

بررسی استحکام دهی آلیاژ آلومینیم - مس - لیتیم با عملیات پیرسازی طبیعی و مصنوعی

شهرام احمدی^۱، علی شکوه فر^۲ محمد رضا ابوطالبی^۳ و آرش رضایی^۴

چکیده

آلیاژهای آلومینیم-لیتیم از جمله آلیاژهای فوق سبک و کارپذیر بوده که با توجه به مدول الاستیک بالاتر و وزن مخصوص کمتر، جایگزین برخی از آلیاژهای هوایی (مثل گروههای ۷۰۰۰ و ۲۰۰۰) شده اند. افزایش خواص مکانیکی این آلیاژها با استفاده از روشهای مختلف حرارتی - مکانیکی (Thermo Mechanical) همواره مدنظر محققان بوده است. ایجاد مناطق GP از طریق انجام فرایندهای پیرسازی دمای پایین تاثیر زیادی بر خواص فیزیکی و مکانیکی آلیاژهای آلومینیم-لیتیم دارد. در این تحقیق در بخش اول آزمایشها، با انجام عملیات پیرسازی طبیعی و پیرسازی مصنوعی در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد، چگونگی تشکیل و تاثیر این مناطق بر خواص آلیاژ بررسی شده است. در بخش دوم آزمایشها رسوب فاز T_1 در خلال پیرسازی و تاثیر کارسرد بر زمان پهنه فرایند پیرسازی در دماهای 150°C و 190°C برای یک نمونه ورق آلیاژ آلومینیم - مس - لیتیم بررسی گردیده است. نتایج نشان میدهد که تشکیل نواحی GP در ساختار سبب افزایش سختی، استحکام و مقاومت ویژه آلیاژ شده و با انجام فرایند پیرسازی در دمای بالاتر و تشکیل رسوبهای پایدار، روند افزایش سختی و استحکام ادامه یافته ضمن اینکه مقاومت ویژه آلیاژ کاهش می یابد. مشخص گردید که تغییر سطح انرژی در محدوده 250° تا 300° مربوط به رسوب فاز T_1 و تغییر سطح انرژی در محدوده دمای 450° تا 530° در اثر انحلال آن در ساختار آلیاژ می باشد. انرژی اکتیواسیونهای تشکیل و انحلال فاز T_1 در این تحقیق به ترتیب 122.1 (kJ/mol) و 130.3 (kJ/mol) محاسبه گردید که این مقادیر برابر با انرژی اکتیواسیون نفوذ عناصر سازنده این فاز (مس و لیتیم) در ساختار شبکه آلومینیم می باشد.

کلمات کلیدی: آلیاژ آلومینیم-لیتیم، مناطق GP، آزمایش کالریمتریک (DSC)، انرژی اکتیواسیون.

۱- مقدمه

بیشتری را ایجاد نمایند، از مهمترین رویکردهای علوم و تکنولوژی هوایی است.

آلیاژهای آلومینیم-لیتیم با وزن کمتر و مدول الاستیک بیشتر نسبت به آلیاژهای معمول آلومینیم-مس، جایگزین بسیاری از مواد سازه ای صنعت هوایی شده اند.

هدف اصلی استفاده و توسعه آلیاژهای آلومینیم-لیتیم، کاهش وزن در سازه های هوایی است. به ازای افزودن هر یک درصد وزنی لیتیم به آلومینیم، ۳ درصد کاهش چگالی و ۶ درصد افزایش در مدول الاستیک رخ می دهد. با افزودن عنصر لیتیم به آلیاژهای آلومینیم، خواص فیزیکی و مکانیکی آن به نحو چشمگیری تغییر می کند.

مهمترین این تغییرات عبارتند از: کاهش چگالی به میزان ۷ تا ۱۰ درصد، افزایش مدول الاستیک ۱۰ تا ۱۵

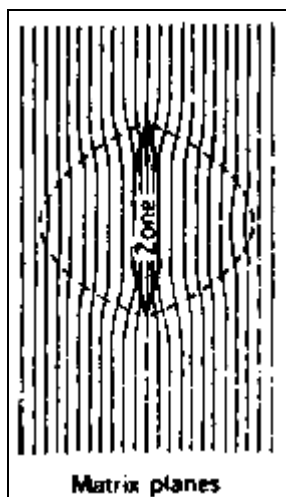
یکی از مهمترین اهداف محققان علوم و فنون صنایع هوایی کاهش وزن و در نتیجه افزایش کارایی سازه ها در تجهیزات پروازی است. در این راستا تولید و استفاده از مواد سبک و مستحکم که بتوانند نسبت استحکام به وزن

مقاله در تاریخ ۸۶/۱/۲۵ دریافت و در تاریخ ۸۶/۴/۲۵ به تصویب نهایی رسید.

^۱ دانشجوی کارشناس ارشد، دانشکده مهندسی مکانیک- دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی (نویسنده مسئول)

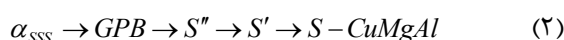
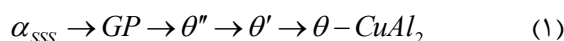
پست الکترونیکی: Shah.ahmadi@yahoo.com
^۲ استاد، دانشکده مهندسی مکانیک- دانشگاه خواجه نصیرالدین طوسی

^۳ استاد، دانشکده مهندسی مواد- دانشگاه علم و صنعت ایران
^۴ دانشجوی کارشناس ارشد، دانشکده مهندسی مکانیک- دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی



شکل ۱ نمایش اعوجاج صفحات شبکه ای زمینه نزدیک به منطقه همسانگرد GP [۱۳].

مناطق GP در آلیاژهای آلومینیم-مس (رابطه ۱) و مناطق GPB (Guinier Preston Bagariastkij) در آلیاژهای آلومینیم-مس-منیزیم (رابطه ۲) تشکیل می گردند [۸].



مناطق GP به تنهایی اثر کمی بر روی افزایش سختی و استحکام آلیاژ دارند که دلیل این امر تنش کم مورد نیاز برای برش آنهاست. مکانیزم استحکام دهی مناطق GP، استحکام دهی مدولی (Modulus Strengthening) است. این نوع فرایند استحکام دهی در اثر اختلاف مدول الاستیک زمینه و رسوب و اندرکنش بین نایجابی و ذره ایجاد می گردد [۹، ۱۰]. تغییر در مقدار مدول برشی از طریق ایجاد مناطق GPB برابر است با:

$$\Delta \tau_{mod} = \frac{\Delta G}{4\pi\sqrt{2}} \sqrt{f} \quad (3)$$

در رابطه فوق ΔG تفاوت بین مدول برشی نواحی GPB و فاز فلزی اطراف این مناطق و f کسر حجمی نواحی GPB می باشد. مدول برشی نواحی GPB (G_{GPB}) برابر میانگین مدول برشیهای Mg (G_{Mg}) و مس (G_{Cu}) تخمین زده می شود [۱۱].

$$G_{GPB} = \frac{G_{Mg} + G_{Cu}}{2} \quad (4)$$

درصد و ایجاد امکان کاربرد آلیاژ در دماهای بسیار پایین (Cryogenic Temperatures) [۵-۱]. در جداول ۱ و ۲ محدوده ترکیب شیمیایی و خواص مکانیکی گروههای مختلف آلیاژهای آلومینیم-لیتیم آورده شده است.

جدول ۱ ترکیب شیمیایی آلیاژهای معمول آلومینیم-

لیتیم [۱].

alloy	Cu	Li	Zr	Mg	Ag
2090	2.7	2.2	0.12	-----	-----
2091	2.1	2.0	0.1	-----	-----
8090	1.3	2.45	0.12	0.95	
049(Weldalite)	5.4	1.3	0.14	0.14	0.4

جدول ۲ خواص مکانیکی آلیاژهای آلومینیم-

لیتیم [۳].

properties	Density g/cm ³	EI%	Elastic Modulus GPa	Y.S MPa	K _{IC} MPa m ^{1/2}	Melting point °C
alloy						
2090	2.59	3-6	76	500	44	580-660
2091	2.58	6	75	550	130>	560-670
8090	2.55	4-5	77	480	75	600-655

یکی از جنبه های مهم تحقیقاتی که در افزایش خواص مکانیکی آلیاژهای آلومینیم-لیتیم همواره مدنظر بوده است، چگونگی تشکیل و پایداری مناطق GP در ساختار این آلیاژهاست. مناطق GP خوشه های منظم و غنی از اتمهای محلول هستند که ممکن است ضخامت آنها به یک یا دو صفحه اتمی برسد (شکل ۱). تشکیل مناطق مزبور حاصل حرکت اتمها در فواصل کوتاه می باشد بطوری که این مناطق در زمینه بصورت ذرات بسیار ریز پراکنده شده و تراکم آنها بین 10^{17} - 10^{18} cm⁻³ می باشد [۶، ۷].

۲- مواد و روش تحقیق

آزمایشها با استفاده از ورق آلومینیم-مس-لیتیم با ترکیب شیمیایی نشان داده شده در جدول ۳ و ضخامت نهایی ۲/۷ میلی متر انجام شده است. شمش اولیه این ورق استوانه ای شکل بوده، به روش ریخته گری تولید شده و در دمای ۵۱۵°C به مدت ۲۴ ساعت همگن شده است. عملیات نورد گرم در دمای ۴۶۰°C و با مقدار کاهش سطح مقطع حدود ۸۰ درصد انجام شده است.

نمونه های ورق ۲۰۹۰ در دمای ۵۳۵°C به مدت ۹۰ دقیقه آنیل انحلالی (Solution Anneal) و سپس در آب کوئنچ شده اند. بعد از آنیل انحلالی و کارسرد به میزان ۱۴ درصد نمونه های بخش اول در هوا (Natural Aged) و سپس دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد پیرسازی شدند. با توجه به طولانی بودن زمان سیکلهای عملیات حرارتی، نمونه ها پس از انجام هر مرحله از سیکل حرارتی در دمای پایین (بین ۱۲°C تا ۱۵°C-) نگهداری شدند تا حتی الامکان نفوذ عناصر آلیاژی و تغییر خواص کنترل شده و قابل مقایسه باشد. سیکلهای عملیات حرارتی اجرا شده عبارتند از:

$$S.A. + N.A.(40Days) \quad (5)$$

$$S.A. + N.A.(40Days) + 150^{\circ}C / 48h \quad (6)$$

$$S.A. + 100^{\circ}C / 100h \quad (7)$$

$$S.A. + 100^{\circ}C / 100h + 150^{\circ}C / 48h \quad (8)$$

نمونه های پیرسازی شده مطابق روابط ۵ و ۷ جهت بررسی شرایط پایداری مناطق GP و مابقی نمونه ها برای تعیین تغییرات خواص آلیاژ در اثر حضور این نواحی استفاده شده اند.

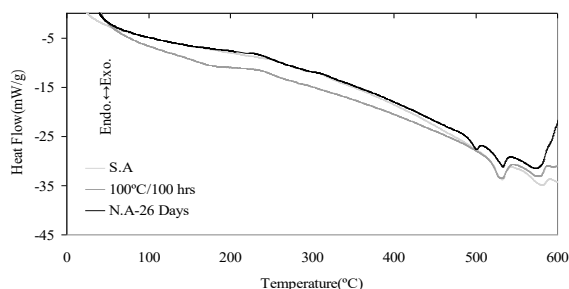
در بخش دوم آزمایشها، نمونه ها در دماهای ۱۵۰°C و ۱۹۰°C در حالت های کارسرد شده و نشده به مدت زمانهای ۱ تا ۱۰۰ ساعت پیرسازی و تغییرات مقاومت الکتریکی و سختی برای آنها اندازه گیری شده است.

سختی سنجی مطابق با استاندارد ASTM E45 (محدوده عددی ۱۶ تا ۶۲۷ برینل) و با استفاده از دستگاه Koopa(UV1)، زمان اعمال نیروی (sec) ۱۰ و برای هر نمونه ۵ مرتبه صورت گرفته است. آنالیز حرارتی کمی بر روی نمونه ها با دستگاه DSC نوع Reometric Science

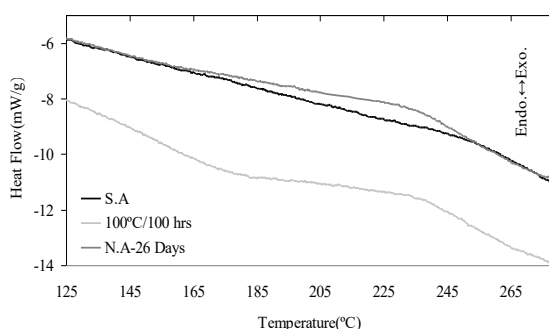
مناطق GP آلیاژهای آلومینیم در حالت پیرسازی طبیعی (Natural Aged) و یا پیرسازی در دماهای پایین (Under-aged) ایجاد می گردند. به عنوان مثال در تحقیق انجام شده توسط F. Wei و Z. K. Zhao [۷]، تشکیل این مناطق در شرایط پیرسازی ۷۰°C/۲۴h و ۱۲۰°C/۲۴h در آلیاژهای Al-Zn-Mg-Cu حاوی لیتیم بررسی شده است [۱۲،۸]. یکی از مهمترین جنبه های تحقیقاتی آلیاژهای مختلف آلومینیم چگونگی تشکیل و تاثیر مناطق GP در ساختار برخواص آلیاژ است که بطور گسترده توسط محققین دنبال می گردد. دلیل این اهمیت تاثیر قابل توجه این نواحی بر نحوه تشکیل و پایداری رسوبات میانی در ساختار و همچنین یکنواختی توزیع آنهاست [۱۲،۱۳].

با انجام عملیات حرارتی - مکانیکی (Thermo Mechanical Treatment) فازهای رسوبی استحکام دهنده نظیر $\delta_2(Al_3Li)$ و $T_1(Al_2CuLi)$ و $T_2(Al_5Li_3Cu)$ در ساختار آلیاژهای آلومینیم-لیتیم-مس تشکیل شده که این فازها تعیین کننده خواص آلیاژ می باشند [۱۴]. فاز T_1 اولین فاز استحکام دهنده در آلیاژهای Al-Li-Cu است که در فرایندهای پیرسازی دماهای کمتر از ۲۶۰°C در مرز و داخل دانه ها جوانه زنی و رشد می کند [۱۵،۱۶]. بدون انجام کارسرد این فاز تمایل زیادی به جوانه زنی و رشد در مرز دانه ها دارد [۱۷]. درواقع با انجام کارسرد مانند اکستروژن، نورد و کشش دانسیته نابجاییها در داخل آلیاژ افزایش یافته و حرکت و برخورد آنها با یکدیگر مکانهای مناسب جوانه زنی برای فاز T_1 ایجاد می کند [۱۸، ۱۹]. بررسی و مطالعه برروی دماهای تشکیل و پایداری فاز T_1 با توجه به اثر بسیار زیادی که بر خواص آلیاژهای آلومینیم - مس - لیتیم دارد، از اهمیت ویژه ای برخوردار است.

دراین تحقیق با انجام آزمایشهای کشش، هدایت الکتریکی، سختی سنجی و کالریمتریک چگونگی تشکیل مناطق GP و فاز T_1 در ساختار آلیاژ ۲۰۹۰، تاثیر آنها بر خواص فیزیکی و مکانیکی و همچنین تاثیر انجام کارسرد قبل از پیرسازی بر افزایش سختی در طی انجام عملیات حرارتی های پیرسازی مختلف بررسی شده است.



شکل ۲ نمودار DSC نمونه های پیرسازی شده در حالت پیرسازی طبیعی و پیرسازی شده در شرایط ۱۰۰ hrs / ۱۰۰°C.



شکل ۳ نمودار DSC نشان دهنده محدوده دمایی انحلال مناطق GP

نتایج آزمایشهای سختی سنجی، هدایت الکتریکی و کشش برروی نمونه های پیرسازی شده در هوا و همچنین نمونه های پیرسازی شده طی سیکلهای مختلف در شکلهای ۴ و ۵ نشان داده شده و در جدول ۴ مقادیر دقیق آزمونها آورده شده است. همانطور که در شکلها نشان داده شده است سختی، استحکام و مقاومت ویژه نمونه های پیرسازی شده مطابق روابط ۵ و ۷ نسبت به حالت آنیل شده افزایش یافته و با ادامه پیرسازی در دمای ۱۵۰°C روند افزایش سختی و استحکام ادامه یافته در حالی که مقاومت ویژه کاهش می یابد. در هر دو نمودار مشخص است که با افزایش سختی و استحکام "تغییر طول نسبی" کاهش می یابد.

جدول ۳ ترکیب شیمیایی شمش (مقادیر بر حسب درصد وزنی).

Cu	Li	Zr	Fe, Si	Al
۳٫۱	۲٫۲	۰٫۱۲	<۰٫۳	Base

(STA 1500) در محدوده دمایی ۲۵°C تا ۱۰۰۰°C با نرخ گرمایش (۱۰°C/min) و تحت گاز آرگون صورت گرفت. اندازه گیری مقادیر مقاومت الکتریکی نمونه ها با دستگاه میکرو اهم متر با دقت سنجش ۱Ωμ و قابلیت اعمال شدت جریان از یک آمپر تا ۲۰۰۰ آمپر با دقت A ۰٫۱ انجام شد. نهایتاً تست کشش با سرعت کرنش ۱ (mm/min) و مطابق با استاندارد ASTM E8 بر روی نمونه های ورق صورت گرفته است.

۳- یافته ها

۳-۱ بخش اول

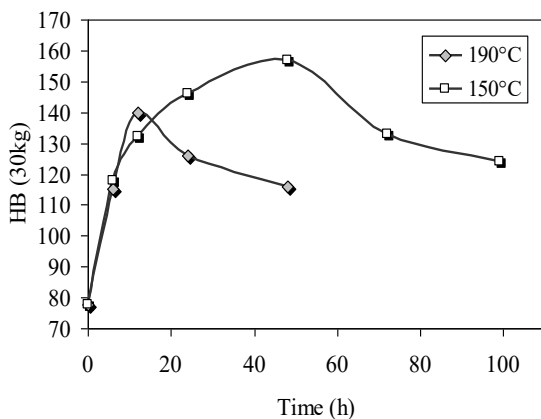
در شکل ۲ نمودارهای DSC نمونه های آنیل انحلالی شده، پیرسازی شده در دمای ۱۰۰°C به مدت زمان ۱۰۰ ساعت و پیرسازی شده در هوا به مدت ۴۰ روز نشان داده شده است. همانطوری که در شکل مشخص می باشد، تفاوت عمده در نمودارها مربوط به تغییرات انرژی در دمای کمتر از ۲۵۰°C است. در شکل ۳ نمودارهای DSC جهت مشخص تر شدن تغییرات انرژی مجدد ترسیم شده اند. بر روی منحنی DSC نمونه آنیل شده هیچگونه تغییر سطح انرژی در محدوده ۱۸۰°C تا ۲۴۰°C دیده نمی شود در حالی که در هر دو نمونه پیرسازی شده در هوا و پیرسازی شده به مدت ۱۰۰ ساعت در دمای ۱۰۰°C تغییراتی مشاهده می گردد. نوع واکنش برحسب گرماگیر و یا گرمازا بودن با توجه به اعداد در نقاط ابتدا، میانی و پایانی پیک مشخص می گردد. به عنوان مثال در نمودار DSC نمونه پیرسازی شده به مدت ۱۰۰ ساعت این نقاط عبارتند از ۱۱ mW / -۱۱۸°C، ۱۰٫۷ mW / -۱۱۸°C و ۱۱٫۷ mW / -۲۴۰°C که نشان دهنده پیشرفت واکنش در جهت منفی نمودار عمودی است و در واقع حاکی از انجام استحاله ای گرماگیر می باشد. در این استحاله گرماگیر یک یا چند فاز در حال انحلال و از بین رفتن هستند.

جدول ۴ نتایج آزمایشات کشش، سختی و هدایت الکتریکی برای نمونه های پیرسازی شده طی چندمرحله.

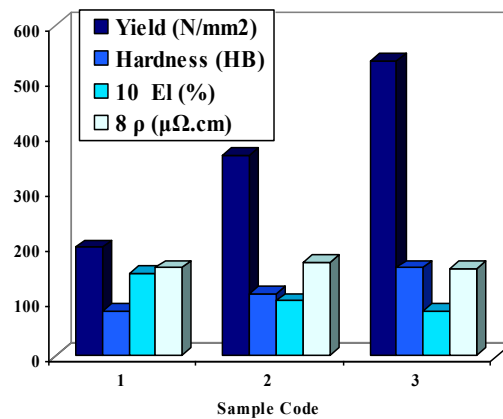
نمونه	Solution Anneal	Natural Aged (40 days)	P.H. 100h/10 0°C	P.H. N.A. +48h/15 0°C	P.H. 100h/10 0°C +48h/15 0°C
hardness (HB)	۸۰	۱۱۲	۱۸	۱۶۰	۱۶۵
YS (N/mm ²)	۱۹۲٫۵	۳۶۰	۲۵۶	۵۳۵	۵۴۵٫۵
el (%)	۱۵	۱۰	۱۳٫۵	۸	۷
special resistant (μΩ.cm)	۲۰	۲۱٫۵	۲۱	۱۹٫۵	۱۹

۳-۲ بخش دوم

در شکل های ۶ تا ۹ تغییرات روند پیرسختی نمونه ها در شرایط مختلف پیرسازی نشان داده شده است. حداکثر سختی برای نمونه پیرشده در دمای ۱۵۰°C پس از گذشت ۴۸ ساعت و برای نمونه پیرشده در دمای ۱۹۰°C پس از زمان ۱۲ ساعت مشاهده می گردد. برای نمونه های کارسرد شده به میزان ۸ تا ۱۰ درصد و پیرشده در دمای ۱۹۰ درجه سانتی گراد، حداکثر سختی در زمان پیرسازی ۶ ساعت مشاهده شده و این در حالی است که در نمونه پیرشده ۱۵۰°C تغییر در زمان پیرسازی، جهت حصول حداکثر سختی مشاهده نمی شود.



شکل ۶ تغییرات سختی نمونه های پیرسازی شده در دماهای ۱۹۰°C و ۱۵۰°C.

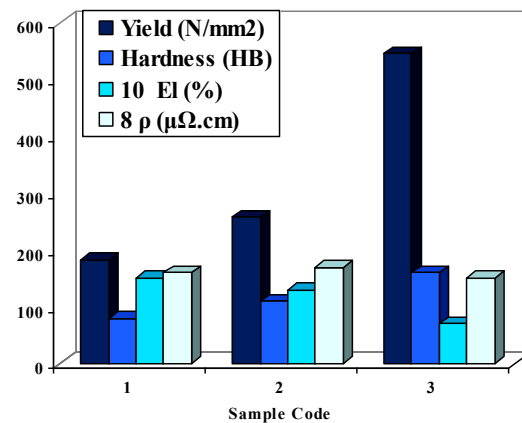


۱- آنیل انحلالی شده.

۲- پیرشده در هوا به مدت چهار روز.

۳- پیرشده در هوا (چهار روز) + ۱۵۰°C/۴۸ h

شکل ۴ نمودار تغییرات سختی، هدایت الکتریکی، استحکام تسلیم و تغییر طول نسبی مربوط به نمونه های پیرسازی شده.



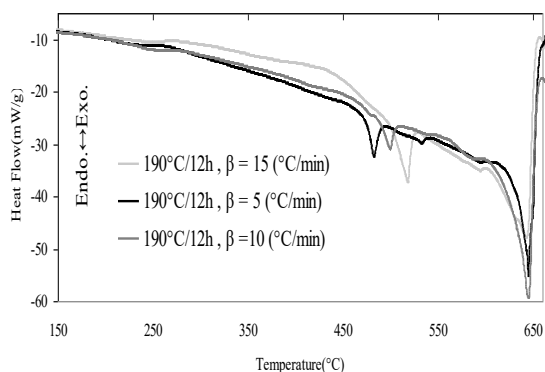
۱- آنیل انحلالی شده.

۲- پیرشده در دمای ۱۰۰°C به مدت زمان ۱۰۰ ساعت.

۳- پیرشده در دمای ۱۰۰°C به مدت زمان ۱۰۰ ساعت + ۱۵۰°C/۴۸ h

شکل ۵ نمودار تغییرات سختی، هدایت الکتریکی، استحکام تسلیم و تغییر طول نسبی مربوط به نمونه های پیرسازی شده.

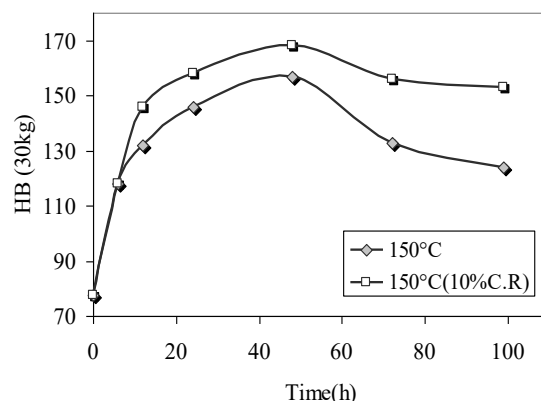
۱۲ ساعت نشان داده شده است. تست کالریمتریک بر روی نمونه فوق با سه نرخ افزایش دمایی (°C/min) ۵، ۱۰ و ۱۵ انجام شده است. بر روی منحنی DSC نشان داده شده در شکل ۱۰ تغییرات سطح انرژی (گرماگیر) در محدوده دمایی ۲۵۰°C تا ۲۹۰°C مشاهده می شود که می تواند به انحلال فاز یا ترکیب خاصی در ساختار مربوط باشد.



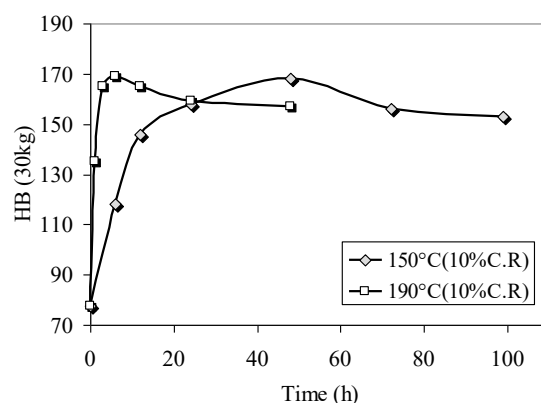
شکل ۱۰ منحنی DSC نمونه های ۱۲h / ۱۹۰°C با نرخهای مختلف گرم کردن.

تغییر سطح انرژی دوم در محدوده دمایی ۴۷۰°C تا ۵۳۰°C با توجه به گرمازا بودن نشان دهنده تشکیل یک فاز یا ترکیب در ساختار آلیاژ است. در شکل ۱۱ محدوده های دمایی فوق نشان داده شده است. اثرات ذوب منطقه ای در محدوده دمایی ۵۵۰°C تا ۶۰۰°C بصورت پیکهایی با تغییر سطح انرژی کم در نمودار قابل مشاهده است.

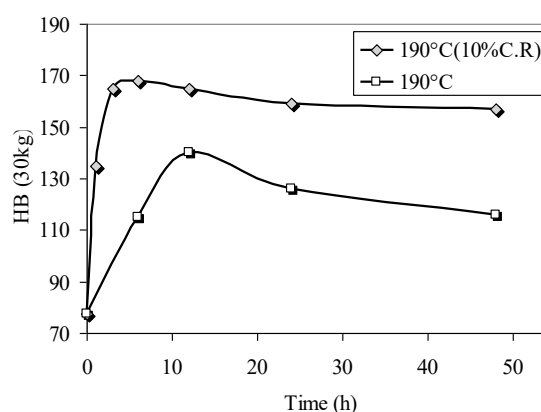
در شکل ۱۲ تغییرات مقاومت ویژه نمونه های پیرشده در دماهای ۱۵۰ و ۱۹۰ درجه سانتی گراد نشان داده شده است. مشاهده می شود که با افزایش زمان پیرسازی، مقاومت ویژه در نمونه ها کاهش می یابد.



شکل ۷ تغییرات سختی نمونه های پیرسازی شده در دمای ۱۵۰°C در حالت های کار سرد شده و نشده.

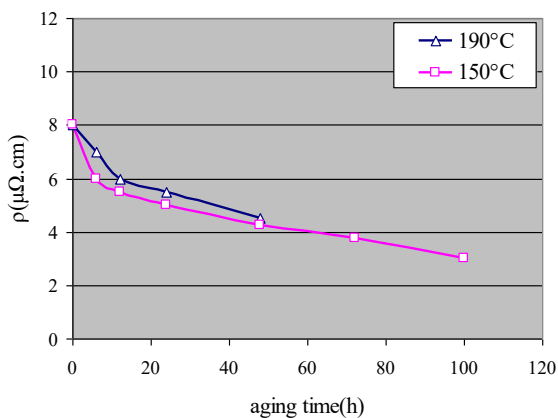


شکل ۸ تغییرات سختی نمونه های پیرسازی شده در دمای ۱۵۰°C و ۱۹۰°C در حالت کار سرد شده.



شکل ۹ تغییرات سختی نمونه های پیرسازی شده در دمای ۱۹۰°C در حالت های کار سرد شده و نشده.

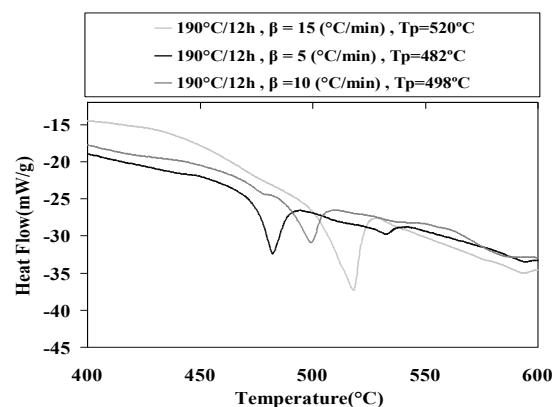
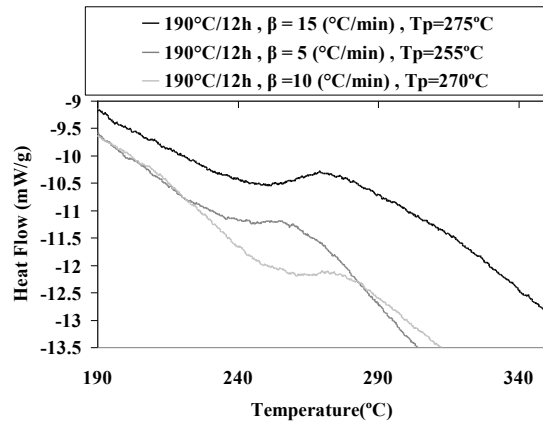
در شکل ۱۰ منحنی های حاصل از آزمایش DSC مربوط به نمونه پیرشده در دمای ۱۹۰°C به مدت زمان



شکل ۱۲ تغییرات مقاومت ویژه نمونه های پیرشده در دماهای ۱۹۰°C و ۱۵۰°C.

پیرسازی در محدوده دمایی ۹۰°C تا ۱۲۰°C منجر به تشکیل مناطق GP شده، فازهای رسوبی $\theta, \theta', T_2, T_B$ معمولاً پس از پیرسازی در محدوده دمایی ۱۳۵°C تا ۲۰۹°C و فاز $T_1(Al_2CuLi)$ در پیرسازی های محدوده دمایی ۱۳۵°C تا ۲۶۰°C در ساختار آلیاژهای ۲۰۹۰ تشکیل می شوند [۲۰، ۲۱].

یکی از مهمترین آزمایشات تشخیص وجود نواحی GP در ساختار آلیاژهای آلومینیم رسوب سخت شونده، بررسی تغییرات هدایت الکتریکی است. در حقیقت افزایش مقاومت ویژه در اثر حضور این مناطق، به دلیل مسدود شدن مسیرهای سریع عبور الکترونها در ساختار است. نابعائیها از مهمترین مسیرهای سریع عبور الکترونها در ساختار فلزات می باشند که نفوذ و تجمع اتمهای عناصر آلیاژی در مقیاس اتمی و تشکیل نواحی GP سبب مسدود شدن این مسیرها و افزایش مقاومت الکتریکی آلیاژ می گردد. بر روی نمودارهای هدایت الکتریکی نمونه های Natural Aged/40days و ۱۰۰°C/100h افزایش مقاومت ویژه نسبت به حالت های دیگر مشاهده می شود. کاهش مقاومت ویژه (افزایش هدایت الکتریکی) در نمونه های پیرسازی شده دمای ۱۵۰°C نشان دهنده ایجاد کسرجمی بالا از رسوبات در ساختار آلیاژ است. تاثیر حضور مناطق GP بر افزایش سختی و استحکام نمونه ها در مراحل اولیه پیرسازی قابل توجه است. مکانیزم افزایش سختی و استحکام در اثر حضور این مناطق، کاهش تحرک نابعائیها به دلیل کسرجمی بالای این مناطق است. ادامه



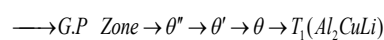
شکل ۱۱ افزایش دمای پیک با افزایش نرخ گرمایش برای محدوده های دمایی تشکیل و انحلال فاز در آزمایش DSC.

۴- نتایج و بحث

مناطق GP

مقایسه نمودارهای DSC در شکل ۳ نشان دهنده تغییر سطح انرژی در محدوده دمایی ۱۸۰°C تا ۲۴۰°C است. این تغییرات انرژی در جهت گرماگیر (Endothermic) صورت گرفته که به دلیل گرماگیر بودن می تواند به انحلال مناطق GP مربوط باشد. ترتیب رسوب گذاری در آلیاژهای آلومینیم-لیتیم ۲۰۹۰ مطابق رابطه ۹ می باشد.

محلول جامد فوق اشباع (۹)



ساختار با توجه به محدوده دمایی فرایند پیرسازی، تغییرات سطح انرژی بر روی منحنی های DSC و فرایند کلی رسوب گذاری در آلیاژهای ۲۰۹۰ محتمل به نظر می رسد. در تحقیقی که توسط V. G. Darydav و J. N. Fridlyander صورت گرفته، بدون محاسبه انرژی اکتیواسیون های تغییر حالت، محدوده های دمایی فوق جهت تشکیل و انحلال فاز T_1 ارائه شده است [۲۳]. تغییر دمای پیک (T_p^F) با افزایش نرخ گرم کردن در آزمون DSC در جدول ۵ آورده شده است.

جدول ۵ تغییرات دمای پیک با افزایش سرعت گرم کردن.

نرخ افزایش دما ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)	5	10	15
دمای پیک ($^{\circ}\text{C}$) T_p^F	255	270	275

مطابق مدل ارائه شده توسط استارینک و کیسینجر [۲۴]، برای بررسی مقدار پیشرفت واکنشها و تحولات، نرخ تغییر حالت ($\frac{d\alpha}{dt}$) را محصول دو تابع در نظر می گیرند. اولی تابع دما، $K(T)$ و دیگری تابع کسر واکنش داده، $f(\alpha)$ است.

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(\alpha)K(T) \quad (10)$$

وابستگی تابع $K(T)$ از دما با استفاده از معادله آرنیوس بیان می گردد.

$$K = K_0 \exp(-E_a / RT) \quad (11)$$

جهت بیان مقدار پیشرفت واکنشها نیاز است مقدار تابع $f(\alpha)$ ، ثابت K_0 و انرژی اکتیواسیون (E_a) مشخص گردد. توابع استاندارد مختلفی برای $f(\alpha)$ پیشنهاد شده است. از بین توابع پیشنهادی، تابع Johnson-Mehl-Avromi-Kolmogorov (JMAK) کاربرد وسیعتری دارد [۲۴].

$$f(\alpha) = n[-\ln(1-\alpha)]^{(n-1)/n} (1-\alpha) \quad (12)$$

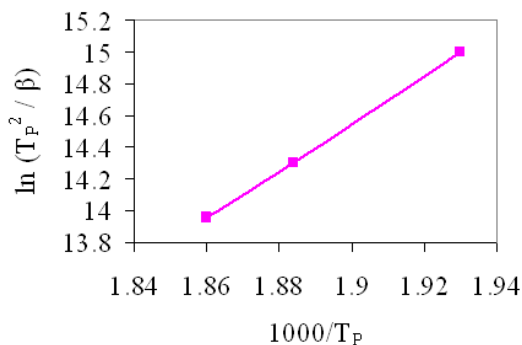
عملیات پیرسازی در دمای 150°C سبب افزایش نفوذ عناصر آلیاژی (مانند مس و لیتیم) در ساختار شده که جوانه زنی غیرهمگن رسوبات میانی بر روی عیوب ساختاری شبکه و از محلهای پایداری مناطق GP را در پی دارد. رسوبهای پایدار با مکانیزمهای برش ذرات و اوراوان سختی و استحکام را افزایش میدهند. با توجه به نمودارهای ۴ و ۵ افزایش سختی و استحکام و کاهش مقاومت ویژه به دلیل ایجاد رسوبات پایدار در ساختار آلیاژ است.

۵- تاثیر انجام کار سرد بر زمان پیرسازی

نتایج آزمایش سختی سنجی نمونه ها (شکلهای ۶ تا ۹) نشان میدهد که با انجام کار سرد، سختی در هر دو دمای پیرسازی افزایش داشته است. مکانیزم اصلی افزایش سختی در این حالت، کرنش سختی یا کارسختی است. زمان مورد نیاز فرایند پیرسازی جهت حصول حداکثر سختی برای نمونه 190°C ، ۱۲ ساعت و نمونه (10% C.R.) 190°C ، ۶ ساعت است. در واقع با انجام کار سرد دانسیته نابجاییها در ساختار افزایش یافته و با توجه به اینکه نابجاییها از جمله مسیرهای سریع عبور اتمها هستند، نفوذ و حرکت آنها تسریع می گردد که در نتیجه زمان رسیدن به حداکثر سختی در نمونه پیرسازی شده دمای 190°C کاهش یافته است. نفوذ سریعتر اتمهای محلول، جوانه زنی بیشتر فازهای رسوبی را به دنبال دارد.

۶- بررسی پایداری فاز T_1 در ساختار آلیاژ

مهمترین فاز استحکام دهنده در آلیاژهای آلومینیم-لیتیم گروه ۲۰۹۰، فاز $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ می باشد که در پیرسازی های محدوده دمایی 135° تا 260° در ساختار تشکیل می گردد [۲۱]. جهت تعیین مقدار انرژی اکتیواسیون تشکیل و انحلال این فاز، نمونه های پیرسازی شده در دمای 190° به مدت ۱۲ ساعت، با سه نرخ افزایش دمای متفاوت $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ آنالیز حرارتی DSC شدند (شکل ۱۰). تغییر سطح انرژی در محدوده دمایی 250° تا 300° احتمالاً مربوط به تشکیل فاز T_1 در ساختار است. تشکیل این فاز در



شکل ۱۳ منحنی تغییرات $\ln(T_P^2/\beta)$ با $1000/T_P$ برای رسوب فاز T₁.

مطابق رابطه ۱۳ با ترسیم منحنی تغییرات ذکر شده و محاسبه شیب خط حاصله، انرژی اکتیواسیون فاز T₁ مشخص می‌گردد.

در شکل ۱۳ شیب خط برابر ۱۴/۷ می‌باشد که در این شرایط انرژی اکتیواسیون مربوط به تشکیل فاز T₁ (kj/mol) ۱۲۲/۱ بدست می‌آید. این مقدار انرژی در واقع انرژی اکتیواسیون مورد نیاز نفوذ عناصر تشکیل دهنده فاز (Li, Cu) در ساختار شبکه آلومینیم است. براساس تحقیقات انجام شده توسط استارینک، انرژی اکتیواسیون بدست آمده از نمودارهای DSC که در محدوده‌هایی (kj/mol) ۱۲۰ تا ۱۳۵ قرار دارد در حقیقت انرژی مورد نیاز نفوذ عناصری مانند مس، لیتیم و سیلیسیم در ساختار می‌باشد [۲۴].

دومین تغییر سطح انرژی در نمودارهای DSC در محدوده دمایی ۴۷۰^o تا ۵۳۰^o مشاهده شده که به انحلال و از بین رفتن فاز T₁ مربوط می‌باشد. در شکل ۵ تغییرات دمای پیک (T_P^D) انحلال با افزایش سرعت گرم کردن در آزمون DSC (از ۵^o/min به ۱۵C/min) نشان داده شده است و در جدول ۶ مقادیر عددی دمای پیک آورده شده است. شیب منحنی تغییرات $\ln\left(\frac{T_P^2}{\beta}\right)$ برحسب ۱/T_p (شکل ۱۴) برابر ۱۵/۷ می‌باشد که با استفاده از آن انرژی اکتیواسیون انحلال فاز T₁ برابر با ۱۳۰/۳ (kj/mol) محاسبه می‌گردد.

برای تعیین مقدار انرژی اکتیواسیون واکنشها، گروهی از آزمایشات DSC با نرخهای مختلف گرم شدن (β) انجام می‌گردد. در هر آزمایش یک مقدار دمای حداکثر یا دمای پیک (T_P) معین بدست آمده که این مقدار (T_P) با تغییر β ، تغییر می‌کند. به این معنی که با افزایش β ، T_P به سمت دماهای بالاتر میل می‌کند. T_P لزوماً حداکثر دما در یک پیک تغییر انرژی نمی‌باشد بلکه دمایی است که مقدار معینی از تحول صورت گرفته باشد. مثلاً دمایی بر روی یک گروه از منحنی‌های DSC (با نرخهای مختلف β) که ۵۰ درصد تحول انجام شده است. مطابق مدل ارائه شده توسط Kissinger داریم:

$$\ln \frac{\beta}{T_P^2} = -\frac{E_a}{RT_P} + C \quad (13)$$

در واقع با رسم تغییرات $\frac{\beta}{T_P^2}$ بر حسب $\frac{1}{T_P}$ خطی راست بدست می‌آید که شیب آن برابر $-E_a/R$ می‌باشد. رابطه دقیق تر برای تغییر حالت‌های جامد پیشنهاد شده است:

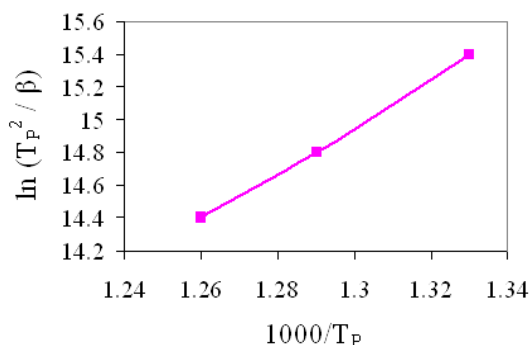
$$\ln \frac{\beta}{T_P^K} = \frac{E_a}{RT_P} + C \quad (14)$$

در رابطه فوق مقدار K برابر ۱/۹۵ است. مدل کیسینجر جهت تعیین مقدار انرژی اکتیواسیون در حالتی که تعیین مقدار دقیق T_p امکان پذیر نباشد، با دقت مناسب قابل استفاده است [۲۴].

در تحقیق انجام شده، با ترسیم منحنی تغییرات $\ln\left(\frac{T_P^2}{\beta}\right)$ بر حسب $\left(\frac{1}{T_P}\right)$ و محاسبه شیب (شکل ۱۳)، انرژی اکتیواسیون تشکیل فازها قابل محاسبه است.

جدول ۶ تغییرات دمای پیک با افزایش سرعت گرم کردن.

Heating rate(°C/min)	5	10	15
T_p (°C)	482	498	520



شکل ۱۴ منحنی تغییرات $\ln(TP^2/\beta)$ با $1000/TP$ برای انحلال فاز T1.

در نمونه‌های مورد آزمایش با توجه به فرآیندهای شکل دهی و آنیل کاملاً یکسان، عوامل افزایش دهنده مقاومت ویژه مانند، مرزهای دانه، عناصر ناخالص و نابجاییها به طور مشابه در نمونه‌ها حضور دارند و تنها تفاوت در میزان هدایت نمونه‌ها، پس از فرآیند پیرسازی و ایجاد رسوبات پایدار در ساختار پدیدار می‌شود. افزایش هدایت الکتریکی نمونه‌های پیرسازی شده در زمانهای پیرسازی بالاتر نشان دهنده بوجود آمدن کسر حجمی زیاد رسوبات پایدار (نوع T_1) در ساختار و خروج اتمهای عناصر آلیاژی (Li, Cu) از حالت محلول جامد است. این اثر بر روی نمودارهای DSC نیز مشاهده می‌گردد.

در تحقیقی که توسط H. Hallem و B. Forbord [۲۶] بر روی نمونه‌های آلیاژ Al-Mn-Zr انجام شده است، با استفاده از تست هدایت الکتریکی و ساختار شناسی بوسیله TEM مشخص گردیده که با افزایش زمان همگن سازی و پیر سازی، تعداد رسوبات پایدار در ساختار افزایش می‌یابد.

با افزایش زمان پیرسازی، هدایت الکتریکی نمونه‌ها افزایش و یا به عبارت دیگر مقاومت ویژه آنها، با توجه اثر کم رسوبات نسبت به اتمهای حلال در منحرف کردن الکترونها از مسیر حرکتیشان در داخل شبکه فلزات، کاهش می‌یابد. بیشترین مقاومت به نمونه آنیل شده و کمترین مقاومت در هردو نمودار، به بالاترین زمان پیرسازی مربوط می‌باشد.

۷- نتیجه گیری

- ۱- تغییر سطح انرژی در نمودارهای DSC و در محدوده دمایی 180°C تا 240°C به دلیل گرماگیر بودن می‌تواند به انحلال مناطق GP مربوط باشد.
- ۲- ایجاد نواحی GP در ساختار مقاومت ویژه آلیاژ را افزایش داده و با ادامه فرایند پیرسازی و تشکیل رسوبات، مقاومت ویژه کاهش می‌یابد.
- ۳- حداکثر سختی برای نمونه پیرسازی شده در دمای 190°C در زمان پیرسازی ۶ ساعت و برای نمونه پیرشده دمای 150°C در زمان پیرسازی ۲۴ ساعت مشاهده می‌شود. با انجام کار سرد، زمان مورد نیاز فرایند پیرسازی

با توجه به انرژی اکتیواسیون نفوذ عناصر مس و لیتیم در شبکه آلومینیم، به ترتیب برابر 135 (kJ/mol) و 130 (kJ/mol) [۲۵] انرژی اکتیواسیون محاسبه شده از نمودارهای DSC مشخص می‌گردد که فاز پایدار در ساختار آلیاژ آلومینیم-مس-لیتیم آزمایش شده در شرایط پیرسازی دماهای 190°C و 150°C ، فاز T_1 بوده و انرژی اکتیواسیون انحلال و تشکیل این فاز در واقع انرژی مورد نیاز نفوذ عناصر مس و لیتیم در ساختار آلومینیم است.

نتایج تست هدایت الکتریکی بر روی نمونه‌های پیرسازی شده در دماهای 190°C و 150°C به مدت زمانهای مختلف در شکل ۱۲ نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان پیرسازی در هردو دمای پیرسازی، هدایت الکتریکی نمونه‌ها افزایش و یا به عبارت دیگر مقاومت ویژه آنها کاهش می‌یابد. بیشترین مقاومت به نمونه آنیل شده (با زمان پیرسازی صفر بر روی نمودارها مشخص شده است) و کمترین مقاومت در هردو نمودار، به بالاترین زمان پیرسازی مربوط می‌باشد.

۵- انرژی اکتیواسیون مربوط به تشکیل فاز T_1 122.1 (kJ/mol) و انرژی اکتیواسیون انحلال این فاز 130.3 (kJ/mol) بدست آمده که این مقدار انرژی در واقع انرژی اکتیواسیون مورد نیاز نفوذ عناصر تشکیل دهنده فاز T_1 (Li, Cu) در ساختار شبکه آلومینیم است.

جهت رسیدن به حداکثر سختی در نمونه ها کاهش می یابد.

۴- فاز پایدار در ساختار آلیاژ آلومینیم-مس-لیتیم آزمایش شده در شرایط پیرسازی دماهای 190° و 150° ، فاز T_1 است و تغییر سطح انرژی در محدوده دمایی 250° تا 300° ، مربوط به تشکیل فاز T_1 می باشد.

مراجع

- [1] T. H. Sanders, E. A. Starke, "Overview of the Physical Metallurgy in the Al-Li-X System", Second International Aluminum- Lithium Conference, The Metallurgy Society of AIME, 1983, p.p 1-15.
- [2] M. W. Danyo, C. S. Young and H. J. Cornille, "Advanced in Lightweight Materials for Automotive Applications", SAE Int. 2003, p.p 71.
- [3] M. J. Starink, A. J. Hobson and P. J. Gregston, "Modeling of Strengthening of Al-Li-Cu-Mg Alloys", Materials Science Forum, Vols. 331-337, 2000, p.p 1321-1380.
- [4] I. J. Polmear, "Aluminum Alloys- A Century of Age Hardening", Materials Forum, Vol.28, 2004, p.p 1-14.
- [5] A. Dupasquier, A. Somoza, R. N. Lumley and I. J. Polmear, "Studies of Secondary Ageing in Aluminium Alloys", Materials Forum, Vol.28, 2004, p.p 1135-1140.
- [6] Y. Nagai, K. Hono, S. Yanagita, T. Honma and Hasegawa, "Coincidence Doppler Broadening and 3DAP Study of the Pre-precipitate Stage of Al (-Li)-Cu-Mg (-Ag) Alloys", Materials Forum, Vol.28, 2004, p.p 287-292.
- [7] A. E. Smith and S. Homolya, "A First Principles Study of Substitutional Copper in Aluminum", Materials Forum, Vol.28, 2004, p.p 139-144.
- [8] G. Riontino, S. Abis and Mengucci, "DSC Investigation of Natural Aging in High-Copper AlCuMg Alloys", Materials Science Forum, Vols. 331-337, 2000, p.p 1025-1030.
- [9] J. A. Charles and G. C. Smith, "Advanced in Physical Metallurgy", The Institute of Metals, Carlton House Terrace, London, 1990, p.p 568.
- [10] J. W. Christian, "Theory of Transformation in Metals and Alloys", Pergamon Press, Oxford OX51GB.UK, 2002, p.p 390.
- [11] F. Wei, Z. K. Zhao, P. Y. Liu and T. T. Zhou, "Research and Development of Al-Zn-Mg-Cu-Li Alloys", Materials Forum, Vol.28, 2004, p.p 75-84.
- [12] J. Davis, "Heat Treating", ASM Specialty Handbook, Vol.4, ASM Int. , 1994, p.p 841.
- [13] I. J. Polmear, "Light Alloys Metallurgy of the Light Metals", Edward Arnold, London, 1981, p.p 11.
- [14] N. I. Kolobnev, L. B. Khokhlatova and I. N. Fridlyander, "Aging of Al-Li Alloys Having Composite Particles of Hardening Phases", Materials Forum, Vol.28, 2004, p.p 208-212.
- [15] K. Satya. A. A. Gokhale, A. K. Mukhopadhyay, D. Banerjee and D. B. Goel, "Sequence of Precipitation of T_2 and δ Phases During Aging of Al-Li Alloy 8090C", Materials Science Forum, Vols. 331-337, 2000, p.p 1043-1048.
- [16] J. Yan and M. J. Starink, "A Calorimetric Study of Precipitation Kinetics of the 2024 Al-Cu Mg Alloy", Materials Research Group, University of Southampton, SO17 IBJ, 2004, p.p 31-33.
- [17] P. S. Chen and B. N. Bhat, "Time-Temperature-Precipitation Behavior in Al-Li Alloys 2195", NASA/TM-200-211548, Alabama 35812, 2002.
- [18] F. W. Gayle and B. Vandersande, "Phase Transformations in the Al-Li-Zr System", Acta Materialia, Vol.37, No.4, 1989, p.p 1033-1046.
- [19] R. G. O'Donnell, R. N. Lumley and I. J. Polmear, "Observations of Deformation in Secondary Aged Aluminum Alloys", Materials Forum, Vol.28, 1989, p.p 975-980.
- [20] R. Yoshimura, T. J. Konno, E. Abe and K. Hiraga, "Transmission Electron Microscopy Study of Precipitates in Aged Al-Li-Cu Alloys: The θ' and T_1 Phases", Acta Materialia, Vol.51, 2003, p.p 4251-4266.
- [21] P. S. Chen and B. N. Bhat, "Time-Temperature-Precipitation Behavior in Al-Li Alloys 2195", NASA/TM-200-211548, Alabama 35812, 2002.

- [22] L. Davin, A. Cerezo, N. Gao and M. J. Statink, "Characterization of the Precipitation in Al-Li-Cu-Mg-(Mn,Zr) Alloys", Surface and Interface Analysis, Vol.36, **2004**, p.p 589-593.
- [23] V. G. Davydov, J. N. Fridlyander, M. V. Samarina, A. I. Orozov and L. B. Ber, "The Heat Treatment of Al-Cu-Li Alloys Ensured the Stability of Structure and Properties at Long Low Temperature Exposure", Materials Science Forum, Vols. 331-337, **2000**, p.p 1049-1054.
- [24] M. J. Starink, "The Analysis of Al Based Alloys by Calorimetry: Quantitative Analysis of Reactions and Reaction Kinetics", International Materials Reviews, Vol.49, **2004**, p.p 191-226.
- [25] "Advanced Strength of Materials-MEE 455", Schedule of Technical Electives and Graduate Level Courses, The University of MAINE, Orono, **2006**.
- [26] B. Forbord, H. Hallem and K. Marthinsen, "The Influence of Precipitation Annealing Procedure on the Recrystallization Resistance of Al-Mn-Zr Alloys with and Without Sc", Materials Forum, Vol.28, **2004**, p.p 1263-1269.