



UNIVERZITET U NOVOM SADU - FAKULTET TEHNIČKIH NAUKA

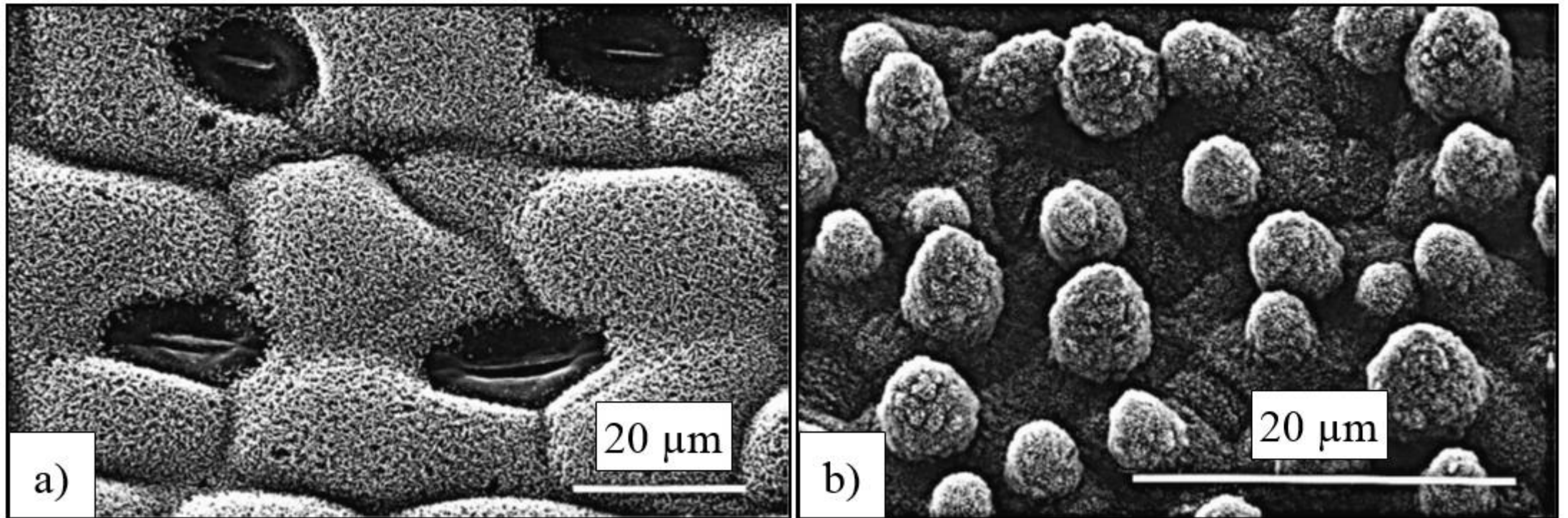


INTENZIVNA PLASTIČNA DEFORMACIJA

- Napredne metode tehnologije plastičnog deformisanja -

docent dr Marko Vilotić

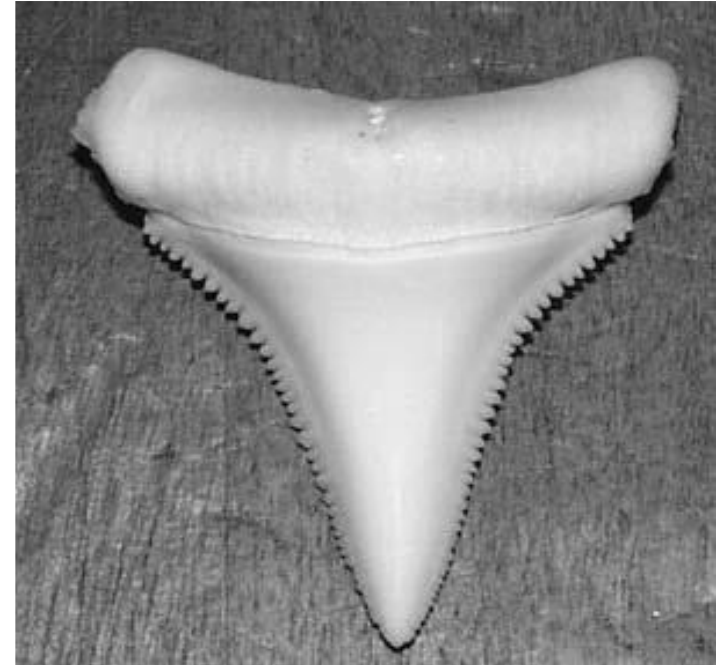
Prisustvo kombinovanih mikro i nano struktura zajedno sa hidrofobnim grupama omogućuje odbijanje vode i prljavštine sa površine cveta, te je to razlog zbog čega je površina lotosovog cveta uvek čista



Mikromorfološke karakteristike površine lista koji odbija vodu

a) Marsilea mutica b) Nelumbo nucifera

Drugi primer složene strukture jesu zubi ajkule (Slika 1b) koji se sastoje od kompozita biomineralizovanog fosfatnog minerala i organskog sastava. Takav zub poseduje izvanredne mehaničke osobine i dostiže veličinu od nekoliko santimetara.

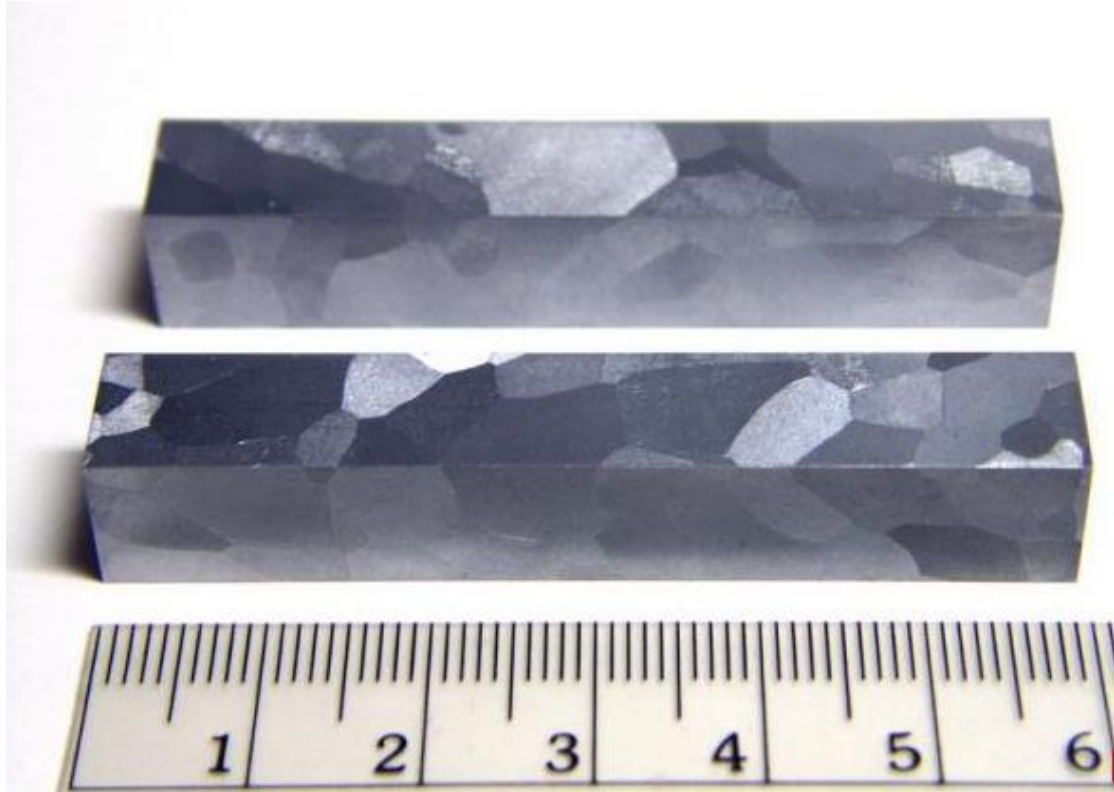


Primer nanostrukture u prirodi: zub ajkule

Saznanje da priroda može da ponudi model koji bi se unapredio inženjerstvo, otvorilo je novu istraživačku oblast pod nazivom “bio inspirisana” nauka o materijalima. U poslednje vreme kompanije nude proizvode poput farbe, staklenih površina i keramičkih pločica koje imaju površinsku morfologiju i hemijske karakteristike lotosovog cveta, a samim tim i sposobnost samočišćenja.

Čovek je od davnina proizvodio nanostrukturne materijale, često i bez svog znanja, ali se tek poslednje tri decenije može jasno prepoznati promena u naučnom i tehnološkom pristupu proizvodnji. Ta promena može biti povezana sa nekoliko značajnih ideja i otkrića: ideja o sastavljanju nanostrukture atomskim, molekularnim ili nanometarskim gradivnim blokovima, otkriće novih oblika ugljenika, fulerena i ugljeničnih nanocevi i razvoj skenirajuće mikroskopije koja uključuje scanning tunneling mikroskopiju (STM) i mikroskopiju atomskim silama (AFM).

Uvod – Metali su kristalni materijali



*Uzorak od vanadijuma – prosečna
veličina zrna **7 mm**
(<http://chemistry.about.com>)*



*Uzorak od čelika C15E – prosečna
veličina zrna **0,019 mm***

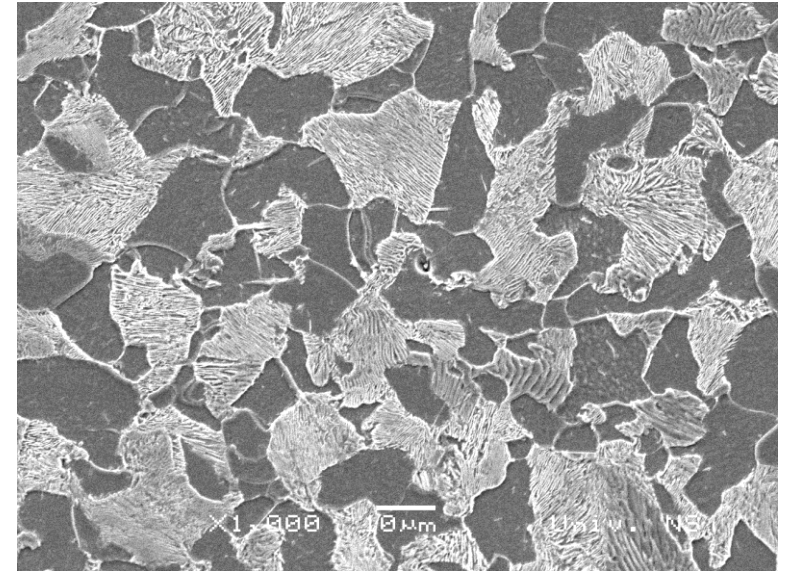
Značaj kristalnih zrna

Hall-Petchova jednačina

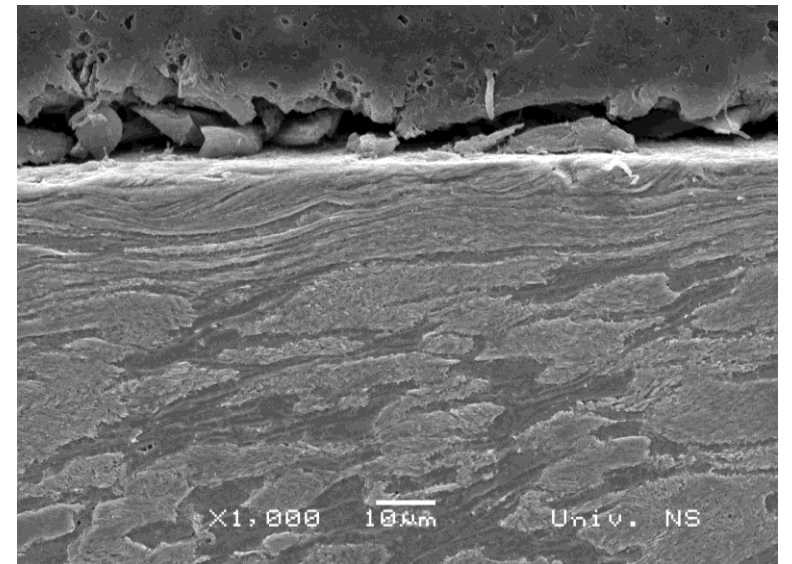
$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

- σ_y – napon tečenja
 σ_0 – napon trenja rešetke
 k_y – koeficijent koji zavisi od materijala

– vučenje, valjanje, sabijanje



C45E



Definicija *IPD*:

Intenzivna plastična deformacija (*IPD*) je postupak deformisanja koji omogućuje stvaranje submikronske strukture materijala po zapremini obratka.

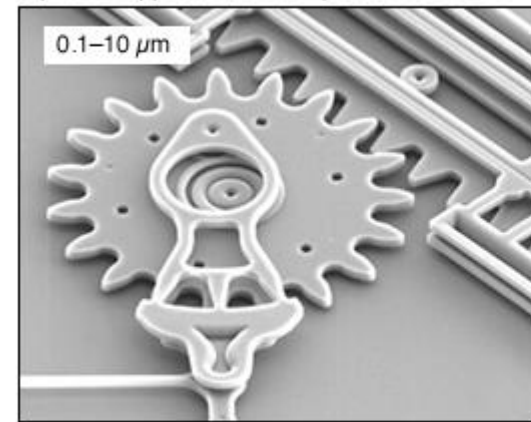
Uslovi za stvaranje sitnozrne strukture pomoću *IPD*:

- 1) ekstremno **visoke vrednosti smicajne deformacije**, bez strukturnih oštećenja, pri relativno niskoj temperaturi, i u uslovima visokog hidrostatičkog pritiska
- 2) sitnozrna struktura mora imati visokouglaone granice zrna
- 3) struktura mora biti ujednačena po zapremini obratka

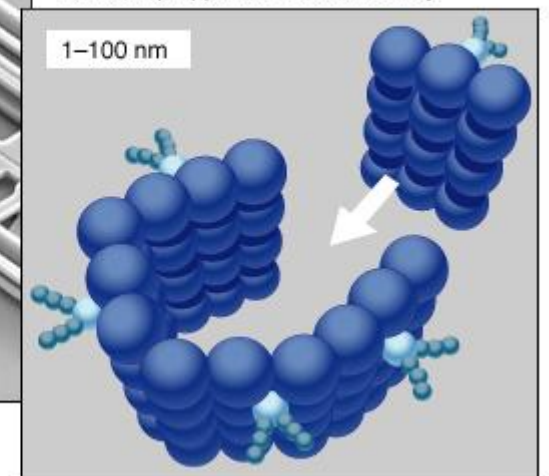
Mikrostrukture i karakteristike nanostrukturnih materijala zavise ponajviše od načina njihove sinteze kao i od načina obrade. Stoga je veoma važno odabrati odgovarajući postupak za pripremu nanomaterijala koji bi nakon obrade posedovao željene karakteristike. Postoje dva pristupa dobijanja nanomaterijala: **bottom-up** i **top-down**.

Kod **bottom-up** pristupa (“od podnožja ka vrhove”), nanomaterijali se proizvode sastavljanjem/sklapanjem nanočestica. Obično se postupci u ovom pristupu baziraju na česticama koje su u tečnoj ili gasnoj fazi. Kada je reč o primeni ovih procesa u praksi, trenutno ograničavajući faktor jeste veličina obratka koji se može proizvesti, te se zbog toga najviše koriste u elektro industriji. Štaviše, gotovi proizvodi dobijeni ovim tehnikama neizbežno sadrže poroznost

Microelectronics
top-down approach, build in place



Nanotechnology
bottom-up approach, self-assembly



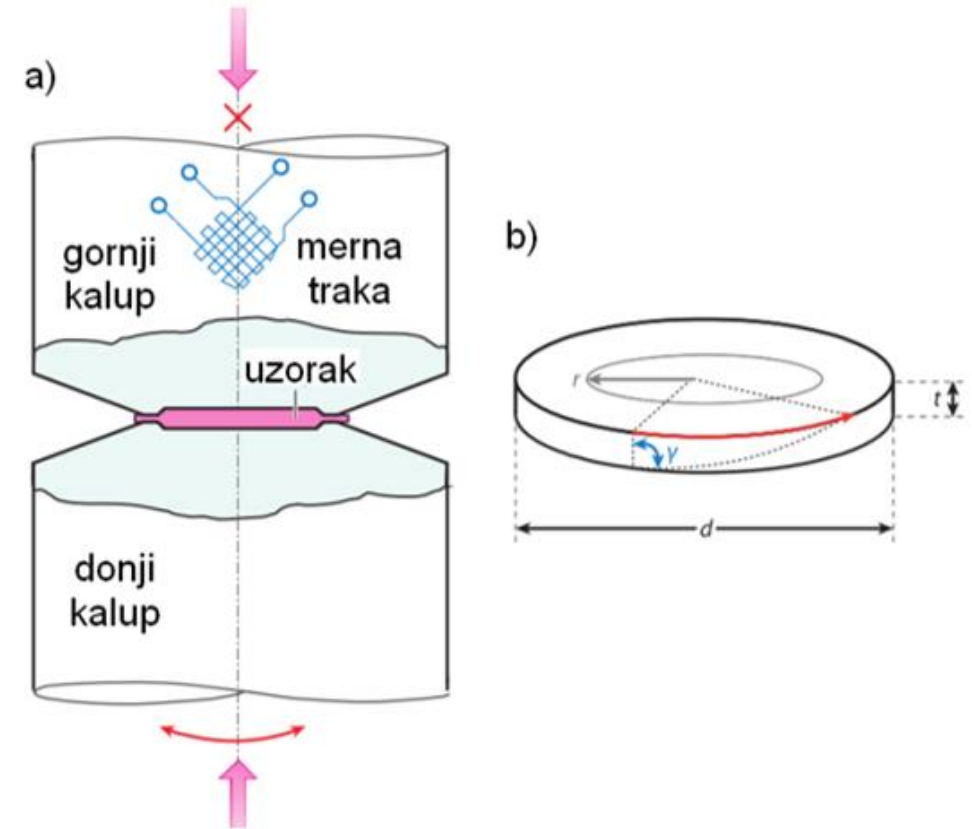
“Odgore-nadole” pristup (eng. **top-down**) započinje sa materijalima koji poseduju uobičajenu kristalnu mikrostrukturu, tipičnu za metale i legure. Rekristalizacija materijala dovodi do usitnjavanja zrna, a primenom određenih obradnih uslova, i do nanostrukturnih materijala. Prednost ovog pristupa se ogleda u tome što se na ovaj način mogu dobiti zapreminske nanostrukture sa teorijskom gustinom. Jedan od postupaka za dobijanje materijala submikronske veličine zrna je i **intenzivna plastična deformacija** - IPD (eng. **severe plastic deformation** - SPD).

Karakteristike materijala obrađenih *IPD*

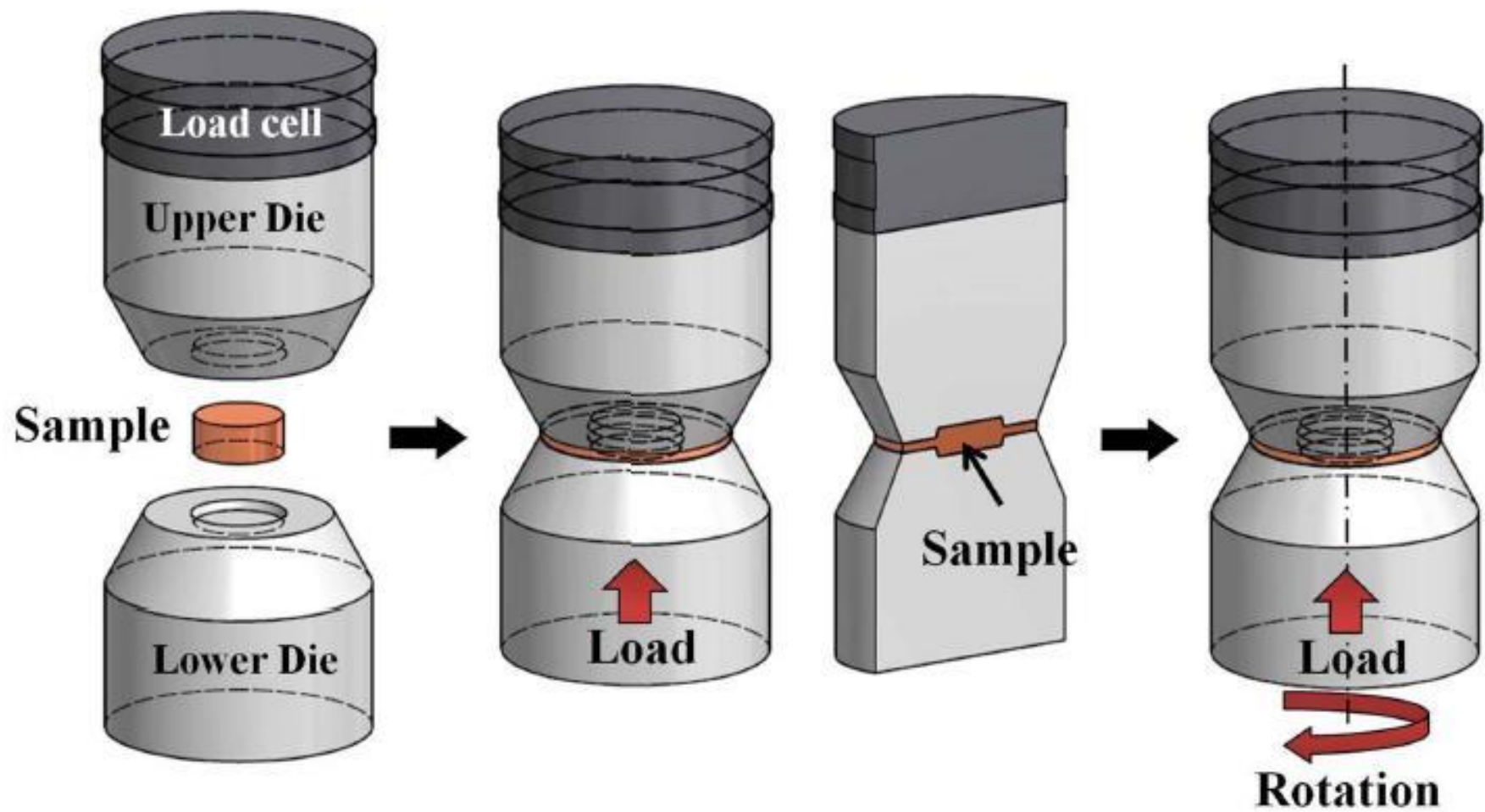
- prosečna veličina zrna od 100 do 900 *nm* – materijali sa ultrafinom veličinom zrna (**UFZ**)
- poboljšane osobine u odnosu na materijale obrađene konvencionalnim postupcima plastičnog deformisanja
- moguće je zameniti legirane čelike sa ugljeničnim i na taj način smanjiti potrošnju “retkih” metala za legiranje i direktno doprineti očuvanju prirode
- Za proizvodnju materijala sa **UFZ** razvijene su posebne metode plastične deformacije nazvane metode intenzivne plastične deformacije.

TORZIJA POD VISOKIM PRITISKOM (HPT – High pressure torsion)

Oba kalupa poseduju cilindrične i blago konusne šupljine. Prečnik cilindričnih šupljina identičan je prečniku priprema, dok je dubina obeju šupljina neznatno manja od visine priprema. To ukazuje, da tokom opterećenja, mala količina materijala teče izvan kalupa. Trenje prisutno u ovom tankom delu obratka (slično vencu pri kovanju u otvorenom kalupu) ograničava slobodno tečenje materijala van *HPT* alata, dok bočni pritisak obezbeđuje dovoljan hidrostatički pritisak u obradnoj zoni alata. Materijal u oblasti koja razdvaja dva kalupa na taj način sprečava oštećenje alata za vreme obrade. Obe šupljine alata su peskarene kako bi se očistile površine i nastalim mikrošupljinama obezbedilo optimalno trenje neophodno za neprekidno odvijanje torzione deformacije. Kako bi se sprečilo klizanje materijala, neophodno je primeniti adekvatan pritisak. Uglavnom je to vrednost tri puta viša od napona tečenja obrađivanog materijala u nedeformisanom stanju.



Slika 2.5 Torzija pod visokim pritiskom (HPT):
a) šematski prikaz, b) torziona deformacija uzorka [65]

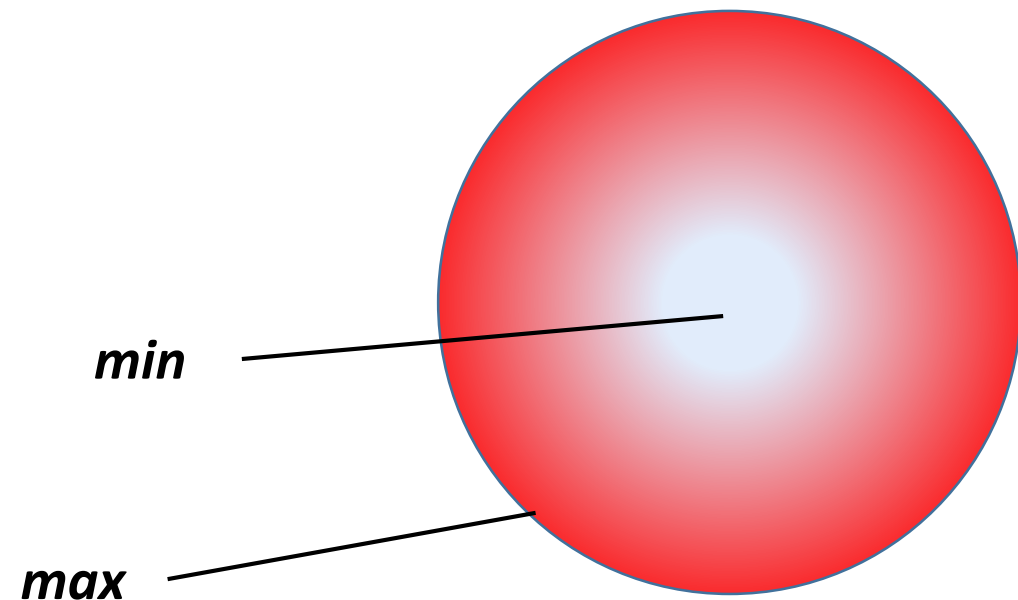


Šematski prikaz torzije pod visokim pritiskom

Smičuća efektivna deformacija može se izračunati prema formuli:
gde je r – rastojanje od centra uzorka, n – broj obrtaja, t – debljina uzorka

$$\gamma_e = \frac{2\pi n}{t} \cdot r$$

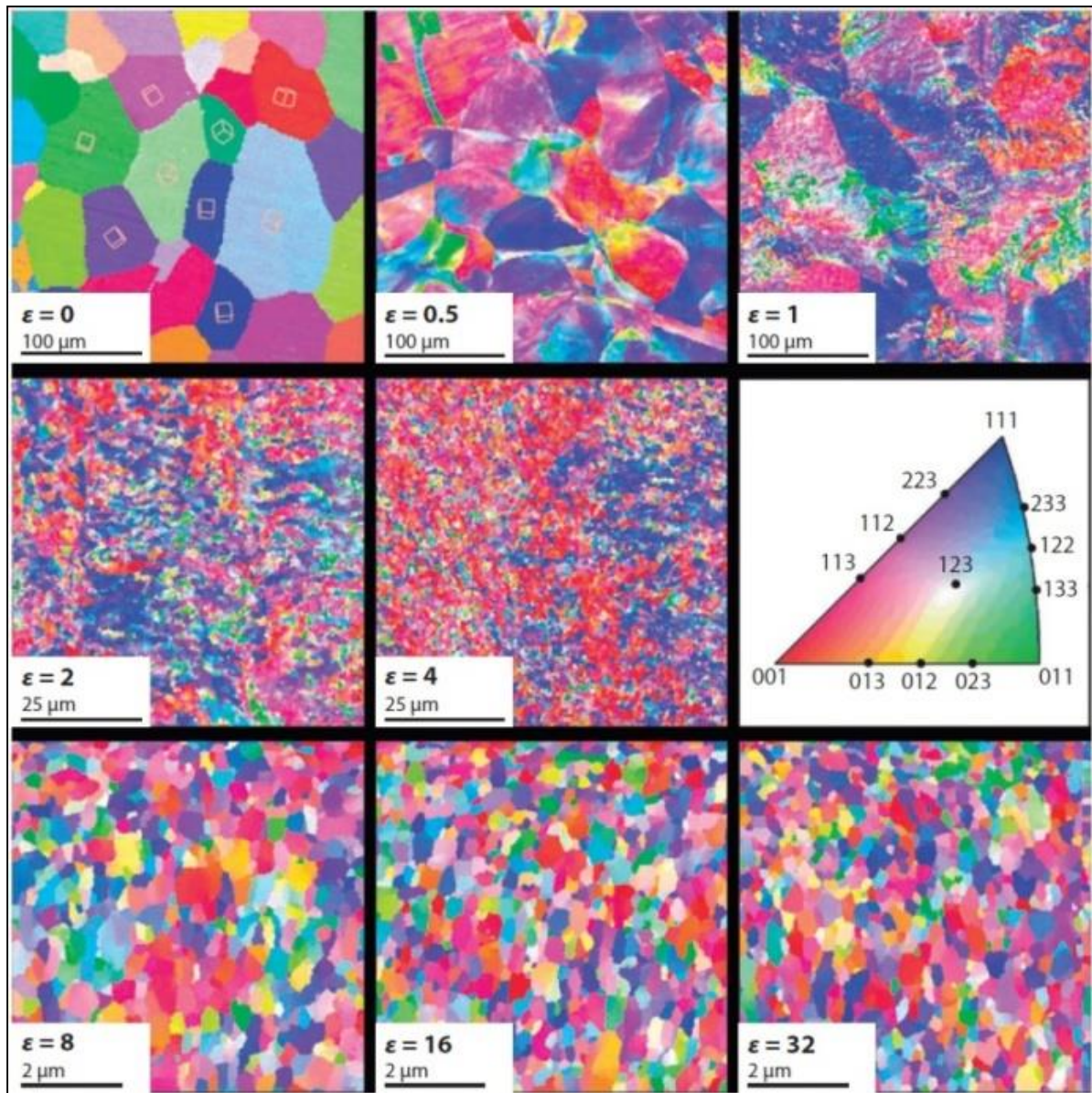
Prema navedenoj formuli, deformacija u centru uzorka trebalo bi da iznosi 0, dok je porast deformacije od centra ka periferiji linearan.



Distribucija efektivne deformacije u obratku nakon obrade Torzijom sa visokim pritiskom

Prednost HPT tehnike u odnosu na druge IPD postupke ogleda se u sledećem:

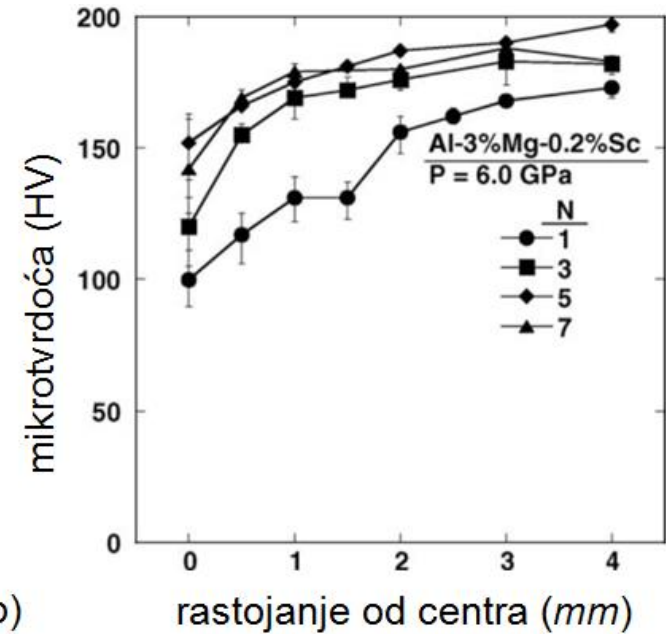
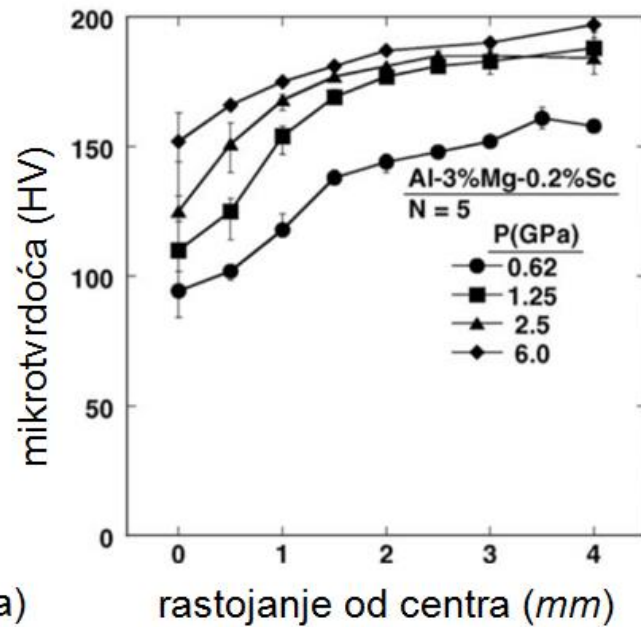
- **Ovom metodom moguće je postići veoma visoke vrednosti smicajnih deformacija. Samo jedan obrtaj alata na pripreмку debljine 0,8 mm izaziva efektivnu deformaciju vrednosti 18 na rastojanju 4 mm od centra pripreмка. Sto obrtaja alata odgovara efektivnoj deformaciji od 1800, što nije teško postići. Nijedna druga IPD metoda ne doseže tako visoke vrednosti deformacije.**
- **HPT-om se na niskoj temperaturi mogu obrađivati relativno kruti i materijali visoke čvrstoće.**
- **Na određenoj vrednosti poluprečnika, deformacija i brzina deformacije se mogu precizno kontrolisati.**
- **Mogućnost uvođenja zagrevanja i hlađenja HPT alata.**
- **Mogućnost određivanja napona tečenja, odnosno krive tečenja, merenjem obrtnog momenta i ugla rotacije**
- **Moguće je obrnuti smer okretanja alata, čime se dobija ciklična IPD**



Na slici prikazane su mikrostrukture čistog Ni nakon HPT obrade, pri različitim vrednostima efektivne deformacije. Početna veličina zrna ($\epsilon = 0$) iznosi $\sim 70 \mu\text{m}$. Nakon deformisanja ($\epsilon = 0,5$) na slici se i dalje jasno vidi početna mikrostruktura, uz male promene u orijentaciji unutar zrna i nešto veće promene u orijentaciji u blizini granica zrna.

Zbog povećanja deformacije uz granice zrna nastaje povećanje gustine dislokacija. Pri ekvivalentnoj deformaciji 1 odnosno 2, izraženije su promene u kristalnoj orijentaciji unutar početnog zrna. Pri vrednosti deformacije $\epsilon = 4$ nije moguće uočiti početna zrna, dok vrednost deformacije između 8 i 16 izaziva zasićenje procesa usitnjavanja zrna.

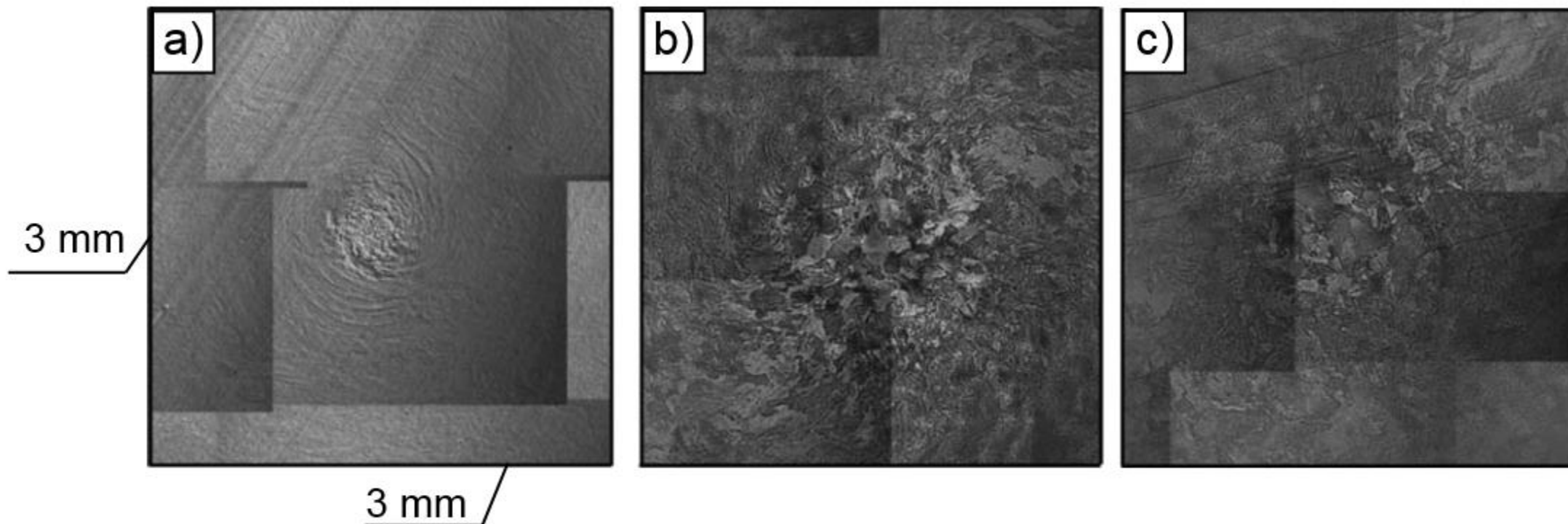
Promena mikrostrukture Ni korišćenjem HPT metode



Tvrdoća na disku u zavisnosti od rastojanja od centra pri različitim parametrima obrade:

a) N = 5, b) P = 6 GPa

Promena tvrdoće u zavisnosti od rastojanja od centra diska prikazana je na slici a. Tvrdoća raste s porastom rastojanja od centra diska, dok približavanje spoljnoj ivici diska postiže efekat zasićenja tvrdoće. Povećanje pritiska na alate izaziva povećanje tvrdoće, međutim, razlika u tvrdoćama postaje mala u slučaju pritiska od 1,25, 2,5 i 6 GPa. U slučaju kad je konstantni pritisak 6 GPa, promenom ukupnog broja obrtaja (1, 3, 5 i 7) takođe nastaje povećanje, a zatim i stagnacija vrednosti tvrdoće (slika b).



*Slika 2.8. Mikrostruktura centralnih regiona u zavisnosti od parametara obrade:
 a) $P = 6 \text{ GPa}$, $N = 5$, b) $P = 0,62 \text{ GPa}$, $N = 5$, c) $P = 6 \text{ GPa}$, $N = 1$*

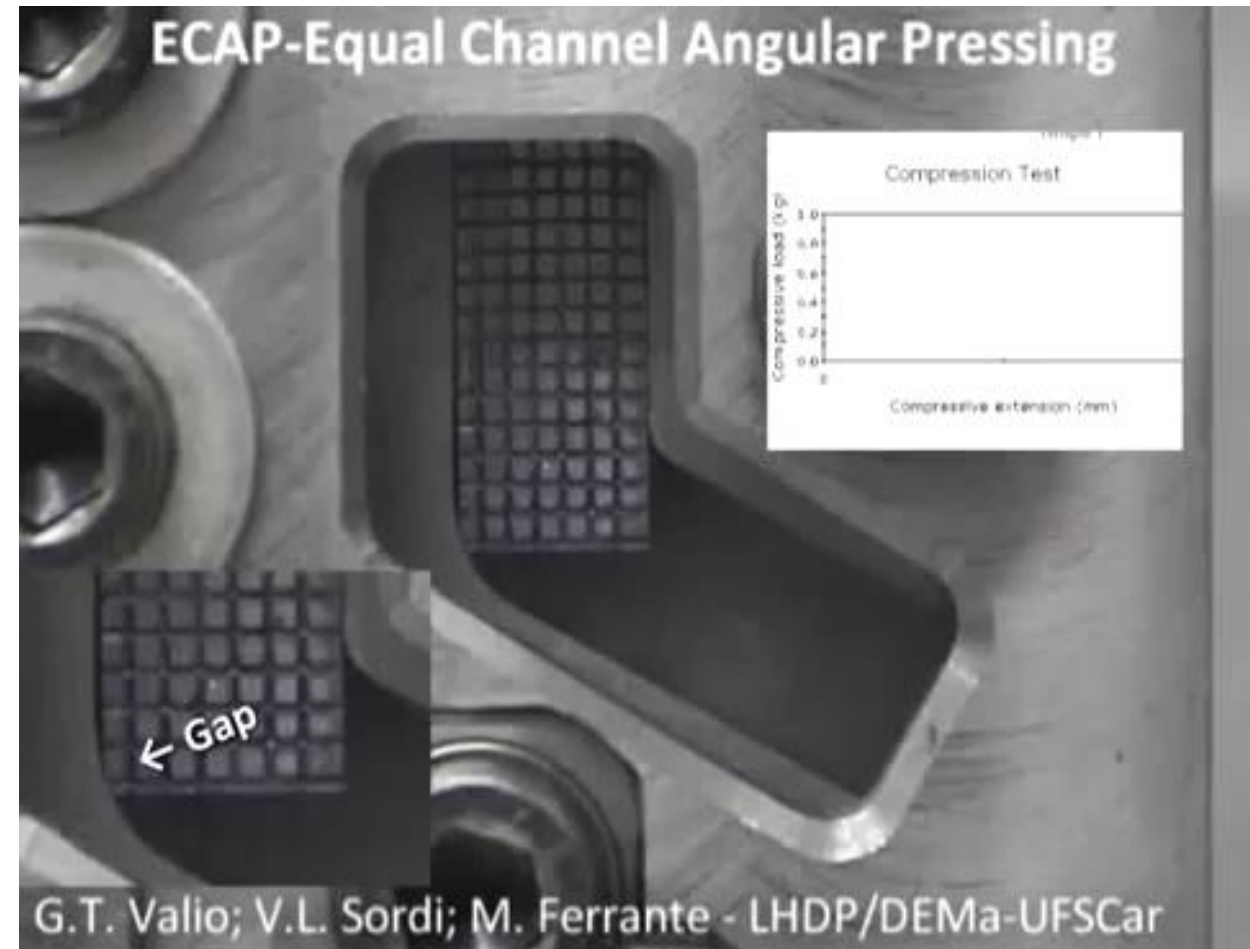
Uticaj parametara procesa na mikrostrukturu obratka, uz poseban osvrt na centralni region, ilustruje slika 2.8.

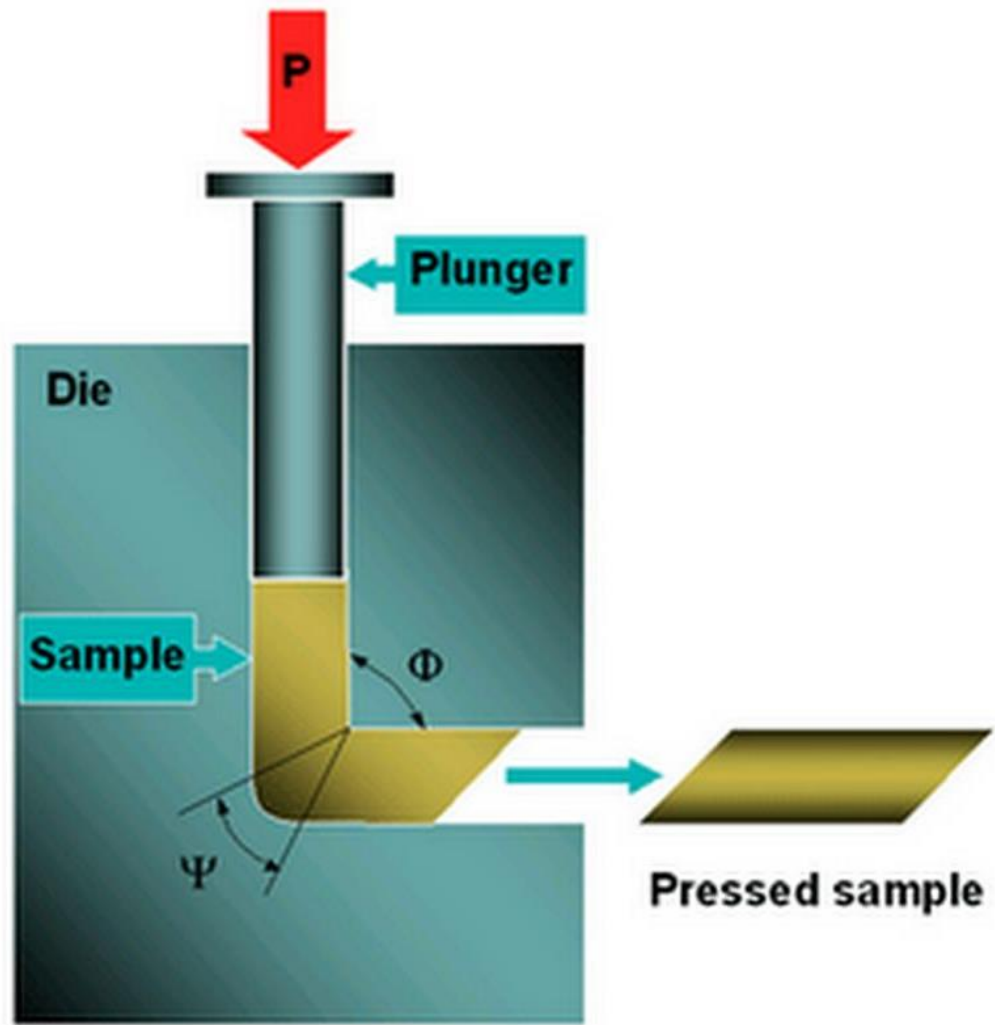
Na slikama se može uočiti deformisani centralni region sa vrtložnim tečenjem materijala, čiji prečnik varira u zavisnosti od parametara obrade ($\sim 0,6 \text{ mm}$, slika 2.8a; $\sim 2,5 \text{ mm}$, slika 2.8b; $\sim 1,5 \text{ mm}$, slika 2.8c). Položaj vrtložnog tečenja približno se poklapa s regionima niske i rastuće tvrdoće.

ISTISKIVANJE KROZ UGAONI KANAL (ECAP - equal channel angular pressing)

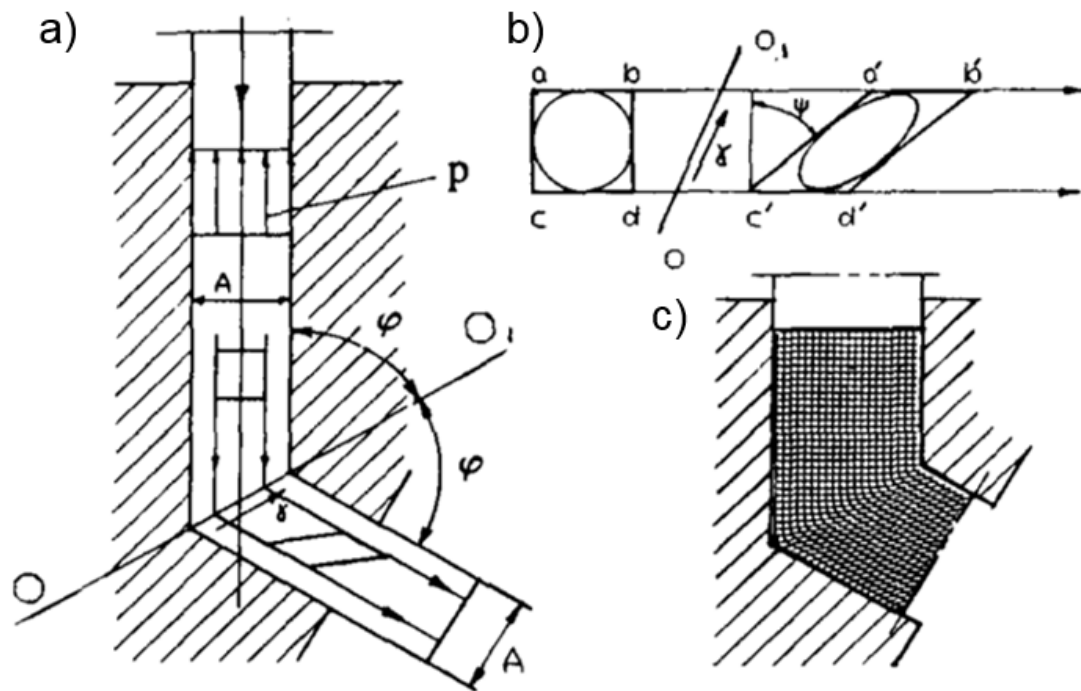
Metodu je razvio V. M. Segal sedamdesetih godina prošloga veka. ECAP postupak omogućuje velike smicajne deformacije u obratku. U početku proces nije bio prihvaćen, međutim dvadesetak godina kasnije metoda je našla širu primenu. Tokom procesa istiskivanja dobijena su UFZ poboljšanih mehaničkih karakteristika. Postignuti rezultati su omogućili da se ECAP primeni u industrijskoj praksi.

ECAP alat se sastoji od bloka sa dva kanala identičnog poprečnog preseka koja se međusobno seku pod uglom φ (slika).





Šematski prikaz istiskivanja kroz ugaoni kanal



Slika. Šematski prikaz ECAP procesa

ECAP alat se sastoji od bloka sa dva kanala identičnog poprečnog preseka koja se međusobno seku pod uglom φ (slika).

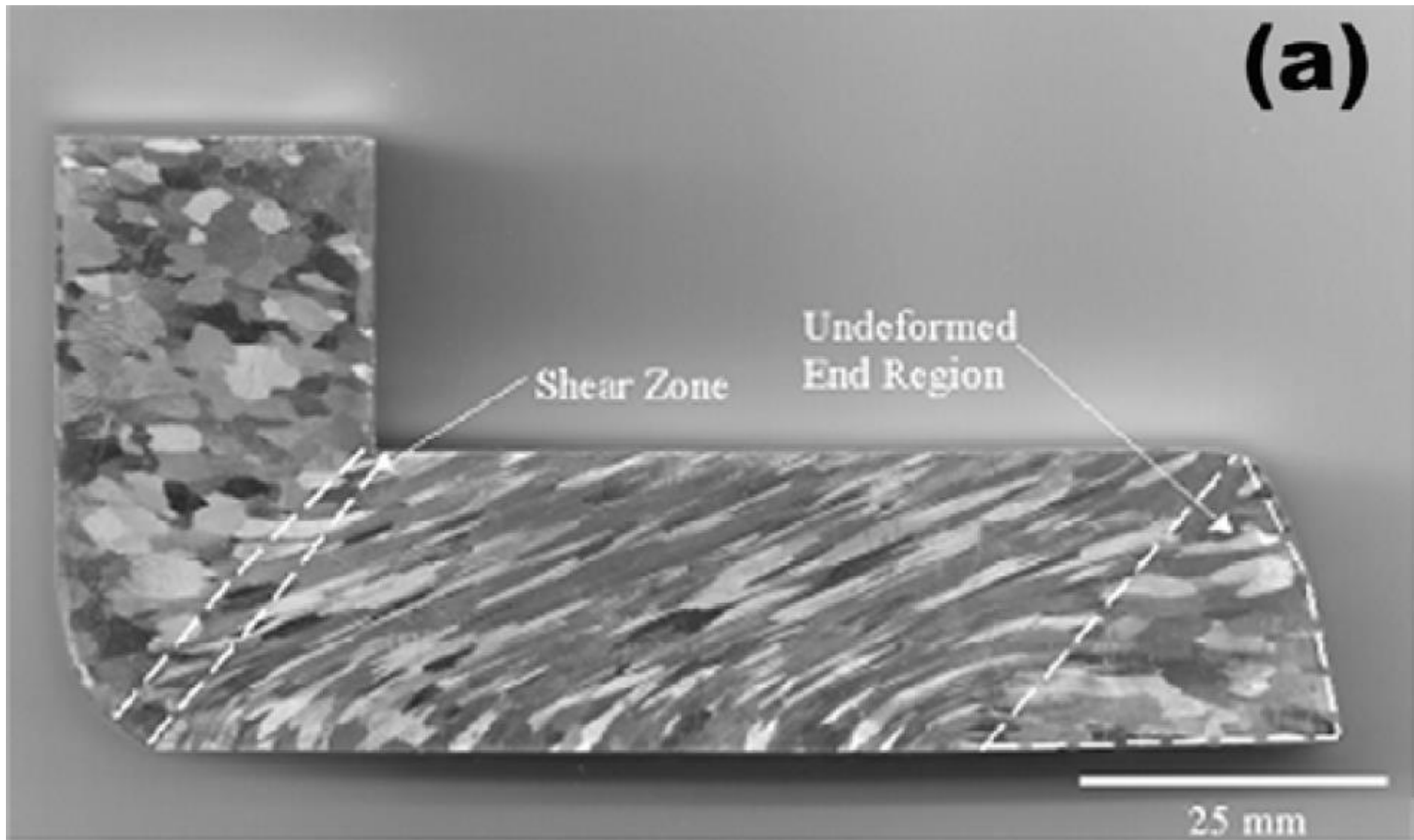
Dobro podmazan pripremak, koji ima identičan poprečni presek sa kanalima alata, stavlja se u jedan od kanala i pritiska žigom dok ne izađe na drugi kraj kanala [4]. Na početku se pripremak kreće kroz kanal bez ikakve promene oblika, da bi se deformacija ostvarila njegovim prolaskom kroz tanak sloj na preseku dvaju kanala. Na taj način se ceo pripremak ujednačeno deformiše (osim male oblasti na krajevima).

ECAP postupkom može se dobiti velika i ravnomerna deformacija nakon jednog prolaza, i bez redukcije početnog poprečnog preseka. Dodatna prednost ECAP postupka jeste mogućnost višestrukog istiskivanja istog uzorka. Ukupna deformacija nakon višestrukog istiskivanja računa se prema jednačini:

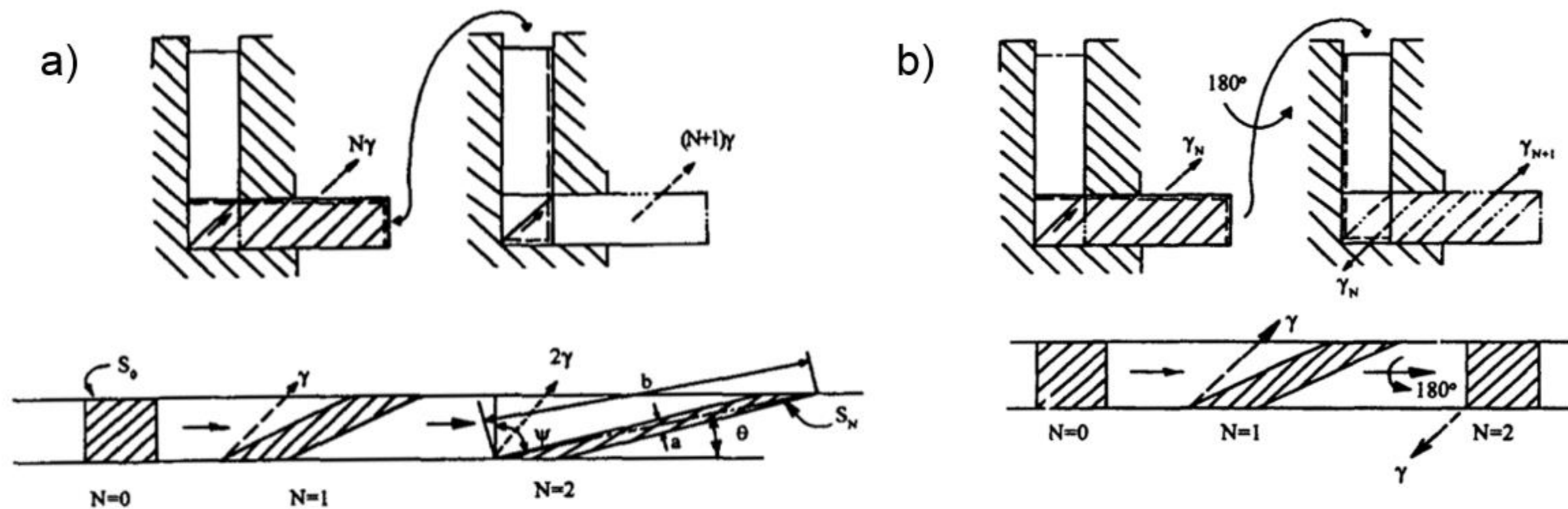
$$\varepsilon_{en} = n \cdot \Delta\varepsilon_e$$

gde je n – broj istiskivanja.

Pri višestrukom istiskivanju istog uzorka, postoje mogućnosti razvoja različitih struktura i tekstura u istom materijalu, što se postiže izmenom ravni i pravca smicanja tokom istiskivanja. Od brojnih varijanti, dve su veoma značajne: takozvana “maršruta A” (slika a) i “maršruta C” (slika b).

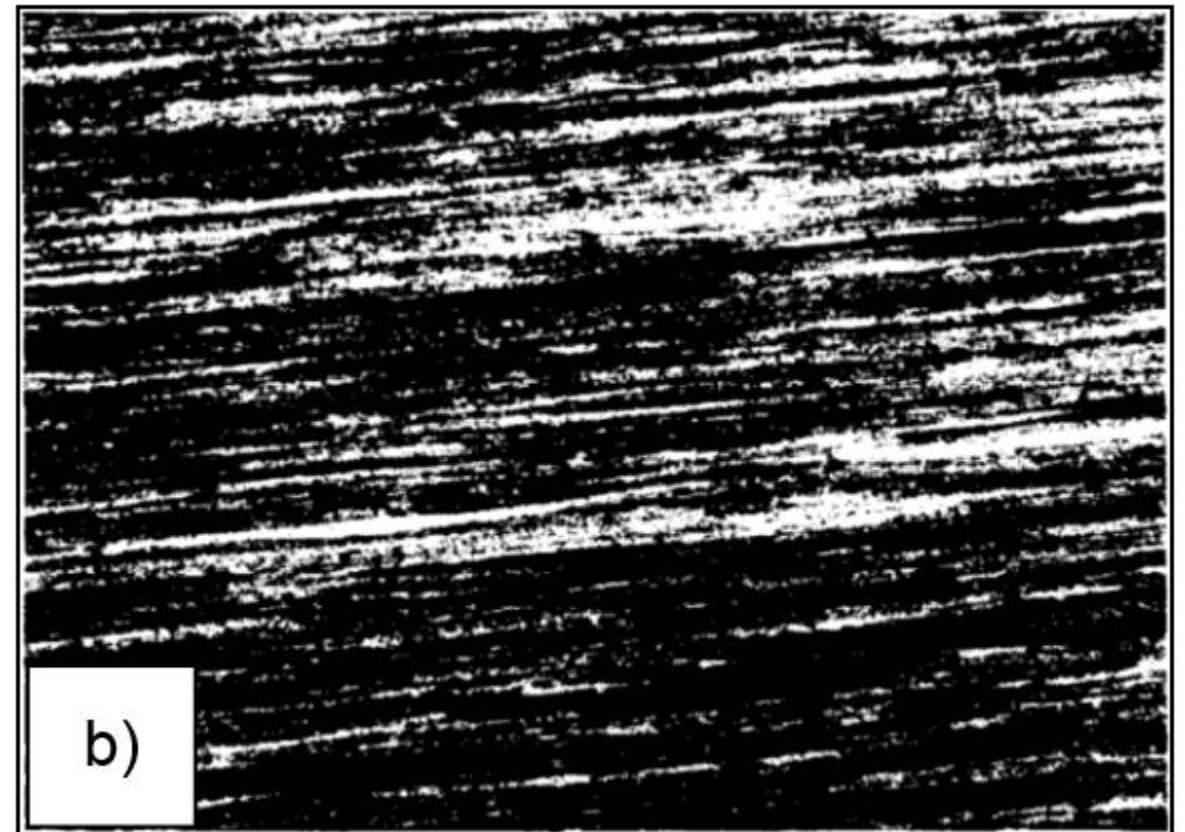
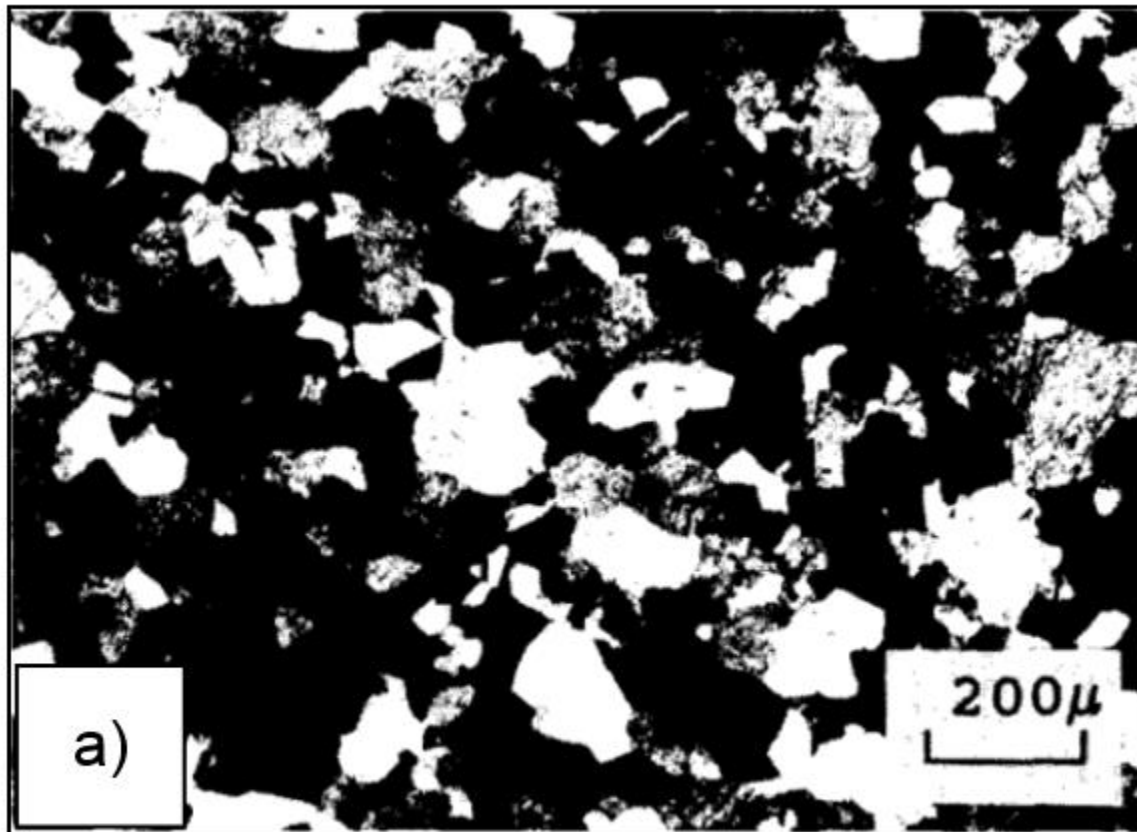


Promena mikrostrukture nakon obrade ECAP procesom



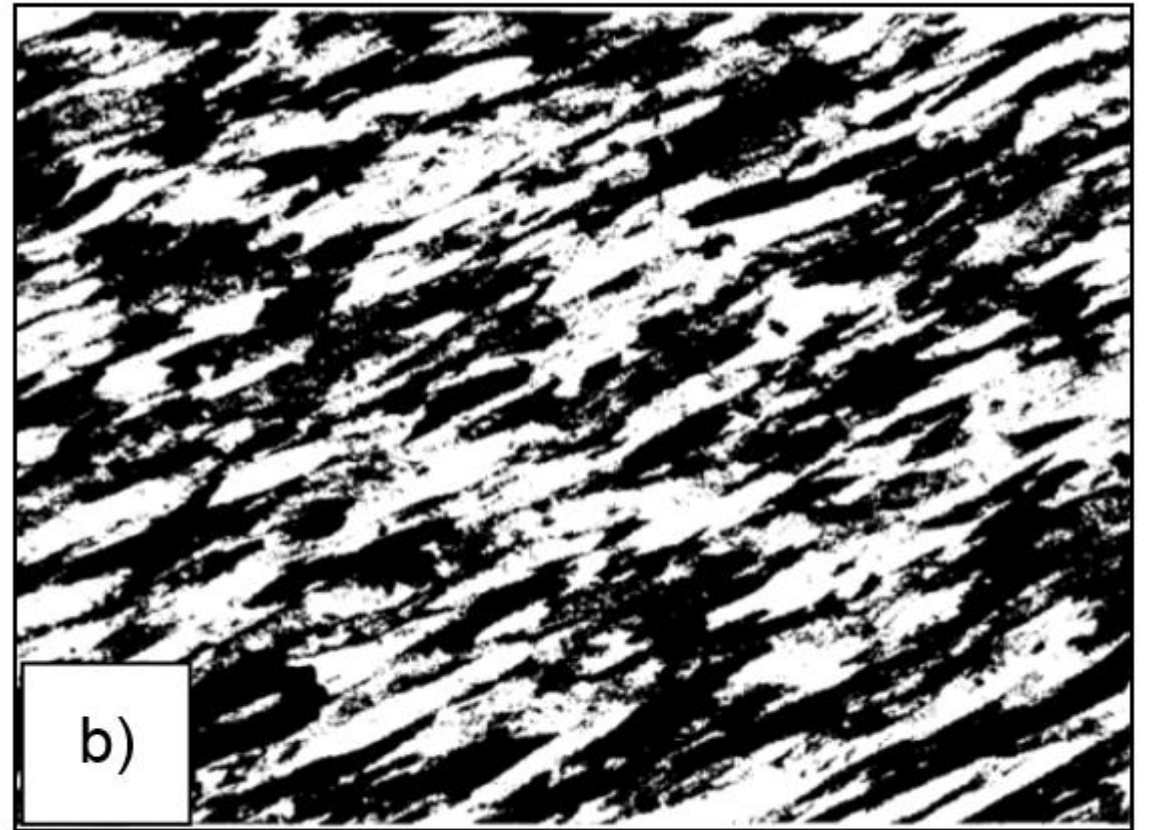
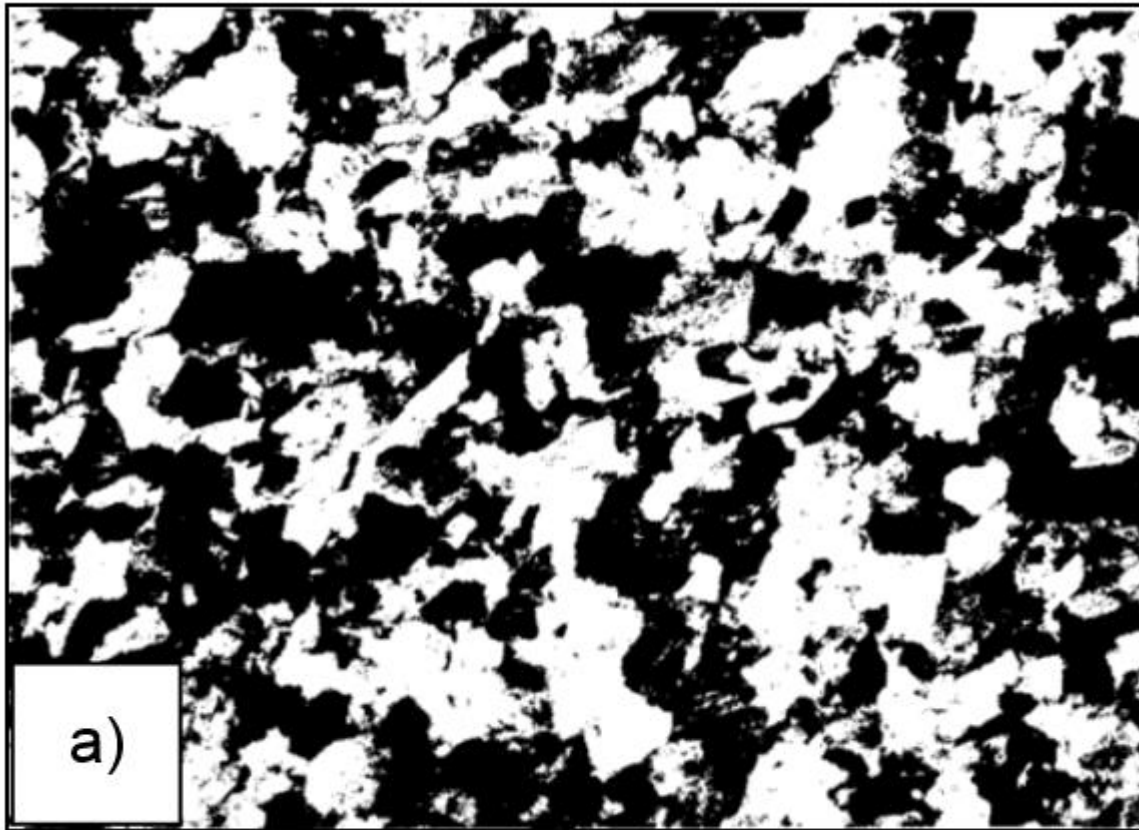
*Slika Orijehtacija obratka i deformacija osnovnog elementa:
a) maršruta A, b) maršruta C*

Kod maršrute A, orijentacija obratka je istovetna u svakom prolazu. To rezultira posledicom da je promena oblika elementa materijala uvek kontinualna i povećava se povećanjem broja prolaza. Kao primer, slika a prezentuje mikrostrukturu čistog Ni pre deformisanja, a slika b deformisanu strukturu nakon četiri prolaza maršrutom A. Tekstura ima laminaran oblik jer se pri obradi maršrutom A svi elementi obratka deformišu u istom pravcu.

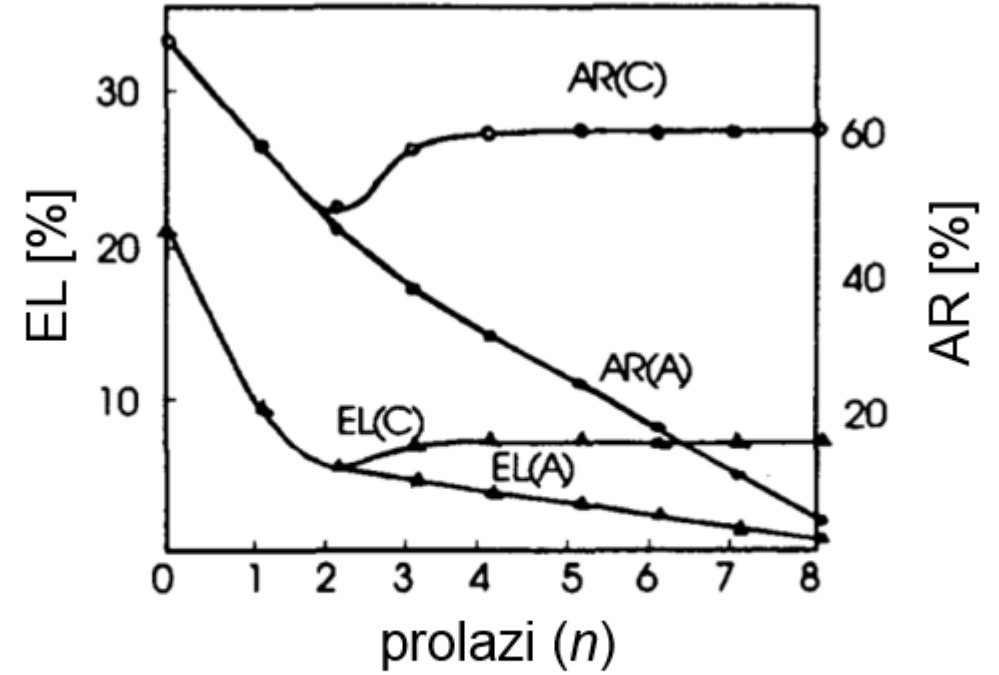
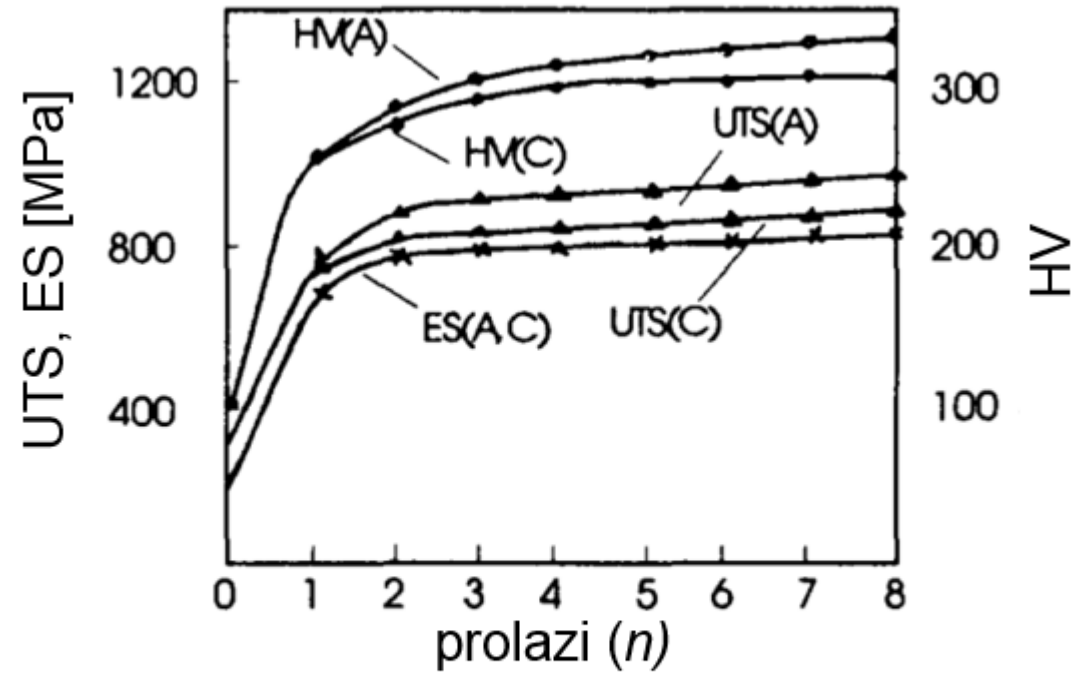


Slika. Mikrostruktura Ni: a) početno stanje, b) nakon četiri prolaza maršrutom A

Kod maršrute C (slika b), obradak se rotira za 180° oko svoje ose nakon svakog parnog prolaza. Karakteristika ove maršrute je da se elementi materijala tada deformišu pri svakom neparnom prolazu (slika b), a vraćaju u prvobitno stanje pri svakom parnom prolazu (slika a). Rezultujuća struktura nakon parnog broja prolaza je izrazito deformisana, sa približno istim prečnikom zrna.

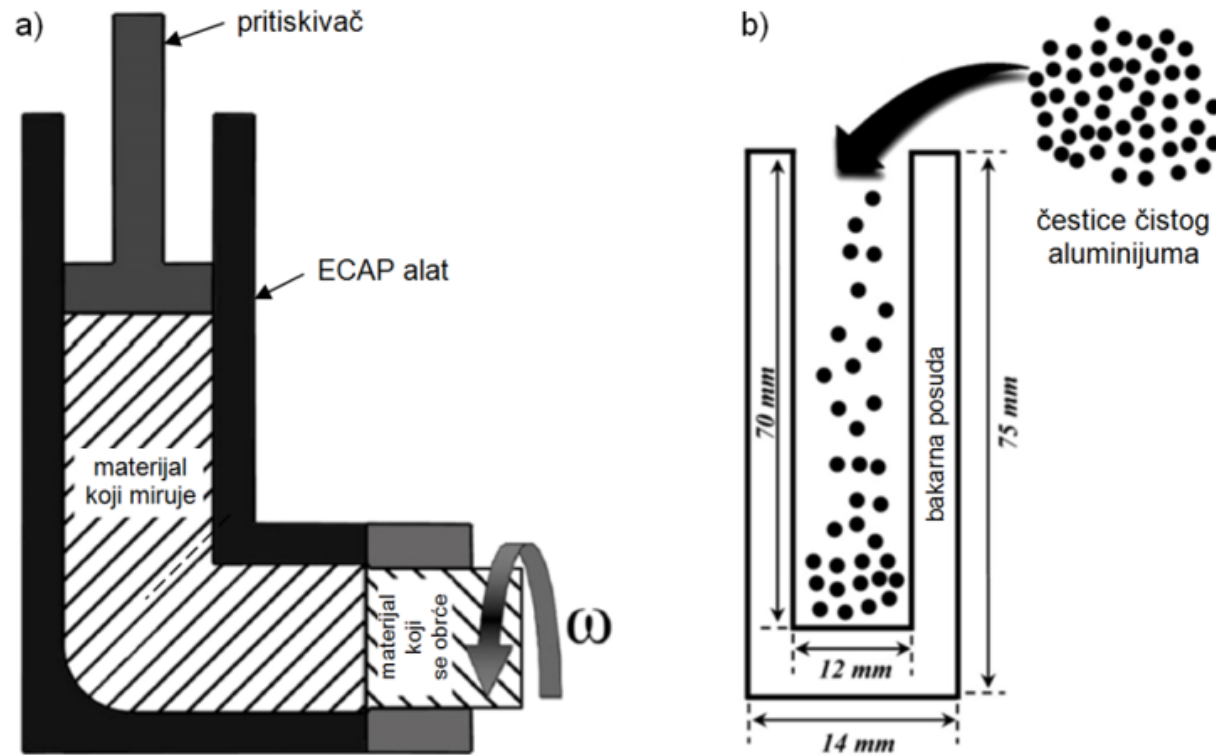


Slika. Mikrostruktura Ni: a) nakon četiri prolaza, b) nakon pet prolaza maršrutom C



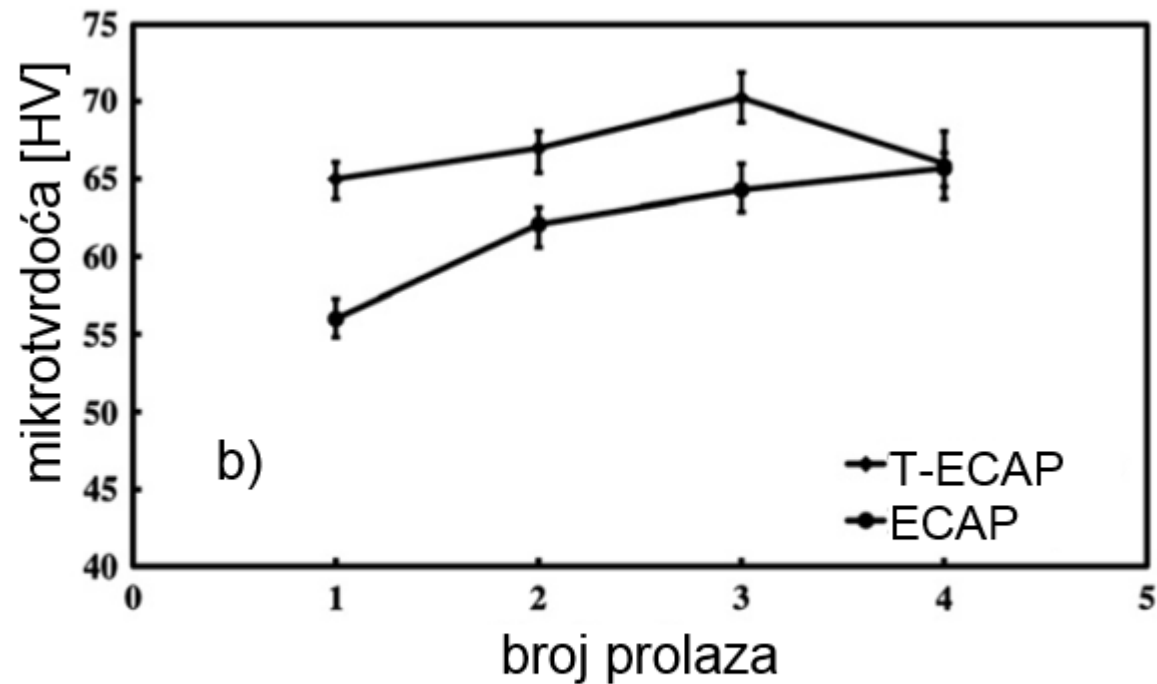
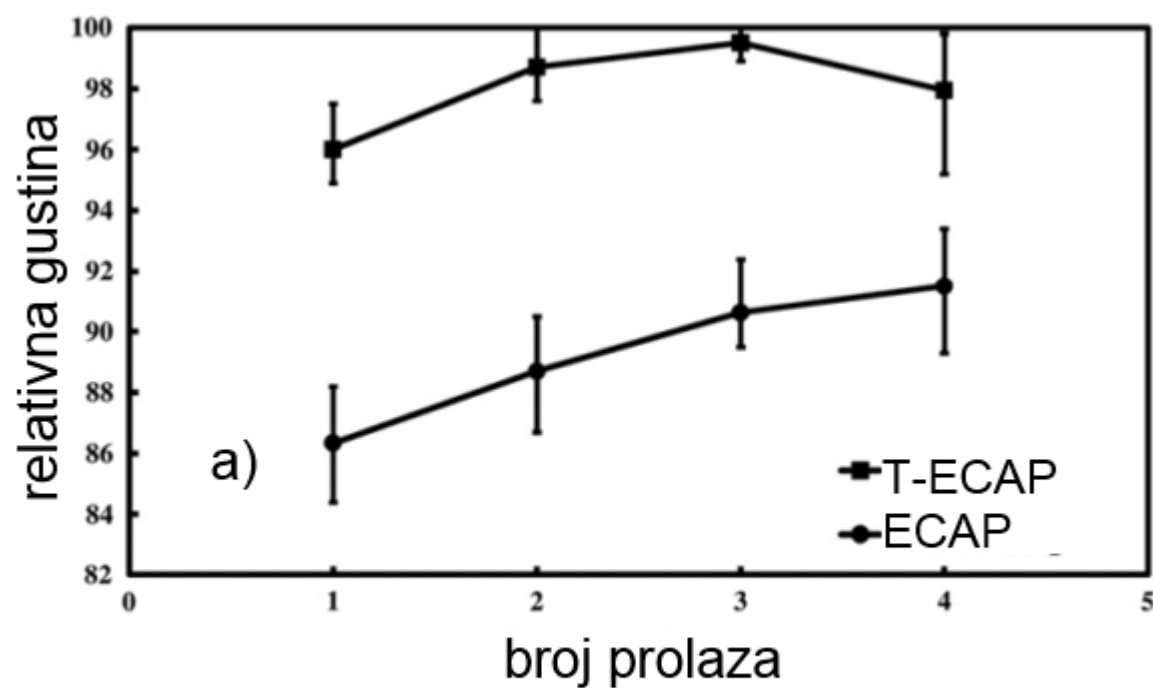
Slika. Uticaj broja prolaza (n) i vrste ruta (A i C) na tvrdoću (HV), zateznu čvrstoću (UTS), napon tečenja (ES), redukciju preseka (AR) i izduženje (EL) Armco železa

Pored profinjavanja mikrostrukture kompaktnog materijala, ECAP postupak se može primeniti i u metalurgiji praha kako bi se prevazišao problem visoke temperature neophodne za postizanje odgovarajuće gustine obratka prilikom formiranja čvrstog tela. Za konsolidaciju praha korišćena je kombinacija ECAP-a i deformacije torzijom nazvana T-ECAP (slika).



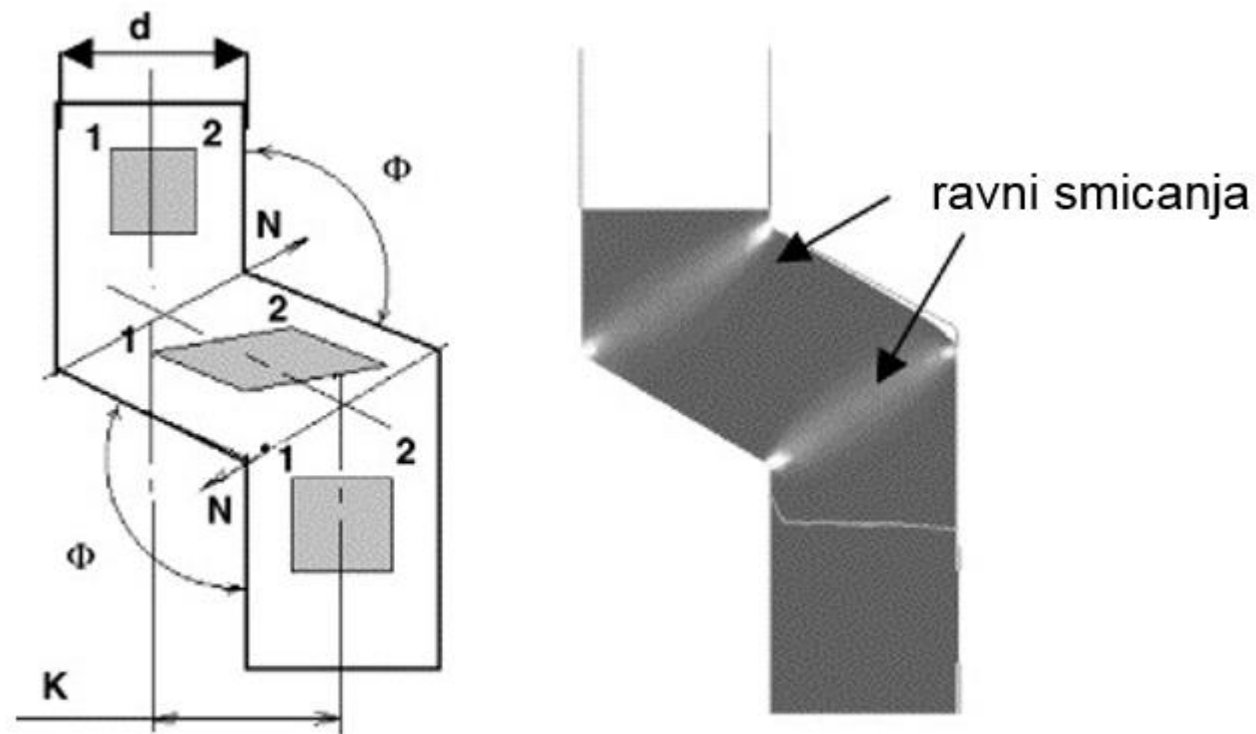
*Slika. T-ECAP postupak:
a) šema alata, b) punjenje alata aluminijumskim prahom*

Uočeno je da se T-ECAP postupkom dobijaju uzorci veće gustine i tvrdoće u odnosu na klasični ECAP postupak.



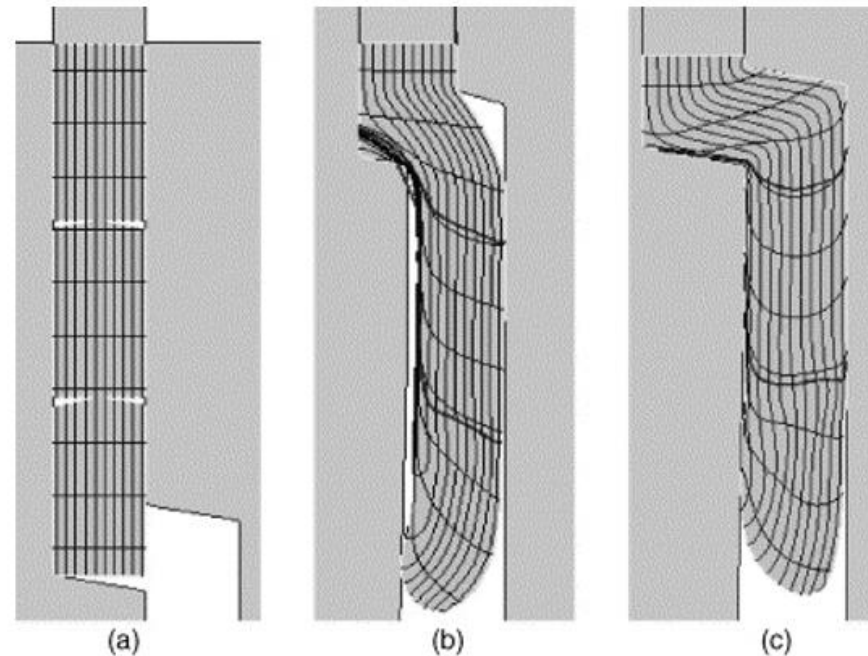
*Slika. Karakteristike uzoraka nakon ECAP, odnosno T-ECAP konsolidacije:
a) relativna gustina, b) mikrotvrdoća*

Primer optimizacije ECAP metode - (slika), gde je predstavljen ECAP alat s paralelnim kanalima koji poseduju dve smicajne ravni. Primarna odlika ovog alata je da obradak tokom jednog prolaza ide kroz dve smicajne ravni. Kao posledica se javlja značajno smanjenje broja ciklusa prilikom formiranja UFZ strukture.



Slika. ECAP alat sa paralelnim kanalima

Teorijski gledano, obradak ne menja svoj oblik tokom klasične obrade ECAP-om. Primenom 2D FEM simulacije, gde su kao parametri simulacije izabrani razmak kanala K i ugao preseka kanala Φ , pokazano je da izabrani činioci utiču na tečenje materijala, naponsko-deformaciono stanje i na energetske karakteristike ECAP procesa. Ispitivanje je trebalo da kvalitativno oceni uticaj obrade pomoću ECAP-a sa dva kanala na tečenje materijala



*Slika. Model tečenja obratka od bakra: a) početno stanje, $K=1 \cdot d$,
b) $K=0,5 \cdot d$, c) $K=1 \cdot d$ na kraju istiskivanja*

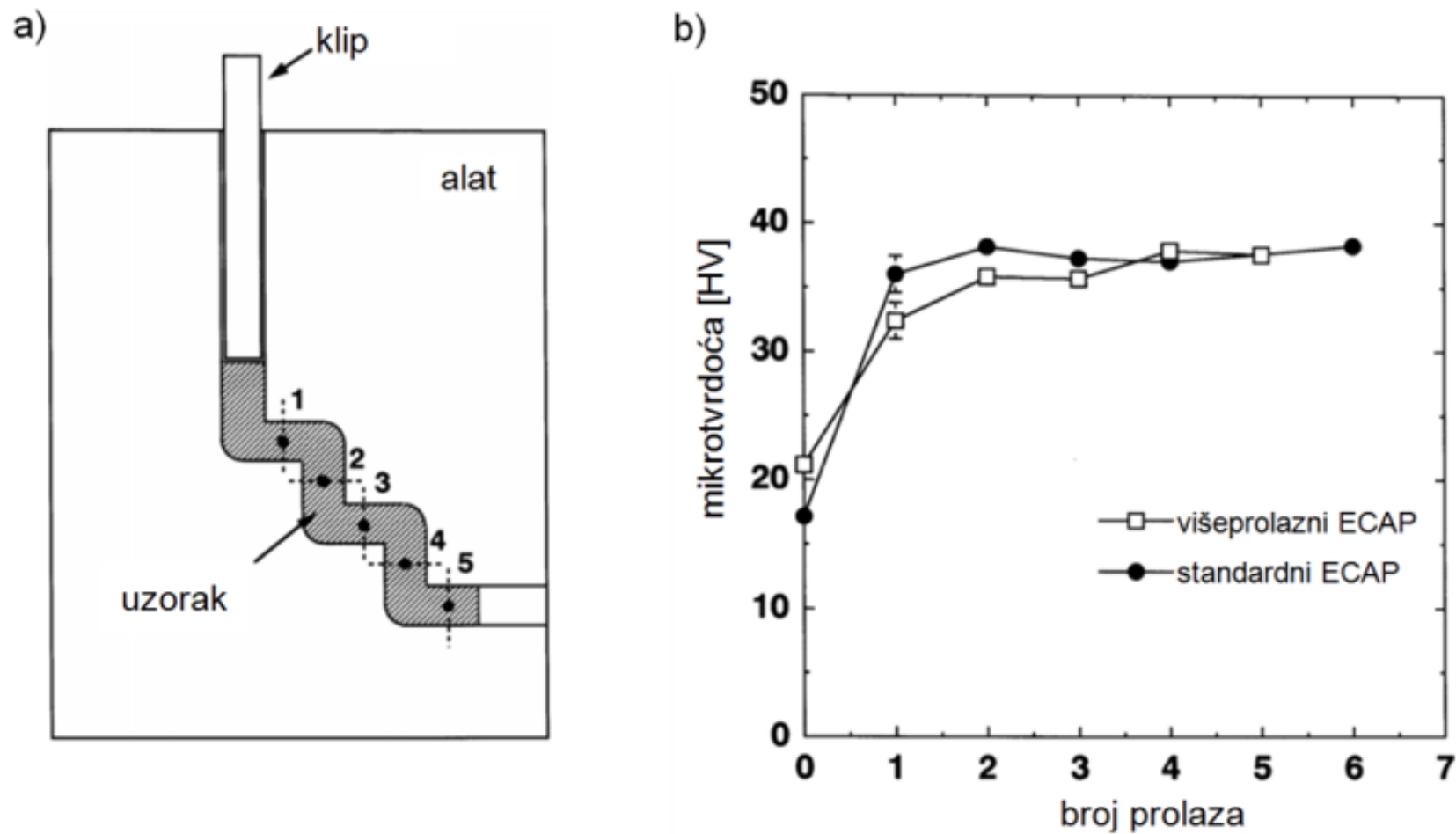
a)



b)



*Slika. Izgled obradaka: a) nakon ECAP-a s paralelnim alatima,
b) nakon tradicionalnog ECAP postupka*



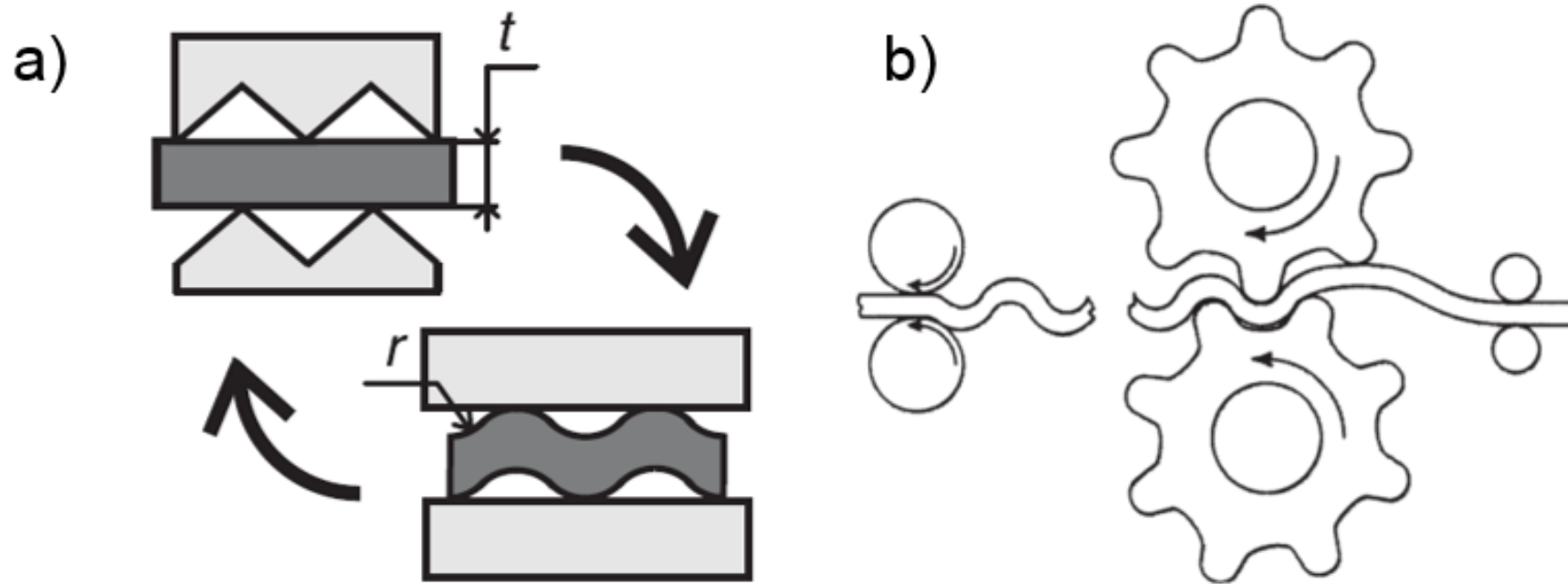
Slika. Višestepeni ECAP: a) šema uređaja, b) poređenje tvrdoće na uzorcima obrađenim klasičnim ECAP-om i višestepenim ECAP postrojenjem

Na osnovu prikazanih rezultata može se konstatovati da je ECAP poseban industrijski proces IPD iz sledećih razloga:

- postižu se ravnomerna struktura i visoke mehaničke osobine materijala,**
- postižu se visoke vrednosti efektivne deformacije nakon jednog prolaza i veoma visoka ukupna deformacija nakon više prolaza, bez promene oblika poprečnog preseka obratka u odnosu na pripremak,**
- prisutne su relativno niske vrednosti pritiska i sila neophodnih za izvođenje procesa,**
- formiranje specijalnih struktura i tekstura prilikom obrade usled precizne kontrole pravca smicanja, homogenog naponsko-deformacionog stanja, visoke produktivnosti i mogućnosti da se izmeni ravan smicanja za vreme višeprolazne obrade,**
- proces se može lako izvesti na standardnoj opremi za obradu deformisanjem.**

NAIZMENIČNO SAVIJANJE I ISPRAVLJANJE (RCS - repetitive corrugation and straightening)

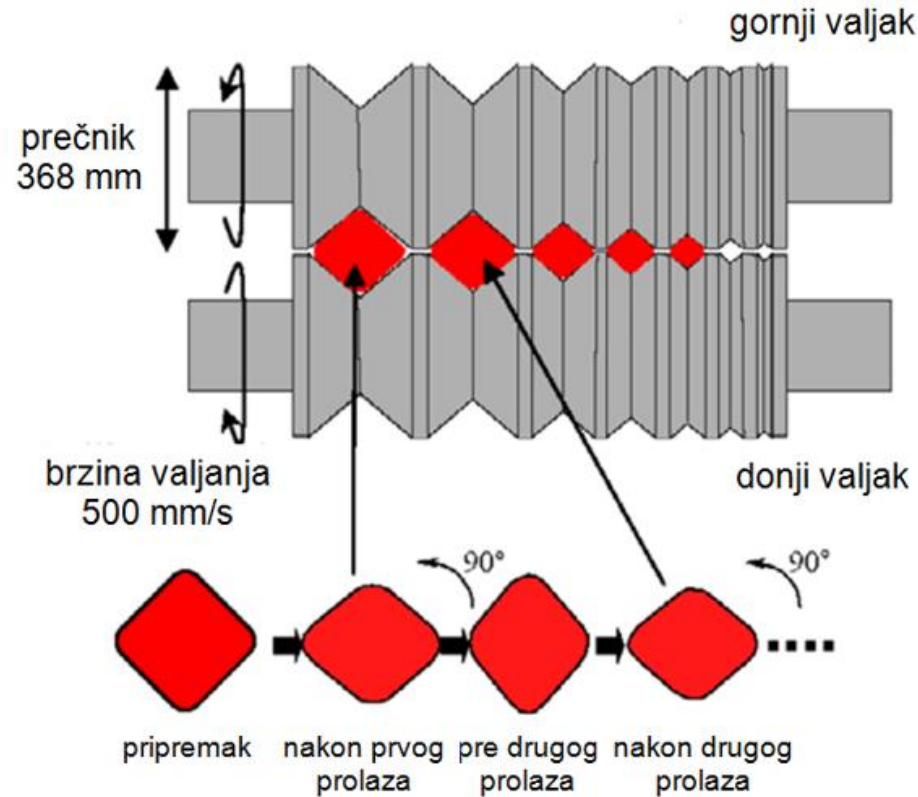
U RCS postupku, obradak se naizmenično savija i ispravlja bez značajne promene poprečnog preseka (slika). Savijanje obratka je vršeno gornjim alatom, dok je ispravljanje vršeno donjim alatom koji se sastoji iz dve ravne ploče (slika a) [7, 25, 126, 127]. Kontinualna varijanta RCS procesa je prikazana na slici b.



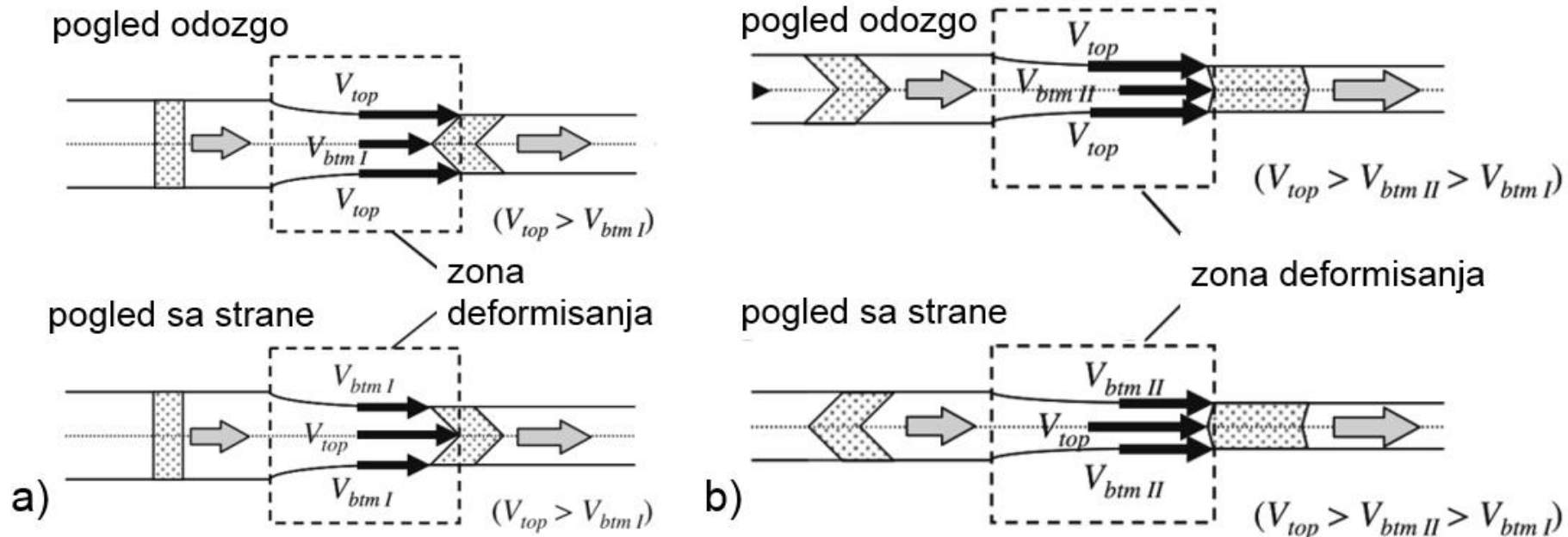
*Slika. Naizmenično profilisanje i ispravljanje:
(a) diskontinualno, (b) kontinualno*

KALIBRACIONO VALJANJE (CAROL - caliber rolling)

Kalibraciono valjanje je kontinualni IPD postupak koji prilikom obrade u obratku izaziva smicajne deformacije. Gornji i donji valjci sadrže kalibre identičnih oblika čije se dimenzije postepeno smanjuju po fazama (slika).



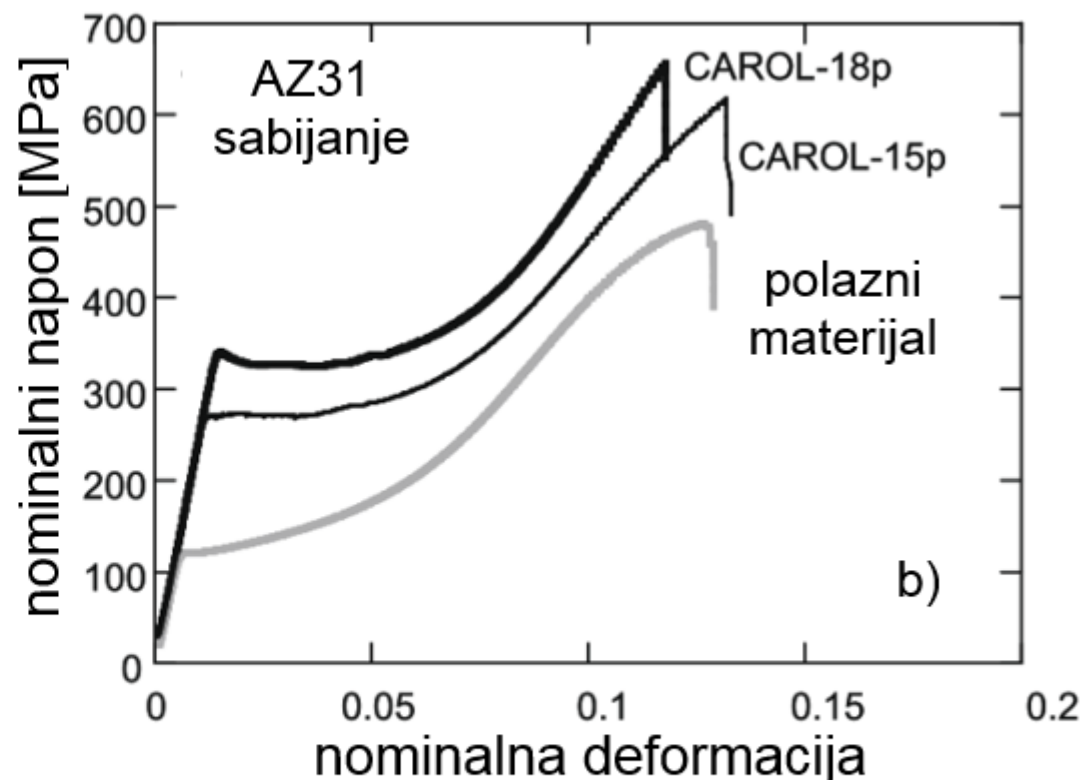
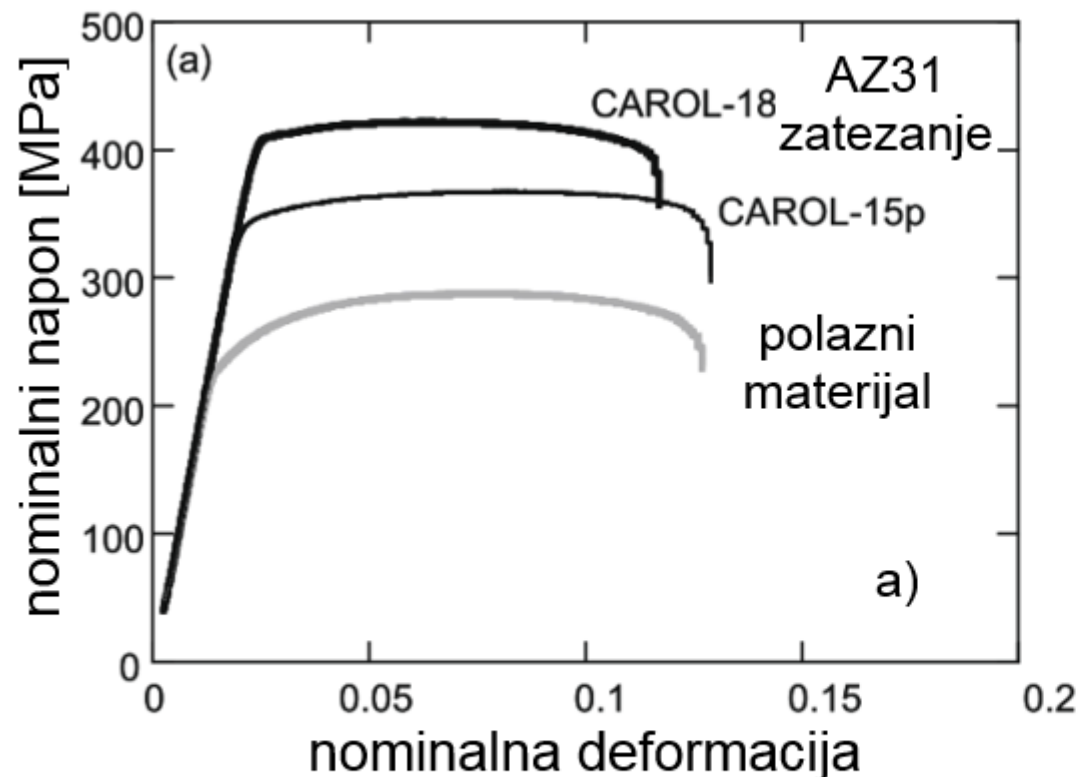
Slika. Šematski prikaz kalibracionog valjanja – CAROL



Slika. Brzinsko polje u uzorku nakon prvog i svakog sledećeg prolaza

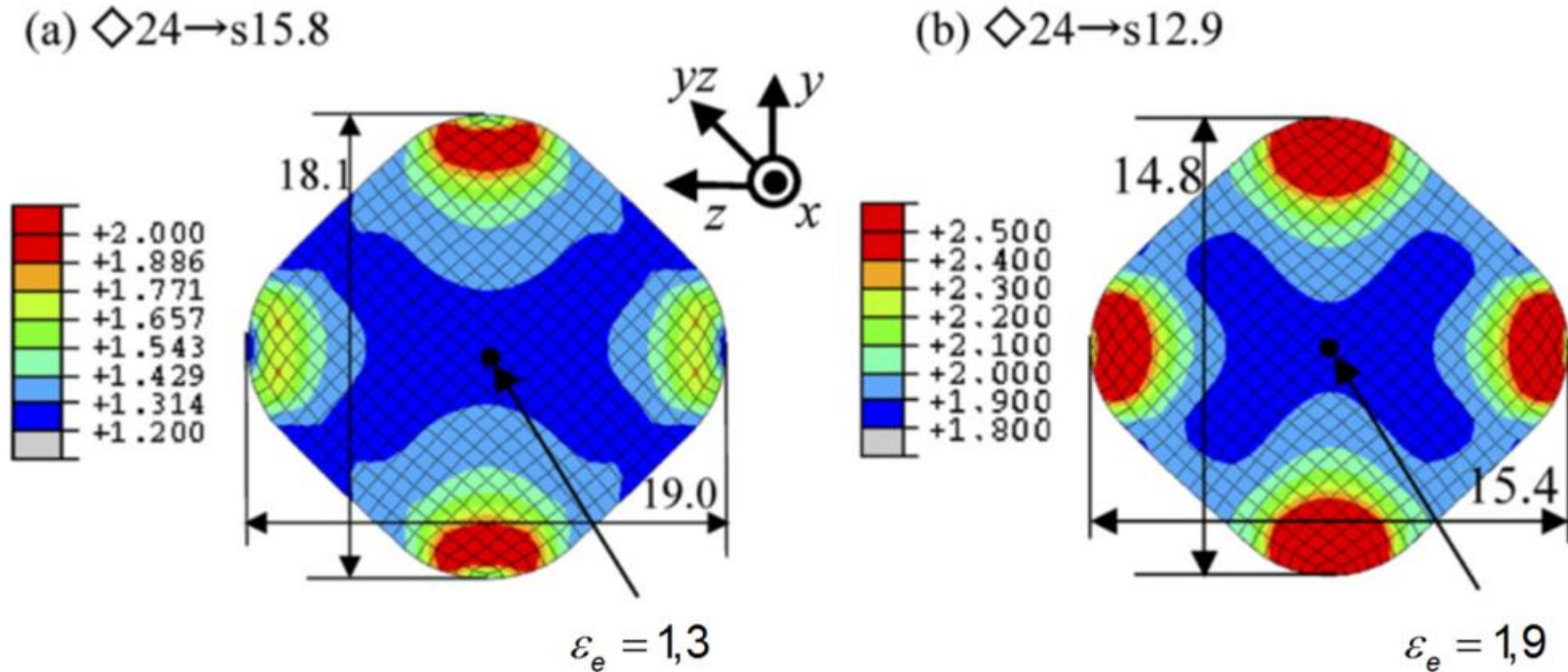
Prečnik donjeg valjka je manji u odnosu na gornji, te je brzina donjeg (V_{btm}) manja u odnosu na gornji valjak (V_{top}). Kada se obradak propusti kroz valjke, nastaje plastična deformacija usled smanjenja poprečnog preseka obratka. Usled razlike u brzinama gornjeg i donjeg valjka dolazi do smičuće deformacije (slika a). Nakon prvog prolaza, obradak se rotira za 90° u pravcu kazaljke na satu oko uzdužne ose. Obradak se ponovo valja na isti način kao u prvom prolazu, s tim što se i nadalje smanjuje poprečni presek, dok je smer smicanja suprotan u odnosu na prvi prolaz (slika b).

Rezultati mehaničkih ispitivanja dati na slici ilustruju da uzorak deformisan u osamnaest prolaza ima dvostruko veći napon tečenja pri ispitivanju zatezanjem u odnosu na nedeformisan uzorak (EXT-AZ31). Maksimalno izduženje u poslednjoj fazi valjanja neznatno je manje u odnosu na sve prethodne faze valjanja.



*Slika. Čvrstoća legure AZ31 nakon CAROL postupka sa 15 odnosno 18 prolaza:
a) zatezna čvrstoća, b) pritisna čvrstoća*

Primenom metode konačnih elemenata za simulaciju i analizu procesa pokazano je da deformacija dostiže najviše vrednosti u uglovima obratka: 2 nakon šest prolaza, odnosno 2,5 nakon 8 prolaza (slika).



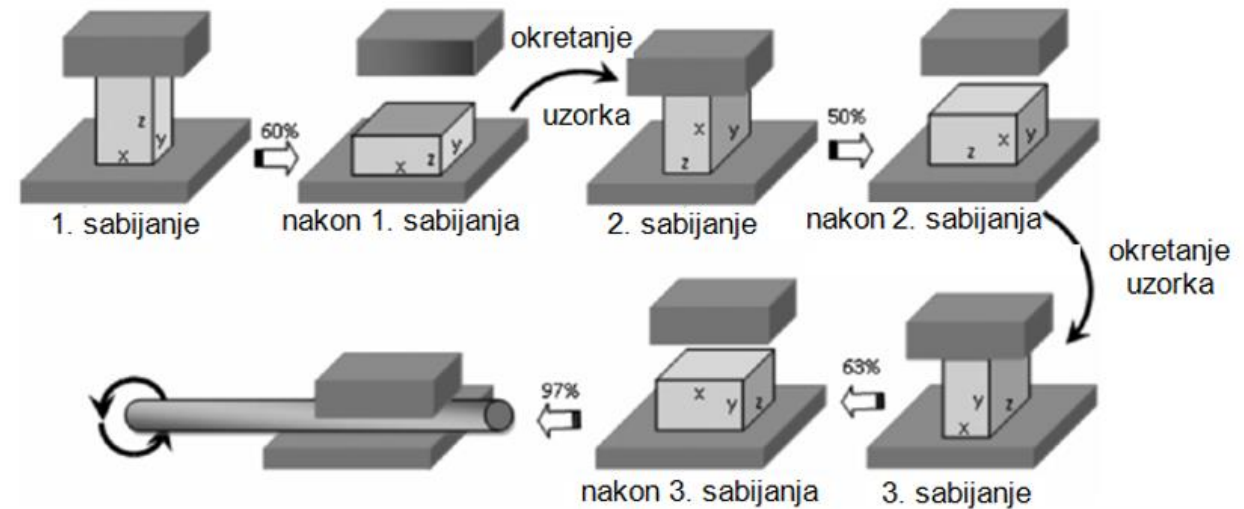
Slika. Efektivna deformacija u uzorku nakon šest (a) i osam prolaza (b)

VIŠEOSNO SABIJANJE (MDF - multi-directional forging)

Višeosno sabijanje (eng. multi-directional forging – MDF) prvi put je primenjeno sredinom devedesetih godina prošlog veka za formiranje UFZ u zapreminskim obratcima. Princip MDF-a prikazan je na slici i sastoji se od više operacija slobodnog sabijanja, obično praćenih dinamičkom rekristalizacijom. Homogenost deformacije je niža nego pri obradi ECAP-om.

Prednost ove metode jeste mogućnost obrade manje plastičnih materijala kao i komada velikih dimenzija, zbog obrade na povišenoj temperaturi i malog specifičnog opterećenja na alatu.

Obrada se obično izvodi u temperaturnom intervalu $(0,1 - 0,5) \cdot T_m$, gde T_m označava temperaturu topljenja. Odabirom odgovarajuće temperature i brzine deformacije direktno se utiče na proces profinjavanja zrna.

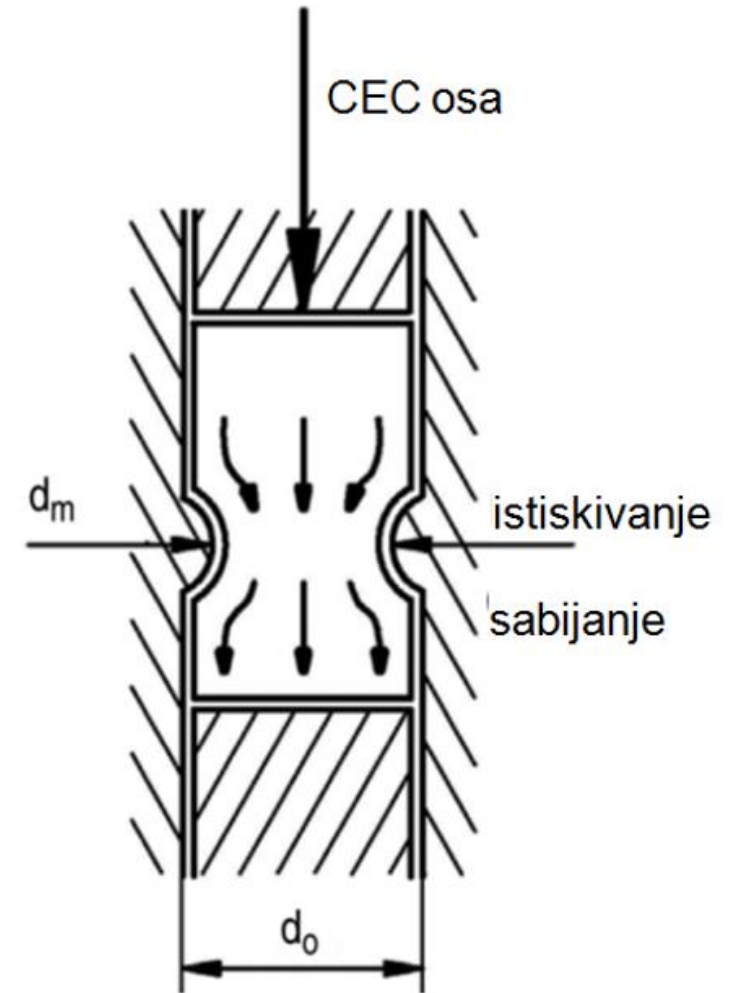


Slika. Šema MDF procesa

NAIZMENIČNO ISTISKIVANJE I SABIJANJE (CEC - cyclic extrusion and compression)

Postupak naizmeničnog istiskivanja i sabijanja (eng. cyclic extrusion and compression – CEC), poznat pod nazivom “peščani sat”, podrazumeva istiskivanje pripremljena iz jedne komore u alatu prečnika d_0 u drugu istih dimenzija u kojima se odvija sabijanje (slika) kroz matricu manjeg prečnika d_m . Prilikom sledećeg prolaza smer ekstruzije je obrnut. Proces je moguće ponoviti više puta, i u tom slučaju ukupna deformacija je zbir efektivnih deformacija ostvarenih u jednom prolazu. Deformacija po jednom prolazu izračunava se prema formuli:

$$\Delta \varepsilon_e = 4 \ln(d_0 / d_m)$$



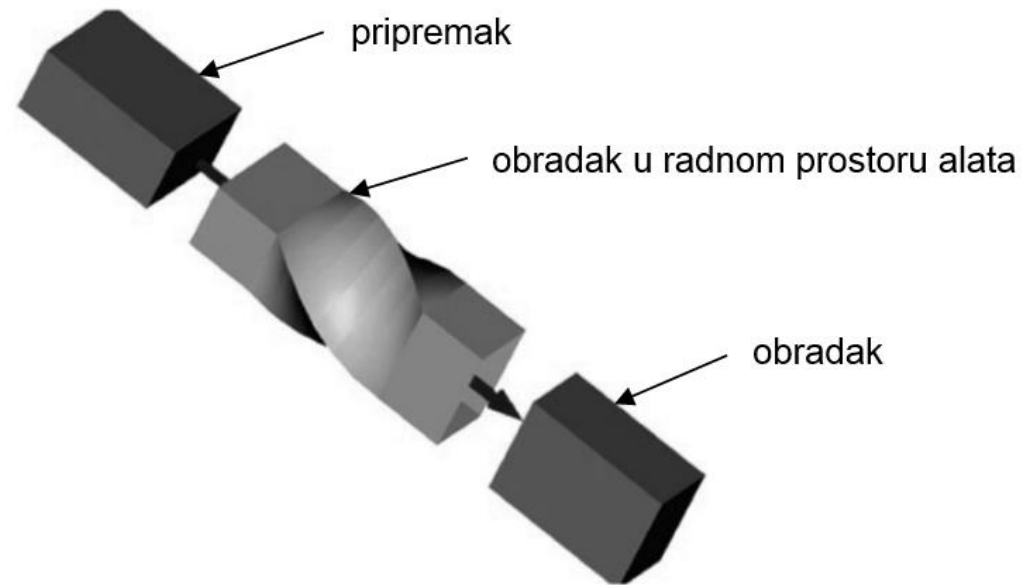
Slika. Šema CEC procesa

Primer: Ukoliko je odnos $d_m / d_0 = 0,9$, tada je efektivna deformacija po jednom prolazu približno 0,4. Ovom metodom moguće je postići ukupnu efektivnu deformaciju i od 90.

Brzina deformacije trebalo bi da je niža kako ne bi nastupilo zagrevanja uzorka. Iako se ovom metodom mogu postići visoke vrednosti efektivne deformacije, mikrostruktura i mehaničke karakteristike su slične ostalim jednosmernim IPD metodama.

ISTISKIVANJE SA UVIJANJEM (TE - twist extrusion)

Istiskivanje sa uvijanjem (eng. twist extrusion – TE) predstavljeno je 2004. godine i zasniva na istiskivanju obratka kroz specijalno dizajniran alat koji ima funkciju da zadrži oblik i veličinu poprečnog preseka pripremkom, uz istovremeno uvijanje oko uzdužne ose (slika 2.33) [24, 25, 142–144]. Kao rezultat dobija se obradak identičnog oblika i veličine sa pripremkom. Moguće je dizajnirati alat sa različitim poprečnim presecima, osim sa kružnim. Kao i kod HPT-a, deformacija nije homogena, nego se povećava rastojanjem od centralne ose obratka. Korišćenjem TE sa više prolaza ovaj nedostatak se ublažava

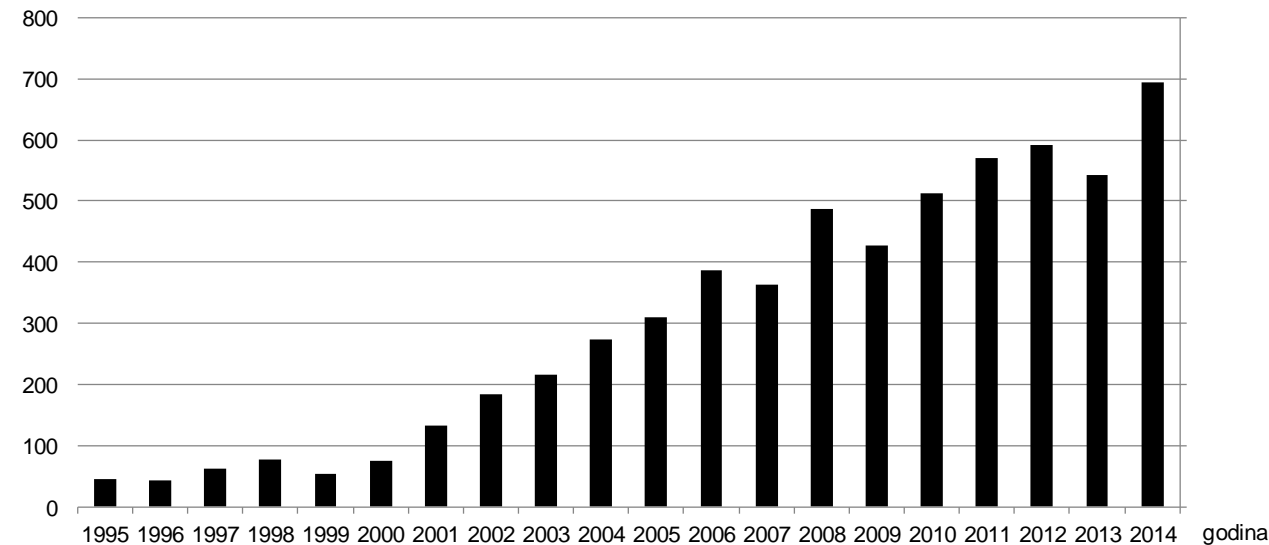


Slika. Princip istiskivanja sa torzijom (TE)

Najčešće obrađivani materijali pomoću *IPD*

- **aluminijum i njegove legure – do sada je objavljeno 1275 radova**
- **čelik (672)**
- **bakar i njegove legure (609)**
- **titan i njegove legure (474)**
- **nikl i njegove legure (272)**
- **čisto železo (269)**
- **cinkove legure (112)**

Br. naučnih radova



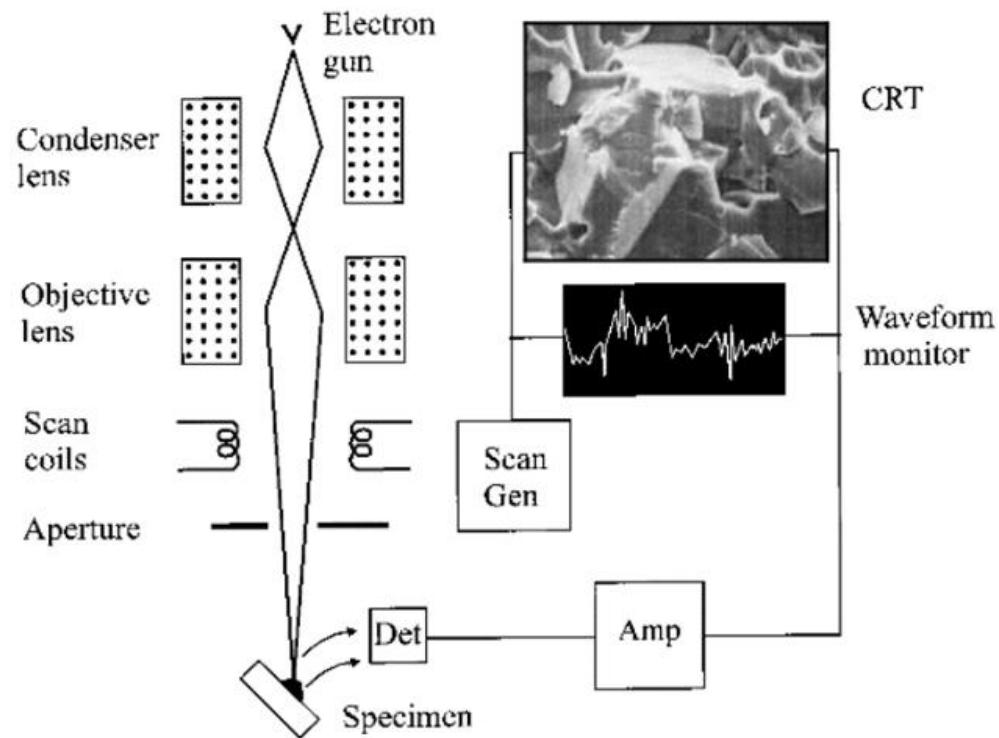
Metode karakterizacije u intenzivnoj plastičnoj deformaciji

Karakterizacija nanostrukturnih materijala koji se javljaju u obliku tankih slojeva, nanočestica i zapreminskih struktura zahteva posebne tehnike koje poseduju dovoljnu rezoluciju za strukturnu i hemijsku analizu. Stoga su, pored standardnih metoda karakterizacije, neophodne i specijalne. Otežavajuće okolnosti su oksidacije/reakcije na površini, poremećaji u strukturi na granici zrna i drugim unutrašnjim interfejsovima i značajna poroznost koja može biti prisutna u materijalu.

Zbog svojih karakteristika, kao i zbog prednosti koje nude u odnosu na svetlosne mikroskope, elektronski mikroskopi su veoma brzo našli svoju primenu u karakterizaciji nano i submirkonskih struktura. Najveći nedostatak elektronskih mikroskopa je njihova cena koja daleko prevazilazi svetlosne mikroskope. Svi elektronski mikroskopi sadrže elektronski top kao izvor elektrona, kondenzatorska sočiva kao i neku vrstu detektora signala koji se javlja kao posledica interakcije elektrona i uzorka.

Skenirajući elektronski mikroskop (SEM – scanning electron microscope)

Skenirajući elektronski mikroskop (SEM) ima sličnosti sa TEM-om kada je reč o korišćenju snopa elektrona uperenih ka uzorku. To znači da su određeni sistemi, poput elektronskog topa, kondenzatorskih sočiva i vakuumske sistema, isti kod oba mikroskopa (Slika). Međutim, način na koji se dobijaju i uvećavaju slike je potpuno drugačiji. TEM omogućuje da dođemo do informacija o unutrašnjoj strukturi tankih uzoraka, dok se SEM koristi za ispitivanje površine materijala zapreminskih uzoraka.

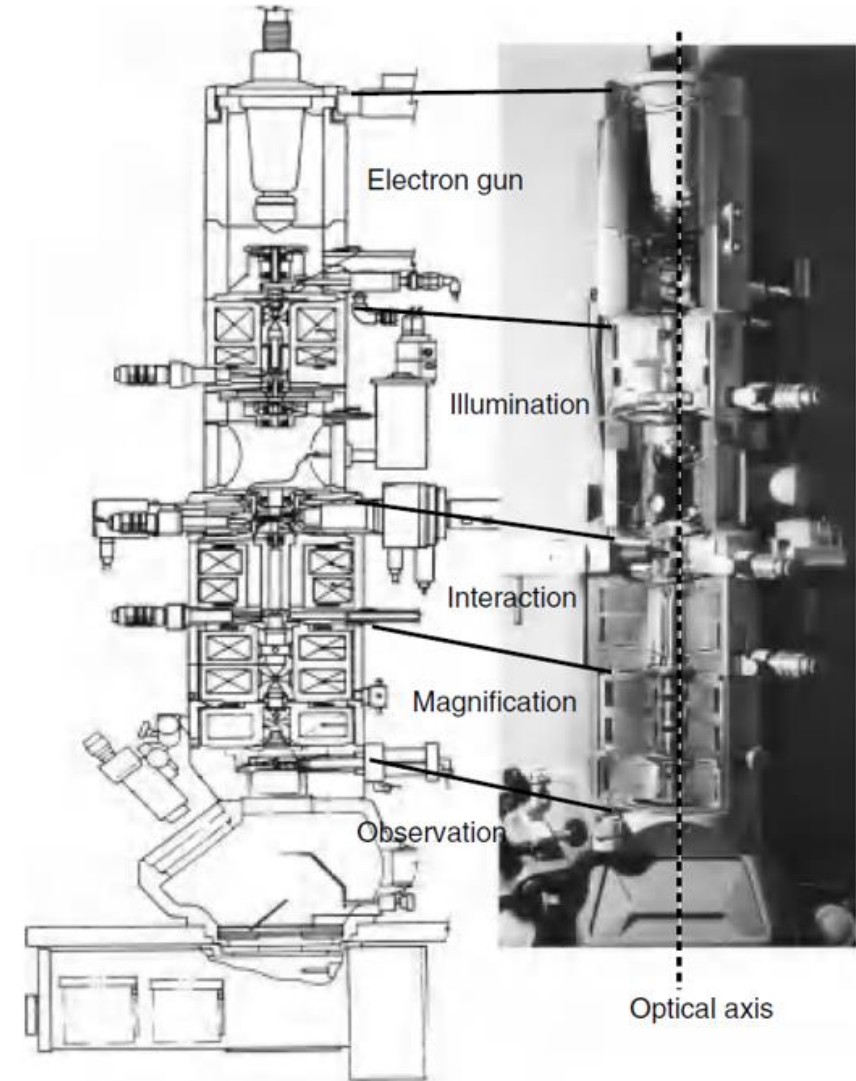


Slika 2. Šematski dijagram glavnih komponenti SEM-a

Transmisioni elektronski mikroskop (TEM – transmission electron microscope)

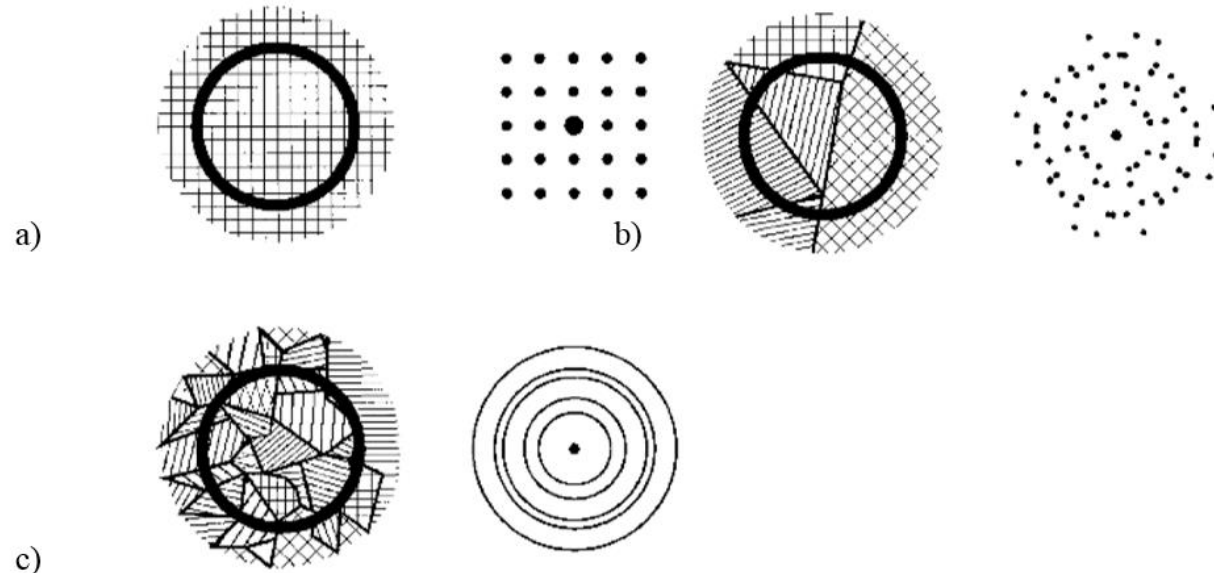
Prvi transmisioni elektronski mikroskop (eng. transmission electron microscope - TEM) su početkom tridesetih godina prošlog veka u Berlinu konstruisali Max Knoll i Ernst Ruska. Nakon samo par godina mikroskop je krenuo u prodaju i to vreme je imao karakteristike koje su daleko prevazilazile tadašnji najbolji svetlosni mikroskop. Interesantno je da se osnovni principi TEM-a važe još i danas. Unapređenja koja poseduju današnji TEM-ovi potiču od napretka iz oblasti elektronike, što za posledicu ima stabilnije struje i više vrednosti napona.

Po pravilu se TEM sastoji od pet osnovnih celina: elektronskog topa, iluminacije, interakcije, uvećanja i posmatranja (Slika). Obično su ove celine u samom mikroskopu postavljene vertikalno tj. u vidu stuba



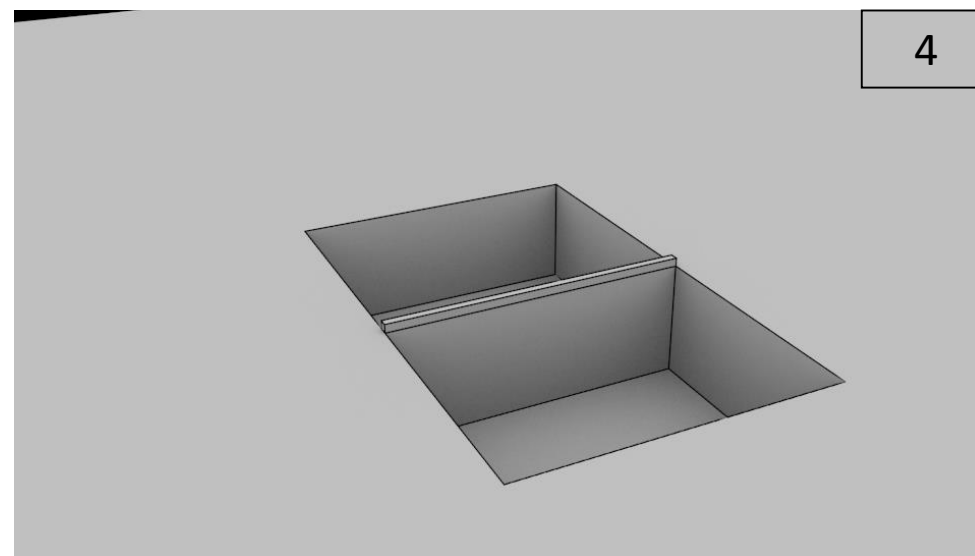
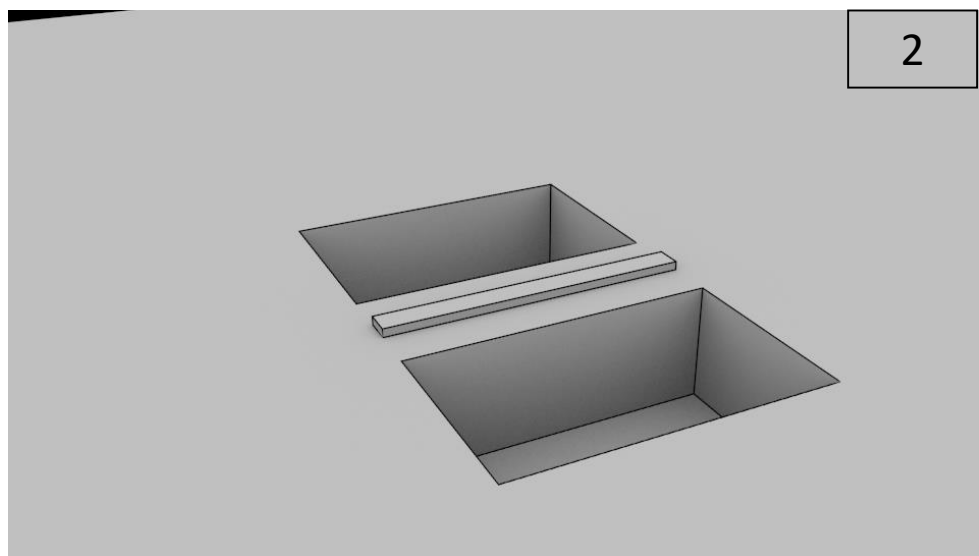
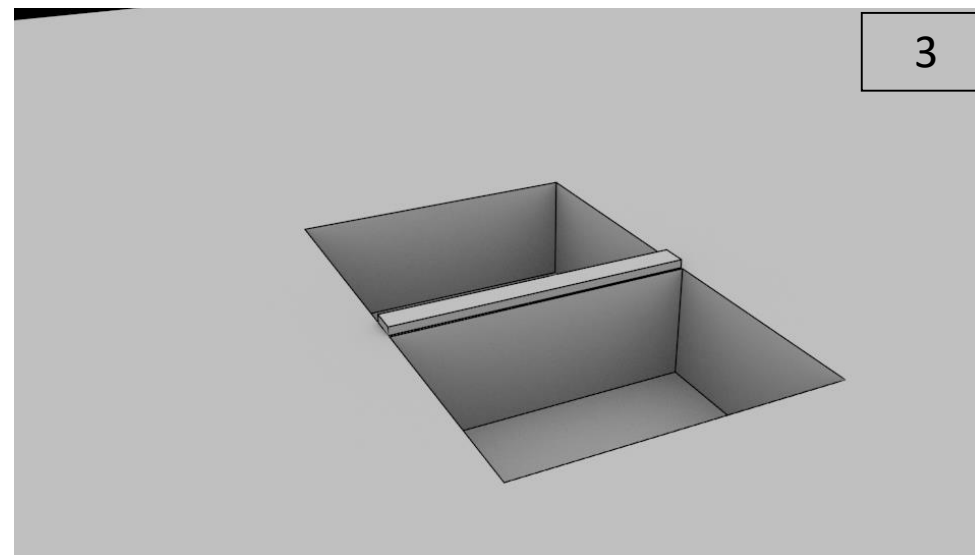
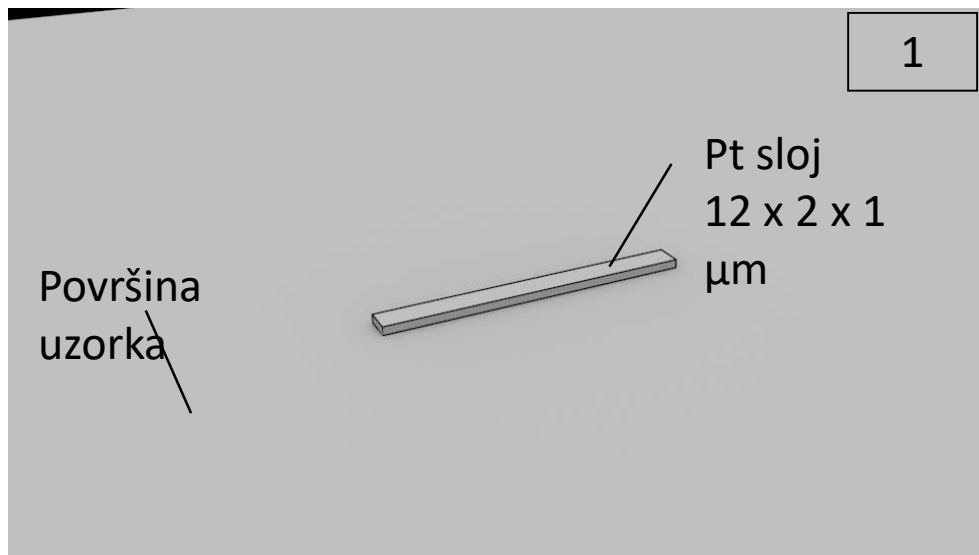
Slika. Šema JEOL 120CX transmisionog mikroskopa

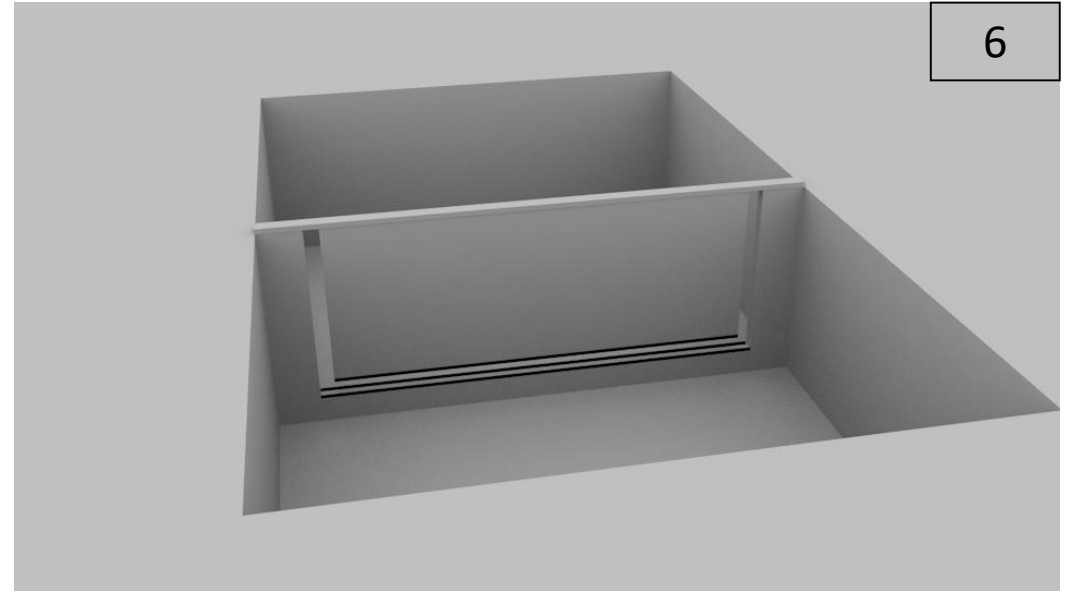
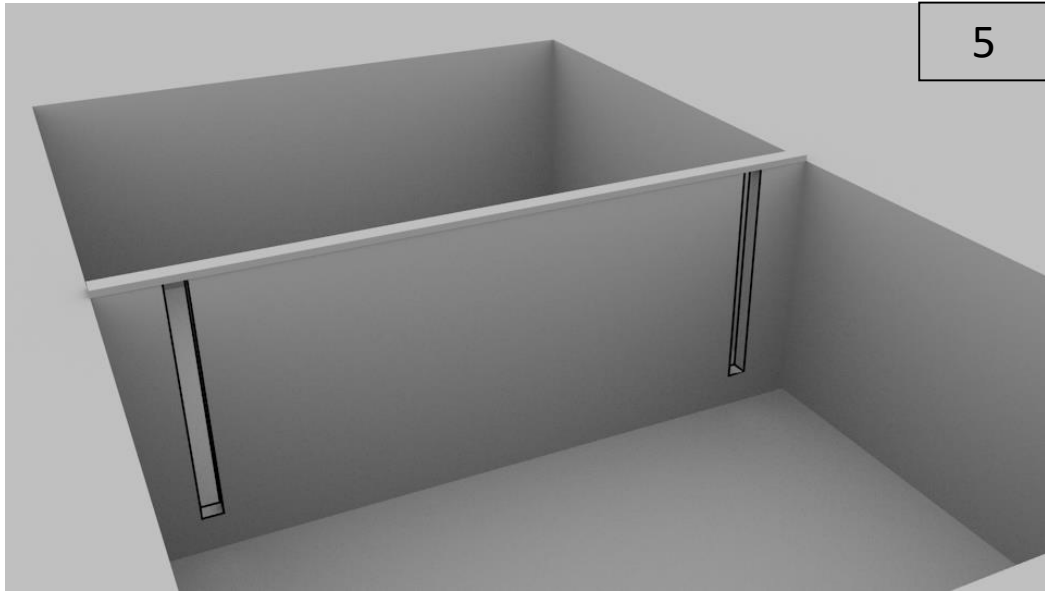
Ako bismo analizirali jedan kristal orijentisan na način kod koga su nekoliko serija ravni paralelne sa snopom, TEM će proivesti sliku koja će se sastojati od pravilnog niza tačaka (Slika a). Ako bismo analizirali uzorak koji sadrži nekoliko kristala različite orijentacije (Slika b), tada je difrakciona šara složenija i predstavlja zbir pojedinačnih oblika (šara, mustri). Slika c prikazuje izgled difracije iz uzorka koji se sastoji od puno kristala nasumične orijentacije. U ovom slučaju su difrakcione tačke toliko blizu jedna drugoj, da praktično formiraju neprekidne prstenove. U praksi, u zavisnosti od otvora blende ili osvetljavanjem male oblasti uzorka, moguće je birati veličinu oblasti iz koje želimo da dobijemo difrakcioni patern, jedno kristalno zrno u polikristalnom uzorku ili rastvor jednog materijala koji se nalazi u matrici drugog.

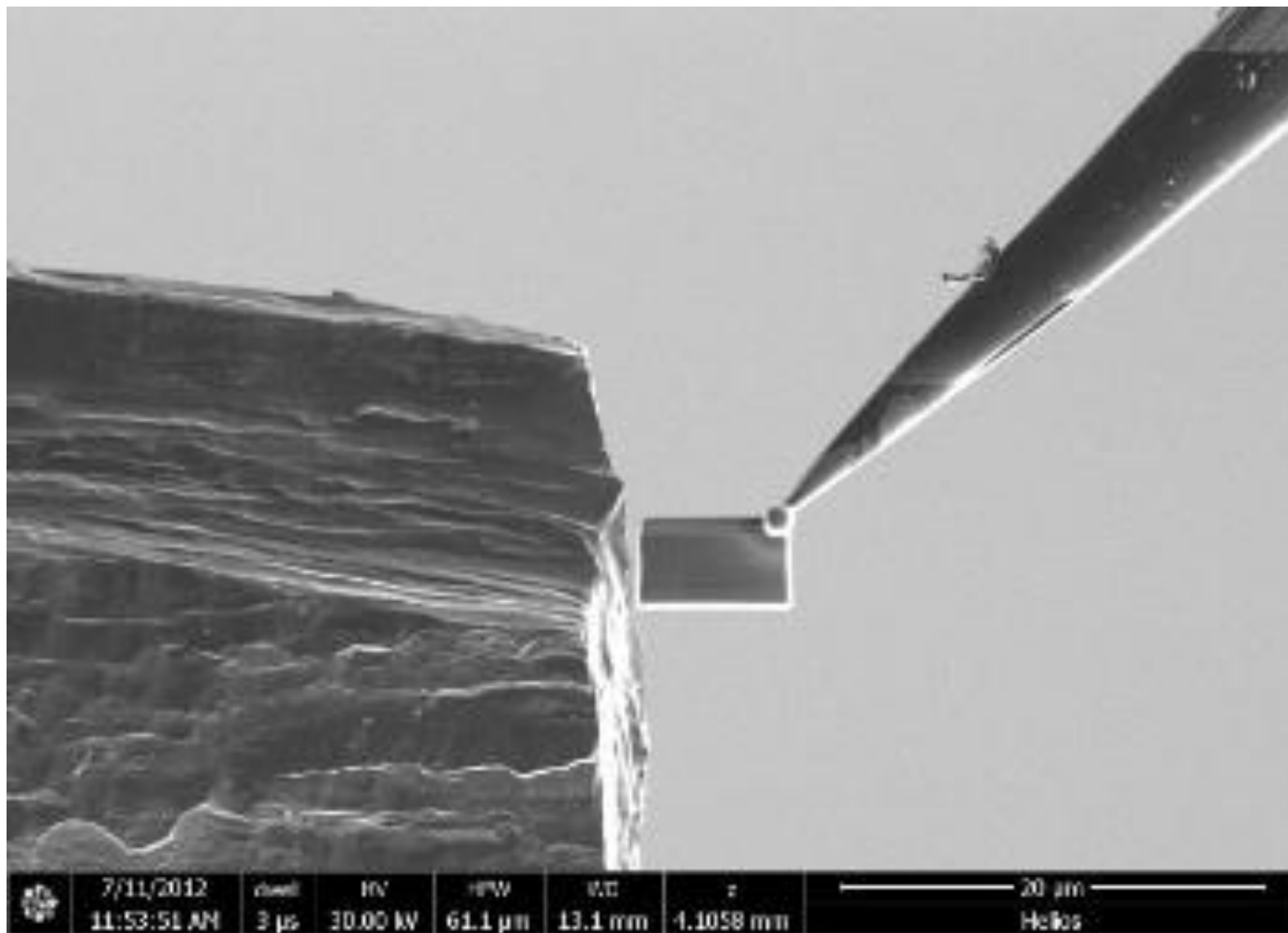


*Slika. Vrste difrakcionih modela koji nastaju u zavisnosti od mikrostrukture uzorka
a) jedan savršeni kristal b) mali broj kristala c) veliki broj kristala*

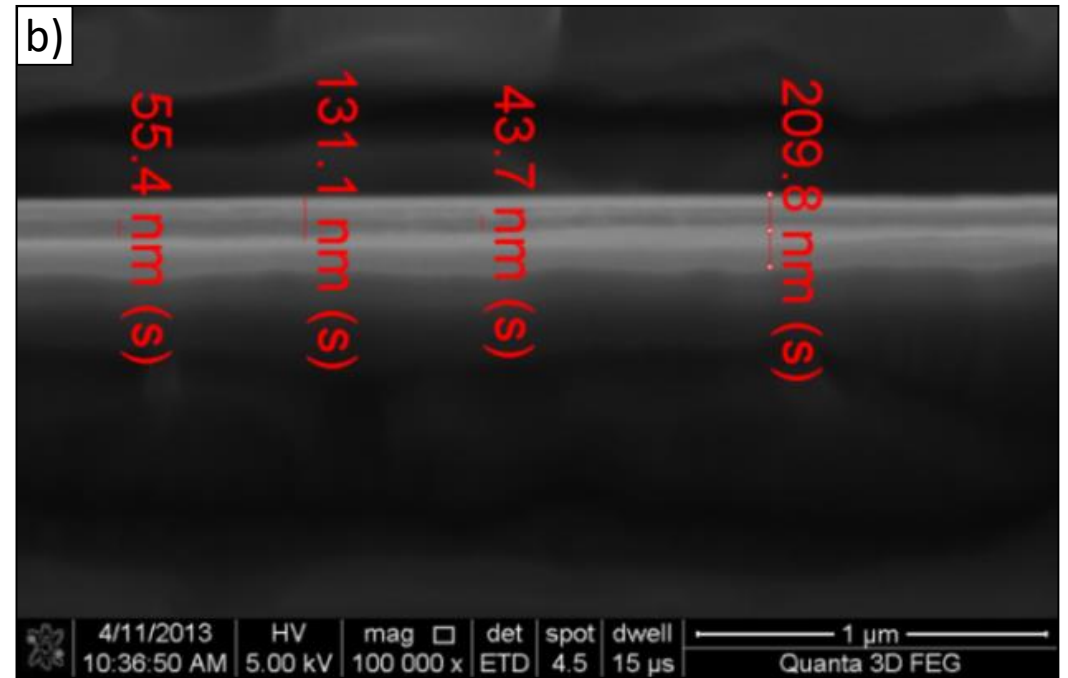
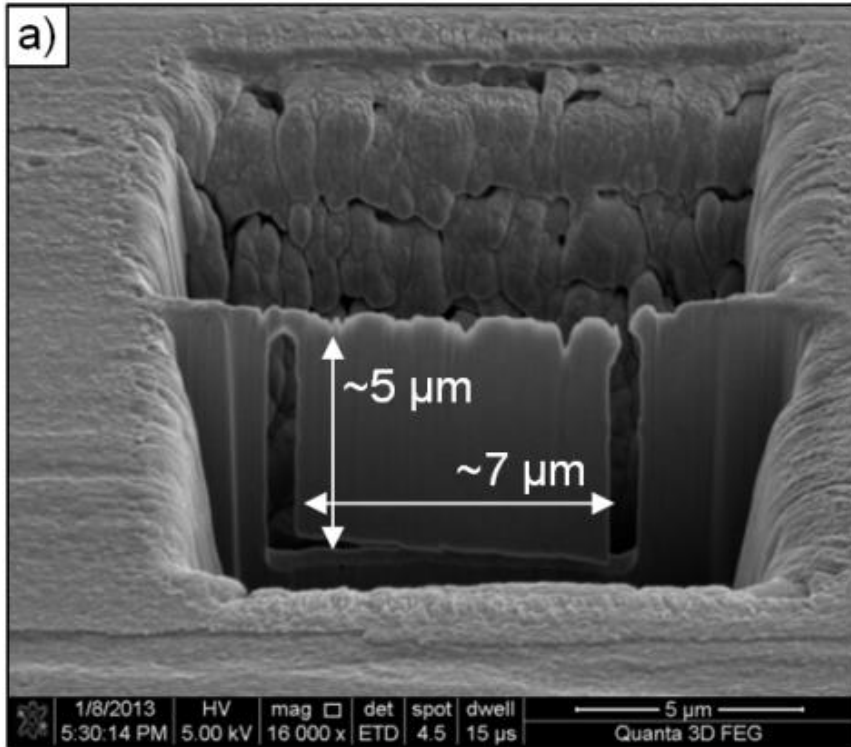
Faze priprave TEM uzorka pomoću FIB-a



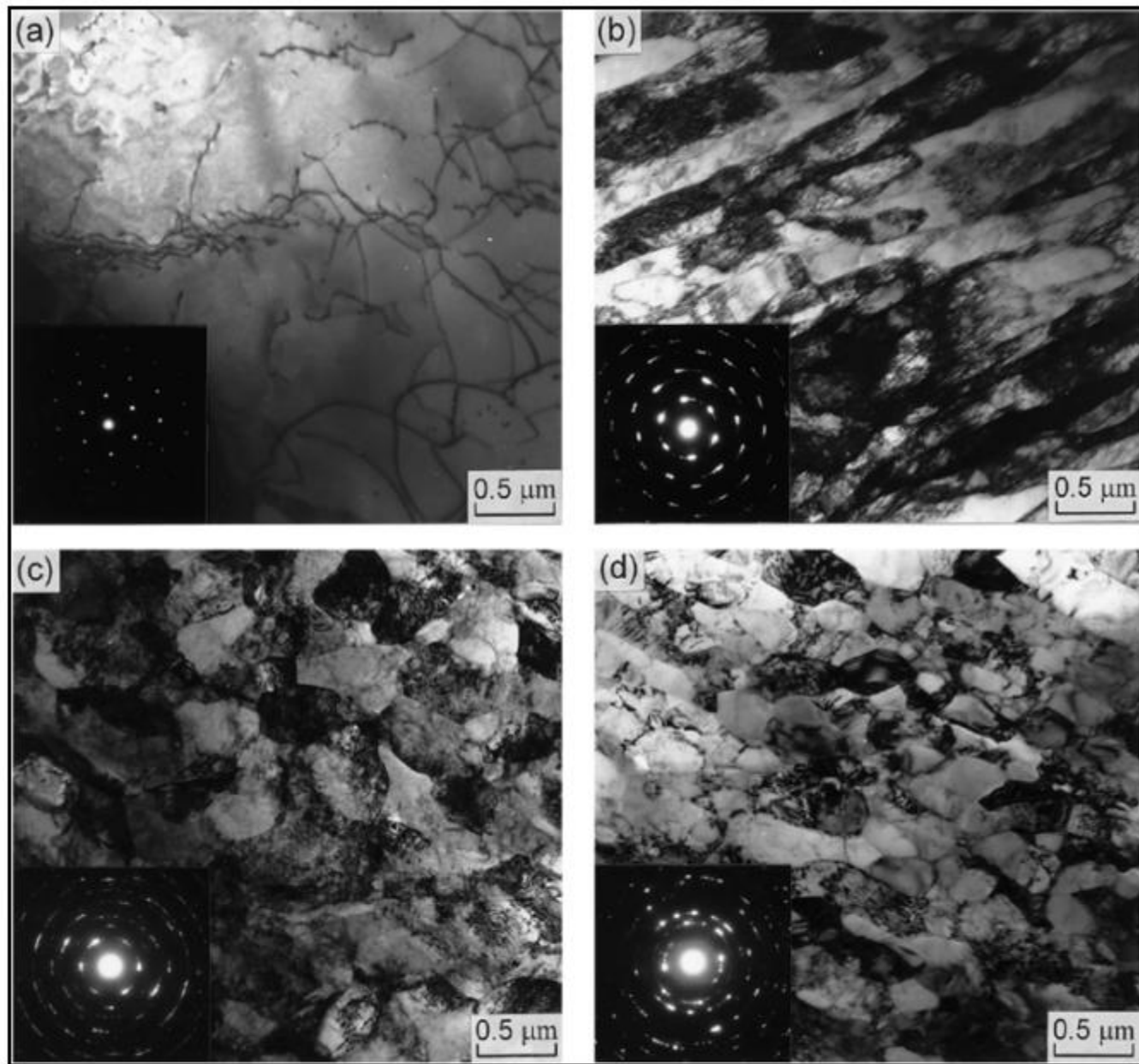




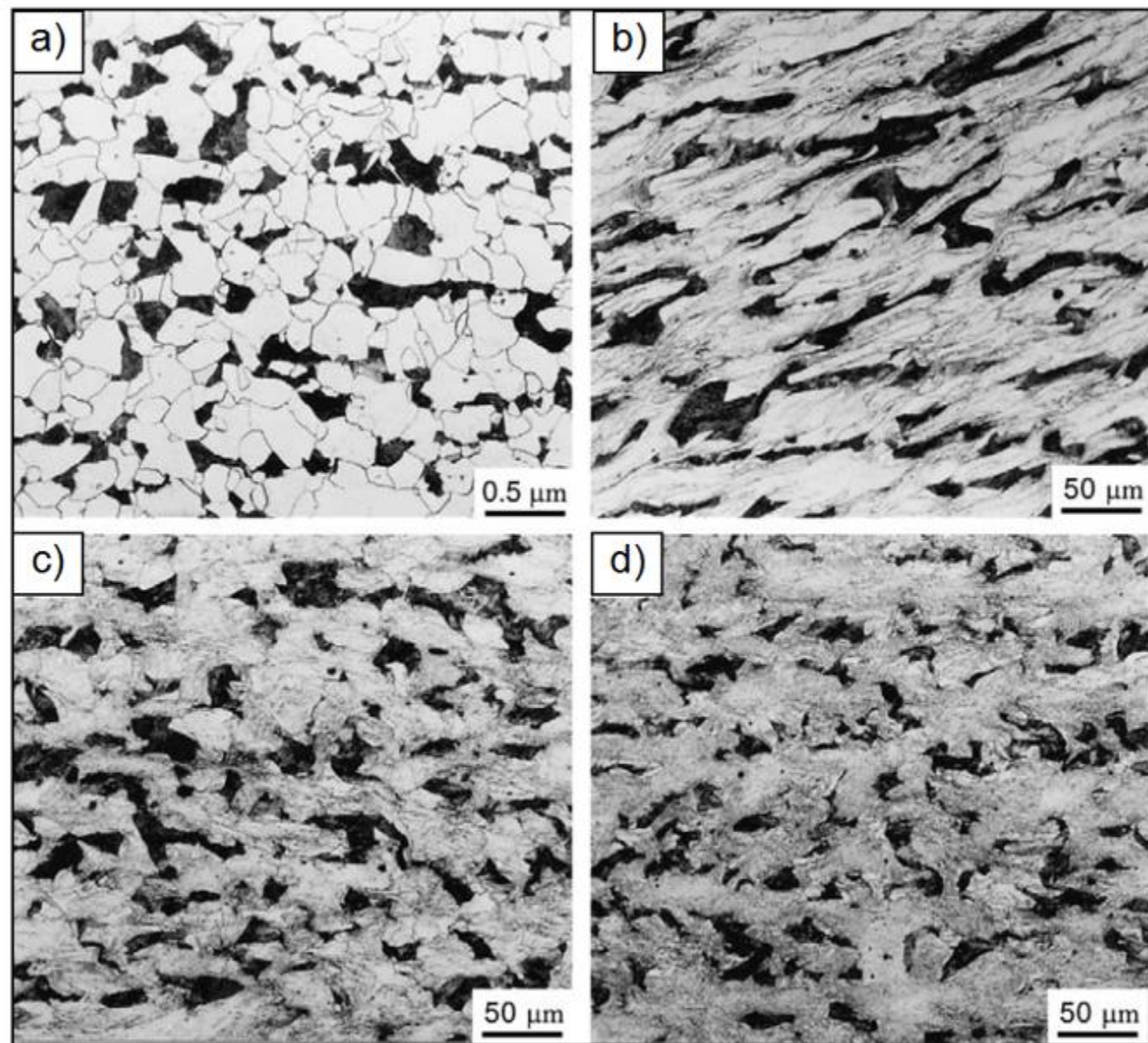
Lift out tehnika preuzimanja uzorka dobijenog FIB-om



***TEM uzorak: a) dužina i širina TEM uzorka,
b) debljina TEM uzorka dobijena FIB-om***

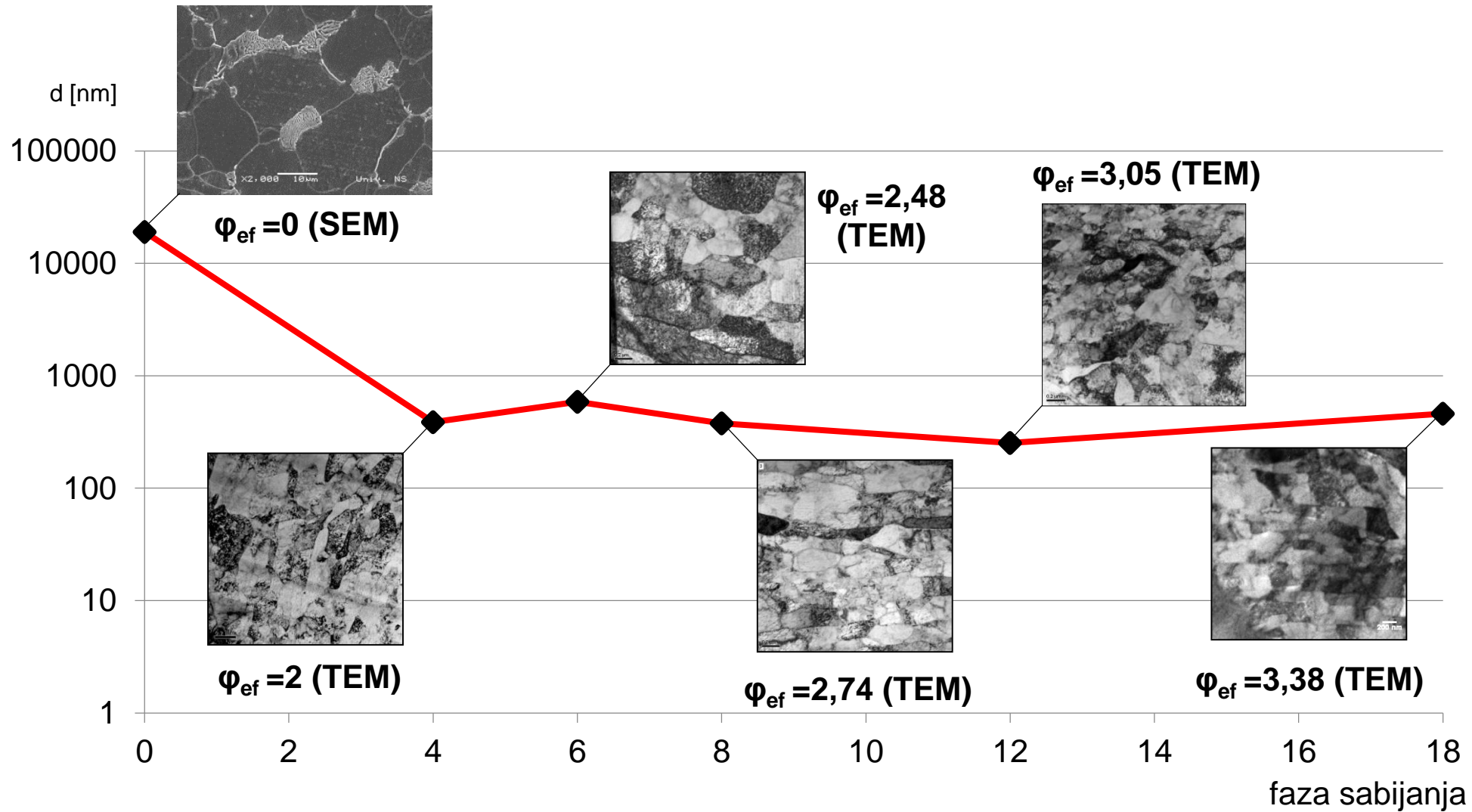


*Slika. TEM mikrograf feritnih zrna niskougleničnog čelika nakon ECAP-a:
a) početno stanje, b) jedan prolaz, c) dva prolaza, d) četiri prolaza*



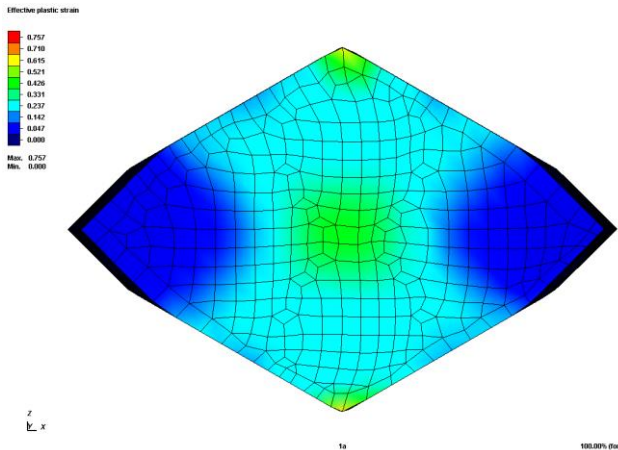
*Slika. Mikrostruktura čelika obrađenog ECAP-om:
a) polazno stanje, b) nakon prvog prolaza, c) nakon drugog, d) nakon četvrtog prolaza*

Mikrostruktura uzoraka nakon IPD

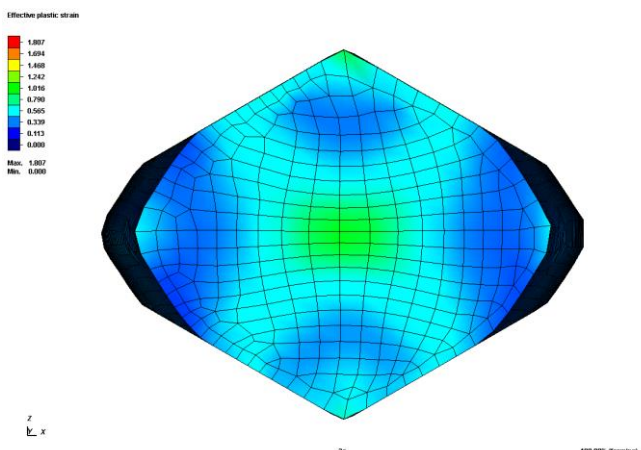


Promena veličine zrna ferita u zavisnosti od broja faza sabijanja – efektivne deformacije

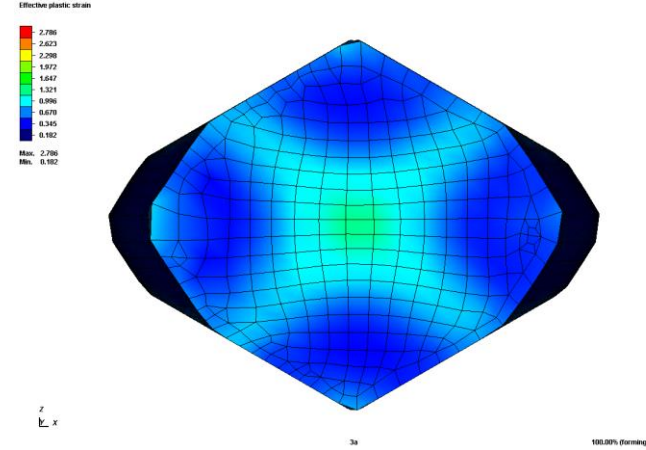
Simulacija IPD – Efektivna deformacija



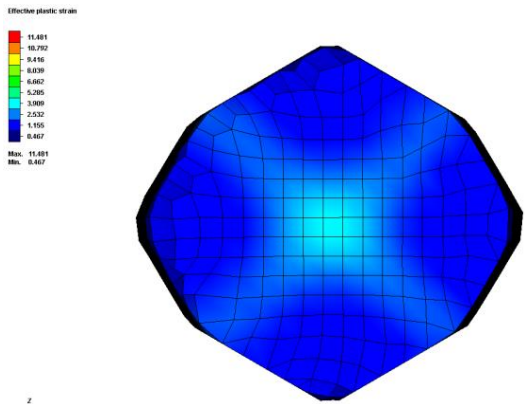
1. faza



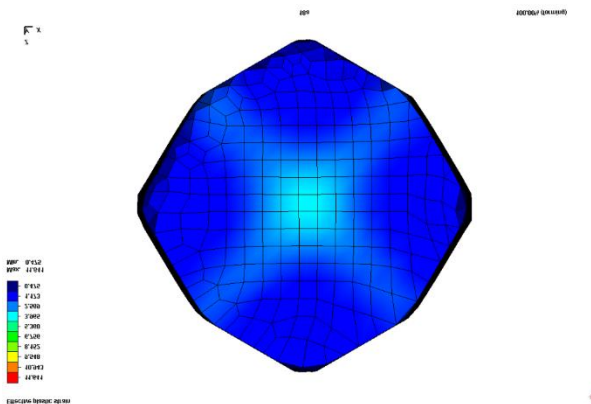
2. faza



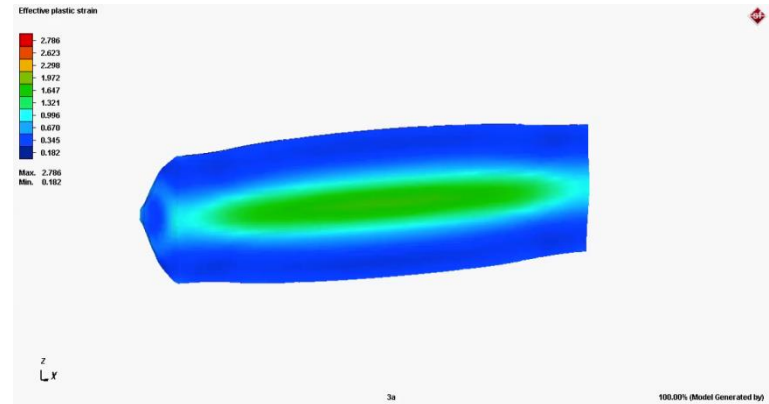
3. faza



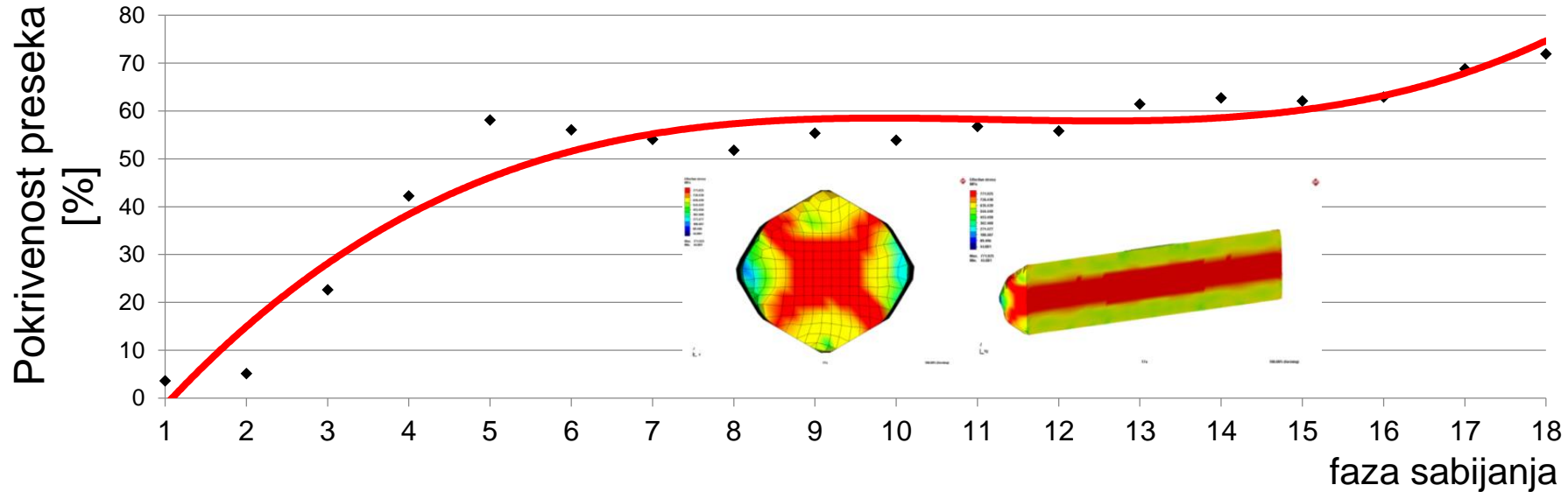
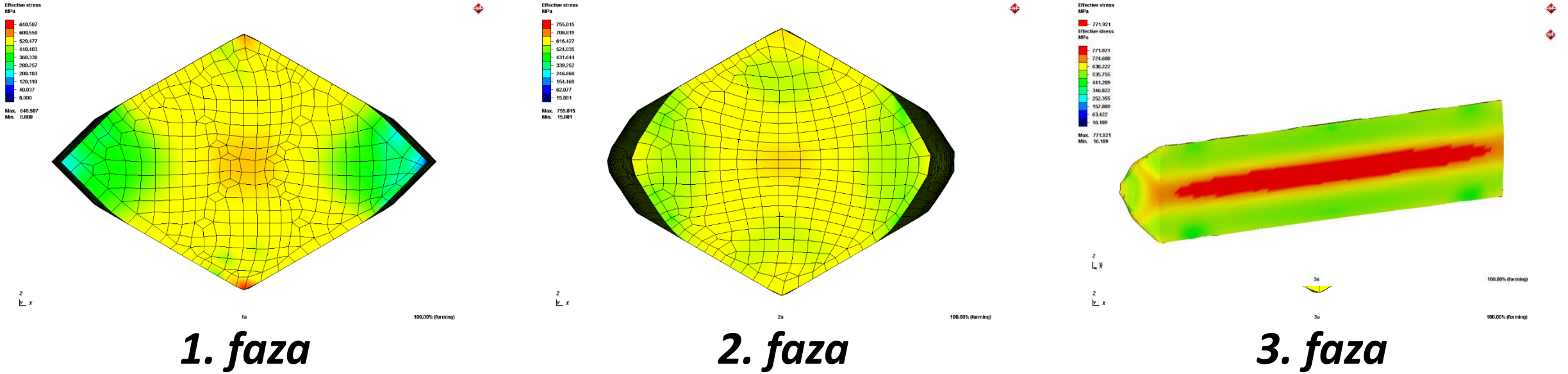
17. faza



18. faza

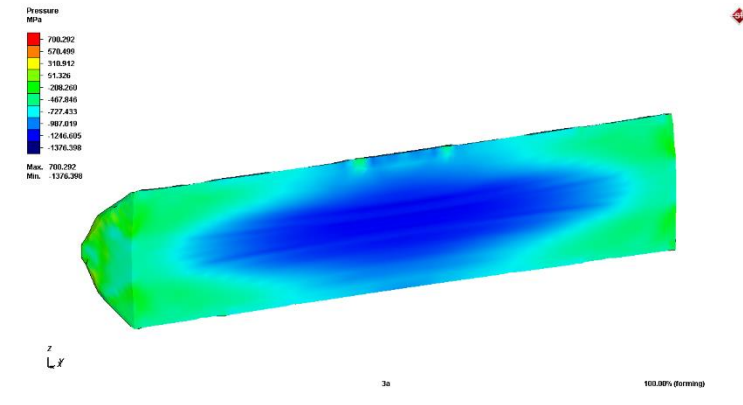
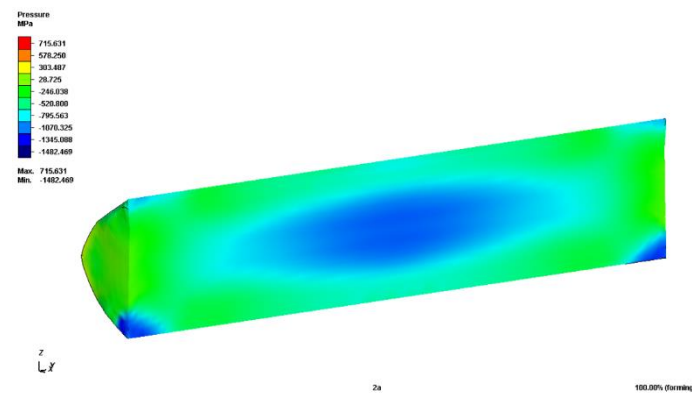
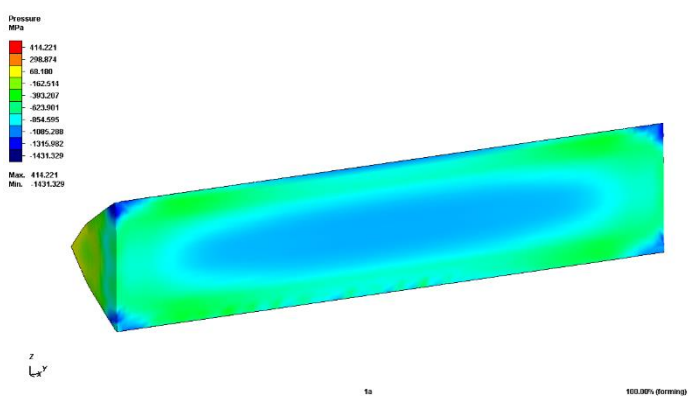
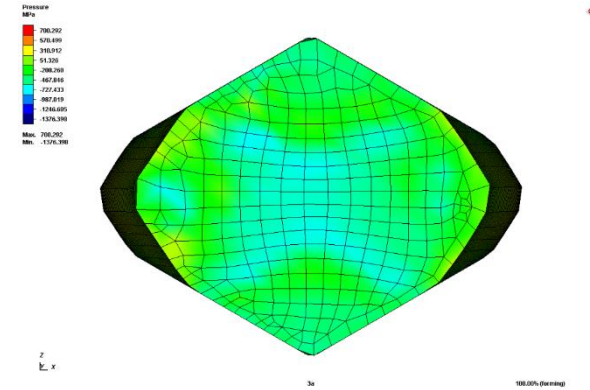
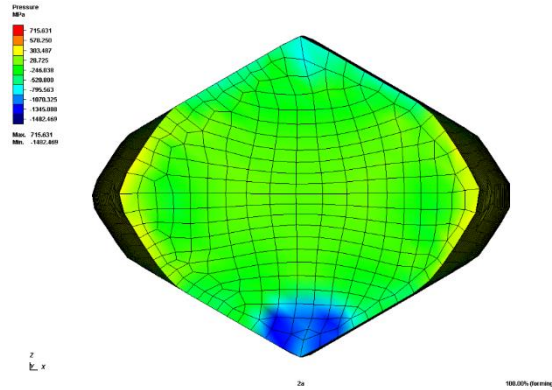
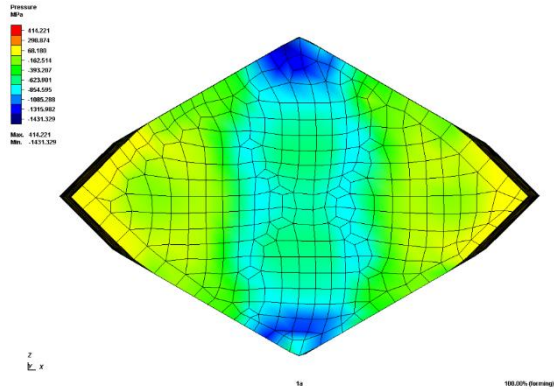


Rezultati simulacije – Efektivni napon



Procentualna pokrivenost preseka obratka maksimalnim efektivnim naponom

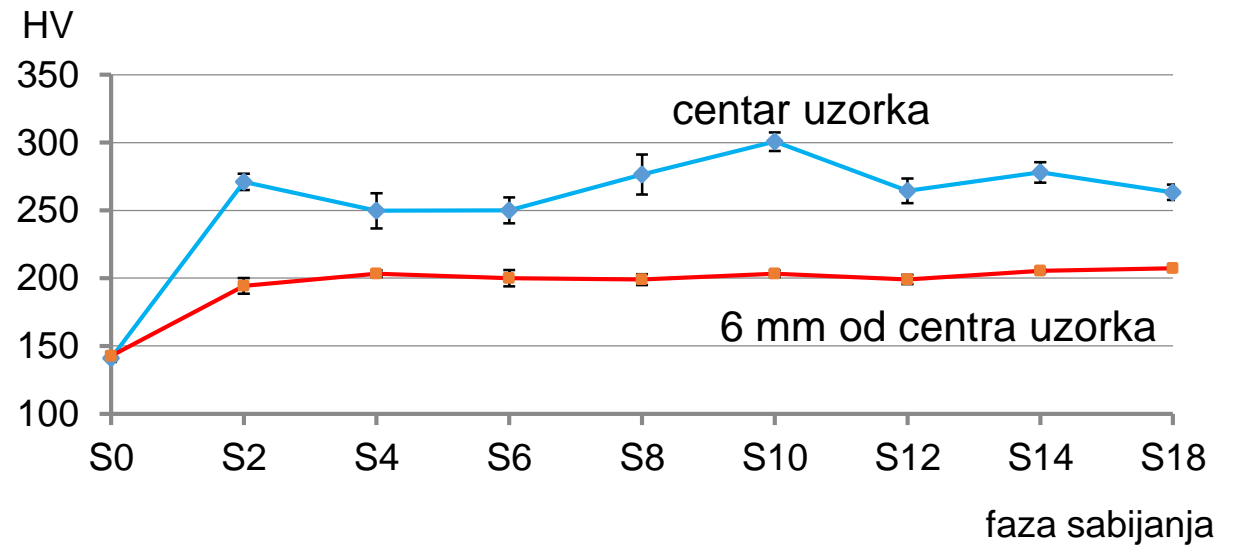
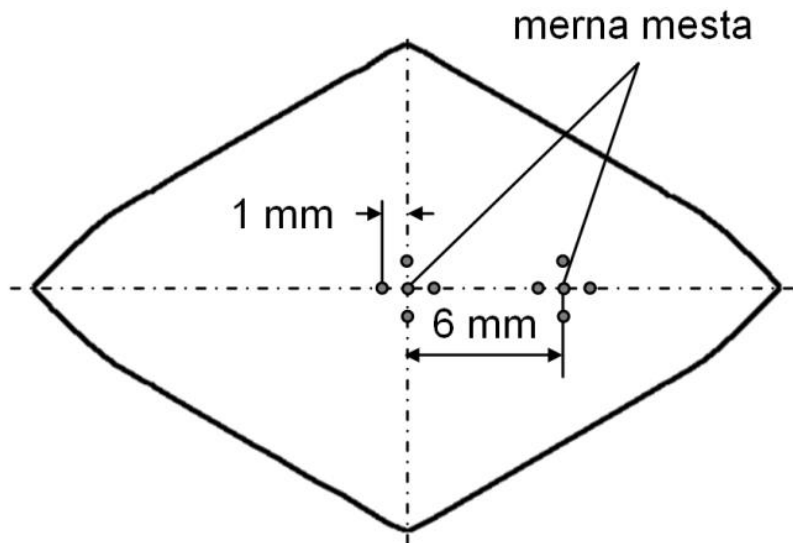
Rezultati simulacije – Hidrostatički napon



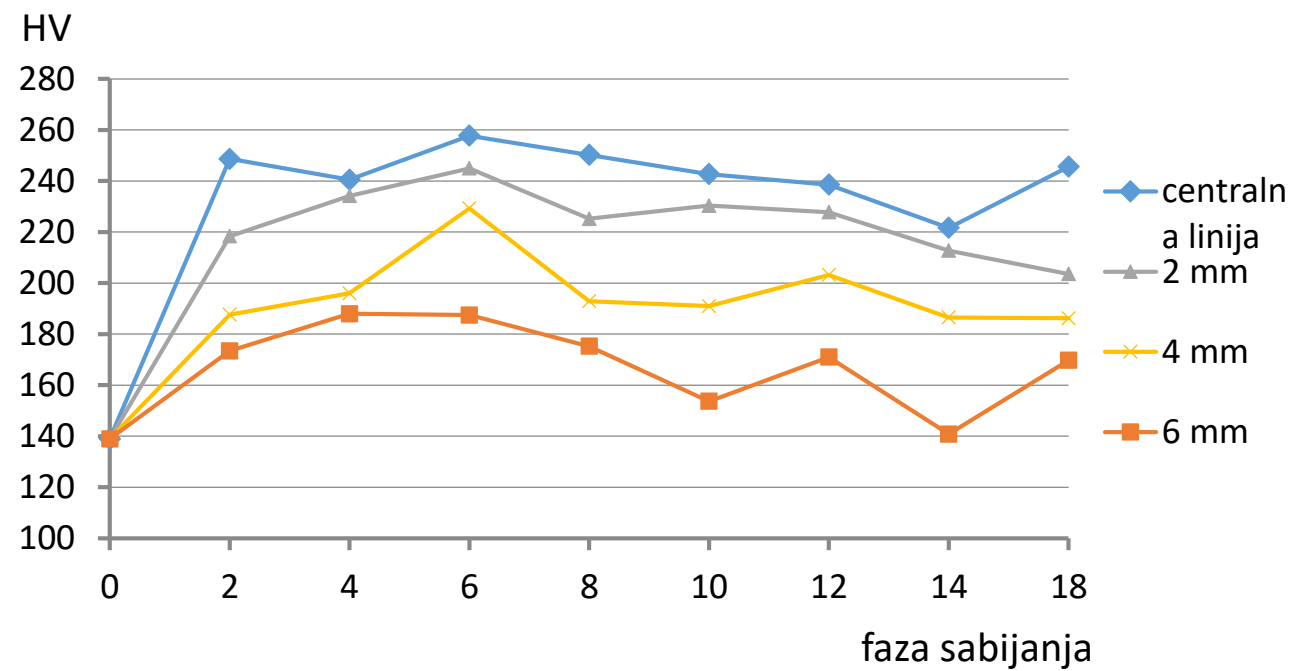
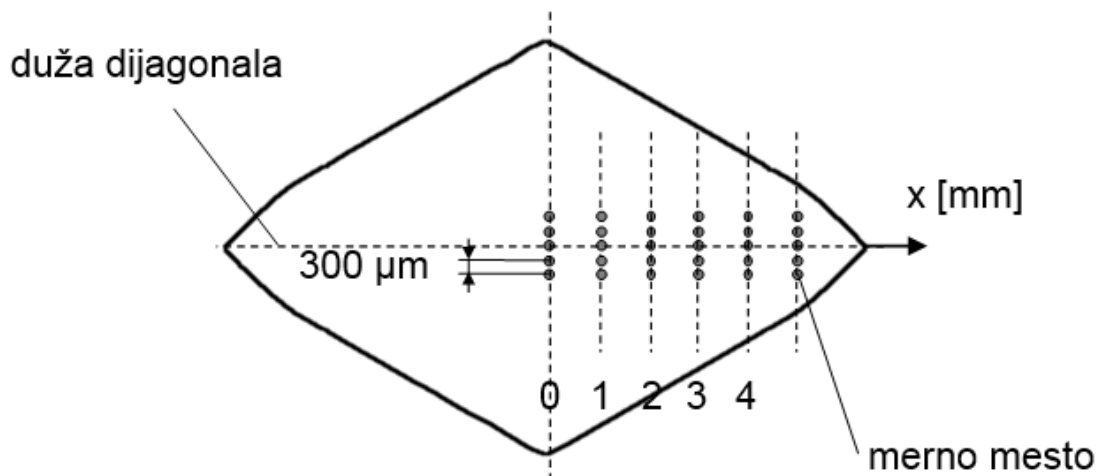
1. faza

2. faza

3. faza

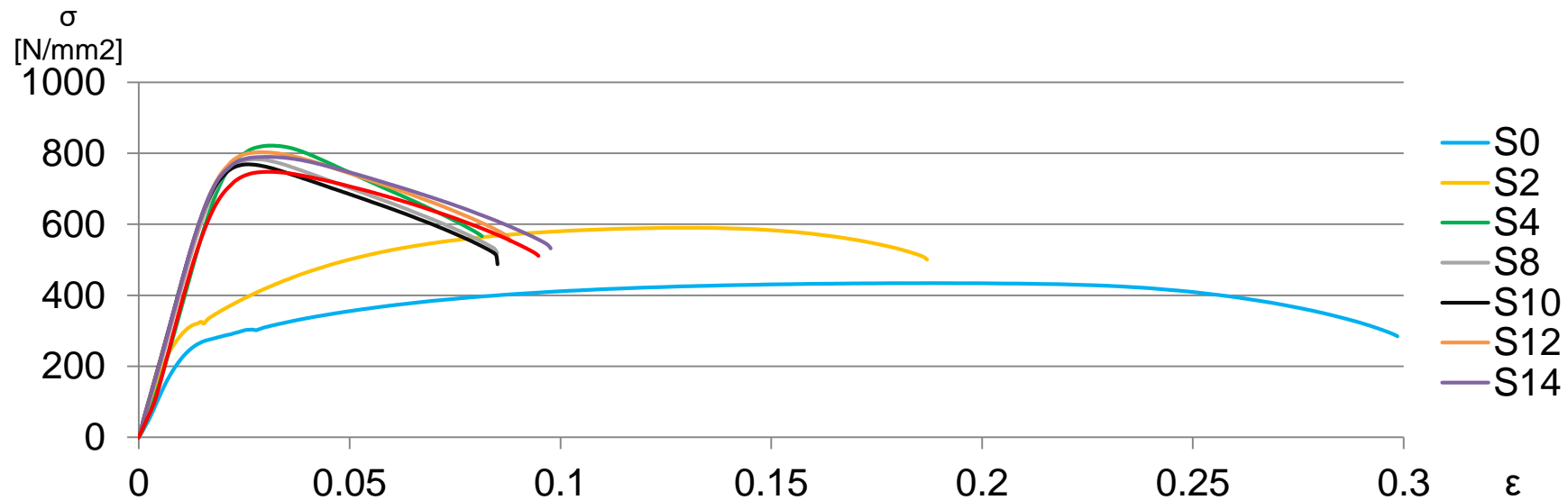


Makrotvrdoća u centru i na 6 mm od centra uzorka nakon različitog broja faza sabijanja

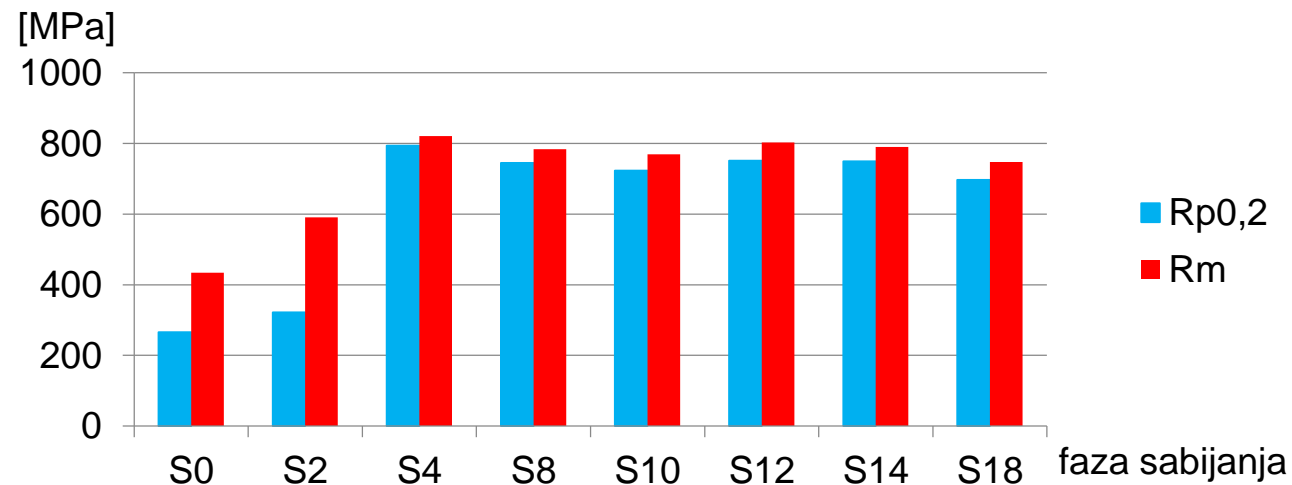


Zavisnost mikrotvrdoće od broja faza sabijanja i udaljenosti od centra uzorka

Ispitivanje zatezanjem



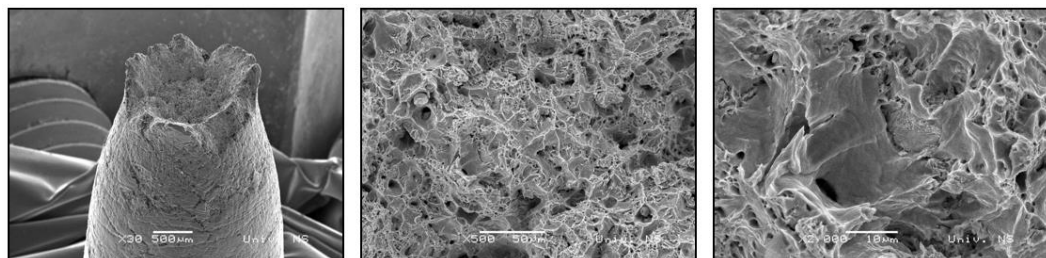
Dijagram zatezanja uzoraka nakon višefaznog sabijanja V-alatom



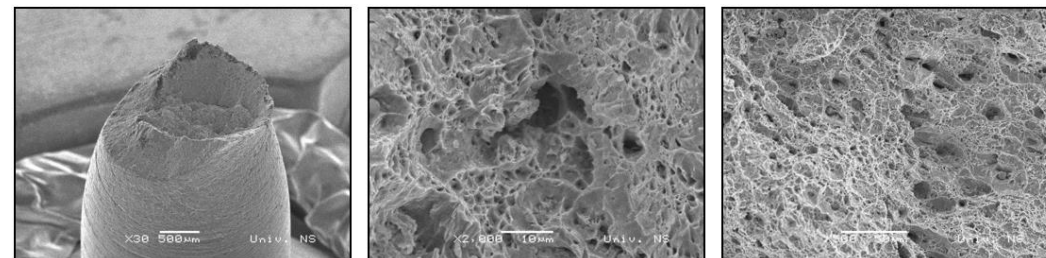
Zavisnost napona tečenja i čvrstoće materijala od broja faza sabijanja

Izgled prelomljenih površina nakon prekida epruvete zatezanjem

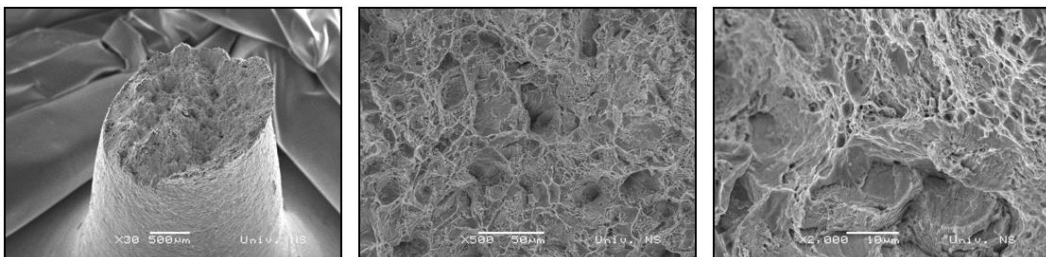
S0



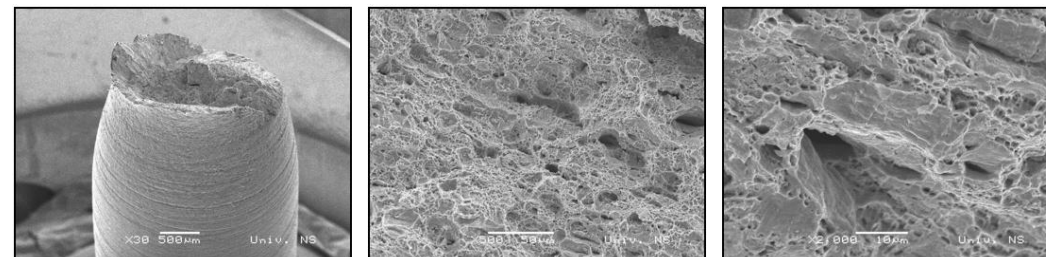
S10



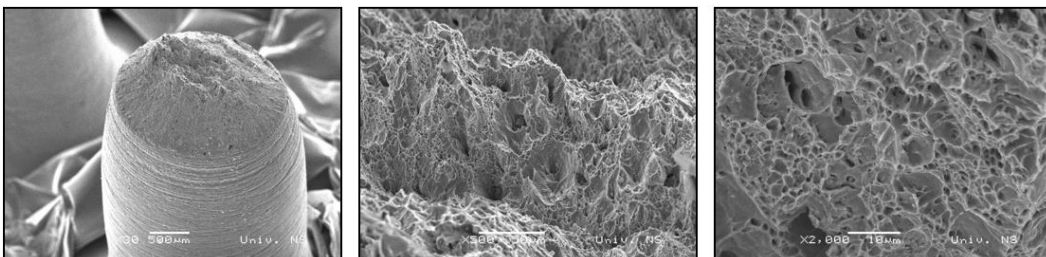
S2



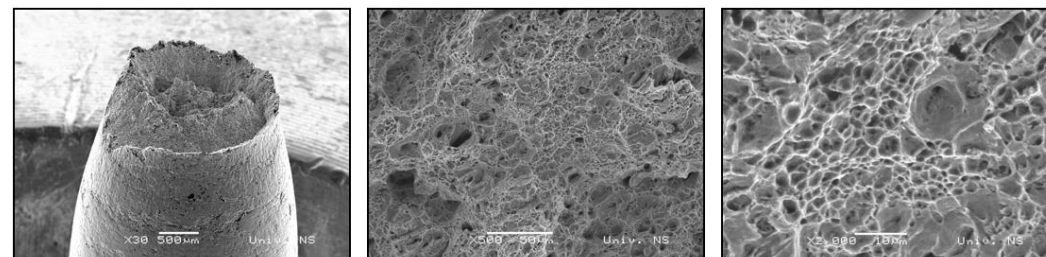
S12



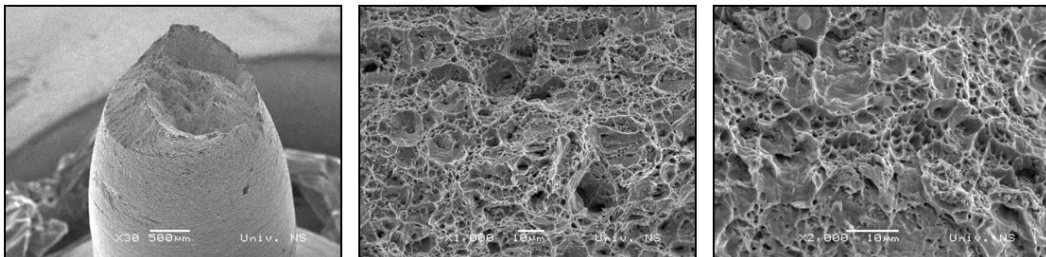
S4



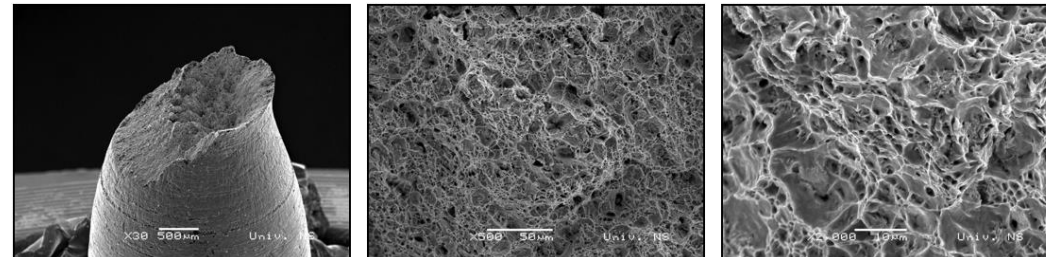
S14



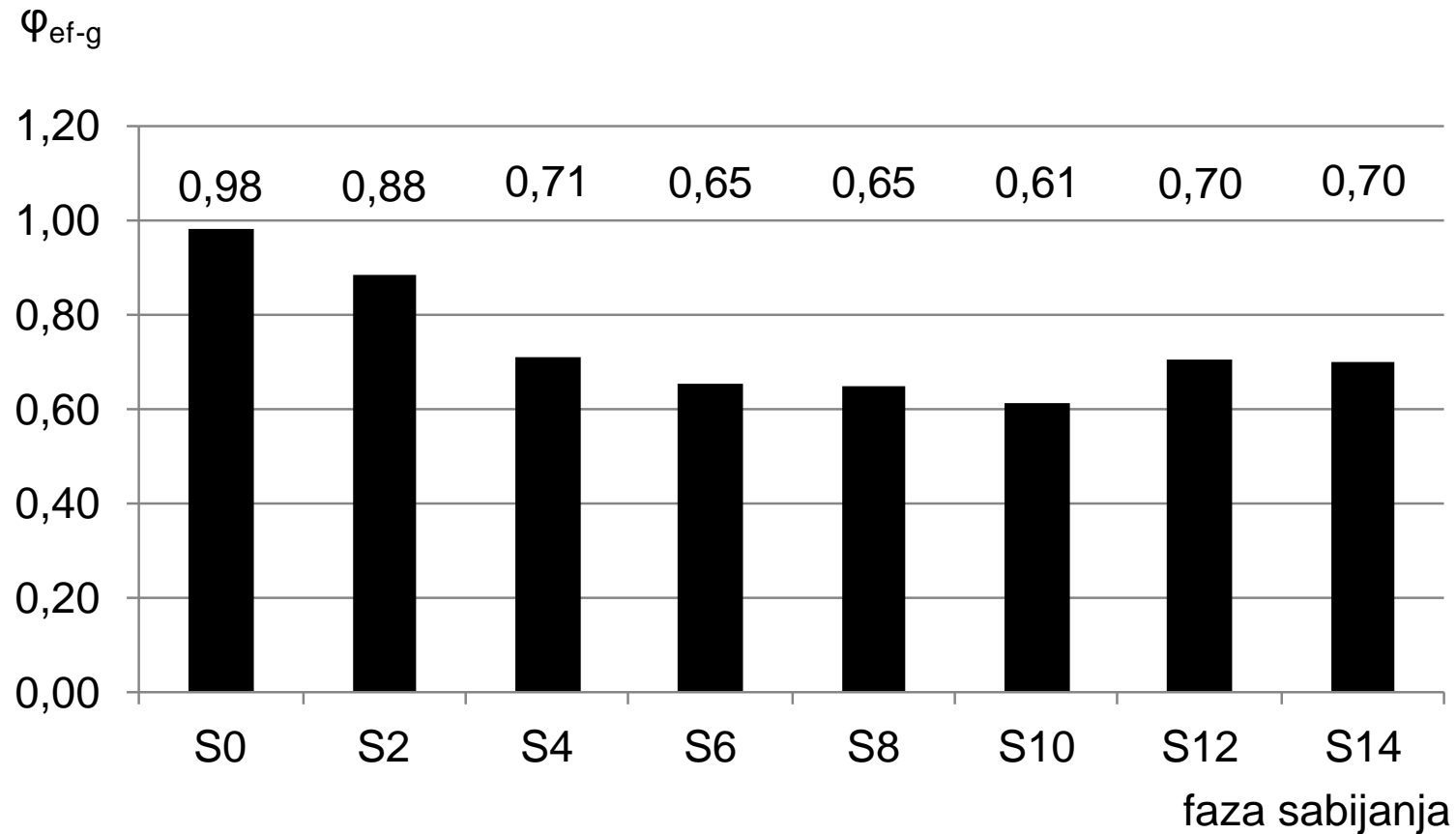
S8



S18



Deformabilnost materijala nakon višefaznog sabijanja



***Zavisnost efektivne granične deformacije
od broja faza sabijanja V-alatom***

Primena intenzivne plastične deformacije

Pored toga što materijali sa ultra-finim zrnima poseduju veliki broj unapređenih karakteristika njihovo prihvatanje od strane industrije napreduje dosta sporo. Glavni razlog sporog prihvatanja jeste nedostatak svesti i informisanosti o metalima sa ultrafinim zrnima. To je takođe povezano sa činjenicom da nema odgovarajućih UFZ uzoraka koji bi se mogli koristiti u industrijskim ispitivanjima, a to je zbog toga što većina laboratorija proizvodi uzorke čije su dimenzije premale, jer ih je na taj način lakše podvrgnuti metalurškim i osnovnim mehaničkim ispitivanjima. Takođe, još uvek nije jasno koja će tačno IPD metoda, u moru mnogih, izaći/postati kao najpodesnija za industrijsku primenu. Kao rezultat toga, potencijalni proizvođači UFZ metala se ustručavaju da se opredele za određenu IPD metodu kao standardnu. Sve ovo prati i nedostatak znanja vezanog za obradu i oblikovanje UFZ metala. Na kraju, pored svih tehničkih problema koji prate UFZ metale, postoji zabrinutost oko njihove ekonomske isplativosti koja zavisi od njihove potražnje na potencijalnom tržištu i proizvodnih troškova.

Očigledno polje primene UFZ materijala leži u vidu njihove primene kao strukturnih elemenata, što duguju činjenici da imaju višu čvrsoću, te su zbog toga lakši. Međutim, u realnosti, visoki troškovi proizvodnje UFZ metala ih čine manje atraktivnim za masovnu proizvodnju. To je jedan od razloga zbog kojih automobilska industrija čeka da otpočne primena UFZ metala.

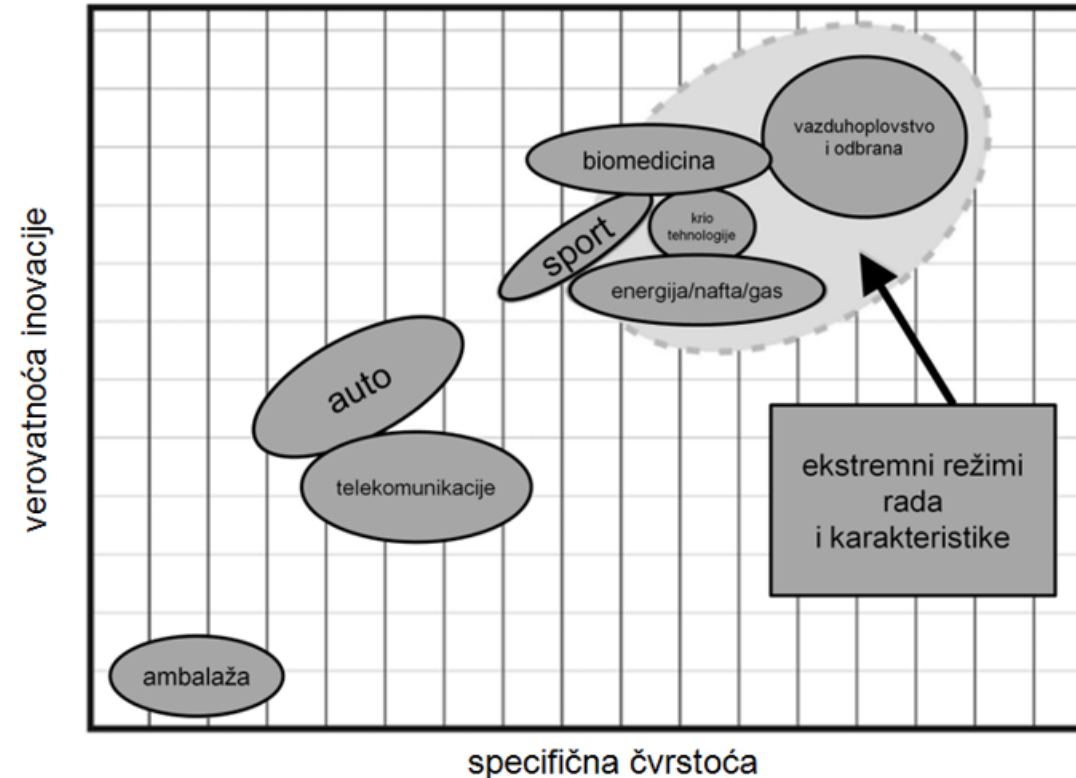
U prošlosti su čelik bio najpopularniji i praktično nezamenljiv materijal kod izrade karoserije automobila, dok tu ulogu trenutno imaju različite vrste HSS čelici. Kako bi se još više smanjila težina vozila potrebni su novi materijali. Očekuje se da tu ulogu uskoro preuzmu UFG i nanostrukturni čelici. Glavni problem u njihovoj široj primeni predstavlja veličina obratka koji se može dobiti trenutno postojećim IPD metodama poput ECAP-a, HPT-a i ARB-a. Međutim, prikazana je nova tehnika proizvodnje lima sa UFG strukturom putem kombinovanja konvencionalnog valjanja i žarenja čime se prevazilazi problem dimenzije obratka koji je karakterističan za IPD metode. Tom tehnikom su proizvedeni čelični limovi sa raznom UFG mikrostrukturom poput feritno-cementnitne i multifazne strukture.

Međutim, kada je reč o industriji sportske opreme, situacija je drugačija zbog toga što je učinak sportiste važniji od troškova proizvodnje. Stoga je jedan od prvih pokušaja primene UFZ metala u sportu napravljen pri izradi biciklova visokih performansi i štapa za golf (Slika).



Slika. Obradena glava palice za golf

Komercijalizacija materijala dobijenih IPD trenutno privlači dosta pažnje zbog toga što je potencijal u ovoj inovativnoj oblasti veoma visok. Verovatnoća inovacije u određenoj grani industrije šematski je prikazana na slici kao funkcija specifične čvrstoće materijala. Dijagram prikazuje da će UFZ materijali verovatno naći svoju primenu u uslovima ekstremne sredine ili tamo gde su zahtevane karakteristike materijala neuobičajeno visoke. Primeri oblasti koje imaju takve zahteve su biomedicina, avio i svemirska industrija, sport i sektor energije, gasa i nafte.



Slika. Potencijal inovacije kao funkcija čvrstoće materijala

Sledeći primeri ilustruju prednosti UFZ metala, kad povišena čvrstoća nije glavni razlog primene. Meta za raspršivanje kod fizičke depozicije iz parne faze (eng. physical vapor deposition – PVD) primer je prve komercijalne primene UFZ metala za masivne obratke

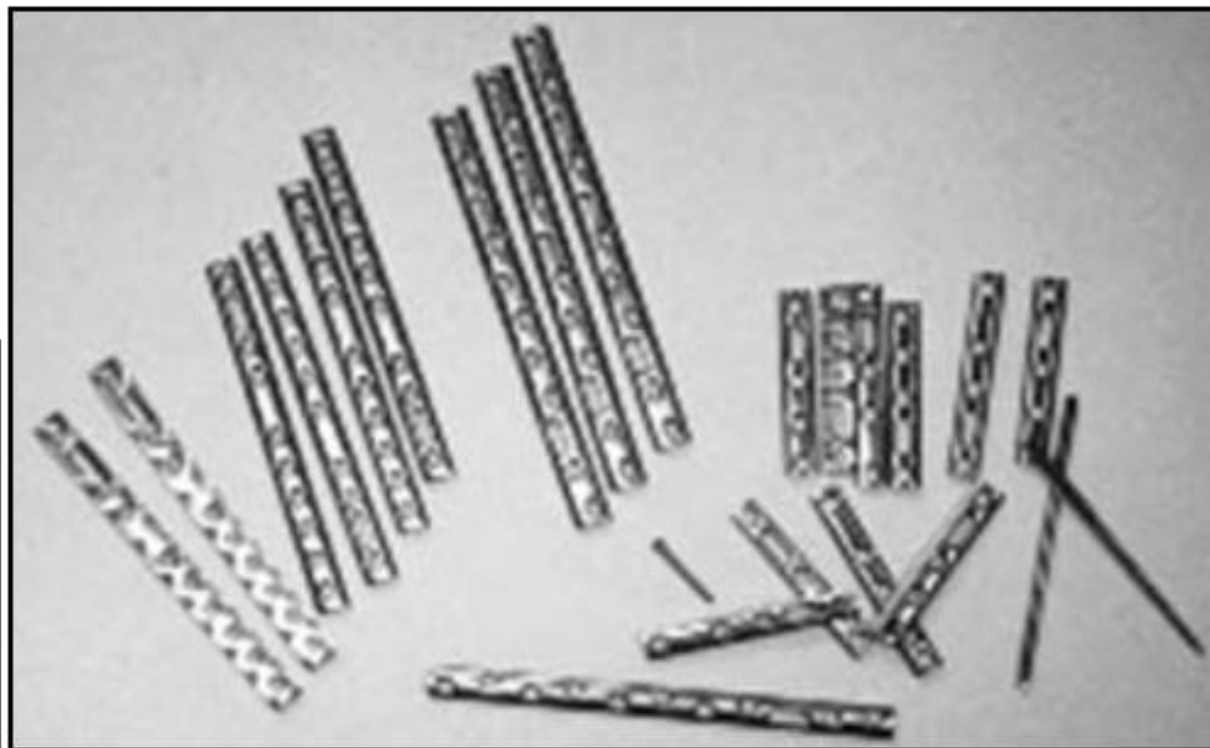
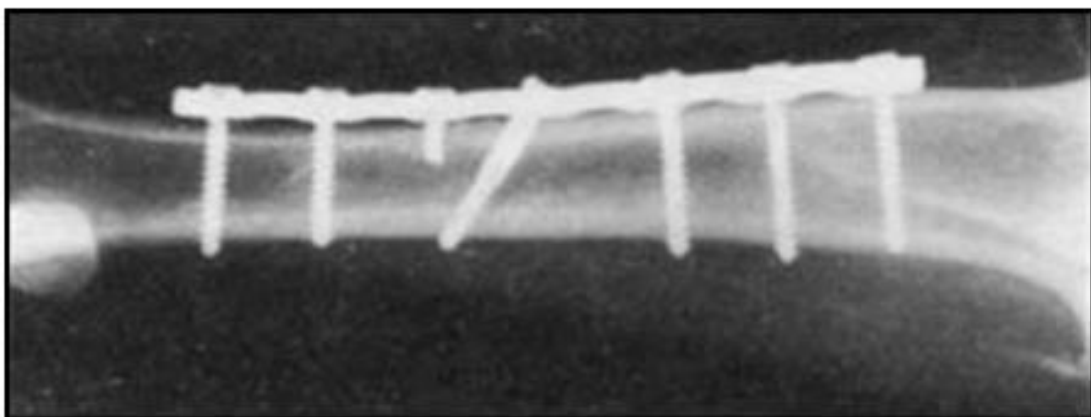
Honeywell Electronic Materials, odeljak kompanije Honeywell International Inc., nudi UFZ aluminijumske i bakarne mete za raspršivanje prečnika 300 mm dobijene ECAP postupkom (slika). Mete se koriste za metalizaciju silikonskih priprema u proizvodnji poluprovodnika. Glavna prednost UFZ meta jeste dobijanje ujednačenije prevlake, a posledica je smanjenog varničenja prilikom depozicije.



Meta za raspršivanje od UFZ metala

Komponente za medicinu još jedan su primer kad zahtev za visokim performansama prevazilazi problem visokih troškova. Medicinski implantati napravljeni od UFZ metala samo su jedan primer. U njih spadaju implantati za stomatologiju, kuk i koleno, kao i razni zavrtnji, ploče i mreže koji se koriste u ortopediji. Obično se za njihovu izradu koriste **legure kobalta i hroma, nerđajući čelik i legure titana**. Legure titana se koriste zbog njihove visoke čvrstoće, niskog modula elastičnosti, dobre otpornosti na koroziju i **dobre biokompatibilnosti**.

Komercijalno čist titan ima još veću biokompatibilnost od legura titana, ali se zbog niže čvrstoće ne koristi za izradu delova koji će biti visoko opterećeni. Međutim, ako se komercijalno čist titan podvrgne IPD i dodatno termo-mehanički tretira, njegov napon tečenja može se povećati do 1100 MPa, što je uporedivo s naponom tečenja kod legura titana. Titanski implantati, danas najčešći u upotrebi, imaju problem otpornosti na habanje i zamor. UFZ komercijalno čist titan taj nedostatak uspešno prevazilazi. Prvu komercijalnu primenu UFZ komercijalno čistog titana izvela je češka kompanija Timplant, koja izrađuje stomatološke zavrtnje od UFZ titana (slika).



Slika. Implanti od nanostrukturnog titana

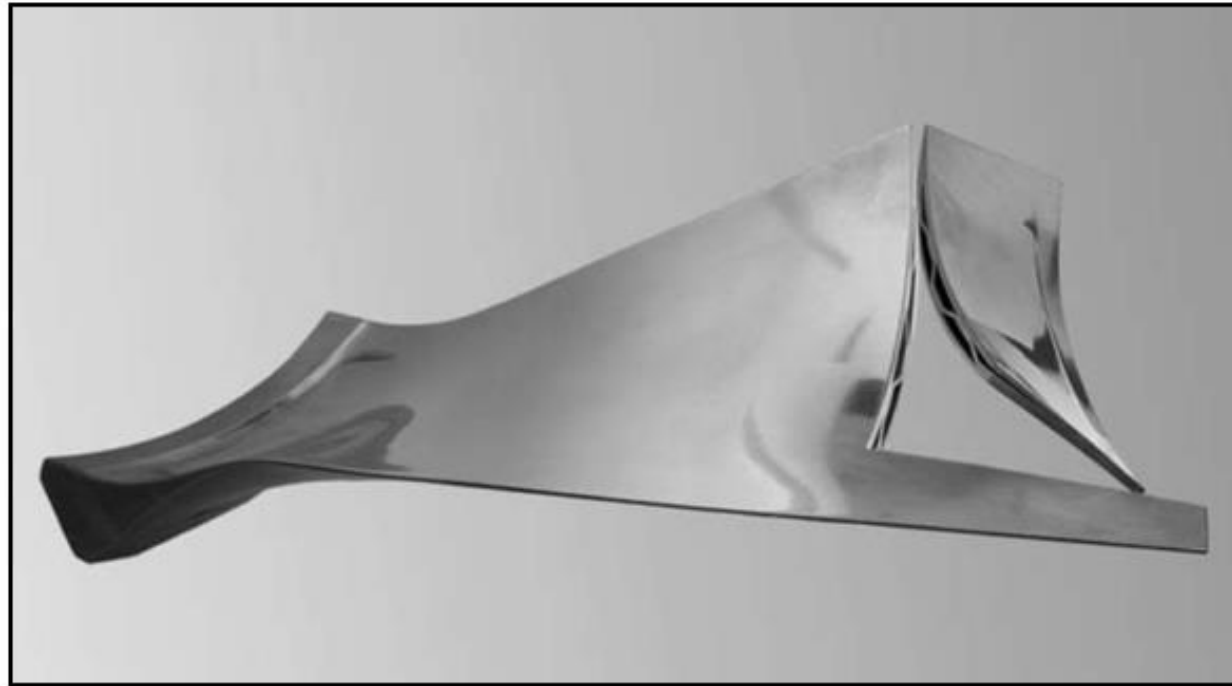
Dobre mehaničke osobine tog materijala omogućile su da se **prečnik zavrtnja smanji** sa **3,5** na **2,4 mm** i na taj način omogući njegova upotreba na **prednjim zubima** (generalno) i **posebno kod dece**. Dodatno, vreme oporavka pacijenta nakon operacije je **skraćeno**, a integracija implanta sa telom pacijenta **ubrzana**.

Izgled i poprečni presek mikrozavrtnjeva od ugljeničnog čelika dobijeni ECAP-om na sobnoj temperaturi ilustruje slika. Nakon IPD deformabilnost je neznatno opala



Slika. Mikrozavrtnji od ugljeničnog čelika dobijenih ECAP-om

U sadašnjem trenutku, primena superplastičnog deformisanja u komercijalne svrhe dostiže proizvodnju koja se meri hiljadama tona lima . Kompanija Boeing koristi UFZ Ti–6Al–4V lim za poboljšanje obrade superplastičnom deformacijom. Na taj način je temperatura deformisanja snižena a vreme obrade skraćeno, što za posledicu ima izvanredno poboljšanje procesa. Korišćenjem lima od UFZ Ti–6Al–4V, temperatura pri izradi lopatice turbine može da se snizi za 200°C (slika).



Slika. Lopatica turbine dobijena kombinacijom IPD i superplastičnog deformisanja

Postupak dobijanja UFZ metala IPD-om veoma je aktuelan u poslednjoj deceniji. Istraživanja u vezi sa UFZ materijalom uglavnom su bila vezana za mikrostrukturu, dok su ispitivanja njihovih osobina kao i proizvodne metode prerade manje zastupljene. Naučnika koji se ovime bave na svetskom nivou tek je stotinak i do sada je objavljeno oko 3000 naučnih radova. Čak je objavljeno nekoliko monografija o ovoj temi iz pera renomiranih svetskih naučnika – Valieva, Segala, Zehetbauera, Zhua i Altana. Takođe, postoje već ustaljene konferencije koje se bave dobijanjem UFZ metala IPD-om. Jedna od njih je internacionalna konferencija NanoSPD, prvi put održana 1999. godine u Moskvi, zatim 2002. u Beču, 2005. u Fukuoki itd. Uporedo s konferencijama, u Sjedinjenim Državama se bijenalno organizuje TMS skup posvećen UFZ materijalima. Slična manifestacija, sa temom zapreminskih nanomaterijala, organizuje se i u ruskom gradu Ufa počevši od 2007. Povremeno se organizuju i sekcije o nanomaterijalima na evropskim EMRS (European Materials Research Society) konferencijama, dok minisimpozijumi o nanostrukturnim materijalima i mikrodeformisanju postaju sve češći na evropskim ESAFORM konferencijama.

Veoma je korisna internet stranica www.nanospd.org koja nudi brojne informacije, uključujući i planirane skupove i konferencije. Pokretač je Međunarodni NanoSPD upravni odbor.