

БЪЛГАРСКА АКАДЕМИЯ НА НАУКИТЕ

ИНСТИТУТ ПО МЕТАЛОЗНАНИЕ, СЪОРЪЖЕНИЯ И ТЕХНОЛОГИИ С ЦЕНТЪР ПО ХИДРО- И АЕРОДИНАМИКА "Акад. А. Балевски"



# НАУЧЕН ОТЧЕТ

по проект на тема:

# Получаване и изследване на хибридни неравновесни композити произведени чрез "Обработка чрез триене и размесване"

въз основа на проведен от Фонд "Научни изследвания"

### "КОНКУРС ЗА ПРОЕКТИ ПО ПРОГРАМИ ЗА ДВУСТРАННО СЪТРУДНИЧЕСТВО 2018 г. – БЪЛГАРИЯ - ИНДИЯ."

### по ДОГОВОР № КП-06 Индия/10 от 02.09.2019г.

с Фонд "Научни изследвания" – към МОН

София, септември 2022 г.

### СЪДЪРЖАНИЕ

I.	ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 1	3
I.1.	Литературно проучване на световните достижения в областта на обработката с	
	триене и размесване	3
I.2.	Доставка на материали и консумативи, изрязване и подготовка на заготовки за	
	експерименти	25
I.3.	Извършване на начални експерименти, анализи и оптимизация на параметрите	
	на процеса	28
II.	ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 2	52
II.1.	Експеримент 5: Планиране на експеримента	52
II.2.	Измерване на микротвърдост	56
II.3.	Компютърно-томографски анализ	57
II.4.	Механични изпитвания	64
II.5.	Корозионни изпитвания	68
II.6.	Трибологични изпитвания	73
III.	ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 3	77
III.1.	Извършване на изследвания с оптичен и сканиращ електронен микроскоп.	
	Извършване на изследвания чрез микро-рентгенов анализ	77
IV.	ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 4	86
IV.1.	Комплексен анализ на получените резултати и установяване на зависимости	86
IV.2.	Подготовка на публикации и статии и обсъждането им с партньорите	87
IV.3.	Публикуване на резултатите в статии и докладване на конференции	87
V.	ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 5	88
V.1.	Управление на проекта и популяризиране на резултатите	88
V.2.	Научни публикации и участие в международни конференции и семинари	89
	Речник на съкращенията	91
	ЛИТЕРАТУРА	92

#### **I.** ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 1

РП 1 предвижда литературно проучване, доставка на материали и консумативи, изрязване и подготовка на заготовки за експерименти. Извършване на начални експерименти, анализи и оптимизация на параметрите на процеса.

#### I. 1. Литературно проучване на световните достижения в областта на обработката с триене и размесване

## **I.1.1.** Получаване и изследване на хибридни неравновесни композити, произведени посредством обработка чрез триене и размесване (**OTP**) (Friction Stir Processing, FSP)

Композитните материали (композити) са изградени от два или повече съставни материали с различни свойства, при което новият материал притежава свойства, различни от тези на отделните компоненти. Всяка група материали – метални, керамични и полимерни – съдържа материали, които могат да бъдат описани като композити. Някои стомани, например X2CrTi-1-2 при определени условия на кристализация, представляват комбинация от твърди керамични частици в мека метална матрица. Полимерите също често са двуфазни: полимерна матрица с разпределени в нея по-твърди или по-меки частици. Бетонът е класически пример за композит керамика/керамика. Тези материали са познати от много години и специалистите са се научили да контролират техните свойства чрез контрол на микроструктурата, т.е. количеството, формата и разпределението на уякчаващата фаза. Но още по-важно е разширяването на този принцип за включване на нишковидни метали, керамика и полимери в насипните форми на който и да е от тези три класа материали за направата на влакнести композити: уякчени пластмаси, метални матрични композити (ММК), като напр. алуминий, уякчен със силициев карбид, и композити с керамична матрица (КМК), като напр. стъкло, уякчено с въглеродни влакна. Композитните материали навлизат в различни сфери от живота най-вече заради съчетанието на ниско тегло и по-висока якост, по-висока износоустойчивост, ниска цена и др. качества, които обикновените материали не притежават.

Настоящото изследване разглежда композити на метална основа.

#### А. Метални матрични композити (ММК)

Металните матрични композити (MMK, Metal Matrix Composites, MMCs) обхващат сравнително широк спектър от материали, определени от металната матрица, типа и геометрията на уякчаването [1]. За използване като матрица са проучени повечето метални системи за използване в метални матрични композити, включително Al, Be, Mg, Ti, Fe, Ni, Co и Ag. Досега най-голямо приложение имат алуминиевите матрични композити (AMK).

От гледна точка на уякчаването, обикновено се използват керамични материали, тъй като те осигуряват така желаната комбинация от твърдост, здравина и сравнително ниска плътност, както и повишена топлоустойчивост, нисък коефициент на линейно (температурно) разширение, по-добра износоустойчивост и висока корозионна устойчивост.

Най-често използваните уякчаващи материали са SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>4</sub>C, TiC, TiB<sub>2</sub>, графит и др. Работи се също и с метални уякчаващи материали, по-специално влакна и прахове от W и стомана, както и други метали и сплави.

Получаването на ММК [2] се осъществява при използването на множество методи:

1.1. Получаване в течно състояние на метала на матрицата.

Състои се от въвеждане на дисперсна фаза в разтопения метал на матрицата, след което настъпва

неговото втвърдяване. За да се осигурят високи якостни показатели на композита е необходимо да има добра междуфазова връзка (омокряне) на дисперсната фаза с течната матрица. Най-популярните методи са:

- леене с разбъркване;
- инфилтриране (просмукване) или безпресово инфилтриране;
- дезинтегрирано отлагане на стопилка;
- пресово инфилтриране.
- 1.2. Получаване на ММК в твърдо състояние на метала на матрицата.

Има две основни групи при производството на ММК в твърдо състояние

- дифузионно свързване;
- прахова металургия.
- 1.3. Получаване на ММК на място

В този случай уякчаващата фаза се образува в резултат на отделяне от стопилката по време на охлаждането и втвърдяването ѝ.

1.4. Получаване на ММК чрез съвместно отлагане.

Известни са следните методи:

- съвместно отлагане чрез електролиза;
- съвместно отлагане чрез термично напръскване;
- съвместно отлагане чрез изпаряване и последваща кондензация.

Приложението на ММК и в частност на алуминиеви матрични композити (AMK), независимо от високите им експлоатационни показатели и ниско тегло, в повечето случаи е ограничено поради високата им цена [3].

Изключително добри възможности за създаване на композити и за тяхното свързване в неразглобяеми съединения дава технологията за обработка чрез триене и размесване (OTP, Friction Stir Processing, FSP) и заваряване чрез триене и размесване (3TP Friction Stir Welding, FSW) [27].

#### В. Обработка чрез триене и размесване

ОТР е процес на въздействие върху повърхностната микроструктура на определен участък от метал, сплав или друг материал, за да придобие подобрени свойства посредством силово въздействие на въртящ се инструмент, който чрез триене повишава температурата на материала и го довежда до пластично състояние, при което вследствие на размесването и на въведени добавки материалът се променя и се постигат определени целеви експлоатационни качества. Процесът ОТР е разработен през 2000 год. от Мишра от университета в Мисури САЩ, на базата на същите принципи, на които се базира заваряването с триене и размесване (3TP, Friction Stir Welding FSW). Основни параметри на процеса, които определят качествата на обработения слой, са приложената сила, скоростта на въртене на инструмента и линейната скорост на обработка. Процесът ОТР добива широко разпространение в световен мащаб поради следните причини [4], [5], [6]:

- Може да се реализира на универсални металообработващи машини и обработващи центри;
- Не изисква скъпоструващи консумативи добавъчни материали, газове и пр.;
- Не е необходим специализиран токоизточник;
- Процесът се провежда при по-ниски температури от тези, при които се провежда заваряването по класическите методи, при което се запазват сплавяващите елементи (химичният състав);

- Обработката се провежда без стопяване на материала, а само при неговото пластифициране, при което няма изкривяване и се осигурява стабилност на геометричните размери;
- Позволява да се заваряват и обработват повърхностно разнородни материали;
- Намаляват се разходите за предварително почистване и шлайфане след обработка.

#### С. Същност на процеса ОТР и терминология

Въртящ се инструмент, който се състои от щифт и рамо, прониква в обработвания материал, като вследствие на триенето материалът се загрява. Инструментът размесва материала в пластично състояние, а вследствие на комбинацията от постъпателно и въртеливо движение го избутва назад. Въртящото се рамо на инструмента притиска пластифицирания материал и не му позволява да изтече нагоре, като го подравнява и заглажда. На Фиг.1 е представена схема на процеса ОТР.



Фиг. 1. Схема на ОТР

Основните параметри на процеса са:

- скорост на въртене на инструмента;
- линейна скорост на обработка;
- посока на въртене на инструмента в случая е обратно на часовниковата стрелка (CCWcounter clockwise);
- ъгъл на инструмента спрямо направлението на обработка;
- сила на притискане на инструмента към детайла;
- форма и размери на инструмента: диаметър и дължина на щифта, диаметър на рамото;
- дълбочина на проникване.

На Фиг. 2 са представени най-характерните зони в микроструктурата на материала при ОТР. В централната част на обработваната зона се намира зоната на размесване (ЗР). В тази зона вследствие на интензивната пластична деформация и последваща рекристализация структурата е дребнозърнеста. Зоната на термомеханично влияние (ЗТМВ) е разположена от двете страни на

ЗР. Материалът в тази зона е подложен както на топлинно въздействие, така и на пластична и еластична деформация. Зоната на термично влияние (ЗТВ) е симетрично разположена по отношение на ЗР и се намира между ЗТМВ и основния метал (БМ).



Фиг. 2. Характерни зони при ОТР

Структурата, свойствата и дефектите в ЗР и граничните зони ЗТМВ и ЗТВ имат малки разлики в зависимост от това, коя страна спрямо посоката на обработка и посоката на въртене се разглежда. От страната на навлизане (CH) започва изтласкването на пластифицирания вече материал, който след размесване се наслоява върху страната на оттегляне (CO), като запълва пространството зад щифта и се втвърдява.

#### **D.** Геометрия на инструментите за ОТР

Геометрията на инструмента е един от най-съществените фактори при ОТР. Тя играе ключова роля по отношение на потока на материала и от своя страна управлява скоростта, с която може да се провежда ОТР. Инструментът за ОТР се състои от рамо и щифт, както е показано схематично на Фиг. 1.

Инструментът има две основни функции: (а) локално нагряване и (б) размесване на материала. В началния етап на навлизане на инструмента нагряването се получава главно от триенето между щифта и детайла. Допълнително количество топлина се отделя в резултат от деформацията на материала. Вследствие на приложената аксиална сила инструментът прониква в материала, докато рамото допре до повърхността на детайла. Триенето между рамото и детайла води до отделяне на голямо количество топлина. От гледна точка на отделената топлина е важен относителният размер на щифта и рамото.

Втората функция на инструмента е да размесва, увлича и придвижва материала. Равномерността на микроструктурата и свойствата, както и натоварванията в процеса, се регулират от конструкцията на инструмента. Най-често се използва инструмент, който съчетава вдлъбнато рамо и резбован цилиндричен щифт (Фиг. 3) [7].



Фиг. 3. Инструменти за ОТР с:(a) прави канали(b) ляво извити канали(c) дясно извити канали [7]

Основен фактор, определящ преимуществото на инструментите с резбовани щифтове с канали спрямо конвенционалните цилиндрични щифтове, е съотношението на увлечения обем материал по време на въртене към обема на самия щифт, т.е. съотношение на "динамичния обем" към "статичния обем", което е важно за осигуряване на адекватен поток при размесването. Обикновено това съотношение за щифтове със сходни диаметри на основата и дължина на щифта е 1,1:1 за конвенционален цилиндричен щифт, 1,8:1 за щифт модел WhorlTM и 2,6:1 за щифт модел MX TrifluteTM (при заваряване на плоча с дебелина 25 mm) [8].



Фиг. 4. Конструкция на рамото на инструмента [8]

Конструирани са различни профили на рамото на инструмента, за да отговаря на различните материали и условия на обработка (Фиг. 4). При тези профили на рамото се подобрява качеството на обработката и повторно се въвежда пластифицираният материал в зоната на размесване.

**Е.** Влияние на параметрите на процеса ОТР върху структурата и температурното поле Проведено е проучване на промяната на микроструктурата на отливка от А356 подложена на ОТР [9]. Плочи от отливки от А356 са подложени на ОТР при използване на различна геометрия на инструмента и параметри на процеса. На Фиг. 5 са показани снимки на структурата от наблюдение на оптичен микроскоп на отливка от А356 (Фиг. 5а) и такава след ОТР (Фиг. 5b) при инструмент със стандартен резбован щифт, скорост на въртене на инструмента 900 грт и скорост на обработка 203 mm/min. Плочата от А356 с лята структура се характеризира с груби акцикуларни Si частици със съотношение дължина широчина до 25, груби първични алуминиеви дендрити със среден размер 100 µm и порьозност с диаметър 50 µm. ОТР води до значително разпадане на акцикуларните Si частици и алуминиевите дендрити.



Фиг. 5. Микроструктура на отливка от А356

Раздробените частици Si в алуминиевата матрица са равномерно преразпределени. След ОТР средното съотношение дължина/широчина на Si е намалено до 2,0 и е елиминирана порестостта в отливката.



Фиг. 6. Структура на 7075Al-T651 след ОТР при скорост на въртене и скорост на обработка на инструмента: (a) 400 грm, 102 mm/min; (b) 350 грm, 152 mm/min [10]

На Фиг. 6 са показани структурите в зоната на размесване при ОТР при два режима на обработка на алуминиева сплав 7075Al-T651 [10]. На Фиг. 6а средният размер на зърното е 7,5 μm, а на Фиг. 6b е 3,8 μm. Повишаването на степента на деформация по време на ОТР при по-ниска максимална температура води до намаляване на размера на зърната след рекристализация. От друга страна, повишаването на пиковата температура на термичния цикъл на ОТР води до образуването на по-едри зърна при рекристализация.



Фиг. 7. Изменение на структурата в ЗР

Изменението на размера на зърната в различните части на зоната на размесване при ОТР е представено на Фиг. 7 [11]. Отчита се промяна в размера на зърната от дъното към повърхността, както и от страната на навлизане към страната на оттегляне при сплав 7050Al с дебелина 6,35 mm. Средният размер на зърната варира от 3,2  $\mu$ m в долната част до 5,3  $\mu$ m в горната и от 3,5  $\mu$ m от страната на оттегляне до 5,1  $\mu$ m от страната на навлизане. По същия начин при 3TP на плоча от сплав 2519A с дебелина 25,4 mm е установено, че средните размери на зърната са съответно 12,8 и 2  $\mu$ m [12].

Матернал	Дебелина на матернала (mm)	Геометрия на инструмента	Скорост на въртене (rpm)	Скорост на обработка (mm/min)	Размер на зърната (µm)	Литературен източник
7075AI-T6	6.35	22 C	72	127	2-4	[14]
6061Al-T6	6.3	Цилиндрична	300-1000	90-150	10	[15]
Al-Li-Cu	7.6	-	-	-	9	[16]
7075Al-T651	6.35	Резбована, цилиндрична	350, 400	102, 152	3.8, 7.5	[17]
6063Al-T4, T5	4.0	-	360	800-2450	5.9-17.8	[18]
6013Al-T4, T6	4.0		1400	400-450	10-15	[19]
1100AI	6.0	Цилиндрична	400	60	4	[20]
5054A1	6.0	-	-	_	6	[21]
1080AI-O	4.0	-	-	(H)	20	[22]
5083A1-O	6.0	-	-	-	4	[23]
2017Al-T6	3	Резбована, цилиндрична	1250	60	9-10	[24]
2095AI	1.6	1	1000	126-252	1.6	[25]
Al-Cu-Mg-Ag-T6	4.0		850	75	5	[26]
2024AI-T351	6.0		-	80	2-3	[27]
7010A1-T7651	6.35	-	180, 450	95	1.7, 6	[28]
7050A1-T651	6.35	-	350	15	1-4	[29]
Al-4Mg-1Zr	10	Резбована, пилинлончна	350	102	1.5	[30]
2024A1	6.35	Резбована, шилиндрична	200-300	25.4	2.0-3.9	[31]
7475A1	6.35	-	-	-	2.2	[32]
5083AI	6.35	Резбована, пилинлончна	400	25.4	6.0	[33]
2519Al-T87	25.4	-	275	101.6	2-12	[34]

Таблица 1. Размер на зърната при процесите ЗТР и ОТР на алуминиеви сплави [13]

Направен е опит за измерване на вложената топлина и разпределението на температурата [14] в зоната на обработка при ЗТР чрез вграждане на термодвойки. Използвани са алуминиеви плочи 6061Al-T6 с дебелина 6,4mm. Вградени са термодвойки в серия отвори с диаметър 0,92 mm на различни разстояния от заваръчния шев, пробити в долната повърхност на детайла. Използвани са три дълбочини на отворите (1,59 mm, 3,18 mm и 4,76mm) за измерване на температурното поле на една четвърт, половината и три четвърти от дебелината на плочата. На Фиг. 8 е представено изменението на максималната температура според разстоянието от средната линия на заваряване за различни дълбочини под горната повърхност. Оттук могат да се направят три важни заключения: първо, максималната температура е записана в центъра на заваръчния шев и с увеличаването на разстоянието от средната линия на заваряване максималната температура е записана в центъра на заваръчния шев и с увеличаването на разстоянието от средната линия на заваряване максималната температура е записана в центъра на заваръчния шев и с увеличаването на разстоянието от средната линия на заваряване максималната температурата се понижава. При скорост на въртене на инструмента 400грт и скорост на движение 122 mm/min, максималната температура 450 °C се наблюдава в центъра на заваряване, на една четвърт от горната повърхност. Второ, има почти изотермичен участък до 4 mm от центъра на заваръчния шев. Трето, максималната температура в зоната на размесване е относително равномерна.



Фиг. 8. Разпределение на максималната температура с отдалечаване от центъра за 6061Al-Т6 при скорост на въртене на инструмента 400 грт и

скорост на обработка 120 mm/min [14]

Изследвано е още влиянието на силата на притискане и скоростта на въртене на инструмента върху температурното поле на заваръчната зона [14]. С увеличаване на скоростта на въртене на инструмента и на силата на притискане при ЗТР се повишава температурата на заваряване. На Фиг. 9 е показан ефектът на скоростта на въртене на инструмента върху максималната температура като функция на разстоянието от осевата линия на шева. В зоната на ЗТР максималната температура се увеличава с почти  $40^{\circ}$ C.



Фиг. 9. Разпределение на максималната температура за 6061Al-T6 с отдалечаване от центъра при различни скорости на въртене на инструмента и скорост на обработка 120 mm/min [14]

При увеличаване на скоростта на въртене на инструмента от 300 до 650 грт увеличението на максималната температура в зоната на заваряване е 40°С, а когато скоростта на въртене на инструмента се увеличава от 650 на 1000 грт, то е само 20°С, т.е. скоростта на повишаване на температурата е по-ниска при по-висока скорост на въртене на инструмента. Влиянието на параметрите на ОТР върху температурата е допълнително проучено в фиг. 10 [15].

За дадена геометрия на инструмента и дълбочина на проникване максималната температура е функция на скоростта на въртене, а скоростта на нагряване е функция на скоростта на обработка. Максималната температура и скоростта на нагряване зависят от отделяната топлинна мощност и скоростта на движение по посока но обработването. Отделяната мощност зависи главно от скоростта но въртене. Максималната температура зависи и от процеса на размесване, който се определя главно от скоростта на въртене. Отбелязано е също, че има малко по-висока температура от страната на навлизане в сравнение със страната на оттегляне.



Фиг. 10. Зависимост на максималната температура от вида на материала и отношението на скоростта на въртене на инструмента към скоростта на обработка [15]

#### F. Влияние на ОТР върху интеркристалната корозия (ИКК) [16]

Алуминият проявява висока устойчивост на корозия в свръхчисто състояние [17], [18]. Алуминиевата сплав 5083 е широко използвана в железопътните вагони, сондажните съоръжения, в корабостроенето, за съдове под налягане и др. Тази сплав е силно устойчива на химическа атака. Нейната устойчивост на интеркристална корозия (ИКК) се подобрява чрез добавяне на Zn [19]. В алуминиева сплав А5083 границите на зърното са местата за сегрегация и утаяване на вторичната фаза (β-Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>) в матрицата. При ИКК агресивните химически вещества атакуват границите на зърната или прилежащите към тях области, като по този начин ефективно намаляват здравина на материала. Конструкциите, изработени от А5083, отслабват с течение на времето поради отделянията от вторична фаза от матрицата [20]. Дисперсията и разпадането на β-фазата в матрицата чрез термична обработка или легиране помага за контролиране на скоростта на корозия. ОТР е една от техниките за модификация на повърхността на А5083, която помага за намаляване на корозията.

Склонността към корозия на материала зависи от дисперсията и разрушаването на β-фазата в матрицата [16], [21]. Дисперсията на β-материала зависи от геометрията на инструмента и потока на материала [5], [17]. Влиянието на параметрите на процеса върху загубата на маса за единица площ е показана на Фигури 11, 12 и 13.

#### а) Влияние на скоростта на обработката и скоростта на въртене на инструмента

На Фиг. 11 е показано съвместното влияние на скоростта на обработката и скоростта на въртене (CB) върху загубата на маса на A5083, обработена чрез ОТР. При ниска CB = 700 грт загубата на маса остава почти еднакво висока за всички стойности на скоростта на обработката. Докато при ниска скорост на обработка може да се наблюдава понижаване на загубата на маса до CB = 850 грт, последвано от стръмно повишаване.

Загубата на маса остава най-ниска при CB = 850 грт при вариране на скоростта на обработката. Наблюдава се много ниска загуба на маса в голям обхват от стойности на скоростта на обработката и CB в диапазоните съответно 40-60 mm/min и 800-1000 грт. Високите стойности на скоростта на обработката и CB създават голямо количество топлина и добър поток на материала, което води до добра устойчивост на ИКК.



Фиг. 11. Влияние на скоростта на обработката и скоростта на въртене на инструмента върху скоростта на интеркристална корозия

#### b) Влияние на скоростта на въртене (CB) и диаметъра на рамото (ДР) на инструмента

Комбинираното влияние на *скоростта на въртене и диаметъра на рамото на инструмента* върху загубата на маса е показано на Фиг. 12. При постепенно изменение на скоростта на въртене изменението на загубата на маса остава еднакво независимо от диаметъра на рамото. При постепенно повишаване на стойностите на диаметъра на рамото при по-ниска скорост на въртене се наблюдава сводеста параболична крива. Установено е, че загубата на маса на образеца остава най-ниска при CB = 850 грт за всички стойности на ДР. Сводестата параболична крива е установена за образец обработен с висока CB = 1000 грт при постепенно повишаващи се стойности на ДР.



Фиг. 12. Влияние на скоростта на въртене (СВ) и диаметъра на рамото (ДР) на инструмента върху скоростта на интеркристална корозия

#### с) Влияние на скоростта на обработката и диаметъра на рамото (ДР) на инструмента

На Фиг. 13 е показано въздействието на скоростта на обработката и ДР върху загубата на маса за единица площ. Установено е, че обработените чрез ОТР образци имат максимална загуба на маса за единица площ 0.9 mg.cm<sup>-2</sup>, когато се обработени със скорост на обработка =35 mm/min и среден ДР=18 mm. Установено е, че изменението на загубата на маса следва сводеста крива за ниски и високи стойности на ДР при постепенно нарастващи стойности на скоростта на обработката. В резултат от недостатъчното производство на топлина най-малка устойчивост срещу ИКК се наблюдава при образеца, обработен чрез ОТР при СВ=700 грт и ДР=15 mm.



Фиг. 13. Влияние на скоростта на обработка и диаметъра на рамото (ДР) на инструмента върху скоростта на интеркристална корозия

### G.1 Заваряване с припокриване чрез триене и размесване на алуминиева сплав A6061 с междинен графенов слой

Заваряването чрез триене и размесване е процес сроден на разглеждания и исторически е възникнал по-рано. Поради тази причина тук са включени и някои данни получени при неговото изследване. Данните, отнасящи се до механичните характеристики на обработените образци са принципно приложими и при ОТР.

ММК на базата на алуминий (АМК) имат един главен недостатък, а именно лошата заваряемост, когато се използват конвенционални методи за заваряване чрез стопяване на краищата [22-24]. Дефектите, които се наблюдават, са включвания, пористост, химична реакция между уякчителя и материала на матрицата, високи остатъчни напрежения и пукнатини поради голямата разлика между коефициентите на термично разширение на матрицата и уякчаващия материал [25], [26]. Присъствието им намалява ефективността на шева до 50 % от тази на основния материал [27], [28]. Друга съществена причина за намалената ефективност на шева при заваряване чрез стопяване са металургичните аспекти, като напр. увеличаването размера на зърната до 10 пъти в сравнение с основния материал, заедно с обширната зона на термично влияние (ЗТВ) [29]. Тези проблеми могат да бъдат ефективно преодолени чрез метода на заваряване чрез триене и размесване (ЗТР). При този метод няма стопяване на материала, което води до ефективна металургична структура, която позволява да се получат механични свойства на шевовете до 90 % от тези на основния материал. В различни изследвания се срещат наблюдения, че ефективността на шева, получен чрез ЗТР, може да бъде значително повишена чрез получаване на ММК на място.

През последното десетилетие беше разработен графенът като перспективен уякчител за различни композити на база алуминий [30]. Неговата геометрия и свойства, като ниска плътност, изключителни механични и топлинни свойства, го правят идеален за уякчаване на различни сплави с ниска плътност [31]. Голямата повърхност на графеновите листове благоприятства

силната му междуфазова връзка с металната фаза на композита. По време на получаването на Alграфенов композит чрез ЗТР в твърдо състояние също се наблюдава огромно понижаване на степента на износване [32]. В друго изследване[33], термичната проводимост на уякчен с графен композит е повишена с ~15% при получаване чрез ЗТР. Повишаване на твърдостта ~50% и трикратно увеличаване на якостта на алуминий със съдържание на графен като уякчител е представено в [34]. Въпреки, че графенът е достатъчно ефективен да повиши значително якостта на сплавта или композита, неговото използване е ограничено от по-ниската устойчивост на корозия в алуминиевите сплави. Графеновите слоеве активират корозията на алуминия поради появата на галванична корозия [35].

Проведено е изследване [30], което показва как се повишава якостта на алуминиевите сплави заварени с припокриване чрез триене и размесване, като се използва междинен слой от графенови наноплочки (ГНП) по контактната повърхност на заваръчния шев. Изследването показва, че при използване на ГНП като междинен слой якостта на завареното съединение се увеличава със 121 %, а процентното удължение с 53 % в сравнение със заваръчен шев без междинен слой от ГНП. При заваръчен шев с междинен слой дъното на горната плоча от страната на оттегляне действа като потенциално място на разрушаване поради наличието на междуфазов дефект и недеформиран слой от ГНП. Уякчаването на шева се дължи на различни първични механизми на уякчаване, като термично несъответствие, издребняване на зърната, механизъм на Огоwап и пренасяне на натоварването.

Също така се наблюдават и следните предимства при използването на междинен слой от ГНП:

- видът на разрушаването се променя от крехко на пластично;
- размерът на зърната в зоната на заваряване намалява с ~ 38 %;
- височината на кукообразния дефект (КД) и дефекта на студено припокриване (ДСП) намаляват съответно с 26 % и 41 %;
- предотвратява се образуването на слой от Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> по повърхността на припокриване и по този начин се допринася за значително уякчаване на завареното съединение.

#### G2. Макроструктура и дефекти на границата между отделните зони

На Фиг. 14 и Фиг. 15 са представени макро- и микроструктурите на напречното сечение на шев с припокриване, получен съответно с и без междинен слой от ГНП. На макроструктурата на Фиг. 14а и Фиг. 15а могат да се наблюдават различни характеристики, като поток на материала, дефекти и разпределение на частиците.



Фиг. 14. (а) Макроструктура; (b–d) микроструктурни изображения на сплав Al6061 с междинен слой от ГНП, заварена чрез ЗТР.

На фигурите отчетливо се виждат основните дефекти, които се наблюдават в заваръчния шев -КД и ДСП. Освен потока на материала, на Фиг. 14а могат да се наблюдават участъците, съответстващи на дефицит и на наситеност на частиците. Тъмните участъци, съответстващи на зона богата на частици, се дължат на поле с високо напрежение, създадено по време на течението на материала. При ЗТР материалът при челото на инструмента е подложен на ротационна екструзия. Това явление обаче преобладава само в материала, който е в непосредствена близост до инструмента и следователно се получава огромна деформация и градиент на степента на деформацията. Този градиент е резултат от улавянето на частиците в полетата с висока деформация и затова в шева се образува участък богат на частици.

Друга важна характерна особеност, която се наблюдава на макроскопските изображения, е присъствието на дефекти по контактната повърхност, като напр. ДСП и КД. Добре известен факт е, че характерът на течението на един пластично деформируем материал, е асиметричен от двете страни на инструмента по СН и СО. По този начин ДСП и КД показват различни характеристики и височини по СН и СО. От Фиг. 14а и Фиг. 15а може да се види, че КД в двете съединения върви нагоре, докато ДСП първоначално върви нагоре и след това постепенно прониква в ЗР.



Фиг. 15. (а) Макроструктура; (b и c) микроструктурно изображение на сплав Al6061 без междинен слой от ГНП, заварена чрез 3ТР

Височините на ДСП и КД значително намаляват в заваръчен шев с междинен слой от ГНП в сравнение с шев без междинен слой от ГНП, както е показано на Фиг. 16. Височината на дефекта съществено влияе върху якостта на срязване на шева. По-високи ДСП и КД означават по-малка ефективна дебелина на плочата (ЕДП), което влияе отрицателно върху якостта на шева [36].

Височината и формата на дефектите на контактните повърхности основно зависят от пластичното течение на материала, което допълнително зависи от вложената топлина в процеса. В началото на заваряването, когато щифтът доближава до контактната повърхност, междинният слой от ГНП по контактната повърхност се деформира нагоре от ъглите, подобно на явлението обратна екструзия при деформиране на тънки листове. Този деформиран междинен слой по периферията на щифта се раздробява на отделни частици от ГНП следствие на високото натоварване при размесването, което инструментът упражнява.



Фиг. 16. Дефекти по контактната повърхност. ДСП-дефект на студено припокриване; КД-кукообразен дефект

#### G3. Якост на срязване на припокриването

При шев със слой от ГНП слой [30] се наблюдава повишаване на якостта на шева с ~121 % спрямо шев без ГНП слой. Удължението също се повишава с ~53 %. Кривата натоварване–преместване на двата шева показва различно поведение при натоварване. Шев без ГНП слой при повишаване на натоварването до натоварване на разрушаване се разрушава без провлачване на материала, докато при шев с ГНП слой има значително провлачване преди същинското разрушаване на материала. Първоначално натоварването се увеличава до границата на еластичност и след това леко се понижава, последвано от дълъг период на провлачване (Фиг. 17).



Фиг. 17. (a) Крива натоварване-преместване; (b) свойства на срязване при опън

При заваряване с припокриване разрушаването възниква по страната на оттегляне на ЗТВ и се намира на значително разстояние от ЗР, което показва добра якост на заварените съединения. При заваряване с припокриване (с и без ГНП) има две най-слаби места, в които вероятността за разрушаване е най-голяма. В горния лист това най-слабо място е разположено от страната на оттегляне на шева, докато в долния лист то се намира от страната на навлизане на шева. При шев с ГНП обаче първоначално има пластично отваряне по контактната повърхност. Това пластично отваряне е резултат от разместване на подреждането на системата и съответно слабо огъване на образеца при натоварване. Тук уякчаващият принос на ГНП, които са смесени с алуминия, се намесва и ограничава по-нататъшното зараждане на пукнатини в ЗТВ.

#### G.4. Уякчаващ механизъм

Освен намаляването на дефектите по контактната повърхност, междинният ГНП слой може да уякчи шева по четири възможни механизми на уякчаване, а именно: а) издребняване на зърната (механизъм на Hall-Petch), б) несъответствие на топлинното свиване/разширение между ГНП и алуминиевата матрица, в) механизъм на Orowan и последно, г) пренасяне на натоварването (Shear-lag механизъм) [37], [38].

Освен тези четири основни механизма има още два второстепенни, които могат да допринесат за уякчаване на шева с междинен ГНП слой: а) предпазване от образуване на слой от  $Al_2O_3$  по контактната повърхност и б) разслояване на графеновите плочки на многослоен графен (при наличие на напрежения на срязване на потока).

#### G.5 Влияние на междинния ГНП слой върху якостта на шев с припокриване

Може да се направи следното обобщение за влиянието на междинния ГНП слой върху якостта на шев с припокриване на сплави А6061 при ЗТР [30]:

- шевът с междинен ГНП слой показва съответно ~41 % и ~26 % понижаване на височината на ДСП и КД в сравнение с шев с и без междинен ГНП слой;
- едрината на зърната в основния метал се намалява от ~22 μm в основния метал съответно до ~5.18 и ~8.37 μm в шевовете с и без ГНП;
- изпитването на срязване на припокриването показва ~121 % повишаване на натоварването на разрушаване и ~53 % повишаване на процентното удължение на шев с междинен ГНП слой в сравнение с такъв без ГНП слой. Разрушаването в шев без междинен ГНП слой се дължи на намалената ефективна дебелина на плочата и се появява в горната плоча, докато в шев с междинен ГНП слой разрушаването възниква в потенциалните точки, където има комбиниран ефект от дефекти на контактната повърхност и недеформиран междинен ГНП слой;
- по-високата якост на шевове с междинен ГНП слой се дължи на различни механизми, които включват издребняване на зърната, топлинно несъответствие, пренасяне на натоварването и уякчаване на дислокациите. Също така предотвратяването на образуването на Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> слой по контактната повърхност и разслояването на ГНП до еднослоен графен допринасят значително за уякчаването на заваръчните шевове с междинен слой.

## **Н.** Влияние на профила на щифта при заваряване чрез триене и размесване на алуминиеви матрични композити [39]

По време на процеса на ЗТР развитието на микроструктурата и механичните свойства на заварените съединения се влияе от потока на материала в зоната на заваряване. Най-значимата характеристика, която влияе върху потока на материала, е геометрията на инструмента [40]. Други характеристики, влияещи върху потока на материала, са скоростта на въртене и скоростта на заваряване. Всички тези характеристики имат значително влияние върху размера на зърната на микроструктурата в зоната на размесване (ЗР), който от своя страна ще влияе върху механичните свойства на заваряване [41].

Изследванията сочат, че инструментите с квадратен профил на щифта (Фиг. 18) създават заваръчни съединения с по-дребни и фини зърна в сравнение с други два инструмента, съответно с шестостенен и осмостенен профил. За проучването [39] са използвани алуминиеви матрични композитни плочи: алуминий, легиран с 4 wt% Mg като омокрящ агент, уякчен с 1 wt% SiC и 1 wt% графитни частици. Като уякчаващи частици е избран прах от силициев карбид с диаметър

200 mm и плътност 3,21 g/cm<sup>3</sup>, тъй като има висока устойчивост на износване. В допълнение графитните частици с плътност 2,1 g/cm<sup>3</sup> са използвани като вторични уякчаващи частици за подобряване на обработваемостта и износоустойчивоста на разглеждания композит. Графитът действа като смазващ агент [42].



Фиг. 18. Инструмент за заваряване чрез триене и размесване с квадратна глава

Влиянието на профила на инструмента върху твърдостта е показано на Фиг. 19 и Фиг. 20. От тях се вижда, че инструментът с квадратна глава има най-голям ефект върху стойностите на твърдостта HV при едни и същи скорост на заваряване и скорост на въртене. Тя е по-висока от твърдостта, получена с други профили на инструмента.



Фиг. 19. Влияние на скоростта на заваряване и профила на щифта на инструмента върху средната твърдост по Vickers при скорост на въртене 630 грм



Фиг. 20. Влияние на скоростта на въртене и профила на щифта на инструмента върху средната твърдост по Vickers при скорост на заваряване 65 mm/min

Фиг. 21 и Фиг. 22 показват, че използваният щифт с квадратен профил е дал най-високи стойности както за скоростта на обработка, така и за скоростта на въртене. Отново най-голямо подобрение на якостта на опън се наблюдава при щифт с квадратен профил.



Фиг. 21. Влияние на скоростта на заваряване и профила на щифта на инструмента върху якостта на опън при скорост на въртене 630 грт



Фиг. 22. Влияние на скоростта на въртене и профила на щифта на инструмента върху якостта на опън при скорост на обработка 65 mm/min

На Фиг. 23 и Фиг. 24 е показана износоустойчивоста за квадратен, шестоъгълен и осмоъгълен профил на щифта, като за квадратен профил тя е най-висока.



Фиг. 23. Влияние на скоростта на заваряване и профила на щифта на инструмента върху износоустойчивоста при скорост на въртене 630 rpm



Фиг. 24. Влияние на скоростта на въртене и профила на щифта на инструмента върху износоустойчивоста при скорост на обработка 65 mm/min

Промяната в микроструктурата на заварените чрез триене и размесване съединения се дължи на интензивната пластична деформация, която причинява издребняване на зърната в зоната на заваряване. Освен това има разпадане и равномерно преразпределение на SiC и графитните частици в рамките на ЗР. Геометрията на профила на щифта играе важна роля за потока на материала в зоната на заваряване [43]. Като цяло щифтът разбърква материала, за да се избегнат кухини и да се постигне цялостно съединение. Тези действия довеждат до подобряване на механичните свойства, като твърдост, якост на опън и износоустойчивост (Фиг. 19 до Фиг. 24). По-голямото подобрение на гореспоменатите механични свойства се наблюдава при използване на квадратен профил на щифта, тъй като инструментът с квадратен щифт има най-малка площ на напречното сечение, последван от шестоъгълния и осмоъгълния за един и същ диаметър на описаната окръжност. По този начин топлината от триенето по време на въртенето на заваръчния инструмент на тази по-малка площ на напречното сечение на щифта ще доведе до по-малко подаване на топлина в зоната на заваряване. Това е от голямо значение по отношение на свойства като умора, износване и дори корозия [44]. Съответно микроструктурата на ЗР, заварена от инструмента с квадратна глава, ще има фини зърна, тъй като този профил на инструмента предизвиква по-малко топлина от триене и когато се охлажда от околния въздух, няма да има достатъчно време на зърната да нараснат, за разлика от другите два вида щифтове. Наблюдава се по-голям размер на зърната в ЗР при използване на осмоъгълен шифт, тъй като се влага по-голямо количество топлина от триене и зърната имат повече време да се охладят до стайна температура. Този аргумент може да се приложи и към шестоъгълния щифт, където зърната в ЗР са по-големи от тези, получени от квадратния щифт, но по-малки от тези, получени от осмоъгълния, тъй като площта на неговото напречно сечение е междинна между квадратния и осмоъгълния щифт. Според уравнението на Hall–Petch [45] може да се твърди, че колкото по-малък е размерът на зърната, толкова по-високи ще бъдат твърдостта, якостта на опън и устойчивостта на износване. Горното може да се счита за вярно и при други заваръчни параметри (скорост на заваряване и скорост на въртене), тъй като при увеличаване на скоростта на заваряване при постоянна скорост на въртене на инструмента се влага по-малко топлина от триене, което води до образуването на дребни зърна и подобряване на разглежданите свойства (Фиг. 19, Фиг. 21 и Фиг. 23). Но увеличаването на скоростта на въртене при постоянна скорост на заваряване води до влагане на повече топлина от триене в рамките на ЗР и материалът се охлажда по-продължително време до стайна температура, така че зърната имат време да нараснат. Това води до намаляване на стойностите за твърдост, якост на опън и устойчивост на износване (Фиг. 20, Фиг. 22 и Фиг. 24).

Следователно може да се заключи, че щифтът с квадратен профил има по-добро влияние върху разглежданите механични свойства в сравнение с другите профили на заваръчните инструменти. А изучаването на технологичните параметри и разбирането на влиянието на профила на щифтовете върху съединенията, заварени чрез триене и размесване, е от значение за много индустриални приложения.

#### І. Повърхностни композити, произведени чрез ОТР [46]

Производството на повърхностни композити може да се осъществи по различни начини. В поранни изследвания се срещат повърхностни композити, произведени чрез нанасяне на слой от суспензия от керамични частици в летлива среда [47]. Понастоящем керамичните частици се въвеждат през машинно обработен канал в плоча-образец [48]. Основните подходи при производството на повърхностни композити чрез ОТР са представени схематично на Фиг. 25(ас). Различните стъпки на метода с използване на канал са обяснени на Фиг. 25а.



Фиг. 25. Общоприети методи за въвеждане на уякчаващи частици при производството на повърхностни композити: (а) чрез канал; (b) чрез отвори; (c) чрез покривна плоча [46].

При първата стъпка се обработва канал върху плочата и уякчаващите частици се запълват в него. При втората стъпка каналът се обработва с инструмент без щифт. Така каналът се запълва изцяло. При третата стъпка запълненият канал се обработва с инструмент с щифт. Размерът, формата и броят на каналите могат да се променят, за да се постигне необходимият обем фракция от уякчаващата фаза. Изработването на повърхностен композит по метода с пробиване на отвори е показано на Фиг. 25b. В някои изследвания каналът или пробитите отвори се покриват с тънък лист, за да се избегне изхвърлянето на уякчаващите частици, както е показано на Фиг. 25с.

Може да се приложи метода на директна обработка чрез триене и размесване (ДОТР) за производство на повърхностен композитен слой върху матрица от AZ31 [49]. Използва се кух инструмент без щифт, предварително запълнен със SiC частици. Частиците изтичат през отвор с диаметър 8 mm в центъра на инструмента и навлизат в затвореното пространство между вдлъбнатото рамо и детайла. След това частиците се притискат към обработвания детайл, докато въртящият се инструмент се движи по посока на обработката.

Процесът на повърхностна ОТР се използва от много изследователи за получаване на повърхностно композитно покритие върху основата. В този процес кух инструмент се пълни с уякчаващи частици, които се изразходват постепенно, за да се образува слой от композит върху образеца [50]. Някои изследвания [51], [52] показват, че уякчените слоеве, получени по този начин, нямат включвания и дефекти поради липса на износване на инструмента. Обаче тези слоеве показват променлива дебелина, тъй като износването на инструмента се увеличава с повишаване на температурата.

Нанасянето на композитно прахово покритие върху работен образец и последваща ОТР на покритието също е нов подход при производството на композитни повърхности. При метода с използване на канал уякчената зона е ограничена до ЗР, тъй като разпределението на частиците се управлява от щифта, а не от рамото. Освен това има възможности за дефекти, като червеева дупка или незапълнен канал. Разпределението на частиците в по-обширна област може да се постигне чрез нанасяне на композитно покритие върху плочата и последваща ОТР. В [53] се използва метода с напръскване с въздушна плазма за отлагане на композитно покритие с дебелина 200 µm от Al-10% наноразмерни частици Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> върху плоча от сплав A2024. След това покритите плочи се подлагат на ОТР, за да се получат повърхностни нанокомпозити. Измерената средна дебелина на получения повърхностен композитен слой е 600  $\mu$ m, като частиците Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> са равномерно разпределени. Измерената микротвърдост на композитния слой е 230 HV, която е много по-висока от твърдостта 90 HV на основата от A2024. При друго изследване [54] се смесват малки парченца от A356 и прахови частици от Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, за да се получи състав от A356 с 5mass.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. След смилане композитните прахове се отлагат върху пясъкоструйно обработени плочи А356-Т6 чрез високоскоростно газокислородно термично напръскване. След това плочите с композитни покрития се подлагат на ОТР. След ОТР повърхностните композитни слоеве са добре свързани с основата от алуминиева сплав и не се наблюдават дефекти. За изработване на повърхностни композити се използва и комбинация между студено напръскване и ОТР [55]. Праховата смес Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> се нанася чрез студено напръскване върху сплав A6061, след което се провежда ОТР. Най-високото съдържание на Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, което се получава в композитите, е 48 wt.%, а твърдостта на покритието нараства от 85 HV до 137 HV при изпълнение на ОТР.

#### J. Изводи от проведеното литературно проучване

На базата на проведеното проучване на световните достижения по темата са направени следните изводи, които са пряко свързани с изпълнението на проекта:

- ЗТР и ОТР са два сродни процеса, поради което информацията относно ЗТР в много голяма степен се отнася и за ОТР.
- ЗТР и ОТР са във фокуса на внимание на учените от всички по-големи технически университети и изследователски центрове по света поради уникалните си възможности и отличните си перспективи за бъдещо развитие.
- Въвеждането на уякчаващи прахове е целесъобразно да се проведе посредством отвори, разположени на повърхността на базовия материал.

- Основните параметри на процеса варират в следните граници: скорост на постъпателно движение - 30÷80[mm/min] (има данни и за скорости до 2500[mm/min]); скорост на въртене на инструмента - 300÷1250[об/мин]; сила на притискане – не са намерени данни;
- Корозионната устойчивост преминава през екстремум, като най-ниска скорост на корозия е регистрирана при скорост на въртене на инструмента 850[об/мин]. Може да се отбележи, че когато скоростта на въртене е по-ниска от тази скоростта на постъпателно движение не оказва влияние върху корозионната устойчивост (фиг.11). Когато скоростта на въртене е повисока от тази на екстремума следва да се предпочитат по-високи скорости на постъпателно движение. Когато тези скорости са над 40[mm/min] фактически корозионната устойчивост не се влошава с увеличаване на скоростта на въртене при равни други условия. Намаляването на диаметърът на рамото води до понижаване на скоростта на интеркристална корозия (фиг.12 и фиг.13).
- Процесът ОТР води до издребняване на структурата на метала в резултат на термомеханичното въздействие. Има данни, че намаляването на скоростта на въртене и увеличаването на скоростта на постъпателно движение води до по-голямо издребняване на структурата (фиг.6). В същото време е очевидно, че за различните алуминиеви сплави, претърпели различна термообработка това влияние може да бъде съществено различно.
- При изследване на обработването чрез триене и размесване авторите обикновено измерват микротвърдостта на обработените образци, а получените стойности зависят от двете скорости на процеса и са в рамките на 80÷90HV при твърдост на основния метал 71HV. Това означава, че за да може да се търси съпоставимост на резултатите е целесъобразно тя да бъде определяна и в рамките на тези изследвания (фиг.19 и фиг.20).
- Има данни и за изпитване на опън (фиг.21 и фиг.22), които показват повишаване на тази характеристика в зависимост от параметрите на процеса. Увеличаването на скоростта на постъпателно движение води до увеличаване на якостта на опън, а увеличаването на скоростта на въртене я понижава, но във всички посочени случаи тя остава по-висока от тази на основния метал.

Изработването на образци от хибридни неравновесни композити за изследване съгласно разпределението на дейностите по договора е задължение на нашите индийски партньори. С оглед възникналата Ковид 19 пандемия и невъзможността да бъдат доставени в срок гореспоменатите образци са предприети дейности за реализирането на ОТР процес от българския колектив.

# **I.2.** Доставка на материали и консумативи, изрязване и подготовка на заготовки за експерименти.

Доставен е материал за експерименти под формата на ламарина от алуминиева сплав A5083 с дебелина 4 и 8 mm, както и от сплав A6061 T651 8 с дебелина 12 mm. Материалът е нарязан под формата на планки с дължина ширина 100 mm и дължина 1500 mm, от които в последствие са отрязани образци с различни размери. Доставени са титанов и цинков прах (Фиг. 26).



Фиг. 26

Изработен е инструмент за обработка на алуминиеви сплави от стомана 4X5MФС (X37CrMoV5-1) (H11, T20811 USA standard, или 2343, BH11 UK standard) с диаметър на рамото 13 mm, щифт с диаметър 5 mm и дължина 4 mm. Формата на рамото е тип "вдлъбната", а щифтът има форма на пресечен конус с резбови канали по периферията, пресечени от 3 аксиални канала, разположени на 120 градуса (Фиг. 27). Инструментът е термообработен до твърдост 54 HRC.



Фиг. 27

#### Експеримент 1

За тест на инструмента е използвана алуминиева сплав Al 5083 с химичен състав съгласно приложен сертификат от фирмата производител.

Материалът за ОТР е под формата на планка с размери 4x70x200 mm.

Основните параметри на процеса на ОТР са както следва, Табл. 1:

Таблица 1

Скорост на въртене	Линейна скорост
(rpm)	на обработка
	(mm/min)
700	30
	50
900	70
	90
1100	110

За ОТР е използвана цифрово програмна машина HURCO.

Планката е фиксирана към работната маса на машината посредством стяги като е осигурена въздушна междина под зоната на обработка с подложки от алуминиева сплав (Фиг. 28).



Фиг. 28 Реализиране на процеса ОТР

Обработената планка чрез ОТР е нарязана на ленти с циркуляр за алуминиеви сплави като отделните зони обработени при едни и същи стойности на параметрите на процеса са маркирани.

#### Резултат

Направена е оценка на качеството на зоните получени при различни параметри Фиг. 29а и Фиг. 29b и са набелязани мерки за подобряването на качеството на повърхността. Възможна причина за наблюдавания дефект е недобро съотношение между скоростта на въртене на инструмента и скоростта на обработка.





Фиг. 29а





Фиг. 30

От изработените макрошлифове е установено наличие на металодефицитна зона по протежение на зоната на обработване (Фиг. 30).

#### Експеримент 2

Използване на параметри на процеса с повишени стойности на скоростта на въртене на инструмента и скорост на обработка, Табл. 2 и Фиг. 31.

Обороти на инструмента, грт	Скорост на обработка, mm/min	Качество (визуална оценка)
900	90	Продълговата язва и повишена грапавост откъм лицевата страна, надлъжна кухина в дъното (корена на обработената зона)
900	110	Единични язви по повърхността на лицевата страна, надлъжна кухина в дъното (корена на обработената зона)
1100	110	Повърхността на лицевата страна е гладка, надлъжна кухина в дъното (корена на обработената зона)



Фиг. 31. Общ вид на обработената ивица

I.3. Извършване на начални експерименти, анализи и оптимизация на параметрите на процеса.

#### Експеримент 3, обработка с триене и размесване (ОТР)

Използвана е алуминиева сплав Al 6061 T651 съгласно договаряне с индийските партньори. Ламарина с дебелина 12 mm и е нарязана на ленти с широчина 100 mm и дължина 200 mm. За обработка е използвана описаната по-горе машина Нигсо и инструмент за ОТР. Посоката на въртене е по посока на часовниковата стрелка (CW), виж фиг. 1. На фиг. 32 е представена схема на ОТР, посредством която да се установи оптимален режим на обработка, при който се наблюдават минимално количество дефекти, т.е. металодефицитни зони. Например образец с индекс 2.4 означава, че той е получен при скорост на обработка 30 mm/min и скорост на въртене на инструмента 1500 грт и така е аналогично за всичките 16 режима и изследваните от тях образци, за които са представени данни по-долу.



A 6061 6=12 mm

Фиг. 32 Схема на ОТР

На Фиг. 33 е показана снимка на изпълнения експеримент.



Фиг. 33 Снимка на изпълнения експеримент

Повърхността на обработените зони е гладка, а откъм страната на излизане на инструмента се наблюдават изплисквания на материал. В дясната страна на снимката (Фиг. 33) са останали следи от излизането на инструмента под формата на отвор и два концентрични кръга.

#### Макроструктурен и микроструктурен анализ

Обработената при 16 различни режима планка е нарязана на ивици (Фиг. 34), които са маркирани, шлифовани, полирани и проявени за провеждане на металографски анализ.



Фиг. 34 Ивица от обработения образец

#### Макроструктурен анализ

За всеки режим на обработка са разгледани две сечения (отпред и отзад – спрямо посоката на обработка) с оглед оценка на несъвършенствата, които в случая са металодефицитни зони (МДЗ). Като критерий за количествена оценка на наблюдаваните дефекти е приета средната дължина на металодефицитните зони (МДЗ) в двете сечения (означени като а и b – фиг. 34) в равнини перпендикулярни на направлението на обработка.



Фиг. 35а



Фиг. 35b



Фиг. 35с



Фиг. 35 d



Фиг. 35 е

На Фиг. 35а е представен образец за изследване, в който са разположени участъци с режими на обработка 1.1, 1.2, 1.3 и 1.4, като индекса 1- е постоянна скорост на обработка – 15 mm/min и 4 различни скорости на въртене на инструмента – 900, 1100, 1300, 1500 грт.

На Фиг. 35b е представен образец за изследване, в който са разположени участъци с режими на обработка 2.1, 2.2, 2.3 и 2.4, като 2- е постоянна скорост на обработка – 30 mm/min и 4 различни скорости на въртене на инструмента – 900, 1100, 1300, 1500 грт. А аналогично за останалите две скорости на обработка – 45 и 60 mm/min, представени на Фиг. 35с и d.

На Фиг. 36а и b и 37а и b са представени снимки на режима на обработка с най-голяма и наймалка дължина на МДЗ.



Фиг. 36а. Образец 2.4а



Фиг. 36b. Образец 2.4b



Фиг. 37а. Образец 3.3а



Фиг. 37b. Образец 3.3b

От макроскопските снимки на сеченията на зоните преминали обработка с триене и размесване (OTP) при съответните на плана на експеримента параметри на Фиг. 35 а до d се вижда:

1. Границата от страната на навлизане на инструмента A (advanced side) между размесената и неразмесена част от материала е по-рязка от тази граница при излизане на инструмента R (retreated side), където се наблюдава плавен преход.

2. При по-висока скорост на въртене на инструмента и скорост на обработка, границата от А страна е плавна образец 2.4, 3.3, 3.4, 4.2, 4.3, и 4.4.

3. По-високата скорост на въртене на инструмента води до по-голям обем размесен материал, Фиг. 35 (увеличение на площта на напречното сечение – защрихованата зона на образец 4.4 спрямо 4.1).

В Таблица 3 са поместени резултатите за МДЗ на 16-те образеца, както и оценка на вида на граничните зони и по-специално на страната на навлизане на инструмента (A).

#### Измерване на микротвърдост HV

За измерване на микротвърдост са дадени 4 бр. образци с номера от 1 до 4. На всеки образец са разположени по 4 зони обработени при различни режими съгласно плана за ОТР. Микротвърдостта HV е измерена с микротвърдомер Micro Duromat (Reichert-Jung) при зададено натоварване 20 gf, време за достигане на натоварването 10s и време на задържане под товар 10s.

Резултатите от измерването на микротвърдост за всички образци са дадени в таблица 4, като измерванията са проведени в позиции 1, 2 и 3 (Фиг. 38), а средната стойност на микротвърдостта на основния метал е 73 kgf/mm<sup>2</sup>, получена като средна стойност от 5 измервания: 69,5; 69,5; 73,1; 80,6; 72,2 ∑= 364,9 Средно 72,98 = 73 kgf/mm<sup>2</sup>

Означението A (Фиг. 38) показва страната на навлизане на инструмента, а означението R страната на оттегляне на инструмента. С N е означен номерът на образеца съгласно плана на експеримента. В правоъгълните зони, означени като 1, 2 и 3, са проведени измерванията на микротвърдост съответно под повърхността, по средата и в основата на обработваната зона.

	Hadarmy	границата			
Означение	дефекти,	На	На	Забележка	
		навлизане	оттегляне		
1.1a	1+5+3+2 = 11	Рязка	По-плавна	2a 1.1 anarra 0	
1.1b	4+3 = 7	Рязка	По-плавна	за 1.1 средно 9	
1.2a	2+2 = 4	Рязка	По-плавна	2a 1 $2a$ margina $2$	
1.2b	3	Рязка	По-плавна	за 1.2 средно 2	
1.3a	5	Рязка	По-плавна	2a 1 2 anound 6	
1.3b	7	Рязка	По-плавна	за 1.5 средно о	
1.4a	-	Плавна	Плавна	2a 1 $4$ analysis 12	
1.4b	20+6 = 26	Плавна	Плавна	за 1.4 средно 15	
2.1a	7+5+8 = 20	Рязка	По-плавна	2a 2.1 anarra 12	
2.1b	3+1 = 4	Рязка	По-плавна	Sa 2.1 средно 12	
2.2a	12	Рязка	По-плавна	2a $2a$ $2a$ $a$ $a$ $a$ $a$ $a$ $11$	
2.2b	10	Рязка	По-плавна	за 2.2 средно 11	
2.3a	3+26 = 29	Плавна	Плавна	2a $2a$ $2a$ $a$ $a$ $a$ $a$ $a$ $10$	
2.3b	9	Плавна	Плавна	за 2.3 средно 19	
2.4a	3+9 = 12	Плавна	Плавна	$\mathcal{D}_{2}$ $\mathcal{D}_{4}$ are since $\mathcal{D}_{7}$ $\mathcal{D}_{5}$	
2.4b	35+3+3+2 = 43	Плавна	Плавна	за 2.4 средно 27,5	
3.1a	-	Рязка	По-плавна	$\mathcal{D}_{2}$ 2.1 areas $\mathcal{L}_{2}$	
3.1b	6+2+2 = 10	Рязка	По-плавна	за 5.1 средно 5	
3.2a	-	Плавна	Плавна		
3.2b	2+2 = 4	Плавна	Плавна	за 5.2 средно 2	
3.3a	-	Плавна	Плавна	$\mathcal{D}_{2}$ $\mathcal{D}_{2}$ $\mathcal{D}_{2}$ analyze $1$	
3.3b	2	Плавна	Плавна	за 5.5 средно 1	
3.4a	-	Плавна	Плавна	20 2 1 anomuo 2 5	
3.4b	2+3 = 5	Плавна	Плавна	за 5.4 средно 2,5	
4.1a	-	Плавна	Плавна	2a 4 1 area = 5	
4.1b	4+6 = 10	Плавна	Плавна	за 4.1 средно з	
4.2a	12	Плавна	Плавна	2a $42$ analysis $11$	
4.2b	8+7 = 15	Плавна	Плавна	За 4.2 средно 11	
4.3a	6	Плавна	Плавна	2a $42$ anarra $14$	
4.3b	13+9 = 22	Плавна	Плавна	за 4.3 средно 14	
4.4a	11	Плавна	Плавна	2a $1.4$ analyze $21.5$	
4.4b	2+2+28 = 32	Плавна	Плавна	за 4.4 средно 21,5	



Фиг. 38

Образец	Микротвърдост HV0,02/10/10, kgf/mm <sup>2</sup>
	Под повърхността: 54,6
1-1	По средата: 46
	В основата: 53,4
	Под повърхността: 53,1
1-2	По средата: 48,9
	В основата: 51,8
	Под повърхността: 49,3
1-3	По средата: 49,4
	В основата: 51,4
	Под повърхността: 53,8
1-4	По средата: 49,8
	В основата: 52,8
	Под повърхността: 37,7
2-1	По средата: 46,2
	В основата: 53,8
	Под повърхността: 48,3
2-2	По средата: 48,9
	В основата: 54,7
	Под повърхността: 54,6
2-3	По средата: 53,1
	В основата: 52
	Под повърхността: 48,3
2-4	По средата: 49,8
	В основата: 48,1
	Под повърхността: 33,4
3-1	По средата: 45,5
	В основата: 53,6
	Под повърхността: 48,2
3-2	По средата: 45,9
	В основата: 56,9
	Под повърхността: 41,1
3-3	По средата: 46,5
	В основата: 54,0
	Под повърхността: 62,5
3-4	По средата: 44,8
	В основата: 55,3
	Под повърхността: 33,0
4-1	По средата: 47,9
	В основата: 57,2
	Под повърхността: 51,8
4-2	По средата: 46,4
	В основата: 55,0
	Под повърхността: 54,6
4-3	По средата: 50,1
	В основата: 56,5
	Под повърхността: 48,1
4-4	По средата: 55,5
	В основата: 53,4

#### Математическа обработка на резултатите

В Таблици 5, 6 и 7 е представена математическа обработка на представените по-горе резултати с цел да се установи наличие или липса на зависимости на резултатите от основните параметри на режима на обработка.

резултати (оригинални стойности)														
дефекти [mm]							граници			твърдост [kgf/mm²]				
c	тран	ia a		C	тра	на б		стра	ана а	стра	страна б		по сре-	B OCHO-
								навлизане	оттегляне	навлизане	оттегляне	ността	дата	вата
1	5	3	2	4	3			рязка	плавна	рязка	плавна	54,6	46,0	53,4
2	2			3				рязка	плавна	рязка	плавна	53,1	48,9	51,8
5				7				рязка	плавна	рязка	плавна	49,3	49,4	51,4
				20	6			плавна	плавна	плавна	плавна	53,8	49,8	52,8
7	5	8		3	1			рязка	плавна	рязка	плавна	37,7	46,2	53,8
12				10				рязка	плавна	рязка	плавна	48,3	48,9	54,7
3	26			9				плавна	плавна	плавна	плавна	54,6	53,1	52,0
3	9			35	3	3	2	плавна	плавна	плавна	плавна	48,3	49,8	48,1
				6	2	2		рязка	плавна	рязка	плавна	33,4	45,5	53,6
				2	2			плавна	плавна	плавна	плавна	48,2	45,9	56,9
				2				плавна	плавна	плавна	плавна	41,1	46,5	54,0
				2	3			плавна	плавна	плавна	плавна	62,5	44,8	55,3
				4	6			плавна	плавна	плавна	плавна	33,0	, 47,9	57,2
12				8	7			плавна	плавна	плавна	плавна	51,8	46,4	55,0
6				13	9			плавна	плавна	плавна	плавна	54,6	50,1	56,5
11				2	2	28		плавна	плавна	плавна	плавна	48,1	55,5	53,4
												stdev	stdev	stdev
												8,2	2,9	2,3
								твъ	рдост на нес	бработения	материал [kɑ	f/mm²1	avg	stdev
							_	69,5	69,5	73,1	80,6	72,2	73,0	4,6
							-					· <b>-</b> /-	/ .	./•

резултати (преобразувани)									
	дефек	ТИ	граници	твърдост					
брой	сума	най-лош		средно					
	[mm]	[mm]		[kgf/mm <sup>2</sup> ]					
6	18	5	2	51,3					
3	7	3	2	51,3					
2	12	7	2	50,0					
2	26	20	0	52,1					
5	24	8	2	45,9					
2	22	12	2	50,6					
3	38	26	0	53,2					
6	55	35	0	48,7					
3	10	6	2	44,2					
2	4	2	0	50,3					
1	2	2	0	47,2					
2	5	3	0	54,2					
2	10	6	0	46,0					
3	27	12	0	51,1					
3	28	13	0	53,7					
4	43	28	0	52,3					
				stdev					
				3,0					
# Таблица 7

	виз	уализаці	ия с цвя	Т		статистически анализ				
$v \downarrow \omega \rightarrow$	900	1100	1300	1500	avg	граници				
		Г	раниці	1		Поведението е очевидно: плавни граници се получават при				
15	2	2	2	0	1,50	достатъчно големи v и ω, според цветовата гра	достатъчно големи v и ω, според цветовата графика в ляво.			
30	2	2	0	0	1,00	дефекти				
45	2	0	0	0	0,50	Данните не позволяват да се определи зависим	Данните не позволяват да се определи зависимост. От цветовите			
60	0	0	0	0	0,00	графики, при 15 и 45mm/min дефектите са малки	и, а при	1 30 и		
avg	1,50	1,00	0,50	0,00	0,75	60mm/min дефектите са големи. Може да се пре	едполох	ки, че	има	
		бро	йдефе	кти		други по-важни фактори от двете скорости, вкл. случайни				
15	6	3	2	2	3,25	фактори. За да се провери, може да се повтори	експер	римент	ЪТ	
30	5	2	3	6	4,00	при същите или леко изменени условия, евенту	ално в	различ	ен	
45	3	2	1	2	2,00	ред (за да се изключи вероятността определен	а зона	от		
60	2	3	2 25	4 2 50	3,00	пластината да е по-склонна да дефектира).	<b>D</b> 2	. 2		
avg	4,00	2,50	2,25	3,50	3,06	уравнение	R <sup>2</sup>	η²	р	
10	10	Сума	адефе	кти	15.75	брои дефекти	0.05	0.25	0.42	
20	24	22	20	20	24 75		0,05	0,25	0,45	
30 4E	10	22	20	55	54,75	$d_0 + d_1 \omega$	0,02	0,25	0,01	
	10	+ 27	2	42	27.00	$d_{00} + d_{10} \vee + d_{01} \vee \omega$			0,05	
00 ava	15 50	15 00	20 00	32.25	27,00	$a_{00} + a_{10} + a_{01} + a_{01} + a_{11} + a_{20} + a_{20} + a_{02} + a$			0,15	
avy	15,50	13,00 най-п		52,23	20,09					
15	5	3	ошде		8 75		0.00	0.57	0.91	
30	8	12	26	35	20.25	$a_0 + a_1 \psi$	0,00	0,37	0,51	
45	6	2	20	3	3 25	$a_{0} + a_{1} \otimes V + a_{01} (0)$	0,10	0,22	0.28	
60	6	12	13	28	14.75	$a_{00} + a_{10} V + a_{01} W + a_{11} V W + a_{20} V^2 + a_{02} W^2$			0.70	
avg	6.25	7.25	12.00	21.50	11.75	$a_{00} + a_{01} \oplus + a_{02} \oplus^2$			0.20	
	твър	раост п	ОД ПОВ	ърхно	стта	най-лош дефект				
15	54,6	53,1	49,3	53,8	52.7	a <sub>0</sub> + a <sub>1</sub> v	0,00	0,41	0.97	
30	37,7	48,3	54,6	48,3	47,2	$a_0 + a_1 \omega$	0,33	0,37	0,02	
45	33,4	48,2	41,1	62,5	46,3	$a_{00} + a_{10} v + a_{01} \omega$			0,08	
60	33,0	51,8	54,6	48,1	46,9	$a_{00} + a_{10} v + a_{01} \omega + a_{11} v \omega + a_{20} v^2 + a_{02} \omega^2$			0,38	
avg	39,7	50,4	49,9	53,2	48,3	$a_{00} + a_{01} \omega + a_{02} \omega^2$			0,05	
	т	върдо	ст по с	редата	1	твърдост				
15	46,0	48,9	49,4	49,8	48,5	За твърдост по средата и твърдост в основата,	, вариа	цията	на	
30	46,2	48,9	53,1	49,8	49,5	стойности между различните опити е по-малка,	отколи	ото		
45	45,5	45,9	46,5	44,8	45,7	вариацията при измерване на необработен мате	ериал.	Това д	ава	
60	47,9	46,4	50,1	55,5	50,0	основание да мислим, че наблюдаваните при ек	сперим	ента		
avg	46,4	47,5	49,8	50,0	48,4	разлики в твърдостта може да са съществувал	ивмат	ериала	1	
	т	върдо	ст в ос	новата		още преди обработката. Наблюдава се значителна корелация				
15	53,4	51,8	51,4	52,8	52,4	между твърдостта по средата и големината на	дефект	гите—,	дали	
30	53,8	54,7	52,0	48,1	52,2	дефектите не се дължат на разлика в твърдостта при				
45	53,6	56,9	54,0	55,3	55,0	необработения материал?				
60	5/,2	55,0	56,5	53,4	55,5	При твърдостта в основата, освен корелация с дефектите,				
avg	54,5	54,6	53,5	52,4	53,7	се наолюдава и линеина зависимост от V.				
10	E1 2	твърд		ред но	E1 2	за твърдост под повърхността, вариацията е п		Mol		
20	<u>71,3</u>	51,3	50,0	JZ,1	21,2	отколкото тази на необработения материал, но разлика не е				
30 4E	- <del>7</del> 5,9 74 2	50,0	<u> </u>	54.2	49,0	и оляма и може да се оспори. Допълнителни опити може да				
45 60	46.0	50,3	52.7	52.2	50 Q	потвърдят съществуването на такава разлика. Ако приемем,				
200	46.0	50.8	51 1	51.0	50,0			а П.V.		
avy	פ,טד	50,0	51,1	51,9	50,1		или меж	ду		
						дефектите и твардостта под повархпостта.				

#### Микротомографско изследване и анализ на образци 2.4 ВМ, 2.4 и 3.3

Проведено е безразрушително изследване на 3 бр. образци чрез пролъчване с рентгенов микротомограф (µCT) Sky Scan 1272, Bruker. Образците са от Al-сплав Al 6061, с неправилна паралелепипедна форма, с размери приблизително 18,4mm x 13mm x 10,5/11.0mm – за образци 2.4 и 3.3 и 18,2mm x 10,5mm x 12mm – за образец 2.4BM.

След извършване на първоначални настройки на  $\mu$ CT са избрани следните параметри на пролъчване: разделителна способност 1632x1093 pxl, големина на pxl: 16.200  $\mu$ m, филтър Al 0.5 + Cu 0.038, разстояние на образеца до рентгеновия източник: 200 mm, Source Voltage 90 kV, Source Current 111  $\mu$ A, стъпка на пролъчване: 0.400°, 360° пролъчване (пълно завъртане на образеца). На Фиг. 39 са показани рентгенови проекции на образците (т.нар. предварителен изглед) преди пролъчване.



Фиг. 39. Рентгенови проекции на образци 2.4ВМ, 2.4 и 3.3

След приключване на пролъчванията е направена 3D - реконструкция чрез обработка на получените графични изображения със софтуер NRecon v. 1.7.4.2. За визуализация на получения модел е използван софтуер CTVox v.3.3.0r1403. На Фиг. 40 е показан образец 2.4BM в трите сечения, на Фиг. 41 – образец 2.4, а на Фиг. 42 – образец 3.3.



Фиг. 40с. Образец 2.4ВМ в надлъжно сечение



41а. D модел на образец 2.4 в надлъжни сечения (софтуер CTVox v.3.3.)



Фиг. 41b. Образец 2.4 в напречно сечение



Фиг. 41с. Образец 2.4 в напречно сечение



D модел на образец 2.4 в различни сечения (софтуер CTVox v.3.3.0r1403)

Фиг. 42а. Образец 3.3 в надлъжно сечение





Фиг. 42с. Образец 3.3 в напречно сечение

Образец 2.4BM, който е изходен, е с плътна структура (Фиг. 14a, b, c). В образци 2.4 и 3.3, подложени на обработка с триене и размесване, се наблюдават кухини, които се забелязват още

в проекциите на образците (Фиг.41, Фиг.42). Тези кухини, или по-скоро следи от инструмента, с който е извършена обработката с триене и размесване, са разположени "под" зоната на триене и размесване и са през цялото надлъжно сечение. В образец 2.4 тези следи са по-силно изразени, като въртящото движение на инструмента ясно се откроява в снимките на първото сечение на Фиг. 42. И в двата образеца от едната страна на обработваната зона – на границата с основния метал, се наблюдава нецялостност (Фиг. 42а, в в надлъжно сечение и 42с).

Чрез софтуер СТАп v.1.18.8.0 е направена допълнителна обработка на 3D-модела на образците, като целта е да се определи на какво разстояние от повърхността на обработените образци се намират следите от обработващия инструмент, както и височината на тези следи. На Фиг. 43 е показан образец 2.4, а на Фиг. 44 - образец 3.3.



Фиг. 43а. "Начало" на следата





Фиг. 43b. "Среда" на следата



Фиг. 43с. "Край" на следата Следа от обработващия инструмент в образец 2.4 (софтуер CTAn v.1.18.8.0)



"Начало" на следата



"Среда" на следата

"Край" на следата

Фиг. 44. Следа от обработващият инструмент в образец 3.3 (софтуер CTAn v.1.18.8.0)

На Фиг. 43 и Фиг.44 за "начало" на следата се приема появата й в посока от дъното на образеца към обработваната страна на образеца – т.е. по-отдалечената част от обработваната повърхност. В образец 2.4 "началото" на следата е на 4.3 mm под обработваната повърхност, а височината й е приблизително 0.8 mm, а при образец 3.3 - "началото" на следата е на 3.6 mm под обработваната повърхност, а височината й е приблизително 0.4 mm.

**Извод:** Въз основа на направените микротомографски изследвания може да се заключи, че обработката на образец 3.3 е по-добра – оставените следи от обработващият инструмент са послабо изразени и по-плитки в сравнение с тези при образец 2.4.

Направените до момента експерименти не дават бездефектна структура. Това налага да се проведат допълнителни експерименти при същите интервали на промяна на параметрите, но при обратна посока на въртене на инструмента.

Целта е преди започване на експериментите за получаване на хибридни равновесни композити, да постигнем режим на обработка, при който има бездефектна структура, гладка повърхност и максимална средна твърдост на обработената зона (известно е, че има връзка между твърдостта и якостта - уравнението на Hall–Petch).

# Експеримент 4. Обработка с триене и размесване (ОТР) на Al 6061 T651

При този експеримент са запазени параметрите от предходния (Фиг. 45), като е променена единствено посоката на въртене на инструмента – а именно обратно на часовниковата стрелка (CCW).

На Фиг. 46 е представена експерименталната планка, на която се виждат обработените участъци с 16 различни режима. На Фиг. 47 е показан начинът на разрязване на планката за получаване на образци за металографско изследване и измерване на твърдост.

A 6061 6=12 mm



Фиг. 45



Фиг. 46



Фиг. 47

#### Макроструктурно изследване

На Фиг. 48 а до h са показани макроснимки последователно от предна страна и от задна страна на структурата в зоната на обработената повърхност при различни режими. Установено е бездефектно състояние на обработените зони и липса на МДЗ.

На Фиг. 48 а и b е представен образец за изследване (отпред и отзад), в който са разположени участъци с режими на обработка 1.1, 1.2, 1.3 и 1.4, като индекса 1- е постоянна скорост на обработка – 15 mm/min и 4 различни скорости на въртене на инструмента – 900, 1100, 1300, 1500 грт.

На Фиг. 48 с и d е представен образец за изследване (отпред и отзад), в който са разположени участъци с режими на обработка 2.1, 2.2, 2.3 и 2.4, като 2- е постоянна скорост на обработка – 30 mm/min и 4 различни скорости на въртене на инструмента – 900, 1100, 1300, 1500 грт. и аналогично за останалите още две скорости на обработка – 45 и 60mm/min са представени на Фиг. 48е и f ; 48 g и h. При този експеримент, поради това че образците са обработени при реверсивно движение на инструмента пред цифровото означение е поставена буквата "R".



Фиг. 48а



Фиг. 48b



Фиг. 48с



Фиг. 48d



Фиг. 48е



Фиг. 48f



Фиг. 48g



Фиг. 48h

## Микроструктурни изследвания

Микроструктурните изследвания са проведени в зоните номерирани по представената на Фиг. 49 схема. В началото на означението стои индикация за режима при който е проведена обработката. След буквата "P" цифрата показва къде е позицията на зоната, в която е направена снимката, а цифрата преди означението "X" увеличението на микроскопа.



Фиг. 49

Поради големия общ брой на снимките по-долу са представени само някои характерни за отделните зони. Алуминиевата сплав А 6061 Т651 е термообработена. По-високата и твърдост от тази на чистия алуминий се дължи на отделянията след термообработка от Mg<sub>2</sub>Si, при което се получава така наречения "пининг ефект".



Фиг. 50

В долната дясна част на снимката на Фиг. 50 се вижда едрозърнестата структура на основния незасегнат от размесването и термичното влияние метал (R1.1 P1 10X) в структурата, на който се наблюдават отделянията от Mg<sub>2</sub>Si (тъмните точкообразни образувания). Вляво нагоре потъмният триъгълник е размесената по-дребнозърнеста зона.



Фиг. 51

Слоевете на снимката от Фиг. 51 са известни под наименованието "лучени люспи" и са следи от наслояването на материала в процеса на обработка при всеки един оборот на въртене на инструмента (образец R2.2 P5 5X).



Фиг. 52

Изображението на Фиг. 52 е от центъра на размесената зона Р5 при увеличение X100 от режим на обработка R1.4, а именно линейна скорост на обработка 15mm/min и обороти на въртене на инструмента 1500rpm.



Фиг. 53

Долната граница между размесената зона на образец R4.4 (позиция P9) и основния метал от страната на излизане на инструмента (Фиг. 53) е размита, а съответната граница от страната на навлизане на инструмента (позиция P7, Фиг. 54) е ясно изразена.



Фиг. 54

#### Измерване на микротвърдост HV

Проведено е измерване на микротвърдост на образците обработени при реверсирано движение на инструмента (въртене на инструмента обратно на посоката на часовниковата стрелка). На всяка ивица са разположени по 4 зони обработени при различни режими съгласно плана за ОТР. Микротвърдостта HV е измерена с микротвърдомер Micro Duromat (Reichert-Jung) при зададено натоварване 20 gf, време за достигане на натоварването 10s и време на задържане под товар 10s. Резултатите от измерването на микротвърдост за тези образци са дадени в таблица 8, а средната стойност на микротвърдостта на основния метал е 73 kgf/mm<sup>2</sup>, получена като средна стойност от 5 измервания: 69,5; 69,5; 73,1; 80,6; 72,2  $\Sigma$ = 364,9 Средно 72,98 = 73 kgf/mm<sup>2</sup>

Таблица 8

Образец	Микротвърдост HV0,02/10/10, kgf/mm <sup>2</sup>
	Под повърхността: 62.1
R1-1	По средата: 65.3
	В основата: 51.4
	Под повърхността: 73.6
R1-2	По средата: 68.4
	В основата: 66.7
	Под повърхността: 74
R1-3	По средата: 68.9
	В основата: 68.9
	Под повърхността: 71.5
R1-4	По средата: 70.8
	В основата: 72.4
	Под повърхността: 74.6
R2-1	По средата: 59.6
	В основата: 61.5
	Под повърхността: 65.0
R2-2	По средата: 54.2
	В основата: 59.4

	Под повърхността: 73.7						
R2-3	По средата: 66.8						
	В основата: 63.01						
	Под повърхността: 63.4						
R2-4	По средата: 62.8						
	В основата: 73.6						
	Под повърхността: 67.6						
R3-1	По средата: 67.6						
	В основата: 67.6						
	Под повърхността: 59.6						
R3-2	По средата: 58.3						
	В основата: 59.6						
	Под повърхността: 63.9						
R3-3	По средата: 64.8						
	В основата: 59.6						
	Под повърхността: 63.7						
R3-4	По средата: 70.9						
	В основата: 72.8						
	Под повърхността: 73.6						
R4-1	По средата: 81.3						
	В основата: 72.5						
	Под повърхността: 59.1						
R4-2	По средата: 64.4						
	В основата: 73.5						
	Под повърхността: 65.1						
R4-3	По средата: 65.1						
	В основата: 67.9						
	Под повърхността: 53.1						
R4-4	По средата: 59.3						
	В основата: 66.6						

#### Извод:

Въртенето на инструмента в посока обратна на часовниковата стрелка (CCW) дава бездефектна структура и по-високи стойности на твърдостта. Режимът на обработка с най-висока средна твърдост (75,8 kgf/mm<sup>2</sup>) на размесената зона е R4.1 – 900rpm /60 mm/min.

Избираме да използваме този режим при по-нататъшните експерименти за получаване на неравновесни хибридни композити (ХНК)

# **II.** ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 2

Дейностите по РП2 включват производство на неравновесни композити, организиране на планиран експеримент. Проектиране и изрязване на образци за различните изследвания и изпитвания. Оценяване на механичните свойства, корозионни и трибологични изпитвания.

## II.1. Експеримент 5. Планиране на експеримента

ОТР дава възможност в структурата на пластични сплави на алуминиева, медна и други основи, да бъдат въведени под формата на прахове, керамични или метални частици, които се размесват, взаимодействат и придават нови свойства на ХНК.

Поради това, че взаимодействието става в пластично състояние, при минимално количество енергия, въведена в материала посредством механичното въздействие на щифта и рамото на инструмента се избягват някои недостатъци, характерни за процесите, които протичат със стопяване, а именно не се получават крехки метастабилни фази.

В настоящия експеримент Zn е с по-ниска температура на топене от Al сплав, а Ti е с по-висока, при което се проследява взаимодействието и се прави сравнение на въздействието им върху свойствата на XHK Избирано е да се варира концентрацията на добавяния прах, при постоянни параметри на режима и да се следи промяната на твърдостта, якостта, трибологичните показатели и корозионната устойчивост.

За създаване на ХНК се използва планка с дебелина 12mm от сплав А 6061 Т651 и като добавъчен материал се въвежда Zn или Ti на прах като уякчаващи частици.

За да се осъществи точно дозиране на въвеждания титанов или цинков прах за получаване на композитен слой посредством ОТР се използва тегловен метод. В подготвен за целта образец (Фиг. 55) от алуминиева сплав с размери 6X12X100mm са пробити 10 отвора със свредло Ø2mm на дълбочина 2mm. Върха на използваното свредло е на 0,7mm спрямо цилиндричния участък (измерването е проведено с помощта на микроскоп). Извършени са измервания на теглото на количеството Zn и Ti прах, което се вмества в 10 -те отвора при пресоване с една и съща сила 5kg със специално изработен за целта инструмент. Той представлява поансон от шлифована калибрована тел от инструментална стомана, която е разположена в отвор на тръбно рамо, към чиито стени се притиска с пружина. Усилието на притискане се регулира с винт. За да се гарантира повторяемост на резултатите отворите в образеца, а впоследствие и в планките за обработващ център HURKO с висока точност. Извършено е претегляне на образеца първоначално и след запълването с цинков прах и неговото пресоване на всеки следващ отвор Табл. 9.

Използвана е аналитична везна "Sartorius" с клас на точност М1 и разделителна способност d=0,00001. Определено е, че средното тегло на Ті прах, което се помества в един отвор от 10 измервания е 0,01732g, а средното тегло на Zn прах, което се помества в един отвор от 10 измервания е 0,03246g Табл. 9.

Заготовка	1 отв.	2 отв.	3 отв.	4 отв.	5 отв.	6 отв.	7 отв.	8 отв.	9 отв.	10 отв.		
Прах Ті												
19,359	19,3748	19,391	19,406	19,423	19,44	19,4584	19,4776	19,4944	19,514	19,5322	Сума	0,1732
	0,0158	0,0162	0,015	0,017	0,017	0,0184	0,0192	0,0168	0,0196	0,0182	Средно	0,01732
Прах Zn												
19,3586	19,3922	19,4218	19,4565	19,4918	19,5236	19,5579	19,5896	19,6209	19,6574	19,6832	Сума	0,3246
	0,0336	0,0296	0,0347	0,0353	0,0318	0,0343	0,0317	0,0313	0,0365	0,0258	Средно	0,03246



Фиг. 55

На базата на предварителните експерименти е избран режим на ОТР, при който се достига до най-висока твърдост на обработения с ОТР слой – а именно обороти на въртене – 900 оборота в минута и линейна скорост на обработка – 60 mm/min режим 4.1 показан като макроструктура на най-левите изображения на фиг. 48g и фиг. 48h.

За този режим на обработка сечението на размесената зона е близко по форма до трапец с голяма основа 13 mm, малка основа 5 mm и височина 4 mm. Площта на това сечение е  $36 \text{ mm}^2$ . Обема на обработената зона е равен на  $36*180 = 6480[\text{mm}^3] = 6,48[\text{cm}^3]$  (180 mm е дължината на обработената зона). При плътност на алуминиевата сплав А 6061 2,7[g/cm<sup>3</sup>] масата на обработения участък е 17,496[g]. За концентрация 2 wt % от масата на размесената зона се получава 17,496\*0,02 = 0,3499 [g], които следва да бъдат въведени в цялата размесена зона. Броят на отворите с оглед на средното тегло на праха в един отвор е:

- 1. За композити с Ті прах
- за концентрация 2% от теглото на размесената зона 0,3499 : 0,01732 = 20,2 бр. отвори разположени на междуосово разстояние 180/19= 9,47 mm.
- концентрация 4% разстоянието между отворите е 4,74 mm.
- концентрация 6% 3,16 mm.
- 2. За композити с Zn прах
- за концентрация 2% от теглото на размесената зона 0,3499 : 0,03246 = 10,78 бр. отвори разположени на междуосово разстояние 180/10= 18 mm.
- концентрация 4% разстоянието между отворите е 9 mm.
- концентрация 6% 6 mm.

На фиг.56 е представен процеса на създаване на ХНК чрез ОТР, а на фиг.57 външния вид на

Таблина 9

обработената планка.



Фиг. 56



Фиг. 57

# ИДЕНТИФИКАЦИЯ НА ОБРАЗЦИТЕ

#### Таблица 10

Означение	Уякчаващ	Концентрация,	Скорост на	Скорост на				
на образеца	прах	wt %]	обработка,	въртене,				
			mm/min	rpm				
1	Ti	2%	60 (0)	900 (0)				
2	Ti	4%	60 (0)	900 (0)				
3	Ti	6%	60 (0)	900 (0)				
7	Zn	2%	60 (0)	900 (0)				
8	Zn	4%	60 (0)	900 (0)				
9	Zn	6%	60 (0)	900 (0)				
	Референтен опит без прахове							
13	0	0	60 (0)	900 (0)				

На Фиг. 58 е показана схема на изрязване на образците за:

- Металографски анализ;
- Томографски анализ;
- Изпитване на твърдост;
- Трибологични изпитвания;
- Механични изпитвания;
- Корозионни изпитвания.



Фиг. 58

Изрязването е осъществено чрез водно рязане и обработващ център с охлаждане, а оформянето чрез фрезоване с универсални и специализирани инструменти.

## II.2. Измерване на микротвърдост

За измерване на микротвърдост са дадени 7 бр. образци с номера 1, 2, 3, 7, 8, 9 и 13, в зоната на обработка на които се формира ХНК. Образците са подготвени, като са опаковани в акрилна смола, шлайфани са на шкурки до №1200 и механично полирани с диамантена паста. Проявени са с разтвор на Keller. Микротвърдостта е измерена с микротвърдомер MicroDuromat (Reichert-Jung) при зададено натоварване 20 gf, време за достигане на натоварването 10s и време на задържане под товар 10s. За всеки образец в зоната на обработка са направени 9 измервания (в двата края на зоната и по средата ѝ) – 3 под повърхността на образеца, 3 – в средната част на зоната и 3 - в "долната" част (най-близо до сърцевината на образеца). Резултатите от измерването на микротвърдост за всички образци са дадени в таблица 11:

						Таблица 11
Номер						Измен. спрямо
на	Местоположение	1	2	3	Средно	образец. без
образец						УФ, %
1	Под повърхността	62,1	68,5	65,2	65,27	6,8
	По средата	53,7	57,4	53,6	54,9	-5,5
	В основата	56,5	56,9	58,7	57,37	0,1
2	Под повърхността	64	72,7	73,6	69,9	14,4
	По средата	53,3	58,1	62,4	57,9	-0,3
	В основата	61,1	59,4	68,4	63,0	9,9
3	Под повърхността	89,6	240,1	81,7	137,1	124,4
	По средата	103,5	176,2	82,5	120,7	107,7
	В основата	62,3	72,4	73,9	69,5	21,3
7	Под повърхността	49,9	68	78,6	65,5	7,2
	По средата	59,6	65,6	70,7	65,3	12,4
	В основата	57,7	62,6	67,9	62,7	9,4
8	Под повърхността	80,1	120,1	97,7	99,3	62,5
	По средата	127	121	121,1	123,0	111,7
	В основата	108,7	85,9	96	96,9	69,1
9	Под повърхността	92,2	139,3	106,4	112,6	84,3
	По средата	112	109,7	67,4	96,4	65,9
	В основата	65,7	82,9	74,8	74,5	30,0
13	Под повърхността	50,1	66,7	66,5	61,1	0
образец.	По средата	65,8	55,7	52,7	58,1	0
без УФ	В основата	57,6	57,7	56,7	57,3	0

Средната стойност на микротвърдостта на основния метал е 73 kgf/mm<sup>2</sup>.

На Фиг. 59 са показани 3 от отпечатъците от измерване на микротвърдост на образец 3.







Фиг. 59

# Изводи:

- 1. Образецът от ХНК с най-равномерна зона на обработване, без празнини и без агломерирали частици, е номер 7 (2%Zn).
- 2. Образци от ХНК с равномерна зона на обработване и агломерирали частици са с номера 2, 4 и 8.
- 3. Образци от ХНК с наличие на празнини (кухини) в зоната на обработване, както и агломерирали частици, са с номера 3, 5 и 9.
- 4. Образец от ХНК 1 се характеризира с плитка зона на обработване с неправилна форма и агломерирали частици.
- 5. Най-високи стойности на микротвърдостта в зоната на обработване в сравнение с микротвърдостта на основния метал са измерени при образци от ХНК с номера: 3 (6%Ti,), 8 (4%Zn,) и 9 (6%Zn,).

#### II.3. Компютърно томографски анализ на образците

Компютърно томографски анализ (СТ) е направен чрез микротомограф SkyScan 1272, Bruker. Микротомографът е предназначен за експресно и безразрушително изследване на порести метални и неметални пени и изделия от тях, повърхностни и обемни пукнатини, получени при работа или различни изпитвания на мехатронни компоненти и др. Получава се детайлна информация за наличието на различни по плътност фази в обема на изследвания материал, геометрични характеристики на фази с неправилна форма и тяхната структура, процентно съдържание на обща, отворена и затворена порестост, и процентно разпределение на порите с различни диаметри в обема на материала. Специално разработената оптична система и методика за измерване позволява изследванията да се провеждат с висока резолюция при различни по размер и геометрия пробни тела.

Първоначално всеки един от образците се позиционира в микротомографа чрез използване на подходящ държач, след което се избира режим за пролъчване (разделителна способност, филтър, стъпка на пролъчване и т.н.). След изчистване на шума се стартира пролъчването на образеца, след приключване на което се прави реконструкция на образеца (софтуер NRecon v. 1.7.4.2), при която получените рентгенови проекции се "сглобяват" и се получава цифров модел на образеца. С помощта на софтуер CTVox v.3.3.0r1403 се получава визуализация на образеца, като може да бъде разгледан от всички страни, както и да се получат разрези в различни сечения. За изчисляване на различни геометрични параметри се използва софтуер CTAn v.1.18.8.0.

В таблица 11 са дадени избрани визуализации на пролъчените образци от ХНК при различна пространствена ориентация (координатната система е в долният ляв ъгъл), както и в напречно и едно от надлъжните сечения, получени след обработка със софтуер CTVox:

# Таблица 11









Представа за мащаба е дадена с маркерите за размери на всяко от изображенията.

# Образец от ХНК 1 (2%Ті)

Характеризира се с плитка зона на обработване с неправилна форма. Наблюдава се агломерация на по-плътни частици, чиято дълбочина е измерена чрез софтуер CTAn и започва от повърхността до дълбочина 1.6mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 60a). Дълбочината на зоната е 2.4 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 60b).



Фиг. 60. Зона на обработване на образец 1

# Образец от ХНК 2 (4%Ті)

Характеризира се със зона с правилна (трапецовидна) форма на обработване. Наблюдава се агломерация на по-плътни частици в "дясната" част на зоната, чиято дълбочина е измерена чрез софтуер СТАп и започва от дълбочина 0.6 mm до дълбочина 1.8 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 61а). Дълбочината на зоната е 4 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 61b).





#### Образец от ХНК 3 (6%Ті)

Характеризира се със зона с неправилна форма на обработване. Освен, че се наблюдава агломерация на по-плътни частици в зоната, се наблюдават и празнини. Чрез софтуер СТАп са измерени началото на празнините – 0.7 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 62а), края на празнините – 1.9 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 62), и дълбочината на зоната - 4.00 mm спрямо горния край на образеца (Фиг. 62с).



Фиг. 62. Зона на обработване на образец 3

# Образец от ХНК 4 (2%Ті)

Характеризира се със зона с правилна (трапецовидна) форма на обработване. Наблюдава се агломерация на по-плътни частици, чиято дълбочина е измерена чрез софтуер СТАп и започва от повърхността до дълбочина 2.2 mm спрямо горния край на образеца (Фиг. 63). Дълбочината на зоната е 4 mm спрямо горния край на образеца.



Фиг. 63. Зона на обработване на образец 4

#### Образец от ХНК 5 (4%Ті)

Характеризира се с правилна, макар и недобре оформена, зона на обработване. Освен, че се наблюдава агломерация на по-плътни частици в зоната, се наблюдават и празнини. Чрез софтуер СТАп са измерени началото на празнините – 1.2 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 64а), края на празнините – 2.2 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 64b), и дълбочината на зоната - 4.00 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 64c). Агломериралите частици са от повърхността до 2.2 mm спрямо горният край на образеца.



Фиг. 64. Зона на обработване на образец 5

## Образец от ХНК 7 (2%Zn)

Характеризира се със зона с правилна (трапецовидна) форма на обработване. Не се наблюдава агломерация на частици, които явно са разпределени равномерно в зоната на обработване. Дълбочината на зоната, измерена чрез СТАп, е 4 mm спрямо горния край на образеца (Фиг. 65).



Фиг. 65. Дълбочина на зоната на обработване на образец 7

# **Образец от ХНК 8 (4%Zn)**

Характеризира се със зона с правилна (трапецовидна) форма на обработване. Наблюдава се агломерация на по-плътни частици, чиято дълбочина е измерена чрез софтуер СТАп и започва от дълбочина 1.5 mm спрямо горният край на образеца до дълбочина 1.7 mm спрямо горният край на образеца. Дълбочината на зоната е 3.7 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 66).



Фиг. 66. Дълбочина на зоната на обработване на образец 8

#### Образец от ХНК 9 (6%Zn)

Характеризира се с правилна (трапецовидна) зона на обработване. Освен, че се наблюдава агломерация на по-плътни частици в зоната, се наблюдават и празнини. Чрез софтуер СТАп са измерени началото на празнините – 2.2 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 67а), края на празнините – 2.9 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 67b), дълбочината на зоната - 4.1 mm спрямо горният край на образеца (Фиг. 67c). Агломериралите частици са съсредоточени от дълбочина 1.6 mm до 2.7 mm спрямо горният край на образеца.



Фиг. 67. Зона на обработване на образец 9

#### Образец 13 (референтен)

Не се наблюдава оформена зона на обработване, а само "пътечка" като резултат от обработващият инструмент. Такава "пътечка" се открива и при останалите образци, изследвани чрез метода на томографията.

#### **II.4.** Механични изпитвания

Образците от ХНК предназначени за изпитване на опън са подготвени съгласно стандарт ASTM E8, с номера - серии 1, 2, 3, 7, 8, 9, 13 по три образеца от всеки вид, с изкл. на № 3 – два броя и №2 – един брой.

За изпитването е използвана хидравлична машина Zwick-Roell HA-250 съоръжена с 100 kN челюсти за захващане. Деформацията е измерена с екстензометър Sandner EXA 25-2.50 с 25mm базова дължина. Измерванията са проведени с изключително висока прецизност, благодарение на най-съвременния хардуер и софтуер на апаратурата и система за регистрация на данните.

Определянето на якостта на опън за всяка серия са по стандарт ISO 6892 – част 1 и показани на фигурите по-долу.



Фиг. 68. Опънова диаграма на образец 1



Фиг. 69. Опънова диаграма на образци серия 2



Фиг. 70. Опънова диаграма на образци серия 3



Фиг. 71 Опънова диаграма на образци серия 7



Фиг. 72 Опънова диаграма на образци серия 8



Фиг. 73 Опънова диаграма на образци серия 9



Фиг. 74 Опънова диаграма на образци серия 13



Фиг. 75. Опънова диаграма за съпоставка на всички серии образци от ХНК

Числовите стойности на механичните характеристики са представени в Табл. 12.

Таблица 12

Означение на	Образец	Е	Rp <sub>0.2</sub>	Rp <sub>0.5</sub>	Re <sub>H</sub>	R <sub>m</sub>
образеца от	N⁰	GPa	MPa	MPa	MPa	MPa
ХНК						
1.1	18	65,6	120	135	-	174
1.2	19	67,9	112	125	-	133
1.3	20	69,7	110	132	-	166
2.4	21	56,5	-	124	129	128
3.1	1	59,4	106	109	-	111
3.2	2	64,3	121	123	-	124
7.1	3	67,2	144	165	-	190
7.2	4	72,4	139	155	-	178
7.3	5	73,1	148	167	-	191
8.1	6	60,8	119	129	-	132
8.2	7	67,3	147	161	-	163
8.3	8	55,9	79	66	-	81
9.1	9	57,0	122	119	-	125
9.2	10	56,0	109	103	-	110
9.3	11	68,4	-	68	111	87
13.1	12	79,4	122	137	-	185
13.2	13	82,3	123	138	-	188
13.3	14	73,0	119	135	-	185

# Изводи

Най-добри якостни показатели показват образци серия 7 със средна якост  $R_m = 186,3$  MPa и серия 13 със средна якост  $R_m = 186$  Mpa.

Понижени резултати показват серии 3, 8 и 9.

В ломовете на серия 13 не се виждат дефекти. Ломовете на другите серии имат видими дефекти, които са причина за получените графики и понижени якостни показатели.

# II.5. Корозионни изпитвания

Изследвано е корозионното поведение на ХНК на базата A6061, с уякчаваща фаза (УФ) от Zn и Ti прах, получени чрез обработка чрез триене и размесване.

1. Изпитване за интеркристална корозия (ИИК), съгласно ASTM G67

Мярка за чувствителност към интеркристална корозия по този метод е загубата на маса на единица площ на образците за изпитване след потапяне в концентрирана азотна киселина при 30°C за 24 часа.

А) Необходима апаратура, реактиви и образци за изпитване:

- Неметални индивидуални контейнери, подходящи за работа с азотна киселина. Образците се разполагат в контейнера така, че нито една от основните повърхности да не е в пълен контакт със стените на контейнера. Контейнерът не трябва да е плътно затворен;
- Разтвор на азотна киселина (HNO<sub>3</sub>) със специфично тегло 1,40;
- Натриев хидроксид (NaOH), използван за ецване на образците;
- HNO<sub>3</sub> за обезмасляване на образците;
- Дебелина на образците до 25mm, като се запазва оригинална повърхност във вида, в който е произведена. На изпитване се подлагат по два образеца от всяка проба.

В) Процедура на изпитване:

Всички ръбове се заглаждат с фина пила или фина шкурка (320);

Образците се оразмеряват и по трите измерения с точност до 0,02 mm и се изчислява общата повърхност;

Преди тестването пробите преминават през следната пробоподготовка:

1) потапяне в 5 % разтвор на NaOH при 80°С за 1 минута, последвано от изплакване с вода;

2) 30-секундно потапяне в разредена HNO<sub>3</sub> изплакване с вода;

3) изсушаване на въздух;

Пробите се претеглят с точност  $\pm 0,1$  mg и се потапят в тестовия разтвор за 24 часа;

Пробите се изплакват с вода, като се четкат с твърда пластмасова четка с косъм до премахване на всички полепнали частици.

Изсъхналите образци се претеглят с точност ± 0,1 mg и се определя загубата на маса. Процедурата по почистването се повтаря до постоянно тегло в съответствие с практика ASTM G 1. Загубата на маса на единица площ се изразява, като mg/cm<sup>2</sup> и се закръглява до най-близкото цяло число.

## С) Резултати

Получените резултати за загубата на маса и съответната им неопределеност на изпитваните образци от ХНК са представени в таблица 13 (Загуба на маса [mg/cm<sup>2</sup>] на хибридни неравновесни композити на базата А6061 усилени с прахове от Ті и Zn с концентрации – 2, 4 и 6 mass%).

#### Таблица 13

№ на образеца от ХНК	Съдържание на уякчаващия прах [mass. %]	Загуба на маса [mg·cm <sup>-2</sup> ]	Оценка съгласно ASTM G67
1	2% Ti	$2,21 \pm 0,4$	Устойчиви
2	4% Ti	$2,47 \pm 0,5$	Устойчиви
3	6% Ti	$1,72 \pm 0,3$	Устойчиви
7	2% Zn	$3,46 \pm 0,4$	Устойчиви
8	4% Zn	$3,58 \pm 0,4$	Устойчиви
9	6% Zn	$9,08 \pm 0,6$	Леко чувствителни
13	0	$1,67 \pm 0,3$	Устойчиви

# Изводи

Получените резултати за загубата на маса на изследваните образци от ХНК и референтния образец, съгласно стандартната практика на ASTM G67, показват, че всички образци са устойчиви на ИКК (загуба на маса между 1÷8 mg·cm<sup>-2</sup> с неопределеност на измерването 0,2 ± 3,9 mg·cm<sup>-2</sup>). Само образец № 9, съдържащ 6 mass. % Zn, показва загуба на маса 9.08 mg·cm<sup>-2</sup>, превишаваща допустимата по ASTM G67, което означава, че е чувствителен към ИКК.

Най-висока устойчивост към ИКК (най-малка загуба на маса) е регистрирана при образец № 13 базова сплав А6061 -1.67 [mg·cm<sup>-2</sup>], а най-ниска устойчивост към ИКК (най-голяма загуба на маса) при образец № 9 – 9.08 [mg·cm<sup>-2</sup>] (съдържаща 6 mass% Zn). Серията образци, съдържащи 2, 4 и 6 mass. % Ti, показва по-малка загуба на маса в сравнение със серията образци съдържащи 2, 4 и 6 mass. % Zn.

При серията хибридни неравновесни композити на базата A6061, усилени с прах от Ti, образец № 3 показва най-висока устойчивост към ИКК (най-ниска загуба на маса), която е почти еднаква с тази на базовата сплав A6061 (образец №13).

При серията от ХНК на базата A6061, усилени с прах от Zn, се забелязва общо понижение на устойчивостта към ИКК (повишение на загубата на маса) като при образец № 9 с 6 mass % Zn устойчивостта е най-ниска. При него загубата на маса е пет пъти по-голяма от тази при базовата сплав A6061 и образеца, усилен с 6 mass% Ti.

Извършена е и визуална оценка на проникване на ИКК след корозионния тест. На Фиг. 43 са представени снимки от микроскопско наблюдение на образците от хибридни неравновесни композити на базата A6061, след изпитване чрез потапяне в к. HNO<sub>3</sub> киселина за 24 часа.



а. Образец 13



b. Образец 1



е. Образец 7



с. Образец 2



f. Образец 8





d. Образец 3
д. Образец 9
Фиг. 76. Снимки на напречно сечение на образците след изпитване на ИКК

Микроскопските наблюдения след изпитването за ИКК потвърждават резултата от тегловните изпитвания. На снимките на образец 13 (Фиг.76а) не се наблюдава корозионно проникване в дълбочина или изронване на зърна. Повърхността е гладка без корозионни изменения. На фигурите 76b, c, d, на които са представени снимки от оптичното микроскопско наблюдение на образците, усилени с 2, 4 и 6 mass.% прах от Ті, не се забелязват корозионни изменения, характерни за ИКК. Повърхността е гладка без корозионно проникване в дълбочина и изпадане

на зърна. Металографският анализ потвърждава резултатите от тегловното изпитване за ИКК. На Фиг. 76e, f, g са представени снимки от оптичното микроскопско наблюдение на образците, усилени с прах от Zn след изпитване чрез потапяне в к. HNO<sub>3</sub>.

При образците, усилени с 2 и 4 mass % прах от Zn (Фиг. 76е, f) се наблюдават незначителни повърхностни изменения. На отделни места има участъци с по-груб релеф на повърхността, което най-вероятно се дължи на обработката чрез ОТР и едрината на Zn прах. В тези участъци няма проникване на ИКК в дълбочина. При пробата с 6 mass% Zn (Фиг. 76g) повърхността е силно набраздена, има плитко изронване на зърна, което най-вероятно се дължи на развитие на ИКК.

# 2. Чувствителност към питингова корозия на хибридните неравновесни композити на базата A6061, усилени с прах от Zn и Ti.

За изследване на чувствителността към питингова корозия са проведени циклични потенциостатични корозионни изпитвания в триелектродна клетка в среда на 3,5 % NaCl при стайна температура. Работният електрод е изработен от образец с работна повърхност от 1 cm<sup>2</sup> полирана с диамантена паста от 1  $\mu$ m до огледана повърхност. Като сравнителен електрод е използван Ag/AgCl, а контра електрод – стандартен Pt електрод. Използван е Потенциостат Autolab PG204 и софтуер NOVA 2.1. Определен е ОСР (потенциал на отворената верига) при 10 мин. стабилизация. Потенциодинамичните криви са записани в условия на скорост на сканиране 1mV/s със стартов потенциал от -0.5V измерен срещу ОСР до +1.0V измерен срещу Ag/AgCl. A) Резултати

В таблица 14 (Резултати от цикличния поляризационен тест на образците в 3,5% NaCl) са представени основните електрохимични характеристики: ОСР - потенциал на отворената верига, Есогт - корозионен потенциал, Ерt - питингов потенциал и Егр - потенциал на репасивация, получени от поляризационните криви. На базата на стойностите на получените резултати се правят изводи за възникването и механизма на развитие на питинговата корозия.

Таблица 14

Образец	OCP [V]	Ecorr, [V]	Ept, [V]	Erp, [V]
N⁰				
1	-1,042	-0,662	-0,568	-0,720
2	-0,868	-0,769	-0,573	-0,716
3	-0,699	-0,655	-0,558	-0,712
7	-0,962	-0,952	-0,877	-0,942
9	-0,969	-0,970	-0,894	-0,967
13	-0,703	-0,640	-0,575	-0,714

На Фиг. 44 са представени поляризационните криви на образците от хибридни неравновесни композити на базата A6061, усилени с прах от Zn и Ti, както и на базовата сплав A6061.



Фиг. 77

Цикличните поляризационни криви на образците от ХНК, съдържащи Ті с №№1, 2, 3 и на базовия образец №13 показват ясно изразен положителен хистерезис с добре изразен контур, следствие от рязкото нарастване на корозионния ток, което е доказателство за развитие на питингова корозия. Поляризационните криви на образци №7 и №9, съдържащи 2 и 6 mass.% Zn, също имат положителен хистерезис, но с по-тясна зона на контура на хистерезиса. Това се дължи на малката разлика между Еріt и Егр, което показва, че нови питинги не се зараждат и във времето се образува по-устойчив защитен оксиден филм върху материала.

При композитите уякчени с 2, 4 и 6 mass% Ti, хистерезисът е по-широк от този на композитите уякчени с 2 и 6 mass% Zn. Това се дължи на по-голямата разлика между Epit и Erp и е признак за образуване на голям брой повърхностни питинги, което се потвърждава и от по-положителните потенциали Ecorr (Табл.14).

От направените корозионни изследвания на хибридните неравновесни композити на базата на A6061, усилени с прах от Zn и Ti може да се направят следните заключения:

- Хибридни неравновесни композити на базата на A6061, усилени с прах от Zn и Ti са устойчиви на интеркристална корозия, с изключение на образеца, съдържащ 6 mass. % Zn;
- Хибридни неравновесни композити на базата на A6061 усилени с прах от Zn и Ti, са чувствителни към питингова корозия;
- Базовата сплав A6061 има най-нисък корозионен потенциал Ecorr (-0,640V), съизмерим с тези на хибридните неравновесни композити усилени с 2 и 6 mass. % Ti (-0.662V и -0.655V), за разлика от тези на хибридните неравновесни композити съдържащ 2 и 6 mass % Zn (-0.952V; -0.970V). Тези стойности на корозионните потенциали показват, че корозионния процес при композитите има микрогалваничен механизъм т.е. определя се от това дали дадена фаза ще има катодно или анодно поведение спрямо анодната алуминиева матрица.
#### **II.6.** Трибологични изпитвания

Изследвани са образци от XHK на базата на сплав A6061 с Ti (2, 4, 6 wt. %) и XHK с Zn (2, 4, 6 wt. %). Всеки един от изследваните образци е с размери  $\emptyset$  = 8 mm и H = 12 mm.

1. Подготовка на образците за изпитване

Преди да бъдат проведени експериментите образците са почистени с обезмаслител.

- 2. Използвано оборудване
  - a. Трибологична инсталация DUCOM PIN/BALL ON DISC TESTER TR-20 за определяне на коефициента на триене.
  - b. Аналитична везна BoecoBAS32 Plus с автоматична вътрешна калибровка (точност на измерването 0,1 mg) за отчитане на масовото износване.
  - с. Противотяло от стомана клас EN-31 с твърдост 62 HRC.
- 3. Методика на изследването
  - a. Образците са изпитани на трибологична инсталация DUCOM PIN/BALL ON DISC TESTER TR-20 по метода Pin on Disk (Палец-диск) според стандарта ASTM G99
  - b. Повърхността на всеки един образец е полирана
  - с. Преди да започне изследването се измерва началната маса на всеки образец с аналитична везна Boeco BAS32 Plus с точност 0.1 mg, като предварително образците се почистват със обезмаслител.
  - d. Всеки образец се поставя в държача на трибологичната инсталация, натоварва се с товар Р= 30 N и изминава път на триене S = 313 m по сухата повърхност на противотяло от стомана клас EN-31 с твърдост 62 HRc, което е почистено с обезмаслител.
  - е. След приключване на експеримента образеца се сваля от държача на инсталацията, почиства се с обезмаслител и се измерва крайната му маса, с цел определяне на масовото износване. Масовото износване се получава като разлика между началната и крайна маса на тестовия образец.
  - f. Софтуер обработва снетите данни от датчика за сила на триене от трибологичната инсталация и пресмята коефициента на триене. Коефициента на триене µ за всеки образец се определя по закона:

$$\mu = \frac{T}{P}$$

чрез измерване на силата на триене T за определено натоварване P при еднакви условия на сухо триене.

4. Условия на провеждане на трибологичните изследвания.

Образците са изпитани на трибологична инсталация DUCOM PIN/BALL ON DISC TESTER TR-20 по метода Pin on Disk (Палец-диск) при следните условия:

- а. Скорост на въртене на противотялото 0.524 m/s.
- b. Натоварване 30 N.
- с. Път на триене 313 m.

N⁰	УΦ,	mm/min	rpm	Коеф,	Среден	Масово	Ср, масово
	wt.%			на	коеф, на	износване,	износване,
				триене	триене	mg	mg
11				0,472		1,9	
111				0,509		1,1	
12	Ti 2	60 (0)	900	0,529	0,499	2,3	1,83
122	wt.%		(0)	0,507		1,1	
13				0,460		1,9	
132				0,515		2,7	
21				0,428		1,5	
22	Ti 4	60 (0)	900	0,543	0,494	1,6	1,53
23	wt.%		(0)	0,512		1,5	
31				0,474		2,3	
32	Ti 6			0,499		0,5	
<b>3</b> <sub>3</sub>	wt.%	60 (0)	900	0,512	0,494	1,8	1,56
322			(0)	0,489		1,9	
332				0,498		1,3	
$M_1$				0,492		2,2	
<b>M</b> <sub>2</sub>	—	60 (0)	900	0,465	0,494	1,8	1,96
M3			(0)	0,526		1,9	

Сухо триене при стайна температура.

Таблица 15 са поместени резултатите от трибологичните изследвания на образците.

## Таблица 15

71				0,421		1,6	
7 <sub>12</sub>				0,566		0,8	
72	Zn 2	60 (0)	900	0,369	0,449	2,5	1,62
722	wt.%		(0)	0,490		1,7	
73				0,401		1,5	
81				0,453		2,0	
812				0,509		1,3	
82	Zn 4	60 (0)	900	0,517	0,508	1,1	
822	wt.%		(0)	0,506		1,4	1,23
83				0,506		0,5	
832				0,557		1,1	
<b>9</b> <sub>1</sub>				0,515		—	
912				0,457		1,9	
92	Zn 6	60 (0)	900	0,501	0,518	1,3	1,7
922	wt.%		(0)	0,555		0,7	

В

9 <sub>13</sub>				0,561		2,9	
-----------------	--	--	--	-------	--	-----	--

5. Резултати

#### - Коефициент на триене за ХНК с Ті

На Фиг. 45 са представени резултатите за коефициента на триене получен от всички опити за даден състав на образци от A6061 и от XHK с Zn (2, 4, 6 wt. %).

При образци от ХНК с Ti (2 wt. %) се наблюдава 1 % увеличение на средния коефициент на триене получен от всички опити за даден състав в сравнение с образци A6061 (референтен) и от ХНК с Ti (4 wt. % и 6 wt. %), които са с равни стойности.



Фиг.78 Коефициент на триене на образци от А6061 и от ХНК с Ті (2, 4, 6 wt. %)

### - Коефициент на триене за ХНК с Zn

На Фиг. 79 са представени резултатите за коефициента на триене получен от всички опити за даден състав на образци от A6061 и от XHK с Zn (2, 4, 6 wt. %). При образци от XHK с Zn (2 wt. %) се наблюдава 13.1 % понижаване на средния коефициент на триене получен от всички опити за даден състав в сравнение с образци от XHK с Zn (4 wt. %), 15.4 % понижаване на средния коефициент на триене в сравнение с образци от XHK с Zn (6 wt. %) и 10 % по-ниска стойност от образците с A6061 (референтен).

При образци от ХНК с Zn (4 wt. %) се наблюдават 2 % понижаване на средния коефициент на триене в сравнение с образци от ХНК с Zn (6 wt. %) и 2.8 % повишаване на средния коефициент на триене в сравнение с образци А6061 (референтен).



Фиг.79 Коефициент на триене на образци от А6061 и от ХНК с Zn (2, 4, 6 wt. %)

#### - Масово износване

На Фиг. 80 са представени резултатите за осредненото масово износване получени от всички опити за даден състав на образци от A6061, от XHK с Ti (2, 4, 6 wt. %) и от XHK с Zn (2, 4, 6 wt. %). От резултатите е видно, че образците от XHK с Ti и Zn (4 wt. %) са с най-добри износоустойчиви параметри, съответно имат 28.1 % и 59.3 % по-малко масово износване от референтния образец A6061. Образците от XHK с Ti и Zn (6 wt. %) съответно имат 25.6 % и 15.3 % по-малко масово износване от референтния образец A6061. Образците от XHK с Ti и Zn (2 wt. %) съответно имат 7.1 % и 20.9 % по-малко масово износване от референтния образец A6061.



Фиг. 80. Масово износване на образци от А6061, от ХНК с Ті (2, 4, 6 wt. %) и от ХНК с Zn (2, 4, 6 wt. %)

#### Изводи

След преминаване на зоната на сработване (100 м) по време на трибологичните изследвания при опитните образци от ХНК с Zn (4, 6 wt. %) с Ti (2, 4, 6 wt. %) се наблюдава силно изразено присъствие на грапавини върху контактната повърхност и нехомогенно разпределение на уякчаващата фаза (УФ) видно от изображенията получени от компютърна томография и SEM. Поради гореописаните причини коефициента на триене на композитите е равен или надвишаващ коефициента на триене на референтния образец. При опитните образци от ХНК с Zn (2 wt. %) се наблюдава по-хомогенно разпределение на УФ и по-малко грапавини в сравнение с останалите композити, което спомага за подобряването на износоустойчивостта, видно от Фиг. 80.

На основание извършените дейности по работен пакет 2 включващи получаването на опитни образци съдържащи зони обработени с триене и размесване и хибридни неравновесни композити с уякчаваща фаза Zn и Ti прах, макроструктурен и микрострукрурен анализ, измерване на микротвърдост, корозионни изпитвания, томографски анализ, механични и трибологични изпитвания може да се каже следното:

- Получени са нови данни: от една страна - за въздействието на изработения инструмент при условията на конкретни стойности на параметрите на режима върху свойствата на обработваната алуминиева сплав А 6061T651; и от друга страна - за влиянието на концентрацията на уякчаващите частици от Ті и Zn прах върху структурата и свойствата на създадените хибридни неравновесни композити.

- Поради завишения обем извършени работи, за да се компенсира недоставените пробни образци от индийските колеги, не е проведено изследване за влиянието на уякчаващата фаза върху едрината на зърната.

## **Ш.** ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 3

# III.1. Извършване на изследвания с оптичен и сканиращ електронен микроскоп (CEM). Извършване на изследване чрез микро рентгенов анализ.

Пробните образци са изрязани и обработени по такъв начин, че да включват метал само от размесената зона.

Микроструктурата на образци от ХНК, обработени чрез ОТР, са изследвани чрез сканиращ електронен микроскоп HIROX 5500 с електронно дифракционно разсейване (EDS) система Brucker.

Микроструктурата е наблюдавана в равнината перпендикулярна на равнината на ОТР обработката, което позволява да се види напречното сечение на ОТР зоната и разпределението на уякчаващите елементи Zn и Ti в нея.

След шлайфане и полиране за проявяване на микроструктурата изследваните повърхности са ецвани. Наблюдението е извършено в режим на SE (secondary electrons). Получените резултати са представени на Фиг. 81÷87.

На Фиг. 81(a-g) до 87(a-g) са представени резултатите, получени за всеки един образец поотделно. На Фиг. a и b са показани изображенията на микроструктурата на ОТР зоната при увеличения 500х и 1000х. На Фиг. c е показано мястото, в което чрез EDS анализ е изследвано разпределението на уякчаващите елементи Zn и Ti, а на Фиг. d-картографираното разпределение на елементите (mapping). На Фиг. e са обозначени местата, в които е направен EDS анализ и е определен химичният състав на метала, а на Фиг. f и g са показани резултатите от това изследване.

Микроструктурата на базовия образец №13 в ОТР зоната е зърнеста. Съдържащите се в алуминиевата матрица малки количества Zn и Ti са разпределени равномерно в ОТР зоната. Не се наблюдават пори и напуквания.

В образци 1÷3 след добавянето на 2, 4 и 6 mass.% Ті микроструктурата постепенно издребнява и има леко увеличение на пористостта. Титанът сегрегира и образува фази, които се отделят по границите на ОТР зоната (Фиг. 81d). EDS анализът показва неравномерно разпределение на Ті и Ті-съдържащите фази.

В образец №1, съдържащ 2 mass.% Ті, най-високо е съдържанието на Ті в областта 2738, а найниско – в областта 2739 (Фиг. 81е).

В образци № 2 и № 3, съдържащи съответно 4 и 6 mass.% Ті, също се наблюдава неравномерно разпределение на Ті и във всички области неговата концентрация е по-ниска от първоначално изчислената и въведена в металната смес.

Изображенията на микроструктурата на образци 7 и 8, съдържащи съответно 2 и 4 mass.% Zn, показват неравномерно смесване и разпределение на уякчаващия елемент. EDS анализът показва съдържание на Zn, което в някои области превишава сумата от количеството Zn, съдържащо се в базовата сплав, и допълнително добавеното количество, области 2680 и 2684 (Фиг. 85f) и област 2692 (Фиг. 86f), а в други области съответства на концентрацията на цинка в изходната сплав.

В образец №9, съдържащ 6 mass.% Zn, се наблюдават много пори с размери до 100 µm, в които липсва цинк. Съдържанието на Zn в различните ОТР области варира от 0,10÷8,02 mass. %

Таблица 16

Химичен състав на матрицата на неравновесния композит от сплав А 6061 Т651									
Al	Mg	Si	Fe	Cu	Cr	Zn	Ti	Mn	
95,8- 98,6	0,8 - 1,2	0,40 - 0,8	0,0 - 0,7	0,15-0,40	0,04- 0,35	0,0 - 0,25	0,0 - 0,25	0,0 - 0,15	
97,52	1	0,62	0,32	0,19	0,06	0,12	0,08	0,09	

Образец 13, материал Аl6061











2697 
Mass
<th Mg Si 1.28 1.43 0.14 7.38 3366 1.91 12 1078 0.84 0.81 0.10 7.90 14 1.25 Cu Fe Zn Ti Cr 321 0.40 0.27 0.11 0.05 12.89 29 0.27 0.11 0.18 0.09 0.09 0.04 0.07 0.04 0.05 0.03 312 0.27 0.04 16.08 26 0.04 0.03 0.03 30 100 0.14 28.58 146 0.10 103 0.07 13.88 45.63 22 24 77 0.06 0.04 0.02 0.03 53.97 Mn 25 Sum 148.87 100.00 100.00



Фиг. 81. Образец 13, базов материал Аl6061

Образец 1, материал Al6061 + 2 mass. % Ti











1111			1000	Adverse Streems	Advert	allow and the West of	and means first
Element	AL NO.	Netto	[36]	[%]	[%]	(1 sigma)	(I sigma)
Al I	13	254428	148.57	96.79	97.22	7.12	4.79
Mg	12	3315	1.97	1.28	1.43	0.15	7.38
58	14	967	1.33	0.80	0.77	0.10	8.67
Tİ	22	1099	0.83	0.54	0.51	0.06	7,39
Cu .	29	901	0.43	0.28	0.12	0,05	12.53
fø	26	324	0,29	0.19	0.09	0.04	15,09
Mn	25	101	0.08	0.05	0.03	0.03	40.07
Cr	28	H1	0.00	0.04	0.07	0.03	52.91
Zn	30	22	0.04	0.02	0.01	0.01	33.19
		Sum	153.50	100.00	100.00		
2738							
Element	AL.NO.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (I signsa)	(1 sigma)
A	13	343925	162.54	96.44	97.21	7.79	4.75
π.	22	4635	2.54	1.74	0.95	0.12	4.07
Mg	12	4274	2.06	1.22	1.37	0.15	7.19
52	14	515	0.53	0.31	0.30	0.06	11.83
Cu	29	120	0.14	0.08	0.04	0.04	27.47
14	26	171	0.13	0.08	0.04	0.04	27.82
Mn	25	108	0.07	0.04	0.02	0.00	44.08
Zn .	30	30	0.07	0.04	0.02	0.04	50.05
a	24		0.05	0.03	0.01	0.01	12.38
		5um	168.53	100.00	100.00		
2739							
Element	AL NO.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	(1 sigma)
Δ1	15	269680	150.26	97.28	97.48	7.20	4.79
Mg	12	3530	1.99	1.29	1.43	0.15	7,33
54	1.4	1102	1.35	0.87	0.64	0.10	7.73
Cu	29	350	0.44	0.28	0.12	0.05	12.09
Zn	30	120	0.17	0.11	0.04	0.04	25.11
Fe	26	143	0.11	0.07	0.04	0.04	31.11
Mn	25	125	0.08	0.05	0.01	0.03	39.98
Ti	22	81	0.06	0.04	0.02	0.03	55.24
Cr.	24		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
1	6.9		-	0.00		0100	0,00



Образец 2, материал Al6061 + 4 mass. % Ti







f







Образец 3, материал Al6061 + 6 mass. % Ті





с









Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (I signsa)	rel. error (%) (1 sigma)
Al	13	251466	142.38	96.43	96.98	6.83	4.80
Mg	12	3340	1.92	1.30	1.45	0.14	7.41
51	14	1045	1.28	0.87	0.84	0.10	7.88
T)	22	1469	1.15	0.78	0.44	0.07	6.23
Cu	29	267	0.37	0.25	0.11	0.05	13.92
Fe	26	375	0,34	0.23	0.11	0.05	13.59
Zn	30	66	0.10	0.07	0.03	0.04	37,37
Cr	24	82	0.06	0.04	0.02	0.03	53.40
Mn.	25	60	0.05	0.03	0.02	0.01	13.75
		Sum	147.65	100.00	100.00	N 0000	
2706							
Element	At. No.	Netto	Maxs [96]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	alts. error [%] (1 stgma)	rel. error (%) (I sigma)
AI	19	282697	134.43	96.35	96.73	6.45	4.79
Mg	12	4002	1.93	1.36	1.54	0.14	7.31
51	14	1835	1,89	1.36	1.31	0.13	6.65
Cu	29	460	0.55	0.40	0.17	0.06	10.24
Fri	26	505	0.36	0.26	0.12	0.04	12.50
Mn .	25	237	0.18	0.11	0.06	0.04	23.21
10	22	162	0,11	0.08	0.04	0.03	32.49
Zn	30	70	0.09	0.06	0.03	0.04	40.49
Cr	28	. 0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.68
		Sum	110 52	100.00	100.00		

2707			0209002				
Element	At, No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	(1 sigma)
Al	13	317385	150.56	97.77	98.69	7.21	4.79
Ti	22	4515	2.72	1.77	1.01	0.11	4.17
Fe	26	.279	0.22	0,14	0.07	0.04	18.39
Mg	12	443	0.21	0.14	0.16	0.04	20.29
Cu	29	135	0.16	0.11	0.05	0.04	24.89
Zn	30	45	0.06	0.04	0.02	0.04	54.53
Cr	24	77	0.04	0.03	0.02	0.01	12.22
Mrs :	25	11	0.01	0.00	0.00	0.00	31.16
		Sum	153.99	100.00	100.00		

f



2705

Образец 7, материал Al6061 + 2 mass. % Zn











Образец 8, материал Al6061 + 4 mass. % Zn







Element	At. No,	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] : (1 sigma)	(1 sigma)
AÌ	13	238700	130.33	93,32	95.95	6.25	4.80
Zn	30	4189	6.11	4.38	1.86	0.22	3.63
Mg	12	2955	1.72	1.23	1.41	0.13	7,63
9	14	675	0.74	0.53	0.52	0.07	9,98
Fe	26	427	0.35	0.25	0.12	0.05	13.03
Cu	29	147	0.18	0.13	0.06	0.04	23.01
Mn	25	115	0.09	0.06	0.00	0.03	19,25
Cr	24	122	0.08	0.06	0.03	0.03	19.93
Ti .	22	84	0.05	0.04	0.02	0.03	57.65
		Sum	139.65	100.00	100.00	i.	



Фиг. 86. Образец 8, материал Al6061 + 4 mass. % Zn

Образец 9, материал Al6061 + 6 mass. % Zn









e.		_				
	1	<b>e</b> D	-			

At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom (%)	abs. error (%) (1 sigma)	rel. error (%) (1 sigma)
13	253327	127.02	93,48	95.95	6.09	4.80
30	3741	5,41	3.98	1.69	0.20	3.74
12	2888	1.54	1.14	1.29	0.12	7.81
14	1035	1.05	0.77	0.76	0.09	8.34
26	522	0.37	0.27	0.14	0.05	12.16
29	207	0.25	0.19	0.08	0.04	17.79
28	159	0.00	0,07	0.04	0,03	35.23
25	122	0.00	0.06	0.03	0.03	41.35
23	104	0,00	0.05	0.03	0.03	- 50,28
	Sum	135.89	100.00	100.00		
			-	2000		1011 1011 101 Here
AL NO.	Netto	[96]	[%]	[%]	(1 sigma)	(1 sigma)
13	343781	156.13	97.85	97.99	7.48	4.75
12	4292	1.97	1.24	1.37	0.14	7.25
14	643	0.65	0.40	0.39	0.07	10.55
26	427	0.32	0.20	0.10	0.04	13.73
30	115	0.16	0.10	0.04	0.04	25.60
22	218	0.13	0.08	0.05	0.04	27.14
29	36	0.11	0.07	0.03	0.04	34.72
25	100	0.07	0.05	0.02	0.03	45.23
24	49	0.03	0.02	0.01	0.00	15.11
	Sum	159.57	100.00	100.00		
At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] {1 sigma}	rel. error [%] (1 sigma)
13	210495	106.43	90.44	95.14	5.11	4.80
30	7213	9.44	8.02	3.48	0.31	3.28
12	1899	1,07	0.91	1.06	0.09	8.85
26	646	0.41	0.35	0.18	0.05	11.09
29	142	0.15	0.13	0.06	0.04	25.38
25	188	0.11	0.09	0.05	0.03	31.08
24	80	0.04	0.04	0.02	0.01	12.02
22	36	0.02	0.02	0.01	0.00	17.58
		1	10000			
	At. No. 13 30 12 14 26 29 25 22 23 24 At. No. 13 30 22 24 25 24 25 24 25 24 25 24 25 24 25 25 24 25 25 25 25 25 25 25 25 25 25	At. No. Netto 13 253927 30 3741 12 2888 14 1025 26 522 28 207 38 159 25 122 29 207 38 159 25 122 20 159 345781 12 4292 14 643 26 427 30 155 22 218 29 160 24 49 500 24 49 500 24 49 500 24 49 500 24 49 500 24 49 500 25 100 24 49 500 25 100 25 100 24 49 500 25 100 25 100 25 100 24 49 500 25 100 25 100 25 100 24 49 500 25 100 24 49 500 25 100 24 49 500 25 100 25 100 25 100 25 100 25 100 25 100 26 49 500 27 11 20 100 21 100 22 100 23 100 24 49 500 24 49 500 24 49 500 25 100 25 100 25 100 25 100 25 100 25 100 25 100 26 49 500 27 11 20 100 20 100 21 100 22 100 23 100 24 49 500 24 49 500 24 49 500 25 100 24 49 500 20 100 21 100 25 100 25 100 26 49 500 27 11 20 100 25 1000 25 1000 25 1000 25 1000 25	At. No. Norto Mars 13 253327 127.00 30 3741 5.41 14 1035 1.05 26 522 0.77 28 207 0.25 38 1.54 159 0.09 28 122 0.00 28 122 0.00 30 135 0.56 13 345781 156.13 12 4292 1.97 14 643 0.65 26 427 0.32 30 135 0.16 22 218 0.13 29 36 0.13 50 0.07 24 49 0.03 50 50 50 0.07 24 49 0.03 50 0.07 25 186 0.11 25 186 0.11 24 80 0.04 22 36 0.02 23 36 0.02 24 30 0.02 25 186 0.11 24 30 0.04 22 36 0.02 25 36 0.02 25 36 0.02 26 36 0.02 27 36 0.02 27 36 0.02 28 36 0.02 29 36 0.02 20 36 0.	At. No. Netto Mass: [%] Mass: Morm. [%]   13 25327 127.02 93.44   30 3741 5.41 3.98   12 2888 1.54 1.14   14 1035 1.05 0.07   26 522 0.37 0.17   28 1.59 0.09 0.07   28 1.59 0.09 0.07   28 1.20 0.08 0.09   28 1.20 0.09 0.07   28 1.22 0.09 0.07   28 1.22 0.09 0.07   29 104 0.00 0.85   20 1.04 0.06 0.89   343781 156.13 97.85 12   12 4729 1.97 1.34   26 427 0.32 0.20   30 135 0.16 0.10   22 218 0.13 0.06   29	At. Not. Mass. Mass. Mass. (%) Mass. (%)	Mass <th< td=""></th<>

g f Фиг. 87. Образец 8, материал Al6061 + 6 mass. % Zn

## **IV.** ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ, ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 4

#### IV.1. Комплексен анализ на получените резултати и установяване на зависимости.

1. Получените ХНК на базата на A6061 T651 с уякчаваща фаза Ti или Zn прах в концентрация 2 mass. % при използването на изработен от нас инструмент за обработка на алуминиеви сплави от стомана 4X5MФС с диаметър на рамото 13 mm, щифт с диаметър 5 mm и дължина 4 mm, с "вдлъбната" форма на рамото и щифт с резбови канали по периферията, пресечени от 3 аксиални канала, при скорост на въртене на инструмента 900 грт и линейна скорост на обработка 60 mm/min са с гладка повърхност и плътна бездефектна структура. Томографския анализ показва наличие на известна неравномерност в разпределението на Ti частици и наличие на зони с агломерация.

2. По отношение на твърдостта на ХНК както се вижда на графично представените резултати от Таблица 11 на Фиг. 88, че има тенденция към повишаване с над 100% в определени зони на образци от ХНК 3 и 8, но най-постоянни стойности се наблюдават при образци от серия 7 с 2% Zn. Наличието на зони с агломерирали частици и металодефицитни зони видни от резултатите от томографския анализ са причина за тази неравномерност в твъдостта, която е по-голяма при по-големите концентрации на УФ.



Фиг. 88

3. От резултатите от якостните изследвания се налагат два основни извода:

- Проведената ОТР води до повишаване на пластичността и постига стабилни резултати по отношение на якостта.

- Образците от ХНК с УФ 2 mass. % Zn показват най-висока якост, но пластичността намалява в сравнение с референтния ОТР образец. Агломерацията на Тi частици и регистрираните при томографския анализ металодефицитни зони водят до понижени якостни показатели на ХНК с по-висок % УФ.

4. На основание проведените корозионни изпитвания може да се обобщи, че образците от ХНК с УФ Ті и Zn прах са устойчиви на корозия. Най-висока устойчивост по отношение загуба на маса е достигната при образци от НХК съдържащи 6 mass. % Ті.

5. Трибологичните резултати показват аналогични тенденции като най-малкото масово износване наблюдавано при образец 8 от ХНК с 4 mass. % Zn дава основание да се търсят

възможности за постигане на още по-добри резултати при подобряване на хомогенността на УФ и премахване на металодефицитните зони.

6. Резултатите от изследванията с електронен микроскоп и микрорентгеновите анализи на образците от ХНК потвърждават по-високото качество на образците от ХНК с по-ниско съдържание на УФ - 2 mass. % и наличието на агломерации на УФ, където концентрацията на уякчаващия прах достига до 9,44 mass. % Zn при образец 9 от ХНК с 6 mass. % Zn.

## IV.2. Подготовка на публикации и статии и обсъждането им с партньорите.

В публикациите, които имат обзорен характер участието на нашите индийски партньори по договора имат съществен принос, с предоставянето на техни публикации по темата. Всички останали публикации са на базата на проведени експерименти и изследвания от нашия колектив.

### IV.3. Публикуване на резултатите в статии и докладване на конференции.

Публикуването на резултатите в статии и докладите и постерите от конференции е представено детайлно в директории 9 и 10 от настоящия отчет.

## **V.** ОТЧЕТ НА ДЕЙНОСТИТЕ ПРЕДВИДЕНИ В РАБОТЕН ПАКЕТ 5

#### V.1. Управление на проекта и популяризиране на резултатите

1. Хронология на сътрудничеството с индийските колеги

Може справедливо да се каже, че партньорите ни от National Institute of Technology Warangal, Telangana, India бяха водещи в договора за двустранно сътрудничество. Към началото на договора те имаха значителен напредък в развитието на технологиите 3TP и OTP, което е видно от списъка на публикациите им. Те разполагат с машина за провеждане на експерименти за получаване на неравновесни композити. В тази връзка в договора е записано, че пробните образци на неравновесни композити ще бъдат изработени от индийската страна. Изпратиха ни някои разчети на експериментите, които те възнамеряваха да реализират и се договорихме, че базовата сплав от която чрез ОТР ще получим хибридни неравновесни композити е А 6061 T651.

Възникналата Ковид 19 пандемия, заболяването на някои от нашите индийски партньори и наложените забрани за износ на стоки и предмети между страните в тази връзка осуети изпращането на гореспоменатите пробни образци.

След направения обзор имайки в предвид преимуществата на технологията ОТР Българския колектив решихме да предприемем действия за усвояване на тази технология. За целта договорихме с наши колеги възможността да ползваме високотехнологичен център за металорежеща обработка на метали, сплави и пластмаси марка Нигсо. Единствения сериозен недостатък на този център бе невъзможността да се постигне наклон на обработващия инструмент от порядъка на 3 до 5 градуса. По тази причина всички проведени експерименти са проведени при ъгъл на наклон на обработващия инструмент спрямо вертикалната ос 0 градуса. По време на договора очаквахме да изпратят договорените проби от Индия и въпреки многократно приканване на индийските ни партньори такива не получихме.

С оглед напредването на времето и Ковид ситуацията подадохме молба за удължаване срока на договора с една година и бе сключено Допълнително споразумение №ФНИ-2774/04.12.2020г.

С индийските колеги поддържахме контакти посредством интернет конферентни връзки и писма. Обсъждахме детайли от работата по договора и възможността за подаване на съвместна заявка за патент по тематиката на договора относно нелинейна траектория на движение на обработващия инструмент. Проведохме експерименти с движение на инструмента по циклоидоподобна траектория. Детайли относно аргументите за провеждане на тази обработка, математически разчети и резултати са представени в публикация №5 (от Обобщена информация към отчета на проекта).

Промяна в обстоятелствата по договора възникна от това, че ръководителя на договора от индийска страна д-р Кришна Кишора Мугада напусна организацията, към която работеше и с която беше сключен договора. Той ни информира, че е подал молба договора да бъде преместен към организацията, в която ще работи. Ние помолихме от Българска страна да ни бъде изпратено официално писмо, за това кой ще ръководи договора от Индийска страна занапред и ако договорът се поеме от нова организация да бъдем информирани своевременно. До края на срока на договора не получихме официална информация по този въпрос както и не получихме образци за изследване от индийска страна.

През целия период на договора многократно устно и в писма сме канили партньорите ни от Индия да ни посетят в България, но те отказваха по повод риска от Ковид и по други неизвестни за нас причини. Постигнахме договореност за наше посещение в Индия, но не получихме официална покана, с която да може да си извадим виза. Това осуети посещението.

До края на срока на договора успешно произведохме образци на неравновесни хибридни композити и проведохме предвидените изследвания.

Впоследствие подадохме молба за преразпределение на средствата от отделните пера на Финансовия план. Молбата ни беше приета на основание решение на Изпълнителния съвет на Фонд "Научни изследвания", Протокол № 23 от 29.07.2022 год.и беше сключено допълнително споразумение № ФНИ-3095/01.09.2022г.

Считаме, че независимо от невъзможността да се проведат визитите на учените от двете страни, договорът за двустранно сътрудничество КП-06-Индия/10 от 2019 год. допринесе за издигане на нивото на научно познание по отношение на ЗТР и ОТР в нашата страна. Получени са нови данни за влиянието на Ті и Zn като уякчаващи фази в произведените хибридни неравновесни композити върху структурата, твърдостта, якостта, трибологичните и корозионните им свойства.

2. Създадена е уеб платформа със следния адрес - http://sofia.weldingbg.com/2022/08/22/кп-06-индия10/

3. Проектът е популяризиран, като е представен на всички курсисти към Центъра по заваряване на ИМСТЦХ-БАН за периода от 01.01.2020г. Курсистите са както следва:

- Заварчици 95 човека;
- Международни специалисти по заваряване 10 човека;
- Международни инженери по заваряване 27 човека;

Общо 132 човека. Международните специалисти и инспектори по заваряване са от 11 организации.

4. Колега международен инженер по заваряване след представяне на ЗТР и ОТР по време на обучението си в Центъра по заваряване пренесе интереса към тези нова технология в ТУ Русе, където осъществяват изследвания по темата.

## V.2. Научни публикации и участие в международни конференции и семинари:

Статии със SJR:

- Kondoff, C., Zaekova, R., Manilova, M., Aluminum based composites obtained by FSP. Environment. Technology. Resources. Rezekne, Latvia, Proceedings of the 13th International Scientific and Practical Conference. Volume 3, 148-153. IF: 0,11; квартил: SJR Линк: <u>http://journals.rta.lv/index.php/ETR/article/view/6640</u> <u>Други статии:</u>
- Christo Kondoff, Vanya Dykova, Rositza Dimitrova, Yasen Hadjitodorov, Radostina Zaekova. A LAYER FORMATION ON 6061 ALUMINUM ALLOY AFTER FSP. NDT Days, 4, 3, 2021, ISSN:2603-4018, 178-186.

Линк:<u>https://www.bg-s-ndt.org/journal/vol4/JNDTD-v4-n3-a04.pdf</u>

- Заекова, Р. С. Методи за заваряване чрез триене и размесване предимства, проблематика и приложения (Обзор. Част1). Machines. Technologies. Materials 2021. Proceedings, III, Year IV, issue 3(20), Scientific technical union of mechanical engineering industry-4.0, 2021, 294-297 Линк: https://mtmcongress.com/winter/sbornik/3-2021.pdf
- Radostina ZAEKOVA, "Imperfections in Friction Stir Welding (review)", NDT Days, Volume IV, Issue 3, Year 2021, ISSN:2603-4018, 163-169. Линк: <u>https://www.bg-s-ndt.org/journal/vol4/JNDTD-v4-n3-a02.pdf</u>

5. Christo KONDOFF, Radostina ZAEKOVA, Yasen HADJITODOROV, Rumen KRASTEV, Tatiana SIMEONOVA, Microstructural and mechanical characterization of non-linear friction stir welded A 6061 alloy, NDT Days 2022, Volume IV

Линк: https://www.bg-s-ndt.org/journal/vol3/JNDTD-v3-n4-a07.pdf

- 6. Christo Kondoff, Vanya Dyakova, Yoanna Kostova, CORROSION BEHAVIOR OF HYBRID NONEQUILIBRIUM COMPOSITES BASED ON A6061 REINFORCED WITH TI AND ZN POWDERS FABRICATED BY FRICTION STIR PROCESSING (FSP), 3rd ICMCC, Varna, Bulgaria, 26-28 september 2022, will be published Линк: https://mcc.foundry-conference.com/
- 7. Radostina Zaekova, Yasen Hadjitodorov, Plamen Tashev, OBTAINING A MODIFIED LAYER BY FRICTION STIR PROCESSING OF ALUMINUM ALLOY 5083 WITH ADDITION OF GRAPHENE, NDT Days 2022, Volume IV

Линк: https://www.bg-s-ndt.org/NDT Days/2022/2022 program.html

8. Radostina Zaekova, Yasen Hadjitodorov, Plamen Tashev, INVESTIGATION OF MICROHARDNESS OF GRAPHENE-MODIFIED LAYER OBTAINED THROUGH FRICTION STIR PROCESSING OF ALUMINUM ALLOY 5083, 3rd ICMCC, Varna, Bulgaria, 26-28 september 2022, will be published

Линк: https://mcc.foundry-conference.com/

## Речник на съкращенията:

Съкра- щение (бг)	Термин на български език	Термин на английски език	Съкра- щение (en)
ГНП	графенови наноплочки	graphene nanoplatelets	GNP
ДСП	дефект на студено припокриване (микронесплавяване)	cold lap defect	CLD
ЕДП	ефективна дебелина на плочата	effective plate thickness	EPT
3P	зона на размесване	stir zone, nugget zone	SZ, NZ
3TB	зона на термично влияние	heat-affected zone	HAZ
ЗТМВ	зона на термомеханично влияние	thermo-mechanically affected zone	TMAZ
3TP	заваряване чрез триене и размесване	friction stir welding	FSW
СВ	скорост на въртене на инструмента		
ДP	диаметър на рамото на инструмента		
ИКК	интеркристална корозия	intergranular corrosion	
КД	кукообразен дефект	Hook Defect	HD
ОТР	обработка чрез триене и размесване	Friction Stir Processing	FSP
СН	страната на навлизане	advancing side	AS
CO	страната на оттегляне	retreating side	RS
МДЗ	металодефицитна зона		
ХНК	хибриден неравновесен композит		
КТА	компютърен томографски анализ	computed tomography analysis	СТ
	електронно дифракционно разсейване		EDS
УФ	уякчаваща фаза		
ИИК	изпитване за интеркристална корозия		
	потенциал на отворената верига	open circuit potential	OCP
	корозионен потенциал	corrosion potential	Ecorr
	потенциал на репасивация	repassivation potential	Erp
	питингов потенциал	pitting potential	Ept

#### ЛИТЕРАТУРА:

- [1] Warren H. Hunt Jr., "B Composite Composite Materials, 2000".
- [2] R. Anish, G.R. Singh, M. Sivapragash, "Techniques for processing metal matrix composite" A survey Procedia Engineering 38 (2012) 3846-3854.
- [3] Muhsin J. Jweed, Ayad M. Takhakh, Nawzad K. Kareem, "Comparison between Friction stir welding (FSW) and Friction stir processing (FSP) of AA5086 aluminum alloy," International Journal of Technical Research and Applications, Volume 3, Issue 6 (November-December, 2015), pp 205-210.
- [4] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, S.X. McFadden, N.A. Mara, A.K. Mukherjee, Scripta Mater. 42 (2000) 163.
- [5] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Mater. Sci. Forum 357–359 (2001) 507.
- [6] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Acta Mater. 50 (2002) 4419.
- [7] W.M. Thomas, K.I. Johnson, C.S. Wiesner, Adv. Eng. Mater. 5 (2003) 485.
- [8] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, S.D. Smith, in: S.K. Das, J.G. Kaufman, T.J. Lienert (Eds.), "Aluminum 2001—Proceedings of the TMS 2001 Aluminum Automotive and Joining Sessions," TMS, 2001, p. 213.
- [9] Z.Y. Ma, S.R. Sharma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Scripta Mater. 42 (2000) 367.
- [10] F. J. Humphreys, M. Hotherly, "Recrystallization and Related Annealing Phenomena," Pergamon Press, New York, 1995.
- [11] Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, D.P. Filed (Eds.), "Friction Stir Welding and Processing," TMS, Warrendale, PA, USA, 2001, p.183.
- [12] P.S. Pao, E. Lee, C.R. Feng, H.N. Jones, D.W. Moon, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, T.
- [13] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, Materials Science and Engineering R 50 (2005) p. 1–78 Lienert (Eds.), Friction Stir Welding and Processing II, TMS, Warrendale, PA, USA, 2003, p.
- [14] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Manohey, R. Grimes, Mater. Sci. Eng. A 351 (2003) 148.
- [15] G. Liu, L.E. Murr, C.S. Niou, J.C. McClure, F.R. Vega, Scripta Mater. 37 (1997) p. 355.
- C. Jayakarthick, A. P. Povendhan, R. Vaira Vignesh and R. Padmanaban Analysing the influence of FSP process parameters on IGC susceptibility of AA5083 using Sugeno – Fuzzy model, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 310 (2018), 012045 doi:10.1088/1757-899X/310/1/012045Y.J. Chao, X. Qi, J. Mater. Process. Manufact. 7 (1998) 215.
- [17] M.Z.H. Khandkar, J.A. Khan, J. Mater. Process. Manufact. 10 (2001) 91.

- [18] W.J. Arbegast, P.J. Hartley, Proceedings of the Fifth International Conference on Trends inWelding Research, Pine Mountain, GA, USA, June 1–5, 1998, p. 541.
- [19] H. Schmidt, J. Hattel, J. Wert, Model. Simul. Mater. Sci. Eng. 12 (2004) 143.
- [20] S.R. Sharma, R.S. Mishra, Unpublished research, 2005.
- [21] O. Frigaad, O. Grong, O.T. Midling, Metall. Mater. Trans. A 32 (2001) 1189.
- [22] Bajakke, P. A.; Malik, V. R.; Deshpande, A. S., Particulate metal matrix composites and their fabrication via friction stir processing a review. Mater. Manuf. Process. 2019, 34, 833–881.
- [23] Naseer, A.; Ahmad, F.; Aslam, M.; Guan, B. H.; Harun, W. S. W.; Muhamad, N.; Raza, M. R.; German, R. M., A review of processing techniques for graphene-reinforced metal matrix composites. Mater. Manuf. Process. 2019, 34, 957–985.
- [24] Sahoo, B.; Narsimhachary, D.; Paul, J., Tribological characteristics of aluminium-CNT/graphene/graphite surface nanocomposites: a comparative study. Surf. Topogr. Metrol. Prop. 2019, 7, 034001.
- [25] Sahoo, B.; Narsimhachary, D.; Paul, J., Surface mechanical and self-lubricating properties of MWCNT impregnated aluminium surfaces. Surf. Eng. 2019, 35, 970–981.
- [26] Sahoo, B.; Narsimhachary, D.; Paul, J., Tribological behavior of solid-state processed Al-1100/GNP surface nanocomposites. J. Mater. Eng. Perform. 2018, 27, 6529–6544.
- [27] Parikh, V. K.; Badgujar, A. D.; Ghetiya, N. D., Joining of metal matrix composites using friction stir welding: a review. Mater. Manuf. Process. 2019, 34, 123–146.
- [28] Prater, T., Solid-state joining of metal matrix composites: a survey of challenges and potential solutions. Mater. Manuf. Process. 2011, 26, 636–648.
- [29] Pal, T. K., Joining of aluminium metal matrix composites. Mater. Manuf. Process. 2005, 20, 717–726.
- [30] Abhishek Sharma, Vyas Mani Sharma, Agam Gugaliy, Pragya Rai, Surjya Kanta Pal, and Jinu Paul, Friction stir lap welding of AA6061 aluminium alloy with a graphene interlayer
- [31] Sahoo, B.; Girhe, S. D.; Paul, J., Influence of process parameters and temperature on the solid state fabrication of multilayered graphene-aluminium surface nanocomposites. J. Manuf. Process. 2018, 34, 486–494.
- [32] Maurya, R.; Kumar, B.; Ariharan, S.; Ramkumar, J.; Balani, K., Effect of carbonaceous reinforcements on the mechanical and tribological properties of friction stir processed Al6061 alloy. Mater. Des. 2016, 98, 155–166.
- [33] Jeon, C.H.H.; Jeong, Y.H.H.; Seo, J.J.J.; Tien, H.N.; Hong, S.T.T.; Yum, Y.J.J.; Hur, S.H.H.; Lee, K.J.J., Material properties of graphene/aluminum metal matrix composites fabricated by friction stir processing. Int. J. Precis. Eng. Manuf. 2014, 15, 1235–1239.
- [34] Khodabakhshi, F.; Nosko, M.; Gerlich, A. P. P., Effects of graphene nano-platelets (Gnps) on the microstructural characteristics and textural development of an Al-Mg alloy during frictionstir processing. Surf. Coatings Technol. 2018, 335, 288–305.

- [35] Latief, F. H.; Sherif, E.-S. M.; Almajid, A. A.; Junaedi, H., Fabrication of exfoliated graphite nanoplatelets-reinforced aluminum composites and evaluating their mechanical properties and corrosion behavior. J. Anal. Appl. Pyrolysis. 2011, 92, 485–492.
- [36] Liu, H.; Hu, Y.; Peng, Y.; Dou, C.; Wang, Z., The effect of interface defect on mechanical properties and its formation mechanism in friction stir lap welded joints of aluminum alloys. J. Mater. Process. Technol. 2016, 238, 244–254.
- [37] Anand, E. E.; Natarajan, S., Strengthening mechanisms in multiwalled carbon nanotubes reinforced Co–W pulse electrodeposited coatings. Mater. Manuf. Process. 2016, 31, 48–52.
- [38] Sharma, A.; Sharma, V. M.; Sahoo, B.; Joseph, J.; Paul, J., Effect of exfoliated few-layered graphene on corrosion and mechanical behaviour of the graphitized Al–SiC surface composite fabricated by FSP. Bull. Mater. Sci. 2019, 42.
- [39] Adel Mahmood Hassan, Tarek Qasim & Ahmed Ghaithan, (2012): Effect of Pin Profile on Friction Stir Welded Aluminum Matrix Composites, Materials and Manufacturing Processes, 27:12, 1397-1401.
- [40] Zhang, Z.; Zhang, H.W., Numerical studies on the effect of transverse speed in friction stir welding. Materials and Design 2009, 30, 900–907.
- [41] Zhao, Y.H.; Lin, S.B.; Qu, F.X.; Wu, L., Influence of pin geometry on material flow in friction stir welding process. Materials Science and Technology 2006, 22, 45–50.
- [42] Suresha, S.; Sridhara, B.K., Effect of addition of graphite particulates on the wear behaviour in aluminum–silicon carbide–graphite composites. Materials and Design 2010, 31, 1804–1812.
- [43] Zeng, W.M.; Wu, H.L.; Zhang, J., Effect of tool wear on microstructure, mechanical properties and acoustic emission of friction stir welded 6061 Al alloy. Acta Metallurgica Sinica 2006, 19 (1), 9–19.
- [44] Dehghani, K.; Mazinani, M., Forming nanocrystalline surface layers in copper using friction stir processing. Materials and Manufacturing Processes 2011, 26, 922–926.
- [45] Newell, J., Essentials of Modern Materials Science and Engineering; Wiley: Hoboken, NJ, 2009.
- [46] Vipin Sharma, Ujjwal Prakash, B.V. Manoj Kumar., Surface composites by friction stir processing: A review. Journal of Materials Processing Technology, 2015.
- [47] Mishra, R.S., Ma, Z.Y., Charit, I., 2003. Friction stir processing: a novel technique for fabrication of surface composite. Mater. Sci. Eng. A 341, 307–310, http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00199-5.
- [48] Arora, H.S., Singh, H., Dhindaw, B.K., 2011. Composite fabrication using friction stir processing-A review. Int. J. Adv. Manuf. Technol. 61, 1043–1055, http://dx.doi.org/10.1007/s00170-011-3758-8.
- [49] Huang, Y., Wang, T., Guo, W., Wan, L., Lv, S., 2014. Microstructure and surface mechanical property of AZ31 Mg/SiCp surface composite fabricated by direct friction stir processing. Mater. Design 59, 274–278, http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2014.02.067.

- [50] Miranda, R.M., Santos, T.G., Gandra, J., Lopes, N., Silva, R.J.C., 2013. Reinforcement strategies for producing functionally graded materials by friction stir processingin aluminium alloys. J. Mater. Process. Tech. 213, 1609–1615, http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.03.022.
- [51] Gandra, J., Krohn, H., Miranda, R.M., Vilac, a, P., Quintino, L., dos Santos, J.F., 2014.Friction surfacing-A review. J. Mater. Process. Tech. 214, 1062–1093, http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.12.008.
- [52] Gandra, J., Vigarinho, P., Pereira, D., Miranda, R.M., Velhinho, A., Vilac, a, P., 2013. Wear characterization of functionally graded Al-SiC composite coatings produced by friction surfacing. Mater. Design 52, 373–383, http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2013.05.059.
- [53] Zahmatkesh, B., Enayati, M.H., 2010. A novel approach for development of surface nanocomposite by friction stir processing. Mater. Sci. Eng. A 527, 6734– 6740,http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.07.024.
- [54] Mazaheri, Y., Karimzadeh, F., Enayati, M.H., 2011. A novel technique for development of A356/Al2O3 surface nanocomposite by friction stir processing. J. Mater. Process. Tech. 211, 1614–1619, http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.04.015.
- [55] Hodder, K.J., Izadi, H., McDonald, A.G., Gerlich, A.P., 2012. Fabrication of aluminumalumina metal matrix composites via cold gas dynamic spraying at low pressure followed by friction stir processing. Mater. Sci. Eng. A 556, 114–121, http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.06.066.

## БЛАГОДАРНОСТИ

Колективът изразява благодарности на ФНИ – МОН за отпуснатото финансиране за разработката на проект на тема: Получаване и изследване на хибридни неравновесни композити произведени чрез "Обработка чрез триене и размесване" по Договор с МОН КП-06- Индия/10 от 02.09.2019.