



Serbian Tribology
Society

SERBIATRIB '13

13th International Conference on
Tribology



Faculty of Engineering
in Kragujevac

Kragujevac, Serbia, 15 – 17 May 2013

VEŠTAČKO STARENJE TIKSOLIVENE ZA27 LEGURE I ČESTIČNIH ZA27/SiC KOMPOZITA

I. Bobić¹, M. Babić², A. Vencl³, S. Mitrović², B. Bobić⁴

¹⁾ INN "Vinca", Univerzitet u Beogradu, Beograd, Srbija, ilijab@vinca.rs

²⁾ Fakultet inženjerskih nauka, Univerzitet u Kragujevcu, Kragujevac, Srbija, babic@kg.ac.rs, boban@kg.ac.rs

³⁾ Mašinski fakultet, Univerzitet u Beogradu, Beograd, Srbija, avencl@mas.bg.ac.rs

⁴⁾ Institut "Goša", Beograd, Srbija, biljanabobic@gmail.com

Abstrakt: ZA27 legura sa nedendritnom strukturom dobijena je tiksokasting postupkom. Čestični kompoziti sa osnovom od navedene legure dobijeni su kompokasting postupkom, odnosno infiltracijom 5 vol.% i 10 vol.% SiC čestica u poluočvrsli rastop legure. Uzorci tiksolvene ZA27 legure i kompozita bili su podvrgnuti procesu starenja na 80, 120 i 160°C (T5 režim). Strukturalna ispitivanja matrične legure i kompozita i merenja promena tvrdoće tokom procesa starenja izvršena su u zavisnosti od temperature. Pokazano je da prisustvo čestica ojačivača utiče na ubrzanje procesa starenja, odnosno kompoziti dostižu maksimalne vrednosti tvrdoće za kraće vreme nego matrična legura. Sa povećanjem temperature starenja opadaju tvrdoće svih ispitivanih materijala.

Ključne reči: ZA27 legura, čestični kompoziti, kompokasting, veštačko starenje

1. UVOD

Zbog dobre kombinacije fizičkih, mehaničkih i tehnoloških karakteristika ZA27 legura ima veliki komercijalni značaj. Koristi se izradu niza odlivaka različitih dimenzija. Takođe, poznata je kao legura za izradu kliznih ležajeva [1, 2]. Svojstva legure mogu se modifikovati termičkom obradom. Standardom [3] definisana je samo jedna varijanta termičke obrade ZA27 legure. Proučavanje uticaja raznih režima termičke obrade na svojstva ZA27 legure bilo je predmet rada više istraživača [4–6]. Budući da u livenom stanju legura sadrži presičene, metastabilne faze, osnovni cilj istraživanja bio je da se poboljša homogenost legure i postigne dobra kombinacija mehaničkih svojstava. Kod ZA27 legure koja sadrži Cu [2], cilj je bio da se poboljša dimenzionalna stabilnost proizvoda.

Zbog širokog temperaturnog intervala očvršćavanja (oko 100 °C [1]), ZA27 legura je pogodna za preradu u poluočvrsłom stanju, različitim postupcima. U zavisnosti od primenjenih procesnih parametara, moguće je dobiti leguru čiju strukturu karakteriše nedendritna morfologija [7].

Pokazano je da čestični kompoziti ZA27/SiC poseduju bolje fizičke i mehaničke karakteristike u odnosu na matričnu leguru [8, 9], kao i veću otpornost prema habanju. Posebno je proučavan uticaj procesa starenja na svojstva navedenih kompozita [10–12].

Procesi starenja imaju za cilj da omoguće stabilizaciju strukture i da poboljšaju dimenzionalnu stabilnost proizvoda pre njihove eventualne upotrebe na povišenim temperaturama. Ovo je posebno značajno kada se ima u vidu nepovoljan uticaj bakra na stabilnost dimenzija proizvoda od ZA27 legure na povišenim temperaturama [1].

Kompokasting postupak primenjen je za dobijanje čestičnih kompozita ZA27/SiC, koji su predmet ovog rada, s obzirom da je relativno jednostavan i perspektivan za dobijanje jeftinijih kompozitnih materijala.

Cilj ovog rada je da se ispita uticaj veštačkog starenja (u oblasti temperatura od 80 do 160°C) na mikrostrukturu i tvrdoću tiksolvene ZA27 legure i ZA27/SiC kompozita, koji su dobijeni kompokasting postupkom. Rezultati ispitivanja predstavljaju doprinos boljem razumevanju procesa

starenja navedenih materijala, što je od značaja za njihovu praktičnu primenu.

2. EKSPERIMENTALNI RAD

2.1 Tikso /kompokasting postupci

Tiksokasting i kompokasting izvršeni su pomoću aparature koja je ranije opisana [13].

Za potrebe eksperimentalnog rada korišćena je legura čiji hemijski sastava odgovara standardu [3]. Tiksokasting postupak sastojao se iz dve faze. U prvoj fazi dobijeni su odlivci ZA27 legure, koji su u drugoj fazi podvrgnuti toplov presovanju. Tokom prve faze vršeno je mehaničko mešanje poluočvrslog rastopa ZA27 legure na temperaturi od 460°C. Na početku je primenjena brzina mešanja od 500 o/min, u trajanju od 2,5 min, u cilju homogenizacije poluočvrslog rastopa legure. Zatim je u toku 10 min vršeno intenzivno mešanje rastopa (pri brzini mešanja od 1200 o/min), bez promene temperature. Po završetku mešanja, poluočvrsli rastop legure je izliven u čeličnu kokilu, predgrevanu na 350°C. Dobijeni su odlivci dimenzija 30x20x120 mm, od kojih su mehanički izrađeni manji uzorci (30x20x5 mm), koji su podvrgnuti toplov presovanju. Toplo presovanje je izvršeno pomoću specijalnog alata od toplootpornog čelika, na 350°C, primenom pritiska od 250 MPa. Posle toplog presovanja dobijeni su uzorci dimenzija 30x20x6 mm.

Kompokasting postupak je, takođe, izведен u dve faze; u prvoj fazi izvršeno je dobijanje odlivaka ZA27/SiC kompozita, koji su u drugoj fazi podvrgnuti toplov presovanju. U okviru prve faze izvršena je priprema poluočvrslog rastopa matrične legure, unošenje SiC čestica (prosečne veličina prečnika 24 µm) u poluočvrsli rastop i mešanje poluočvrsle kompozitne smeše. Pri dobijanju kompozita sa 5 vol.% SiC čestica (u daljem tekstu kompozit K1) vreme unošenja SiC čestica bilo je 3,5 min, pri brzini mešanja 500 o/min. Pri dobijanju kompozita sa 10 vol.% SiC čestica (u daljem tekstu kompozit K2) primenjena je ista brzina mešanja, ali je unošenje SiC čestica u poluočvrsli rastop matrične legure trajalo 7 minuta. Da bi se smanjio ukupni viskozitet poluočvrslog rastopa, povećana je radna temperatura tokom unošenja SiC čestica; od 465 do 470°C, u slučaju kompozita K1 i od 465 do 475°C u slučaju kompozita K2. Po završenom unošenju ojačavajućih čestica izvršeno je kratko, homogenizaciono mešanje (2,5 min, pri brzini od 500 o/min), a zatim intenzivno mešanje (1000 o/min) u narednih 10 min. Posle toga izvršeno je izlivanje kompozitnih masa u čeličnu kokilu, predgrevanu na 350°C.

U drugoj fazi izvršeno je toplo presovanje, pri istim parametrima koji su primjenjeni kod tiksolvane ZA27 legure. Dobijeni su uzorci istih dimenzija, kao uzorci tiksolvane ZA27 legure.

2.2. Strukturalna ispitivanja i merenje tvrdoće

Ispitivanje strukture vršeno je optičkom mikroskopijom (pomoću optičkog mikroskopa Carl Zeiss) i skening elektronskom mikroskopijom (pomoću skening elektronskog mikroskopa JEOL JSM – 5800).

Ispitivanja su vršena na uzorcima dimenzija 15x15x6 mm, koji su mašinski izrađeni iz otpresaka tiksolvane matrične legure i kompozita. Uzorci su brušeni pomoću brusnih papira (80, 360 i 600 grida), dok je poliranje obavljenu primenom tkanine za poliranje i paste (sa Al₂O₃ česticama). Ispitivanja pomoću SEM radena su na poliranim uzorcima, dok su ispitivanja primenom OM vršena na poliranim i nagriženim uzorcima. Za nagrizanje je korišćen vodeni rastvor HNO₃ (9 v/v).

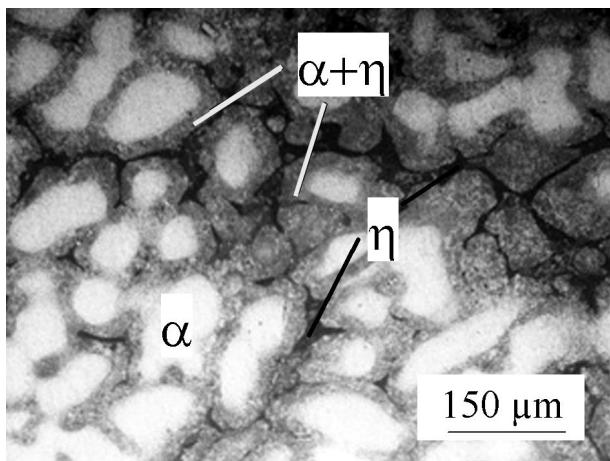
Merenje tvrdoće izvršeno je pre nego što su uzorci matrične legure i kompozita bili podvrgnuti procesu starenja, a zatim tokom procesa starenja, na uzorcima dimenzija 15x15x6 mm. Nezavisno od temperature starenja, najveći broj merenja tvrdoće obavljen je tokom prvog sata starenja. Merenje je zatim vršeno u određenim vremenskim intervalima. Za merenje je korišćen uredaj za merenje tvrdoće Karl Frank GMBH. Rezultati merenja izraženi su u Brinelovim jedinicama (HB). Na svakom uzorku vršeno je po pet merenja, za svaki vremenski interval tokom procesa starenja.

3 REZULTATI I DISKUSIJA

3.1 Strukturalna ispitivanja

Na slici 1a prikazan je izgled mikrostrukture tiksolvane ZA27 legure. Mikrostruktura se sastoji od kompleksnih eliptičnih i globularnih polifaznih zrna. Zrna se sastoje od jezgra (svetle zone) koje čini α faza i periferije (smeša $\alpha+\eta$ faza, sive zone). Heksagonalna η faza, praktično cink, nalazi se između eliptičnih zrna (tamne zone).

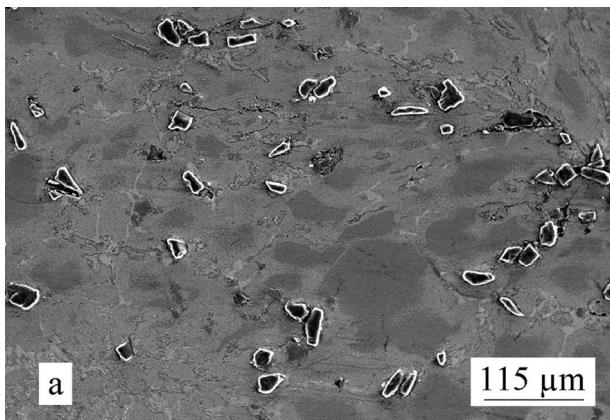
Mikrostruktura prikazana na slici 1 posledica je uticaja mešanja poluočvrslog rastopa legure (tokom prve faze tiksokasting postupka) i očvršćavanja poluočvrslog rastopa ZA27 legure po završetku mešanja. Pod uticajem sila smicanja (proizvedenih mešanjem), kao i usled interakcija primarnih čestica međusobno i interakcija mešać–primarne čestice, zid lonca–primarne čestice, došlo je do usitnjavanja i transformacije primarnih čestica prema Flemingsovoj šemi [7].



Slika 1. Mikrostruktura tiksolvene ZA27 legure (OM, nagriženo)

Rezultat toga je da su u strukturi tiksolvene ZA27 legure prisutne primarne čestice eliptičnog i kružnog oblika, što znači da je došlo promene morfologije. Međutim, osnovni elementi mikrostrukture, u pogledu faza koje nastaju tokom očvršćavanja, kvalitativno su isti kao elementi u mikrostrukturi livene ZA27 legure [1].

Na slici 2 prikazan je izgled mikrostrukture kompozita K1 i kompozita K2.



Slika 2. Mikrostrukture čestičnih kompozita ZA27/SiC (SEM, polirano).

a) K1 (ZA27+5 vol.%SiC), b) K2 (ZA27+10 vol.%SiC).

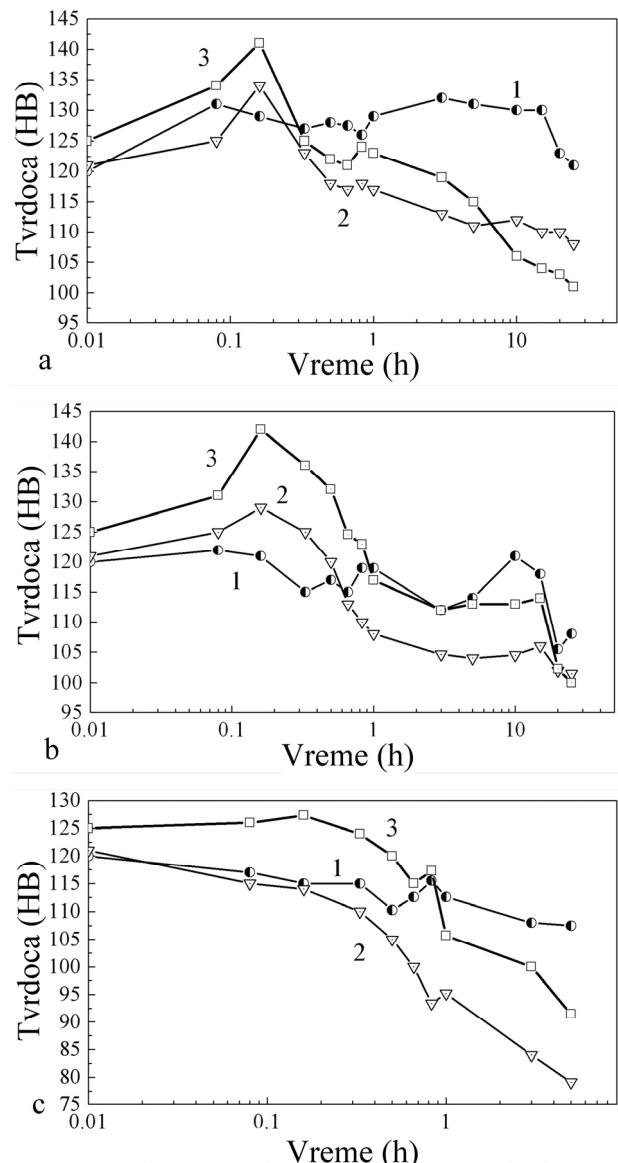
Na slici 2a prikazana je mikrostruktura kompozita K1. Postignut je relativno dobar raspored SiC čestica u metalnoj osnovi. Između čestica ojačivača vidi se struktura osnove kompozita (tiksolvena ZA27 legura), koja je ranije opisana.

Na slici 2b prikazana je struktura kompozita K2. Može se zapaziti prisustvo nakupina SiC čestica, što znači da se njihova pojava nije mogla izbeći pri dobijanju kompozita sa navedenim parametrima kompokasting postupka. Pored nakupina SiC čestica, na slici se mogu videti i SiC čestice koje nisu u međusobnom kontaktu. Čestice su smeštene u oblasti η faze i nalaze se u oblasti smeše faza $\alpha+\eta$. Položaj SiC čestica je značajan zbog njihovog

uticaja na osnovu kompozita, a time i na proces starenja. Mesto čestica u strukturi kompozita zavisi od procesnih parametara u prvoj fazi kompokasting postupka, kao i od načina očvršćavanja kompozitne mase posle završenog mešanja.

3.2 Tvrdoća

Promene tvrdoće sa vremenom starenja prikazane su pomoću dijagrama na slici 3 (a–c), za sve ispitivane materijale i temperature starenja: 80, 120 i 160°C. Starenje na 80 i 120°C vršeno je tokom 25 časova, dok je na 160°C starenje trajalo 5 časova.



Slika 3. Promene tvrdoća tiksolvene ZA27 legure i kompozita K1 i K2 tokom starenja. Temperatura starenja: a) 80°C, b) 120°C, c) 160°C. Krive: 1 - tiksolvena ZA27 legura, 2 - K1, 3 - K2.

Na slici 3a prikazana je vremenska zavisnost tvrdoće na temperaturi starenja od 80°C, za tiksolvenu ZA27 leguru i kompozite K1 i K2. Početna tvrdoća tiksolvene ZA27 legure (120 HB)

blago raste tokom prvih 10 min starenja. Tvrdoća zatim neprekidno opada sledećih 50 min, a posle 60 minuta starenja počinje da raste. Tiksolivena ZA27 legura postigla je maksimalnu vrednost tvrdoće posle 5 časova starenja. Od tada, pa do kraja starenja, tvrdoća neprekidno opada, tako da je najniža vrednost tvrdoće za tiksolivenu ZA27 leguru izmertena posle 25 časova starenja.

Pri starenju na 80°C tvrdoće oba kompozita (K1 i K2) u početku rastu veoma brzo, tako da su maksimalne vrednosti tvrdoće dostignute već posle 10 min starenja na ovoj temperaturi. Posle toga dolazi do brzog pada vrednosti tvrdoće, pri čemu je oko 30 min primećen zastoj, a zatim vrednosti tvrdoće pokazuju diskontinuitet u pogledu trenda, do isteka 60 min starenja. Posle ovog vremena, tvrdoće kompozita K1 i K2 kontinuirano opadaju do kraja prviđenog vremena starenja.

Na osnovu objavljenih rezultata drugih autora [14], možemo tvrditi da se, u slučaju kompozita, dislokacije na granici čestica/matica ponašaju kao centri kristalizacije čestica koje difunduju tokom starenja. Na taj način, povećao se broj centara kristalizacije taloga [11]), što utiče na ubrzanje procesa starenja. Usled toga, došlo je do bržeg dostizanja maksimalnih vrednost tvrdoće kod kompozita, nego kod tiksolivene osnovne legure.

Sa porastom temperature starenja, menjaju se vrednosti tvrdoće. Na slici 3b prikazana je vremenska zavisnost promene tvrdoće, pri starenju na 120°C, za tiksolivenu ZA27 leguru i kompozite K1 i K2. Tvrdoća legure blago raste tokom prvih 5 min starenja. Sa dijagrama se vidi da se na dalje tvrdoća menja diskontinuirano. Mogu se uočiti dva manja pika, jedan posle 60 min, a drugi posle 10 časova starenja. Posle toga, tvrdoća tiksolivene legure opada i najniža vrednost izmerena je posle 20 časova starenja.

ZA27 legura ima relativno nisku tačku topljenja (380°C, odnosno 653K). Zatezna ispitivanja na povišenim temperaturama [1] pokazala su da se već iznad 80°C čvrstoća pogoršava, a izduženje povećava. Takođe, rezultati ispitivanja pritisnih karakteristika livena i tiksolivene ZA27 legure [15], pokazuju da dolazi do značajnog pada vrednosti granice popuštanja $\sigma_{0,2}$, kada se dostigne temperatura od 80°C.

Pri povećanju temperature starenja od 80 na 120°C, značajno se intenziviraju procesi starenja. Ovo se odrazilo na promene vrednost tvrdoće tokom starenja na 120°C, kako kod matrične legure, tako i kod kompozita K1 i K2. U slučaju kompozita K1, maksimalna vrednost tvrdoće dostignuta je posle 20 min starenja. Tvrdoća zatim relativno brzo opada do isteka prvih 60 min starenja. Tokom sledećih 15 časova vrednost tvrdoće se ne menja značajno. Posle 25 časova starenja izmerena je

najniža tvrdoća kompozita K1. Tok promena tvrdoće kompozita K2 sličan je opisanom toku promena kod kompozita K1, ali postoji razlika u vrednostima tvrdoće. Kompozit K2 dostiže maksimalnu vrednost tvrdoće posle 20 min starenja na 120°C. Tvrdoća zatim opada do kraja trećeg sata starenja, posle čega nema znatnijih promena sve do isteka 15 sati starenja. Posle toga, tvrdoća ponovo opada i dostiže najnižu vrednost posle 25 časova starenja.

Opšte je poznato da je u uslovima starenja na nižim temperaturama brzina nukleacije taloga velika, ali je brzina rasta mala. Obrnuto, na višim temperaturama starenja brzina nukleacije taloga je manja, ali je brzina rasta velika. Prema tome, na nižoj temperaturi starenja broj centara nukleacije je veći, međučestični prostor se smanjuje, što dovodi do povećanja tvrdoće. Na osnovu ovoga, mogla se očekivati manja tvrdoća kod svih materijala koji su starieni na 120°C, u odnosu na njihovu tvrdoću pri starenju na 80°C. Ovo očekivanje ispunjeno je u slučaju tiksolivene ZA27 legure i kompozita K1, što je u saglasnosti sa [11, 14].

Analizom krivih promene tvrdoće tokom starenja kompozita, može se videti da se maksimalne vrednosti tvrdoće, u principu, povećavaju sa sniženjem temperature starenja i povećanjem količine čestica ojačivača. Međutim, u konkretnom slučaju starenja kompozita K2 na 120°C, zapažen je paradoks, koji je primećen ranije [15]. Naime, maksimalna tvrdoća kompozita K2 pri starenju na 120°C nešto je veća od maksimalne tvrdoće istog kompozita pri starenju na 80°C.

Pri starenju na 160°C (slika 3c) tvrdoće svih ispitivanih materijala opadaju u odnosu na tvrdoće postignute tokom starenja na 80 i 120°C. Na početku starenja na 160°C, tvrdoća tiksolivene ZA27 legure opada u odnosu na polaznu vrednost. Posle 1 časa od početka starenja tvrdoća malo raste, a zatim neprekidno opada do kraja starenja. Slična promena tvrdoće konstatovana je pri starenju kompozita K1. Ovo navodi na zaključak da su difuzioni procesi na ovoj temperaturi značajno ubrzani. Kod kompozita K2 dolazi do povećanja tvrdoće u odnosu na polazno stanje, tako da se posle 20 min starenja na 160°C dostiže maksimalna tvrdoća. Posle toga, tvrdoća kompozita K2 neprekidno opada do kraja ispitivanja.

Rezultati koji su dobijeni u ovom radu, ukazuju na mogućnost postizanja maksimalne tvrdoće kompozita posle relativno kratkog vremena starenja.

5. ZAKLJUČCI

Struktura tiksolvilene ZA27 legure grublja je u odnosu na strukturu livene legure, što se odražava na usporavanje procesa starenja tiksolvilene legure.

Prisustvo čestica ojačivača utiče na ubrzavanje procese starenja, na svim primjenjenim temperaturama starenja.

Kompoziti veoma brzo dostižu maksimalne vrednost tvrdoće, što je od velikog značaja za njihovu praktičnu primenu.

ZAHVALNOST

Autori se zahvaljuju Ministarstvu za obrazovanje, nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije koje je finansijski podržalo ovaj rad kroz projekte TR 35021 i OI 172005. Takođe se zahvaljuju Livnici RAR® doo, Batajnica (Beograd, Srbija) i Fabrici abrazivnih proizvoda Ginić Tocila® doo, Barajevo (Beograd, Srbija), koji su obezbedili master leguru i SiC čestice, za ovo istraživanje.

LITERATURA

- [1] E. Gervais, R.J. Barnhurst, C.A. Loong, *An Analysis of Selected Properties of ZA Alloys*, JOM 11 (1985) 43–47.
- [2] V. G. S. Mani, P. Sriram, N. Raman, S. Seshan, *AFS Transactions*, 88-100, pp.525-532, 1988.
- [3] BS EN 12844:1999 *Zinc and zinc alloys. Castings. Specifications*.
- [4] S. Murphy, T. Savaskan, *Metallography of Zinc-25 % Al Based Alloys in the As-Cast and Aged Conditions*, Prakt. Metallogr. 24 (1987) 204–221.
- [5] I. Bobic, B. Djuric, M.T. Jovanovic, S. Zec, *Improvement of Ductility of a Cast Zn-25Al-3Cu Alloy*, Mater. Charact. 29 (1992) 277–283.
- [6] P. Choudhury, K. Das, S. Das, *Evolution of as-cast and heat-treated microstructure of a commercial bearing alloy*, Mater. Sci. Eng., A 398, pp. 332–343, 2005.
- [7] M. Flemings, *Behavior of metal alloys in the semi-solid state*, Metall. Transactions A, 22A, pp. 957-981, 1991.
- [8] I. A. Cornie, R. Guerriero, L. Meregalli, I. Tangerini, *Cast Reinforced Metal Composites*, ASM International USA, pp. 155-165, 1988.
- [9] N. Karni, G. B. Barkay, M. J. Bamberger, *Structure and Properties of metal-matrix composite*, J. Mater. Sci. Lett. 13, pp. 541-544, 1994.
- [10] K. Seah, S. Sharma, P. R. Rao, B. Girish, *Mechanical Properties of As-Cast and Heat Treated ZA27/Silicon Carbide Particulate Composites*, Materials & Design, 16, pp. 277-281, 1995.
- [11] S. C. Sharma, S. Sastry, M. Krishna, *Effect of aging parameters on the micro structure and properties of ZA27/aluminate metal matrix composites*, Journal of Alloys and Compounds 346, pp. 292-301, 2002.
- [12] LI ZI-qani, ZHOU Heng-zhi, LUO Xin-yi, WANG Tao, SHEN Kai, *Aging microstructural characteristics of ZA-27 alloy and SiC_p/ZA-27 composite*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 16, pp. 98-104, 2006.
- [13] Z. Acimovic-Pavlovic, K. T. Raic, I. Bobic and B. Bobic, *Synthesis of ZrO₂ Particles Reinforced ZA25 Alloy Composites by Compocasting Process*, Advanced Composite Materials 20, pp. 375–384, 2011.
- [14] I. Dutta, D.I. Bourell, *A Theoretical and Experimental Study of Aluminium Alloy 6061-SiC Metal Matrix Composite to Identify the Operative Mechanism for Accelerated Aging*, Materials Science and Engineering A11, pp. 267-77, 1989.
- [15] B. Bobic, M. Babic, S. Mitrović, N. Ilic, I. Bobic, M.T. Jovanovic, *Microstructure and mechanical properties of Zn25Al3Cu based composites with large Al₂O₃ particles at room and elevated temperatures*, Int. J. Mat. Res. 101 pp. 1524–1531, 2010.
- [16] T. Savaskan, S. Murphy, *Decomposition of Zn-Al Alloys on quench-aging*, Materials Science and Technology, August 6, pp. 695-703, 1990.