ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ 1978

Seria: MECHANIKA z. 63 Nr kol. 537

Stanisław TKACZYK, Mieczysław TOKARSKI,
Roman MATUSIK

WPŁYW CZASU PRZESYCANIA NA PIERWSZE STADIUM STARZENIA STOPU ALUMINIOWEGO AlMg10

Streszczenie. Przedstawiono obecny stan badań nad wpływem czasu i temperatury przesycania na przebieg pierwszego stadium starzenia przyspieszonego stopu AlMg10. Podano wyniki badań własnych nad wpływem czasu przesycania na zmianę niektórych własności badanego stopu w trakcie starzenia przyspieszonego. Otrzymane wyniki poddano szczegółowej dyskusji, porównując je z danymi z literatury.

1. Wstęp

Proces utwardzania dyspersyjnego stopów AlMg10 był i zapewne jeszcze długo pozostanie przedmiotem wielu prac badawczych. Powodem tego zainteresowania jest prawdopodobnie według autora pracy [1], dążność do wyjaśnienia mechanizmu starzenia oraz potrzeby praktyczne podniesienia ich własności.

W pracach badawczych nad starzeniem przyspieszonym wymienionych stopów brano pod uwagę szereg czynników, jak np. temperaturę przesycania, rodzaj ośrodka chłodzącego, temperaturę i czas starzenia, a także wyjściową budowę utwardzanego dyspersyjnie stopu AlMg10 [2-8].

Natomiast zagadnienie wpływu czasu przesycania na pierwsze stadium starzenia przyspieszonego zarówno stopu AlMg10 jak i innych stopów aluminium z magnezem było przedmiotem raczej marginesowych rozważań [4,5,8,9, 10, 11, 12]. Podejście takie nie wydaje się słuszne albowiem wiadomo, że proces utwardzania dyspersyjnego jest procesem dyfuzyjnym o mechanizmie wakansowym [13].

Celem przeprowadzonych badań własnych było określenie wpływu czasu wytrzymania w temperaturze przesycania na przebieg pierwszego stadium starzenia przyspieszonego stopu AlMg10.

2. Badania własne

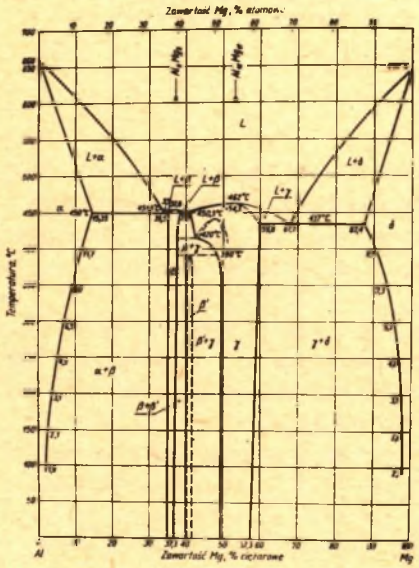
2.1. Materiał do badań i obróbka cieplna

Materiał do badań pobrano z przemysłowego wytopu stopu odlewniczego AlMg10. Wymiary próbek dobrano w zależności od rodzaju badań. Skład chemiczny badanego stopu AlMg10 podano w tablicy 1.

Tablica 1

Skład chemiczny badanego stopu AlMg10

Pierwiastek	Zawartość %	Pierwiastek	Zawartość %
Magnez.....	 9,8	Żelazo	 0,22
Aluminium ...	.... reszta	Krzem	 0,26
		Cynk	 0,06
		Miedź	 0,08
		Tytan	 0,04
		Beryl	 0,006



Rys. 1. Układ podwójny aluminium-magnez [1]

Skład fazowy badanego stopu w stanie surowym składał się z fazy α oraz związku międzymetalicznego Al_3Mg_2, oznaczanego w układzie Al-Mg jako faza β (rys. 1).

Próbki pobrane z odlanych wałków poddano przesycaniu z temperatury 435°C w powietrzu oraz starzeniu przyspieszonemu w 150°C w czasie do 6 godzin. Czas wytrzymania w temperaturze przesycania dobrano alternatywnie: 60, 90, 120, 150 i 180 minut.

Zakres badań własnych obejmował obróbkę cieplną, pomiary twardości HV, pomiary oporu elektrycznego właściwego ϱ oraz parametru sieci fazy α w 150°C, a także termiczną analizę różnicową (DTA).

2.2. Przebieg badań

W celu określenia wpływu czasu wytrzymania w temperaturze przesycania na przebieg pierwszego stadium starzenia przyspieszonego stopu AlMg10 przeprowadzono:

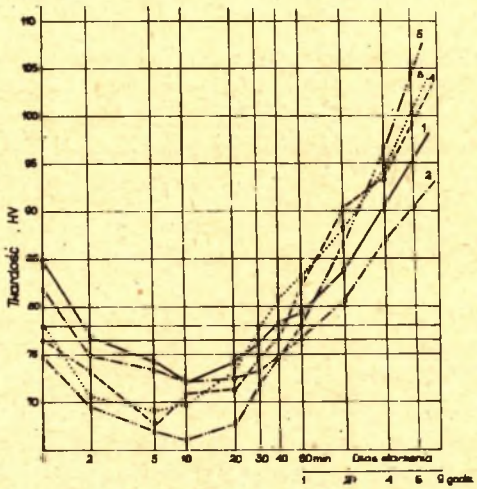
- pomiary twardości na mikrodurometrze firmy Hauser, typ 240, metodą Vickersa przy obciążeniu ok. 1 daN/mm^2 (1 kG/mm^2) i czasie trwania obciążenia 20 s;
- pomiary oporu elektrycznego właściwego ϱ za pomocą aparatury opisanej w pracy [11];
- badania rentgenograficzne próbek metodą dyfraktometryczną na aparacie DRON-1,5 przy zastosowaniu odfiltrowanego

promieniowania anody kobaltowej. Pomiar gęstości impulsów został przeprowadzony za pomocą licznika scyntylacyjnego. Impulsy rejestrowano na taśmie, przy prędkościach kątowych obrotu goniometru wynoszących 0,5°/min. oraz 1°/min. Szybkość przesuwu taśmy wynosiła 600 mm/godz. Zakresy zliczeń: 500, 1000 i 5000 s^{-1}, a stała czasowa 40 lub 80 s;

- t e r m i c z n ą a n a l i z ę r ó ż n i c o w ą próbek stopu AlMg10 za pomocą mikrokalorymetru różnicowego typu L-62 firmy Linseis, przy stosowaniu termopary Pt-Pt /Rh, szybkości przesuwu taśmy 5 mm/min, oraz skoku pisaka 2,5 mm. Próbki były umieszczane w pojemniku platynowym. Bierną próbkę stanowiło aluminium Al99,95.

2.3. Wyniki badań

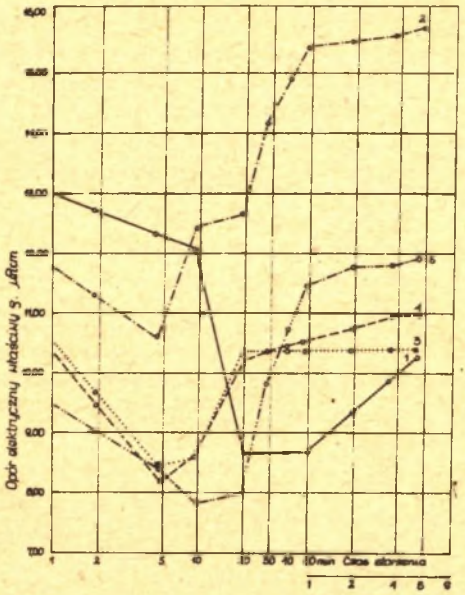
Wyniki pomiarów twardości HV przedstawiono wartościami modalnymi na rys. 2, zaś wyniki pomiarów oporu ϱ przedstawiono także wartościami mo-



Rys. 2. Zmiana twardości HV stopu AlMg10 starzonego w 150°C, w zależności od czasu wytrzymania w temperaturze przesycania 435°C
1 - 60 minut, 2 - 90 minut, 3 - 120 minut, 4 - 150 minut, 5 - 180 minut

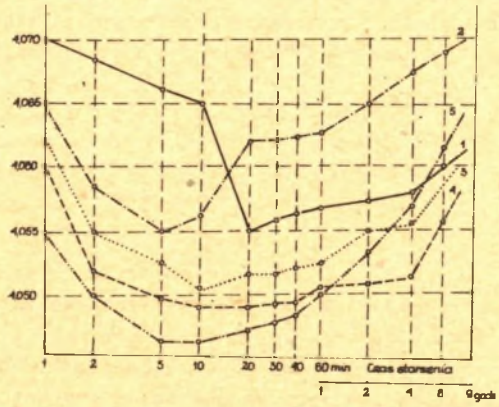
dalny, na rys. 3. Wyniki badań zmian parametru sieci fazy α podczas starzenia w 150°C podano wartościami modalnymi na rys. 4, natomiast jakościowe krzywe termicznej analizy różnicowej DTA w zależności od czasu wytrzymania w temperaturze przesycania pokazano na rys. 5. Przebieg krzywych DTA charakteryzuje:

- dla próbek wytrzymanych przez 60 minut w 435°C występowanie bardzo silnego piku egzotermicznego po ok. 2 min, starzenia oraz słabszych pików po ok. 5,25 oraz 240 min, starzenia. Endotermiczne piki zarysowują się słabo po upływie ok. 3, 10, 40 i 120 minutach starzenia (krzywa 1 - rys. 5);



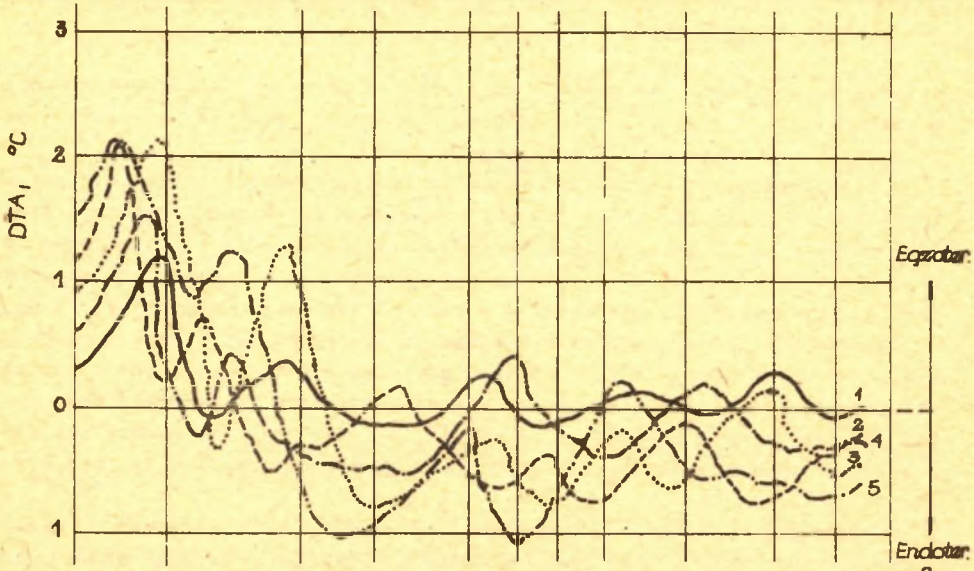
Rys. 3. Zmiana oporu elektrycznego właściwego ϱ stopu AlMg10 starzonego w 150°C, w zależności od czasu wytrzymania w temperaturze 435°C

1 - 60 minut, 2 - 90 minut, 3 - 120 minut, 4 - 150 minut, 5 - 180 minut



Rys. 4. Zmiana parametru sieci fazy α stopu AlMg10 starzonego w 150°C, w zależności od czasu wytrzymania w temperaturze 435°C

1 - 60 minut, 2 - 90 minut, 3 - 120 minut, 4 - 150 minut, 5 - 180 minut



Rys. 5. Przebieg krzywych DTA próbek stopu AlMg10 starzonego w 150°C, w zależności od czasu wytrzymania w 435°C

1 - 60 minut, 2 - 90 minut, 3 - 120 minut, 4 - 150 minut, 5 - 180 minut

- dla próbek wytrzymanych przez 90 minut w temperaturze przesycania obserwuje się bardzo silny pik egzotermiczny po ok. 2 minutach starzenia oraz znacznie słabsze po ok. 3, 30 oraz 120 minutach. Natomiast występują trzy dość silne piki endotermiczne po ok. 10, 60 oraz 240 minutach starzenia (krzywa 2 - rys. 5);
- dla próbek wytrzymanych przez 120 minut w 435° występują dwa mocne piki egzotermiczne po ok. 2 i 5 minutach starzenia oraz bardzo słaby pik po ok. 4 godzinach. Silniejsze piki endotermiczne obserwuje się po ok. 10, 40, 120 oraz 360 minutach starzenia (krzywa 3 - rys. 5);
- w przypadku próbek wytrzymanych przez 150 minut w temperaturze przesycania na krzywej DTA zaznacza się po ok. 1,5 minuty starzenia bardzo silny pik egzotermiczny, a także słabsze dwa piki po ok. 2 i 10 minutach starzenia. W okresie ok. 5, 25, 60 i 240 minut występują znaczne piki endotermiczne (krzywa 4 - rys. 5);
- wytrzymanie próbek przez 180 minut w 435°C powoduje pojawienie się na krzywej DTA po ok. 1,5 minuty starzenia bardzo silnego piku egzotermicznego oraz słabszego po ok. 3 minutach. Po upływie ok. 60 minut starzenia obserwuje się bardzo słaby pik egzotermiczny. Dość silne piki endotermiczne występują po ok. 5, 30 oraz po 120 minutach starzenia (krzywa 5 - rys. 5).

3. Dyskusja wyników badań

Analiza wyników badań pozwala na stwierdzanie wpływu czasu wytrzymania w temperaturze przesycania na przebieg pierwszego stadium starzenia oraz na opracowanie wstępnej hipotezy tego wpływu.

Z przeprowadzonych badań można sądzić, że wytrzymanie przez 60 minut w temperaturze przesycenia nie powoduje zupełnego przesycenia badanego stopu. Wskazuje na to inny przebieg krzywych zmian oporu ϱ, parametru a oraz krzywych DTA po 60 minutowym przesycaniu niż krzywych tych własności po dłuższym czasie wytrzymania w temperaturze przesycania (rys. 3-5).

Obserwowane bardzo powolne zmniejszanie się oporu ϱ oraz parametru sieci a do 10 minut (krzywa 1) jest przypuszczalnie spowodowane także utrudnieniem zaniku wakansów przez ekspansję sieci w następstwie dość dużej różnicy średnic atomów Al i Mg [2, 6]. Hipotezę tę wydaje się potwierdzać istnienie dużego, drugiego piku egzotermicznego na krzywej DTA, (krzywa 1 - rys. 5).

Następujący w okresie 10-20 minut spadek oporu ϱ i parametru sieci a (krzywa 1 - rys. 3 i 4) jest, zgodnie z klasyczną teorią starzenia, wynikiem zaniku wakansów [5, 6, 7, 13]. Dalszy przebieg krzywych zmian twardości HV, oporu ϱ oraz parametru a wskazuje na tworzenie się stref G.P. (krzywa 1 - rys. 2-4). Natomiast nie udało się wyjaśnić przyczyn powstawania pików egzotermicznych i endotermicznych podczas starzenia przyspieszonego od 10 do 360 minut (krzywa 1 - rys. 5).

Przebieg zmian oporu ϱ w trakcie starzenia w 150°C próbek wytrzymanych uprzednio przez 90, 120, 150 i 180 minut w temperaturze 435° jest podobny (krzywa 2, 3, 4 i 5 - rys. 3). Jednak można zauważyć, że w miarę zwiększania czasu wytrzymania w temperaturze przesycania minimum oporu ϱ przesuwa się do dłuższych czasów (rys. 3). Zjawisko to można tłumaczyć wolniejszym zanikiem wakansów, spowodowanym przypuszczalnie utrudnianiem ich dyfuzji w następstwie większego uporządkowania sieci fazy α [5, 6, 13].

Bardzo powolny wzrost oporu ϱ od 40 minut (krzywa 2 i 5), a także od ok. 20 minut (krzywa 3 i 4), prawdopodobnie jest wynikiem ustalania się metastabilnej struktury, tj. stref G.P. [2, 5, 7].

Również przebieg zmian parametru sieci a jest zbliżony do przebiegu zmian oporu (rys. 4). W tym jednak przypadku nie obserwuje się wpływu czasu wytrzymania w temperaturze przesycania na okres wystąpienia minimum parametru a (rys. 4). Nie można wykluczyć przypuszczenia, że na zmiany parametru sieci a ma zakłócający wpływ ekspansja sieci fazy α, spowodowana dość znaczną różnicą średnic atomów Al i Mg [5, 13]. Bardzo wolne zwiększanie się parametru a w trakcie dalszego starzenia przyspieszonego od ok. 5 minut względnie od 10 minut może być również wynikiem wpływu różnicy wielkości atomów Al i Mg [5, 13].

Z analizy krzywych 2-5 zmian parametru a wynika jednak, że w okresie do 6 godzin starzenia nie powstają jeszcze strefy G.P. w badanym stopie [5, 9, 10, 13].

Powyższą hipotezę wydaje się potwierdzać przebieg krzywych DTA (rys. 5). Jakkolwiek nie udało się jeszcze jednoznacznie zidentyfikować całego przebiegu tych krzywych, za wyjątkiem pierwszych dwóch pików egzotermicznych, związanych z zanikiem wakansów i ekspansją sieci fazy α, te pojawienie się wielu egzotermicznych i endotermicznych pików wskazuje na nieustalenie się w okresie do 6 godzin nawet stanu metastabilnej równowagi, [14, 15-21]. Najbliżej stanu równowagi są prawdopodobnie próbki wytrzymane przez 3 godziny w 435°C. Przypuszczenie to wydaje się też potwierdzać przebieg krzywej 5 od 2 godzin starzenia, charakteryzujący się niewielkimi zmianami (rys. 5) [15-18].

4. Wnioski

Na podstawie wyników przeprowadzonych badań oraz ich dyskusji sformułowano następujące wnioski:

1. Potwierdzona została hipoteza wpływu czasu wytrzymania w temperaturze przesycania na przebieg pierwszego stadium starzenia przyspieszonego stopu AG10.
2. Jednorodny roztwór stały uzyskuje się przypuszczalnie po dłuższym czasie wytrzymania, tj. po minimum 2 godzinach.
3. W pierwszym okresie starzenia zaznacza się wyraźnie wpływ ekspansji sieci fazy α, spowodowany różnicę średnic atomów Al i Mg. Wpływ ten jest bardziej wyraźny w przypadku próbek o krótszym czasie wytrzymania w 435°C.
4. W pierwszym stadium starzenia przypuszczalnie nie tworzą się jeszcze strefy G.P.

LITERATURA

[1] Tokarski M.: Wiadomości Hutnicze, 32, 1976, 4. 134-137.

[2] Marc van Lancker: Metallurgy of Aluminium Alloys. Clarendon Press. London 1967.

[3] Malcew M.W.: Mietałłografia promyszlennich cwietnich mietałłow i spławow. Mietałłurgizdat. Moskwa 1970.

[4] Bujnow N.W.: Mietałłowiedienije aluminiewich spławow. Mietałłurgizdat. Moskwa 1970.

[5] Kimura H., Maddin R.: Quench hardening in metals. North-Holland Publ. Comp. Amsterdam 1971.

[6] Altenpohl D.: Aluminium und Aluminiumlegierungen. Springer Verlag. Berlin 1967.

[7] Kołobnjew W.: Termiczeskaja obrabotka aluminjewich spławow. Mietałłurgizdat. Moskwa 1961.

[8] Praca zbiorowa: Aluminium - poradnik. WNT. Warszawa 1968.

[9] Cordier H., Detert K.: Z.f. Mettkde. 52. 1961, 11. 821.

[10] Thomas L.: Z.f. Mettkde. 54. 1963. 11. 605.

[11] Tokarski M.: Zeszyty Naukowe WSI w Opolu. 1972. 2. 95-108.

[12] Feller-Kniepmeier M., Detert K., Thomas L.: Z.f. Mettkde. 55. 1964. 2. 83-87.

[13] Druyvesten M.J.: Acta Metallurgica. 21. 1973. 4. 471-478.

[14] Stoch L.: Fizykochemiczne podstawy interpretacji wyników termicznej analizy różnicowej. PAN. Komisja Nauk Mineralogicznych. Prace Mineralogiczne 7. Wyd. Geologiczne. Warszawa 1967.

[15] Mackenzie R.C.: Differential Thermal Analysis. Vol. 2 London 1972.

[16] Simon J.: Journal of thermal analysis. 5. 1973. 271-284.

[17] Schultze D.: Termiczna analiza różnicowa (tłum. z niem.). PWN. Warszawa 1974.

[18] Satara V.: Journal of thermal analysis. 5. 1973. 217-226.

[19] Ozawa T.: Journal of thermal analysis. 2. 1970. 301-324.

[20] Skvara F., Šatava V.: Journal of thermal analysis. 2. 1970. 325-355.

[21] Jao Ho Bae: Journal of thermal analysis. 4. 1972. 261-269.

[22] Praca zbiorowa: Atlas of thermoanalytical Curves. G. Liptay. Budapest 1973.

ВЛИЯНИЕ ВРЕМЕНИ ПРЕСЫЩЕНИЯ НА ПЕРВОЕ СТАДИЯ СТАРЕНИЯ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА AlMg 10

Р е з ю м е

Представлено вкратце современное состояние исследований над влиянием времени и температуры пресыщения на процесс первого стадия ускоренного старения сплава AlMg 10. Передано результаты вступительных, сообственных исследований над влиянием времени пресыщения - на изменения некоторых свойств испытаемого сплава в течение уокоренного старения. Получены результаты подвергнуто обстоятельной дискусси , сравнивают её с данными из других научных работ.

THE INFLUENCE OF PRECIPITATION TIME ON THE FIRST STAGE OF AGE HARDENING OF ALUMINIUM ALLOY AlMg10

S u m m a r y

Present existent opinions on influence of the precipitation time and temperature on accelerated ageing first stage of aluminium alloy AlMg10. Have been put in evidence the results of preliminary researches about the influence of precipitation time on the change same properties of this alloy during accelerated ageing. Results abtained have been put in discussion comparated besides with technical literature data.