

OCENA SKUTECZNOŚCI SPECJALNEJ OBRÓBKIE CIEPLNEJ STOPU MAGNEZU AZ91 ZAPOBIEGAJĄCEJ ROZROSTOWI ZIARNA

EVALUATING THE EFFECTIVENESS OF SPECIAL HEAT TREATMENT CARRIED OUT ON AZ91 MAGNESIUM ALLOY TO PREVENT THE GRAIN GROWTH

Tomasz Reguła, Aleksander Fajkiel, Paweł Dudek, Krzysztof Saja

*Instytut Odlewnictwa, Zakład Stopów Metali Nieżelaznych, ul. Zakopiańska 73,
30-418 Kraków*

Streszczenie

Odpowiednio przeprowadzona obróbka cieplna stopów magnezu jest bardzo ważnym zabiegiem zapewniającym odlewom duży wzrost właściwości mechanicznych. Podczas wygrzewania odlewów wykonanych ze stopów magnezu w wysokiej temperaturze zachodzą pewne niekorzystne efekty takie, jak: gwałtowne utlenianie stopu oraz nadmierny rozrost ziarna. To ostatnie zjawisko jest szczególnie niekorzystne w metalach krystalizujących w układzie heksagonalnym. Aby zapobiec temu zjawisku w najczęściej stosowanym stopie na bazie magnezu - AZ91 - stosuje się specjalną obróbkę cieplną. Celem niniejszego artykułu jest zbadanie skuteczności takiej obróbki w odniesieniu do normalnie stosowanej. Metodą ewaluacji jej skuteczności były pomiary wielkości ziarna oraz badanie właściwości mechanicznych badanego stopu.

Słowa kluczowe: stopy magnezu, obróbka cieplna, właściwości mechaniczne

Abstract

Properly conducted heat treatment of cast magnesium alloys is a very important tool in increasing the mechanical properties of castings. Nevertheless, during high temperature annealing of castings made from magnesium alloys, some disadvantageous changes occur in them, mainly rapid alloy oxidising and excessive grain growth. The latter effect is particularly dangerous for metals crystallising in the hexagonal system. To prevent this effect, special heat treatment is applied to the most popular magnesium-based alloy, i.e. AZ91. The aim of this article has been investigation of the effectiveness of a special heat treatment of the alloy, compared with standard route. A method to evaluate the effectiveness of this treatment was measurement of the grain size and testing of mechanical properties.

Key words: magnesium alloys, heat treatment, mechanical properties

Wstęp

Jedną z najdynamiczniej rozwijających się dziedzin branży przetwórstwa materiałów konstrukcyjnych jest odlewnictwo stopów magnezu. Powodem takiego stanu rzeczy jest rosnące zapotrzebowanie branży motoryzacyjnej na lekkie, a zarazem wytrzymałe materiały konstrukcyjne. Stopy magnezu charakteryzują się, nie tylko, niską gęstością, wysoką wytrzymałością właściwą, ale również łatwością recyklingu. Ta ostatnia kwestia jest bardzo ważna, ponieważ obowiązująca dyrektywa Rady Unii Europejskiej zakłada, że każdy samochód produkowany po 2006 r. musi być zaprojektowany tak, aby 85% materiałów, z którego się składa mogło być wykorzystane ponownie [1]. Większość części ze stopów magnezu produkowana jest poprzez odlewanie ciśnieniowe. Detale wykonane przy pomocy tej technologii mogą mieć skomplikowane kształty (o bardzo cienkich ściankach i gładkiej powierzchni) oraz wiele z nich można odlewać „na gotowo”. Niestety turbulентne wypełnianie wnęki formy powoduje, że detale wykonane tą technologią charakteryzują się znaczną porowatością, co uniemożliwia zastosowanie ich w podwyższonej temperaturze. Ponadto oprzyrządowanie wykorzystywane w odlewaniu ciśnieniowym jest bardzo drogie, co czyni ten proces całkowicie nieopłacalnym przy masowej produkcji.

W przypadku produkcji niewielkiej liczby odlewów wciąż dominującą rolę odgrywają tradycyjne technologie odlewnicze takie, jak: odlewanie kokilowe i do form piaskowych. Detale wykonane tymi technologiami charakteryzują się niższymi właściwościami mechanicznymi w porównaniu do odlewów ciśnieniowych - ze względu na mniejsze prędkości chłodzenia odlewu [2]. Jednakże w przypadku odlewów grawitacyjnych, przy zastosowaniu odpowiedniego składu stopu, w którym występuje rosnąca rozpuszczalność składnika stopowego wraz ze wzrostem temperatury możliwe jest zastosowanie obróbki cieplnej na drodze umacniania wydzieleniowego.

Najpopularniejszym obecnie stopem na bazie magnezu, wykorzystywanym zarówno w odlewnictwie ciśnieniowym, jak i grawitacyjnym, jest stop AZ91 (MgAl9Zn1). Posiada on wysokie właściwości mechaniczne, dobrą odporność na korozję oraz znakomitą lejność. Oprócz tych zalet, stop ten można poddawać obróbce do stanu T6, ponieważ aluminium wykazuje zmienną rozpuszczalność w magnezie (maksimum ~13% wag. w 437°C). Obróbka taka składa się z wyżarzania, zakończonego gwałtownym chłodzeniem stopu (przesycaniem) oraz sztucznego starzenia. Wyżarzanie przeprowadza się w temperaturze powyżej linii *solvus*, ma ona na celu rozpuszczenie fazy międzymetalicznej β (Mg₁₇Al₁₂) w roztworze stałym α . Operacja chłodzenia stopu z dużą prędkością umożliwia zatrzymanie jednofazowej struktury przesyconego składnikiem stopowym roztworu α w temperaturze pokojowej. Zwiększenie dynamiki procesów dyfuzyjnych poprzez poddanie przesyconego stopu sztuczemu starzeniu umożliwia wydzielenie fazy β , zapewniając wzrost właściwości wytrzymałościowych. W przypadku stopu AZ91, odpowiednio przeprowadzona obróbka cieplna do stanu T6, zapewnia uzyskanie właściwości porównywalnych lub przewyższających, te którymi charakteryzują się odlewy ciśnieniowe.

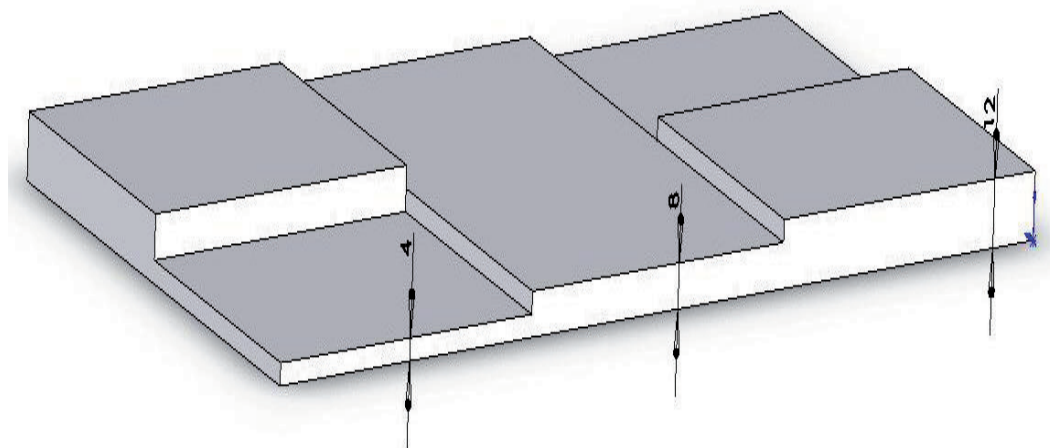
Właściwości każdego metalu o strukturze polikrystalicznej uzależnione są od wielkości ziarna. Zależność tą opisuje równanie Halla–Petcha. Szczególnie właściwości magnezu oraz jego stopów są ściśle związane z rozmiarem ziarna [3, 4], co ma związek z małą ilością dostępnych systemów poślizgu w układzie heksagonal-

nym zwartym [5]. Stopy magnezu mają tendencję do rozrostu ziarna podczas obróbki cieplnej, ze względu na niestabilne granice ziaren w podwyższonej temperaturze [6]. Efekt rozrostu ziarna zachodzi głównie w czasie procesu wyżarzania stopu, z uwagi na wysoką temperaturę w jakiej ten proces jest prowadzony. To też w celu zahamowania nadmiernego wzrostu ziarna stosuje się specjalną obróbkę cieplną stopu AZ91.

Metodyka badań

Do badań wykorzystano stop na bazie magnezu - AZ91. Jego przetop odbył się w piecu oporowym, ze specjalnym tygłem przeznaczonym do topienia stopów magnezu. Aby zabezpieczyć ciekły metal przed zapłonem użyto atmosfery ochronnej, w skład której wchodziła mieszanka: argon (Ar) i sześćfluorek siarki (SF_6). Metal przegrzano do temperatury z zakresu: $710 \div 730^\circ C$, po czym grawitacyjnie odlano cylindryczne próbki wytrzymałościowe oraz płytki do pomiaru rozmiaru ziarna (rys. 1).

Płytki miały grubość odpowiednio 4, 8 oraz 12 mm, co umożliwiło porównanie rozmiarów ziaren w zależności od grubości ścianki odlewu. Obróbkę cieplną przeprowadzono w piecu wgłębnym PEH-18, pod atmosferą ochronną argonu. Schemat temperaturowo-czasowy obróbki cieplnej dla cylindrycznych próbek pokazano w tabeli 1.



Rys. 1. Płytki o różnej grubości ścianki

Fig. 1. Plate with varying wall cross-section

Tabela 1. Schemat temperaturowo–czasowy obróbki cieplnej cylindrycznych próbek badanego stopu

Table 1. Time-temperature regime of the heat treatment of the cylindrical specimens of the examined alloy

Oznaczenie	Nazwa	Stan	Temperatura	Czas
A-T4	Przesycanie zapobiegające rozrostowi ziarna (specjalne)	T4	Zmodyfikowany proces oparty na normie ASTM B 661 [7]	
B-T4	Przesycanie	T4	416	16
C-T5	Starzenie	T5	170	16
D-T5	Starzenie krótkotrwałe	T5	200	4
AC-T6	Umocnienie wydzieleniowe (specjalne)	T6	Zmodyfikowany proces oparty na normie ASTM B 661 [7] + starzenie	
AD-T6	Umocnienie wydzieleniowe (specjalne)	T6	Zmodyfikowany proces oparty na normie ASTM B 661 [7] + starzenie krótkotrwałe	
BC-T6	Umocnienie wydzieleniowe	T6	416	16
			170	16
BD-T6	Umocnienie wydzieleniowe	T6	416	16
			200	4

Obróbkę cieplną próbek do pomiaru wielkości ziarna przeprowadzono do stanu T4 (wyłącznie przesycanie), z uwagi na niewielki wpływ procesu starzenia na rozrost ziarna.

Próby statycznego rozciągania cylindrycznych próbek prowadzono na maszynie wytrzymałościowej Instron 8800M, z szybkością 1 mm/min. Pomiar wielkości ziarna przeprowadzono w Oddziale Metali Lekkich IMN w Skawinie za pomocą mikroskopu świetlnego OLYMPUS DP70.

Omówienie wyników badań

Rozmiar ziarna

Wyniki pomiarów rozmiaru ziarna w badanym stopie w zależności od zastosowanej obróbki cieplnej pokazano w tabeli 2.

Tabela 2. Wyniki badań wielkości ziarna stopu AZ91 [8]

Table 2. The results of grain size measurements in AZ91 alloy [8]

F	Stan wyjściowy		
	Grubość próbki, mm		
	4	8	12
Wielkość ziarna, μm	średnia: 243,58 min. 90,14 max. 455,23 odch. stand. 111,39	średnia: 216,91 min. 79,10 max. 357,95 odch. stand. 77,05	średnia: 276,46 min. 85,12 max. 526,97 odch. stand. 123,60
T4 (spec.)	Specjalna obróbka cieplna do stanu T4		
	Grubość próbki, mm		
	4	8	12
Wielkość ziarna, μm	średnia: 279,95 min. 126,58 max. 484,53 odch. stand. 86,80	średnia: 285,74 min. 93,18 max. 479,89 odch. stand. 95,72	średnia: 310,58 min. 155,03 max. 573,25 odch. stand. 151,50
T4 (norm.)	Zwykła obróbka cieplna do stanu T4		
	Grubość próbki, mm		
	4	8	12
Wielkość ziarna, μm	średnia: 324,06 min. 173,39 max. 582,48 odch. stand. 128,38	średnia: 309,37 min. 146,29 max. 542,21 odch. stand. 115,41	średnia: 355,36 min. 114,54 max. 640,63 odch. stand. 140,47

Stop w stanie wyjściowym charakteryzuje się najmniejszym rozmiarem ziarna. Teoretycznie rozmiar ziarna powinien zwiększać się wraz ze wzrostem grubości ścianki odlewu. Z rezultatów badań wynika, że najmniejszy rozmiar ziarna posiada próbka o średniej grubości ścianki - wynoszącej 8 mm. Jest to prawdopodobnie spowodowane położeniem ścianek o grubości 4 i 12 mm w bliższej odległości od układu doprowadzającego metal do odlewu. Spowodowało to zakłócenie naturalnej wymiany ciepła, obniżając szybkość krystalizacji w ściankach o grubości 4 i 12 mm.

Porównanie wyników pomiarów wielkości ziarna badanego stopu po obróbce cieplnej do stanu T4 pokazuje, że specjalna obróbka cieplna nie zapobiega rozrostowi ziarna, lecz w znacznym stopniu ogranicza go. Różnica pomiędzy średnim rozmiarem ziarna próbek, które poddano specjalnej i zwykłej obróbce cieplnej wynosi około 35 μm .

Właściwości wytrzymałościowe

Wyniki badań właściwości wytrzymałościowych podano w tabeli 3.

Tabela 3. Wyniki badań właściwości mechanicznych stopu AZ91 [8]

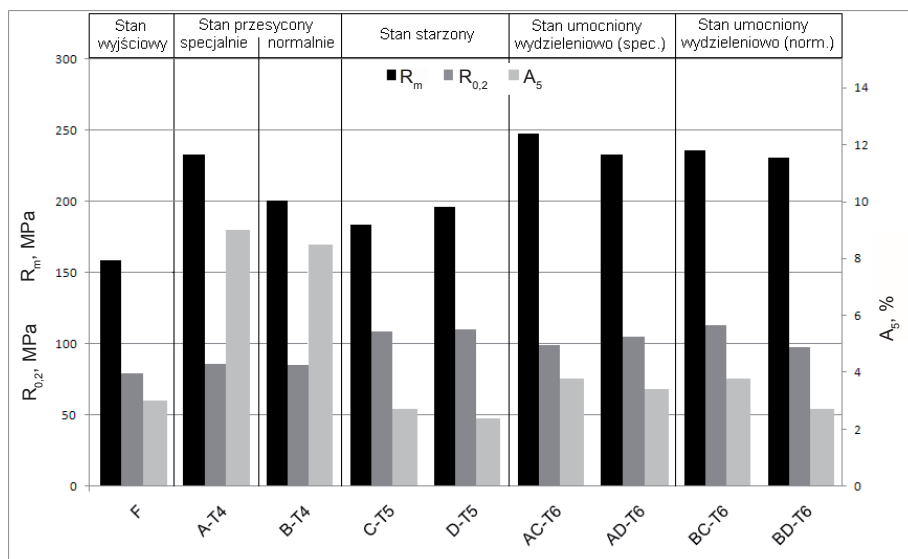
Table 3. The results of mechanical tests AZ91 alloy [8]

Oznaczenie	Stan	R_m , MPa	$R_{0,2}$, MPa	A_5 , %
F	wyjściowy	159	79	3,0
A-T4	T4	233	86	9,0
B-T4	T4	201	85	8,5
C-T5	T5	184	109	2,7
D-T5	T5	196	110	2,4
AC-T6	T6	248	99	3,8
AD-T6	T6	233	105	3,4
BC-T6	T6	236	113	3,7
BD-T6	T6	231	98	2,8

Badany stop w stanie wyjściowym (F) charakteryzuje się niskimi właściwościami mechanicznymi. Zastosowanie obróbki cieplnej do stanu T4 (przesycanie), generalnie zwiększa właściwości wytrzymałościowe, w szczególności granicę wytrzymałości na rozciąganie oraz w bardzo znaczący sposób poprawia plastyczność badanego stopu. Porównując poziom właściwości mechanicznych (rys. 2) badanego stopu w stanie T4 można zauważyć, że specjalny proces zapobiegający rozrostowi ziarna (A-T4) daje znacznie lepsze efekty, w porównaniu z tradycyjnym przesycaniem (B-T4). Jak wskazują badania rozmiaru ziarna, przyczyną takiego stanu rzeczy jest drobniejsza struktura próbki B-T4.

Jak stwierdzono w poprzednich pracach dotyczących zagadnienia obróbki cieplnej stopu AZ91 [9,10], starzenie bez uprzedniego przesycania do stanu T5, znacząco poprawia wartość granicy plastyczności, jednocześnie obniżając plastyczność badanego stopu. Przy czym dzięki procesowi krótkotrwałemu (D-T5) uzyskano lepsze właściwości wytrzymałościowe, natomiast gorsze plastyczne - w porównaniu do starzenia tradycyjnego (C-T5). Pełna obróbka cieplna do stanu T6 pozwala na uzyskanie maksymalnych właściwości wytrzymałościowych badanego stopu.

Porównując wyniki badań właściwości mechanicznych próbek, które poddano specjalnej obróbce zapobiegającej rozrostowi ziarna (AC-T6, AD-T6) do obrobionych metodą tradycyjną (BC-T6, BD-T6), należy zauważyć, że w większości przypadków próbki poddane specjalnej obróbce charakteryzują się wyższymi właściwościami wytrzymałościowymi oraz plastycznymi. Wyjątek stanowi próbka BC-T6, która odznacza się najwyższą wartością granicy plastyczności w stanie T6.



Rys. 2. Wykres zmian właściwości wytrzymałościowych w zależności od zastosowanej obróbki cieplnej

Fig. 2. Plotted changes in mechanical properties vs heat treatment type

Wnioski

Z powyższych badań można wyciągnąć następujące wnioski:

1. Zastosowanie specjalnej obróbki cieplnej do stanu T4 w stopie AZ91, nie zapobiega rozrostowi ziarna, lecz w znacznym stopniu ogranicza go - w odniesieniu do standardowo stosowanej obróbki termicznej.
2. Badany stop wykazywał wyższe właściwości mechaniczne, gdy poddano go specjalnej obróbce cieplnej.

Podziękowania

Pracę wykonano w ramach pracy statutowej Instytutu Odlewnictwa pt.: "Opracowanie kompleksowej technologii przygotowania ciekłego metalu, odlewania oraz obróbki cieplnej stopów magnezu i ich kompozytów. Etap 2: Dobór parametrów obróbki cieplnej i mas formierskich dla stopów magnezu" (zlec 7007/00).

Literatura

1. Kazimierz L.: Selected problems in car recycling., Teka Komisji Motoryzacji i Energetyki, PAN – Oddział w Lublinie, 2003
2. Kainer K.U.: Magnesium Alloys and Technology, Wiley-VCH, Darmstadt, 2003
3. Weiss K., Wendt A., Honsel Ch., Arruebarrena G., Hurtado I., Väinölä J., Mahmood S., Townsend, Ben-Dov A., Schröder A., Pinkernelle A.: Modeling Microstructure and Mechanical Properties of Thin-walled Magnesium Castings. Magnesium, Proceedings of the 7th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications, 2006
4. Eliezer D., Aghion E., Froes F.H.: Magnesium Science, Technology and Applications. Advanced Performance Materials, 1998, vol. 5, No 3/12,
5. Kobayashi T., Koike J., Yoshida Y.: Grain size dependence of active slip systems in an AZ31 magnesium alloy, Journal of the Japan Institute of Metals, 2003, vol. 67,
6. Essadiqui E., Jian L., Galvani C., Liu P., Zarandi F., Yue S.: Effect of Ca Addition on the Microstructure Evolution of AZ31 Alloy during Thermomechanical Processing. Magnesium, Proceedings of the 7th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications, 2006
7. ASTM B 661: Standard Practice for Heat Treatment of Magnesium Alloys. ASTM Volume 02.02 Aluminum And Magnesium Alloys, ASM International, Materials Park, OH, 2004.
8. Opracowanie kompleksowej technologii przygotowania ciekłego metalu, odlewania oraz obróbki cieplnej stopów magnezu i ich kompozytów. Etap 2. Dobór parametrów obróbki cieplnej i mas formierskich dla stopów magnezu, Praca nauk.-bad., Instytut Odlewnictwa, Kraków, 2008, zlec. 7007/00
9. Reguła T., Czekaj E., Lech-Grega M., Bronicki M.: Ocena możliwości kształtowania właściwości mechanicznych odlewniczego stopu magnezu AZ91 przez zastosowanie odpowiedniej obróbki cieplnej, Prace Instytutu Odlewnictwa, 2008, vol. XLVIII, nr 1
10. Czekaj E., Reguła T., Lech-Grega M., Bronicki M., Fajkiel A.: Zmiany właściwości mechanicznych stopu magnezu AZ91 w zależności od metody wytwarzania oraz sposobu i parametrów obróbki cieplnej, XI Międzynarodowa Konferencja Naukowo-Techniczna Odlewnictwa Metali Nieżelaznych „Nauka i Technologia”, Duszniki Zdrój, 2008

Recenzent: prof. dr hab. inż. Andrzej Białobrzeski