

**Optymalizacja parametrów obróbki cieplnej wybranych odlewanych stopów
AlZnMgCu(Mn)**

**The optimisation of heat treatment parameters for selected cast
AlZnMgCu(Mn) alloys**

Andrzej Gazda¹, Małgorzata Warmuzek², Edward Czeka³

¹*Instytut Odlewnictwa, Centrum Badań Wysokotemperaturowych, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków*

²*Instytut Odlewnictwa, Zespół Laboratoriów Badawczych, Laboratorium Badań Struktury i Właściwości,
ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków*

³*Instytut Odlewnictwa, Zakład Stopów Metali Nieżelaznych, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków*

¹*Foundry Research Institute, Center for High-Temperature Studies, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków*

²*Foundry Research Institute, Complex Research Laboratories, Laboratory of Structure and Properties,
ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków*

³*Foundry Research Institute, Department of Non-Ferrous Alloys, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków*

E-mail: andrzej.gazda@iod.krakow.pl

Streszczenie

W publikacji przedstawiono wyniki optymalizacji parametrów złożonej obróbki cieplnej odlewanych stopów AlZnMgCu(Mn), polegającej na retrogresji (nawrocie) i powtórny starzeniu (RRA, Retrogression and Reaging). Dla porównania, wykonano również analizę dwu rodzajów obróbki cieplnej – standardowej, typu T6 oraz obróbki typu T7 (wg PN-EN 515:1996), poprawiającej odporność na pękanie w warunkach korozji naprężeniowej (SCC, Stress Corrosion Cracking).

Do optymalizacji parametrów obróbki cieplnej wykorzystano metodę analizy termicznej (TA, Thermal Analysis) – różnicową kalorymetrię skaningową (DSC, Differential Scanning Calorimetry) oraz pomiary przewodności elektrycznej i obserwacje mikrostruktury.

Zrealizowano wybrane warianty obróbki cieplnej dla ustalonych w badaniach, optymalnych parametrów obróbki i wykonano badania wytrzymałościowe. Najwyższe wartości R_m otrzymano po obróbce RRA (200°C/20 min) – wyższe dla stopu o większej zawartości miedzi.

Wyniki uzyskane w pracy świadczą o skuteczności procesów modyfikacji mikrostruktury stopów za pomocą obróbki RRA, potwierdzonej wynikami prób wytrzymałościowych i obserwacji powierzchni przetomów.

Wyniki badań kalorymetrycznych materiału badawczego po poszczególnych etapach zaplanowanych wariantów obróbki cieplnej stanowią dobry punkt wyjścia do jakościowej analizy mechanizmu towarzyszących im przemian

Abstract

The publication presents the results of optimisation of parameters of complex heat treatment of as-cast AlZnMgCu(Mn) alloys consisting in retrogression and re-aging (RRA, Retrogression and Re-aging).

For comparison purposes, the analysis of a standard T6 heat treatment and a T7 heat treatment (according to PN-EN 515:1996) which improve resistance to stress corrosion cracking (SCC) were carried out.

To optimise the parameters of heat treatment the thermal analysis method – Differential Scanning Calorimetry (DSC), measurements of electrical conductivity and microstructural observations were conducted.

Selected variants of heat treatment for optimal parameters determined in the study were realized and tensile tests were performed. The highest values of R_m were achieved after RRA (200°C/20 min) heat treatment and higher values for alloy with a higher content of copper were obtained.

The results obtained in this study demonstrate the efficiency of the modification of the alloys' microstructure by means of the RRA heat treatment, confirmed by the results of tensile tests and fracture surface observations.

The results of DSC studies of material after various stages of the planned heat treatments may provide a starting point to study the mechanism of the associated phase transformations and can serve as inspiration for further research on the as-cast AlZnMgCu alloys.

fazowych. Uzyskane rezultaty mogą być inspiracją do rozwoju badań nad odlewaniem stopami AlZnMgCu.

Słowa kluczowe: stopy AlZnMgCu, regresja (nawrót) i powtórne starzenie, różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC)

1. Wstęp

Wysokowytrzymałe stopy techniczne opracowane na bazie układów Al-Cu-Mg i Al-Zn-Mg, przeznaczone są zarówno do przeróbki plastycznej, jak i do odlewania z zastosowaniem różnych technologii [1]. Kształtowanie właściwości stopów odbywa się za pomocą oddziaływania na ich mikrostrukturę przez skład chemiczny, mikrododatki i obróbkę cieplną. Celem obróbki cieplnej stopów charakteryzujących się nierównowagowym składem fazowym oraz chemiczną niejednorodnością roztworu stałego jest uzyskanie optymalnego składu fazowego, ujednorodnienie osnowy i uzyskanie stanu umocnienia osnowy na drodze utwardzania wydzieleniowego.

W potrójnym układzie równowagi fazowej Al-Cu-Mg [2], rozpad przesyconego roztworu stałego (PRS) zależy od wartości stosunku Cu/Mg i, jeśli $Cu/Mg < 1$, przebiega wg schematu:

$PRS \rightarrow GPB \rightarrow S''$ (faza pośrednia) $\rightarrow S'$ (faza semikoherentna) $\rightarrow S$ (stabilna faza Al_2CuMg),

gdzie GPB są cylindrycznymi strefami Guiniera-Prestona, zawierającymi atomy Cu i Mg.

W przypadku, gdy:

- $Cu/Mg \approx 0,4$, dominuje faza T (Al_6CuMg_4),
- $Cu/Mg > 1$, wtedy strefy GPB ($AlCuMg$) i GPI ($AlCu$) współistnieją lub pojawia się tylko jeden rodzaj stref GP bogatych w Mg, o składzie chemicznym zależnym od wartości stosunku Cu/Mg,
- $Cu/Mg > 8$, wówczas dominuje faza Θ (Al_2Cu).

W potrójnym układzie równowagi fazowej Al-Zn-Mg, w zależności od temperatury, rozważa się kilka dróg rozpadu przesyconego roztworu stałego [3-6]:

- zarodkowanie i wzrost stref GP
 $PRS \rightarrow$ strefy GP $\rightarrow \eta'$ (faza przejściowa) η (faza stabilna $MgZn_2$)
- zarodkowanie na klasterach utworzonych z wakansów (VRC, *Vacancy Rich Clusters*)
 $\rightarrow T$ (faza stabilna w wyższej temperaturze starzenia $(Al,Zn)_{49}Mg_{32}$)
 $PRS \rightarrow$ „zarodki” VRC
 $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$
- zarodkowanie na defektach i granicach ziaren
 $\rightarrow T$
 PRS
 $\rightarrow \eta$

Key words: AlZnMgCu alloys, Retrogression and Re-ageing (RRA), Dilatometry, Differential Scanning Calorimetry (DSC)

1. Introduction

High-strength alloys developed on the basis of Al-Cu-Mg and Al-Zn-Mg phase systems are designated both for casting and mechanical working with the use of different technologies [1]. The properties of alloys are accomplished by influence on their microstructure through chemical composition, micro-additions and heat treatment. The aim of heat treatment of alloys which are characterised by non-equilibrium phase composition and chemical inhomogeneity of the solid solution, is to achieve an optimal phase composition, matrix homogeneity and matrix strengthening by precipitation hardening.

In a triple system of Al-Cu-Mg phase equilibrium [2], the decomposition of supersaturated solid solution (SSS) depends on the value of the Cu/Mg proportion and if $Cu/Mg < 1$ it occurs according to the scheme:

$SSS \rightarrow GPZ \rightarrow S''$ (intermediate phase) $\rightarrow S'$ (semi-coherent phase) $\rightarrow S$ (stable phase Al_2CuMg),

where GBZ are cylindrical Guinier-Preston zones, which contain Cu and Mg atoms.

In the case when:

- $Cu/Mg \approx 0.4$, phase T (Al_6CuMg_4) dominates,
- $Cu/Mg > 1$, then GBZ zones ($AlCuMg$) and GPI ($AlCu$) coexist or there is only one type of GP zones rich in Mg, with a chemical composition which depends on the value of the Cu/Mg ratio,
- $Cu/Mg > 8$, then phase Θ (Al_2Cu) dominates.

In a triple system of Al-Zn-Mg phase equilibrium, depending on temperature, a few ways of supersaturated solid solution are considered [3-6]:

- nucleation and growth of GP zones
 $SSS \rightarrow GP\ zones \rightarrow \eta'$ (intermediate phase) $\rightarrow \eta$ (stable phase $MgZn_2$)
- nucleation on Vacancy Rich Clusters (VRC)
 $\rightarrow T$ (phase stable at higher temperature of $(Al,Zn)_{49}Mg_{32}$ ageing)
 $SSS \rightarrow$ 'nuclei' VRC
 $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$
- nucleation on defects and grain boundaries
 $\rightarrow T$
 SSS
 $\rightarrow \eta$

W odniesieniu do dwustopniowej obróbki cieplnej stopów AlZnMgZr [7–9] zaproponowano następujący model reakcji wydzielenia, równoważny przemianie typu (b):

PRS → strefy GP(I) → ulegają rozpuszczeniu w czasie 2. stopnia starzenia

PRS → VRC → strefy GP(II) → η' (faza przejściowa) → η (faza stabilna).

Podstawowe elementy tego modelu to powstawanie stref GP, zawierających skupiska (klastery) pierwiastków stopowych oznaczanych także jako GP(I) oraz równoczesne tworzenie się skupisk wakansów, nieobsadzonych przez atomy magnezu i miedzi węzłów sieci, które zarodkują drugi typ stref – GP(II) (VRC).

Dodatek miedzi do stopów AlZnMg, nie powodując zmiany sekwencji rozpadu roztworu stałego, ułatwia i przyspiesza zarodkowanie stref GP. Mimo że jej wpływ na wzrost stref jest znikomy, dodatek miedzi stymuluje również zarodkowanie fazy η' .

Opatentowana przez B. Cina [10] wielostopniowa obróbka cieplna polegająca na przeprowadzeniu po obróbce typu T6, obróbki RRA, jest procesem mało zbadanym i rzadko wykorzystywanym [11–15].

W Polsce są to nadal badania nowatorskie. Rozpoczęte zostały w Instytucie Odlewnictwa w Krakowie ze względu na interesujące zagadnienia teoretyczne i perspektywy zastosowania do sterowania mikrostrukturą stopów AlZnMgCu, uzyskiwanych metodą *squeeze casting* i utwardzanych wydzieleniowo w stanie stałym [16–19].

Ze względu na zainteresowanie odlewami grawitacyjnie stopami typu 7xx.0, przeznaczonymi na odlewy z dopuszczalną (akceptowaną) małą plastycznością podjęto próbę zastosowania obróbki RRA do wytwarzania wysokowytrzymałych, odlewanych stopów aluminium.

Wieloetapowa obróbka cieplna RRA, pozwala na rozpuszczenie niestabilnych wydzieleni i modyfikację wydzieleni fazy η na granicach ziaren, polegającą na zmianie ich kształtu, rozmiarów i właściwości elektrochemicznych oraz na zmiany gęstości dyslokacji, powstających podczas przesycania w obszarach w pobliżu granic ziaren. Prowadzi to do polepszenia odporności na pękanie w warunkach korozji naprężeniowej, przy zachowaniu wysokich właściwości wytrzymałościowych [3, 11, 12, 16]. Obróbka RRA składa się z następujących etapów:

- homogenizacja, przesycanie i starzenie 120°C/24 h (obróbka typu T6),
- retrogresja (nawrót), tj. krótkotrwałe umieszczenie próbki w temperaturze powyżej temperatury starzenia (180–250°C), lecz znacznie poniżej temperatury przesycania,
- powtórne starzenie w temperaturze obróbki T6.

In relation to the two-step heat treatment of AlZnMgZr alloys [7–9] the following model of precipitation reaction was proposed, which corresponds to the transformation type (b):

SSS → GP zones (I) → are dissolved during the 2nd step of ageing

SSS → VRC → GP zones (II) → η' (intermediate phase) → η (stable phase).

The basic elements of this model are the creation of GP zones which contain clusters of alloy elements also marked as GP (I), and a simultaneous formation of vacancy clusters, not occupied by magnesium and copper atoms lattice sites, which nucleate the second type of zones – GP (II) (VRC).

The addition of copper to AlZnMg alloys, which does not cause any changes to the sequence of the decomposition of the solid solution, facilitates and accelerates the nucleation of GP zones. In spite of the fact that the influence of the sequence is slight, the addition of copper also stimulates nucleation of the η' phase.

Patented by B. Cina [10] a multi-step heat treatment, which consists of standard T6 heat treatment followed by RRA treatment, is a process which is not comprehensively examined and rarely used [11–15].

In Poland this is still innovative research. It was started in the Foundry Research Institute in Kraków due to interesting theoretical issues and application perspectives for controlling the microstructure of AlZnMgCu alloys, obtained with the use of the squeeze casting technology and precipitation hardening in the solid state [16–19].

Due to an interest in gravity casting of alloys type 7xx.0, designated for castings with acceptable low ductility, an attempt was made to apply RRA heat treatment to obtain high-strength, cast aluminium alloys.

A multi-step RRA heat treatment allows dissolving unstable precipitates and modifying precipitates of the η phase on the grain boundaries, which includes changing their shape, size and electrochemical properties, as well as changing the density of dislocations which are formed during supersaturation in the zones near the grain boundaries. It leads to the improvement of resistance to stress corrosion cracking, while maintaining high strength properties [3, 11, 12, 16]. RRA treatment consists of the following steps:

- homogenization, supersaturation and ageing 120°C/24 h (heat treatment type T6),
- retrogression, i.e. placing a sample for a short time at temperature above the temperature of ageing (180–250°C), however significantly below the temperature of supersaturation,
- re-aging at the temperature of the T6 heat treatment.

Relacja między temperaturą retrogresji a czasem retrogresji jest odwrotnie proporcjonalna, co ma znaczenie praktyczne, gdyż pozwala na zastosowanie niższej temperatury i dłuższego czasu nawrotu dla próbek o większej masie i uniknięcie problemów z ujednorodnieniem pola temperatury odlewu w piecu, w trakcie tego relatywnie krótkotrwałego wariantu obróbki.

Różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC) uzupełniona innymi metodami badań materiałowych umożliwia identyfikację wydzielań i opis sekwencji rozpadu przesyconego roztworu w stopach aluminium, co znajduje udokumentowanie w literaturze [11,13,16–18].

Aby uzyskać zdrowe odlewy ze stopów układu równowagi fazowej Al-Zn-Mg-Cu, przeznaczonych zazwyczaj do przeróbki plastycznej, stosuje się modyfikację ziaren roztworu stałego α -Al za pomocą mikrododatków, takich jak: Sc, Ti, Zr, V, Be i Nb [20]. Pierwiastki te tworzą z aluminium fazy międzymetaliczne w wyniku przemian perytektycznych i działają jako modyfikatory mechanizmu zarodkowania. Dodatki te, rozdrabniając ziarna roztworu α -Al, wpływają na podwyższenie wytrzymałości oraz – przede wszystkim – plastyczności stopów aluminium. O ile w siluminach odlewniczych do rozdrobnienia ziarna roztworu stałego α -Al wykorzystuje się głównie tytan w połączeniu z borem, to w stopach z układów równowagi fazowej Al-Zn-Mg, Al-Mg-Zn lub bardziej złożonych (m.in. z dodatkami Cu, Mn, Cr i in.) stosuje się również cyrkon. Dobry efekt rozdrobnienia w stopach aluminium z cynkiem i magnezem można uzyskać przy jednoczesnym wprowadzeniu Ti i Zr (w ilościach do 0,25% wag. każdego z nich). Niektóre materiały źródłowe [21] podają, że efekt modyfikacji tego typu wysokowytrzymałych stopów aluminium można uzyskać dzięki uzupełniającemu dodatkowi berylu w ilości 0,10%. Z publikacji [20,21] wynika ponadto, że w dużym stopniu zapobiega on utlenianiu magnezu w stopach aluminium. Beryl korzystnie wpływa na morfologię wydzielań faz międzymetalicznych, zawierających Fe; w jego obecności iglaste wydzielenia faz żelazowych stają się owalne, co pozytywnie wpływa na właściwości mechaniczne – zarówno wytrzymałościowe, jak i plastyczne.

Zakres badań obejmował odlanie materiału badawczego i optymalny dobór parametrów obróbki cieplnej, na podstawie przeprowadzonej analizy kalorymetrycznej, pomiarów twardości i obserwacji mikrostruktury. Na tej podstawie zaprojektowano i przeprowadzono obróbkę cieplną oraz sprawdzono jej efektywność za pomocą badań wytrzymałościowych i obserwacji powierzchni przełomów.

2. Materiał i metodyka badań

Do badań przeznaczono odlewane kokilowo stopy na bazie układu równowagi fazowej Al-Zn-Mg-

The relation between the temperature of retrogression and the time of retrogression is inversely proportional, which has a practical meaning, as it enables applying a lower temperature and longer time of retrogression for samples with a larger mass to avoid problems with homogenization of casting temperature in a furnace, during this relatively short-time frame of treatment.

Differential Scanning Calorimetry (DSC) supplemented by other methods of material research allows the identification of precipitation processes and the description of a sequence of the decomposition of the supersaturated solution in aluminium alloys, which is documented in the literature [11,13,16–18].

In order to obtain healthy castings of the Al-Zn-Mg-Cu phase equilibrium system, usually subjected to mechanical working, a modification of grains of an α -Al solid solution is applied with the use of micro-additions such as: Sc, Ti, Zr, V, Be and Nb [20]. These elements create intermetallic phases with aluminium as a result of peritectic transformations and act as modifiers of the nucleation mechanism. These additions, which make the grains of an α -Al solution finer, cause an increase in strength and, first and foremost, improve the elongation of aluminium alloys. In case of silumins, to make finer the grains of the solid α -Al solution mainly titanium is used together with boron, whereas in alloys of Al-Zn-Mg, Al-Mg-Zn or more complex phase equilibrium systems (among others with additions of Cu, Mn, Cr, etc.) also zircon is used. A good effect of grain refinement in aluminium alloys with zinc and magnesium can be achieved thanks to the complementary addition of beryllium at the amount of 0.10%. From the publications [20,21] it additionally results that it prevents oxidation of magnesium in aluminium alloys. Beryllium favourably influences the morphology of precipitates of intermetallic phases which include Fe; in its presence needle-shape ferrous precipitations become oval, which positively influences mechanical properties – both strength and elongation plasticity.

The scope of research involved casting the studied material and an optimal selection of parameters for heat treatment, on the basis of the calorimetric analysis, measurements of hardness and the observation of the microstructure. On this ground heat treatment was designed and realized, as well as its effectiveness was checked with the use of tensile tests and observations of the surfaces of fractures.

2. Material and research methodology

The research used cast alloys prepared on the basis of the Al-Zn-Mg-Cu phase equilibrium system. The alloys were modified with additions of titanium and zircon. Small amounts of beryllium were also added to the alloy in order to prevent excessive burning of magnesium during melting. The castings were made

-Cu. Stopy były modyfikowane dodatkami tytanu i cyrkonu. Do stopu wprowadzono również niewielkie ilości berylu, w celu zabezpieczenia przed nadmiernym wypalaniem się magnezu podczas wytopu. Wytopy przeprowadzono w Instytucie Metali Nieżelaznych OML w Skawinie. Proces topienia zrealizowano w dwukomorowym piecu indukcyjnym PI 30, o częstotliwości 3,5 kHz i pojemności tygli (wykonanych z SiC) 20 kg i 50 kg stopu Al. Stopy o niższej zawartości miedzi przygotowane były w tyglu o pojemności 50 kg, a z połowy tej ilości, przez dodanie miedzi, uzyskiwano stopy o wyższej zawartości tego pierwiastka. Stopy doświadczalne przygotowano na bazie następujących materiałów wsadowych oraz zapraw: aluminium 99,8%, miedź metaliczna, cynk techniczny, magnez techniczny, Altab Mn75, Altab Ti75 oraz zaprawa berylowa AlBe5 oraz cyrkonowa AlZr15.

Z uwagi na czystość materiałów wsadowych oraz szybkie ich topienie w piecu indukcyjnym, nie stosowano zabiegu rafinacji; uwzględniono natomiast proces chwilowego przetrzymania po stopieniu wsadu. Stopy odlewane były w temperaturze 725–730°C. Trzy pierwsze zalania wykorzystywane były do rozgrzania formy metalowej (kokili), a następnie zalewano zaplanowaną serię odlewów doświadczalnych, w postaci prętów do próby wytrzymałościowej.

Tabela 1 przedstawia skład chemiczny oraz sposób identyfikacji materiału do badań.

in the Institute of Non-Ferrous Metals, Light Metals Division in Skawina. The process of melting was carried out in a two-chamber induction furnace PI 30, with the frequency of 3.5 kHz and the volume of crucibles (made of SiC) 20 kg and 50 kg of Al alloy. Alloys with a lower content of copper were prepared in the 50 kg crucible, and from a half of this volume, by adding copper; alloys with higher content of this element were achieved. Experimental alloys were prepared on the basis of the following charge materials and master alloys: aluminium 99.8%, metallic copper, commercial zinc, commercial magnesium, Altab Mn75, Altab Ti75 and beryllium master alloy AlBe5 and zircon master alloy AlZr15.

Due to the purity of the input materials and their fast melting in the induction furnace, the process of refinement was not applied; however the charge was temporarily left at constant temperature after melting. The alloys were cast at 725–730°C. Three first pourings were used to heat the metal moulds, and then the planned series of experimental castings in the form of rods for tensile tests were cast.

Table 1 presents the chemical composition and the designations of material for study.

Tabela 1. Skład chemiczny badanych stopów aluminium

Table 1. The chemical composition of aluminium alloys

Oznaczenie chemiczne stopu / Chemical designation	Nr stopu / Alloy	Skład chemiczny, % wag. / Chemical composition, wt%									
		Zn	Mg	Cu	Mn	Fe	Si	Ti	Zr	Be	Al
AlZn6Mg2Cu0,5	37	6,06	1,79	0,62	0,000	0,06	0,04	0,099	0,095	0,103	reszta/ balance
AlZn6Mg2Cu1,5	38	6,07	1,99	1,58	0,184	0,06	0,04	0,095	0,090	0,102	reszta/ balance

Do badań wykorzystano metodę różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC), pomiary przewodności elektrycznej oraz badania właściwości wytrzymałościowych i obserwacje mikrostruktury.

Metoda kalorymetrii skaningowej DSC polega na jednoczesnym nagrzewaniu próbki badanej i próbki odniesienia z ciągłą rejestracją zmian różnicy strumienia cieplnego do próbki badanej i do próbki odniesienia, występujących pod wpływem narzuconych zmian temperatury. Badania kalorymetryczne wykonano w wysokotemperaturowym różnicowym kalorymetrze skaningowym DSC 404 C/3/G Pegasus, pozwalającym na identyfikację zachodzących przemian fazowych w stanie stałym i ciekłym oraz pomiary ciepła (entalpii) przemian, ΔH z dokładnością $\pm 4\%$.

In the study, the methods of differential scanning calorimetry (DSC), measurements of electrical conductivity and tensile tests, as well as observations of the microstructure were used.

The method of differential scanning calorimetry DSC consists in simultaneous heating the test and reference samples, recording the differences of the heat flow to the tested sample and the reference sample, generated by the controlled temperature changes. Calorimetric measurements were performed with the use of a high-temperature differential scanning calorimeter DSC 404 C/3/G Pegasus, which allows identification of phase transformations in the solid and liquid states, and measurements of the heat (enthalpy change) of transformations, ΔH with the accuracy $\pm 4\%$.

Badania DSC przeprowadzono w atmosferze ochronnej czystego argonu, z szybkością nagrzewania 5 K/min.

Homogenizację i przesycaenie materiału przeprowadzono w piecu Multitherm N 21/M firmy Nabatherm oraz w piecu solnym, zabiegi starzenia i przestarzenia wykonano w suszarkach laboratoryjnych, a obróbkę RRA w piecach solnych.

Statyczną próbę rozciągania metali w temperaturze pokojowej przeprowadzono za pomocą urządzenia EU20 firmy VEB Werkstoffprüfmaschinen na próbkach do badań wytrzymałościowych o długości $L_t = 75$ mm ($L_o = 30$ mm) i średnicy 6 mm, wykonanych wg PN-EN 10002-1.

Mikrostrukturę stopów w stanie lanym i po homogenizacji obserwowano za pomocą mikroskopu świetlnego AxioOzM1. Obserwacje morfologii przełomów zerwanych próbek, po różnych wariantach obróbki cieplnej, przeprowadzono za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego STEROSCAN 420.

3. Homogenizacja i przesycaenie

Zarówno proces homogenizacji, jak i etap wygrzewania w procesie przesycaenia pozwalają na zmniejszenie udziału objętościowego eutektyki wydzielonej w obszarach międzidendrytycznych oraz rozbicie siatki utworzonej przez eutektykę i koagulację wydzieleni fazy pośredniej. Taka modyfikacja mikrostruktury jest punktem wyjścia dla dalszych zabiegów, poprawiających właściwości mechaniczne przez eliminację wpływu nierównowagowego stanu fazowego na obniżenie właściwości plastycznych i przez zwiększenie stopnia przesycaenia roztworu stałego, poprawiającego efektywność umocnienia wydzieleniowego podczas starzenia.

Badania DSC pozwalają na określenie wartości optymalnej temperatury homogenizacji i przesycaenia. Rysunki 1a i b przedstawiają wysokotemperaturowe fragmenty krzywych DSC obejmujących efekty topnienia eutektyki oraz topnienia α -Al. Wyznaczone wartości solidusu dla badanych tworzyw w stanie po odlaniu wynoszą 476,5°C dla stopu 37 i 474,2°C dla stopu 38.

Próbki obu badanych stopów zostały poddane homogenizacji w temperaturze 450°C przez okres 8 i 24 godzin. Rysunki 2b i 3b przedstawiają mikrostrukturę stopów po homogenizacji trwającej 8 godzin. Dla porównania, zestawiono obok mikrostruktury stopów w stanie po odlaniu (rys. 2a, 3a). Obserwacja mikrostruktury wybranych próbek po homogenizacji 24-godzinnej i 8-godzinnej prowadzi do wniosku, że 8-godzinna homogenizacja jest wystarczająca do uzyskania zmniejszenia udziału objętościowego eutektyki i rozbicia jej siatki.

DSC tests were conducted under protective atmosphere of pure argon, with the rate of heating 5 K/min.

Homogenization and supersaturation of the material were carried out in a Multitherm N 21/M furnace manufactured by Nabatherm and in a salt furnace, the procedures of ageing and re-ageing were conducted in laboratory driers, and RRA treatment in salt furnaces.

Static tensile tests at the ambient temperature were performed with the use of a EU20 machine manufactured by VEB Werkstoffprüfmaschinen on samples for tensile tests which had the length $L_t = 75$ mm ($L_o = 30$ mm) and the diameter 6 mm, made according to the standard PN-EN 10002-1.

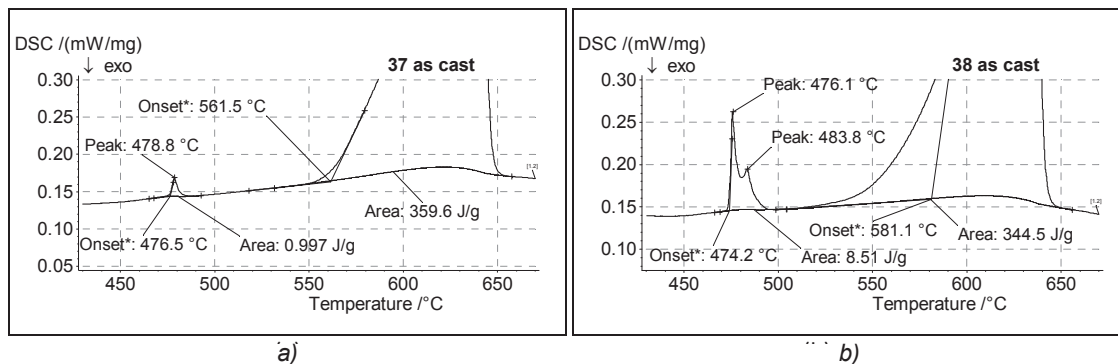
The microstructure of alloys in the as-cast state and after homogenization was observed with the use of a AxioOzM1 light microscope. Observations of the fracture morphology of samples, after different variants of heat treatment, were made with the use of a STEROSCAN 420 scanning electron microscope.

3. Homogenization and supersaturation

Both the process of homogenization and the stage of isothermal holding in the process of supersaturation enable decrease the volume ratio of eutectics precipitated in interdendritic region, and breaking the network formed by eutectics and coagulation of precipitates during the intermediate phase. This type of microstructure modification is a starting point for further procedures, which improve mechanical properties by eliminating the influence of the non-equilibrium phase state on the decrease of elongation and by increasing the degree of supersaturation of the solid solution, which improves the efficiency of the precipitation hardening during aging.

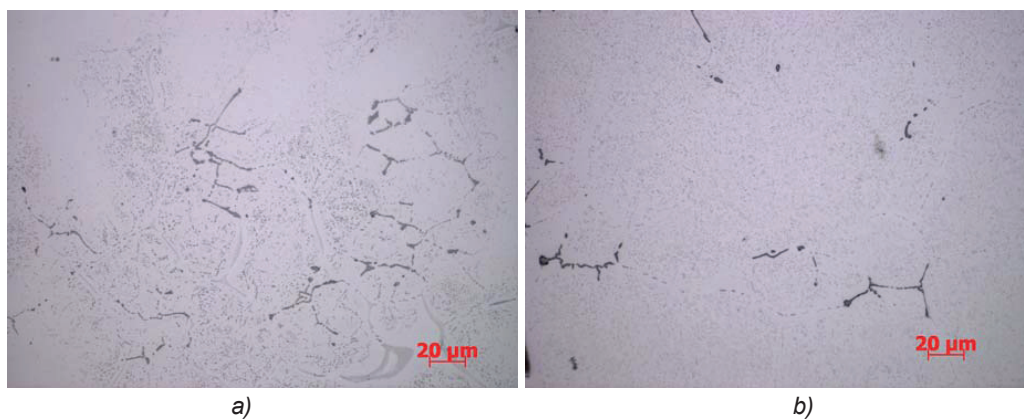
DSC measurements enable determination of the optimum homogenisation and supersaturation temperatures. Figure 1a,b present the high temperature region of DSC curves showing eutectic and α -Al melting. The determined values of solidus for the as cast materials are 476.5°C for alloy 37 and 474.2°C for alloy 38.

Samples of both alloys were homogenised at 450°C during 8 and 24 hours. Figures 2b and 3b present the microstructure of alloys after homogenization which lasted 8 hours. For comparison, the microstructures of alloys as-cast state are shown below (Figs. 2a, 3a). The observation of the microstructure of selected samples after homogenization which lasted 24 hours and 8 hours leads to a conclusion that 8-hour homogenization time is sufficient to obtain a decreased volume fraction of eutectics and break its network.

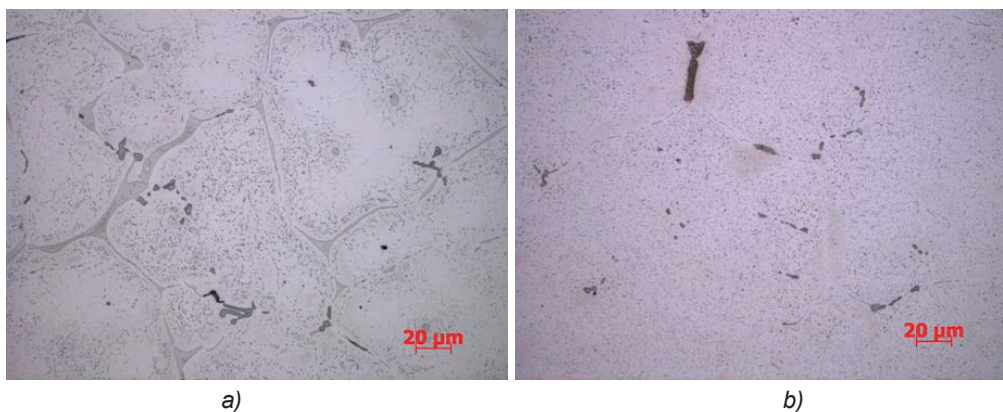


Rys. 1. Krzywe DSC badanych stopów w stanie po odlaniu: a) stop 37, b) stop 38

Fig. 1. DSC curves of the studied as-cast alloys: a) alloy 37, b) alloy 38



Rys. 2. Mikrostruktura stopu 37: a) po odlaniu, b) po homogenizacji 450°C/8 h
Fig. 2. The microstructure of alloy 37: a) as cast, b) after homogenisation 450°C/8 h



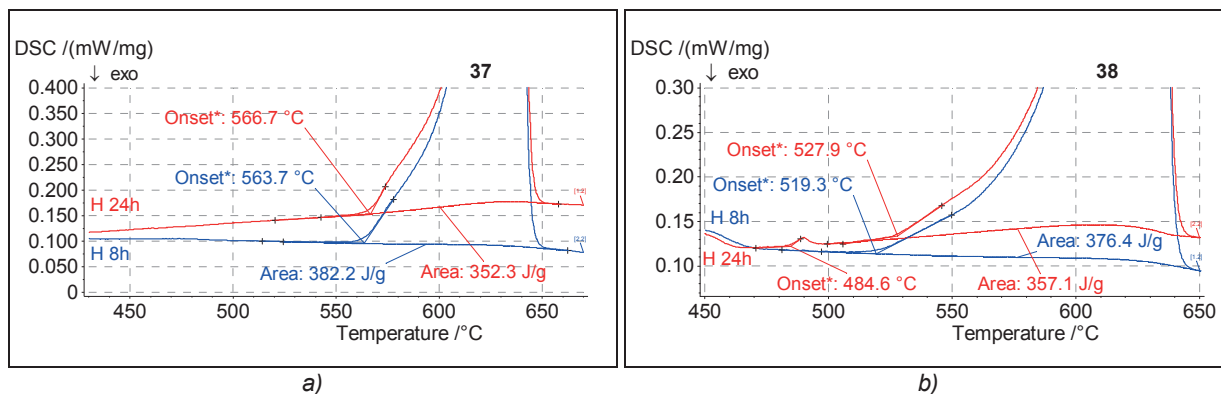
Rys. 3. Mikrostruktura stopu 38: a) po odlaniu, b) po homogenizacji 450°C/8 h
Fig. 3. The microstructure of alloy 38: a) as cast, b) after homogenization 450°C/8 h

Potwierdzają to również wyniki pomiarów przeprowadzonych metodą DSC, wykonane na próbkach stopów 37 i 38, wyciętych z materiału po homogenizacji (8 h i 24 h), które pokazano na rysunkach 4a i b.

Solidus stopów po procesie homogenizacji 450°C/8 h wynosi 563,7°C dla stopu 37 i 519,3°C dla stopu 38. Można zauważyć, że w porównaniu do stanu po odlaniu nastąpiło znaczne podwyższenie solidusu (476,5°C i 474,2°C, odpowiednio), co pozwala na bezpieczne podwyższenie temperatury przesycaenia.

It is also proved by the results of DSC measurements, carried out on samples of alloys 37 and 38, cut out of the material after homogenization (8 h and 24 h), which are shown in Figures 4a and 4b.

The solidus of alloys after the process of homogenization 450°C/8 h is 563.7°C for alloy 37 and 519.3°C for alloy 38. It can be noticed that in comparison to the state after casting there was a significant increase of solidus (476.5°C and 474.2°C, respectively), which enables an increase in the temperature of supersaturation.



Rys. 4. Fragmenty krzywych DSC stopów po homogenizacji w temperaturze 450°C/8 h (kolor niebieski) i w temperaturze 450°C/24 h: a) stop 37, b) stop 38

Fig. 4. Fragments of DSC curves for alloys after homogenization at 450°C/8 h (blue) and at 450°C/24 h: a) alloy 37, b) alloy 38

4. Dobór parametrów obróbki cieplnej

Próbki badanych stopów po homogenizacji w 450°C/8 h przesycano w procesie składającym się z wygrzewania w temperaturze 530°C/1 h (stop 37) i 500°C/1 h (stop 38) i szybkiego chłodzenia w wodzie. Przyjęto temperaturę starzenia 120°C, standardową w obróbce cieplnej stopów AlZn-MgCu.

W celu określenia optymalnego czasu starzenia, przeprowadzono wygrzewanie izotermiczne materiału w temperaturze starzenia 120°C, w czasie zmieniającym się od 2 do 34 godzin, wyjmując próbki z pieca co 2 godziny. Rysunki 5a i b przedstawiają zależność twardości $HB_{5/250/30}$ od czasu.

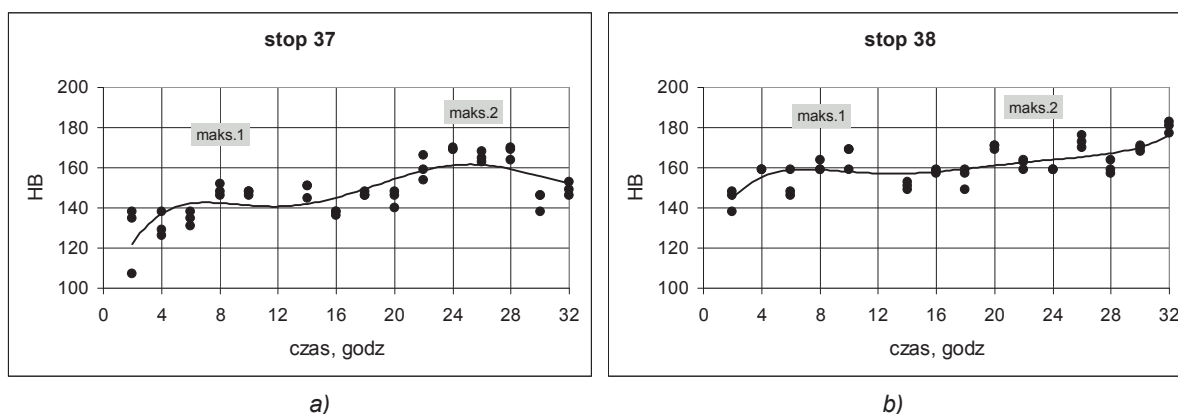
Na krzywych przedstawionych na rysunku 5 można zaobserwować dwa maksima twardości, występujące po około 6–8 godzinach (maksimum 1) oraz po 24–30 godzinach (maksimum 2), odpowiadające wydzielaniu faz koherentnych (strefy GP) oraz faz semikoherentnych typu η' , odpowiednio.

4. The selection of heat treatment parameters

Samples of studied alloys after homogenization at 450°C/8 h were supersaturated in the process consisting of heating at the temperature 530°C/1 h (alloy 37) and 500°C/1 h (alloy 38) followed by quick cooling in water. The temperature of ageing was assumed at 120°C, which is standard for heat treatment of AlZnMgCu alloys.

In order to determine the optimal time of ageing, isothermal annealing of the material was carried out at 120°C, the period of time changing from 2 to 34 hours, taking the samples out of the furnace after every 2 hours. Figures 5a–b present the relation between hardness $HB_{5/250/30}$ and time.

In the curves presented in Figure 5 we can observe two maxima of hardness, occurring after approx. 6–8 hours (maximum 1) and after 24–30 hours (maximum 2), which correspond to the precipitation of coherent phases (GP zones) and semi-coherent phases η' type, respectively.



Rys. 5. Zależności twardości $HB_{5/250/30}$ od czasu starzenia: a) stop 37, b) stop 38

Fig. 5. Relation between hardness $HB_{5/250/30}$ and time of ageing: a) alloy 37, b) alloy 38

Wyniki przeprowadzonych badań DSC, twardości HB, pomiary przewodnictwa elektrycznego zmierzonego za pomocą urządzenia Sigmatest firmy Foerster oraz dane literaturowe [11,13,16–19] pozwoliły na ustalenie parametrów obróbki cieplnej badanych stopów aluminium, które zestawiono w tabeli 2.

The results of DSC measurements, hardness HB, measurements of electric conductivity made with the use of a Sigmatest apparatus manufactured by Foerster and published literature data [11,13,16–19] allowed the determination of parameters for heat treatment of the studied aluminium alloys, which are compiled in Table 2.

Tabela 2. Optymalne parametry realizowanych wariantów obróbki cieplnej

Table 2. Optimal parameters of the heat treatment variants

Stop/ Alloy	Typ obróbki / Type of treatment	Typ procesu / Type of process					
		Homogenizacja/ Homogenization H	Przesycanie/ Supersaturation P	Starzenie/ Ageing A	Przestarzenie/ Re-ageing PA	Retrogresja/ Retrogression R	Powtórne starzenie / Retrogression and Re-ageing RRA
37	T6	450°C/8 h	530°C/1 h	120°C/26 h			
	T7			120°C/8 h	160°C/6 h		
	RRA 1			120°C/26 h		200°C/20 min	120°C/26 h
	RRA 2			120°C/26 h		220°C/10 min	120°C/26 h
38	T6	450°C/8 h	500°C/1 h	120°C/26 h			
	T7			120°C/8 h	160°C/6 h		
	RRA 1			120°C/26 h		200°C/20 min	120°C/26 h
	RRA 2			120°C/26 h		220°C/10 min	120°C/26 h

Tabele 3 i 4 zawierają wyniki pomiarów twardości HB_{5/250/30} i przewodnictwa elektrycznego stopów po różnych wariantach optymalnej obróbki cieplnej. Przewodnictwo elektryczne wyrażono w jednostkach % IACS, jako stosunek przewodnictwa elektrycznego stopu do przewodnictwa elektrycznego wzorca miedzi (IACS, *International Annealed Copper Standard*).

Tables 3 and 4 contain results of hardness HB_{5/250/30} measurements and electric conductivity of alloys after different variants of optimal heat treatment. Electric conductivity was expressed in % IACS units, as a ratio of electric conductivity of alloy to electric conductivity of the copper standard (IACS, *International Annealed Copper Standard*).

Tabela 3. Twardość HB_{5/250/30} stopów dla wybranych (tab. 2) parametrów obróbki

Table 3. Hardness HB_{5/250/30} of alloys for selected (Table 2) parameters of heat treatment

Typ obróbki / Type of treatment	Stop 37 / Alloy 37	Stop 38 / Alloy 38
T6 (max. 1)	149	161
T6 (max. 2)	169	173
T7 (T6 max. 1)	157	174
T7 (T6 max. 2)	162	178
RRA 1	173	184

Tabela 4. Przewodnictwo elektryczne [% IACS] stopów dla wybranych (tab. 2) parametrów obróbki cieplnej

Table 4. Electric conductivity [% IACS] of alloys for selected (Table 2) parameters of heat treatment

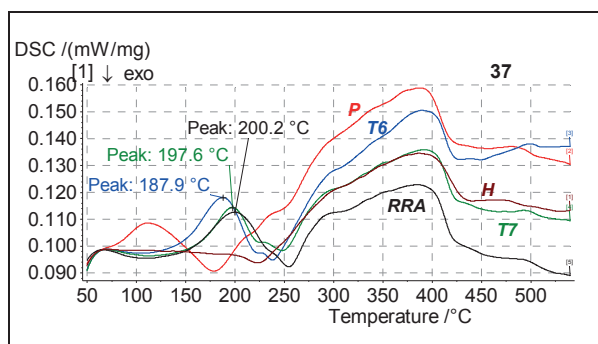
Typ obróbki / Type of treatment	Stop 37 / Alloy 37	Stop 38 / Alloy 38
T6 (max. 1)	29,0	23,6
T6 (max. 2)	29,8	24,8
T7 (T6 max. 1)	24,1	18,6
T7 (T6 max. 2)	22,1	17,4
RRA 1	28,1	22,1

Największe wartości przewodności elektrycznej (tab. 4) uzyskano dla stopu 37, co oznacza możliwość uzyskania lepszej odporności na pękanie w wyniku działania korozji naprężeniowej. Przyjmuje się dla stopów AlZnMgCu, że warunki wpływające na polepszenie odporności na pękanie pod wpływem korozji naprężeniowej, powodują również wzrost przewodności elektrycznej [13]. Trzeba jednak stwierdzić, że wartości przewodnictwa elektrycznego, jakie uzyskano w pracy są niższe od przyjętych jako graniczne dla materiału odpornego na pękanie pod wpływem korozji naprężeniowej (ok. 38% IACS) [13].

Badania efektywności zrealizowanych typów obróbki cieplnej przeprowadzono metodą różnicowej kalorymetrii skaningowej. Rysunki 6 i 7 przedstawiają krzywe DSC badanych stopów po przesycaniu i różnych wariantach obróbki cieplnej. Na krzywych DSC występują egzotermiczne efekty wydzielania faz GP, które podczas dalszego nagrzewania ulegają rozpuszczeniu w temperaturze około 130°C, co jest widoczne na krzywych DSC stopów po przesycaniu (P). Dalsza temperaturowa sekwencja to wydzielanie faz semikoherentnych i ich rozpuszczanie, odzwierciedlone w endotermicznych efektach w temperaturze około 180–200°C oraz wydzielanie faz stabilnych i ich rozpuszczenie (wysokotemperaturowy szeroki pik endotermiczny) w temperaturze około 400°C. Efekty cieplne nakładają się na siebie i następuje przesunięcie linii bazowej, co utrudnia interpretację.

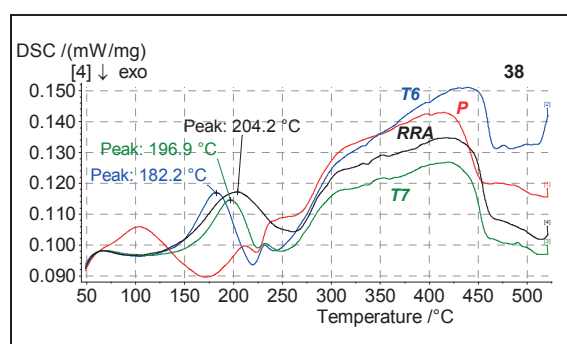
Comparable values of electrical conductivity after RRA and T6 heat treatments were obtained and the higher values of electric conductivity were found for alloy 37 (Table 4). It is established that for AlZnMgCu alloys conditions causing the improvement in the resistance to stress corrosion cracking also increase the electrical conductivity [13]. However, it should be stated that the obtained values of electrical conductivity are lower than the values assumed as threshold values for AlZnMgCu alloys, resistant to stress corrosion cracking (approx. 38% IACS) [13].

The analysis of efficiency of the realised types of heat treatment was carried out with the use of differential scanning calorimetry. Figures 6 and 7 present DSC curves of the studied alloys after supersaturation (P) and different variants of heat treatment. In DSC curves there are exothermic effects of the precipitation of GP zones, which during further heating undergo dissolution at approx. 130°C, which is visible in the DSC curves of alloys after supersaturation (P). As temperature increases, the precipitation of semi-coherent zones and their dissolution, reflected in endothermic effects at approx. 180–200°C is observed and further the precipitation of stable phases and their dissolution (high-temperature wide endothermic peak) at 400°C is recorded. Heat effects overlap and there is a shift of the base line, which hinder the interpretation of curves.



Rys. 6. Krzywe DSC zarejestrowane dla stopu 37 po różnych zabiegach cieplnych

Fig. 6. DSC curves recorded for alloy 37 after different heat treatment procedures



Rys. 7. Krzywe DSC zarejestrowane dla stopu 38 po różnych zabiegach cieplnych

Fig. 7. DSC curves recorded for alloy 38 after different heat treatment procedures

Tabela 5. Wartości ciepła rozpuszczania ΔH faz umacniających osnowę
Table 5. Values of dissolution heat ΔH of phases strengthening the matrix

Typ obróbki / Type of treatment	ΔH , kJ/kg	
	Stop 37 / Alloy 37	Stop 38 / Alloy 38
T6 (max. 1)	11,4	9,8
T6 (max. 2)	11,6	12,1
T7	7,2	7,4
RRA 1	9,1	11,9

W tabeli 5 zestawiono wartości ciepła przemian fazowych związanych z rozpuszczaniem faz umacniających osnowę stopów, poddanych różnym wariantom obróbki cieplnej (efekty endotermiczne w temperaturze 180–200°C, rys. 6 i 7).

5. Obróbka cieplna i badania wytrzymałościowe

Ocenę efektywności zaplanowanych typów obróbki cieplnej przeprowadzono na podstawie wyników badań wytrzymałościowych. Próbki wytrzymałościowe poddano różnym wariantom obróbki cieplnej dla optymalnych parametrów zgromadzonych w tabeli 2.

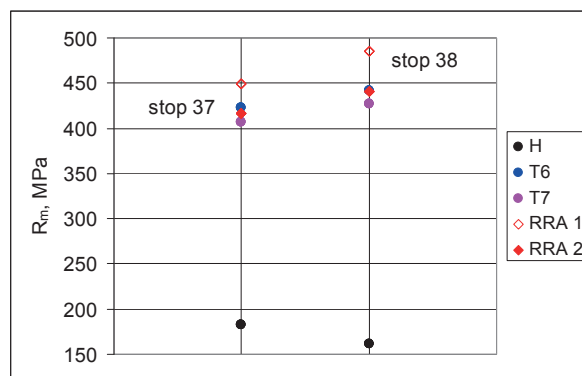
Wyniki badań wytrzymałościowych badanych stopów aluminium 37 i 38 po wybranych wariantach obróbki cieplnej przedstawiono na rysunku 8. Uzyskano wysokie, zależne od typu obróbki, wartości wybranych właściwości wytrzymałościowych. Materiał do badań cechował się małą plastycznością. Dla stopów AlZnMgCu największe wartości R_m otrzymano dla próbek po obróbce RRA 1 (retrogresja w temperaturze 200°C/20 min), a najniższe – po obróbce dwustopniowej T7. Wartości R_m po obróbce RRA 2 (220°C/10 min) są identyczne jak po obróbce T6, co świadczy o trudnościach w realizacji procesu retrogresji w wyższej temperaturze (krótszy czas) ze względu na konieczność zapewnienia jednorodnego pola temperatury w materiale poddanym obróbce.

In Table 5 values of heat of phase transformations are compiled. They are related to dissolution of phases which strengthen the alloys' matrix resulting from different types of heat treatment (endothermic effect at 180–200°C, Figs. 6 and 7).

5. Heat treatment and tensile tests

The assessment of efficiency of planned types of heat treatment was analysed on the basis of the results of tensile tests. Samples for tensile tests underwent different variants of heat treatment for optimal parameters compiled in Table 2.

The results of tensile tests of the studied aluminium alloys 37 and 38 after selected variants of heat treatment are presented in Figure 8. High values of selected strength properties, which depend on the type of treatment were achieved. A characteristic feature of the material being tested was its low elongation. For AlZnMgCu alloys the highest R_m values were achieved for samples after RRA 1 treatment (retrogression at 200°C/20 min), and the lowest – after two-step treatment T7. The R_m values after RRA 2 treatment (220°C/10 min) are identical with the values after T6 treatment, which accounts for difficulties during the process of retrogression at a higher temperature (shorter time) caused by the necessity to ensure a homogenous temperature field in the material which undergoes heat treatment.



Rys. 8. Wytrzymałość stopów AlZnMgCu(Mn) w zależności od typu obróbki cieplnej

Fig. 8. Strength of AlZnMgCu(Mn) alloys in relation to the type of heat treatment

Fakt, że dla badanych stopów większe wartości R_m uzyskano po obróbce RRA niż po obróbce standardowej T6 jest wyjątkowo ważny, gdyż przyjmuje się, że właściwości wytrzymałościowe po obróbce RRA są nie gorsze niż po obróbce T6. Pozwala to postawić pytanie o mechanizm procesu retrogresji w badanych stopach, co otwiera nowe pole badań.

The fact that for the studied alloys the higher R_m values were achieved after RRA treatment than after standard T6 treatment is positively astonishing, because it is commonly assumed that strength properties after RRA treatment are not worse than after T6 treatment. It allows posing a question about the mechanism of the process of retrogression in the studied alloys, which opens a new field for research.

6. Badania mikrostruktury

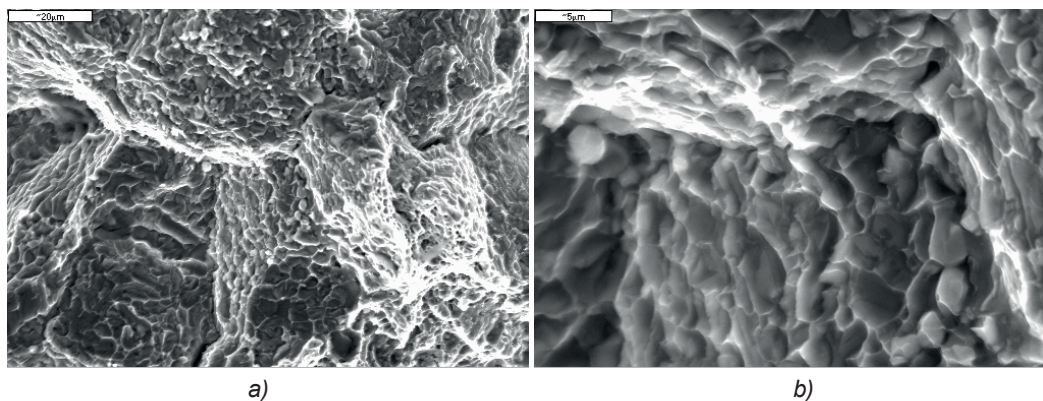
Powierzchnia przelomów po statycznej próbie rozciągania, dla próbek z wybranych stopów, została poddana obserwacjom mikroskopowym.

Rysunki 9a,b, 10a,b i 11a,b przedstawiają morfologię przelomów zerwanych próbek na przykładzie stopu 38 po homogenizacji, obróbce T6 i obróbce RRA.

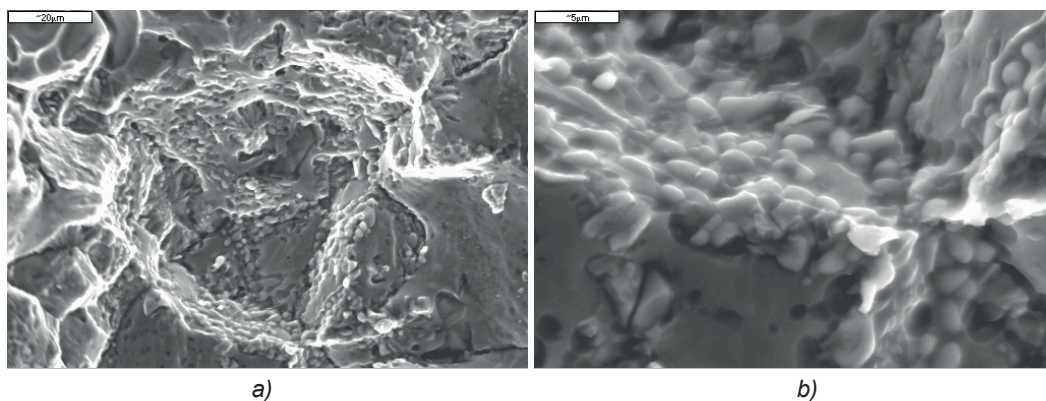
6. The study of the microstructure

The surface of fractures after tensile tests, for samples from the selected alloys underwent microscopic observations.

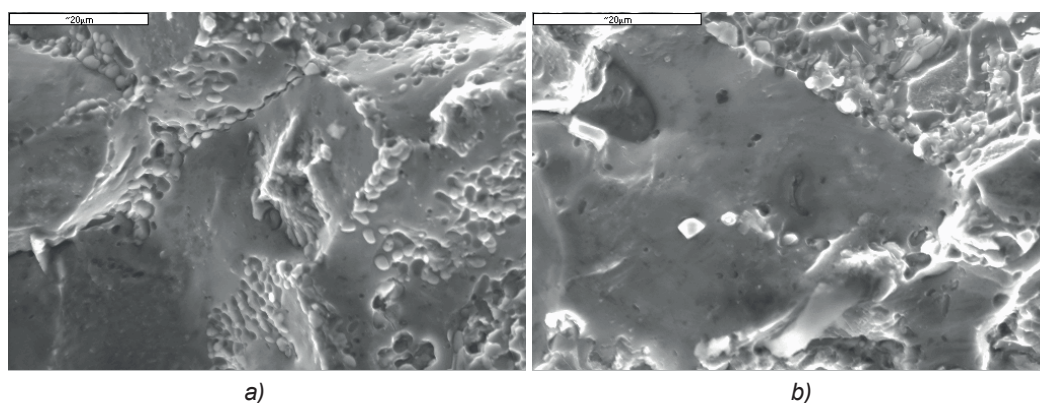
Figures 9a, 9b, 10a, 10b and 11a, 11b present the morphology of fractures of ruptured samples on the example of alloy 38 after homogenization, T6 treatment and RRA treatment.



Rys. 9. Powierzchnia przelomu, próbka stopu 38 po homogenizacji: a) pow. 1500×, b) pow. 5500×
Fig. 9. The surface of a fracture, a sample of alloy 38 after homogenization: a) 1500×, b) 5500×



Rys. 10. Powierzchnia przelomu, próbka stopu 38 po obróbce T6: a) pow. 1500×, b) pow. 6000×
Fig. 10. The surface of a fracture, a sample of alloy 38 after T6 treatment: a) 1500×, b) 6000×



Rys. 11. Powierzchnia przelomu, próbka stopu 38 po obróbce RRA 1: a) pow. 2500×, b) pow. 3000×
Fig. 11. The surface of a fracture, a sample of alloy 38 after RRA 1 treatment: a) 2500×, b) 3000×

Ewolucja mikrostruktury badanych stopów, jaką obserwowano pod wpływem zastosowanej procedury obróbki cieplnej, polegała na rozpuszczaniu wydzielań fazy międzymetalicznej w eutektyce międzidendrytycznej (rys. 2,3,9–11), rozdrobnieniu wydzielań wchodzących w skład eutektyki równowagowej (rys. 2,3,10–11) oraz wytworzeniu, w mikroobszarach roztworu stałego, wydzielań fazy międzymetalicznej o dużym stopniu dyspersji (rys. 11). Zmianom zachodzącym w mikrostrukturze stopu towarzyszy zmiana mechanizmu oraz drogi dekohezji. W materiale po homogenizacji obserwowano powierzchnię przełomu ciągliwego z wyraźnym odkształceniem plastycznym mikroobszarów roztworu stałego. Widoczne są przewężenia roztworu stałego wokół eutektycznych wydzielań fazy międzymetalicznej. Droga dekohezji materiału przebiega przez obszary eutektyki międzidendrytycznej (rys. 9).

W wyniku obróbki cieplnej, związanej z procesami wydzieleniowymi, stwierdzono, że to przede wszystkim umocnienie roztworu stałego powodowało zmianę mechanizmu i drogi dekohezji. Świadczy o tym zwiększanie powierzchni względnej przełomu transkryystalicznego w mikroobszarach roztworu stałego, w centralnych strefach ziaren (rys. 9–11). Zastosowana technika obserwacji mikrostruktury nie umożliwia dokładnej identyfikacji źródła umocnienia (strefy GP, cząstki semi- lub niekoherentne), przy założeniu aktywności mechanizmu Orowana. Jest ona jednak potwierdzona wynikami badań wytrzymałościowych. Wkład transkryystalicznego mechanizmu w dekohezję materiału był większy w stopie poddanym obróbce RRA w porównaniu ze stopem poddanym obróbce T6 (rys. 10,11). Na tym etapie badań nie uzyskano jednak bezpośredniego potwierdzenia wytworzenia mechanizmu wspomagającego wydzieleniowe umocnienie roztworu stałego, typowego dla zastosowanej obróbki RRA.

7. Wnioski

1. Dla odlewanych stopów AlZnMgCu(Mn) rozpad przesyconego roztworu stałego zachodzi wg schematu typu (a) lub (b). Sądząc po wartościach ciepła rozpuszczania, największą ilość fazy umacniającej można uzyskać dzięki zastosowaniu obróbki typu T6, a w dalszej kolejności obróbki RRA i obróbki dwustopniowej typu T7. Na podstawie wartości przesunięcia położenia maksimum pików w kierunku wyższej temperatury (rys. 6 i 7) można wnioskować, że wydzielenia uzyskane po obróbce RRA są najtrwalsze.
2. Wartości twardości $HB_{5/250/30}$ (tab. 3) wskazują, że po obróbce RRA można się spodziewać nawet wyższych właściwości wytrzymałościowych niż po obróbce typu T6, co zgadza się z danymi prac [15,16]. Wyniki te znajdują pełne

The evolution of the microstructure of the studied alloys, which was observed as a result of the applied heat treatment, consisted in partial dissolution of the precipitates of intermetallic phase in the interdendritic eutectics (Figs. 2,3,9–11), fragmenting of remaining precipitates which are part of the equilibrium eutectic (Figs. 2,3,10–11) and forming, in micro-zones of the solid solution, dispersed precipitates of the intermetallic phase (Fig. 11). The changes of the alloy microstructure are accompanied by a change of both the mechanism and the path of decohesion. The ductile fracture was observed in the material after homogenization with a visible plastic deformation in the micro-zones of the solid solution. There are necks in the solid solution around eutectic precipitates of the intermetallic phases. The main path of decohesion in the material runs through the zones of interdendritic eutectic (Fig. 9).

As a result of heat treatment, related to the precipitation processes, it was stated that it was mostly the dispersion strengthening of the solid solution. It caused the change of the mechanism and the path of decohesion. The fraction of surface of a transcrystalline fracture in the micro-zones of the solid solution increased in the central zones of grains (Figs. 9–11). The technique of microstructure observation does not allow for *in situ* identification of the source of dispersion strengthening (GP zones, semi- or non-coherent particles), with the assumption of Orowan mechanism. However, its activity was proved by the results of tensile tests. The contribution of the transcrystalline mechanism to decohesion process of the material was higher in the alloy which underwent RRA treatment as compared to that which underwent T6 treatment (Figs. 10,11). However, at this stage there is no direct proof of the occurrence of a mechanism generating precipitation strengthening of the solid solution, typical for the applied RRA treatment.

7. Conclusions

1. For cast AlZnMgCu(Mn) alloys the decomposition of the supersaturated solid solution occurs according to the scheme type (a) or (b). Comparison of the dissolution enthalpy values shows, that the highest amount of the dispersed, matrix strengthening phase may be obtained by means of T6 and subsequently RRA and two-step T7 heat treatments. The values of temperature shift of the dissolution peak's maxima towards the higher temperature (Figs. 6 and 7) implies that precipitates obtained during the RRA treatment are the most stable.
2. The values of hardness $HB_{5/250/30}$ (Table 3) indicate that after RRA treatment even higher strength properties may be achieved than after T6 treatment, which is consistent with the

potwierdzenie w badaniach właściwości wytrzymałościowych. Obróbka RRA 1 (200°C/20 min) zapewnia najwyższe właściwości wytrzymałościowe (R_m bliskie 500 MPa). Stop 38, z większą zawartością miedzi i dodatkiem manganu, charakteryzuje się wartością R_m o około 30–40 MPa większą niż stop 37, bez manganu, o niższej zawartości miedzi. Podobnie, dla RRA 2 i innych typów obróbki cieplnej, stop 38 charakteryzuje się wyższymi wartościami R_m niż stop 37. Najmniejszą wytrzymałość uzyskano dla stopów poddanych obróbce dwustopniowej typu T7. Plastyczność badanych stopów w stanie lanym była niska i nie uległa zmianie pod wpływem żadnego ze zastosowanych wariantów obróbki cieplnej.

results of research [15,16]. These observations are fully proved in results of tensile tests. RRA 1 (200°C/20 min) treatment provides the highest strength properties (R_m close to 500 MPa). Alloy 38, with a higher copper content and addition of manganese, is characterized by the R_m value approx. 30–40 MPa higher than for alloy 37, without manganese, with a lower copper content. Similarly, for RRA 2 and other types of heat treatment, alloy 38 is characterised by higher R_m values than alloy 37. The lowest strength was obtained for alloys which underwent two-step T7 treatment. The elongation of the studied alloys in the as-cast state was low and did not change under the influence of any of the applied variants of heat treatment.

Podziękowania

Pracę wykonano w ramach realizacji projektu statutowego „Optymalizacja własności korozyjnych i wytrzymałościowych wybranych, odlewanych stopów AlZnMgCu(Cr,Mn) i AlMgZnCu(Cr,Mn) za pomocą złożonej obróbki cieplnej RRA” (zlec. 2034/00), finansowanego przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego.

Acknowledgements

The study was carried out within the framework of statutory Project No. 2034/00, entitled ‘Optimization of strength and corrosion properties of selected, cast AlZnMgCu(Cr,Mn) and AlMgZnCu(Cr,Mn) alloys by means of complex RRA heat treatment’, funded by the Ministry of Science and Higher Education.

Literatura/References

1. Sobczak J. (1993). Teoretyczne i praktyczne podstawy procesu prasowania w stanie ciekłym (*squeeze casting*) metali nieżelaznych. *Prace Instytutu Odlewnictwa*, 43(spec. 41).
2. Macchi C., Somoza A., Ferragut R., Dupasquier A., Polmear I.J. (2009). Ageing processes in Al-Cu-Mg alloys with different Cu/Mg ratios. *Phys. Status Solidi C*, (11), 2322–2325.
3. Embury J.D., Nicholson R.B. (1965). The nucleation of precipitates: The system Al-Zn-Mg. *Acta Metall*, 13(4), 403–417.
4. Ryum N. (1975). Further investigation on the precipitation kinetics in an Al-Zn-Mg-alloy. *Z. Metallkd.*, 66(6), 344–346.
5. Mondolfo L. (1976). *Aluminium and aluminium alloys, structure and properties*. London-Boston: Butterworths.
6. Lendvai J.L. (1996). Precipitation and strengthening in aluminium alloys. *Mater. Sci. Forum*, 217–222, 43.
7. Ferragut R., Somoza A., Tolley A. (1999). Microstructural evolution of 7012 alloy during the early stages of artificial ageing. *Acta Mater.*, 47(17), 4355–4364.
8. Jiang X.J., Noble B., Holme B., Waterloo G., Tafto J. (2000). Differential scanning calorimetry and electron diffraction investigation on low-temperature ageing in Al-Zn-Mg alloys. *Met. Mater. Trans. A*, 31A(2), 339–347.
9. Stiller K., Warren P.J., Hansen V. et al. (1999). Investigation of precipitation in an Al-Zn-Mg alloy after two-step aging treatment at 100 deg and 150 deg C. *Mater Sci. Eng. A*, A270(1), 55–63.
10. Cina B. (1974). U.S. Patent No. 3, 856, 584, Dec. 24, 1974.
11. Hall M.B., Martin J.W. (1994). The Effect of Retrogression Temperature on the Properties of an RRA (Retro-gressed and Re-Aged) 7150 Aluminum Alloys. *Z. Metallkd.*, 85(2), 134–139.
12. Staley J.T., Byrne S.C., Colvin E.L., Kinnear K.P. (1996). Corrosion and Stress-Corrosion of 7XXX-W Products. *Mater. Sci. Forum*, 217–222, 1587–1592.
13. Islam M.U., Wallace W. (1984). Stress corrosion-crack growth behaviour of 7475 T6 retrogressed and reaged aluminium alloy. *Met. Techn.* 11(1), 320–322.
14. Clinch M.R., Harris S.J., Hepples W. et al. (2006). Influence of Zinc to Magnesium ratio and Total Solute Content on the Strength and Toughness of 7XXX Series Alloys. *Mater. Sci. Forum*, 519, 339–344.
15. Raganathar R., Rao D.R.P.R., Bhat D., Muralidhara D. (2011). Retrogression and Re-Ageing Treatment of AA 7049 Aluminum Alloy. *Int. J. Eng. Sci.*, 3(7), 5646–5651.

16. Gazda A., Warmuzek M., Wierzchowski W. (1997). DTA Investigation of the Retrogression and Re-Ageing in Some AlZnMgCu Alloys. *Thermochim. Acta*, 303, 197–202.
17. Gazda A., Warmuzek M., Richert M. (2001). Investigation of Retrogression and Re-Ageing in Some Al-Zn-Mg-Cu Alloys. Proc. XVIth Physical Metallurgy and Material Science Conference on Advanced Materials and Technologies AMT '2001. Gdańsk-Jurata 16-20 Sept. 2001. *Inż. Mat.*, 22(4), 337–334.
18. Zieliński A., Warmuzek M., Gazda A., Jezierska E., Chrzanowski J. (2002). Influence of Retrogression and Re-Aging (RRA) Heat Treatment on Microstructure, Mechanical and Chemical Behavior of an Al-Zn-Mg Alloy. *Adv. Mater. Sci.*, 2(1), 33–42.
19. Zieliński A., Chrzanowski J., Warmuzek M., Gazda A., Jezierska E. (2004). Influence of Retrogression and Re-Aging on Microstructure, Mechanical Properties and Susceptibility to Stress Corrosion Cracking of Al-Zn-Mg Alloy. *Mater. Corros.*, 55(2), 77–87.
20. Rana R.S., Purohit R., Das S. (2012). Reviews on the Influences of Alloying Elements on the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloys and Aluminum Alloy Composites. *Int. J. Sci. Res. Publ.*, 2(6), 1–7.
21. Wang Y., Xiong Y. (2000). Effects of beryllium in Al-Si-Mg-Ti cast alloy. *Mater. Sci. Eng. A*, 280(1), 124–127.

