

Utjecaj udaljenosti od gnječene površine na svojstva termomehanički očvrstnute legure aluminija ASTM 2011

Influence of distance of deformed surface on properties of heat and mechanichal hardened aluminum alloy ASTM 2011

Zoran Kurelić

Sveučilište u Splitu - Sveučilišni odjel za stručne studije, Split, Republika Hrvatska

zoran.kurelic@st.t-com.hr

Igor Gabrić

Sveučilište u Splitu - Sveučilišni odjel za stručne studije, Split, Republika Hrvatska

igor.gaberic@oss.unsist.hr

Ivan Vrljićak

Sveučilište u Splitu - Sveučilišni odjel za stručne studije, Split, Republika Hrvatska

ivan.vrljicak@oss.unist.hr

Sažetak: Precipitacijski očvrstivim legurama aluminija dodatno povećanje otpornosti materijala, uz odgovarajuću toplinsku obradu, postiže se hladnim gnječenjem. Plastična deformacija se vrši kao međufaza toplinske obrade i to nakon rastvornog žarenja i gašenja, a prije umjetnog dozrijevanja. Gnječenje je obavljeno između tlačnih ploča hidrauličke prese. Cilj istraživanja je odrediti utjecaj udaljenosti od gnječene površine uzorka na postignuta svojstva (tvrdoću) nakon završene obrade. Odabrani su cilindrični uzorci, koji su nakon obrade izrezani uzduž simetrale, te je određen profil tvrdoća između dvije gnječene površine. Korišten je centralni kompozitni plan pokusa, a rezultati ispitivanje su statistički obrađeni primjenom programa Design-expert. Promjenjive varijable pokusa su temperatura dozrijevanja, vrijeme držanja uzorka na temperaturi dozrijevanja i udaljenost od gnječene površine. Odzivna veličina pokusa je tvrdoća nakon provedene termomehaničke obrade.

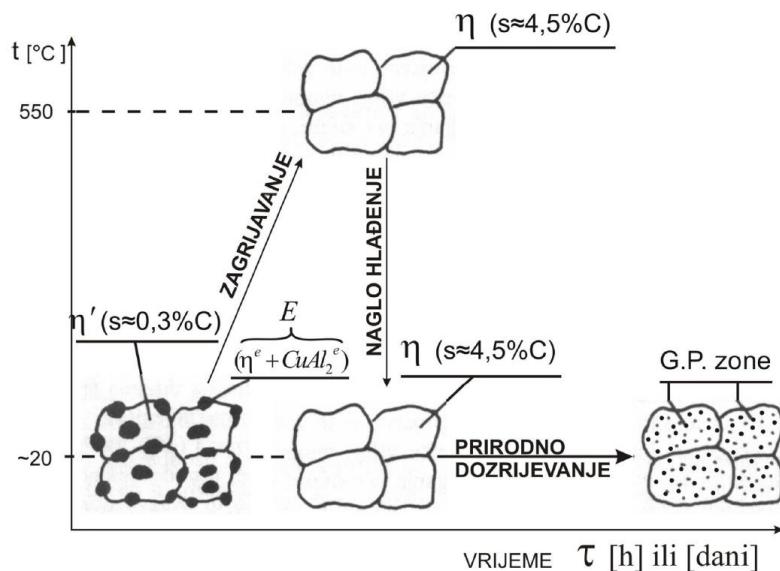
Ključne riječi: Alumijeve slitine, percipitacijsko očvršćivanje, tvrdoća, deformacija

Abstract Alluminium alloys hardenable by precipitation further increase of strength beside heat treatment is achieved by cold deformation. Plastic deformation is done in between phase of heat treatment after annealing and quenching but before artificial aging. Deformation is done between pressure plates of hydraulic press. Aim of this experiment is to determine influence of distance from deformed surface of specimen on properties of material (hardness) after treatment. Cylindrical specimen is chosen, after treatment specimen is cut lengthwise. Profile of hardness is determined between two deformed surfaces. Central composite plan of experiment is used, results are statistically processed by Desin-Expert software. Alternates variables of experiment are temperature of aging, duration of aging and distance from deformed surface. Response value of the experiment is hardness after completion of aging process.

Key words: Aluminium alloys, pecipitation hardening, hardness, deformation

1. Uvod

Očvrstivost koja se postiže toplinskom obradom ne počiva na principu modifikacije rešetke već na promjeni rastvorivosti legirnih elemenata u rešetki aluminija. Zagrijavanjem legure i rastvaranjem maksimalne količine atoma bakra u rešetci aluminija te sprječavanje difuzije naglim hlađenjem u strukturi se dobivaju prezasićeni mješanci i veoma izvitoperene rešetke, što dovodi do povećanja čvrstoće. Difuzijom nakon hlađenja dio atoma bakra napušta mesta na kojima su gašenjem zadržana. Guinier-Prestonove zone, slika 1, nastaju zbog mikronehomogenosti unutar mješanaca, iako se sami mješanci mogu smatrati homogenima. Na područjima reda veličine stotinjak atoma znatne su razlike u koncentracijama. Difuzijom se stvaraju slojevi (pločice) bogati atomima bakra. Ovakve pločice veličine nekoliko mikrona gusto su raspršene u mješancima te remete pravilnost kliznih ravnina povećavajući čvrstoću legure (prirodno dozrijevanje). S obzirom da se difuzija dešava na nižim temperaturama odvija se sporo i nepotpuna je, pa nastaju samo Guinier-Prestonove zone. Nakon dozrijevanja (naknadna difuzija) od desetak dana legura dostiže konačna svojstva koja se više ne mijenjaju. Ako se dozrijevanje vrši na višim temperaturama 100 – 200 °C (umjetno dozrijevanje) dolazi do potpunije difuzije tj. uspostavlja se ravnoteža. Dozrijevanjem u kraćem vremenskom periodu (do 100 sati) dobije se Θ'' faze (eutektički kristali intermetalnog spoja $CuAl_2$) kada je čvrstoća najviša [1].



Slika 1 Promjene faza pri toplinskoj obradi duraluminija

2. Plan pokusa

Polazna ideja da se hladnom deformacijom, ukoliko se ista obavi nakon gašenja, a prije dozrijevanja, povećava tvrdoča. Kako bi se ujednačili polazni parametri sve epruvete su rastvorno žarene.

Odabrani materijal je AlCuBiPb, odnosno ASTM 2011, kemijskog sastava prema tablici 1 [2]

Tablica 1 Kemijski sastav legure EN AlCuBiPb (ASTM 2011)

| Al | Bi | Cu | Fe | Pb |
|--------------------|---------------|--------|--------|------------|
| 91,2 – 94,6% | 0,2 – 0,6% | 5 – 6% | ≤ 0,7% | 0,2 – 0,6% |
| Ostali pojedinačno | Ostali ukupno | Si | Zn | |
| ≤ 0,05% | ≤ 0,15% | ≤ 0,4% | ≤ 0,3% | |

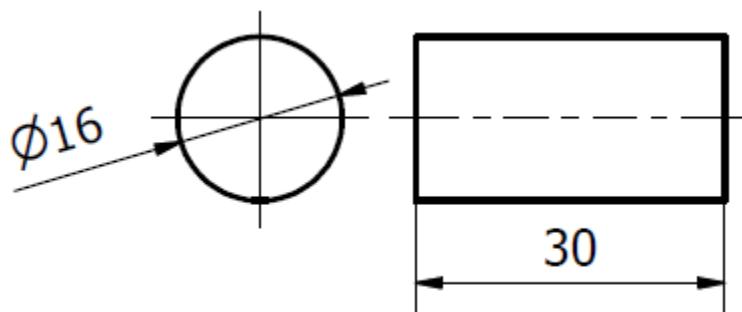
Nepromjenjivi parametri korišteni za obradu rastvornog žarenja su:

- Temperatura rastvornog žarenja: 525 ° C [3]
- Trajanje rastvornog žarenja: 75 min [4]
- Maksimalno vrijeme izvan peći nakon rastvornog žarenja, a prije gašenja 15 s [4]
- Gašenje u vodi sobne temperature
- Temperatura dozrijevanja 165 ° C [3]

Faktori koji su varirani u pokusu su:

- Udaljenosti od površine 0 – 10 mm
- Stupanj ugnječenja 0 – 30%
- Vrijeme trajanja dozrijevanja 0 – 1200 min

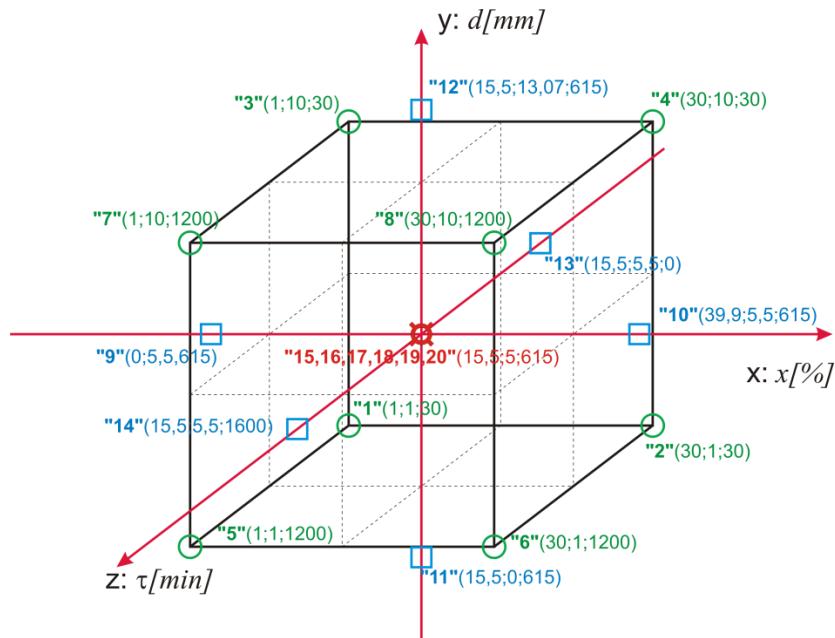
Dimenzije epruveta prema slici 2.



Slika 2 Dimenzije epruveta

3. Centralno kompozitni plan pokusa

U svrhu planiranja odabran je Centralni kompozitni plan pokusa [5] (central composite design, CCD). Svaki faktor je mijenjan na pet razina. Svrha ovakvog pristupa planiranju pokusa je pronaalaenje matematičkog modela koji opisuje proces uz minimalan broj potrebnih pokusa. U ovom slučaju mijenjana su tri parametra (vrijeme dozrijevanja, udaljenost od površine i stupanj deformacije). Svaki parametar mijenjan je na 5 nivoa ($+α; -α; +1; -1; 0$). Na slici 3 prikazana je shema eksperimentalnih točaka pokusa. Simbol \diamond označava centralnu točku gdje razina svakog faktora ima srednju vrijednost, a koja se ponavlja 6 puta. Ovim ponavljanjem se postiže smanjenje varijance i dobra procjena čiste greške. Simbol \square označava 6 aksijalnih točaka udaljenih $α$ od središta, a simbol \circ označava 8 vršnih točaka plana pokusa.



Oznaka:npr.“5“(1,1,1200) - epruveta br.5 (deformacija 1%, udaljenost od površine 1mm, dozrijevanje 1200 min)

Slika 3 Centralno kompozitni plan pokusa

Prvi korak kod statističke analize je bilo određivanje vrste transformacije odzivne veličine. Obzirom na dobivene rezultate nije bilo potrebe za transformacijom. U sljedećem koraku program upućuje na funkciju koja najbolje opisuje pojavu – u ovom slučaju polinom 2. reda. Rezultati analize varijance prikazani su u tablici 2. Odzivna veličina dobivena pokusom je tvrdoća. Rezultati mjerena tvrdoća su statistički obrađeni pomoću Design Expert [6] programa te je pomoću navedenog programa određen i matematički model [7].

Tablica 2 Analiza varijance

| ANALIZA VARIJANCE | | | | | | |
|----------------------|--------------------------|------------------------|----------------------------|--------------|---------------------|-------------------|
| izvor varijacije | suma kvadrata odstupanja | broj stupnjeva slobode | srednji kvadrat odstupanja | F vrijednost | P vrijednost prob>F | značajnost |
| MODEL | 2551,0543 | 9 | 283,4505 | 14,0483 | 0.0001 | značajan |
| A | 15,7681 | 1 | 15,7681 | 0,7815 | 0.3974 | |
| B | 9,1327 | 1 | 9,1327 | 0,4526 | 0.5163 | |
| C | 1259,7800 | 1 | 1259,7800 | 62,4369 | < 0.0001 | |
| A ² | 76,3463 | 1 | 76,3463 | 3,7839 | 0.0804 | |
| B ² | 25,0794 | 1 | 25,0794 | 1,2430 | 0.2910 | |
| C ² | 484,6594 | 1 | 484,6594 | 24,0205 | 0.0006 | |
| AB | 0,1067 | 1 | 0,1067 | 0,0053 | 0.9435 | |
| AC | 910,2222 | 1 | 910,2222 | 45,1122 | < 0.0001 | |
| BC | 6,8718 | 1 | 6,8718 | 0,3406 | 0.5724 | |
| Ostatak | 201,7687 | 10 | 20,1769 | | | |
| Odstupanje od modela | 136,0082 | 5 | 27,2016 | 2,0682 | 0.2221 | neznačajan |
| Čista greška | 65,7604 | 5 | 13,1521 | | | |
| | 2752,8229 | 19 | | | | |

F vrijednost modela od 14,05 ukazuje na značajnost modela, jer vjerojatnost da se pojavi tako velika vrijednost odstupanja od modela uslijed šuma manja je od 0,1 %. Vrijednost "Prob > F" manja od 0,05 % za pojedine članove predloženog matematičkog modela govori u prilog značajnosti njihovog utjecaja. U ovom modelu je značajna vrijednost faktor C, C² i AC (temperatura, kvadrat temperature i umnožak stupnja ugnječenja i temperature). F vrijednost veličine odstupanja od modela od 14,05 znači da ova veličina nije značajna u odnosu na čistu grešku. Postoji vjerojatnost od 22,22 % tako velike F vrijednosti. Odstupanje od modela nastaje zbog šuma. S obzirom da odstupanje od modela nije značajno, model je prihvaćen i dalje analiziran. Matematički model s stvarnim faktorima dan je izrazom:

$$\begin{aligned} HB = & +94,41872 + 1,27153 \cdot \varepsilon + 0,90572 \cdot h + 0,062075 \cdot \tau - 0,013732 \cdot \varepsilon^2 - 0,086615 \cdot h^2 \\ & - 2,13104 \cdot 10^{-5} \cdot \tau^2 + 1,98708 \cdot 10^{-3} \cdot \varepsilon \cdot h - 1,25749 \cdot 10^{-3} \cdot \varepsilon \cdot \tau + 3,95266 \cdot 10^{-4} \cdot h \cdot \tau \end{aligned}$$

gdje je:

- HB – tvrdoća u Brinellima
- ε – stupanj ugnječenja
- h – udaljenost od površine, mm
- τ – vrijeme progrijavanja, sat h

Pomoću Design-expert programa generirano je 20 stanja pokusa prikazanih u tablici 3 i na slici 3.

Tablica 3 Stanja pokusa i odzivne veličine (izmjerena i očekivana tvrdoća)

| Uzorak | Test broj | Stupanj ugnječenja % | Udaljenost od površine mm | Trajanje dozrijevanja na temperaturi 165°C min | Izmjerena tvrdoća HB 2,5/62,5/15 | Očekivana tvrdoća HV |
|--------|-----------|----------------------|---------------------------|--|----------------------------------|----------------------|
| 19 | 1 | 15,5 | 5,5 | 615 | 128,67 | 132,83 |
| 20 | 2 | 15,5 | 5,5 | 615 | 127,67 | 132,83 |
| 4 | 3 | 30 | 10 | 30 | 124,00 | 122,03 |
| 14 | 4 | 15,5 | 5,5 | 1600 | 130,25 | 130,42 |
| 9 | 5 | 0 | 5,5 | 615 | 134,67 | 128,23 |
| 3 | 6 | 1 | 10 | 30 | 94,00 | 98,02 |
| 12 | 7 | 15,5 | 13,07 | 615 | 130,00 | 129,58 |
| 5 | 8 | 1 | 2 | 1200 | 137,00 | 140,39 |
| 11 | 9 | 15,5 | 0 | 615 | 130,75 | 128,96 |
| 2 | 10 | 30 | 2 | 30 | 119,75 | 122,53 |
| 13 | 11 | 15,5 | 5,5 | 0 | 118,67 | 113,36 |
| 15 | 12 | 15,5 | 5,5 | 615 | 135,67 | 132,83 |
| 1 | 13 | 1 | 2 | 30 | 98,17 | 98,97 |
| 8 | 14 | 30 | 10 | 1200 | 123,50 | 124,47 |
| 6 | 15 | 30 | 2 | 1200 | 124,38 | 121,27 |
| 16 | 16 | 15,5 | 5,5 | 615 | 131,25 | 132,83 |
| 17 | 17 | 15,5 | 5,5 | 615 | 136,25 | 132,83 |
| 7 | 18 | 1 | 10 | 1200 | 144,63 | 143,13 |
| 10 | 19 | 39,89 | 5,5 | 615 | 126,00 | 126,69 |
| 18 | 20 | 15,5 | 5,5 | 615 | 129,75 | 132,83 |

4. Provedba pokusa

Uzorci su rastvorno žareni i dozrijevani u laboratorijskoj peći, slika 4, prema podacima za leguru ASTM 2011.



Slika 4 Progamabilna laboratorijska peć DEMITERM EASY 9

Deformacija odnosno gnječenje epruveta između ploča hidraulične prese, slika 5, je izvršeno prema podacima za stupanj ugnječenja epruveta iz tablice 3.



Slika 5 Plastična deformacija uzorka između ploča hidraulične prese

Prije mjerena tvrdoće izvršena je obrada epruvete rezanjem u ravnini okomito na čelo epruvete (slika 6). Na slici 7 (lijevo) prikazane su epruvete pripremljene za mjerjenje odzivne veličine – tvrdoće po Brinellu.



Slika 6 Priprema epruveta za mjerjenje tvrdoće

Mjerenje tvrdoće se vršilo u tri točke, a srednja vrijednost tvrdoće je izračunata kao aritmetička sredina očitanih tvrdoća, tablica 4. Kako bi se izbjegao utjecaj ruba na mjerenje, minimalna udaljenost od ravnih površina cilindričnih uzoraka je bila 2 mm. Na slici 7 (desno) prikazano je mjerjenje tvrdoće pomoću univerzalnog tvrdomjera.

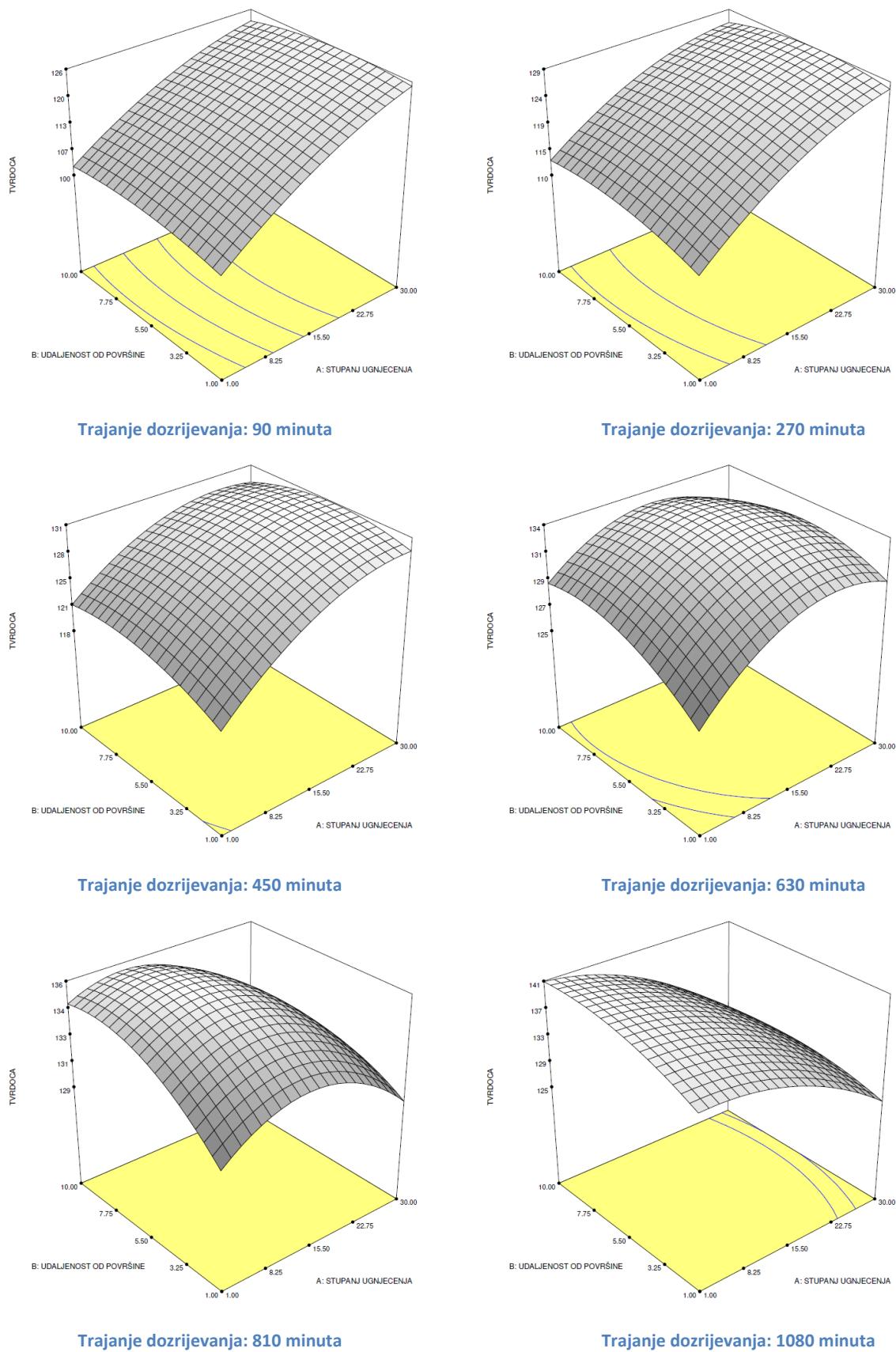


Slika 7 Epruvete pripremljene za mjerjenje tvrdoće HB 2,5/62,5/15 (lijevo) i mjerjenje tvrdoće epruveta pomoću univerzalnog tvrdomjera (desno)

Tablica 4 Izmjerene i srednje vrijednosti tvrdoće

| Uzorak broj | Tvrdoća HB 2,5/62,5/15 mjerjenje 1 | Tvrdoća HB 2,5/62,5/15 mjerjenje 2 | Tvrdoća HB 2,5/62,5/15 mjerjenje 3 | Tvrdoća HB 2,5/62,5/15 srednja vrijednost |
|-------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|---|
| 9 | 134 | 135 | 135 | 135 |
| 1 | 95 | 96 | 98 | 96 |
| 5 | 135 | 137 | 129 | 134 |
| 3 | 93 | 94 | 95 | 94 |
| 7 | 150 | 143,5 | 142 | 145 |
| 11 | 133 | 129 | 133 | 131 |
| 13 | 118 | 118 | 120 | 119 |
| 14 | 128 | 135 | 131 | 130 |
| 15 | 136 | 135 | 136 | 136 |
| 16 | 128 | 136 | 133 | 131 |
| 17 | 135 | 135 | 138 | 136 |
| 18 | 137 | 124 | 123 | 130 |
| 19 | 129 | 129 | 128 | 129 |
| 20 | 128 | 127 | 128 | 128 |
| 12 | 132 | 129 | 129 | 130 |
| 2 | 123 | 123 | 121 | 121 |
| 6 | 123 | 126 | 126 | 126 |
| 4 | 123 | 124 | 125 | 124 |
| 8 | 125 | 122 | 118 | 124 |
| 10 | 127 | 124 | 127 | 126 |

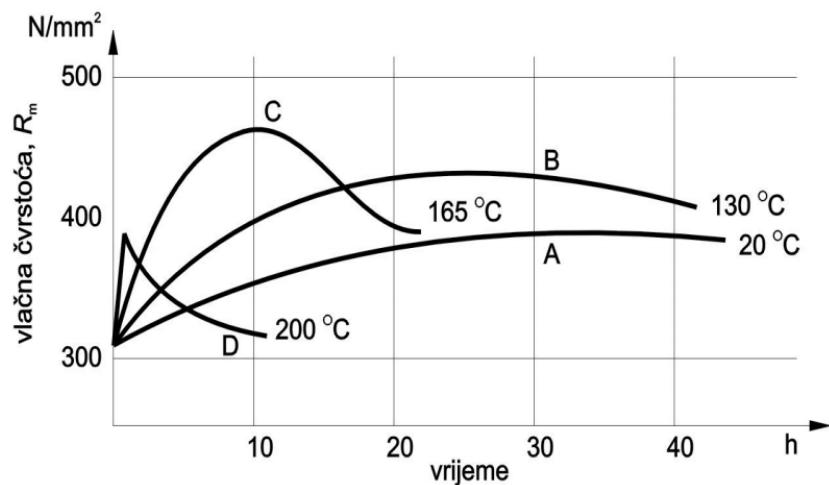
Rezultati dobiveni ovim ispitivanjem obrađeni programom Desing-Expert [6] prikazani su na slici 8.



Slika 8 Rezultati ispitivanja

5. Zaključak

Promjenom vremena trajanja dozrijevanja primjetna je promjena tvrdoće tako da uzorci s najvećim stupnjem ugnječenja ($\varepsilon = 30\%$) nakon kratkog vremena dozrijevanja postižu najveće vrijednosti tvrdoće. Produljivanjem vremena trajanja dozrijevanja uočava se pomicanje područja maksimalnih vrijednosti tvrdoće od područja visokog stupnja ugnječenja na područje srednjih vrijednosti stupnja ugnječenja ($\varepsilon = 15\%$). Za uzorke tretirane srednjim vrijednostima stupnja ugnječenja najveće vrijednosti tvrdoće se postižu ukoliko je tranje dozrijevanja između 540 i 720 minuta. Daljnjim produljenjem trajanja dozrijevanja maksimalnu tvrdoću postižu epruvete s najmanjim stupnjem ugnječenja. Također se može uočiti da se s produljenjem trajanja dozrijevanja područje maksimalne tvrdoće udaljava od površine. U slučaju velikog stupnja ugnječenja i dugog trajanja dozrijevanja dolazi do nastajanja Θ' faze, odnosno pojave krupnih polukohherentnih precipitata, i smanjenja tvrdoće. Budući da je temperatura dozrijevanja za sve uzorke ista, unutarnje napetosti na granicama zrna (unutarnja elastična energija unešena hladnim grijanjem) pospješuju pojavu dozrijevanja. Tretirana legura hladnim deformiranjem očvršćuje. Rezultati ispitivanja u potpunosti svojstvima slijede krivulju C (slika 9). S povećanjem udaljenosti od grijane površine uzorka uočava se blagi porast tvrdoće materijala zbog očito većeg ugnječenja uzrokovanih pojavom bačvanja uzorka. Rezultati dobiveni ispitivanjem su preliminarni. Za pouzdanu primjenu navedenih rezultata potrebno je proširiti opseg ispitivanja. Obzirom da je stupanj ugnječenja u funkciji udaljenosti od čela duž osi uzorka, u daljnjim ispitivanjima trebalo bi odrediti stvarni stupanj ugnječenja na mjernim mjestima.



Slika 9 Ovisnost vlačne čvrstoće o trajanju i temperaturi dozrijevanja za leguru aluminija ASTM2011[8]

Literatura

- [1] Deželić, Romeo: Metali 2, Sveučilište u Splitu, FESB, SPLIT 1987
- [2] Laurens Katgerman and D. Eskin: Hardening, Annealing, and Aging; Handbook of Aluminum, Volume 7, Physical Metallurgy and Processes
- [3] MatWeb – Material Property Data
<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=8c05024423d64aab0148295c5a57067>
- [4] C. R. Brooks: Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys, American Society for Metals, 1982
- [5] J. Stanić: Metod inžinjerskih mjerena, MAŠINSKI FAKULTET Beograd, 1986
- [6] Stat Ease Inc.: DESIGN – EXPERT v.6.0.10. Minneapolis. MN 55413
- [7] Kurelić, Zoran; Gabrić, Igor: Utjecaj hladnog gnječenja na svojstva disperzivno očvrsnute AlCu legure, CIET 2014
- [8] Zavod za materijale, FSB – Sveučilište u Zagrebu
(https://www.fsb.unizg.hr/usb_frontend/files/1396606447-0-ni-al-ti-mg_2012.pdf)