

Katedra Przeróbki Plastycznej i Metaloznawstwa Metali Nieżelaznych

PRACA DOKTORSKA

mgr inż. Agata Woźnicka

Określenie warunków technologicznych intensywnego przesycenia stopu AlCu4MgSi z temperatur przeróbki plastycznej na gorąco

Promotor: prof. dr hab. inż. Jan Richert

Kraków 2012

Składam serdeczne podziękowania promotorowi niniejszej pracy, Panu Profesorowi Janowi Richertowi za konsultacje, cenne wskazówki oraz poświęcony mi czas.

Uprzejmie dziękuję Panom Profesorom Henrykowi Dybcowi oraz Ludwikowi Błażowi za udostępnienie stanowisk badawczych do realizacji eksperymentów.

Za pomoc w czasie realizacji badań oraz poświęcony mi czas szczególnie dziękuję Pani Doktor Annie Kuli oraz Panom Doktorom Tomaszowi Tokarskiemu i Grzegorzowi Włochowi.

Serdecznie dziękuję Panu Doktorowi Marianowi Bronickiemu za życzliwe dyskusje i cenne uwagi.

Panu Profesorowi Tadeuszowi Knychowi bardzo dziękuję za wszelką pomoc oraz wsparcie finansowe w czasie realizacji niniejszej pracy.

Agata Woźnicka

Spis treści

Streszczenie	1
Abstract	3
Wprowadzenie	5
1. Stan zagadnienia	7
1.1. Charakterystyka stopów serii 2xxx	7
1.2. Homogenizacja wlewków ze stopów serii 2xxx przeznaczonych do wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy	10
1.3. Wyciskanie i przesycanie wyrobów ze stopów serii 2xxx przeznaczonych na stan T5	14
1.4. Wydzielanie z przesyconych roztworów stałych w stopach serii 2xxx	23
1.5. Krytyczna analiza stanu zagadnienia	26
2. Badania własne	28
2.1. Cel pracy	28
2.2. Teza pracy	28
2.3. Sposób realizacji badań własnych	30
2.3.1. Metodyka I etapu badań eksperymentalnych	32
2.3.2. Metodyka II etapu badań eksperymentalnych	34
2.3.3. Metodyka III etapu badań eksperymentalnych	35
2.4. Wyniki badań własnych	36
2.4.1. Badania maksymalnego stopnia przesycenia stopu AlCu4SiMg z temperatury przeróbki plastycznej na gorąco z zastosowaniem homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym	36
2.4.1.1. Mikrostruktura wlewka przed oraz po homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym	36
2.4.1.2. Identyfikacja cząstek faz	39

	2.4.1.3. Badania twardości wlewka przed oraz po homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym	43
	2.4.1.4. Próby ściskania w wysokiej temperaturze (450 - 500°C)	43
	2.4.1.5. Badania twardości w stanach T5 i T6	45
	2.4.1.6. Badania mikrostruktury w stanach T5 i T6	49
2.4.2.	Badania maksymalnego stopnia rozpuszczenia składników stopowych stopu AlCu4SiMg oraz dobór najkorzystniejszej temperatury homogenizacji	50
	2.4.2.1. Mikrostruktura stopu chłodzonego w wodzie z temperatury homogenizacji 490, 500 i 510°C	50
	2.4.2.2. Badania twardości po homogenizacji w zmiennych warunkach i chłodzeniu w wodzie	52
2.4.3.	Badania maksymalnego stopnia przesycenia stopu AlCu4SiMg z temperatury przeróbki plastycznej na gorąco z zastosowaniem homogenizacji wysokotemperaturowej	53
	2.4.3.1. Mikrostruktura stopu po wysokotemperaturowej homogenizacji	54
	2.4.3.2. Badania twardości po wysokotemperaturowej homogenizacji	55
	2.4.3.3. Próby ściskania w wysokiej temperaturze (500°C)	57
	2.4.3.4. Badania twardości w stanach T5 i T6	58
	2.4.3.5. Badania mikrostruktury w stanach T5 i T6	59
2.5. Anali	za wyników	61
Wnioski		68
Literatura		69
Spis rysunkć	ów	75
Spis tablic		79

Streszczenie

W niniejszej pracy podjęto próbę uzyskania takich własności wysokoskładnikowego stopu 2014 po bezpośrednim przesyceniu z temperatury odkształcenia plastycznego na gorąco i starzeniu sztucznym (stan T5) jakie osiąga się po konwencjonalnym przesyceniu i starzeniu sztucznym (stan T6). Badano wpływ warunków homogenizacji i odkształcenia na gorąco na twardość i mikrotwardość stopu oraz na zawartość głównych składników stopowych (biorących udział w utwardzeniu wydzieleniowym) we wnętrzach ziarn osnowy.

Wykonano badania eksperymentalne składające się z trzech etapów. W pierwszym etapie materiał poddano homogenizacji z zastosowaniem temperatury i czasu wygrzewania obecnie stosowanych w warunkach przemysłowych (490°C, 12 h). Badano wpływ szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji oraz temperatury ściskania (w zakresie 450 - 500°C) na gorąco na twardość i mikrotwardość stopu po przesycaniu bezpośrednio z temperatury odkształcenia i starzeniu sztucznym. Starzenie sztuczne przeprowadzono w warunkach stosowanych w praktyce przemysłowej tj. w temperaturze 175°C przez 10 h. Dla porównania wykonano również badania twardości i mikrotwardości próbek homogenizowanych i odkształcanych w tych samych warunkach, jednak poddanych konwencjonalnemu przesyceniu przed starzeniem. Na podstawie badań stwierdzono, że zwiększanie szybkości chłodzenia stopu 2014 z temperatury homogenizacji przyczynia się do wzrostu twardości i mikrotwardości stopu w stanie T5, a wzrost ten jest tym większy im wyższa jest temperatura odkształcenia. Dla dwóch najwyższych szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji (335, 8200°C/h) i najwyższej badanej temperatury odkształcenia (500°C) uzyskano zrównanie mikrotwardości stopu dla stanów T5 i T6 na poziomie około 160 µHV. Uzyskano również wysoka twardość w stanie T5 wynoszaca 152 HV jednak nieco mniejszą niż w stanie T6 (162 HV).

W drugim etapie przeprowadzono badania wpływu temperatury i czasu homogenizacji na twardość i mikrotwardość stopu. Stwierdzono, iż po wysokotemperaturowej homogenizacji, chłodzeniu w wodzie i starzeniu sztucznym otrzymano wyższą twardość i mikrotwardość stopu w porównaniu z warunkami stosowanymi w przemyśle. Ustalono, że zastosowanie wysokiej temperatury homogenizacji wynoszącej 510°C pozwala osiągnąć wyższą zawartość miedzi w ziarnach osnowy niż po homogenizacji w temperaturze 490°C, również przy skróconym z 12 do 4 h czasie wygrzewania.

W oparciu o uzyskane wyniki, w trzecim etapie wykonano homogenizację wysokotemperaturowa (510°C) ze standardowym i skróconym czasem wygrzewania (12 i 4 h) oraz zróżnicowaną szybkością chłodzenia. Tak przygotowany materiał poddano ściskaniu w temperaturze 500°C i przesyceniu. Po starzeniu sztucznym (175°C, 10 h), wykonano badania twardości i mikrotwardości w stanie T5. Analogicznie jak w pierwszym etapie, badaniom poddano również materiał po wysokotemperaturowej homogenizacji w stanie T6. Uzyskano wyższą twardość (160 HV), a niższą mikrotwardość (150 µHV) w stanie T5 w porównaniu z wartościami uzyskanymi po homogenizacji standardowej. Natomiast badania składu chemicznego osnowy wykazały, że homogenizacja w temperaturze 510°C i odkształcenie w temperaturze 500°C spowodowały zwiekszenie zawartości Cu we wnętrzach ziarn w stosunku do homogenizacji konwencjonalnej. Wobec powyższego wykonano dodatkowe, wstępne badania starzenia tego materiału. Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono potrzebę modyfikacji warunków starzenia w przypadku materiału poddanego wysokotemperaturowej homogenizacji, a następnie bezpośredniemu przesyceniu z temperatury odkształcenia plastycznego na goraco (stan T5).

Abstract

The aim of the research described in this thesis was obtaining such high mechanical properties of high-alloyed 2014 alloy after solution heat treatment directly from hot working temperature and artificial ageing (in the T5 temper), as comparable with the properties after conventional solution heat treatment and artificial ageing (in the T6 temper). The influence of homogenization and hot working conditions on hardness and microhardness of the alloy, as well as on the content of the main alloying elements (taking part in precipitation hardening) in the interiors of the matrix grains, were investigated.

Experimental investigation consisting of three stages was realized. In the first stage during the alloy homogenization the temperature and time of annealing (490°C, 12 h) currently used in industrial practice were applied. The influence of cooling rate from homogenization temperature as well as hot compression temperature (in the range of 450 – 500°C) on the alloy hardness and microhardness after solution heat treatment directly from deformation temperature and artificial ageing were analyzed. Artificial ageing was conducted by application of temperature and time of the process (175°C, 10 h) used in industrial conditions. For comparison, hardness and microhardness of the specimens homogenized and deformed in the same conditions but subjected to conventional solution heat treatment (during a separate operation) before ageing were determined. On the basis of the results obtained it was stated, that raising the cooling rate from homogenization temperature contributes to the increase of the 2014 alloy hardness and microhardness in the T5 temper. Moreover, this increase is getting bigger as the deformation temperature rises. For the two greatest cooling rates after homogenization (335, 8200°C/h) and the highest deformation temperature (500°C) the same alloy microhardness at the level of about 160 μ HV in both T5 and T6 tempers was obtained. The hardness of the alloy achieved in the T5 temper was also high (152 HV), but somewhat smaller than in T6 temper (162 HV).

In the second stage, the influence of the homogenization temperature and time on the alloy properties was investigated. It was found that after high-temperature homogenization with subsequent water quenching and artificial ageing, higher hardness and microhardness were obtained, in comparison with homogenization conditions applied by industry. It was stated that homogenization in high temperature, namely 510°C, even with annealing time shortened from 12 to 4 h, leads to obtaining higher concentration of copper in the matrix grains interiors than after homogenization in the temperature of 490°C.

On the basis of the obtained results, during the third stage, high-temperature homogenization (510°C) with standard and shortened annealing time (12 and 4 h respectively) and variable cooling rate was performed. After homogenization, the material was subjected to compression in the temperature of 500°C followed by solution heat treatment. After subsequent artificial ageing (175°C, 10h), hardness and microhardness tests in the T5 temper were realized. Similarly as in the first stage, the material in T6 temper after high-temperature homogenization was also investigated. Higher hardness (160 HV) and somewhat smaller microhardness (150 µHV) in the T5 temper, in comparison to the values after standard homogenization, were obtained. However, the analysis of the matrix chemical composition showed that homogenization in the temperature of 510°C and hot deformation in the temperature of 500°C caused increase of copper concentration in the grain interiors, when compared to the state after standard homogenization. Therefore, additional preliminary tests of ageing process of the alloy were realized. They indicated the need for selection of new ageing conditions for the material after high-temperature homogenization and solution heat treatment directly from hot working temperature.

Wprowadzenie

Od ponad stu lat utwardzanie wydzieleniowe jest powszechnie stosowanym sposobem kształtowania własności stopów aluminium serii 2xxx, 6xxx i 7xxx. Pierwszym i podstawowym warunkiem osiągnięcia pożądanych własności mechanicznych wyrobów jest prawidłowe przesycenie stopu, to znaczy uzyskanie maksymalnej koncentracji w roztworze stałym, w temperaturze otoczenia, pierwiastków tworzących fazy utwardzające podczas starzenia.

W praktyce przemysłowej przesycanie stopów aluminium realizuje się na dwa sposoby: jako odrębna operacja w procesie technologicznym (uzyskując po starzeniu sztucznym stan T6) lub poprzez bezpośrednie schłodzenie z temperatury kształtowania plastycznego na gorąco (stan T5), na przykład z temperatury wyciskania lub kucia. Obecnie w coraz większym zakresie dąży się do stosowania drugiego z wymienionych sposobów. Wynika to z faktu, że wyeliminowanie odrębnej operacji przesycania pozwala istotnie skrócić czas procesu technologicznego, obniżyć koszty wytwarzania, uzyskać podwyższone własności wytrzymałościowe związane z zachowaniem mikrostruktury włóknistej oraz zmniejszyć ryzyko powstania wad wyrobów związanych z ich ponownym nagrzewaniem do wysokiej temperatury.

Uzyskanie żądanych własności po starzeniu wyrobów przesycanych bezpośrednio z temperatury przeróbki plastycznej, jest możliwe jedynie pod warunkiem odpowiedniego przygotowania materiału w procesie homogenizacji oraz zapewnienia prawidłowych warunków temperaturowo-prędkościowych procesu kształtowania. Problem ten jest bardzo dobrze rozpoznany w przypadku stopów AlMgSi. Wyroby wyciskane z tych stopów są w praktyce przemysłowej z powodzeniem przesycane na wybiegu prasy, a ich własności mechaniczne po późniejszym starzeniu niejednokrotnie spełniają wysokie wymagania norm, np. określone dla stanu T66 (przesycony, starzony sztucznie – poziom własności mechanicznych wyższy niż w stanie T6, osiągnięty przez specjalną kontrolę procesu).

W przypadku trudnoodkształcalnych stopów serii 2xxx przesycanie wyrobów wyciskanych najczęściej realizowane jest jako odrębna operacja w cyklu technologicznym. Przesycanie na wybiegu prasy stosowane jest jedynie w nielicznych przypadkach, a dotyczy głównie gatunków stopów o stosunkowo niskiej zawartości składników stopowych. Przyczyn tego stanu rzeczy należy upatrywać w trudnościach w realizacji

5

przesycania trudnoodkształcalnych stopów bezpośrednio z temperatury odkształcenia, wynikających w szczególności z wąskich zakresów temperatur przeróbki plastycznej na gorąco i nagrzewania do przesycania, niskich prędkości kształtowania oraz dużej czułości na szybkość chłodzenia podczas przesycania.

Pomimo tych trudności, wspomniane wyżej zalety przesycania bezpośrednio z temperatur kształtowania plastycznego, uzasadniają potrzebę prowadzenia badań zmierzających do ustalenia najkorzystniejszych warunków przygotowania materiału, odkształcenia oraz chłodzenia wyrobów. Pozwoli to na realizację tego procesu w praktyce przemysłowej, również w przypadku często stosowanych, wysokowytrzymałych stopów serii 2xxx, takich jak 2014 czy 2024. Badania takie prowadzone są na Wydziale Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica w Krakowie, a ich dodatkowym uzupełnieniem jest niniejsza praca.

1. Stan zagadnienia

1.1. Charakterystyka stopów serii 2xxx

Wkrótce po odkryciu w 1906 roku przez Alfreda Wilma zjawiska utwardzania wydzieleniowego, stopy AlCuMg stały się jednym z podstawowych materiałów konstrukcyjnych. Opatentowane przez Wilma Duraluminium bardzo szybko zostało zastosowane w statkach powietrznych, m. in. w sterowcach Zeppelin i samolotach Junkers F13. Stop ten wprowadziła na rynek Firma Alcoa pod nazwą 17S, dziś nosi oznaczenie 2017A. W latach dwudziestych i trzydziestych ubiegłego stulecia, dążąc do osiągnięcia wyższych niż Duraluminium własności wytrzymałościowych, opracowano kolejne, do chwili obecnej powszechnie stosowane stopy o wyższej zawartości miedzi i magnezu 24S (oznaczenie obecne stosowane 2024) oraz z dodatkiem krzemu 14S (oznaczenie obecne stosowane 2014), [1 - 4].

Obowiązujące składy chemiczne podstawowych stopów z serii 2xxx przedstawiono w tablicy 1.

Tablica 1

Opis stopu		Cu	C:	Ma	Mm	Ea	7.	Ti	C
Oznaczenie	Symbol chemiczny	Cu	51	Mg	IVIII	ге	ZII	11	Cr
EN AW-2014	EN AW-Al Cu4SiMg	3,9-5,0	0,5-1,2	0,2-0,8	0,4-1,2	0,7	0,25	0,15	0,1
EN AW-2017A	EN AW-Al Cu4MgSi(A)	3,5-4,5	0,2-0,8	0,4-1,0	0,4-1,0	0,7	0,25	-	0,1
EN AW-2024	EN AW-Al Cu4Mg1	3,8-4,9	0,5	1,2-1,8	0,3-0,9	0,5	0,25	0,15	0,1

Składy chemiczne stopów 2014, 2017A i 2024 wg normy PN-EN 573-3 [5]

Największy wpływ na własności powyższych stopów mają fazy będące podstawą utwardzenia wydzieleniowego. Obecność oraz udziały poszczególnych faz są zależne od składu stopu.

W stopie w gatunku 2017A podstawą utwardzenia wydzieleniowego są fazy międzymetaliczne Q, θ (Al₂Cu) i β (Mg₂Si) [6]. Według czterech różnych źródeł wzór fazy Q to: Al₅Cu₂Mg₈Si₆ [7, 8], Al₄CuMg₅Si₄ [8], Al₄Cu₂Mg₈Si₇ [9] lub Al₃Cu₂Mg₉Si₇ [10]. Faza ta nazywana jest przez różnych autorów jako λ , W, h-AlCuMgSi.

W stopie w gatunku 2024 podstawą utwardzenia wydzieleniowego są fazy międzymetaliczne S (Al₂CuMg) i θ [6]. Fragment układu równowagi AlCuMg z

naniesionym zakresem Cu i Mg w którym występuje zmienna rozpuszczalność wymienionych wyżej faz przedstawiono na rysunku 1.



Rys. 1. Fragment układu równowagi AlCuMg od strony aluminium [8]

W stopie w gatunku 2014 za utwardzenie wydzieleniowe mogą być odpowiedzialne fazy θ , Q, S (Al₂CuMg), β i krzem (Si) [6, 11 - 14]. Wysoka zawartość Cu w tych stopach, powyżej 4% masowych, gwarantuje obecność fazy θ , jednakże faza ta może już być obserwowana przy niskiej zawartości Cu w granicach 0,2-0,5 % masowych. Przy wysokiej zawartości Cu i przy stosunku Mg/Si>1, oprócz fazy θ może pojawić się również faza β . Przy stosunku Mg/Si<1 może tworzyć się fazy Q lub S w zależności od ilości Si. Bardzo niska zawartość Si sprzyja tworzeniu się fazy S, wyższa faworyzuje tworzenie się fazy Q oraz cząstek Si [6, 11, 14]. Jednakże w literaturze można spotkać publikacje które przy stosunku Mg/Si<1 wskazują na tworzenie się fazy β [12, 13]. Izotermiczny przekrój fragmentu układu równowagi AlCuMgSi przy zawartości 1% Si przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 2. Fragment układu równowagi AlCuMgSi przy zawartości 1% Si w temperaturze 502°C (775K) [8]

W stopach serii 2xxx obserwuje się również cząstki nierozpuszczalnych faz międzymetalicznych tworzące się podczas krystalizacji w reakcjach eutektycznych. Obecność tych faz w strukturze stopu jest niekorzystna, gdyż są kruche i pękają podczas odkształcenia plastycznego. Ponadto wiążą część głównych składników stopowych takich jak Cu, Mg i Si zmniejszając tym samym ich udział w utwardzeniu wydzieleniowym. W stopie 2014 mogą to być fazy Al₄CuMgSi₄, Al₁₂(FeMn)₃Si zaś w stopie 2024 fazy Al₇Cu₂Fe, Al₁₂(FeMn)₃Si, Al₂CuMg, Al₂Cu, Al₆(FeCu) [15] i Al₁₅(CuFeMn)₃Si₂ [16].

Podczas odlewania stopów serii 2xxx metodą półciągłą, roztwór stały może zostać przesycony metalami przejściowymi takimi jak Mn, Cr i Zr, natomiast podczas homogenizacji zachodzi wydzielanie drobno dyspersyjnych cząstek faz międzymetalicznych zawierających te pierwiastki. Cząstki te wpływają w istotny sposób na strukturę ziarn po późniejszej przeróbce plastycznej i obróbce cieplnej. W stopach 2xxx tworzą się dyspersoidy o wzorze Al₂₀Cu₂Mn₃ [15, 17] oraz Al₁₂Mn₃Si (w stopie 2014) [18].

1.2. Homogenizacja wlewków ze stopów serii 2xxx przeznaczonych do wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy

Wlewki pochodzące z odlewu półciągłego są mało podatne do przeróbki plastycznej. Krystalizacja takich wlewków, ze względu na duże szybkości chłodzenia, przebiega w warunkach nierównowagowych, co skutkuje uzyskaniem struktury dendrytycznej oraz obecnością nierównowagowych faz. Aby zwiększyć podatność wlewków do przeróbki plastycznej poddaje się je wstępnej obróbce cieplnej, homogenizacji, polegającej na nagrzaniu wlewków do temperatury bliskiej solidusu wynikającego z nierównowagowej krystalizacji i długotrwałym wytrzymaniu w tej temperaturze.

W wyniku homogenizacji następuje [16, 19, 20]:

- likwidacja struktury dendrytycznej,
- dyfuzja składników stopowych z granic ziarn i innych wzbogaconych obszarów do wnętrz ziarn, rozpuszczanie nadmiarowych faz najczęściej obecnych w obszarach niskotopliwych eutektyk; następuje powrót solidusu do stanu równowagowego, przykładowe dane dla stopów 2014 i 2024 o skrajnych zawartościach składników stopowych ilustruje rysunek 3,
- wydzielanie drobnodyspersyjnych cząstek faz międzymetalicznych pierwiastków przejściowych – heterogenizacja.



Rys. 3. Zmiana solidusu w stopach 2014 i 2024 o skrajnych zawartościach składników stopowych na skutek homogenizacji [21]

Podstawowymi parametrami procesu wyżarzania ujednorodniającego są: czas nagrzewania do temperatury homogenizacji, temperatura homogenizacji, czas wytrzymania w temperaturze homogenizacji i szybkość chłodzenia z temperatury homogenizacji.

W warunkach przemysłowych, szczególnie gdy proces jest prowadzony w piecach wsadowych, stosuje się długie czasy nagrzewania wlewków sięgające od kilku do kilkunastu godzin. Wynika to z bardzo dużej masy nagrzewanego materiału oraz zapewnienia bardziej równomiernego rozkładu temperatury w poszczególnych częściach wsadu [22].

Podstawowym ograniczeniem, które musi być uwzględnione przy doborze temperatury homogenizacji jest temperatura solidusu stopu. Należy jednak pamiętać, o czym wspomniano już wyżej, że w warunkach nierównowagowej krystalizacji solidus ulega obniżeniu, zatem temperaturę homogenizacji należy ustalić poniżej solidusu nierównowagi stopu. W przypadku stopów o budowie roztworów stałych granicznych, szczególnie o zwiększonej zawartości składnika stopowego, temperatura homogenizacji nie powinna przekraczać temperatury przemiany eutektycznej [19]. Z drugiej jednak strony, jak wynika z badań wpływu warunków homogenizacji na przebieg wysokotemperaturowego rozciągania, skręcania i ściskania przedstawionych w pracach [12, 23, 24], wraz ze wzrostem temperatury homogenizacji obniżeniu ulega opór plastyczny oraz rośnie podatność do odkształcenia na gorąco. Z tego też powodu homogenizację korzystnie jest prowadzić w temperaturze nieznacznie niższej od temperatury solidusu nierównowagi fazowej. Na podstawie danych literaturowych dotyczących stopu 2014 za odpowiednią należy uznać temperaturę homogenizacji z zakresu od 480°C do 510°C. W warunkach przemysłowych stop ten homogenizuje się w temperaturze 490°C [21, 23 - 27]. W przypadku stopu 2024 ten zakres temperatur wynosi od 480°C do 500°C, a stosowana temperatura technologiczna to 500°C [21, 26 - 30].

Czas homogenizacji musi być na tyle długi, aby zapewnić pełne rozpuszczenie nierównowagowych faz i równomierne rozproszenie składników w roztworze stałym. Nadmierne jego wydłużenie jest niekorzystne, gdyż podnosi koszty i zmniejsza wydajność procesu jak również prowadzi do rozrostu dyspersoidów [20].

Opisywany w publikacjach czas homogenizacji stopu 2014 waha się od 4 do 48 godzin [23 - 27]. W pracy [25] najkorzystniejsze własności uzyskano po czasie homogenizacji 48 godzin, z drugiej jednak strony w pracy [24] jej autorzy wykazali, że wydłużenie czasu homogenizacji z 4 do 24 godzin nie wpływa znacząco na podatność do

dużych odkształceń plastycznych. Czas homogenizacji stopu 2024 według danych literaturowych waha się od 4 do 24 godzin [21, 26 - 30].

Ostatnim ważnym parametrem procesu homogenizacji jest szybkość chłodzenia wlewków po zakończeniu wygrzewania ujednorodniającego. Decyduje ona o liczbie i wielkości wydzielonych z roztworu stałego cząstek, co w istotny sposób wpływa na podatność materiału do późniejszej przeróbki plastycznej oraz na własności materiału przesycanego bezpośrednio z temperatur kształtowania na gorąco. Wolne chłodzenie wlewków ze stopu 2014 powoduje obniżenie oporu plastycznego podczas ich późniejszego kształtowania na gorąco, co jest bardzo istotne dla stopów trudoodkształcalnych [23 - 25]. Jednakże takie warunki studzenia należy uznać za odpowiednie dla wlewków przeznaczonych do technologii klasycznej z osobnym zabiegiem nagrzewania wyrobów wyciskanych do przesycania. W przypadku wlewków przeznaczonych do przesycania na wybiegu prasy należy pamiętać, że niska szybkość chłodzenia prowadzi nie tylko do obniżenia oporu plastycznego ale i własności stopu w stanie T5 po wyciskaniu.

Problem przygotowania wlewków przeznaczonych do wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy jest dobrze rozpoznany w przypadku stopów serii 6xxx. Uzyskanie wysokich własności wytrzymałościowych wyrobów wyciskanych w stanie T5 wymaga chłodzenia wlewków z temperatury homogenizacji z wysoką szybkością, wynosząca według różnych źródeł od 300 do 600°C/h. Zastosowana szybkość chłodzenia powinna zapewnić ukształtowanie jednorodnej struktury wlewków z drobnymi cząstkami fazy Mg₂Si, o rozmiarach nie przekraczających 1 µm. Tylko tak drobne cząstki mogą ulec całkowitemu rozpuszczeniu w kotlinie odkształcenia podczas wyciskania, gwarantując uzyskanie maksymalnej zawartości składników stopowych w roztworze stałym, co przekłada się na wysokie własności wytrzymałościowe profili wyciskanych w stanie T5. Tak przygotowane wlewki można przed wyciskaniem nagrzewać do niższej temperatury i wyciskać z wyższymi prędkościami wypływu. Zbyt małe szybkości chłodzenia wlewków prowadzą do uzyskania dużych cząstek fazy Mg₂Si, które nie ulegną całkowitemu rozpuszczeniu w kotlinie odkształcenia, obniżając własności wyrobów w stanie T5. Równocześnie lokalne wzbogacenia składu stopu, wynikające z szybkiego rozpuszczania dużych cząstek, mogą skutkować obniżeniem temperatury solidusu stopu, a co za tym idzie dopuszczalnej temperatury wypływu wyrobów z matrycy. Tak więc dzięki zastosowaniu wysokiej szybkości chłodzenia wlewków z temperatury homogenizacji i uzyskaniu struktury z drobnymi cząstkami fazy Mg₂Si, możliwe jest zwiększenie prędkości wyciskania przy zachowaniu wysokiej jakości powierzchni wyrobów [31 - 37].

Również w przypadku stopu 2014 wyniki badań doświadczalnych pokazują, że z punktu widzenia uzyskania wyższych własności wytrzymałościowych w stanie T5 korzystne jest zastosowanie po homogenizacji szybkiego chłodzenia wlewków nadmuchem powietrza [37, 38]. Należy jednak pamiętać, że szybkie chłodzenie wlewków po homogenizacji przyczynia się do wzrostu oporu plastycznego podczas ich późniejszego odkształcenia na gorąco, co w przypadku stopów trudnoodkszałcalnych jest niepożądane i wiąże się z utrudnionym doborem warunków wyciskania.

Zmniejszeniu oporu plastycznego i zwiększeniu dopuszczalnej prędkości wyciskania sprzyja chłodzenie wlewków z zastosowaniem izotermicznego wygrzewania poniżej linii granicznej rozpuszczalności, np. w temperaturze ok. 350°C. Celem takiego chłodzenia jest zubożenie roztworu stałego w składniki stopowe poprzez kontrolowane wydzielenie cząstek faz umacniających [39 - 41]. Można oczekiwać, że staranny dobór warunków izotermicznego wygrzewania pozwoli również uzyskać cząstki faz o rozmiarach ułatwiających ich rozpuszczanie w kotlinie odkształcenia, a zatem odpowiednie do wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy. Podobny sposób przygotowania wlewków do wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy stosuje się w przypadku stopów serii 6xxx [42-44]. Należy jednak zauważyć, że w praktyce przemysłowej taki sposób studzenia, z precyzyjną kontrolą temperatury, możliwy jest do zrealizowania jedynie w piecu do homogenizacji ciągłej.

1.3. Wyciskanie i przesycanie wyrobów ze stopów serii 2xxx przeznaczonych na stan T5

Wyciskanie jest jednym z procesów przeróbki plastycznej powszechnie stosowanym w przetwórstwie aluminium i jego stopów.

Struktura i własności mechaniczne wyrobów wyciskanych zależą od [26, 40]:

- składu chemicznego,
- warunków odlewania i homogenizacji wlewków,
- parametrów technologicznych procesu wyciskania,
- końcowej obróbki cieplnej.

Stopy aluminium z miedzią i magnezem należą do stopów trudnoodkształcalnych, wyciskanych z bardzo niskimi prędkościami wypływu. Stopy te charakteryzują się wysokim oporem plastycznym w temperaturze wyciskania oraz maksymalnym tarciem na kontakcie wlewka z pojemnikiem, co przyczynia się do znacznego podwyższenia siły wyciskania. Porównanie oporu plastycznego oraz prędkości wypływu dla wybranych stopów aluminium przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Maksymalna prędkość wypływu podczas wyciskania różnych stopów aluminium [44]

Wspomniane wyżej maksymalne tarcie na kontakcie wlewka z pojemnikiem powoduje, że stopy te płyna zgodnie z typem płyniecia C wg klasyfikacji Pearsona. Pod naciskiem stempla materiał z końca wlewka płynie wąskim strumieniem do jego wnętrza, a stamtąd do matrycy. Strefa martwa, która w tym przypadku sięga aż do przetłoczki, jest stopniowo wypychana w głąb wlewka i przepychana przez matrycę. Ten typ płynięcia sprzyja powstawaniu niejednorodności struktury i własności mechanicznych zarówno na przekroju poprzecznym jak i długości wyrobu wyciskanego [45]. Wymienione wyżej czynniki powodują, że stopy te charakteryzują się wąskim zakresem dopuszczalnych warunków temperaturowo-prędkościowych procesu wyciskania, i dlatego wymagają precyzyjnej ich kontroli. Tylko wówczas można uzyskać odpowiednia jakość powierzchni wyrobu oraz możliwie wysoką prędkość wypływu, a w konsekwencji akceptowalną wydajność procesu. Nagrzewanie wlewka do stosunkowo niskich temperatur powoduje wzrost siły wyciskania. Jej spadkowi sprzyja nagrzanie wlewka do wyższych temperatur, co zmniejsza opór plastyczny wyciskanego stopu. Równocześnie jednak zmniejszeniu ulega dopuszczalna prędkość wypływu ze względu na zjawisko pękania wyrobów przy wyjściu z matrycy co przykładowo przedstawiono na rysunku 5 [39, 46 - 48].



-o- chłodzenie po homogenizacji z przystankiem, matryca stożkowa
-d- chłodzenie po homogenizacji z przystankiem, matryca bez paska kalibrującego
-o- chłodzenie ciągłe po homogenizacji, matryca stożkowa
-d- chłodzenie ciągłe po homogenizacji, matryca bez paska kalibrującego

Rys. 5. Wykres ograniczeń temperaturowo - prędkościowych wyciskania stopu 2024 [39]

Stosowane w praktyce temperatury nagrzewania wlewka i temperatury wypływu wybranych stopów serii 2xxx przedstawiono w tablicy 2.

Tablica 2

Stop aluminium	Temperatura wlewka, °C	Maksymalna prędkość wypływu, m/min	Źródło
	450	2	[21]
	400-460	2-3,5	[26]
2014	400-450	1,5-3	[45]
	420-450	1,5-3	[49]
	380-400	1,5-3	[50]
2017A	450	2	[51]
	420	1,5	[21]
2024	300-460	1,5-3,5	[26]
	400-450	1,5-3	[45]
	420-450	1,5-3	[49]
	370-400	1,5-3	[50]

Maksymalna prędkość wypływu podczas wyciskania wybranych stopów serii 2xxx

Z uwagi na to iż proces wyciskania jest niestabilny cieplnie na długości wlewka, należy dążyć do izotermicznych warunków wyciskania, czyli stałej w czasie całego procesu temperatury wypływu wyrobu. Wyciskanie izotermiczne realizuje się poprzez zmienną prędkość stempla oraz strefowe nagrzewanie wlewków. W nowoczesnych systemach realizacji wyciskania izotermicznego, rozkład temperatury na długości wlewka oraz prędkość stempla ustalane są w oparciu o symulacje numeryczne oraz dane pochodzące z poprzednich cykli. Prędkość stempla jest na bieżąco korygowana w zależności od wyników bieżącego pomiaru temperatury wypływającego wyrobu [52 - 54].

Oprócz warunków temperaturowo prędkościowych procesu istotne znaczenie z punktu widzenia jego wydajności i jakości wyrobów ma kształt stosowanych matryc. W literaturze dostępne są publikacje przedstawiające wyniki uzyskane przede wszystkim na drodze modelowania matematycznego z wykorzystaniem metody elementów skończonych oraz modelowania fizycznego. Z badań wynika, że zastosowanie matryc o starannie dobranym kształcie pozwoli obniżyć siłę wyciskania, zwiększyć prędkość wypływu, poprawić jednorodność struktury wyrobów ze stopu AlCuMg, a także znacząco zredukować możliwość pękania prasówki oraz zmniejszyć ryzyko powstania obwódki gruboziarnistej również podczas późniejszego zabiegu przesycania [46, 48, 55 - 58].

W klasycznej technologii wyciskania wyrobów ze stopów serii 2xxx kolejnym etapem jest przesycanie. Wyroby wyciskane często nagrzewa się do przesycania w piecach solnych, w których proces nagrzewania przebiega szybciej w porównaniu z piecami powietrznymi. Temperatury nagrzewania do przesycenia oraz temperatury solidusu wybranych stopów aluminium przedstawiono w tablicy 3.

Tablica 3

Stop aluminium	Temperatura nagrzewania do przesycania, °C	Temperatura solidusu, °C	Źródło	
2014	496-507	510	[18]	
	503	511	[26]	
	500	-	[49]	
2017A	496-507	513	[18]	
2024	488-499	502	[18]	
	490-495	507	[26]	
	495	-	[49]	

Temperatury nagrzewania do przesycania wybranych stopów serii 2xxx oraz ich temperatury solidusu

Jak można zauważyć w procesie nagrzewania i wygrzewania tych stopów istotna jest precyzyjna kontrola temperatury, bowiem za wysoka skutkuje nadtopieniem, a za niska obniżeniem własności po starzeniu ze względu na niepełne przesycenie (rys. 6).

Czas nagrzewania i wygrzewania przed przesycaniem stopów serii 2xxx wynosi z reguły od 1 do 2h i zależy od gabarytów wyrobów [60].



Rys. 6. Wpływ temperatury przesycenia na uzyskiwane własności mechaniczne po starzeniu stopu 2014 [59]

Po zakończeniu wygrzewania następuje gwałtowne chłodzenie wyrobów. Stopy AlCuMg wymagają znacząco wyższych szybkości chłodzenia niż stopy AlMgSi dla zapewnienia pełnego zatrzymania składników w roztworze stałym, co ilustrują krzywe początku wydzielania z roztworu stałego (rys. 7).



Rys. 7. Krzywe początku wydzielania dla wybranych stopów aluminium [61]

Zbyt niska szybkość chłodzenia podczas przesycania skutkuje obniżeniem własności wytrzymałościowych wyrobów starzonych (rys. 8 i 9).



Rys. 8. Zależność wytrzymałości na rozciąganie od średniej szybkości chłodzenia podczas przesycania (w przedziale 400-290°C) dla wybranych stopów aluminium utwardzanych wydzieleniowo [62]



Rys. 9. Krzywe CTR_m stopu 2014 o a) niższej, b) wyższej zawartości Cu [63]

Podczas przesycania stopów serii 2xxx wymagane jest uzyskanie szybkości chłodzenia około kilkudziesięciu °C/s [63, 64], podczas gdy dla stopów 6xxx prędkości te wynoszą od 1 do 10°C/s [65, 66]. W warunkach przemysłowych stopy serii 2xxx chłodzi się w wodzie.

a)

Realizacja przesycania jako odrębnej operacji obróbki cieplnej wiąże się jednak z pewnymi niedogodnościami a mianowicie:

- zwiększa koszty i zmniejsza wydajność procesu otrzymywania wyrobów wyciskanych,
- ogranicza wymiary wyrobów wyciskanych ze względu na wymiary pieców,
- często prowadzi do zniszczenia korzystnej, włóknistej mikrostruktury wyrobów ukształtowanych procesami przeróbki plastycznej na gorąco, jak również może powodować powstanie obwódki grubokrystalicznej [47, 55, 56, 67].

Wymienione wyżej czynniki powodują, że jeśli tylko to możliwe, stosuje się przesycanie bezpośrednio z temperatur kształtowania na gorąco.

W praktyce przemysłowej stosuje się przesycanie na wybiegu prasy na szeroką skalę w przypadku stopów serii 6xxx, natomiast w przypadku stopów serii 2xxx wyroby na wybiegu prasy przesyca się rzadko i najczęściej w przypadku gatunków o niskiej zawartości dodatków stopowych takich, jak na przykład 2017A. Przyczyny tego stanu rzeczy należy upatrywać w różnicach dotyczących specyfiki wyciskania i przesycania stopów serii 2xxx i 6xxx, które zostaną omówione poniżej.

Podstawowym warunkiem skutecznego przesycania wyrobów na wybiegu prasy jest uzyskanie odpowiedniej struktury wlewków, z drobnymi cząstkami faz umacniających, co zostało przedstawione w rozdziale 1.2. Kolejnym warunkiem jest zapewnienie wysokiej temperatury wypływu materiału z matrycy, co najmniej równej temperaturze nagrzewania wyrobów do przesycania. W przypadku stopów serii 2xxx zakres temperatury nagrzewania do przesycania jest bardzo wąski (około 10°C) i bliski temperaturze solidusu (tabl. 3). Uzyskanie temperatury wypływu wyrobu z matrycy, mieszczącej się w tym zakresie, jest zatem bardzo trudne. Temperatura ta musi być precyzyjnie kontrolowana, aby nie dopuścić do nadtopień i utraty wymaganej jakości powierzchni wyrobu, jak również obniżenia własności wyrobów po starzeniu w wyniku niepełnego rozpuszczenia cząstek. Jest to zadanie trudniejsze niż w przypadku stopów serii 6xxx, gdzie różnica między temperaturą wypływu wyrobu po wyciskaniu, a temperaturą solidusu wynosi od kilkunastu do kilkudziesięciu stopni.

Kolejną, bardzo istotną różnicą pomiędzy stopami serii 2xxxx i 6xxx jest prędkość wyciskania. Stopy serii 2xxx mogą być wyciskane jedynie z niskimi prędkościami, co oznacza, że czas przebywania materiału w wysokiej temperaturze w kotlinie odkształcenia jest długi. Z jednej strony sprzyja to rozpuszczaniu cząstek faz umacniających takich jak np. Al₂Cu czy Al₂CuMg, gdyż rozpuszczają się one wolniej w aluminium w wysokiej

temperaturze niż cząstki faz Mg₂Si. Z drugiej jednak strony, niska prędkość wyciskania przekłada się na niską prędkość wypływu materiału z matrycy i może utrudniać skuteczne przesycenie z uwagi na stygnięcie stopu pomiędzy matrycą, a falą wodną. Natomiast w stopach serii 6xxx prędkości wypływu [36, 45, 49, 50, 68] są kilka, a nawet kilkadziesiąt razy wyższe niż w przypadku stopów serii 2xxx. Poza tym stopy serii 6xxx są znacznie mniej czułe na szybkość chłodzenia podczas przesycania i przez to nie wymagają wyższych szybkości chłodzenia niż w przypadku stopów serii 2xxx.

Wymienione wyżej różnice powodują, że proces przesycanie na wybiegu prasy w stopach serii 2xxx jest rzadko stosowany w praktyce przemysłowej. Znane są prace dotyczące warunków takiego przesycania prowadzone w Katedrze Przeróbki Plastycznej i Metaloznawstwa Metali Nieżelaznych AGH [21, 27, 47, 69, 70] oraz inne publikacje na przykład [38, 64].

W badaniach wykonanych w AGH użyto stopy w gatunkach 2014 i 2024, o zawartości głównych dodatków stopowych z dolnej części zakresu określonego normą. Niskoskładnikowe warianty stopów 2014 i 2024 po homogenizacji charakteryzują się wyższą temperaturą solidusu w porównaniu do wytopów wysokoskładnikowych, co umożliwia ich wyciskanie z wyższą prędkością i temperaturą wypływu (przy niższej sile potrzebnej do realizacji procesu). Jednocześnie, jak dowodzą badania, mimo niskich zawartości głównych składników stopowych, uzyskane własności mechaniczne prętów wyciskanych w stanie T5 spełniały wymagania normy dla stanu T6 w przypadku stopu 2014 i stanu T8 w przypadku stopu 2024 (rys. 10, 11).

2014



Rys. 10. Własności mechaniczne stopu 2014 wyciskanego w stanie T5 i T6 [21]

21





Rys. 11. Własności mechaniczne stopu 2024 wyciskanego w stanie T5 i T6 [21]

Ponadto w przypadku stopu 2014 uzyskano pozytywne rezultaty badań procesu wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy również w warunkach przemysłowych [47].

1.4. Wydzielanie z przesyconych roztworów stałych w stopach serii 2xxx

Procesy wydzielania z przesyconego roztworu stałego w stopach AlCu stanowią podstawę teorii starzenia i są dobrze poznane. Jednakże, w praktyce stosowane są bardzo nieliczne stopy, w których zawartość innych pierwiastków, poza miedzią, jest na tyle niewielka, że proces ich starzenia można opisać klasyczną sekwencją wydzielania:

przesycony roztwór stały \rightarrow strefy $GP \rightarrow \theta'' \rightarrow \theta' \rightarrow \theta$

Do tej grupy należą np. stopy 2025, 2011 czy 2219 [15]. W przypadku starzenia naturalnego umocnienie wynika z obecności w strukturze stopu stref GP oraz fazy θ ''. W przypadku starzenia sztucznego maksimum własności uzyskuje się, gdy wydzielenia koherentnej fazy θ '' zostaną zastąpione przez wydzielenia fazy θ ' [15, 71].

Większość stopów serii 2xxx zawiera oprócz miedzi inne pierwiastki biorące udział w tworzeniu faz umacniających, do których w pierwszej kolejności należy zaliczyć magnez i krzem. Poszczególne gatunki stopów mogą być umacniane przez wydzielenia prekursorów jednej lub większej liczby faz, w zależności od wahań składu chemicznego w zakresach określonych przez stosowne normy, a co za tym idzie kompozycji przesyconego roztworu stałego.

Wśród stopów AlCuMg istotną grupę stanowią stopy o proporcji zawartości Cu/Mg w zakresie od 1,5 do 4, umacniane przez prekursorów fazy S. Jako przykład można przytoczyć stop 2024 (bez udziału Si). Przebieg wydzielania w tych stopach klasycznie opisywano następująco [8]:

przesycony roztwór stały \rightarrow strefy GPB \rightarrow S'' \rightarrow S' \rightarrow S

Stopy te podczas starzenia sztucznego wykazują charakterystyczny przebieg zmian twardości z gwałtownym przyrostem w ciągu krótkiego czasu po przesyceniu, następnie pojawieniem się plateau oraz kolejnym wzrostem twardości do maksimum i przestarzeniem. Do lat 90 wzrost twardości w pierwszym etapie starzenia przypisywano powstawaniu stref GPB (Guiniera-Prestona-Bagayartskiego), zaś jej maksimum wydzieleniom fazy S' lub S [71]. W pracach z drugiej połowy lat 90-tych początkowy wzrost twardości przypisano powstawaniu wspólnych klasterów Cu i Mg, zaś maksimum twardości strefom GPB. Poddano także w wątpliwość powstawanie faz pośrednich S'' i S' [72-74]. Stwierdzenia te wywołały polemikę w literaturze [75-78]. W publikacjach z ostatnich lat można odnaleźć różnie zapisane sekwencje wydzielania w stopach AlCuMg z zakresu α +S, na przykład według pracy [71]:

Według pracy [79]:

przesycony roztwór stały \rightarrow klastery \rightarrow strefy GPB + klastery \rightarrow strefy GPB + klastery + S \rightarrow S

Początkowy wzrost twardości przypisuje się obecności klasterów, zaś maksimum umocnienia - obecności fazy S wraz z jej poprzednikami [71, 79]. W stopach serii 2xxx o wyższym stosunku Cu/Mg, mieszczącym się w zakresie od 4 do 8, umocnienie wynika zarówno z obecności prekursorów fazy S jak i θ , zaś w przypadku stopów o stosunku Cu/Mg wyższym od 8 wydzielanie zachodzi podobnie jak w stopach AlCu [8]. Obecność magnezu w przesyconym roztworze stałym powoduje rozdrobnienie wydzieleń fazy θ ' i zwiększenie ich gęstości, przez to powodując wzrost twardości [15, 80].

Najpowszechniej stosowane stopy serii 2xxx oprócz miedzi i magnezu zawierają także krzem. Szeroki opis faz umacniających tę grupę stopów, w zależności od zawartości głównych dodatków stopowych, odnaleźć można w pracy [80]. Poniżej przedstawiono opis faz obecnych po starzeniu do maksimum twardości w stopach o wysokiej zawartości miedzi (2,5-4,5 % mas.).

Jeżeli stosunek Mg/Si przekracza 8, wówczas stop jest umacniany przez fazę S i jej prekursorów. Obecność krzemu przyczynia się, w tym przypadku, do rozdrobnienia wydzieleń umacniających [80, 81]. Gdy zwiększy się udział Si, a proporcja Mg/Si mieści się w zakresie od 3 do 8, umocnienie wynika z obecności faz β '', θ ' oraz S i jej prekursorów, a własności wytrzymałościowe są wyższe (taką korzystną zmianę może wywołać dodatek Si w stopie 2024). Jeżeli stosunek Mg/Si znajduje się w przedziale od 1 do 3, fazami umacniającymi są β " i θ ', wówczas stopy wykazują największą zdolność do utwardzania wydzieleniowego. W przypadku stopów o stosunku Mg/Si mniejszym od 1, umocnienie wynika głównie z obecności faz β ''i θ '. Wydzielenia krzemu, obecne w strukturze stopów, nie przyczyniają się do wzrostu twardości. Zdaniem autora [80], wątpliwości budzi obecność prekursorów fazy Q po starzeniu do maksimum twardości, w temperaturze poniżej 200 °C. Sugeruje on natomiast rozpuszczanie się miedzi w prekursorach fazy β (tak jak ma to miejsce w przypadku stopów AlMgSi z dodatkiem miedzi). Dalsze procesy wydzielania, w zależności od składu stopu i warunków starzenia, mają prowadzić wówczas do powstania fazy β lub Q. Faza Q, w stopach AlCuMgSi z rozważanego zakresu składów, jest fazą równowagową, jej struktura jest taka jak struktura fazy β'_C powstającej podczas starzenia stopów AlMgSi (różnią się składem chemicznym). Obecność fazy Q lub jej prekursorów stwierdzono w opisywanych stopach na etapie przestarzenia [11, 80, 82]. Jednakże, w pracy [83] obecność prekursora fazy Q (oznaczonego jako λ '), obok wydzieleń fazy θ ', stwierdzono w stopie 2014 po starzeniu do maksimum twardości. Sekwencję wydzielania dla stopów AlCuMgSi o wysokiej zawartości miedzi można przedstawić następująco [80]:

przesycony roztwór stały \rightarrow strefy $GP \rightarrow \beta''$ (z miedzią?) $\rightarrow \theta' \rightarrow Si \rightarrow różne modyfikacje fazy \beta'$ (z miedzią), w tym $\beta'_{C}(Q') \rightarrow Q, \theta, Si$

Wyroby wyciskane ze stopów serii 2xxx oferowane są w zróżnicowanych stanach. Stop 2017 najczęściej poddaje się starzeniu naturalnemu (na stan T4). W przypadku stopu 2024 na własności po starzeniu korzystnie wpływa odkształcenie na zimno przesyconego stopu, wyroby z tego stopu często wytwarzane są w stanach T3 i T8 [20]. Stop 2014 poddawany jest zwykle starzeniu sztucznemu w temperaturze 160-180°C przez kilkanaście godzin [15, 47, 84], przy czym w warunkach przemysłowych zwykle przed starzeniem sztucznym zachodzi starzenie naturalne, a jego czas wpływa na końcowe własności w stanach T6 i T5 [47]. Interesującą możliwością kształtowania własności wytrzymałościowych stopów serii 2xxx jest zastosowanie trójetapowego starzenia wykorzystującego zjawisko starzenia wtórnego: pierwszy etap to krótkie starzenie w temperaturze tradycyjnie stosowanej dla stanu T6, drugi etap to starzenie w niskiej temperaturze (ok. 65°C), zaś trzeci to ponowne starzenie w temperaturze jak dla stanu T6 badź starzenie naturalne. Stany materiału po takim starzeniu oznaczane sa w literaturze odpowiednio jako T6I6 lub T6I4, gdzie litera I pochodzi od słowa "Interrupted" [85, 86]. Przykładowe własności stopów serii 2xxx w różnych stanach metalurgicznych przedstawiono w tablicy 4.

Tablica 4

Stop	Stan	R _{0,2} , MPa	R _m , MPa	A, %	Źródło
2014	T4	290	427	20	[87]
	T5	492	538	10,5	[47]
	T6	485	534	10,2	[47]
	T6	414	488	10	[85]
	T6I6*	436	526	10	[85]
2017	T4	276	421	22	[87]
2024	T6	393	476	10	[87]
	T8	450	480	-	[20]

Własności mechaniczne wybranych stopów serii 2xxx

* oznaczenie autora prac [85, 86]

1.5. Krytyczna analiza stanu zagadnienia

Z przedstawionego powyżej stanu zagadnienia wynika, że w literaturze naukowotechnicznej dostępne są liczne prace poświęcone problematyce homogenizacji i wyciskania stopów serii 2xxx. W zdecydowanej jednak większości dotyczą one przygotowania wlewków i wyciskania wyrobów w konwencjonalnym schemacie technologicznym, z odrębną operacją przesycania. W takim przypadku, za korzystną uznaje się homogenizację zakończoną wolnym chłodzeniem, w wyniku którego następuje wydzielenie składników stopowych z roztworu stałego, najczęściej w postaci dużych cząstek, co skutkuje obniżeniem oporu plastycznego stopu. Podstawowym kryterium doboru warunków wyciskania w klasycznej technologii jest uzyskanie możliwie wysokiej prędkości wypływu przy zachowaniu odpowiedniej jakości powierzchni wyrobów.

Należy jednak zauważyć, że wymienione wyżej warunki homogenizacji i wyciskania wlewków ze stopów serii 2xxx, szeroko opisane w literaturze i stosowane w klasycznym schemacie technologicznym (wytwarzania wyrobów w stanie T6), nie moga być uznane za odpowiednie w przypadku przesycania wyrobów bezpośrednio z temperatury kształtowania. Można bowiem sądzić, że duże cząstki faz utwardzających, obecne we wlewkach po konwencjonalnej homogenizacji nie ulegną pełnemu rozpuszczeniu podczas wyciskania. Przyczyni się to do zubożenia przesyconego roztworu stałego w składniki stopowe biorące udział w utwardzeniu wydzieleniowym i otrzymania niskich własności wytrzymałościowych po późniejszym starzeniu. Ponadto, jeżeli w procesie wyciskania dąży się do uzyskania możliwie najwyższej wydajności, nie osiąga się równocześnie najwyższych temperatur wypływu prasówki (co wynika z wykresu ograniczeń procesu wyciskania). Wobec tego, w kotlinie odkształcenia nie zostają stworzone najkorzystniejsze warunki rozpuszczania cząstek faz utwardzających. Z drugiej strony należy zauważyć, że wysoka prędkość wypływu materiału z matrycy skraca czas przemieszczania materiału pomiędzy matrycą a stanowiskiem szybkiego chłodzenia, ułatwiając jego przesycenie.

Powyższe uwagi jednoznacznie wskazują na potrzebę realizacji badań ukierunkowanych na określenie sposobu przygotowania wlewków i warunków wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy, które pozwolą na uzyskanie maksymalnego stopnia przesycenia stopu AlCu4SiMg po odkształceniu na gorąco, a tym samym na uzyskanie wymaganych własności w stanie T5.

W literaturze światowej dostępne są nieliczne prace poruszające ten problem, dotyczą one jedynie wybranych parametrów technologicznych procesów homogenizacji i wyciskania na własności stopów w stanie T5. Stopień skomplikowania problemu, w tym konieczność równoczesnego spełnienia przeciwstawnych wymagań (np. uzyskania wysokiej temperatury i prędkości wypływu wyrobów z matrycy) wymaga jednak realizacji kompleksowych, wielowariantowych badań obejmujących wszystkie etapy procesu technologicznego. Takie systematyczne badania procesu wyciskania stopów serii 2xxx z przesycaniem na wybiegu prasy, są obecnie realizowane na Wydziale Metali Nieżelaznych AGH. Jak dotad, uzyskano pozytywne efekty w przypadku stopów 2014 i 2024 o niskich zawartościach głównych składników stopowych. Skłania to do kontynuacji prac i określenia warunków wytwarzania wyrobów w stanie T5 również w przypadku wysokoskładnikowych wariantów wymienionych wyżej gatunków stopów. W dotychczasowych badaniach szczegółowej analizie poddano tylko jeden z głównych parametrów procesu homogenizacji, a mianowicie temperature wyżarzania. Zatem za uzasadnione należy uznać wykonanie badań wpływu czasu wyżarzania ujednorodniającego i szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji na opór plastyczny rozważanych stopów w wysokiej temperaturze kształtowania oraz na ich własności w stanie T5.

Przedstawione wyżej rozważania oraz znane wyniki badań homogenizacji wlewków ze stopów serii 6xxx przeznaczonych do wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy pozwalają sądzić, że szybkość chłodzenia z temperatury homogenizacji jest parametrem o istotnym znaczeniu. Proponowane powyżej badania stanowić będą zasadnicze poszerzenie bazy wiedzy niezbędnej do opracowania technologii przesycania wysokowytrzymałych stopów serii 2xxx bezpośrednio z temperatur przeróbki plastycznej na gorąco. Wdrożenie takiej technologii w praktyce przemysłowej należy uznać za istotne, ze względu na wspomniane wcześniej oczekiwane zwiększenie wydajności, obniżenie kosztów produkcji oraz poprawę jakości wyrobów.

2. Badania własne

2.1. Cel pracy

Badania podjęto w celu określenia specjalnych warunków przygotowania wlewków oraz korzystnych warunków przeróbki plastycznej, które pozwolą na osiągnięcie maksymalnego stopnia przesycenia stopu AlCu4SiMg po odkształceniu na gorąco, co jest warunkiem koniecznym uzyskana wysokich własności wytrzymałościowych w stanie T5.

2.2. Teza pracy

Z przedstawionego przeglądu literatury wynika, że w praktyce przemysłowej stopy serii 2xxx otrzymuje się z reguły z odrębną operacją przesycania wyrobów wyciskanych (stan T6), natomiast rzadko wykorzystuje się innowacyjną metodę wyciskania polegającą na przesycaniu wyciskanych stopów na wybiegu prasy (stan T5). Sposób przygotowania wlewków przeznaczonych do wyciskania w klasycznej technologii (w stanie T6) nie jest przydatny do wytwarzania wyrobów wyciskanych w stanie T5. Wynika stąd, że zachodzi konieczność określenia nowych warunków homogenizacji wlewków i kształtowania plastycznego wyrobów umożliwiających efektywne przesycanie z temperatur technologicznych. Nowe parametry technologiczne przeróbki plastycznej na gorąco powinny zapewnić uzyskanie maksymalnego stopnia rozpuszczenia cząstek faz zawierających składniki niezbędne do późniejszego utwardzania wydzieleniowego. Do istotnych zagadnień, które wymagają rozwiązania, zaliczyć można przede wszystkim dobór temperatury homogenizacji oraz szybkości chłodzenia z tej temperatury. Należy tak ustalić temperaturę homogenizacji wlewków, aby ułatwić rozpuszczenie tych cząstek, które zawierają składniki niezbędne do późniejszego utwardzania wydzieleniowego, a także zastosować możliwie dużą szybkość chłodzenia z tej temperatury, aby nie dopuścić do wydzielenia faz w postaci grubych cząstek lecz tylko drobnych. Tylko drobne cząstki są w stanie rozpuścić się w krótkim czasie podczas późniejszej przeróbki plastycznej na gorąco na przykład podczas wyciskania lub kucia. Oprócz właściwego przygotowania wlewków, drugim warunkiem uzyskania wysokiego stopnia przesycenia stopów z temperatur technologicznych jest zapewnienie możliwie wysokiej temperatury odkształcenia plastycznego, aby drobne cząstki wydzielone wcześniej podczas chłodzenia

z temperatury homogenizacji uległy maksymalnemu i szybkiemu rozpuszczenie w kotlinie odkształcenia. Jest to niezbędny warunek osiągnięcia pełnego przesycenia stopu za pomocą gwałtownego chłodzenia wyrobów z temperatur technologicznych. Analiza zagadnień wynikających z oceny dotychczasowych warunków technologicznych wytwarzania wyrobów w stanie T5 pozwala na sformułowanie tezy pracy, którą przedstawiono poniżej.

Najkorzystniejsze warunki przesycania stopów trudnoodkształcalnych bezpośrednio z temperatury odkształcenia plastycznego można osiągnąć przez odpowiednie podwyższenie temperatury homogenizacji wlewków oraz szybkości chłodzenia z tej temperatury w stosunku do parametrów technologicznych obecnie stosowanych w przemyśle, a także przez zastosowanie możliwie wysokiej temperatury przeróbki plastycznej na gorąco.

2.3. Sposób realizacji badań własnych

Badania własne wykonano z użyciem stopu w gatunku 2014. W oparciu o krytyczną analizę stanu zagadnienia celowo wybrano stop o zawartościach głównych składników stopowych (Cu, Mg, Si) mieszczących się w górnej części zakresu określonego normą (tabl. 5).

Tablica 5

Opis stopu	Cu	Si	Mg	Mn	Fe	Zn	Ti	Cr
Skład stopu 2014 wg normy PN-EN 573-3	3,9-5,0	0,5-1,2	0,2-0,8	0,4-1,2	0,7	0,25	0,15	0,1
Skład badanego stopu	5,00	1,11	0,76	1,17	0,10	0,03	0,03	-

Skład stopu 2014 użytego do badań

Materiał pobrano z wlewków o wymiarach \$\phi180 x 400 mm, odlanych metodą półciągłą. Do badań zastosowano próbki w kształcie walców o wymiarach \$\phi7 x 9 mm (rys. 12).



Rys. 12. Próbki ¢7 x 9 mm przygotowane do badań eksperymentalnych

Badania eksperymentalne przeprowadzono w trzech etapach, niezbędnych do prawidłowego rozwiązania zagadnień związanych z tezą pracy:

- badania przesycania stopu 2014 z temperatur przeróbki plastycznej na gorąco z oceną stopnia przesycenia; do badań użyto próbek po homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym z zastosowaniem zróżnicowanej szybkości chłodzenia,
- badania nad doborem najkorzystniejszych warunków homogenizacji stopu 2014 (temperatura i czas wygrzewania) zapewniających uzyskanie maksymalnego stopnia rozpuszczenia składników stopowych tworzących fazy utwardzające wydzieleniowo,
 - badania przesycania stopu 2014 z najwyższej badanej temperatury przeróbki plastycznej na gorąco z oceną stopnia przesycenia; do badań użyto próbek po

homogenizacji wysokotemperaturowej ze skróconym i 12 h wygrzewaniem oraz z zastosowaniem zróżnicowanej szybkości chłodzenia.

Wykonano badania mikrostruktury i twardości oraz próby ściskania w wysokiej temperaturze. W badaniach celowo nie stosowano procesu wyciskania, by zapewnić jednoznaczną czystość interpretacyjną otrzymanych wyników, związanych jedynie z oceną stopnia wykorzystania składników stopowych biorących udział w utwardzaniu wydzieleniowym. W przypadku procesów wyciskania dochodzi dodatkowy czynnik wzrostu wytrzymałości, który jest związany z utworzeniem mikrostruktury odkształcenia plastycznego.

W celu oceny otrzymanych własności wytrzymałościowych badano twardość oraz dodatkowo mikrotwardość stopu. Mikrotwardość stopu mierzono we wnętrzach ziarn, by przede wszystkim ocenić efekt starzenia, bowiem na wynik pomiaru twardości wpływa zarówno efekt utwardzenia wydzieleniowego jak i inne cechy struktury (na przykład wielkość ziarna, obecność cząstek faz międzymetalicznych w obszarach przygranicznych).

Próbki do badań mikrostruktury i twardości szlifowano mechanicznie na papierach o ziarnistości 240-1200, a następnie polerowano na szlifierko-polerce RotoPol-11 z głowicą RotoForce-1 firmy Struers przy użyciu diamentowej zawiesiny polerskiej o ziarnistości 3 μm. Polerowanie końcowe wykonywano używając zawiesiny polerskiej firmy Struers o handlowej nazwie OP-S.

Badania mikrostruktury wykonano z zastosowaniem mikroskopu optycznego Nikon Epiphot 200 i skaningowego Hitachi SU 70. Przeprowadzono analizę składu chemicznego w mikroobszarach. Opracowano także mapy rozkładu pierwiastków metodą dyspersji energii EDS. Badania twardości i mikrotwardości wykonano na twardościomierzu MHV Shimadzu z obciążeniem odpowiednio 2 kg i 0,1 kg z czasem obciążenia 10 s. Wyniki tych badań analizowano na podstawie 12 odcisków.

Próby ściskania w wysokiej temperaturze przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej INSTRON z piecem oporowym i kowadłami pozwalającymi realizować próby ściskania w wysokich temperaturach. W celu zminimalizowania tarcia kowadła smarowano płatkami grafitu. Do bardzo szybkiego chłodzenia próbek w wodzie wykorzystano specjalne urządzenie będące na wyposażeniu pieca.

2.3.1. Metodyka I etapu badań eksperymentalnych

W I etapie wykonano badania wpływu szybkości chłodzenia stopu 2014 z temperatury homogenizacji na stopień jego przesycenia z temperatury przeróbki plastycznej na gorąco. Badania wykonano z użyciem próbek poddanych homogenizacji w warunkach (temperatura i czas wygrzewania) stosowanych w przemyśle w procesach konwencjonalnych. W tym celu opracowano szczegółową metodykę badań (rys. 13).



Rys. 13. Metodyka I etapu badań eksperymentalnych

Na pobranych próbkach, pochodzących z wlewków, wykonano badania mikrostruktury i twardości. Następnie przygotowano różne warianty homogenizacji. W tym celu materiał nagrzewano przez 2,5 h do temperatury 490°C, wygrzewano przez
12 h i schładzano z różnymi szybkościami. Stosowano cztery sposoby chłodzenia próbek, a uzyskane wartości szybkości chłodzenia przedstawiono w tablicy 6.

Szybkość chłodzenia, °C/h	Sposoby chłodzenia	
84	chłodzenie z piecem	
179	chłodzenie z piecem, mały uchył drzwi	
335	chłodzenie z piecem, duży uchył drzwi	
8200	chłodzenie na powietrzu	

Średnie szybkości chłodzenia próbek z temperatury homogenizacji

Przez cały czas trwania homogenizacji kontrolowano temperaturę próbek. W dodatkowej próbce nawiercono otwór, w którym umieszczono termoparę, i tak przygotowany zestaw próbka - termopara każdorazowo umieszczano z innymi próbkami w piecu. Z uzyskanych krzywych chłodzenia obliczono szybkości chłodzenia próbek, przyjmując do pomiaru zakres temperatur 490°C – 250°C (rys. 14). Po homogenizacji próbek przeprowadzono badania mikrostruktury i twardości.





Następnie wyhomogenizowane próbki poddano ściskaniu w trzech wybranych temperaturach odkształcenia: 450°C, 475°C i 500°C. Temperatury te ustalono w oparciu o dane literaturowe dotyczące warunków procesu wyciskania badanego stopu. Czas nagrzewania próbek do temperatury ściskania wynosił 2,5 minuty. Czas ściskania,

wynoszący 4 minuty, ustalono na podstawie oszacowania średniego czasu przebywania cząstek materialnych w kotlinie odkształcenia podczas procesu wyciskania. Ściskanie prowadzono do momentu uzyskania odkształcenia względnego 60% z prędkością odkształcenia wynoszącą 3,8 x 10⁻³ s⁻¹. Zapewniono bardzo krótki czas od zakończenia odkształcenia do schłodzenia próbek w wodzie, nie przekraczający 3 s. Przesycone próbki umieszczano w zamrażarce w temperaturze -20°C, by nie dopuścić do rozpadu przesyconego roztworu stałego. W celu porównania własności uzyskiwanych w stanach T5 i T6 część próbek poddano konwencjonalnemu przesyceniu z temperatury 503°C z zastosowaniem 30 minutowego wygrzewania w tej temperaturze. Następnie wszystkie przesycone próbki (dotyczące warunków stanu T5 i T6) poddano starzeniu w temperaturze 175°C przez 10 h. Po zakończeniu operacji starzenia przeprowadzono badania oceniające jakość uzyskanych próbek. Wykonano badania mikrostruktury i pomiary twardości.

2.3.2. Metodyka II etapu badań eksperymentalnych

W drugim etapie badań analizowano wpływ podwyższenia temperatury homogenizacji na możliwość zwiększenia stopnia rozpuszczenia składników stopowych tworzących w późniejszym etapie fazy utwardzające wydzieleniowo. W oparciu o badania kalorymetryczne wyznaczono temperaturę solidusu próbek pobranych z wlewka. Stwierdzono, że wynosi ona 515°C. Na tej podstawie zaproponowano podwyższenie temperatury homogenizacji w stosunku do homogenizacji standardowej o 10°C i 20°C. Badano również warianty homogenizacji z krótszymi czasami wygrzewania 4 i 8 h. Metodykę tych badań przedstawiono na rysunku 15.



Rys. 15. Metodyka II etapu badań eksperymentalnych

Próbki nagrzewano przez 2,5 h do temperatur homogenizacji 490°C, 500°C i 510°C, następnie wygrzewano odpowiednio przez 4, 8 i 12 h. Po wygrzewaniu próbki chłodzono w wodzie by zapewnić przesycenie stopu. Wszystkie próbki starzono w temperaturze 175°C przez 10 h. Ocenę jakości uzyskanych próbek przeprowadzono wykonując badania mikrostruktury i pomiary twardości.

2.3.3. Metodyka III etapu badań eksperymentalnych

III etap badań zaplanowano w oparciu o najkorzystniejsze wyniki uzyskane w I i II etapie badań. Z I etapu badań wybrano najwyższą temperaturę ściskania, wynoszącą 500°C, natomiast z II etapu wytypowano homogenizację w temperaturze 510°C z czasami wygrzewania 4 i 12 h i trzema prędkościami chłodzenia z temperatury homogenizacji (84°C/h, 335°C/h i 8200°C/h). Pozostałe warunki realizacji wysokotemperaturowego ściskania i starzenia przyjęto takie same jak w I etapie badań. Metodykę tych badań przedstawiono na rysunku 16.



Rys. 16. Metodyka III etapu badań eksperymentalnych.

2.4. Wyniki badań własnych

Szerokie badania eksperymentalne, obejmujące trzy etapy (rys. 13, 15 i 16), zaplanowano i wykonano w celu rozwiązania zagadnień związanych z tezą pracy. Przeprowadzono liczne warianty homogenizacji ze zróżnicowanymi parametrami technologicznymi, w tym obecnie stosowanymi w przemyśle. Następnie tak różnie przygotowany materiał przesycano bezpośrednio z temperatury odkształcenia plastycznego na gorąco i badano wpływ przygotowania materiału jak również warunków odkształcenia na uzyskane efekty utwardzania wydzieleniowego.

2.4.1. Badania maksymalnego stopnia przesycenia stopu AlCu4SiMg z temperatury przeróbki plastycznej na gorąco z zastosowaniem homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym

Badania maksymalnego stopnia przesycenia stopu z temperatury przeróbki plastycznej na gorąco z zastosowaniem homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym wykonano w kilku etapach obejmujących:

- badania mikrostruktury materiału pobranego z wlewka i próbek po różnych wariantach homogenizacji,
- identyfikację cząstek faz,
- analizę składu chemicznego we wnętrzach ziarn, próbek po homogenizacji, w celu oceny zawartości Cu, Mg i Si pierwiastków biorących udział w utwardzaniu wydzieleniowym,
- badania twardości próbek homogenizowanych w warunkach odpowiadających warunkom przemysłowym z zastosowaniem zróżnicowanego chłodzenia z temperatury wygrzewania,
- próby ściskania w wysokich temperaturach (450°C 500°C),
- badania twardości próbek w stanie T5 i T6,
- analizę składu chemicznego we wnętrzach ziarn, próbek w stanie T5 i T6, w celu oceny zawartości Cu, Mg i Si pierwiastków biorących udział w utwardzaniu wydzieleniowym.

2.4.1.1 Mikrostruktura wlewka przed oraz po homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym

Stwierdzono, że struktura stopu w stanie lanym charakteryzuje sie obecnością grubych cząstek faz skupionych w granicach, podczas gdy wnętrza ziarn są wolne od

wydzieleń (rys. 17). Pod wpływem homogenizacji następuje zmniejszenie powierzchni cząstek w obszarach przygranicznych i pojawienie się drobnych wydzieleń we wnętrzach ziarn (rys. 18 - 21). Na podstawie wykonanej analizy mikrostruktury próbek homogenizowanych w warunkach odpowiadających warunkom przemysłowym, ujawniono wpływ zróżnicowanej szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji na strukturę stopu. Wzrost szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji powoduje rozdrobnienie wydzieleń we wnętrzach ziarn, co można zauważyć porównując mikrostruktury odpowiadające skrajnym szybkościom chłodzenia z temperatury homogenizacji (rys. 18, 21).



Rys. 17. Mikrostruktura wlewka ze stopu AlCu4SiMg przed homogenizacją



Rys. 18. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h



Rys. 19. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 179°C/h



Rys. 20. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 335°C/h



Rys. 21. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h

2.4.1.2 Identyfikacja cząstek faz

W oparciu o uzyskane wyniki z mikroanaliz oraz dane literaturowe przeprowadzono szacunkową identyfikację cząstek w badanym stopie 2014. Poniżej przedstawiono wybrane mikrostruktury oraz wyniki ich analiz (rys. 22 - 27). Porównano obrazy tych samych obszarów z mikroskopu optycznego i skaningowego, zbadano składy chemicznego cząstek i wykonano mapy rozkładu pierwiastków metodą dyspersji energii EDS. Identyfikację przeprowadzono dla dwóch skrajnych szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji (84°C/h i 8200°C/h). Na podstawie analizy składu cząstek oraz danych literaturowych wyróżniono trzy rodzaje cząstek w badanym stopie. Dwa spośród nich biorą udział w utwardzaniu wydzieleniowym, mianowicie fazy θ (Al₂Cu) i Q (np. Al₅Cu₂Mg₈Si₆,). Trzeci rodzaj to nierozpuszczalne cząstki, które powstają podczas krystalizacji stopu, zawierające Al, Mn, Si, Cu, Fe. Wyniki identyfikacji przedstawiono w tablicy 7.



Rys. 22. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg otrzymana po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h, a) mikroskop świetlny, b) skaningowy mikroskop elektronowy (obraz BSE)



Rys. 23. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg otrzymana po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h, a) mikroskop świetlny, b) skaningowy mikroskop elektronowy (obraz BSE)



Rys. 24. Analiza składu chemicznego w mikroobszarach otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h



Rys. 25. Mapa rozkładu pierwiastków otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h



Rys. 26. Analiza składu chemicznego w mikroobszarach otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h



Rys. 27. Mapa rozkładu pierwiastków otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h

Tablica 7

Skład cząstek	Opis cząstek	Źródła
Al, Cu	$\boldsymbol{\theta}$ (Al ₂ Cu), na zdjęciach BSE biało-szare	[6, 11 - 14]
Al, Cu, Mg, Si	${\bf Q}$ (prawdopodobne wzory: $Al_5Cu_2Mg_8Si_6,~Al_4CuMg_5Si_4$ $Al_4Cu_2Mg_8Si_7,~Al_3Cu_2Mg_9Si_7),$ na zdjęciach BSE ciemno szare	[7 - 10]
Al, Mn, Si, Cu, Fe	prawdopodobne wzory: Al ₁₂ (FeMn) ₃ Si, Al ₁₅ (CuFeMn), na zdjęciach BSE szare	[15, 16]

Skład badanych cząstek

W celu oceny zawartości we wnętrzach ziarn Cu, Mg i Si wykonano mikroanalizy składu chemicznego próbek po homogenizacji w temperaturze 490°C i wygrzewaniu przez 12 godzin dla wariantów chłodzenia:

- 1) 84°C/h,
- 2) 8200°C/h.

Stwierdzono podwyższoną zawartość Cu przy zastosowaniu wyższej szybkość chłodzenia (rys. 28).



Rys. 28. Wpływ szybkości chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn

2.4.1.3 Badania twardości wlewka przed oraz po homogenizacji odpowiadającej warunkom przemysłowym

Przeprowadzono badania wpływu szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji 490°C na twardość i mikrotwardość stopu (rys. 29). Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono, że wraz ze wzrostem szybkości chłodzenia rośnie twardość i mikrotwardość stopu, przy czym wzrost ten jest niewielki (około 10 HV) przy zastosowaniu szybkości chłodzenia z zakresu 84°C/h - 335°C/h, natomiast duży (ponad 40 HV) przy zastosowaniu szybkości chłodzenia 8200°C/h.



Rys. 29. Wpływ szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji (490°C, 12 h) na twardość badanych próbek po starzeniu naturalnym przez okres 10 dni

2.4.1.4 Próby ściskania w wysokiej temperaturze (450°C - 500°C)

Przeprowadzono wysokotemperaturowe ściskanie próbek homogenizowanych w warunkach odpowiadających warunkom przemysłowym (rys. 30 - 32). Nie stwierdzono istotnego wpływu szybkości chłodzenia próbek z temperatury homogenizacji na charakterystykę ściskania, z wyjątkiem ściskania w temperaturze 450°C i najwyższej szybkości chłodzenia (rys. 30). Zaobserwowano niewielki spadek oporu plastycznego ze wzrostem temperatury odkształcenia. W temperaturze 450°C maksymalny opór plastyczny wynosi 35 MPa, a w temperaturze 500°C – 25 MPa.







Rys. 31. Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 475°C (homogenizacja w temp. 490°C przez 12 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)



Rys. 32. Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 500°C (homogenizacja w temp. 490°C przez 12 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)

2.4.1.5 Badania twardości w stanach T5 i T6

Wykonano pomiary twardości i mikrotwardości próbek po wysokotemperaturowym odkształceniu z bezpośrednim przesycaniem z temperatury odkształcenia i starzeniu sztucznym (stan T5) oraz po wysokotemperaturowym odkształceniu z osobną operacją przesycania i starzeniu sztucznym (stan T6), (rys. 33 - 38). Stwierdzono, że na uzyskany poziom twardości i mikrotwardości w stanie T5 ma wpływ temperatura odkształcenia. Wraz z iei wzrostem wyraźnie rośnie twardość i mikrotwardość. W przypadku ustalonej temperatury odkształcenia twardość i mikrotwardość nieznacznie rośnie wraz ze wzrostem szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji. Dla najwyższej badanej temperatury odkształcenia (500°C) zaobserwowano zbliżenie poziomu twardości stanu T5 do stanu T6. W przypadku dwóch najwyższych szybkości chłodzenia, odkształcenie w temperaturze 500°C spowodowało zrównanie poziomu mikrotwardości w stanach T5 i T6. Nie stwierdzono wpływu szybkości chłodzenia po homogenizacji, jak również temperatury odkształcenia na twardość i mikrotwardość stopu w stanie T6.



Rys. 33. Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 450°C)



Rys. 34. Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 475°C)



Rys. 35. Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)



Rys. 36. Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 450°C)



Rys. 37. Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 475°C)



Rys. 38. Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)

2.4.1.6 Badania mikrostruktury w stanach T5 i T6

W celu oceny zawartości we wnętrzu ziarn Cu, Mg i Si wykonano mikroanalizy składu chemicznego próbek po homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h, chłodzeniu z szybkością 8200°C/h i odkształceniu w temperaturze 500°C dla wariantów:

- z bezpośrednim przesycaniem z temperatury odkształcenia i starzeniem sztucznym (stan T5),
- 2) z osobną operacją przesycania i starzeniem sztucznym (stan T6).

Stwierdzono, że zawartość Cu we wnętrzach ziarn w stanie T5 jest 0,5 % mas. niższa niż w stanie T6 (rys. 39).



Rys. 39. Zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn materiału w stanach T5 i T6 (chłodzenie z szybkością 8200°C/h z temp. homogenizacji, odkształcenie w temp. 500°C, starzenie sztuczne w 175°C przez 10 h)

2.4.2. Badania maksymalnego stopnia rozpuszczenia składników stopowych stopu AlCu4SiMg oraz dobór najkorzystniejszej temperatury homogenizacji

Badania maksymalnego stopnia rozpuszczenia składników stopowych i dobór najkorzystniejszej temperatury homogenizacji wykonano w kilku etapach obejmujących:

- badania mikrostruktury stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temperaturze 490°C, 500°C i 510°C i chłodzeniu próbek w wodzie,
- analizę składu chemicznego we wnętrzach ziarn, próbek po chłodzeniu w wodzie z temperatury homogenizacji, w celu oceny zawartości Cu, Mg i Si, pierwiastków biorących udział w utwardzaniu wydzieleniowym,
- badania twardości próbek po homogenizacji w zmiennych warunkach i chłodzeniu w wodzie.

2.4.2.1 Mikrostruktura stopu chłodzonego w wodzie z temperatury homogenizacji 490°C, 500°C i 510°C

Wykonana analiza mikrostruktury próbek po homogenizacji w warunkach stosowanych w przemyśle i homogenizacji wysokotemperaturowej, a następnie po chłodzeniu w wodzie z temperatur homogenizacji 490°C, 500°C i 510°C, nie ujawniła istotnych różnic. Przykładowe mikrostruktury zamieszczono poniżej (rys. 40, 41).



Rys. 40. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12h z zastosowaniem chłodzenia w wodzie z temperatury homogenizacji (obraz BSE)



Rys. 41. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 510°C przez a) 4 h i b) 12 h z zastosowaniem chłodzenia w wodzie z temperatury homogenizacji (obraz BSE)

W celu oceny zawartości we wnętrzach ziarn Cu, Mg i Si, wykonano mikroanalizy składu chemicznego próbek po homogenizacji i chłodzeniu w wodzie dla wariantów:

- 1) homogenizacja w temperaturze 490°C przez 12 h,
- 2) homogenizacja w temperaturze 510°C przez 4 h,
- 3) homogenizacja w temperaturze 510°C przez 12 h.

Dzięki zaproponowanej wysokotemperaturowej homogenizacji (510°C) uzyskano korzystne zwiększenie zawartości Cu we wnętrzach ziarn o 0,5 % mas. w stosunku do homogenizacji standardowej. Efekt ten uzyskano zarówno w przypadku czasu wygrzewania wynoszącego 12 h jak i skróconego do 4 h (rys. 42).



Rys. 42. Wpływ warunków homogenizacji na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn

2.4.2.2 Badania twardości po homogenizacji w zmiennych warunkach i chłodzeniu w wodzie

Wykonano pomiar twardości i mikrotwardości próbek po homogenizacji w temperaturach 490°C, 500°C i 510°C, wygrzewaniu przez 4, 8 i 12 h, chłodzeniu w wodzie i starzeniu sztucznym (rys. 43, 44). Generalnie stwierdzono znaczący wzrost twardości i mikrotwardości wraz z podwyższeniem temperatury homogenizacji. Twardość rośnie z wydłużeniem czasu wygrzewania w temperaturze 490°C, utrzymuje się na takim samym poziomie w temperaturze 500°C i spada w przypadku temperatury 510°C i 8 godzinnego wygrzewania. Wydłużenie czasu wygrzewania zwiększa również mikrotwardość, z wyjątkiem temperatury 500°C, gdzie dla czasu wygrzewania 8 i 12 godzin zaobserwowano zbliżoną mikrotwardość.



Rys. 43. Wpływ warunków homogenizacji na uzyskany poziom twardości próbek chłodzonych w wodzie po wygrzewaniu, a następnie starzonych sztucznie



Rys. 44. Wpływ warunków homogenizacji na uzyskany poziom mikrotwardości próbek chłodzonych w wodzie po wygrzewaniu, a następnie starzonych sztucznie

2.4.3. Badania maksymalnego stopnia przesycenia stopu plastycznej AlCu4SiMg Ζ temperatury przeróbki na zastosowaniem homogenizacji goraco Z wysokotemperaturowej

Badania maksymalnego stopnia przesycenia stopu z temperatury przeróbki plastycznej na gorąco z zastosowaniem homogenizacji wysokotemperaturowej wykonano w kilku etapach obejmujących:

- badania mikrostruktury stopu AlCu4SiMg po wysokotemperaturowej homogenizacji,
- analizę składu chemicznego we wnętrzach ziarn, próbek po wysokotemperaturowej homogenizacji, w celu oceny zawartości Cu, Mg i Si, pierwiastków biorących udział w utwardzaniu wydzieleniowym,
- badania twardości próbek po wysokotemperaturowej homogenizacji,
- próby ściskania w wysokiej temperaturze (500°C),
- badania twardości próbek w stanie T5 i T6,

 analizę składu chemicznego we wnętrzach ziarn, próbek w stanie T5 i T6, w celu oceny zawartości Cu, Mg i Si, pierwiastków biorących udział w utwardzaniu wydzieleniowym.

2.4.3.1 Mikrostruktura stopu po wysokotemperaturowej homogenizacji

Na podstawie analizy mikrostruktury próbek poddanych wysokotemperaturowej homogenizacji ujawniono różnice w szybkościach chłodzenia z temperatury homogenizacji. Podobnie jak w przypadku homogenizacji w warunkach stosowanych w przemyśle, wzrost szybkości chłodzenia po wysokotemperaturowej homogenizacji powoduje rozdrobnienie wydzieleń we wnętrzach ziarn, co można zauważyć porównując mikrostruktury dla skrajnych prędkości chłodzenia z temperatury homogenizacji (rys. 45, 46). Dla ustalonej szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji, nie zaobserwowano wpływu czasu wygrzewania na mikrostrukturę stopu.



Rys. 45. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temperaturze 510°C przez a) 4 h, b) 12 h z prędkością chłodzenia 84°C/h



Rys. 46. Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temperaturze 510^oC przez a) 4 h, b) 12 h z prędkością chłodzenia 8200^oC/h

W celu oceny zawartości we wnętrzach ziarn Cu, Mg i Si, wykonano mikroanalizy składu chemicznego próbek po homogenizacji w temperaturze 510°C i wygrzewaniu przez 4 h dla wariantów chłodzenia:

- 1) 84°C/h,
- 2) 8200°C/h.

Stwierdzono niewielki wzrost zawartości Cu dla wyższej szybkości chłodzenia (rys. 47).



Rys. 47. Wpływ szybkości chłodzenia po homogenizacji (510°C, 4 h) na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn

2.4.3.2 Badania twardości po wysokotemperaturowej homogenizacji

W celu oceny efektu wysokotemperaturowej homogenizacji wykonano badania twardości i mikrotwardości próbek po tej operacji (rys. 48). Zwiększenie szybkości chłodzenia powoduje wzrost twardości i mikrotwardości badanych próbek, przy czym wzrost ten jest niewielki (około 10 HV) dla szybkości chłodzenia 335°C/h, natomiast duży (około 40 HV) dla szybkości chłodzenia 8200°C/h. Wydłużenie czasu wygrzewania z 4 do 12 h nie wpływa na twardość i mikrotwardość w przypadku dwóch niższych szybkości chłodzenia. Natomiast zaobserwowano spadek twardości i mikrotwardości badanych próbek po 12 h wygrzewania dla najwyższej szybkości chłodzenia (8200°C/h). Nie stwierdzono wpływu czasu homogenizacji na twardość i mikrotwardość próbek chłodzonych z szybkością 84°C/h i 335°C/h.



2.4.3.3 Próby ściskania w wysokiej temperaturze (500°C)

Przeprowadzono ściskanie w temperaturze 500°C próbek otrzymanych po wysokotemperaturowej homogenizacji (rys. 49, 50). Nie stwierdzono istotnego wpływu zmiennej szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji na charakterystykę ściskania. Wydłużenie czasu homogenizacji z 4 do 12 h spowodowało nieznaczny spadek oporu plastycznego, o około 3 MPa.



Rys. 49. Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 500°C (homogenizacja w temp. 510°C przez 4 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)



Rys. 50. Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 500°C (homogenizacja w temp. 510°C przez 12 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)

2.4.3.4 Badania twardości w stanach T5 i T6

W celu oceny wpływu nowych warunków homogenizacji na końcowe własności materiału, wykonano pomiary twardości i mikrotwardości próbek po wysokotemperaturowej homogenizacji i odkształceniu w temperaturze 500°C z bezpośrednim przesyceniem z temperatury odkształcenia i starzeniu sztucznym (stan T5) oraz z osobną operacją przesycania i starzeniu sztucznym (stan T6), (rys. 51, 52). Nie stwierdzono istotnego wpływu czasu wyżarzania i szybkości chłodzenia po homogenizacji na twardość i mikrotwardość badanych próbek zarówno w stanie T5 jak i w stanie T6.



Rys. 51. Wpływ zróżnicowanych warunków homogenizacji (510°C, 4 i 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)



Rys. 52. Wpływ zróżnicowanych warunków homogenizacji (510°C, 4 i 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)

2.4.3.5 Badania mikrostruktury w stanach T5 i T6

W celu oceny zawartości we wnętrzach ziarn Cu, Mg i Si, wykonano mikroanalizy składu chemicznego próbek po homogenizacji w temperaturze 510°C chłodzonych z szybkością 8200°C/h i wysokotemperaturowym odkształceniu w temperaturze 500°C dla wariantów:

- po homogenizacji w temperaturze 510°C przez 4 h i z bezpośrednim przesyceniem z temperatury odkształcenia i starzeniu sztucznym (stan T5),
- po homogenizacji w temperaturze 510°C przez 4 h i z osobną operacją przesycenia i starzeniu sztucznym (stan T6),
- 3) po homogenizacji w temperaturze 510°C przez 12 h i z bezpośrednim przesyceniem z temperatury odkształcenia i starzeniu sztucznym (stan T5),
- po homogenizacji w temperaturze 510°C przez 12 h i z osobną operacją przesycenia i starzeniu sztucznym (stan T6).

Wykonane analizy nie pokazały istotnego wpływu czasu wysokotemperaturowej homogenizacji na zawartość Cu we wnętrzach ziarn w stanach T5 i T6 (rys. 53).



Rys. 53. Wpływ czasu wysokotemperaturowej homogenizacji na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn materiału w stanach T5 i T6 (chłodzenie z szybkością 8200°C/h z temp. homogenizacji, odkształcenie w temp. 500°C, starzenie sztuczne w 175°C przez 10 h)

2.5. Analiza wyników

Właściwy dobór warunków homogenizacji i temperatury przeróbki plastycznej na gorąco jest podstawą uzyskania wysokiej twardości wysokoskładnikowego stopu 2014 w stanie T5, a tym samym oczekiwanych własności wytrzymałościowych.

Dobór warunków homogenizacji

Temperatura i czas homogenizacji

Badania mikrostruktury stopu AlCu4SiMg nie ujawniły jej zróżnicowania na skutek zastosowania homogenizacji w zmiennych warunków wygrzewania w badanych zakresach temperatury (490°C, 500°C i 510°C) i czasu (4, 8 i 12 h) oraz po chłodzeniu w wodzie (rys. 40, 41). Natomiast badania wpływu temperatury i czasu homogenizacji na poziom twardości HV materiału po chłodzeniu w wodzie (z temperatury homogenizacji) i starzeniu sztucznym, pokazują znaczny przyrost twardości (rys. 43) i mikrotwardości (rys. 44) ze wzrostem temperatury homogenizacji, przy czym twardość w każdym z badanych przypadków osiąga wyższy poziom niż mikrotwardość. W najniższej z badanych temperatur homogenizacji (490°C) twardość rośnie ze wzrostem czasu wygrzewania, w temperaturze 500°C wydłużenie czasu powyżej 4 h nie powoduje wzrostu twardości HV, natomiast w najwyższej temperaturze wynoszącej 510°C wydłużenie czasu wygrzewania powyżej 8 h powoduje nieznaczny spadek twardości HV. Badanie mikrotwardości tych samych próbek pokazuje podobną tendencję dla temperatury homogenizacji 490°C i 500°C, natomiast odwrotną dla temperatury 510°C.

Wzrost temperatury homogenizacji istotnie wpływa również na wzrost zawartości Cu we wnętrzach ziarn, w przypadku próbek chłodzonych w wodzie po homogenizacji. Ponieważ Cu jest pierwiastkiem, który uczestniczy w utwardzeniu wydzieleniowym, więc wysoką jej zawartość we wnętrzach ziarn należy uznać za korzystną z punktu widzenia przygotowania materiału do uzyskania wysokiej twardości w stanie T5. Stwierdzono, że podniesienie temperatury homogenizacji z 490°C do 510°C powoduje wzrost zawartości Cu z 4,1 do 4,6% mas., natomiast zawartość Mg i Si wzrasta nieznacznie na skutek podniesienia temperatury homogenizacji. W temperaturze 510°C czas homogenizacji nie wpływa na zawartość Cu, Mg i Si w osnowie, ponieważ po wygrzewaniu w temperaturze 510°C przez 4 i 12 godzin, a następnie chłodzeniu w wodzie są one jednakowe i wynoszą odpowiednio 4,6; 0,6 i 0,3% mas. (rys. 42). Analiza wpływu czasu homogenizacji w temperaturze 510°C prowadzi do interesujących spostrzeżeń. Wydłużenie czasu homogenizacji w temperaturze 510°C z 4 do 12 h powoduje (po chłodzeniu stopu w wodzie z temperatury homogenizacji i starzeniu sztucznym) wzrost mikrotwardości, przy niezmienionej zawartości składników stopowych we wnętrzach ziarn, a równocześnie spadek twardości. Wyjaśnienie przyczyn opisanych powyżej zmian własności wymaga wykonania szczegółowych badań mikrostruktury materiału po homogenizacji w temperaturze 510°C z różnym czasem wygrzewania.

Szybkość chłodzenia z temperatury homogenizacji

Zaobserwowano wpływ szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji na mikrostrukturę stopu AlCu4SiMg, próbek wygrzewanych i chłodzonych z różnymi szybkościami z temperatury homogenizacji. Stwierdzono, że wzrost szybkości chłodzenia prowadzi do uzyskania drobniejszych cząstek faz w osnowie (faz zawierających składniki niezbędne do późniejszego utwardzania wydzieleniowego). Jest to bardzo ważne dla procesu z bezpośrednim przesycaniem z temperatury odkształcenia plastycznego na gorąco, gdyż tylko drobne cząstki mogą łatwo ulec rozpuszczeniu podczas wyciskania. Dotyczy to zarówno chłodzenia z temperatury homogenizacji 490°C (rys. 17 - 20), jak i z temperatury 510°C (rys. 44, 45).

Analiza wpływu szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji 490°C na twardość i mikrotwardości HV badanych próbek (po starzeniu naturalnym), ujawniła niewielki wzrost tych własności wraz z podwyższeniem szybkości chłodzenia w zakresie od 84°C/h do 335°C/h oraz znaczący przy zastosowaniu najwyższej badanej szybkości chłodzenia 8200°C/h (chłodzenie na powietrzu). Dla najwyższej szybkości chłodzenia (8200°C/h) twardość wynosi 115 HV, a mikrotwardość 112 VH, podczas gdy dla szybkości chłodzenia 84°C/h twardość wynosi 73 HV, a mikrotwardość wynosi 70 HV (rys. 28). Tę tendencję zaobserwowano również dla próbek homogenizowanych w temperaturze 510°C (rys. 47). Wynika ona ze zwiększenia stopnia przesycenia stopu, a tym samym efektu starzenia naturalnego wraz ze wzrostem szybkości chłodzenia z temperaturze 510°C i chłodzonego z szybkością 8200°C/h, stwierdzono niewielki spadek twardości i mikrotwardości wraz z wydłużeniem czasu wygrzewania z 4 do 12 h.

Zwiększenie szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji wpływa również korzystnie na wzrost zawartości Cu we wnętrzach ziarn, natomiast nie prowadzi do

zwiększenia zawartości Mg i Si. Miedź obecna jest we wnetrzach ziarn w postaci cząstek, wydzielonych podczas chłodzenia z temperatury homogenizacji lub/i w postaci produktów starzenia. Zawartość Cu we wnętrzach ziarn rośnie ze wzrostem szybkości chłodzenia zarówno podczas chłodzenia z temperatury 490°C (rys. 27) jak i z temperatury 510°C (rvs. 46). Po homogenizacji w temperaturze 510°C i chłodzeniu z najniższą szybkością (84°C/h), uzyskano znacznie wyższa zawartość Cu we wnętrzach ziarn wynosząca 4,2% mas. niż po homogenizacji w temperaturze 490°C i takim samvm chłodzeniu, gdzie zawartość ta wynosiła 3,3% mas. (rys. 53). Większy jest zatem wpływ temperatury homogenizacji na zawartość Cu we wnętrzach ziarn, niż szybkości chłodzenia z tej temperatury. Ponadto uzyskano porównywalną zawartość Cu we wnętrach ziarn po wygrzewaniu w temperaturze 510°C przez 4 godziny i najwolniejszym chłodzeniu jak i po wygrzewaniu w temperaturze 490°C przez 12 godzin i chłodzeniu w wodzie (rys. 54). Ma to istotne znaczenie, gdyż w warunkach przemysłowych nie jest możliwe bardzo szybkie chłodzenie wlewków ze stopów serii 2xxx z temperatury homogenizacji. Przy zastosowaniu nadmiernej szybkości chłodzenia, wlewki mogą pękać na skutek naprężeń termicznych.



Rys. 54. Wpływ warunków homogenizacji i szybkości chłodzenia na zawartość Cu we wnętrzach ziarn

Dobór temperatury odkształcenia na gorąco

Przeprowadzone testy ściskania w temperaturze 450°C, 475°C i 500°C materiału homogenizowanego w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzonego ze zmienną szybkością jednoznacznie wskazują, że opór plastyczny spada ze wzrostem temperatury ściskania. W temperaturze ściskania 450°C opór plastyczny wynosi 35 MPa, a w temperaturze 500°C – 25 MPa. Nie obserwuje się znaczących różnic w poziomie oporu plastycznego w zależności od szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji 490°C (rys. 30 - 32). Podobny wpływ szybkości chłodzenia obserwuje się także dla temperatury homogenizacji 510°C (rys. 49, 50), w tym przypadku obserwuje się niewielki spadek oporu plastycznego z 25 MPa na około 22 MPa na skutek wydłużenia czasu wygrzewania z 4 do 12 h.

Badania stopu 2014 w stanach T5 i T6

Wyniki badań twardości (rys. 33 - 35) i mikrotwardości (rys. 36 - 38) próbek homogenizowanych w temperaturze 490°C przez 12 h, chłodzonych z różnymi szybkościami, a następnie odkształconych w temperaturze 450°C, 475°C i 500°C z bezpośrednim przesyceniem z temperatury odkształcenia i starzonych sztucznie (stan T5) wskazują, że poziom tych wartości rośnie ze wzrostem szybkości chłodzenia dla wszystkich badanych temperatur odkształcenia. Dla próbek odkształconych w temperaturze 450°C i 475°C uzyskany poziom twardości i mikrotwardości jest znacząco niższy w stanie T5 w porównaniu z wartościami uzyskanymi w stanie T6. Natomiast dla próbek odkształconych w najwyższej badanej temperaturze 500°C zarówno twardość jak i mikrotwardość w stanie T5 uzyskały bardzo wysoki poziom wynoszący, dla dwóch najwyższych szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji, odpowiednio 152 HV i 159 µHV. Twardość jest o około 10 HV niższa od uzyskanej w stanie T6 (162 HV), a mikrotwardość jest niemal równa (161 µHV). Uzyskane wyniki jednoznacznie wskazuja na konieczność stosowania możliwie najwyższej temperatury odkształcenia, bowiem zdecydowanie wpływa ona na własności stopu w stanie T5. Należy równocześnie zauważyć, że zwiększenie w badanym zakresie szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji przyczynia się do wzrostu twardości i mikrotwardości stopu w stanie T5 (rys. 55). Nie stwierdzono natomiast wpływu ani szybkości chłodzenia po homogenizacji, ani wpływu temperatury odkształcenia na twardość i mikrotwardość stopu w stanie T6, gdzie wartości utrzymują się na poziomie około 160 HV.



Rys. 55. Wpływ temperatury odkształcenia na mikrotwardość w stanie T5 (homogenizacja w temp. 490°C przez 12h)

Badania twardości (rys. 51) i mikrotwardości (rys. 52) próbek homogenizowanych w temperaturze 510°C przez 4 i 12 h, chłodzonych z różnymi szybkościami, a następnie odkształconych w temperaturze 500°C z bezpośrednim przesyceniem z temperatury odkształcenia i starzonych sztucznie (stan T5), wskazują również na wysoki poziom uzyskanych własności. Twardość utrzymuje się na poziomie około 160 HV, a mikrotwardość na poziomie około 150 μHV dla wszystkich badanych wariantów chłodzenia po homogenizacji. Podniesienie temperatury homogenizacji zmniejsza wpływ szybkości chłodzenia (z temperatury homogenizacji) na twardość i mikrotwardość stopu w stanie T5 dla szybkości chłodzenia 84 i 335°C/h. Takiej tendencji nie zaobserwowano w przypadku najwyższej badanej szybkości chłodzenia 8200°C/h, gdzie dla czasu 4 i 12 h twardość i mikrotwardość utrzymują się prawie na jednym poziomie.

Porównując własności próbek uzyskane w stanie T5 po homogenizacji standardowej (490°C) dla dwóch najwyższych szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji (335 i 8200°C/h) i po homogenizacji w temperaturze 510°C dla wszystkich badanych szybkości chłodzenia można stwierdzić, że twardość nieznacznie rośnie, a mikrotwardość nieznacznie się obniża z podwyższeniem temperatury homogenizacji. Natomiast niewielkiemu obniżeniu uległy wartości w stanie T6 (rys. 35, 38, 51 i 52). Z drugiej strony, badania zawartości Cu we wnętrzach ziarn w stanie T5 pokazują niższą jej koncentracje w przypadku homogenizacji w temperaturze 490°C (12 h) niż 510°C (4 h), a wynoszącą odpowiednio 4,0% mas. i 4,5% mas. W stanie T6 zawartość Cu we wnętrzach ziarn, dla wymienionych wyżej homogenizacji, jest porównywalna i wynosi odpowiednio 4,5% mas. i 4,3% mas. (rys. 39, 53). Można uznać za zaskakujące, że uzyskana dzięki doborowi warunków homogenizacji wyższa zawartość Cu we wnętrzach ziarn, nie spowodowała otrzymania wyższej mikrotwardości w stanie T5. Być może przyczyn tego można upatrywać w konieczności zastosowania specjalnych warunków starzenia. W niniejszej pracy przyjęto warunki starzenia obecnie stosowane w przemyśle dla procesów konwencjonalnych, odbywających się w niższych temperaturach i z osobną operacją przesycania poprzedzającą starzenie na stan T6. Można zatem sądzić, że wyższa zawartość Cu we wnetrzach ziarn, uzyskana dzięki wysokotemperaturowej homogenizacji i bezpośredniemu przesyceniu z temperatury odkształcenia plastycznego, wymaga ustalenia nowych warunków starzenia. Zatem dodatkowo wykonano wstępne badania procesu starzenia próbek przesycanych bezpośrednio z temperatury odkształcenia plastycznego na goraco. Starzenie prowadzono w temperaturze 175°C przez 2, 5, 8 i 10 godzin. Maksimum twardości i mikrotwardości uzyskano po 8 h starzenia, więc po krótszym czasie niż obecnie stosowany w przemyśle (rys. 56). Wyniki te potwierdzają konieczność wykonania szczegółowych badań procesu starzenia materiału po wysokotemperaturowej homogenizacji z bezpośrednim przesycaniem z temperatury odkształcenia plastycznego na goraco.



Rys. 56. Wpływ czasu starzenia na twardość w stanie T5 (homogenizacja w temp. 510°C przez 4h, chłodzenie z szybkością 8200°C/h, ściskanie w temperaturze 500°C)

Podsumowanie analizy

Biorąc pod uwagę uzyskane wyniki badań można określić warunki przygotowania wlewków oraz przeróbki plastycznej na gorąco, pozwalające na produkcję wyrobów ze stopu 2014 w stanie T5 o wysokich własnościach wytrzymałościowych.

Obecnie stosowane w praktyce przemysłowej warunki homogenizacji (490°C, 12 h) pozwalają na uzyskanie własności w stanie T5 zbliżonych do osiąganych w stanie T6, jednakże pod warunkiem zwiększenia szybkości chłodzenia wlewków z temperatury homogenizacji z obecnie stosowanej, wynoszącej około 100°C/h do przekraczającej 300°C/h oraz zapewnienia wysokiej temperatury odkształcenia, wynoszącej 500°C.

Wysokotemperaturowa homogenizacja (510°C) prowadzi do uzyskania wyższej zawartości Cu we wnętrzach ziarn, w porównaniu z homogenizacją standardową (490°C), również przy skróconym do 4 h wygrzewaniu. Należy oczekiwać, że zastosowanie homogenizacji w temperaturze 510°C pozwoli na uzyskanie wysokich własności w stanie T5 przy skróconym z 12 do 4 h czasie wygrzewania co przyczyni się do znacznego obniżenia kosztów i zwiększenia wydajności produkcji. Nie bez znaczenia jest również fakt, iż po homogenizacji wysokotemperaturowej mniejszy wpływ na własności stopu w stanie T5 ma szybkość chłodzenia z temperatury homogenizacji.

Wyniki uzyskane na podstawie licznych prób ściskania dla stanu T5 mogą być wykorzystane nie tylko w procesie wyciskania wyrobów ale także w procesie kucia odkuwek ze stopu AlCu4SiMg. Można sądzić, że wysokie własności mechaniczne wyrobów uzyskiwane w stanie T5 wynikać będą nie tylko ze skutecznego utwardzenia wydzieleniowego, ale również z zachowania bardzo korzystnej mikrostruktury odkształcenia plastycznego, której nie można uzyskać w stanie T6 z powodu jej niszczenia podczas późniejszego nagrzewania do przesycania. Nie bez znaczenia jest również fakt, że wyeliminowanie odrębnej operacji przesycania pozwali istotnie skrócić czas procesu technologicznego, obniżyć koszty wytwarzania oraz zmniejszyć ryzyko powstania wad wyrobów związanych z ich ponownym nagrzewaniem do wysokiej temperatury.

Otrzymane wyniki badań eksperymentalnych pozwalają stwierdzić prawdziwość tezy postawionej w niniejszej pracy.

Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań wysunięto główne wnioski związane z tezą pracy, które przedstawiono poniżej.

- Stwierdzono, że w przypadku stopu AlCu4SiMg homogenizowanego laboratoryjnie w warunkach odpowiadających przemysłowym, mianowicie z zastosowaniem stosunkowo niskiej temperatury (490°C), dość znacznego czasu wygrzewania (12 h) i stosunkowo małej szybkości chłodzenia (100°C/h), osiągnięcie korzystnych warunków przesycania bezpośrednio z temperatury odkształcenia plastycznego jest praktycznie niemożliwe.
- W przypadku wykorzystania temperaturowo-czasowych warunków homogenizacji wlewków (490°C, 12 h), stosowanych w przemyśle, dość dobre wyniki dla stanu T5 osiągnięto jedynie przy zastosowaniu wyraźnie podwyższonych szybkości chłodzenia (335 - 8200°C/h) oraz podwyższonej temperatury odkształcenia plastycznego (500°C).
- Na podstawie badań stopu AlCu4SiMg przeprowadzonych z wykorzystaniem trzech temperatur homogenizacji: 490°C, 500°C, 510°C, stwierdzono, że najwyższa temperatura homogenizacji (510°C) zapewnia najkorzystniejsze warunki dla przesycania z temperatur technologicznych.
- 4. Stwierdzono, że próby ściskania przeprowadzone w temperaturze 500°C, z wykorzystaniem stopu homogenizowanego w temperaturze 510°C przez 4 h, pozwalają osiągnąć wysoką zawartość miedzi w ziarnach stopu, niezbędną do skutecznego utwardzania wydzieleniowego.
Literatura

- 1. *Hornbogen E.:* Hundred years of precipitation hardening. Journal of Light Metals, 2001, (127 132).
- 2. *Polmear I.J.*: Aluminium Alloys A Century of Age Hardening. Materials Forum, 2004, (1 14).
- 3. *Williams J. C., Starke E. A.*: Progress in structural materials for aerospace systems. Acta Materialia, 2003, vol. 51, (5775 5799).
- 4. *Altenpohl D.*: Aluminium und Aluminiumlegierungen, Springer Verlag, 1995.
- 5. PN-EN 573-3: Aluminium i stopy aluminium. Skład chemiczny i rodzaje wyrobów przerobionych plastycznie, 2009.
- 6. *Chakrabarti D.J., Laughlin D. E.:* Phase relations and precipitation in Al–Mg–Si alloys with Cu additions. Progress in Materials Science, 2004, vol. 49, (389–410).
- 7. *Phragmen G.*: On the Phases Occurring in Alloys of Aluminum with Copper, Magnesium, Manganese, Iron and Silicon. Journal of the Institute of Metals, 1950, vol. 77, (498-553).
- 8. *Mondolfo L. F.:* Aluminum alloys. Structure and properties. Butterworths, 1979.
- 9. *Arnberg, L., Aurivillius, B.*: The Crystal Structure of Al_xCu₂Mg_{12-x}Si₇, (h-AlCuMgSi), Acta Chemica Scandinavica, 1980, A 34, (1-5).
- 10. *Wolverton C.:* Crystal Structure and Stability of Complex Precipitate Phases in Al-Cu-Mg-(Si) and Al-Zn-Mg. Acta Materialia, 2001, (3129–3142).
- 11. *Bassani P., Gariboldi E., Vimercati G.*: Calorimetric analyses on Aged Al-4.4.Cu-0.5Mg-0.9Si-0.8Mn Alloy (AA2014 grade). Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2007, vol. 87, (247–253).
- 12. *Totik Y., Sadeler R., Kaymaz I., Gavgali M.:* The effect of homogenisation treatment on cold deformations of AA 2014 and AA 6063 alloys. 2004, Journal of Materials Processing Technology 147 (60–64).
- 13. Sadeler R., Totik Y., Gavgalı M., Kaymaz I.: Improvements of fatigue behaviour in 2014 Al alloy by solution heat treating and age-hardening. 2004, Materials and Design 25 (439–445)
- 14. *Riontino G., Zanada A.*: Coupled formation of hardening particles on pre-precipitates in an Al–Cu–Mg–Si 2014 alloy. 1998, Materials Letters 37 (241–245).
- 15. *Totten G. E., MacKenzie D. (ed.):* Handbook of Aluminium. 2003, vol. 1, Physical Metallurgy and Processes.
- 16. *Bäckerud L., Król E., Tamminen J.:* Solidification Characteristics of Aluminum Alloys. Wrought Alloys. 1986, Skanaluminium.
- 17. *Manabu N., Takehiko E.:* New aspects of development of high strength aluminum alloys for aerospace applications. Materials Science and Engineering, 2000, A285 (62–68).

- 18. Davis J.R. (ed.): Aluminum and Aluminum Alloys. ASM Specialty Handbook 1993.
- 19. *Łatkowski A., Jarominek J., Mikułowski B.*: Ćwiczenia laboratoryjne z metaloznawstwa metali nieżelaznych. Skrypty Uczelniane. Wydawnictwo AGH 1991.
- 20. Polmear I. J.: Light Alloys. From Traditional Alloys to Nanocrystals. Elsevier 2006.
- 21. Lesniak D., Zasadzinski J., Galanty M., Woznicki A., Rekas A.: New Developments in Extrusion of 2xxx Alloys with Solution Heat Treatment on the Press w druku
- 22. *Bronicki M., Woźnicki A.:* Analiza przemysłowych warunków homogenizacji okresowej wlewków ze stopów aluminium. Rudy i Metale Nieżelazne 2007, R 52, nr 12 (907-909).
- 23. *Totik Y., Gavgali M.:* The effect of homogenization treatment on the hot workability between the surface and the center of AA 2014 ingots. Materials Characterization 2003, 49 (261–268).
- 24. *Gavgali M., Aksakal B.*: Effects of various homogenisation treatments on the hot workability of ingot aluminium alloy AA2014. Materials Science and Engineering 1998, A254 (189–199).
- 25. Gonçalves M., Martins M. G., Misiolek W. Z., VanGeertruyden W. H.: Homogenization and Hot Workability of Alloy AA2014.Materials Science Forum 2002, vols. 396-402 (393-398).
- 26. *Dixon B.*: Extrusion of 2xxx and 7xxx alloys. Aluminium Extrusion Technology Seminar ET 2000 (281-294).
- 27. *Leśniak D., Bronicki M., Woźnicki A.:* High-temperature homogenization of AlCuMg alloys for extrusion in T5 temper. Archives of Metallurgy and Materials 2010, vols. 55 (499-513).
- 28. *Ebrahimia, G.R., Zarei-Hanzakib A., Haghshenasb M., Arabshahic H.:* The effect of heat treatment on hot deformation behaviour of Al 2024. Journal of Materials Processing Technology 2008, 206 (25–29).
- 29. Saeed-Akbari A., Zarei-Hanzaki A., Rahmanian R., Ebrahimi Gh.R.: The Effects of Homogenization Conditions on the Hot Ductility Behaviour of AA2024 Aluminum Alloys. Materials Forum 2004, vol. 28 (1235-1242).
- Takehiko E., Manabu N.: New Process-Microstructure method for Affordable 2024 Series Aerospace Aluminum alloys. Materials Science Forum 2007, vols. 539-543 (3643-3648).
- Reiso O., Hafsås J.E., Sjothun O., Tundal U.: The Effect of Cooling Rate After Homogenization and Billet Preheating Practice on Extrudability and Section Properties. Part 1: Extrudability and Mechanical Properties. Proc. of 6th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 1996, t.1, (1 – 10)0.
- Reiso O., Tundal U., Andersen S.J.: The Effect of Cooling Rate After Homogenization and Billet Preheating Practice on Extrudability and Section Properties. Part 2: A Microstructural Investigation. Proc. of 6th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 1996, t.1, (141 – 146).
- Lefstad M., Reiso O.: Metalurgical Speed Limitations During the Extrusion of AlMgSi-Alloys. Proc. of 6th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 1996, t.1, (11 – 21).

- 34. *Bjørnbakk E.B., Sæter J.A., Reiso O., Tundal U.*: The influence of homogenization cooling rate, billet preheating temperature and die geometry on the T5- properties for three 6XXX alloys extruded under industrial conditions. Materials Science Forum 2002, vols. 396-402, (405-410).
- 35. *Woźnicki A., Richert J., Richert M., Woźnicka J.:* Podatność wlewków ze stopów AlMgSi do wyciskania z przesycaniem na wybiegu prasy. Rudy i Metale Nieżelazne 2003, R 48, nr 10-11, (468-473).
- 36. *Woźnicki A., Richert J.:* Wpływ nowych warunków homogenizacji na podatność wlewków AlMgSi do wyciskania w stanie T5. Rudy i Metale Nieżelazne 2005, R 50, nr 10-11, (635-639).
- 37. *Richert J.:* Innowacyjne metody przeróbki plastycznej metali. Wydawnictwa AGH Kraków 2010.
- 38. *Szilágyi G., Gonçalves M.:* Effects of Homogenization and Cooling after Extrusion on Microstructure and Ageing Kinetics of aluminium Alloys 2014. Materials Forum 2004, vol. 28 (558-563).
- 39. *Zasadziński J., Richert J., Libura W.*: Optymalizacja prędkości wyciskania rur z aluminiowych stopow trudnoodkształcalnych. Rudy i Metale Nieżelazne 1980, R 25, nr 10, (457-461).
- 40. Zakharov V.V.: Scientific Aspects of Deformability of Aluminum Alloys During Extrusion. Advanced Performance Materials 1995, 2, (51-66).
- Ricks R.A., Parson N.C. Yiu H.L. Court S.A.: Microstructural Optimisation for Extrusion Of 6063 Alloys. Proc. of 5th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 1992, t.2, (57 – 69).
- 42. *Winjum N.W., Newsted G.W., Beevis A.R.:* Continuous Homogenizing of 6xxx Alloy Aluminum Extrusion Billets at Alcoa-Intalco Works. Proc. of 7th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 2000, t.2, (115 123).
- 43. Zając S., Bengtsson B., Jönsson C.: Influence of cooling after homogenization and reheating to extrusion on extrudability and final properties of AA6063 and AA6082 alloys. Materials Science Forum 2002, vols. 396-402, (399-404).
- 44. *Laue K., Stenger H.:* Extrusion. Process, Machinery, Tooling. American Society for Metals 1981.
- 45. *Libura W.:* Płynięcie metali w procesie wyciskania. Wydawnictwa AGH Kraków 2008.
- 46. *Zasadziński J., Richert J., Libura W.*: Prognozowanie parametrów siłowych wyciskania na gorąco aluminium i jego stopów. Rudy i Metale Nieżelazne 2004, R 49, nr 3, (131-134).
- 47. Leśniak D.: Structure and mechanical propertis of extruded AlCuMg sections in T5 temper. Archives of Metallurgy and Materials 2009, vols. 54 (1136-1143).
- 48. Zasadziński J., Richert J., Libura W.: Minimalizacja parametrów siłowych w procesie wyciskania metali. Rudy i Metale Nieżelazne 2006, R 51, nr 3, (136-142).
- 49. Saha P. K.: Aluminum Extrusion Technology. ASM International 2000.
- 50. Bauser M, Sauer G., Siegert K.: Extrusion. ASM International 2006.

- 51. *Libura W., Leśniak D., Rękas A., Zasadziński J.:* Analiza numeryczna wyciskania trudnoodkształcalnych stopów przez matryce o różnym kształcie. Polska metalurgia a latach 2002- 2006. Wydawnictwo naukowe "AKAPIT", Kraków.
- 52. *Ingvorsen J.:* Closed-Loop Isothermal Extrusion. Proc. of 7th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 2000, t.1, (549 557).
- 53. *Pandit M., Buchheit K.:* A New Measurement and Control System for Isothermal Extrusion. Proc. of 6th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 1996, t.1, (79 86).
- 54. Bryant A.J., Dixon W., Fielding R.A.P., Macey G.: Isothermal Extrusion. Light Metal Age 1999, nr 3/4, (8-36).
- 55. *Harris Ch, Li Q., Jolly M. R.:* Prediction Of Extruded Microstructures Using Experimental And Numerical Modelling Techniques. Proc. of 8th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Orlando 2004, (159-167).
- 56. *Duan X., Sheppard T.:* Simulation and control of microstructure evolution during hot extrusion of hard aluminium alloys. Materials Science and Engineering 2003, A351 (282-292).
- 57. *Libura. W., Leśniak D., Rękas A., Zasadziński J.:* Physical and numerical modelling of extrusion of flat sectins from hard deformable aluminium alloys. Proc. of 8th International Conference on Technology of Plasticity. 2005 Verona, Italy.
- 58. *Duana X., Velay X., Sheppard T.:* Application of finite element method in the hot extrusion of aluminium alloys. Materials Science and Engineering 2004, A369 (66–75).
- 59. Aliuminij. Mietałłowiedieniije. Obrabotka i Primienienije Aliuminijewych Spławow. Wyd. Mietallurgija, Moskwa, 1972.
- 60. *Tokarski M.*,: Technologia obróbki cieplnej metali i stopów. Skrypt Uczelniany Nr 99, Wyższa Szkoła Inżynierska w Opolu, Opole 1983.
- 61. *Beck, Chevrier J.:* Comparison des donnees de trempe, determinees a l'aid d'une methode numerique, a celles du regime permantent. International Journal of Heat and Mass Transfer 1971, (1731-1751).
- 62. *Hatch J. E. (ed.)*, Aluminum, Propertis and Phisical Metallurgy. 1984, American Society for Metals.
- 63. *Nowikowa I. I. (ed.)* : Diagrammy Izotermicieskogo raspada rastwora w aliuminijewych spławach. 1973, Moskwa Metallurgija.
- 64. *Bontcheva N., Petzov G., Parashkevova L.:* Thermomechanical modelling of hot Extrusion of Al-alloys, followed by cooling on the press., Computational Materials Science 2006, 38 (83-89).
- 65. *Strehmel W., Plata M., Bourqui B.:* New Technologies for the Cooling and Quenching of Medium-To-Large-Sized Aluminum Extrusions. Proc. of 6th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 1996, t.1, (317 326).
- 66. Zając S. Bengtsson B., Jönsson C, Isaksson A.: Quench Sensivity of 6063 and 6082 Aluminum Alloys. Proc. of 7th Int. Aluminum Extrusion Technology Seminar, Chicago 2000, t.1, (73 – 82).

- 67. *Senderski J., Pierewicz L., Płonka B.*: .Technologia, urządzenia i sterowanie procesem przesycania wyrobów wyciskanych na wybiegu prasy ze stopów Al serii 6xxx i 2xxx. Rudy i Metale Nieżelazne 2002, R 47, nr 6, (284-288).
- 68. Reiso O.: Extrusion of AlMgSi Alloys. Materials Forum 2004, vol. 28, (32-48)
- 69. Leśniak D., Zasadziński J., Galanty M., Woźnicki A., Bronicki M., Richert J., Libura W., Rękas A.: Wyciskanie wysokowytrzymałych stopów aluminium przesycanych na wybiegu prasy. Gliwice 2010. Instytut Metali Nieżelaznych (377-388).
- 70. *Leśniak D.:* Analiza numeryczna skutków temperaturowych w procesie wyciskania stopów AlCuMg w tanie T5. Rudy i Metale Nieżelazne 2010, R 55, nr 4, (208-216).
- 71. *Wang S.C., Starink M.J.:* Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al–Cu–Mg–(Li) based alloys. International Materials Reviews 2005, vol 50, No 4, (193-215).
- 72. *Ringer S. P., Hono K., Sakurai T., Polmear I. J.*: Cluster hardening in an aged Al-Cu-Mg alloy. Scripta Materialia 1997, vol. 36, No. 5, (517-521).
- 73. *Ringer S. P., Hono K., Polmear I.J. Sakurai T.:* Precipitation processes during the early stages of ageing in A1-Cu-Mg alloys. Applied Surface Science 1996, 94/95 (253-260).
- 74. *Ringer S. P., Sakurai T., Polmear I. J.*: Origins of hardening in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys. Acta Materialia 1997, vol. 45, No. 9, (3731-3744).
- 75. Zahra A. M., Zahra C. Y., Alfonso C., Charaï A.: Comments on "Cluster hardening in an aged Al-Cu-Mg alloy". Scripta Materialia 1998, vol. 39, no. 11, (1553–1558).
- Ringer S. P., Caraher S. K. Polmear I. J.: Response to comments on cluster hardening in an aged Al-Cu-Mg alloy. Scripta Materialia 1998, vol. 39, no. 11, (1559–1567).
- 77. *Abis S., Massazza M., Mengucci P., Riontino G.*: Early ageing mechanism in a high-copper AlCuMg alloy, Scripta Materialia 2001, 45, (685-691).
- 78. *Wang S.C., Starink M.J., Gao N.:* Precipitation hardening in Al–Cu–Mg alloys revisited. Scripta Materialia 2006, 54 (287–291).
- 79. Sha G., Marceau R. K. W., Gao X., Muddle B. C., Ringer S. P.: Nanostructure of aluminium alloy 2024: Segregation, clustering and precipitation processes. Acta Materialia 2011, 59 (1659–1670).
- 80. *Eskin D. G.:* Decomposition of supersaturated solid solutions in Al-Cu-Mg-Si alloys. Journal of Materials Science 2003, 38 (279-290).
- Hutchinson C. R., Ringer S. P.: Precipitation Processes in Al-Cu-Mg Alloys Microalloyed with Si. Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, vol. 31A, (2721-2733).
- 82. *Gao X., Nie J. F., Muddle B. C.:* Effects of Si additions on the precipitation hardening response in Al-Cu-Mg-(Ag) alloys. Materials Science Forum 1996, vols. 217-222 (1251-1256).
- 83. *Dutta I., Harper C. P., Dutta G.:* Role of Al₂O₃ Particulate Reinforcements on Precipitation in 2014 Al-Matrix Composites. Metallurgical and Materials Transactions A 1994, vol. 25A, (1591-1602).
- 84. Hufnagel W. (ed.): Aluminium-Taschenbuch. Aluminium-Verlag, Dsseldorf, 1988.

- 85. Lumley R. N., Polmear I. J., Morton A. J.: Interrupted aging and secondary precipitation in aluminium alloys. Materials Science and Technology 2003, vol. 19, (1483-1490).
- 86. *Lumley R. N., Polmear I. J., Morton A. J.*: Development of mechanical properties during secondary aging in aluminium alloys. Materials Science and Technology 2005, vol. 21, (1025-1032).
- 87. Kaiser Aluminium Extrusions, http://www.kaiseraluminum.com/customers/products/extrusions/rod/.

Spis rysunków

Rys. 1.	Fragment układu równowagi AlCuMg od strony aluminium [8]	8					
Rys. 2.	Fragment układu równowagi AlCuMgSi przy zawartości 1% Si w temperaturze 502°C (775K) [8]	9					
Rys. 3.	Zmiana solidusu w stopach 2014 i 2024 o skrajnych zawartościach składników stopowych na skutek homogenizacji [21]	10					
Rys. 4.	Maksymalna prędkość wypływu podczas wyciskania różnych stopów aluminium [44]	14					
Rys. 5.	Wykres ograniczeń temperaturowo - prędkościowych wyciskania stopu 2024 [39]						
Rys. 6.	Wpływ temperatury przesycenia na uzyskiwane własności mechaniczne po starzeniu dla stopu 2014 [59]						
Rys. 7.	Krzywe początku wydzielania dla wybranych stopów aluminium [61]	18					
Rys. 8.	Zależność wytrzymałości na rozciąganie od średniej szybkości chłodzenia						
	podczas przesycania (w przedziale 400-290°C) dla wybranych stopów aluminium utwardzanych wydzieleniowo [62]	18					
Rys. 9.	Krzywe CTR _m stopu 2014 o a) niższej, b) wyższej zawartości Cu [63]	19					
Rys. 10.	Własności mechaniczne stopu 2014 wyciskanego w stanie T5 i T6 [21]	21					
Rys. 11.	Własności mechaniczne stopu 2024 wyciskanego na stan T5 i T6 [21]						
Rys. 12.	Próbki	30					
Rys. 13.	Metodyka I etapu badań eksperymentalnych	32					
Rys. 14.	Krzywe chłodzenia próbek z temperatury homogenizacji	33					
Rys. 15.	Metodyka II etapu badań eksperymentalnych	34					
Rys. 16.	Metodyka III etapu badań eksperymentalnych	35					
Rys. 17.	Mikrostruktura wlewka ze stopu AlCu4SiMg przed homogenizacją	37					
Rys. 18.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h	37					
Rys. 19.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 179°C/h	38					
Rys. 20.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 335°C/h	38					
Rys. 21.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg poddanego homogenizacji w temperaturze 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h	38					
Rys. 22.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg otrzymana po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h, a) mikroskop świetlny, b) skaningowy mikroskop elektronowy (obraz BSE)	39					

Rys. 23.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg otrzymana po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h, a) mikroskop świetlny, b) skaningowy mikroskop elektronowy (obraz BSE)	39
Rys. 24.	Analiza składu chemicznego w mikroobszarach otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h	40
Rys. 25.	Mapa rozkładu pierwiastków otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 84°C/h	40
Rys. 26.	Analiza składu chemicznego w mikroobszarach otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h	41
Rys. 27.	Mapa rozkładu pierwiastków otrzymana metodą dyspersji energii EDS dla stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12 h i chłodzeniu z szybkością 8200°C/h	41
Rys. 28.	Wpływ szybkości chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn	42
Rys. 29.	Wpływ szybkości chłodzenia z temperatury homogenizacji (490°C, 12 h) na twardość badanych próbek po starzeniu naturalnym przez okres 10 dni	43
Rys. 30.	Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 450°C (homogenizacja w temp. 490°C przez 12 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)	44
Rys. 31.	Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 475°C (homogenizacja w temp. 490°C przez 12 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)	44
Rys. 32.	Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 500°C (homogenizacja w temp. 490°C przez 12 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)	45
Rys. 33.	Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 450°C)	46
Rys. 34.	Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 475°C)	46
Rys. 35.	Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)	47
Rys. 36.	Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 450°C)	47
Rys. 37.	Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 475°C)	48
Rys. 38.	Wpływ zróżnicowanych warunków chłodzenia po homogenizacji (490°C, 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)	48

Rys. 39.	Zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn materiału w stanach T5 i T6 (chłodzenie z szybkością 8200°C/h z temp. homogenizacji, odkształcenie w temp. 500°C, starzenie sztuczne w 175°C przez 10 h)	49
Rys. 40.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 490°C przez 12h z zastosowaniem chłodzenia w wodzie z temperatury homogenizacji (obraz BSE)	50
Rys. 41.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temp. 510°C przez a) 4 h i b) 12 h z zastosowaniem chłodzenia w wodzie z temperatury homogenizacji (obraz BSE)	51
Rys. 42.	Wpływ warunków homogenizacji na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn	51
Rys. 43.	Wpływ warunków homogenizacji na uzyskany poziom twardości próbek chłodzonych w wodzie po wygrzewaniu, a następnie starzonych sztucznie	52
Rys. 44.	Wpływ warunków homogenizacji na uzyskany poziom mikrotwardości próbek chłodzonych w wodzie po wygrzewaniu, a następnie starzonych sztucznie	53
Rys. 45.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temperaturze 510°C przez a) 4 h, b) 12 h z prędkością chłodzenia 84°C/h	54
Rys. 46.	Mikrostruktura stopu AlCu4SiMg po homogenizacji w temperaturze 510 ^o C przez a) 4 h, b) 12 h z prędkością chłodzenia 8200 ^o C/h	54
Rys. 47	Wpływ szybkości chłodzenia po homogenizacji (510°C, 4 h) na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn	55
Rys. 48.	Wpływ warunków wysokotemperaturowej homogenizacji na twardość badanych próbek po starzeniu naturalnym przez okres10 dni	56
Rys. 49	Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 500°C (homogenizacja w temp. 510°C przez 4 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)	57
Rys. 50.	Opór plastyczny wyznaczony podczas ściskania próbek w temperaturze 500°C (homogenizacja w temp. 510°C przez 12 h, chłodzenie ze zróżnicowaną szybkością)	57
Rys. 51.	Wpływ zróżnicowanych warunków homogenizacji (510°C, 4 i 12 h) na uzyskaną twardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)	58
Rys. 52.	Wpływ zróżnicowanych warunków homogenizacji (510°C, 4 i 12 h) na uzyskaną mikrotwardość w stanach T5 i T6 (temp. odkształcenia 500°C)	59
Rys. 53.	Wpływ czasu wysokotemperaturowej homogenizacji na zawartość Cu, Mg i Si we wnętrzach ziarn materiału w stanach T5 i T6 (chłodzenie z szybkością 8200°C/h z temp. homogenizacji, odkształcenie w temp. 500°C, starzenie sztuczne w 175°C przez 10 h)	60
Rys. 54.	Wpływ warunków homogenizacji i szybkości chłodzenia na zawartość Cu we wnętrzach ziarn	63
Rys. 55.	Wpływ temperatury odkształcenia na mikrotwardość w stanie T5 (homogenizacja w temp. 490°C przez 12h)	65

Rys. 56.	Wpływ	czasu	su starzenia na twardość w stanie T5 (homogenizacja w temp.							
	510°C	przez	4h,	chłodzenie	Z	szybkością	8200°C/h,	ściskanie	W	
	temperaturze 500°C)									66

Spis tablic

Tablica 1.	Składy chemiczne stopów 2014, 2017A i 2024 wg normy PN-EN 573-3 [5]	7
Tablica 2.	Maksymalna prędkość wypływu podczas wyciskania wybranych stopów serii 2xxx	16
Tablica 3.	Temperatury nagrzewania do przesycania wybranych stopów serii 2xxx oraz ich temperatury solidusu	17
Tablica 4.	Własności mechaniczne wybranych stopów serii 2xxx	25
Tablica 5.	Skład stopu 2014 użytego do badań	30
Tablica 6.	Średnie szybkości chłodzenia próbek z temperatury homogenizacji	33
Tablica 7.	Skład badanych cząstek	42