

dr hab. inż. Ignacy WIERSZYŁŁOWSKI
Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań

Relacje pomiędzy procesami starzenia i odkształcenia stopu Al-4,7% Cu. Badania twardości i DTA

Relationship between ageing and deformation processes of Al-4.7 Mass % Cu alloy. Hardness and DTA studies

Streszczenie

Przeprowadzono badania twardości i DTA stopu Al-4,7%Cu poddanego przesycaaniu, starzeniu i odkształceniu w różnych warunkach i starzeniu izotermicznym w 175 °C. Deformacja po przesycaaniu zwiększa liczbę dyslokacji w stopie i proporcjonalnie obniża temperatury początku wydzielania się θ'' , θ' i θ (Al_2Cu) oraz temperatury rozpuszczania się θ'' i θ' . Zgniot po przesycaaniu i starzeniu, w badanym zakresie, proporcjonalnie zwiększa twardość stopu Al-4,7%Cu. Zgniot po przesycaaniu podwyższa początkową twardość stopu, nie wpływa jednak na maksymalną twardość uzyskiwaną po starzeniu w badanej temperaturze. Naturalne starzenie po przesycaaniu podwyższa początkową twardość stopu starzonego w 175 °C i obniża nieco jego maksymalną twardość.

Abstract

Hardness studies were executed of four groups made of Al-4.7 Mass % Cu alloy: 1 the samples after supersaturation and isothermal ageing at 175°C; 2 supersaturation, natural ageing and isothermal ageing; 3 and 4 supersaturation, isothermal ageing and plastic deformation; 5 plastic deformation after supersaturation and isothermal ageing. Isochronal DTA studies of samples the alloy were performed of two groups of samples: 1 supersaturated and 2 supersaturated and deformed after supersaturation. The DTA results show that number of dislocation introduced by plastic deformation into supersaturated alloy causes decrease the temperatures of endothermic picks of θ'' , θ' and θ (Al_2Cu) precipitation. The exothermic picks temperatures for dissolution of θ'' and θ' precipitation are also decreased. The decrease of temperatures is proportional to degree of deformation. Plastic deformation followed of supersaturation and ageing increases hardness of samples proportional to deformation degree. Deformation followed of supersaturation increase hardness at the beginning of ageing, but do not influence the maximum hardness value, natural ageing followed supersaturation acts similar as deformation.

Słowa kluczowe: stop Al-4,7%Cu, przesycaanie, starzenie, odkształcenie plastyczne, twardość

Key words: Al-4.7 Mass % Cu alloy, supersaturation, ageing, deformation, hardness

1. WSTĘP

Na procesy starzenia przesyconych stopów Al w znaczącym stopniu wpływa uzyskiwana po przesycaaniu liczba defektów (wakansów, dyslokacji, granic ziaren) oraz zawartość pierwiastka obcego w roztworze stałym [1]. Na przebieg zarodkowania nowej fazy znaczący wpływ ma koncentracja wakansów w fazie macierzystej. Równowagowa koncentracja wakansów wzrasta wraz z temperaturą [1,2]. Szybkie

chłodzenie zatrzymuje wakanse istniejące w temperaturach nasycania i uzyskujemy roztwór stały „podwójnie” przesycony – wakansami i atomami obcego pierwiastka. Na przebieg wydzielania duży wpływ ma liczba dyslokacji i granic ziaren [1, 2]. Zastosowanie zgniotu po przesycaaniu powoduje zwiększenie liczby dyslokacji zmniejszających sprężystą energię niedopasowania zarodka nowej fazy i osnowy oraz ułatwia zarodkowanie [1,2,3]. Doświadczalnie zostało to potwierdzone w pracy [4],

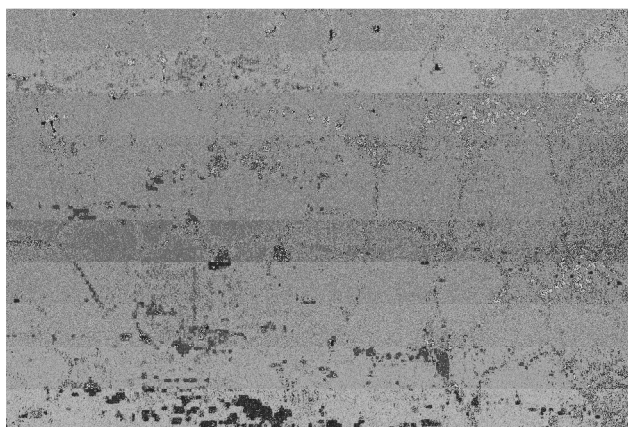
podczas badań zmian oporności elektrycznej stopu AlZn. Stopy Al są obecnie coraz częściej stosowanym materiałem na obciążone części samochodów [5]. Prowadzone są również badania zwiększania wytrzymałości stopów Al poprzez kombinacje procesów obróbki plastycznej na zimno i starzenia [5]. Celem przeprowadzonych w Instytucie badań było sprawdzenie, w jaki sposób odkształcenie plastyczne stopu Al-4,7%Cu wpływa na jego właściwości mechaniczne uzyskiwane po starzeniu.

2. METODYKA BADAŃ

Do badań wybrano stop Al-4,7%Cu, specjalnie wykonany w Instytucie Metali Nieżelaznych w Skawinie, w postaci blachy o grubości 8 mm. Skład chemiczny stopu podano w tablicy 1. Strukturę stopu w stanie wyjściowym przedstawiono na rys. 1. Jest to roztwór stały α i wydzielania Al_2Cu .

Tablica 1. Skład chemiczny badanego stopu
Table 1. Chemical composition of the examined alloy

Skład stopu Al-4,7%Cu w % masowych				
Al	Cu	Fe	Si	Reszta
94,85	4,69	0,20	0,08	0,15

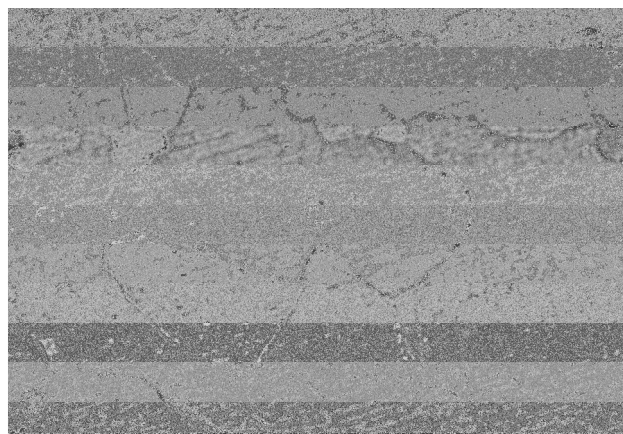


Rys. 1. Struktura stopu Al-4,7%Cu w stanie dostawy.
Pow. 200x

Fig. 1. Structure of Al-4.7 Mass % Cu alloy.
Magnification 200x

Stop przesycano wytrzymując próbki w temperaturze 520°C w piecu oporowym przez 10 godzin i chłodzono w wodzie. Strukturę stopu po przesycaniu przedstawia rys. 2. Widoczne są

ziarna roztworu stałego α i nieliczne wydzielania Al_2Cu .



Rys. 2. Struktura stopu po przesycaniu w 520 °C przez 10 h. Powiększenie 200x

Fig. 2. Structure of the alloy supersaturated 10 h at 520 °C. Magnification 200x

Wszystkie próbki starzono w temperaturze 175 °C przez 10, 20, 60, 120 i 240 min. Część z nich starzono zaraz po przesycaniu (partia 1), część starzono po przesycaniu w temperaturze otoczenia 15 dni (starzenie naturalne), a potem w temperaturze 175 °C (partia 2). Część starzono w 175 °C po uprzedniej deformacji 5 albo 8% (partia 3 i 4), część po przesycaniu deformowano 20% zgniotem i starzono w temperaturze 175 °C (partia 5).

Twardość próbek badano metodą Brinella. Wynik jest średnią z 5 pomiarów. Przebieg starzenia po przesycaniu oraz po przesycaniu i odkształceniu analizowano metodą DTA podczas wygrzewania izochronicznego. Badania wykonano przy pomocy aparatury Setaram.

3. WYNIKI BADAŃ

Strukturę stopu po przesycaniu przedstawiono na rys. 2.

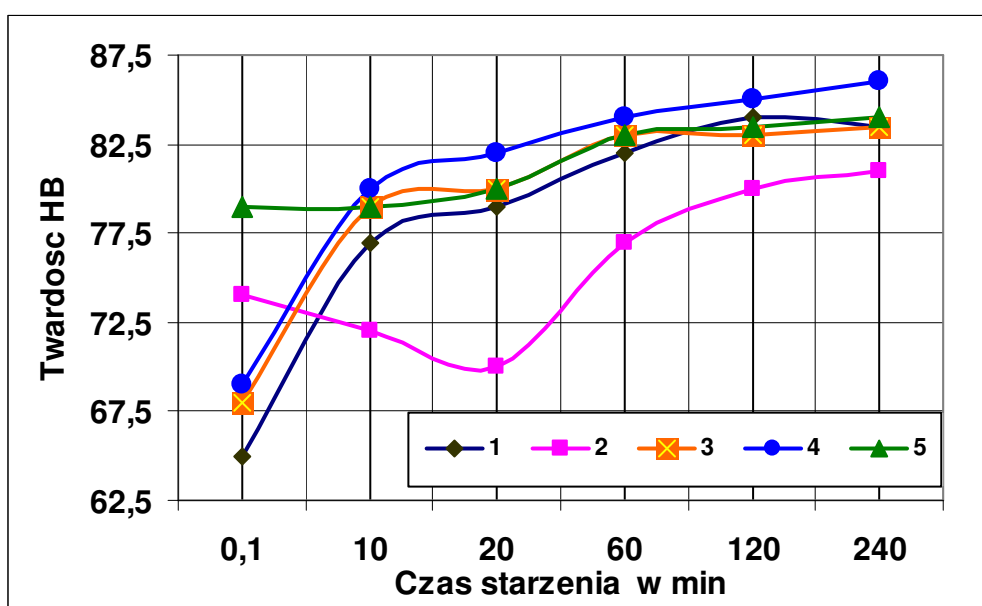
Wyniki pomiarów twardości przedstawiono w tablicy 2 i na rys. 3.

Wyniki badań DTA zestawiono w tablicy 3 oraz przedstawiono na rys. 4.

Piki endotermiczne wywołane są procesami wydzielania, a piki egzotermiczne procesami rozpuszczania.

Tablica 2. Twardości stopu Al-4,7%Cu w różnym stanie wyjściowym po starzeniu w 175 °C
 Table 2. The results of hardness measurements of the Al-4.7 Mass % Cu alloy after ageing at 175 °C

Lp.	Czas starzenia w min.	Po przesycaeniu Partia 1	Po przesycaeniu i starzeniu naturalnym Partia 2	Po przesycaeniu, starzeniu i 5% gnioicie Partia 3	Po przesycaeniu, starzeniu i 8% gnioicie Partia 4	Po przesycaeniu, gnioicie 20% i starzeniu Partia 5
1	0,1	65	74	68	69	79
2	10	77	72	79	80	79
3	20	79	70	80	82	80
4	60	82	77	83	84	83
5	120	84	80	83	85	83,5
6	240	83,5	81	83,5	86	84

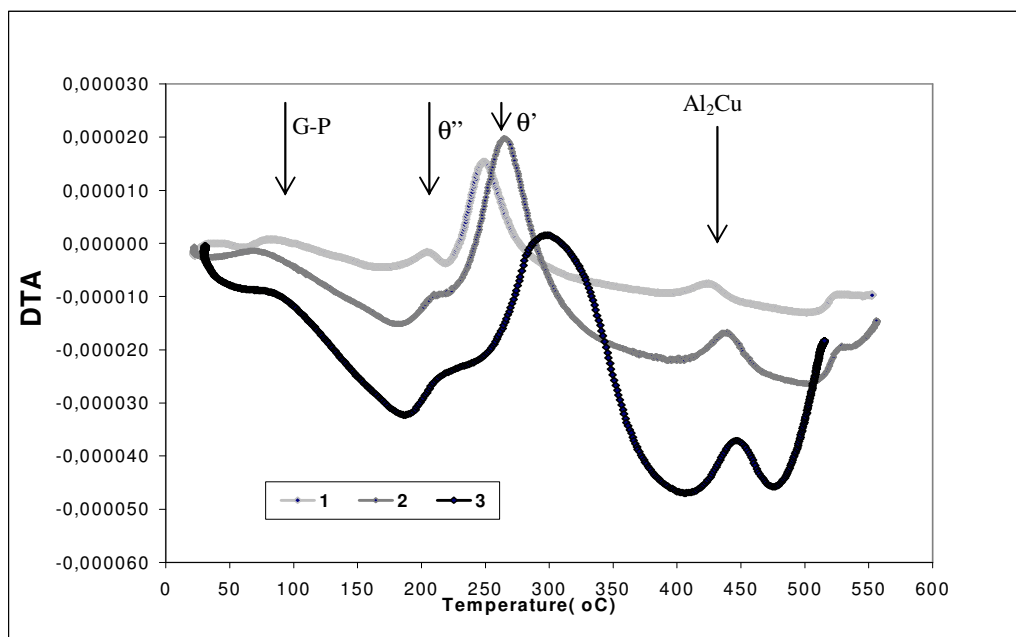


Rys. 3. Zmiany twardości stopu Al-4,7%Cu po starzeniu w 175 °C. Partia 1 - po przesycaeniu, partia 2 - po przesycaeniu i naturalnym starzeniu przez 15 dni, partia 3 - po starzeniu i gnioicie ok. 5%, partia 4 - po starzeniu i gnioicie ok. 8%, partia 5 - po przesycaeniu, gnioicie ok. 20% i starzeniu

Fig. 3. The hardness change of Al-4.7 Mass % Cu alloy aged at 175 °C. 1 - the supersaturated alloy, 2 - the supersaturated alloy aged 15 days at room temperature, 3 - the supersaturated alloy aged at 175 °C and 5% deformed, 4 - the supersaturated alloy aged at 175 °C and 8% deformed, 5 - the supersaturated alloy, deformed 20% and aged at 175 °C

Tablica 3. Wyniki badań DTA
 Table 3. The results of DTA studies

Numer krzywej DTA	Temperatury etapów starzenia w °C							
	G-P		θ''		θ'		Al ₂ Cu	
	Maksimum pik		Maksimum pik		Maksimum pik		Maksimum pik	
	Egzotermiczny	Endotermiczny	Egzotermiczny	Endotermiczny	Egzotermiczny	Endotermiczny	Egzotermiczny	Endotermiczny
1 – stop przesycany	78	183	210	223	253	392	428	510
2 – stop przesycany + 5% zgniotu	72	190	217	225	266	402	439	507
3 - stop przesycany + 8 % zgniotu	75	190	224	237 ekstra polowany	303	413	449	480



Rys. 4. Krzywe DTA stopu Al-4,7%Cu po przesycaniu - krzywa 3, po przesycaniu i 5% zgnioście - krzywa 2 i po przesycaniu i 8% zgnioście - krzywa 1

Fig. 4. The DTA diagrams of the Al-4.7 Mass % Cu alloy: 3 - supersaturated, 2 - supersaturated and 5% deformed, 1 - supersaturated and 8% deformed

4. OMÓWIENIE WYNIKÓW

Twardość próbek przesyconych i starzonych w temperaturze 175 °C wzrasta wraz z czasem starzenia od 65 HB do 85 HB po 120 min. Po starzeniu w 240 min. twardość pozostaje bez zmian. Twardość próbek starzonych przez 15 dni w temperaturze pokojowej jest większa niż próbek tylko przesyconych o ok. 10 HB. Podczas ich izotermicznego starzenia w 175 °C przez 10 min. twardość nieco maleje, osiągając minimum po starzeniu przez 20 min. W czasie dłuższego starzenia twardość wzrasta osiągając maksimum ok. 80 HB po 240 min starzenia.

Twardość próbek starzonych izotermicznie i odkształconych (partia 3 i partia 4) wzrasta proporcjonalnie do stopnia odkształcenia. Maksymalną twardość 86 HB uzyskano dla stopnia odkształcenia ok. 8% (partia 5). Próbki zgniecione po przesyconiu miały twardość ok. 80 HB. Podczas izotermicznego starzenia w 175 °C twardość ta utrzymywała się bez zmian przez 20 min. W czasie dłuższego starzenia twardość ta rosła, podobnie jak próbek tylko przesyconych.

Badania DTA wskazują, że temperatury pików egzotermicznych i pików endotermicznych związanych z wydzielaniem się stref G-P różnią się nieco; trudno jednak zauważyć jakąkolwiek tendencję.

Odształcenie wyraźnie obniża temperatury pików egzotermicznych spowodowanych wydzielaniem się θ'' . Podobna tendencja występuje przy rozpuszczaniu się θ'' . Taka sama tendencja występuje podczas wydzielania się θ' . Temperatury pików egzotermicznych i endotermicznych obniżają się pod wpływem odkształcenia plastycznego. Podczas wydzielania fazy równowagowej Al_2Cu temperatury pików egzotermicznych obniżają się pod wpływem odkształcenia plastycznego. Temperatury pików endotermicznych rosną ze wzrostem gniotu.

5. DYSKUSJA WYNIKÓW

Badania twardości wskazały, że podczas naturalnego starzenia przez 15 dni twardość stopu wzrosła o ok. 16%, podczas starzenia

w 175 °C twardość jego nieznacznie malała, a od 60 min. wzrastała, osiągając wartości wyraźnie niższe od uzyskiwanych podczas starzenia bez uprzedniego starzenia naturalnego. Podczas starzenia naturalnego strefy G-P zarodkują na wakansach powstałych podczas chłodzenia po przesyconiu [1,2,6]. Wytrzymywanie w temperaturze 175 °C stabilizuje strefy G-P, zwiększając równocześnie mobilność dyslokacji. Mogą one wydostać się na zewnątrz próbek i zmniejszyć efektywną liczbę miejsc zarodkowania nowej fazy. Mniejsza liczba zarodków nowej fazy to mniejsza jej dyspersja, a więc niższa twardość [1,6]. Deformacja po starzeniu wyraźnie zwiększa początkową twardość stopu. Twardość ta praktycznie się nie zmienia przez pierwsze 20 min. starzenia w 175 °C, co świadczy, że nie pojawia się widoczny na próbkach tylko przesyconych wzrost twardości, albo, że procesy starzenia zachodzą, ale uzyskany w temperaturze pokojowej wzrost twardości po odkształceniu stopniowo maleje, wskutek zdrowienia lub rekrytalizacji [1,2,3,4]. Twardość po dłuższych czasach starzenia jest dla tych próbek bardzo bliska uzyskanej po przesyconiu i starzeniu, co może potwierdzać hipotezę o stopniowym obniżaniu twardości po zgniocie, nawet podczas krótkich czasów starzenia w 175 °C. Zgniot po starzeniu, zgodnie z oczekiwaniami, powoduje zwiększenie twardości; w przybliżeniu proporcjonalne do stopnia odkształcenia.

Z badań DTA wynika, że zgniot po starzeniu obniża temperatury wydzielania i rozpuszczania θ'' , θ' i θ (Al_2Cu). Obniżenie temperatur tych przemian może być spowodowane zwiększoną liczbą dyslokacji, proporcjonalną do wielkości odkształcenia [4]. Zwiększona liczba dyslokacji ułatwia zarodkowanie tych faz; w konsekwencji powstaje bardziej drobnoziarnista struktura. Struktury takie mogą się rozpuszczać w niższych temperaturach.

Z obserwacji mikroskopowych wynika, że podczas rozpuszczania Al_2Cu nierozpuszczone pozostają duże skoagulowane wydzielania. Z obserwacji rozpuszczania się dużych skoagulowanych węglików w austenicie stali na łożyska toczne wynika, że niektóre z nich praktycznie nie rozpuszczają się [7]. Podobne zjawisko może zajść również w przypadku stopu $Al-4,7\%Cu$.

6. WNIOSKI

- Odształcenie po przesycaeniu obniża temperatury początku wydzielania się θ'' , θ' i θ (Al_2Cu). Temperatury rozpuszczania się θ'' i θ' również są niższe. Obniżenie tych temperatur jest proporcjonalne, w badanym zakresie, do stopnia odształcenia.
- Odształcenie po przesycaeniu i starzeniu, w badanym zakresie, proporcjonalnie zwiększa twardość stopu Al-4,7%Cu.
- Odształcenie po przesycaeniu podwyższa początkową twardość stopu, nie wpływa jednak na maksymalną twardość uzyskiwaną po starzeniu w badanej temperaturze.
- Naturalne starzenie po przesycaeniu początkowo podwyższa twardość stopu starzonego w 175 °C i nieco obniża jego maksymalną twardość.

Pracę zrealizowano w ramach działalności statutowej finansowanej przez Ministerstwo Edukacji i Nauki: **BD 901 77 000** – Kinetyka rekrytalizacji po zgnioie. Badania izotermiczne i nieizotermiczne.

LITERATURA

- [1] D. A. Porter, K. E. Easterling.: Phase Transformations in Metals and Alloys. Van Nostrand Reinhold Company. New York – Toronto - London. 1981.
- [2] J. D. Verhoeven: Fundamentals of Physical Metallurgy, John Wiley & Sons, New York 1980.
- [3] K. Przybyłowicz: Strukturalne aspekty odształcenia WNT, Warszawa 2002.
- [4] W. Truskowski, A. Pawłowski: Wpływ odształcenia plastycznego i obróbki cieplnej na kinetykę przemian fazowych stopu AlZn50. Prace VI konferencji metaloznawczej Komitetu Hutnictwa PAN. Część 1. Poznań 1970.
- [5] W. S. Miller, L. Huang, J. Bottema, A. J. Wittebrood, P. De Smet, A. Haszler, A. Vieregge: Recent development in aluminum alloys for the automotive industry. Materials Science and Engineering A280 (2000) 37-49.
- [6] Y. Birol and M. Karlik: Effect of Straining on the bake hardening response in AA6016 automotive sheet. Materiały konferencyjne Aluminium 2005 Kliczków, Poland.
- [7] I. Wierszyłowski, Z. Głowacki: Przemiany fazowe podczas obróbki cieplnej stali ŁH15SG i ich wpływ na wytrzymałość kontaktową. Wyd. Politechniki Poznańskiej 1976.