



Bay Zoltán Alkalmazott Kutatási
Közhasznú Nonprofit Kft.

—
Bay Zoltán Nonprofit Ltd.
for Applied Research

KUTATÁSI ZÁRÓ BESZÁMOLÓ

ULTRA-FINOMSZEMCSÉS TITÁN CIKLIKUS KÁROSODÁSA (OTKA K500100)

CÍMŰ KUTATÁSI PROJEKT KERETÉBEN VÉGZETT MUNKÁRÓL

**BAY ZOLTÁN ALKALMAZOTT KUTATÁSI KÖZHASZNÚ NONPROFIT KFT.
MÉRNÖKI DIVÍZIÓ
ANYAGVIZSGÁLATI OSZTÁLY**

MISKOLC, 2015. OKTÓBER

Cím/address: H-3519 Miskolc, Iglói út 2.
Levelezési cím: H-3519 Miskolc Pf.: 59.
Mailing address: H-3519 Miskolc P.O. Box 59.

Telefon/phone: +36-46/560-110
Fax: +36-46/422-786
E-mail: bay-eng@bayzoltan
Web: www.bayzoltan.hu



Módosítás áttekintő lap

Első kiadás dátuma: 2015. 11. 30.

Módosítás jele	Módosult fejezet	Dátum

A dokumentáció elkészítéséért felelős személyek aláíró lapja

Dr. Krállics György
készítő, senior kutató
a projekt szakmai vezetője

.....

Rózsahegy Péter
osztályvezető-laboratóriumvezető

.....

Csitkó Zsolt
tudományos munkatárs

.....

Lenkeyné Dr. Biró Gyöngyvér
divízióigazgató, jóváhagyó

.....

Tartalom

1	Bevezetés, célkitűzések	4
2	Ultra-finomszemcsés anyagok gyártása intenzív képlékenyalakítással	4
2.1	BEVEZETÉS	4
2.2	ELJÁRÁS FEJLESZTÉS UFSZ TITÁN ELŐÁLLÍTÁSÁRA	6
2.3	ALAKÍTÁSI FOLYAMATOK MODELLEZÉSE	8
3	Ultra-finomszemcsés titán mechanikai tulajdonsága és mikroszerkezete	10
3.1	BEVEZETÉS	10
3.2	UFSZ TITÁN MECHANIKAI JELLEMZŐI	11
3.3	TERMIKUS VIZSGÁLATOK A SZÖVETSZERKEZET STABILITÁSÁNAK MEGHATÁROZÁSÁRA	12
3.4	AZ USZF TITÁN ANYAGOK MIKROSZERKEZETI VIZSGÁLATA	13
3.4.1	A kaliberhengerrésszel készült Grade 2 titán vizsgálati eredményei	14
3.4.2	A kombinált eljárással készült Grade 2 titán vizsgálati eredményei	15
4	Grade 2 UFSZ titán ciklikus terhelése, károsodása	16
4.1	FÁRASZTÓ VIZSGÁLATOK, KÁROSODÁSI SZÁMÍTÁSOK	16
4.2	TÖRÉSMECHANIKAI VIZSGÁLATOK	21
4.2.1	Az R görbe felvétele (ASTM E1820)	23
4.2.2	A fáradásos repedésterjedés vizsgálata (ASTM E647)	25
4.3	FÁRASZTOTT UFSZ TITÁN MIKROSZERKEZETI VIZSGÁLATA	27
5	Publikációk	28

1 Bevezetés, célkitűzések

Kutatási projektünkben kereskedelmi tisztaságú titánból nagyszilárdságú anyag előállítását valósítottuk meg, majd ezt követően az így előállított anyag statikus és ciklikus mechanikai tulajdonságait határoztuk meg, elsősorban a továbbalkalmazás érdekében.

A titán jelenlegi ismereteink szerint ideális az emberi testbe beültetésre kerülő eszközök esetében. Semleges, nem lép reakcióba a testnedvekkel, és azoknál az alkalmazásoknál ahol ez szükséges, megfelelő felületkezelés után a csont képes „összegyógyulni” a titán implantátumokkal, ugyanakkor kialakítható olyan felületi morfológia is, ami a csontbeépülést megakadályozza. Ez a kettős tulajdonság széles körben jól alkalmazhatóvá teszi ezt a fémeket a gyógyításban.

A titán a felsorolt kedvező biológiai tulajdonságai mellett lehetővé teszi korszerű diagnosztikai eljárások alkalmazását az implantátumok és protézisek viselőinél (MR, CT), mivel erős mágneses térben sem mutat mágneses tulajdonságokat, illetve nem téríti el a röntgensugarakat.

Élettani szempontból az un. tiszta titán a legkedvezőbb – mivel nem tartalmaz a szervezetet terhelő egyéb fém anyagokat – de a szilárdsága jóval kisebb, mint az ötvözött titáné. Az intenzív képlékenyalakítás (IKA) alkalmazásával a szemcseszerkezet finomítható (100-200 nm-es átlagos szemcsenyagyság), és ez által nagyszilárdságú félgyártmányokat lehet előállítani, amelyekből implantátumok, protézisek készíthetők. A tiszta (szilárdságnövelő ötvözőktől mentes) titán alkalmazása jelentősen csökkentheti az ötvözők által kiváltott irritációk kockázatát, így az implantátum bent hagyható, ha a kivétel műtéti kockázata magas. A titánötvözetek gyógyászatban történő alkalmazása világszerte elterjedt, de jelenleg még kevés példa van a kereskedelmi tisztaságú titán használatára

Jelen munka olyan módszerek keresésével és megalapozásával is foglalkozik, amelyek lehetővé teszik, hogy az ígéretes laboratóriumi eredmények utat találjanak a tömeges felhasználás felé. Az elmúlt évtizedekben – főleg a nanoszerkezeti kutatások bázisán – olyan eljárások fejlődtek ki, amelyek a fém anyagok intenzív képlékeny alakítását (IKA) felhasználva biztosítják a teljes térfogatukban ultra-finomszemcsés (UFSZ) anyagok előállítását, amelyek 100-1000 nm mérettartományba eső átlagos szemcsemérettel rendelkeznek.

2 Ultra-finomszemcsés anyagok gyártása intenzív képlékenyalakítással

2.1 Bevezetés

Ultra-finomszemcsés anyagok (UFSZ) képlékeny alakítással történő előállításának nagyon sokféle módszere ismeretes, amelyek összefoglaló módon az alábbi munkákban vannak ismertetve [1-10]. Az eljárások többsége olyan, hogy laboratóriumi módszerrel végezve, laboratóriumi mennyiségben állítható elő velük az említett szerkezetű anyag. Kutatásunk egyik célja a nemzetközi és saját tapasztalatok felhasználásával olyan eljárások alkalmazása, amellyel nagymennyiségű UFSZ anyag előállítása valósítható meg. Az eljárások kiválasztásánál fontos volt annak az egyértelmű tisztázása is, hogy az adott alakítási folyamat során teljesüljenek az intenzív képlékenyalakításra (IKA) vonatkozó feltételek. Az IKA esetében egy speciális képlékenyalakító folyamatról van szó, amelynél nagymértékű ($\gamma=100$), főleg nyíró alakváltozással, jelentős hidrosztatikus nyomás ($p=1-20$ GPa) mellett lehet UFSZ szemcseszerkezetet előállítani, amelyet nagyszögű szemcsehatárok

jellemeznek, miközben az anyag térfogatában nem keletkezik makroszkópikus károsodás vagy mikrorepedés.

Az IKA folyamatok kiválasztásában mechanikai megfontolásokat kell tenni, amely az alakváltozás történetével kapcsolatos. Az alakváltozó test valamely anyagi pontjának deformációs története jól jellemezhető az Iljushin-féle ötdimenziós vektor térben [11]. Az un. alakváltozási deviátor vektor (\mathbf{e}), a logaritmus alakváltozási deviátor tenzor (\mathbf{h}') komponenseiből állítható elő az alábbi formában:

$$\begin{aligned} e_1 &= \sqrt{\frac{3}{2}}h'_{11}, \quad e_2 = \sqrt{2}\left(h'_{22} + \frac{1}{2}h'_{11}\right), \\ e_3 &= \sqrt{2}h'_{12}, \quad e_4 = \sqrt{2}h'_{23}, \quad e_5 = \sqrt{2}h'_{31} \end{aligned} \quad (2.1)$$

Az így meghatározott \mathbf{e} vektor, a vizsgált test egy adott pontjában a mozgás során az ötdimenziós térben egy térgörbét ír le (2.1 ábra), ami a terhelési folyamatot ábrázolja. Az ábrázolás jellegzetessége, hogy a trajektória s hossza az alakváltozás mértékével egyezik meg, vagyis $s = \bar{\varepsilon} = \int_0^t \bar{\xi} dt$. A 2.1 ábra jelöléseivel abban az esetben, ha szigorúan monoton folyamatról van szó

(1), a trajektória hossza a $\bar{\varphi} = \sqrt{\frac{2}{3}h'_{ij}h'_{ij}}$ egyenértékű logaritmus alakváltozással egyezik meg. Az alakváltozási trajektória geometriai jellegzetessége alapján monoton és nem-monoton terhelési folyamatokat különböztetünk meg. Szmirnov-Aljajev szerint **Hiba! A hivatkozási forrás nem található.**] monoton (szigorúan monoton) az alakváltozás (1), ha az alakváltozási sebesség tenzor főirányai ugyanazon anyagi szálakkal (anyagi vonalelemmel) esnek egybe a teljes folyamat alatt, valamint az L Lode paraméter mindvégig állandó. A szóban forgó paraméter:

$$L = \frac{\xi_2 - \xi_1 - \xi_3}{\xi_1 - \xi_3} \quad (2.2)$$

ahol ξ_i – fő alakváltozási sebesség, $i=1..3$. Kvázi monoton az alakváltozási folyamat, ha az alakváltozási sebességtenzor által képzett vektor, az alakítási folyamat valamely két egymás után következő időpillanatában nem vált irányt vagyis,

$$P = \frac{\xi_{(t)}}{\sqrt{\xi_{(t)} : \xi_{(t)}}} \cdot \frac{\xi_{(t+dt)}}{\sqrt{\xi_{(t+dt)} : \xi_{(t+dt)}}}, \quad 0 \leq \arccos(P) \leq \pi \quad (2.3)$$

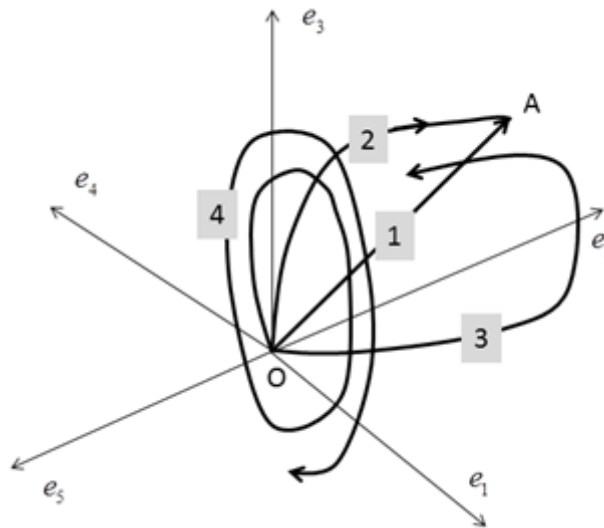
ahol $\xi_{(t)}, \xi_{(t+dt)}$ – az alakváltozási trajektórián mozgó anyagi pont t és $t+dt$ időpillanathoz tartozó alakváltozási sebesség tenzora. Abban az esetben, ha az alakváltozási trajektórián mozgó anyagi pontnak van olyan egymást követő két állapota, amelyre $\pi \leq \arccos(P) \leq 2\pi$ feltétel legalább egyszer teljesül, akkor egyszerű nem-monoton folyamatról (3) van szó. Amennyiben a fenti feltétel többször teljesül, akkor ciklikus nem-monoton folyamat valósul meg (4).

A folyamat nem-monotonitási mértékének meghatározására az alábbi megközelítést alkalmaztuk. Legyen a vizsgált folyamat kvázi-monoton (2), vagyis a vizsgált anyagi pont alakváltozási vektora az OA trajektórián mozog (2.1 ábra). Az A pontba az (1) görbén is el lehet jutni, ami szigorúan monoton folyamatnak felel meg. Az adott időpillanatban a nem-monotonitási mértéke:

$$TP = \frac{\bar{\varepsilon}}{\bar{\varphi}} \geq 1 \quad (2.4)$$

Nem-monoton esetben a teljes folyamatot n darab kvázi monoton szakaszra kell bontani, és az egyes tartományokra kell a $(TP)_i$ -t meghatározni oly módon, hogy az adott szakasz kezdeti állapotától kell a görbült és az egyenes trajektória darabot meghatározni. Ebben az esetben a nem-monotonitás mértéke

$$TP = \sum_{i=1}^n (TP)_i \quad (2.5)$$



2.1 ábra. Alakváltozási trajektóriák az ötdimenziós vektortérben

1.Monoton. 2.Kvázi-monoton. 3.Egyszerű nem-monoton. 4.Ciklikus nem-monoton.

2.2 Eljárás fejlesztés UFSZ titán előállítására

Félmeleg és hideg kaliberhengerrlés

Az $\varnothing 30 \times 200$ mm hosszúságú Grade 2 titán próbatesteket lágyított állapotban ($650 \text{ }^\circ\text{C}$ -on 2 órás hőntartás, majd levegőn való hűtés után) az általunk tervezett és fejlesztett laboratóriumi hengerállványon alakítottuk (2.2 ábra). A kiinduló állapot mechanikai tulajdonságai a következők voltak: egyezményes folyáshatár $R_{p0,2}=332 \text{ MPa}$, szakítószilárdság $R_m=439 \text{ MPa}$, a kontrakció $Z=58\%$, a szakadási nyúlás $A=22 \%$, a fajlagos törési munka $W_c= 412 \text{ J/cm}^3$. A berendezés meghajtását biztosító ikermotor teljesítménye $2 \times 7.5 \text{ kW}$, a hengerátmérő 180 mm volt. A hengerállványt, mind szimmetrikus (lemezhengerrlés, kaliberhengerrlés), mind aszimmetrikus üzemmódban (lemezhengerrlés) lehetett használni. A kísérletekhez használt henger-szerszámokat a 2.3 ábra mutatja.



2.2 ábra. Kísérleti hengerállvány szimmetrikus és aszimmetrikus hengerléshez



2.3 ábra. Kísérleti hengerpárok

A kiinduló darabokat 450 °C-ra hevítettük. Az első hengerpárban 4 szúrás hajtottunk végre, a hengerek fordulatszáma $n=6/\text{min}$ volt. Minden egyes alakítás után a darabokat 450°C-ra hevítettük vissza. A második hengerpárban 6 szúrás történt, a darab hevítését az első párhoz hasonló módon végeztük. A hengerelt darab végső átmérője $\varnothing 8$ mm volt.

A laboratóriumi hengerlés eredményei alapján ipari környezetben is végeztünk kaliberhengerlést Grade 2 minőségű ötvöztelen titánon. A kaliberhengerlés félmeleg állapotban, 400°C-on indult. Kamrás kemence biztosította a $\varnothing 70 \times 2000$ mm méretű rudak egyenletes hőmérsékletű hevítését. A nyújtóhengerlés 6 hengerállványból álló berendezésen történt, amelyen a hengerek átmérője 415 mm volt. Az első hengerlés fordulatszáma $n=8/\text{min}$ volt, ami a szokásos ipari viszonyokhoz képest jóval kisebb. A fordító vezetékek igénybevétele nagy, mivel az ovál darabot el kell csavarni 90°-kal, hogy a következő állványba megfelelő pozícióban érkezzen. A darabok folyamatos üzemmódban végighaladtak mind a hat állványon. A nyújtóhengerléssel $\varnothing 70$ -ről $\varnothing 34$ mm-re történt a rudak hengerlése. A nyújtóhengerléssel készített darabokat 2000 mm hosszra daraboltuk fel.

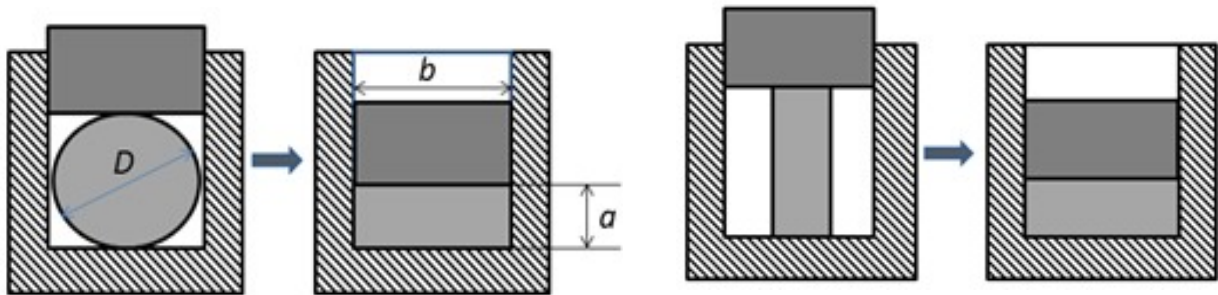
A következő munkaszakasz az ún. készre hengerlés. A kezdeti hőmérséklet $T=400$ °C volt. Az alakítás $\varnothing 34$ mm-ről $\rightarrow \varnothing 16$ mm-re történt. A hengerlési sebesség a nyújtó szakaszhoz képest jóval nagyobb volt (a kezdeti fordulatszám $n=80/\text{min}$). A hengerelt rúd termék végső alakját $\varnothing 16$ mm-ről $\varnothing 14$ mm-re való hideghengerléssel alakítottuk ki.

A gyártási technológia lehetővé tette hengerelt lapos termékek előállítását is. A $T=400$ °C –os alakítási hőmérsékletre hevített $\varnothing 34$ mm-es rúdból hengerléssel 14x45 mm keresztmetszetű lemezcsíkok készültek sima hengerek között. A magasságváltozás lépései a következők voltak: $h=20$ és $h=14$ mm. A gyártás befejező lépése hideghengerlés volt, amikor a 14 mm vastag lemezt 7 mm vastagra hengereltük.

Többirányú kovácsolás + lemez hengerlés

A kombinált eljárás első fázisában többirányú kovácsolást alkalmaztunk. A 350 °C hőmérsékletű, $\varnothing 30 \times 100$ mm méretű Grade 2 minőségű titán rúdból első lépésben 20x35 mm keresztmetszetű 100 mm hosszúságú téglatestet alakítottuk ki, majd a munkadarab kilökése után azt a 20x100 mm-es felületére állítva összenyomtuk, ezzel ismét 20x35x100 méretű hasábot kaptunk (2.4 ábra). Ezt a folyamatot néhányszor ismételve a kezdeti anyagszerkezetet jelentősen átalakítottuk. Az alakítás során tapintó hőmérővel mértük a darab hőmérsékletét, ami a folyamat végén 250 °C volt. Erre az eljárásra a sík alakváltozási állapot volt a jellemző.

A többirányú alakítást követve a kombinált folyamat második része, melynek során a 20x35x100 mm-es hasábokat hengerléssel nyújtottuk (2.2 ábra) a 20 mm-es méretét csökkentve 10 és 5 mm vastagságig. A hengerléseket 20 és 200°C-on végeztük, 14 mm vastagságig 2 mm-es, azután 1 mm-es fogyásokkal. Ennek eredményeként 10x38x160 mm és 5x44x270 mm méretű darabokat gyártottunk.

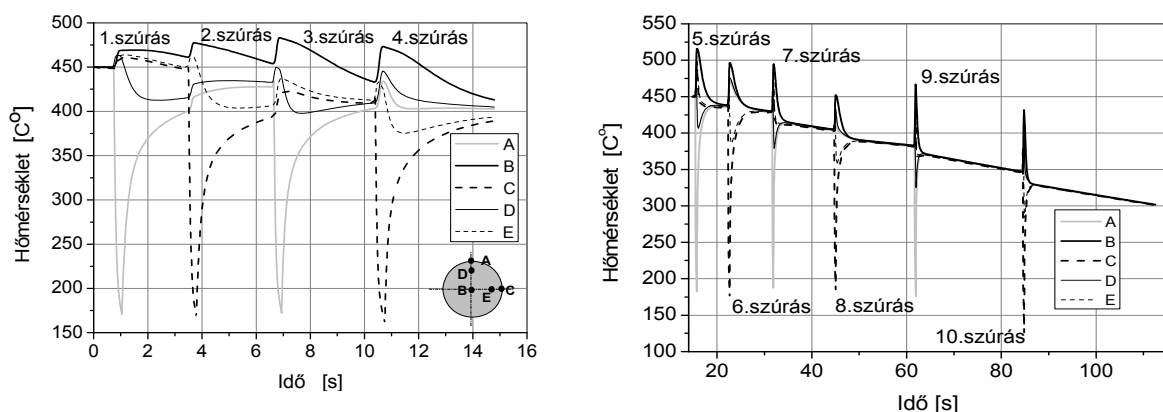


2.4 ábra. A többirányú kovácsolás sémája

2.3 Alakítási folyamatok modellezése

A 2.2 fejezetben részletesen ismertettük a titán kaliberhengerléssel történő szemcsefinomító alakítását. Ezzel párhuzamosan termo-mechanikai végeeselemes modellezést végeztünk a laboratóriumi alakítási folyamatról. Az egyes kaliberekben történő alakítást külön modelleken vizsgáltuk és az egyes folyamatvégi geometriai, feszültségi és alakváltozási jellemzőket a következő kaliber számára átadtuk, mint kezdeti értékek. A hengersizszámokat merev anyagnak, a titán rudat rugalmas-izotrop keményedő kontinuumnak fogtuk fel, amelynél az aktuális folyási feszültség (alakítási szilárdság) az alakváltozás mértéke, ez egyenértékű alakváltozási sebesség és a hőmérséklet függvénye.

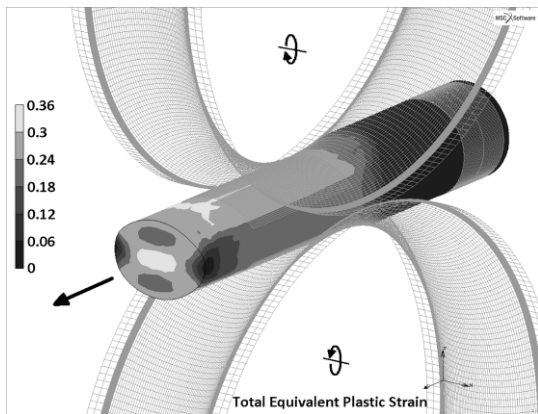
A mechanikai egyenletekkel párhuzamosan a hővezetés differenciálegyenletét is megoldottuk és ennek eredményeként a folyamatra jellemző alakváltozások mellett a hőmérséklet eloszlást is meghatároztuk.



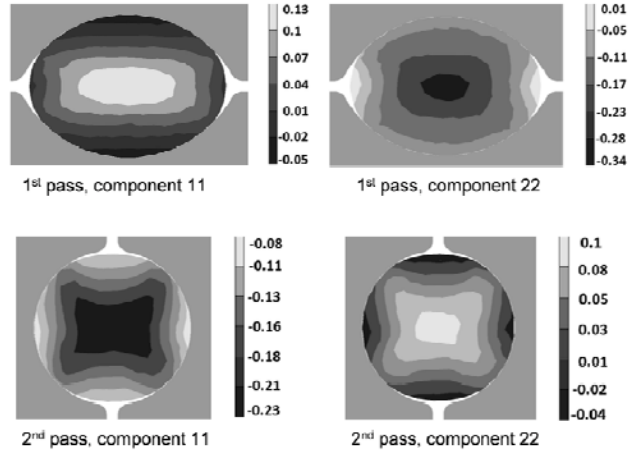
2.5 ábra. A titán rúd kijelölt pontjainak hőmérsékletváltozása a hengerlés során

A hengerlési folyamat ciklikus jellegét illusztrálja a 2.7 ábra, amelyen a logaritmikus alakváltozási tenzor normális komponenseinek az eloszlása látható. A sötét tartomány a nyomó

világos a húzó alakváltozást érzékelteti. Az ábrán látható, hogy az egyik állapotban húzó jellegű tartományok a következő állapotban nyomó jellegűvé válnak és fordítva.

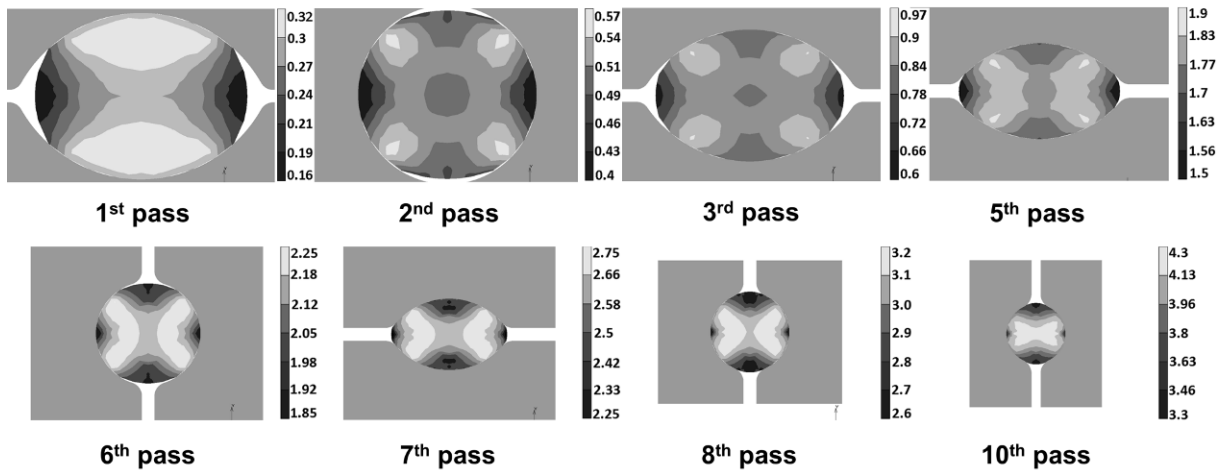


2.6 ábra. A modellezési folyamat sémája



2.7 ábra. Az alakváltozási tenzor komponensek eloszlása az első és második hengerüreg után

A 2.8 ábra az mutatja, hogy az alakváltozási folyamat végére létrejövő alakváltozás olyan nagymértékű, amely elég arra, hogy UFSZ szerkezet alakuljon ki a teljes keresztmetszetben.



2.8 ábra. Az egyenértékű alakváltozás eloszlása a különböző hengerüregekben

3 Ultra-finomszemcsés titán mechanikai tulajdonsága és mikroszerkezete

3.1 Bevezetés

Kristályos anyagokban a képlékeny alakváltozás a diszlokáció sűrűség növekedését eredményezi. A diszlokációk rugalmas deformációs tere növeli az anyagban tárolt energiát. Nagy alakváltozásnál, amikor a diszlokáció sűrűség is nagy, a diszlokáció szerkezet átrendeződik, csökkentve a tárolt energiát. Az átrendeződés közben diszlokáció falak keletkeznek, amelyek a korábbi szemcséket kisebb szubszemcsékre és/vagy cellákra osztják fel. A deformáció növekedésével a cella és szubszemcse határokon növekszik a diszlokáció sűrűség, ami nagyobb orientáció különbséget eredményez, így a szubszemcse határok nagyszögű szemcsehatárokká alakulnak. Ez a szemcsefinomodás alapvető mechanizmusa az intenzív képlékeny alakváltozás során. Az alakváltozás növekedésével egyre finomabb szemcsék jönnek létre, ezért a nagymértékű képlékeny alakváltozás alkalmas ultra-finomszemcsés anyag előállítására [13].

Ugyanakkor fontos azt is aláhúzni, hogy amennyiben az alakváltozás monoton jellegű, akkor szálas elrendeződésű szerkezet jön létre, viszonylag nagy mennyiségű kisszögű szemcsehatárral. Ilyen eset figyelhető meg nagymértékű lemezhanglerlésnél és huzalhúzásnál. A deformációs út változtatásával (nem-monoton alakváltozással) az említett szálas szerkezet kialakulását meg lehet akadályozni, illetve a létrejött struktúra felaprózható, aminek következtében jelentősen növekszik a nagyszögű szemcsehatárok mennyisége.

A műszaki gyakorlatban nemcsak tiszta fémeket alkalmaznak, hanem különböző ötvözeteket, amelyek tulajdonságainak változtatásához a fentiekén túl más mechanizmusok is hozzájárulnak, és ezek együttesen eredményezik az adott anyag képlékeny alakváltozásához, ezen keresztül szilárdságának növeléséhez szükséges feszültséget [14]:

$$\begin{aligned}\sigma_y &= \sigma_0 + \Delta\sigma_{gs} + \Delta\sigma_{ss} + \Delta\sigma_{dis} + \Delta\sigma_{ps} \\ \Delta\sigma_{gs} &= kd^{-m}, \quad \Delta\sigma_{ss} = G\left(\frac{r-r_0}{r_0}\right)^n C, \quad \Delta\sigma_{ps} = \frac{0.4MGb}{\pi L(1-\nu)} \ln\left(\frac{D}{b}\right) \\ \Delta\sigma_{dis} &= M\alpha Gb\sqrt{\rho}\end{aligned}\quad (3.1)$$

ahol σ_0 – a *Peierls* feszültség, az a küszöbfeszültség, amelynél az adott hőmérsékleten a diszlokációs mozgás megindul, $\Delta\sigma_{gs}$ – szemcsefinomító szilárdságnövelés, $\Delta\sigma_{ss}$ – szilárdoldatos szilárdságnövelés, $\Delta\sigma_{dis}$ – diszlokációs szilárdságnövelés, $\Delta\sigma_{ps}$ – kiválásos keményítés szilárdságnövelése.

A fenti egyenletekben szereplő mennyiségek: d – szemcseátmérő, k, m – a Hall-Petch egyenlet anyagi paraméterei, G – csúsztató rugalmassági modulus, ν – Poisson tényező, r_0, r – az alapfém és az ötvözőfém atomsugara, n – anyagi paraméter, C – ötvöző koncentráció, L – kiválások távolsága, D – kiválások síkmetszetének átmérője, b – a Burgers vektor hossza, M – Taylor tényező, α – paraméter, ρ – diszlokációsűrűség.

A tulajdonság változások közül az egyik legfontosabb a szilárdságnövelés. Az ultra-finomszemcsés (UFSZ) anyagoknál a kiinduló állapothoz képest 2-3x-os folyáshatár, illetve szakítószilárdság érhető el. Ezzel párhuzamosan, ahogy hagyományos szemcseszerkezetű anyagoknál is, az anyag alakváltozó képessége a szilárdság növekedésével csökken. Ugyanakkor ez a csökkenés az UFSZ anyagoknál sok esetben kisebb, sőt bizonyos esetekben a csökkenési

folyamat megfordul, és a szilárdság, valamint a szívósság különleges kombinációját eredményezi. Az is gyakran előfordul, hogy a fajlagos törési munka növekszik az IKA hatására. A szívósság növekedés egyik fontos jele a sebesség érzékenység változása. Az anyag alakítási szilárdsága adott mikroszerkezet esetén a következő mennyiségektől függ:

$$k_f = k_f(\bar{\varepsilon}, \bar{\xi}, T) \quad (3.2)$$

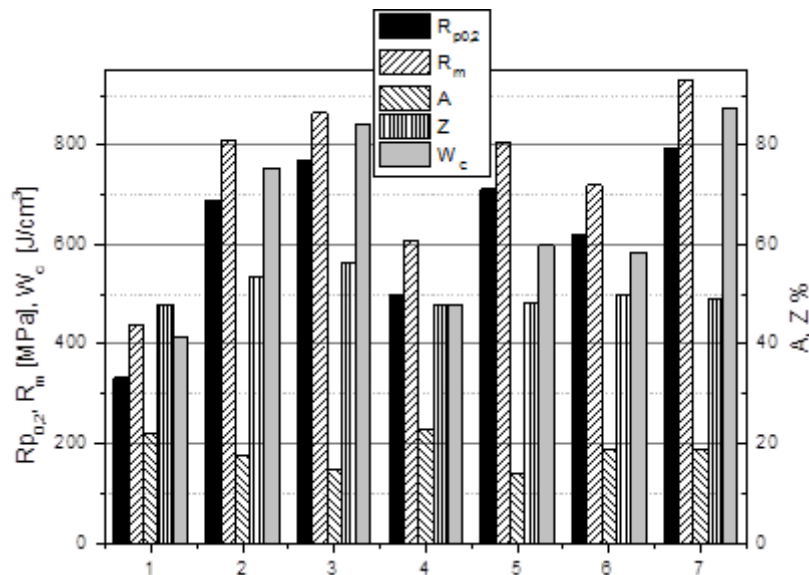
ahol $\bar{\varepsilon}, \bar{\xi}, T$ – az alakváltozás, az alakváltozási sebesség és a hőmérséklet. Az anyag sebesség érzékenységén a következő mennyiséget értjük:

$$m = \left. \frac{\partial k_f}{\partial \bar{\xi}} \right|_{\bar{\varepsilon}=\text{áll}, T=\text{áll}} \quad (3.3)$$

amely hagyományos szemcseszerkezetű anyagoknál 0,01-0,06, míg az ultra-finomszemcsés és nanoszerkezetű anyagoknál 0,1-0,15. Az m növekedése a szemcsehatárok mentén történő elcsúszás fokozódását, ezen keresztül az alakváltozó képesség növekedését eredményezi. Hasonló jelenség figyelhető meg szuperképlékeny alakváltozásnál, azzal a megjegyzéssel, hogy abban az esetben a sebesség érzékenység tényezője lényegesen nagyobb.

3.2 UFSZ titán mechanikai jellemzői

A 2.2 fejezetben részleteztük az ötvözetlen Grade 2 titán félmeleg kaliber hengerlésének laboratóriumi és ipari körülmények közötti változatát. A statikus szakítóvizsgálattal meghatározott mechanikai mérőszámokat az alábbiakban foglaltuk össze (3.1 ábra).



3.1 ábra. Kör keresztmetszetű kaliberben hengerelt Grade 2 titánrudak mechanikai tulajdonságai
1-lágyított állapot, 2-Ø20, 3-Ø18 h, 4-Ø16, 5-Ø14 h, 6-Ø16 f, , 7-Ø8,

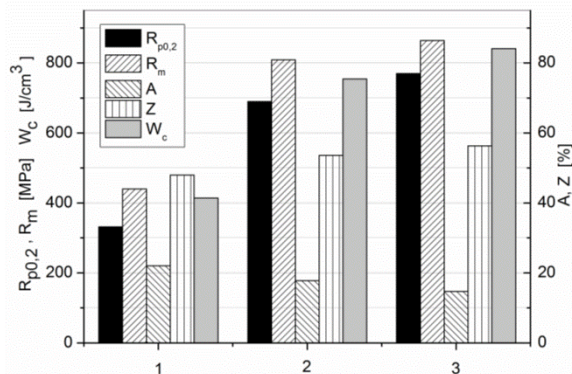
A 3.1 ábra jelölése szerint a csak átmérővel jelzett végtermékek félmeleg alakítással készültek. Az átmérőt követő h jel a félmelegen alakított termék utolsó lépésben történt hideghengerlésére

utal, míg az f jel a 100 °C-os befejező hőmérsékletű hengerlést jelenti. Az Ø8 a laboratóriumi kísérlettel készült terméket jelöli.

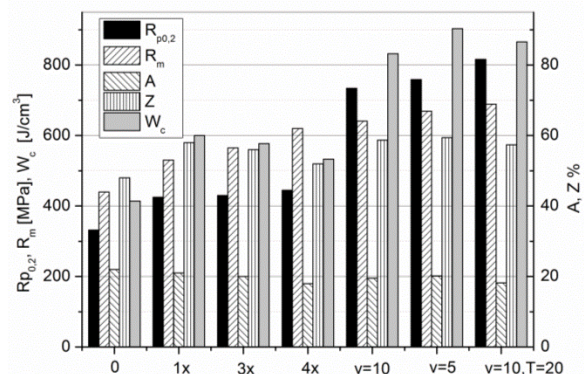
A gyári technológiával hengerelt lapos termékek esetében az s14 jelű a félmeleg alakítással készült 14 mm vastag terméket, míg az s7 h jelű darab a befejező műveletében hideghengerléssel készült 7 mm vastag terméket jelöli (3.2 ábra).

A három mérés átlagából készült eredményekből látható, hogy a legnagyobb szilárdsági paraméterek a laboratóriumi kaliberhengerléssel érhetőek el, de jelentős a szilárdságnövekedés az ipari körülmények között gyártott termékek esetében is. Ami nagyon fontos a további felhasználás szempontjából, hogy a fajlagos törési munka a gyártás során növekedett, ez a termék jelentős szívósságára utal.

A 2.2 fejezetben ismertettük az ötvözetlen Grade 2 titán többirányú kovácsolásának és hengerlésének a folyamatát is. A mechanikai tulajdonságok változását mutatja a 3.3 ábra ahol az eredmények ugyancsak három mérés átlagára vonatkoznak. Az ábra jelölései: 0 – kezdeti állapot, 1x,3x,4x – egyszer, háromszor, négyszer átkovácsolt darab, v=10 és v=5 a 200°C-on 10 mm, illetve 5 mm vastagságúra hengerelt darab, v=5, T=20 – 20°C-on 5 mm vastagságra hengerelt darab. Az ábrából megállapítható a jelentős szilárdságnövekedés, a szívósság (W_c) növekedése mellett.



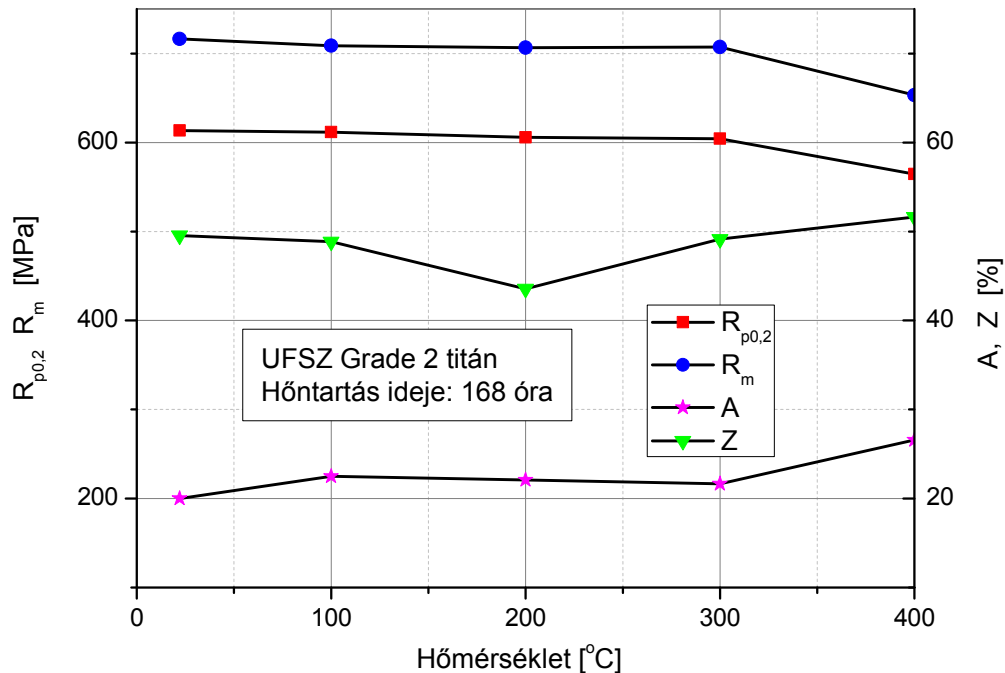
3.2 ábra. Téglalap keresztmetszetű hengerelt Grade 2 titán rudak mechanikai tulajdonságai 1-lágyított, 2-s14, 3-s7 h



3.3 ábra. Ötvözetlen Grade 2 UFSZ titán mechanikai tulajdonságainak változása a többirányú kovácsolás és hengerlés során

3.3 Termikus vizsgálatok a szövetszerkezet stabilitásának meghatározására

Üzemi kaliberhengerléssel készült titán rudakból szakító próbatesteket készítettünk, amelyeket 168 óra hosszan hőn tartottunk 100, 200, 300, 400 °C-on. Ezt követően statikus szakító vizsgálatokat végeztünk az eredeti és öregített próbatesteken Instron 8850 típusú anyagvizsgáló berendezésen 6 mm/min szakítási sebességgel. A vizsgálati eredményekből látható, hogy 400 °C-ig a mechanikai tulajdonságok alig változnak, és ez a szerkezet stabilitására utal 3.4. A szakítással párhuzamosan keménységvizsgálatokat végeztünk az eredeti és öregített próbatesteken. A keménységmérés a próbatestek keresztmetszetén történt. A 40 mérési pontot (HV1) határoztunk meg, majd ezt követően a mérési átlagot és a szórást számítottuk ki. Az eredmények az mutatták, hogy a keménységváltozás trendje összhangban van a szakítóvizsgálat eredményeivel.



3.4 ábra. A termikus vizsgálatok eredményei

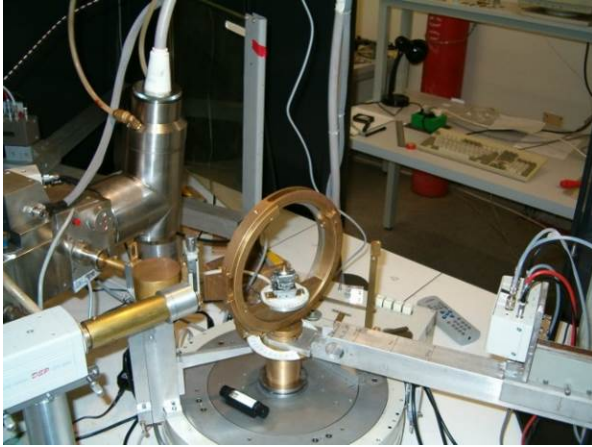
3.4 Az USZF titán anyagok mikroszerkezeti vizsgálata

Az egyik vizsgálati módszer a röntgendiffrakciós vonalprofil analízis volt[15]. A csúcprofilokat a minták keresztirányú metszetein nagyfelbontású kétkristályos diffraktométeren (Nonius, FR 591) Cu $K_{\alpha 1}$ sugárzással vizsgáltuk. A mért fizikai profilok Fourier transzformáltjait speciális mikroszerkezeti egyenlettel – amelyek leírják a profil alakját – illesztik össze. Az iterálási folyamatot egy számítógépes program a Konvolúciós Teljes Profil Illesztés módszerét felhasználva végzi el.

Az alakított darabokból hossz és keresztmetszeti minták készültek. A röntgendiffrakciós mérés előtt a felületet csiszoltuk, majd tükörfényesre políroztuk. Ezután a felületről maratással eltávolították a csiszolás és polírozás során deformálódott réteget, annak érdekében, hogy csak az előzetes alakítás során bekövetkező tömbi deformáció hatására létrejött mikroszerkezetet tanulmányozhassuk.

A TEM vizsgálatoknál mindkét metszeti irányból 3 mm-es átmérőjű csiszolással 20-40 mikron vastagságúra levékonyított korong alakú mintából indultunk ki. Ezeket a mintákat egy Gatan Model 691 PIPS típusú Ar gázas ionmaróval lyukasztottuk át, így a lyuk peremén kaptunk olyan 10-20 nm vastag tartományokat, amik alkalmasak TEM vizsgálatokra. Az előkészített mintákat a Tecnai G2 X-TWIN transzmissziós elektronmikroszkóppal vizsgáltuk.

A vizsgálatok célja elsősorban a szemcseszerkezet finomodásának kimutatása volt, ezért vagy objektív apertúra alkalmazásával kontrasztosítottuk a képet vagy sötétlátóterű képeket készítettünk, hogy minél jobban kiemeljük az egyedi szemcsék határvonalát. A finomodás kimutatására azonos területeken készített diffrakciós képeket is összevetettünk. Mint ismeretes az egykristályra jellemző diffrakciós pontok a finomodás növekedésével egyre inkább egy körív mentén terülnek el.



3.5 ábra. Nonius, FR 591 diffraktométer



3.6 ábra. Tecnai G2 X-TWIN transzmissziós elektronmikroszkóp

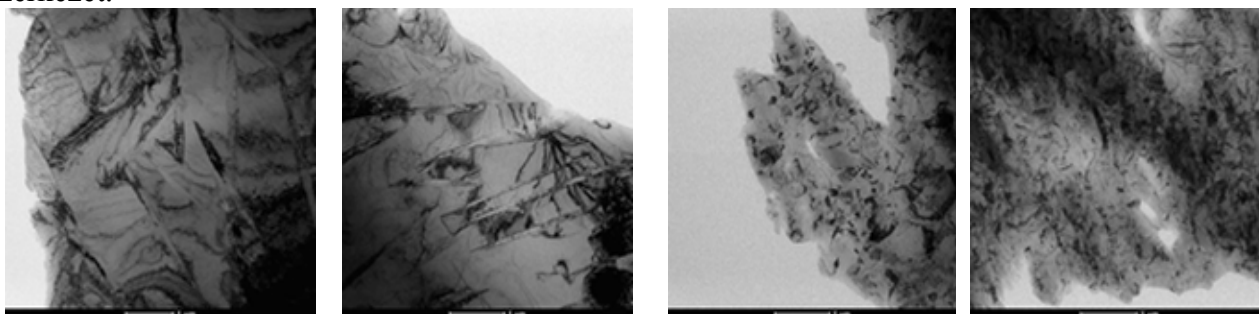
3.4.1 A kaliberhengerréssel készült Grade 2 titán vizsgálati eredményei

A röntgendiffrakciós vizsgálati eredmények a 3.1 táblázatban találhatók. A diszlokáció sűrűség a laboratóriumi körülmények között készült mintában nagyobb, mint az ipari mintában. A laboratóriumi minta kristallit mérete jóval kisebb, mint az ipari mintáé. Az ipari minták esetében a kereszt- és hosszmetseteken mért kristallit méretek és diszlokáció sűrűségek jelentősen eltérnek egymástól, a keresztmetsetben kaptunk nagyobb kristallitméretet és kisebb diszlokáció sűrűséget. Ez arra utal, hogy a kristallitok alakja és a diszlokációk elrendezése anizotrop.

3.1 táblázat. A röntgenvonálművelésből kapott kristallit méret és diszlokáció sűrűség a különböző titán minták esetén (Kaliber hengerréssel)

Minta	Kristallitméret [nm]	Diszlokációsűrűség [10^{14} m^{-2}]
Kezdeti állapot	800>	<0.1
Ipari keresztmetseti	236±30	1.0±0.3
Ipari hosszmetseti	127±15	3.7±0.5
Laboratóriumi keresztmetseti	68±8	6.3±0.8
Laboratóriumi hosszmetseti	62±8	4.9±0.6

A TEM mérésekből egyértelműen megállapítható volt, hogy a kiinduló szemcseszerkezet az intenzív képlékeny alakítás hatására erőteljesen átalakult és létrejött az ultra-finomszemcsés szerkezet.



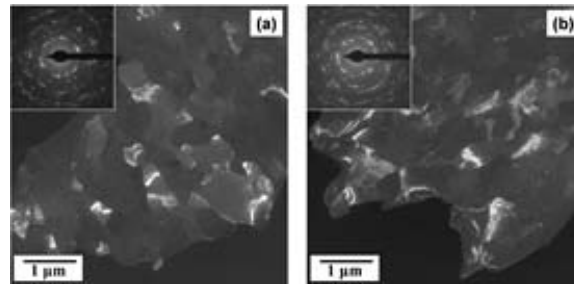
a) keresztmetset

a) hosszmetset

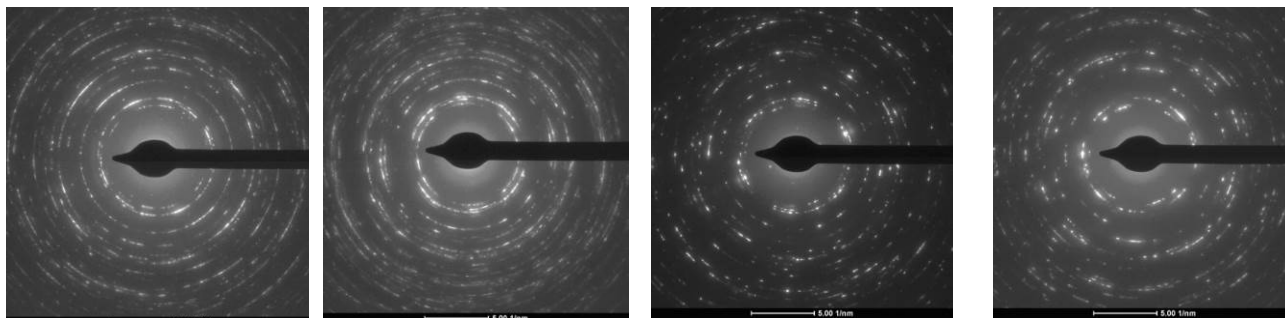
b) keresztmetset

b) hosszmetset

3.7 ábra. TEM felvételek a laboratóriumi minták a) kezdeti és b) alakítás utáni állapotában (skála=1µm)



3.8 ábra. Sötét látóterű TEM felvételek a titán keresztmetszeti és hosszirányú ipari mintáin



a) keresztmetszet

a) hosszszelvény

b) keresztmetszet

b) hosszszelvény

3.9 ábra. Diffrakciós felvételek az alakított a) laboratóriumi mintákon és a b) gyári mintákon (skála=5.0 1/nm)

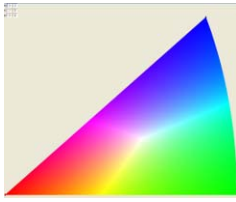
3.4.2 A kombinált eljárással készült Grade 2 titán vizsgálati eredményei

A röntgen diffrakciós vizsgálati eredményekből a diffraktogramokon szereplő csúcsok intenzitás eloszlásából arra lehet következtetni, hogy a hengerelt minták erős textúrával rendelkeznek: a kristallitok többségében a hexagonális c-tengely ([002] irány) merőleges a hengerlés irányára.

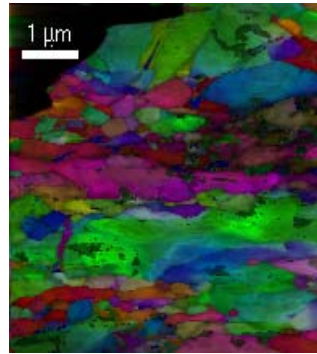
3.2 táblázat. A röntgenvonalprofil analízisből kapott kristallit méret és diszlokáció sűrűség a különböző titán minták esetén (többirányú kovácsolás+ hengerlés)

Minta	Kristallitméret [nm]	Diszlokációsűrűség [10^{14} m^{-2}]
1x	80 ± 8	9 ± 1
3x	67 ± 7	9 ± 1
4x	68 ± 7	13 ± 1
v=10, FM	65 ± 7	12 ± 1
v=5, FM	46 ± 6	27 ± 3
v=10, T=20 °C	64 ± 7	15 ± 2

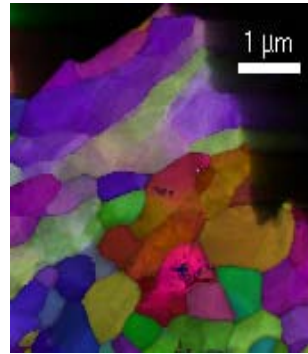
A TEM vizsgálatok eredménye az ASTAR rendszer alapján:



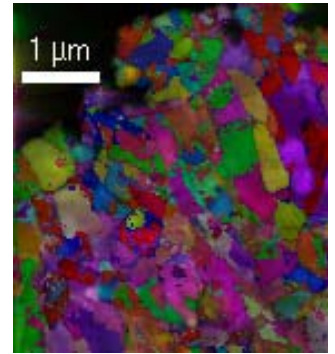
Piros P0
Zöld P1
Kék P2



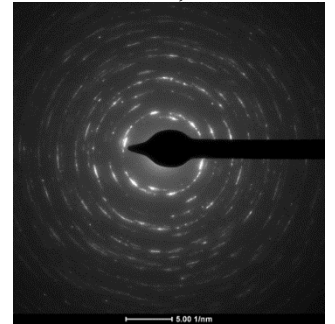
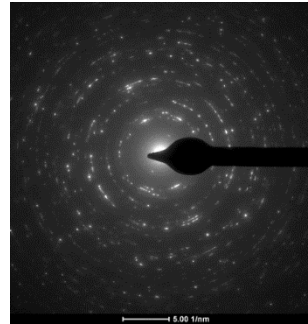
minta : v=10



minta: v=5



minta :v=10, T=20 °C



Hengerlés irányú, hosszmetzeti TEM felvételek a szemcsenagyságra és a szemcseeloszlásra.
Diffrakciós skála :5.0 1/nm.

A kombinált alakítás (MF + hengerlés) hatására UFSZ mikroszerkezet alakult ki. A hengerlés során a vastagság redukció növelése és a hőmérséklet csökkentése finomabb szemcseszerkezetet eredményezett.

4 *Grade 2 UFSZ titán ciklikus terhelése, károsodása*

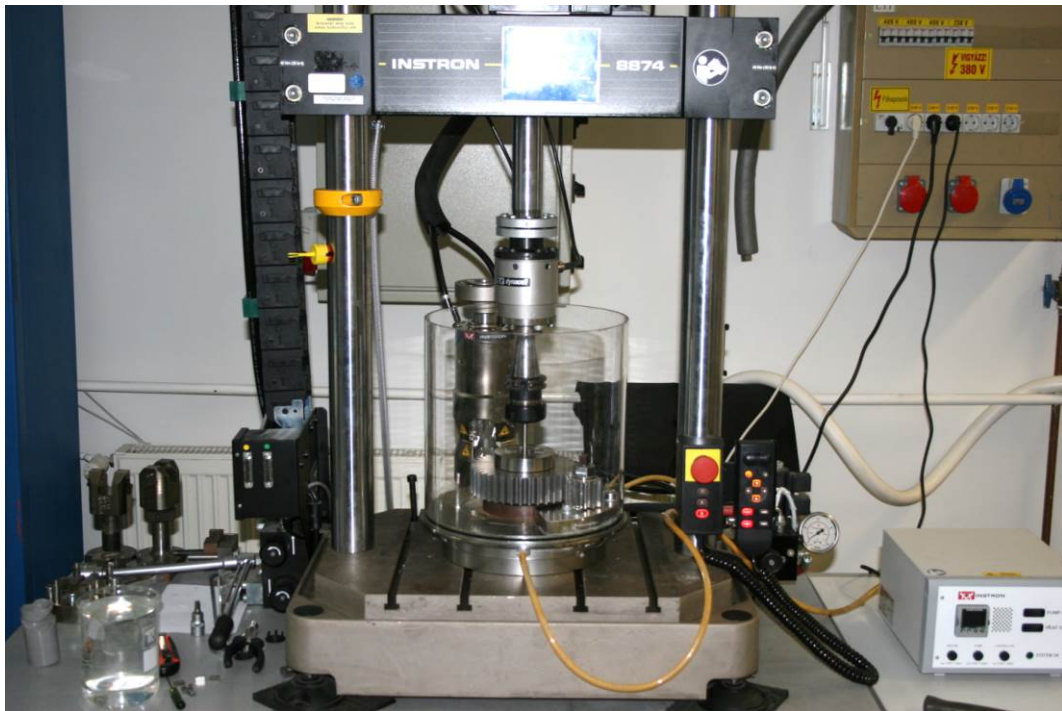
Alkatrészek, implantátumok tervezéséhez szükség van ciklikus terhelés alatti viselkedésük ismeretére. Ezek az ismeretek hagyományos szerkezetű anyagok esetében rendelkezésre állnak, de nagyon kevés információ van az UFSZ anyagok esetében. Az adott feladatnál olyan vizsgálatokat végeztünk, amelyekkel a ciklikus terhelés hatására történő károsodási folyamatokat elemeztük levegőn és fiziológiai sóoldatban különböző terhelési módok esetén. Az utóbbi vizsgálatoknak az emberi szervezetbe beépített implantátumok szempontjából van fontos szerepe.

A kutatási projekt egyik célja így, az alakítástechnológiával ultra-finomszemcsés (UFSZ) szerkezeti állapotba hozott tiszta titán (Grade 2) alapanyag ciklikus tulajdonságainak feltérképezése és annak összevetése normál szemcseméretű Grade 2 titán élettartam tulajdonságaival.

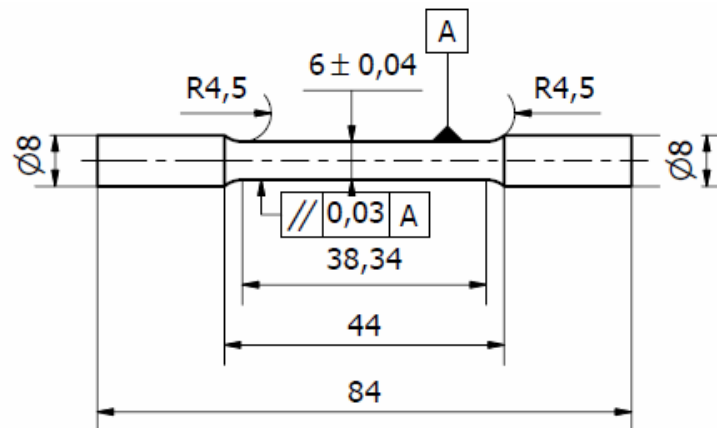
4.1 *Fárasztó vizsgálatok, károsodási számítások*

A fárasztóvizsgálati próbatetek az UFSZ Grade 2 rúd mintákból készültek, amelyek gyártástechnológiája: félmeleg hengerlés Ø18 mm-re, majd hidegen hengerlés Ø16 mm-re.

Az UFSZ Grade 2 titán fárasztó vizsgálatait Instron E10000 és 8874 biaxiális (tension-torsion) anyagvizsgáló berendezéseken végeztük 8-20 Hz frekvenciatartományban a vizsgálati terhelés nagyságától függően (4.1 ábra.). A próbatest geometriáját a 4.2 ábra a kísérleti programot a 4.1 táblázat mutatja.



4.1 ábra Instron 8874 szervóhidraulikus, biaxiális (tension-torsion) anyagvizsgáló berendezés



4.2 ábra Fárasztóvizsgálatokhoz alkalmazott próbatest geometriája

4.1 Táblázat. Fárasztóvizsgálatok kísérleti programja

Terhelési irány	Aszimmetria tényező	Közeg	Fáziseltolás °	Hőmérséklet °C	Értékelhető vizsgálatok száma db
Axiális	0.1	levegő	-	23	12
Axiális	-1	levegő	-	23	11
Torziós	-1	levegő	-	23	10
Axiális/torziós	-1/-1	levegő	0	23	7
Axiális/torziós	-1/-1	fiziológiás sóoldat	0	37	7

Vizsgálógörbe szinusz, a vezérlési mód erő-, illetve nyomatékvezérlés volt. A biaxiális vizsgálatok esetében a feszültségarányt $\tau/\sigma=0,5$ értékre választottuk. A normál állapotú titán fáradási görbéjét a [16] irodalomból vettük.

Axiális irányú, levegőn történt végzett vizsgálatok eredményei, illetve összevetésük az irodalmi adatokkal a 4.3 ábrán láthatók.

A vizsgálati eredményekből megállapítható, hogy a Grade 2 UFSZ titán $2 \cdot 10^6$ ciklusszámra meghatározott kifáradási határa 14 %-kal magasabb, mint a lágyított Grade 2 titán alapanyag kifáradási határa ($\sigma_{k_g2} = 322$ MPa, $\sigma_{k_UFSZg2} = 367$ MPa). A kifáradási görbék meredeksége nem mutat jelentős eltérést. Az eredményekből látszik továbbá, hogy az UFSZ titán esetén a töréshez tartozó ciklusszámok jelentős szórást mutattak, ami valószínűleg, az UFSZ titán inhomogén tulajdonságára vezethető vissza. A Grade 2 UFSZ titán biaxiális fáradástvizsgálatai azt mutatták, hogy a τ/σ tényező növekedésével a $2 \cdot 10^6$ ciklusszámhoz tartozó kifáradási határ növekszik:

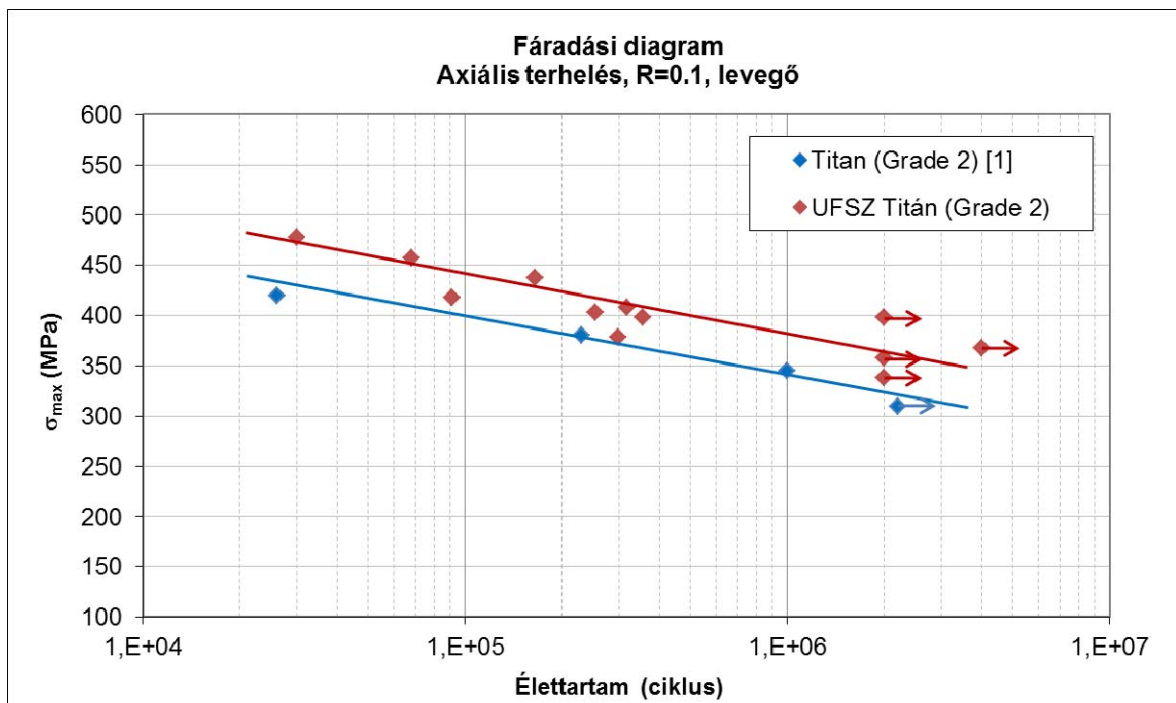
$$\Delta\sigma_{k_axiális} = 512 \text{ MPa}$$

$$\Delta\sigma_{k_biaxiális} = 685 \text{ MPa,}$$

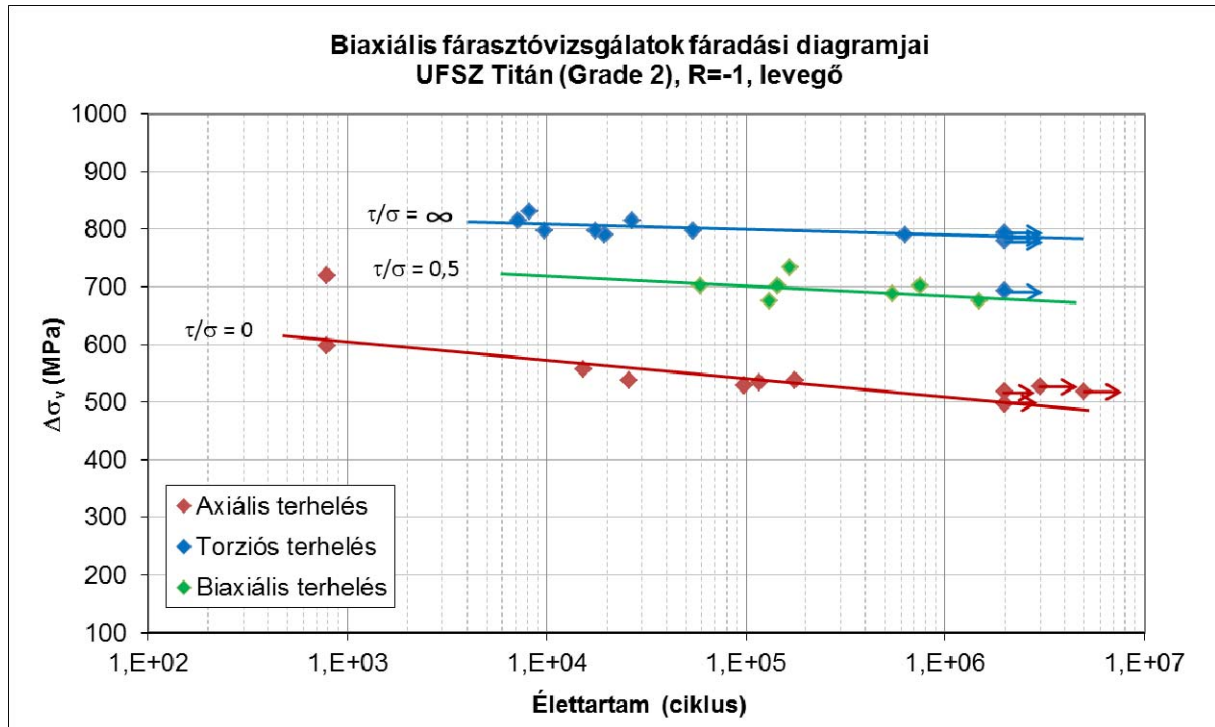
$$\Delta\sigma_{k_torziós} = 767 \text{ MPa,}$$

A τ/σ tényező növekedésével a kifáradási görbe meredeksége csökkenő tendenciát mutat. A kifáradási görbék a 4.4 ábrán láthatók.

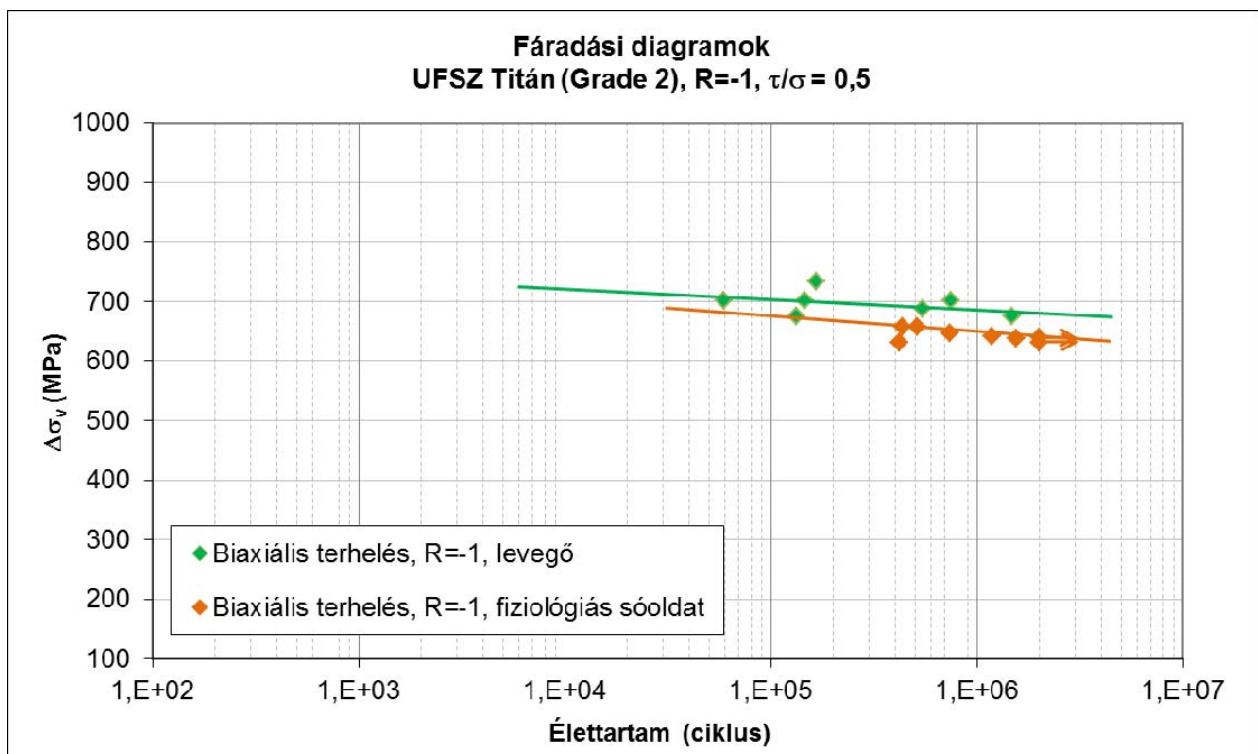
A fiziológiás sóoldatban történő biaxiális vizsgálat a kifáradási határ 7%-os csökkenését eredményezte ($\Delta\sigma_{k_levegő} = 685$ MPa, $\Delta\sigma_{k_sóoldat} = 636$ MPa). A fáradási görbe meredeksége kismértékben növekszik a sóoldatos környezetben (4.5 ábra)



4.3 ábra. UFSZ Grade 2 titán kifáradási görbéje és a normál Grade 2 titán irodalmi adatai



4.4 ábra. UFSZ Grade 2 titán bi-axiális (axiális/torziós) vizsgálatainak eredményei



4.5 ábra. UFSZ Grade 2 titán bi-axiális (axiális/torziós) vizsgálatainak eredményei levegőn és fiziológias sóoldatban

Az elvégzett élettartam vizsgálatok eredményei alapján megállapítható, hogy az UFSZ Grade 2 titán szilárdságnövekedésével (ami közel 100%-os) együtt a kifáradási tulajdonsága is javul, de kisebb mértékben (14%).

A fiziológias sóoldat környezetben az UFSZ anyag kifáradási határa 7%-os csökkenést mutatott a levegő közeghez képest. A korróziós közegnek ezt a hatását az implantátumok élettartam becslésénél érdemes figyelembe venni.

A fárasztó vizsgálatok eredményeit függvényekkel írtuk le, amik a későbbi tervezési számítások alapjául szolgáltak. A függvényeket a következő alakban adtuk meg. $\sigma_a = CN_i^n$

4.2 Táblázat Fárasztógörbék egyenletének paraméterei

terhelés	aszimmetria tényező	környezet	C	n	R ²	σ_k (MPa)
axiális	r=0.1	levegő	827.59	-0.056	0.755	367
axiális	r=-1	levegő	746.63	-0.026	0.667	512
biaxiális	r=-1	levegő	780.60	-0.009	0.710	685
torziós	r=-1	levegő	886.50	-0.010	0.651	767
biaxiális	r=-1	fiziológias	767.82	-0.013	0.681	636

A fárasztó vizsgálatok alapot szolgáltatnak arra, hogy az UFSZ anyag ciklikus károsodási folyamatát is nyomon követhessük és adott anyagból készült szerkezeti elemek (pl. implantátumok) működésének élettartamát megbecsüljük. A legegyszerűbb, de legjobban elterjedt az ún. Palmgren-Miner szabály, ami a halmozódó károsodási elmélet alkalmazását jelenti. Ennek lényege, hogy a terhelés történet feldolgozása után a károsodás mértékét a

$$D = \sum_{i=1}^n \frac{n_i}{N_i} \quad (4.1)$$

összefüggéssel számítjuk ki. Az összefüggésben, n_i az i . terhelési ciklus bekövetkezési száma és N_i az i . terhelési ciklust jellemző feszültség amplitúdóhoz tartozó törési ciklusszám. Ez utóbbit a vizsgált szerkezet anyagára vonatkozó fáradási görbéből lehet meghatározni. Az élettartam végét jelentő teljes kifáradást a $D = 1$ feltétel teljesülése jelenti.

Az élettartam becslése a lineáris Palmgren-Miner szabály alapján nem-konzervatív, azaz a valóságosnál nagyobb élettartamot ad meg. További hátránya e szabálynak, hogy nem tartalmazza explicit módon a ciklusú igénybevétel fontos mennyiségét, a feszültség amplitúdót. Morrow [17] tett javaslatot egy módosított, nemlineáris károsodás halmozódási tényezőre, mely a következő:

$$D = \sum_{i=1}^n \frac{n_i}{N_i} \left(\frac{\sigma_{a,i}}{\sigma_{a,\max}} \right)^d, \quad (4.2)$$

ahol $\sigma_{a,i}$ az i . terhelési ciklus feszültség amplitúdója, $\sigma_{a,\max}$ a terhelés történet legnagyobb feszültség amplitúdója, $d \leq 0$ konstans paraméter a terhelési folyamat során.

A fentiekben ismertetett két számítási módszerre eljárást dolgoztunk ki, melyet a VE módszerből kapott eredményekkel működtettünk.

4.2 Törésmechanikai vizsgálatok

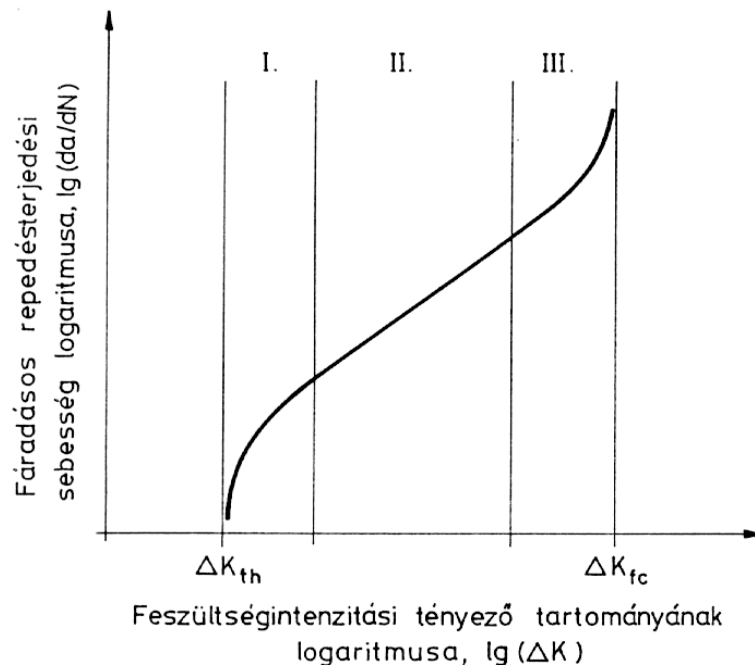
A szerkezetek fáradási elméletének egy másik módszere a törésmechanika eszköztárára épít. Ebben az esetben arról van szó, hogy egy kisméretű repedés van az anyagban, amely már a kezdetektől ott van, vagy pedig a működés során alakul ki. Az I. módú terhelés esetén a repedésterjedés kinetikus diagramját mutatja 4.6 ábra. A diagramban ΔK_{th} a repedésterjedés küszöbértékét reprezentáló feszültség intenzitási tényező amplitúdója, míg a ΔK_{fc} az instabil repedésterjedéshez tartozó feszültség intenzitási tényező. Ez a mérési adatok alapján a K_{Ic} törési szívóssággal közel egyenlő értékű. A II. szakasz jellemzésére a Paris-Erdogan összefüggés használható

$$\frac{da}{dN} = c(\Delta K)^n \quad (4.3)$$

A képletben ΔK a feszültség intenzitási tényező amplitúdója $\Delta K = K_{max} - K_{min}$, a c és n értékek pedig a repedésterjedést jellemző anyagi paraméterek. A II. és III. szakaszra is érvényes a Forman által javasolt összefüggés:

$$\frac{da}{dN} = \frac{c(\Delta K)^m}{(1-r)K_{fc} - \Delta K} \quad (4.4)$$

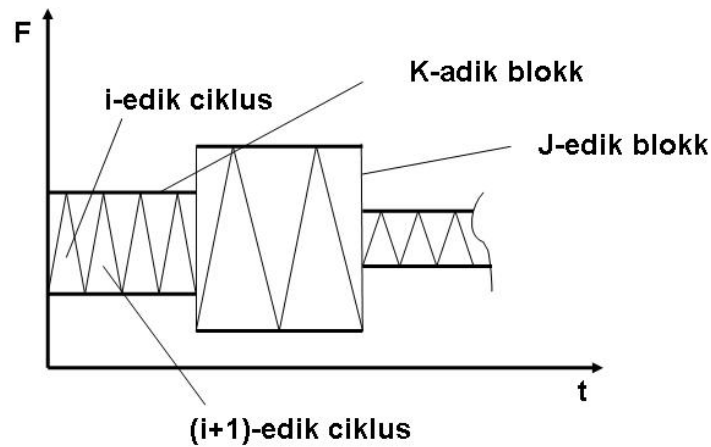
ahol r - terhelési aszimmetria tényező, $r = K_{min} / K_{max}$. A fenti összefüggés állandó terhelési amplitúdó ($\Delta F = \text{állandó}$) mellett használható. Általános esetben a terhelési amplitúdó nem állandó a teljes folyamat alatt, hanem terhelési blokkokra bontható



4.6 ábra A fáradásos repedésterjedés kinetikai diagramja.

A terhelési csoportok határainak változásakor a repedésterjedés törvényszerűsége változhat. A változás fizikai tartalma az, hogy túlterhelés hatására a repedés csúcsában kialakuló nagyobb képlékeny zónában terjed a repedés, amely repedésterjedés sebességét csökkenti.

A Wheeler által javasolt modell szerint a repedésterjedés valamely $(i+1)$ ciklusában a repedésterjedés sebessége az alábbi kapcsolatban van az i . ciklus sebességével:



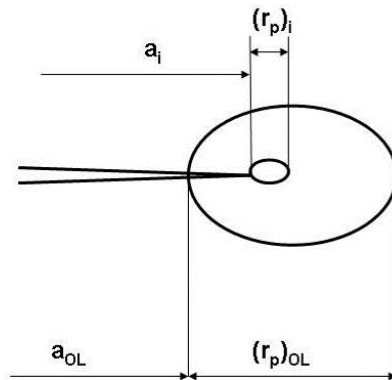
4.7 ábra A terhelési blokkok és ciklusok értelmezése

$$\left(\frac{da}{dN}\right)_{i+1} = \Phi_R \left(\frac{da}{dN}\right)_i \quad (4.5)$$

A fenti képletben szereplő Φ_R tényező (az ún. retardációs tényező) a túlterhelés hatását veszi figyelembe.

$$\Phi_R = \left(\frac{(r_p)_i}{(a_{OL})_p - (a)_i}\right)^m \quad (4.6)$$

ahol $(a_{OL})_p = a_{OL} + (r_p)_{OL}$, a túlterheléshez tartozó, képlékeny zóna mérettel megnövelt repedés hossz, $m = 1.43$.



4.8 ábra A terhelési ciklusok jellemzői

A képlékeny zóna meghatározására az alábbi összefüggést használtuk:

$$r_p = \alpha \left(\frac{K_{\max}}{R_{p0.2}}\right)^2 \quad (4.7)$$

Az α tényező

$$\alpha = \begin{cases} \frac{\pi}{8} & \text{sík feszültségállapotban} \\ \frac{\pi}{8}(1-2\nu)^2 & \text{sík alakváltozási állapotban} \end{cases} \quad (4.8)$$

Általános esetben a lemezvastagságot (t) is figyelembe véve:

$$\alpha = 0.35 - \frac{0.29}{1 + \left[1.08 \frac{K_{\max}^2}{t R_{p0.2}^2} \right]^{2.15}} \quad (4.9)$$

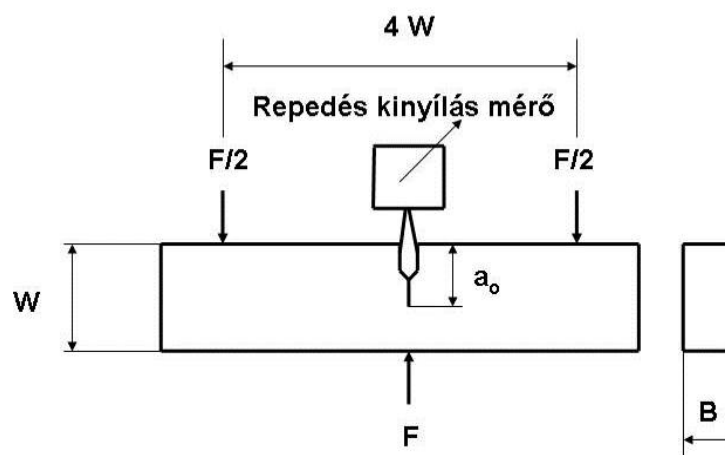
A fentiekben ismertetett törésmechanikai módszerre számító eljárást dolgoztunk ki, amelyet Maple program segítségével alkalmaztunk.

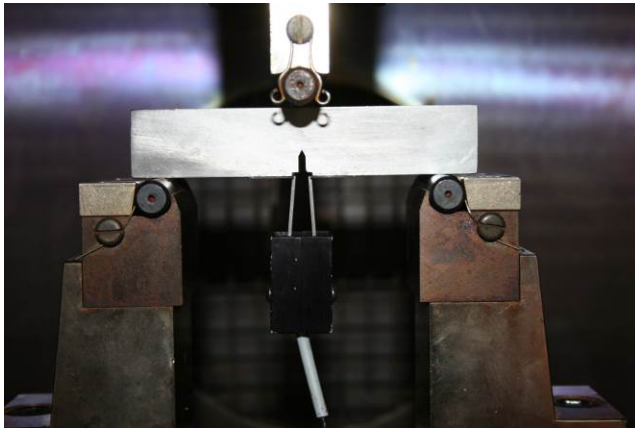
4.2.1 Az R görbe felvétele (ASTM E1820)

A törésmechanikai ellenőrzéshez az adott anyagminőségre vonatkozó jellemző R -görbe felvétele, valamint a fáradásos repedésterjedést jellemző anyagtulajdonságok meghatározása szükséges.

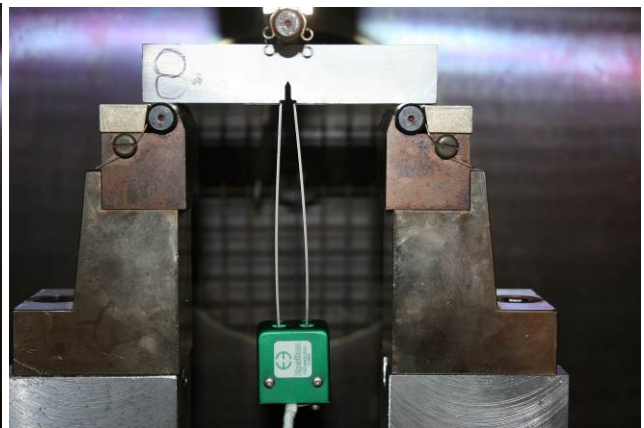
A vizsgálatokat a BAY-LOGI Intézet Mechanikai Anyagvizsgáló Laboratóriumában, Instron 8803 típusú, számítógéppel vezérelt, univerzális szervohidraulikus anyagvizsgáló berendezésen végeztük. A kiértékelés számítógépes szoftverrel történt, az ASTM E1820 szabvány előírásai szerint. A vizsgálatokhoz az említett szabványok szerinti hárompontos hajlító próbatesteket (TPB) használtunk. A mérés elrendezését az

4.9 ábra mutatja.





dadN vizsgálat



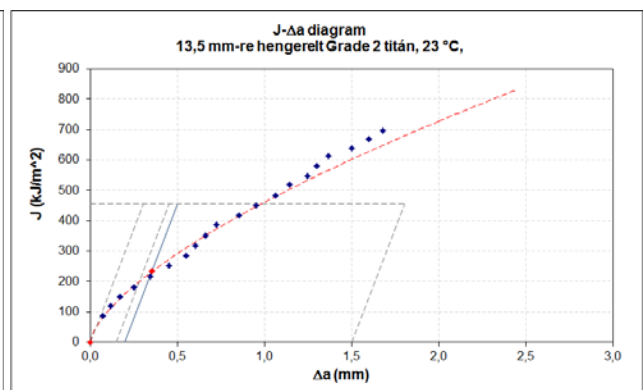
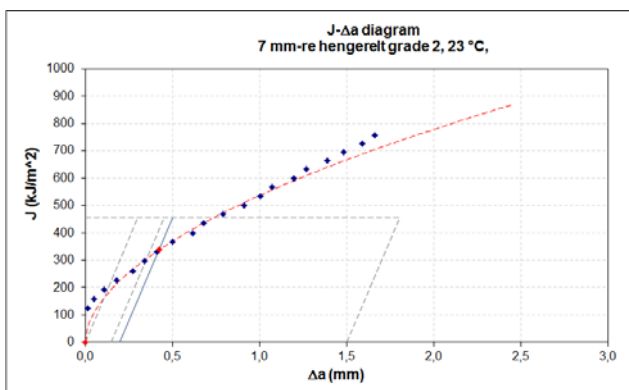
J-integrál vizsgálat

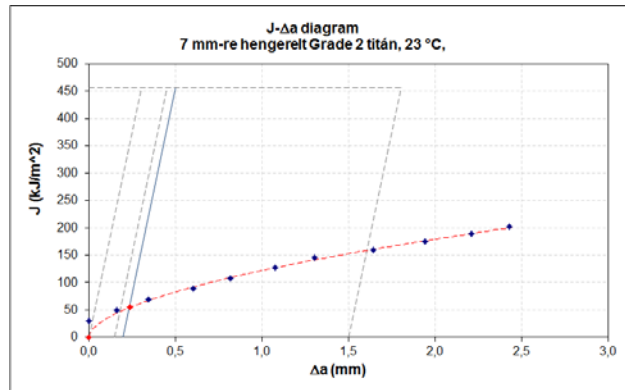
4.9 ábra A hárompontos hajlító vizsgálat elrendezési vázlatja és fényképfelvétele

A próbatetek névleges méretei a következők voltak: $W=20\text{ mm}$, $B=7\text{ mm}$, $a_0=0,45-0,5\text{ W}$. Az R-görbe a monoton terhelés melletti repedésterjedési tulajdonságok vizsgálatára szolgál. A mérés során számoltuk a $J - \Delta a$ értékeket ahol J az adott repedéshoz tartozó J -integrál érték, míg a Δa az adott J értékhez tartozó repedés növekmény. A vizsgálat során stabil vagy instabil repedésterjedés következhet be. Az instabil repedésterjedést az Erő-COD görbén megjelenő hirtelen Erő érték csökkenés jelzi. A vizsgálatokat az alábbi lépésekben végeztük.

1. A bemetszett próbatest előfárasztása minimum 1,5 mm értékig a szabvány előírása szerint.
2. A próbatest fel-leterhelése a szabvány szerint, folyamatosan növekvő elmozdulással.
3. Az összetartozó $J - \Delta a$ pontok számolása a visszaterhelések kezdetekor.
4. A leterhelési görbe meredekségének segítségével az aktuális repedéshossz meghatározása compliance módszerrel
5. A kapott $J - \Delta a$ értékeknek a szabvány szerinti korrekciója.
6. Függvény illesztése a $J - \Delta a$ ponthalmazra.
7. A J_{IC} érték meghatározása.

Vizsgált anyagminőségek: $\varnothing 30\text{ mm}$ rúd gyári állapotú Grade 2 titán, 13,5 mm-re hengerelt Grade 2 titán, 7 mm-re hengerelt Grade 2 titán. A 4.10 ábrán a különböző alapanyagok J-integrál vizsgálata során meghatározott R-görbe látható.





4.10 ábra. R-görbék a különböző alapanyagok esetén

A meghatározott J_{IC} törési szívósság értékeket a 4.3 táblázatban foglaltuk össze.

4.3 Táblázat. A J_{IC} vizsgálat eredményei

Vizsgált alapanyag	J_{IC} (kJ/m ²)
7 mm-re hengerelt Grade 2 titán	357.8
13,5 mm-re hengerelt Grade 2 titán	233.2
Ø30 mm rúd gyári állapotú Grade 2 titán	60.9

Az eredményekből megállapítható, hogy az alakítás mértékével a törési szívósság jelentősen növekszik. A 7 mm-re hengerelt Grade 2 titán esetén ez a növekedés közel 6-szoros.

4.2.2 A fáradásos repedésterjedés vizsgálata (ASTM E647)

A vizsgálatok célja, hogy időben változó terhelés mellett leírjuk a repedésterjedés törvényszerűségeit. Ez azt jelenti, adott ΔK feszültségintenzitási tényező amplitúdó, valamint a terhelést jellemző r aszimmetria tényező és az anyag ismétlődő igénybevételére jellemző K_{fc} ciklikus törési szívóssági érték között keresünk kapcsolatot, azaz meghatározzuk az élettartam számításához szükséges repedésterjedés kinetikai diagramjának paramétereit, különböző mértékben alakított Grade 2 titán alapanyagánál.

A vizsgálatokat az alábbi lépésekben végeztük:

1. A befárasztott próbatestet $\Delta F = \text{állandó}$ és $r = \text{állandó}$ terhelés amplitúdó mellett terheljük szinusz terheléssel.
2. A repedés kinyílásából a próbatest anyagát és geometriáját figyelembe vevő compliance módszer segítségével a számítógépes program az i -edik terhelési ciklusban meghatározza az aktuális repedéshosszúságot.
3. A repedéshossz és a ΔF terhelési amplitúdó alapján az i -edik ciklushoz tartozó ΔK érték az alábbi összefüggésből határozható meg:

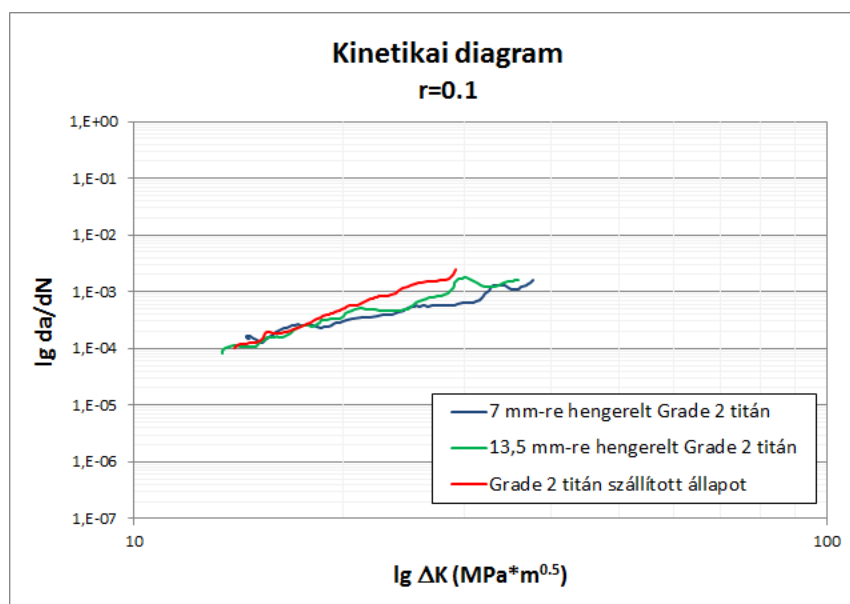
$$(\Delta K)_i = \frac{\Delta F}{B\sqrt{W}} Y\left(\frac{a_i}{W}\right)$$

4. Az összetartozó a_i-N_i pontokból a számítógépes program meghatározza az i-edik ciklushoz tartozó $\left(\frac{da}{dN}\right)_i$ értékeket.
5. A $\left(\frac{da}{dN}\right)_i$ illetve a ΔK_i pontokból függvényillesztéssel határozható meg a repedésterjedést leíró egyenlet (Paris-Erdogan egyenlet) c és n paramétere.
6. A vizsgálatokat $r = 0,5$, $r = 0,3$ és $r = 0,1$ aszimmetria tényezőre végeztük el.

A vizsgálati eredményeket a 4.4 táblázatban foglaltuk össze. A három anyagminőségre vonatkozó kinetikai diagramot, $r=0,1$ aszimmetria tényező esetén pedig a 4.12. ábrán mutatjuk be. A diagramból jól látszik, hogy az előzetes alakítás mértékének növekedésével a Grade 2 titán alapanyagnak növekszik a repedésterjedéssel szembeni ellenállása.

4.4 Táblázat. A fátardásos repedésterjedési sebesség vizsgálat eredményei

Grade 2 titán szállított állapot											
r	c	n	R ²	r	c	n	R ²	r	c	n	R ²
0.1	2.17E-9	4.11	0.977	0.3	1.56E-8	3.54	0.989	0.5	1.2E-8	3.53	0.989
UFSZ titán 13.5mm vastagra hengerelt											
0.1	2.92E-8	3.12	0.967	0.3	1.85E-7	2.49	0.984	0.5	3.12E-8	3.07	0.990
UFSZ titán 7 mm vastagra hengerelt											
0.1	1.05E-7	2.65	0.87	0.3	1.44E-7	2.55	0.979	0.5	5.12E-8	2.88	0.971



4.10 ábra. Fátardásos repedésterjedés kinetikai diagramja három különböző mértékben alakított állapotban

4.3 Fárasztott UFSZ titán mikroszerkezeti vizsgálata

A 3.4 fejezetben ismertetett a röntgen diffrakciós vonalprofil analízist alkalmaztuk a fárasztott próbatetek mikroszerkezetének vizsgálatára. A mintákat a fárasztott próbatestből vettük ki oly módon, hogy a próbatest (4.2 ábra) tengelyére merőlegesen 5 mm széles korongot vágunk ki, amelynek a felületét a röntgendiffrakciós vizsgálat előtt előkészítettük. Az eredményeket a 4.2 táblázatban foglaltuk össze.

4.2 táblázat. Fárasztott próbatetek röntgen diffrakciós eredményei

Terhelés	szemcseméret [nm]	diszlokáció sűrűség [10^{14} m^{-2}]
Axiális levegő, R=-1, $\sigma_a=259 \text{ MPa}$, $N_f=2 \cdot 10^6$	93 ± 10	16 ± 2
Axiális levegő, R=-1, $\sigma_a=279 \text{ MPa}$, $N_f=15363$	> 1000	≤ 0.1
Torzió levegő R=-1 (a minta közepén) $\tau_a=346.4 \text{ MPa}$, $N_f=2 \cdot 10^6$	77 ± 9	33 ± 4
Torzió levegő R=-1 (a minta közepén) $\tau_a=398 \text{ MPa}$, $N_f=17728$	203 ± 21	3 ± 1
Biax. fiziológiás R=-1 (a minta fél sugaránál) $\sigma_{eq}=316 \text{ MPa}$, $N_f=2 \cdot 10^6$	98 ± 10	11 ± 2

Az eredmények értékelésénél a 3.1 Táblázat ipari keresztmetszeti adataiból kell kiindulni. Ezek jellemzik az ipari körülmények között gyártott UFSZ titán rudak keresztmetszetre vonatkozó mikro szerkezeti paramétereit. A fárasztóvizsgálati eredményekből az látható, hogy a szubszemcse méret csökkent illetve a diszlokáció sűrűség növekedett a ciklikus terhelés hatására. Néhány esetben olyan eredményeket kaptunk, ami a szubszemcse nagyság drasztikus növekedésére és a diszlokációs sűrűség jelentős csökkenésére utalt. Ennek oka az, hogy bizonyos kísérleteknél a folyamat végén jelentős hőmérsékletnövekedés volt a próbatetekeken megfigyelhető, szinte „égett” a próbatest

5 Publikációk

- [1] Valiev, R.Z.,Islamgaliev, R.K., Alexandrov, I.V. Bulk nano- structured materials from severe plastic deformation. Poggess in Materials Science, 45. pp. 103-189. (2000)
- [2] Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, A., at all.: Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. CIRP Annals - Manufacturing Technology,57, pp.716–735. (2008)
- [3] Valiev RZ, Kaibyshev OA, Kuznetsov RI, Musalimov RSh, Tsenev NK. Dokl Akad Nauk SSSR,301.p.864. (1988)
- [4] Valiev, R.Z., Langdom, T. G.:Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. Progress in Materials Science, 51, pp.881-981, (2006)
- [5] Raab, G.J, Valiev, R. Z., Lowe, T.C., Zhu, Y. T., Continuous Processing of Ultrafine Grained Al by ECAP-Conform. Materials Science and Engineering A, 382(1–2).pp.30–34. (2004)
- [6] A.V. Nagasekhar, Uday Chakkingal, P. Venugopal: Candidature of equal channel angular pressing for processing of tubular commercial purity-titanium. Journal of Materials Processing Technology,173. pp. 53–60. (2006)
- [7] Aibin Ma.,Yoshinori_Nishida, Kazutaka Suzuki, Ichinori Shigematsu, Naobumi Saito: Characteristics of plastic deformation by rotary-die equal-channel angular pressing. Scripta Materialia, 52(6). pp. 433–437. (2005)
- [8] Zhilyaev, A.P., Langdon, T.G.: Using high-pressure torsion for metal processing. Fundamentals and applications. Progress in Materials Science, 53. pp.893–979. (2008)
- [9] Todaka, Y.,Umamoto, M., Yamazaki, A., Sasaki, J Koichi Tsuchiya,K.: Effect of Strain Path in High-Pressure Torsion Process on Hardening in Commercial Purity Titanium. Materials Transactions, 49(1). 1, pp. 47- 53. (2008)
- [10] Harai, Y.,Ito,Y.,Horita, Z.:High Pressure Torsion Using Ring Specimens.Scripta Materialia 58. pp. 469-482. (2008)
- [11] A.A, Ilyushin,Mehanika splosnoj sredi.Izdatelstvo Moskovskogo Universiteta (1990).
- [12] G.A.Smironov-Aljajev, Soprotivlenije materialov plasticheshkomu deformirovaniju. Masinistroenije. Leningrad.(1978)
- [13] J. Gubicza: Defect structure in nanomaterials, Woodhead Publishing Ltd., Cambridge, UK, (2012)
- [14] Y.Weng, Ultra-fine grained steels. Metallurgical Industry Press (2009)
- Y. Estrin, A. Vinogradov, Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. Acta Materialia,61. pp.782–817. (2013)
- [14] G.Ribárik, T.Ungár, J.Gubicza, MWP-fit: a program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions, Journal of Applied Crystallography, 34. pp. 669-676, (2001)
- [16] Matthew J. Donachie, Jr.: Titanium: A Technical Guide, 2nd Edition, ASM International 2000. p105. Fig.12.17
- [17] Morrow, J.D.: The effect of selected subcycle sequences in fatigue loading histories in random fatigue life predictions. ASME PVP 72, pp. 43-60, (1986).