

ZMIANY W MIKROSTRUKTURZE STOPU PA9 POD WPLYWEM CIŚNIENIA PRASOWANIA

Tomasz Reguła, Piotr Dudek

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

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań wpływu ciśnienia zewnętrznego – wywieranego na metal w procesie prasowania w stanie ciekłym (squeeze casting), na strukturę stopu PA9. Próbki do badań uzyskano na drodze odlewania badanego stopu PA9 do formy metalowej pod zróżnicowanym ciśnieniem, odpowiednio 0,1 (atmosferyczne), 75 i 150 MPa, wykorzystując maszynę squeeze casting firmy UBE VSC 500. Zaobserwowano znaczący wpływ ciśnienia na średni rozmiar ziarna oraz inne charakterystyki mikrostrukturalne, co świadczy o celowości stosowania metod ciekło-fazowych z wykorzystaniem ciśnienia zewnętrznego w aspekcie podniesienia jakości wytwarzanych odlewów.

Słowa kluczowe: stop aluminium, PA9, squeeze casting, ciśnienie prasowania, mikrostruktura

Wstęp

Stopy na bazie aluminium zwyczajowo dzieli się na odlewnicze oraz do przeróbki plastycznej. Podział ten wywodzi się z przekonania o niecelowości stosowania klasycznych technik ciekło-fazowych do wytwarzania części ze stopów o szerokich zakresach krzepnięcia. Przykładowo, można podać, że rozpiętość temperaturowa pomiędzy liniami likwidus i solidus dla odlewniczego stopu AlSi7Mg wynosi 60 K [1], natomiast w przypadku popularnego stopu do przeróbki plastycznej PA9 (AlZnMgCu1,5 / 7075) zakres ten oscyluje wokół 158 K [2]. Ze względu na niskie właściwości technologiczne – tzn. małą lejność, duży skurcz, podatność do pęknięcia na gorąco itd. oraz znaczący rozrost ziarna, stopy „do przeróbki plastycznej”, w klasycznym ujęciu, nie nadają się na części wytwarzane metodami odlewniczymi [3].

Dzięki zastosowaniu ciśnienia zewnętrznego, jako czynnika siłowego oraz termodynamicznego, podczas procesu krzepnięcia metalu, można uzyskiwać znaczną poprawę właściwości końcowych odlewów [4] ze względu na korzystne zmiany mikrostrukturalne indukowane przez ciśnienie zewnętrzne. Dodatkowo ciśnienie wpływa pozytywnie na właściwości technologiczne stopów, tj. intensyfikuje zdolność ciekłego metalu do wypełniania wnęki formy oraz ogranicza jego skurcz.

Spośród wielu komercyjnie dostępnych technik odlewniczych proces prasowania w stanie ciekłym – w literaturze angielskiej znany jako *squeeze casting*, ma największy

potencjał, jeżeli chodzi o wytwarzanie elementów charakteryzujących się doskonałą mikrostrukturą, praktycznie wolnych od defektów odlewniczych [5].

Efekt silnego rozdrobnienia ziarna oraz korzystne zmiany w morfologii faz występujących w mikrostrukturze, połączone z brakiem porowatości, skutkują znaczącą poprawą właściwości mechanicznych wyrobów prasowanych w stanie ciekłym – w odniesieniu do odlewów wytwarzanych tradycyjnymi metodami [6–10]. Korzystne zmiany mikrostrukturalne odlewów krzepnących pod ciśnieniem zewnętrznym wywołane są czynnikami, które podzielić można na mechaniczne i termodynamiczne. Pierwsze z powyższych powodują znaczącą intensyfikację szybkości chłodzenia krzepnącego metalu, poprzez mechaniczną redukcję szczeliny pomiędzy odlewem a ściankami formy. Drugie zwiększają szybkość zarodkowania w krzepnącym metalu poprzez wzrost jego przechłodzenia.

Udział tych mechanizmów w całkowitym efekcie rozdrobnienia strukturalnego odlewów prasowanych w stanie ciekłym jest tematem ciągłej dyskusji. W pracy [11] stwierdzono, że główną przyczyną zmian mikrostrukturalnych jest wzrost szybkości chłodzenia, na skutek redukcji szczeliny, natomiast autorzy publikacji [12] przedstawili całkowicie odmienną interpretację – dominującego wpływu zmian termodynamicznych.

W istocie, zarówno redukcja szczeliny, jak i wzrost przechłodzenia są to czynniki, które działają komplementarnie. W zależności od warunków krzepnięcia, takich jak: ciśnienie, czas jego oddziaływania, temperatura ciekłego metalu oraz formy, a także składu chemicznego stopu, jeden czynnik może dominować nad drugim i *vice versa*.

Bez względu na mechanizm, który jest odpowiedzialny za zmiany w trakcie krzepnięcia metalu pod wpływem ciśnienia, wyniki prac badawczych jednoznacznie wskazują na znaczącą poprawę właściwości mechanicznych oraz charakterystyk mikrostrukturalnych metali.

Metodyka badań

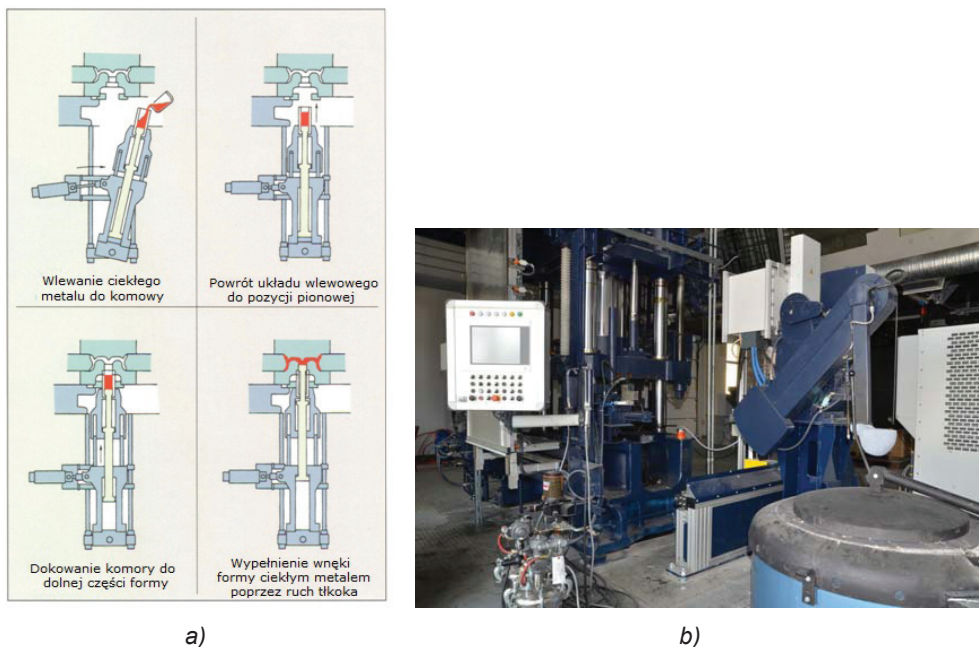
Badaniom poddano odlewy grawitacyjne oraz prasowane w stanie ciekłym, ze stopu PA9 o składzie chemicznym według tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny badanego stopu PA9

Stop	Skład chemiczny, % wag.								
	Si	Mg	Fe	Cu	Zn	Mn	Cr	Ti	Al
PA9	0,30	1,90	0,22	1,50	6,90	0,25	0,15	0,01	reszta

Metal topiono w oporowym piecu węglowym STOTEK ALUSMELT 500 z tygłem wykonanym z SiC, uprzednio pokrytym zawiesiną azotku boru (BN). Po stopieniu ciekły metal wytrzymał w temperaturze 750°C, a następnie odlewano do kokili metalowej służącej do odlewania próbek wytrzymałościowych, o kształcie według normy PN-EN 10002-1 (odlewy grawitacyjne) oraz do ośmiogniazdowej formy przeznaczonej do realizacji procesu bezpośredniego prasowania w stanie ciekłym. Formę pokryto powłoką oddzielającą składającą się z 10% wodnego roztworu grafitu koloidalnego. Temperaturę formy stabilizowano za pomocą dwóch urządzeń grzewczo-chłodzących

Tool-Temp TT-390 i utrzymywano na poziomie 200°C. Ciśnienie zewnętrzne wywierano za pomocą tłoka prasującego maszyny UBE VSC 500. Na rysunku 1 przedstawiono schemat działania maszyny oraz zdjęcie stanowiska badawczego, znajdującego się w Instytucie Odlewnictwa.



Rys. 1. Maszyna UBE VSC 500: a) schemat działania układu wlewowego, b) stanowisko badawcze

Czas oddziaływania ciśnienia wynosił 25 s. Odlewy przygotowano przy zmiennym ciśnieniu, odpowiednio: 0,1 (atmosferyczne), 75 i 150 MPa.

W przypadku odlewów grawitacyjnych próbki pobierano z części uchwyty o średnicy 15 mm, natomiast próbki z odlewów prasowanych w stanie ciekłym wycinano z sekcji o grubości około 20 mm.

Próbki poddano obserwacjom na mikroskopie optycznym Leica DM IRM z modułem do cyfrowej rejestracji obrazów JVC TK-C1380 oraz na skaningowym mikroskopie elektronowym E-SEM XL30 firmy FEI. Następnie 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.

Pomiarów maksymalnych długości cięciw ziaren oraz długości i szerokości przekroju ziaren dokonano w oparciu o mikrofotografie ze skaningowej mikroskopii elektronowej oraz mikroskopii optycznej. 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). Stopień dopasowania krzywych rozkładu normalnego do danych eksperymentalnych określono współczynnikiem R^2 .

Wyznaczono parametr stereologiczny NA opisujący gęstość – liczbę obiektów na jednostkę powierzchni przekroju.

$$NA = N/A$$

N – liczba zliczonych obiektów

A – obszar powierzchni analizowanego obrazu.

Sporządzono wykresy zależności parametru NA w funkcji ciśnienia prasowania. Wielkość wydzielań Mg_2Si określano na podstawie pomiarów pola powierzchni poszczególnych wydzielań (A_w). Sporządzono histogramy, na podstawie których poprzez wykreślenie krzywych rozkładu normalnego wyznaczono średni rozmiar (x_c), jak również szerokość rozkładu (FWHM). Stopień dopasowania krzywych rozkładu normalnego do danych eksperymentalnych określono współczynnikiem R^2 .

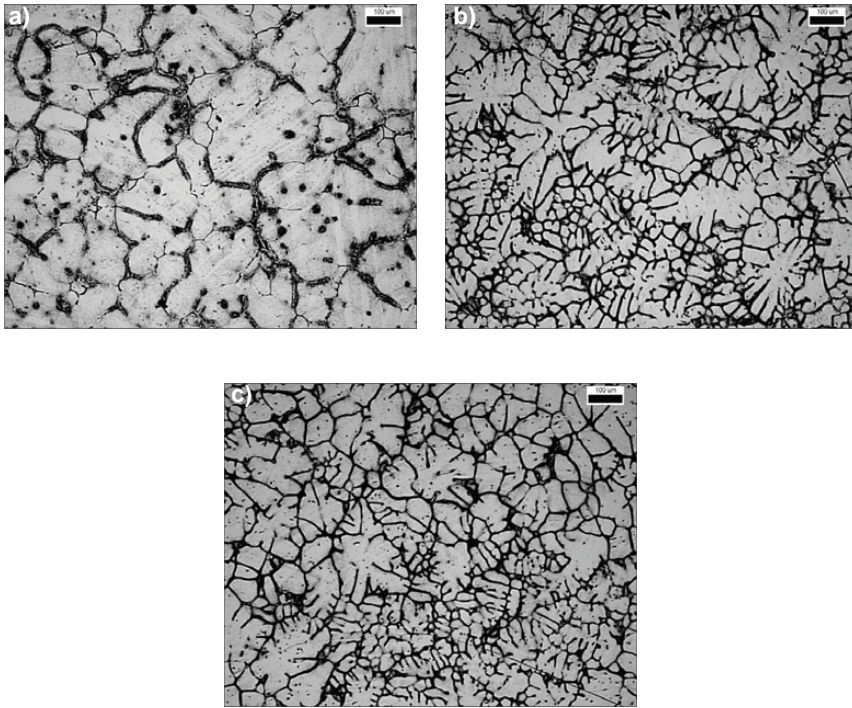
Analiza wyników badań

Obrazy mikrostruktur odlewów krzepnących pod różnym ciśnieniem w powiększeniu 100x przedstawiono na rysunku 2. Na obrazie 2a widoczna jest typowa struktura badanego stopu PA9 krzepącego w warunkach atmosferycznych w formie metalowej, charakteryzującą się występowaniem ziaren roztworu pierwotnego α oraz dużych wydzielań eutektycznej fazy $\alpha(Al) + Mg(Al, Cu, Zn)_2$. W mikrostrukturze mogą również występować wydzielenia innych faz, takich jak: $MgZn_2$, $Al_2Mg_3Zn_3$, Al_2CuMg , Al_2Cu , Al_7Cu_2Fe , $Al_{13}Fe_4$ i Mg_2Si [13].

Zwielokrotnienie ciśnienia w trakcie krzepnięcia odlewu (obrazy 2b, 2c), spowodowało znaczne rozdrobnienie struktury badanego stopu – głównie na skutek zwiększenia szybkości wymiany ciepła i wzrostu przechłodzenia. Na efekt silnego rozdrobnienia strukturalnego ma również wpływ fakt, że ciśnienie działa jako inhibitor wzrostu kryształów, co dodatkowo ogranicza średni rozmiar ziarna [5].

Przyłożenie odpowiednio wysokiego ciśnienia prasowania w trakcie procesu krzepnięcia powoduje wyeliminowanie ewentualnych nieciągłości strukturalnych typu porowatości gazowych i rzadzisz skurczowych w skali makro także przez ich zaprasowanie w stanie stało-ciekłym. Jest to szczególnie ważne przy wytwarzaniu elementów odlewanych ze stopów przeznaczonych do przeróbki plastycznej, które to ze względu na niekorzystne właściwości technologiczne – takie jak mała lejność oraz skłonność do pęknięcia na gorąco, nie są zwyczajowo stosowane w odlewnictwie.

Wyniki badań wpływu ciśnienia na mikrostrukturę, takie jak średni rozmiar ziarna oraz współczynnik kształtu ziaren przedstawiono na rysunku 3. Średni rozmiar ziarna badanego stopu w odlewie krzepącym pod ciśnieniem atmosferycznym wynosi $95,6 \pm 2,3 \mu m$. Wraz ze zmianą warunków krystalizacji (wzrost ciśnienia prasowania do 75 MPa) zaobserwowano znaczący spadek średniego rozmiaru ziarna, który wynosi $66,9 \pm 3,5 \mu m$. Maksymalizacja ciśnienia prasowania do wartości 150 MPa spowodowała tylko nieznaczny spadek tego parametru w badanych odlewach ($63,5 \pm 5,3 \mu m$).



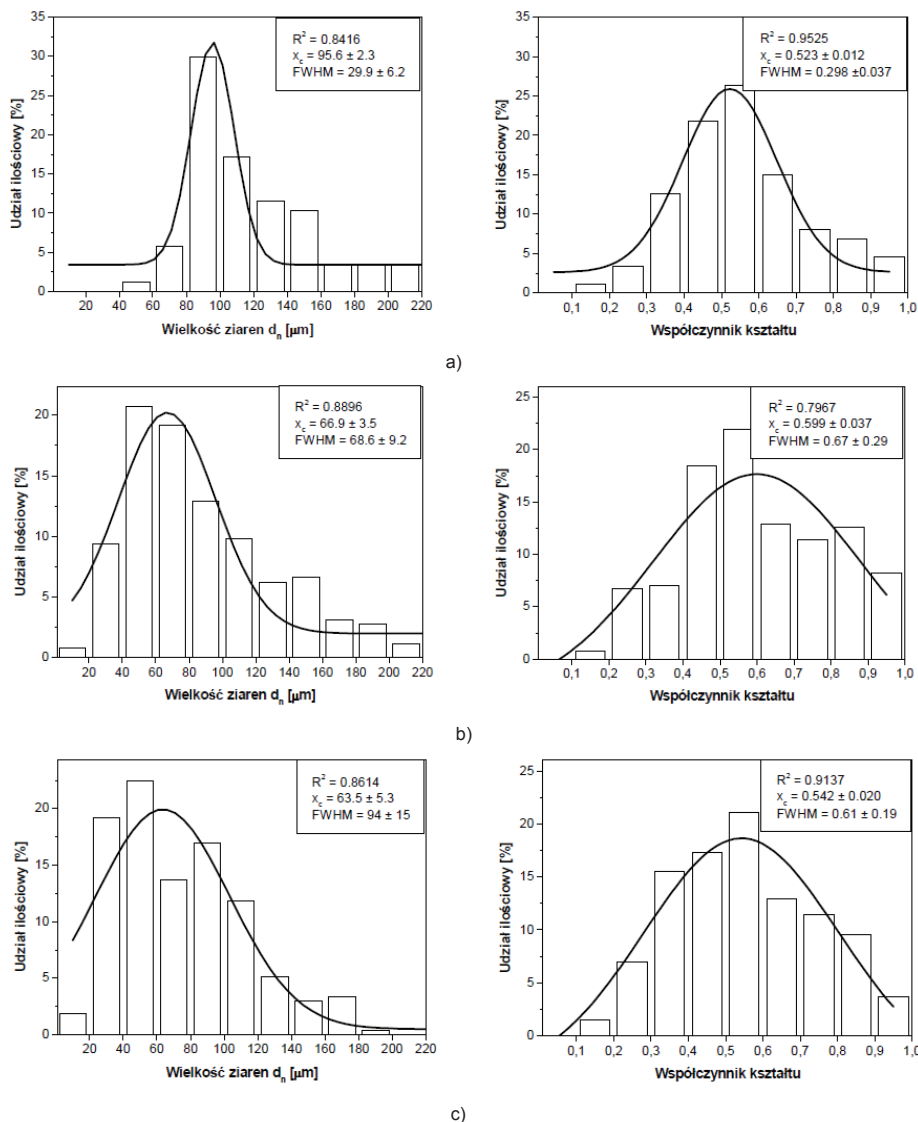
Rys. 2. Typowe mikrostruktury badanych odlewów krzepnących pod różnym ciśnieniem: a) ciśnienie atmosferyczne (0,1 MPa), b) 75 MPa, c) 150 MPa

W przypadku badanego stopu nie zaobserwowano znaczącego efektu globularyzacji ziarna – na co wskazują wyniki badań współczynnika kształtu ziaren. Dla ciśnienia 0,1; 75 oraz 150 MPa współczynnik ten wynosi odpowiednio: 0,52; 0,59 i 0,54 – przy czym ziarno idealnie globularne charakteryzuje się współczynnikiem równym 1. Wskazuje to na mniejszą podatność badanego stopu do sferoidyzacji ziarna przez ciśnienie w odniesieniu do typowo odlewniczego stopu AlSi7Mg, na którym przeprowadzono podobne badania [14].

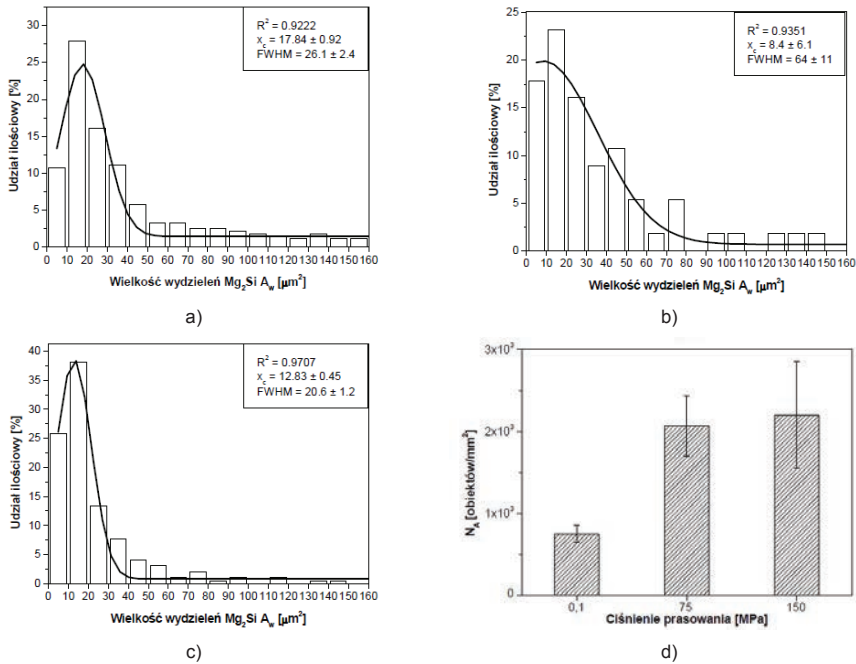
Na rysunku 4 przedstawiono wyniki badań wielkości wydzielań fazy Mg_2Si oraz gęstości wydzielań w mikrostrukturze badanych odlewów. Na podstawie wyników badań można potwierdzić wnioski płynące z obserwacji mikrostruktur badanych odlewów o rozdrobieniu elementów mikrostrukturalnych.

Zaobserwowano znaczący spadek wielkości wydzielań fazy Mg_2Si wraz ze wzrostem ciśnienia prasowania, od wartości około $17 \mu m^2$ w przypadku odlewu krzepnącego pod ciśnieniem atmosferycznym do około $13 \mu m^2$ przy zastosowaniu ciśnienia prasowania równego 150 MPa. Najniższą średnią wielkość wydzielań fazy Mg_2Si zaobserwowano w próbce pochodzącej z odlewu krzepnącego pod ciśnieniem 75 MPa ($8,4 \mu m^2$). Jednakże analizując histogram przedstawiony na rysunku 4b, można stwierdzić, że pik rozkładu normalnego skąd odczytano średnią wartość wielkości wydzielań nie odzwierciedla dostatecznie dobrze tej charakterystyki mikrostrukturalnej, o czym świadczy również fakt, że szerokość rozkładu normalnego histogramu próbki odlewu krzepnącego pod ciśnieniem

75 MPa jest około trzy razy większa od pozostałych. Porównując kształty histogramów (liczności poszczególnych wymiarów wydzielań fazy Mg_2Si) próbek odlewów prasowanych pod ciśnieniem 75 i 150 MPa, można stwierdzić, że pomimo wyższej średniej wartości wydzielania te mają korzystniejsze wielkości w próbce prasowanej pod ciśnieniem 150 MPa.



Rys. 3. Wyniki badań wpływu ciśnienia prasowania na rozmiar ziarna oraz współczynnik kształtu ziaren: a) odlew 1 (0,1 MPa), b) odlew 2 (75 MPa), c) odlew 3 (150 MPa)



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

Wyniki badania gęstości obiektów mikrostrukturalnych (rys. 4a) również potwierdzają fakt silnego rozdrobnienia mikrostruktury badanego stopu PA9. Próbką krzepnącą pod ciśnieniem atmosferycznym zawiera około $0,8 \cdot 10^3$ obiektów, podczas gdy ilość wydzieli w mikrostrukturze próbki odlewu prasowanego pod ciśnieniem 150 MPa rośnie prawie trzykrotnie. Przy czym nie ma istotnej różnicy pomiędzy próbkami prasowanymi pod ciśnieniem 75 i 150 MPa.

Wnioski

- Zauważono znaczący wpływ ciśnienia na badane parametry mikrostrukturalne stopu PA9.
- Dzięki przyłożeniu ciśnienia prasowania podczas krzepnięcia odlewów uzyskano znaczącą redukcję wielkości ziarna, powierzchni wydzieli fazy Mg_2Si oraz wzrost gęstości obiektów mikrostrukturalnych badanego stopu, w odniesieniu do próbki krzepnącej w warunkach ciśnienia atmosferycznego.
- Nie zaobserwowano istotnego wpływu ciśnienia prasowania na sferoidyzację ziarna badanego stopu.

Podziękowania

Prace wykonano w ramach realizacji projektu strategicznego nr POIG.01.03.01-00-015/09, pt.: „Zaawansowane Materiały i Technologie ich Wytwarzania”, podzadanie V.5.1.

Literatura

1. Jian X., Xu H., Meek T.T., Han Q.: *Effect of power ultrasound on solidification of aluminum A356 alloy*. Materials Letters, 2005, Vol. 59, Nos. 2–3, pp. 190–193.
2. Lalpoor M., Eskin D.G., Katgerman L.: *Cold-Cracking Assessment in AA7050 Billets during Direct-Chill Casting by Thermomechanical Simulation of Residual Thermal Stresses and Application of Fracture Mechanics*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, Vol. 40A, No. 13, pp. 3304–3313.
3. Gibbs S.: *Wrought Alloys: A New Gateway for Casting Designers*. Metal Casting Design and Purchasing, 2010, Vol 12, No. 5, pp. 34–38.
4. Evans P.V., Keyte R., Ricks R.A.: *Squeeze casting of aluminium alloys for near net shape manufacture*. Materials & Design, 1993, Vol. 14, No. 1, pp. 65–67.
5. Sobczak J.J.: *Teoretyczne i praktyczne podstawy procesu prasowania w stanie ciekłym (squeeze casting) metali nieżelaznych*. Prace Instytutu Odlewnictwa, 1993, T. 43, Zeszyt Specjalny nr 41.
6. Zhang M., Zhang W., Zhao H., Zhang D., Li Y.: *Effect of pressure on microstructures and mechanical properties of Al-Cu-based alloy prepared by squeeze casting*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2007, Vol. 17, No. 3, pp. 496–501.
7. Maleki A., Shafyei A., Niroumand B.: *Effects of squeeze casting parameters on the microstructure of LM13 alloy*. Journal of Materials Processing Technology, 2009, Vol. 209, No. 8, pp. 3790–3797.
8. Fan C.H., Chen Z.H., He W.Q., Chen J.H., Chen D.: *Effects of the casting temperature on microstructure and mechanical properties of the squeeze-cast Al-Zn-Mg-Cu*. Journal of Alloys and Compounds, 2010, Vol. 504, No. 2, pp. L42–L45.
9. Abou El-khair M.T.: *Microstructure characterization and tensile properties of squeeze-cast AlSiMg alloys*. Materials Letters, 2005, Vol. 59, Nos. 8–9, pp. 894–900.
10. Maeng D.Y., Lee J.H., Won C.W., Cho S.S., Chun B.S.: *The effects of processing parameters on the microstructure and mechanical properties of modified B390 alloy in direct squeeze casting*. Journal of Materials Processing Technology, 2000, Vol. 105, Nos. 1–2, pp. 196–203.
11. Sekhar J.A.: *Solidification by pressure application*. Scripta Metallurgica, 1985, Vol. 19, No. 12, pp. 1429–1433.
12. Franklin J.R., Das A.A.: *Squeeze casting – A review of the Status*. The British Foundryman, 1984, Vol. 77, No. 3, pp. 150–158.
13. Fan X., Jiang D., Meng Q., Zhang B., Wang T.: *Evolution of eutectic structures in Al-Zn-Mg-Cu alloys during heat treatment*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2006, Vol. 16, No. 3, pp. 577–581.
14. Reguła T., Sobczak J.J., Morgiel J., Dudek P., Długosz P.: *Wpływ ciśnienia prasowania na charakterystyki mikrostrukturalne stopu AlSi7Mg*. Prace Instytutu Odlewnictwa, 2011, T. LI, nr 1, s. 5–14.

CHANGES IN THE MICROSTRUCTURE OF PA9 ALLOY UNDER THE EFFECT OF SQUEEZE PRESSURE

Tomasz Reguła, Piotr Dudek

*Foundry Research Institute, Department of Non-Ferrous Metal Alloys,
ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków*

Abstract

This paper presents the results of research on an impact of external pressure applied in the squeeze casting process on the structure of PA9 alloy. Samples for the research were obtained by casting the tested PA9 alloy into a die under a varying pressure of 0.1 (atmospheric), 75 and 150 MPa, using an UBE VSC 500 squeeze casting machine. A significant effect of pressure on the average grain size and other microstructural characteristics was stated, proving the usefulness of liquid-phase methods using external pressure in the improvement of casting quality.

Keywords: aluminium alloy, PA9, squeeze casting, squeeze pressure, microstructure

Introduction

Aluminium-based alloys are commonly divided into casting alloys and wrought alloys. This division is derived from the general belief that the traditional liquid-phase technologies are of no use in the manufacture of parts from alloys characterised by a wide freezing range. For example, the temperature range between the liquidus and solidus lines for the AlSi7Mg casting alloy is 60 K [1], while in the case of the popular wrought alloy PA9 (AlZnMgCu1.5 / 7075) this range widens to about 158 K [2]. Due to low technological properties, i.e. poor castability, high shrinkage, susceptibility to hot crack formation, etc., and a significant grain growth, "wrought" alloys in the traditional approach are not suitable for parts manufactured by casting methods [3].

By application of external pressure as a force and thermodynamic factor during metal solidification process, it is possible to get a significant improvement of the final casting properties [4], due mainly to favourable microstructural changes that this pressure can induce. Additionally, pressure has a positive effect on the technological properties of alloys, which means that it enhances the ability of molten metal to fill the mould cavity and reduces shrinkage.

Among the numerous commercially available casting techniques, the process of casting with simultaneous application of pressure on metal while in liquid state, known in English literature as squeeze casting, holds the greatest potential as regards the manu-

fracture of elements characterised by an excellent microstructure, practically free from casting defects [5].

The strong grain refining effect and beneficial changes in the morphology of phases present in the microstructure, combined with the lack of porosity, result in a significant improvement of mechanical properties of the squeeze cast products, when compared with castings manufactured by the traditional methods [6–10]. Favourable changes in the microstructure of castings solidifying under the effect of external pressure are caused by factors that can be divided into mechanical and thermodynamic. The former ones intensify the cooling rate of the solidifying metal by reducing mechanically the gap between the casting and the mould wall. The latter factors speed up the nucleation rate in the solidifying metal by increasing its undercooling degree.

The share of these mechanisms in full refining of the structure of items produced by the squeeze casting technology is the subject of continuous discussions. In [11] it was found that the main cause of microstructural changes is an increase in the cooling rate resulting from the reduction of the above mentioned gap, while the authors of [12] presented a completely different interpretation of this mechanism, namely the dominant influence of thermodynamic changes.

In fact, both the gap reduction and increased supercooling are the factors that have a complementary effect. Depending on the solidification conditions, such as pressure, duration of pressure, the temperature of molten metal and die, and chemical composition of the alloy cast, one factor may dominate over the other and vice versa.

Whatever mechanism is responsible for changes in the course of metal solidification under the influence of pressure, the results of the research clearly indicate a significant improvement of both the mechanical properties and microstructural characteristics of metal.

Research methodology

Tests were carried out on items gravity cast and squeeze cast from PA9 alloy of the chemical composition as given in Table 1.

Table 1. Chemical composition of the tested PA9 alloy

Alloy	Chemical composition, wt%								
	Si	Mg	Fe	Cu	Zn	Mn	Cr	Ti	Al
PA9	0.30	1.90	0.22	1.50	6.90	0.25	0.15	0.01	balance

The tested metal was melted in a STOTEK ALUSMELT 500 resistance pit furnace with crucible made of silicon carbide, pre-coated with a suspension of boron nitride (BN). Once melted, the molten metal was held at a temperature of 750°C, and then samples for mechanical testing were gravity cast into a die shaped according to the PN-EN 10002-1 standard and into an eight-cavity die for the direct squeeze casting process. A release coating composed of a 10% aqueous solution of colloidal graphite was applied onto the die surface. The temperature of the die was stabilised with two heating and cooling

Tool-Temp TT-390 devices and maintained at a level of 200°C. External pressure was created by the squeeze plunger operating in an UBE VSC 500 machine. Figure 1 shows a schematic picture of the machine and of the test stand located at the Foundry Research Institute in Cracow.

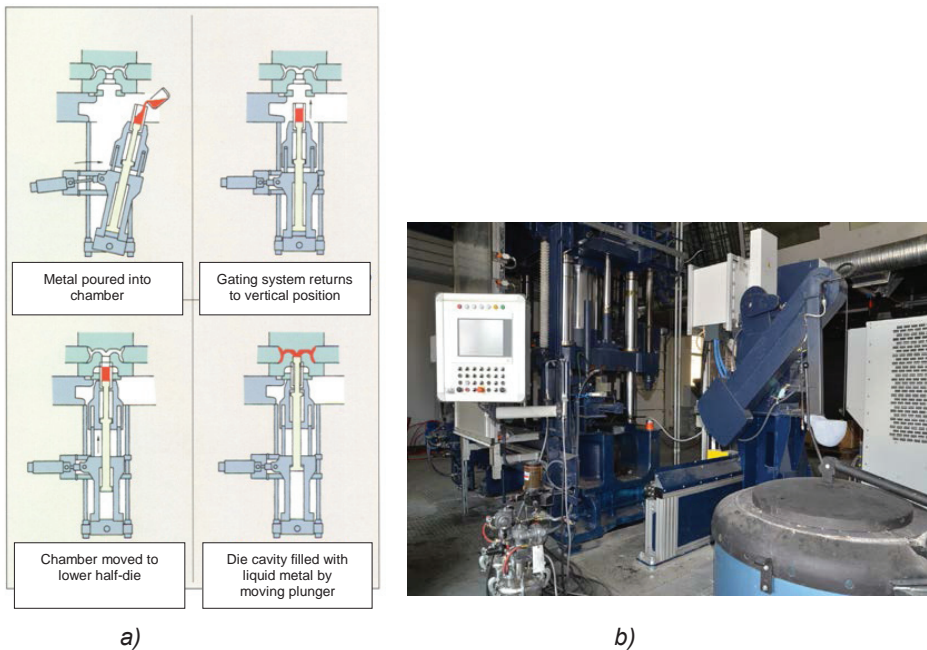


Fig. 1. The UBE VSC 500 machine: a) schematic diagram of the gating system, b) test stand

The duration of pressure effect was 25 s. Castings were made under varying pressures of 0.1 (atmospheric), 75 and 150 MPa.

In the case of gravity poured castings, samples were taken from the 15 mm diameter grip part. In squeeze moulded castings, samples were cut out from the section of about 20 mm thickness.

Samples were examined under a Leica DM IRM optical microscope provided with a JVC TK-C1380 module for digital image recording and with an E-SEM XL30 scanning electron microscope made by FEI Company. The samples were next etched and re-examined under an optical microscope. Quantitative image analysis of micrographs was carried out with Leica QWin oraz Measure IT Olympus Soft Imaging Solutions.

Measurements of the maximum grain chord length and of the length and width of the cross-section of the grains were based on photomicrographs taken by the scanning electron microscopy and optical microscopy. The results obtained were used to prepare histograms, based on which, by plotting of normal distribution curves, the average size of particles (x_c) and the width of particle size distribution were determined. As a quantitative measure of the distribution width, the width of a half-normal distribution curve (FWHM) was adopted. The degree of fit of normal distribution curves to the experimental data was set with the coefficient R^2 .

The stereological parameter N_A describing the density, i.e. the number of objects per unit cross-sectional area, was also determined.

$$N_A = N/A$$

N – the number of objects counted

A – surface area of the analysed image.

Graphs were plotted to show the relationship between N_A parameter and squeeze pressure. The size of the Mg_2Si precipitates was determined by measuring the surface area of individual precipitates (A_w). Histograms were made, based on which, by plotting of normal distribution curves, the average size (x_c) and the distribution width (FWHM) were determined. The degree of fit of normal distribution curves to the experimental data was set with the coefficient R^2 .

Results and discussion

Images of microstructures of castings solidifying under different pressures are shown in 100x magnification in Figure 2. Image 2a shows typical structure of the examined PA9 alloy solidifying under atmospheric conditions in a die. The structure is characterised by the presence of grains of the primary alpha solution and large precipitates of the eutectic $\alpha(Al) + Mg(Al, Cu, Zn)_2$ phase. The microstructure may also contain the precipitates of other phases, such as $MgZn_2$, $Al_2Mg_3Zn_3$, Al_2CuMg , Al_2Cu , Al_7Cu_2Fe , $Al_{13}Fe_4$ and Mg_2Si [13].

Pressure multiplication during casting solidification (Figs. 2b, 2c) resulted in strong refining of the examined alloy structure, mainly due to the increased heat exchange rate and undercooling degree. The high degree of structure refining also depends on the fact that pressure acts as a crystal growth inhibitor, which further reduces the average grain size [5].

The application of sufficiently high squeeze pressure during solidification will eliminate any possible structural discontinuities, like gas porosities and macro-shrinkage cavities, by pressing them down and making them close and fold while in semi-solid state. This is particularly important in the manufacture of castings from alloys originally assigned for plastic forming which, due to unfavourable technological characteristics, such as poor castability and tendency to hot crack formation, are as a rule not used in the foundry industry.

The results of the investigations of the pressure influence on microstructure, i.e. on the average grain size and grain aspect ratio, are shown in Figure 3. The average size of grains in castings poured from the tested alloy solidifying under atmospheric pressure was $95.6 \pm 2.3 \mu m$. With the change of crystallisation conditions (squeeze pressure raised to 75 MPa), the average grain size was reduced in quite a substantial way to $66.9 \pm 3.5 \mu m$. Further increase in the squeeze pressure to a maximum value of 150 MPa brought only very mild decrease of this parameter in the investigated castings ($63.5 \pm 5.3 \mu m$).

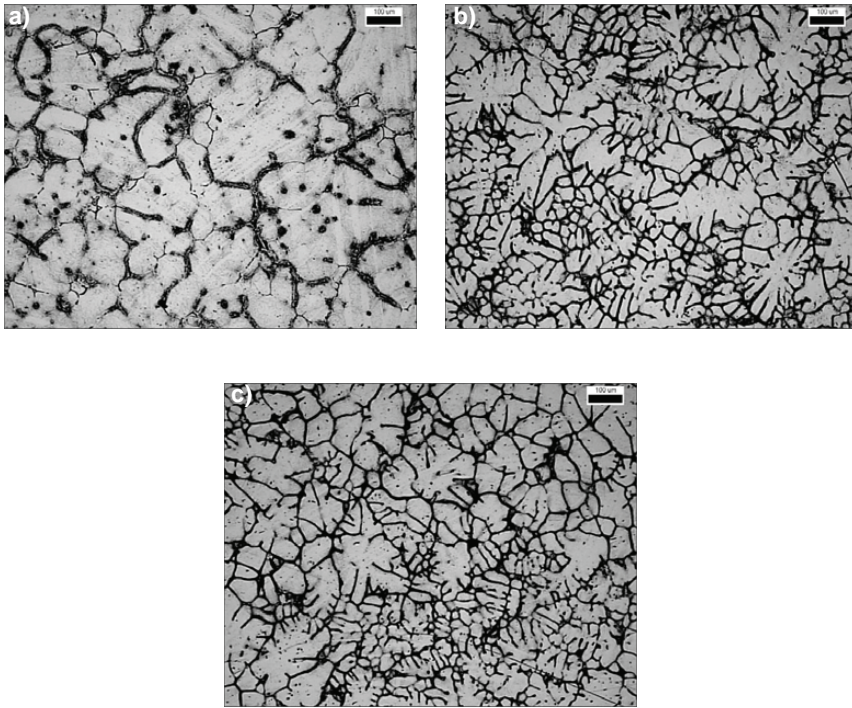


Fig. 2. Typical microstructures observed in the examined castings solidifying under different pressures: a) atmospheric pressure (0.1 MPa), b) 75 MPa, c) 150 MPa

In the case of the examined alloy, no grain globularisation effect has been observed, as indicated by the results of studies of the grain aspect ratio. For pressures of 0.1, 75 and 150 MPa, this ratio was 0.52, 0.59 and 0.54, respectively. In perfectly globular grains, the value of this factor equals one. This indicates lower susceptibility of the tested alloy to grain spheroidisation due to pressure application, compared with the conventional AlSi7Mg casting alloy on which a similar study has been performed [14].

Figure 4 shows the results of studies of the size of the Mg_2Si phase precipitates and of the density of precipitates in microstructure of the examined castings. Based on the results of these studies, a conclusion about the refinement of microstructural constituents, drawn from observations of the microstructure of the examined castings, was confirmed.

With the squeeze pressure increasing, there was a significant drop in the size of precipitates of the Mg_2Si phase, namely from a value of about $17 \mu m^2$ in the case of casting solidifying under atmospheric pressure to about $13 \mu m^2$ with the squeeze pressure raised to 150 MPa. The smallest average size of precipitates of the Mg_2Si phase was observed in the sample of casting solidifying under the squeeze pressure of 75 MPa ($8.4 \mu m^2$). However, analysing the histogram in Figure 4b, it can be concluded that the peak of normal distribution, from which the average value of the size of the precipitates was calculated, does not reflect sufficiently well this microstructural characteristic, as evidenced also by the fact that the normal distribution width in the histogram of sample taken from the casting solidifying under the squeeze pressure of 75 MPa is about three

times as large as the other ones. Comparing various shapes of the histograms (the frequency of occurrence of different sizes of the Mg_2Si phase precipitates) of samples squeeze cast under the pressure of 75 MPa and 150 MPa, it is observed that, despite the higher average value, more favourable size have the precipitates in the sample squeeze cast under a pressure of 150 MPa.

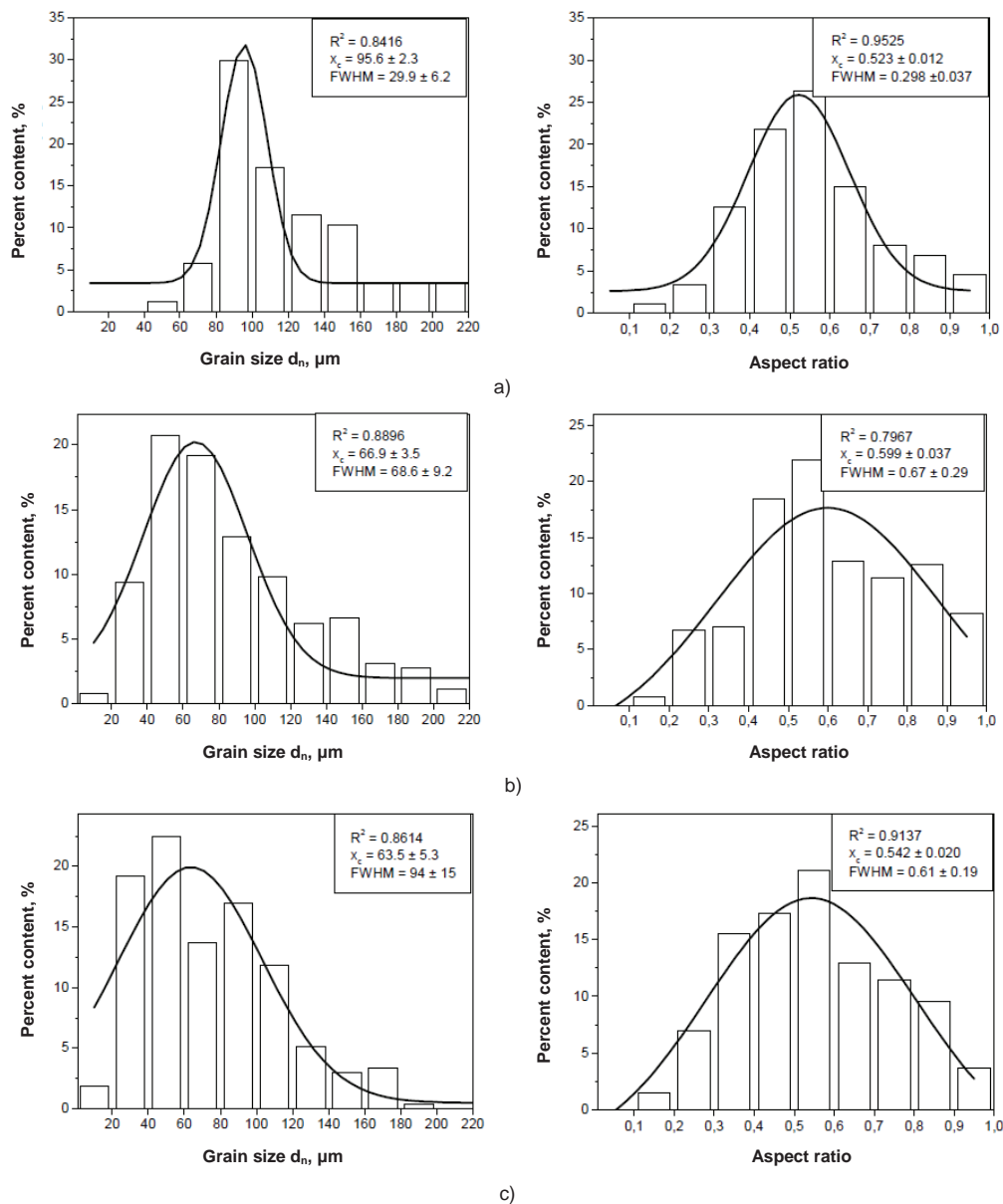


Fig. 3. The results of studies of the squeeze pressure effect on the grain size and grain aspect ratio: a) casting 1 (0.1 MPa), b) casting 2 (75 MPa), c) casting 3 (150 MPa)

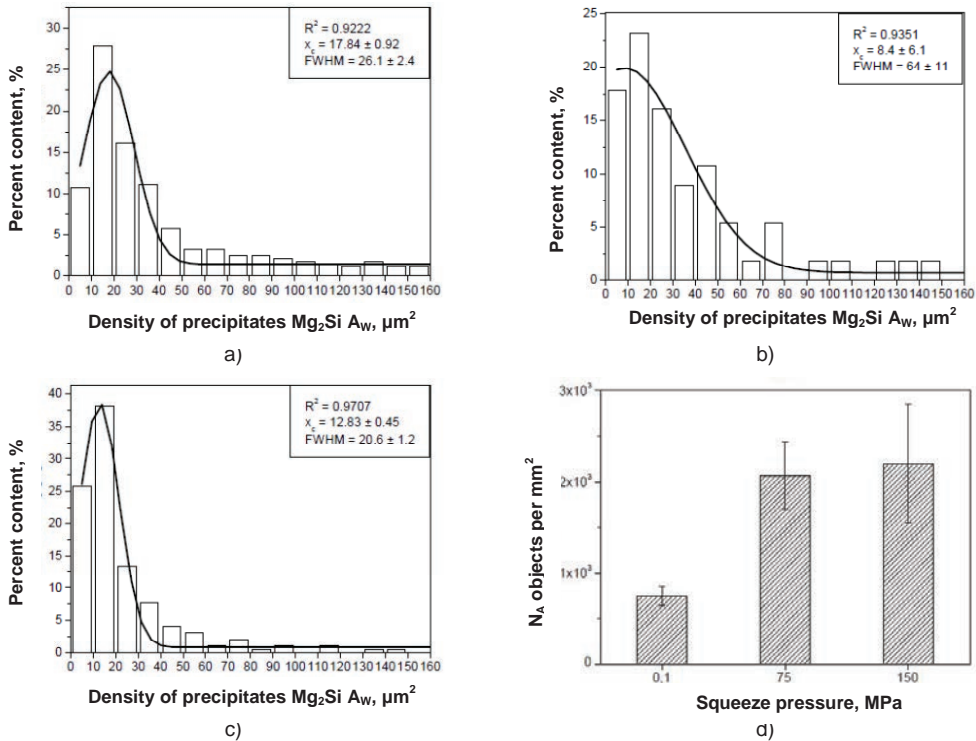


Fig. 4. The results of studies of the squeeze pressure effect on the grain size and density of precipitates: a) casting 1 (0.1 MPa), b) casting 2 (75 MPa), c) casting 3 (150 MPa)

The results of the study of the density of microstructural objects (Fig. 4a) also confirmed the strong refinement of microstructure in the tested PA9 alloy. The sample solidifying under atmospheric pressure contains about $0.8 \cdot 10^3$ objects, while the number of precipitates in the microstructure of the sample squeeze cast under a pressure of 150 MPa has increased nearly three times. No significant difference has been traced between samples squeeze cast under a pressure of 75 and 150 MPa.

Conclusions

- A significant effect of pressure on the examined microstructural parameters of PA9 alloy was stated.
- Owing to the squeeze pressure applied during casting solidification, a significant reduction in grain size and in the surface of the Mg_2Si phase precipitates was obtained, accompanied by the increased density of microstructural objects in the alloy tested as compared to the sample solidifying under atmospheric pressure.
- No significant effect of squeeze pressure on the spheroidisation of grains in the tested alloy was observed.

Acknowledgements

Studies were performed as part of strategic project No. POIG.01.03.01-00-015/09 entitled "Advanced Materials and Technologies for Their Manufacture", Sub-Task V.5.1.

References

1. Jian X., Xu H., Meek T.T., Han Q.: *Effect of power ultrasound on solidification of aluminum A356 alloy*. Materials Letters, 2005, Vol. 59, Nos. 2–3, pp. 190–193.
2. Lalpoo M., Eskin D.G., Katgerman L.: *Cold-Cracking Assessment in AA7050 Billets during Direct-Chill Casting by Thermomechanical Simulation of Residual Thermal Stresses and Application of Fracture Mechanics*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, Vol. 40A, No. 13, pp. 3304–3313.
3. Gibbs S.: *Wrought Alloys: A New Gateway for Casting Designers*. Metal Casting Design and Purchasing, 2010, Vol. 12, No. 5, pp. 34–38.
4. Evans P.V., Keyte R., Ricks R.A.: *Squeeze casting of aluminium alloys for near net shape manufacture*. Materials & Design, 1993, Vol. 14, No. 1, pp. 65–67.
5. Sobczak J.J.: *Theoretical background and practical aspects of the squeeze casting process as applied to non-ferrous metals*. Transactions of Foundry Research Institute, 1993, Vol. 43, Special Issue, No. 41 (in Polish).
6. Zhang M., Zhang W., Zhao H., Zhang D., Li Y.: *Effect of pressure on microstructures and mechanical properties of Al-Cu-based alloy prepared by squeeze casting*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2007, Vol. 17, No. 3, pp. 496–501.
7. Maleki A., Shafyei A., Niroumand B.: *Effects of squeeze casting parameters on the microstructure of LM13 alloy*. Journal of Materials Processing Technology, 2009, Vol. 209, No. 8, pp. 3790–3797.
8. Fan C.H., Chen Z.H., He W.Q., Chen J.H., Chen D.: *Effects of the casting temperature on microstructure and mechanical properties of the squeeze-cast Al-Zn-Mg-Cu*. Journal of Alloys and Compounds, 2010, Vol. 504, No. 2, pp. L42–L45.
9. Abou El-khair M.T.: *Microstructure characterization and tensile properties of squeeze-cast AlSiMg alloys*. Materials Letters, 2005, Vol. 59, Nos. 8–9, pp. 894–900.
10. Maeng D.Y., Lee J.H., Won C.W., Cho S.S., Chun B.S.: *The effects of processing parameters on the microstructure and mechanical properties of modified B390 alloy in direct squeeze casting*. Journal of Materials Processing Technology, 2000, Vol. 105, Nos. 1–2, pp. 196–203.
11. Sekhar J.A.: *Solidification by pressure application*. Scripta Metallurgica, 1985, Vol. 19, No. 12, pp. 1429–1433.
12. Franklin J.R., Das A.A.: *Squeeze casting – A review of the Status*. The British Foundryman, 1984, Vol. 77, No. 3, pp. 150–158.
13. Fan X., Jiang D., Meng Q., Zhang B., Wang T.: *Evolution of eutectic structures in Al-Zn-Mg-Cu alloys during heat treatment*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2006, Vol. 16, No. 3, pp. 577–581.
14. Reguła T., Sobczak J.J., Morgiel J., Dudek P., Długosz P.: *Effect of squeeze pressure on microstructural characteristics of the AlSi7Mg alloy*. Transactions of Foundry Research Institute, 2011, Vol. LI, No. 1, pp. 5–14 (in Polish).