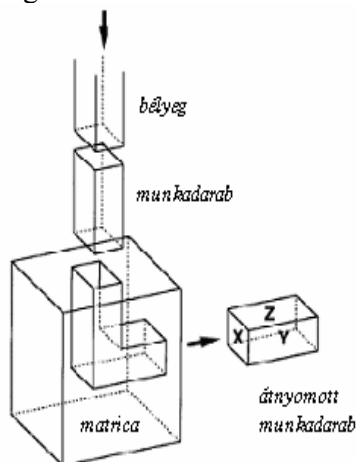


Szakmai zárójelentés

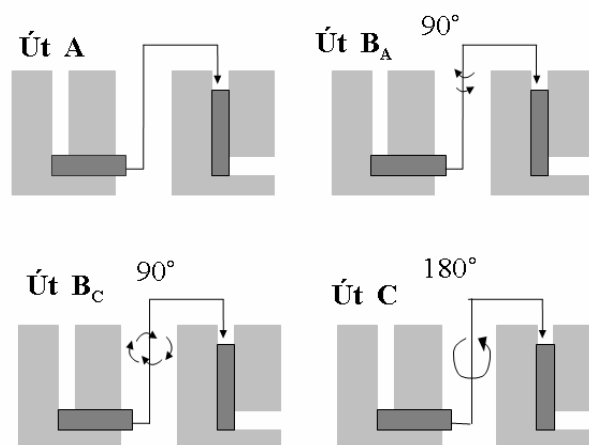
Nagymértékű képlékeny alakítással előállított ultrafinomszemcsés anyagok mikroszerkezetének és makroszkópikus tulajdonságainak a vizsgálata című témáról

Bevezetés

A nemzetközi szakirodalomból a pályázat kezdetekor egyértelműen ismert volt, hogy milyen intenzív képlékeny alakító (IKA) eljárások léteznek, amelyek segítségével nanoszerkezet állítható elő. A szóbajóhető eljárások közül olyat akartunk választani, amellyel viszonylag nagy mennyiségben állítható elő a kívánt minőségű anyag, mivel hosszútávú terveink között szerepelt olyan eljárás kidolgozása, amellyel a későbbiek során akár iparszerű körülmények között is elő lehessen állítani a tömbi nanoszerkezetű anyagot. A választás a könyöksajtolás (ECAP) eljárásra esett (**1. ábra**), amely különböző technológiai utakkal rendelkezik (**2. ábra**) és ez által is jó lehetőséget biztosít az anyag szerkezetének szabályozására. Ahhoz, hogy munkánk során megfelelő szintről induljunk el, nemzetközi kapcsolatokat építettünk ki, amelyek közül a legjelentősebbek az Ufai Repülésműszaki Egyetemhez kötődtek. Ennek az egyetemnek a munkatársai világszinten a tömbi nanoszerkezetű anyagok kutatásának az élvonalában találhatók, az alapvető eljárások kidolgozása is az ő nevükhöz kötődik. [2],[3],[4],[6]



1. ábra A könyöksajtolás sémája

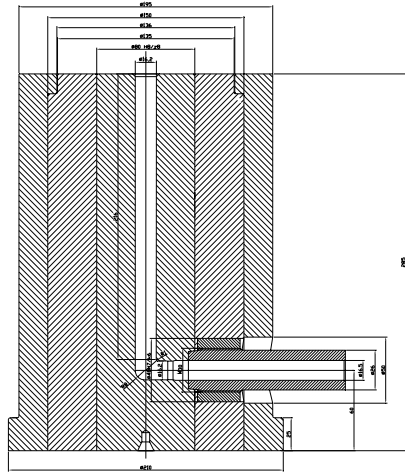


2. ábra A könyöksajtolás technológiai útjai

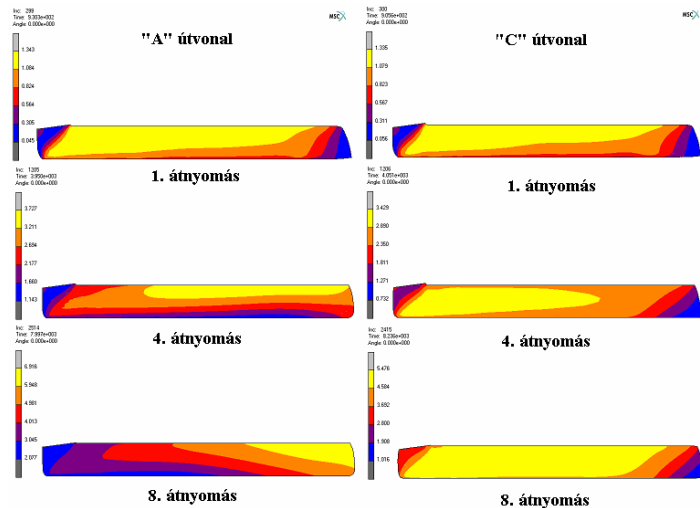
Alakító szerszám és - folyamat

A kísérleti háttér legfontosabb eleme a megfelelő alakító szerszám volt, amely a projekt során jelentős változásokon ment keresztül és a projekt végére kialakult egy olyan tervezési, gyártási metodika amellyel megbízhatóan tudtuk a szerszámokat előállítani. Még a feladat elején, körkeresztmetszetű rudak előállítását biztosító szerszámokban gondolkodtunk, amely kezdetben osztott szerkezetű volt, de a folyamatos gyártási problémák miatt, előfeszített osztatlan szerszámra tértünk át. Az ilyen szerszám jellegzetes konstrukciós vázlatát mutatja a **3. ábra**, amelyhez megfelelő fűtési rendszer is párosul abban az esetben, ha szükség van megemelt hőmérsékletre. A megfelelő szerszámkonstrukció a jól megválasztott anyagminőséggel és hőkezeléssel együtt biztosítja a viszonylag hosszú élettartamú működőképességet. A projekt időtartama alatt összesen három szerszámot használtunk.

A szerszám és a technológiai folyamat tervezése érdekében a projekt elejétől kezdve végeztük a kiválasztott alakítási folyamat végeselemes modellezését.[1],[3] Ezek az eredmények az alakváltozás homogenitásának megítélésében (**4. ábra**), a lokális szerszámterhelés, az alakítás megvalósításához szükséges erő és teljesítmény meghatározásában fontosak.



3. ábra Könyöksajtoló szerszám szerkezete



4. ábra Az alakítási út hatása a deformáció eloszlásra (VE modellezés)

Alumínium vizsgálatok

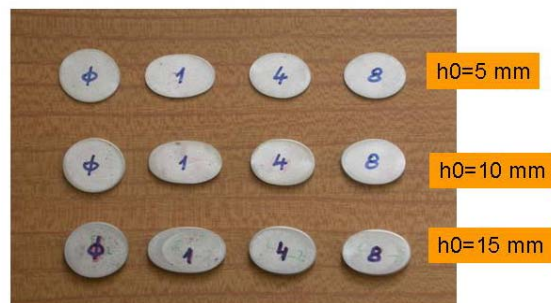
A vizsgálatok során a legtöbb kísérletet az Al ötvözetekkel, azon belül is az AlMgSi1 anyagminőséggel végeztük (**5. ábra**). A könyöksajtolás folyamatának egyik meghatározó jellemzője a megfelelő alakítási út kiválasztása, mivel egyértelmű kapcsolat található az anyagszerkezet (ezen keresztül az anyag tulajdonsága) és a technológiai út között.[5],[6],[9],[10].

A részletes mechanikai vizsgálatokkal feltártuk az alakváltozás mértéke (átnyomások száma) és az anyag tulajdonságváltozásának a kapcsolatát. Az intenzív képlékeny alakítás az anyag tulajdonsága szempontjából is a különleges eljárások közé tartozik. A technológiai paraméterek megfelelő kombinációjával biztosítható, hogy a szilárdságnövekedés, ami az eljárások egy alapvető sajátossága, nem párosul a többi, hagyományos alakító eljárásra jellemző szívósság csökkenéssel. A másik érdekes és jellemző változás az anizotrópia kialakulása és fejlődése az alakítási folyamat során. Különböző mértékben könyöksajtoló (0, 1, 4, 8 átnyomás) darabokból a hossz tengellyel párhuzamosan kivett próbatestek zömítővizsgálata során a keresztmetszet nagyon jelentősen eltért, az izotróp anyagra jellemző körtől (**6. ábra**)[14].

A jelenség nem az alumíniumötvözet sajátossága, hasonló eredményeket kaptunk a többi ötvözet nanoszerkezetűvé való alakításakor. A szisztematikus vizsgálat eredményeinek felhasználásával (**7. ábra**) az anizotrópia változást leíró konstitutív egyenletet dolgoztunk ki az AlMgSi1 anyagra. Az egyenértékű feszültség-egyenértékű alakváltozás görbéit mutatja a **8. ábra**.



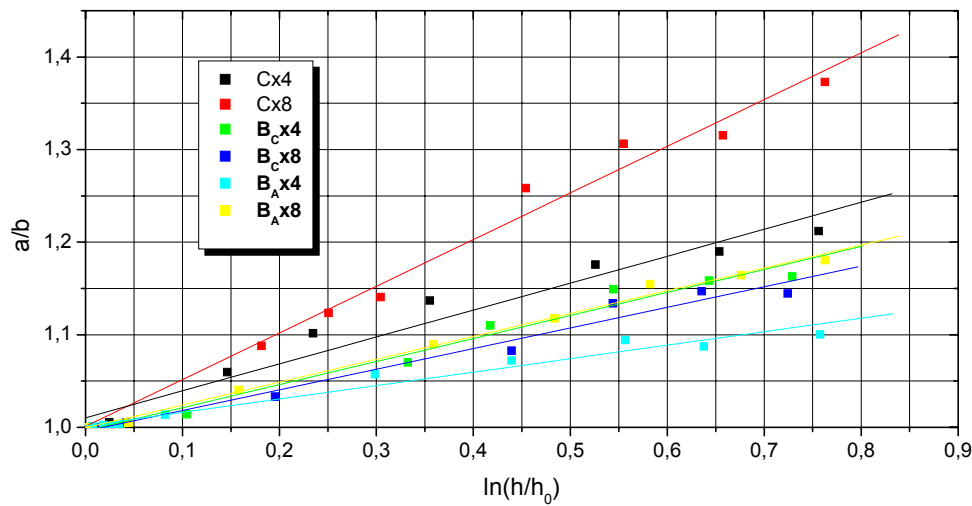
5. ábra AlMgSi1 anyagból készült könyöksajtoló próbatestek



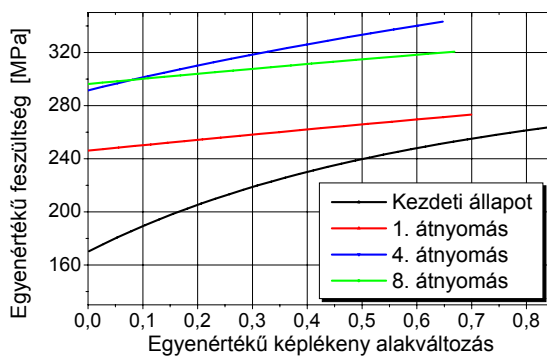
6. ábra Zömítő próbatestek keresztmetszete különböző átnyomások után ($d_0=10$ mm)

A könyöksajtólással előállított próbatestek mikroszerkezeti jellemzését elsősorban röntgen vonalprofil analízissel és transzmissziós elektronmikroszkópiával (TEM) végeztük el. [10],[11],[12].

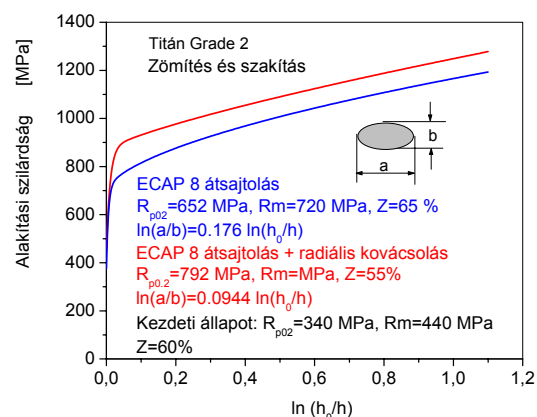
A röntgenvonallprofilokat egy Nonius gyártmányú (FR591) nagyfelbontású diffraktométerrel mértük. A vonalak kiértékelését az ELTE Fizikai Intézetében kifejlesztett Teljes Profil Illesztés módszerével (angolul: Multiple Whole Profile fitting method, rövidítve MWP) végeztük el. Az eljárás során az intenzitásprofilok Fourier-transzformáltjaira elméleti függvényeket illesztünk. Ezeket a függvényeket a mikroszerkezet modellje alapján számítottuk ki. Ebben a modellben figyelembe vettük, hogy a kristályszemcsékben lévő legfontosabb kristályhibák a diszlokációk. A TEM vizsgálatokat egy 200 kV-os JEOL-200CX transzmissziós elektronmikroszkóppal végeztük el.



7. ábra Az alakítási út és az átnyomások számának hatása az anizotróp viselkedésre



8. ábra Az egyenértékű feszültség változása különböző átnyomások után (Bc út)

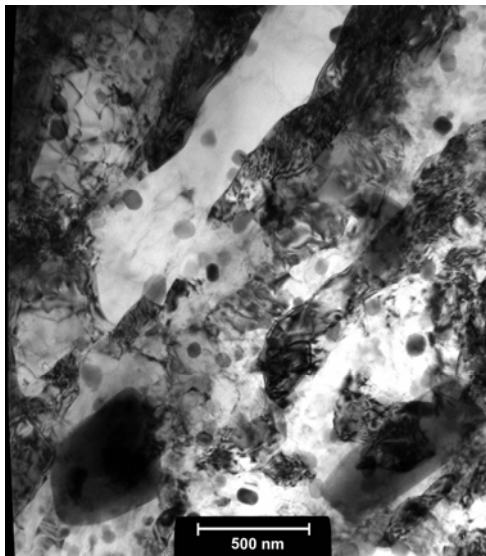


9. ábra Mechanikai tulajdonságok változása a gyártási folyamat különböző állapotaiban

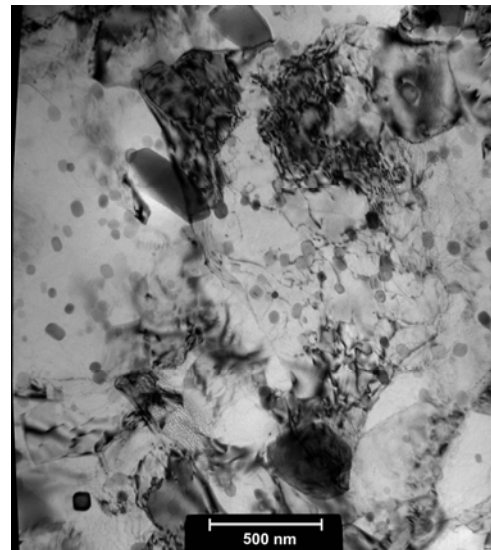
A mikroszerkezeti vizsgálatok során megállapítottuk, hogy a szemcseméret csökken, míg a diszlokációsűrűség növekszik az átnyomások számának növekedésével. Nagy deformációkra mindkét mikroszerkezeti paraméter telítésbe megy. A diszlokációsűrűség telítési értéke kb. 5×10^{14}

m^{-2} , míg a kristályszemcseméreté kb. 80 nm volt. Az alapötvözet (AlMgSi1) mellett, tiszta alumínium és Al-3%Mg anyagot is vizsgáltunk. Amíg tiszta Al esetén a szemcseméret és a diszlokációsűrűség egyaránt már az 1. átnyomás után eléri a telítési értékét, addig az Al-3%Mg ötvözetnél a diszlokációsűrűség csak 4 átnyomás után éri el a maximális értékét. A nagy deformáció eredményeképpen kb. négyszer kisebb szemcseméret és 14-szer nagyobb diszlokációsűrűség elérhető el az Al-3%Mg ötvözet esetén, mint a tiszta Al-nál. Ezek a különbségek a Mg atomok diszlokációkra gyakorolt rögzítő hatásának következménye. Az ötvözetben a Mg atomok a diszlokáció szerkezet megújulását gátolják, így ugyanakkora deformáció esetén az ötvözetben nagyobb a diszlokációsűrűség, mint a tiszta Al-ban. A kereskedelmi AlMgSi1 ötvözet az Al-Mg ötvözetekhez hasonló viselkedést mutatott az átnyomások számának függvényében [10]. Megállapítottuk, hogy az Al alapú ötvözetek és más fcc szerkezetű fémek szilárdsága jó közelítéssel kiszámítható a diszlokáció sűrűségéből a Taylor-egyenlet felhasználásával [10]. Ez azt jelenti, hogy az intenzív képlékeny alakítással előállított finomszemcsés fémek szilárdságát elsősorban a diszlokációk közötti kölcsönhatás határozza meg. Ez annak a következménye, hogy a szemcsefinomodás hátterében a deformáció során keletkező diszlokációk falakba rendeződése áll, amelyek kisszögű szemcsehatárként viselkedve felaprózzák a kiindulási szemcséket. Így a szemcsehatárnak a diszlokációk mozgását akadályozó hatása felfogható diszlokációk közötti kölcsönhatásnak.

A projekt kezdetétől fogva végeztünk olyan kiegészítő műveleteket amellyel a könyöksajtóláson átesett darabokat alakítással tovább feldolgoztuk. Egyik technológiai művelet a hengerlés volt.[4] Bc úton gyártott könyöksajtolt darabok síkhengerlését hajtottuk végre Ebben a munkában a Waterloo Egyetem (Kanada) Lénárd János professzorával dolgoztunk együtt. A mechanikai vizsgálatok a szilárdság további növelését mutatták, míg a finomszerkezeti vizsgálatok szerint az ultra finomszemcsés szerkezet a továbbalakítás során megmaradt, de elnyújtottá vált.



10. ábra Könyöksajtolt (1 átnyomás) + 50%-os fogyással hengerelt AlMgSi1 anyag hosszirányú mikroszerkezeti képe



11. ábra Könyöksajtolt (1 átnyomás) + 3x50%-os fogyással hengerelt AlMgSi1 anyag hosszirányú mikroszerkezeti képe

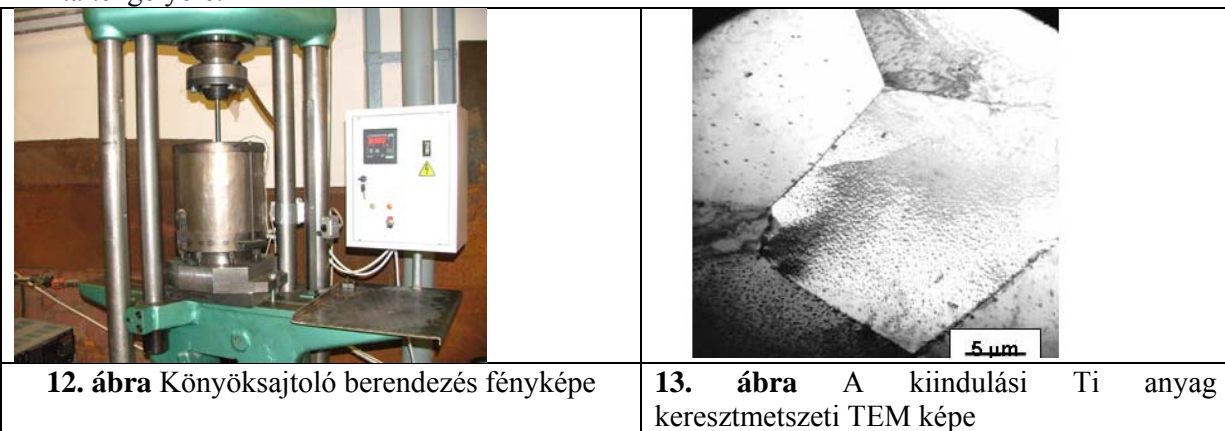
A technológiai továbbfeldolgozás egyik lehetséges formája a forgácsolás. Vizsgálatokat végeztünk annak megítélésére, hogy az anyagszerkezet miképp befolyásolja az azonos forgácsolási paraméterekkel végzett megmunkáláskor a felületi minőséget. Egyértelmű volt a hatás, hogy a szemcseszerkezet finomodása egy bizonyos mérték után jelentősen csökkeni a felületi érdességet.

Titán vizsgálatok

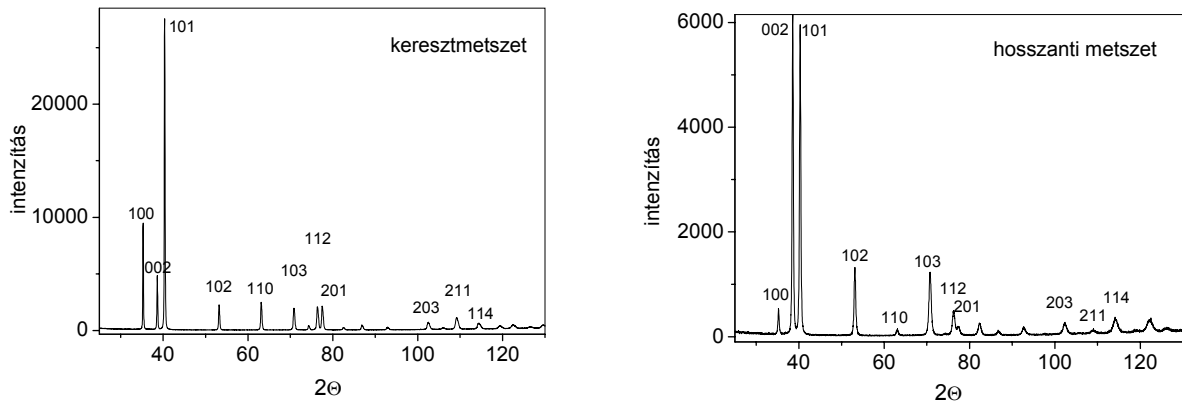
A projekt vége felé a kereskedelmi tisztaságú Grade2-es titánnal is végeztünk vizsgálatokat . Mivel a részjelentésekben ezekről a vizsgálatokról nem adtunk számot, ezért a titánnal kapcsolatos eredményeket részletesen ismertetjük a zárójelentésben. Az intenzív képlékeny alakítás, a tiszta titán viszonylag alacsony szilárdsági értékét jelentősen megnöveli, a többi alapvető tulajdonság megváltoztatása mellett. Az ECAP folyamata 450- 500 °C-on történt (**12. ábra**). A Bc uton 8x-szor átsajtolt darabok továbbalakítását is elvégeztük radiális kovácsolással.

A mechanikai tulajdonság vizsgálata során a kezdeti, az ECAP utáni valamint a radiális kovácsolás utáni állapotokban végeztünk szakító és zömítő próbákat (**9. ábra**). Az alumínium ötvözetnél észlelt anizotróp viselkedés itt is megfigyelhető volt, amit ezen az ábrán is feltüntettünk. Az ECAP után illetve a kovácsolás után meghatároztuk az anyag alakítási szilárdság görbéjét, ami a továbbalakítás számára ad fontos információt az elérhető szilárdságnövelés mértékéről. Ezeket a görbéket szintén a **9. ábra** mutatja.

A kiindulási minta anyaga melegen hengerelt rúd volt, mikroszerkezeti jellemzői: a TEM felvételek alapján (**13. ábra**) a szemcseméret kb. 20 μm , a röntgen vonalprofil analizisből kapott diszlokációsűrűség 10^{14} m^{-2} . A röntgen felvételek alapján megállapítható (**12. ábra**), hogy a minta textúrával rendelkezik, mégpedig a hexagonális *c* tengely iránya (002 irány) merőleges a rúd alakú minta tengelyére.



A könyöksajtolás utáni mikroszerkezet röntgen vonalprofil analizissel történő vizsgálatával megállapítottuk, hogy a nagymértékű képlékeny deformáció hatására nanokristályos mikroszerkezet alakult ki. Ezt a transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) felvételek is megerősítik (**13. ábra**). Összehasonlítva a hosszirányú és a keresztirányú mintákról készített felvételeket megállapítottuk, hogy a könyöksajtolt minta kereszt- és hosszmetzeti képén a szemcsék közel ekvixiálisak. A könyöksajtolás tehát megszüntette a kiindulási anyag szemcséinek eredendően rúd irányú nyújtottságát, amit a kiindulási minta meleghengerlése során bekövetkező anizotróp deformáció eredményezett. Ezzel szemben a körkovácsolással továbbalakított minta hosszmetzeti képén erősen megnyúlt szemcsék láthatók

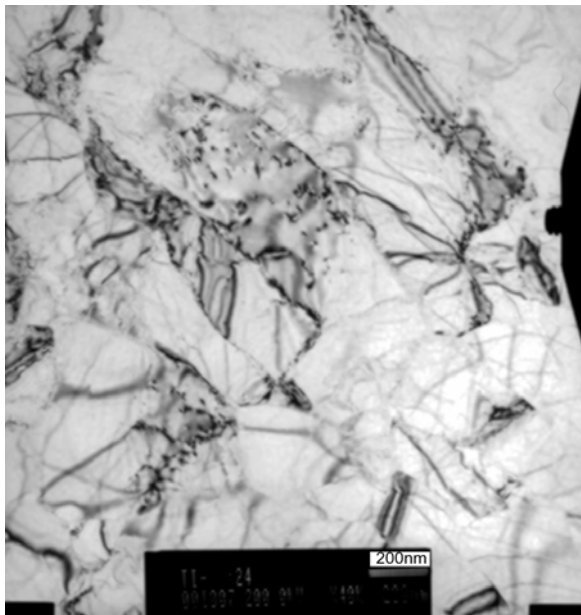


14. ábra A kiindulási minta keresztmetszetéről és hosszanti metszetéről készült röntgen diffraktogramok

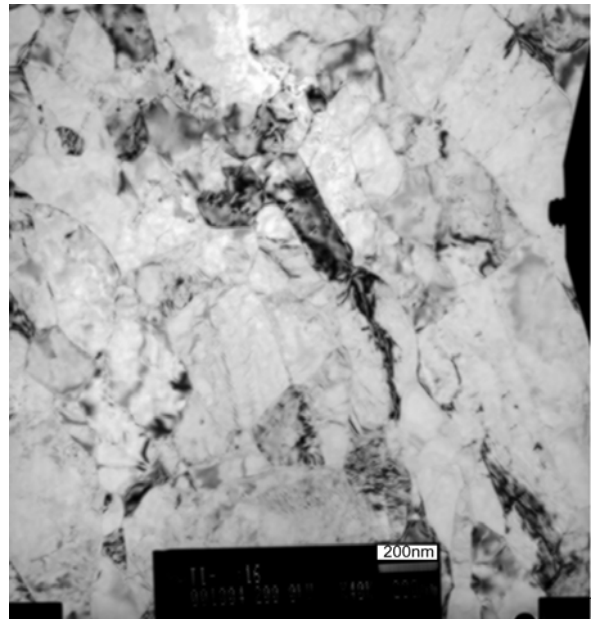
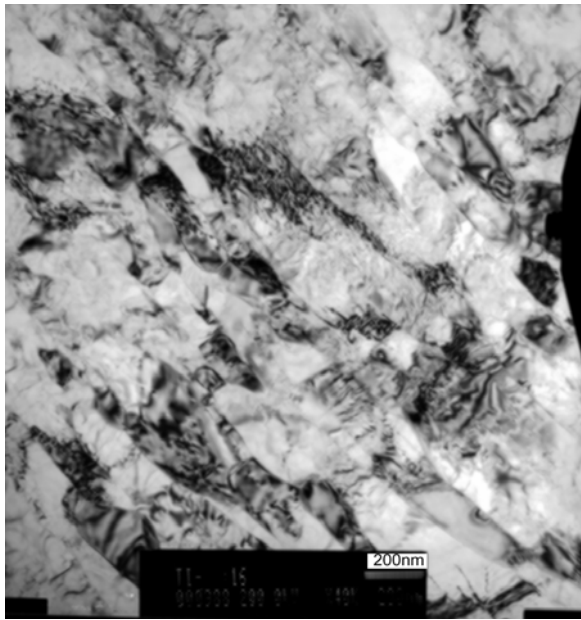
Ez a körkovácsolás okozta anizotróp deformáció következménye. Az ECAP minta B_C úton lett alakítva, így feltételezhetően a minta alakítás közben történt forgatása okozta az ekvixiális szemcsealakot. A könyöksajtólással alakított minta hosszirányú és keresztmetszeti TEM képei azt mutatták, hogy könyöksajtolás után a kialakuló átlagos szemcseméret az eredeti 20 mikronról kb. 200-500 nm-esre csökkent. Az éles határokkal rendelkező szemcsék szerkezete nem mondható homogénnek, mert sokszor egymással kis szögelfordulást mutató területeket (cellák) tartalmaznak, amit a szemcséken belüli kontrasztváltozások tükröznek. Sok esetben a szemcsék éles határokkal megjelenő szubszemcséket is tartalmaznak. A szubszemcsék tipikus mérete a 100-300 nm tartományba sorolható.

A könyöksajtolás után alkalmazott körkovácsolás hatására az átlagos szemcseméret tovább csökkent kb. 100-400nm-re. A körkovácsolás hatására a szemcse szerkezet erős anizotrópiát mutat. A hosszirányú metszeten jól megfigyelhető a szemcsék nyújtottsága (**16. ábra**). A szubszemcsék közötti orientációkülönbség (kontraszt) egyre nagyobb. Tipikus szubszemcseméret 50-300 nm.

Az átlagos diszlokáció sűrűség a könyöksajtolt mintában $6,0 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ értékre növekedett, míg a körkovácsolással továbbalakított mintában ez megduplázódott.



15. ábra Könyöksajtólással alakított minta a) hosszirányú és b) keresztmetszeti elektronmikroszkópos képe.



16. ábra Könnyősajtolással +radiális kovácsolással alakított minta a) hosszirányú és b) keresztmetszeti elektronmikroszkópos képe. .

Megállapítottuk, hogy a röntgenvonallprofil analízissel kapott krisztallitméret jó közelítéssel a diszlokációcellák illetve szubszemcsék méretét adja meg, ami 50-150 nm közötti értékeket vesz fel a különböző mintákra. A diszlokáció-típusok részaránya azt mutatja, hogy mindegyik mintában az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációk vannak döntő többségben (80 %). Ennek az az oka, hogy a három típus közül az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációknak van a legkisebb Burgers-vektoruk, így a legkisebb energiájuk is. Ugyanakkor a makroszkópikus képlékeny alakváltozáshoz szükséges, hogy más csúszási rendszerek is aktiválódjanak. Az $\langle a \rangle$ típusú diszlokációk mellett $\langle c+a \rangle$ típusú csúszási rendszerek is kb. 20%-ban részt vesznek a képlékeny alakváltozásban. Az alakítás növekedésével a $\langle c+a \rangle$ típusú diszlokációk részaránya kissé növekedett.

A könnyősajtolással előállított darabok egyik problémája, hogy viszonylag rövid hosszal rendelkeznek. Vizsgáltuk annak a lehetőségét, hogy miképp lehet kohéziós kötés segítségével két féldarabot összehegeszteni anélkül, hogy a mikroszerkezet ne romlana el. Dörzshegesztés alkalmazásával sikerült olyan munkarendet (**17. ábra**) kidolgozni, amellyel megoldottuk a fenti problémákat. A titán erőteljes oxidációs hajlama miatt argon védőgázos hegesztést végeztünk. A mechanikai vizsgálatok eredményei a jó kötésminőségről tanuskodnak(**18.ábra**)



17. ábra Dörzshegesztett kötés különböző munkarenddel



18. ábra Dörzshegesztett kötés mechanikai vizsgálata

Intenzív képlékeny alakítás-hagyományos alakítás

A tömbi nanoszerkezetű anyagok előállítása felvetette azt az igényt, hogy pontosan ismerjük azt a mechanikai sémát amivel ilyen szerkezetű anyag állítható elő. Az intenzív képlékeny alakítás néven használatos módszereket nagymértékű képlékeny alakváltozás, jelentős hidrosztatikus nyomás, valamint nyíró alakváltozás jellemzi. Ezen általános leírás túl kerestük azt a mechanikailag pontosan meghatározható mennyiséget (mennyiségeket) amellyel érzékeltetni lehet, hogy egy adott folyamattól mennyire lehet elvárni a finomszerkezet kialakítását. Vizsgálódásaink alapján a nem-monoton alakváltozás az, ami jelentős mértékben eredményezheti a szemcseszerkezet finomodását.

Smirnov –Aljaevhez köthető a monoton és a nem-monoton alakváltozás fogalma.

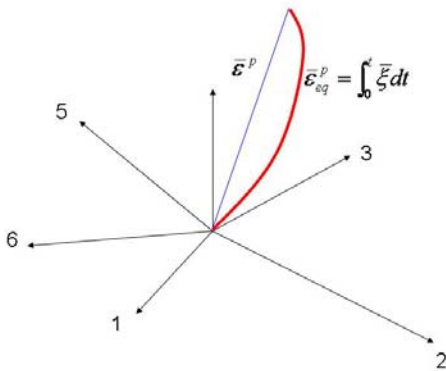
Ezek szerint egy alakváltozási folyamat monoton, ha az alakváltozási sebességtenzor egyetlen eleme sem vált előjelet az alakváltozás során. Másképp megfogalmazva,

- Az alakváltozási sebességtenzor főirányai párhuzamosak ugyanazon anyagi szálakkal az egész folyamat során.
- Az alakváltozási sebességtenzor főirányáiból képzett Lode paraméter állandó a folyamat alatt.

$$\nu = \frac{2\xi_2 - \xi_1 - \xi_3}{\xi_1 - \xi_3}$$

Amennyiben a fenti feltételek nem teljesülnek, az adott alakváltozási folyamat nem-monoton jellegű.

Két mérőszámot dolgoztunk ki a folyamat nem-monotonitásának mérésére. Az egyik mérőszám az alakváltozási térben (**19.ábra**) értelmezett monotonitási paraméter.

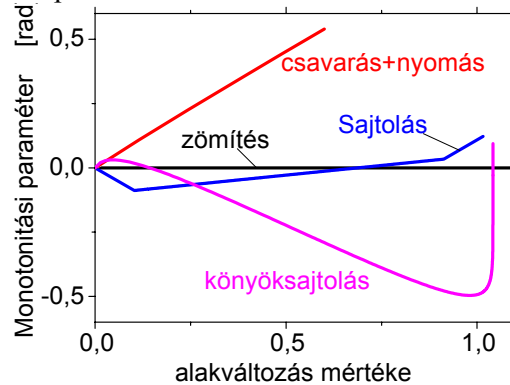


19. ábra Alakváltozási trajektória

$$B = \frac{\bar{\epsilon}^p}{\bar{\epsilon}_{eq}^p}$$

Ha a folyamat monoton, a paraméter értéke 1, amennyiben nem monoton folyamatról van szó $B < 1$. A monotonitási paraméter méri az alakváltozási térben az alakváltozási intenzitás ($\bar{\epsilon}^p$) és az egyenértékű alakváltozás ($\bar{\epsilon}_{eq}^p$) hányadosát. Minél kisebb a B mérőszám (nagy alakváltozással párosulva) annál inkább finom szerkezet jön létre.

A nem-monotonításra jellemző másik paraméter a Smirnov –Aljajev féle definícióban szereplő anyagai szálak és alakváltozási sebességtenzor főirányai közötti, nem merevtestszerű elforgást méri. Ebben az esetben is a növekvő elforgás, nagyobb mértékű szemcséfinomodást jelent. A fenti két kritérium segítségével értékeltük a különböző alakítási folyamatokat és természetes módon megkaptuk azt az eredményt, hogy a könyöksajtolás és a nyomás alatti csavarás, mit a két kalasszikus IKA eljárás rendelkezik a legnagyobb nem-monotonitási mértékkel (**20.ábra**), míg a több alakítási technológia ezektől eltérő, kisebb értéket ad eredményül. Ezek a számítások alapozzák meg a technológia fejlesztés irányát.



20. ábra Különböző eljárások összehasonlítása