

**WPŁYW CIŚNIENIA PRASOWANIA NA CHARAKTERYSTYKI
MIKROSTRUKTURALNE STOPU AISi7Mg****EFFECT OF SQUEEZE PRESSURE ON MICROSTRUCTURAL
CHARACTERISTICS OF THE AISi7Mg ALLOY**

Tomasz Reguła, Jerzy J. Sobczak, Jerzy Morgiel, Piotr Dudek, Piotr Długosz

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

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badania wpływu ciśnienia zewnętrznego, wywieranego na metal w procesie prasowania w stanie ciekłym (squeeze casting), na strukturę stopu AISi7Mg. Otrzymane rezultaty uzupełniono testami zwartości strukturalnej oraz badaniami twardości. Próbki do badań uzyskano na drodze odlewania badanego stopu AISi7Mg do formy metalowej pod zróżnicowanym ciśnieniem, odpowiednio 0,1 (atmosferyczne), 75 i 150 MPa, wykorzystując prasę hydrauliczną typu PHM 160c. Zaobserwowano znaczący wpływ ciśnienia na średni rozmiar ziarna, a także na poziom twardości próbek, co świadczy o celowości stosowania metod ciekło-fazowych z wykorzystaniem ciśnienia zewnętrznego w aspekcie podniesienia właściwości wytwarzanych odlewów.

Słowa kluczowe: *ciśnienie zewnętrzne, proces prasowania w stanie ciekłym, badania twardości, metody ciekło-fazowe*

Abstract

The paper presents the results of studies on the effect of external pressure, applied on metal during squeeze casting process, on the structure of AISi7Mg alloy. The obtained results were completed with examinations of structure compactness and hardness tests. The specimens for tests were obtained by casting the tested AISi7Mg alloy to a die under different pressures, i.e. 0.1 (atmospheric pressure), and 75 and 150 MPa, using a hydraulic press of PHM 160c type. A significant effect of pressure on the average grain size and hardness of the samples was stressed, thus demonstrating the usefulness of liquid-phase methods with application of external pressure in improvement of the properties of castings produced.

Key words: *external pressure, squeeze casting process, squeeze casting, liquid-phase methods*

Wstęp

Obecnie zauważyć można tendencję do zwiększania obciążeń konstrukcji, przy jednoczesnym obniżaniu masy. Trend ten jest uzasadniony wieloma czynnikami, z czego najważniejszymi są względy ekonomiczne i ekologiczne. Redukcja przekrojów części użytkowych musi być skompensowana wzrostem właściwości materiałów konstrukcyjnych, co zmusza do ciągłych poszukiwań nowych rozwiązań oraz zwiększania możliwości tych klasycznie wykorzystywanych.

Spośród szerokiej gamy dostępnych możliwości stopowych, stopy na bazie układu Al-Si, są szeroko stosowane na odlewy w wielu gałęziach przemysłu [1]. Oferują szeroki wachlarz właściwości mechanicznych - silnie zdeterminowanych przez skład chemiczny, a zwłaszcza zawartości pozostałych dodatków stopowych, szczególnie Mg i Cu, ale także Ti, Zr i Ag, a przy tym dobre właściwości technologiczne. Jednym z najpopularniejszych stopów opartym na układzie Al-Si jest AlSi7Mg. Stop ten charakteryzuje się dobrą lejnością, wysoką odpornością korozyjną i satysfakcjonującymi właściwościami mechanicznymi [2].

W wielu pracach poświęconych dopracowaniu technologii wytwarzania elementów ze stopu AlSi7Mg w oparciu o metody ciekło-fazowe podano, że granica wytrzymałości na rozciąganie badanego stopu w stanie po przesycaaniu i starzeniu (T6) może osiągać 300 MPa [4–6]. Jest to niemal dwukrotność wartości minimalnej w stanie lanym, którą wymieniono w normie PN-EN 1676:2002. Oczywiście ten poziom właściwości może być osiągnięty poprzez zastosowanie nowoczesnych sposobów przetwarzania ciekłego metalu, gdzie odmienne - w odniesieniu do metod tradycyjnych (odlewanie do form piaskowych lub kokil) - warunki krystalizacji indukują zmiany prowadzące do wzrostu poziomu i jakości charakterystyk stopu.

Morfologia krystalizujących faz może być efektywnie zmieniana poprzez zastosowanie nierównowagowych warunków krzepnięcia, np. wzrostu ciśnienia zewnętrznego [7]. Ciśnienie zewnętrzne intensyfikuje proces wymiany ciepła w układzie odlew-forma, co - w połączeniu ze zmianami termodynamicznymi w cieczy metalowej, wpływa znacząco na charakter krystalizacji. Ważniejsze zmiany wywołane przez zastosowanie ciśnienia w trakcie procesu krystalizacji obejmują: wzrost gęstości zarodków krystalizacji, zmiany rozpuszczalności faz w stanie stałym oraz spadek szybkości wzrostu kryształów [2]. Powyższe czynniki mają bezpośredni wpływ na charakterystyki mikrostrukturalne stopów.

Istnieje wiele metod odlewania elementów przy udziale ciśnienia zewnętrznego, które różnią się pod względem sposobu wywierania ciśnienia oraz jego oddziaływania na proces kształtowania odlewu [2]. Z ważniejszych metod można wyróżnić m.in. odlewanie ciśnieniowe, odśrodkowe, niskociśnieniowe czy prasowanie w stanie ciekłym.

Proces prasowania w stanie ciekłym (*squeeze casting*) oferuje wiele zalet w odniesieniu do pozostałych metod kształtowania odlewów pod wpływem ciśnienia zewnętrznego. Metoda ta daje możliwość produkcji odlewów z dokładnym odwzorowaniem kształtu i powierzchni, praktycznie „na gotowo” (*near net shape*), z uzyskiem metalu sięgającym powyżej 95%. Elementy wytworzone tą metodą charakteryzują się silnie rozdrobioną strukturą, pozbawioną porowatości, co umożliwia ich obróbkę cieplną oraz dalszy przerób, w tym np. spawanie.

W celu zbadania wpływu ciśnienia na podstawowe charakterystyki mikrostrukturalne gotowych wyrobów uzyskanych w procesie *squeeze casting* przeprowadzono badania

stopu AlSi7Mg z zastosowaniem metalografii ilościowej, obejmujące pomiary wielkości ziarna i jego kształtu. Dodatkowo przeprowadzono badania uzupełniające: zawartości strukturalnej oraz twardości odlewów wytworzonych w warunkach zmiennego ciśnienia.

Metodyka

Przygotowanie odlewów

Materiałem do badań były odlewy grawitacyjne oraz prasowane w stanie ciekłym, ze stopu AlSi7Mg o składzie chemicznym, który podano w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny badanego stopu AlSi7Mg

Table 1. Chemical composition of the examined AlSi7Mg alloy

Pierwiastki	Zawartość składników, % wag.
Si	7,10
Mg	0,30
Cu	0,11
Mn	0,36
Fe	0,34
Al	reszta

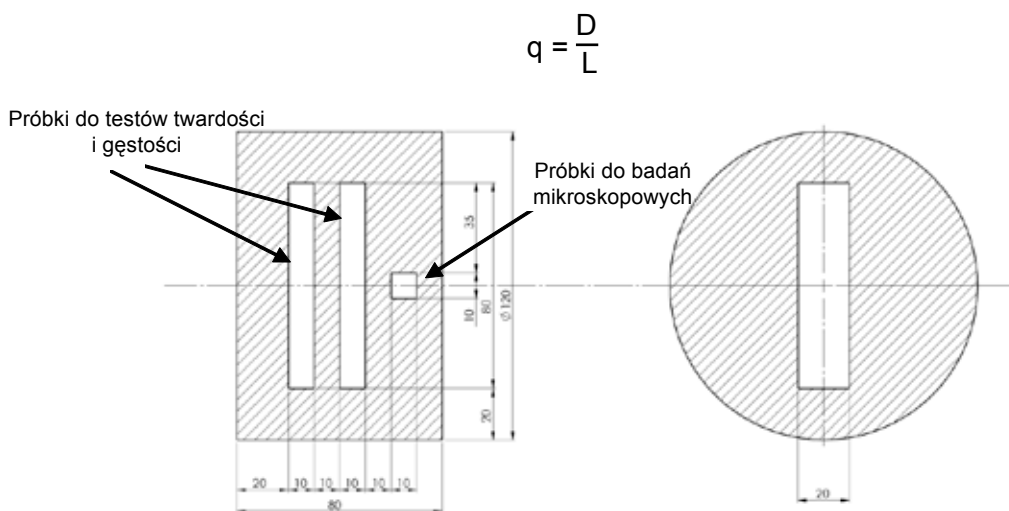
Metal topiono w oporowym piecu wglębnym PET 60 z tygłem wykonanym z tworzywa na bazie SiC, uprzednio pokrytym zawiesiną azotku boru (BN). Po stopieniu ciekły metal wytrzymywano w temperaturze 720°C, a następnie odlewano do formy o średnicy 120 mm i wysokości 150 mm, przeznaczonej do realizacji procesu bezpośredniego prasowania w stanie ciekłym. Temperaturę formy utrzymywano w granicach 160 ±10°C (temperaturę mierzono pirometrem każdorazowo przed rozpoczęciem operacji odlewania) i pokrywano 10% wodnym roztworem grafitu koloidalnego. Ciśnienie zewnętrzne wywierano bezpośrednio na lustro ciekłego metalu (*direct squeeze casting*) przy pomocy tłoka prasującego prasy hydraulicznej Ponar PHM 160c o maksymalnej sile nacisku 160 T. Czas przyłożenia ciśnienia wynosił 60 s. Odlewy przygotowano przy zmiennym ciśnieniu, odpowiednio: 0,1 (atmosferyczne), 75 i 150 MPa. Stosownie wycięte próbki posłużyły do badań gęstości, twardości oraz analiz mikrostrukturalnych. Schemat pobierania próbek do badań przedstawiono na rysunku 1. Zawartość strukturalną mierzono metodą grawitacyjną (Archimedes), natomiast badania twardości (HBW 5/250) wykonano na twardościomierzu Zwick/Roel ZHU3000. Każdy wynik jest średnią z pięciu pomiarów twardości.

Badania mikrostrukturalne

Próbki o wymiarach 1 x 1 x 2 cm poddano obserwacjom na mikroskopie optycznym Leica DM IRM z modułem do cyfrowej rejestracji obrazów JVC TK-C1380 oraz skaningowym mikroskopie elektronowym E-SEM XL30 firmy FEI. Następnie próbki wytrawiono i ponownie poddano obserwacjom na mikroskopie optycznym. Ilościową analizę obrazów uzyskanych mikrofotografii przeprowadzono z użyciem oprogramowania Leica QWin oraz Measure IT Olympus Soft Imaging Solutions.

Rozdrobnienie ziarna

Zdefiniowano nominalną wielkość ziarna (d_n) jako maksymalną długość cięciwy ziarna. Kształt ziaren opisano stosunkiem szerokości i długości przekroju ziarna, definiując tym samym współczynnik kształtu. Długością przekroju ziarna (L) oraz szerokością przekroju ziarna (D) opisano odległość pomiędzy dwiema równoległymi liniami stycznymi do rzutu ziarna w odpowiednich kierunkach.



Rys. 1. Schemat wycinania próbek do badań

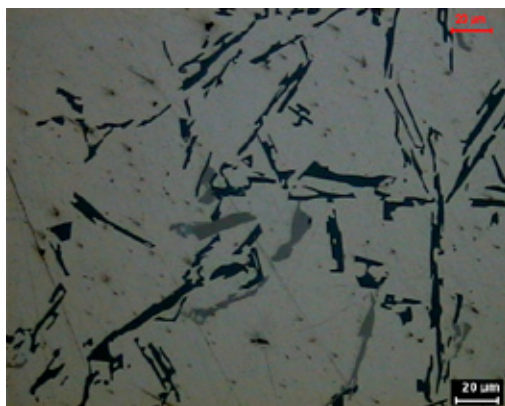
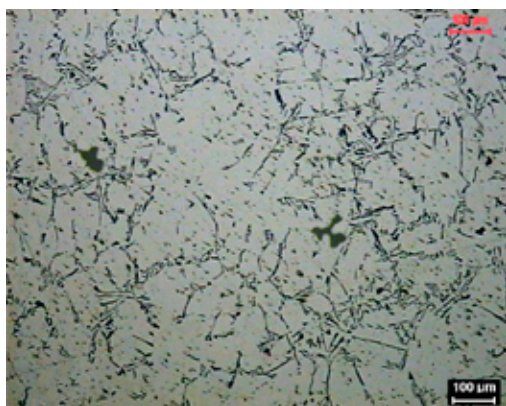
Fig. 1. Schematic diagram of procedure for specimen cutting out

Pomiarów maksymalnych długości cięciw ziaren oraz długości i szerokości przekroju ziaren dokonano w oparciu o mikrofotografie ze skaningowego mikroskopu elektronowego oraz mikroskopu optycznego. Otrzymane wyniki posłużyły do sporządzenia histogramów, na podstawie których poprzez wykreślenie krzywych rozkładu normalnego wyznaczono średni rozmiar (x_c), jak również szerokość rozkładu wielkości ziaren. Za miarę ilościową szerokości rozkładu przyjęto szerokość połówkową krzywej rozkładu normalnego (*FWHM* - *Full Width at Half Maximum*). Stopień dopasowania krzywych rozkładu normalnego do danych eksperymentalnych określono współczynnikiem R^2 .

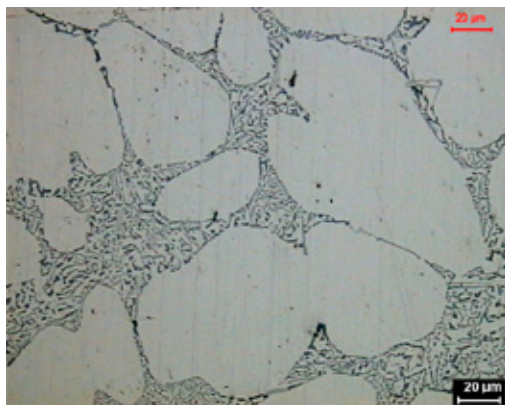
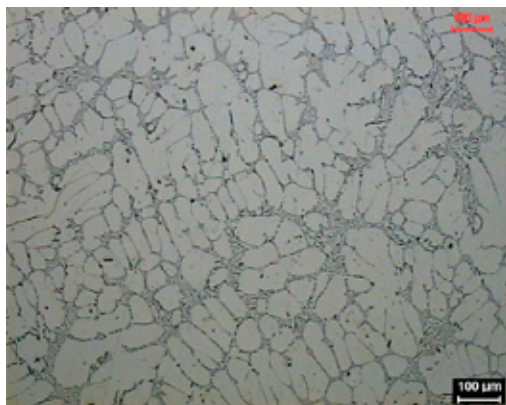
Wyniki

Przykładowe obrazy mikrostruktury badanych odlewów, krzepnących pod różnym ciśnieniem pokazano na rysunku 2. Na fotografii (rys. 2a) widoczna jest typowa struktura pierwotna stopu AlSi7Mg krzepnącego w warunkach atmosferycznych w formie metalowej, charakteryzująca się dendrytycznymi kryształami roztworu stałego α i dużymi wydzieleniami iglastej eutektyki Al-Si. Widoczne są również wydzielenia krzemu nadeutektycznego, których obecność w strukturze spowodowana jest krystalizacją nierównowagową, występującą nawet w warunkach grawitacyjnych. Zwielenokrotnienie ciśnienia w trakcie krzepnięcia odlewu (rys. 2b, 2c) spowodowało znaczące rozdrobnienie struktury badanego stopu, na skutek zwiększenia szybkości wymiany ciepła i wzrostu przechłodzenia, co gwałtownie zwiększyło ilość zarodków krystalizacji. Dendryty roztworu stałego α ulegają globularyzacji, a eutektyka Al-Si umieszczona w przestrzeniach międzydendrytycznych jest zauważalnie rozdrobniona i ujednorodniona. Na efekt silnego rozdrobnienia strukturalnego ma również wpływ fakt, że ciśnienie działa jako inhibitor wzrostu kryształów, co dodatkowo ogranicza średni rozmiar ziarna.

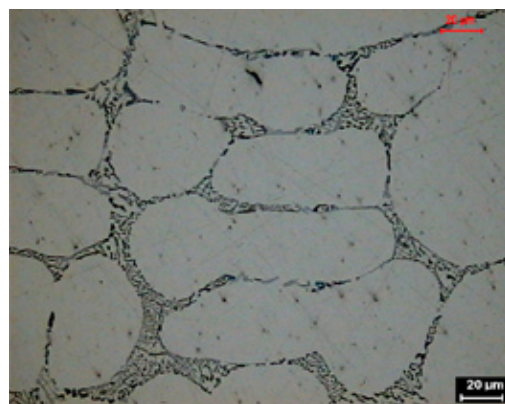
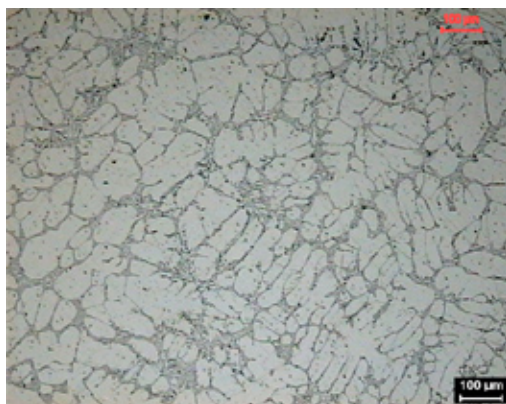
Oczywistym następstwem zwielenokrotnienia ciśnienia przyłożonego na ciekły metal w trakcie procesu krzepnięcia jest eliminowanie ewentualnych nieciągłości strukturalnych typu porowatości gazowych i rzadzisz skurczowych w skali makro także przez ich zaprasowanie w stanie stało-ciekłym. W klasycznych procesach ciekło-fazowych, pewna zawartość nieciągłości strukturalnych jest nieuniknioną konsekwencją procesu krzepnięcia ciekłego metalu i związanymi z tym zmianami właściwości - w tym przypadku objętości. Zanik dużych porów, występujących sporadycznie w mikrostrukturze odlewu nr 1 - krzepnącego w warunkach ciśnienia atmosferycznego (0,1 MPa), osiągnięto poprzez przyłożenie ciśnienia zewnętrznego równego 75 MPa (odlew nr 2). Zwiększenie zawartości strukturalnej potwierdzono wynikami badania gęstości (rys. 3a). Należy przy tym zwrócić uwagę na fakt, że różnica pomiędzy gęstością odlewu nr 1 i 2 wynosi 0,005 g/cm³, natomiast 2 i 3 sięga 0,007 g/cm³. Analiza fotografii (rys. 2b i 2c) nie przynosi podstaw do jakiegokolwiek dyferencjacji pomiędzy nimi, toteż różnica w zawartości strukturalnej musi wynikać z zaprasowania bardzo drobnych pustek.



a)



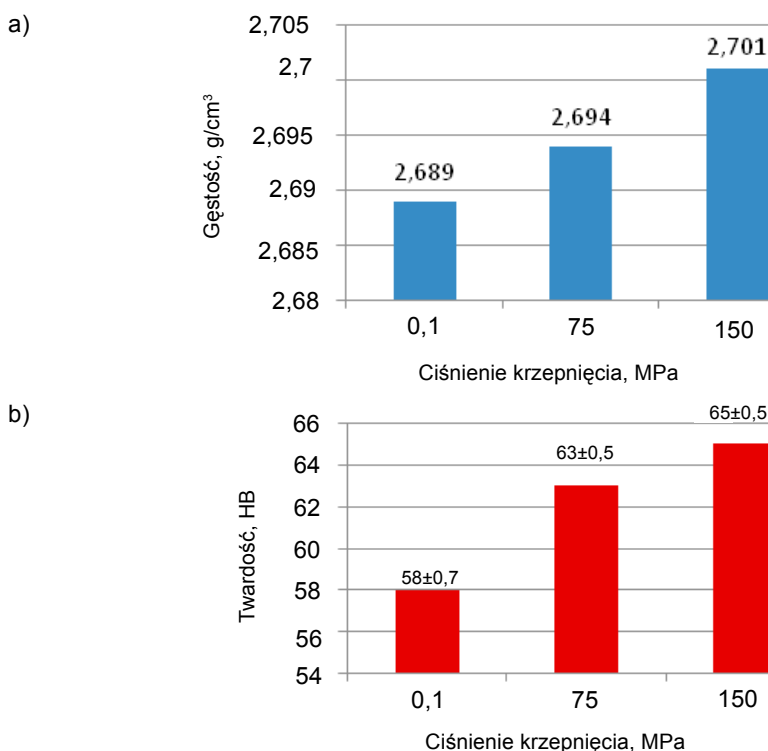
b)



c)

*Rys. 2. Typowe mikrostruktury badanych odlewów krzepnących pod różnym ciśnieniem:
a) ciśnienie atmosferyczne (0,1 MPa), b) 75 MPa, c) 150 MPa*

*Fig. 2. Typical microstructures of the examined castings solidifying under different pressure:
a) atmospheric pressure (0,1 MPa), b) 75 MPa, c) 150 MPa*

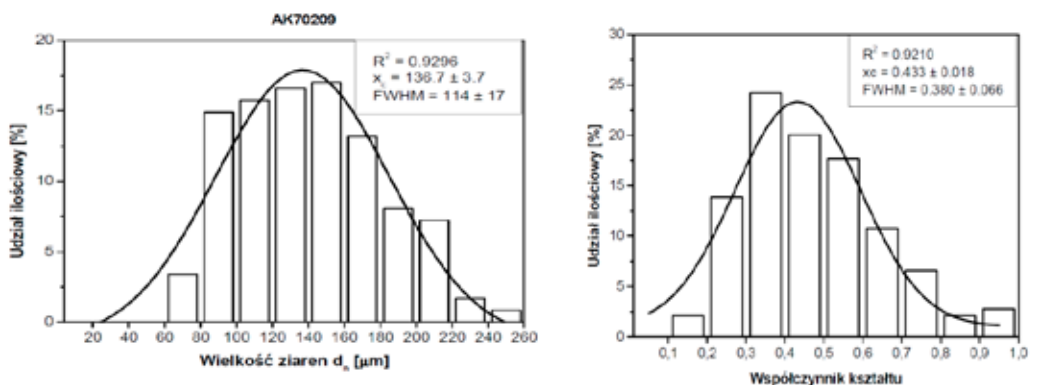


Rys. 3. Wyniki pomiarów: a) wpływu ciśnienia prasowania na gęstość badanych odlewów, b) wpływu ciśnienia prasowania na twardość odlewów

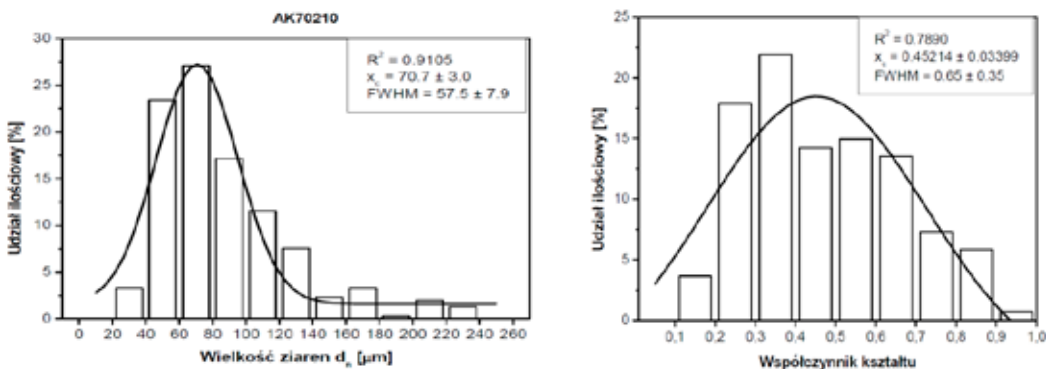
Fig. 3. The results of measurements of: a) squeeze pressure effect on density of the examined castings, b) squeeze pressure effect on hardness of the examined castings

Wyniki badań wpływu ciśnienia na rozmiar ziarna oraz jego współczynnik kształtu pokazano na rysunku 4. Ustalono, że średni rozmiar ziarna (x_c) badanego stopu w odlewie krzepącym pod ciśnieniem atmosferycznym równy jest $137 \pm 3,7 \mu\text{m}$. Wraz ze zmianą warunków krystalizacji (wzrost ciśnienia prasowania do 75 MPa) zaobserwowano znaczący spadek x_c , który wynosi $70 \pm 3,0 \mu\text{m}$. Odpowiada to 48% redukcji tego parametru strukturalnego (tabela 2). Dzięki maksymalizacji ciśnienia prasowania do wartości 150 MPa, otrzymane odlewy charakteryzowały się średnią wielkością ziarna na poziomie $57 \pm 2,8 \mu\text{m}$. W odniesieniu do stanu wyjściowego to niemalże 60% redukcja średniego rozmiaru ziarna badanego stopu, w odniesieniu do odlewów krzepnących w warunkach ciśnienia atmosferycznego. Różnice w rozdrobieniu mikrostruktury pomiędzy odlewami nr 2 i 3 (-19%) nie są jednak tak spektakularne jak w przypadku różnic pomiędzy odlewami nr 1 i 2.

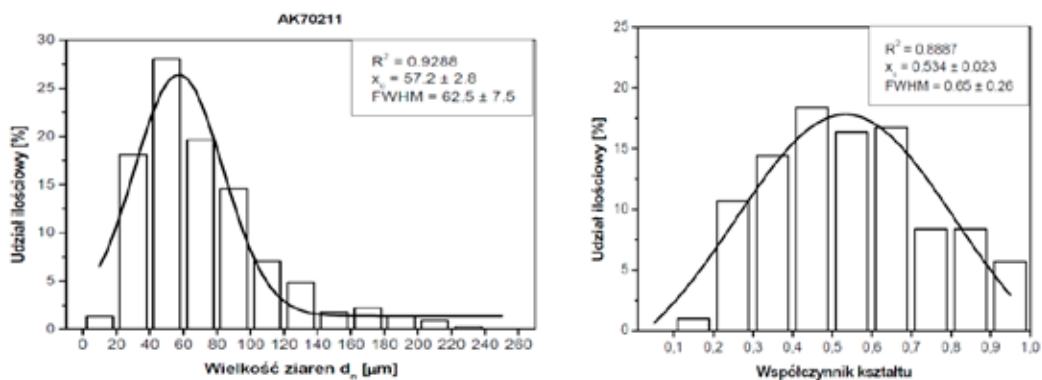
Wyniki metalografii ilościowej dobrze korelują z rezultatami badań twardości, co pokazano na rysunku 5. Pomędzy odlewami nr 1 i 2 stwierdzono znaczący wzrost twardości (o 5 jednostek HB), w odniesieniu do niewielkiej różnicy między odlewami 2 i 3 (2 jednostki HB). Należy nadmienić, że badaniom poddano próbki w stanie wytworzenia (lanym), bez obróbki cieplnej. Według danych literaturowych [2] proces prasowania w stanie ciekłym zmienia stan energetyczny materiału, co wpływa na spotęgowanie efektów obróbki cieplnej.



a) wielkość i kształt ziaren odlewu krzepnącego pod ciśnieniem atmosferycznym



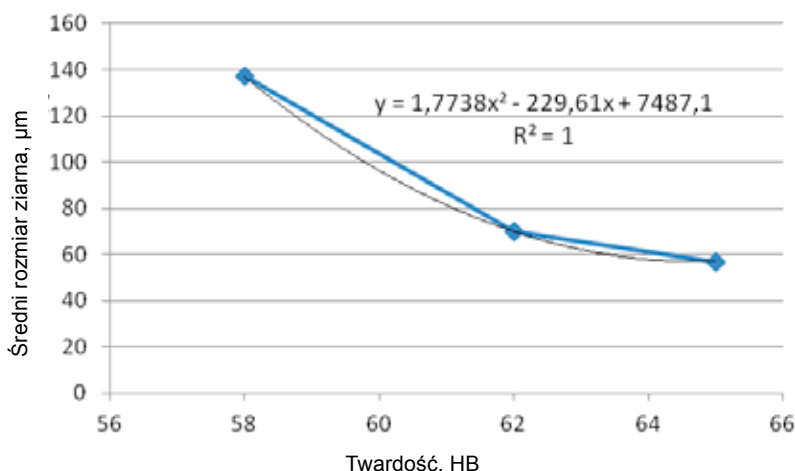
b) wielkość i kształt ziaren odlewu krzepnącego pod ciśnieniem 75 MPa



c) wielkość i kształt ziaren odlewu krzepnącego pod ciśnieniem 150 MPa

Rys. 4. Wyniki badań wpływu ciśnienia prasowania na rozmiar i kształt ziarna: a) odlew nr 1 (0,1 MPa), b) odlew nr 2 (75 MPa), c) odlew nr 3 (150 MPa)

Fig. 4. The results of measurements of squeeze pressure effect on the size and shape of grains in: a) casting 1 (0,1 MPa), b) casting 2 (75 MPa), c) casting 3 (150 MPa)



Rys. 5. Wykres zależności (korelacji liniowej) pomiędzy twardością i średnim rozmiarem ziarna

Fig. 5. Plotted relationship (linear correlation) between hardness and average grain size

Zastosowanie regresji wielomianowej drugiego stopnia umożliwia dobry opis zależności twardości od parametru strukturalnego x_c (rys. 5). Asymptotyczność linii trendu pozwala na stwierdzenie, że ciśnienie 150 MPa jest bliskie optymalnej wartości. Jednakże w danym przypadku, analiza regresyjna jest obciążona dużym błędem, ze względu na znaczny przedział ciśnienia i niewielką liczbę pomiarów. W celu weryfikacji powyższego stwierdzenia wymagane jest przeprowadzenie badań odlewów ze stopu AlSi7Mg wytworzonych w warunkach ciśnienia np. 40 i 110 MPa.

Tabela 2. Zmiany właściwości badanego stopu AlSi7Mg

Table 2. Changes in properties of the examined AlSi7Mg alloy

Ciśnienie krzepnięcia, MPa	Zmiany właściwości, %		
	Gęstość	Twardość	Średni rozmiar ziarna
0,1	Poziom odniesienia		
75	+0,18	+8,6	-48
150	+0,44 (+0,26)	+12 (+3,2)	-58 (-19)

W oparciu o analizę wyników współczynnika kształtu ziaren badanego stopu (rys. 4), stwierdzono występowanie efektu sferoidyzacji (przesunięcie piku rozkładu normalnego w prawą stronę). Jest to związane z warunkami wzrostu roztworu stałego w warunkach ciśnienia hydrostatycznego, które nie pozwala na uprzywilejowany rozrost ziarna w którymkolwiek kierunku [2]. Efekt sferoidyzacji ziarna powinien powodować wzrost plastyczności badanego stopu. W oparciu o powyższe dane, można domniemać, że odlew nr 3 (150 MPa) powinien charakteryzować się wysoką wartością wydłużenia, znacznie przekraczającą minimalną wartość normatywną dla stopu AlSi7Mg.

Wnioski

- Zauważono znaczący wpływ ciśnienia na średni rozmiar ziarna, zawartość strukturalną oraz twardość badanego stopu AlSi7Mg.
- Wysokie ciśnienie wywierane na lustro ciekłego metalu w trakcie procesu krzepnięcia eliminuje nieciągłości strukturalne poprzez intensyfikację zasilania odlewu.
- Dzięki przyłożeniu ciśnienia (150 MPa), otrzymano ponad dwukrotną (58%) redukcję średniego rozmiaru ziarna badanego stopu, w odniesieniu do próbki krzepnącej w warunkach ciśnienia atmosferycznego, co świadczy o szerokim spektrum zmian, które ten czynnik wywołuje w trakcie procesu krystalizacji.
- Stwierdzono wystąpienie efektu sferoidyzacji roztworu stałego α w strukturze odlewów prasowanych w stanie ciekłym.

Podziękowania

Niniejsza publikacja powstała na bazie prac prowadzonych w ramach projektu „Zaawansowane materiały i technologie ich wytwarzania”, nr POIG.01.01.02-00-015/19, podzadanie V.5.1.

Literatura

1. Górny Z., Sobczak J. J.: Nowoczesne tworzywa odlewnicze na bazie metali nieżelaznych, Za-Pis, Kraków, 2005.
2. Sobczak J. J.: Teoretyczne i praktyczne podstawy procesu prasowania w stanie ciekłym (*squeeze casting*) metali nieżelaznych, Prace Instytutu Odlewnictwa, 1993, Zeszyt Specjalny nr 41.
3. Pietrowski S.: Siluminy, Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej, Łódź, 2001.
4. Lee K., Kwon Y.N., Lee S: Effects of eutectic silicon particles on tensile properties and fracture toughness of A356 aluminum alloys fabricated by low-pressure-casting, casting-forging, and squeeze-casting processes, Journal of Alloys and Compounds, 2008, Vol. 461, No. 1–2, pp. 532–541.
5. Bai Y., Zhao H.: Tensile properties and fracture behavior of partial squeeze added slow shot die-cast A356 aluminum alloy. Materials and Design, 2010, Vol. 31, No. 9, pp. 4237–4243.
6. Mao W., Zheng Q., Zhu D.: Rheo-squeeze casting of semi-solid A356 aluminum alloy slurry, Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2010, Vol. 20, pp. 1769–1773.
7. Selivorstov V., Dotsenko Y., Borodianskiy K., Kossenko A., Zinigrad M.: Al-Si alloys structure formation using gaso-dynamic modification. Seventh Russian-Israeli Bi-National Workshop, 2008.