

Razvoj superplastične zlitine AlZnMgCu

Development of Superplastic Alloy AlZnMgCu

A. Smolej, *Montanistika, FNT, Ljubljana*

M. Gnamuš, *Litostroj, Ljubljana*

S. Vehovar, *IMPOL, Slovenska Bistrica*

Zlitina AlZnMgCu (AA 7475) s standardno sestavo je bila termomehansko obdelana po štirih postopkih, ki so vključevali različne kombinacije valjanja, raztopnega žarjenja, gašenja in prestaranja. Določen je bil vpliv teh obdelav na superplastične lastnosti, kot so največji raztezki brez lokalnega zožanja preseka, indeksi občutljivosti na preoblikovalno hitrost in napetosti tečenja. Največji doseženi raztezki so bili preko 1000 %. S poenostavljeno termomehansko obdelavo brez ločenega raztopnega žarjenja in prestaranja je bila pri industrijskih pogojih izdelana pločevina z raztezki do 590%.

Ključne besede: zlitina AlZnMgCu, termomehanska obdelava, zmanjšanje kristalnih zrn, superplastičnost

The AlZnMgCu alloy (AA 7475) with the standard composition was thermomechanically treated by four procedures, which consisted of various combinations of rolling, solution annealing, quenching, and overageing. Influence of this processing on the superplastic properties, as the maximal elongations without local necking, strain-rate sensitivity indices and yield stresses, were determined. The highest achieved elongations were over 1000 %. With a simplified thermomechanical treatment without separated solution annealing and overageing sheet with elongations up to 590 % was manufactured in industrial conditions.

Key words: 7475 aluminium alloy, grain refinement by thermomechanical treatment, superplasticity

1 Uvod

Zlitina AlZnMgCu z oznako 7475 po standardu Aluminium Assotiation dobi pri posebnih načinih izdelave in predelave superplastične lastnosti. Osnovni pogoj za dobro plastičnost je drobnozrnata mikrostruktura, ki jo mora imeti zlitina v obliki pločevine. Dobra preoblikovalna sposobnost, visoke trdnostne lastnosti in majhna masa uvrščajo to zlitino med pomembne materiale za izdelavo zahtevnih predmetov.

Drobnozrnata mikrostruktura v zlitinah s standardno sestavo nastane z ustrežno termomehansko obdelavo, ki obsega vroče valjanje, raztopno žarjenje, gašenje, prestaranje, valjanje pri temperaturah pod 200° C in rekristalizacijsko žarjenje¹. Zlitina doseže pri pravilnih pogojih preoblikovanja zelo velike raztezke brez lokalnega zožanja preseka. Ti raztezki, ki nastanejo pri majhnih preoblikovalnih hitrostih in relativno visokih temperaturah, so do 1000 % in več. Z odkritjem termomehanskega postopka za zmanjšanje kristalnih zrn se je zelo povečalo zanimanje za superplastične lastnosti te zlitine iz teoretičnega in praktičnega vidika. Številni avtorji poročajo o največjih raztezkih, ki se pogosto zelo razlikujejo²⁻⁷. Težave pri izdelavi in superplastični predelavi te zlitine so zahtevna termomehanska obdelava, majhne preoblikovalne hitrosti in

nastanek kavitacije po mejah kristalnih zrn⁸⁻⁹. Izvirno termomehansko obdelavo¹ je zelo težko kontrolirano izpeljati med industrijskim valjanjem bram večjih dimenzij. Po podatkih je možno doseči z enostavnejšo termomehansko obdelavo celo boljše superplastične lastnosti zlitine⁷.

Problem poenostavljene termomehanske obdelave je obravnavan tudi v tem članku. Osnovni namen raziskave je bil poizkus, da se pri industrijskih pogojih izdelata zlitina v obliki pločevine s čim boljšimi plastičnimi lastnostmi. Zlitina je bila termomehansko obdelana na štiri načine. Določen je bil vpliv različnih postopkov obdelave na mikrostrukturo in superplastične lastnosti zlitine.

2 Eksperimentalno delo

Zlitina je bila ulita po polkontinuirnem postopku v bramo z dimenzijami 200×800×1000 mm. Vložek je bil sestavljen iz primarnega aluminija z majhno vsebnostjo kovinskih nečistoč Fe in Si (tabela 1). Brama je bila po žarjenju za odpravo notranjih napetosti pri temperaturi 250°C in homogenizacijskem žarjenju 24 ur pri 460°C ohlajena v peči do 400°C ter nato valjana do debeline 10 mm.

Tabela 1: Kemična sestava preizkusne zlitine (v m.%)
Table 1: Composition of the investigated alloy (mass %)

Zn	Mg	Cu	Cr	Ti	Fe	Si
5,51	2,24	1,45	0,22	0,025	0,09	0,05

Vroče valjana pločevina je izhodni material za nadaljnjo termomehansko obdelavo, ki je potekala pri industrijskih in laboratorijskih pogojih:

- 1. Industrijski pogoji (postopek D):** Vroče valjana pločevina z debelino 10 mm je bila žarjena 10 ur pri 460°C, ohlajena v peči in hladno valjana do debeline 1,4 mm.
- 2. Laboratorijski preizkusi (postopki C3, C2, C1):** Izhodni material je bila vroče valjana pločevina z debelino 10 mm, ki je bila razrezana v kvadre z dimenzijami 150×80×10 mm. Preizkušanci so bili nadalje predelani na manjšem valjarniškem ogrodju pri naslednjih pogojih:

Postopek C 3: Žarjenje 4 ure pri 400°C / ohlajanje na zraku / valjanje pod temperaturo 200°C do debeline 1,6 mm z vmesnim žarjenjem pri 200°C.

Postopek C 2: Raztopno žarjenje 4 ure pri 485°C / ohlajanje na zraku / žarjenje za prestaranje 8 ur pri 400°C / ohlajanje na zraku / valjanje pod temperaturo 200°C do debeline 1,55 mm z vmesnim žarjenjem pri 200°C.

Postopek C 1: Raztopno žarjenje 4 ure pri 485°C / gašenje v vodi / žarjenje za prestaranje 8 ur pri 400°C / ohlajanje v vodi / valjanje pod temperaturo 200°C do debeline 1,30 mm

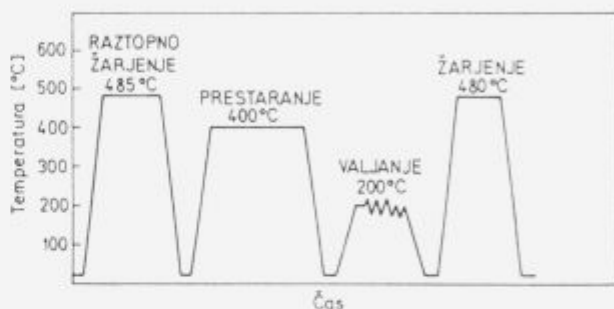
Vse pločevine so bile žarjene 30 minut pri temperaturi 480°C v svinčevi talini. Iz pločevin so bili izdelani preizkušanci za natezni preizkus z merilno dolžino 10 mm. Preizkusi v vročem so bili narejeni s horizontalnim nateznim strojem Gleeble 1500¹⁶. Preizkusi so bili narejeni pri preoblikovalnih temperaturah med 500°C in 530°C ter začetnih preoblikovalnih hitrostih od $2,5 \cdot 10^{-4}$ do $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

3 Rezultati preiskav

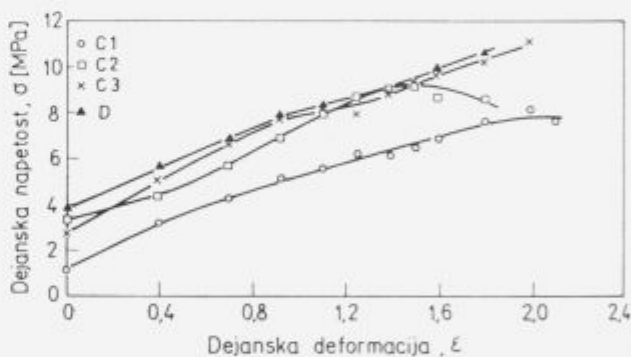
Vpliv različnih termomehanskih obdelav na plastičnost zlitine je bil določen z merjenjem napetosti tečenja med preoblikovanjem, največjih raztezkov in indeksov občutljivosti na preoblikovalno hitrost.

Napetosti tečenja so zelo majhne in ne presegajo pri uporabljenih preizkusnih pogojih 10 MPa. Te napetosti so najmanjše pri materialu C1, ki je bil izdelan z najzahtevnejšo termomehansko obdelavo (Slika 2). Sledijo materiali C2, C3 in industrijsko obdelana zlitina D. Podobno kot napetosti tečenja se z načini termomehanske obdelave spreminjajo tudi največji doseženi razteзки (Slika 3). Z materialom C1 je bil pri preoblikovalni temperaturi 515°C in hitrosti $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ dosežen raztezek brez porušitve preko 1000 % in z materialom D 590 %. Za vsak material obstaja optimalna preoblikovalna hitrost, ki je razen v primeru C2 najbližje vrednosti $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Za zlitine vrste AlZnMgCu je poznano, da so za superplastično preoblikovanje potrebne zelo nizke preoblikovalne hitrosti. Proti pričakovanjem pa se plastičnost manjša v smeri zelo majhnih hitrosti (Slika 3). Vsi preizkušanci so se neodvisno od termomehanske obdelave preoblikovali brez lokalnega zoženja

preseka (Slika 4). Pomemben pokazatelj superplastičnosti je indeks občutljivosti na preoblikovalno hitrost m , ki je podan z enačbo za preoblikovanje pri povišanih temperaturah: $\delta = K \dot{\epsilon}^m$ (K = konstanta, δ = napetost tečenja pri konstantni temperaturi, $\dot{\epsilon}$ = preoblikovalna hitrost). Pogoji za superplastično preoblikovanje nekega materiala je, da je njegova vrednost večja od 0,3. Visoka vrednost indeksa m ($0,3 < m < 1$) preprečuje nastanek lokalne kontrakcije med nateznim preoblikovanjem. Poznano je, da so največji razteзки superplastičnih materialov odvisni od vrednosti m^{11} .



Slika 1: Shema termomehanske obdelave za postopek C1
Figure 1: Schematic showing of the thermomechanical treatment for the procedure C1



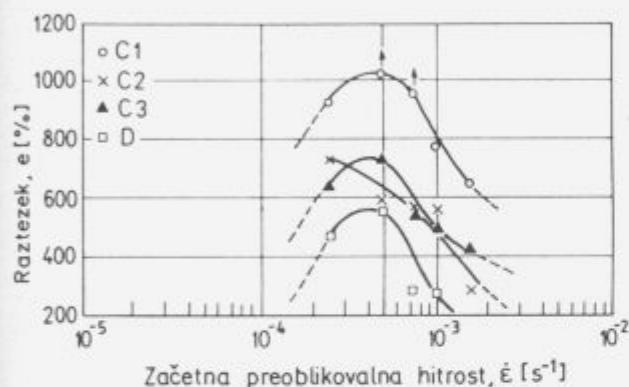
Slika 2: Krivulje σ - ϵ za zlitino AlZnMgCu v različnih termomehansko obdelanih stanjih D, C3, C2 in C1 pri preoblikovalni temperaturi 515°C in začetni preoblikovalni hitrosti $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Figure 2: True stress-true strain curves for the AlZnMgCu alloy, thermomechanically treated by the procedures D, C3, C2 and C1 at deformation temperature 515°C and initial strain rate $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Indeksi občutljivosti na preoblikovalno hitrost so bili določeni po metodi stopenjskega povečevanja preoblikovalne hitrosti pri konstantnem raztešku 20 % med dvema spremembama^{10,11,12}. Slika 5 prikazuje rezultate meritev za zlitino v različnih termomehanskih stanjih pri konstantni temperaturi 515°C. Naraščajoče vrednosti v smeri manjših preoblikovalnih hitrosti so skladne z največjimi doseženimi raztezkami. Višje vrednosti m pripadajo materialom v tistih termomehanskih stanjih, pri katerih je bila dosežena najboljša plastičnost. Značilno za vse preizkušance je, da so bili pri danih preizkusnih pogojih izmerjeni večji razteзки v področju, kjer vrednost m z naraščajočo preoblikovalno hitrostjo pada (Sliki 3 in 5). Zlitina v stanju C1 ima pri optimalni preoblikovalni hi-

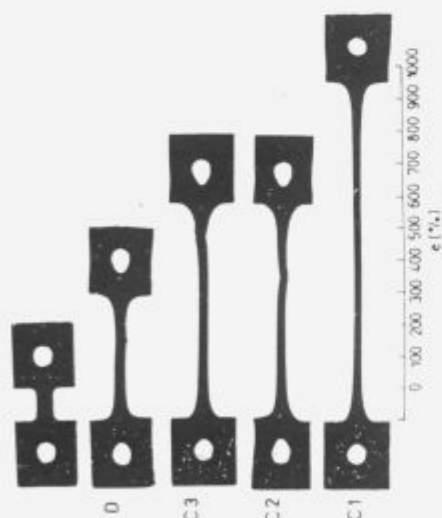
trosti $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ vrednost m približno 0,60. Pri vseh prekusnih zlitinah je indeks občutljivosti na preoblikovalno hitrost večji od 0,3.

Superplastične lastnosti materiala so odvisne od velikosti in oblike kristalnih zrn ter njihovih sprememb med preoblikovanjem. Sprememba velikosti zrn je posledica statične rasti, ki nastane med izotermnim žarjenjem in deformacijsko vzbujene rasti zrn ali dinamične rasti, ki nastane med preoblikovanjem. Statična rast je bila določena z žarjenjem preizkušancev v svinčevi talini pri temperaturah 480°C in 515°C ter v času 10 do 120 minut. Dinamična rast zrn pa je bila določena po preoblikovanju pri različnih raztezkih med 55 % do 830 %.



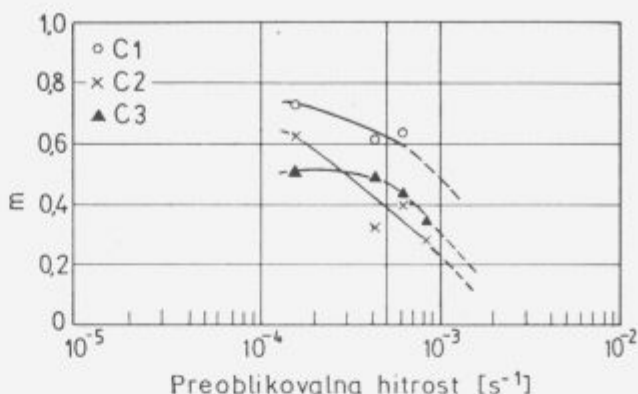
Slika 3: Največji raztezki zlitine AlZnMgCu v stanjih D, C3, C2 in C1 v odvisnosti od začetnih preoblikovalnih hitrosti pri preoblikovalni temperaturi 515°C

Figure 3: Maximum elongations of AlZnMgCu alloy, thermomechanically treated by the procedures D, C3, C2 and C1, as a function of the initial strain rates at deformation temperature 515°C



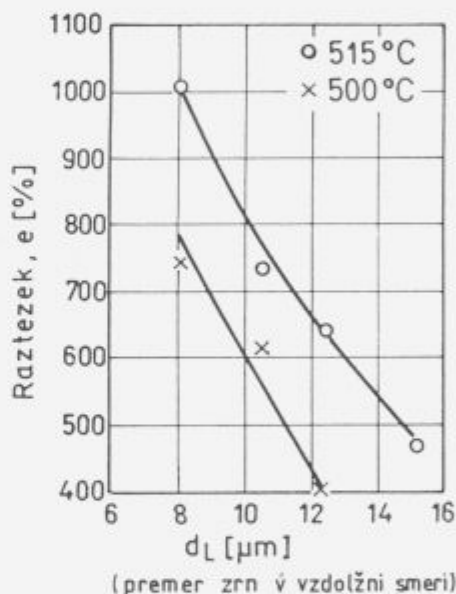
Slika 4: Plastičnost zlitine AlZnMgCu v stanjih D, C3, C2 in C1 pri začetni preoblikovalni hitrosti $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ in temperaturi 515°C

Figure 4: Ductility of AlZnMgCu alloy, thermomechanically treated by the procedures D, C3, C2 and C1, at initial strain rate $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ and temperature 515°C



Slika 5: Odvisnost indeksa m od začetne preoblikovalne hitrosti pri temperaturi 515°C za zlitino AlZnMgCu v stanjih C1, C2 in C3

Figure 5: Variation of strain rate sensitivity values m with initial strain rate at temperature 515°C for the AlZnMgCu alloy in the procedures C1, C2 and C3

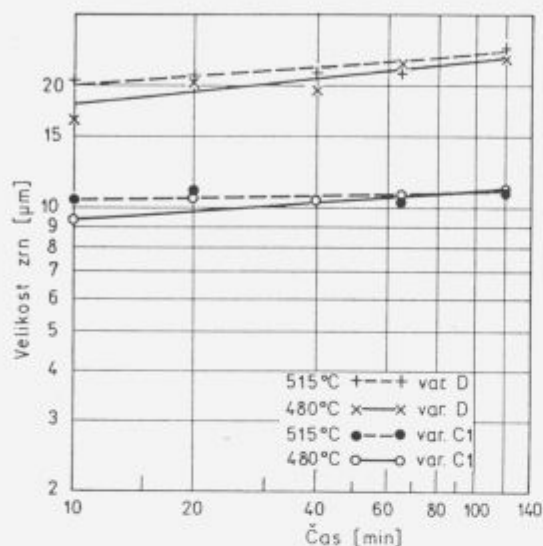


Slika 6: Največji raztezki zlitine AlZnMgCu v odvisnosti od povprečne velikosti kristalnih zrn pred superplastičnim preoblikovanjem pri temperaturah 500°C in 515°C

Figure 6: Maximum elongations of AlZnMgCu alloy at deformation temperatures 500°C and 515°C as a function of average grain size. The grain sizes of test-pieces were determined before the superplastic deformation

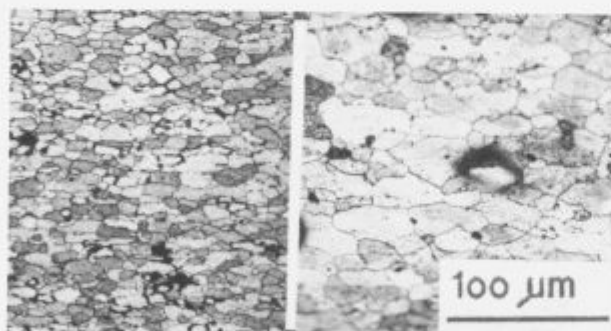
Zlitina ima v različnih termomehanskih stanjih zelo različne izhodne velikosti zrn. Rekrystalizirana zrna so razpotegnjena v smeri deformacije. Njihove dolžine so od $8 \mu\text{m}$ za postopek C1 in do $15 \mu\text{m}$ za postopek D. Največji raztezki so zelo odvisni od velikosti kristalnih zrn, ki jih ima material pred superplastičnim preoblikovanjem (Slika 6). Velikost kristalnih zrn se premočrtno večja s časom izotermnega žarjenja (Slika 7). Hitrost statične rasti je zelo majhna in je pri temperaturi 515°C $0,4 \mu\text{m/h}$ za materiale v stanju C1 in $0,5 \mu\text{m/h}$ za materiale v stanju D. Velikost kristalnih zrn se spreminja tudi med superplastičnim preoblikovanjem (Slika 8). Medtem ko se pri zlitini v stanju D poveča zrno med raztezanjem od 45 % do 200 % povprečno za $7 \mu\text{m}$, je to povečanje pri zlitini v

stanju C1 10-krat manjše. Med preoblikovanjem se zrna večajo zaradi statične in dinamične rasti. Iz eksperimentalno določenih vrednosti parametrov za dinamično rast zrn v odvisnosti od deformacije, je bilo ugotovljeno, da je dinamična rast zrn večja na začetku preoblikovanja. Parameter dinamične rasti zrn se pri uporabljenih preizkusnih pogojih manjša do vrednosti nič pri logaritemski deformaciji^{2,7}.



Slika 7: Sprememba velikosti zrn med izotermnim žarjenjem zlitine AlZnMgCu v stanjih D in C1 pri temperaturah 480°C in 515°C

Figure 7: Variation of grain size of the AlZnMgCu alloy in the procedures D and C1 during the isothermal annealing at 480°C and 515°C



Slika 8: Kristalna zrna zlitine AlZnMgCu v stanju C1 po raztežku 55% (levo) in 830% (desno)

Figure 8: Crystal grains of the AlZnMgCu alloy (procedure C1) after tensile test at the elongation of 55% (left) and 830% (right)

4 Diskusija

Osnovni mehanizem za tečenje materiala med superplastičnim preoblikovanjem zlitin vrste AlZnMgCu je drsenje po mejah zrn, ki vključuje njihovo rotacijo in zamenjavo mest^{12,14,15}. Velikost, oblika in stabilnost kristalnih zrn so zato s stališča materiala glavni dejavniki, ki vplivajo na superplastičnost. Pri tej vrsti zlitin je možno narediti z ustrezno termomehansko obdelavo zelo majhna zrna, ki so osnovni pogoj za dobro

preoblikovanje. Med prestaranjem zlitine po vročem valjanju, raztopnem žarjenju in gašenju nastanejo v matrici relativno veliki izločki MgZn₂ z velikostjo 1 µm. Matrica v okolici izločkov se močno deformira med nadaljnjim valjanjem pri temperaturah pod 200°C. Gosto porazdeljena, močno deformirana področja so prednostna mesta za nastanek nukleacijskih kali, kar povzroči drobnozrnato mikrostrukturo med rekristalizacijskim žarjenjem¹. Tako učinkovito termomehansko obdelavo je zelo težko izpeljati pri industrijskih pogojih. V tem delu je bila osnovna termomehanska obdelava nekoliko spremenjena z namenom, da se ugotovi, v kolikšni meri poenostavljeni postopki zmanjšajo superplastične lastnosti zlitine.

Velikosti kristalnih zrn se zelo razlikujejo glede na način termomehanske obdelave. Najmanjša zrna so v pločevini iz preizkusne zlitine, ki je obdelana po najzahtevnejšem postopku C1. Postopek, ki vsebuje ločeno raztopno žarjenje, gašenje in prestaranje, omogoča nastanek velikih izločkov. Z izpuščanjem ali spreminjanjem posameznih tehnoloških faz, ki povzročajo nastanek grobih izločkov, se večja tudi velikost kristalnih zrn in njihova nestabilnost za dinamično rast.

Največji raztezki, indeksi občutljivosti na preoblikovalno hitrost in napetosti tečenja med superplastičnim preoblikovanjem so odvisni od stabilnosti in velikosti kristalnih zrn, ki nastanejo med predhodno termomehansko obdelavo. Na začetku superplastičnega preoblikovanja napetost tečenja narašča z deformacijo. Deformacijsko utrjevanje v tem območju preoblikovanja je predvsem posledica dinamične rasti zrn¹³. Material v stanju C1 se preoblikuje z najmanjšimi napetostmi, ker ima najbolj stabilna kristalna zrna. Napetost tečenja se zmanjša nad določeno deformacijo. Padec napetosti je posledica manjših hitrosti rasti zrn in preoblikovalne hitrosti, kakor tudi manjšega nosilnega preseka zaradi pojava kavitacije. Pri preizkušancih, kjer je bil med obdelavo omejen ali izpuščen postopek prestaranja, so potrebne večje napetosti za preoblikovanje. Vsi materiali v različnih stanjih imajo majhno statično rast zrn, zato le-ta ne vpliva na superplastične lastnosti. Skladno z velikostjo zrn so bile dosežene tudi najboljše plastičnosti materiala in najvišje vrednosti indeksov občutljivosti na preoblikovalno hitrost. Največji raztezek preko 1000 % brez porušitve ima zlitina v stanju C1. Z materialom v stanju D, kjer je prestaranje sovpadalo s počasnim ohlajanjem s temperature mehkega žarjenja po vročem valjanju, so bili doseženi raztezki do 600 %. Ti raztezki so sprejemljivi za industrijsko prakso glede na enostaven postopek termomehanske obdelave.

5 Zaključki

Superplastične lastnosti zlitine AlZnMgCu so odvisne od velikosti in stabilnosti kristalnih zrn, ki nastanejo med termomehansko obdelavo. Največji raztezki preko 1000% brez porušitve, največje vrednosti indeksov občutljivosti na preoblikovalno hitrost in najnižje napetosti tečenja ima zlitina, pri kateri so v termomehansko obdelavo vključeni postopki raztopnega žarjenja, gašenja in prestaranja. Manjše hitrosti ohlajanja po raztopnem žarjenju ali nadomeščanje prestaranja z drugimi postopki toplotne obdelave povzročijo nastanek večjih kristalnih zrn in zmanjšanje plastičnosti. Zlitina z najenostavnejšo termomehansko obdelavo, ki je enostavno izvedljiva pri industrijskih pogojih, doseže raztezek do 600%.

6 Literatura

- ¹ J.A.Wert, N.E.Paton, C.H. Hamilton, M.W. Mahoney: Grain refinement in 7075 aluminium by thermomechanical processing, Metallurgical Transactions. Vol. 12 A, No. 7, julij 1981, str. 1267/1276
- ² A.J. Shakesheff, P.G. Partridge: Effect of superplastic deformation on the grain size and tensile properties of Al - 6.2 Zn - 2.5 Mg - 1.7 Cu (7010) alloy sheet, Journal of Materials Science, 20, 1985, str. 2408/2416
- ³ K.Rao Mahidhara, Amiya K.Mukherjee: Superplastic deformation behaviour of a fine-grained aluminium alloy 7475, Materials Science and Engineering, 80, 1986, str. 181/193
- ⁴ Y. Hirose, Y.Miyagi, M.Hino, T.Eto: Superplastisches Werkstoffverhalten der hochfesten Aluminiumlegierung 7475, Aluminium, 63, No.4, 1987. str. 386/389
- ⁵ Dong Hyuk Shin, Sun Chae Maeng: Superplastic behaviour of 7475 aluminium alloy, Journal of Materials Science Letters, 8, 1989. str. 1380/1382
- ⁶ S.Mehta, P.K.Sengupta, K.J.L.Iyer, K.Nair: Studies of the superplasticity of a high strength aluminium alloy, Aluminium, 68, No.3, 1993, str. 234/237
- ⁷ J.Xinggang, C.Jianzho, M.Longxiang: Grain refinement and superplasticity of high strength 7475 aluminium alloy, Materials Science and Technology, Vol.9, junij 1993, str. 493/496
- ⁸ C.C.Bampton, M.W.Mahoney, C.H.Hamilton, A.K.Ghosh, R.Raj: Control of superplastic cavitation by hydrostatic pressure, Metallurgical Transactions A. Vol.14 A, avgust, 1983, str. 1583
- ⁹ Ph.Bompard, J.Y.Lacroix, A.Varloteaux: Cavitation in superplastic 7475 alloy and its effects on mechanical properties, Aluminium, 64, 2, 1988, str. 162/169
- ¹⁰ A. Smolej, Z. Lajtinger, S. Vehovar, R.Turk: Določanje superplastičnih lastnosti zlitine AlCu6Zr0,4 s horizontalnim nateznim strojem, Rudarsko-metalurški zbornik, let.38, št.1, 1991, str. 1/13
- ¹¹ J. Hedworth, M.J.Stowell: The measurement of strain rate sensitivity in superplastic alloys, Journal of Materials Science, 6, 1971, str. 1061/1069
- ¹² I.I.Novikov, V.K.Portnoj: Superplastizitet von Leigerungen, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Moskva, Leipzig, 1981
- ¹³ C.H. Hamilton: Simulation of static and dynamic-enhanced grain growth effects on superplastic ductility, Metallurgical Transactions A, Vol.20 A, december 1989. str. 2783/2792
- ¹⁴ J. W. Edington: Microstrutural aspects of superplasticity, Metallurgical Transactions, Vol.13 A, 1982, str. 2059/2061
- ¹⁵ O.D.Sherby, J.Wadsworth: Superplasticity and superplastic forming processes, MST, Vol.1, 1985, str. 925/937.