

Óbudai Egyetem
Bánki Donát Gépész és Biztonságtechnikai Mérnöki Kar
Anyagtudományi és Gyártástechnológiai Intézet



TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI DOLGOZAT

NEMESÍTHETŐ ALUMÍNIUMÖTVÖZETEK KIVÁLÁSI FOLYAMATAINAK VIZSGÁLATA

Szerző: **Lendvai László**
gépészmérnöki szak, III. évfolyam

Konzulens: **Mucsi András**
műszaki ügyintéző

Budapest, 2011

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés, célkitűzés	3
2. Nemesíthető alumíniumok, alumíniumötvözetek	4
2.1. Az alumíniumról általában.....	4
2.2. Az AA 6082 –es alumíniumötvözet.....	4
2.3. Az alumíniumötvözetek szegregációs nemesítése	6
2.4. A szegregációs nemesítés közben lejátszódó kiválási és oldódási folyamatok	8
2.5. Átalakulási folyamatok látszólagos aktiválási energiájának becslési módszerei	12
3. Az AA 6082-es ötvözet kiválási folyamatainak kísérleti vizsgálata	14
3.1. A kísérleti anyag és a kísérleti berendezések bemutatása.....	14
3.1.1. Kísérleti anyag	14
3.1.2. Kísérleti berendezés:.....	15
3.2. Kiválási folyamatok vizsgálata természetes öregedés során	16
3.3. Kiválási folyamatok vizsgálata mesterséges öregítés során	24
3.3.1. Az aktiválási energia meghatározása	28
3.4. Kismértékű képlékeny alakváltozás hatása a kiválási folyamatra	29
3.4.1. Az aktiválási energia meghatározása.....	37
4. Összefoglalás	39
5. Irodalomjegyzék	40

1. Bevezetés, célkitűzés

Az alumíniumötvözetek egyik leggyakrabban alkalmazott fajtái a szegregációsan nemesíthető minőségek, melyek kedvező szilárdsági tulajdonságaik miatt többek közt a repülőgépiparban és az űrtechnikai berendezéseknél is óriási szerephez jutnak.

A nemesíthető alumíniumötvözetek öregítése során létrejövő kiválások hatására azok keménysége, folyáshatára és szakítószilárdsága nő, a nyúlása ellenben csökken. A szegregációs folyamatok intenzitása, valamint az egyes szilárdsági tulajdonságok megváltoztatásának korlátai mind a nemesítő hőkezelés (izzítás, edzés és öregítés) közben beállított paraméterek értékeitől függenek.

Öregítés során a hőkezelt anyagban az egyes kiválási/oldódási folyamatok közben hő szabadul fel/nyelődik el, melyet egyes precíz eszközökkel, például Differenciál Páasztázó Kaloriméterrel ki lehet mérni. A mesterséges öregítő hőkezelés során alkalmazott hevítési sebesség kimutathatóan megváltoztathatja a nemesített alumíniumötvözetben lejátszódó kiválási folyamatok jellegzetes hőmérsékleteit, a végbemenetelükhöz szükséges időt, valamint az anyag szilárdsági tulajdonságait is. Az öregítés során különböző hevítési sebességgel elvégzett differenciás termoanalízis vizsgálatok lehetővé teszik az egyes folyamatok látszólagos aktiválási energiájának meghatározását. A nemesíthető alumíniumötvözetek szilárdsága egyes típusoknál befolyásolható továbbá a szegregációs nemesítés közben, vagy után történő hidegalakítással. A szegregációs nemesítés közben végzett alakítás kedvez a szegregátumképződésnek, finomabb eloszlású szegregátum jöhet létre, ami növeli a szilárdságot.

Dolgozatom célja az „AA 6082” jelzésű nemesíthető alumíniumötvözetben elvégzendő nemesítő hőkezelés eredményeképp kialakuló mechanikai tulajdonságok változásának vizsgálata a hőkezelési technológia és a hőkezelési lépések közé beiktatott képlékenyalakítás függvényében. Céлом ezen kívül a mesterséges öregítés folyamán alkalmazott hevítési sebesség hatásának elemzése. Megvizsgálom továbbá, hogy a szegregációs nemesítés közbeni képlékenyalakítás, valamint annak mértéke milyen hatással van a szegregátumképződésre, és az adott kiválási folyamat látszólagos aktiválási energiájára.

2. Nemesíthető alumíniumok, alumíniumötvözetek

2.1. Az alumíniumról általában

Az alumínium egy felületen középpontos kockarácsú, alacsony olvadáspontú (658 °C), kis sűrűségű (2,69 Mg/m³), nem allotróp, fehér fényű könnyűfém, az oxigén és a szilícium után a földkéreg harmadik leggyakoribb eleme. Előállítására ércéből, a bauxitból történik [6]. Az alumínium szövetében nincsenek ikerkristályok, a diszlokációk keskenyek és mozgékonyak. Ebből adódóan folyáshatára és szakítászilárdsága kicsi, nyúlása nagy. Képlékenyalakíthatósága, villamos-, és hővezető-képessége, hegeszthetősége, valamint korrózióállósága kiváló. Ezeknek a tulajdonságoknak és viszonylag alacsony árának köszönhetően az ipar egyre nagyobb mennyiségben alkalmazza, különösen olyan helyeken, ahol a gyártmány tömegének csökkentése a cél [3]. Példának okáért megemlíteném a repülőgépipart, ahol a jelenleg felhasznált anyagok közel kétharmadát a különböző alumíniumminőségek teszik ki.

A felhasználás igényeitől függően az anyag szilárdsági és egyéb jellemzői ötvözéssel jelentős mértékben javíthatóak. Az alumíniumötvözetek esetében a szilárdsági tényezők mind az alumíniummal szilárd oldatot alkotó, mind az alapfémekben korlátoltan oldódó és azzal vegyületfázist képző elemekkel növelhető. Szilárd állapotban korlátlan oldhatóságú ötvözője nincs. Leggyakrabban használt ötvözői, a vele nagymértékben oldódó elemek: Cu, Mg, Mn, Si és a Zn [3].

Az alumíniumötvözetek a felhasznált ötvözők függvényében lehetnek képlékenyen alakítható vagy öntészeti anyagminőségek. Mindkét típuson belül megkülönböztethetünk kiválóan keményíthető és nem keményíthető, azaz nemesíthető és nem nemesíthető változatokat. A nemesítés a szilárdság növelésének a leghatásosabb módja, ám az ötvözet létrehozásához olyan ötvözőkre van szükség, melyek az alumíniumban korlátoltan oldódnak, és azzal vegyületfázist képeznek. Amennyiben az adott ötvözet rendelkezik e tulajdonsággal, úgy a nemesíthető alumíniumok csoportjába soroljuk.

2.2. Az AA 6082 –es alumíniumötvözet

Vizsgálataimhoz az AA 6082-T6 jelzésű ötvözetet alkalmaztam. A szaknyelvben széles körben elterjedt AlMgSi1 ötvözet Amerikában használatos négyjegyű számjele

az AA 6082. Az „AA” az Aluminium Association of America rövidítésre utal. Mindemellett számos különböző jelölésekkel találkozhatunk a szakirodalomban (pl.: HE30; DIN 3.2315; EN AW-6082; ISO: Al Si1MgMn; A96082 stb) [1]. Az ötvözet az Al-Mg-Si ötvözetcsoporthoz tartozik, melyek nemesedő - ezen belül is önnemesedő -, közepes szilárdsági jellemzőkkel rendelkező, olcsó ötvözetek. Meleg-, és hidegalakíthatóságuk, hegeszthetőségük kiváló, a légköri korróziónak ellenállnak, nagy tisztaságú változataik nemesített állapotban kedvező villamos vezetőképességgel bírnak. Alkalmazásuk elsősorban a gépépítőiparban és az építőiparban jellemző [6]. Kis súlya, és viszonylag alacsony ára miatt előszeretettel használják fel repülőgépek törzseinek burkolóelemeiként, különösen olyan pontokon, ahol a fellépő igénybevételek szükségessé teszik.

Vegyi összetételét az 1. táblázat tartalmazza:

Al	Mg	Si	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Szennyezők	
									egyenként	összesen
95,2-98,3%	0,60-1,20%	0,70-1,30%	max. 0,25%	max. 0,10%	max. 0,50%	0,4-1,0%	max. 0,10%	max. 0,20%	max. 0,015%	max. 0,50%

1. táblázat: Az AA6082 ötvözet vegyi összetétele tömegszázalékban [1]

Az anyag jelzésében megtalálható ezen felül egy számjel, mely az anyag hőkezeltségi állapotáról tanúskodik. Az AA 6082 esetében ez lehet O, mint lágyított, T4, mint természetesen öregített illetve az általunk is használt T6, mely mesterségesen öregített változat [1]. A T6-os jelzésű állapothoz tartozó fizikai, mechanikai és hőfizikai jellemzők a 2. táblázatban találhatók:

Sűrűség (g/cm³)	2,7
Keménység (HV)	100
R_{p0,2} (MPa)	310
R_m (MPa)	340
A₅ (%)	11
Hővezető képesség (W/(mK))	170

2. táblázat: Az AA6082 ötvözet fizikai, mechanikai és hőfizikai tulajdonságai T6 hőkezeltségi állapot esetén [1]

2.3. Az alumíniumötvözetek szegregációs nemesítése

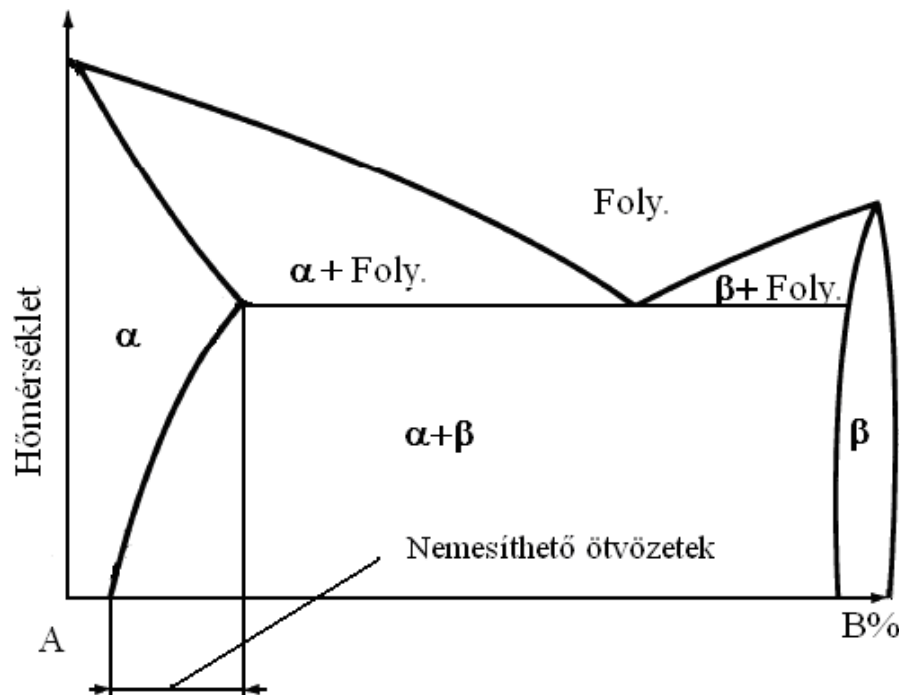
A szegregációs nemesítés, azaz a kiválásos keményítés módszere olyan fémek, illetve fémötvözetek szilárdságnövelését teszi lehetővé, melyeknél nem játszódik le allotróp átalakulás. Ezek közé tartozik az általam vizsgált Al-Mg-Si ötvözetcsoporthoz is. A kiválásos keményítés mesterséges úton történő megvalósítását nevezzük szegregációs nemesítő hőkezelésnek.

A kiválásos keményítés lényege a diszlokációk mozgásának megakadályozásában van. A kiválásos keményedés során kialakuló zónák akadályozzák a diszlokációk mozgását a csúszósíkokban, így szilárdságnövekedést okoznak a képlékenységi jellemzők jelentős rontása nélkül. Amennyiben az alapanyag és a kiválás kristályrácsa azonos és a rácsparaméterek közel megegyezők, jelentős szilárdságnövelés hajtható végre. Ennek nagysága a kivált részecskék méretétől és eloszlásától függ. Minél kisebb méretűek a kiválások és egyenletesebb az eloszlásuk annál nagyobb az elérhető szilárdság.

Ahhoz, hogy a kiválásos keményedés egy anyagban végbemenjen, annak az alábbi feltételeknek kell megfelelnie [5]:

- Az alapfém és ötvözőeleme közt fennálljon a korlátolt oldódás, ennek mértéke a hőmérséklet függvényében változzon
- A mátrix legyen lágy és alakítható, a precipitátum ezzel szemben kemény, rideg.
- Az ötvözet edzhető legyen, tehát gyors hűtés során túltelített szilárd oldat alakuljon ki
- A létrejövő kiválások legyenek koherensek, de legalábbis szemi-koherensek a mátrix szerkezetével

A kiválásos keményedés feltételei teljesülhetnek binér, illetve kvázibinér rendszerekben is, utóbbi esetben két ötvöző elem vegyületfázisát tekintjük ötvözőnek az alapfémekben (például Al-Mg₂Si ötvözet az Al-Mg-Si ötvözetrendszerben) [5].

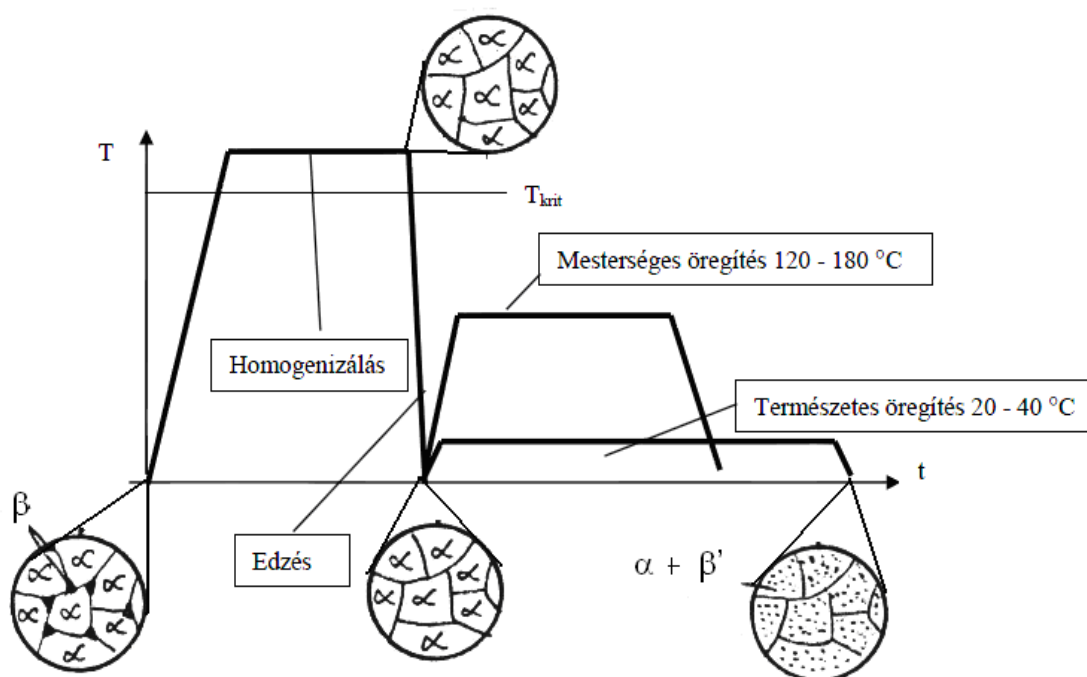


1. ábra: A kiválasztás keményedés feltételei [5]

A nemesítő hőkezelés három lépésből áll (2. ábra) [4]:

- Az első lépés az oldó izzítás, más néven homogenizáció, melynek célja homogén szilárd oldatból álló szövet létrehozása diffúziós folyamat által, tehát az ötvözetben már létező kiválások (vegyületfázisok) teljes oldatba vitele. Ennek hőmérsékletét úgy kell megválasztani, hogy az a szolidusz és a szolvusz vonal közé essen. Az oldó izzítás hőmérsékletére történő hevítés sebessége lehetőleg nagy legyen, ellenkező esetben felléphet a szemcsedurvulás veszélye. A hőtartás idejét úgy kell megválasztani, hogy a β fázis feloldódhasson, így homogén α szilárd oldat jöhhessen létre.
- A második lépés az edzés. Az edzés az ötvözet nagy sebességgel történő lehűtése, „befagyasztása” általában szobahőmérsékletre. Célja, hogy a szövet a korlátozott oldóképesség hőmérséklete alatt is homogén szilárd oldatban maradjon. A megfelelően nagy hűtési sebesség miatt a diffúzió végbemenetelére nem áll rendelkezésre elegendő idő, ezért az α fázisból a β fázis nem tud kiválni. Így szobahőmérsékleten nem egyensúlyi, metastabil α' fázisú túltelített szilárd oldat alakul ki.

- A kiválásos keményítés utolsó lépése az öregítés, melynek célja a megfelelő diszperzitású és méretű kiválások létrehozása. Folyamatát tekintve a tútelített α' fázisú szilárd oldatból álló ötvözetet egy kijelölt hőmérsékletre hevítjük, és itt hűtjük. Amennyiben ez a hőmérséklet szobahőmérséklet, úgy természetes-, ha e fölötti, akkor mesterséges öregítésről beszélünk. A hűtési idejének növelésével a diffúzió megvalósul, megjelennek, majd növekednek a precipitátumok, végül egyensúlyi $\alpha + \beta$ szövetszerkezet jön létre.



2. ábra: Hőkezelési ciklusdiagram a jelenlévő szövetelemekkel [4], [5]

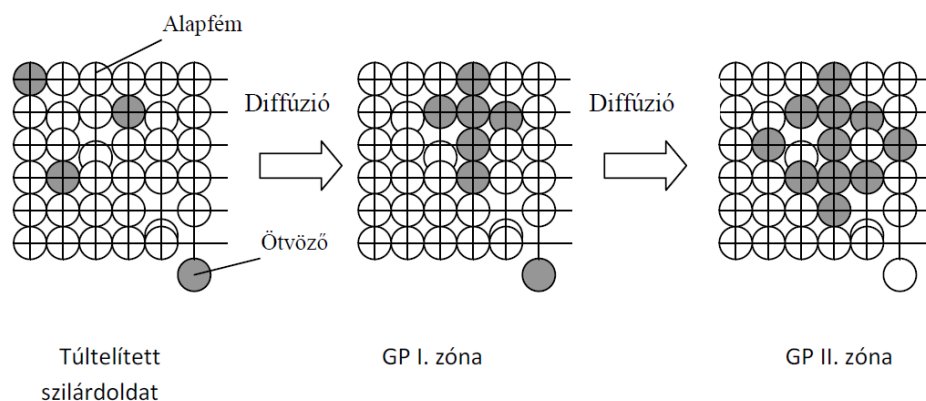
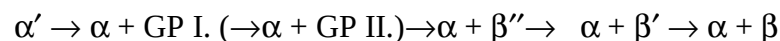
2.4. A szegregációs nemesítés közben lejátszódó kiválási és oldódási folyamatok

A α' tútelített szilárd oldatból, az ötvöző atomok (ionok) diffúziós mozgása következtében atomdúsulások, az alapfém rácsával koherens, nem egyensúlyi kiválások jönnek létre bizonyos síkokban. Az ilyen néhány atomsor vastagságú, legfeljebb 8-10 nm kiterjedésű kiválások a GP I. zónák (3. ábra). További diffúziók esetén GP II. zónák alakulnak ki, 1 – 4 nm vastagságú és akár 100 nm kiterjedésű kiválások [5]. A GP II. zónákban az ionok elrendezése az egyensúlyi vegyületfázisnak felel meg, de azok mérete nem egyensúlyi. A GP zónák kiválása után következik metastabil, koherens β'' fázis kialakulása. Bizonyos szakirodalmak a GP I. zónákra, mint GP zónákra utalnak, és

a β'' fázist azonosítják a GP II. zónákkal [9]. A további hőntartás a szemi-koherens β' fázis megjelenését eredményezi, amely szintén nem egyensúlyi összetételű Mg_2Si fázis. Amikor ezek a (fél-)koherens precipitátumok vannak jelen a mátrixban, az ötvözet öregített állapotban van. Végül az egyensúlyi szövetszerkezetű β fázis jön létre, ennek megjelenése esetén beszélünk túlóregített állapotról, melyet lehetőleg kerülni kell, hiszen a mechanikai tulajdonságok is az egyensúlyra jellemzőek lesznek, a szilárdsági tulajdonságok csökkennek. Ilyenkor a β fázis egyszerű diszperziós szilárdító hatása érvényesül csak.

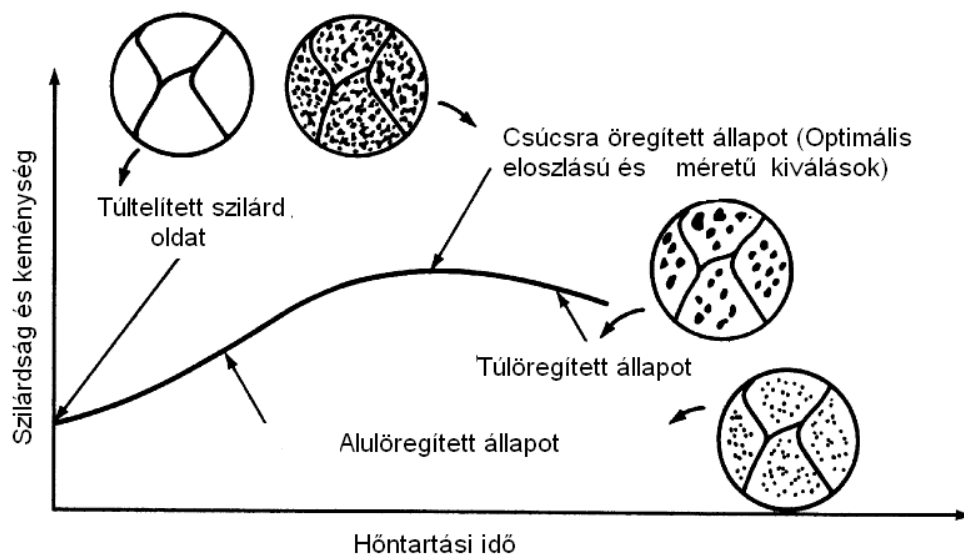
Az Al - Mg – Si ötvözeteket általában természetesen öregítjük, ezeknél ugyanis a GP-zónák képződése szobahőmérsékleten is megvalósul. A szobahőmérsékleten végbemenő folyamat ezen ötvözeteknél 1-2 hét után annyira lelassul, hogy a létrejött GP-zónás szerkezetet stabilnak tekinthetjük.

Az öregítő hőkezelés során az alábbi folyamatok játszódnak le [4]:



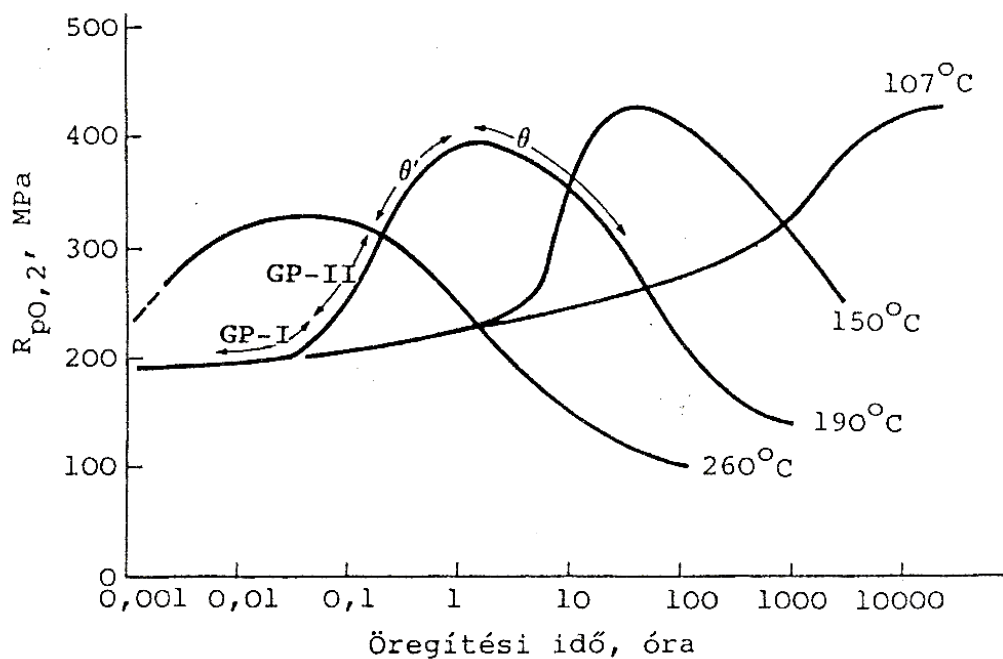
3. ábra: A Guinier-Preston zónák kialakulása [5]

A nemesíthető ötvözetek szilárdsági tulajdonságai az öregítés hőmérsékletétől és idejétől is jelentősen függenek, éppen ezért szükséges az öregítés paramétereinek optimális beállítása. Bár magasabb hőmérséklet esetén a kiválási folyamatok jelentősen rövidebb idő alatt lejátszódhatnak, ez azt is jelenti, hogy az optimális hőntartási idő beállításának kisebb pontatlansága is a készgyártmány szilárdsági tulajdonságainak fokozott romlásához vezethet [6]. Ennek oka az alul-, illetve túlóregített állapot.



4. ábra: A mikroszerkezet változása az öregítési idő függvényében [7]

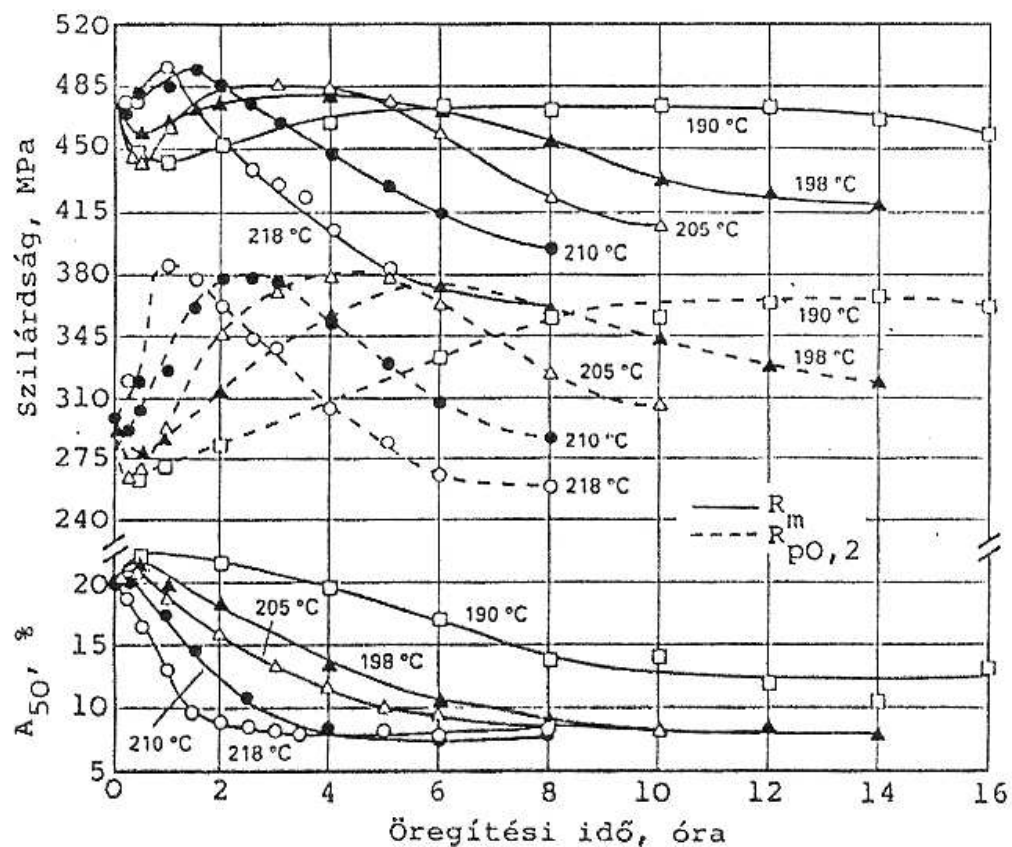
A hosszabb idő és a kisebb hőmérsékleten történő öregítés mellett szól az is, hogy amint azt az 5. ábrán is láthatjuk, a maximális folyáshatár a hőntartás hőmérsékletének csökkenésével nő.



5. ábra: Az öregítési hőmérséklet és idő hatása a 4% Cu-tartalmú Al-Cu ötvözet folyáshatár értékére [6]

Mindemellett ebben az esetben is igaz a hőkezelésekre vonatkozó általános szabály, miszerint a hosszabb ideig tartó hőntartás következtében az anyagon belüli tulajdonságok eloszlása egyenletesebb, homogénebb lesz.

Az alábbi diagram a szintén nemesíthető 2024-T4 jelű Al-Cu ötvözet folyáshatárának, szakítószilárdságának és nyúlásának változását mutatja be az öregítés hőmérsékletének és idejének függvényében.



6. ábra: Az öregítési hőmérséklet és idő hatása a 2024 jelű alumíniumötvözet mechanikai tulajdonságaira [6]

2.5. Átalakulási folyamatok látszólagos aktiválási energiájának becslési módszerei

Az átalakulási folyamatok aktiválási energiáinak meghatározására számos módszert kifejlesztettek. A levezetések mellőzve csak a végképleteket sorolom fel [2]:

Kissinger módszer

A Kissinger módszer szerint 50% átalakult hányadnál megy végbe leggyorsabban az átalakulás. Az esetek döntő többségében ez nem igaz, ezért ez a módszer nem ad pontos eredményt. Az elmélet linearizált formában a következő alakot ölti [2]:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_{\max}^2}\right) = \text{const.} - \frac{Q}{R \cdot T_{\max}} \quad (1)$$

Egyes elméletek szerint (Bansal) a konstans tartalmazza az Arrhenius egyenlet preexponenciális tényezőjét:

$$\ln\left(\frac{A \cdot R}{Q}\right) = \text{const.} \quad (2)$$

Matusita módszer

Ennek az elméletnek az alapja az, hogy az átalakult hányad nem függ a hevítési sebességtől. Ekkor a következő képletet kaphatjuk:

$$\ln(\beta) = \text{const.} - \frac{Q}{R \cdot T_{\max}} \quad (3)$$

A valóságos átalakulási folyamatokat vizsgálva megállapíthatjuk, hogy az átalakult hányad függ a hevítési sebességtől. Mérési eredmények azt mutatják, hogy minél nagyobb a hevítési sebesség, annál inkább a nagyobb hőmérsékletek felé tolódik el az átalakulási görbe.

Augis-Bennett elmélet

Ez az elmélet kimondja, hogy ha a mérést sokkal alacsonyabb hőmérsékletekről indítjuk, akkor a következő összefüggés lehetővé teszi az aktiválási energiák meghatározását:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_{\max}}\right) = \ln(A) - \frac{Q}{R \cdot T_{\max}} \quad (4)$$

Takhor elmélete

Ez az elmélet akkor alkalmazható az aktiválási energiák meghatározására, ha teljesül a következő reláció:

$$1 \ll \frac{Q}{R \cdot T_{\max}} \quad (5)$$

Ekkor a következő linearizált egyenlet adódik:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_{\max} - T_k}\right) = \ln(A) - \frac{Q}{R \cdot T_{\max}} \quad (6)$$

T_k a felfűtés kezdőhőmérséklete.

A Flynn-Wall-Ozawa (FWO) összefüggés

$$\ln(\beta) = \ln(A) - 1.052 \frac{Q}{R \cdot T} - 5.33 + \ln\left(\frac{A \cdot Q}{R}\right) - \ln(f(x)) \quad (7)$$

ahol T az x átalakult hányadhoz tartozó hőmérséklet, $f(x)$ függvény pedig a

$$f(x) = \ln\left(\frac{1}{1-x}\right)^{\frac{1}{n}} \quad (8)$$

képlettel számítható.

Egyszerűsített FWO módszer

A linearizált összefüggés a következő:

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_{\max} - T_k}\right) = \ln\left(\frac{A}{g}\right) - \frac{Q}{R \cdot T} \quad (9)$$

Ahol:

$$g = \frac{A}{\beta} \cdot (T - T_k) \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right) \quad (10)$$

3. Az AA 6082-es ötvözet kiválási folyamatainak kísérleti vizsgálata

3.1. A kísérleti anyag és a kísérleti berendezések bemutatása

3.1.1. Kísérleti anyag

A kísérletek megkezdése előtt vegyelemzéssel ellenőriztem a vizsgálatra szánt alumíniumlemezek összetételét. Ennek eredménye az alábbi táblázatokban látható:

Al	Mg	Si	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Ni	Pb	V	Be, Cs, Se, Sn
97,7%	0,442 %	0,857 %	0,0312 %	0,0431 %	0,448 %	0,38%	0,0017 %	0,0467 %	0,008 %	0,0059 %	0,0095 %	max. 0,0001%

3. táblázat: Az 1mm vastag kísérleti anyag összetétele

Al	Mg	Si	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Ni	V
97,9%	0,32%	0,803%	0,0318%	0,0551%	0,361%	0,447%	0,0228%	0,0183%	0,005%	0,0069%

4. táblázat: A 3 mm vastag kísérleti anyag összetétele

A próbadarabok anyagaként szolgáló AA 6082-es ötvözetet a vizsgálatok megkezdése előtt kísérleti jelleggel keménységmérésnek, valamint szakítóvizsgálatnak vettem alá annak ellenőrzése céljából, hogy a szilárdsági jellemzői az előírt értékekkel azonosak-e.

A vizsgálat eredménye az alábbi táblázatban látható:

	Szakirodalom szerint	Mért	Különbség (%)
R_{p0,2} (MPa)	310	304	1,9
R_m (MPa)	340	351	3,2
Keménység (HV)	100	113	13

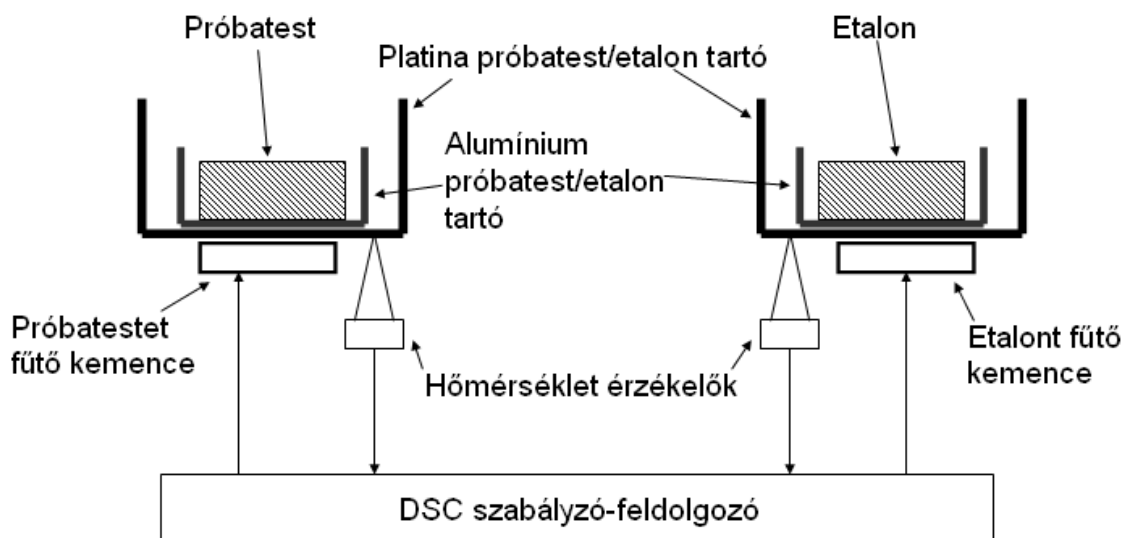
5. táblázat: Az AA 6082 ötvözet előírt és mért szilárdsági tulajdonságainak összehasonlítása

3.1.2. Kísérleti berendezés:

A kísérleti anyagokon lineárisan változó hőmérsékletű öregítő hőkezeléseket végeztem. A hőkezeléseket a Perkin-Elmer DSC-8000 típusú teljesítmény-kompenzációs DSC készüléken végeztem az OE-BGK-AAT tanszékén. A mérési körülmények bemutatása előtt nézzünk meg egy rövid összefoglalót a DSC mérési technikáról.

A DSC (Differential Scanning Calorimetry) a termoanalízis egy olyan módszere, mely adott mintadarabban lejátszódó hőeffektussal járó folyamatok vizsgálatát, mérését teszi lehetővé. A DSC berendezések alkalmasak a szilárd halmazállapotú anyagokban lejátszódó reakciók, úgy, mint kémiai, kiválási, oldódási, és újrakristályosodási folyamatok valós idejű vizsgálatára.

A DSC készülékeknek rengeteg típusa létezik, a legelterjedtebbek a teljesítmény-kompenzációs és a hőfluxusos készülékek. A méréseimet teljesítmény-kompenzációs készüléken végeztem, ezért a továbbiakban ennek a típusnak a sajátosságairól számolok be. A berendezés felépítése a következő ábrán látható [18,19].



7. ábra: A DSC berendezés elvi felépítése

A mérési elv lényege, hogy az etalont és a próbatestet igen pontos szabályzás mellett úgy hevítjük, hogy azoknak a hőmérséklete megközelítőleg azonos legyen és lineárisan változzon az idő függvényében. Az etalon anyagát érdemes termikusan semleges tulajdonságúnak választani, azaz hevítés közben ne játszódjon le benne exo-, vagy endoterm folyamat, illetve a védőgázzal ne lépjen reakcióba. Az etalon tömegét úgy érdemes megválasztani, hogy annak hőkapacitása a próbatest hőkapacitásával

megközelítőleg megegyezzen, a próbatest tömegét pedig a hőkezelés közben lejátszódó hőeffektus mértéke és a berendezés érzékenysége szabja meg. Az etalon termikus tulajdonságainak nem szabad hirtelen változniuk a hőmérséklet függvényében. A mérés során tehát mind a próbatestet, mind az etalont pontosan akkora teljesítménnyel kell fűteni, hogy azok hőmérséklete lineárisan változzon. Ha a próbatestben valamilyen hőelnyeléssel vagy hőtermeléssel járó folyamat játszódik le, akkor a fűtéshez szükséges teljesítmény megváltozik. A mérési eredmény a próbatest és az etalon fűtéséhez szükséges teljesítménykülönbség lesz az idő/hőmérséklet függvényében. A teljesítménykompenzációs DSC készülék alapegyenlete a következő alakban írható fel:

$$q = \Delta p + \Delta T_0 \cdot \left(\frac{R_r - R_s}{R_r \cdot R_s} \right) - \frac{\Delta T}{R_r} + (C_r - C_s) \cdot \frac{dT_s}{d\tau} - C_r \cdot \frac{dT_r}{d\tau} + \frac{dh}{d\tau} \quad (11)$$

ahol Δp a mintatartók közti fűtési teljesítménykülönbség, R_r és R_s az etalon-hőmérő illetve próbatest-hőmérő közti hőellenállás, ΔT a próbatest és az etalon közti hőmérséklet különbség, ΔT_0 a kemence és a próbatest közti hőmérsékletkülönbség, T_s és T_r a próbatest illetve az etalon hőmérséklete, C_r és C_s az etalon illetve a próbatest hőkapacitása.

A gyakorlatban általában egy leegyszerűsített formulát alkalmaznak:

$$q = K(T, \beta, \dots) \cdot \Delta T \quad (12)$$

ahol ΔT a próbatest és az etalon közti hőmérsékletkülönbség, $K(\dots)$ pedig egy több tényezőtől függő érték.

Az Al – Mg – Si ötvözetekben lejátszódó öregedés az egyensúlyi Mg_2Si és az ezt megelőző metastabil, koherens β'' , illetve félkoherens β' fázis kiválásával történik. Ezeknek a folyamatoknak a hőmérséklet függvényében történő bekövetkezése jól megfigyelhető a DSC görbén megjelenő csúcsok elhelyezkedése alapján. Ez a módszer sokat segít a kiválási folyamatok kinetikájának és termodinamikájának megértésében.

3.2. Kiválási folyamatok vizsgálata természetes öregedés során

Kísérleteim első lépése a szegregációsan nemesíthető AA 6082-T6-os alumíniumötvözet természetes öregedésének vizsgálata volt. A vizsgálat célja annak megállapítása, hogy a nemesítés egyes paramétereinek változtatása milyen irányban és mértékben befolyásolja a szilárdsági tulajdonságokat. Az öregedéssel járó keménységváltozások elemzését a nemesítés három paraméterének függvényében végeztem el. A változó paraméterek az alábbiak voltak:

1. Az oldó izzítás hőmérséklete

Az oldó izzításhoz tartozó kísérleti hőfokokat úgy választottam meg, hogy azok az AA 6082 ötvözet állapotábrája szerint az α szilárd oldat tartományába essenek. A legmagasabb hőmérséklet kiválasztásánál fokozottan ügyeltem arra, elkerüljem az ötvözetben megtalálható egyes fázisok megolvadását. Az Al – Mg – Si ötvözetekhez tartozó oldó izzításnak különböző szakirodalmak szerint 520-540 °C, 540-560 °C között kell megtörténnie. A kísérleti hőfokokat igyekeztem úgy megválasztani, hogy azok a szóba jöhető tartományon belül legyenek, illetve súrolják annak alsó és felső határait. Sikeres kísérlet esetén így lehetővé válik egy modell felállítása az AA 6082-es ötvözet keménységének változásáról az oldó izzítás hőmérsékletének függvényében. Ennek megfelelően az általam választott hőmérsékletek a 480 °C, az 520 °C és az 560 °C lettek.

2. Az oldó izzításhoz tartozó hőntartás ideje

Az oldó izzítás hőntartási idejének meghatározásához ismét első sorban a szakirodalomra támaszkodtam, mely a munkadarab vastagságától függően 30-80 perc hőntartási időt ír elő. Ehhez igazodva a vizsgálati tartományt 20 és 100 perc közé tettem. Hasonlóan az előző paraméterhez itt is úgy választottam az értékeket, hogy azok alapján a matematikai modell egy viszonylag tágabb tartományban felállítható legyen. Ezen felül kísérleti jelleggel néhány próbatest esetében a hőntartási idők többszörösével is megpróbálkoztam.

3. Az öregítés ideje

Az öregítés volt az a paraméter, amely beállításához nem volt szükség speciális előkészületekre. Természetes öregítés révén a próbatestek hevertetésük során külső beavatkozás nélkül keményedtek. Az én feladatom bizonyos időközönkénti keménységmérések elvégzése volt. Ezek az időközök a keményedés kezdeti, intenzív szakaszában naponta többszöri mérést jelentettek. A későbbiekben napi, heti, havi rendszerességgel mértem. A mérések még most, több mint fél év elteltével is folynak.

Az oldó izzítást az OE-BGK-AAT tanszék hőkezelő laboratóriumában megtalálható ellenállás-fűtésű kemencében végeztem. Az izzítás hőmérsékletének pontosságát K típusú termoelemmel és HAGA szabályzóval biztosítottam. A vizsgálat

során alkalmazott próbatestek felülete 10 mm x 20 mm, vastagsága 3 mm volt. Az oldó izzítás hűtési idejének leteltével a próbadarabokat a kemencéből kiemelve azonnal lehűtöttem. Hűtőközegként vizet alkalmaztam. Mindemellett az 520 °C-os izzítás esetében 1 mm vastagságú próbadarabokat is alkalmaztam annak ellenőrzésére, hogy tapasztalható-e számottevő keménységi különbség a próbatestek vastagságától függően.

Az oldó hőkezelés befejeztével a próbatesteket szobahőmérsékleten hevertettem, bizonyos időközönként keménységmérési vizsgálatokat végeztem 4,2 kg terhelés mellett a tanszék tulajdonában lévő Zwick 3212 Vickers-mikrokeménységmérő berendezéssel.

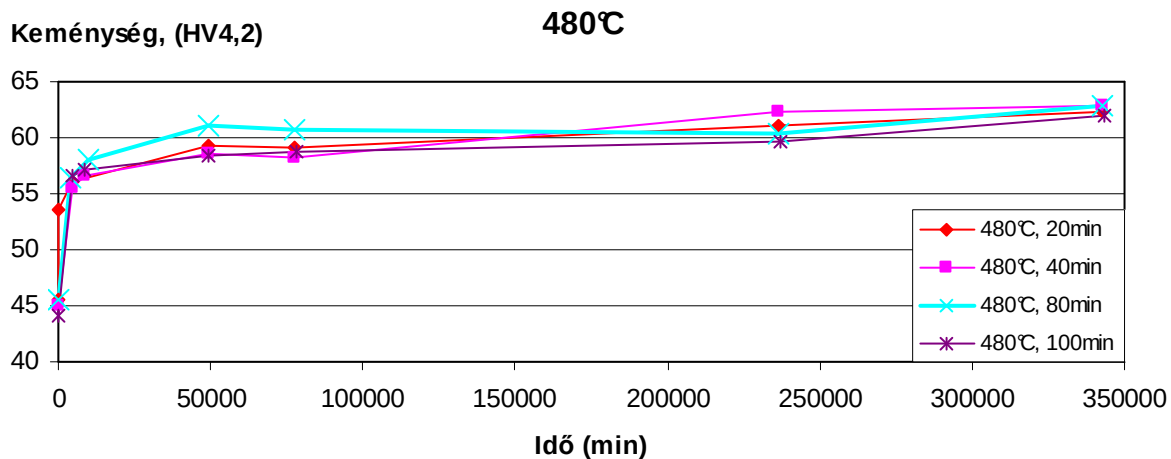
A különböző vastagságú próbatestek keménysége közti eltérés az alábbi táblázatban látható:

Izzítási hőmérséklete: 520 °C						
Öregítési idő [h]	Keménység 40 min hűtőtartás esetén			Keménység 60 min hűtőtartás esetén		
	1 mm	3 mm	Különbség [%]	1 mm	3 mm	Különbség [%]
0	45,7	46,6	1,969	46,3	45,9	-0,871
3	54,9	55,4	0,910	54,7	54,4	-0,551
21	59,2	60,6	2,364	59,0	60,2	2,033
70	60,6	66,0	8,910	62,5	62,6	0,160

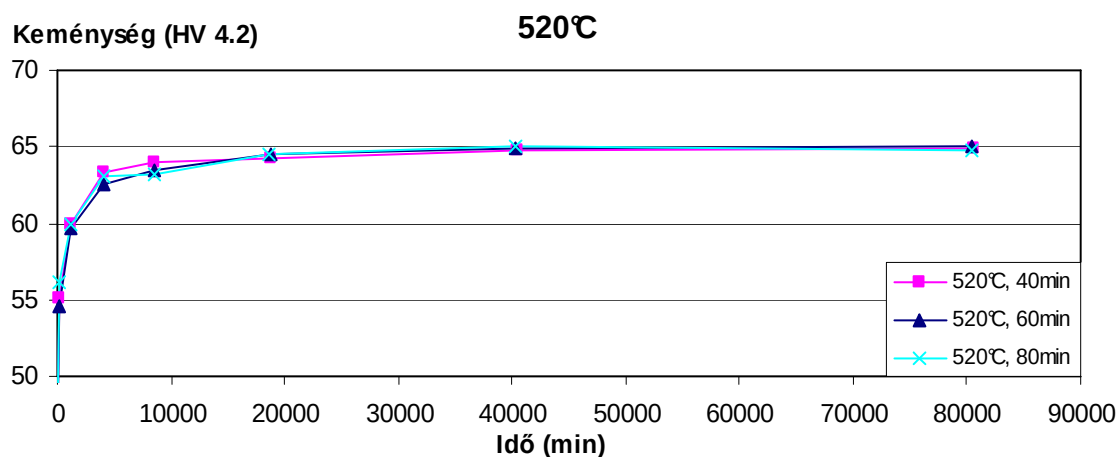
6. táblázat: A keménység különbsége 1mm és 3mm vastagságú próbatestek esetében 520 °C-on 40, illetve 60 min hűtőtartási idő mellett végzett oldó izzítás után

A keménységi értékek minimális eltérése a mérési pontatlanságnak tudható be. Egy kiugró érték van, ahol 8,9 %-os eltérést észleltem, ezt valószínűleg mérési hiba okozta. A keménység szempontjából tehát lényegtelen, hogy a munkadarab vastagsága 1 mm, vagy 3 mm.

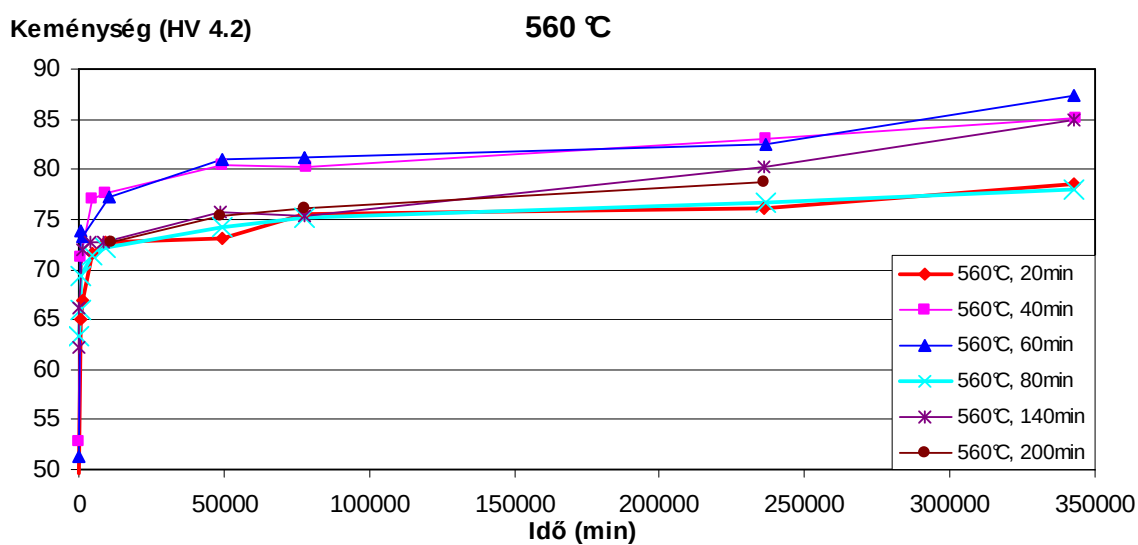
A keménységmérés eredményei 480, 520 és 560 °C izzítás hőmérséklet esetében az alábbi diagramokon látható:



8. ábra: 480 °C-on oldó hőkezelt próbatetek keménységének változása természetes öregedés során



9. ábra: 520 °C-on oldó hőkezelt próbatetek keménységének változása természetes öregedés során



10. ábra: 480 °C-on oldó hőkezelt próbatetek keménységének változása természetes öregedés során

A mérések eredményei azt mutatják, hogy esetünkben a 40-60 perces hőntartás volt az optimális. Ez a viszonylag rövid időtartam a munkadarabjaim kis méretének tudható be. A próbatestek α szilárd oldatba történő átalakulásához és homogenizációjához ennél több időre nem volt szükség. Rövidebb hőntartási idő esetén valószínűleg nem tudott homogén szilárd oldat kialakulni, túl sok idő elteltével pedig nyilvánvalóan szemcsedurvulás lépett fel, mely a keménység csökkenéséhez vezetett.

A különböző hőmérsékleteken végzett oldó izzítások alapján megállapítható az optimális hőfok, mely ez általam vizsgált tartományban az AA 6082-es ötvözet esetében 560 °C. Amennyiben az oldó izzítás hőmérséklete nem éri el ezt az optimális értéket, úgy a mátrix nem képes megfelelően feloldódni, ennek következtében pedig az anyag homogenizációja nem lesz tökéletes, ami a keménység csökkenéséhez vezet. Az általam optimálisnak véltnél magasabb hőmérséklet alkalmazása esetén talán még lenne lehetőség a szilárdsági tulajdonságok további növelésére, ám egy kritikus hőmérsékletet túllépve a nem egyensúlyi, elfajult eutektikum megolvadó fázisai miatt a keménységben rohamos csökkenést tapasztalnánk.

Az optimális beállításhoz tartozó függvényre (560 °C – 60 min) matematikai modellt illesztettem. Fontos megjegyezni, hogy a kezdeti gyors öregedés miatt, a modell hozzávetőleg egy hét eltelte után ad csak hiteles keménységi értékeket.

$$HV_{4,2} = 58,498 \cdot t^{0,0297} \quad (13)$$

ahol t az öregítés időtartama (min)-ben megadva.

A vizsgálat második lépéseként a szilárdsági jellemzők változását vizsgáltam az idő, illetve ezzel együtt a keménység változásának függvényében. Céлом azon matematikai egyenletek felírása volt, melyek alapján ismert keménységű AA 6082-es alumínium esetében a szilárdsági paraméterek is meghatározhatók bármilyen további vizsgálat nélkül. A keménységmérések folyamán kiderült, hogy az oldó izzítás során alkalmazott 480 °C zsákutca, ennek megfelelően a szakítóvizsgálatok esetében már csak az 520 és az 560 °C-szal próbálkoztam. Hasonló okokból ezekhez a vizsgálatokhoz már csak a 40 és 60 min hőntartási időt alkalmaztam. A próbatestek ezúttal is 3 mm vastagok voltak. Az 520 °C-hoz tartozó izzítás esetében most is próbálkoztam 1 mm vastagságú darabokkal is annak ellenőrzésére, hogy a szilárdsági tulajdonságok alakulásában tapasztalható-e számottevő különbség a próbatestek vastagságától függően.

Az alábbiakban táblázatos összehasonlítást mutatok arról, hogy az 520 °C hőmérsékleten végzett oldó izzítás esetén a két különböző vastagságú lemez szilárdsági tulajdonságai közt mekkora különbség mutatkozik:

40 min hőntartás						
Öregítési idő [h]	Folyáshatár [MPa]			Szakítószilárdság [MPa]		
	1 mm	3 mm	Különbség [%]	1 mm	3 mm	Különbség [%]
0	73,8	72,6	1,6529	186,1	181,6	2,478
3	87,5	92,2	-5,098	198,6	209,2	-5,067
70	99	105,8	-6,427	183	221,8	-17,49
267	-	106,8	-	-	223,8	-

7. táblázat: A szilárdsági tulajdonságok különbsége 1mm és 3mm vastagságú próbatestek esetében 520 °C-on 40 min hőntartási idő mellett végzett oldó izzítás után

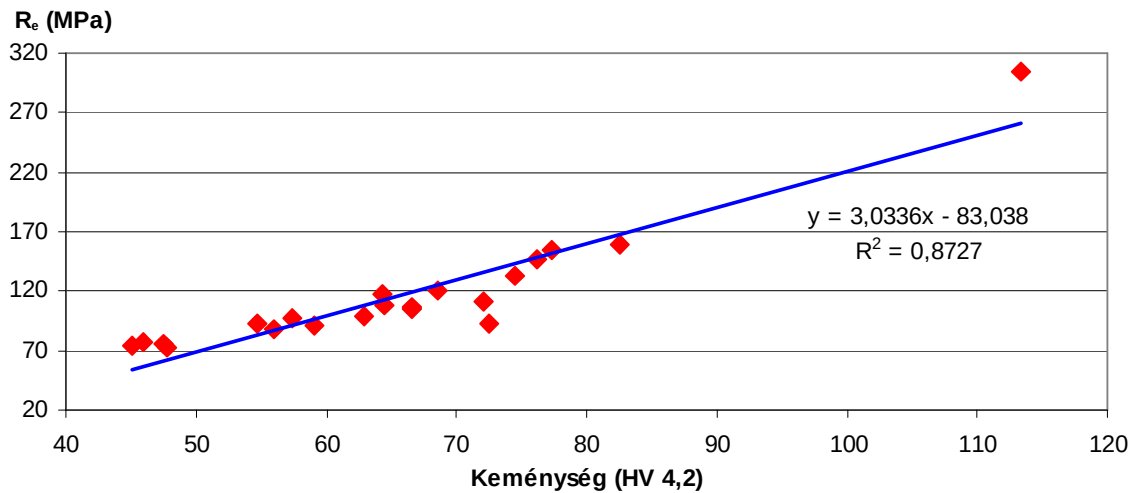
60 min hőntartás						
Öregítési idő [h]	Folyáshatár [MPa]			Szakítószilárdság [MPa]		
	1 mm	3 mm	Különbség [%]	1 mm	3 mm	Különbség [%]
0	75,5	77,2	-2,202	183,8	201,1	-8,603
3	96,9	90,9	6,6007	203,2	215,2	-5,576
70	118,2	108,1	9,3432	233,3	228,5	2,1007
267	120,5	111,6	7,9749	224,1	229	-2,14

8. táblázat: A szilárdsági tulajdonságok különbsége 1mm és 3mm vastagságú próbatestek esetében 520 °C-on 60 min hőntartási idő mellett végzett oldó izzítás után

Az fenti adatok szerint a folyáshatár és a szakítószilárdság értékei majdnem mindenhol a $\pm 10\%$ -os hibahatáron belül vannak. Erre az információra támaszkodva kijelenthetem, hogy a szilárdsági tulajdonságok nem függenek a test vastagságától. A továbbiakban ennek megfelelően a mérési eredményeket a próbadarab vastagságtól függetlenül közös diagramban ábrázolom.

A diagramok felvételekor a különböző hőkezelési előéletű munkadarabok – köztük a hőkezeletlen – szilárdsági tulajdonságait közös adatsorban ábrázoltam. Amint az alábbiakban látható, függetlenül attól, hogy a munkadarab milyen módon lett hőkezelve a kapott adatpontok egy közös egyenesre illeszthetőek. Ezt a trendet a folyáshatár, a szakító szilárdság és a nyúlás esetében is megfigyelhetjük. Az egyenesek

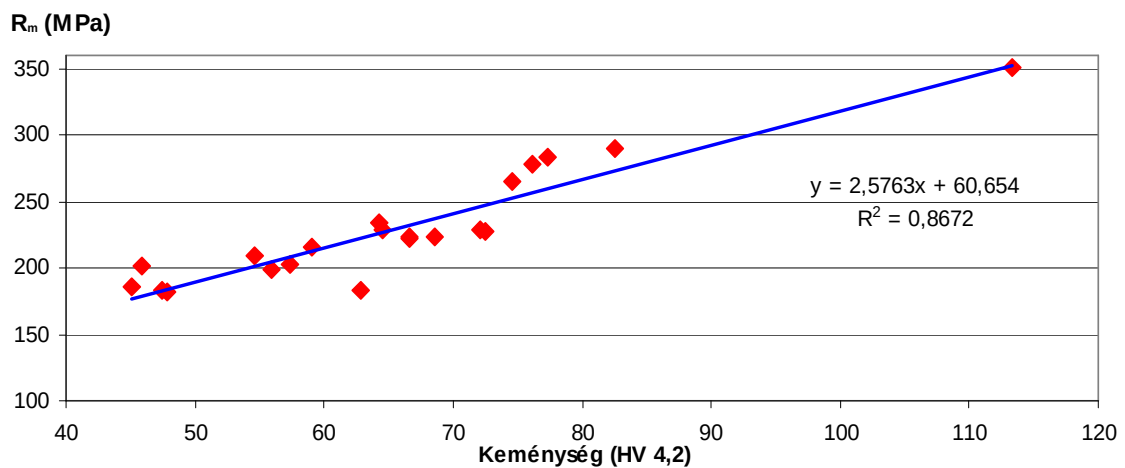
egyenleteit felírva empirikus képleteket kaptam az AA 6082-es alumíniumötvözet szilárdsági paramétereinek meghatározására a keménysége alapján.



11. ábra: A folyáshatár változása a keménység függvényében különböző módon hőkezelt próbatetek esetén

A folyáshatár alakulása a keménység függvényében:

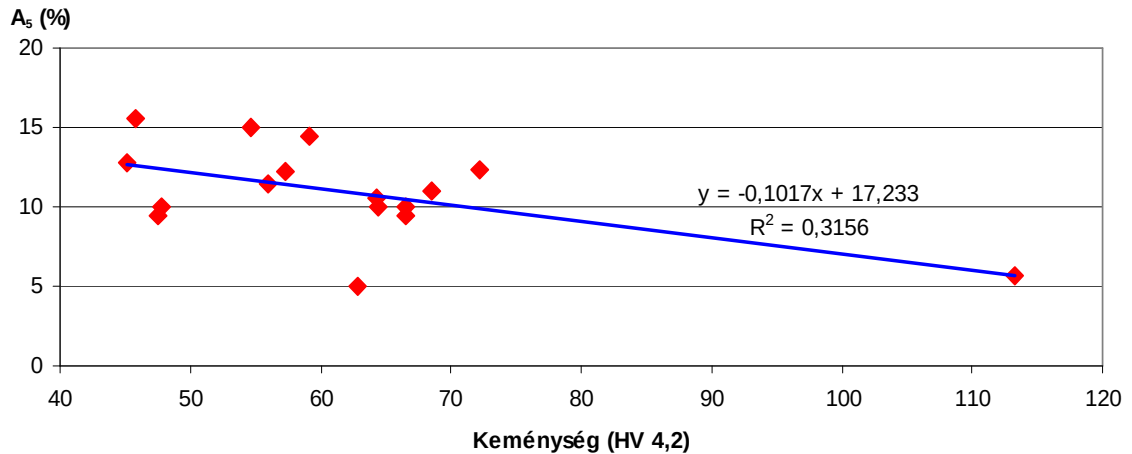
$$R_e = 3,0336 \cdot HV_{4,2} - 83,038 \quad (14)$$



12. ábra: A szakítószilárdság változása a keménység függvényében különböző módon hőkezelt próbatetek esetén

A szakítószilárdság alakulása a keménység függvényében::

$$R_m = 2,5763 \cdot HV_{4,2} + 60,654 \quad (15)$$

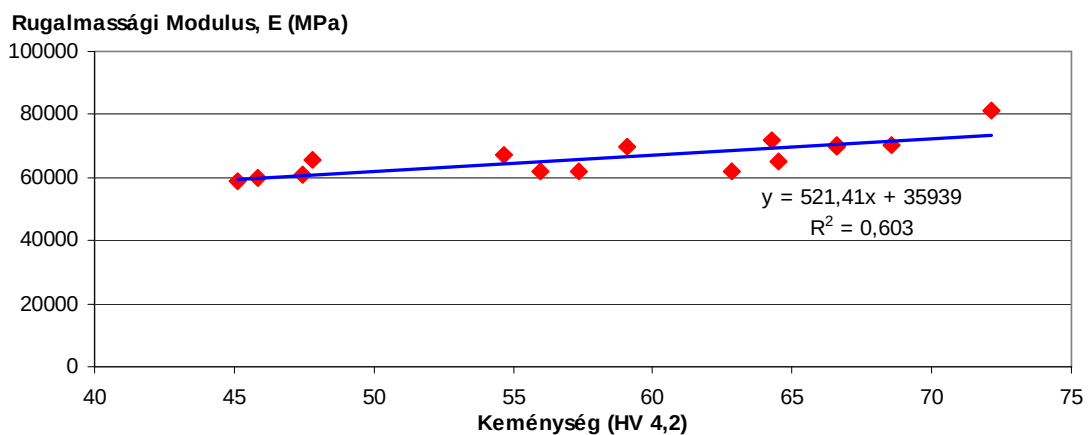


13. ábra: A nyúlás változása a keménység függvényében különböző módon hőkezelt próbatestek esetén

A nyúlás változása a keménység függvényében:

$$A_5 = -0,1017 \cdot HV_{4,2} + 17,233 \quad (16)$$

Méréseim hitelességének ellenőrzése céljából a rendelkezésre álló adatok alapján kiszámoltam az 520 °C-on oldó izzított próbatestek rugalmassági modulusát, melynek értéke a szakirodalom szerint az AA 6082-es ötvözet esetében 69 - 70 GPa [1]. A szakítóvizsgálatok adataiból számított rugalmassági modulus értékek az alábbi diagramban láthatóak:



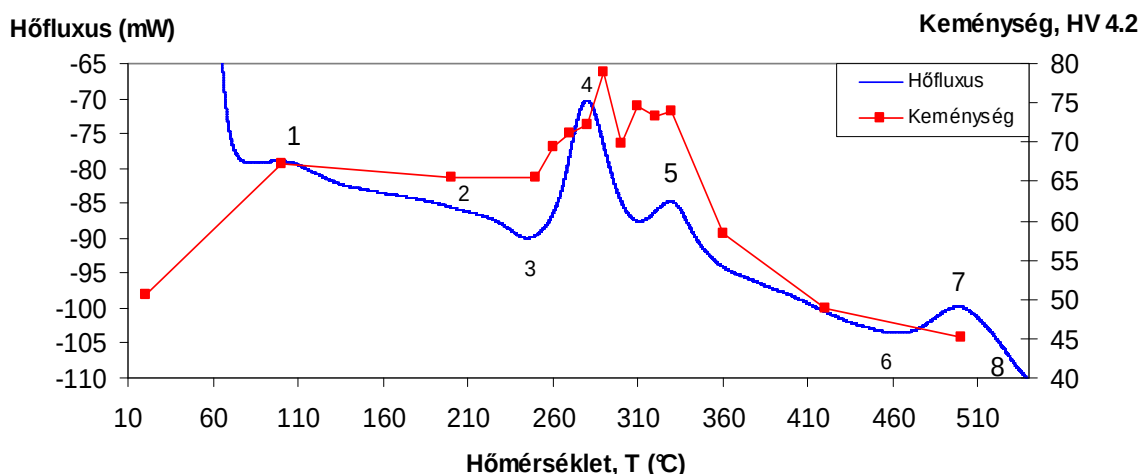
14. ábra: A rugalmassági modulus változása a keménység függvényében 520 °C –on, 1 órán keresztül oldó hőkezelt próbatestek esetén

Mint látható a számított értékek ± 10 GPa szórással, de megegyeznek a szakirodalomban írt értékekkel. A méréseim eredményeinek hitelességét tehát sikeresen alátámasztottam.

3.3. Kiválási folyamatok vizsgálata mesterséges öregítés során

A természetes öregítési kísérletek elvégzésének és kiértékelésének befejeztével továbbléptem a vizsgálat következő fázisára. Ennek célja az AA 6082-es alumíniumötvözet nemesítése közben lejátszódó kiválási folyamatok elemzése mesterséges öregítés mellett. A mesterséges öregítéshez a már korábban ismertetett, az OE-BGK-AAT tanszéken megtalálható Perkin – Elmer DSC-8000 berendezést alkalmaztam. A vizsgálathoz 5.9 mm átmérőjű, és 1 mm vastagságú korong formájú próbatesteket használtam.

Első lépésként egy előzetesen 560 °C-on egy órán keresztül oldó izzított próbatestet 50 K/min hevítési sebesség mellett, N₂ védőgáz (20 ml/min) alkalmazásával egészen 560 °C-ig hevítettem (mesterségesen öregítettem). A görbén, melyet a kísérlet lefutásával kaptam lokális szélső értékek (csúcsok) formájában jól megfigyelhetővé váltak a próbatestben a hevítés során lejátszódó különböző hőeffektusok.



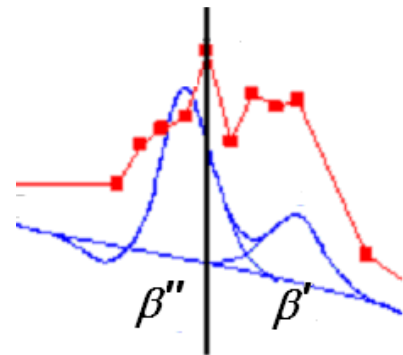
15. ábra: A hőfluxus és a keménység alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 50 K/min hevítési sebesség mellett

A DSC berendezés által produkált görbén összesen nyolc hőjelenség figyelhető meg, melyek közül öt exoterm, a maradék három pedig endoterm jellegű. A vízzel történő hűtés okozta nagymértékű tútelítettség, valamint kis mennyiségű kiváló Si tehető felelőssé a (1. jelenség) 100 °C körül megjelenő atomcsoportosulások –clusterek– okozta hőfelszabadulásért [8]. A 140-200 °C között tapasztalható (2. jelenség) viszonylag enyhébb exotermikus hőeffektus a GP I. zónák kialakulásához köthető. Ezt követte a (3. jelenség) korábban kialakult atomcsoportosulások és GP zónák rövid idejű részleges visszaoldódása. A kiválási folyamatok a β'' (koherens Mg₂Si) fázisok

kialakulásához tartozó (4. jelenség) hőhatással folytatódtak, melyek rövidesen átalakultak β' (félkoherens Mg_2Si) fázissá (5. jelenség), így létrehozva a két szomszédos csúcsot 230 és 350 °C között. Ezt követően egy endoterm (6. jelenség) jel következett, mely a félkoherens fázis oldódásához kapcsolódik. Az utolsó két exo-, és endotermikus csúcs (7. és 8. jelenség) az egyensúlyi β fázis kiválásával, valamint oldódásával van összefüggésben. Megállapítható tehát, hogy a szegregációs folyamatok, illetve azok sorrendje megfelelt a szakirodalomban leírtaknak.

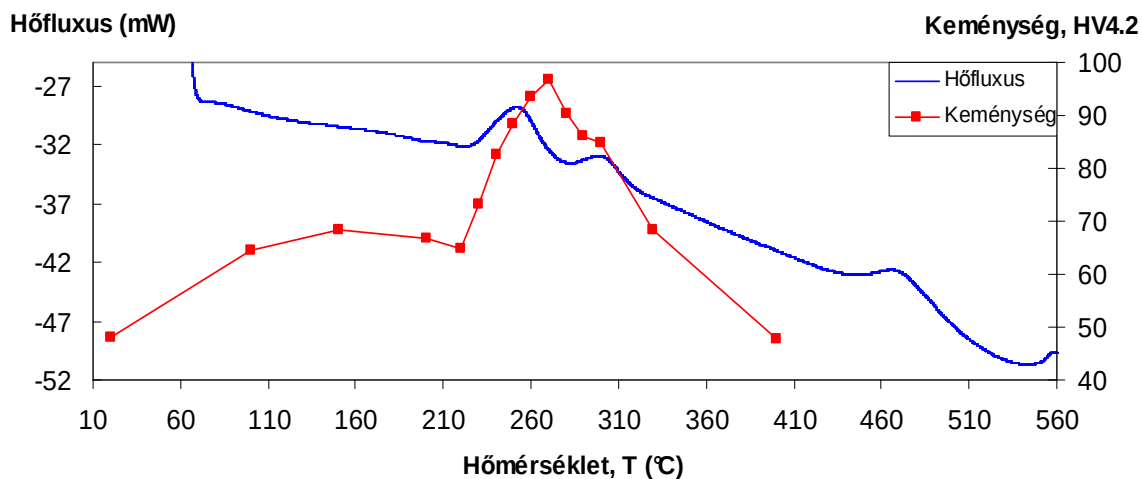
A DSC-görbékkel párhuzamosan a hozzájuk tartozó keménységeket is vizsgáltam. Az első próbatest által felvett görbe kielemezése után további tizenöt darab korongot készítettem, majd a fellépő hőjelenségek intenzitásának megfelelően elosztottam őket az adott hőmérséklettartományban. Ezúttal a DSC-berendezés mint kemence szolgált, amely képes a hőmérséklet pontos beállítására lineáris hevítés mellett. Az egyes próbatesteket különböző mértékig hevítettem (mesterségesen öregítettem), majd a hőkezelés befejeztével azonnal keménységmérést végeztem rajtuk. A kapott keménységeket az öregítés hőmérsékletének megfelelően hozzárendeltem a DSC diagramhoz (15. ábra).

A fentebb részletezett kísérlet eredménye kiváló szemléltetése annak a ténynek, hogy az öregített alumíniumötvözet keménységét valóban a Mg_2Si fázis kiválása okozza. A diagram szerint keménység szempontjából az öregítés optimális állapota a koherens β'' fázis kiválásának utolsó szakasza (jelen esetben kb. 300 °C). A félkoherens β' fázis megjelenésével a mátrix veszít keménységéből. Ez azt jelenti, hogy az alumínium öregítésekor törekedni kell egy olyan hőmérséklet beállítására, melynél a lehető legnagyobb mennyiségű β'' (koherens Mg_2Si) fázis már kivált, de a félkoherens változat még nem jelent meg (16. ábra).

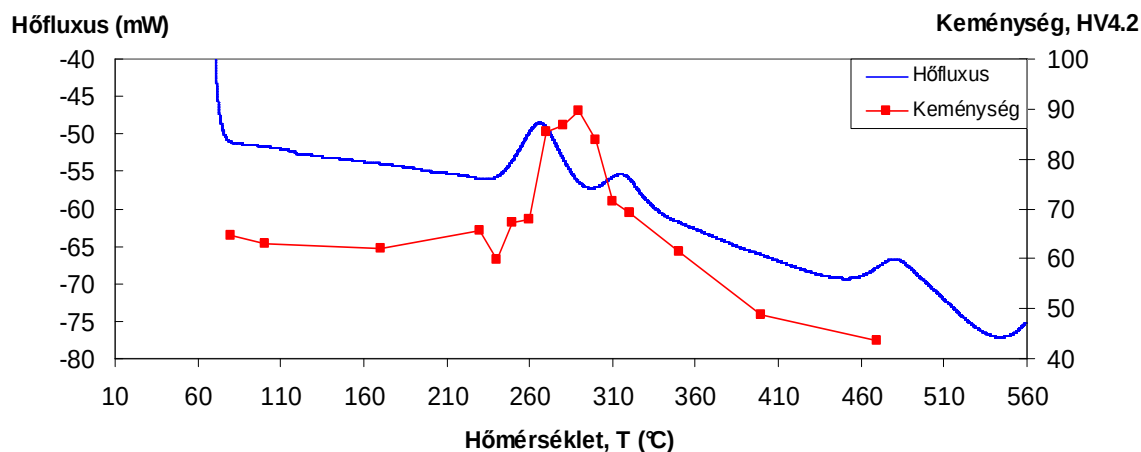


16. ábra: A maximális keménység pontja

Ezt követően az adott kísérletet további két felfűtési sebesség (15 K/min, 30 K/min) mellett megismételtem, mivel célom volt megvizsgálni, milyen hatással van ez a DSC-görbére, illetve a keménységek alakulására.

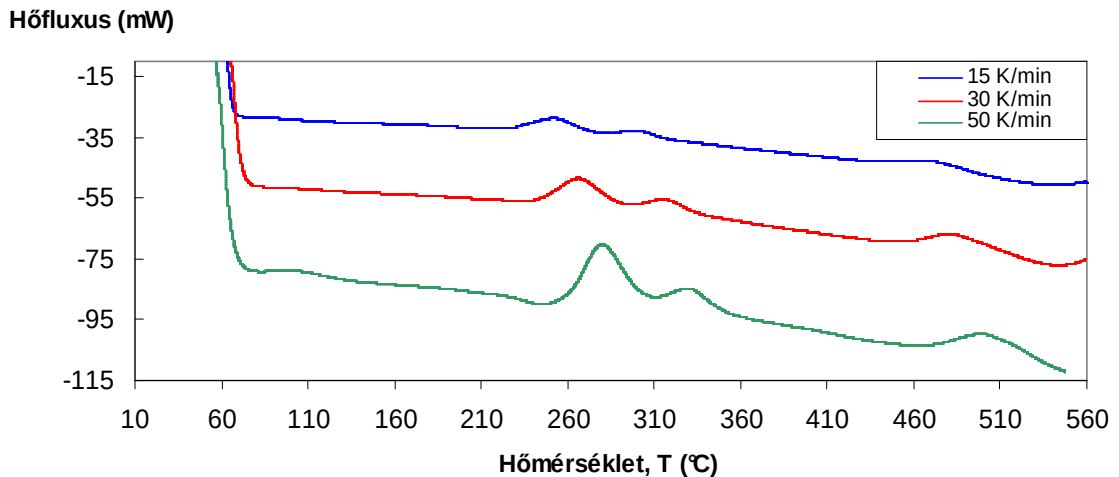


17. ábra: A hőfluxus és a keménység alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 15 K/min hevítési sebesség mellett



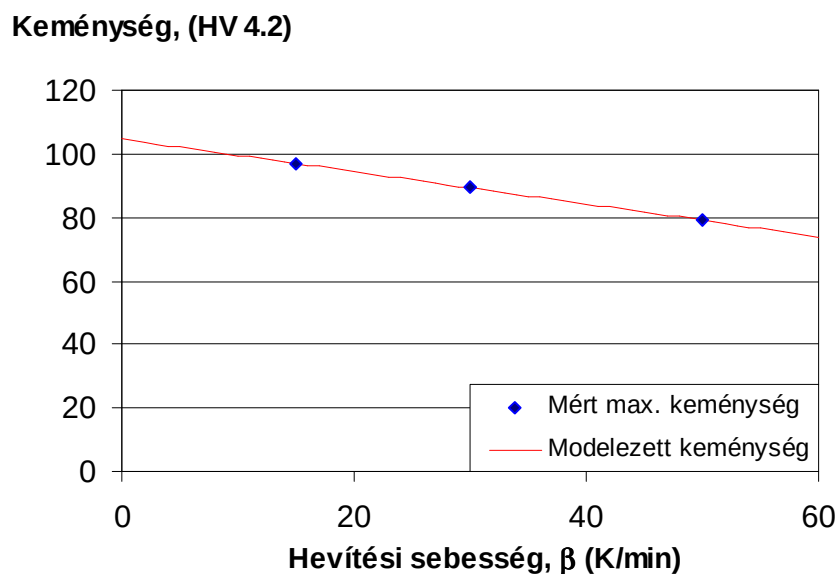
18. ábra: A hőfluxus és a keménység alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 30 K/min hevítési sebesség mellett

A hevítési görbét tekintve látható, az alacsonyabb felfűtési sebességek esetében a kiválási folyamatok korábban megkezdődtek. Ennek oka, hogy lassabb hevítés mellett a kiválási és oldódási folyamatok végbemenetelére több idő áll a rendelkezésre. Ezt a jelenséget a 19. ábra jól szemlélteti, melyen a három különböző hevítési sebességhez tartozó DSC-görbéket közös diagramra vettem fel:



19. ábra: A hőfluxus alakulása a hőmérséklet függvényében 15, 30 és 50 K/min hevítési sebességek esetén

A DSC-görbékkel párhuzamosan a hozzájuk tartozó keménységeket is vizsgáltam. A keménységek eloszlásának alakulása a hőmérséklet függvényében a korábbiakhoz hasonló volt, de értékük észrevehetően megváltozott. Az öregítő hőkezelés hevítési sebességének csökkenésével az elérhető maximális keménység lineáris arányban növekedett. Ezeket a keménységi értékeket egy diagramra felvéve s azokra egy egyenest illesztve felírhatóvá vált annak egyenlete, mellyel az adott hevítési sebességgel elérhető maximális keménység számítható. Az egyenest 0 K/min hevítési sebességre extrapolálva megkaptam az izotermásan végzett mesterséges öregítés útján elérhető keménységet, ennek értéke: **105 HV_{4.2}**



20. ábra: A maximálisan elérhető keménység alakulása a hevítési sebesség függvényében

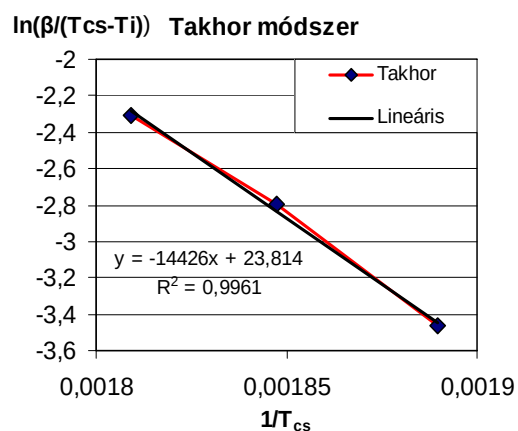
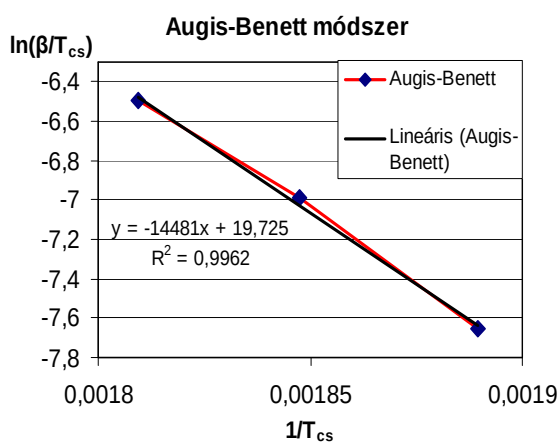
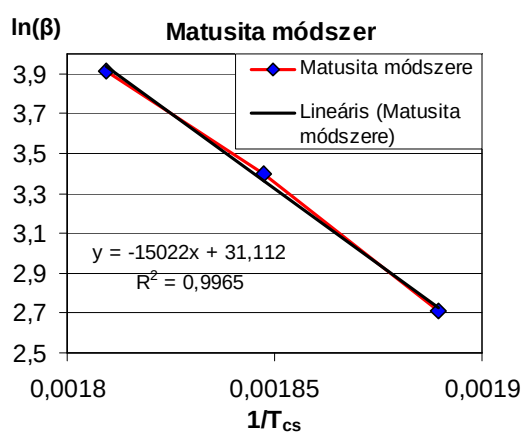
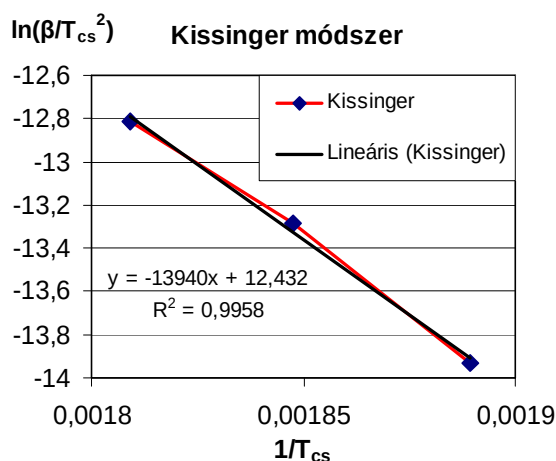
A maximálisan elérhető keménység változását - 560°C-on történt egy órán keresztül végzett oldó izzítást követően - az öregítő hőkezelés hevítési sebességének függvényében modelleztem, melynek matematikai alakja az alábbi:

$$HV_{MAX} = -0,5112 \cdot \beta + 104,65 \quad (17)$$

ahol β a hevítési sebesség (K/min)-ben megadott értéke.

3.3.1. Az aktiválási energia meghatározása

A DSC-görbék lehetővé tették továbbá egyes folyamatok látszólagos aktiválási energiájának meghatározását. A 2.5. fejezetben már említett módszerekkel, valamint azok átlagolásával a legnagyobb hőjelenséggel járó folyamatot, a β'' (koherens Mg_2Si) fázis kiválását elemeztem.



21. ábra: Az aktiválási energia meghatározása Kissinger, Matusita, Augis-Benett és Takhor módszerekkel

A különböző módszerekkel számolt aktiválási energiák értékei az alábbi táblázatban láthatóak:

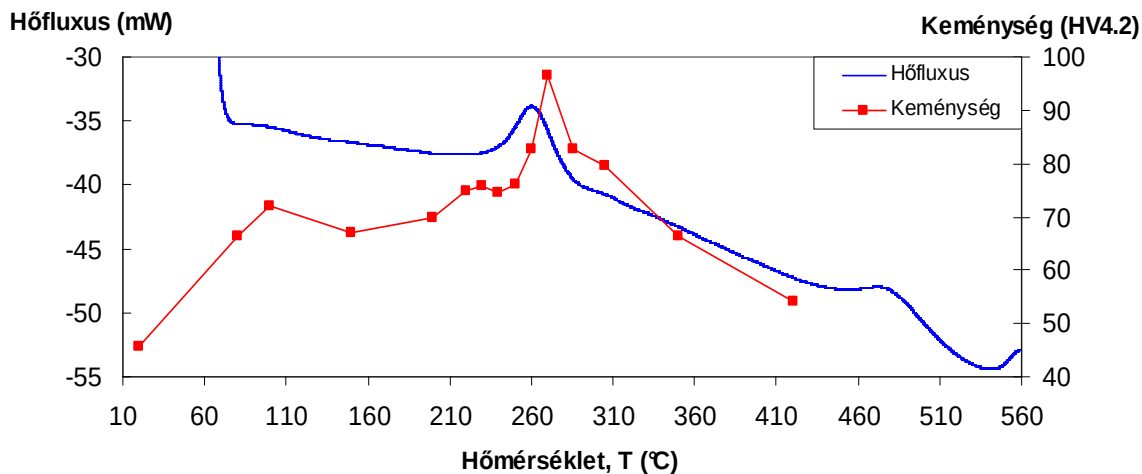
Módszer	Aktiválási energia értéke [J/mol]
Kissinger	115897,2
Matusita	124892,9
Augis-Benett	120395
Takhor	119937,8
Átlag	120280,7

9. táblázat: Az aktiválási energia értékei az egyes módszerek számításai szerint

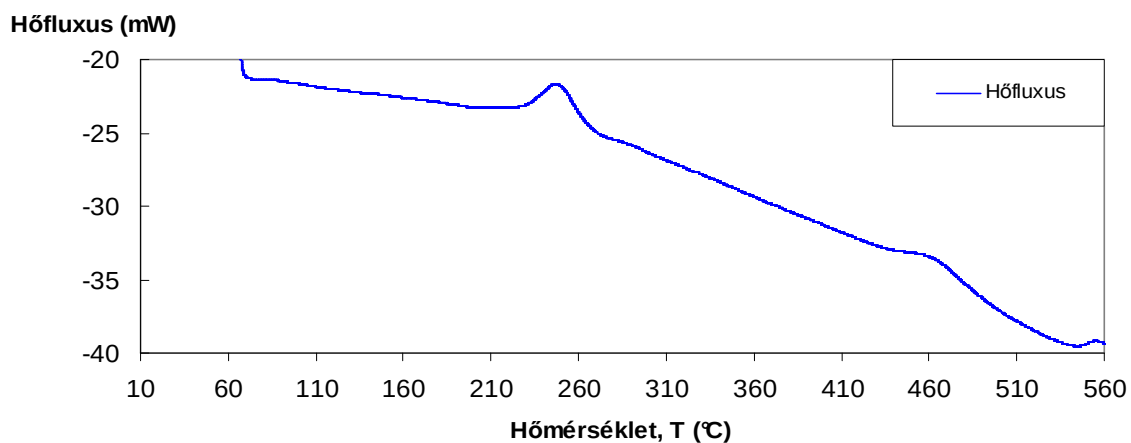
A mérések alapján elvégzett számítások igazodnak Önböli Norbert eredményeihez [2], aki szerint a látszólagos aktiválási energia becslése során a Kissinger és Takhor módszerhez képest az Augis-Benett és a Matusita módszer viszonylag magasabb értékeket ad.

3.4. Kismértékű képlékeny alakváltozás hatása a kiválási folyamatra

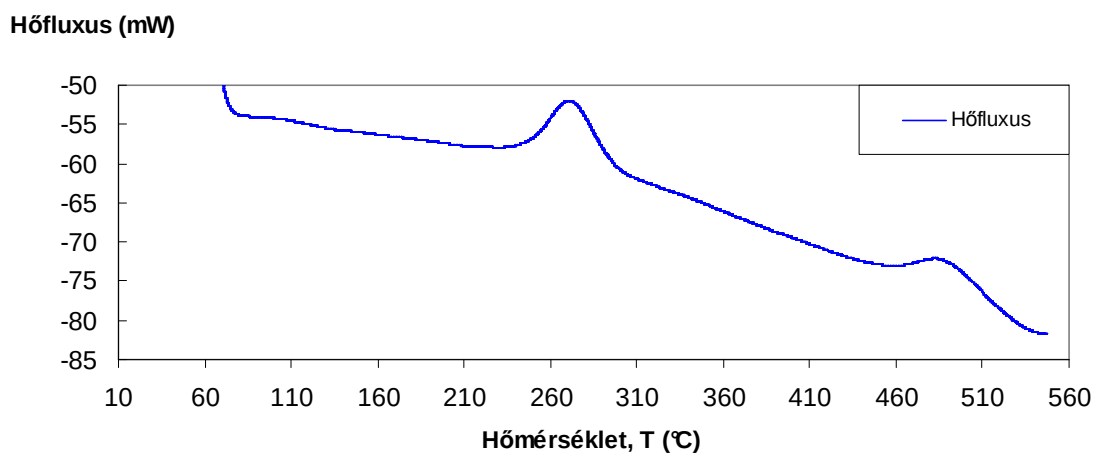
Vizsgálatom következő fázisa az előző kísérlet megismétlése, azzal a különbséggel, hogy ezúttal a próbatesteket közvetlenül az oldó hőkezelést követően képlékeny alakításnak vetettem alá. Az oldó izzítás hőmérséklete ezúttal is 560 °C, a hőtartási idő ismét egy óra volt. Az izzítást követő képlékenyalakító eljárásnak a zömítést választottam. A mérésből két sorozatot végeztem el, melyek során a próbatesteket különböző mértékben alakítottam. Az első kísérlet során a korongok alakításának mértéke $\lambda=0,0513$, a második esetben $\lambda=0,1625$ volt. Az öregítési vizsgálatokat ezúttal is 15, 30 és 50 K/min hevítési sebesség mellett végeztem. A 30 K/min felfűtési sebességhez tartozó kísérleteket ezúttal is keménységmérésekkel egészítettem ki, a maradék kettő esetében a keménységét csak a DSC-görbe alapján valószínűsített maximumnál mértem. A $\lambda=0,0513$ alakváltozással zömített próbatestekhez tartozó mérési eredmények az alábbi diagramokon láthatóak:



22. ábra: A hőfluxus és a keménység alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 30 K/min hevítési sebesség mellett $\lambda=0,0513$ alakváltozással zömített próbatest esetén

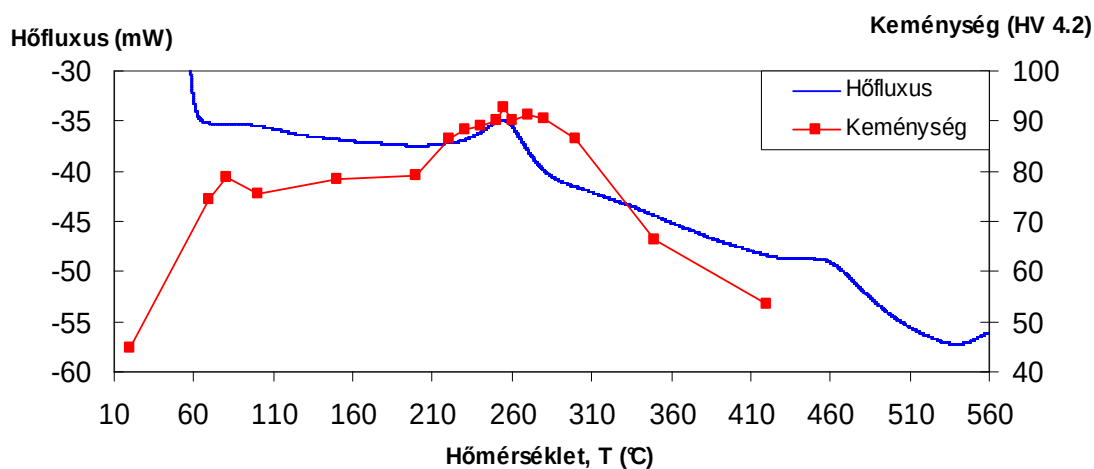


23. ábra: A hőfluxus alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 15 K/min hevítési sebesség mellett $\lambda=0,0513$ alakváltozással zömített próbatest esetén

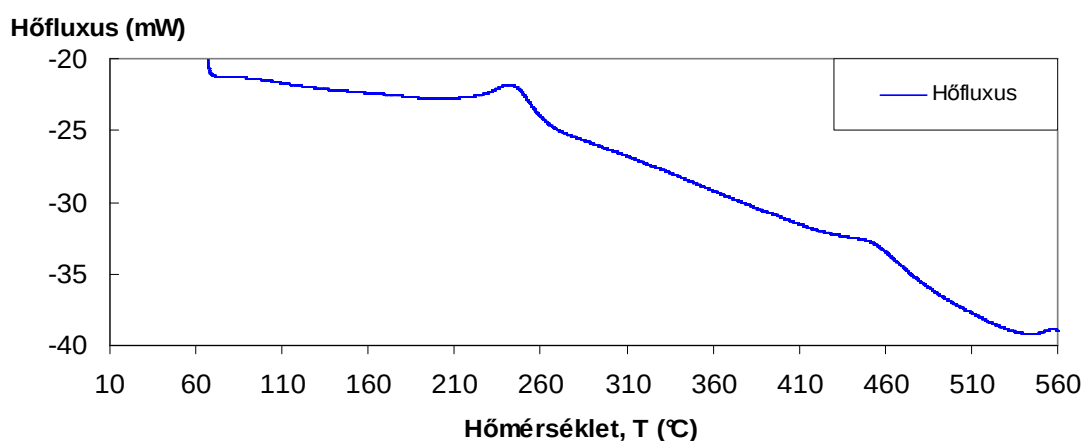


24. ábra: A hőfluxus alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 50 K/min hevítési sebesség mellett $\lambda=0,0513$ alakváltozással zömített próbatest esetén

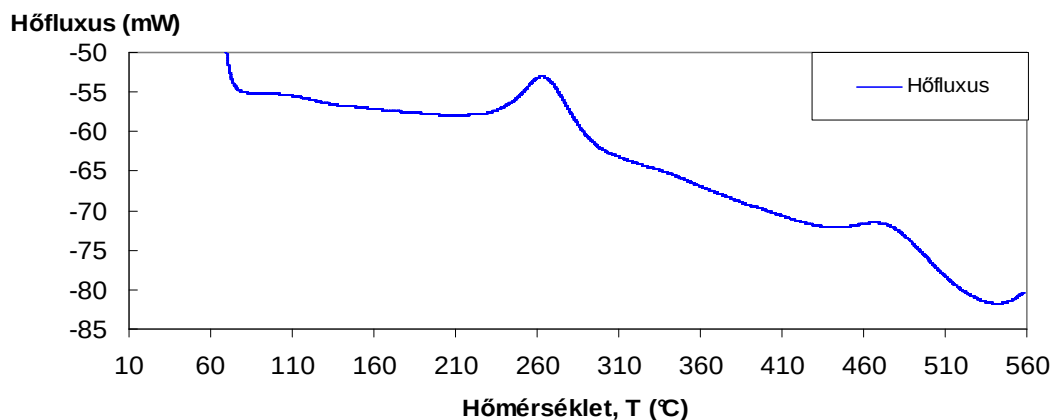
A $\lambda=0,1625$ alakváltozással zömített próbatestekhez tartozó mérési eredmények az alábbi diagramokon láthatóak:



25. ábra: A hőfluxus és a keménység alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 30 K/min hevítési sebesség mellett $\lambda=0,1625$ alakváltozással zömített próbatest esetén

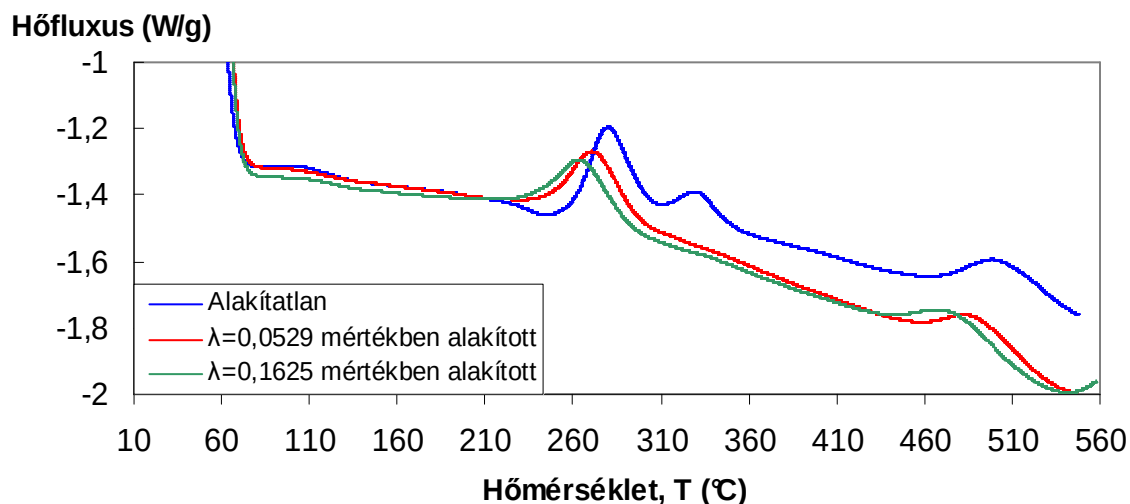


26. ábra: A hőfluxus alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 15 K/min hevítési sebesség mellett $\lambda=0,1625$ alakváltozással zömített próbatest esetén



27. ábra: A hőfluxus alakulása a mesterséges öregítés hőmérsékletének függvényében 50 K/min hevítési sebesség mellett $\lambda=0,1625$ alakváltozással zömített próbatest esetén

A mérések elvégzésével kapott DSC-görbéket összevetettem egymással, illetve a már korábban, az alakítatlan próbatesten végzett kísérletek során felvettekkel. Így lehetővé vált számomra annak elemzése, milyen módon befolyásolja a szegregációs folyamatokat az oldó izzítás és az öregítő hőkezelés közé iktatott zömítő alakítás. Az egyes hevítési sebességeknél a folyamatok változása hasonló volt, alakulásukat az alábbiakban csak a 30 K/min-hez tartozó görbéken szemléltetem.



28. ábra: A hőfluxus alakulása mesterséges öregítés esetén 30 K/min hevítési sebesség mellett különböző mértékben alakított próbatestek esetén

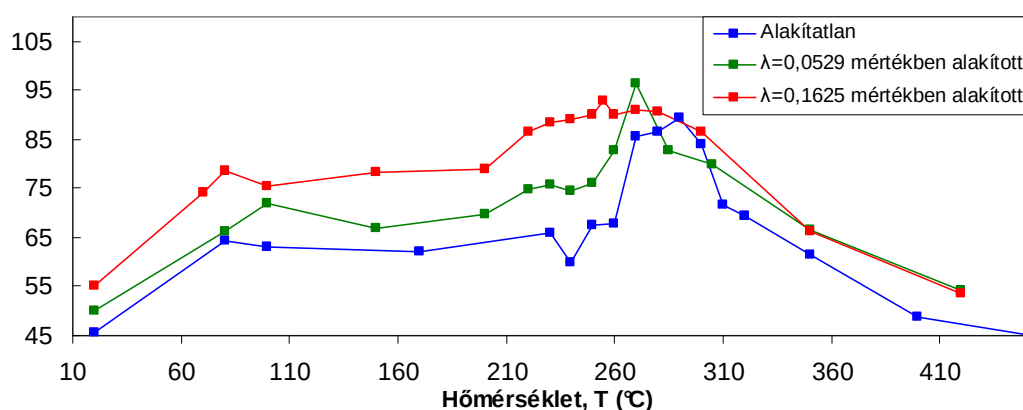
A próbatestek deformációja az alacsony hőmérsékleten korábban megfigyelhető atomok csoportosulásának intenzitását kis mértékben csökkentette, ahogy ez a 100 °C környékén megjelenő exoterm csúcs méretének csökkenéséből, valamint a visszaoldódásukat jelző, 250 °C-nál esedékes endoterm hőjelenség eltűnéséből következtethető. Ezt különböző szakirodalmakban a vakanciák számának alakítás miatti növekedésével magyarázzák [8]. A főleg Si atomokból álló csoportosulások be tudnak épülni az alakítás során keletkezett résekbe, így kiválásuk intenzitása csökken. Az első kiválási jelenség kisebb intervalluma végett a GP I.-es zóna alacsonyabb hőmérsékleten elkezd kialakulni. Mivel a 250 °C körül esedékes oldódás elmaradt, a zónák jelen esetben a koherens β'' (koherens Mg_2Si) fázis magjaként szolgálnak. Ehhez a folyamathoz köthető az első jelentős exoterm hőeffektus, mely ezúttal kb. 20 °C-kal alacsonyabb hőmérsékleten valósul meg. Az alakítatlan próbatestek esetében a csúcspontját 300 °C körül elérő szintén exoterm hőhatás, mely a β' (félkoherens Mg_2Si) fázissá történő átalakulás miatt jelentkezett, most teljesen eltűnt. Egyes szakirodalmi

források szerint ennek oka, hogy a β'' fázis kiválásával párhuzamosan félkoherens β' -vé alakul. Ez a nagy diszlokáció-sűrűségnek tudható be, amit az oldó izzítás utáni zömítés okozott [8]. Az egyensúlyi β fázis kiválásához és oldódásához tartozó hőeffektusok lokális szélsőértékei alacsonyabb hőmérsékleten jelentek meg.

Általánosan elmondható, hogy az $\lambda=0,0513$, valamint a $\lambda=0,1625$ alakváltozással alakított próbatestek görbéit elemezve az alakítási mérték növelésének hatására a kiválási és oldódási folyamatok alacsonyabb hőmérséklettartományban játszódnak le.

Az AA 6082 alumíniumötvözet DSC-görbéjének alakulásában történt, fentebb felsorolt változások kétség kívül az oldó izzítást követő kis mértékű zömítésnek tulajdoníthatók.

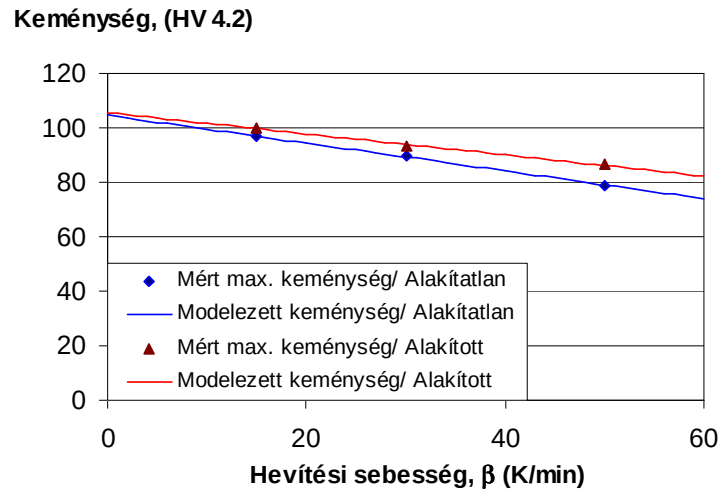
Keménység, (HV4,2)



29. ábra: A keménység alakulása mesterséges öregítés esetén 50 K/min hevítési sebesség mellett különböző mértékben alakított próbatestek esetén

Az alakított próbatestek esetében a keménység értékeinek alakulása hasonló jelleget mutat az alakítatlanéhoz. A DSC-görbéknek megfelelően a csúcsok ezúttal is balra tolódtak, tehát a kiválási folyamatokkal együtt a keménységek változása is alacsonyabb hőmérséklettartományokban következik be. A csúcskeménység elérése előtt a 100 – 200 °C hőmérséklet-intervallumban stagnáló keménység az alakítás mértékének növelésével együtt egyre magasabb, ez nyilvánvalóan az alakítási keményedés következménye.

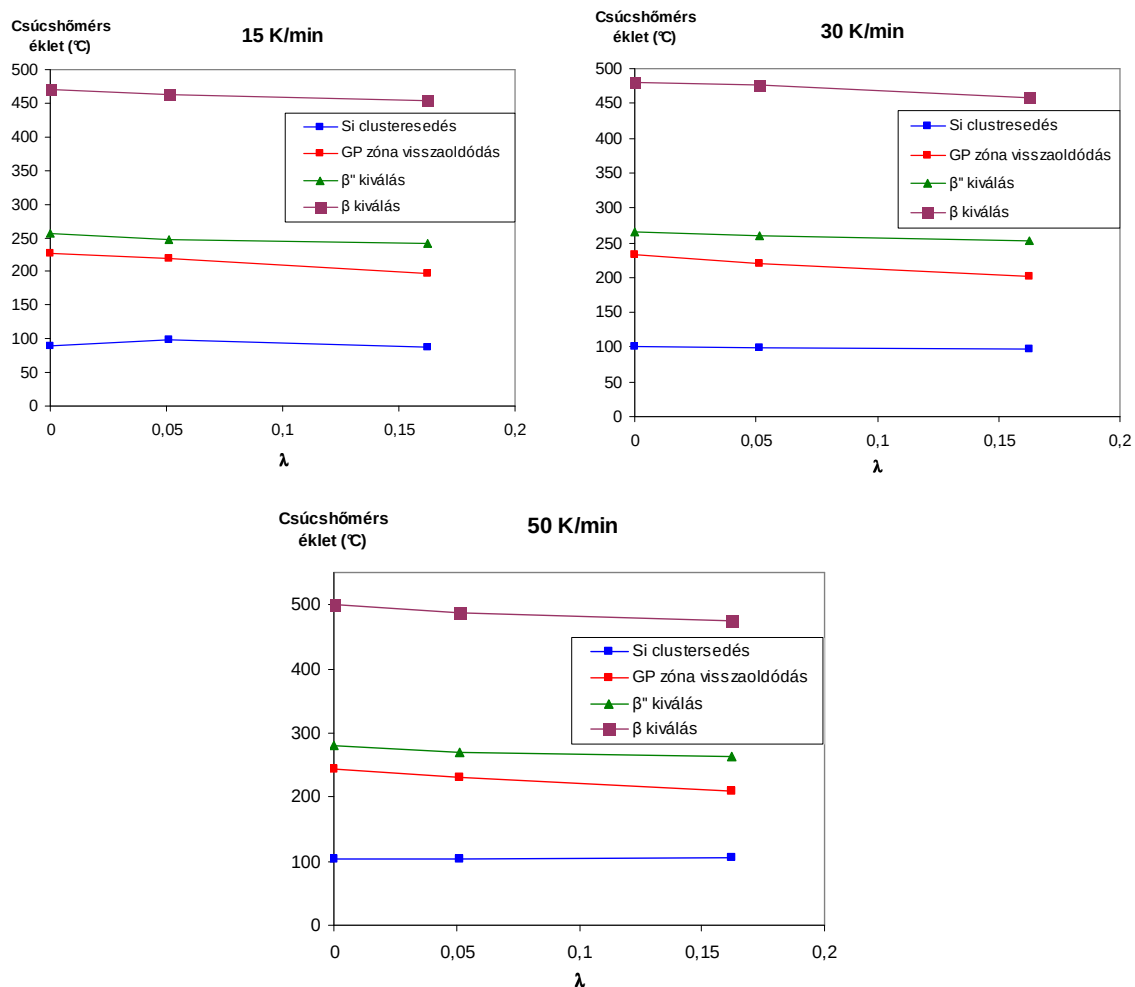
Az alábbiakban látható diagramon a maximális keménységek értékeit ábrázoltam különböző hevítése sebességek mellett az alakítatlan és a $\lambda=0,1625$ alakváltozással zömített próbatest esetében.



30. ábra: A maximálisan elérhető keménység alakulása a hevítési sebesség függvényében alakított, illetve alakítatlan munkadarab esetén

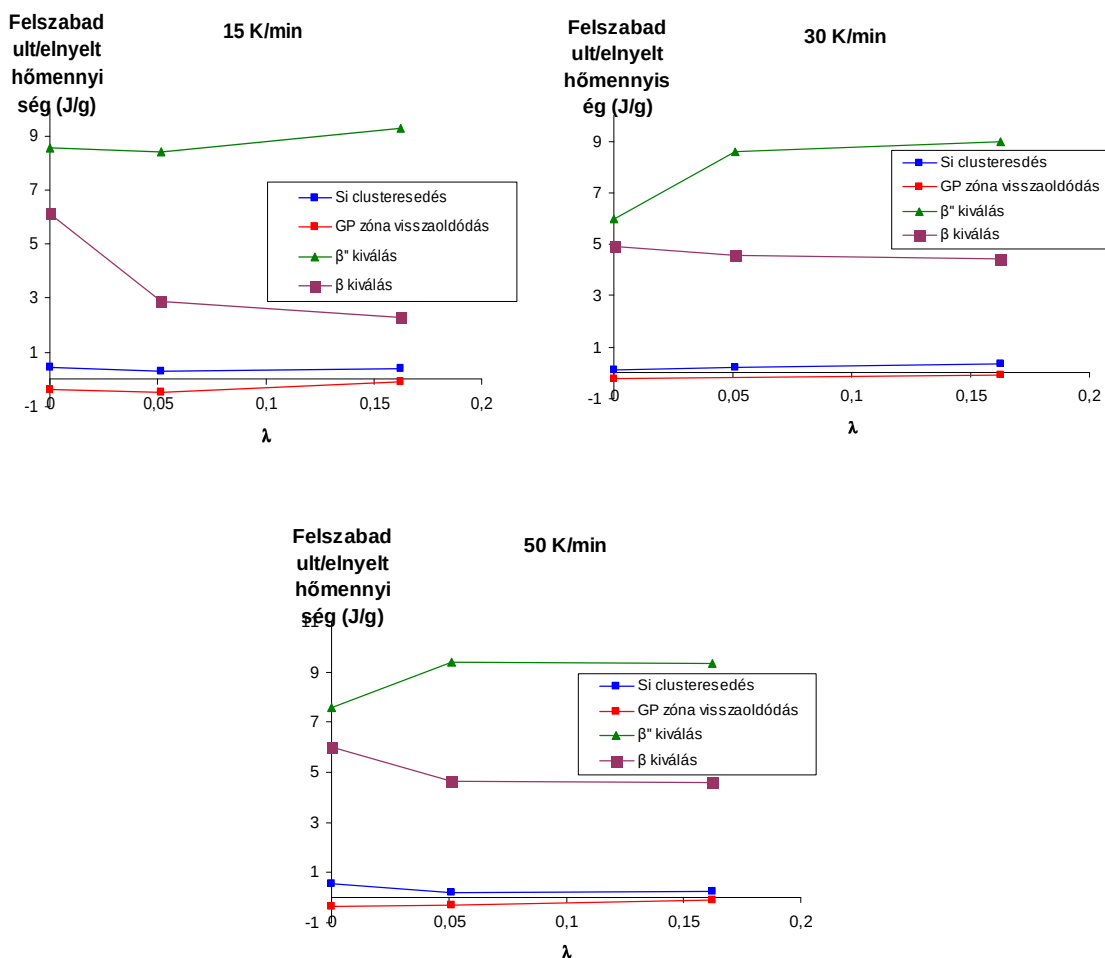
A diagram szerint főleg magasabb hevítési sebesség esetén lép fel észlelhető különbség a keménységben. Izotermás öregítés esetében a maximális keménység független lenne az alakítás mértékétől.

A következő diagramok néhány jellegzetes hőeffektushoz tartozó csúcsokhoz köthető hőmérsékletet illetve az elnyelt/felszabadult hőmennyiséget mutatják az alakítás mértékének függvényében.



31. ábra: A maximális hőfluxushoz tartozó hőmérséklet egyes folyamatokra vonatkozólag az alakítás mértékének függvényében

Az egyes hőeffektusok csúcsához tartozó hőfokok az alakítás hatására csökkennek. Megfigyelhető, hogy minél magasabb hőmérsékleten jelentkezik egy hőeffektus, az alakítás mértéke annál nagyobb befolyással van rá.

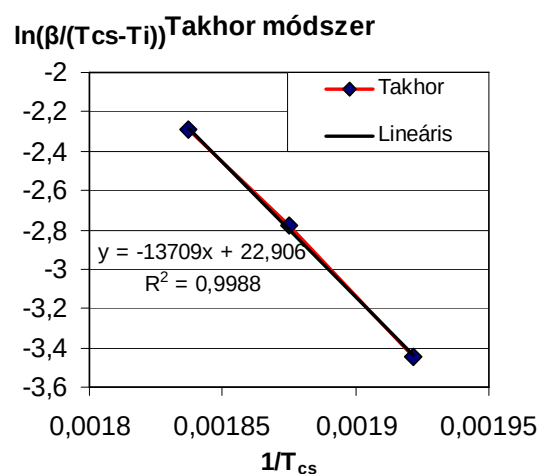
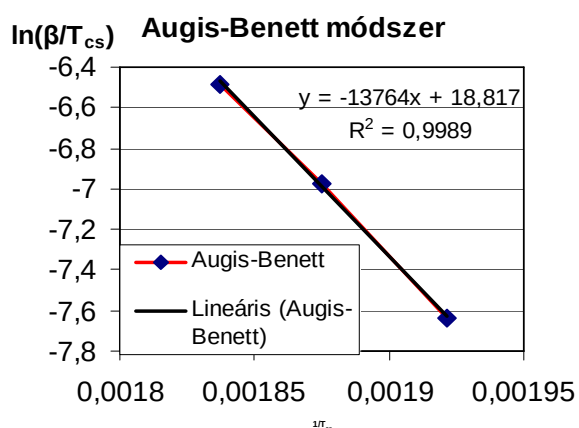
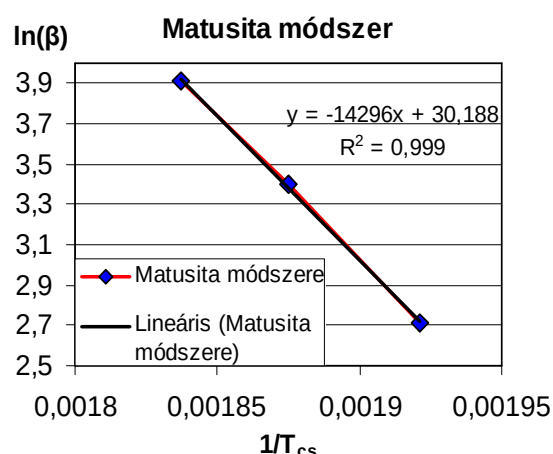
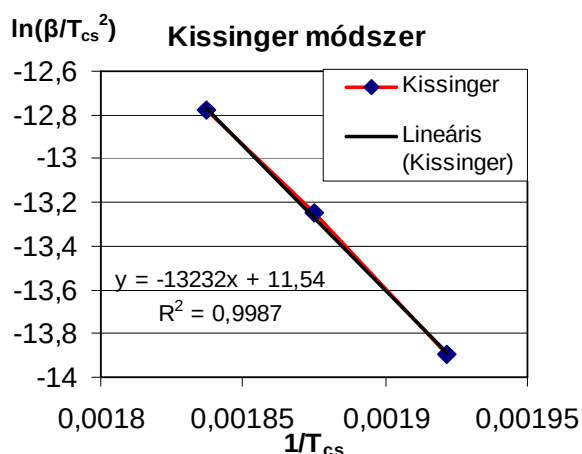


32. ábra: A maximális hőfluxushoz tartozó hőmennyiség elnyelés/felszabadulás egyes folyamatokra vonatkozólag az alakítás mértékének függvényében

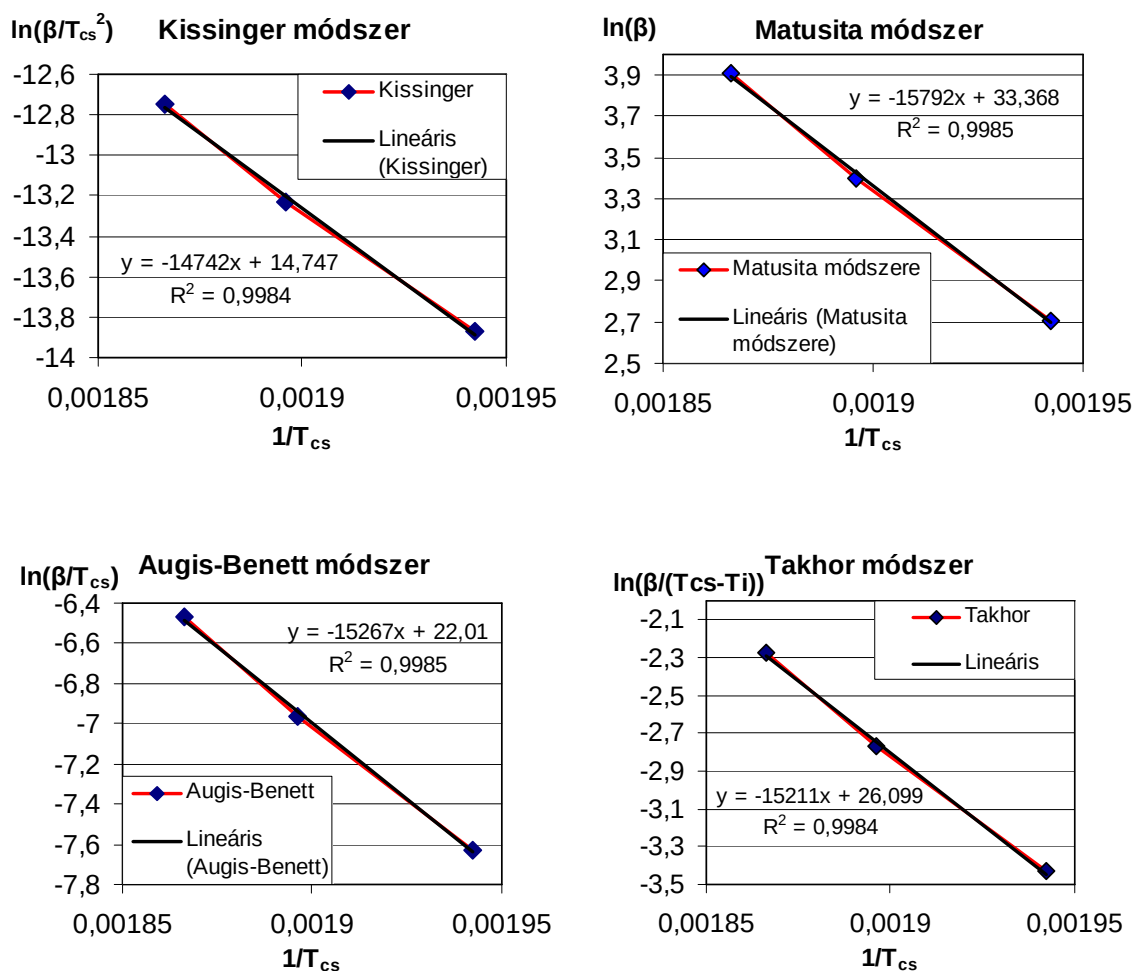
Az egyes folyamatokhoz tartozó hőelnyelés és felszabadulás az alakítás hatására szintén változott. Mint azt már a korábbiakban részleteztem a 100 °C környékén jellemző atomcsoportosulások –clusterek- kialakulásának intenzitása, így a folyamat által felszabadított hőmennyiség is csökkent. A GP zónák részleges visszaoldódása az alakítás után nagyrészt eltűnt, így az endoterm folyamat hőelnyelése az alakítás hatására nullához tart. A β'' fázis kiválásához tartozó hőfelszabadulás az egyetlen olyan exoterm folyamat, amely növekvő tendenciát mutat. Feltételezésem szerint ennek oka, hogy alakított darabok esetében a koherens β'' fázis kialakulása és átalakulása β' félkoherens fázissá párhuzamosan történik, így ez esetben az egyébként két külön folyamat által felszabadított hő összeadódott, és több lett, mint az alakítatlan esetében. Az egyensúlyi β fázis kialakulása során a szokásos csökkenő trendet figyelhetjük meg az alakítás függvényében.

3.4.1. Az aktiválási energia meghatározása

A DSC-görbék segítségével az alakított próbatestek esetében is meghatároztam a 2.5. fejezetben már említett módszerekkel, a β'' (koherens Mg_2Si) fázis kiválásának látszólagos aktiválási energiáját. Az egyes módszerekhez tartozó diagramok az alábbiakban láthatóak.



33. ábra: Az aktiválási energia meghatározása Kissinger, Matusita, Augis-Benett és Takhor módszerekkel $\lambda=0,0513$ alakváltozással alakított próbatestek esetében



34. ábra: Az aktiválási energia meghatározása Kissinger, Matusita, Augis-Benett és Takhor módszerekkel $\lambda=0,1625$ alakváltozással alakított próbatestek esetében

Az alakítatlan, valamint a két eltérő mértékben alakított próbatestek különböző módszerekkel számolt aktiválási energiái az alábbi táblázatban láthatóak:

	Alakítatlan [J/mol]	$\lambda=0,0513$ alakváltozással zömített [J/mol]	$\lambda=0,1625$ alakváltozással zömített [J/mol]
Kissinger	115897,2	110010,8	122980,7
Matusita	124892,9	118856,9	131294,7
Augis-Benett	120395	114433,9	126929,8
Takhor	119937,8	113976,6	126464,3
Átlag	120280,7	114319,6	126917,4

10. táblázat: Az aktiválási energia értékei az egyes módszerek számításai szerint különböző mértékben alakított próbatestek esetében

4. Összefoglalás

Dolgozatomban az AA 6082 jelzésű alumíniumötvözet kiválásos keményítését vizsgáltam, különös tekintettel a kiváló fázisok és a keménység kapcsolatára. Meghatároztam az ötvözet hőkezelésének szilárdsági jellemzők szempontjából optimális paramétereit. Az általam vizsgált tartományban az oldó izzítás hőmérsékletének optimuma $T = 550-560\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ra, míg a hőntartás ideje $t = 40-60\text{ [min]}$ -re adódott. Megvizsgáltam a természetes öregedés során a keménység növekedését is, melyből megállapítottam, hogy a változások jelentős része az oldó hőkezelést követő 3-4 napban játszódik le, de a nemesedés folyamata még több mint fél év után is észrevehető. Az általam vizsgált tartományban a legnagyobb keménységi értékeket produkáló izzítási paraméterekhez tartozó függvényre matematikai modellt illesztve becsülhetővé tettem a hevertetés során elérhető keménységet. Szakítóvizsgálatok segítségével bebizonyítottam, hogy adott anyag szilárdsági tulajdonságai (folyáshatár, szakító szilárdság, nyúlás) természetes öregedés során a keménységgel lineárisan változnak.

Előzetesen $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on, 1 órás hőntartással oldó hőkezelt próbatesteket DSC berendezéssel lineáris hevítési sebesség mellett mesterségesen öregítettem. Ennek során meghatároztam a szegregációs nemesítés közben kialakuló nem egyensúlyi fázisok kiválási folyamatainak jellegzetes hőmérséklettartományát, továbbá az egyes fázisok jelenlétekor mérhető keménységet. Az adott vizsgálatot különböző hevítési sebességgel elvégezve modellt állítottam fel, mellyel a hevítési sebességet 0 K/min -re extrapolálva becsülhető az izotermás öregítéssel elérhető maximális keménység, melynek értéke: $105\text{ HV}_{4.2}$.

Megvizsgáltam különböző mértékű képlékenyalakítás hatásait a kiválási folyamatokra. A DSC-berendezés által generált eredmények segítségével kielemeztem, hogy a zömítés, illetve annak mértéke milyen módon befolyásolja a kiválási folyamatokat és az elérhető keménységet. A különböző alakíttottsági mértékű próbatestek esetében meghatároztam a koherens β'' fázis kiválásának látszólagos aktiválási energiáját. Ennek értéke mind az alakítatlan, mind az alakított próbatestek esetében 120 kJ/mol értékűre adódott.

Jövőbeli terveim közt szerepel izotermás és többlépcsős mesterséges öregítés mellett a kiválási folyamatok vizsgálata, valamint a kiválások és a hozzájuk tartozó keménység változásának matematikai modellezése.

5. Irodalomjegyzék

- [1] Fodor Árpád: AlMgSi1 ötvözet intenzív képlékenyalakítása, PhD értekezés, Budapesti Műszaki Egyetem, Budapest, 2008
- [2] Ömböli Norbert: Újrakristályosodás kinetikai kiértékelő módszereinek összehasonlítása, TDK dolgozat, Miskolci Egyetem, 2007
- [3] Dr. Kisfaludy A., Réger M., – Tóth L.: Szerkezeti anyagok II., Óbudai Egyetem, Budapest, 2010
- [4] Acélok hőkezelései III., laborgyakorlati segédlet, Óbudai Egyetem, Anyagtudományi és Gyártástechnológiai Intézet
- [5] Megújulás, újrakristályosodás és kiválásos keményedés, laborgyakorlati segédlet, Budapesti Műszaki Egyetem, Anyagtudomány és Technológia Tanszék
- [6] Dr. Tóth Tamás: Az alumínium és ötvözetek, Főiskola Kiadó, Dunaújváros, 2001
- [7] David G. Cahill: Precipitation Hardening (Kiválásos keményítés), oktatási segédanyag, University Of Illinois at Urbana-Champaign, Department of Materials Science and Engineering
- [8] Birol, Y.: DSC analysis of the precipitation reactions in the alloy AA6082 (Az AA6082 jelzésű ötvözet kiválási folyamatainak vizsgálata DSC analízissel), Akadémia Kiadó, Budapest, 2006
- [9] G. Mrówka-Nowotnik: Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxx alloys (A 6xxx ötvözetek kémiai összetételének hatása a nemesítés során kialakuló mikroszerkezetre és mechanikai tulajdonságokra), Archives of Materials Science and Engineering, 46. kötet, 2. kiadás
- [10] Rong Hu, Tomo Ogura, Hiroyasu Tezuka, Tatsou Sato, Qing Liu: Dispersoid formation and Recrystallization Behavior in an Al-Mg-Si-Mn Alloy, J. Mater. Sci. Technol., 2010, 26(3), 237-243.
- [11] Wolfgang Lacom, Krystyna Spiradek: Assesment of thermal-treatment conditions for age-hardenable particulate reinforced aluminium alloys by calorimetric methods, Thermochimica acta 310 (1998), 125-132.
- [12] B.C. Shang, Z.M. Yin, G. Wang, B. Liu, Z.Q. Huang: Investigation of quench sensitivity and transformation kinetics during isothermal treatment in 6082 aluminium alloy, Materials and Design, 32, 2011., 3818-3822.

- [13] C. D. Marioara, S. J. Andresen, J. Jansen, H. W. Zandbergen: The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β'' phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy, *Acta Materialia*, Vol. 51, 2003. , 789-796.
- [14] C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. Jansen, H. W. Zandbergen: Atomic model for GP-zones in a 6082 Al-Mg-Si system, *Acta mater.*, Vol. 49., 2001., pp. 321-328.
- [15] Bárczy Pál: Az AlMgSi 1 ötvözet kiválási folyamatainak vizsgálata ellenállásméréssel, *Bányászati és Kohászati Lapok. Kohászat.* 1973. (106. évf.) 8. sz. p. 379-382.
- [16] Bárczy Pál: Az AlMgSi1 ötvözet kiválási folyamatainak elektronmikroszkópos vizsgálata. In: IX. Kohászati Anyagvizsgáló Napok: Balatonaliga, 1977. május 2-5. 1977. Kohászati Anyagvizsgáló Napok (9.) (1977) (Balatonaliga)
- [17] Bárczy Pál: Clustering AlMgSi ötvözetekben. In: A VI. Kohászati anyagvizsgáló napok előadásai: Balatonszéplak, 1971. június 3-5. Budapest: OMBKE, 1971. Kohászati Anyagvizsgáló Napok (6.) (1971) (Balatonszéplak)
- [18] E. S. Watson, M. J. O'Neill: A Differential Scanning Calorimeter for Quantitative Differential Thermal Analysis Chemistry, 1964, Vol. 36, No. 7., p 1238-1245
- [19] Perkin-Elmer DSC-8000 kezelési útmutató