

Факултет инжењерских наука Универзитета у Крагујевцу

Дарко С. Пешић

**Анализа триболошких карактеристика
нанокомпозита са ZA-27 металном
основом помоћу скреч теста
завршни рад**

Крагујевац, 2016.

Факултет инжењерских наука Универзитета у Крагујевцу



Назив студијског програма: Машинско инжењерство

Ниво студија: Основне академске студије

Модул: Производно машинство

Предмет: Основи трибологије

Број индекса: 89/2013

Дарко С. Пешић

**Анализа триболошких карактеристика
нанокомпозита са ZA-27 металном
основом помоћу скреч теста
завршни рад**

Комисија за преглед и одбрану:

1. Проф. др Мирослав Бабић - ментор

2. _____

3. _____

Датум одбране: _____

Оцена: _____

Резиме

Предмет истраживања овог завршног рада јесу триболошке карактеристике нанокомпозита са ZA-27 металном основом. Цинк-алуминијумска легура се до сада, на основу триболошких испитивања, показала као успешан материјал основе за добијање нанокомпозита ојачане нано честицама ојачавача, због својих механичких карактеристика. Основна ZA-27 легура ојачана је нано честицама ојачавача Al_2O_3 величине 20-30nm, које заузимају у легури 1, 3 и 5% процената. Овако добијени нанокомпозити подвргнути су испитивању помоћу скреч (енг. *scratch*) теста, како би се дефинисале њихове механичке и триболошке карактеристике. Метода испитивања скреч тестера веома је слична испитивањима помоћу трибометра, те је с тим у вези извршено ово испитивање ради даљег поређења са актуелним истраживањима у овом огранку трибологије.

У раду су такође сумирана актуелна испитивања на пољу истраживања нанокомпозита, као и неке од основних структурних, механичких и триболошких карактеристика нанокомпозита.

Кључне речи: нанокомпозити, scratch тест, ZA-27 легура, ојачавач, честице

Abstract

The subject of research in this work are most of all tribological characteristics of nanocomposites based on a ZA-27 metal base. Zinc-aluminum alloy has been, following tribological experiments, widely used as a based material for composites reinforced with nano particles, because of its good mechanical propertis. Nano particles of Al_2O_3 reinforcement size of a 20-30nm are added to a main metal ZA-27 base, where a volume fraction is 1, 3, and 5% respectively . Nanocomposites made this way have been exposed to a examination with a *scratch* tester in order to define their mechanical and tribological propertis. Scratch test methodology is very related to a tribometric way of examination, and related to that, nanocomposites were examined in order to compare results with a current analysis in this tribology field.

In this research work are also recapitulated current papers in a field of nanocomposite investigations, and also some of the main structural, mechanical and tribological characterictics of nanocomposites.

Key words: nanocomposites, scratch test, ZA-27 alloy, reinforcement, particle

САДРЖАЈ

УВОДНА РАЗМАТРАЊА	1
КОМПОЗИТНИ МАТЕРИЈАЛИ	3
2.1 Нанокompозити са металном основом	3
2.2 Избор материјала и распоред честица ојачавача.....	6
2.2 Композити са цинк-алуминијумском основом.....	8
ДОБИЈАЊЕ НАНОКОМПОЗИТА.....	10
3.1 Добијање нанокompозита	10
3.2.1 Добијање нанокompозита са основом од ZA-27 легуре.....	13
ПРЕГЛЕД АКТУЕЛНОГ СТАЊА НАНОКОМПОЗИТА.....	16
3.1 Структурне, механичке и триболошке карактеристике нанокompозита.....	16
АНАЛИЗА ПРОЦЕСА ИСПИТИВАЊА	21
4.1 Теоријска основа појма „скреч“.....	21
4.2 Преглед испитивања материјала на основу скреч теста.....	23
4.2.1 Испитивање хомогених материјала.....	23
РЕЗУЛТАТИ И АНАЛИЗА ИСПИТИВАЊА	33
ЗАКЉУЧАК	41
ЛИТЕРАТУРА.....	43

1

УВОДНА РАЗМАТРАЊА

Нано технологија се односи на поље инжењерства и технологије које се бави испитивањем материјала на атомском и молекуларном нивоу. Нано технологија изучава структуре код којих је бар једна димензија на нанометарској скали или мања од 100 nm [1], а мерљива је хиљадитим делом пречника људске длаке, скалом атома, или мањих молекула. Карактеристике материјала испод 1nm, у неким наукама, као што су хемија и атомска физика, сматрају се предвидљивим и уочљивим. Нано наука и технологија се бави синтезом, карактеризацијом, испитивањем и употребом наноструктурних материјала [2]. Код ових материјала макар једна димензија припада нано скали, док нано структуре на неки начин чине везу између молекула и остатка материјала. Научници су показали да је нано технологија, технологија широког спектра која налази примену у многим техничким дисциплинама које обухватају хемију, биологију, физику, науку о материјалима, електронику, итд... [1]. Наноструктуре испољавају нове особине и омогућавају нове и ефикасније функције које не могу бити изведе од стране макросистема и структура. Такође, доказано је да услед малих димензија структурних елемената материјала, њиховим физичким хемијским карактеристикама (димензиона стабилност, тврдоћа, проводљивост, реактивност, оптичка осетљивост, тачка топљења, итд) се може управљати како би се побољшале њихове особине. На нанометарској скали су битније карактеристике површине, него карактеристике целокупног материјала. На нано нивоу, материјали могу испољавати сасвим другачије особине од оних на макро нивоу [3,4].

У средњовековном периоду, металне наночестице су се употребљавале за бојење стакла катедрале. Данас, нано материјали имају значајну улогу у многим индустријама[1]:

- честице угљеника (величине 30nm) се додају аутомобилским гумама у циљу побољшања отпорности на хабање,
- нано честице фосфора се користе у изради „LCD“ и „LED“ екрана, за добијање боја
- нано влакна и честице за ојачања композита,
- нано честице Al_2O_3 се користе у поступцима fine и завршне обраде површина,
- нано честице оксида гвожђа додају се у циљу побољшања магнетичности материјала, што је нарочито присутно код компјутерских „hard-disk“-ова.
- нано оксиди цинка или титанијума се користе код наочара за сунце као блокатори штетног „UV“ зрачења сунца.

У поглављу 2 предвиђено је упознавање са појмом композита као и сличности и разлике са нанокомпозитима, као и препреке које треба заобићи зарад добијања жељених карактеристика композита. Биће такође представљен и избор материјала као и распоред честица ојачавача. На крају поглавља дат је приказ карактеристика легура које представљају основу за добијање нанокомпозита који је предмет истраживања и главни аспект овог завршног рада.

Поглављем 3 представљен је начин добијања нанокомпозита који су коришћени при самом испитивању.

У поглављу 4 приказана су структурне, механичке и триболошке карактеристике нанокомпозита, као и преглед актуелног стања на пољу нананокомпозита.

Поглавље 5 представља принцип рада и испитивања помоћу скреч¹ теста, као и неке од главних карактеристика материјала које се могу приказати испитивањем помоћу истог.

У поглављу 6 приказани су резултати самог испитивања, као и анализа истих и осврт на тумачења резултата неких пређашњих радова. Такође, биће приказана коришћена испитна апаратура приликом испитивања структурних и триболошких карактеристика добијених нанокомпозита.

Поглављем 7 сумиран је комплетан рад, тј. дата су закључна разматрања о констатацијама изложеним у претходним поглављима.

На крају завршног рада налази се литература коришћена приликом састављања завршног рада, како теоријског дела, тако и практичног испитивања.

¹**Скреч** - представља траг хабања настао током испитивања помоћу скреч теста, посредством утискивача одређеног облика. Појам се у одређеном контексту може односити и на сам процес испитивања.

2

КОМПОЗИТНИ МАТЕРИЈАЛИ

Дуги низ година истраживања композита, како на микро тако и на нано нивоу, довео је до дефинисања начина настанка композитних материјала. Композитни материјали настају додавањем ојачавача основном материјалу у циљу побољшања одређених карактеристика. Зависно од намене композита врши се одабир одговарајућег основног материјала и ојачавача на основу њихових структурних, механичких и триболошких карактеристика. Циљ је што више унапредити ове карактеристике материјала уз минималне трошкове. У савременом свету готово све се може купити, изразити новчано, те из тога проистиче закључак да је сва пажња научне јавности усмерена ка томе да се што више допринесе уштедама у било ком облику.

2.1 Нанокompозити са металном основом

Композити са металном основом (MMCs – Metal Matrix Composites) представљају предмет истраживања научника још од 60-их година 20-ог века и развијени су како би допринели побољшању механичких карактеристика метала. Спајањем материјала чије се температуре топљења значајно разликују, односно материјала који нису растворљиви један у другом, настају композити. Типични композити са металном основом садрже деформабилан метал као основу и круту керамику као ојачање. С обзиром на металну основу, композит задржава својства велике деформабилности, обрадивости и живавости, док керамика која улази у његов састав, омогућава велику чврстоћу и термичку стабилност. Најчешће се ови композити користе у ауто и авио индустрији као основни конструктивни материјал, као и у спорту, с обзиром да композитни материјал има веома добар однос чврстоће и тежине [5,6].

Композити са металном основом могу се поделити у три групе[7]:

- ММС-и ојачани честицама
- ММС-и ојачани кратким влакнима и пахуљама
- ММС-и ојачани слојевито и дугим влакнима

Честицама ојачани ММС сматрају се оним са највише значаја с обзиром на њихову изотропност, лакшу израду и веома често мање трошкове добијања. Величина, количина, као и дистрибуција ових честица имају велики утицај на карактеристике ових композита. Истраживања показују да затезна чврстоћа и деформабилност опадају с повећањем величине честица ојачавача [8]. Основни циљ нано честица је да побољшају својства композита знатно више него што су то чиниле микро честице. Нано композити са металном основом (MMNC – Metal Matrix Nano Composites) настају управо додавањем ових нано честица у виду ојачавача. Композити са нано честицама и нано угљеничним влакнима (CNT – Carbon Nanotube) најчешће су предмет истраживања последњих година, о чему сведочи и велики број објављених радова.

Композити са металном основом имају бројне предности у односу на конвенционалне метале, само неке од њих су: већи модул еластичности, већа специфична тврдоћа, боље карактеристике на повишеним температурама и мањи коефицијент термичког ширења. Због ових особина композити са металном основом су предмет бројних испитивања и део широког спектра примене. Неки од примера примене ових композита су млазнице у коморама сагоревања (код ракета, свемирских летелица), кућишта, цеви, каблови, измењивачи топлоте, мембране итд. Композити се препоручују конструкторима као решење за бројне комплексне проблеме, јер се њихове карактеристике могу усклађивати према одређеним функционалним захтевима. Могу се применити у случајевима када се захтева чврстоћа на повишеним температурама, задовољавајућа крутост, димензиона стабилност и мала густина. Данашњи трендови се односе на безбедну употребу композита са металном основом за делове аутомобилских мотора који раде у условима високих температура и притисака [9]. Повећани захтеви за смањењем масе, већом крутошћу и чврстоћом материјала су разлог константног развоја композита са металном основом ојачаних керамичким укључцима. Ови композити поседују изузетне механичке и триболошке карактеристике и као такви имају велику примену у случајевима када је хабање елемената система важна карактеристика. Бројни истраживачи су се бавили испитивањем механизма хабања композита са металном основом. Композити се најчешће ојачавају честицама SiC и Al₂O₃.

Нанокompозити са металном основом допринели су побољшању тврдоће отпорности на хабање [13], али сагледано у глобалу, остале карактеристике нису постигле очекиване вредности услед постојања извесних недостатака, као што су порозност и агломерација нано честица. Међутим, упркос томе, развој нових композита са dobrим карактеристикама изазвао је велико интересовање научне јавности.

MMNC су показали бројне разлике на пољу карактеристика у поређењу са композитима ојачаним микро честицама. Неке од значајнијих разлика су:

- Када се као ојачавач користе нано честице, услед агломерације нано честица, производња MMNC је знатно компликованија у односу на MMC.
- Како се керамичке честице приближавају нано нивоу, тако се мењају њихове термичке карактеристике, као последица раста површинске енергије и различитог међуатомског растојања.
- Смањење димензија честица ојачавача на нано нивоу, такође доводи до технолошких потешкоћа у испитивању истих материјала.

Поред ових потешкоћа, MMNC показују потенцијал, те тако и даље привлаче пажњу истраживача. Мала запремина нано честица може помоћи одржању термичке и електро проводљивости, уз истовремено побољшање механичких карактеристика. Може се рећи да ће нано честице у основи утицати на процес очввршћавања и процесе термичке обраде, који имају великог утицаја на микроструктуру и механичке карактеристике MMNC-а. Такође, присуство нано честица може зауставити процес омекшања (тј. уништавање дислокација) и додатно повезати границе зрна. Дисперзијом нано честица Al₂O₃ у бакарној основи добија се нанокompозит са одличном отпорношћу на високе температуре

експлоатације, а да се истовремено задржавају добра термичка и електрична проводљивост [11].

Најчешће испитивани материјали основе за „MMNC“, у научним радовима су алуминијум, бакар, магнезијум, титанијум и гвожђе. Ојачавачи су у том случају углавном керамике, укључујући бориде, карбиде, нитриде, оксиде и њихове мешавине. Механичке, хемијске и физичке карактеристике како основе, тако и ојачавача, се морају узети у обзир приликом избора материјала за одговарајуће нанокомпозите, а управо су ове карактеристике материјала уско повезане са његовим триболошким карактеристикама. Управо због тога, у овом раду раду неће бити речи само о триболошким карактеристикама нанокомпозита, већ и о њиховим структурним, механичким и физичким карактеристикама. На пример, код „in-situ“ поступка добијања нанокомпозита, термичка стабилност керамичких честица је најважнија карактеристика на коју треба обратити пажњу приликом избора истих. Код „ex-situ“ поступка добијања најважнија је квашљивост између керамике и метала основе, и површинске везе које настају између ова два материјала. Квашљивост представља квалитет везе између честица ојачавача и материјала основе [12].

Из области нано композита највећи број радова се односи на поступке њиховог добијања. Ови поступци добијања могу се сврстати у две групе „in-situ“ и „ex-situ“ [7]. Код „in-situ“ поступка ојачавачи настају услед хемијске реакције између елемената или елемената и једињења током поступка добијања. Предности овог поступка су: добијање ојачавача који су термички стабилни; површине добијених честица ојачавача су чисте, што резултује веома јаким међу молекулским везама са материјалом основе; омогућена је дистрибуција честица у материјалу основе [12]. Код „ex-situ“ поступка, главна предност се односи на могућност добијања делова великих димензија. Услед слабе квашљивости између материјала основе и керамичких ојачавача и услед тенденције нано честица ка агломерацији, као резултат деловања њихових електростатичких и *Van der Waals*-ових сила током процеса мешања у течной фази, веома мали број ових нанокомпозита са металном основом оствари теоријски предвиђене механичке карактеристике.

Највећи проблеми које је потребно решити за успешну производњу нанокомпозита са металном основом, са освртом на преглед литаратуре испитивања великог броја научника, су следећи:

- дисперзија
- реактивност
- термичка стабилност
- квашљивост
- цена
- израда конструкционих елемената великих запремина.

2.2 Избор материјала и распоред честица ојачавача

Најважнији фактор за успешно добијање композитних материјала јесте адекватан однос између материјала основе и ојачавача. Најчешће коришћени метални материјали у виду основе за добијање композита су бакар, магнезијум, алумунијум, титанијум, легуре цинка и суперлегуре никла. Већина ојачавача су материјали малих димезија попут нано угљеничних влакана и керамичких честица.

Избор металне основе се најчешће односи на лаке метале, као што су титанијум и магнезијум, док се бакар и супер легуре на бази никла узимају у обзир за неке специфичне апликације. Значајно побољшање механичких карактеристика металне основе очекује се са додатком нано честица. Веза која се остварује између металне основе и керамичких честица утиче на способност преношења и дистрибуције оптерећења композита током деформисања и самим тим има великог утицаја на модул еластичности. Унапређење квашљивости се може постићи [13]:

- повећањем површинске енергије чврсте фазе
- смањењем површинских напона течног метала
- смањењем енергије везе између чврсте и течне фазе.

Уколико се растоп магнезијума изложи ултразвучним вибрацијама може доћи до хемијских веза између магнезијумске легуре и SiC ојачавача. Наиме, ултразвучне вибрације помажу разбијању гасних мехурова и силикатног слоја на површини SiC честица и чине њихову површину чистом, што унапређује квашљивост SiC и алумине [14]. Према мишљењу Hashim-a [15] постоји неколико начина за унапређење квашљивости SiC честица у растопљеном алуминијуму:

- додавање легирајућих елемената материјалу основе,
- превлачење керамичких честица,
- претходном термичком припремом керамичких честица

На основу наведеног може се закључити да квашљивост керамичких честица ојачавача у растопима метала зависи од великог броја фактора и да не постоји сагласност у научном свету у погледу избора поступка унапређења квашљивости. У том погледу, знатно је отежан посао инжењерима металургије и за добијање нанокомпозита са савршеним структурним и механичким карактеристикама је велики број мање или више успешних покушаја. Добијени материјали ће тако поседовати особине које треба испитати, како структурне и механичке, тако и триболошке. Међутим, постоји и велики број утицајних фактора који олакшавају или отежавају повољан распоред честица ојачавача у основном материјалу.

Најадекватнији критеријуми при избору керамичких честица у виду ојачавача су [13]:

- затезна чврстоћа,
- густина,
- модул еластичности,
- температура топљења,
- коефицијент термичког ширења,
- величина и облик,
- термичка стабилност,
- компатибилност са материјалом основе,
- цена,
- доступност на тржишту.

При избору одговарајућег керамичког ојачавача ове факторе треба посебно узети у обзир, али тек након одабира одговарајућег материјала за основу самог композита. Најчешће коришћене честице ојачавача су оксиди (Al_2O_3 , SiO_2), карбиди (SiC , B_4C), нитриди (Si_3Ni_4 , AlN) и бориди (TiB_2).

С обзиром на то да су нанокомпозити који су испитивани у овом завршном раду добијени компактинг поступком, у наставку ће бити представљени неки од предлога за равномеран распоред честица ојачавача код композита који се добијају поступком ливења уз интензивно мешање растопа.

У циљу подешавања оптималних параметара процеса добијања композита са задатком равномерног распореда честица ојачавача у материјалу основе, потребно је нагласити [16]:

- густина честица ојачавача, величина, облик и удео у композитном материјалу имају утицаја на распоред самог ојачавача
- карактеристике површина честица ојачавача могу олакшати или отежати квашљивост тих честица у металу основе,
- реолошке способности растопа металне легуре и густина ојачавача у растопу су последица реакција честица са растопом и са другим честицама,
- гасни мехурови који настају током инфилтрације честица ојачавача или мешања резултоваће лошим распоредом честица, пошто се оне везују за гасне мехурове и као последица тога расте степен порозности,
- генерално, честице ојачавача заузимају простор између кристалних структура материјала основе, између дендрита или дендритних завршетака, па према томе што су мања растојања између кристалних структура и мање њихове величине, бољи је распоред честица ојачавача.

Поред већ набројаних фактора, треба водити рачуна о брзини мешања и смеру ротације мешача, јер имају утицаја на карактеристике течења растопа основе. При већим брзинама мешања непожељна је појава вртлога на површини растопа, па се на основу тога може закључити да је веома битан и сам положај мешача. Врло је значајно да се током

процеса мешања честице не задрже на дну посуде. Количина честица које ће се наћи на дну посуде су последица утицаја гравитације. На честице чија је величина испод 10 μ m гравитација готово да нема утицаја, док код честица већих од 100 μ m утицај је приметан и долази до значајног нагомилавања честица ојачавача на дну посуде, посебно при мањим брзинама мешања. Такође, до повећања удела ојачавача долази у непосредној близини зидова суда, услед мањих брзина течења растопа и центрифугалних сила које делују на честице приликом вртложног кретања растопа [17].

2.2 Композити са цинк-алуминијумском основом

Цинкове ливене легуре имају разноврсну примену у индустрији. Ниједна друга легура не пружа тако добру комбинацију јачине, чврстоће и крутости. Због својих способности ношења оптерећења веома често се користи за израду лежајева, а са друге стране је одликује изузетна економичност. Цинкове легуре имају добру способност ношења оптерећења и добре триболошке карактеристике, ниже температуре ливења и нижу цену коштања. Цинк алуминијумска (ZA) легура садржи веома мали проценат бакра и због тога може бити веома економски и енергетски ефикасна замена за велики број обојених метала, поседујући већу јачину, бољу отпорност на хабање и нижу температуру ливења. ZA легура је веома важна легура за израду лежајева који раде у условима високих оптерећења и малих брзина. Услед добрих трибо-механичких карактеристика, мале густине, добре ливкости, добре обрадивости, велике јачине и тврдоће у ливеном стању, добре отпорности на корозију, малих иницијалних трошкова, енергетски ефикасног ливења, безбедна је по човекову околину, једнаких или чак и бољих карактеристика у погледу ношења оптерећења. Важан аспект који чини ове легуре привлачним је смањење трошкова 25 до 50% и 40 до 75% у поређењу са алуминијумом и калајном бронзом, респективно. Међутим, највеће ограничење ових легура је њихова инфериорност на повишеним температурама, изнад 100°C. ZA-27 легура која припада фамилији ZA легура испољава велику јачину и веома често се користи за израду лежајева и чаура, као замена за калајну бронзу због ниске цене коштања и једнаких или чак бољих карактеристика [18]. Поред тога, њена употреба за танкозидне одливке и компоненте за електричне, аутомобилске, индустријске и пољопривредне машине и уређаје, чини је популарном на пољу лежајева, компоненти отпорних на хабање, вентила, ременица итд. [19]. Утицај термичке обраде на микроструктуру, механичке и триболошке карактеристике легура на бази цинка предмет је испитивања великог броја истраживача [20].

Међу бројним техникама добијања композита са дисконтинуалним ојачавачима, ливење мешањем је опште прихваћено као најисплативија техника. Предност ове технике се огледа у једноставности, флексибилности и примењивости у масовној производњи и такође, ово је најјекономичнија техника добијања композита од свих до данас представљених техника [19]. Код ове методе, након топљења материјала основе, изводи се и интензивно мешање у циљу стварања вртложног кретања на површини растопа и тада се додају ојачавачи на саму ивицу вртлога. Вртложно кретање се показало веома корисним у распоређивању честица у материјалу основе пошто разлика између унутрашњег и

спољашњег притиска растопа увлачи честице унутар растопа. Када су у питању триболошке карактеристике ових композита, истраживачи [21] су закључили да инфилтрација честица ојачава, значајно унапређује отпорност на хабање током клизања у условима без подмазивања. Генерално, присуство тврдих керамичких честица Al_2O_3 и SiC доприноси повећању отпорности на абразију два тела и абразију три тела, ерозиону корозију композита са ZА основом.

3

ДОБИЈАЊЕ НАНОКОМПОЗИТА

Током овог поглавља акценат је бачен на добијање нанокомполита са алуминијумском основом, односно добијање нанокомполита ZA-27, који су предмет испитивања овог завршног рада. Добијање нанокомполита који су директно испитивани методом скреч теста нешто су ближе приказани.

Иако је жеља аутора овог завршног рада била да се потпуна пажња обрати на структурна, механичка и триболошка испитивања нанокомполита ZA-27, који су предмет испитивања, то није било могуће са обзиром да није постојао адекватан број научних радова на ту тему, те су у глобалу представљена испитивања композита са металном основом. Испитивање легуре композита ZA-27 адекватно је представљено у докторској дисертацији „Анализа процеса трења и хабања нанокомполита са металном основом“, чији је аутор *др Драган Џунић*. Овај рад је такође послужио као основа за лакше дефинисање нанокомполита ZA-27. Материјали коришћени при испитивању у овом раду коришћени су у тој докторској дисертацији, те се добијање ових нанокомполита своди на исти поступак.

3.1 Добијање нанокомполита

Структурне, механичке и триболошке карактеристике композита са нанометарским ојачавачима знатно су боље него карактеристике композита са микрометарским ојачавачима. Међутим, унапређење карактеристика ових композита у многоне зависи од хомогеног распореда честица ојачавача [22]. Постоји велики број фактора који утичу на распоред честица ојачавача у металној основи материјала. Ови фактори се односе на:

- реолошко понашање основне легуре
- стапање честица ојачавача са металном основом и њихов распоред у материјалу
- интеракција материјала основе и ојачавача
- мењање распореда честица ојачавача пре, током и после и мешања као и током фазе очвршћавања.

Површинске карактеристике ојачавача су од суштинског значаја, као и разлика у густини фаза композитних материјала, тј. основе и ојачавача. До равномерног распореда нанометарских честица керамике у растопљеном материјалу је веома тешко доћи, услед велике вискозности, слабе квалитивности растопљених метала и великог односа површине и запремине нано честица ојачавача. Приликом додавања честица ојачавача у растопљени метал основе, доћи ће до стварања разлике у густини између честица ојачавача и растопљеног материјала основе, тако да распоред честица није равномеран јер честице притом теже агрегацији у стварању кластера [23]. Врло је значајно додати да се утицај гравитационог ефекта може занемарити, са обзиром да су нано честице керамичких ојачавача у потпуности окружене растопом основног материјала.

Развој композитних материјала пропраћен је откривањем и усавршавањем великог броја метода и поступака за добијање истих, односно остваривањем услова постизања равномерног распореда ојачавача у материјалу основе. С обзиром да постоји велика разлика између микро и нано ојачавача, многе ове методе изискивале су значајна прилагођавања, ради постизања равномерног распореда и добијања жељених карактеристика нанокompозита. Бројне од тих метода су:

- механичко млевење, као поступак за добијање финих прахова,
- ливење, које се огледа у загревању материјала основе изнад температуре топљења при чему се додају одређени ојачавачи применом различитих поступака млевења,
- металургија праха, као једна од веома коришћених техника за добијање нанокompозита у виду праха
- инфилтрација притиском, техника која се своди на припрему порозне структуре ојачавача чије се поре касније испуњавају течним металом
- хемијски метод
- процес умешавања трењем
- везивање ваљањем

Постоје бројна истраживања и тумачења ових метода. Међутим, метода и сам принцип добијања нанокompозита ZA-27 од веће је важности, пре свега јер су испитани материјали добијени управо тим поступком. С тим у вези неће бити осврта на целисходност претходно наведених метода и поступака.

3.2 Поступак добијања нанокompозита са ZA-27 основом

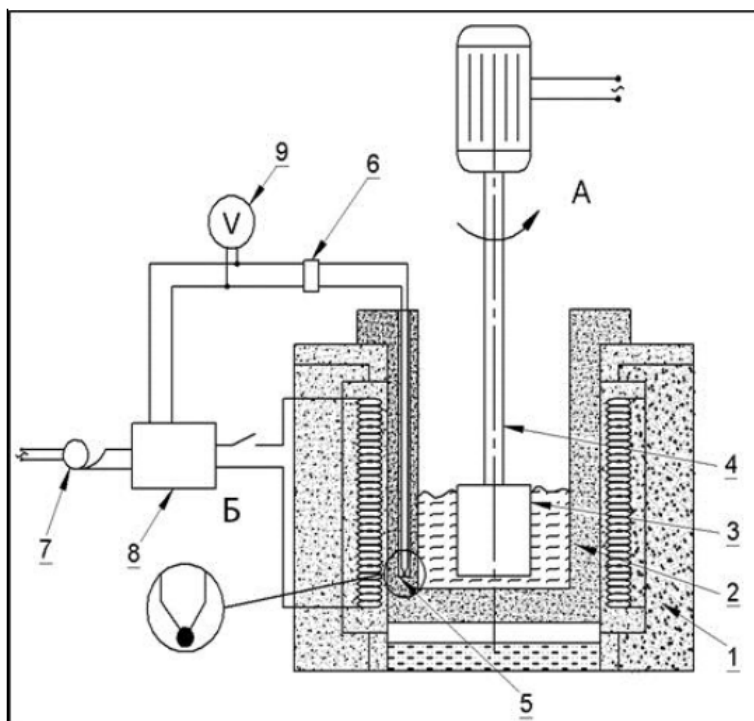
Испитивани нанокompозити ZA-27 легура добијени су компокастинг поступком. Компокастинг поступак подразумева инфилтрацију честица секунадрних фаза у металну основу која је у полуврстом стању (на некој од температура између солидуса и ликвидуса). Поступак је карактеристичан по томе што се керамичке честице ојачавача додају током мешања металне основе у полуврстом стању. Предност овог поступка у односу на друге поступке добијања композита се огледа у томе што за његово извођење честице ојачавача се не морају претходно припремати, тј. могуће је добити композите са честицама које нису квашљиве у растопима метала. Даља прерада материјала добијених компокастинг поступком могућа је применом технологија као што су: ливење под притиском, пресовање, ваљање и ковање. [24]

Компокастинг поступак се успешно примењује за добијање композита на бази легура ZA-27 и уз додатак керамичких честица ојачавача Al_2O_3 , као и честица графита. Да добијање и испитивање композитних материјала има велику традицију у Србији потврђује неколико докторских дисертација на ту тему. У најопштијем, заједничко за ZA-27 легуре је да је реч о легурама цинка, односно алуминијума за ливење, које дендритно очвршћавају. Облик и величина дендрита зависи од брзине очвршћавања, док сама брзина очвршћавања растопа након изливања зависи од начина ливења (нпр. при ливењу у калупе испуњене

ливачким песком, због термичких карактеристика материјала, мања је брзина очвршћавања у односу на брзину која се постиже ливењем у кокилама). Са друге стране, облик и величина дендрита примарних фаза утиче на механичке особине добијених одливака.

Компокастинг поступак добијања не захтева скупе припремне фазе ојачавача и честице ојачавача се релативно лако инфилтрирају у растоп основне легуре, самим тим су и трошкови добијања композитних материјала нижи [25-27].

За добијање нанокompозита коришћена је опрема на слици 3.2. Приказана опрема се састоји из три дела: А) процесни део, Б) део за мерење температуре, контролу и регулацију температуре, В) део за мерење и контролу електричних параметара рада мешача.



Слика 3.2 – Шема апаратуре за топљење ZA-27 легуре за израду композита

А- процесни део, Б-део за контролу и регулацију температуре.

1-електроотпорна пећ, 2-лонац од алумене, 3-активни део мешача, 4-вратило, 5-термо-пар, 6-хладан спој термо-пара, 7-аутотрансформатор, 8-регулатор температуре, 9-контролни мерач напона. [18]

Детаљан опис рада приказане апаратуре и самог поступка добијања композита дат је у монографији „Триболошке карактеристике композита на бази ZnAl легуре“, чији су аутори Бабић и Митровић [18].

Након поступка мешања и хлађења растопа, у циљу смањења порозности и повећања компактности одливка примењује се поступак топлог пресовања.

3.2.1 Добијање нанокмпозита са основом од ZA-27 легуре

Хемијски састав (основни елементи) легуре на бази које су израђени испитивани нанокмпозити, приказан је у табели 3.2, који одговара стандарду „BS EN 12844:1999“. Нечистоће (Fe, Sn, Cd и Pb) су у границама прописаним истим стандардом. Легура је произведена у ливници РАР-Батајница д.о.о., која је партиципант на Пројекту у оквиру кога су ова испитивања извршена.

Табела 3.2 – Хемијски састав полазне легуре ZA-27

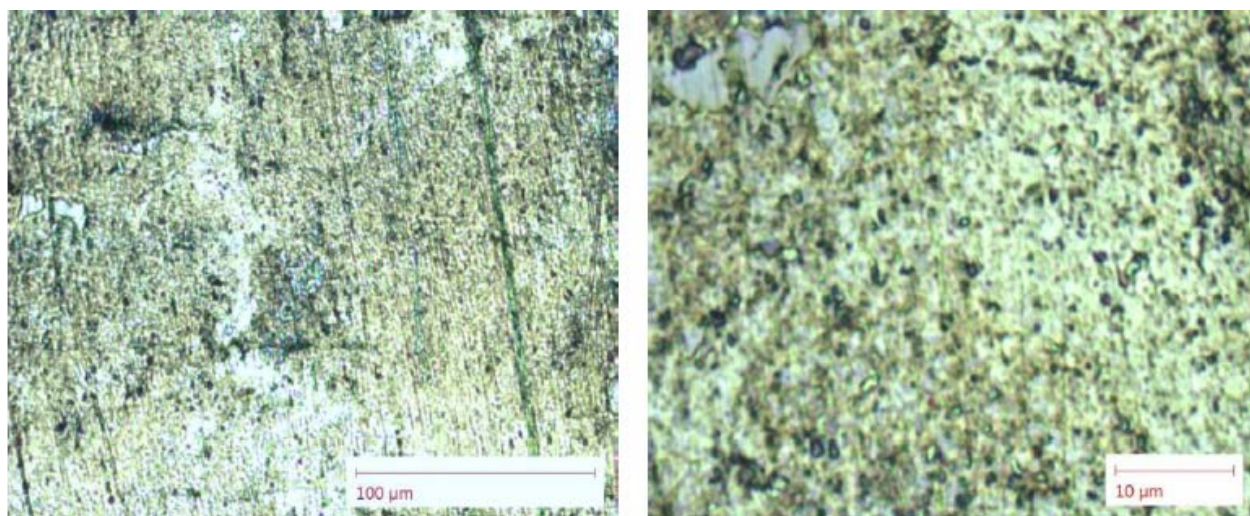
Назив легуре	Хемијски састав (масени %)			
	Al	Cu	Mg	Zn
ZA-27	25-27	2 до 2.5	0,015-0,02	Остатак

Нанокмпозити са основом од ZA-27 легуре уз додатак 1, 3 и 5% запреминског удела Al_2O_3 честица величине 20-30 nm добијени су компкастинг поступком, које је изведен у две фазе. Прву фазу чинила је припрема полуврслог растопа, инфилтрација честица ојачавача, мешање полуврслог растопа кмпозита са циљем добијања повољног распореда честица и изливање у предгрејану челичну кокилу. Припрема растопа за инфилтрацију вршена је на следећи начин: ZA-27 легура стопљена је у електроотпорној пећи и предгрејана на 570°C (око 80°C изнад температуре топљења) ради чишћења шљаке. Након тога је растоп хлађен у пећи (брзина хлађења 5°C/min) до температуре од 475°C (температура испод ликвидус температуре) кад је у њега урођен активни део мешача облика плоче. Мешање је започето брзином радног дела мешача од 50 o/min. По достизању температуре од 465°C (задата радна температура компкастинг поступка) повећана је брзина мешача на 500 o/min. При овим параметрима полуврсли растоп ZA-27 легуре је мешан 5 минута ради хомогенизације и олакшања инфилтрације честица ојачавача. Затим је извршена инфилтрација наночестица, која је трајала од 3 до 5 минута у зависности од запреминског удела истих, независно од врсте честица (3 минута 1% запреминског удела наночестица, 4 минута 3% запреминског удела и 5 минута 5% запреминског удела).

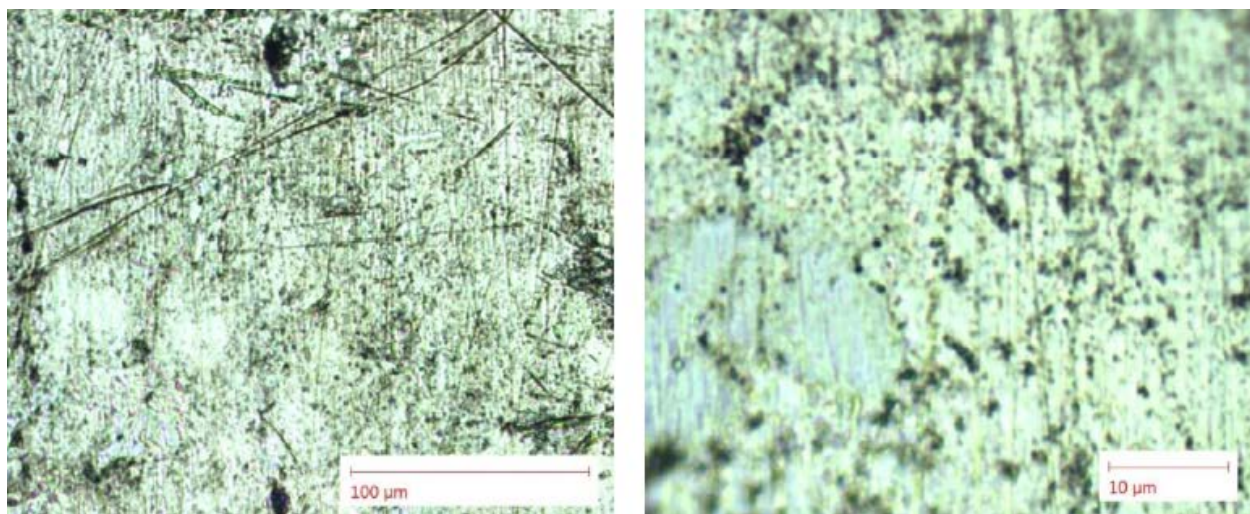
Инфилтрација нанокмпозита са запреминским уделом од 1% вршена је на температури од 465°C и при смањеном броју обртаја мешача на 250 o/min. Повећањем удела честица остављен је исти број обртаја током инфилтрације али је повећана температура на 470°C за 3% запреминског удела ојачавача и 475°C за 5% запреминског удела ојачавача, ради смањења вискозитета полуврслих растопа ZA-27 легуре. По завршеној инфилтрацији, извршено је кратко хомогенизационо мешање на горе назначеним температурама за сваку фракцију у трајању од 3 минута и при брзини обртања мешача од 500 o/min. После тога је, независно од запреминског удела и врсте наночестица примењено интезивније мешање у трајању од 15 минута при брзини од 1000 o/min, на горе наведеним температурама које су зависиле од запреминског удела ојачавача. Изливање је извршено у челичну кокилу предгрејану на 350°C. Добијени су одливци нанокмпозита димензија 30 x 20 x 8 mm, који су након сечења подвргнути топлом пресовању. Топло пресовање је извршено применом посебно израђеног алата од специјалног ватроотпорног челика у температурној области β

фазе на температури од 350°C. Пресовање је извршено притиском од 250 МПа. Добијени су узорци димензија 30 x 20 x 8 mm.

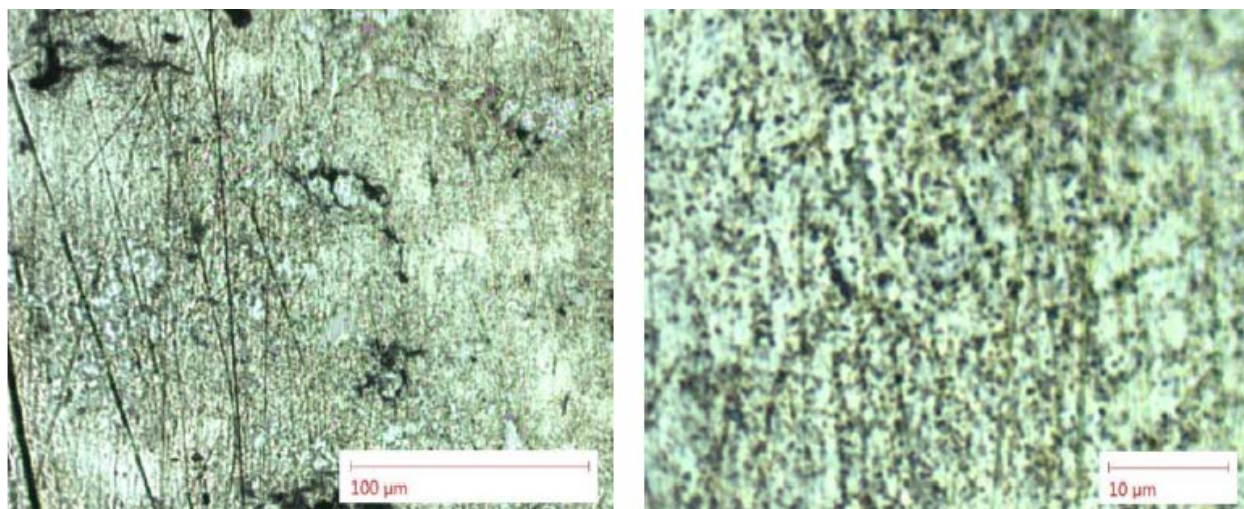
На сликама 3.2-3.5 дати су изгледи површина након припреме узорака за триболошка испитивања. Припрема узорака за триболошка испитивања обухватала је поступак глодања, којим су постигнуте стандардима задате димензије блока, а затим поступке брушења и полирања. Приликом свих ових поступака водило се рачуна да температура површине узорака са ZA-27 не пређе 100°C, што би довело до деградације механичких карактеристика материјала [28]. Температура површине приликом обраде мерена је инфрацрвеним безконтактним мерачем температуре.



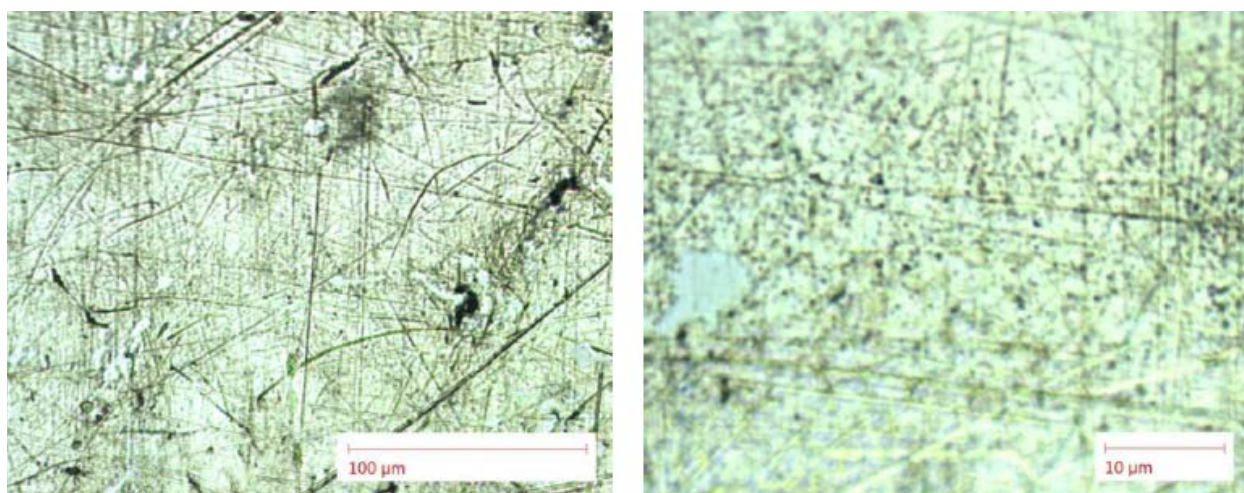
Слика 3.3 Изглед површине ZA-27 основе (увећања 20× и 100×)



Слика 3.4 Изглед површине нанокompозита ZA-27/1% Al₂O₃
(увећања 20× и 100×)



Слика 3.5 Изглед површине нанокompозита ZA-27/3% Al₂O₃
(увећања 20× и 100×)



Слика 3.6 Изглед површине нанокompозита ZA-27/5% Al₂O₃
(увећања 20× и 100×)

Као што се види са слика 3.3-3.6 на површинама свих испитиваних узорака су присутне микро шупљине (представљене у виду црних тачкица, различитих величина) и блага површинска оштећења (уздужне и попречне линије које пресецају приказане површине) [24].

ПРЕГЛЕД АКТУЕЛНОГ СТАЊА НАНОКОМПОЗИТА

Током овог поглавља представљено је актуелно стање на пољу испитивања композитних материјала, а више пажње је дато нанокомпозитима и наноструктурним материјалима. Литературни преглед испитивања триболошких карактеристика композита, у виду испитивања које су спровели бројни научници ближе одређује механичке и структурне карактеристике материјала које се најчешће доводе у везу са триболошким испитивањима, тј. резултатима триболошких испитивања, што је и приказано у овом поглављу.

3.1 Структурне, механичке и триболошке карактеристике нанокомпозита

Композитни материјали су као предмет истраживања привукли значајну пажњу истраживача, а све са циљем да се испуне основни задаци трибологије као науке и технологије. Задаци се огледају у спречавању дисипације енергије у триболошким системима, у уштеди исте, као и уштеди материјала до чијег губитка долази услед процеса хабања у процесима релативног кретања између елемената трибомеханичких система. С обзиром на све то било је потребно развити одговарајуће методе добијања нанокомпозита, тј. одговарајући распоред ојачавача у материјалу основе.

Lim [29] је показао да се додавањем само 1.1% запреминског удела Al_2O_3 нано честица магнезијумској основи долази до побољшања отпорности на хабање 1.8 пута. *Kok i Ozdin* [30] су испитивали композите са 10, 20, 30% масеног удела ојачавача у алуминијумској 2024 основи. Резултатима су дошли до закључка да је отпорност на хабање композита знатно боља у односу на отпорност на хабање материјала основе, што говори да отпорност на хабање расте уколико се повећа проценат масеног удела и величине честица ојачавача.

Што се тиче хибридних композита многи аутори су закључили да се додавањем две врсте ојачавача постиже напредак у погледу многих карактеристика материјала. Додавајући истовремено честице Al_2O_3 и SiC може се повећати отпорност на хабање у односу на појединачно ојачане композите. *Gurcan i Baker* [31] су у својој студији закључили да хибридни композит који је ојачан влакнима Al_2O_3 и честицама SiC има бољу отпорност на хабање него што је то случај код композита који су ојачани само влакнима или само честицама. Оваквом комбинацијом бавио се *Wang* [32] и показао да се већи степен хабања на собној температури испољава када су влакна паралелна контактаној површини, док са додавањем SiC честица долази до пада степена хабања. На повишеној температури ($100^{\circ}C$), с друге стране, са додатком честица SiC доћи ће до повећања степена хабања у односу на композит ојачан само влакнима Al_2O_3 . При температурама око $150^{\circ}C$ генерално је мањи

степен хабања свих испитиваних композита, док са примесама честичног ојачивача долази до пораста степена хабања. То је нешто више изражено код композита са влакнима која су паралелно постављена у односу на површину контакта. До тога пре свега долази јер влакна, која имају овакав распоред, могу врло лако бити ишчупана из материјала основе. Код композита са паралелно постављеним влакнима Wang, као основни механизам хабања наводи абразивно хабање, док је код композита са нормално постављеним влакнима присутније адхезивно хабање.

Такође, у својој студији, Park [33] долази до закључка да хибридни композити имају напредније триболошке карактеристике од композита који су ојачани само једном врстом ојачавача. До тог закључка је дошао испитивајући композите ојачане кратким влакнима SiC и влакнима Al₂O₃. Слично Park-овом експерименту, истраживање су спровели Sharifi и Karimzadeh [34] и добили релативно сличне резултате, с разликом што су се у овом случају као ојачавачи користили Al₂O₃, AlB₁₂.

Анализу хабања хибридног композита са Al6061 основом, ојачаном честицама Al₂O₃ и SiC представио је Umanath [35], и то математички модел ове анализе. Аутор је заједно са колегама испитивао утицај четири, према њиховом мишљењу, основна фактора који утичу на вредности хабања композита, а то су:

- вредност нормалног оптерећења,
- брзина ротације,
- процентуални удео ојачавача,
- тврдоћа материјала контра-тела.

Вредности ових величина на тесту су износиле: процентуални удео ојачавача износио је око 5 и 15%, нормално оптерећење 40 и 60N, брзина ротације 200 и 400 о/min и тврдоћа материјала контра-тела 25 и 35 HRC. Суштина истраживања се свела на то да композити са великим процентом удела ојачавача, малим нормалним оптерећењем, малом брзином клизања и великом тврдоћом материјала контра-тела испољавају најмању вредност хабања.

При испитивању отпорности на хабање, у условима клизања без подмазивања, магнезијумске легуре AZ31B и нанокомпозита који је ојачан са 1.5% честица Al₂O₃ и 1% Ca, Srinivasan [36] је, заједно са својим колегама, закључио да степен хабања опада са порастом брзине, а да расте са пређеним путем клизања. Узроком оваквог понашања композита може се сматрати изражена оксидација магнезијумске легуре услед повишених температура у зони контакта. На тај начин настаје оксидни слој који штити контактне површине од директног контакта два метала. С друге стране, с повећањем брзине клизања, у случају композита, долази до уситњавања Al₂O₃ честица, што за резултат даје „three body“ абразију. Са накнадним повећањем брзине, избраздана површина композита ће реаговати са кисеоником и формирати оксидни слој Fe₃O₄. Честице Fe, Fe₃O₄, Al₂O₃ и настали оксидни слој формирају нови слој који утиче на смањење степена хабања и назива се механички мешани слој (Mechanical Mixed Layer – MML).

Трагови хабања су покривени паралелним браздама у правцу клизања, што је уобичајено када је доминантан механизам хабања, абразивно хабање. Оне се јављају када тврди врхови неравнина челичног диска или тврдих честица у зони контакта браздају или режу материјал, уклањајући мале фрагменте или танке траке материјала [37]. Појава дубљих бразди односи се на дубље продирање тврдих неравнина у материјал, потом долази до благог истискивања са обе стране и настале бразде указују на абразивно резање при малим брзинама. Стога аутор је дошао до закључка да при већим брзинама клизања повећана пластична деформација материјала основе прелази из резања у браздање, а потом и у формирање клинова. Код браздања материјал се истискује са обе стране без отклањања материјала, док код формирања клинова, танки клинасти фрагменти настају само током почетне фазе овог процеса [38]. То доводи до настанка плитких огреботина и смањења степена хабања са повећањем брзине клизања. Основни закључак је да наноккомпозит испољава већу отпорност на хабање у односу на основну легуру.

При испитивању наноккомпозита са алуминијумском основом Al6061 са додатком честица Al_2O_3 ојачавача, *Ezatpour* [39] представио је структурне и механичке карактеристике. Испитивани су наноккомпозити са 0.5, 1 и 1.5% масеног удела честица Al_2O_3 , величине 40nm, добијени поступком ливења мешањем. Структурна испитивања су показала пад густине са додатком честица ојачавача, а са даљим повећањем удела ојачавача у композиту, наишао је као резултат, повећање порозности. Порозност настаје као последица лоше квашљивости и настанка пора у међусобном реаговању матрице и Al_2O_3 ојачавача. Према мишљењу аутора велики утицај на настанак пора у материјалу композита има и време мешања, тј. са повећањем времена мешања расте и проценат порозности. SEM анализе су показале да се сирове нано честице Al_2O_3 групишу у велике агломерате и да их је веома тешко механичким мешањем растопи „растурити“. Аутор је, из тога разлога, поступком млевења куглицама, претходно припремио композитни прах. На тај начин, разбијени су агломерати, а услед честих судара тврдих честица Al_2O_3 честицама алуминијума, дошло је до њиховог стапања са меком површином алуминијума што је довело до боље квашљивости и распореда у материјалу основе. Честице алуминијума се растварају и постепено ослобађају нано честице ојачавача у растоп, када се добијени композитни прах дода у раствор алуминијумске легуре. Тврдоћа композита добијених истискивањем расте са повећањем удела ојачавача, док тврдоћа ливених композита опада када је удео ојачавача већи од 1%. Разлог томе је равномернији распоред честица ојачавача, јаче везе између ојачавача и материјала основе и већа густина композита добијених истискивањем.

Резултати испитивања хабања наноккомпозита Al/ Al_2O_3 , добијеног механичким легирањем и топлим пресовањем, које је вршио *Tavoosi* [40], показали су да је дошло до побољшања у погледу тврдоће и отпорности на хабање са повећањем удела Al_2O_3 у наноккомпозиту. Такође, примећено је, да је адхезија доминантни механизам хабања код наноккомпозита са малим, а деламинација код наноккомпозита са великим уделом Al_2O_3 честица.

Hosseini [41] је испитивао утицај величине ојачавача на триболошке карактеристике. Материјал основе, Al6061, подвргнут је поступку млевења и то 30 сати, након чега му се додају честице ојачавача и млевење бива настављено још 15 сати, након чега се добија композитни прах. Честице ојачавача Al_2O_3 су различитих величина, 30 nm, 1 μm и 60 μm . Након млевења до величине кристалног зрна, алуминијумске матрице су: 41, 53, 59 nm, ове вредности одговарају добијеним композитима са различитим величинама честица ојачавача. Резултати су показали да се релативна густина смањује са смањењем величине честица ојачавача, а то истовремено прати и повећање вредности тврдоће. Услед повећања тврдоће, на основу Арчардове једначине се може закључити да ће доћи до повећања отпорности на хабање. Унапређење отпорности на хабање није само последица повећања тврдоће већ и присуства малих честица Al_2O_3 ојачавача и смањења величине кристалног зрна материјала основе. SEM анализа трагова ојачавача је показала да је доминантни механизам хабања абразивно хабање. Разлог таквог тумачења су уске паралелне бразде и плитки кратери. У прилог томе иде и EDS анализа трагова хабања (Енергеско-дисперзивна спектроскопија, енг. Energy-dispersive X-ray spectroscopy), која је потврдила трансфер материјала са челичног диска на контактну површину нанокompозита.

Код композита са микрометарским честицама ојачавача примемењени су дубљи кратери и на основу тога се може рећи да је присутна деламинација, као маханизам хабања, а да је у мањем обиму присутна и абразија. Ови композити имају и мање вредности релативне густине и тврдоће, што указује на хетерогеност њихове структуре. Ако се ово узме у обзир, долази до деформационог ојачања током хабања, и то као резултат нагомилавања дислокација око хетерогености у подповршинском слоју [24]. Нагомилавање дислокација може узроковати настанак и развијање пукотина испод контактне површине, што касније може довести и до уклањања материјала са контактних површина у виду пахуља. Потврда да је реч о деламинацији је и недостатак гвожђа на EDS спектру. Како деламинација доминира тако је трансфер гвожђа са челичног диска на површину композита минималан.

Када је у питању трење, равномеран распоред честица ојачавача води ка смањењу вредности коефицијента трења, што је случај код нанокompозита. С друге стране, повећање тврдоће површинских слојева утиче на смањење реалне површине контакта, а самим тим и коефицијента трења.

Утицај масеног удела честица SiC ојачавача на ерозивну отпорност композита са основом ZA-27, представио је у свом раду Mishra [42]. Пре него што је композит ZA-27 подвргнут испитивању корозионе отпорности, испитане су његове механичке карактеристике, тј. механичке карактеристике материјала основе са масеним уделима ојачивача од 3, 6 и 9%. Утврђено је да додавање честица ојачавача доводи до побољшања већине испитиваних механичких карактеристика, тј. да се са повећањем удела ојачивача повећава и микро тврдоћа, затезна чврстоћа и ударна жилавост, али долази до пада еластичности. Добијени резултати јесу последица повећања масеног удела ојачавача, при чему се повећава релативна густина. С обзиром да увек постоји разлика између теоријских

и измерених вредности густина композита, долази до присуства шупљина и пора, и њихово присуство утиче на механичке карактеристике композита у зависности од степена.

Протекла деценија протекла је уз значајнију пажњу истраживача на додавање угљеничних нано влакана материјалима или легурама у циљу побољшања механичких и триболошких карактеристика, из разлога што имају изузетне механичке карактеристике [43]. Zhou [44] је истраживао угљенична нано влакна и њихов утицај на триболошке карактеристике алуминијумске основе. Показао је да су угљенична нано влакна равномерно распоређена у материјалу основе и да се са повећањем удела ојачавача смањује коефицијент трења, а потом и хабање материјала и то у вредности до 20%. Такође, да долази и до унапређења триболошких карактеристика, у погледу драстичног смањења хабања и драстичног смањења коефицијента трења потврдили су и други истраживачи, и то не само због присуства нано ојачавача, већ и због смањења величине кристалног зрна материјала основе [45]. Исти аутори су доказали да оптималан запремински удео угљеничних нано влакана у погледу најмањег хабања износи 4.5%. Такође, са повећањем нормалног оптерећења расте коефицијент трења, а опада са порастом брзине клизања.

5

АНАЛИЗА ПРОЦЕСА ИСПИТИВАЊА

Упркос жељи аутора да се апсолутна пажња обрати на примере испитивања композитних материјала, тј. пре свега на нанокompозите са основом ZA-27 легуре, услед непостајања довољног броја радова и испитивања на ту тему, као и саме литературе која се на те материјале односи, то није било у потпуности могуће. Треба такође назначити да научни радови на тему испитивања композитних материјала уз помоћ скреч теста нису пронађени до писања овог завршног рада. С тим у вези у оквиру овог поглавља укратко је бачен акценат на литературни преглед испитивања одређених металних материјала, као и превлака на бази керамичких материјала помоћу скреч теста. На почетку самог поглавља укратко је представљена теоријска основа појма скреч, као и карактеристике материјала које се могу испитивати помоћу scratch теста.

4.1 Теоријска основа појма скреч

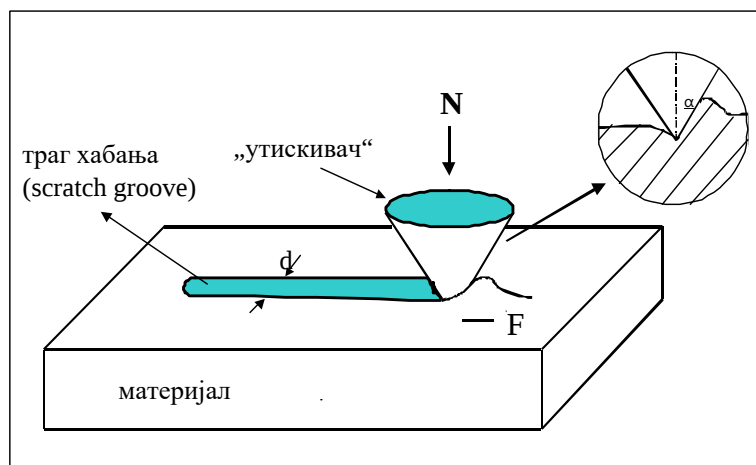
Када се чврсто тело доведе у контакт са одрђеном површином, на тај начин да се аксијално помера по истој, настаје траг хабања као последица деловања утискивача током испитивања помоћу скреч теста. У страној терминологији овај траг је дефинисан као огреботина (енг. scratch groove), или „траг гребања“ (Слика 4.1), али ће у овом завршном раду бити наведен као траг хабања. Међусобне интеракције површина спадају у истраживање трибологије, која је дефинисана као *наука и технологија о међусобној интеракцији површина у релативном кретању*. Сматра се и *науком и технологијом о трењу, хабању и подмазивању*. Два појма која се најчешће директно везују за појам скреча јесу тврдоћа материјала и трење. Трење са најпростије може дефинисати као отпор релативном кретању. Коефицијент трења, када је у питању трење клизања дато је релацијом [46]:

$$\mu = \frac{F}{N} \quad (4.1)$$

где F представља силу трења која се поклапа са правцем кретања тела, док је N нормално оптерећење и управно је правац кретања тела. Многи материјали подвргавају се Законима који се односе на трење и који се могу дефинисати као:

1. Сила трења је пропорционална нормалној сили
2. Сила трења је независна у односу на контактну површину
3. Сила трења је независна у односу на брзину клизања

Може се такође рећи и да поузданост ових закона не мора бити доследна. Обично се ови закони односе на контролисане услове испитивања елемената у контакту.



Слика 4.1: Приказ контакта при настајању бразде

Тврдоћа материјала приликом скреч теста може се дефинисати као реакција нормалне силе утискивача, која је нормална на површину деловања, у односу на површину деловања утискивача. Међутим, врло је значајно напоменути да испитивањима које се односе на овај завршни рад није одређена тврдоћа материјала. Такође, сматра се еквивалентном притиску p_m који се јавља услед деловања утискивача на површину материјала током скреча. Такође ако је d ширина трага хабања који настаје након скреч теста, тврдоћа може бити дефинисана и преко релације:

$$Hs = \frac{4N}{\pi d^2} \quad (4.2)$$

Ова релација сматра се тачном уколико је утискивач коничне или пирамидалне геометрије. Што се тиче конкретно метала и керамика, дефинисање тврдоће и дубине продирања подвргава се релацији

$$N = kd^n \quad (4.3)$$

познатој као Мејеров закон. Сходно релацији, k и n су константе које се односе на материјал, док N и d имају претходно наведено значење.

Опште је прихваћено да на неки начин постоје два типа површинског оштећења – *мар* и *скреч*. Оштећење површине (енг. *mar*) је траг који настаје приликом контакта два тела током клизања. Овај траг је невидљив људским оком јер настаје пре свега приликом контакта микронеравнина два тела. С друге стране скреч је видљив траг који настаје при контакту два тела при којем је једно тело мање тврдоће. Управо на површини другог тела настају површински дефекти који се могу назвати огреботином – скречом [46].

4.2 Преглед испитивања материјала на основу скреч теста

Последњих година испитивања на основу скреч теста најчешће су испитивани керамички материјали. Пре свега највише је бачен акценат на испитивање тврдоће и деформационе резистентности превлака које су сачињене од керамичких честица, као што су Al_2O_3 , TiC , SiC . Међутим у овом раду испитивање је вршено на материјалима у којима се ови елементи, тачније честице Al_2O_3 налазе у виду запреминског удела, те тако испитивања самих керамичких превлака на основу скреч теста нису толико релевантна. Као пример испитивања материјала који нису на бази ZA легуре, али су притом хомогени материјали, дата су испитивања чистог гвожђа и легираних челика, и то зарад утврђивања конкретног начина испитивања током скреч процеса.

Fabian Pöhl, *Corinna Hardes* и *Werner Theisen* [47] вршили су испитивање отпорности на хабање металних материјала током скреч теста. Предмет испитивања били су чисто гвожђе и два челика, AISI 1045 и AISI 304L . Како би приказали деформационо понашање ових материјала при дејству нормалног оптерећења, тестови су спроведени дејством постепено растуће силе приликом скреч теста, уз додатне анализе електронске микроскопије и наноиндентације. При испитивању, дефинисан је f_{ab} , коефицијент абразије и то у циљу одређивања активних механизма абразије. На основу тестова значајно су дефинисане механичке, а уз то и триболошке карактеристике материјала, пре свега дефинисањем тангенцијалне силе трења, коефицијента трења и дубине продирања током скреч теста. Значајну улогу у испитивању имали су и прикази пластичне деформације у виду истискивања материјала по ободу трага, односно нагомилавања продуката хабања материјала дуж и на крају трага хабања током самог теста, који су значајно одредили степен абразивних механизма у материјалу.

4.2.1 Испитивање хомогених материјала

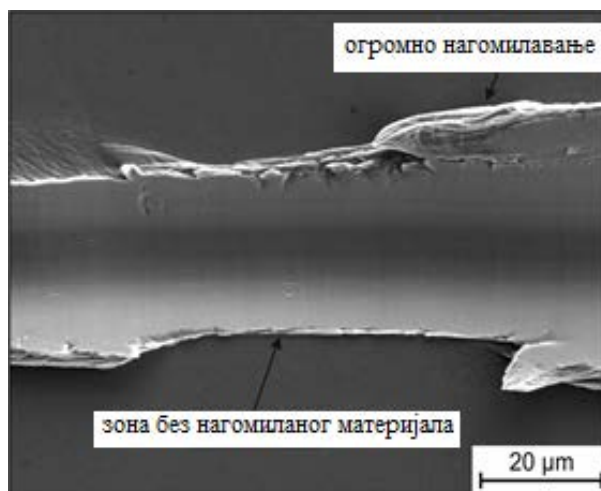
Машински елементи и алати попут извлакача, жљебова и притискивача током рада су подвргнути абразивном хабању [48]. Процес хабања обухвата комплексне површинске интеракције материјала у контакту који се не могу сматрати сасвим предвидивим [49]. Приликом експеримента, значајног утицаја имају и вредности коефицијента хабања током трибомеханичких интеракција елемената у контакту. Такође, даље испитивање понашања материјала током абразије помогло је при бољем разумевању појаве абразивног хабања. Абразија се стога може експериментално приказати помоћу скреч теста у коме утискивач аксијално клизи по површини испитиваних узорака. Утискивачем оптерећена површина дефинише се тако активним абразивним микро-механизмима, који настају услед деформације површина под утицајем концентрисаног оптерећења [50].

Као што је раније наведено, предмет истраживања представљају чисто гвожђе, и челици AISI 1450 и AISI 304L [47], чија је геометрија дефинисана и уз помоћ електронског микроскопа SEM-а (scanning electron microscopy) и микроскопске методе атомских сила

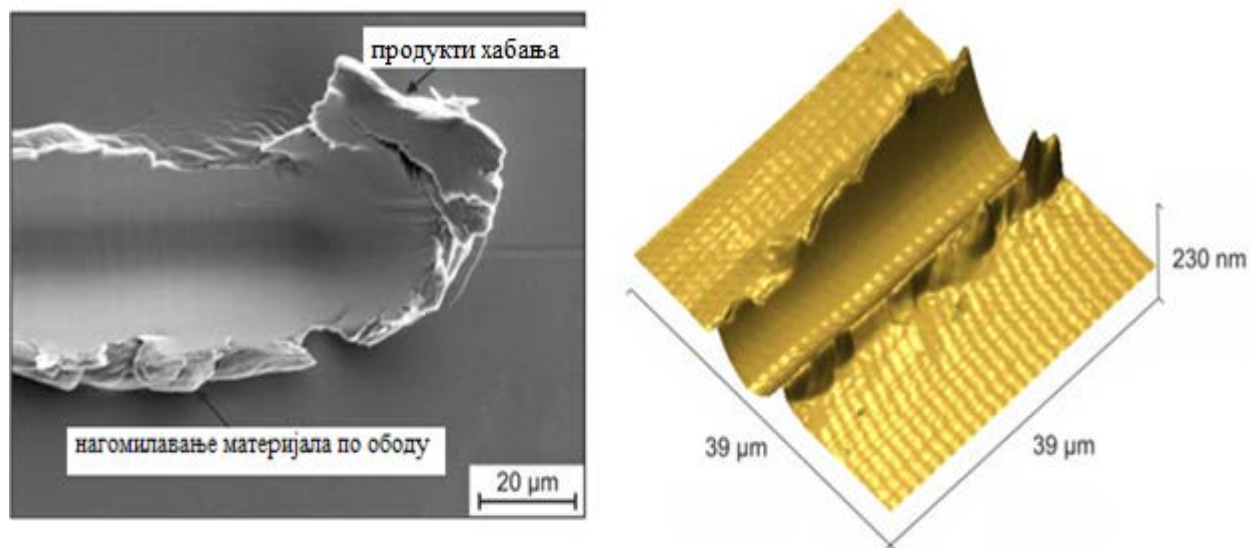
AFM-a (atomic force microscope), док су механичке карактеристике утврђиване на основу испитивања на истезање и наноиндентације.

Узорци за скреч тест и наноиндентацију су припремљени за испитивање путем брушења и полирања, тј. поступцима који су обављени помоћу брусних папира различите финоће (различитом величином абразивних честица) и већим бројем полир пасти. Скреч тест спроведен је помоћу скреч тестера (CSM instruments; NST module-нано спектар) који садржи утискивач са дијамантским врхом у виду купе (радијус врха $10\text{ }\mu\text{m}$). Параметри испитивања односе се на оптерећење које прогресивно расте од 3 mN до 603 mN , као и брзину клизања утискивача од $400\text{ }\mu\text{m}/\text{min}$. Примењено нормално (P_n) као и тангнцијално оптерећење (P_t) као и дубина продирања континуално је мерена током скреч теста. Криве тангенцијалне силе, трења и дубине продирања у функцији координата позиције узорка дефинисане су на основу не мање од 4 засебна скреч теста. AFM фотографије омогућиле су лакше дефинисање вредности f_{ab} , који значајно описује механизме микро-резања и браздања који се јављају у материјалу услед концентрисаног оптерећења утискивача. Вредност коефицијента f_{ab} ближе је одређена дефинисањем пет тачака постављених дуж трага хабања насталог услед оптерећења и аксијалног кретања утискивача. Узимајући у обзир пластичну деформацију материјала, долази до браздања материјала услед оптерећења и његовог истискивања по ободу трага хабања, с друге стране микрорезање доводи до одвајања продуката хабања [47].

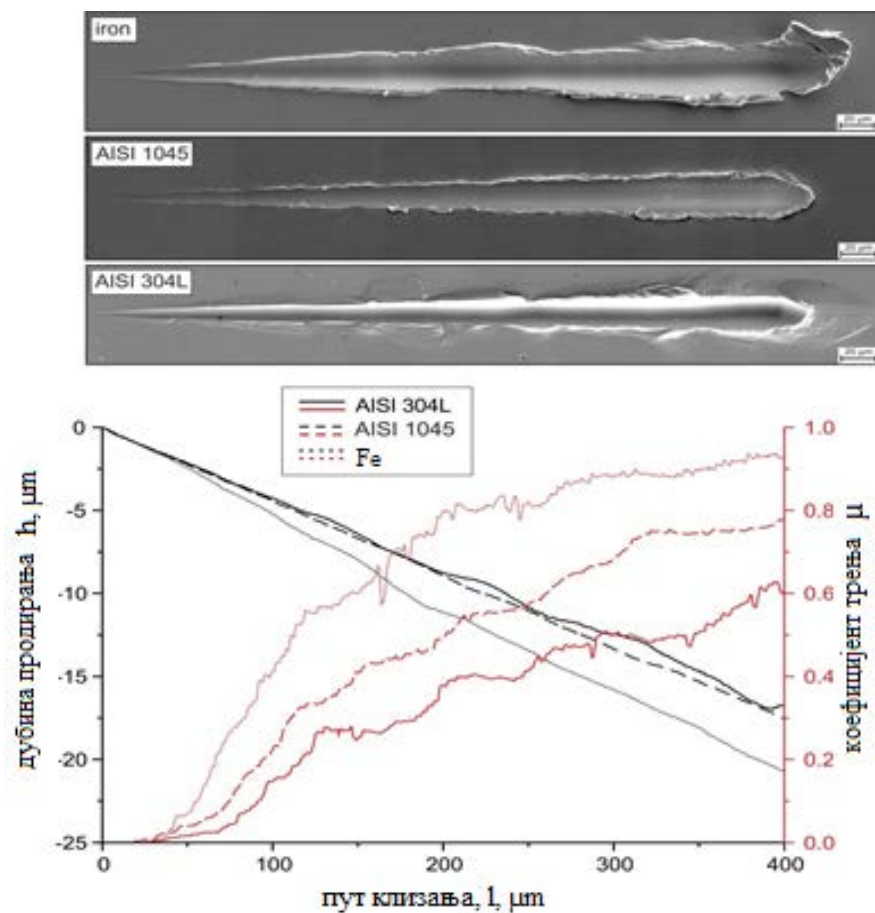
На сликама 4.2 и 4.3, оптерећење чистог гвожђа приликом скреч теста доводи до масивног гомилања материјала на ободу трага хабања. Огромна количина материјала потиснута је испред утискивача у правцу његовог кретања, потом истиснута са стране, што доводи и стварања продуката хабања. Активни микро-механизми током самог процеса јесу микро-резање и микро-браздање. Такође је могуће да сама дужина трага може утицати на избразданост на локалном нивоу, што може довести до значајног нагомилавања материјала на ободу. С друге стране регија без имало нагомилавања, праћена је обично масивним нагомилавањем материјала дуж пута клизања [47].



Слика 4.1 SEM приказ регије без имало нагомилавања, праћене масивним нагомилавањем материјала по ободу трага хабања



Слика 4.2 (а) SEM приказ чистог гвожђа са масивним нагомилавањем материјала
(б) AFM илустровани топографски приказ нагомилавања материјала и удубљење настало услед оптерећења



Слика 4.3 Приказ удубљења на основу SEM-а, график криве дубине продирања и коефицијента трења у зависности од пута клизања

Као што је приказано на слици 4.3 највећу дубину продирања има чисто гвожђе, потом AISI 1045, па AISI 304L, на којима се примећује значајно плиће удубљење. Значајнија разлика између челика AISI 1045, AISI 304L примећује се тек код приказа тангенцијалне силе, док је дубина продирања врло мало мања код AISI 304L [47]. Мања дубина продирања указује на већу отпорност ка абразивном хабању и губитку материјала.

Треба такође навести, да велика дубина продирања уз велику количину нагомиланог материјала на ободу доводи до повећања тангенцијалне силе као и коефицијента трења. У случају челика AISI 1045 дубина продирања и тангенцијална сила су резултат сложеног понашања двофазне микроструктуре.

Приликом горенаведеног истраживања *Fabian Pöhl*, *Corinna Hardes* и *Werner Theisen* дошли су до следећих закључака [47]:

- Гвожђе има најмању отпорност приликом утискивања са највећом дубином продирања, тангенцијалном силом и коефицијентом трења. Иако коефицијент f_{ab} најчешће указује да је микро-браздање најдоминантнији микро-механизам абразије, SEM анализе скреч теста показују значајну појаву микро-резања у зони контакта материјала.
- Поредећи са гвожђем, отпорност приликом утискивања код челика AISI 304L и AISI 1045 је знатно већа. При испитивању оба челика јавља се слична дубина продирања, и ако се код AISI 1045 јавља нешто већа тангенцијална сила трења као и коефицијент трења.
- Што се тиче абразивног коефицијента, при испитивању обе врсте челика утврђено је да он нема готово никаквог утицаја на појаву микро-механизма.

Претпоставља се да ће у будућности више пажње од стране научника обраћати на 3D анализе скреч деформација помоћу *интерферометрије* [51,52]. Уз то, нумерички подржаном анализом – као што је метода коначних елемената (FEM - *Finite-Element Method*) у будућим радовима и истраживања биће омогућено ближе представљање механичких карактеристика укључујући и напонско стање материјала [53].

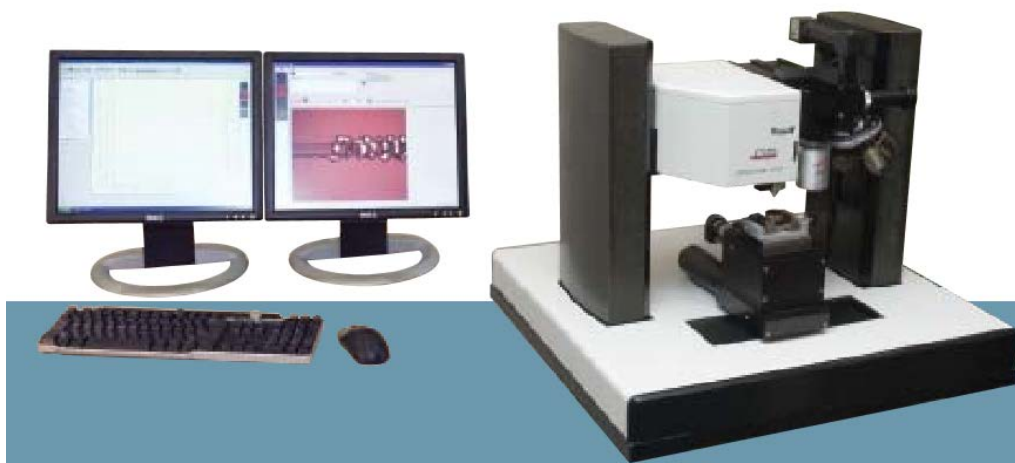
4.3 Карактеристике, параметри и принцип испитивања скреч тестера

CSM скреч тестери представљају идеалне инструменте за испитивање површина и површинских дефеката материјала, танких филмова, превлака (најчешће керамичких) уз додадно дефинисање како адхезивних тако и других врста деформација, дефинишући тако структурне, механичке, а притом и триболошке карактеристике испитиваних материјала [54]. Најчешће се користе за испитивање разних врста индустријских превлака од оних који се користе као полупроводници, превлаке коришћене у оптици, до превлака коришћених у аутомобилској индустрији за украшавање и заштиту лима. Најчешће су испитиване превлаке које служе за превлачење резног дела алата у машинској индустрији. Значајна особина ових инструмената је карактеризација односа танког филма и материјала основе, и то квантификацијом параметара као што су сила трења и адхезивна чврстоћа. Све ово чини их уређајима од непроцењивог значаја за истраживање развој и контролу квалитета.

Техника самог процеса огледа се на анализи трага хабања, насталог током теста, на узорку помоћу утискивача са дијамантским врхом. Врх је, или у облику Роквелове (Rockwell) дијамантске купе или је израђен од неког тврдог метала, зависно од типа материјала који се испитује, тј. његове тврдоће. Тај врх се аксијално креће дуж површине испитиваног материјала или превлаке било при константној или прогресивној сили (растућа или опадајућа). У неком тренутку, пре деловању критичног оптерећења, доћи ће до пуцања превлаке, тј. до појаве првих деформација на испитиваном материјалу. Критично оптерећење се прецизно дефинише коришћењем акустичних сензора (MST и RST) који су постављени на носачу утискивача заједно са веома прецизним оптичким микроскопом. Критично оптерећење користи се зарад карактеризације адхезивних карактеристика материјала у комбинацији са танким филмовима или превлакама.

Ови уређаји поред поменутих карактеристика материјала имају могућност мерења и карактеризације силе и коефицијента трења, нормалне силе која делује на површине, дубине продирања и дубине услед еластичне релаксације материјала. Сви наведени параметри, заједно са акустичном емисијом сачињавају јединствену структуру карактеристика испитиваних материјала или превлака. Поред одређивања ових параметара, врло битна тачка самог испитивања јесте контролисање силе, као и дубине продирања утискивача током самог процеса [55].

На слици 4.9 приказан је пример CSM-овог скреч тестера заједно са видео микроскопом високе резолуције. Стандардни доступни објективи микроскопа су са $\times 5$, $\times 20$, $\times 50$, $\times 100$ увећањем, а могу достићи у неким специјалним случајевима и опсег $\times 200$ - $\times 4000$ (NST-Nano Scratch testers). Микроскоп користи камеру, стандардне резолуције 768×582 и високе резолуције 1280×1024 која користи сензор високе осетљивости. Уз ову опрему пријања и рачунар са два синхронизована LCD монитора за приказ скреч података и слика [54].

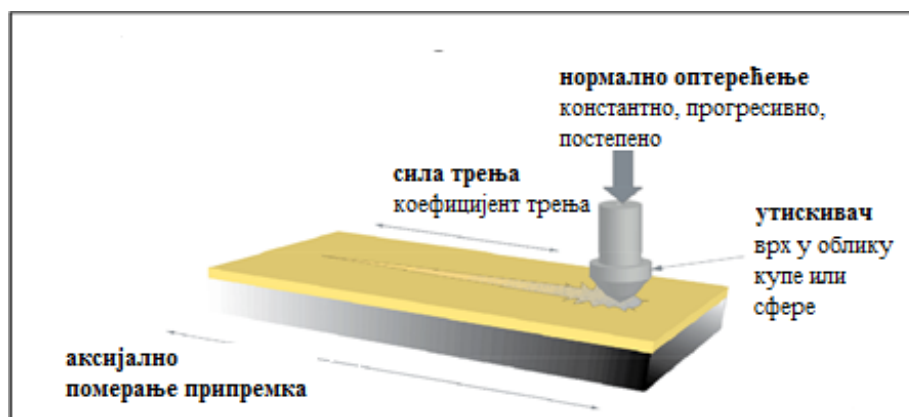


Слика 4.9 CSM Scratch тестер са комплетном опремом

На слици 4.10 дат је приказ параметара скреч тестера (Слика 4.11) који се подешавају приликом самог процеса. У то спада оквирно оптерећење приликом испитивања које се може односити на MST (Micro Scratch Tester), NST (Nano Scratch Tester), RST (Revetest Scratch tester) уређаје, као и дубина продирања. Најбитнија разлика између MST-а и NST-а јесте у нормалној сили утискивања, као и у пречнику врха утискивача који је знатно мањи код NST-а, па стога долази до стварања мање дубине продирања него код МСТ-а

CSM Scratch tester			
			
	NST	MST	RST / RSX
Распон вредности оптерећења	10μN –1000mN	0.03 –30N	0.5 N –200N
Дубина продирања	500μm	500μm	2 mm
*како би се избегао утицај вибрација из околине, уређај се налази на ваздушним јастуцима			
			

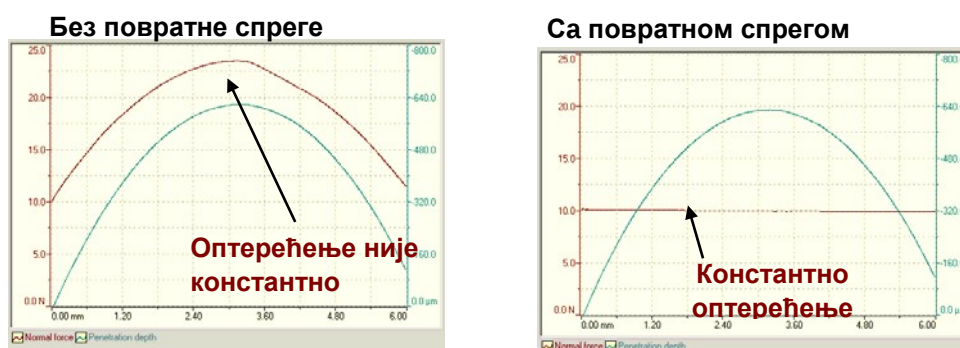
Слика 4.10. Основни параметри процеса



Слика 4.11. Моделни приказ параметара процеса

Приликом испитивања деформације материјала неопходна је контрола оптерећења које се манифестује преко утискивача. Понекад, услед неадекватне контроле нормалне силе, може доћи до заглављивања утискивача у испитивану површину материјала, те тако и до његовог испадања. Ово се најчешће дешава услед пада вредности нормалне силе који није уочен на време, што такође може спречити детектовање лома код великог броја материјала. CSM системи, имају могућност детектовања оваквог пада оптерећења (у опсегу од 5 ms) и подизања вредности оптерећења на почетно задати ниво. CSM скреч тестери су дакле способни да на време открију непредвиђене компликације.

CSM системи су једни од ретких уређаја који имају сензоре провере оптерећења са активном повратном спрегом. У виду повратне петље која је контролисана електронски ови уређаји имају могућност праћења оптерећења без исправљања софтвера. На тај начин може се врло лако испратити константност оптерећења које је задато приликом уношења почетних параметара процеса. На слици 4.12 приказан је пример употребе сензора повратне спреге при провери оптерећења [55].

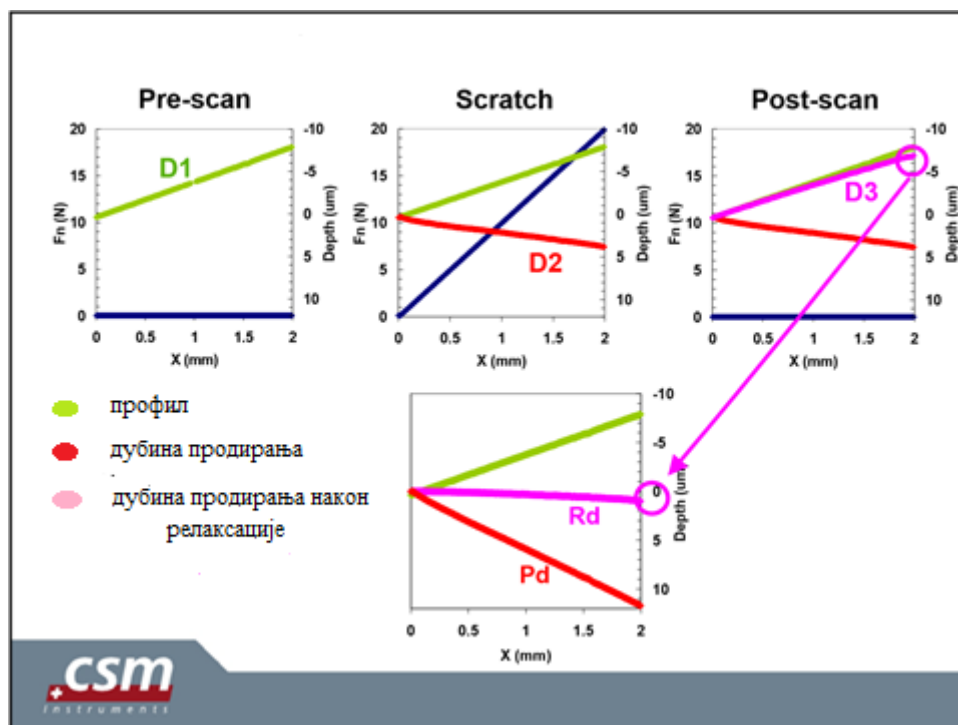


Слика 4.12 Приказ значаја праћења оптерећења помоћу сензора повратне спреге

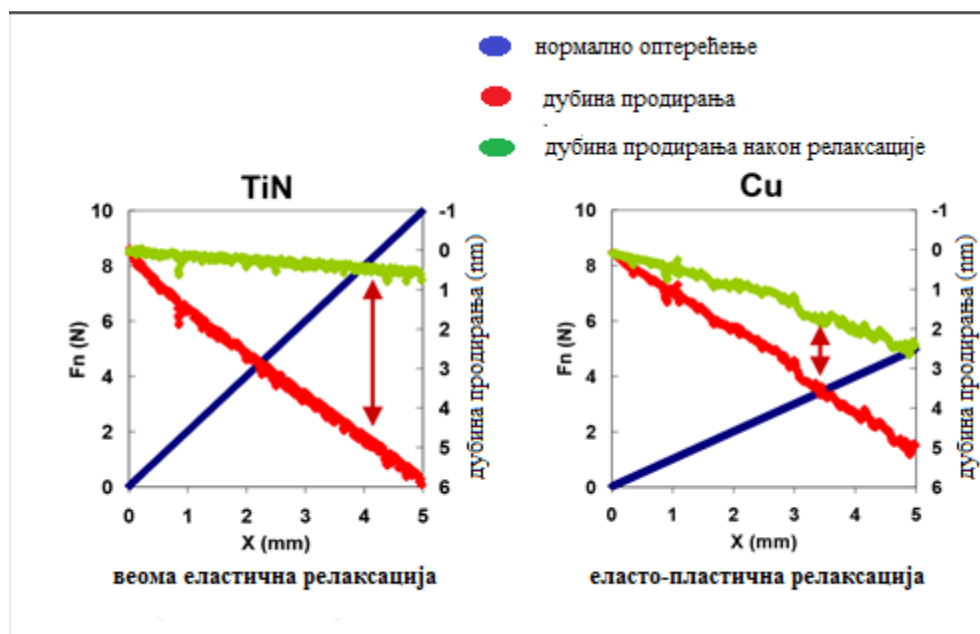
Завршна обрада узорка знатно може утицати на сам процес испитивања, с обзиром да испитивана површина не може бити идеално глатка, јер ниједан пример идеално глатког тела у природи не постоји. На површини материјала се увек могу наћи одређене неравнине на микро или нано нивоу независно чак и од завршне обраде. Такође, испитивана површина након завршне обраде може имати и одређени нагиб. Сходно томе пре самог процеса испитивања потребно је извршити претходно скенирање површине (Pre-scan) и то при минималном константом оптерећењу.

Зависно од механичких карактеристика материјала узорка, приликом оптерећивања узорка током процеса испитивања доћи ће до, како пластичне, тако и еласто-пластичне деформације испитиваног материјала. Након померања утискивача из зоне контакта биће приметна одређена дубина продирања (*penetration depth*). Због еластичне релаксације материјала на дијаграмима који дају приказ резултата доћи ће до промене ове дубине продирања, тј дубина продирања биће мања (*residual depth*). Како не би дошло до нежељених компликација приликом одређивања дубине продирања, која представља један од кључних параметара за одређивање структурних, механичких и триболошких карактеристика материјала, потребно је извршити накнадно скенирање површине испитиваног материјала (Post-scan).

На слици 4.13 дат је графички приказ зависности испитивања од претходног и завршног скенирања површине испитиваног материјала. Утицај еластичне и еласто-пластичне релаксације материјала на испитивање приказан је на слици 4.14. Приказ се односи на понашање титан-нитрида (TiN) и бакра (Cu) [55].



Слика 4.13 Графички приказ зависности испитивања од Pre-scan-a и Post-scan-a



Слика 4.14 Приказ еластичне релаксације TiN и еласто-пластичне релаксације Cu

На графику 4.1 представљен је пример испитивања керамичких превлака, и типичне карактеристике материјала које се испитују.

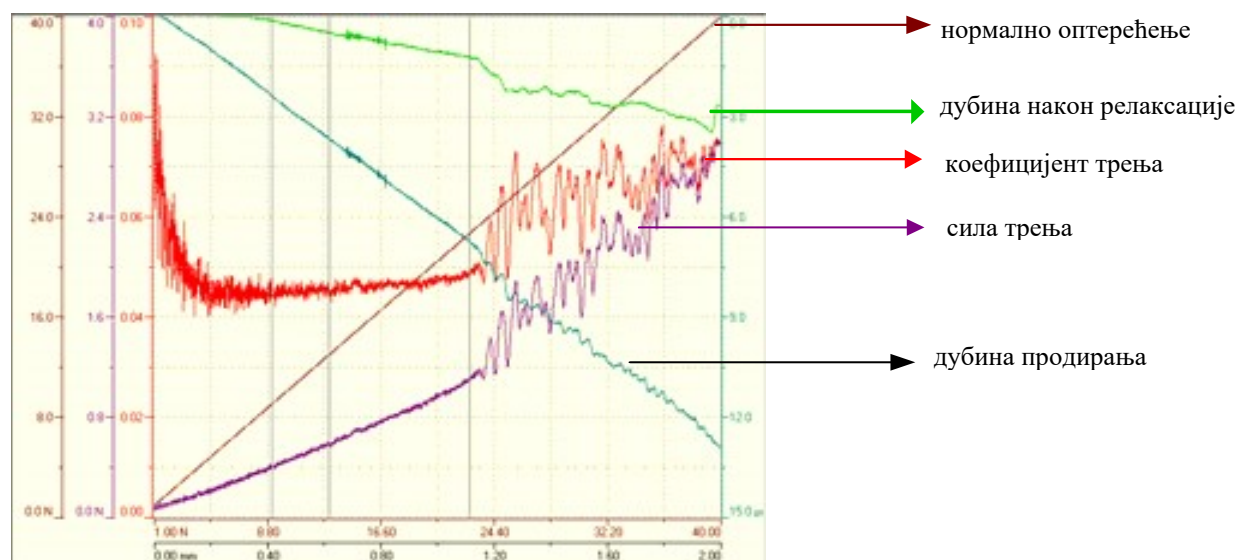
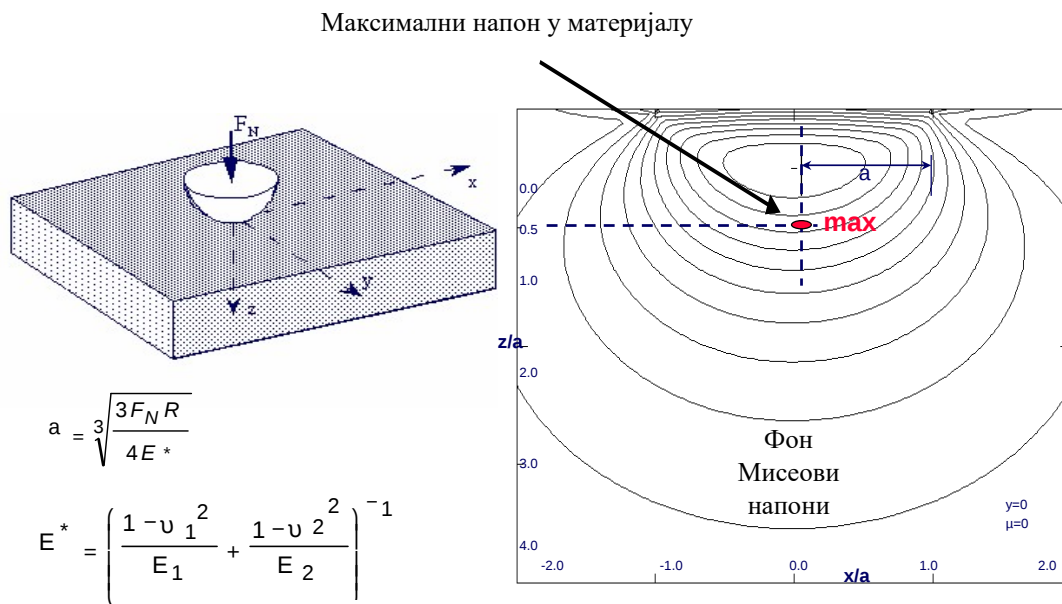


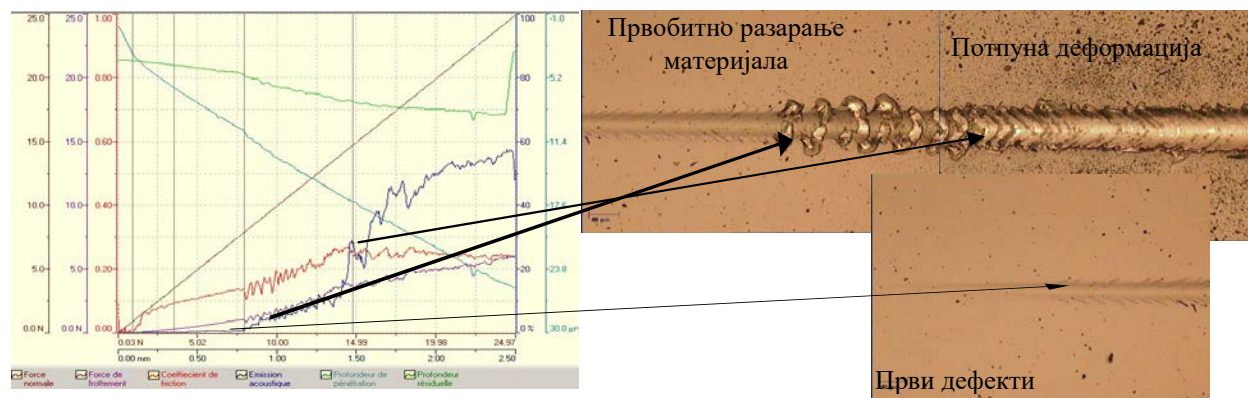
График 4.1. Карактеристике материјала

С обзиром да је врх утискивача који преноси оптерећење на испитивани материјал најчешће облика купе или сфере, сви напони и деформације који се јављају при контакту утискивача и узорка су углавном подређени условима Херцовог контакта (Слика 4.15).



Слика 4.15. Напони у условима Херцовог контакта

Приликом испитивања керамичких превлака, али и осталих материјала, током деловања континуално растуће силе утискивача доћи до пуцања површине превлака у различитим варијацијама зависно од интензитета саме силе. С тога ће се на графицима који ближе дефинишу резултате испитивања дешавати и промене зависно од величине дефеката који се у материјалу дешавају услед деловања силе одређеног интензитета (Слика 4.16).



Слика 4.16 Графички и сликовни приказ деформација материјала услед деловања силе индентера

6

РЕЗУЛТАТИ И АНАЛИЗА ИСПИТИВАЊА

У овом поглављу дати су резултати испитивања нанокомпозита са металном ZA-27 основом, као и анализа истих. Резултати су приказани су помоћу дијаграма зависности дубине продирања и коефицијента трења од пута клизања, чијом су анализом представљене одређене механичке и триболошке карактеристике испитиваних нанокомпозита. .

Уређај на коме су вршена испитивања је CSM-ов *Micro Scratch Tester* – MST (Слика 5.1). У склопу уређаја постоје и два повезана LCD монитора за бољи преглед резултата испитивања. Уређај садржи оптички микроскоп високе резолуције док је утискивач са дијамантским врхом у виду Роквелове купе, радијуса $100\mu\text{m}$. Параметри процеса испитивања приказани су у табели 5.1. Треба нагласити да су мерења свих материјала поновљена три пута зарад бољег дефинисања карактеристика и да су параметри приликом сваког испитивања били исти, те су у табели дати општи параметри испитивања.

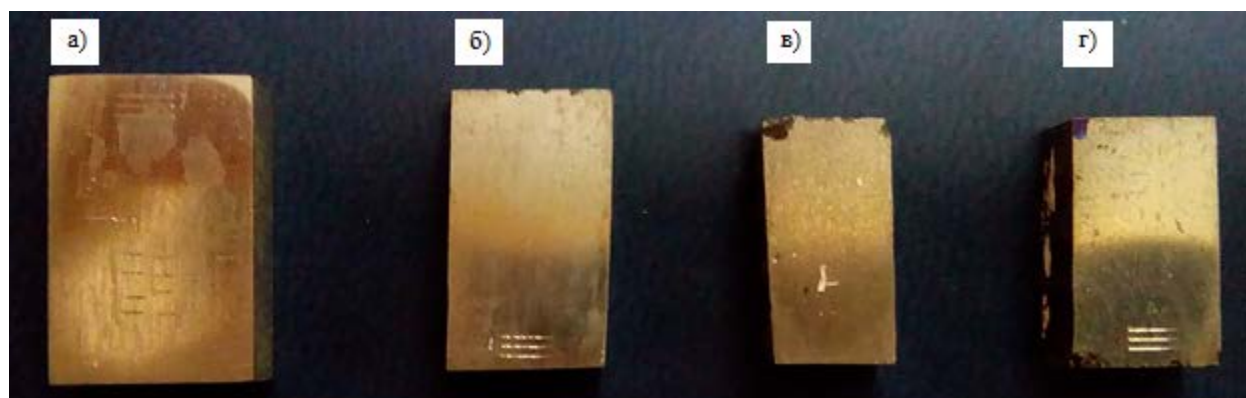


Слика 6.1. Micro Scratch Tester

врста трага утискивања	врста оптерећења	почетно оптерећење, N	крајње оптерећење, N	брзина, V, mm/min	дужина пута клизања, l, mm
линеаран	прогресивно	0,01	10	3	3

Табела 6.1 Параметри испитивања

Као што је наведено у поглаљу 3.2 испитивани материјали су нанокompозити са металном ZA-27 основом којима је додато 1,3 и 5% запреминског удела Al_2O_3 ојачавача у виду честица величине 20-30 nm. На слици 6.2 дат је приказ узорака који су подвргнути испитивању, и где се јасно могу приметити трагови утискивања.

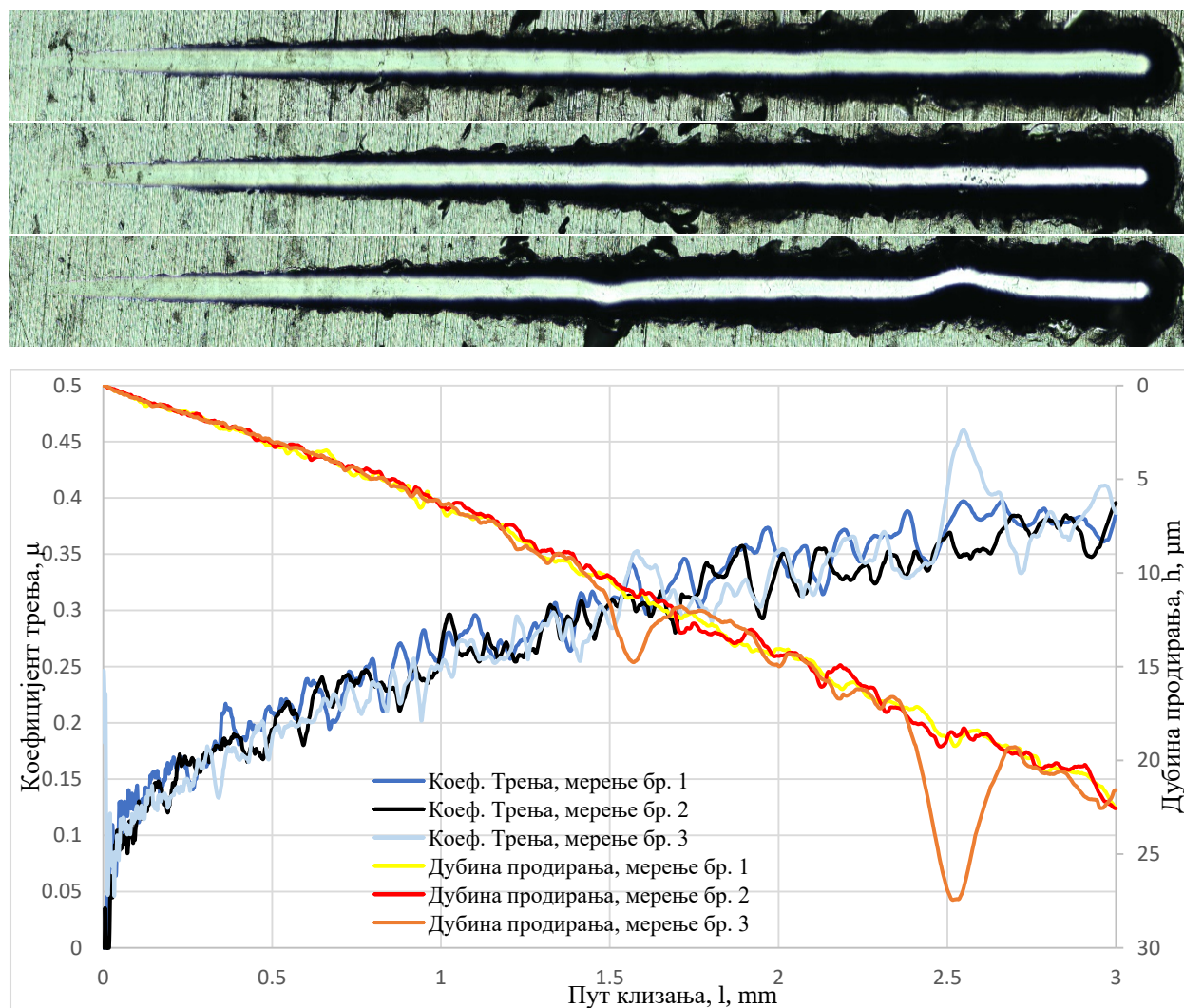


Слика 6.2 Приказ испитиваних припремака: а) ZA-27, б) ZA-27 + 1% Al_2O_3 , в) ZA-27 + 3% Al_2O_3 , г) ZA-27 + 5% Al_2O_3

При испитивању свих наведених материјала најпре је извршено припремно скенирање површина због несавршености површина материјала и нагиба који се стварају на микро нивоу услед неадекватне завршне обраде. Продирање утискивача услед прогресивно растућег оптерећења оставља траг утискивања одређене дубине. Због еластичних својстава материјала, може доћи до промене првобитне дубине продирања те се на крају врши скенирање површина ради утврђивања дубине. Утврђене дубине продирања као и коефицијент трења помажу даљем дефинисању карактеристика материјала, а приказане су графицима зависности дубине продирања и коефицијента трења од пута клизања.

Дијаграми зависности испитиваних материјала, као и прикази површина утврђени помоћу оптичких микроскопа скреч тестера, изложени су у наставку рада. Значајно је напоменути да су сва испитивања извршена у Центру за трибологију на Факултету инжењерских наука Универзитета у Крагујевцу.

На слици 6.3 а) дат је приказ трагова хабања нанокомпозита ZA-27 током сва три мерења, редом приказаних, док је сликом 6.3 б) ближе дефинисана зависности коефицијента трења и дубине продирања од пута клизања.

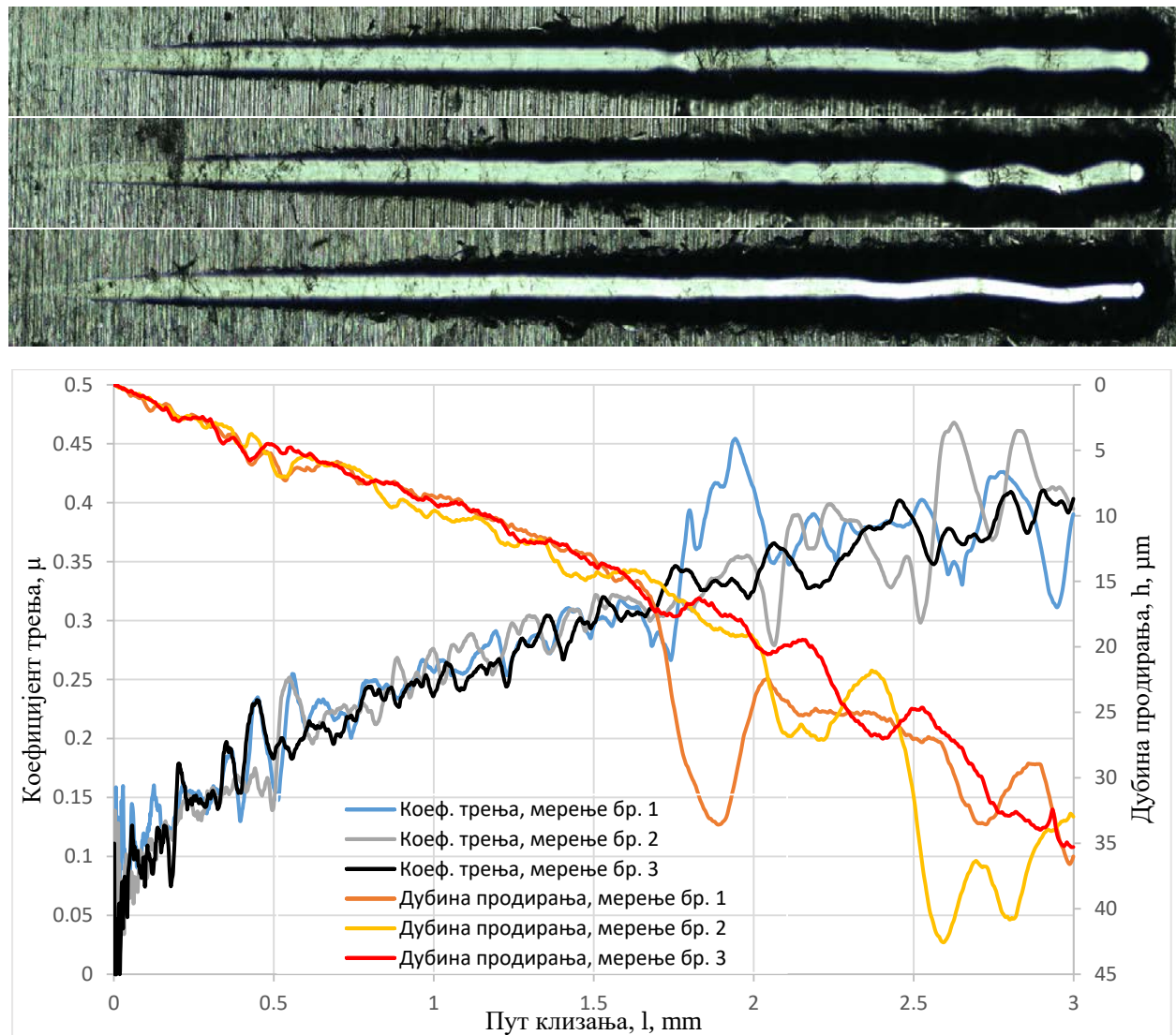


Слика 6.3 а) Трагови утискивања површине нанокомпозита ZA-27 током три мерења
б) Зависност коефицијента трења и дубине продирања од пута клизања

При испитивању ZA-27 легуре утврђено је да коефицијент трења расте са порастом нормалног оптерећења, што се може видети из приложеног дијаграма. Током сва три мерења нема већих одступања коефицијента трења. Највећа вредност коефицијента трења јавља се при деловању силе од око 8N и износи 0,46, док је на крају пута клизања ова вредност 0,39 оптимално посматрајући сва 3 мерења, што се најбоље може уочити са слике 6.8. Средња вредност коефицијента трења на средини пута клизања износи 0,32. Такође, нема велике разлике у дубини продирања утискивача при различитим мерењима. Једино одступање дубине продирања јавља се при трећем мерењу где је утискивач оставио дубљи траг при крају пута клизања, што се може приписати минималним структурним несавршеностима у подповршинском слоју материјала. Може се такође рећи да се јавља мање нагомилавање материјала по ободу иако то није могуће тачно дефинисати.

Даљим испитивањима и анализом коришћењем уређаја попут SEM микроскопа, значајније би се могле дефинисати карактеристике трага хабања а пре свега морфологија самог трага.

Као и на претходној слици, сликом 6.4 дат приказ материјала након мерења, резултати се односе на нанокompозит ZA-27 са 1% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 . Слични прикази наведени су на сликама 6.5 и 6.6, с тим што се односе на нанокompозите ZA-27 са 3 и 5% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 .

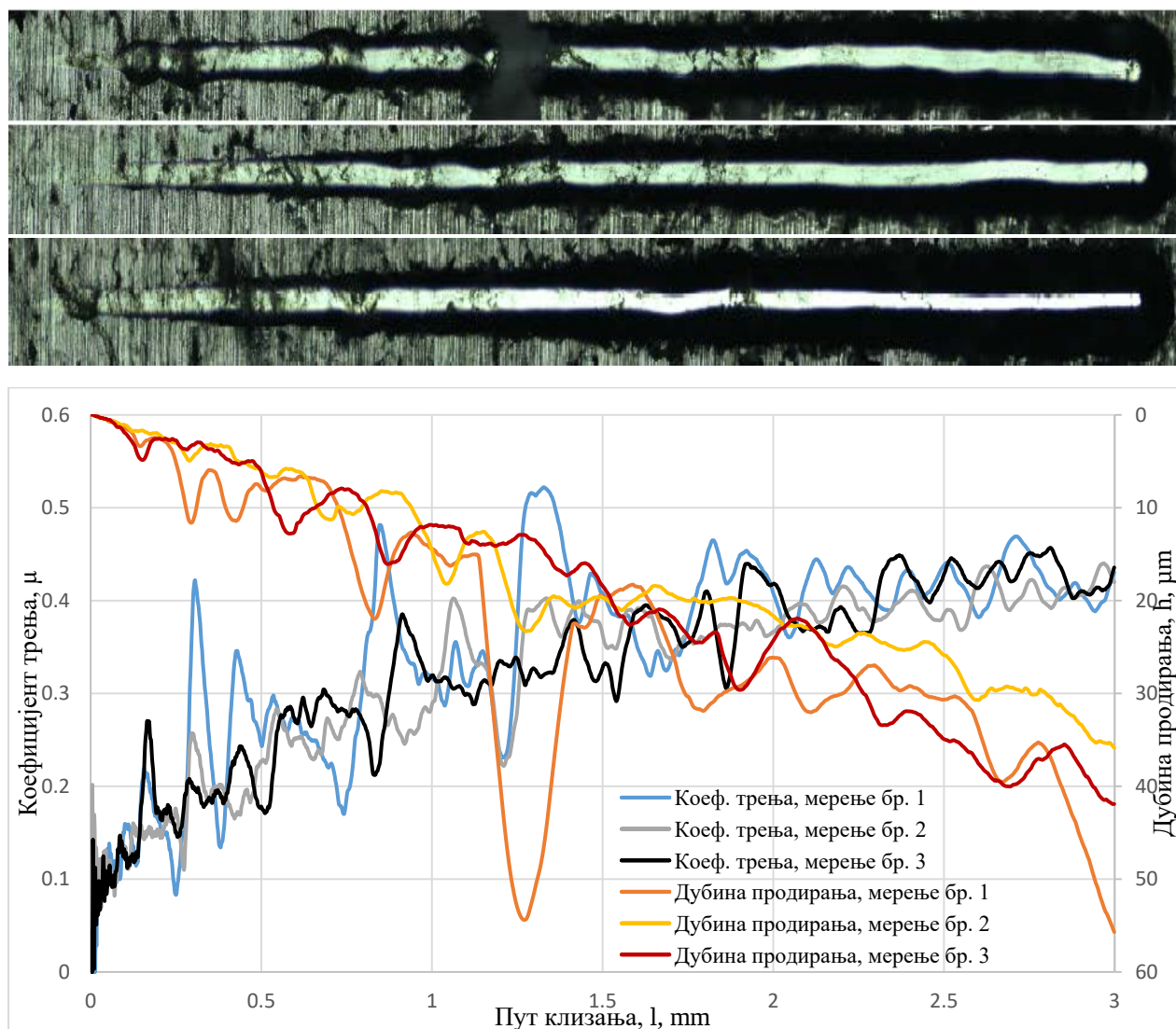


Слика 5.4 а) Трагови утискивања површине нанокompозита ZA-27 са 1% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 током три мерења

б) Зависност коефицијента трења и дубине продирања од пута клизања

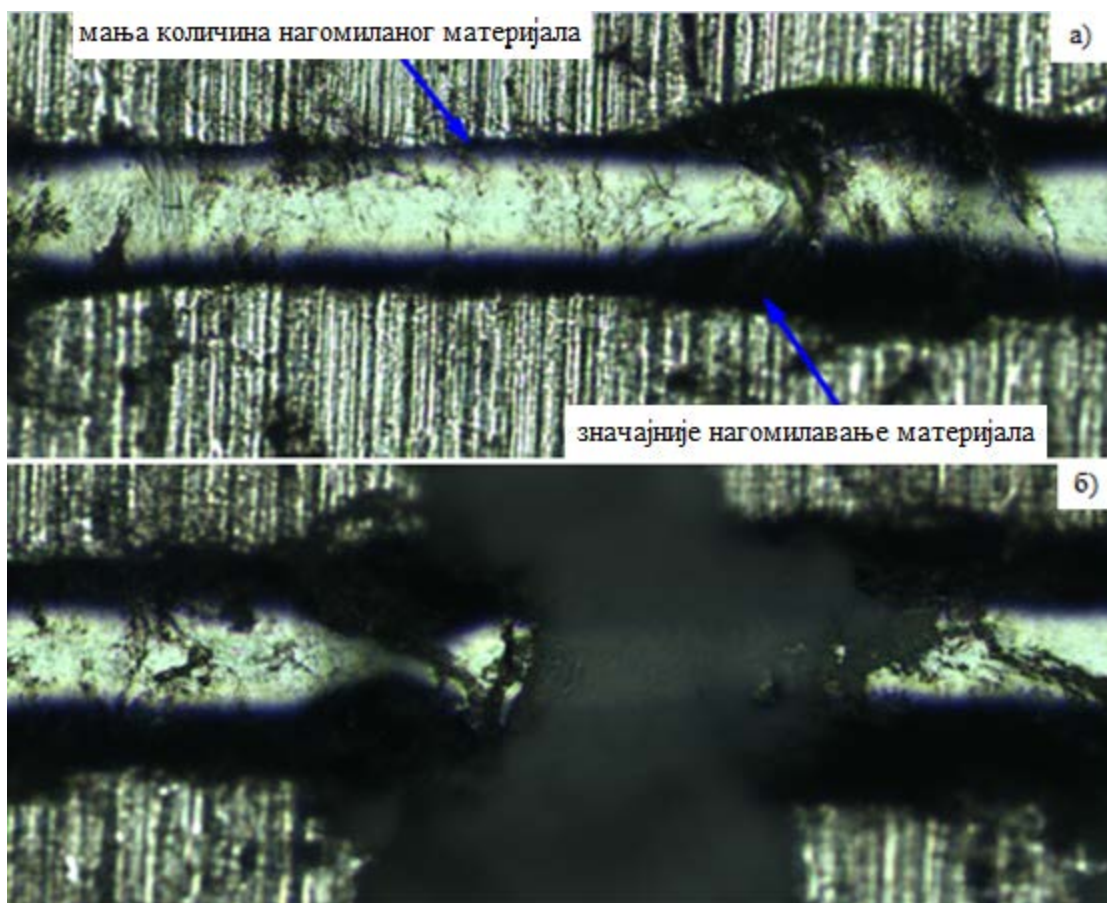
На дијаграму се може уочити да при деловању оптерећења на путу клизања 2mm од почетка трага хабања, при првом мерењу долази до нешто дубљег продирања утискивача у материјал што може бити последица појаве структурних несавршености у виду гасних мехурова или агломерата, који се могу јавити услед нехомогености структуре материјала, односно неадекватног распореда честица ојачавача у материјалу основе.

Овакве структурне несавршености материјала приближније се могу појаснити приказом трага хабања код нанокомпозита ZA-27 са 3% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 приликом првог мерења. Гасни мехурови који се јављају између честица материјала основе и честица ојачавача доводе до значајнијег продирања утискивача у сам материјал. Такође, може се претпоставити да се при испитивању овог материјала јавља механизам абразивног хабања, због деловања материјала веће тврдоће (утискивач) на материјал мање тврдоће (испитивани материјал). Површински дефекти овог испитиваног материјала ближе су приказани сликом 6.6 а) и б). Овом сликом дат је и приказ већ поменутог нагомилавања материјала по ободу које се јавља код свих испитиваних нанокомпозита, у мањој или већој количини.



Слика 5.5 а) Трагови утискивања површине нанокомпозита ZA-27 са 3% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 током три мерења

б) Зависност коефицијента трења и дубине продирања од пута клизања

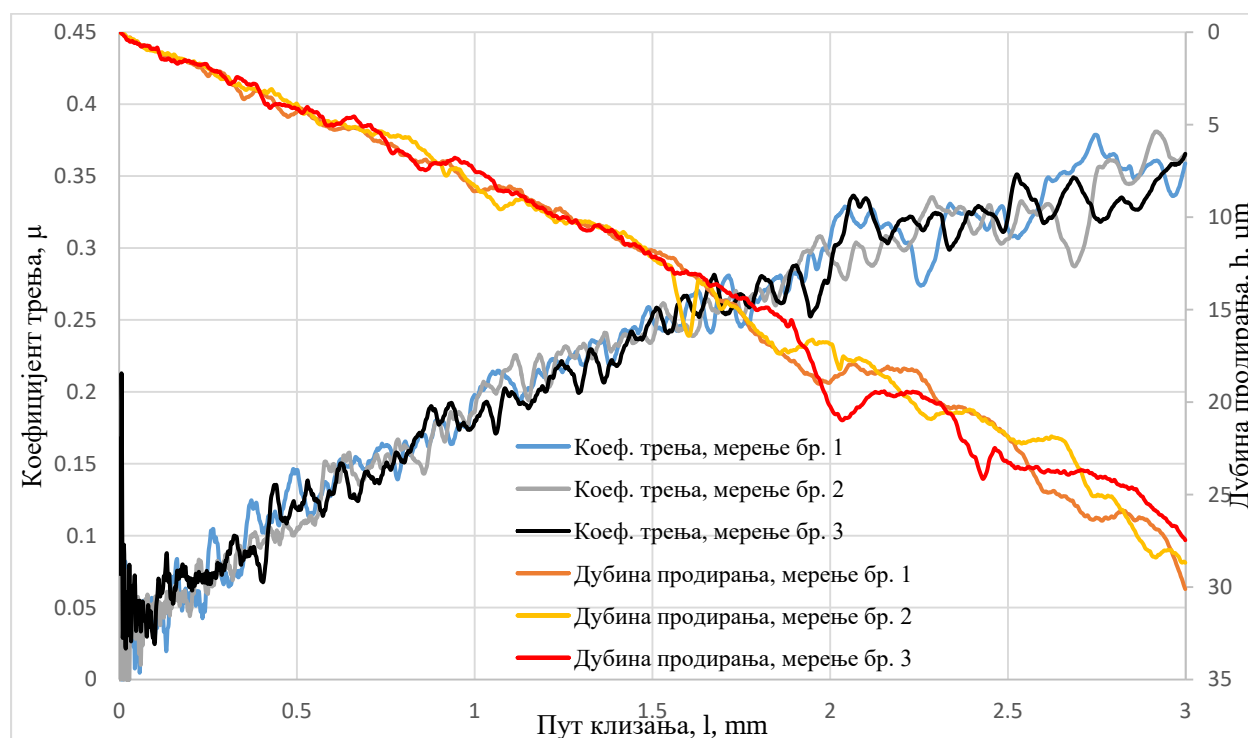
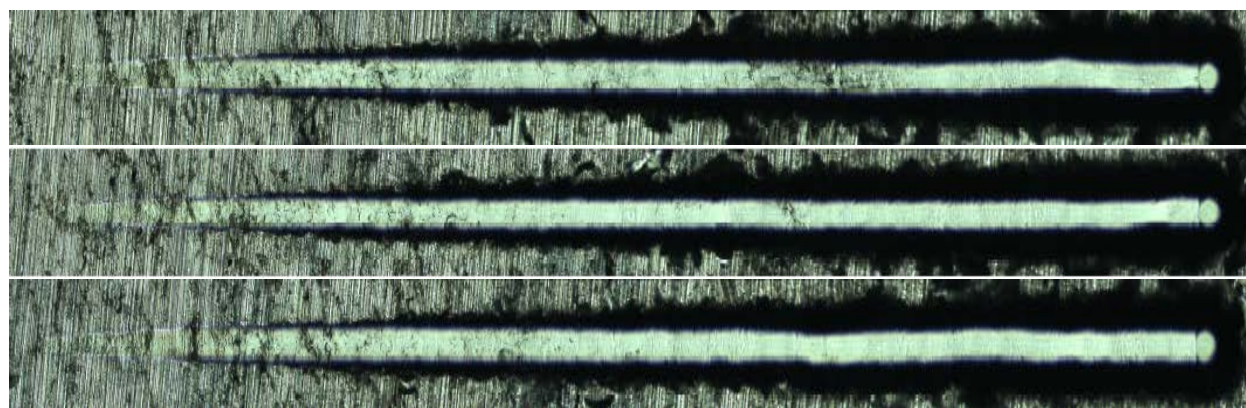


Слика 6.6 Површински дефекти услед испитивања материјала ZA-27 са 3% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 током првог мерења:

а) Нагомилавање материјала по ободу, б) Утицај гасних мехурова на понашање материјала

На површини испитиваног материјала могу се уочити „тамне мрље“. Оне управо представљају структурне несавршености материјала о којима је раније било речи. Наиме, гасни мехурови који су приказани су последица заробљеног ваздуха између честица ојачавача и основног материјала насталих током процеса ливења. Такође те „тамне мрље“ се могу окарактерисати и као оксидни слојеви на површини испитиваног материјала јер су повишена температура и присуство кисеоника савршени услови за процес оксидације. Карактеристике трага хабања могле би се боље дефинисати, уколико би истраживање настављено уз коришћење уређаја попут SEM-а. Постоји такође могућност да се део трага хабања искористи за анализу на профилометру и дефинисању криве ношења профила.

Последње испитивани материјал, односно нанокомпозит ZA-27 са 5% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 показао се као материјал са најбољим карактеристикама од испитиваних. Материјал има добре структурне особине, на основу спроведених испитивања из којих се долази до закључка да је распоред честица ојачавача у материјалу основе задовољавајући. Такође, резултати сва три мерења, приказани на дијаграмима, не одступају превише једни од других. (Слика 6.7).

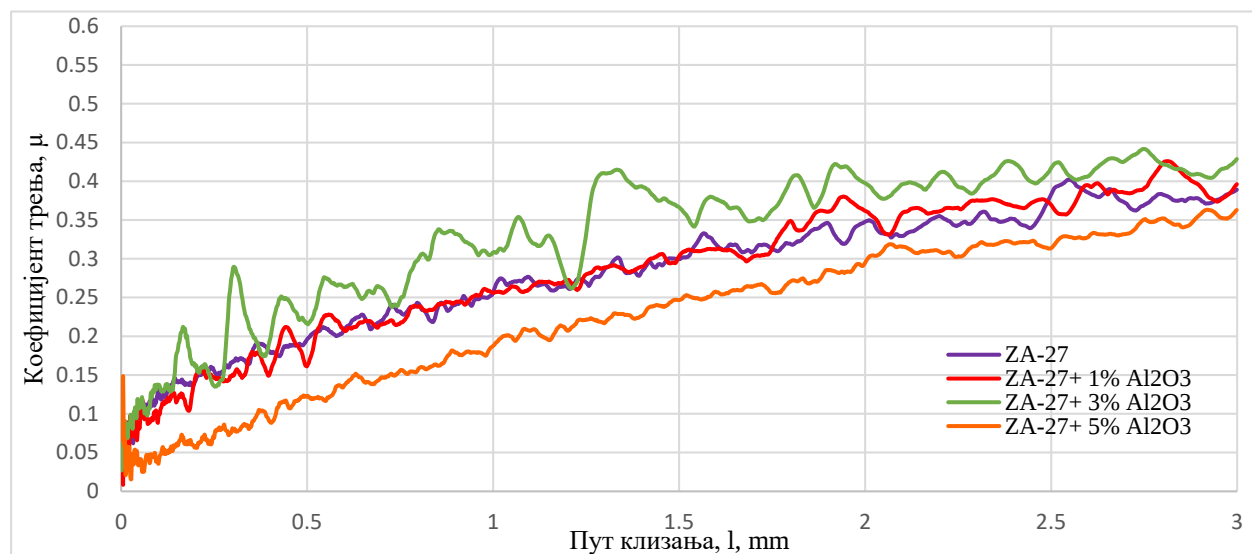


Слика 6.7 а) Трагови утискавања површине нанокompозита ZA-27 са 5% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 током три мерења

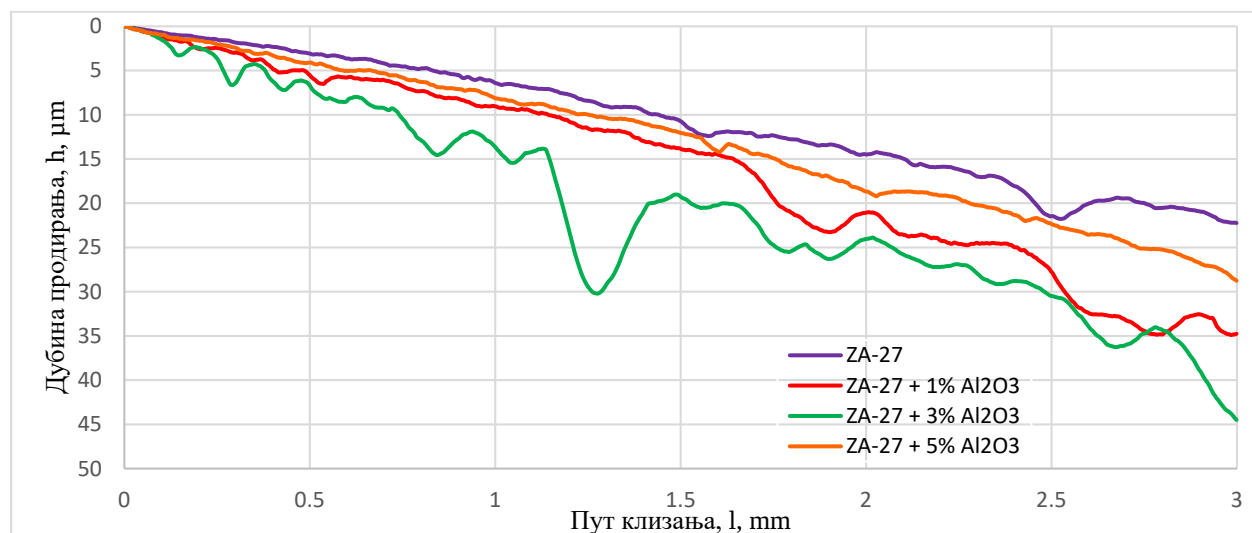
б) Зависност коефицијента трења и дубине продирања од пута клизања

Сходно бољој прегледности резултата испитивања, на сликама 6.8 и 6.9 приказане су средње вредности коефицијента трења и дубине продирања у зависности од пута клизања за сва извршена мерења током испитивања нанокompозита. Одређено осцилаторно варирање кривих ближе одређује понашање материјала приликом испитивања. Услед испитивања нанокompозита ZA-27 са 1% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 , приметно је да једнопроцентни запремински удео не доводи до претераног побољшања карактеристика материјала ZA-27. Може се такође из дијаграма закључити да се веће одступање осцилација јавља код нанокompозита ZA-27 са 3% запреминског удела ојачавача. Такође, приметно је да нанокompозит петопроцентним запреминским уделом ојачавача има најбоље структурне карактеристике, што се најбоље може закључити са слике 6.9. Притом средња вредност коефицијента трења за овај материјал на средини пута трења износи 0,25, што је нижа

вредност од раније поменуте за основну легуру ZA-27 која износи 0,32. Код нанонкомпозита ZA-27 са 1% запреминског удела ојачавача средња вредност коефицијента трења на средини пута клизања износи 0,3. Значајно је напоменути да коефицијент трења расте с порастом нормалног оптерећења. Иако коефицијент трења не можемо утврдити као коначну вредност за испитиване материјале, с обзиром да његова вредност варира дуж пута клизања, приметно је да са повећањем запреминског удела нано честица ојачавача Al_2O_3 опада коефицијент трења. Наноккомпозит са троцентним уделом ојачавача, с друге стране, оповргава ту теорију, али је то највероватније последица већих структурних несавршености и присуства агломерата који доводе до израженијег абразивног хабања у подповршинском слоју током контакта, што у неким деловима пута клизања доводи и до одвајања продуката хабања. Сликаом 6.9 је такође приказано да је материјал са најбољим карактеристикама управо наноккомпозит ZA-27 са 5% запреминског удела ојачавача.



Слика 6.8 Приказ средњих вредности коефицијента трења за испитиване материјале



Слика 6.9 Приказ средњих вредности дубине продирања за испитиване материјале

ЗАКЉУЧАК

Трибологија је настала у циљу продужења животног века механичких компоненти и за примену триболошких достигнућа неопходно је детаљно познавање механичких система чији се радни век жели продужити. Са триболошког аспекта пожељни су материјали са малим вредностима коефицијента трења и малим вредностима хабања. Појавом микро/нано структура довео је до значајног интересовања трибологије у том аспекту како са научног тако и технолошког аспекта. Нанотриболошке студије откривају понашање површина које може бити потпуно различито у односу на оно које се испољава на макро нивоу.

У последњој деценији направљен је велики напор у развијању композита на великом броју основних материјала и са великим бројем различитих ојачавача. Композити са металном основом су група материјала са керамичким честицама ојачавача које се додају у одређеној количини у жилави метал или металну легуру заузимајући тако одређени распоред и на неки начин повећавајући јачину и модул еластичности материјала основе. Из поменутих разлога предмет испитивања су наноккомпозити на бази ZA-27 легуре, која је позната по својој жилавости, ојачане нано керамичким честицама Al_2O_3 . Циљ овако добијених материјала јесте и смањење коефицијента трења и хабања, а на основу досадашњих испитивања, примена ових легура показала се веома успешном.

Испитивања су обављена помоћу скреч тестера који су се до сада углавном користили при испитивању керамичких превлака. Идеја испитивања базира се на повезаности принципа испитивања скреч тестера са уређајима попут трибометра, помоћу кога су се дефинисале карактеристике материјала. Сви добијени резултати анализирани су у зависности од удела ојачавача, док су триболошке вредности анализиране додатно са аспекта промене коефицијента трења и дубине продирања утискивача.

Анализом добијених аналитичко-експерименталних вредности испитивања наноккомпозита може се закључити следеће:

- Коефицијент трења испитиваних материјала на бази ZA-27 легуре расте с повећањем нормалног оптерећења. Измерене вредности коефицијента трења свих материјала са овом основом и при деловању прогресивног растућег оптерећења дуж читавог пута клизања лежи у опсегу од $\sim 0,05$ до $\sim 0,45$.
- Највеће вредности коефицијента трења утврђене су код наноккомпозита ZA-27 са 3% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 док су најмање утврђене код наноккомпозита са петопроцентним уделом ојачавача.
- Дубина продирања утискивача на делу пута клизања где је нешто израженија (1-3mm) налази се у опсегу од $\sim 15\mu m$ до $\sim 55\mu m$.
- Структурне несавршености у виду гасних мехура и агломерата јављају се код свих испитиваних материјала у мањој или већој мери и оне су дефинисане на

основу већих дубина продирања утискивача у испитивани материјал као и фотографија насталих посредством оптичких микроскопа високе резолуције. Ове несавршености последица су и неадекватног распореда нано честица ојачавача у материјалу основе.

- Најупечатљивија појава ових структурних несавршености јавља се код нанокompозита ZA-27 са 3% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 и дефинисана је на основу највеће вредности дубине продирања која је уочена на 1,25mm удаљености од почетне тачке испитивања на путу клизања.
- Захваљујући оптичком микроскопу високе резолуције утврђено је и нагомилавање материјала по ободу трага хабања код свих испитиваних материјала у мањим или већим количинама.
- На основу анализе добијених параметара, као материјал са најбољим карактеристикама показао се нанокompозит ZA-27 са 5% запреминског удела ојачавача Al_2O_3 .

Упркос свему наведеном, мора се узети у обзир и број испитивања (мерења) која су извршена. После већег броја мерења, испитивање нанокompозита са петопроцентним запреминским уделом ојачавача дало би можда негативније резултате од добијених, а можда би се, с друге стране, добили позитивнији резултати за испитивање нанокompозита са тропроцентним запреминским уделом. Тако да се конкретно може закључити да већи број мерења омогућава адекватнију карактеризацију материјала.

Испитивање нанокompозита помоћу скреч теста довело је до резултата који би свакако могли имати и шири опсег уколико би се користила додатна апаратура. Карактеристике трага хабања, посебно морфологија, могле би се боље дефинисати уколико би истраживање настављено уз коришћење уређаја попут SEM-а. Испитивањем помоћу AFM микроскопа свакако би се структурне карактеристике материјала адекватније дефинисале. Постоји такође могућност да се део трага хабања искористи за анализу помоћу профилометра.

Такође, потребно је усавршити поступке добијања како би се унапређење карактеристика односило на целокупну запремину материјала. Како би се смањили трошкови добијања треба наставити са унапређивањем компкастинг поступка, увођењем ултразвучних таласа. У циљу праћења распореда нано честица ојачавача у материјалу основе, неопходно је увести ојачаваче који се фазно разликују од материјала основе [24].

На крају се намеће питање исплативости добијања нанокompозита, али је пре свега неопходно у потпуности испитивати и познавати карактеристике нанокompозита. На основу ових знања биће у будућности могуће ближе дефинисати област примене и назначити користи које настају као последица примене нанокompозита.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] D. K. Koli, G. Agnihotri, R. Purohit, 'A Review on Properties, Behaviour and Processing Methods for Al-Nano Al₂O₃ Composites', *Procedia Materials Science*, vol. 6 pp. 567-589, 2014.
- [2] I. Gogotsi, 'Nanomaterials handbook. Boca Raton: CRC/Taylor & Francis, 2006.
- [3] F.H. Froes, 'Advanced metals for aerospace and automotive use', *Materials Science and Engineering, A*, vol. 184, pp. 119-133, 1994.
- [4] L.A. Timms, C.B. Ponton, 'Processing of Al₂O₃/SiC nanocomposites – part 2', *Journal of the European Ceramic Society*, pp. 1569-1586, 2002.
- [5] A. Vencel, A. Rac, I. Bobić, Tribological behavior of Al-based MMCs and their application in automotive industry, *Tribology in Industry*, vol. 26, pp. 31-38, 2004.
- [6] A. Vencel, A. Rac, New wear resistant Al based materials and their application in automotive industry, *Mobility & Vehicles Mechanics (MVM)*, Special Edition, pp. 115-139, 2004.
- [7] F. He, 'Ceramic nanoparticles in metal matrix composites', *Ceramic nanocomposites*, Woodhead Publishing Limited, pp. 185-207, 2013.
- [8] P. M. Ajayan, L.S. Schadler, P. Braun, 'Nanocomposite science and technology', 2003.
- [9] G. Ranganath, S. Sharma, M. Krishna, 'Dry sliding wear of garnet reinforced zinc/aluminium metal matrix composites', pp. 1408-1413, 2001.
- [10] K. Kim, S. Cha, S. Hong, 'Hardness and wear resistance of carbon nanotube reinforced Cu matrix nanocomposites', *Materials Science and Engineering: A*, pp. 46-50, 2007.
- [11] M. S. Motta, E.A. Brocchi, 'Complementary Microscopy Techniques Applied to the Characterization of Cu-Al₂O₃ Nanocomposites', *Formatex Research Centre*, 2004.
- [12] F. Shehata, A. Fathy, S. Mustafa, 'Preparation and Properties of Al₂O₃ nanoparticle reinforced copper matrix composites by in-situ processing', pp. 3006-3012, 2009.
- [13] I. Ibrahim, F. Mohamed, E. Lavernia, 'Particulate reinforced metal matrix composites', *Journal of Materials Science*, 1991.
- [14] J. Lan, Y. Yang, 'Microstructure and microhardness of SiC nanoparticles reinforced magnesium composites fabricated by ultrasonic method', *Materials Science and Engineering*, pp. 284-290, 2004.
- [15] J. Hashim, L. Looney, 'Journal of Materials Processing Technology', 2002.
- [16] J. Hashim, L. Looney, M. Hashmi, 'Particle distribution in cast metal matrix composites' *Journal of Materials Processing Technology*, 2002.
- [17] K. Aldas, M. Mat, 'Experimental and theoretical analysis of particle distribution in particulate metal matrix composites', *Journal of Materials Processing Technology*, 2005.
- [18] М. Бабић, С. Митровић, "Триболошке карактеристике композита на бази ZnAl легура", Крагујевац, Србија, 2007.
- [19] Y. Li, T. Ngai, W. Zhang, 'Effect of Mn content on the tribological behaviors of Zn-27%, Al-2%, Cu alloy', *Wear*, vol. 198, pp. 129-135, 1996.
- [20] M. Babić, A. Vencel, S. Mitrović, I. Bobić, 'Influence of T4 Heat Treatment on Tribological Behavior of ZA-27 Alloy Under Lubricated Sliding Condition', 2009.

- [21] P. Mishra, V. Dikshit, 'Erosive Wear Behaviour of Redmud Filled Metal Matrix Composites', 2007.
- [22] L. Davis, C. Andres, J. Allison, 'Microstructure and strengthening of metal matrix composites', Materials Science and Engineering, 1998.
- [23] M. Karbalaee Akbari, H. Baharvandi, O. Mirzaee, 'Nano-sized aluminum oxide reinforced commercial casting A356 alloy matrix: Evaluation of hardness, wear resistance and compressive strength focusing on particle distribution in aluminum matrix.', 2013.
- [24] Д. Џунић, „Анализа процеса трења и хабања нанокомполита са металном основом“, Докторска дисертација, Факултет инжењерских наука Универзитета у Крагујевцу, Крагујевац, 2015.
- [25] S. Mitrović, 'Tribological properties of Composites with Base Matrix of the ZA-27 alloy', Ph. D. Dissertation, Mašinski fakultet Univerziteta u Kragujevcu, Kragujevac, 2007.
- [26] A. Venci, 'Истраживање могућности побољшања триболошких карактеристика Al-Si legure u uslovima klizanja', Doktorska disertacija, Mašinski fakultet Univerziteta u Beogradu, Beograd, 2008.
- [27] N. Miloradović 'Tribološka karakterizacija hibridnih kompozita sa A356 matricom', Doktorska disertacija, Fakultet inženjerskih nauka Univerziteta u Kragujevcu, Kragujevac, 2013.
- [28] I Bobić, M. Jovanović, N. Ilić, 'Microstructure and strength of ZA-27 based composites reinforced with Al₂O₃ particles', 2003.
- [29] C. Lim, D. Leo, J. And, 'Wear of Magnesium composites reinforced with nano-sized alumina particles', Wear, pp. 620-625, 2005.
- [30] M. Kok, K. Ozdin, 'Wear resistance of aluminium alloy and its composites reinforced by Al₂O₃ particles', Journal of Materials Processing Technology, 2007.
- [31] A. Gurcan, T. Baker, 'Wear Behaviour of AA6061 aluminium alloy and its composites', Wear, 1995.
- [32] Y. Wang, J. Song, 'Dry sliding wear behavior of Al₂O₃ fiber and SiC particle reinforced aluminium bas MMCs fabricated by squeeze casting method', Transactions of Nonferrous Metals Society of China, pp. 1441-1448, 2011.
- [33] H. Park, 'Wear behavior of hybrid metal matrix composite materials', Scripta Metallurgica et Materialia, 1992.
- [34] E. Sharifi, F. Karimzadeh, 'Wear behavior of aluminium matrix hybrid nanocomposites fabricated by powder metallurgy', Wear, 2011.
- [35] K. Umanath, K. Palanikumar, S. Selvamani, 'Analysis of dry sliding wear behavior of Al6061/SiC/Al₂O₃ hybrid metal matrix composites', Composites Part B: Engineering, 2013.
- [36] M. Srinivasan, C. Loganathan, M. Kamaraj, 'Sliding wear behavior of AZ31B magnesium alloy and nanocomposite', Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012.
- [37] K. Hokkirigawa, K. Kato, 'An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear', Tribology International, 1988.
- [38] C. Ramesh, M. Safiulla, 'Wear behavior of hot extruded Al6061 based composites', Wear, 2007.
- [39] H. Ezatpour, S. Sajjadi, Y. Huang, 'Investigation of microstructure and mechanical properties of Al6061-nanocomposite fabricated by stir casting' Materials&Design, 2014.

- [40] M. Tavoosi, F. Karimzadeh, M. Enayati, 'Wear beaviour of Al-Al₂O₃ nanocomposites prepared by mechanical alloying and hot pressing'. Materials Science and Tehnology, 2010.
- [41] N. Hosseini, F. Karimzadeh, M. Abbasi, 'Tribological properties of Al6061-Al₂O₃ nanocomposite prepared by milling and hot pressing', Materials&Design, 2010.
- [42] S. Mishra, S. Biswas, A. Satapathy, 'A study on processing, characterization and erosion wear behavior of silicon caebide particle filled Za-27 metal matrix composites' , Materials&Design, 2014.
- [43] I. Kim, J. Lee, G. Lee, S. Baik, 'Friction and wear characteristics of the carbon nanotube-aluminium composites with different manufacturing conditions',Wear, 2009.
- [44] S. Zhou, X. Zhang, Z. Ding, 'Fabrication and tribological propertis of carbon nanotubes reinforced Al composites prepared by pressureless infiltration technique' Composites par A:Applied Science and Manufacturing, 2007.
- [45] H. Choi, S. Lee, Dae, 'Wear characteristic of aluminum-based composites containing multi-walled carbon nanotubes', Wear, 2010.
- [46] M.H. Wong, 'The development of scratch test methodology and characterization of surface damage of prolypropylene', Mastero of science, Texas A&M University, 2003.
- [47] F. Pöhl , C. Harde, W. Theisen, 'Scratch behavior of soft metallic materials', Chair of Materials Technology, Ruhr-Universität Bochum, Bochum, Germany, 2016
- [48] Z. Gahr, 'Microstructure and wear of materials', Elsevier, 1987.
- [49] E. Rabinowicz, 'Friction and wear of materials' , 1965.
- [50] T . Kayaba, K . Hokkirigawa, K . Kato, 'Analysis of the abrasive wear mechanism by successive observations of wear processes in a scanning electron microscope' ,Wear, pp. 419– 430, 1986.
- [51] R.L. Kobrick, D.M. Klaus, K.W. Jr Street 'Validation of proposed metrics for two-body abrasion scratch test analysis standards', Wear, pp. 815–822, 2011.
- [52] R.L. Kobrick, D.M. Klaus, K.W. Jr Street, 'Standardization of a volumetric displacement measurement for two-body abrasion scratch test data analysis' ,Wear, pp. 650–657, 2011.
- [53] F. Pöhl, S. Schwarz, P. Junker, 'Indentation and Scratch Testing-Experiment and Simulation', Proceedings of the 3rd International Conference on Stone and Concrete Machining, (ICSCM), pp. 319–336, 2015.
- [54] CSM Instruments SA, 'Advanced Mechanical Surface Testing', Switzerland, <http://www.csm-instruments.com>, Приступљено 25.08.2016.
- [55] CSM Instruments SA, 'Introduction on Scratch Test Measurements: For Adhesion and Scratch Resistance' Switzerland, <http://www.csm-instruments.com>, Приступљено 25.08.2016.