THE EFFECT OF COOLING RATE ON THE MICROSTRUCTURE OF ADC12 ALLOY WITH PRELIMINARY NUCLEATION ON COOLING SLOPE

Le Minh Duc¹, Nguyen Hong Hai^{2*}

¹Le Quy Don Technical University

²Hanoi University of Science and Technology

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Received: 22/7/2021	In this paper, the effect of cooling rate on the microstructure of ADC12 alloy with preliminary nucleation on cooling slope is investigated experimentally. The equiaxed dendritic grains of α -Al surround by the fine eutectic structure is formed at all cooling rates that are decreasing from step 1 to step 4, resulting in increasing of α -Al grains size. The minimum size - about 30 μm - of α -Al grains was obtained everywhere in the 1 step with the cooling rate of 138 K.s^{-1} , while that in the 4th step with cooling rate reduced to 9,8 K.s^{-1} was increased until 80 μm . The fine eutectic structure has plate-like form and the difference in their size in different steps is not too much. The equiaxed Si_I particles are appeared in all steps, with the size gradually increased from 1 to the 4th step with a significantly dropped cooling rate.
Revised: 14/10/2021	
Published: 15/10/2021	
KEYWORDS	
Cooling rate	
Al-Si Alloy	
ADC12 Alloy	
Microstructure	
Cooling Slope	

ẢNH HƯỞNG CỦA TỐC ĐỘ NGUỘI ĐẾN TỔ CHỨC CỦA HỢP KIM ADC12 TẠO MÀM SƠ BỘ TRÊN MÁNG NGHIÊNG LÀM NGUỘI

Lê Minh Đức¹, Nguyễn Hồng Hải^{2*}

¹Trường Đại học Kỹ thuật Lê Quý Đôn

²Trường Đại học Bách khoa Hà Nội

THÔNG TIN BÀI BÁO	TÓM TẮT
Ngày nhận bài: 22/7/2021	Trong bài báo này, ảnh hưởng của tốc độ nguội đến sự hình thành tổ chức của hợp kim ADC12 tạo mầm sơ bộ trên máng nghiêng làm nguội đã được nghiên cứu. Tổ chức tế vi bao gồm nhánh cây α -Al đều trục bao quanh bởi tổ chức cùng tinh 2 pha nhỏ mịn được hình thành ở các tốc độ nguội khác nhau (giảm dần từ bậc 1 đến bậc 4), kết quả là kích thước hạt α -Al tăng dần. Kích thước hạt α -Al nhỏ nhất đạt được tại bậc 1 ứng với tốc độ nguội lên đến 138 K.s^{-1} , trung bình khoảng 30 μm ở tất cả các vị trí được khảo sát. Trong khi kích thước hạt α -Al khoảng 80 μm đạt được tại bậc 4 ứng với tốc độ nguội khoảng 9,8 K.s^{-1} . Tổ chức cùng tinh có dạng tấm nhỏ mịn, kích thước không có sự khác biệt quá nhiều tại các bậc. Các pha Si_I đều trục được hình thành tại các bậc, kích thước lớn dần từ bậc 1 đến bậc 4 khi tốc độ nguội giảm dần.
Ngày hoàn thiện: 14/10/2021	
Ngày đăng: 15/10/2021	
TỪ KHÓA	
Tốc độ nguội	
Hợp kim Al-Si	
Hợp kim ADC12	
Tổ chức tế vi	
Máng nghiêng làm nguội	

DOI: <https://doi.org/10.34238/tnu-jst.4789>

* Corresponding author. Email: hai.nguyenhong@hust.edu.vn

1. Giới thiệu

Hợp kim Al-Si được sử dụng rộng rãi trong công nghiệp chế tạo máy bởi vì chúng có các đặc tính tuyệt vời như: nhẹ, hệ số dẫn nhiệt cao, tính đúc tuyệt vời và tính hàn tốt. Trong họ hợp kim này thì hợp kim nhôm ADC12 được sử dụng rộng rãi để đúc trong khuôn kim loại (đúc trọng trường, đúc áp lực) do nó có tính đúc tốt, độ chảy loãng cao và tỷ lệ co ngót thấp, cơ tính sau đúc cao [1], [2].

Cơ tính của hợp kim này ở trạng thái đúc được quyết định bởi rất nhiều yếu tố, trong đó tổ chức tế vi có tầm quan trọng hàng đầu. Xu hướng chung là tạo ra tổ chức bao gồm pha cùng tinh $[\alpha\text{-Al} + \text{Si}]$ nằm trên nền pha $\alpha\text{-Al}$ dạng hình cầu hoặc gần cầu nhỏ mịn. Có rất nhiều con đường để thay đổi tổ chức tế vi của vật đúc như: Biến tính, thay đổi tốc độ nguội, khuấy cơ học, khuấy điện từ, rung siêu âm, đúc gần nhiệt độ đường lỏng [3],... Trong đó kỹ thuật thường được sử dụng nhất chính là thay đổi tốc độ nguội của hợp kim. Tốc độ nguội được định nghĩa là tốc độ giảm nhiệt độ theo thời gian và ký hiệu là dT/dt .

Hiệu quả cầu hóa tăng lên khi kết hợp điều chỉnh tốc độ nguội và các biện pháp trên [3]. Khi kết hợp với phương pháp đúc gần nhiệt độ đường lỏng dùng máng nghiêng làm nguội tạo mầm dị thể có chi phí thấp và cho tổ chức tế vi dạng cầu hoặc gần cầu [4].

Wang Shaozhu và cộng sự [5] đã tiến hành nghiên cứu sự khác nhau về tổ chức và cơ tính của chi tiết được chế tạo từ hợp kim ADC12 bằng phương pháp đúc ép gần nhiệt độ đường lỏng. Tác giả chỉ ra rằng, tại các vị trí khác nhau do tốc độ nguội khác nhau nên tổ chức tế vi và độ cứng Vicker sẽ khác nhau. Về cơ bản, tại vị trí thành mỏng tổ chức tế vi sẽ nhỏ mịn và đồng đều hơn các vị trí khác. Thiên tích chủ yếu xảy ra ở vùng góc và tâm của vật đúc. Yucel Birol [6] cũng đưa ra kết quả rằng, tổ chức $\alpha\text{-Al}$ dạng nhánh cây trong thời đúc sẽ được thay thế bằng tổ chức $\alpha\text{-Al}$ gần cầu tương đối nhỏ mịn khi rót hợp kim cùng tinh (hợp kim E1) gần nhiệt độ đường lỏng.

Tại Đại học Bách khoa Hà Nội, đã nghiên cứu sự hình thành tổ chức dị biệt đối với hợp kim gần thành phần cùng tinh sử dụng máng nghiêng làm nguội kết hợp sử dụng khuôn đồng để tăng tốc độ nguội. Tổ chức tế vi có hình thái đều trực nhỏ mịn, các chỉ tiêu cơ tính thu được rất cao khi so sánh cùng các nghiên cứu khác [7].

Các nghiên cứu về ảnh hưởng kết hợp của tốc độ nguội và đúc gần nhiệt độ đường lỏng dùng máng nghiêng làm nguội cho hợp kim ADC12 tại Việt Nam còn hạn chế. Chính vì vậy, bài báo này tiến hành nghiên cứu ảnh hưởng của các tham số này đến tổ chức của hợp kim ADC12.

2. Thực nghiệm

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Hợp kim ADC12 có hàm lượng Si gần thành phần cùng tinh, sự có mặt của các nguyên tố khác (Cu, Zn, Fe) làm cho nó có một khoảng đông đặc nhất định. Theo ASTM SC102A, hợp kim này có nhiệt độ đường lỏng $T_L = 580,0^\circ\text{C}$, nhiệt độ đường đặc $T_S = 515,0^\circ\text{C}$ [8].

Hợp kim ADC12 trong nghiên cứu này có thành phần như trong bảng 1. Nhiệt độ đường lỏng và đường đặc xác định bằng phần mềm Jmatpro lần lượt là: $587,5^\circ\text{C}$ và $545,0^\circ\text{C}$.

Bảng 1. Thành phần của hợp kim ADC12 nghiên cứu

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Al
11,58	0,63	2,09	0,17	0,08	0,77	0,05	0,02	Còn lại

Hợp kim được nấu trong lò điện trở. Khối lượng mỗi mẻ nấu là 2 kg. Trong quá trình nấu kim loại lỏng được che phủ bằng hỗn hợp muối có thành phần: 15% Na_3AlF_6 , 40% NaF, 45% NaCl, lượng dùng khoảng 20 - 40 gram nung khô ở 100°C từ 15 phút trở lên. Hợp kim trung gian Al-5Ti được bổ sung với tư cách là chất tạo mầm dị thể cho $\alpha\text{-Al}$.

Hợp kim lỏng được rót qua máng nghiêng có nước tuần hoàn làm nguội, góc nghiêng 45° , chiều dài làm nguội 300 mm. Nhiệt độ rót: 610°C .

Hình 1. Các bộ phận của khuôn đúc

Hình 2. Vị trí cắt mẫu làm tổ chức tế vi

2.2. Cấu tạo khuôn đúc

Khuôn đúc bao gồm: một phần khuôn đồng có kích thước 250 x 100 x 25 mm để tăng tốc độ nguội cho hợp kim; một phần khuôn thép 5 bậc, các thành bên và đáy. Cấu tạo khuôn như trong hình 1. Vật đúc sau khi chế tạo các bậc có chiều dài x chiều rộng = 90 x 50 mm; chiều dày lần lượt là 5, 10, 20, 30 và 40 mm.

Tại 4 bậc, vật đúc được cắt các mẫu để nghiên cứu tổ chức tế vi, vị trí và kích thước của mẫu được biểu diễn trong hình 2.

Sự thay đổi nhiệt độ của từng bậc được ghi lại bằng thiết bị K-Thermocouple thông qua các cặp nhiệt loại K đặt giữa các bậc và cuối máng nghiêng. Tín hiệu từ cặp nhiệt được truyền vào máy tính và được ghi lại, sơ đồ bố trí thiết bị như trong hình 3. Thông qua thiết bị này có thể xác định nhiệt độ tại từng điểm với bước thời gian là 0,25s, từ nhiệt độ đo được có thể xây dựng chính xác đường cong tốc độ nguội. Ảnh hưởng của tốc độ nguội đến sự hình thành tổ chức tế vi tại từng bậc có thể được đánh giá thông qua ảnh hiển vi quang học. Các vị trí quan sát tổ chức tế vi như trong hình 4.

Hình 3. Sơ đồ bố trí thiết bị

Hình 4. 9 vị trí quan sát tổ chức tế vi

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Tốc độ nguội của hợp kim

Hình 5 biểu diễn sự thay đổi tốc độ nguội theo thời gian tại các bậc. Nhận thấy rằng, tốc độ nguội ban đầu tại bậc 1 có thể đạt đến 138 K.s^{-1} ; giá trị này giảm đáng kể khi kim loại lỏng điền đầy các bậc khuôn có chiều dày lớn hơn (tăng từ bậc 1 đến bậc 4); giá trị thấp nhất khoảng $9,8 \text{ K.s}^{-1}$ tại bậc 4. Tốc độ nguội tại các bậc giảm dần theo thời gian do khuôn bị nóng lên và chiều dày vật đúc tăng. Tốc độ nguội có thời điểm đạt giá trị dương, điều này có thể được giải thích như sau: khi kim loại lỏng đi qua máng nghiêng làm nguội đã tạo ra số lượng tâm mầm kết tinh dị thể đáng kể (hình 6) kết hợp với tốc độ thải nhiệt nhanh của khuôn dẫn đến quá trình phát triển mầm

xảy ra mãnh liệt, ẩn nhiệt kết tinh tỏa ra rất lớn làm tăng nhiệt độ trở lại. Tại bậc 1, quá trình này xảy ra rất sớm, giá trị tốc độ nguội đạt 5 K.s^{-1} tại 0,5 giây đầu tiên và 85 K.s^{-1} ở thời điểm 1,25 giây; tương ứng tại bậc 2 là 45 K.s^{-1} ở khoảng 0,75 giây. Quá trình này xảy ra tại bậc 3 và 4 chậm hơn khá nhiều, 1,25 giây tại bậc 3 và sau 2 giây đối với bậc 4.

Hình 5. Tốc độ nguội của hợp kim ADC12 tại các bậc

Hình 6. Tỷ phần pha rắn cuối máng nghiêng

3.2. Tổ chức tế vi

3.2.1. Bậc 1

Hình 7 biểu diễn tổ chức tế vi tại bậc 1 (dày 5 mm). Do tốc độ nguội rất lớn (138 K.s^{-1}), tổ chức hình thành rất nhỏ mịn bao gồm pha cùng tinh nằm xen kẽ giữa các nhánh cây $\alpha\text{-Al}$ đều trực.

Gần tâm thép bậc

Hình 7. Tổ chức tế vi tại bậc 1 (x 100)

Có sự khác nhau đáng kể về hình thái và kích thước hạt α -Al. Kích thước hạt α -Al lớn nhất tại vị trí giữa tấm. Kích thước hạt nhỏ nhất đạt được tại vị trí tâm tấm gần phần đồng. Đường kính trung bình của hạt α -Al khoảng 30 μm . Quá trình tạo mầm mãnh liệt xảy ra khi kim loại lỏng tiếp xúc với khuôn (hình 5) đóng góp một phần đáng kể vào điều này. Tại vị trí cạnh bên của khuôn, kích thước hạt α -Al tăng dần từ phần đồng sang phần bậc thép, điều này hoàn toàn hợp lý do tốc độ nguội ở phần đồng nhanh hơn các vị trí còn lại. Cùng tinh có dạng hình kim phân bố khá đều; một số pha Si_I đều trực, kích thước chỉ khoảng 10 μm xuất hiện trong tổ chức.

Tỷ phần pha α -Al nhiều hơn so với trường hợp rót trên nhiệt độ đường lỏng [6], điều này có thể được giải thích dựa vào sự lớn lên cạnh tranh giữa tổ chức nhánh cây và cùng tinh. Với một tốc độ nguội đủ lớn, pha α -Al sẽ được hình thành trước tiên, kim loại lỏng còn lại sẽ trở nên giàu Si và chuyển thành hợp kim sau cùng tinh, đó là lý do vì sao các hạt Si_I xuất hiện trong tổ chức.

3.2.2. Bậc 2

Hình 8 biểu diễn tổ chức tế vi của hợp kim tại bậc 2 (dày 10 mm). Kích thước hạt đã thô hơn khá nhiều so với bậc 1 do tốc độ nguội tại thời điểm ban đầu chỉ đạt giá trị 15 K.s^{-1} .

Hình 8. Tổ chức tế vi tại bậc 2 ($\times 100$)

Tuy nhiên, các pha α -Al vẫn duy trì ở hình thái đều trực, kích thước trung bình khoảng 50 μm . Kích thước hạt vẫn nhỏ nhất tại phần gần tấm đồng nhưng sự khác nhau trong trường hợp này là không quá nhiều. Điều này có thể là do khuôn đã bị nung nóng khi kim loại lỏng đi vào khuôn đúc. Pha cùng tinh hình kim nhỏ mịn phân bố khá đều. Một số phần tử Si_I nhỏ mịn xuất hiện trong tổ chức, kích thước hạt trung bình chỉ khoảng 20 μm . Có thể thấy là tỷ phần cùng tinh đã lớn hơn rất nhiều so với ở bậc 1, chứng tỏ khi tốc độ nguội thấp hơn lượng pha α -Al cũng tiết ra ít hơn (độ cạnh tranh giảm), phần lớn kim loại lỏng còn lại đông đặc dưới dạng cùng tinh, rất ít pha Si_I được hình thành.

3.2.3. Bậc 3

Tổ chức tế vi vẫn duy trì ở hình thái đều trực nhưng kích thước hạt đã lớn hơn rất nhiều - hình 9. Điều này hoàn toàn phù hợp với sự thay đổi tốc độ nguội tại bậc 3 (hình 5). Giá trị tốc độ nguội đã giảm so với 2 bậc ở trên. Đã có sự khác nhau đáng kể kích thước hạt trung bình tại các vị trí. Kích thước nhỏ nhất tại vị trí gần phần khuôn đồng, trong khi giá trị lớn nhất đạt được tại vị trí giữa tấm. Kích thước hạt trung bình khoảng 60 μm .

Hình 9. Tổ chức tế vi tại bậc 3 ($\times 100$)

3.2.4. Bậc 4

Hình 10 biểu diễn tổ chức tế vi tại bậc 4 (dày 30 mm). Tốc độ nguội trung bình tại thời điểm đầu tiên chỉ đạt 9,8 K.s^{-1} . Chính vì vậy, tổ chức tế vi thu được rất thô đại. Các pha $\alpha\text{-Al}$ tồn tại ở dạng đều trực, tuy nhiên kích thước hạt trung bình lên tới 80 μm . Kích thước hạt trung bình tại các vị trí khác nhau khá nhiều. Tại vị trí tâm tấm, các hạt $\alpha\text{-Al}$ thu được là lớn nhất. Điều này có thể là do chiều dày của vật đúc khá lớn, do đó sự khác nhau về tốc độ nguội tại vị trí tâm và thành khuôn khác nhau khá nhiều.

Pha Si_I được hình thành cũng có kích thước thô hơn so với các bậc trước. Có thể giải thích điều này là do bậc 4 dày hơn cho nên tốc độ nguội giảm, mặt khác sau khi kim loại lỏng điền đầy 3 bậc trên thì khuôn đã được nung nóng lên rất nhiều do đó tốc độ thải nhiệt ở bậc 4 rất chậm. Điều này tạo nên 1 tốc độ nguội đủ chậm để pha Si_I có thể hình thành.

Để thấy rõ hơn ảnh hưởng của tốc độ nguội đến sự hình thành tổ chức tế vi của hợp kim ADC12, sử dụng phần mềm ImageJ xác định tỷ phần các pha tại các bậc - hình 11. Kết quả cho thấy, tỷ phần pha $\alpha\text{-Al}$ (pha màu đen trong hình 11) lớn nhất đạt được tại bậc 1 là 73,2%, các kết quả tương ứng tại bậc 2, 3 và 4 lần lượt là 66,7%, 65,4% và 65%. Có thể khẳng định, đã có sự lớn lên cạnh tranh giữa pha $\alpha\text{-Al}$ và cùng tinh. Tại bậc 1, tốc độ nguội lớn nên pha $\alpha\text{-Al}$ được hình

thành nhiều hơn. Tại các bậc còn lại, tốc độ nguội vẫn đủ lớn để pha α -Al được hình thành đầu tiên nhưng do đã nằm sát vùng đông đặc cùng tinh nên tỷ phần pha nhỏ hơn so với bậc 1. Có thể thấy rằng, tốc độ nguội tới hạn để nhánh cây α -Al có thể hình thành là khoảng 10 K.s^{-1} (hình 12). Nếu tốc độ nguội thấp hơn thì cùng tinh sẽ hình thành.

Hình 10. Tổ chức tế vi tại bậc 4 ($\times 100$)

Hình 11. Phân tích tỷ phần pha α -Al tại các bậc khác nhau

a) bậc 1, b) bậc 2, c) bậc 3, d) bậc 4

Hình 12. Ngay ở nồng độ cùng tinh (C_e) khi mà tốc độ nguội đủ cao thì pha α -Al vẫn hình thành. Tốc độ nguội càng lớn, tỷ phần pha α -Al càng lớn [9]

4. Kết luận

1. Tốc độ nguội càng cao, tổ chức thu được càng nhỏ mịn và hình thái tổ chức hạt α -Al càng tiếp cận dạng nhánh cây đều trực, trong khi đó hình thái và kích thước của cùng tinh không khác nhau quá nhiều tại các bậc. Để thay đổi tổ chức cùng tinh, cần kết hợp với các phương pháp khác như: sử dụng chất biến tính, rung cơ học, rung siêu âm...

2. Có một sự lớn lên cạnh tranh giữa cùng tinh và nhánh cây. Tốc độ nguội càng lớn, tỷ phần nhánh cây α -Al càng nhiều; tốc độ nguội tới hạn để nhánh cây α -Al có thể hình thành là khoảng 10 K.s^{-1} [7].

3. Khi nhánh cây α -Al hình thành, kim loại lỏng chuyển sang nồng độ sau cùng tinh, kết quả là các hạt Si_I nhỏ mịn và đều trực xuất hiện tại các bậc, đường kính hạt trung bình tăng dần từ bậc 1 đến bậc 4. Điều này dẫn đến một tổ chức dị thể bao gồm cả α -Al, Si_I và cùng tinh, hứa hẹn đạt được cơ tính tổng hợp tốt (kết hợp giữa độ bền, độ chịu mòn và độ dai va đập) [9].

4. Khi áp dụng phương pháp rót qua máng nghiêng làm nguội với góc nghiêng 45° , chiều dài làm nguội 300 mm thì tổ chức đều trực vẫn có thể thu được ngay cả khi chiều dày vật đúc lên đến 30 mm do rất nhiều mầm kết tinh dị thể đã hình thành trên máng nghiêng làm nguội (tỷ phần pha rắn khá cao ở cuối máng nghiêng làm nguội).

Lời cảm ơn

Bài báo này được tài trợ bởi Đề tài nghiên cứu khoa học thường xuyên năm 2020 – 2021 của Đại học Kỹ thuật Lê Quý Đôn, mã số đề tài: 20.1.017 (3859/QĐ-HV).

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

- [1] C. Tian, J. Law, J. Van Der Touw, M. Murray, J.-Y. Yao, D. Graham, and D. St. John, "Effect of melt cleanliness on the formation of porosity defects in automotive aluminium high pressure die castings," *Journal of Materials Process Technology*, vol. 122, pp. 82–93, 2002.
- [2] H. D. Zhao, F. Wang, Y. Y. Li, and W. Xia, "Experimental and numerical analysis of gas entrapment defects in plate ADC12 die castings," *Journal of Materials Process Technology*, vol. 209, pp. 4537–4542, 2009.
- [3] N. H. Hai, N. N. Tien, N. T. Tai, D. M. Duc, and P. Quang, *Rheocasting*. Bach Khoa Publishing House, 2017.
- [4] T. Haga and P. Kapranos, "Simple Rheocasting processes," *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier, vol. 130–131, pp. 594–598, 2002.
- [5] W. Shaozhu, J. Zesheng, S. Sumio, and H. Maoliang, "Segregation behavior of ADC12 alloy differential support formed by near-liquidus squeeze casting," *Materials and Design*, vol. 65, pp. 591–599, 2015.
- [6] Y. Birol, "Semisolid processing of near-eutectic and hypereutectic Al-Si-Cu alloys," *Journal of materials Science*, vol. 43, pp. 3577–3581, 2008.
- [7] L. M. Duc, N. H. Hai, and M. T. Manh, "The hetero-structure formation of eutectic Al-Si alloy," *Proceedings of National Conference on Mechanical and Transportation Engineering*, vol. 2, pp. 149–154, 2017.
- [8] American society for metals, *Metals handbook ninth edition Volume 2 Properties and selection: nonferrous alloys and pure metals*, Ohio, USA, p. 170, 1990.
- [9] H. H. Nguyen, Q. T. Nguyen, and M. D. Le, "Formation of heterostructure with appearance of α -Al phase in Hyper- and Eutectic Al-Si Alloys by Solidification at high rate," *Materials science forum*, vol. 985, pp. 193–201, 2020.