## 5. Wyniki badań nad mechanizmami strukturalnymi decydującymi o kształtowaniu struktury stopów Mg-Al-Zn

## 5.1. Wyniki analizy termiczno-derywacyjnej stopów Mg-Al-Zn

Poprawnie dobrany skład chemiczny stopu oraz zastosowanie odpowiedniego chłodzenia odlewów prowadzi do poprawy własności użytkowych produkowanych elementów. Dlatego bardzo ważna jest wiedza jak zmienia się struktura odlewu wraz ze zmianą szybkości chłodzenia lub zmianą składu chemicznego. Dokładna znajomość wpływu szybkości stygnięcia odlewów w formach piaskowych na strukturę oraz temperaturę przemian fazowych podczas krystalizacji nierównowagowej umożliwia optymalne sterowanie procesem produkcyjnym. Jedną z najczęściej spotykanych analiz umożliwiających zbadanie krzepnących metali jest metoda termiczno-derywacyjna służąca do wyznaczania temperatury przemian fazowych w trakcie ciagłego chłodzenia. Podczas stygniecia ciekłego stopu do temperatury odpowiadającej linii likwidus następuje zapoczątkowanie krystalizacji, po czym krystalizują fazy metaliczne i eutektyki, do momentu aż stop osiągnie stan stały, czemu odpowiada linia solidus, zgodnie z wykresami równowagi fazowej. W zwiazku z tym, na krzywej stygnięcia występuja charakterystyczne punkty (przegięcia) pochodzące od reakcji egzotermicznych lub endotermicznych przemian krystalizujących faz. Na krzywej stygnięcia trudno jest jednoznacznie wyznaczyć temperaturę krystalizacji poszczególnych faz. Jej wyznaczenie umożliwia interpretacja pierwszej pochodnej krzywej stygnięcia w funkcji czasu, czyli tzw. krzywa różniczkowa (ATD) nazywana również krzywą derywacyjną. Krystalizacja fazy lub mieszaniny faz powoduje wydzielanie ciepła krystalizacji co znajduje odzwierciedlenie w postaci efektów cieplnych rejestrowanych na krzywej różniczkowej. Na rysunkach 21-22 przedstawiono przykładowe krzywe analizy termiczno-derywacyjnej stopu MCMgAl9Zn1 (krzywa stygnięcia T=f(t),

krzywą krystalizacji  $T = \left(\frac{dT}{dt}\right) = f(t)$ , krzywą bazową  $T = \left(\frac{dT}{dt}\right)_c = f(t)$ ) oraz udział fazy stałej (wprost proporcjonalny do wartości utajonego ciepła krystalizacji), z których wynika, że na krzywej różniczkowej (krystalizacji) występują charakterystyczne punkty: I, II, III, IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, które po rzutowaniu na krzywą stygnięcia, a następnie na oś temperatury określają temperaturę przemian fazowych zachodzących podczas krystalizacji [26, 34-37, 41, 43, 44]. Miejsca zerowania się krzywej różniczkowej: II, IV, VIII, IX, punkt odchylenia

5. Wyniki badań nad mechanizmami strukturalnymi (...) stopów Mg-Al-Zn



Rysunek 21. Krzywa stygnięcia, krzywa krystalizacji oraz krzywa bazowa stopu MC MgAl9Zn1 chłodzonego z szybkością 0,6 ℃/s [26, 34-37, 41, 43, 44]

się krzywej różniczkowej od krzywej bazowej (punkt *I*) oraz punkt zbieżności krzywej różniczkowej z krzywą bazową (punkt *X*) odpowiadają najbardziej charakterystycznym efektom cieplnym zachodzącym podczas krystalizacji stopów Mg-Al-Zn (tablica 8). Analizując przebieg krystalizacji stopów, w oparciu o uzyskane krzywe oraz na podstawie danych literaturowych i wykresów równowagi fazowej, stwierdzono że w temperaturze T<sub>N</sub> rozpoczyna się zarodkowanie fazy α.

Efekt ten na krzywej krystalizacji objawia się przegięciem w punkcie *I* oraz chwilowym spadkiem szybkości chłodzenia. Hamowanie szybkości stygnięcia pozostałej cieczy spowodowane jest poprzez ciepło dostarczone przez zarodki fazy  $\alpha$  (rys. 21, 22). Proces ten kończy się w punkcie *II*, gdzie temperatura krystalizacji osiąga wartość minimalną –  $T_{Dmin}$ , w której rozpoczyna się wzrost kryształów fazy  $\alpha$ . W punkcie tym pochodna po raz pierwszy przyjmuje wartość zero. Chłodzony stop, w wyniku wydzielania się ciepła krystalizacji, podgrzewa pozostałą ciecz do temperatury  $T_{DKP}$  (punkt *III*). Dalszy wzrost kryształów powoduje podwyższenie temperatury pozostałej cieczy do maksymalnej temperatury krystalizacji fazy  $\alpha - T_G$  (punkt *IV*).



Rysunek 22. Krzywa stygnięcia, krzywa krystalizacji oraz krzywa bazowa stopu MC MgAl9Zn1 chłodzonego z szybkością 1,2 ℃/s [26, 34-37, 41, 43, 44]

Dalsze ochładzanie stopu powoduje rozpoczęcie krystalizacji faz bogatych w krzem, aluminium i mangan, które wydzielają dodatkowe ciepło, co objawia się na krzywej krystalizacji wyraźnymi efektami cieplnymi określonymi jako  $T_{(Mg+Si+Al+Mn)}$  i  $T_{(Mg+Si+Al+Mn)f}$  (punkt *V* i *VI*). W wyniku dalszego chłodzenia stopu po osiągnięciu temperatury  $T_{E(Mg+Al)N}$  następuje zarodkowanie eutektyki  $\alpha$ +  $\gamma$  (punkt *VII*).

Chłodzony stop osiąga temperaturę  $T_{E(Mg+Al)min}$  (punkt VIII), po czym temperatura ta podwyższa się do maksymalnej temperatury krystalizacji eutektyki  $T_{E(Mg+Al)/G}$  (punkt IX). Krystalizacja stopu kończy się w punkcie X, gdy osiąga wartość temperatury  $T_{sol}$ . Od tego momentu mogą jedynie zachodzić przemiany w stanie stałym. Niestety ze względu na niedostateczne dane dotyczące identyfikacji faz zawierających Mn i Al opisywanych w niniejszej pracy jako wydzielenia Mn-Al lub Mn-Al-Fe niemożliwe było jednoznaczne określenie ich temperatury wydzielania na krzywej termiczno-derywacyjnej, niemniej jednak temperatura krzepnięcia tych faz, według dostępnych danych literaturowych, jest zbliżona do temperatury krzepnięcia fazy Laves'a Mg<sub>2</sub>Si, dlatego też krystalizacja międzymetalicznych faz zawierających mangan i aluminium jest rozpatrywana łącznie z krystalizacją faz zawierających krzem (punkt *V*, *VI*).

Oznaczenie punktu i sposób jego wyznaczania	Temperatura	<u>Czas</u>	Omówienie
I – Punkt przecięcia stycznej poprowadzonej do prostego odcinka krzywej krystalizacji z krzywą bazową	T <sub>N</sub>	t <sub>N</sub>	Zarodkowanie fazy α (temperatura likwidus)
II – Wartość pierwszej pochodnej równa zero	T <sub>Dmin</sub>	t <sub>Dmin</sub>	Wzrost fazy α w momencie osiągnięcia wartości krytycznej
III–Osiągnięcie wartości maksymalnej przez pierwszą pochodną	T <sub>DKP</sub>	t <sub>DKP</sub>	Koherencja fazy $\alpha$
IV –Pierwsza pochodna ponownie osiąga wartość zero	T <sub>G</sub>	t <sub>G</sub>	Ustalony wzrost fazy $\alpha$
V – pierwszy punkt przegięcia na krzywej krystalizacji po maksymalnej temperaturze krystalizacji fazy α	T <sub>(Mg+Si+Al+Mn)</sub>	t <sub>(Mg+Si+Al+Mn)</sub>	Krystalizacja fazy α oraz fazy Mg <sub>2</sub> Si oraz fazy zawierającej Al i Mn
VI – kolejny punkt przegięcia na krzywej krystalizacji	T <sub>(Mg+Si+Al+Mn)f</sub>	t <sub>(Mg+Si+Al+Mn)f</sub>	Koniec krystalizacji faz Mg <sub>2</sub> Si oraz fazy zawierającej Al i Mn
VII – punkt przecięcia stycznej poprowadzonej do prostego odcinka krzywej różniczkowej w miejscu gdzie następuje maksymalna szybkość stygnięcia oraz miejsca gdzie następuje wzrost ukrytego ciepła krystalizacji związanego z rozpoczęciem zarodkowania eutektyki α+γ	T <sub>E(Mg+Al)N</sub>	t <sub>E(Mg+Al)N</sub>	Zarodkowanie eutektyki α+γ(Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub> )
VIII – Pierwsza pochodna osiąga wartość zero	$T_{E(\text{Mg+Al})\text{min}}$	t <sub>E(Mg+Al)min</sub>	Wzrost eutektyki α+γ(Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub> )
IX – Wartość pierwszej pochodnej krzywej stygnięcia osiąga po raz kolejny wartość zero	$T_{E(Mg+Al)G}$	$t_{E(Mg+Al)G}$	Ustalony wzrost eutektyki $\alpha + \gamma (Mg_{17}Al_{12})$
X – Krzywa krystalizacji pokrywa sie z krzywa bazowa	T <sub>sol</sub>	t <sub>sol</sub>	Koniec krzepnięcia stopu (temperatura solidus)

**Tablica 8.** Oznaczenie temperatury i czasu wyznaczonego na podstawie wykresów analizy<br/>termiczno-derywacyjne

W tablicy 9 przedstawiono temperaturę krystalizacji poszczególnych faz oraz udział fazy stałej krystalizujących faz w zależności od zastosowanej zróżnicowanej szybkości chłodzenia.

Krystalizujący metal oddaje ciepło do otocznia w sposób ciągły. Zatrzymanie lub chwilowy przyrost temperatury świadczą o tym, że wewnątrz metalu wydziela się dodatkowe ciepło krystalizacji, a krzywa różniczkowa opisuje kinetykę jego wydzielania się. Wyznaczając na wykresie analizy termiczno-derywacyjnej krzywą bazową zwaną również krzywą

	Szybkościami [20, 54-57, 41, 45, 44]					
Temperatura, T; udział frakcji	0,6	0,6 °C/s 1		°C/s	2,4 °C/s	
stałej, f <sub>s</sub> ; krystalizujących faz	Wartość średnia	Błąd pomiarowy %	Wartość średnia	Błąd pomiarowy %	Wartość średnia	Błąd pomiarowy %
T <sub>N</sub> , °C	597,97	0,85	600,74	0,79	600,89	0,56
T <sub>Dmin</sub> , °C	592,29	0,41	593,02	0,19	Nie zarejestrowano	
f <sub>s</sub> , %	1,58	17,39	2,96	20,72		
T <sub>DKP</sub> , °C	592,65	0,41	593,27	0,21		
f <sub>s</sub> , %	2,89	17,14	4,16	17,03		
T <sub>G</sub> , ℃	592,91	0,42	592,79	0,29	592,01	0,03
f_s, %	5,04	21,84	5,63	21,69	6,77	14,85
°C	515,8	2,65	524,28	0,2	524,43	0,27
f_s, %	72,64	6,87	70,43	2,48	69,71	1,45
T <sub>(Mg+Si+Al+Mn)f</sub> , °C	503,07	2,59	504,96	0,88	502,88	0,92
f_s, %	77,05	5,25	76,72	1,6	76,34	2,76
$T_{E(Mg+Al)N}, °C$	428,78	0,49	429,5	0,62	433,71	0,23
f <sub>s</sub> , %	88,57	0,62	88,12	0,65	87,04	0,38
$T_{E(Mg+Al)min}, ^{\circ}C$	425,76	0,56	424,76	0,45		
f_s, %	89,7	0,67	90,15	0,93	Nie zarejestrowano	
T <sub>E(Mg+Al)G</sub> , °C	427,25	0,46	425,83	0,54		
f <sub>s</sub> , %	94,37	0,98	94,77	0,79		
T <sub>sol</sub> , °C	413,01	0,57	412,19	0,83	404,11	1,34

 Tablica 9. Charakterystyka termiczna stopu MCMgAl9Zn1 chłodzonego z różnymi szybkościami [26, 34-37, 41, 43, 44]

5. Wyniki badań nad mechanizmami strukturalnymi (...) stopów Mg-Al-Zn

kalorymetryczną w taki sposób, że pole zawarte pomiędzy krzywymi stygnięcia i krystalizacji będzie wyznaczać sumaryczne ciepło krystalizacji, można obserwować kinetykę wydzielania się utajonego ciepła krystalizacji. Założono, że pojemność cieplna –  $c_p(t)$ , krystalizacji stopu jest funkcją czasu, a wiec zależna jest od udziału fazy stałej, pojemności cieplnej w stanie ciekłym  $c_{pLiq}$  oraz pojemności cieplnej w stanie stałym  $c_{pSol}$ . Pojemność cieplną stopu w czasie t obliczono na podstawie zależności:

$$c_{p}(t) = c_{p_{Sol}} \cdot \int_{t_{N}}^{t} f_{s}(t)dt + c_{p_{Liq}} \cdot \left(1 - \int_{t_{N}}^{t} f_{s}(t)dt\right)$$
(2)

gdzie:

 $f_s$  – udział fazy stałej,

zakładając, że dla  $f_s(t \le t_N) = 0$  oraz  $f_s(t \ge t_N) = 1$ .

Pojemność cieplną w stanie ciekłym  $c_{pLiq}$  oraz pojemność cieplną w stanie stałym  $c_{pSol}$  obliczono na podstawie składów chemicznych analizowanych stopów przedstawionych w tablicy 5 z wykorzystaniem programu Thermo-Calc Software [171].

Całkowite ciepło ukryte krystalizacji badanych stopów obliczono na podstawie zależności [172-178]:

$$Q = c_p \cdot m \cdot \int_{t_N}^{t_{sol}} \left[ \frac{dT}{dt} - \left( \frac{dT}{dt} \right)_c \right]$$
(3)

gdzie:

 $c_p$  – pojemność cieplna stopu,

*m* – masa próbki, kg.

Zakładając, że utajone ciepło krystalizacji jest proporcjonalne do udziału poszczególnych faz w stopie, analiza termiczno-derywacyjna umożliwiła również obliczenie udziałów faz wykrystalizowanych w stopie (rys. 21-22, tablica 9 – udział frakcji stałej) [26, 34-37, 41, 43, 44]. Zgodnie z oczekiwaniami faza α, stanowiąca osnowę analizowanych stopów Mg-Al-Zn, charakteryzująca się największym udziałem masowym w strukturze stopów, wyróżnia się również największą wartością ukrytego ciepła krystalizacji, niemniej jednak nie zaobserwowano znaczącej różnicy w wartościach dodatkowego ciepła krystalizacji dla zastosowanych różnych szybkości chłodzenia.

W celu analizy wpływu szybkości chłodzenia oraz składu chemicznego (stężenie Al) na strukturę uzyskanych materiałów poddanych przetopieniu i chłodzeniu, w szczególności na temperaturę zarodkowania fazy  $\alpha$   $T_N$ , ustalonego wzrostu fazy  $\alpha$   $T_G$  oraz końca krzepnięcia stopu (temperatura solidus)  $T_{sol}$ , wyznaczono wartości temperatury charakteryzujące krystalizację badanych stopów magnezu. Wykonane analizy potwierdzają, że zarówno stężenie aluminium (obniża temperaturę zarodkowania fazy  $\alpha$  zgodnie z linią likwidus (rys. 23) jak i szybkość chłodzenia (powoduje wzrost temperatury zarodkowania fazy  $\alpha$ ) odgrywają kluczową rolę w krystalizacji stopów (tablica 10) [26, 34-37, 41, 43, 44].

Niemniej jednak większy wpływ na wyznaczone wartości temperatury badanych stopów Mg-Al-Zn zarejestrowano w przypadku zmiany stężenia głównego pierwiastka (Al) w stopach, tj. maksymalna różnica wartości temperatury w przypadku zarodkowanie fazy  $\alpha T_N i$  ustalonego wzrostu fazy  $\alpha T_G$  wyniosła ~54°C, w odniesieniu do temperatury końca krzepnięcia stopu  $T_{sol}$  różnica wzrosła do 75°C. Natomiast zastosowana zmienna szybkość chłodzenia nie spowodowała tak znaczących różnic zmiany temperatury krzepnięcia składników stopów, tj. dla stopu MCMgAl3Zn1 zwiększenie szybkości chłodzenia z 0,6 do 1,2°C/s powoduje wzrost temperatury zarodkowania fazy  $\alpha$  z 633,16 do 635,39°C, a dalsze zwiększenie szybkości chłodzenia do 2,4°C/s podwyższa temperaturę zarodkowania do 640,32°C. Ponadto potwierdzono, że zmiana szybkości chłodzenia nie wpływa na zmianę maksymalnej temperatury krystalizacji fazy  $\alpha$ . Zbyt mały udział objętościowy pozostałych faz, w szczególności



Rysunek 23. Fragment układu równowagi fazowej Mg-Al

w odniesieniu do stopu MCMgAl3Zn1 o średnim stężeniu aluminium 3%, uniemożliwił przeprowadzenie pełnej identyfikacji wpływu warunków chłodzenia i stężenia aluminium na szybkość zarodkowania wszystkich wykrystalizowanych wydzieleń.

Rodzaj stopu	Szybkość chłodzenia,°C/s	T <sub>N,</sub> °C	T <sub>G</sub> , ℃	T <sub>sol,</sub> °C
MCMgAl3Zn1	0,6	633,2	630,8	509
	1,2	635,4	630,4	502
	2,4	640,3	629,7	492,3
MCMgAl6Zn1	0,6	615,9	611,9	419,5
	1,2	615,7	610,3	415,4
	2,4	619,8	608,1	401,7
MCMgAl9Zn1	0,6	598	592,9	413
	1,2	600,7	592,8	412,2
	2,4	600,9	592	404,1
MCMgAl12Zn1	0,6	580,8	576	420,9
	1,2	583,5	572,9	416,1
	2,4	586,2	575,1	417

Tablica 10. Porównanie wartości temperatury charakteryzującej krystalizację stopów magnezu

Tablica 11. Porównanie wartości ciepła generowanego podczas krystalizacji stopu

Rodzaj badanego stopu i przyjęta sekwencja krystalizacji poszczególnych faz	Szybkość chłodzenia, °C/s	Q <sub>c</sub> , J
MCMgAl3Zn1	0,6	1380,27
$L \rightarrow \alpha(Mg) + Mg_2Si + (Al + Mn)$	1,2	1421,49
$+\gamma(Mg - Mg_{17}Al_{12})$	2,4	1457,64
MCMgAl6Zn1	0,6	1404,53
$L \rightarrow \alpha(Mg) + Mg_2Si + (Al + Mn)$	1,2	1529,03
$+\gamma(Mg - Mg_{17}Al_{12})$	2,4	1592,57
MCMgAl9Zn1	0,6	1562,39
$L \rightarrow \alpha(Mg) + Mg_2Si + (Al + Mn)$	1,2	1537,68
$+\gamma(Mg - Mg_{17}Al_{12})$	2,4	1638,6
MCMgAl12Zn1	0,6	1300,27
$L \rightarrow \alpha(Mg) + Mg_2Si + (Al + Mn)$	1,2	1650,67
$+\gamma(Mg - Mg_{17}Al_{12})$	2,4	1573,44

Analogicznie jak w przypadku zarodkowania i wzrostu fazy  $\alpha$  również wartość ciepła ( $Q_c$ ) generowanego podczas krystalizacji w większym stopniu uzależniona jest od stężenia masowego aluminium, zmiennego w zakresie od 3 do 12%, w odniesieniu do wpływu zastosowanych zmiennych szybkości chłodzenia (tablica 11) [26, 34-37, 41, 43, 44]. Obliczenie wszystkich wyżej wymienionych, typowych dla danego stopu, wartości odbywa się w oparciu o charakterystyczne punkty wyznaczane na krzywej różniczkowej. Punkty te odzwierciedlają efekty cieplne zachodzące w stopie podczas krystalizacji i są uzależnione od składu chemicznego stopu, szybkości chłodzenia i temperatury ciekłego metalu, a więc warunków mających wpływ na uzyskaną strukturę końcową stopu. Warunki te również charakteryzują kinetykę krystalizacji stopów. Za pomocą analizy termiczno-derywacyjnej można wyznaczyć, więc warunki charakteryzujące kinetykę krystalizacji badanych stopów Mg-Al-Zn.

## 5.2. Wpływ obróbki cieplnej na strukturę stopów Mg-Al-Zn

Wyniki badań metalograficznych wskazują, że badane stopy w stanie lanym charakteryzują się mikrostrukturą roztworu stałego  $\alpha$  stanowiącego osnowę stopu oraz międzymetalicznej fazy  $\gamma - Mg_{17}Al_{12}$  w formie płytkowej, umiejscowionej głównie na granicach ziarn. Ponadto w pobliżu wydzieleń fazy miedzymetalicznej  $\gamma$  stwierdzono obecność eutektyki iglastej ( $\alpha + \gamma$ ) oraz wydzielenia fazy Laves'a Mg<sub>2</sub>Si zabarwiające się na szaro, przy zastosowaniu użytych odczynników trawiących, charakteryzujące się kanciastymi konturami o gładkich krawędziach (rys. 24, 25). Przesycanie z chłodzeniem w wodzie i obróbka cieplna z chłodzeniem w powietrzu zastosowane w celu rozpuszczenia wydzielanego składnika w temperaturze niższej od granicznej rozpuszczalności zapewniają uzyskanie zbliżonej do jednorodnej, jednofazowej struktury α stopów MCMgAl9Zn1, MCMgAl6Zn1, MCMgAl3Zn1 z niewielkim udziałem nierozpuszczonej fazy  $\gamma$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>), Mg<sub>2</sub>Si, a także występującej często w postaci sferoidalnej lub iglastej fazy z aluminium i manganem, najpewniej MnAl<sub>4</sub>. Ponadto badania przy użyciu transmisyjnego mikroskopu elektronowego potwierdzają występowanie w strukturze materiałów poddanych przesycaniu z chłodzeniem w wodzie dyslokacji o małej gęstości (rys. 32). Warty podkreślenia jest fakt, że po przesycaniu w strukturze nie stwierdzono występowania wydzieleń eutektycznych (rys. 26). Przesycanie z chłodzeniem w wodzie i obróbka cieplna z chłodzeniem w powietrzu w przypadku stopów MCMgAl12Zn1, charakteryzujących się dużym udziałem fazy  $Mg_{17}Al_{12}$  w stanie lanym, nie są tak skuteczne jak w przypadku stopów o mniejszych stężeniach aluminium co skutkuje występowaniem po obróbce licznych obszarów nie rozpuszczonej w roztworze stałym fazy  $\gamma$  (rys. 27). Zastosowany trzeci rodzaj obróbki cieplnej z chłodzeniem z piecem, spowodował wykrystalizowanie w stopach MCMgAl12Zn1, MCMgAl9Zn1, MCMgAl6Zn1 licznych wydzieleń wtórnej fazy  $\gamma$  (obszary morfologią przypominające eutektykę), wydzieleń fazy  $\gamma$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) umiejscowionej na granicach ziarn oraz fazy Mg<sub>2</sub>Si (rys. 28, 29). Stop MCMgAl3Zn1 po obróbce cieplnej z chłodzeniem z piecem, z uwagi na mały udział występujących w ich strukturze faz, charakteryzuje się nielicznymi wydzieleniami fazy  $\gamma$  nierównomiernie rozłożonymi w strukturze.



**Rysunek 24.** Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl6Zn1 w stanie lanym



**Rysunek 26.** Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl6Zn1 w stanie przesyconym po ochłodzeniu w wodzie



**Rysunek 25.** Mikrostruktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie lanym



Rysunek 27. Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAll2Zn1 w stanie przesyconym po ochłodzeniu w wodzie

Starzenie z chłodzeniem w powietrzu wykonane po przesycaniu w wodzie zapewniło wystąpienie mechanizmu umocnienia wydzieleniowego stopów MCMgAl12Zn1, MCMgAl9Zn1, MCMgAl6Zn1 przez wydzielenia fazy  $\gamma$ – Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, równomiernie rozłożone w całej objętości ziarna, występujące również w postaci obszarów pseudoeutektycznych (wydzielania się fazy  $\gamma$  z roztworu stałego  $\alpha$  podczas starzenia wykazujące morfologię zbliżoną do eutektyki tworzącej się z fazy ciekłej) (rys. 30, 31). Dyspersyjne wydzielenia znajdujące się w roztworze stałym w starzonych stopach mają w większości badanych przypadków uprzywilejowaną orientację krystalograficzną z osnową. Część z nich (rys. 33-35) wykazuje relacje:



**Rysunek 28.** Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie po obróbce cieplnej z chłodzeniem z piecem



*Rysunek 29.* Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl12Zn1 w stanie po obróbce cieplnej z chłodzeniem z piecem



**Rysunek 30.** Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie po starzeniu



**Rysunek 31.** Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie po starzeniu

## $(1 \overline{1} 01)\alpha - Mg \| (10 \overline{1})Mg_{17}Al_{12}$ $[11\overline{2}0]\alpha - Mg \| [111]Mg_{17}Al_{12}$

zgodne z podanymi przez S. Guldberga i N. Ryuma [179]. Niektóre wydzielenia w badanych stopach magnezu przesyconych i starzonych wykazują orientację, w której płaszczyzny z rodziny {110} Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> są odchylone o ok. 10° od płaszczyzn z rodziny  $\{1\overline{1}\ 01\}$  roztworu stałego α–Mg. Wydzielenia fazy γ –Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> mają najczęściej kształt pręcików oraz płytek, a dominującym kierunkiem ich wzrostu są kierunki z rodziny <110> α–Mg (rys. 33-35). W roztworze stałym stanowiącym osnowę odlewniczych stopów magnezu po starzeniu występują również dyslokacje tworzące skupiska i splątane sieci o gęstości znacznie większej w stosunku do stanu przesyconego (rys. 33). Generowanie tych dyslokacji wiąże się z naprężeniami wytwarzanymi w osnowie przez wydzielające się cząstki fazy γ.

c)



**Rysunek 32.** Struktura cienkiej folii z odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie przesyconym: a) obraz w polu jasnym, b) dyfraktogram z obszaru jak na rysunku a), c) rozwiązanie dyfraktogramu z rysunku b)







**Rysunek 33.** Struktura cienkiej folii z odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie po starzeniu w 190°C przez 15 godzin i chłodzeniu w powietrzu: a) obraz w polu jasnym, b) dyfraktogram z obszaru jak na rysunku a), c) rozwiązanie dyfraktogramu z rysunku b)







**Rysunek 34.** Struktura cienkiej folii z odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie po starzeniu w 190°C przez 15 godzin i chłodzeniu w powietrzu: a) obraz w polu jasnym, b) obraz w polu ciemnym z refleksu (314) fazy Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, c) dyfraktogram z obszaru jak na rysunku a) i b), d) rozwiązanie dyfraktogramu z rysunku c)



**Rysunek 35.** Struktury cienkich folii z odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie po starzeniu w 190°C przez 15 godzin i chłodzeniu w powietrzu z widocznymi wydzieleniami fazy  $\gamma$ - Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>: a) ,b), c), d) obraz w polu jasnym

W wyniku rentgenowskiej mikroanalizy ilościowej i jakościowej wykonanej przy pomocy spektrometru energii rozproszonego promieniowania rentgenowskiego EDS potwierdzono obecność głównych dodatków stopowych Al, Mn, Zn, a także Fe i Si wchodzących w skład wydzieleń tworzących strukturę odlewniczych stopów magnezu (rys. 36, 37, tablica 12). Zarówno w osnowie stopu jak również w obszarze eutektyki oraz faz  $\gamma$  powstałych na granicach ziarn stwierdzono przeważające stężenie magnezu i aluminium, a także relatywnie niewielkie stężenie Zn.

Metodami rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej i ilościowej stwierdzono, że w badanych stopach występuje faza  $\gamma$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) oraz faza  $\alpha$ -Mg stanowiąca ich osnowę (rys. 38). Zbyt mały udział objętościowy pozostałych faz nie pozwala na ich jednoznaczną identyfikację na wykonanych dyfraktogramach rentgenowskich.



А

Mg



Al





*Rysunek.* 36. Struktura odlewniczego stopu MCMgAl6Zn1 w stanie lanym: obraz uzyskany z wykorzystaniem elektronów wtórnych (A) oraz mapy rozmieszczenia pierwiastków



**Rysunek 37.** Struktura odlewniczego stopu magnezu MCMgAl9Zn1 w stanie przesyconym po ochłodzeniu w powietrzu

Tablica 12. Wynik ilościowej analizy składu chemicznego odlewniczego stopu magnezu
MCMgAl9Zn1 w stanie przesyconym po ochłodzeniu w powietrzu
(miejsca analizy zaznaczono na rysunku 37)

Analizowany	Stężenie pierwiastków w stopie, %			
pierwiastek	masowe	atomowe		
	punkt 1			
Mg	64,40	67,72		
Si	35,29	32,13		
Reszta	0,31	0,15		
	punkt 2			
Mg	62,95	63,3		
Al	35,0	35,10		
Zn	1,62	0,69		
Reszta	0,43	0,91		
	punkt 3			
Al	39,02	53,75		
Mn	45,13	34,28		
Fe	15,70	11,02		
Reszta	0,17	0,95		



*Rysunek 38.* Dyfraktogram rentgenowski odlewniczych stopów magnezu A-MCMgAl12Zn1, B-MCMgAl9Zn1, C-MCMgAl6Zn1, D-MCMgAl3Zn1 w stanie po starzeniu