

Korelisanje uticaja veličine i sadržaja ojačavajućih čestica Al₂O₃ na tvrdoću kompozita sa aluminijumskom matricom dobijenih metodom vrtložnog livenja

Jasmina Lj. Petrović¹, Srba A. Mladenović¹, Aleksandra T. Ivanović², Ivana I. Marković¹ i Svetlana Lj. Ivanov¹

¹Univerzitet u Beogradu, Tehnički fakultet u Boru, Bor, Srbija

²Institut za rudarstvo i metalurgiju Bor, Bor, Srbija

Izvod

U ovom radu, za izradu kompozita sa metalnom matricom dobijenih metodom vrtložnog livenja, korišćena je legura EN AW 6061 kao metalna osnova, a čestice Al₂O₃ kao ojačivač. Kompoziti sa metalnom matricom su značajni inženjerski materijali i potrebno je detaljno proučiti načine proizvodnje i faktore koji utiču na mehanička svojstva. U tu svrhu, primenjen je planirani eksperiment i matematički je modelovana tvrdoća. Za razvoj korelacionog modela korišćen je pun faktorni plan eksperimenata, 3². Veličina i maseni udeo ojačavajućih čestica Al₂O₃ bili su uticajni faktori, a vrednosti tvrdoće odziv sistema. Uticajni faktori posmatrani su na tri nivoa: 50, 80 i 110 μm za veličinu čestica i 2, 5 i 8 mas. % za sadržaj ojačivača. Izmerene vrednosti tvrdoće, kretale su se u opsegu od 72 HV10 do 80 HV10. Višestrukom regresionom analizom, dobijen je polinom drugog reda kojim se mogu predvideti vrednosti tvrdoće kompozita sa metalnom osnovom. Određivanje uticaja ulaznih faktora na odziv sistema i provera adekvatnosti dobijenog regresionog modela, izvršena je primenom analize varijanse. Analiza rezultata je pokazala da veličina i maseni udeo ojačavajućih čestica imaju značajan uticaj na vrednosti tvrdoće kompozita sa metalnom osnovom i da predloženi regresioni model potvrđuje eksperimentalno dobijene rezultate.

Ključne reči: metalna osnova; faktorni eksperiment; odziv sistema.

Dostupno na web stranici časopisa: <https://www.ache-pub.org.rs/index.php/HemInd/article/view/778>

STRUČNI RAD

UDK: 669.714:661.183.8:620.178

Hem. Ind. 75 (4) 195-204 (2021)

1. UVOD

Neprekidan razvoj nauke i tehnike doprineo je razvoju novih materijala za proizvodnju i dizajniranje inženjerskih proizvoda. Od sredine prošlog veka, posebna pažnja posvećuje se istraživanju kompozitnih materijala (kompozita) [1]. Kompoziti se sastoje od dva ili više materijala, različitih fizičkih i hemijskih osobina pri čemu su konačna svojstva kompozita bolja od svojstava sastavnih komponenti [2]. Veliki broj istraživača bavi se ispitivanjem čestičnih kompozita sa metalnom matricom (engl. Metal Matrix Composite - MMC). Kod ovih materijala razlikuju se dve osnovne sastavne komponente: metalna osnova (matrica) i ojačavajuća faza (ojačivač). Metali aluminijum, titan, magnezijum, bakar i njihove legure, najčešće se koriste kao osnova za izradu MMC [2,3]. Materijali za ojačavanje su keramičke čestice u obliku oksida (Al₂O₃, MgO, TiO₂), karbida (SiC, TiC, B₄C), nitrida (AlN, BN, Si₃N₄) i borida (TiB₂) [4,5]. Među njima, po značaju, posebno se ističu čestice Al₂O₃ i SiC [6]. Dodatak ojačivača metalnoj osnovi obezbeđuje: povećanu čvrstoću, veći modul elastičnosti, višu radnu temperaturu, poboljšanu otpornost na habanje, smanjenu težinu konstrukcionih delova, veliku električnu i toplotnu provodljivost, mali koeficijent termičkog širenja i dimenzionu stabilnost proizvoda u poređenju sa samim metalima i legurama [1,7-10]. MMC se odlikuju niskom cenom, izotropnim osobinama i mogućnošću proizvodnje upotrebom postojećih tehnologija [11,12]. Zastupljeni su u skoro svim granama industrije: automobilske, avio-industrije, vojnoj industriji, građevinarstvu, medicini i dr. Raznolikost u primeni, zahteva odgovore na mnoga pitanja u vezi sa dobijanjem i karakterizacijom metalnih kompozita [13,14].

Autor za prepisku: Jasmina Lj. Petrović, Univerzitet u Beogradu, Tehnički fakultet u Boru, Vojske Jugoslavije 12, 19210 Bor, Srbija

E-mail: jpetrovic@tfbor.bg.ac.rs

Članak primljen: 9. aprila 2021; Članak prihvaćen: 19 juna 2021; Članak publikovan: 19. jula 2021.

<https://doi.org/10.2298/HEMIND210409018P>



U proizvodnji MMC, značajnu ulogu ima postupak njihovog dobijanja. Način proizvodnje primarno utiče na raspodelu ojačavajućih čestica u metalnoj osnovi. Sve veći broj skorašnjih istraživanja bavi se rešavanjem pitanja selekcije odgovarajućih tehnika za proizvodnju MMC i odabira adekvatnog ojačavajućeg materijala [14-17]. Podela tehnika za proizvodnju kompozita izvršena je na osnovu stanja metalne osnove (tečno ili čvrsto) u momentu mešanja sa ojačivačem. Zbog svoje jednostavnosti, ekonomičnosti i visoke proizvodnosti, posebno se izdvaja postupak dobijanja MMC primenom metode vrtložnog livenja (engl. „stir casting“) [4, 10]. Postupak podrazumeva da se nakon pretapanja metala u odgovarajućoj peći, ubacivanje ojačivača vrši uz primenu mešanja rastopa. Tokom mešanja, dolazi do formiranja vrtloga, koji obezbeđuje unošenje veoma slabo kvašljivih čestica ojačivača unutar rastopa i njihovo raspoređivanje.

U brojnim radovima [17-21], eksperimentalno je proučavan uticaj različitih faktora (veličina, oblik i maseni udeo ojačavajućih čestica, brzina i vreme mešanja, oblik mešača, temperatura izlivanja) na osobine dobijenog kompozita. Detaljno razumevanje uticaja različitih faktora na ispitivanu osobinu podrazumeva dugotrajan, komplikovan i skup eksperimentalni rad. Potreban je veliki broj eksperimenata za optimizaciju ispitivane pojave ili određenog procesa. U cilju skraćivanja eksperimentalnog rada i smanjenja troškova, koristi se metoda odzivne površine (engl. Responce Surface Methodology - RSM). Ova metoda predstavlja zbir matematičkih i statističkih tehnika koje služe za modelovanje i analizu problema u kojima na odziv sistema (zavisno promenljiva - y) utiče nekoliko faktora (nezavisno promenljive - x_0, x_2, \dots, x_k) [22]. Metoda odzivne površine predviđa odziv sistema, analizira interakcije između faktora, definiše odnos između odziva i faktora i predviđa vrednosti odziva uz upotrebu ograničenog broja eksperimenata [23]. Brojni istraživači su koristili ovu metodu i razvili regresione modele za predviđanje različitih svojstava MMC [24,25].

Tako je razvijen regresioni model za predviđanje mikrotvrdoće kompozita na bazi aluminijumske legure EN AW 7075 ojačane česticama Al_2O_3 proizvedenih postupkom vrtložnog livenja koristeći faktorni plan eksperimenata sa četiri faktora na pet nivoa [24]. U drugoj studiji je za razvoj regresionog modela korišćena metoda odzivne površine i zaključeno je da je efekat zapreminskog udela ojačivača najuticajniji [25]. Na osnovu literaturnih istraživanja uticajnih faktora [26-29], primećeno je da na vrednosti tvrdoće, između ostalih, najviše utiču veličina i maseni udeo ojačavajućih čestica.

Cilj ovog rada je kreiranje regresionog modela na osnovu koga je moguće odrediti uticaj ispitivanih faktora (veličina i maseni udeo ojačavajućih čestica Al_2O_3) na tvrdoću aluminijumskih MMC. Za razvoj regresionog modela, bitan faktor je izbor plana eksperimenta [30]. U ovom ispitivanju, primenjen je pun faktorni plan eksperimenta (3^2). Statistička obrada rezultata izvedena je korišćenjem programskog paketa SPSS Statistics [31]. Adekvatnost matematičkog modela, statistički je proverena analizom varijanse (Analysis of variance - ANOVA) [22]. Ovakav pristup analizi uticajnih parametara, uz primenu odgovarajućeg plana eksperimenta, uspešno je primenjen u modelovanju mnogih metalurških procesa [32-37].

2. EKSPERIMENTALNI DEO

2. 1. Materijal i aparatura

Za izradu odlivaka korišćena je aluminijumska legura EN AW 6061 (Eling AD, Srbija) i čestice Al_2O_3 (Alumina DOO, Republika Srpska). Hemijski sastav korišćene legure, određen primenom spektrofotometra Niton XL3t, dat je u Tabeli 1 i on odgovara graničnim vrednostima propisanim standardom EN 573-3 [38].

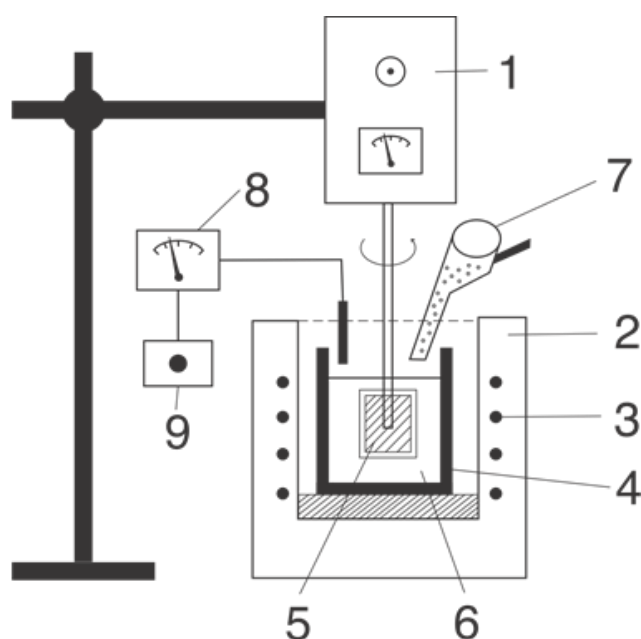
Prilikom izrade MMC, ojačavajuće čestice Al_2O_3 dodavane su u tri različite veličine, 50, 80 i 110 μm i tri različita masena sadržaja, 2, 5 i 8 %.

Uzorci za eksperimentalna ispitivanja dobijeni su metodom vrtložnog livenja. Šematski prikaz korišćene aparature za izvođenje ovog postupka prikazan je na Slici 1.

Tabela 1. Hemijski sastav legure EN AW 6061 propisan standardom [38] i izmerene vrednosti u uzorku

Table 1. Chemical composition of EN AW 6061 alloy according to the standard [38] and measured values in the alloy sample

Element	Količina, mas.%		
	Minimalna [38]	Maksimalna [38]	Izmerena
Si	0,5	0,9	0,82
Cu	0,15	0,40	0,15
Fe	0	0,7	0,29
Zn	0	0,25	0,11
Mg	0,8	1,2	0,84
Mn	0	0,15	0,04
Ni	0	0,05	<0,03
Pb	0	0,05	<0,04
Sn	0	0,05	<0,04
Ti	0	0,15	0,02
Cr	0,04	0,35	0,13
Ti+Zr	0	0,20	0,01
Al	ostatak	ostatak	ostatak



Slika 1. Šematski prikaz aparature za vrtložno livenje: 1 – motor sa regulacijom brzine, 2 – elektrootporna peć, 3 – grejači, 4 – grafitni lonac, 5 – mešač, 6 – istopljeni metal, 7 – levak za doziranje čestica ojačivača, 8 – termopar, 9 – regulator temperature
 Figure 1. Scheme of the stir casting experimental set up: 1 - motor with speed regulation, 2 - electric furnace, 3 - heaters, 4 - graphite crucible, 5 - mixer, 6 - molten metal, 7 - funnel for dosing of reinforcing particles, 8 - thermocouple, 9 - temperature regulator

2. 2. Opis eksperimenta

Postupak vrtložnog livenja se zasniva na infiltraciji ojačavajućih čestica Al_2O_3 u istopljenu metalnu aluminijumsku osnovu EN AW 6061 legure uz mešanje rastopa. Legura EN AW 6061 istopljena je u grafitnom loncu zagrevanjem u elektrootpornoj peći na $800^\circ C$. U istopljeni rastop dodat je 1 mas.% Mg (99,9 %, Wifred, Kina), kako bi se povećala kvašljivost ojačavajućih čestica. Posle potpunog topljenja, izvršeno je zahlađivanje rastopa do $710^\circ C$, kako bi se povećala viskoznost. Nakon zahlađenja, u rastop je stavljen mešač od alatnog čelika oblika ploče, koji je zagrejan u peći na $350^\circ C$ kako se ne bi dodatno zahladio rastop. Nakon početka mešanja u rastop su ravnomerno dodate čestice Al_2O_3 , koje su prethodno zagrejanje u peći 3 h na $500^\circ C$, radi uklanjanja vlage. Primenjena je brzina mešanja od 500 o/min. Nakon dodavanja ukupne količine ojačavajućih čestica, mešanje je nastavljeno još 5 min, u cilju njihove ravnomerne raspodele po celoj zapremini rastopa. Izlivanje MMC izvršeno je u grafitnom kalupu. Kalup je prethodno zagrejan na $350^\circ C$ radi

smanjenja poroznosti i ravnomernijeg očvršćavanja odlivka. Nakon dobijanja MMC sa različitim sadržajem (2, 5 i 8 mas.%) i različitom veličinom (50, 80 i 110 μm) Al_2O_3 čestica, izvršeno je merenje tvrdoće, pomoću Vikersovog aparata za merenje tvrdoće (VEB Leipzig, Nemačka) sa opterećenjem od 10 kg (HV10). Vreme zadržavanja pri maksimalnom opterećenju bilo je 10 s.

2. 3. Planirani eksperiment

U ovom radu, odziv sistema je tvrdoća kompozita (y), a uticajni faktori su veličina (x_1) i sadržaj (x_2) ojačavajućih čestica Al_2O_3 . Planirani eksperiment podrazumeva plansku promenu uticajnih faktora da bi se procenio njihov efekat na odziv sistema. Opšti oblik matematičke zavisnosti odziva sistema od uticajnih faktora prikazan je jednačinom [35]:

$$y = f(x_1, x_2) + \varepsilon \quad (1)$$

gde su: y – odziv sistema i zavisi od uticajnih faktora x_1 i x_2 ; ε – ukupna greška eksperimenta, sadrži slučajnu grešku merenja i uticaje spoljašnje sredine koji nisu obuhvaćeni funkcijom f ; $f(x_1, x_2)$ – površina predstavljena ovom funkcijom, odnosno odzivna površina.

Greška ε pokazuje razliku između izmerenih (stvarnih) vrednosti i vrednosti izračunatih po modelu. Ukoliko je greška manja, aproksimacija je bolja. U cilju smanjivanja greške, merenja tvrdoće su ponovljena deset puta za isti nivo faktora i izračunata je srednja vrednost.

Za predviđanja vrednosti tvrdoće kompozita na bazi legure EN AW 6061 ojačanih česticama Al_2O_3 , eksperimentalni podaci su modelovani regresionim polinomom drugog reda [13,17], oblika:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{12} x_1 x_2 \quad (2)$$

gde β_0 , β_1 , β_2 , β_{11} , β_{22} , β_{12} predstavljaju koeficijente regresije. β_0 je koeficijent regresije preseka modela; β_1 i β_2 su koeficijenti regresije linearnih članova; β_{11} i β_{22} su koeficijenti regresije kvadratnih članova; β_{12} je koeficijent regresije interakcije uticajnih faktora.

Izabrani pun faktorni plan eksperimenata, 3^2 , ima dva faktora od kojih je svaki sa tri nivoa (donji, osnovni i gornji), što znači ukupno 9 kombinacija nivoa faktora. U cilju lakšeg formiranja matrice, nivoi su kodirani sa -1, 0 i 1. Kodirane vrednosti su bezdimenzionalne veličine i izračunate su iz opšte jednačine [36]:

$$X = \frac{x - \frac{x_{\max} + x_{\min}}{2}}{\frac{x_{\max} - x_{\min}}{2}} \quad (3)$$

gde su: X – kodirana vrednost faktora; x - prava vrednost faktora; x_{\min} i x_{\max} – maksimalna i minimalna vrednost faktora, redom.

U Tabeli 2 prikazani su uticajni faktori, njihovi nivoi i intervali variranja faktora.

Tabela 2. Nivoi faktora modela

Table 2. Model factor levels

Faktor	Donji nivo	Osnovni nivo	Gornji nivo	Interval variranja
Veličina čestica ojačivača, μm	50	80	110	30
X_1	-1	0	1	
Sadržaj ojačivača, %	2	5	8	3
X_2	-1	0	1	

2. 4. Statistička analiza regresionog modela

Programski paket SPSS Statistics (IBM, NY) korišćen je za statističku analizu. Određeni su svi koeficijenti regresije (linearni, kvadratni i interakcije) i utvrđen je njihov efekat na predviđene vrednosti tvrdoće ANOVA testom. Rezultati statističke analize predstavljani su tabelama ANOVA.

ANOVA test sproveden je radi utvrđivanja adekvatnosti modela i značajnosti koeficijenata regresione jednačine. Zbir kvadrata, broj stepena slobode, srednji kvadrati, F - i p -vrednosti korišćeni su kao statistički parametri. Statistička značajnost uticajnih faktora analizirana je na osnovu vrednosti p . Faktori su statistički značajni ako je p -vrednost manja

od 0,05. Adekvatnost regresionog modela ispitana je određivanjem koeficijenta determinacije (R^2) koji pokazuje koji procenat varijanse odziva sistema objašnjava model. Značaj modela je proveren pomoću F -testa.

3. REZULTATI I DISKUSIJA

U ovom radu analizirana su dva uticajna faktora na tri nivoa. Korišćen je pun faktorni plan eksperimenta, 3^2 . Napravljeno je 9 uzoraka različitog sastava na kojima je merena tvrdoća. Izvršeno je deset merenja tvrdoće na svakom uzorku i izračunata srednja vrednost koja je korišćena u daljoj analizi. Razne kombinacije eksperimentalnih uslova (kodirani i nekodirani) sa odgovarajućim eksperimentalnim vrednostima tvrdoće (srednje vrednosti) predstavljene su u Tabeli 3. Eksperimentalne vrednosti tvrdoće kreću se u intervalu od 72 HV10 do 80 HV10. Najveća vrednost tvrdoće (80,45 HV10) izmerena je na uzorku sa najmanjom veličinom čestica Al_2O_3 (50 μm) i najvećim sadržajem (8 mas.%), a najmanje vrednosti tvrdoće (72,35 HV10) na uzorku sa najvećom veličinom čestica (110 μm) i najmanjim sadržajem (2 mas.%).

Tabela 3. Plan eksperimenata i odziv sistema

Table 3. Experimental design and system response

Broj eksperimenta	Kodirane vrednosti		Ulazne veličine		Tvrdoća, HV10 \pm standardna devijacija
	X_1	X_2	Veličina čestica, μm	Sadržaj, %	
1	-1	-1	50	2	73,28 \pm 2,25
2	-1	0	50	5	78,31 \pm 2,64
3	-1	1	50	8	80,45 \pm 3,04
4	0	-1	80	2	73,11 \pm 2,38
5	0	0	80	5	78,13 \pm 1,18
6	0	1	80	8	79,08 \pm 2,50
7	1	-1	110	2	72,35 \pm 1,14
8	1	0	110	5	77,91 \pm 2,59
9	1	1	110	8	78,51 \pm 2,16

Vrednosti koeficijena regresije, t -testa, p -vrednosti i statistike kolinearnosti, koju čine tolerancija i faktor povećanja varijanse (Variance inflation factor – VIF) date su u Tabeli 4.

Tabela 4. Vrednosti koeficijenta regresije

Table 4. Values of the regression coefficients

Model	Nestandardizovani koeficijent regresije		Standardizovani koeficijent regresije	t - test	p -vrednost
	β	Standardna greška	β		
Konstanta	78,117	0,228		343,214	0,000
X_1	-0,545	0,161	-0,157	-3,386	0,020
X_2	3,217	0,161	0,925	19,987	0,000
X_1X_1	0,028	0,295	0,005	0,096	0,929
X_2X_2	-1,987	0,279	-0,330	-7,127	0,001
X_1X_2	-0,252	0,208	-0,059	-1,212	0,312

Rezultati iz Tabele 4 pokazuju da linearni članovi uticajnih faktora imaju statistički značajan uticaj na formiranje modela odziva Y na nivou $p < 0,05$. Veći uticaj na predviđanje vrednosti tvrdoće ispitivanih aluminijumskih kompozita ima sadržaj, u odnosu na uticaj veličine ojačavajućih čestica. Ovo se može objasniti činjenicom da veći sadržaj Al_2O_3 daje gušću raspodelu ojačivača u matrici i na taj način je povećana dodirna površina između metala i čestica [41]. Statistički značajan uticaj na formiranje modela odziva Y ima i kvadratni član masenog sadržaja ojačavajućih čestica. Koeficijenti koji nisu statistički značajni (kvadratni član veličine čestica i član interakcije ulaznih faktora) izuzimaju se iz regresionog polinoma. Tako se poboljšava sposobnost predviđanja predloženog modela.

Uzimajući u obzir samo statistički značajne parametre, formiran je matematički model uticaja veličine čestica i sadržaja ojačivača na vrednosti tvrdoće ispitivanih aluminijumskih kompozita:

$$Y = 78,117 - 0,545X_1 + 3,217X_2 - 1,987X_2X_2 \quad (4)$$

Primenom regresionog polinoma (4) može se predvideti promena vrednosti tvrdoće dobijenog MMC, sa promenom veličine čestica i sadržaja ojačivača u granicama ispitivanih vrednosti ovih faktora.

Na osnovu vrednosti koeficijenata regresionog polinoma može se oceniti uticajnost pojedinih faktora. Vrednosti koeficijenata uz uticajne faktore X_1 i X_2 iznose -0,545 i 3,217. Poređenjem ovih vrednosti može se zaključiti da X_1 (sadržaj) ima pozitivan, a X_2 (veličina čestica) negativan uticaj na odziv sistema. Upoređivanjem standardizovanih koeficijenata β , takođe se može odrediti uticaj ispitivanih faktora na odziv sistema. Dolazi se do istih zaključaka kao i upoređivanjem koeficijenata regresionog polinoma.

Vrednovanje modela izvršeno je na osnovu rezultata statističke analize, korišćenjem vrednosti koeficijenta determinacije, R^2 (Tabela 5).

Tabela 5. Vrednovanje modela

Table 5. Model summary

Model	R	R^2	Korigovano R^2	Standardna greška procene
1	0,995	0,989	0,983	0,39422

Na osnovu rezultata prikazanih u Tabeli 5, zaključuje se da izabrani model objašnjava 98,9 % varijanse tvrdoće. Na osnovu literaturnih podataka [42] polinomi sa $R^2 > 95\%$ mogu se smatrati prihvatljivim rezultatom nelinearne višestruke regresije, odnosno da je primenjeni model faktornog eksperimenta adekvatan. Ovako visok koeficijent determinacije ukazuje na izuzetno slaganje eksperimentalnih vrednosti i onih koje se modelom predviđaju.

Za procenu statističke značajnosti R^2 i adekvatnosti modela korišćen je ANOVA test i rezultati odstupanja su prikazani u Tabeli 6.

Tabela 6. Rezultati ANOVA testa modela drugog reda

Table 6. Results of the ANOVA test of the final second order polynomial model

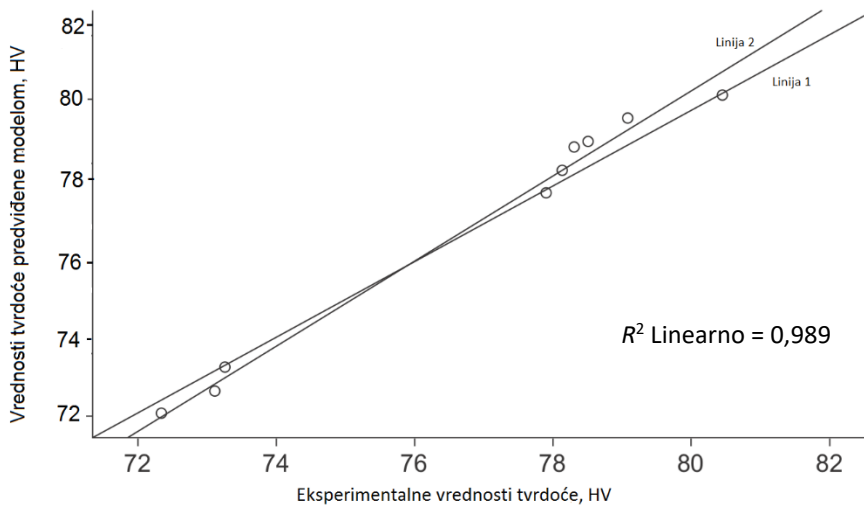
Izbor varijabiliteta	Suma kvadrata odstupanja	Broj stepena slobode	Srednji kvadrat odstupanja	f - test	p - vrednost
Model	71,758	3	23,919	153,910	0,000
Ostatak	0,777	5	0,155		
Ukupno	72,535	8			

Sastavni deo statističke analize je grafički prikaz slaganja eksperimentalnih i vrednosti predviđenih regresionim modelom (Slika 2). Linija 1 predstavlja idealan položaj, a Linija 2 regresionu liniju. Kružićima na grafiku predstavljene su izmerene vrednosti tvrdoće. Uočava se da izmerene vrednosti tvrdoće leže vrlo blizu regresione linije (Linije 2), što ukazuje na odlično slaganje eksperimentalnih i predviđenih vrednosti. Na podudarnost izmerenih i izračunatih vrednosti ukazuje i visoka vrednost koeficijenta determinacije $R^2 = 0,989$.

Na slici 3 predstavljena je odzivna površina koja prikazuje promenu odziva sistema, tvrdoće, sa promenom uticajnih faktora, veličine i sadržaja ojačavajućih čestica.

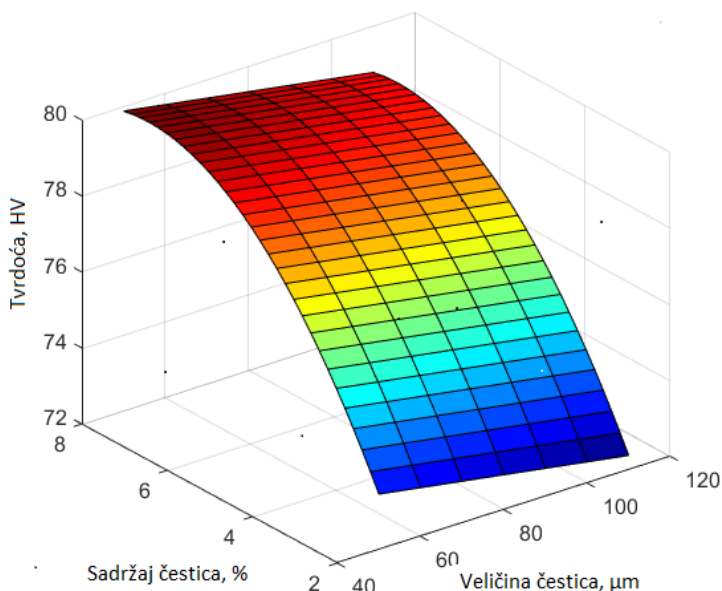
Posmatrajući grafik sa slike 3, može se zaključiti da predviđene vrednosti tvrdoće rastu sa smanjenjem veličine čestica ojačivača i sa povećanjem njihovog sadržaja u matrici.

Na granici ojačivač-matrica dolazi do povećanja energije naprezanja, kao posledica različitih koeficijenata termičkog širenja aluminijumske osnove i ojačivača. Ova naprezanja izazivaju deformaciju rešetke metalne osnove i pojavu novih dislokacija [43,44]. Povećanje tvrdoće uslovljeno je otežanim kretanjem dislokacija usled prisustva ojačavajućih čestica u metalnoj osnovi. Veći sadržaj i manje dimenzije ojačavajućih čestica dovode do manjeg međučestičnog rastojanja u metalnoj osnovi, dodatno otežavaju kretanje dislokacija i utiču na poboljšanje mehaničkih osobina [20,45].



Slika 2. Zavisnost između eksperimentalnih i predviđenih vrednosti tvrdoće (linija 1 - idealan položaj, linija 2 - regresiona linija, o - izmerene vrednosti tvrdoće)

Figure 2. Correlation between experimental and predicted hardness values (line 1 - ideal position, line 2 - regression line, o - measured hardness values)



Slika 3. Zavisnost predviđenih vrednosti tvrdoće aluminijumskog kompozita od uticajnih faktora

Figure 3. Dependence of predicted hardness values of the aluminum composite on the investigated influencing factors

4. ZAKLJUČAK

MMC materijali na bazi EN AW 6061 legure koji sadrže 2, 5 i 8 mas.% ojačavajućih čestica Al_2O_3 veličine 50, 80 i 110 μm uspešno su dobijeni metodom vrtložnog livenja. Na osnovu analize efekata uticaja veličine i sadržaja ojačavajućih čestica Al_2O_3 na tvrdoću dobijenih aluminijumskih kompozita, zaključuje se da vrednosti tvrdoće opadaju sa povećanjem veličine, a rastu sa povećanjem sadržaja ojačavajućih čestica. Najveća vrednost tvrdoće (80,45 HV10) dobijena je za MMC sa najmanjom veličinom čestica (50 μm) i najvećim sadržajem (8 mas.%), a najmanje vrednosti tvrdoće (72,35 HV10) za MMC sa najvećom veličinom čestica (110 μm) i najmanjim sadržajem (2 mas.%).

Efekat uticajnih faktora na tvrdoću aluminijumskih MMC ispitan je primenom planiranog eksperimenta i statističke analize. Korišćenjem punog faktornog plana eksperimenata, 3^2 , višestrukom regresionom analizom dobijena je matematička zavisnost za predviđanje vrednosti tvrdoće aluminijumskih MMC u funkciji veličine i sadržaja ojačavajućih čestica Al_2O_3 . Statističkom analizom utvrđeno je da na formiranje matematičkog modela promene tvrdoće statistički

značajan uticaj imaju linearni članovi uticajnih faktora (veličina i maseni sadržaj ojačavajućih čestica) i kvadratni član masenog udela. Kvadratni član veličine čestica i član interakcije uticajnih parametara, nemaju statistički značajan doprinos u predviđanju vrednosti tvrdoće.

Razvijeni regresioni matematički model pokazuje izuzetno slaganje sa eksperimentalnim vrednostima ($R^2=0,989$). Primenjeni RSM model može se uspešno koristiti za predviđanje vrednosti tvrdoće aluminijumskog MMC ojačanog Al_2O_3 česticama u posmatranom intervalu ulaznih faktora odnosno veličine i sadržaja čestica ojačivača.

Zahvalnica: Istraživanja predstavljena u ovom radu su urađena uz finansijsku podršku Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije, u okviru finansiranja naučno istraživačkog rada na Univerzitetu u Beogradu, Tehničkom fakultetu u Boru, prema ugovoru sa evidencionim brojem 451-03-9/2021-14/ 200131.

LITERATURA

- [1] Calister WD, Rethwisch DG. *Materials Science and Engineering, An Introduction*. 9th ed., New York, NY: Wiley; 2014 ISBN: 978-1-118-71718-9.
- [2] Mazumdar SK. *Composites Manufacturing: Materials, Product, and Process Engineering*. 1th ed., Boca Raton, USA: CRC Press; 2001 ISBN 0-8493-0585-3.
- [3] Campbell FC. *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*. 1th ed., ASM International, USA; 2008 ISBN: 978-0-87170-867-0.
- [4] Yigezu BS, Jha PK, Mahapatra MM. The key attributes of synthesizing ceramic particulate reinforced Al-based matrix composites through stir casting. *Materials and Manufacturing Processes*. 2013; 28: 969–979.
- [5] Yigezu BS, Mahapatra MM, Jha PK. Influence of reinforcement type on microstructure, hardness, and tensile properties of an aluminum alloy metal matrix composite. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 2013; 4: 124–130. <http://dx.doi.org/10.4236/jmmce.2013.14022>
- [6] Telang AK, Rehman A, Dixit G, Das S. Alternate materials in automobile brake disc applications with emphasis on Al composites—A technical review. *Journal of Engineering Research and Studies*. 2010; 1: 35–46.
- [7] Venci A, Šljivić V, Pokusová M, Kandeve M, Sun HG, Zadorozhnaya E, Bobić I. Production, microstructure and tribological properties of Zn-Al/Ti metal-metal composites reinforced with alumina nanoparticles. *Inter Metalcast*. 2021. <https://doi.org/10.1007/s40962-020-00565-5>
- [8] Venci A, Bobić I, Bobić B, Jakimovska K, Svoboda P, Kandeve M. Erosive wear properties of ZA-27 alloy-based nanocomposites: Influence of type, amount and size of nanoparticle reinforcements. *Friction* 2019; 7(4): 340–350. <https://doi.org/10.1007/s40544-018-0222-x>.
- [9] Manasijević S, Marković S, Radiša R. Primena novih tehnologija u cilju poboljšanja eksploatacionih svojstava klipova sus motora od aluminijumskih legura. *Zaštita materijala*. 2013; 1(54): 45–50. <http://idk.org.rs/wp-content/uploads/2013/12/8SRECKO.pdf>
- [10] Burzić M, Sedmak S, Burzić Z, Jaković D, Momčilović D. Uticaj sadržaja ojačivača na udarnu žilavost livenog Al-SiCp metal matričnog kompozita. *Integritet i vek konstrukcija*. 2002; 1-2: 11–14. <http://divk.inovacionicentar.rs/ivk/pdf/IVK1-2-2002-3.pdf>
- [11] Sakhive A, Palaninathan R, Velmurugan R, Rao PR. Production and mechanical properties of SiC_p particle-reinforced 2618 aluminum alloy composites. *J Mater Sci*. 2008; 43: 7047–7056. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-008-3033-z>
- [12] Bayraktar E, Masounave J, Caplain R, Bathias C. Manufacturing and damage mechanisms in metal matrix composites. *Journal of Achievements in Materia and Manufacturing Engineering*, 2008; 2(31): 294–300.
- [13] Miracle DB. Metal matrix composites from science to technological significance. *Compos. Sci. Technol*. 2005; 65 (15–16): 2526–2540. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.05.027>
- [14] Zhou MY, Ren LB, Fan LL, Zhang YWX, Lu TH, Quan GF, Gupta M. Progress in research on hybrid metal matrix composites. *J Alloy Compd*. 2020; 838: 1–40. <https://doi.org/10.1155/2020/3765791>
- [15] George B, Sankar A, Bibin KT. Fabrication and characterization of aluminium hybrid composite. *International Journal of Engineering Sciences and Research Technology*. 2018; 7(4): 437–446.
- [16] Shinde S. Manufacturing of aluminium matrix composite using stir casting method. *International Journal of Innovations in Engineering Research and Technology*. 2015; 2(5): 1–6.
- [17] Bharath V, Nagaralb M, V Auradib V, Kori S. Preparation of 6061Al- Al_2O_3 MMC's by stir casting and evaluation of mechanical and wear properties. *Procedia Materials Science*. 2014; 6: 1658–1667. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.07.151>
- [18] Alaneme KK, Bodunrin MO, Awe AA. Microstructure, mechanical and fracture properties of groundnut shell ash and silicon carbide dispersion strengthened aluminium matrix composites. *Journal of King Saud University – Engineering Sciences*. 2018; 30(1): 96–103. <https://doi.org/10.1016/j.jksues.2016.01.001>
- [19] Prabhu SR, Shettigar AK, Herbert MA, Rao SS. Microstructure and mechanical properties of rutile-reinforced AA6061 matrix composites produced via stir casting process. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 2019; 29: 2229–2236. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(19\)65152-6](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)65152-6)

- [20] Sajjadi SA, Ezatpour HR, Beygi H. Microstructure and mechanical properties of Al–Al₂O₃ micro and nano composites fabricated by stir casting. *Mater Sci Eng A*. 2011; 528: 8765-8771. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.08.052>
- [21] Baradeswaran A, Perumal AE. Study on mechanical and wear properties of Al7075/Al₂O₃/graphite hybrid composites. *Composites: Part B*. 2014; 56 : 464–471.
- [22] Montgomery DC. *Response Surface Methods and Other Approaches to Process Optimization*. In: Montgomery DC, Design and Analysis of Experiments. 1st ed., New York, NY: John Wiley & Sons; 1997 ISBN 978-1118-14692-7.
- [23] Khuri AI, Cornell JA. *Response Surfaces: Designs and Analyses*. 2nd ed., USA: CRC Press; 2019 ISBN 9780367401252.
- [24] Deshmanya IB, Purohit GK. Development of mathematical model to predict micro-hardness of Al7075/Al₂O₃ composites produced by stir-casting. *Journal of Engineering Science and Technology Review*, 2012; 5(1): 44-50.
- [25] Huda D, Baradie MA, Hasmi MSJ. Development of hardness model for MMCs (Al/A₂O₃). *Journal Materials Processing Technology*. 1994; 44: 81- 90. [https://doi.org/10.1016/0924-0136\(94\)90040-X](https://doi.org/10.1016/0924-0136(94)90040-X)
- [26] Anilkumar HC, Hebbar HS, Ravishankar KS. Mechanical properties of fly ash reinforced aluminium alloy (Al6061) composites. *International Journal of Mechanical and Mechatronics Engineering*. 2011; 6: 41–45.
- [27] Kok M. Production and mechanical properties of Al₂O₃ particle-reinforced 2024 aluminium alloy composites. *Journal of Materials Processing Technology*. 2005; 161: 381–387.
- [28] Kok M, Ozdin K. Wear resistance of aluminium alloy and its composites reinforced by Al₂O₃ particles. *Journal of Materials Processing Technology*. 2007; 183: 301–309. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2006.10.021>
- [29] Mahdavi S, Akhlaghi F. Effect of the SiC particle size on the dry sliding wear behavior of SiC and SiC–Gr-reinforced Al6061 composites. *J Mater Sci*. 2011; 46: 7883–7894. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-5776-1>
- [30] Pantelić I. *Uvod u reoriju inženjerskog eksperimenta*. Novi Sad, Srbija: Radnički univerzitet „Radivoj Čirpanov“; 1976.
- [31] SPSS inc. PAWS Statistics 18, Predictive Analysis SoftwarePortfolio (www.spss.com).
- [32] Ivanović A, Trumić B, Ivanov S, Marjanović S. Modelovanje uticaja temperature i vremena homogenizacionog žarenja na tvrdoću PdNi5 legure. *Hem. Ind.* 2014; 68: 597–603. <https://doi.org/10.2298/HEMIND130620085I>
- [33] Savić I, Nikolić G, Savić I, Cakić M, A. Dosić, Čanadi J. Modelovanje stabilnosti bioaktivnog bakar(II) kompleksa primenom eksperimentalnog dizajna, *Hem. Ind.* 2012; 66: 693–699. <https://doi.org/10.2298/HEMIND120120021S>
- [34] Požega E, Ivanov S, Conić V, Čađenović B. Mogućnost procesa boriranja na presovanim uzorcima od železnog praha. *Hem.Ind.* 2009; 63: 253–258. <https://doi.org/10.2298/HEMIND0903253P>
- [35] Ivanov S, Ivanić Lj, Gusković D, Mladenović S. Optimizacija režima starenja legura na aluminijumskoj osnovi. *Hem. Ind.* 2012; 66: 601–607.
- [36] Ivanov S, Kočovski B, Stanojević B. Ocena uticaja termomehaničkih parametara prerade bakarne žice na izduženje spirale primenom faktornog eksperimenta. *Metalurgija*. 1996; 2: 13–23.
- [37] Indumati D, Purohit G. Prediction of hardness of forged Al7075/Al₂O₃ composites using factorial design of experiments. *International Journal of Engineering Research and Applications*. 2012; 2: 84–90.
- [38] BS EN 573-3: Aluminium and aluminium alloys. Chemical composition and form of wrought products. Chemical composition and form of products. 2019.
- [39] Raymond HM, Douglas MC. *Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments*. 4th ed., New York, NY: John Wiley & Sons; 2016 ISBN: 978-1-118-91601-8.
- [40] Bas D, Boyaci IH. Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology. *J. Food Eng.* 2007; 78: 836-845. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.11.024>.
- [41] Raghavendra N, Ramamurthy VS. Effect of particle size and weight fraction of alumina reinforcement on wear behavior of aluminum metal matrix composites. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*. 2014; 4(3): 11191-11198.
- [42] Mihajlović I, Nikolić Đ, Jovanović A. *Teorija sistema*. 1st ed., Bor, Srbija: Tehnički fakultet u Boru; 2009.
- [43] Boopathi MM, Arulshri KP, Iyandurai N. Evaluation of mechanical properties of aluminium alloy 2024 reinforced with silicon carbide and fly ash hybrid metal matrix composites. *American Journal of Applied Sciences*. 2013; 10(3): 219-229. <https://doi.org/10.3844/ajassp.2013.219.229>
- [44] Singh J, Suri N, Verma A. Affect of mechanical properties on groundnut shell ash reinforced Al 6063. *International Journal for Technological Research in Engineering*. 2015; 11(2): 2619-2623.
- [45] Ashok N, Shanmugasundaram P. Effect of particles size on the mechanical properties of SiC-reinforced aluminium 8011 composites. *Materials and Technology*. 2017; 51(4): 667-672. <https://doi.org/10.17222/mit.2016.252>

ABSTRACT**Correlation of hardness of aluminum composites obtained by stir casting technology and the size and weight fraction of reinforcing Al₂O₃ particles**Jasmina Lj. Petrović¹, Srba A. Mladenović¹, Aleksandra T. Ivanović², Ivana I. Marković¹ and Svetlana Lj. Ivanov¹¹University of Belgrade, Technical Faculty in Bor, Bor, Serbia²Mining and Metallurgical Institute Bor, Bor, Serbia

(Technical paper)

In this work, the stir casting method was applied to obtain composites based on the alloy AN EW 6061 used as a metal base, and Al₂O₃ particles as a reinforcement. Composites play a significant role as engineering materials. Therefore, it is necessary to study, in detail, the production methods and the factors that affect their mechanical properties. For this purpose, we have carried out a planned experiment with the aim to use regression analysis to predict the influence of particle size and mass fraction on hardness of the obtained composites. The full factorial experimental design with two factors was used, which was analyzed at three levels. Hardness was observed as a system response, while particle size and mass fraction were set as influencing factors. Influencing factors were observed at three levels: 50, 80 and 110 μm for the particle size and 2, 5 and 8 mass%. Measured hardness values of the composites ranged from 72 HV10 to 80 HV10. Based on the probability values ($p < 0.05$), it was determined which factors are important for the system response. Statistical analysis has shown that linear terms of the influence factors (size and mass fraction of reinforcement particles) and the square term of the mass fraction have statistical significance on the hardness change. The square term of the particle size and the interaction term of the influencing parameters do not have a statistically significant contribution in predicting the hardness value. Thus, a second-order polynomial model was obtained by the regression analysis. Influence of input factors on the system response and the adequacy of the obtained mathematical model were determined by using the Analysis of Variance (ANOVA). Based on the statistical data analysis, it was established that, the particle mass fraction has a greater influence on hardness of the obtained composite in relation to the particle size. By comparing the experimental and predicted values, a high degree of agreement was achieved so that the chosen model of the factorial experiment was adequate ($R^2 = 0.989$). It can be also concluded that the developed regression model can be applied to predict hardness of the aluminum composite reinforced by Al₂O₃ particles in the chosen variation interval of particle size and mass fraction.

Keywords: metal matrix; factorial experiment; system response