character” morphology are not present. The microstructure of the silumin with the additions of 0.1 and 0.2 wt. % Cr has been shown in [Figure 10](#).

The data presented in [Figure 10](#) suggest that the chromium addition caused a change in the morphology of the eutectic precipitations of silicon from a lamellar to a more compact one. Introducing 0.1 and 0.2 wt. % Cr did not cause significant changes in respect of the type of phases present in the silumin. The visible intermetallic phases are mainly in the eutectic areas or in the interdendritic spaces. [Figure 11](#) shows the microstructures of the silumins containing 0.3; 0.4 and 0.5 wt. % Cr.



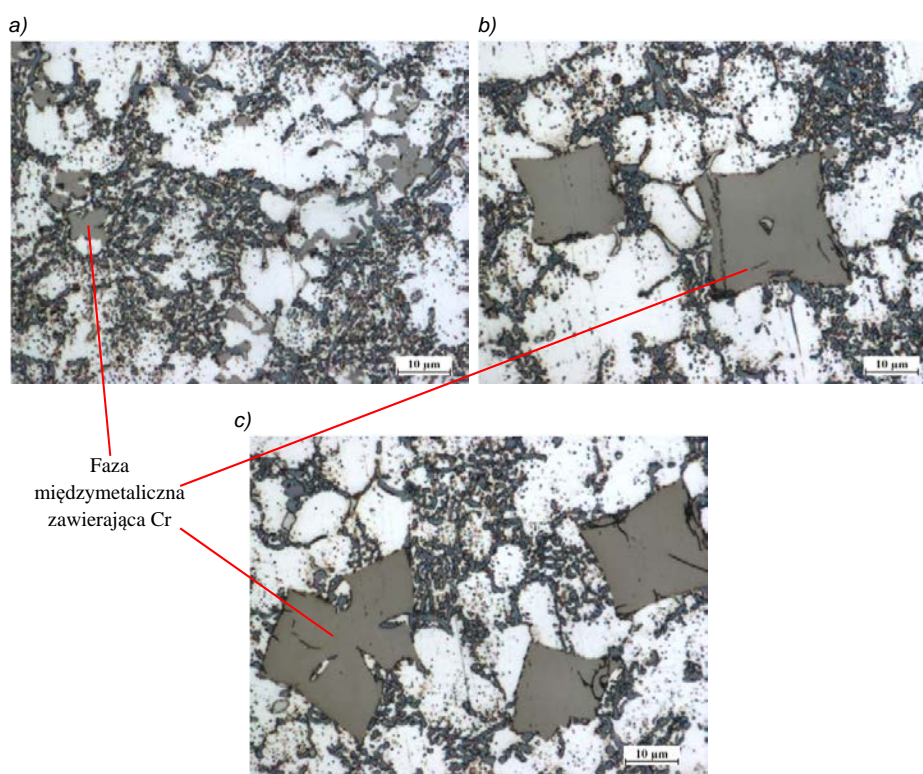
Rys. 9. Mikrostruktura siluminu wyjściowego w odlewie ciśnieniowym: α , $\alpha + \text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2 + \beta$, $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMgMnNi} + \beta$

Fig. 9. Microstructure of the initial silumin in a pressure cast: α , $\alpha + \text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2 + \beta$, $\alpha + \text{Al}_2\text{Cu} + \text{AlSiCuFeMgMnNi} + \beta$



Rys. 10. Mikrostruktura odlewu ciśnieniowego wykonanego z siluminu zawierającego chrom w ilości:
 a) 0,1% wag.; b) 0,2% wag.: α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

Fig. 10. Microstructure of the pressure cast made of the silumin containing chromium in the amount of:
 a) 0.1 wt. %; b) 0.2 wt. %: α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$



Rys. 11. Mikrostruktura odlewu ciśnieniowego wykonanego z siluminu zawierającego chrom w ilości:
 a) 0,3% wag.; b) 0,4% wag.; c) 0,5% wag.: faza międzymetaliczna zawierająca Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu +$
 $+ AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

Fig. 11. Microstructure of a pressure cast made from silumin containing chromium in the amount of:
 a) 0.3 wt. %; b) 0.4 wt. %; c) 0.5 wt. %: intermetallic phase containing Cr, α , $\alpha + \beta$, $\alpha + Al_2Cu + AlSiCuFeMgMnNiCr + \beta$

W siluminie z dodatkiem około 0,3% wag. Cr (rys. 11a) tworzy się „nowa” faza międzymetaliczna o morfologii zbliżonej do „czteroramiennej gwiazdy”, której wydzielenia wnikają zarówno w dendryty fazy $\alpha(Al)$, jak i obszary występowania eutektyk. Pozwala to wnioskować, iż są to fazy krystalizujące w wyniku przemiany perytektycznej w temperaturze wyższej od pozostałych faz występujących w stopie. Wielkość wydzielen

In the silumin with about 0.3 wt. % Cr (Fig. 11a), a “new” intermetallic phase is formed, with a morphology similar to a “four-armed star”, whose precipitations penetrate both the dendrites of phase $\alpha(Al)$ and the areas of the presence of eutectics. This makes it possible to conclude that these are phases which crystallize as a result of a peritectic transformation at a temperature higher than that of the remaining phases present in the alloy. The size

tych faz w siluminie zawierającym około 0,3% wag. Cr dochodzi do 10 μm . Zwiększenie zawartości dodatku chromu do 0,4 i 0,5% wag. (rys. 11b i c) powoduje uzyskanie morfologii „nowej” fazy o charakterze bardziej ścianowym. Wielkość jej wydzieleni zwiększa się wraz ze wzrostem zawartości chromu w siluminie. Przy zawartości 0,4% Cr ich wielkość dochodzi do $\sim 35 \mu\text{m}$, a dla 0,5% wag. Cr wydzielenia „nowej” fazy osiągają do $\sim 40 \mu\text{m}$. Jednoczesne zwiększanie się zawartości chromu w siluminie i wielkości wydzieleni „nowej” fazy pozwala wnioskować, że faza ta zawiera chrom.

Podstawowe właściwości mechaniczne odlewanego pod ciśnieniem siluminu wyjściowego oraz siluminów z dodatkiem chromu przedstawiono w tabeli 6 oraz na rysunku 12. Norma [17] podaje następujące wartości podstawowych właściwości mechanicznych siluminu EN-AC 46000: $R_m \geq 240 \text{ MPa}$; $R_{p0,2} \geq 140 \text{ MPa}$; $A < 1\%$; $HB \geq 800$. Ich wartości dla siluminu wyjściowego znacząco odbiegają od podanych przez normę. Wpływ na to ma przede wszystkim charakter użytkowy odlewu pokrywy obudowy rolet, z którego pobierano próbki do określania właściwości wytrzymałościowych badanego siluminu. Odbiorca postawił wymagania o charakterze estetycznym, więc technologia wykonania odlewu była opracowywana głównie pod tym kątem, z mniejszym naciskiem na właściwości. Przedstawione w tabeli 6 wartości stanowią średnią arytmetyczną uzyskaną z pomiarów na trzech próbkach. W przypadku twardości HB na każdej z wyżej wymienionych próbek dokonano pięciu pojedynczych pomiarów twardości. Odchylenie standardowe σ_{HB} określono na podstawie średnich twardości trzech próbek, a nie populacji 15 pojedynczych pomiarów. Z zawartych w tabeli 6 i na rysunku 12 danych wynika możliwość podwyższenia poszczególnych właściwości przez wprowadzenie do siluminu chromu. Najistotniejszy wzrost wartości uzyskano dla wydłużenia względnego A i wytrzymałości na rozciąganie R_m . Najwyższe wartości $A = 5,0\%$ i $R_m = 256 \text{ MPa}$ uzyskano przy zawartości 0,2% wag. Cr. Dało to wzrost względny w odniesieniu do siluminu wyjściowego wynoszący 47% dla A oraz 30% dla R_m . Najwyższą wartość twardości $HB = 118$ uzyskano dla zawartości 0,3% wag. Cr. Daje to wzrost o 17% w stosunku do twardości siluminu wyjściowego. Jednak ze względu na wysoką wartość odchylenia standardowego dla tego pomiaru wynik ten należy traktować z pewną ostrożnością. Bardzo zbliżoną wartość $HB = 116$ uzyskano przy zawartości 0,2% wag. Cr. Dla tej wartości nie stwierdzono natomiast istotnego rozrzutu pomiędzy poszczególnymi pomiarami twardości. Najmniej istotnie dodatek chromu wpłynął na poziom umownej granicy plastyczności $R_{p0,2}$. Najwyższą wartością $R_{p0,2} = 111 \text{ MPa}$ charakteryzuje się silumin zawierający około 0,2% wag. Cr. Względem siluminu wyjściowego $R_{p0,2}$ wzrosło o 10%.

Efekt podwyższenia wartości poszczególnych właściwości mechanicznych siluminu uzyskiwany przy określonych zawartościach chromu jest prawdopodobnie

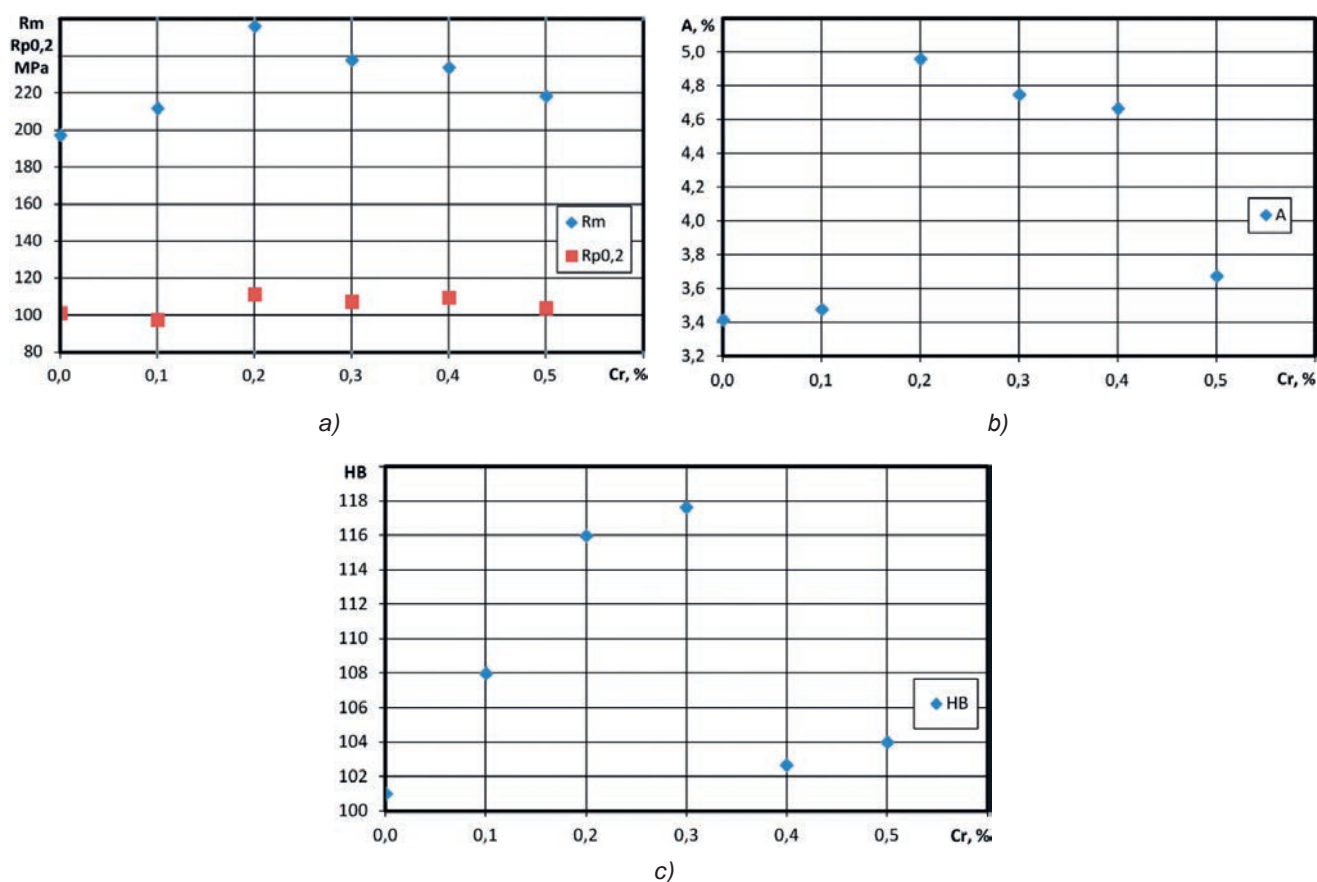
of precipitations of these phases in the silumin containing about 0.3 wt. % Cr reaches 10 μm . Increasing the chromium content to 0.4 and 0.5 wt. % (Fig. 11b and c) creates a more faceted morphology of the “new” phase. The size of the precipitations increases with the increase of the chromium content in the silumin. With the content of 0.4% Cr, their size reaches $\sim 35 \mu\text{m}$, and for 0.5 wt. % Cr, the precipitations of the “new” phase reach $\sim 40 \mu\text{m}$. At the same time, the increase of the chromium content in the silumin and the size of the precipitations of the “new” phase make it possible to conclude that this phase contains chromium.

The basic mechanical properties of the initial pressure cast silumin and the silumins with the chromium addition are given in Table 6 and in Figure 12. The standard [17] gives the following values of the basic mechanical properties of EN-AC 46000 silumin: $R_m \geq 240 \text{ MPa}$; $R_{p0,2} \geq 140 \text{ MPa}$; $A < 1\%$; $HB \geq 800$. Their values for the initial silumin significantly deviate from those given by the standard. This is mainly due to the usability of the cast of the roller shutter cover, from which specimens to determine the strength properties were taken. Recipient set requirements of an aesthetic nature, so the technology of casting has been developed primarily for that purpose, with less emphasis on the properties. The values presented in Table 6 constitute the arithmetic average obtained from the measurements performed on three samples. In the case of the hardness HB , on each of the above samples, five single hardness measurements were performed. The standard deviation σ_{HB} was determined based on the mean values of the three samples rather than a population of 15 single measurements. The data included in Table 6 and Figure 12 suggest that it is possible to increase the particular properties through the introduction of chromium into the silumin. The most important increase in the value was obtained for the unit elongation A and the tensile strength R_m . The highest values $A = 5.0\%$ and $R_m = 256 \text{ MPa}$ were obtained with the content of 0.2% wt. Cr. This provided a relative increase in reference to the initial silumin equalling 47% for A and 30% for R_m . The highest value of hardness $HB = 118$ was obtained for the content of 0.3% wt. Cr. This gives an increase of 17% in respect of the hardness of the initial silumin. However, due to the high standard deviation value for this measurement, this result should be treated with some caution. A very similar $HB = 116$ value was obtained with a content of 0.2% by weight. Cr. For this value, no significant dispersion between individual hardness measurements was found. The least significant effect of the chromium addition was in the case of the proof stress $R_{p0,2}$. The highest value $R_{p0,2} = 111 \text{ MPa}$ was exhibited by the silumin containing about 0.2% wt. Cr. In respect of the initial silumin, $R_{p0,2}$ increased by 10%.

The effect of increased values of the particular mechanical properties of the silumin obtained with specific chromium contents is probably caused by the over-

Tabela 6. Właściwości mechaniczne siluminu wyjściowego oraz zawierających Cr wraz z odchyleniem standardowym σ
 Table 6. Mechanical properties of the initial silumin and silumins containing Cr together with the standard deviation σ

Dodatek Cr, % wag. / Cr addition, wt. %	Właściwości mechaniczne / Mechanical properties							
	R_m , MPa	σ_{R_m} , MPa	$R_{p0,2}$, MPa	$\sigma_{R_{p0,2}}$, MPa	A, %	σ_A , %	HB	σ_{HB}
0,0	197	14,4	101	4,5	3,4	0,85	101	1,0
0,1	212	16,8	97	2,5	3,5	0,50	108	1,0
0,2	256	5,5	111	6,6	5,0	0,08	116	0,0
0,3	238	2,4	107	5,3	4,8	0,48	118	8,5
0,4	234	5,7	109	3,2	4,7	0,65	103	0,6
0,5	218	16,0	104	2,9	3,7	0,59	104	0,0



Rys. 12. Wytrzymałość na rozciąganie R_m (a), wydłużenie względne A (b) oraz twardość HB (c) siluminu wyjściowego oraz z dodatkiem Cr

Fig. 12. Tensile strength R_m (a), unit elongation A (b) and hardness HB (c) of the initial silumin and silumins with the Cr addition

spowodowany przesyleniem chromem roztworu stałego $\alpha(\text{Al})$. Biorąc pod uwagę znikomą rozpuszczalność tego pierwiastka w aluminium, przesylenie nim fazy $\alpha(\text{Al})$ jest możliwe przy zastosowaniu dużej szybkości odprowadzania ciepła z krystalizującego odlewu. Taki przebieg procesu krystalizacji odlewu uzyskuje się w zastosowanej na potrzeby tej pracy technologii odlewania pod ciśnieniem. Z kolei zbyt duża zawartość chromu

saturation of the solid solution $\alpha(\text{Al})$ with chromium. Taking into account the scant solubility of this element in aluminium, oversaturation of phase $\alpha(\text{Al})$ is possible with the application of a high rate of heat removal from the crystallizing cast. Such a course of the cast's crystallization is obtained in the pressure cast technology applied for the purposes of this study. In turn, too high a chromium content in the silumin causes a secondary

w siluminie powoduje wtórne obniżenie jego właściwości. Efekt ten jest prawdopodobnie spowodowany występowaniem w mikrostrukturze siluminu stosunkowo dużych wydzieleni faz międzymetalicznych zawierających chrom. Fazy te istotnie zwiększają kruchość stopu. Przy zawartości 0,4 i 0,5% wag. Cr fazy te charakteryzują się dodatkowo niekorzystną ścianową morfologią, co powoduje potęgowanie zjawiska karbu. Na rysunku 12 widoczny jest znaczący wpływ zawartości chromu na obniżenie twardości siluminu w zakresie 0,3–0,4% wag. Cr. Należy przypuszczać, że przy stężeniu chromu równym bądź większym od 0,4% wag. znaczne wymiary kryształów faz międzymetalicznych zawierających chrom powodują istotne zmniejszenie przesylenia roztworu $\alpha(\text{Al})$. Z kolei nieznaczny przyrost twardości, w zakresie wzrostu zawartości chromu od 0,4 do 0,5% wag., należy tłumaczyć wzrostem średniego wymiaru wyżej wymienionych faz.

4. Wnioski

Z danych zawartych w pracy wynikają następujące wnioski:

- wprowadzenie do siluminu 0,2% wag. lub więcej chromu spowodowało zmianę procesu jego krystalizacji, wykazaną na krzywych ATD w postaci dodatkowego efektu cieplnego występującego przed krystalizacją fazy $\alpha(\text{Al})$,
- dodatkowy efekt cieplny jest prawdopodobnie wywołany perytektyczną krystalizacją fazy międzymetalicznej zawierającej chrom,
- badanie mikrostruktury siluminów odlewanych do próbniaka ATD wykazało występowanie „nowej” fazy przy zawartości 0,2% wag. lub większej Cr,
- w mikrostrukturze siluminów odlewanych pod ciśnieniem „nowe” fazy międzymetaliczne występują dla zawartości 0,3% wag. lub większej Cr,
- dodatek chromu spowodował podwyższenie właściwości mechanicznych siluminu,
- najwyższe wartości: $R_m = 256 \text{ MPa}$; $R_{p0,2} = 111 \text{ MPa}$ oraz $A = 5,0\%$ uzyskano w siluminie zawierającym 0,2% wag. Cr, natomiast największą wartość $HB = 118$ uzyskano w siluminie zawierającym 0,3% wag. Cr,
- względem siluminu wyjściowego największy wzrost wartości uzyskano dla A (47%) i R_m (30%), mniejszy dla HB (17%), a najmniej istotny dla $R_{p0,2}$ (10%).

decrease of its properties. This effect is probably caused by the presence of relatively large intermetallic phases containing chromium in the silumin's microstructure. These phases significantly increase the alloy's brittleness. With the content of 0.4 and 0.5 wt. % Cr, these phases additionally characterize in a disadvantageous faceted morphology, which causes the occurrence of the notch phenomenon. In Figure 12, we can see that the chromium content in the scope of 0.3–0.4 wt. % Cr in the silumin significantly lowers the silumin's hardness. It should be assumed that with the chromium concentration equalling or exceeding 0.4 wt. %, the large dimensions of the crystals of the intermetallic phases containing chromium cause a significant decrease of the solid solution's oversaturation $\alpha(\text{Al})$. In turn, the slight increase in hardness in the chromium content scope of 0.4 to 0.5 wt. % should be explained by the increase of the average size of the phases mentioned above.

4. Conclusions

Based on the data presented in the study, it is possible to draw the following conclusions:

- Introducing 0.2 wt. % Cr or more into the silumin caused a change in its crystallization process, demonstrated on the DTA curves in the form of an additional thermal effect occurring before the crystallization of phase $\alpha(\text{Al})$,
- The additional thermal effect probably originates from the peritectic crystallization of the intermetallic phase containing chromium,
- The examination of the microstructure of silumins cast into the DTA tester showed the presence of a “new” phase with the content of 0.2 wt. % Cr or more,
- In the microstructure of the pressure cast silumins, “new” intermetallic phases are present with the content of 0.3 wt. % Cr or more,
- The addition of chromium caused an increase in the mechanical properties of the silumin,
- The highest values: $R_m = 256 \text{ MPa}$; $R_{p0,2} = 111 \text{ MPa}$ and $A = 5.0\%$ were obtained in the silumin containing 0.2 wt. % Cr, whereas the highest hardness $HB = 118$ was obtained in the silumin containing 0.3 wt. % Cr,
- In respect of the initial silumin, the highest value increase was obtained for A (47%) and R_m (30%), while a lower increase was observed for HB (17%), and the least significant one for $R_{p0,2}$ (10%).

Podziękowania

Badania prowadzono w ramach projektu „Opracowanie nowych, wysokojakościowych gatunków stopów do odlewania pod ciśnieniem” realizowanego w latach 2013–2015, współfinansowanego z Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka zgodnie z umową nr UDA-POIG.01.04.00-10-079/12.

Acknowledgements

The research has been performed within the project “Elaboration of new high quality types of alloys for pressure casting”, realized in 2013–2015, co-financed by the European Regional Development Fund within the Operational Program “Innovative Economy” according to the contract No. UDA-POIG.01.04.00-10-079/12.

Literatura/References

1. Zheng Y., W. Xiao, S. Ge, W. Zhao, S. Hanada, C. Ma. 2015. „Effects of Cu content and Cu/Mg ratio on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu-Mg alloys”. *Journal of Alloys and Compounds* 649 (15 November 2015) : 291–296.
2. Ding L., Z. Jia, Z. Zhang, R.E. Sanders, Q. Liu, G. Yang. 2015. „The natural aging and precipitation hardening behavior of Al-Mg-Si-Cu alloys with different Mg/Si ratios and Cu additions”. *Materials Science & Engineering A* 627 (11 March 2015) : 119–126.
3. Yu W., H. Zhao, L. Wang, Z. Guo, S. Xiong. 2018. „The influence of T6 treatment on fracture behavior of hypereutectic Al-Si HPDC casting alloy”. *Journal of Alloys and Compounds* 731 (15 January 2018) : 444–451.
4. Wang X., M. Guob, J. Luo, J. Zhu, J. Zhang, L. Zhuang. 2017. „Effect of Zn on microstructure, texture and mechanical properties of Al-Mg-Si-Cu alloys with a medium number of Fe-rich phase particles”. *Materials Characterization* 134 (December 2017) : 123–133.
5. Yan L., Y. Zhangn, X. Li, Z. Li, F. Wang, H. Liu, B. Xiong. 2014. „Effect of Zn addition on microstructure and mechanical properties of an Al–Mg–Si alloy”. *Progress in Natural Science: Materials International* 24 (2) : 97–100.
6. Alemdağ Y., M. Beder. 2014. „Microstructural, mechanical and tribological properties of Al–7Si–(0–5)Zn alloys”. *Materials and Design* 63 (November 2014) : 159–167.
7. Szymczak T., G. Gumienny, T. Pacyniak. 2016. „Hypoeutectic silumin to pressure die casting with vanadium and tungsten”. *Archives of Metallurgy and Materials* 61 (4) : 2103–2110.
8. Szymczak T., G. Gumienny, I. Stasiak, T. Pacyniak. 2017. „Hypoeutectic Al-Si alloy with Cr, V and Mo to pressure die casting”. *Archives of Foundry Engineering* 17 (1) : 153–156.
9. Okamoto H. 2008. „Al-Cr (Aluminum-Chromium)”. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 29 (1) : 111–112. DOI: 10.1007/s11669-007-9225-4.
10. *Alloy Phase Diagrams*. ASM Handbook. Vol. 3. 1992.
11. Pietrowski S. 2001. *Siluminy*. Łódź: Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej.
12. Pietrowski S., B. Pisarek, R. Władysławski, G. Gumienny, T. Szymczak. 2009. TDA curves of metals alloys and the control of their quality. W: Szajnar J. (red.), *Postępy teorii i praktyki odlewniczej*, 345–377. Katowice – Gliwice: PAN.
13. Cholewa M., Z. Jura, A. Studnicki. 2009. Rozwój metody analizy termicznej i derywacyjnej w Katedrze Odlewnictwa Politechniki Śląskiej. W: Szajnar J. (red.), *Postępy teorii i praktyki odlewniczej*, 49–70. Katowice – Gliwice: PAN.
14. Piątkowski J., B. Gajdzik. 2013. „Testing phase changes in Al-Si cast alloys with application of thermal analysis and differential calorimetric analysis”. *Metalurgija* 52 (4) : 469–472.
15. Pezda J. 2014. „The effect of the T6 heat treatment on hardness and microstructure of the EN AC-ALSi12CuNiMg alloy”. *Metalurgija* 53 (1) : 63–66.

16. Pezda J. 2015. „Effect of the T6 heat treatment on change of mechanical properties of the AlSi12CuNiMg alloy modified with strontium”. *Archives of Metallurgy and Materials* 60 (2) : 627–632.
17. PN-EN 1706:2011 Aluminium I stopy aluminium. Odlewy, skład chemiczny i własności mechaniczne.
18. Taylor J.A. 2012. „Iron-containing intermetallic phases in Al-Si based casting alloys”. *Procedia Materials Science* 1 : 19–33.
19. Dinnis C.M., J.A. Taylor, A.K. Dahle. 2005. „As-cast morphology of iron-intermetallics in Al–Si foundry alloys”. *Scripta Materialia* 53 (8) : 955–958.
20. Warmuzek M. 2015. „Solidification path of the AlFeMnSi alloys in a stage of primary intermetallic phases precipitation”. *Prace Instytutu Odlewnictwa / Transactions of the Foundry Research Institute* 55 (3) : 51–60.