

Wpływ szybkości stygnięcia na liczbę ziaren pierwotnych stopu Al-5Cu

M. Górny^a, G. Sikora^a

^a Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Odlewnictwa, Katedra Inżynierii Stopów i Kompozytów Odlewanych, ul. Reymonta 20, 30-059 Kraków, Polska

*Kontakt korespondencyjny: e-mail: ^a mgorny@agh.edu.pl

Otrzymano 22.10.2013; zaakceptowano do druku 12.12.2013

Streszczenie

W niniejszej pracy zbadano zagadnienie wpływu szybkości stygnięcia na liczbę ziaren pierwotnych $\alpha(\text{Al})$ w stopie Al-5Cu. Badania przeprowadzono dla odlewów o grubości ścianek z zakresu 3 - 25 mm. W celu wyznaczenia szybkości stygnięcia oraz stopnia przechłodzenia na początku krystalizacji zarejestrowano krzywe stygnięcia. Badania wykazały, że szybkość stygnięcia zwiększa się eksponentalnie w miarę zmniejszania grubości ścianki odlewu. Z przeprowadzonych badań wynika, że szybkość stygnięcia odlewów zmienia się w szerokim zakresie (21,5 - 1,6 °C/s) przy zmianie grubości ścianki od 3 - 25 mm. Przeprowadzono badania metalograficzne celem określenia gęstości ziaren pierwotnych (liczby ziaren pierwotnych $\alpha(\text{Al})$ na jednostkę objętości). Przedstawiono zależności wiążące liczbę ziaren pierwotnych z szybkością stygnięcia, a także ze stopniem przechłodzenia ($\Delta T_m = T_e - T_{\min}$, gdzie T_e - równowagowa temperatura krystalizacji (likwidus), T_{\min} - minimalna temperatura na początku krystalizacji fazy $\alpha(\text{Al})$). Badania wykazały, że liczbę ziaren pierwotnych można opisać z wysokim współczynnikiem korelacji za pomocą zależności potęgowej w funkcji szybkości stygnięcia.

Słowa kluczowe: metalografia, szybkość stygnięcia, mikrostruktura, stopy aluminium.

1. Wprowadzenie

Stopy aluminium są szeroko stosowane w przemyśle ze względu na ich korzystne właściwości takie jak dobry stosunek wytrzymałości do gęstości, dobra przewodność cieplna, dobra leśność oraz zdolność do przeróbki plastycznej [1]. Wykonanie niektórych części np. do samochodów ze stopów aluminium pozwala na redukcję ich masy [2,3]. Dzięki temu możliwe są oszczędności w zużyciu paliwa oraz zmniejszenie emisji szkodliwych produktów jego spalania do środowiska.

Właściwości mechaniczne lekkich stopów aluminium w tym stopów Al-Cu zależą głównie od parametrów mikrostruktury. Tymi parametrami mikrostruktury są: liczba ziaren fazy pierwotnej, odległości pomiędzy gałęziami dendrytów pierwszego i drugiego rzędu (SDAS), sposób rozłożenia i morfologia faz międzymetalicznych oraz defekty, głównie mikroporowatości [4].

Głównymi czynnikami wpływającymi na szybkość stygnięcia są grubość ścianki odlewu, warunki zasilania, temperatura zalewania oraz współczynnik akumulacji ciepła materiału formy. W literaturze jest wiele prac wiążących wpływ grubości ścianki z odległością pomiędzy gałęziami dendrytów drugiego rzędu (SDAS) [3,4]. Odległości te zwykle używane są do opisu „rozdrobienia struktury”. Parametr ten zmienia się jednak w czasie podczas krystalizacji, czego efektem jest zróżnicowana jego wartość wzdłuż osi dendrytów [5]. W literaturze obserwuje się ograniczone dane dotyczące wpływu szybkości stygnięcia na liczbę ziaren pierwotnych stopu Al-5Cu [5,6]. Z jednego zarodka powstaje jedno ziarno. Liczbę ziaren można zatem utożsamiać z liczbą zarodków i w związku z tym reprezentuje ona potencjał zarodkowania. Znajomość wpływu czynników technologicznych na liczbę ziaren jest kluczowa, gdyż determinuje ona właściwości mechaniczne stopów aluminium [7], leśność [8], a także odporność na pękanie w wysokich temperaturach [9]. Duże zróżnicowanie

grubości ścianki odlewu powoduje różną szybkość stygnięcia co skutkuje wpływem na makro i mikrostrukturę i w związku z tym na parametry wytrzymałościowe materiału.

W niniejszej pracy przedstawiono analizę zmian szybkości stygnięcia w odlewach o różnej grubości ścianek i wykazaniu jej wpływu na kształtowanie struktury pierwotnej stopu Al-5Cu.

2. Część doświadczalna

W ramach badań przeprowadzono wytop stopu Al-Cu. Wytop doświadczalny został przeprowadzony w piecu indukcyjnym średniej częstotliwości. Wsad do pieca składał się z następujących materiałów: aluminium technicznie czyste (99,85 %), AlCu50, AlMn75, oraz AlTi75. Po roztopieniu wsadu na lustro metalu wprowadzono 1,2 % topnika (Rafalit-S). W temperaturze 720 °C przeprowadzono zabieg modyfikacji zaprawą AlTi5B1. Po odczekaniu 3 minut odlano metal do 4 form wykonanych z klasycznej masy formierskiej z bentonitem. Formy te miały kształt standardowych wlewków typu Y o grubości ścianek odpowiednio 3, 5, 13 i 25 mm.

Wyniki analizy składu chemicznego stopu badanego przy użyciu spektrometru emisyjnego typu SPECTROMAXx ze wzbudzeniem iskrowym, zamieszczono w tabeli 1.

Tabela 1.

Wyniki analizy składu chemicznego stopu Al-Cu

Pierwiastek	Si	Fe	Cu	Ti	Al
% mas.	0,02	0,04	5,00	0,11	Reszta

Po wykonaniu form w ich środkach geometrycznych, umieszczono końcówki termoelementów Pt-PtRh10. Do rejestracji temperatury wykorzystano wielokanałowy moduł elektroniczny Agilent 34970A.

Próbki do badań metalograficznych pobrano z dolnej części wlewków szlifowano, polerowano, a następnie trawiono elektrolitycznie używając elektrolitu 0,5 % HBF₄. Zgodnie z normą ASTM E407-07 zastosowano prąd o napięciu 30 V przez czas minimum 1 minuty. Badania metalograficzne przeprowadzono z użyciem mikroskopu optycznego Leica MZ6 z wykorzystaniem światła spolaryzowanego.

Wyznaczono powierzchniową gęstość ziaren N bazując na II wariancie metody Jeffries'a, która po zastosowaniu wzoru Sałtykov'a może być zapisana jako [10]:

$$N = \frac{N_i + 0,5N_c + 1}{A}, \quad (1)$$

gdzie N_i jest liczbą ziaren zawartych w prostokącie o polu A . N_c jest liczbą ziaren przeciętych przez krawędzie prostokąta nie wliczając ziaren leżących w narożach.

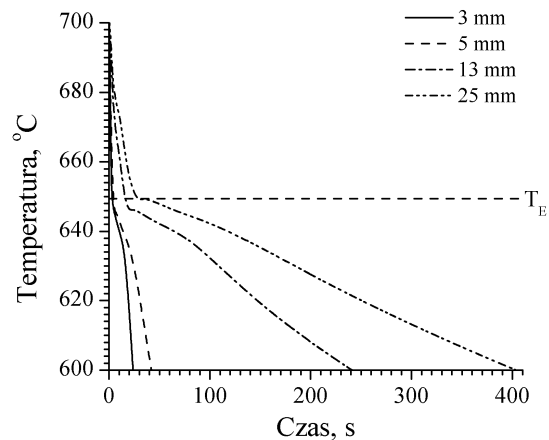
Objętościową gęstość ziaren N_v obliczono wykorzystując zależność Voronoi [11]:

$$N_v = 0,568(N)^{\frac{3}{2}}. \quad (2)$$

3. Wyniki badań i dyskusja

3.1. Analiza termiczna

Poniżej na rysunku 1 zestawiono krzywe stygnięcia stopu Al-Cu w badanych odlewach o grubości ścianki odpowiednio 3, 5, 13 i 25 mm.



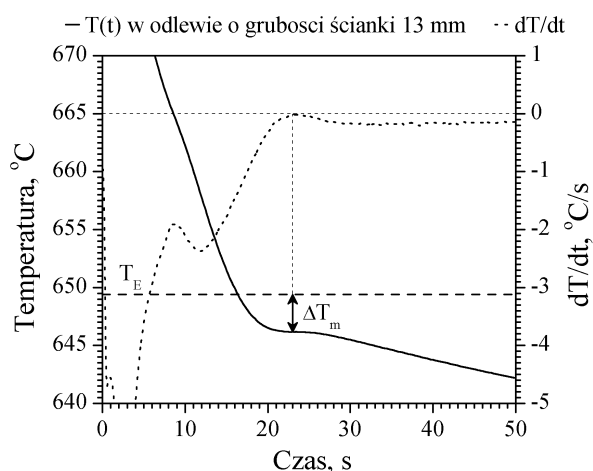
Rys. 1. Krzywe stygnięcia odlewów o grubości ścianki 3, 5, 13 i 25 mm

Na podstawie otrzymanych krzywych stygnięcia wyznaczono szybkość stygnięcia Q oraz maksymalny stopień przechłodzenia na początku krystalizacji ΔT_m . Szybkość stygnięcia Q odlewów określono w pobliżu równowagowej temperatury krystalizacji stopu fazy $\alpha(\text{Al})$. Wartość przechłodzenia ΔT_m wyznaczono z następującego wzoru:

$$\Delta T_m = T_c - T_m, \quad (3)$$

gdzie T_c jest równowagową temperaturą początku krystalizacji fazy pierwotnej $\alpha(\text{Al})$ odczytaną z układu równowagi Al-Cu. T_c dla zawartości miedzi równej 5 % wynosi 649,4 °C. T_{\min} jest minimalną temperaturą na początku krystalizacji fazy $\alpha(\text{Al})$.

Na rysunku 2 przedstawiono krzywą stygnięcia odlewu o grubości ścianki 13 mm wraz jej pochodną dT/dt oraz sposób wyznaczania wartości przechłodzenia ΔT_m .



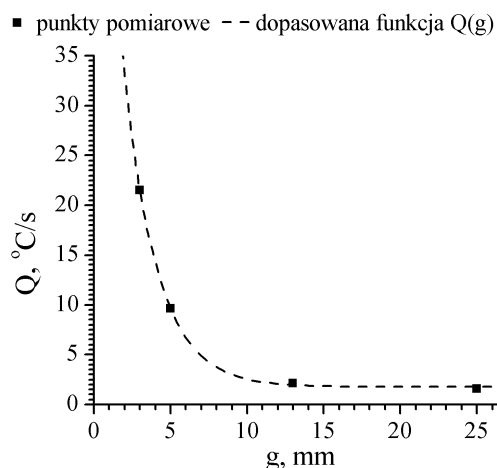
Rys. 2. Krzywa stygnięcia $T(t)$ odlewu o grubości ścianki 13 mm oraz jej pochodna dT/dt

W tabeli 2 zestawiono wyznaczone doświadczalnie wartości szybkości stygnięcia Q oraz maksymalnego stopnia przechłodzenia ΔT_m dla badanych odlewów (o danej grubości ścianki g).

Tabela 2.
Wyznaczone wartości szybkości stygnięcia Q i przechłodzenia ΔT_m przyporządkowane do grubości ścianki odlewów g

g [mm]	Q [°C/s]	ΔT_m [°C]
3	21,5	8,3
5	9,6	3,9
13	2,1	3,2
25	1,6	0,2

Zależność szybkości stygnięcia Q w funkcji grubości ścianki g przedstawiono graficznie na rysunku 3.



Rys. 3. Szybkości stygnięcia w funkcji grubości ścianki odlewu

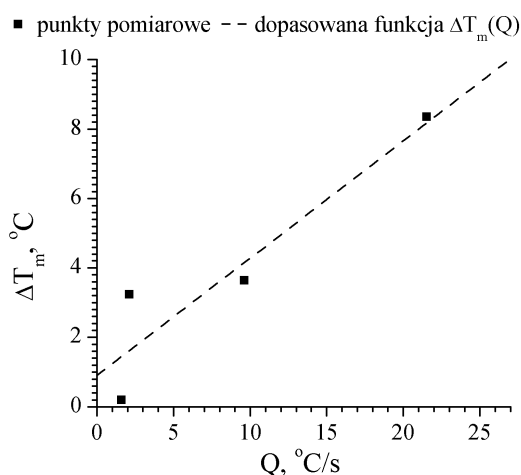
Z przeprowadzonych badań wynika, że szybkość stygnięcia odlewów zmienia się w szerokim zakresie (21,5 - 1,6 °C/s) przy zmianie grubości ścianki od 3 - 25 mm. Zmianę szybkości stygnięcia można opisać za pomocą równania regresji w następującej postaci:

$$Q = 1,77 + 78,5 \exp(-0,459g) \quad (4)$$

ze współczynnikiem korelacji wynoszącym $R^2 = 0,99$.

Szybkość stygnięcia wpływa na maksymalny stopień przechłodzenia na początku krystalizacji fazy $\alpha(\text{Al})$ i w konsekwencji na strukturę badanego stopu.

Wpływ szybkości stygnięcia na maksymalny stopień przechłodzenia na początku krystalizacji fazy $\alpha(\text{Al})$ pokazano graficznie na rysunku 4.



Rys. 4. Wpływ szybkości stygnięcia Q na maksymalny stopień przechłodzenia ΔT_m na początku krystalizacji fazy $\alpha(\text{Al})$

Zwiększenie szybkości stygnięcia Q podnosi maksymalny stopień przechłodzenia ΔT_m na początku krystalizacji, przyczyniając się do podwyższenia siły pędnej procesu krystalizacji.

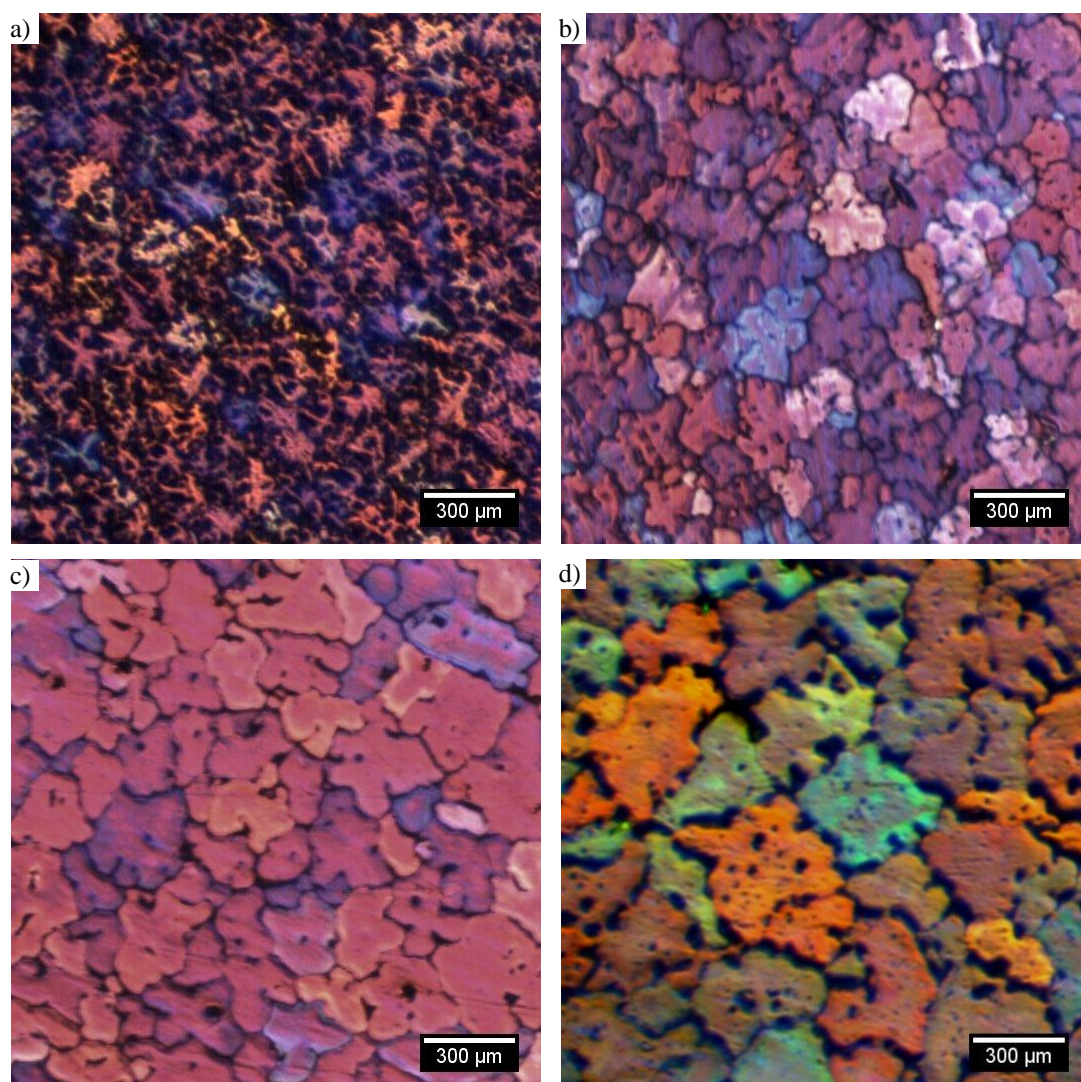
Jak wynika z rysunku 4 stopień przechłodzenia można związać z szybkością stygnięcia następującym równaniem:

$$\Delta T_m = 0,34Q + 0,9 \quad (5)$$

ze współczynnikiem korelacji wynoszącym $R^2 = 0,80$.

3.2. Badania makroskopowe

Na podstawie obrazów makrostruktur przedstawionych na rysunku 5 wyznaczono objętościową gęstość ziaren pierwotnych $\alpha(\text{Al})$ N_v dla stopu Al-5Cu.



Rys. 5. Makrostruktury próbek trawionych elektrolitycznie, wyciętych z odlewów o grubości ścianki (a) 3, (b) 5, (c) 13 i (d) 25 mm, pow. 20x

Wyznaczone gęstości ziaren pierwotnych $\alpha(\text{Al})$: powierzchniowa N oraz objętościowa N_v zestawiono z grubością ścianki odlewów g w tabeli 3.

Warto zwrócić uwagę (Tabela 3), że przy zmianie grubości ścianki z 3 na 25 mm liczba ziaren zmniejsza się ponad czterokrotnie.

Tabela 3.

Gęstość ziaren pierwotnych $\alpha(\text{Al})$: powierzchniowa N oraz objętościowa N_v zestawione z grubością ścianki odlewów g .

g [mm]	N [cm^{-2}]	N_v [cm^{-3}]
3	5 031	202 686
5	4 022	145 123
13	2 043	52 532
25	1 060	19 613

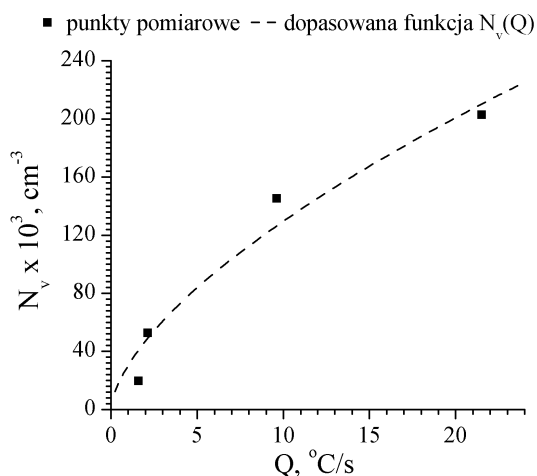
Na rysunku 6 przedstawiono zależność gęstości objętościowej ziaren N_v w funkcji szybkości stygnięcia odlewu Q .

Zmianę gęstości objętościowej ziaren N_v w funkcji szybkości stygnięcia odlewu Q można opisać za pomocą równania regresji w postaci:

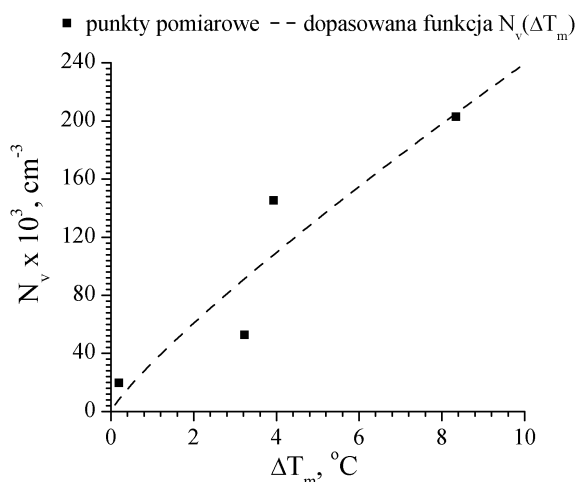
$$N_v = 30401 \cdot Q^{0.63} \quad (6)$$

ze współczynnikiem korelacji wynoszącym $R^2 = 0,94$.

Rysunek 7 przedstawia zależność gęstości objętościowej ziaren N_v w funkcji maksymalnego stopnia przechłodzenia ΔT_m .



Rys. 6. Gęstości ziaren pierwotnych w funkcji szybkości stygnięcia



Rys. 7. Gęstości ziaren pierwotnych w funkcji maksymalnego stopnia przechłodzenia

Zmianę gęstości objętościowej ziaren N_v w funkcji maksymalnego stopnia przechłodzenia ΔT_m można opisać za pomocą równania regresji w postaci:

$$N_v = 33637 \cdot \Delta T_m^{0,852} \quad (7)$$

ze współczynnikiem korelacji wynoszącym $R^2 = 0,79$.

Z powyższej analizy wynika, że pomimo modyfikacji stopu zmiana szybkości stygnięcia w istotny sposób wpływa na liczbę ziaren pierwotnych. Zmiana ta ma charakter potęgowej (rów. 6). Relacje wiążące szybkość stygnięcia i liczbę ziaren są istotne, ze względu na to, że sam stopień przechłodzenia nie jest wystarczający do oceny stopnia rozdrobnienia ziaren. Wynika to z faktu, że w zależności od stanu fizykochemicznego i szybkości

stygnięcia można uzyskać minimalny stopień przechłodzenia dla tak dużej jak i małej liczby ziaren.

5. Wnioski

Z przeprowadzonych badań wynika, że szybkość stygnięcia odlewów zmienia się w szerokim zakresie (21.5 - 1.6 °C/s) przy zmianie grubości ścianki od 3 - 25 mm.

Zwiększenie szybkości stygnięcia w istotny sposób podnosi maksymalny stopień przechłodzenia na początku krystalizacji. Wpływa to na zwiększenie liczby ziaren pierwotnych fazy α (Al) w modyfikowanym stopie Al-Cu.

Liczbę ziaren pierwotnych można opisać z wysokim współczynnikiem korelacji za pomocą zależności potęgowej w funkcji szybkości stygnięcia.

Literatura

- [1] Xiaowu, H., Fanrong, A. & Hong, Y. (2012). Influence of pouring temperature and cooling rate on microstructure and mechanical properties of casting Al-Si-Cu aluminum alloy. *Acta. Metall.* 25(4), 272-278.
- [2] Quan-Zhi, D., Young-Sim, Ch., Jun-Ho, H. & Ho-Young, H. (2012). Prediction of mechanical properties of Al alloys with change of cooling rate. *China Foundry.* 9(4), 381-386.
- [3] Xiong, B. W., Yu, H., Yan, Q. S., Zhao, J. Q., Chen, S. N. & Yang, Z. (2012). Effects of sample thickness on microstructures and mechanical properties of A357 alloy. *International Journal of Cast Metals Research.* 25(6), 374-378.
- [4] Grosselle, F., Timelli, G., Bonollo, F., Tiziani, A. & Della Corte, E. (2009). Correlation between microstructure and mechanical properties of Al-Si cast alloy. *Metallurgia Italiana.* 101(6), 25-32.
- [5] Stefanescu, D. M. (2009) *Science and engineering of casting solidification* (2nd ed.). New York: Springer.
- [6] Fras, E., Wiencek, K. Górny, M., Lopez, H. F., Olejnik, E. (2013) Equiaxed grain count in aluminum alloy castings: Theoretical background and experimental verification. *Metallurgical and Materials Transactions A*, DOI: 10.1007/s11661-013-1919-0.
- [7] Cáceres, C. H. & Wang, Q. (1996) Dendrite Cell Size and Ductility of Al-Si-Mg Casting Alloys: Spear and Gardner Revisited. *Int. J. Cast Metals Research.* 9, 157-162.
- [8] Easton, M. A., StJohn, D. H. (200). The Effect of Grain Refinement on the Formation of Casting Defects in Alloy 356 Castings. *Journal of Cast Metals Research.* 12, 393-408.
- [9] Lin, S., Aliravci, C. & Pegguleryuz, M. O. (2007) Hot-Tear susceptibility of aluminum wrought alloys and the effect of grain refining. *Metall. Mater. Trans A.* 38, 1056-1068.
- [10] Rys, J. (1995) *Stereology of Materials*. Kraków: AGH.
- [11] Ohser, J., Lorz, U. (1994) *Quantitative Gefügeanalyse*. Leipzig-Stuttgart: DVG.

The Influence of Cooling Rate on the Number of Primary Grains in Al-5Cu Alloy

Abstract

This paper investigated the influence of cooling rate on the number of primary grains $\alpha(\text{Al})$ in Al-5Cu alloy. The study was conducted on castings with wall thickness in the range of 3-25 mm. In order to determine cooling rate and maximum undercooling at the beginning of the solidification the cooling curves were recorded. Research has shown that the cooling rate increases exponentially with decreasing wall thickness of the casting. Moreover it has been shown that the cooling rate of castings varies widely (21.5-1.6 °C / s) when changing the wall thickness from 3 up to 25 mm. Metallographic studies were performed to determine the primary grain density (the number of grains of primary α (Al) per unit volume). The relationship combining the number of primary grains with the cooling rate and maximum undercooling ($\Delta T_m = T_e - T_{\min}$, where T_e - equilibrium solidification temperature (liquidus), T_{\min} - minimum temperature at the beginning of the solidification of α (Al) phase). Research has also shown that the number of primary grains can be described with a high correlation coefficient by the power function of the cooling rate.