

Wpływ długotrwałego wyżarzania ujednorodniającego na mikrostrukturę i właściwości stopu aluminium 6066

Grażyna Mrówka-Nowotnik*, Jan Sieniawski, Małgorzata Wierzbińska
Andrzej Nowotnik

Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa, Politechnika Rzeszowska, *mrowka@prz.edu.pl

Influence of long-lasting solution annealing on the microstructure and properties of aluminum alloy 6066

The microstructure evolution and changes on the mechanical properties of aluminum alloy 6066 and its homogenization process were investigated. Therefore, the alloy was heat treated at temperature of 565°C for 3, 5, 10, 24, 48 and 72 h and this allowed to determine the influence of holding time on the morphology of microstructure constituents and mechanical properties of the examined 6066 alloy. The microstructure evolution were investigated by light microscope and scanning electron microscope. The results show that the main constituent phase in the alloy — plate-like and needle-like dispersoid of Al_3FeSi transformed during homogenization process into spheroidal in shape $Al(FeMn)Si$ phase. Additionally, the following primary phases formed during crystallization: precipitates of silicon and eutectic phases with addition of copper — $Q-Al_3Cu_2Mg_8Si_6$ and $\theta-Al_2Cu$ were not visible, meaning they completely dissolved in the matrix of $\alpha-Al$. However, primary precipitates of Mg_2Si were being dissolved partially and the remnants of these precipitates with the shape of “chinese script” turn their shape into spheroidal after being heat treated for 48 hours.

Key words: 6066 aluminium alloy, homogenizing, microstructure, mechanical properties.

W pracy przeprowadzono długotrwałe wyżarzanie ujednorodniające w temperaturze 565°C przez 3, 5, 10, 24, 48 i 72 h i określono wpływ temperatury i czasu wyżarzania na zmiany morfologii mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopu aluminium 6066. Ewolucję morfologii składników fazowych mikrostruktury obserwowano za pomocą mikroskopu świetlnego oraz skaningowego mikroskopu elektronowego. Stwierdzono, że podczas wyżarzania ujednorodniającego płytkowe i iglaste cząstki fazy Al_3FeSi uległy przemianom w sferoidalne cząstki fazy $Al(FeMn)Si$. Powstałe podczas procesu krystalizacji stopów pierwotne wydzielania krzemu oraz eutektycznych faz z zawartością miedzi — $Q-Al_3Cu_2Mg_8Si_6$ i $\theta-Al_2Cu$ ulegają całkowitemu rozpuszczeniu. Natomiast pierwotne cząstki fazy Mg_2Si ulegają częściowemu rozpuszczeniu, a pozostałe, nierozpuszczone cząstki tej fazy zmieniają swój kształt od „chińskiego pisma” w stanie lanym do sferoidalnych po wyżarzeniu przez 48 h.

Słowa kluczowe: stop aluminium 6066, wyżarzanie ujednorodniające, mikrostruktura, właściwości mechaniczne.

1. WPROWADZENIE

Powszechne stosowanie stopów aluminium jako materiałów konstrukcyjnych sprawia, że uzyskanie prognozowanych właściwości użytkowych stanowi ważne zagadnienie metaloznawcze i technologiczne [1÷6]. Kształtowanie właściwości stopów aluminium do przeróbki plastycznej polega na ciągłej kontroli zmiany składu fazowego i morfologii składników mikrostruktury w procesach technologicznych [7÷15]. Proces wytwarzania elementów konstrukcyjnych składa się z wielu zabiegów technologicznych (rys. 1) w różnym stopniu oddziałujących na materiał: fizycznych (odkształcanie — walcowanie, wyciskanie) i cieplnych (ujednorodnienie — wyżarzanie, starzenie) [7÷14]. „Odpowiedź” mikrostruktury materiału na te oddziaływania jest już wstępnie determinowana parametrem niezależnym — składem chemicznym (dwie grupy składników: dodatków stopowych, np.: Mg i Si oraz domieszki: metale przejściowe: Fe, Mn, Cr, Zr) [7, 8, 11].

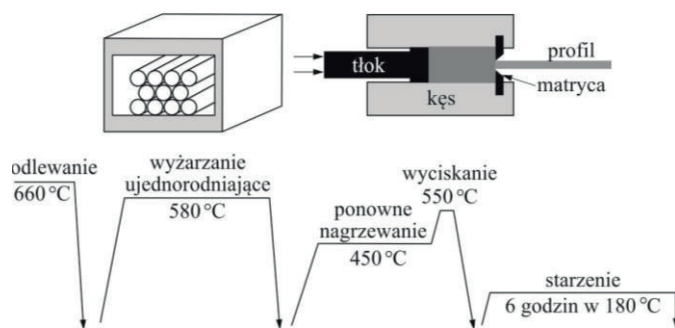
W stopach aluminium grupy 6xxx występują dwa rodzaje składników fazowych mikrostruktury: niekoherentne, duże wydzielania cząsteczek faz międzymetalicznych na ogół zawierających Si i metale przejściowe: Fe, Mn, Cr, Zr oraz dyspersyjne wydzielania faz umacniających zawierających Si oraz Mg o różnym stopniu koherencji z osnową. Stan mikrostruktury decydujący w efekcie końcowym o uzyskaniu założonych właściwości mechanicznych jest kształtowany w interakcji oddziaływania stosowanych warunków cieplnych i mechanicznych w każdym etapie procesu technologicznego.

Morfologię dużych wydzieleni zawierających atomy metali przejściowych determinują głównie warunki wysokotemperaturowej obróbki cieplnej — ujednorodniania. Natomiast mikrostruktura i dyspersja wydzieleni umacniających kształtowana jest podczas starzenia, czyli niskotemperaturowej obróbki cieplnej [1, 4, 5].

Wyżarzanie ujednorodniające stopów aluminium grupy 6xxx przeprowadza się, wygrzewając wlewki/próbki przez kilka godzin w temperaturze od 530 do 600°C w zależności od składu chemicznego stopów. Przyjmuje się, że w trakcie wysokotemperaturowej obróbki cieplnej, np.: wyżarzania ujednorodniającego, powinny zostać ukształtowane następujące cechy materiału:

- jednorodne rozmieszczenie pierwiastków stopowych w osnowie,
- rozpuszczenie niskotopliwej eutektyki $Si + Mg_2Si$,
- uzyskanie optymalnej morfologii wydzieleni faz międzymetalicznych zawierających metale przejściowe Fe, Mn, Cr, Zr.

Ponieważ około 80% rocznej produkcji wyciskanych wyrobów aluminiowych jest wykonane ze stopów $AlMgSi$, wyżarzanie



Rys. 1. Schemat kolejności oddziaływań cieplnych i mechanicznych podczas wytwarzania profili wyciskanych ze stopów Al

Fig. 1. Scheme sequence thermal and mechanical effects during the manufacture of profiles of extruded aluminum alloy

ujednorodniające stanowi bardzo ważny zabieg w procesie produkcyjnym. W pracy przeprowadzono długotrwałe wyżarzanie ujednorodniające i określono wpływ temperatury i czasu wyżarzania na zmiany morfologii mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopu aluminium 6066.

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiał do badań stanowił techniczny stop aluminium 6066 przeznaczony do przeróbki plastycznej. Skład chemiczny stopu przedstawiono w tabeli 1.

Wyżarzanie ujednorodniające stopu prowadzono w piecu oporowym w temperaturze 565°C przez 3, 5, 10, 24, 48 i 72 h. Stop po wytrzymaniu przez odpowiedni czas w temperaturze wyżarzania chłodzono na powietrzu.

Obserwacje mikrostruktury stopu prowadzono za pomocą mikroskopu świetlnego Nikon Epiphot 300 oraz elektronowego mikroskopu skaningowego S-3400N Hitachi z systemem EDS do mikroanalizy rentgenowskiej. Obserwacje mikrostruktury prowadzono na próbkach trawionych zmodyfikowanym odczynnikiem Kellera o składzie chemicznym: 2 cm³ HF + 3 cm³ HCl + 20 cm³ HNO₃ + 175 cm³ H₂O. Skład chemiczny cząstek faz międzymetalicznych ustalono metodą punktowej mikroanalizy rentgenowskiej EDS. Do oceny morfologii składników fazowych mikrostruktury stosowano technikę głębokiego trawienia pozwalającą na selektywne rozpuszczenie osnowy stopu. Trawienie prowadzono w roztworze 10% NaOH w wodzie destylowanej w temperaturze 70°C + neutralizacja w 4% roztworze HNO₃ w alkoholu etylowym. Próbkę po trawieniu płukano w wodzie destylowanej i alkoholu etylowym.

Pomiar twardości stopu 6066 po różnym czasie wyżarzania ujednorodniającego wykonano za pomocą twardościomierza Instron Wolpert sposobem Brinella (obciążenie 49 N, kulka ø2,5 mm).

3. WYNIKI BADAŃ I ICH DYSKUSJA

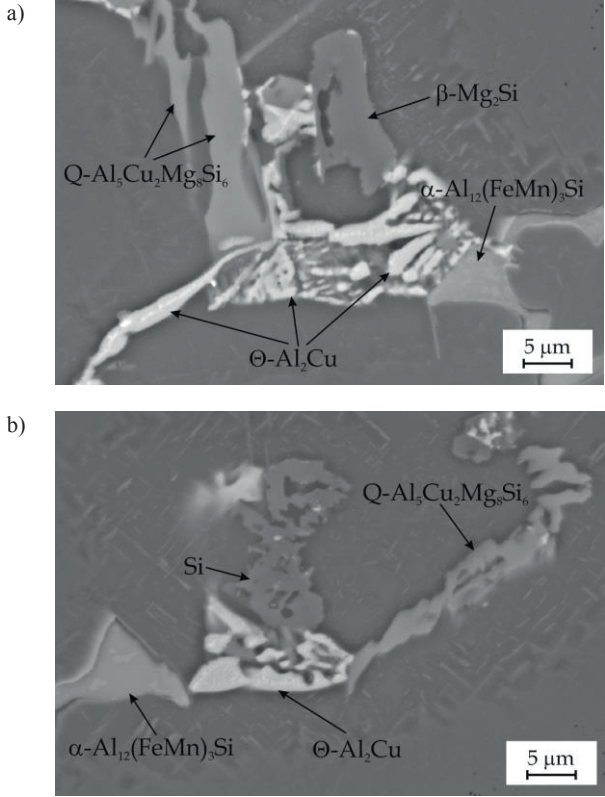
Na podstawie obserwacji mikrostruktury stopu 6066 w stanie lanym stwierdzono obecność cząstek faz β-Mg₂Si, β-Al₃FeSi i α-Al₁₂(FeMn)₃Si, wydzieleni faz bogatych w miedź, głównie Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆ i θ-Al₂Cu oraz kryształów wolnego krzemu (rys. 2).

Ewolucję morfologii składników fazowych mikrostruktury podczas wyżarzania ujednorodniającego w temperaturze 565°C przez 3, 5, 10, 24, 48 i 72 h przedstawiono na rysunkach 3÷7. Stwierdzono, że podczas wyżarzania płytkowe i iglaste cząstki fazy β-Al₃FeSi uległy przemianom w sferoidalne cząstki fazy α-AlFeSiMn. Wytworzone podczas krystalizacji stopu pierwotne kryształy wolnego krzemu oraz cząstki faz eutektycznych z zawartością miedzi θ-Al₂Cu i Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆ uległy całkowitemu rozpuszczeniu w roztworze stałym α-Al (rys. 3).

Magnez i krzem wchodzące w skład pierwotnych wydzieleni fazy β-Mg₂Si uległy częściowemu rozpuszczeniu zgodnie z pseudopodwójnym układem równowagi fazowej Al-Mg₂Si [3]. Maksymalna rozpuszczalność fazy Mg₂Si w aluminium wynosi 1,85% w temperaturze eutektycznej i zmniejsza się z obniżaniem temperatury [3]. Stwierdzono, że rozpuszczalność fazy β w roztworze stałym α-Al jest szczególnie intensywna podczas pierwszych kilku godzin wyżarzania ujednorodniającego (3÷10 h). Wydłużenie czasu wyżarzania nie zwiększa rozpuszczalności fazy β-Mg₂Si — roztwór nasycony (rys. 4). Dłuższy czas wyżarzania ujednorodniającego w temperaturze 565°C powoduje zmianę kształtu cząstek fazy β-Mg₂Si nierozpuszczonych w roztworze stałym α-Al od bardzo złożonego, podobnego do „chińskiego pisma” w stanie lanym, poprzez zaokrąglenie ich krawędzi aż do sferoidalnych po 48 h wyżarzania (rys. 3 i 5). Mikrostruktura stopów aluminium grupy 6xxx po wyżarzaniu ujednorodniającym jest podatna na odkształcania plastyczne.

Tabela 1. Skład chemiczny badanego stopu aluminium 6066
Table 1. Chemical composition of the investigated 6066 alloy

Zawartość pierwiastków stopowych, %mas						
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Al
1,51	0,18	0,95	0,83	1,33	0,05	reszta



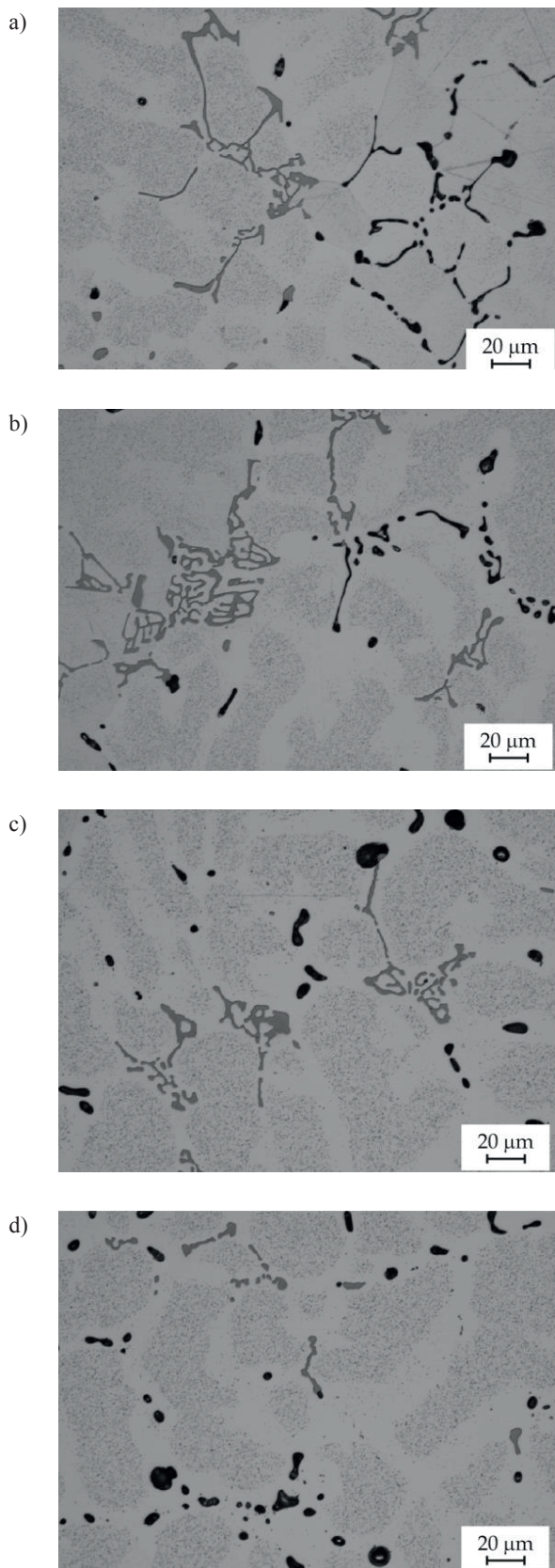
Rys. 2. Mikrostruktura stopu 6066 w stanie lanym
Fig. 2. As-cast microstructure of 6066 alloy

Obserwacje mikrostruktury próbek głęboko trawionych w stanie lanym oraz ujednorodnionym prowadzone za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego umożliwiły uzyskanie pseudo-przestrzennego obrazu cząstek faz międzymetalicznych, a także ustalenie zmiany ich morfologii podczas wyżarzania ujednorodniającego (rys. 6). Kształt cząstek czteroskładnikowej fazy α-AlFeSiMn ulega zmianie wraz ze zwiększaniem czasu wyżarzania (rys. 6). Cząstki mają najczęściej kształt „chińskiego pisma” o ostrych krawędziach w stopie w stanie lanym (rys. 6a, d).

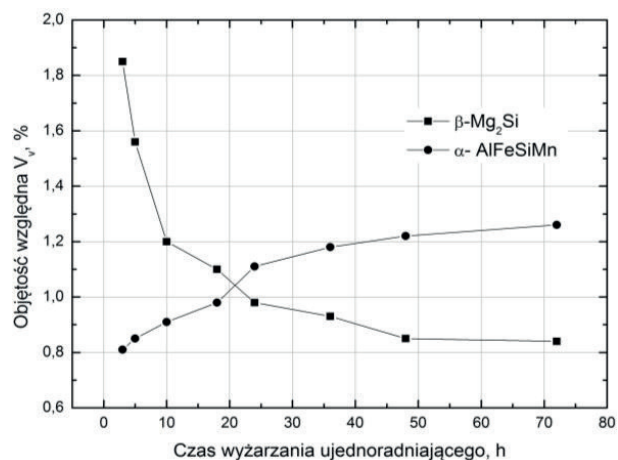
Podczas wyżarzania obserwowano zaokrąglenie krawędzi cząstek faz międzymetalicznych oraz ich sferoidyzację (rys. 6b, e). Cząstki fazy α-AlFeSiMn przybierały kształt wielościanów po wyżarzaniu przez 72 h (rys. 6c,f).

Zmiany jakościowe składników fazowych mikrostruktury stopu 6066 pod wpływem wyżarzania ujednorodniającego stwierdzono także za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego (rys. 7).

Pomiary twardości stopu 6066 potwierdziły obserwacje mikroskopowe. Początkowe zwiększenie twardości w czasie wyżarzania ujednorodniającego wynika z rozpuszczenia się w roztworze stałym atomów magnezu i krzemu wchodzących w skład pierwotnych wydzieleni fazy β-Mg₂Si. Największy wzrost twardości obserwowano w czasie pierwszych dziesięciu godzin wyżarzania ujednorodniającego. Po tym czasie twardość ustaliła się na poziomie ~98 HB i dalsze wyżarzanie nie wpłynęło na zmianę twardości badanego stopu (rys. 8).

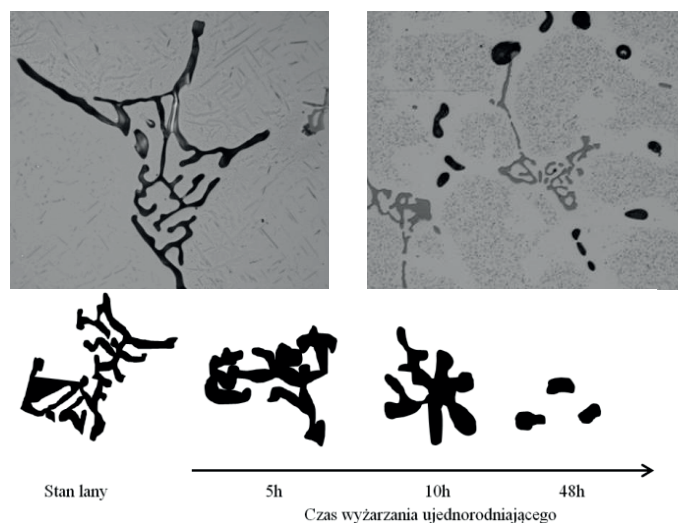


Rys. 3. Mikrostruktura stopu 6066 po wyżarzaniu ujednorodniającym w temperaturze 565°C przez: a) 3, b) 5, c) 48, d) 72 h
 Fig. 3. Microstructure of 6066 alloy after homogenization in temperature 565°C during: a) 3, b) 5, c) 48, d) 72 h



Rys. 4. Wpływ czasu wyżarzania ujednorodniającego stopu 6066 w temperaturze 565°C na objętość względną pierwotnych wydzieleni faz międzymetalicznych

Fig. 4. Effect of alloy 6066 solution annealing at 565°C at a relative volume of the original intermetallic precipitates

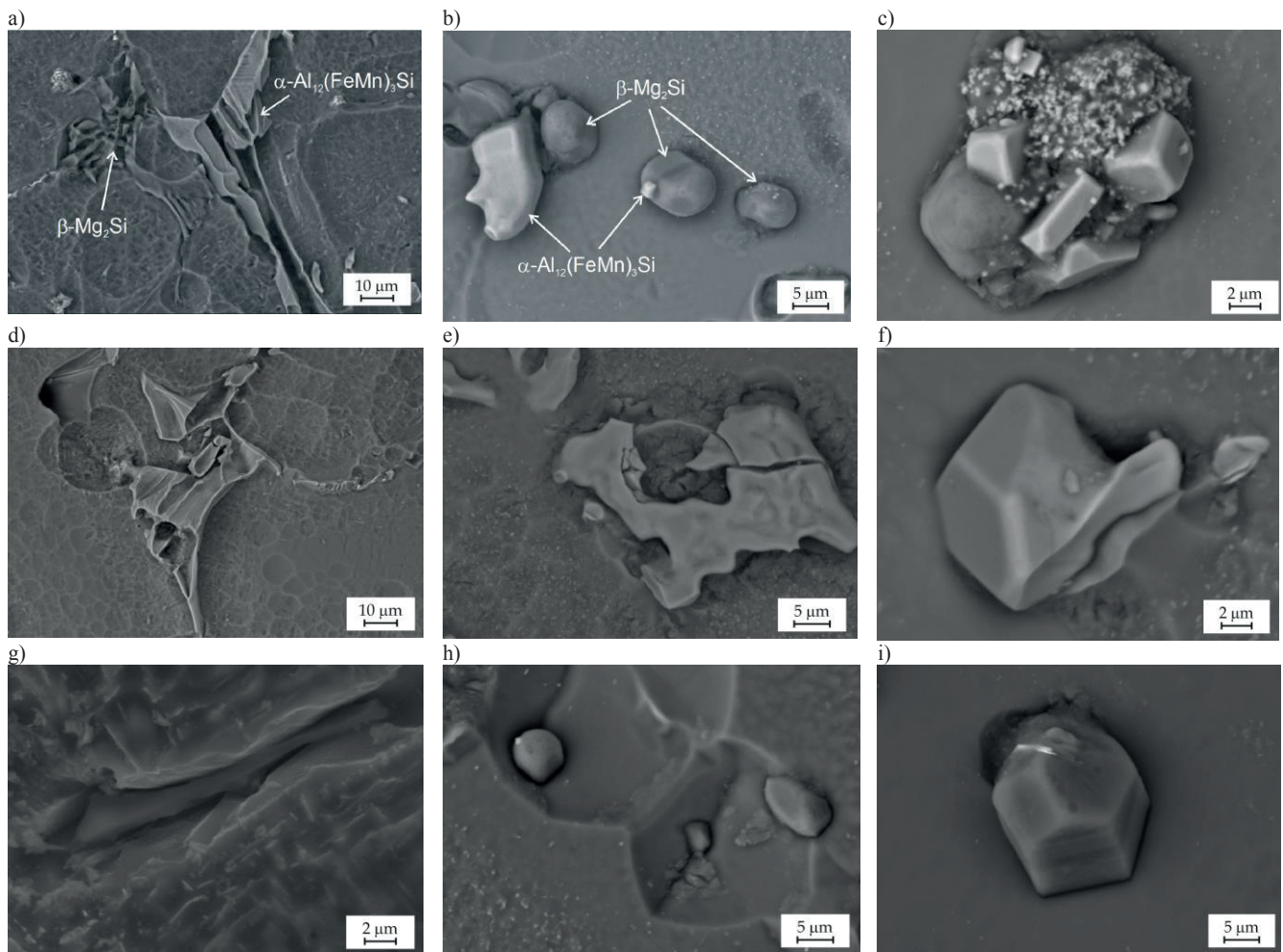


Rys. 5. Schemat zmiany morfologii wydzieleni fazy β -Mg₂Si w zależności od czasu wyżarzania ujednorodniającego

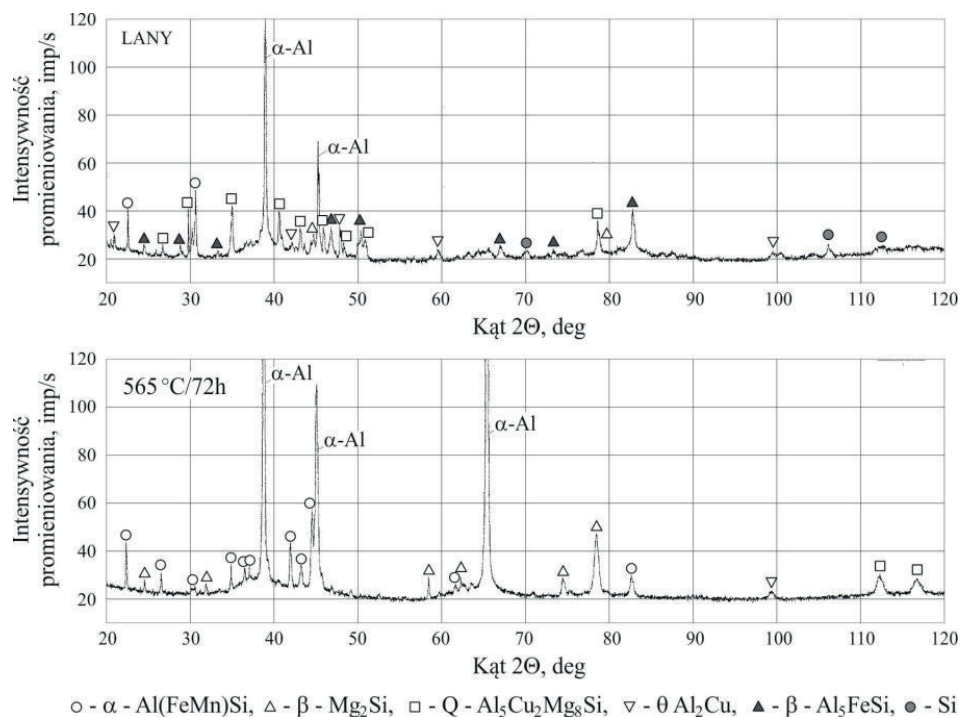
Fig. 5. Scheme of morphological changes of β -phase Mg₂Si precipitates versus time solution annealing

4. WNIOSKI

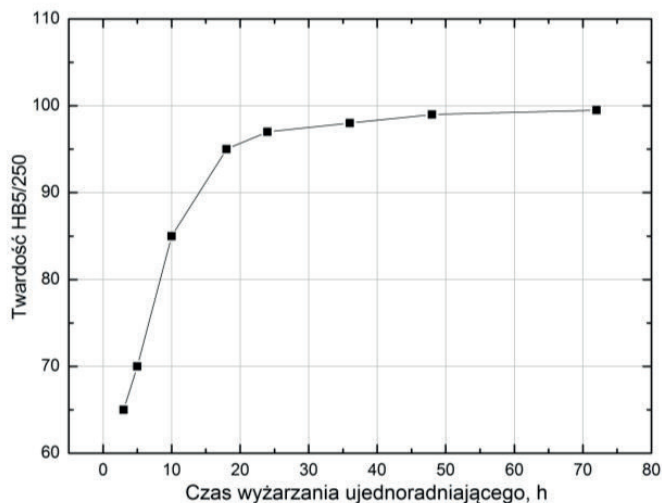
Na podstawie uzyskanych wyników badań ustalono, że płytkowe i iglaste cząstki fazy Al₃FeSi uległy przemianom w sferoidalne cząstki fazy Al(FeMn)Si podczas wyżarzania ujednorodniającego w temperaturze 565°C już po czasie od 5 do 10 h. Powstałe podczas procesu krystalizacji stopów pierwotne wydzieliska krzemu oraz eutektycznych faz z zawartością miedzi Q -Al₅Cu₂Mg₈Si₆ i θ -Al₂Cu ulegają całkowitemu rozpuszczeniu. Ustalono, że pierwotne cząstki fazy Mg₂Si ulegają częściowemu rozpuszczeniu zgodnie z układem równowagi fazowej Al-Mg₂Si. Ustalono, że rozpuszczalność cząstek fazy β w roztworze stałym α -Al najintensywniej przebiega w ciągu pierwszych kilku godzin wyżarzania ujednorodniającego



Rys. 6. Morfologia cząstek faz międzymetalicznych po wyżarzaniu ujednorodniającym stopu 6066 w temperaturze 565°C: a)÷c) faza β - Mg_2Si i α - $AlFeSiMn$, d)÷f) faza α - $AlFeSiMn$, g)÷i) faza β - Mg_2Si
 Fig. 6. The morphology of the particles of intermetallics after solution annealing, the alloy 6066 at 565°C: a)÷c) β -phase Mg_2Si and α - $AlFeSiMn$, d)÷f) phase α - $AlFeSiMn$, g)÷i) β -phase Mg_2Si



Rys. 7. Dyfraktogram rentgenowski stopu 6066: a) stan lany, b) po wyżarzaniu ujednorodniającym w temperaturze 565°C/72 h
 Fig. 7. X-ray diffraction pattern of the alloy 6066: a) the state cast, b) after solution annealing at 565°C/72 h



Rys. 8. Wpływ czasu wyżarzania ujednordniającego na twardość HB stopu 6066

Fig. 8. Effect of homogenization on the HB hardness of 6066 alloy

(3÷10 h). Ze zwiększeniem czasu wyżarzania ujednordniającego pozostałe, nierozpuszczone cząstki pierwotnej fazy Mg_2Si zmieniają swój kształt od „chińskiego pisma” w stanie lanym do sferoidalnych po wyżarzaniu przez 48 h. Dalsze wyżarzanie nie powoduje już zmian morfologii wydzielen fazy międzymetalicznych.

LITERATURA

- [1] Mrówka-Nowotnik G., Sieniawski J.: Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminium

- alloys. Journal of Materials Processing Technology 162-163 (2005) 367÷372.
- [2] Sha G., O'Reilly K., Cantor B., Hamerton R., Worth J.: Effect of grain refiner on intermetallic phase formation in directional solidification of 6xxx series wrought Al alloy. Materials Science Forum 331-337(2000) 253÷258.
- [3] Mrówka-Nowotnik G.: Rola składników fazowych w kształtowaniu mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopów aluminium grupy 6xxx. Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów (2012).
- [4] Usta M., Glicksman M. E., Wright R. N.: The effect of heat treatment on Mg_2Si coarsening in aluminum 6105 alloy. Metallurgical and Materials Transaction A 35A (2004) 435÷438.
- [5] Marioara C. D., Andersen S. J., Janse J., Zandbergen H. W.: The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β'' phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy. Acta Materialia 51 (2003) 789÷796.
- [6] Cabibbo M., Spigarelli S., Evangelista E.: A TEM investigation on the effect of semisolid forming on precipitation processes in an Al-Mg-Si alloy. Materials Characterisation 49 (2003) 193÷202.
- [7] Claves S. R., Elias D. L., Misiolok W. Z.: Analysis of the intermetallic phase transformation occurring during homogenization of 6xxx aluminum alloys. Materials Science Forum 396-402 (2002) 667÷674.
- [8] Totik Y., Sadeler R., Kaymaz I., Gavali M.: The effect of homogenization treatment on cold deformations of AA 2014 and AA6063 alloys. Journal of Materials Processing Technology 147 (2004) 60÷64.
- [9] Richert J., Woźnicka J., Richert M., Stec Z., Chwistek J., Bronicki M.: Wpływ warunków homogenizacji na podatność do wyciskania stopu PA38 w stanie T5. Rudy i Metale 43 (5) (1998) 223÷231.
- [10] Bronicki M., Łatkowski A., Gryziecki J.: Wpływ sposobu homogenizacji na właściwości stopu AlMgSi. Rudy i Metale 43 (7) (1988) 334÷337.
- [11] Wu Y., Xiong J., Lai R., Zhang X., Guo Z.: The microstructure evolution of an Al-Mg-Si-Mn-Cu-Ce alloy during homogenization. Journal of Alloys and Compounds 475 (2009) 332÷338.
- [12] Tanihata H., Sugawara T., Matsuda K., Ikeno S.: Effect of casting and homogenizing treatment conditions on the formation of Al-Fe-Si intermetallic compounds in 6063 Al-Mg-Si alloys. Journal of Materials Science 34 (1999) 1205÷1210.
- [13] Samaras S. N., Haidemenopoulos G. N.: Modelling of microsegregation and homogenization of 6061 extrudable Al-alloy. Journal of Materials Processing Technology 194 (2007) 63÷73.
- [14] Cai M., Robson J. D., Lorimer G. W., Parson N. C.: Simulation of the casting and homogenization of two 6xxx series alloys. Materials Science Forum 396-402 (2002) 209÷214.
- [15] Christian J. W.: The theory of transformations in metals and alloys. Pergamon Press, Oxford, Anglia (1995).