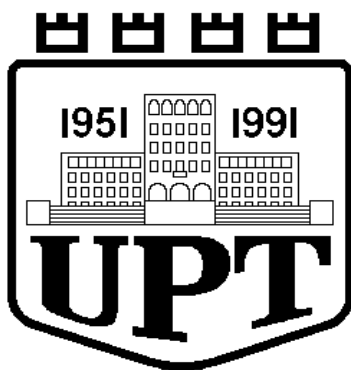




REPUBLIKA E SHQIPËRISË
UNIVERSITETI POLITEKNIK I TIRANËS
FAKULTETI I INXHINIERISË MATEMATIKE& INXHINIERISË
FIZIKE
DEPARTAMENTI INXHINIERISË FIZIKE

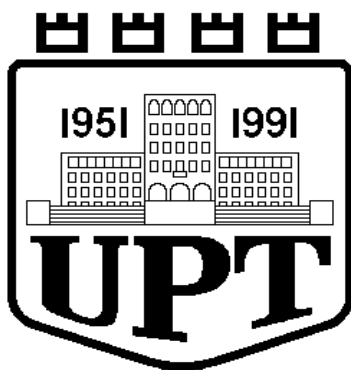
STUDIMI I VETIVE TË MATERIALEVE
NANOSTRUKTURE TË PËRFITUARA ME
ANË TË DEFORMIMIT TË FORTË PLASTIK

PUNIM I DOKTORATURËS

Paraqitur nga
Mr. Sc. Neset IZAIRI

Udhëheqës
Prof. Dr. Afërdita VEVEÇKA-PRIFTAJ

TIRANË, 2013



REPUBLIKA E SHQIPËRISË
UNIVERSITETI POLITEKNIK - TIRANË
FAKULTETI I INXHINIERISË MATEMATIKE & INXHINIERISË
FIZIKE
DEPARTAMENTI INXHINIERISË FIZIKE

STUDIMI I VETIVE TË MATERIALEVE
NANOSTRUKTURORE TË PËRFITUARA ME ANË
TË DEFORMIMIT TË FORTË PLASTIK

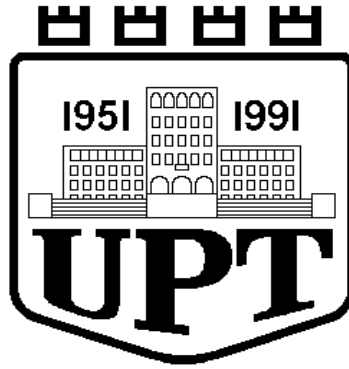
PUNIM I PARAQITUR PËR TË FITUAR GRADËN SHKENCORE

``DOKTOR I SHKENCAVE FIZIKE``

Paraqitur nga
Mr. Sc. Neset IZAIRI

Udhëheqës
Prof. Dr. Afërdita VEVEÇKA-PRIFTAJ

TIRANË, 2013



REPUBLIKA E SHQIPËRISË
UNIVERSITETI POLITEKNIK - TIRANË
FAKULTETI I INXHINIERISË MATEMATIKE & INXHINIERISË
FIZIKE
DEPARTAMENTI INXHINIERISË FIZIKE
Mr.Sc. Neset IZAIRI

STUDIMI I VETIVE TË MATERIALEVE
NANOSTRUKTURORE TË PËRFITUARA ME ANË
TË DEFORMIMIT TË FORTË PLASTIK
PUNIM I DOKTORATURËS

TIRANË, 2013

UDHËHEQËS: Prof. Dr. Afërdita VEVEÇKA-PRIFTAJ

JURIA E MIRATUAR:

1. Prof. Dr. Pëllumb Berberi, kryetar

Fakulteti i Inxhinierisë Matematike & Inxhinierisë fizike

2. Prof. Dr. Margarita Kuqali, anëtar

Fakulteti i Inxhinierisë Matematike & Inxhinierisë fizike, Tiranë Shqipëri

3. Prof. Dr. Teuta Dilo, anëtar

Fakulteti i Shkencave Matematike-Natyrore, Tiranë Shqipëri

4. Prof. Dr. Mimoza Ristova, anëtar

Fakulteti i Shkencave Matematike-Natyrore, Shkup Maqedoni

5. Prof. Dr. Lulezime Aliko, anëtar

Fakulteti i Inxhinierisë Matematike & Inxhinierisë fizike, Tiranë Shqipëri

Data e mbrojtjes: 19. 12. 2013

Lëmi shkencore: Fizika e materialeve

PËRMBAJTJA

Abstrakt	4
KAPITULLI I	8
1. Metodat e deformimit të fortë plastik dhe formimi i nano-strukturave	8
1.1 Parathënie.....	8
1.1.1 Përdredhja në presion të lartë (HPT) (High Pressure Torsion).....	13
1.2. Petëzimi e ngjitje e akumuluar (PNA)	17
1.3 Presimi në dy kanale me seksion të njëjtë (PKSNJ)	18
1.4 Parametrat kryesorë në ECAP	24
1.4.1 Deformimi i shkaktuar në ECAP	24
1.4.2 Rrugët e presimit në ECAP	27
1.4.3 Mikrostruktura në materialet nanokristalinë	30
1.4.4 Modeli ECAP i deformimit.....	32
1.4.5 Shpejtësia e presimit ECAP	33
1.4.6. Temperatura gjatë ECAP	34
1.5 Pajisjet e ECAP	34
1.6 Vetitë mekanike të përfuara duke përdorur ECAP.	36
1.7 Përdorimet e materialeve nanostrukturorë të përfuara me anë të SPD	37
KAPITULLI II.....	39
PJESA EKSPERIMENTALE	39
2.1. Studimi i vetive mekanike dhe mikrostrukturës të lidhjeve të aluminit të përpunuara me ECAP	39
2.2 Pajisja ECAP.....	45

2.3. Provat në tërheqje	47
2.4 Matja e mikrofortësisë	51
2.4.1 Metoda e Brinell-it.....	52
2.4.2 Metoda e Vickers-it.....	53
2.5 Vrojtimi i makrostrukturës.....	55
2.5.1 Mikroskopia optike	55
2.5.2. Mikroskopia elektronike me skanim (SEM).....	57
KAPITULLI III	60
REZULTATET E PËRFTUARA DHE INTERPRETIMI I TYRE	60
3.1. Përmirësimi i vetive mekanike të lidhjeve të Al të përpunuar nga ECAP.....	60
3.1.1 Provat në tërheqje të lidhjes AA 3004	60
3.2 Matja e mikrofortësisë dhe studimi i homogjenitetit të deformimit	63
3.2.1 Mikrofortësia e lidhjes AA 5754	63
3.2.2 Mikrofortësia e lidhjes 3004	64
3.3. Vrojtimi i mikrostrukturës me mikroskop optik dhe mikroskop elektronik me skanim (SEM).....	79
KAPITULLI IV	92
PËRFUNDIMET.....	92
REFERENCAT	95

MIRËNJOHJE

U jam shumë mirënjohës të gjithë pedagogëve dhe strukturave të Fakultetit të Inxhinierisë matematike & Inxhinierisë Fizike, në veçanti atyre të Departamentit të Inxhinierisë Fizike, të cilët, me këshillat, mbështetjen, kurajën dhe sjelljen miqësore, dhanë ndihmesë të çmuar për mbarëvajtjen e këtij disertacioni.

Përzemërsisht falënderoj udhëheqësen shkencor Prof. Dr. Afërdita Veveçka-Priftaj, për angazhimin, përvojën e saj me këshillat, sugjerimet dhe vërejtjet. Profesoresha më ka udhëzuar që nga fillimi i punimit të disertacionit e deri në përfundimin e tij.

Falënderoj edhe Prof. Dr. Mimoza Ristova për një bashkëpunim profesional.

Mirënjohës u jam edhe kolegëve të departamentit të Fizikës në Universitetin Shtetëror të Tetovës, kolegëve të departamentit të Fizikës në Universitetin e Prishtinës , kolegëve të Fakultetit të Metalurgjisë në Mitrovicë Republika Kosovës, për ndihmesën e dhënë dhe përkrahjen gjatë kohës së përgatitjes së këtij disertacioni.

Në fund, dëshiroj të falënderoj edhe familjen time të ngushtë, bashkëshorten dhe fëmijët e mi të mrekullueshëm, të cilët ishin përkrahësit moral më të mëdhenj gjatë gjithë kësaj kohe duke u mishëruar me punën time për një kohë të gjatë, duke më ndenjur fare pranë dhe duke ndarë bashkërisht të arriturat dhe rezultatet e fituara gjatë kësaj pune.

Abstrakt

Në këtë punim trajtohen vetitë mekanike dhe mikrostruktura e materialeve me strukturë nano-kristaline dhe me një madhësi të grimcave ultra- fine (UFG) , në shkallën prej 100 nm në më pak se 1 μm . Këto materiale në dekadat e fundit kanë marrë një vëmendje të konsiderueshme shkencore dhe një interes teknologjik, për shkak të vetive të tyre të jashtëzakonshme. Tashmë dihet mirë se përmasat e kokrrizave të metaleve të pastër dhe lidhjeve metalike mund të imtësohen deri në shkallë submikrometër ose edhe në shkallë nano-metër, përmes aplikimit të deformimit të fortë plastik (SPD) (Severe Plastik Deformation). Metodat e deformimit të fortë plastik (DFP) si **Presimi në dy kanale me seksion të njëjtë (PKSNJ)**, (ECAP) (Equal Channel Angular Pressing), **Përdredhja në presion të Lartë (PPL)**, **(HPT)** (High Pressure Torsion) dhe **Petëzimi e Ngjitje e akumuluar (PNA)**, (ARB-Acummulated Roll Bonding), janë shfrytëzuar gjerësisht për një numër të madh të metaleve dhe aliazheve. Në këtë punim, ne prezantojmë një pasqyrim të metodave më të përdoruara të deformimit të ashpër plastik me qëllim të vlerësimit të arritjeve të fundit në prodhimin e materialeve të shumta nanostrukturore me një përmirësim shumë të madh në vetitë e tyre mekanike dhe funksionale.

Ndër metodat e DFP, më populloreja dhe më e përhapura është Presimi në dy Kanale me Seksion të njëjtë (ECAP), e cila ka potencialin të ndryshojë vetitë e materialeve në mënyrë të konsiderueshme pasi përfton një mikrostrukturë kokrrizë-imët , duke mbajtur në mënyrë virtuale formën e kampionit. Kjo metodë po përdoret gjerësisht në materiale të ndryshëm që renditen nga Al tek Cu, Mg, Ti dhe lidhjet e hekurit.

Metoda ECAP ushtron në materialin që përpunohet një deformim të fortë plastik, pa ndryshuar sipërfaqen e seksionit tërthor të kampionit në formë cilindrike apo drejtkëndore. Kampioni presohet në një stampë me dy kanale disa herë, dhe çdo herë shumëfishohet deformimi ekuivalent që i nënshtrohet. Stampa përbëhet nga dy kanale me seksion të njëjtë të përkulur me një kënd Φ dhe ka gjithashtu një kënd shtesë ψ , që paraqet harkun e jashtëm të kurbaturës ku ndërpriten dy kanalet. Kampioni në formën e një shufre cilindrike apo katërkëndëshe tornohet që të futet brenda kanalit dhe stampa vendoset poshtë një prese, në mënyrë që kampioni të presohet. Gjate çdo kalimi nëpër stampë, deformimi i ushtruar varet fort nga vlera e këndeve Φ dhe ψ .

Kampionet mund të futen në stampë në mënyrë të përsëritur, në mënyra të ndryshme që në literaturë përshkruhen si “rrugë”. Të gjitha rrugët japin si rezultat një rritje të fortësisë, kufirit të rrjedhshmërisë dhe plasticitetit. Mbas presimeve të para, mikrostruktura përbëhet nga kokrriza të cilat në brendësi përmbajnë nënkokrriza; me presimet e mëtejshme këto nënkokrriza evoluojnë në një grumbull kokrrizash të ndara nga kufij kokrrizash me kënd të madh (d.m.th. kokrriza të reja të imta).

Veprimtaria shkencore e kryer gjatë disertacionit kishte për qëllim të studionte vetitë mekanike dhe mikrostrukturën e lidhjeve nanokristaline të aluminit të përpunuara me ECAP. Veprimtaria mund të përmbledhet si më poshtë:

1) Përmirësimi i vetive mekanike të lidhjeve të Al të përpunuara me ECAP

Në këtë veprimtari qëllimi ishte të studioheshin vetitë mekanike në tërheqje të dy lidhjeve të aluminit AA3004 dhe AA 5754. Rezultatet e studimit janë paraqitur në artikujt e mëposhtëm:

- N. Izairi, A. Vevecka – Priftaj “ Grain refinement through Severe Plastic Deformation (SPD) processing”, botuar në *Physica Macedonica* **61**, (2012) p. 99-105 ISSN 1409-7168

- N. Izairi, F. Ajredini, M. M. Ristova, A. Vevecka – Priftaj “ENHANCEMENT OF MECHANICAL PROPERTIES OF THE ALUMINUM ALLOY AA5754 BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION”, pranuar për botim në “*Materials and Technology*” 3/2014, Sloveni (me faktor impakti 0.571).

Presimi në dy kanale me seksion të njëjtë (ECAP) u përdor për të prodhuar dy struktura nanokristaline në dy lidhje alumini (AA3004 dhe AA 5754). Presimi u krye në temperaturën e dhomës duke përdorur rrugën B_C. Kampionet u presuan deri në 6 kalime nëpër stampë për AA 3004 dhe 7 kalime për lidhjen AA 5754. Studimi tregoi një zvogëlim shumë thelbësor të kokrrizës nga ~70 µm deri në ~ 0.3-0.4 µm dhe studimi i i vetive mekanike në tërheqja tregoi që ky zvogëlim i kokrrizës jep një rritje të kufirit të rrjedhshmërisë me një faktor deri në tre herë.

2) Matja e mikrofortësisë dhe studimi i homogjenitetit të deformimit

Matje të mikrofortësisë Vickers u realizuan në materialet e presuara me ECAP nga 1-6 kalime për lidhjet AA5754 dhe AA 3004 në dy plane reciprokisht pingulë (plane ortogonale). Matjet treguan që fortësia në thelb është e pavarur nga plani i prerjeve dhe vlera e HV rritet papritmas pas një kalimi të vetëm, por pastaj rritet ngadalë me kalimet e tjera shtesë. Për

lidhjen AA 3004 vlera mesatare e mikrofortësisë rritet me afërsisht 2 herë pas 2 kalimeve dhe më pas HV vazhdon të rritet por me sasi më të vogla.

Me qëllim për të studiuar zhvillimin e homogjenitetit të deformimit, u realizuan matje të mikrofortësisë në 2 plane tërthor dhe gjatësor, për lidhjen AA 3004, të presuar me ECAP nga 1-6 kalime. Për këtë u matën vlerat e mikrofortësisë në tre linja njëra në qendër dhe dy të tjera sipër dhe poshtë linjës qendrore, të ndara në largësi 2mm nga linja qendrore. Matjet treguan që vlerat e mikrofortësisë janë të shpërndara pothuajse në mënyrë homogjene në të dy planet tërthor dhe gjatësor, për të tre linjat, mbas 6 kalimeve nëpër stampën ECAP.

Rezultatet e këtyre veprimtarive shkencore janë paraqitur në artikullin e mëposhtëm:

- Neset Izairi, Fadil Ajredini, Mimoza Ristova, Afërdita Vevecka-Priftaj “ Microhardness Evolution of Al-alloy AA 3004, processed by Equal Channel Angular Pressing”, botuar në *Acta Metallurgica Slovaca*, Vol. 19, 2013, No. 4, p. 302-309 (me factor impakti, 0.325).

3) Studimi i mikrostrukturës me anë të Mikroskopit Elektronik me Skanim (SEM).

Duke përdorur mikroskopinë optike dhe sidomos mikroskopinë elektronike me skanim, u studiua mikrostruktura e lidhjes nanokristaline të aluminit AA3004, të presuar me ECAP, si edhe u matën përmasat mesatare të kokrrizave pas çdo kalimi nëpër stampë, me metodën e ndërprerjes lineare. Studimi tregoi një zvogëlim thelbësor të përmasës së kokrrizës nga ~50 µm deri në ~ 10 µm. Gjithashtu ndërsa fillimisht mikrostruktura paraqitet me kokrriza të zgjatura, me rritjen e deformimit pra të numrit të kalimeve nëpër stampë, kjo strukturë e zgjatur e kokrrizave transformohet në një strukturë kokrrizash më ekuiaksiale dhe ato kufizohen nga kufij kokrrizash me kënd të gjerë. Nisur nga fakti që vlerat e mikrofortësisë janë shpërndarë në mënyrë homogjene në seksionet e kampionit dhe bazuar në korrelacionin ndërmjet matjeve të mikro-fortësisë dhe mikro-strukturës së brendshme, mund të supozojmë se ka gjithashtu edhe homogjenitet në mikro-strukturë përgjatë gjatësisë së kampionëve pas procedimit me ECAP.

Gjithashtu rezultatet e studimeve të kësaj veprimtarie shkencore janë paraqitur gjatë referimeve në konferencat e mëposhtme:

1. N.Izairi, A.Vevecka-Priftaj “ The evolution of homogeneity in processing by Equal Channel Angular Pressing” prezantuar ne Konferencën e 9 Ballkanike te Fizikës, Kstanca, Rumani, dt. 5-9 Korrik 2012.

2. N.Izairi, A.Vevecka-Priftaj “ *Enhancement of mechanical properties of nanostructured materials by severe plastic deformation*” prezantuar ne Konferencën e 9 Ballkanike te Fizikës, Kostanca, Rumani, dt. 5-9 Korrik 2012.
3. N. Izairi, A. Vevecka – Priftaj “ *Grain refinement through Severe Plastic Deformation (SPD) processing*” prezantuar ne Konferencën e 9 të shoqatës së Fizikaneve të Maqedonisë në Ohër, Republika e Maqedonisë , dt 23-25 Shtator 2012.
4. N. Izairi, F. Ajredini, M. Shehabi, A. Vevecka Priftaj “*A characterization of microhardness on longitudinal planes of the nanostructured Al-Mn-Mg alloy* ” prezantuar ne Përmbledhjet e punimeve shkencore takimi 8-të vjetor ndërkombëtar i Institutit Alb-Shkenca, Tiranë, 29-31 gusht 2013.

Kapitulli I

1. Metodat e deformimit të fortë plastik dhe formimi i nano-strukturave

1.1 Parathënie

Materialet e avancuara, të tilla si materialet me grimca ultrafine (ultra të imta)- paraqiten premtuese për shumë aplikime industriale, duke përfshirë ato të hapësirës ajrore, të automobilave, bio-materialeve, sensorëve kimikë, atyre të ndërtimit, elektronikë, ato metal-formuese, si edhe në optikë. Prandaj, në vitet e fundit, pjesa më e madhe materialeve masive nano-strukturorë (NSM) që përpunohen me metodat e deformimit të fortë plastik (DFP), ka tërhequr interesin në rritje të specialistëve të shkencës së materialeve. [1].

Ky interes është kushtëzuar jo vetëm nga vetitë e veçanta fizike dhe mekanike të materialeve të ndryshme nano-strukturorë, p.sh. ato të përpunuara me anë të kondensimit në gaz inert [2, 3] elektrodepozitimit [4], bluarjes mekanike në një mjedis azoti të lëngët (nitrogen). [4,5], por edhe nga disa avantazhe të materialeve DFP-së në krahasim me ato të materialeve të tjera nanostrukturore. Në veçanti, metodat e DFP tejkalojnë një numër vështirësish lidhur me porozitetin mbetës në kampionet masive, të papastërtive nga bluarja mekanike gjatë përpunimit në shkallë të madhe të shufrave metalike dhe zbatimit praktik të këtyre materialeve. Parimi i përpunimit të materialeve nano-strukturore masive, duke përdorur metodat e DFP është një alternativë ndaj metodave ekzistuese të kompaktësimit me nano-pluhurizim. Është e mirënjohur se deformimet e mëdha, për shembull, nga petëzimi i flohtë ose nga farkëtimi, mund të rezultojë në imtësime të rëndësishme të mikro-strukturës në temperatura të ulëta [6-9]. Megjithatë, strukturat e formuara kryesisht janë zakonisht nano-struktura të tipit qelizor që kanë kufij kokrrizash me kënde të vogla çorientimi. Në të njëjtën kohë, nano-strukturat e formuara nga DFP-ja janë struktura me grimca ultra të imta që kanë kufij kokrrizash me kënde të mëdhenj çorientimi. Formimi i nano-strukturave të tilla mund të realizohet me metodat e DFP-së duke siguruar deformime shumë të mëdha në temperatura relativisht të ulëta nën presione të larta [1, 10, 11]. Është treguar se duke përdorur metodat e DFP mund të fabrikohen mostra nanostrukturore masive nga metale dhe lidhje të ndryshme, duke përfshirë një numër lidhjesh industriale dhe ndër-metalike. Zhvillimet e para dhe studimet mbi materialet nano-strukturore të përpunuara duke përdorur metodat e DFP- në janë realizuar nga Valiev dhe bashkëpunëtorët e tij 10-15 vjet më

parë [12,13]. Vitet e fundit janë karakterizuar nga një rritje e theksuar e publikimeve të ndryshme mbi këtë temë.

Ndonëse vetitë mekanike dhe fizike të materialeve kristalin përcaktohen nga disa faktorë, përmasa mesatare e kokrrizës së materialit përgjithësisht luan një rol shumë të rëndësishëm dhe shpesh dominant (përcaktues). Siç dihet fortësia e të gjithë materialeve polikristalinë lidhet me përmasën e kokrrizës, d nëpërmjet ekuacionit të Hall-Petch që thotë se kufiri i rrjedhshmërisë (yield stress) jepet nga shprehja:

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

ku σ_0 - është quajtur sforcimi i fërkimit (nën të cilin dislokimet nuk do të lëvizin në material në mungesë të kufijve të kokrrizave) dhe k_y është një konstante [1, 2]. Nga ekuacioni (1) rrjedh që me zvogëlimin e përmasës së kokrrizës, fortësia rritet dhe kjo ka çuar në një interesim që ka ardhur vazhdimisht në rritje, për prodhimin e materialeve me përmasa kokrrizash jashtëzakonisht të vogla.

Për lidhjet industriale që përdoren për aplikimet strukturale, që zakonisht kërkojnë materiale me dimensione të arsyeshme, në sasi të konsiderueshme dhe me kosto të ulët, janë përdorur përpunimet termomekanike, gjatë të cilave lidhjet metalike i nënshtrohen regjimeve specifike mekanike dhe termike.

Por këto procedura nuk mund të përdoren për të prodhuar materiale me përmasa kokrrizash të rendit submikrometër, sepse ka një kufi të poshtëm, i rendit disa mikrometër (mikron), i cili përfaqëson faktikisht përmasën minimale të kokrrizës, që mund të arrihet duke përdorur ato procedura. Përpunimet konvencionale termomekanike të lidhjeve, zakonisht rezultojnë në përmasa kokrrizash të rendit 30 – 250 μ .

Rrjedhimisht vëmendja u drejtua drejt zhvillimit të teknikave të reja dhe të ndryshme që mund të përdoren për prodhimin e materialeve me kokrriza nanokristaline dhe ultra-fine me përmasa të rendit submikrometër dhe nanometër.

Materialet nanokristalinë kanë qenë subjekt i studimeve të gjera në dy dekadat e fundit. Siç tregon emri ato janë polikristale me përmasa të kokrrizave të rendit nano (1×10^{-9} m). Për ($d < 100$ nm) ata quhen materiale nanokristalinë, dhe për $100 \text{ nm} < d < 1 \mu\text{m}$ përdoret termi materiale me kokrriza ultrafine ose dhe me kokrriza ultra te imta (UFG).

Materialet nanokristaline nga pikëpamja strukturore karakterizohen nga një fraksion vëllimor i madh i kufijve të kokrrizave, që mund të ndryshojë në mënyrë të konsiderueshme vetitë e

tyre fizike, mekanike dhe kimike, në krahasim me materialet polikristalinë konvencionalë me kokrriza të ashpra, që i kanë përmasat e kokrrizave të rendit zakonisht 10 – 300 µm. Vitet e fundit janë intensifikuar kërkimet në prodhimin, studimin e vetive dhe sjelljen mekanike të materialeve nanokristalinë dhe me kokrriza ultra të imta (UFG), arsyeja për këtë është se këto materiale paraqesin si vetitë strukturore premtuese të tilla si fortësi e lartë, rezistencë e mirë ndaj fërkimit (korrozionit) dhe plasticitet i lartë, ashtu edhe mundësia për veti superplastike në temperature të ultë dhe shpejtësi të larta deformimi.

Superplasticiteti ose deformimi superplastik është aftësia që kanë materialet për të duruar zgjatime jashtëzakonisht të mëdha në tërheqje zakonisht 500% (por edhe me te mëdha 1000%) në kondita të caktuara të shpejtësisë së deformimit dhe temperaturës (p.sh., superlidhjet me bazë Ni). Dy kushtet kryesore për shfaqjen e vetive superplastike janë përmasa shumë e vogël e kokrrizës dhe qëndrueshmëria e saj në temperaturë të lartë.

Studimet kanë treguar që mekanizmi kryesor për deformimin superplastik tek trupat e ngurtë polikristalinë është rrëshqitja e kufijve të kokrrizave i shoqëruar nga proceset e difuzionit. Për materialet UFG të përmasave reale (bulk), ose të përmasave të mëdha, ka kërkesa suplementare që përfshijnë mikrostruktura homogjene me kokrriza pothuajse ekuiaxiale dhe me shumicën e kufijve të kokrrizave që formojnë kënde të mëdhenj çorientimi. Prania e një fraksioni të lartë të kufijve të kokrrizave me kënde të mëdhenj është e rëndësishme për të përftuar veti të avancuar dhe unike [3].

Prodhimi i strukturave homogjene nano dhe ultra të imta është një përpjekje komplekse. Vështirësia kryesore vjen nga prania e kufijve të kokrrizave jo stabile, të cilat favorizojnë (lehtësojnë) rritjen e kokrrizës dhe formimin e poreve, shpesh të krahasueshme në përmasa me kokrrizat dhe shpërndarja e të cilave është e vështirë të kontrollohen.

Për të fabrikuar materialet nano dhe UFG, janë përdorur dy metoda të ndryshme që njihen si përafrimet **“bottom up”(nga poshtë-lart) dhe “top down” (nga lart-poshtë)**. Procedurat bottom-up konsistojnë në ndërtimin e një strukture nga përbërësit më të vegjël, kryesisht atomet dhe molekulat ose ndryshe nanostruktura ndërtohet atom për atom, shtresë mbas shtrese. Shembuj të këtyre teknikave përfshijnë kondensimi në gaz inert [5, 6], elektrodepozitimi [7], cryomilling me presim hidrostatik të nxehtë [9, 10], ku cryomilling nënkupton bluarje mekanike në një mjedis azoti të lëngët. Në praktikë, këto teknika janë shpesh të kufizuara në prodhimin e kampioneve shumë të vegjël, që mund të jenë të dobishëm për aplikime në fusha të tilla si pajisje elektronike, por përgjithësisht nuk janë të përshtatshme për aplikime strukturore në shkallë të gjerë. Veç kësaj, produktet përfundimtare nga këto teknika gjithmonë përmbajnë një farë shkalle poroziteti mbetës dhe një nivel të ulët

papastërtie, që futet gjatë procedurës së prodhimit. Duhet theksuar që poroziteti ka rëndësi të madhe sepse mund të maskojë apo të shtrembërojë vetitë e materialit. Metodën e hershme Bottom-up shpesh rezultonin me porozitet dhe me lidhje jo të plota midis kokrrizave.

Teknikat **top-down**, mundësojnë (kanë si qëllim) të imtësojnë përmasën e kokrrizës të materialeve mikrokristaline ose ndryshe në përafrimin top-down fillohet me një material masiv dhe copëtohet mikrostruktura duke formuar nanostrukturë.

Përafrimi **“top – down”** është ndryshe sepse konsiston në marrjen e një trupi të ngurtë me kokrriza relativisht të ashpra dhe përpunohet ai për të prodhuar një makrostrukturë UFG nëpërmjet deformimit të fortë ose ngarkesës goditëse. Ky përafrim eviton produktet me përmasa të vogla dhe papastërtitë që janë veçori (cilësi) të përhershme të materialeve të prodhuara duke përdorur përafrimin **“bottom up”** dhe ka avantazhin tjetër që mund të zbatohet në një rend të gjerë lidhjesh të përzgjedhura.

Vrojtimet e para të prodhimit të mikrostrukturave UFG, duke përdorur përafrimin **“top – down” (nga lartë- poshtë)**, u çfaqen në literaturën shkencore në fillim të viteve 1990 në disa botime që merreshin me metalet e pastër dhe disa lidhje [12-14]. Këto botime të hershme, përbënin një demonstrim të drejtpërdrejtë të aftësisë për të shfrytëzuar deformimin e fortë plastik për prodhimin e materialeve të mëdha që kishin një mikrostrukturë mjaft homogjene dhe ekuiaksiale, me përmasa të kokrrizave të rendit submikrometër dhe me një fraksion të lartë të kufijve të kokrrizave me kënd të madh.

Strategjia top-down (**nga lartë - poshtë**) përfshin teknikat e deformimit të Fortë plastik, të tilla si ECAP, HPT ose ARB. Me qëllim që një trup i ngurtë kokrrizë ashpër të shndërrohet në një material me kokrriza ultrafine, është e nevojshme të ushtrohet një deformim jashtëzakonisht i lartë për të krijuar një densitet të lartë dislokimesh dhe që këto dislokime të riorganizohen për të formuar një grupim kufij kokrrizash. Në praktikë procedurat konvencionale (të zakonshme) të punimit të metaleve, të tilla si ekstrusion ose petëzimi, janë të kufizuara në aftësinë e tyre për të prodhuar struktura UFG, për dy arsye të rëndësishme.

Së pari, ka një kufizim në deformimet e përgjithshme që mund të zbatohen duke përdorur këto procedura, sepse teknikat e përpunimit fusin zvogëlime korresponduese të përmasave tërthore të kampionit.

Së dyti, deformimet e ushtruara në metodat e zakonshme, konvencionale, janë të pamjaftueshme për të krijuar strukturat UFG, për shkak të përpunueshmërisë përgjithësisht të ulët të lidhjeve metalike, në temperaturat e ambientit dhe në temperatura relativisht të ulta. Si rrjedhim i këtyre kufizimeve, vëmendja u kthye drejt zhvillimit të teknikave alternative, të

bazuara në zbatimin e deformimit të fortë plastik, ku deformime jashtëzakonisht të mëdha zbatohen në temperature relativisht të ultë, pa shkaktuar ndonjë ndryshim shoqërues të përmasave tërthore të kampioneve.

Formalisht *përpunimi me anë të deformimit të fortë plastik* (DFP), mund të përkufizohet si një procedurë e formimit të metaleve në të cilën një deformim shumë i madh ushtrohet në një trup të ngurtë, pa shkaktuar ndonjë ndryshim të konsiderueshëm të përmasave të përgjithshme të trupit të ngurtë dhe që çon në prodhimin e kokrrizave jashtëzakonisht të imta, me përmasa të rendit më të vogla se 1 μm .

Midis metodave të ndryshme të propozuara, më të njohurat dhe më të suksesshmet janë 3 metoda: [16, 30, 42]:

- a) Përdredhja në presion të Lartë (PPL), (HPT);
- b) Petëzimi e Ngjijje e akumuluar (PNA), (ARB);
- c) Presimi në dy kanale me seksion të njëjtë (PKSNJ), (ECAP).

Metodat e deformimit të fortë plastik duhet të përmbushin një numër kërkesash të cilat duhet të merren në konsideratë gjatë zhvillimit të tyre për formimin e nano-strukturave në mostra masive dhe shufra. Këto kërkesa janë si në vijim.

Së pari, është e rëndësishme të fitojmë një strukturë të grimcave ultra të përsosura me kufij kokrrizash me kënde të mëdha, meqë në këtë rast ndodh një ndryshim kualitativ në aftësitë e materialit, duke i rritur aftësitë mekanike.

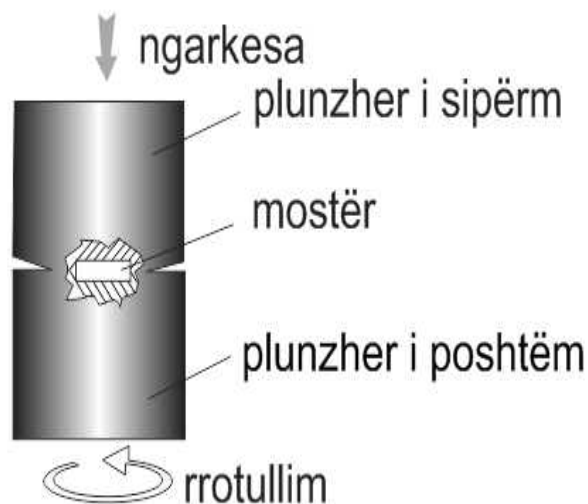
Së dyti, formimi i nano-strukturave uniforme brenda tërë madhësisë së mostrës që është e nevojshme për të siguruar veti të qëndrueshme të materialeve të përpunuara.

Së treti, meqë mostrat u janë ekspozuar deformimeve të mëdha plastike ato nuk duhet të kenë ndonjë dëmtim mekanik apo plasaritje.

Metodat tradicionale të deformimit të fortë plastik, siç janë petëzimi, tërheqja ose farkëtimi nuk mund të arrijnë këto kërkesa. Formimi i nano-strukturave në mostrat masive është e pamundur pa zbatimin e skemave të veçanta mekanike të deformimit që ofrojnë deformime të mëdha në temperature relativisht të ulëta dhe gjithashtu edhe pa përcaktimin e regjimeve optimale të përpunimit të materialit.

1.1.1 Përdredhja në presion të lartë (HPT) (High Pressure Torsion)

Pajisjet, ku deformime të forta plastike të përdredhjes në presion të lartë (SPTS) janë përdorur për herë të parë janë paraqitur në [40, 41]. Projektimi i tyre është një zhvillim i mëtutjeshëm i pajisjes së tipit të kudhrës Bridgeman [42]. Në punimet e para këto pajisje janë përdorur për studimin e transformimeve fazore gjatë deformimeve të mëdha [40] si edhe në ndryshimin e strukturës dhe të temperaturës së rikristalizimit pas deformimeve të mëdha plastike [17,18,19]. Formimi i suksesshëm i nano-strukturave homogjene me kufij kokrrizash me kënd të madh përmes deformimit të fortë të përdredhjes [10,12,43] ishte një hap shumë i rëndësishëm që lejoi të konsiderohet kjo procedurë si një metodë e re e përpunimit të materialeve nano-strukturorë.



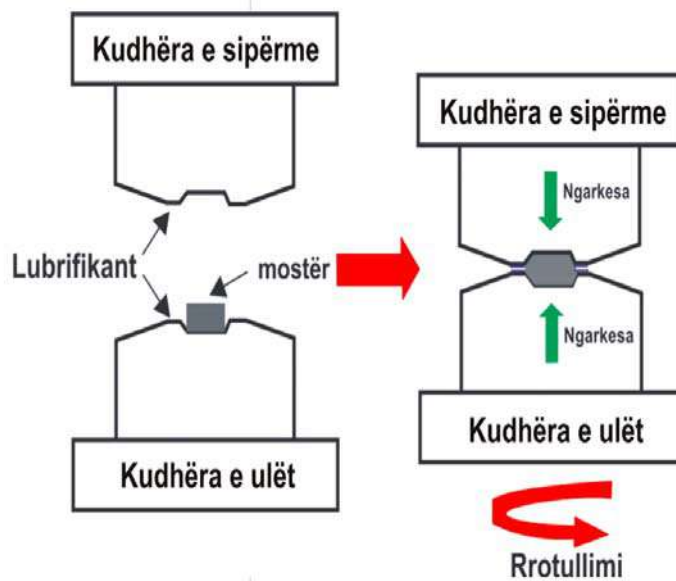


Figura 1.1 Makina e Përdredhjes në presion të lartë , paraqitja skematike dhe pamja e mostrës.

Skematikisht metoda e përdredhjes në presion të lartë HPT ilustrohet në fig.1.1. Në HPT kampionet në formë disku deformohen me përdredhje në presion të lartë prej disa GPa. Meqenëse dimension i kampionit nuk ndryshon, mund të arrihen deformime shumë të mëdha të rrëshqitjes, gjatë periferisë së diskut [20,31,36]. Përpunimi me anë të HPT ka përparësinë e përfutimit të përmasave të kokrrizave jashtëzakonisht të vogla, shpesh të rendit nanometër (<100 nm), dhe aftësinë e përpunimit të materialeve relativisht të thyeshme (brittle) si intermetalikët dhe gjysmëpërcjellësit. Por ka disavantazhin që përmasat e kampionit janë përgjithësisht shumë të vogla me diametra të diskut maksimale ~ 20 mm dhe trashësi ~ 1 mm. Si ECAP edhe HPT përdorin kryesisht deformimin e thjeshtë rrëshqitës dhe prandaj është diskutuar dhe debatuar shumë mbi rolin e rrëshqitjes për ultra imtësimin e kokrrizave. Megjithatë është e qartë, që pika e parë e rëndësishme e SPD është deformimi pa ndryshimin dimensional të materialeve. Rrëshqitja e thjeshtë është një deformim pa ndryshimin e lartësisë (apo trashësisë) së materialeve dhe kjo sigurisht është një përparësi për SPD. Metoda e Përdredhjes në presion të Lartë mund të përdoret për fabrikimin e mostrave të tipit të diskut (Fig. 1.1). Një kallëp është vendosur ndërmjet kudhrave dhe deformohet me përdredhje nën zbatimin e presionit (P) prej disa GPa. Mbajtësi i poshtëm rrotullohet dhe forcat e fërkimit të sipërfaqes deformojnë kallëpin përmes rrëshqitjes. Për shkak të formës gjeometrike të veçantë të mostrës, masa kryesore e materialit është deformuar në konditat e

ngjeshjes kuazi hidrostatike nën presionin e zbatuar dhe presionit të shtresës së jashtme të mostrës. Si rezultat, pavarësisht vlerave të larta të deformimit mostra e deformuar nuk është shkatërruar. Relacione të ndryshme janë shfrytëzuar për të llogaritur vlerat e deformimit (ose shformimit) gjatë deformimit të përdredhjes nën presion të lartë. Në veçanti, në [17,21,22,23,41] deformimi i vërtetë logaritmik e ishte llogaritur nga ekuacioni:

$$e = \ln \left(\frac{\theta \cdot r}{l} \right) \quad (1.1)$$

ku θ është këndi i rrotullimit në radian, r dhe l janë respektivisht rrezja dhe trashësia e diskut.

Kjo formulë është e ngjashme me ekuacionin e Krounit, e cila mund të shërbejë për të llogaritur deformimet e vërteta gjatë tërheqjes. Megjithatë, në rastin e tërheqjes kjo formulë ka një bazë fizike, por në rastin e përdredhjes kjo provë mungon. Në veçanti, sipas këtij relacioni deformimi i përdredhjes logaritmik i mostrave, me diametër 20 mm dhe trashësi prej 1 mm (pesë rrotullime), ishte 5, sa i përket mostrave, në diametër 10 mm dhe në trashësi prej 0.2 mm, ishte 7 në perimetrin e diskut, ndërsa në qendër të tërë këtyre mostrave ajo është e barabartë me zero. Në të njëjtën kohë rezultatet e studimeve të shumta treguan se pas disa rrotullimeve, deformimi me mënyrën e dhënë shpesh rezulton në imtësime të ngjashme të mikro-strukturës në qendër të mostrës dhe gjithashtu nano-struktura e përpunuar zakonisht është homogjene në rrezen e mostrës. Homogjeniteti strukturor i mostrave të rezultuara është konfirmuar nga shpërndarja uniforme e vlerave të mikrofortësisë përgjatë secilës mostër. Formula në vijim shumë shpesh është përdorur gjithashtu për llogaritjen e vlerave të deformimit në rastin në shqyrtim:

$$V = \frac{2\pi \cdot R \cdot N}{l} \dots\dots\dots (1.2)$$

Siç dihet, kjo formulë është përdorur në rastin e deformimit të zakonshëm të përdredhjes, për llogaritjen e vlerës së deformimit të rrëshqitjes në distancë (R) nga boshti i mostrës së tipit disk. Këtu, (N) është numri i rrotullimeve, (l) është trashësia e mostrës.

Për të krahasuar vlerën e deformimit të rrëshqitjes gjatë përdredhjes me vlerën e deformimit, gjatë deformimit me skema të tjera, vlera e parë zakonisht është konvertuar në të ashtuquajturin deformim ekuivalent sipas kriterit të Mises.

$$e_{eq} = \frac{V}{\sqrt{3}} \quad (1.3)$$

Dy vërejtje janë të sakta në lidhje me ekuac. (1.2) [20, 25, 27]:

1. Llogaritjet me këtë formulë kanë çuar në konkluzionin se vlera e deformimit (shformimit) duhet të ndryshojë në mënyrë lineare nga zero në qendër të mostrës deri në vlerën maksimale në skajet e diametrit të tij (sidohet, siç është cekur edhe më lartë, por kjo nuk është konfirmuar përmes eksperimenteve);

2. Gjatë deformimit trashësia fillestare e mostrës është zvogëluar përafërsisht dy herë nën presionin e lartë të ngjeshjes, dhe kjo është ajo pse përdorimi tradicional i l-së si trashësi fillestare nënçmon shformimin e llogaritur në krahasim me ato të vërtetat.

Që të dyja këto vërejtje vërtetojnë se vlerat e shformimit të llogaritura përmes ekuacioneve të lartpërmendura janë vetëm përafërsisht të barabarta me vlerat reale të shformimit.

Për më tepër, formimi i nano-strukturave gjatë SPD, ndodh si një efekt edhe i jashtëm, edhe i lidhur fortë me vlerat e sforcimeve të brendshme.

Formimi i strukturave homogjene në diametër të mostrës që i është nënshtruar deformimit të ashpër të përdredhjes, e konfirmon këtë, megjithëse sipas ekuacionit. (1.1) dhe (1.2) një imtësim i dukshëm i strukturës nuk duhet të ndodhë në qendër të mostrës. Kjo sepse gjatë studimit të evoluimit të mikro-strukturës gjatë deformimit të ashpër të përdredhjes nën presion të lartë, është më e arsyeshme të konsiderojmë numrin e rrotullimeve dhe jo vlerat e deformimit të llogaritura përmes ekuacioneve analitike.

Mostrat e prodhuara nga deformimi i fortë i përdredhjes zakonisht janë të formës së diskut nga 10 deri në 20 mm dhe në trashësi 0.2-0.5 mm. Një ndryshim i madh në mikro-strukturë është vëzhguar tanimë pas deformimit nga 1/2 e rrotullimeve [20,27,37,38], por për formimin e nano-strukturës homogjene disa rrotullime janë të nevojshme, si rregull. Hulumtimet e fundit gjithashtu treguan se deformimi i fortë i përdredhjes mund të përdoret në mënyrë të suksesshme jo vetëm për përmirësimin e mikro-strukturës por edhe për konsolidimin e pluhurave [21,23,44,45]. Është zbuluar se gjatë deformimit të përdredhjes në temperaturë dhomë, presioni i lartë i barabartë me disa GPa mund të ofrojë densitet afër 100% në tipin e diskut të përpunuar si mostër nano-strukturore. Për prodhimin e mostrave të tilla të pluhurave përmes deformimit të përdredhjes mund të përdoren jo vetëm pluhurat konvencionale por edhe pluhurat me bluarje mekanike.

Vrojtimet me TEM treguan një mungesë të porozitetit. Përmasa mesatare e kokrrizës është shumë e vogël, ajo është e barabartë me 17 nm, dhe si pasojë, një fraksion i madh vëllimor i

kufijve të kokrrizave, është prezent. Është shumë interesante se vlera e mikrofortësisë e mostrave të Ni të prodhuara nga konsolidimi me HPT është 8.6020.17 GPa, vlera më e lartë e mikrofortësisë e përmendur në literaturën për Ni- nanokristalin.

1.2 Petëzimi e ngjitje e akumuluar (PNA) (ARB) (Accumulated Roll Bonding)

ARB është një metodë relativisht e re e SPD që përdor deformimin petëzues. Është propozuar në Japoni nga Saito në 1998. Sikurse edhe metodat e tjera të DFP qëllimi kryesor i ARB është që të ushtrohet mbi material një deformim jashtëzakonisht i fortë plastik, që shkakton një imtësim struktural dhe rritje të fortësisë (strength), pa ndryshuar përmasat e kampionit. Parimi i ARB ilustron ne fig.1.2. Siç duket nga fig.1.2 Procesi ARB konsiston në përsëritjen e prerjes, ngjitjes dhe petëzimit të materialeve në formë flete. Në procesin ARB, fleta e petëzuar p.sh. 50 %, pritët në dy pjesë që ngjiten për të përfutur dimensionin fillestar dhe petëzohet përsëri. Me qëllim që të përfutet një material i ngurtë një pjesësh, petëzimi në ARB nuk është vetëm një proces deformimi, por edhe një proces lidhës (petëzim-lidhje). Që të arrihet lidhje e mirë, sipërfaqja e materialeve pastrohet nga papastërtitë (grasoja) me një furçë teli, para ngjitjes dhe nganjëherë petëzim ngjitja bëhet në temperatura të larta, poshtë temperaturës së rikristalizimit të materialit [46,56,57]. Meqenëse procedura e përmendur mund të përsëritet pa kufi, është e mundur të ushtrohen defromime plastike shumë të mëdha. Njihet që Procesi ARB çon në formimin e një strukture lamelare dhe që transformimi i kufijve të kokrrizave nga kufij me kënde të vegjël në kufij me kënde të mëdhenj, mbizotëron mbi imtësimin e kokrrizave. Kjo metodë, është përdorur me sukses në Aluminin teknik, në disa lidhje të Al, në disa çelike etj.

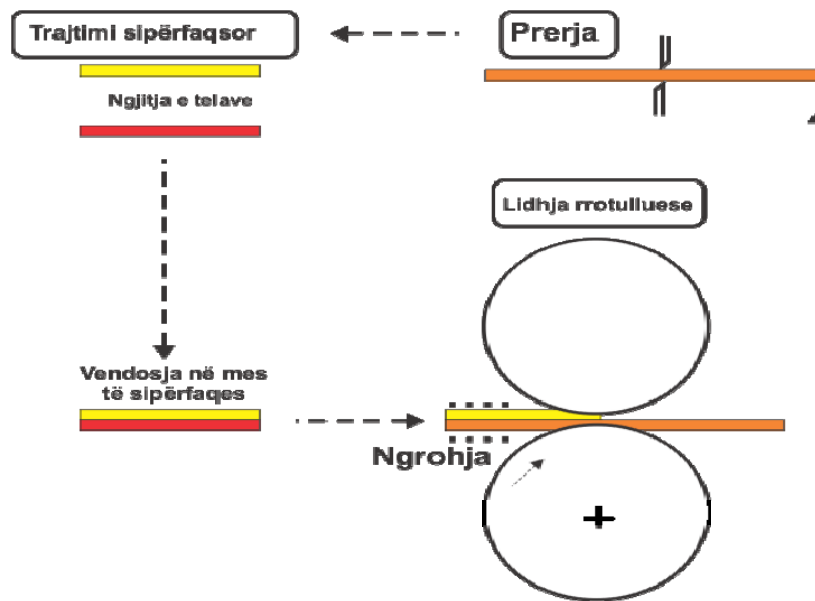


Figura 1.2 Paraqitje skematike e metodës Petëzim e Ngjitje e Akumuluar

Kjo metodë ARB, ka potencial të lartë për përdorim në industri, sepse përdor pajisje relativisht të thjeshta dhe mund të prodhohen sasi të mëdha fletësh me përmasa të mëdha. ARB konsiston në cikle të përsëritura të petëzimit, prerjes, ngjitjes në gjendje të ngurtë. Materialet e përpunuara me ARB kanë qëndrësë (strength) shumë të lartë, zakonisht 2-4 herë më të lartë se ajo e materialeve të njëjta me përmasa kokrrizash konvencionale.

1.3 Presimi në dy kanale me seksion të njëjtë (PKSNJ), (ECAP) (Equal Channel Angular Pressing)

ECAP u propozua për herë të parë në ish BS në vitet 80 (R.Z.Valiev, V.M.Segal) për të ushtruar deformime të mëdha plastike në materialin e përpunuar, pa ndryshuar prerjen tërthore të pjesës cilindrike apo drejtkëndëshe të shufrave. Në veçanti, procesi ECAP është i aftë për prodhimin e mostrave të mëdha me densitet të lartë, që kanë një përmasë kokrrize ultrafine (ose ultra të imët) në rendin nën-mikrometër.

Ka dëshmi eksperimentale se ato janë më të mira se materialet korresponduese me kokrriza të mëdha, për sa i përket modulit elastik, temperaturës Debye dhe Curie, plasticitet etj. siç është treguar në tabelën 1.1 [8,9]. Prosesi ECAP duket se ka potencialin për ndryshimin e vetive të materialeve në mënyrë të dukshme.

Materiali	Kushtet	R _s [MPa]	R _{max} [MPa]	A[%]
a-Fe	ECAP -i Standard	200	350	21
		850	980	6
	ECAP -i Standard	100	480	11
Cu (99.98%)		400	240	11
	ECAP -i Standard	170	400	22
Ni (99.86%)		600	920	8
Çeliku Austenitik	ECAP -i Standard	210	560	60
		1340	1550	27
	ECAP -i Standard	122	288	43
Al 5056		280	340	25
	ECAP -i Standard	34	90	40
AM100		190	-	25
	ECAP -i Standard	70	180	25
Al 3004		370	-	15

Tabela1.1 Vetitë mekanike të metaleve para dhe pas deformimeve ECAP

Procesi ECAP tani është duke u zbatuar në materiale të ndryshme që radhiten nga Al deri tek Cu, Mg, Ti dhe aliazheve të hekurit [9, 14, 58]. Për më tepër, mostrat e proceduara me ECAP janë të lira nga çdo porozitet; procesi kështu pra mund të përdoret për të prodhuar mostra të mëdha masive për shfrytëzim të gjerë në aplikimet industriale.

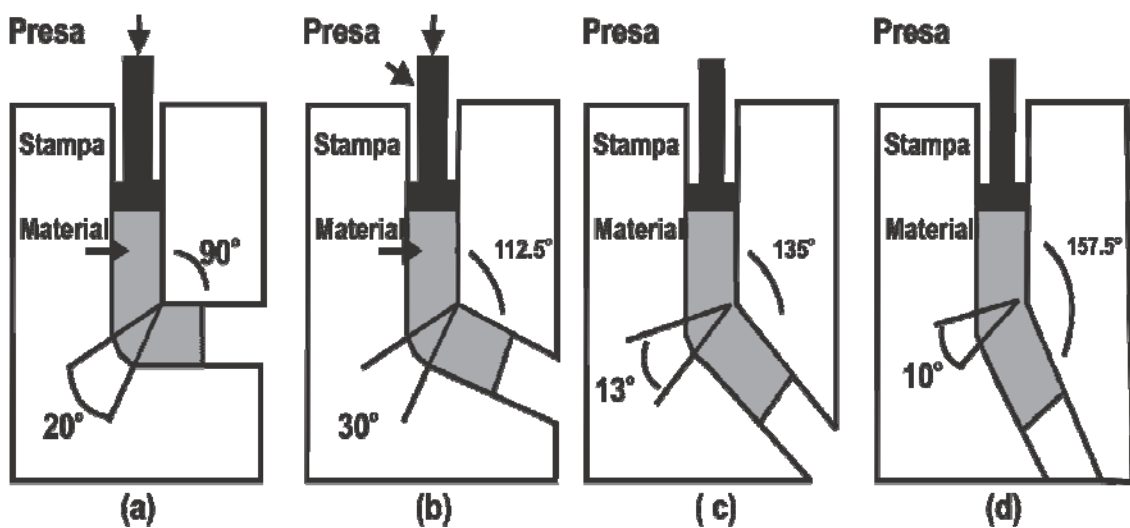
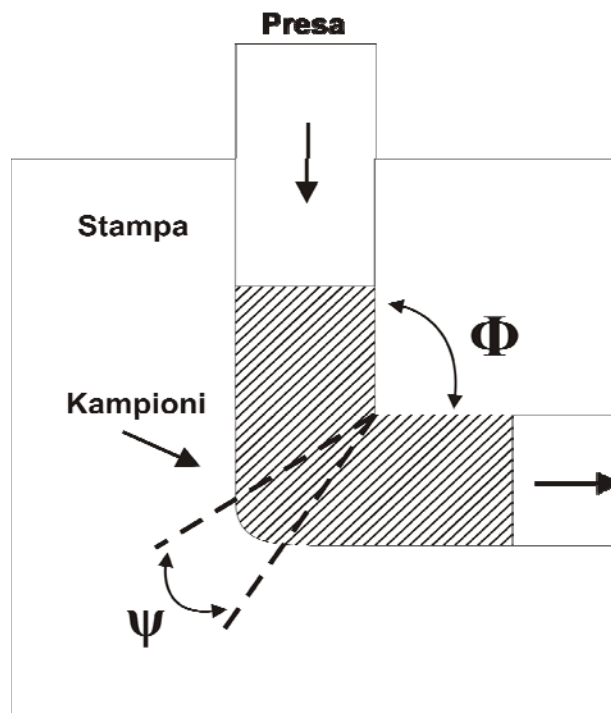


Figura 1.3 Parimi i ECAP

Për stampën e paraqitur skematikisht në fig.1.3 kanali i brendshëm është përkulur me një kënd $\Phi = 90^0$ dhe ka gjithashtu një kënd shtesë $\psi = 0^0$, që paraqet harkun e jashtëm të kurbaturës ku ndërpriten dy kanalet. Kampioni në formën e një shufre cilindrike apo katërkëndëshe tornohet që të futet brenda kanalit dhe stampa vendoset poshtë një prese, në mënyrë që kampioni të presohet. Për të zvogëluar fërkimin midis kampionit dhe murreve të stampës, ai zhytet në lubrifikant.

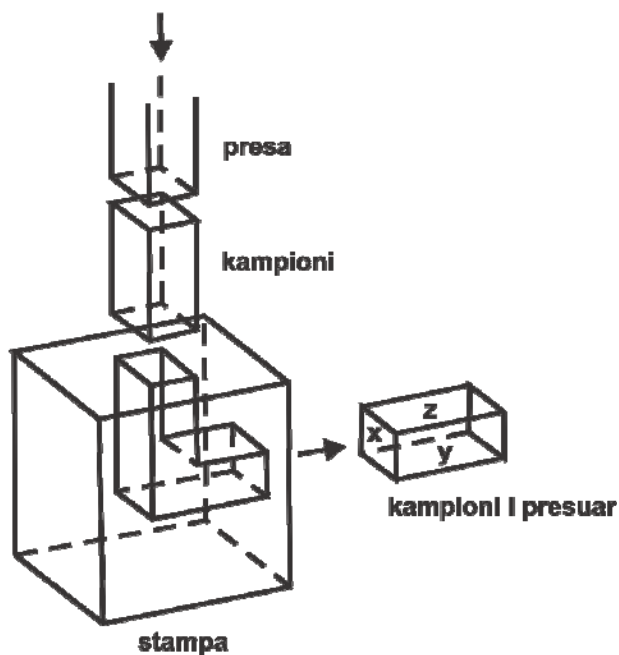


Figura 1.4 Ilustrimi skematik i ECAP

Natyra e deformimit të ushtruar është rrëshqitje e thjeshtë që ndodh ndërsa kampioni kalon përmes stampës, siç tregohet në fig.1.4; pavarësisht futjes së një deformimi shumë intensiv, ndërsa kampioni kalon përmes planit të rrëshqitjes, kampioni përfundimisht del nga stampa pa pësuar ndryshim në përmasat tërthore. Kjo ilustron nga kampioni i presuar në fig.1.4, ku gjithashtu janë treguar tre plane ortogonale respektivisht plani X ose plani transversal perpendikular me drejtimin e presimit, plani Y ose plani i presimit paralel me faqen anësore në pikën e daljes nga stampa dhe plani Z ose gjatësor, paralel me sipërfaqen e sipërme në pikën e daljes nga stampa. Ruajtja e të njëjtës sipërfaqe tërthore të kampionit kur presohet me ECAP, pavarësisht futjes së deformimeve shumë të mëdhenj, është një karakteristikë e rëndësishme e procesit SPD dhe është kjo karakteristikë që e dallon këtë tip përpunimi nga operacionet konvencionale të përpunimit të metaleve si petëzimi, extrusion, stampimi.

Mostra, është e fabrikuar për tu përshtatur brenda një kanali i cili kalon përmes stampës në një konfiguracion të formës L.

H.S.Kim dhe X.B.Novoa [47] kanë studiuar sjelljen e deformimit plastik të metaleve gjatë procesit ECAP duke shfrytëzuar simulimet FEM. Rezultatet zbuluan prezencën e pesë hapave gjatë procesit ECAP.

Faza -I (parë) është faza ku pjesa e përparme e kampionit (mostrës), shkon përmes zonës kryesore të deformimit, në të cilën ndodh pjesa më e madhe e deformimit, shih Fig.1.5 a dhe b. Gjatë fazës I volumi i pjesës së deformuar rritet ashtu siç rritet sforcimi i brendshëm

brenda pjesës së punuar, dhe ngarkesa rritet gjithashtu edhe mostra fillestare e pa deformuar shkon përmes zonës kryesore deformuese.

Faza –II (dytë) është faza ku pjesa e përparme e mostrës del nga zona kryesore e deformimit dhe lakohet kah pjesa e epërme në kanalën dalës, shih Fig.1.5 b dhe c. Meqë pjesa përballë e mostrës e cila kaloi zonën kryesore të deformimit, nuk ka ndonjë shtrëngim të ashpër për deformim derisa ajo prek pjesën e sipërme të kanalit dalës të stampës gjatë lakimit, ngarkesa rritet ngadalë. Ky hap i rritjes së ngadalshme apo ngarkimit konstant gjatë ECAP-it është vëzhguar në procesin ECAP të tunxhit [13,50,61,62]. Pjesa e përparme e lakuar e mostrës nuk mbush plotësisht kanalën dalës dhe lind një hapësirë e ngushtë ndërmjet mostrës dhe zonës së qoshes së kanalit dalës të stampës.

Faza- III (tretë) është nga pika ku pjesa përparme e mostrës fillon të prekë pjesën e epërme të kanalit dalës të stampës. shih, Fig.1.5 c dhe d. Ngarkesa rritet shpejt për shkak të shtrëngimit të kontaktit ndërmjet mostrës dhe daljes nga stampa. Gjatë hapat III, hapësira ndërmjet mostrës dhe kanalit dalës të stampës rritet larg nga të qenurit i mbushur.

Faza- IV (katërt) nis kur përshtatshmëri e mjaftueshme është e vendosur ndërmjet mostrës dhe kanalit dalës të stampës, ku ngarkesa nuk rritet më dhe një sjellje sikurse prej rrafshnalte e ngarkesës mund të shihet mirë në Fig.1.5 d dhe e. Gjatë fazës IV, ngarkesa më tepër ulet e cila besohet të jetë për shkak të zvogëlimit të vëllimit të mostrës së deformuar brenda kanalit hyrës të stampës. Duhet të theksohet se është gjetur një hapësirë ndërmjet pjesës fundore të mostrës dhe kanalit dalës të stampës [65,66,74,]. Kjo hapësirë e fundit i është atribuar deformimit të përkuljes së mostrës, që ekziston në zonën kryesore të deformimit.

Pjesa finale, **Faza- V**(pestë) është nga aty ku pjesa fundore e mostrës del nga zona kryesore e deformimit dhe ngarkesa ulet rrëmbyeshëm. Pikat me numrat tregojnë pikat në skajet fillestare të mostrës (pikat 1, 2, 3, 4) dhe zonën e njëtrajtshëm të mostrës të deformuar (pikat 5, 6, 7, 8).

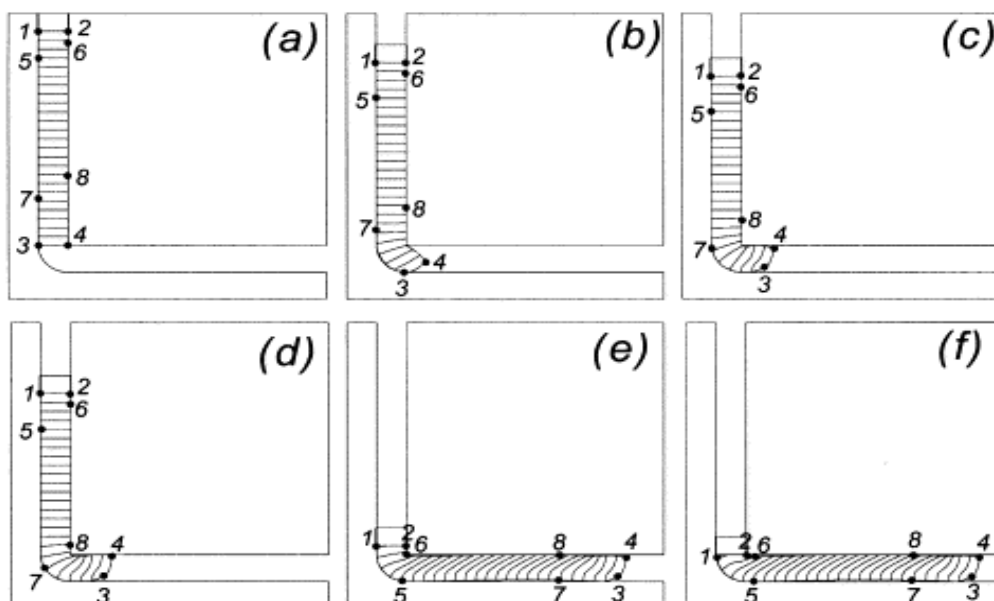


Figura 1.5 Ndryshimet e gjeometrisë së deformimit gjatë procesit të ECAP-it.

për situatën ku këndi ndërmjet dy pjesëve të kanalit është i barabartë me 90° , mostra e provës do ti nënshtrohet deformimit të rrëshqitjes posa ajo të kalojë nga njëra pjesë e kanalit në tjetrin: kjo rrëshqitje është ilustruar në Figurën 1.6

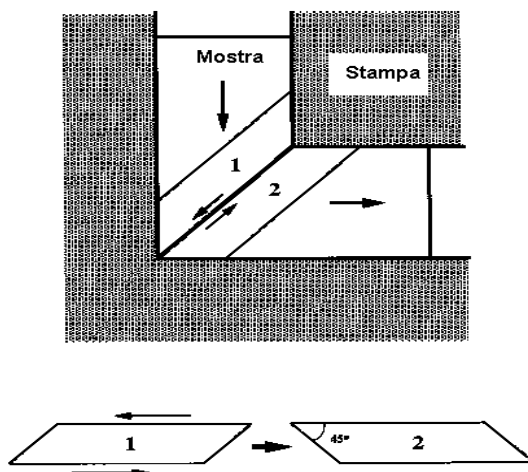


Figura 1.6 Parimet e rrëshqitjes në kalimin përmes stampës ECAP

Është më se e qartë nga Figura 1.3 se mostra del nga stampa, pa asnjë ndryshim në dimensionet e tërthorta. Kështu pra ky proces është ndryshe nga proceset më konvencionale të përpunimit të metaleve si është petëzimi dhe tërheqja ku aty ka zvogëlim shoqërues në dimensionet e tërthorta të pjesës punuese.

Potenciali për shkallëzim të ECAP për përdorim me mostra të mëdha janë hulumtuar nga Z.Horita dhe T.G.Langdon [51,52,55,66] në një aliazh alumini duke shfrytëzuar cilindra me diametër nga 6-40mm; rezultatet tregojnë imtësim të mikrostrukturës dhe vetitë pasuese mekanike pas presimit janë të pavarura nga përmasa fillestare e mostrës.

Meqenëse seksioni tërthor mbetet i pandryshuar, i njëjti kampion mund të presohet në mënyrë të përsëritur për të përfutur deformime jashtëzakonisht të mëdha. P.sh., Përdorimi i presimeve të përsëritura krijon mundësinë të aktivizohen sisteme të ndryshme rrëshqitjeje gjatë çdo kalimi konsektiv, duke rrotulluar kampionet në mënyra të ndryshme midis kalimeve të njëpasnjëshme.

Instalimi i pajisjes ECAP është relativisht i thjeshtë. Stampa mund të përbëhet nga dy pjesë të ndara të përbëra nga çelik special dhe të lëmuar, por mund të jetë e ndërtuar nga një pjesë e vetme. Në mënyrë që të minimizohet fërkimi me muret e stampës kampioni zhytet në një lubrifikant të përshtatshëm, zakonisht MoS₂ (sulfur molibdeni).

1.4 Parametrat kryesorë në ECAP

Procedura ECAP është një proces i përpunimit të metaleve, që operon në rrëshqitje të thjeshtë dhe karakterizohet nga disa parametra thelbësorë të tillë si deformimi i përfutur në çdo kalim nëpër stampë, sistemet e rrëshqitjes që operojnë gjatë operacionit të presimit dhe modelet pasuese të rrëshqitjes, brenda kampionit të presuar. Të mara së bashku këto procese të ndryshme, përcaktojnë në mënyre unike natyrën e saktë të operacionit të presimit. Të gjithë këta parametra luajnë një rol kritik në përcaktimin e natyrës së strukturës UFG të përfutur nga ECAP.

1.4.1 Deformimi i shkaktuar në ECAP

Është e përshtatshme të përcaktohen tri rrafshet të ndara brenda mostrës së ndërlidhur me ECAP: këto rrafshet janë të treguara në Figurën 1.3 dhe ato janë rrafshi X perpendikulare me boshtin gjatësor, dhe rrafshet Y dhe Z paralel përkatësisht me faqen anësore dhe faqen e sipërme të mostrës në pikën e daljes nga stampa [49,53,54].

Gjatë çdo kalimi të kampionit nëpër stampën ECAP ushtrohet një deformim i menjëhershëm. Madhësia e këtij deformimi mund të vlerësohet duke përdorur një metodë analitike bazuar në konfiguracionin e stampës, që paraqitet skematikisht në fig. 1.3 dhe 1.7, ku Φ është këndi i

ndërprerjes së kanaleve dhe ψ paraqet këndin e lidhur me harkun e kurbaturës ku dy pjesët e kanalit ndërpritën.

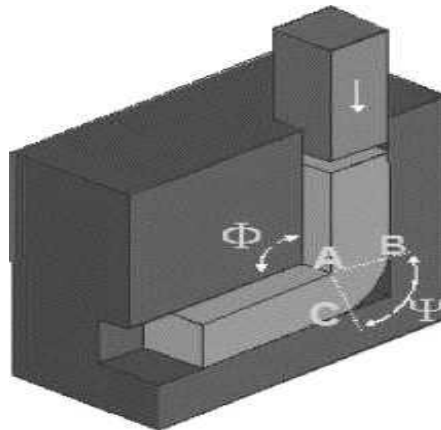


Figura 1.7 Diagrama skematike e një prerjeje ECAP që tregon këndin (Φ) dhe këndin (ψ)

Deformimi i ushtruar mbi mostër në një kalim të vetëm përmes stampës varet kryesisht nga këndi (ψ) ndërmjet dy pjesëve të ndara të kanalit brenda stampës. Aty ka edhe pak varësi nga këndi (Ψ) në harkun e jashtëm të lagesës (kurbaturës) ku dy kanalet kryqëzohen (Figura 1.7). ndërmjet dy pjesëve të ndara të kanalit brenda stampës.

Deformimi teorik i akumuluar gjatë kalimit përmes stampës ECAP mund të matet nga ekuacioni i Iwahashtit duke konsideruar kushtet ideale të rrëshqitjes së thjeshtë dhe deformimeve homogjene në prerjet tërthore [9], duke qenë (N) numri i kalimeve dhe (Φ) dhe (ψ) këndet e përcaktuara më lart.

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left(2 \cos \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \cos ec \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right) \dots\dots\dots (1.4)$$

Megjithatë, studime të detajuara mbi rrugën aktuale të deformimit treguan se kur këndi i jashtëm bëhet i madh, futet një deformim i përkuljes afër lakimit [10,11,12,13]. Efektet e fërkimit gjithashtu mund të luajnë një rol të rëndësishëm në përcaktimin e homogjenitetit të shpërndarjes së deformimit afër sipërfaqes së shufrës [10, 14, 15].

Studime eksperimentale dhe analiza të ECAP janë kryer nga J.W.Park e të tjerë [60, 75] për të qartësuar sjelljen e deformimit si në stampa me skaje të mprehta ashtu edhe në ato me skaje të rrumbullakëta nën kushtet pa efekt të fërkimit. Është gjetur se si në eksperiment ashtu edhe në simulim **FEM** se gjeometria e stampës ka vetë një influencë të madhe në homogjenitetin e deformimit, duke rezultuar në një deformim rrëshqitës më uniforme në

stampat me skajet e mprehta e sa në ato me skajet e rrumbullakëta, në kushtet pa efekte fërkimi. Deformimi i rrëshqitjes ishte koncentruar në mënyrë homogjene në rrafshin diagonal të skajit të mprehtë e cila është në përshtatshmëri të mirë me pohimin e teorisë konvencionale.

Në rastin e stampës me skaj të rrumbullakët, megjithatë deformimi plastik ishte shpërndarë mbi një sektor të gjerë të skajit ku deformimi rrëshqitës ishte kufizuar në pjesën e brendshme dhe deformimi jo-rrëshqitës ishte gjetur në pjesën e jashtme. Deformimi jo-homogjen i stampës me skaj të rrumbullakët për shkak të efekteve gjeometrike çfaq më tutje një rrjedhë të lakuar në pjesën e jashtme të skajit ndryshe nga rrjedha e lakuar me pengesa e shkaktuar nga efektet e fërkimit, ashtu siç janë paraqitur në figure 1.8 a,b

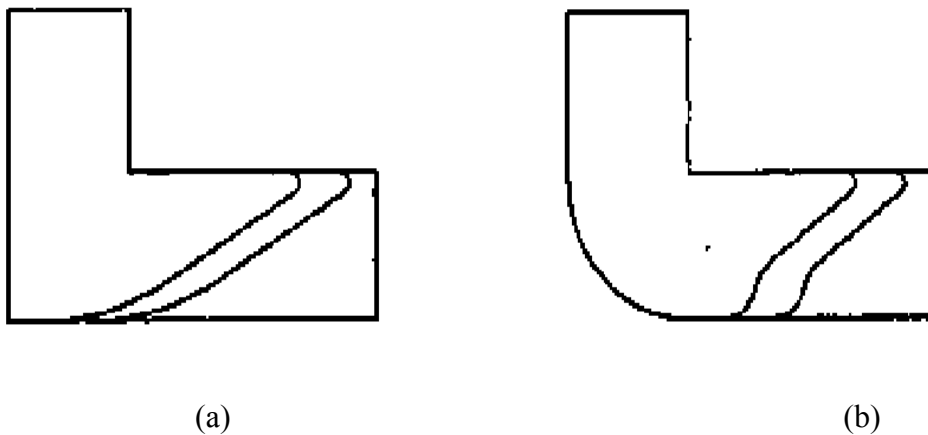


Figura 1.8 Efekte të fërkimit në mënyrën e deformimit në kombinim me efektet gjeometrike
(a) stampë me skaje të mprehtë dhe (b) stampë me skajet e rrumbullakët

Analizat numerike treguan se shpërndarja jo homogjene e sforcimit ishte prodhuar në seksionin e brendshëm të skajit të rrumbullakët, duke rezultuar në një ndryshim të sforcimit normal nga sforcim ngjeshës në pjesën e brendshme në një sforcim tërheqës në pjesën e jashtme. Tërheqja e ndjekur nga ngjeshja ishte mënyra dominuese e deformimit të materialit gjatë kalimit përmes skajit të jashtëm dhe ndodhte përkulja graduale e materialit, në vend të deformimit të rrëshqitjes.

Në fakt janë bërë eksperimente të shumta duke matur deformimin dhe janë në përputhje dhe që mbështesin ekuacionin 1.4.

Nga shqyrtimi i rezultateve të eksperimenteve arrihen disa përfundime [28,70]:

1. Këndi tek harku i kurbaturës ψ ka një efekt relativisht të vogël në deformimin ekuivalent veçse për kënde të kanaleve më të vegjël se 90° .

2. Deformime jashtëzakonisht të larta mund të arrihen në një kalim të vetëm, duke ndërtuar një stampë me vlera shumë të vogla të ψ dhe Φ .

3. Për stampat e zakonshme ku këndi Φ është zakonisht 90° , deformimi ekuivalent është afërsisht 1, për një kalim dhe ky deformim është esencialisht i pavarur nga këndi i harkut të kurbaturës ψ .

1.4.2 Rrugët e presimit në ECAP

Në praktikë, shumë përdorues dhe studiues të ECAP përdorin shufra me seksion tërthor katror dhe stampa që kanë kanale katrorë. Për këto kampione është e përshtatshme të përdoren rrugë përpunimi, në të cilat kampionet rrotullohen me 90° midis kalimeve. Të njëjtat rrugë përdoren gjithashtu kur kampionet janë në formën e shufrave me seksion tërthor rrethor. Ka katër rrugë ose linja bazë të presimit në ECAP dhe këto rrugë gjatë procesit të presimit, fusin sisteme të ndryshme rrëshqitjeje, kështu që çojnë në diferenca të konsiderueshme në mikrostrukturat e përfutuara me ECAP [53,79,80,88]. Skematikisht të 4 rrugët janë paraqitur në fig. e mëposhtme.

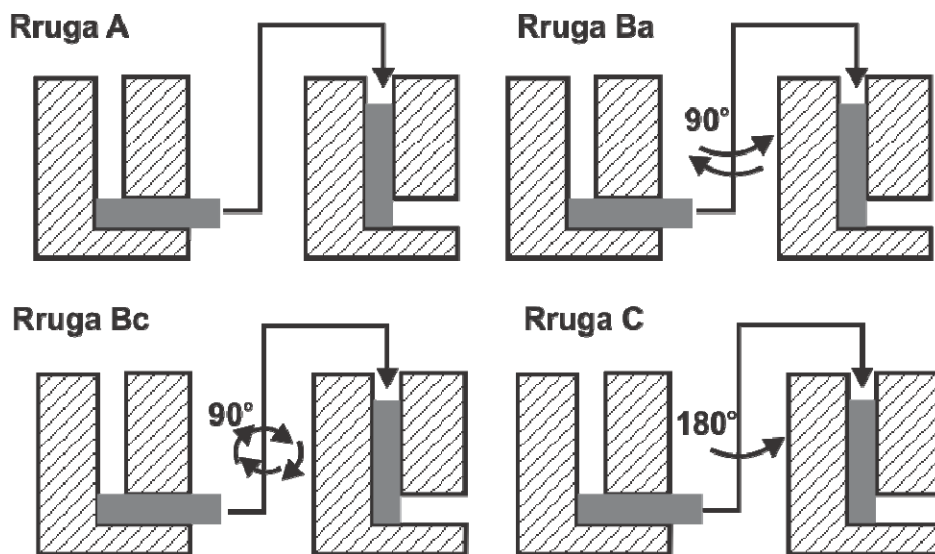


Figura 1.9 Katër rrugët themelore në procesin e ECAP-it

Në rrugën A kampioni presohet pa rrotullim; në rrugën B_A kampioni rrotullohet me 90° drejtime të alternuara midis kalimeve të njëpasnjëshme; në rrugën BC kampioni rrotullohet me 90° në të njëjtin drejtim (ose orar ose antiorar) midis çdo kalimi dhe në rrugën C kampioni rrotullohet me 180° midis kalimeve të njëpasnjëshme. Janë të mundura gjithashtu kombinime të ndryshme të këtyre rrugëve, si p.sh. kombinimi i rrugës B_C dhe C me anë të

rrotullimeve të kombinuara me 90^0 dhe 180^0 mbas çdo kalimi, por praktika eksperimentale e përfutur deri tani sugjeron që këto kombinime më komplekse nuk çojnë në përmirësime shtesë të vetive mekanike të kampioneve të presuar. Prandaj vëmendja është përqendruar kryesisht në 4 rrugët e përmendura më lart.

Në figurën e mëposhtme janë paraqitur skematikisht sistemet e rrëshqitjes të lidhura me rrugët përkatëse, ku planet X, Y dhe Z i korrespondojnë tre plane ortogonalë të treguar në fig. 1 dhe është treguar rrëshqitja për kalime të ndryshme në çdo rrugë presimi: kështu planet e shënuar 1 deri në 4 i korrespondojnë 4 kalimeve të para të ECAP [32, 33, 34, 35]. Në rrugën C, rrëshqitjet vazhdojnë në të njëjtin plan në çdo kalim të njëpasnjëshëm përmes stampës por drejtimi i rrëshqitjes është i kundërt në çdo kalim; kështu rruga C është quajtur një proces deformimi i përsëritur dhe deformimi rivendoset (përtërihet) mbas çdo numri çift të kalimeve. Është e qartë që rruga BC është gjithashtu një proces deformimi i përsëritur sepse rrëshqitja në kalimin e parë anulohet nga rrëshqitja në kalimin e tretë dhe rrëshqitja në kalimin e dytë anulohet nga rrëshqitja në kalimin e katërt. Përkundrazi, rrugët A dhe BA nuk janë procese deformimi të përsëritur dhe në rrugën A ka 2 plane të ndryshme rrëshqitjeje që ndërpriten me kënd 90^0 dhe në rrugën B_A ka 4 plane rrëshqitjeje që ndërpriten me kënde 120^0 . Në rrugët A dhe B_A ka një grumbullim deformimi në çdo kalim nëpër stampë.

Për të kuptuar efektin e këtyre linjave të ndryshme proceduese është e udhës të kontrollojmë modelet e prerjes së brendshme siç janë të ilustruara në figurën 1.10 ku rrafshet janë të klasifikuara nga 1 deri në 4 që tregojnë prerjen e cila ndodh në katër shtypjet e para përmes sipërfaqes; planet e dizajnuara X, Y, dhe Z në Figurën 1.10 korrespondojnë me rrafshet e ilustruara në figurën 1.3 sikurse në mostrën e shtypur.

Për shembull, në linjën C aty ka prerje të përsëritura në të njëjtin rrafsh në linjën A ku janë dy rrafshet të prerjes të kryqëzuara në një kënd prej 90^0 dhe në linjat BA dhe Bc ka katër rrafshet të ndryshme të prerjes që kryqëzohen në këndet prej 120^0 .

Influenca e këtyre modeleve të prerjes mund të matet duke konsideruar kalimin e një elementi kubik përmes sipërfaqes që ka kënde të brendshme $\Phi=90^0$ dhe $\psi=0^0$ siç është e ilustruar në Figurën 1.10 ku elementi kubik është në anën e majtë.

Kalimi i parë përmes sipërfaqes deformon kubin në element rombohedral meqë ai kalon përmes rrafshit të prerjes e hijezuar në anën e majtë poshtë.

Të tri shtojcat në Figurën 1.10 përshkruajnë deformimin në kushtet e zgjatimit të grimcës mikroskopike, kur vëzhgimet janë bërë të pavarura në rrafshet X, Y dhe Z përkatësisht. Ilustrimet e ngjashme me figurën 1.10 janë konstruktuar për deri në pesë shtypje totale përmes sipërfaqes duke përdorur katër linjat proceduese të A, BA, Bc dhe C, por në praktikë

është me e favorshme të shfaqim karakteristikat e prerjes në formë tabelore sikurse janë treguar në Figurën 1.10 ku linjat proceduese janë dhënë në shtyllën e majtë dhe shtrembërimi i elementit kubik është spikatur për secilën nga tri rrafshet ortogonale të prerjes që prej një deri në tete kalojnë përmes sipërfaqes.. kështu pra secila anë e kubit ka një prerje tërthore katrore para se të shtypet dhe shtrembërimet për një shtypje korrespondojnë për rrafshet X,Y, dhe Z, me shtrembërimet e ilustruara në mënyrë skematike në Figurën 1.10

Figura 1.10 tregon se linja A shpie në rritjen e deformimeve në rrafshet X dhe Y por nuk ka deformime në rrafshin Z, linja BA shpie në rritje të shtrembërimeve në të tri rrafshet ortogonale dhe në linjën Bc dhe C, elementi kubik restaurohet pas çdo katër apo dy shtypjeve përkatësisht. Ka edhe një ndryshim të rëndësishëm ndërmjet linjave Bc dhe C sepse linja e mëhershme përfshin deformimet në të tri rrafshet ortogonale përderisa linja e mëvonshme nuk ka deformime në rrafshin Z.

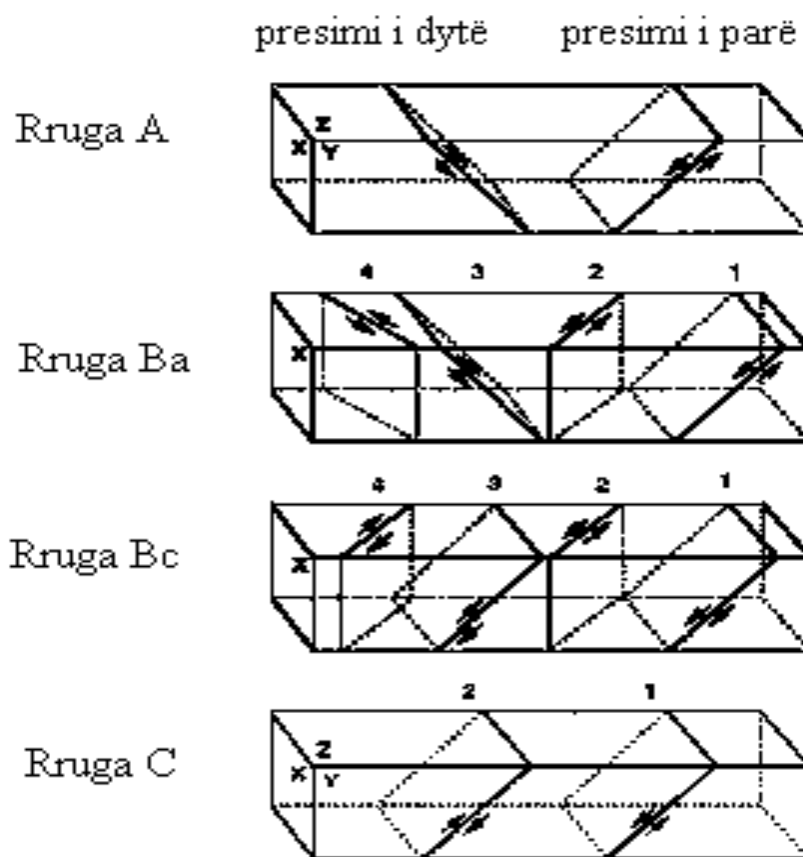


Figura 1.10 Karakteristikat e rrëshqitjes për katër rrugët proceduese.

1.4.3 Mikrostruktura në materialet nanokristalinë

Çdo vlerësim kritik i mikrostrukturës së zhvilluar gjatë ECAP kërkon vrojtime të veçanta në planet X, Y dhe Z, si funksion i numrit të kalimeve në stampë dhe efektit të rrugëve të presimit. Rezultate të detajuara të këtij lloji janë përfutur për Al e pastër polikristalin që kishte një përmasë kokrrize fillestare në gjendje të pa presuar prej ~ 1 mm [71,73].

Në fig.1.11 tregohen mikrostrukturat e formuara në Al e pastër në planet X,Y dhe Z pas një kalimi nëpër stampën me $\Phi = 90^\circ$ dhe $\psi = 20^\circ$ së bashku me SAED (Selected Area Electron Diffraction) të mara duke përdorur një tufë me diametër $12.3 \mu\text{m}$.

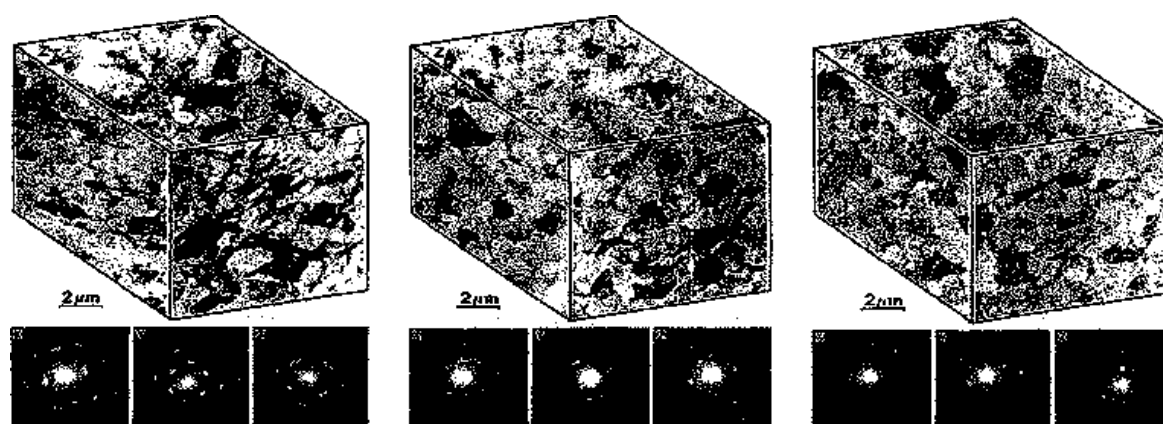


Figura 1.11 Mikrostruktura në Al të pastër pas presimit nëpër stampën ECAP përmes rrugës B_C për (a) 2 kalime, (b) 3 kalime, (c) 4 kalime me modelet përkatëse SAED.

Nga analiza e figurës duken disa tendenca. Së pari shëmbëllimet SAED tregojnë që kufijtë e kokrrizave kanë kënde të vegjël çorientimi dhe mikrostruktura në çdo plan përbëhet nga shirita nënkokrrizash të orientuara.

Vrojtimet eksperimentale janë në përputhje të shkëlqyer me parashikimet e bazuara në modelet e rrëshqitjes në ECAP dhe kjo përputhje bëhet veçanërisht e dukshme kur rrëshqitja është e kufizuar në një komplet planesh paralele.

Kur presimi vazhdon për 4 pasime të plota, ekuivalente me një deformim të ushtruar prej ~ 4 , mikrostruktura e vrojtuar bëhet më pak e zgjatur, sepse shumë nënkokrriza evoluojnë në kufij kokrrizash me kënd të gjerë dhe ka një zhvillim shoqërues të rreshtimit apo organizimit të qelizave të përcaktuara mirë apo të shiritave të nënkokrrizave, në konfiguracione (grumbullime) kokrrizash ultrafine relativisht (në mënyrë të kënaqshme) ekuiaksiale. Ky evolucion është i dukshëm i cili tregon mikrostrukturën në Al e pastër në planin X pas 4 kalimeve duke përdorur rrugën A, B_A , B_C dhe C. Duket nga këto mikrofotografi që rruga B_C

çon më shpejt në një konfiguracion kokrrizash ultrafine relativisht (në mënyrë të kënaqshme) ekuiaksiale, ndërsa kokrriza të zgjatura janë të dukshme pas 4 kalimeve kur përdoren rrugët A, B_A dhe C. Është e rëndësishme të vihet re gjithashtu që kur presohet Al i pastër duke përdorur rrugën BC në të tre planet ortogonale të prerjes, shihen konfiguracione esencialisht identike kokrrizash ultrafine relativisht ekuiaksiale.

Ekzaminime të detajuara të këtij lloji tregojnë që rruga BC arrin një evolucion më të shpejtë drejt konfiguracionit të kufijve të kokrrizave me kënd të madh. Studime të ngjashme mbi Cu dhe Ti, si edhe me Ni, kanë demonstruar që mbas një ose dy kalimeve ECAP, struktura dislokative në kokrrizat e ndryshme fillestare, që kanë orientime të ndryshme në lidhje me sforcimet e rrëshqitjes, variojnë nga një strukturë me banda, në një strukturë celulare ekuiaksiale. Por ndërsa numri i kalimeve në ECAP rritet, struktura dislokative bëhet më homogjene dhe ndodh një kalim gradual nga një konfiguracion ku mbizotërojnë kufij kokrrizash me kënd të ulët, në një konfiguracion ku mbizotërojnë kufij kokrrizash me kënd të madh [68,69,72]. Rezultatet e përfutur për Al e pastër për ndikimin e rrugëve të presimit, janë të ngjashme me ato të gjetura për materiale të tjera. Kështu rruga BC është identifikuar si rruga optimale për prodhimin e strukturës kokrrizore ultrafine në Al e pastër industrial dhe Ti.

Parimet e ECAP tani janë kuptuar dhe studiuar relativisht mire dhe kjo procedurë është zbatuar në mjaft metale dhe lidhje metalike. Shembuj të këtyre materialeve janë metalet FCC të tillë si Al, Cu, Ni dhe Au, metale HCP si Mg, Ti dhe Zr, hekuri dhe çeliku, materiale të vështirë për t'u deformuar si volframi, lidhjet eutektike, kompozitët me matricë metalike etj. Është e rëndësishme të theksohet që zgjedhja e materialit testues ndikon si në përmasën e kokrrizës në ekuilibër të arritur pas ECAP, ashtu dhe në homogjenitetin e mikrostrukturës. Veç kësaj për materiale me kompleksë duhet më shumë kujdes. P.sh., zbatimi i presimit ECAP në një kompozitë me matricë metalike mund të shkaktojë thyerjen e përforcuesve për shkak të presionit të lartë të zbatuar. Presimi me ECAP sikurse thamë përfshin ushtrimin e një deformimi shumë të madh gjatë çdo kalimi nëpër stampë, kështu që në material krijohet një numër shumë i madh dislokimesh. Meqë presimi ECAP përfshin ushtrimin e një deformimi jashtëzakonisht të lartë, ndryshimi mikrostrukturor fillestar i lidhur me ECAP është futja, krijimi i një densiteti shumë të lartë dislokimesh në rrjetën kristalin. Që në studimet e hershme sidomos gjatë presimit të lidhjeve metalike u vu re që mikrostrukturat e prodhuara me ECAP ishin shpesh mjaft heterogjene me zona kalimtare (transite) jo shumë të qarta, midis kokrrizave individuale (të veçanta) dhe me konturë të çrregullt dhe të shuar gjatë kufijve të kokrrizave. Këto vrojtime tregojnë që kufijtë e futur, krijuar nga ECAP janë në

gjendje (konfiguracione) jo ekuilibri me energji të lartë. Ka disa studime që përshkruajnë stabilitetin termik të kokrrizave ultrafine të prodhuara nga ECAP. Në terma të përgjithshme, kokrrizat rriten kur nxehen, por madhësia e rritjes së kokrrizave varet nga natyra e mikrostrukturës. Në metalet e pastër dhe lidhjet e tretjeve të ngurta, kokrrizat rriten më shpejtësi në temperatura të larta, me që nuk ka precipitate brenda rrjetës kristaline që të pengojë lëvizjen e kufijve të kokrrizave. Përkundrazi kokrrizat submikrometrike mund të ruhen në temperatura relativisht të larta, në materiale që përmbajnë një shpërndarje të precipitateve të imta.

1.4.4 Modeli ECAP i deformimit

P.B.Berbon dhe T.G.Langdon [51,97] propozuan modelin në vijim për procesin ECAP. Gjatë kalimit të parë, rrëshqitja ndodh në një zonë shumë të lokalizuar gjatë një kohe shumë të shkurtër. Për këtë arsye dislokimet e formuara nuk janë të balancuara për shkak se vetëm një numër i vogël i vektorëve të Burgerit janë shumë të favorizuar. Këto dislokime identike nuk janë në gjendje të ri-kombinohen plotësisht për të formuar LEDS (Low Energy Dislocation Structures) të zakonshme (struktura me dislokim të ulët të energjisë). Shumë dislokime jo thelbësore mbeten aty përgjatë dislokimeve thelbësore (të brendshme) që formojnë GB (Grain Boundaries) (kufijtë e kokrrizave), që çojnë në një strukturë jo homogjene. Këto dislokime jo thelbësore dhe GB-të keq të përcaktuara zakonisht janë vrojtuar në mikrografinë TEM. Për shkak të numrit të kufizuar të vektorëve të mundshëm të Burgerit dhe faktit që riorganizimet bëhen në vende shumë të lokalizuara, riorganizimi është larg përsosjes. Sforcimet e rendit të largët të krijuara nga dislokimet në kufijtë e nën kokrrizave nuk e ekranizojnë mirë njëra tjetrën, kështu që sforcimet në rend të largët mbeten të mëdha. Është propozuar që këto sforcime të larta janë përgjegjëse për stabilizimin e kufijve. Një rritje e këndeve të çorientimit është vënë re pas absorbimit të dislokimeve të reja të rrjetës. Modeli i propozuar është përmbledhur në mënyrë skematike në figurën 1.12.

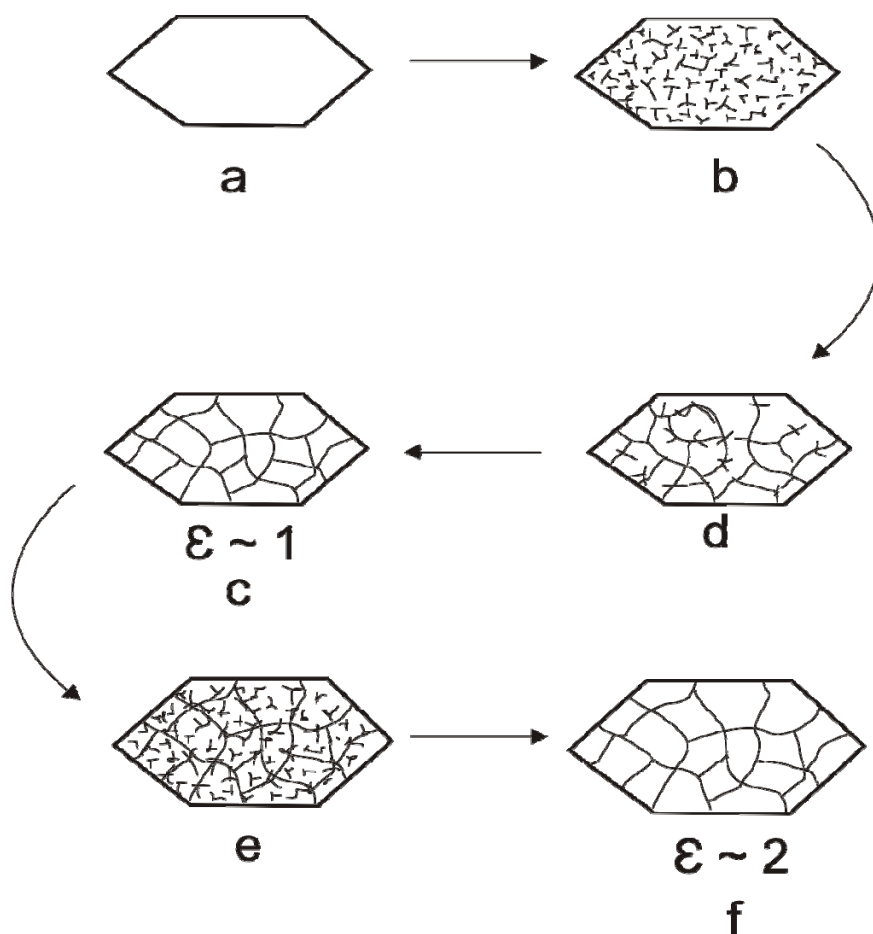


Figura 1.12 Modeli skematik për deformimin ECAP a). Kokrrizat fillestare b). Zhvendosja e paraqitur nga kalimi i parë, c). Formimi i kufijve të nën kokrrizave me nivelet larta të stresit, d). Ri-aranzhimi apo ri-rreshtimi në strukturat LEDS në nivele lokale, e). Zhvendosja e paraqitur nga kalimi i dytë, f). Absorbimi me rritje në kufijtë e këndeve të keq-orientimit.

1.4.5 Shpejtësia e presimit ECAP

Ky parametër kontrollon shpejtësinë me të cilën ndodh deformimi dhe ka një efekt të rëndësishëm mbi mekanizmin e akomodimit që pason futjen e dislokimeve brenda grimcave fillestare të mëdha. Me tutje, ajo ndikon në fenomenin e shpërndarjes së nxehtësisë. Është gjetur se pjesa jo e parëndësishme e punës plastike mund të shpërndahet në formën e nxehtësisë. Në shpejtësi të mëdha të presimit nxehtësia e prodhuar rrite, por koha për të humbur nxehtësinë në sipërfaqe dhe mjedis zvogëlohet [81,84,87,96].

1.4.6. Temperatura gjatë ECAP

Ky është një parametër i rëndësishëm për evolucionin e rrjetës së dislokimeve të krijuara në kampion përmes deformimit të fortë plastik. Ajo kontrollon dukurinë e rikristalizimit dinamik dhe për këtë arsye ajo ndikon në makrostrukturën përfundimtare.

1.5 Pajisjet e ECAP

Pajisjet ECAP zakonisht përbëhen nga pjesët e mëposhtme si në figurën 1.12.

1. Korniza
2. Presa
3. Planzheri (prej çeliku) me diametër 10 mm dhe gjatësi 155 mm
4. Stampa ECAP

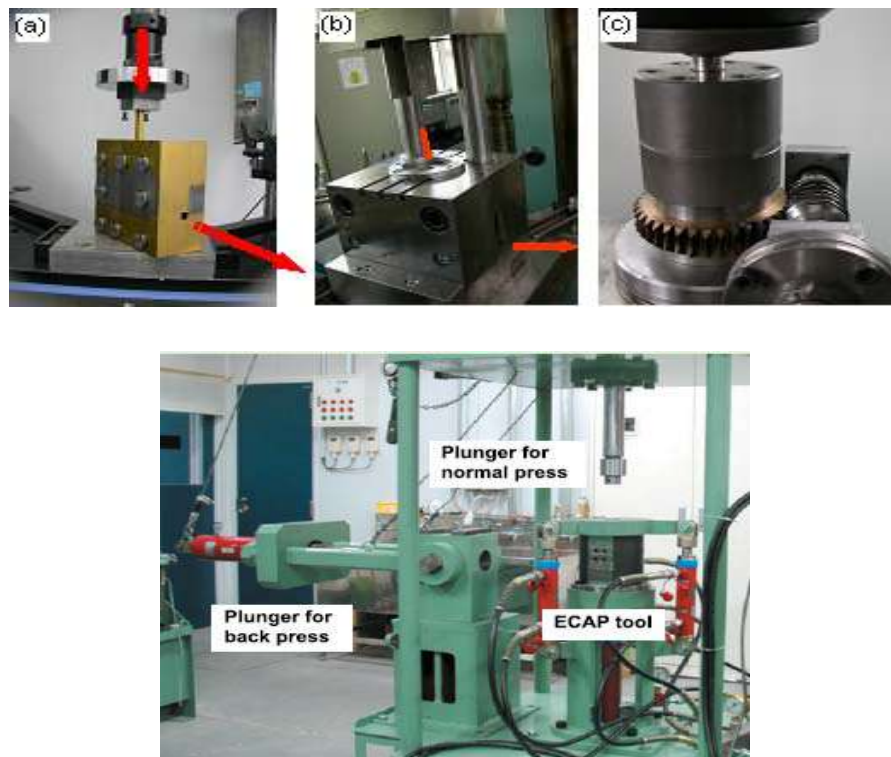


Fig. 1.13 Pajisja ECAP

Stampa ECAP është projektuar për të kryer deformime plastike [1,90,93,95]. Ajo përbëhet prej çeliku special dhe ka dy kanale të përthyera në formë L (Figura 1.14 stampa e mbyllur). Diametri i kanaleve cilindrike $d=10$ mm; $\Phi = 90^\circ$; $\psi=20^\circ$; $\square=1.05$

Stampa e hapur sandviç (fig. 1.15): kanalet cilindrike me diametër 10 mm; $\Phi = 90^\circ$; $\psi = 20^\circ$

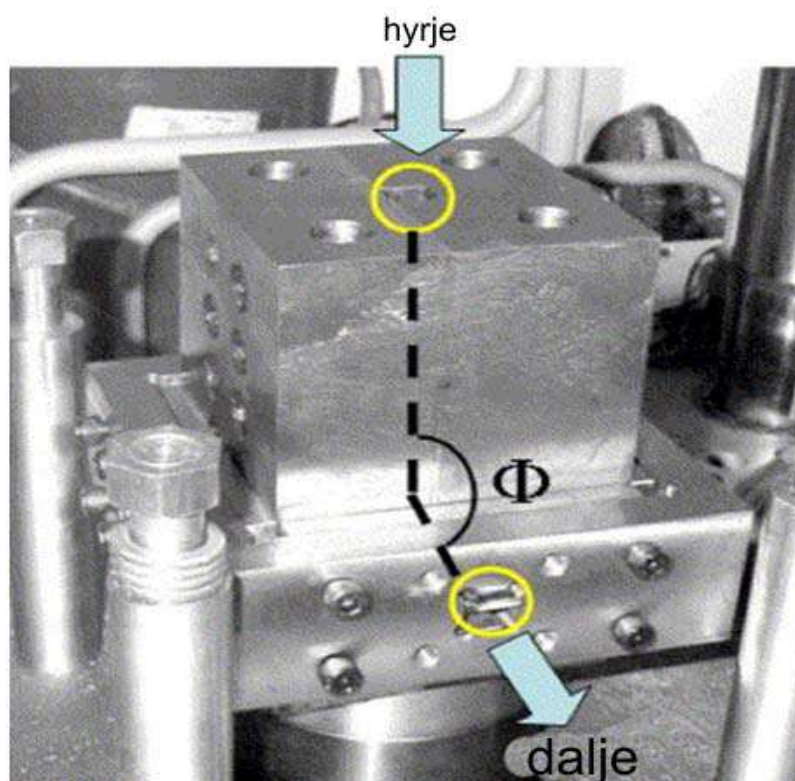


Fig.1.14 Stampa e mbyllur ECAP dhe e fiksuar

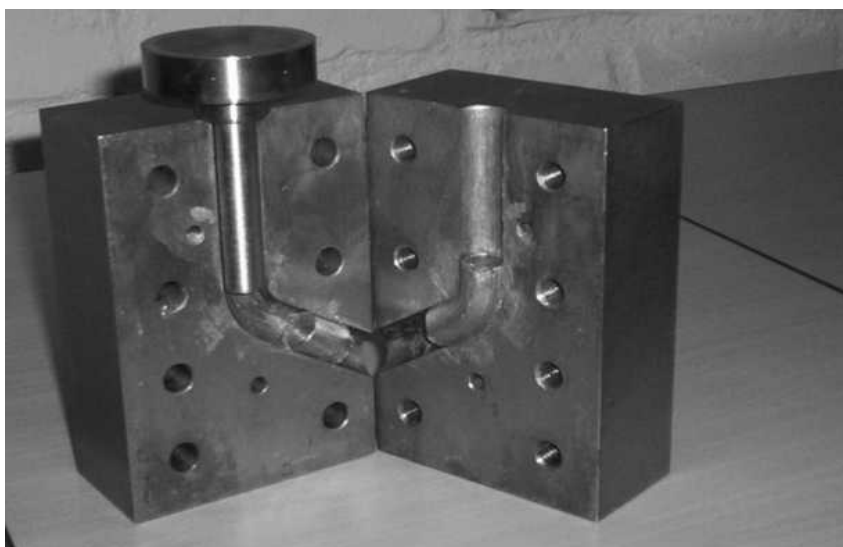


Figure 1.15 Stampa ECAP e hapur

Dy gjysmat e stampës montohen dhe mbahen së bashku me 6 bulona. Pajisja qendrore gjithashtu është përdorur për qendërzim preciz të sipërfaqes në lidhje me planzherin, para çdo sesioni testues. Stampa e hapur preferohet më tepër se sa ajo e mbyllur për shkak të problemeve të lidhura me renditjet ndërmjet planzherit dhe stampes dhe kryesisht për shkak

të problemeve të ndërlidhura me ngjitjen e mostrës brenda kanaleve. Për më tepër, stampa e hapur tregon mundësinë për të kryer test të ndërprerë për të mbledhur mostrat e proceduara edhe vetëm përgjatë gjysmës së gjatësisë së tyre (Fig.1.15) dhe për të kryer mirëmbajtje më të shpejtë dhe më të lehtë të kanalit

Testimet me ECAP janë kryer kryesisht në temperaturë dhome. Procedura ECAP është përmbledhur në hapat si në vijim [1,75,76,92];

- 1) Lustrimi i kanalit me gurë diamanti dhe lubrifikim me dysulfid molibdeni.
- 2) Qendërzimi i pajisjes dhe fiksimi i sipërfaqes
- 3) Renditja ndërmjet sipërfaqes dhe plunzherit
- 4) Lubrifikimi i plunzherit me dysulfid molibdeni.
- 5) mostra (diametri - 10mm, gjatësi = 11mm) lubrifikimi me dysulfid molibdeni.
- 6) Futja e mostrës në sipërfaqen e kanalit të ECAP sipas mënyrës së zgjedhur
- 7) Zgjedhja e shpejtësisë së plunzherit (4 deri 8 mm/s) sipas aliazhit me mikrofortësi të caktuar
- 8) Procesi i deformimit ECAP
- 9) Nxjerrja e mostrës nga kanali dalës (Figura 1.16)

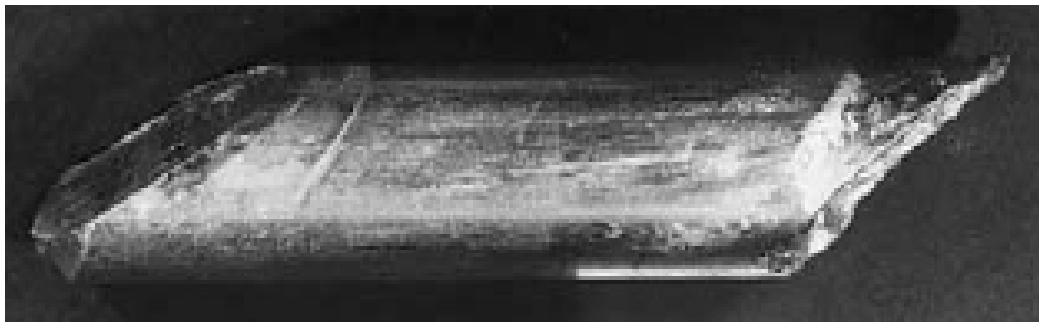


Figura 1.16 Pamja e kampionit (mostrës) pas presimit.

1.6 Vetitë mekanike të përfutuara duke përdorur ECAP.

Përmasat e vogla të kokrrizave dhe densitetet e larta të defekteve në materialet UFG të përpunuar nëpërmjet SPD çojnë në fortësi shumë më të larta se sa në ato të materialeve kokrrizë ashpër. Gjithashtu studimet kanë treguar se tek këto materiale çfaqen mundësitë e vetive superplastike në temperaturë të ulët dhe shpejtësi të lartë deformimi. Realizimi i këtyre potencialeve do të jetë i rëndësishëm për zhvillimin e ardhshëm të materialeve me fortësi të

lartë, rezistent ndaj shkatërrimit, lidhjeve superplastike të avancuara, dhe metaleve që kanë jetë të gjatë lodhjeje. Studimet eksperimentale për një numër materialesh kanë treguar që strukturat UFG zakonisht ç'faqin një rezistencë më të lartë ndaj lodhjes sesa materialet me përmasa kokrrizash të zakonshme [61,77,78]. Potenciali për arritjen e gjithë këtyre mundësive ka ngritur një interes të madh midis shkencëtarëve dhe inxhinierëve për studimin e vetive mekanike dhe funksionale të materialeve UFG.

1.7 Përdorimet e materialeve nanostrukturorë të përfutuara me anë të SPD

Teknikat SPD tani po dalin nga stadi i studimit na shkallë laboratorike, në prodhimin industrial të materialeve të ndryshëm UFG. Ky ndryshim po bëhet evident (i qartë) në disa mënyra. Së pari kërkimet, studimet janë zgjeruar përtej metaleve të pastër, duke përfshirë lidhje metalike, intermetaliket dhe kompozitët, kështu që përpunimi SPD tani është duke u vlerësuar si një mënyrë e përmirësimit të vetive të një rendi shumë të gjerë lidhjesh ekzistuese industriale. Së dyti është e dukshme që kërkesat për prodhimin e metaleve dhe lidhjeve nanostrukturorë, janë duke u bërë ekonomikisht të arësyeshme. Së treti një progress shumë i konsiderueshëm është bërë duke marrë produkte SPD në formë shufrash, fletësh dhe shtresave të holla dhe gjithashtu duke formuar artikuj me forma komplekse. Një raport i kohëv të fundit dokumenton më shumë se 100 zona specifike të tregut për metalet nanostrukturorë dhe është evidente që shumë nga këto aplikime të reja strukturore përfshijnë mjedise ekstreme ku kërkohen fortësi apo qëndrueshmëri jashtëzakonisht e lartë. Aplikimet e mundshme në të ardhmen e afërt paraqiten skematikisht në fig. 1.16, po ja vlen të dallojmë disa shembuj specifikë. Së pari në sajë të përshtatshmërisë së shkëlqyer biologjike të kombinuar me fortësi specifike të lartë, Ti UFG është e mundur të hyjë në tregun biomjekësor me një shpejtësi akoma më të madhe. Ti dhe lidhjet e Ti përdoren gjerësisht tani si materiale implanti (zëvendësuese) në traumatologji, në ortopedi dhe tek dentistet [55,82,83,91]. Kjo për shkak të disa karakteristikave si biopërshtatshmëri e shkëlqyer, rezistencë e lartë ndaj korrozionit, dhe fortësi specifike e lartë, krahasuar me metale të tjerë. Po ashtu qeramikat nanokristaline silikon karbide janë materiale kandidate për valvolat artificiale të zemrës, për shkak të peshës së tyre të lehtë, qëndrueshmërisë së lartë dhe faktit që janë inerte. Një shembull i dytë që ka potencial inovativ është superplasticiteti i metaleve të lehta të prodhuar nga SPD, për prodhimin e produkteve që kanë si formë komplekse ashtu edhe fortësi të lartë specifike. Pritet, parashikohet që këto produkte do të kenë një përdorim të gjerë në sektorët e

aeronautikës dhe automobilave, sikurse edhe ne industrinë e produkteve të konsumit. Një potencial i ri shtrihet në aplikimet në temperatura jashtëzakonisht të ulta, si në ambientet e ftohta me temp nen zero dhe në aplikime speciale të lidhura me industritë e gazit dhe naftës. Për këto aplikime parashikohet, pritet që lidhjet SPD me veti të përmirësuara kriogjenike të bëhen realitet në të ardhmen e afërt.

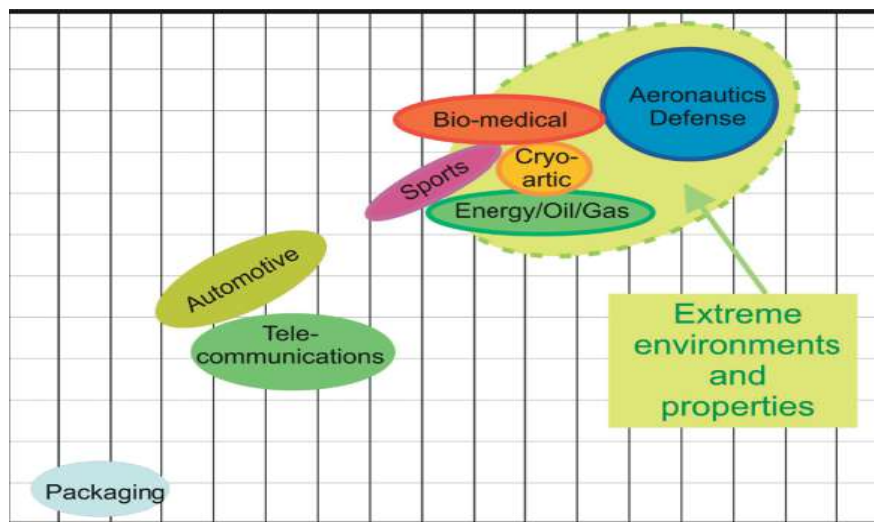


Fig. 1.17 Disa nga fushat e përdorimit të nanomaterialeve të përfthuara me anë të SPD.

Kapitulli II

PJESA EKSPERIMENTALE

2.1. Studimi i vetive mekanike dhe mikrostrukturës të lidhjeve të aluminit të përpunuara me ECAP

Alumini është një metal me densitet të ulët për shkak të masës relativisht të vogël atomike ($A_{\text{Al}} = 27$). Ai është i lehtë, i butë, ka përçueshmëri të mirë elektrike dhe termike, dhe mund të forcohet përmes futjes së elementeve të tjerë (aliazhimit), qëllimi i të cilave është të përmirësojnë vetitë e tij. Për shembull duke futur magnez ($A_{\text{Mg}} = 24$) litium ($A_{\text{Li}} = 7$), densiteti mund të reduktohet akoma edhe më tej. Meqenëse fortësia e aluminit të pastër është relativisht e ulët, kjo e kufizon dobishmërinë e përdorimit të tij komercial, prandaj përdoren më shumë lidhjet e Al. Për përdorimet strukturore, zgjidhet zakonisht një lidhje e fortë që i plotëson kërkesat minimale për vetitë e tjera të tilla si rezistenca ndaj korrozionit, plasticiteti, rezistenca ndaj goditjeve, etj, në qoftë se ajo është me një kosto efektive.

Lidhjet e Al të trajtuara jo me ngrohje (trajtimi termik nuk ka efekt në këto lidhje) e rrisin fortësinë e tyre nga substruktura dislokative e prodhuar nga punimi apo deformimi në të ftohtë. Shumica e lidhjeve të Al, të cilat bëjnë pjesë në grupin e atyre lidhjeve që nuk trajtohen me anë të ngrohjes, përmbajnë manganes, silic dhe magnez, ose individualisht ose në kombinime të ndryshme.

Shtimi i magnezit e bën aluminin më anodik dhe lidhjet alumini - magnez kanë një rezistencë të lartë ndaj korrozionit, veçanërisht ndaj ujit të detit dhe të solucioneve alkaline. Alumini i kombinuar me elementë të tillë si manganes, krom, hekur, kobalt, nikel etj. formon faza ndërmetalike me pak ose aspak tretshmëri në matricën e aluminit. Fazat ndërmetalike përmirësojnë fortësimin me anë të deformimit gjatë operacioneve të përpunimit dhe gjithashtu imtësojnë strukturën e kokrrizave. Ato rrisin fortësimin me anë të deformimit meqë zakonisht janë inkoherente me matricën, janë të padeformueshme dhe mund të lakohen ose anashkalohen nga dislokimet që lëvizin.

Lidhja Al 3004 është një lidhje që nuk trajtohet me anë të ngrohjes dhe që përmban manganes dhe magnez.

Për studim u përdor lidhja e aluminit AA3004 që është një lidhje që nuk trajtohet me anë të ngrohjes dhe që përmban manganes, dhe magnez. Përbërja e saj në përqindje peshe është si më poshtë:

1.1 % Mn, 1,2 % Mg, 0.6% Fe, 0.4% Cu, dhe 0.4% Si; pjesa tjetër **Al**. Kjo përbërje u përcaktua nga analiza SEM-EDXA e realizuar në disa zona dhe pika të kampioneve të studiuara, siç paraqiten në figurat e mëposhtëm.

SEM-EDXA ANALIZA

Kampioni 3004 ECAP

Elementet	Përqindja në peshë %	Përqindja atomike %
O K	3.26	5.31
F K	4.94	6.77
Mg K	1.06	1.13
Al K	89.08	86.01
Mn K	0.92	0.44
Fe K	0.74	0.34
Gjithsej	100.00	

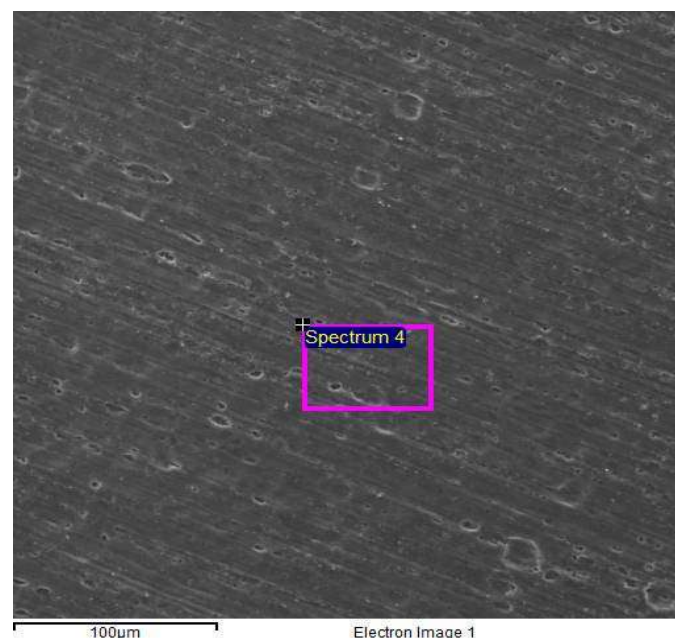


Figura 2.1 Analiza SEM-EDXA

Elementet	Përqindja në peshë %	Përqindja atomike %
F K	2.82	3.95
Mg K	1.09	1.19
Al K	96.09	94.85
Gjithsej	100.00	

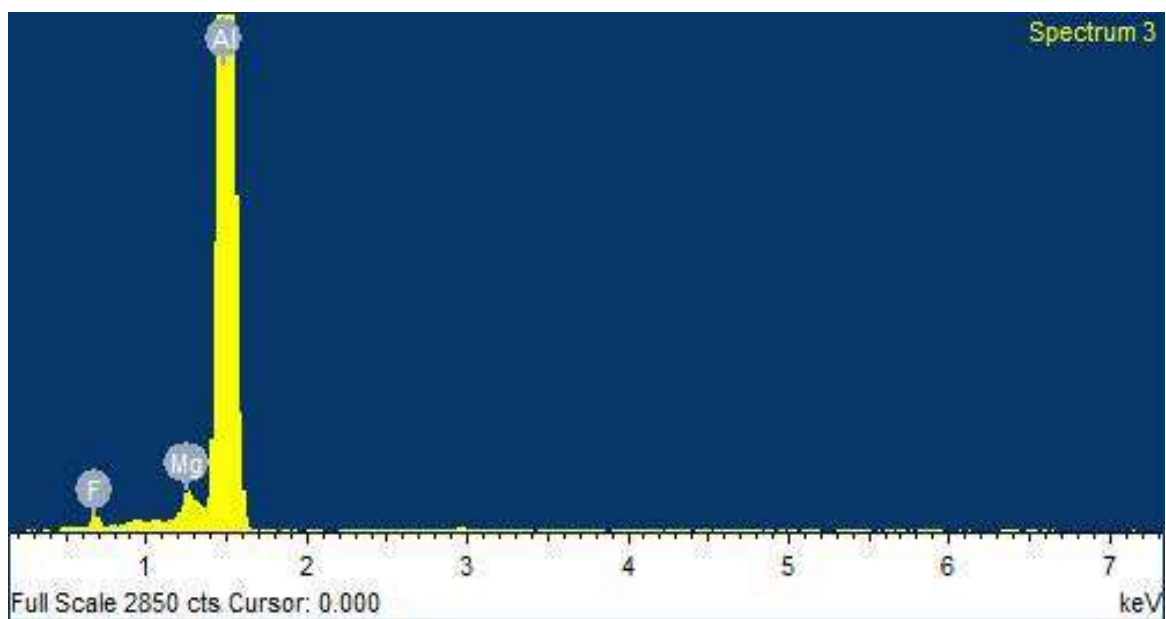
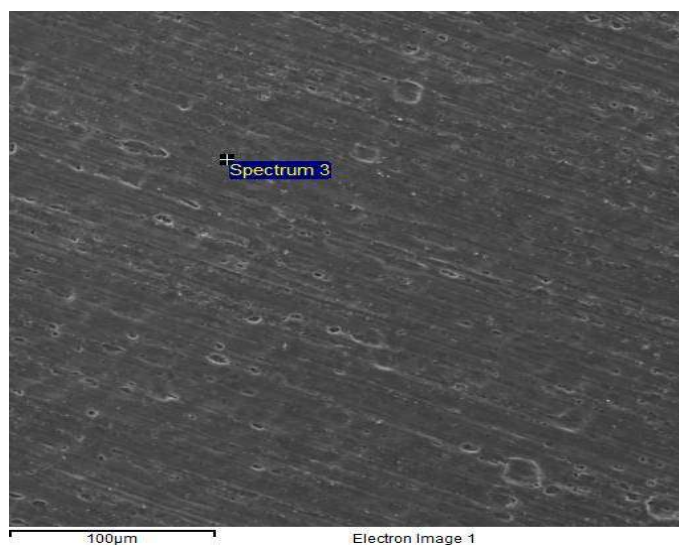


Figura 2.2 Analiza SEM-EDXA

Elementet	Përqindja në peshë %	Përqindja atomike %
Mg K	1.21	1.35
Al K	97.94	98.23
Mn K	0.85	0.42
Gjithsej	100.00	

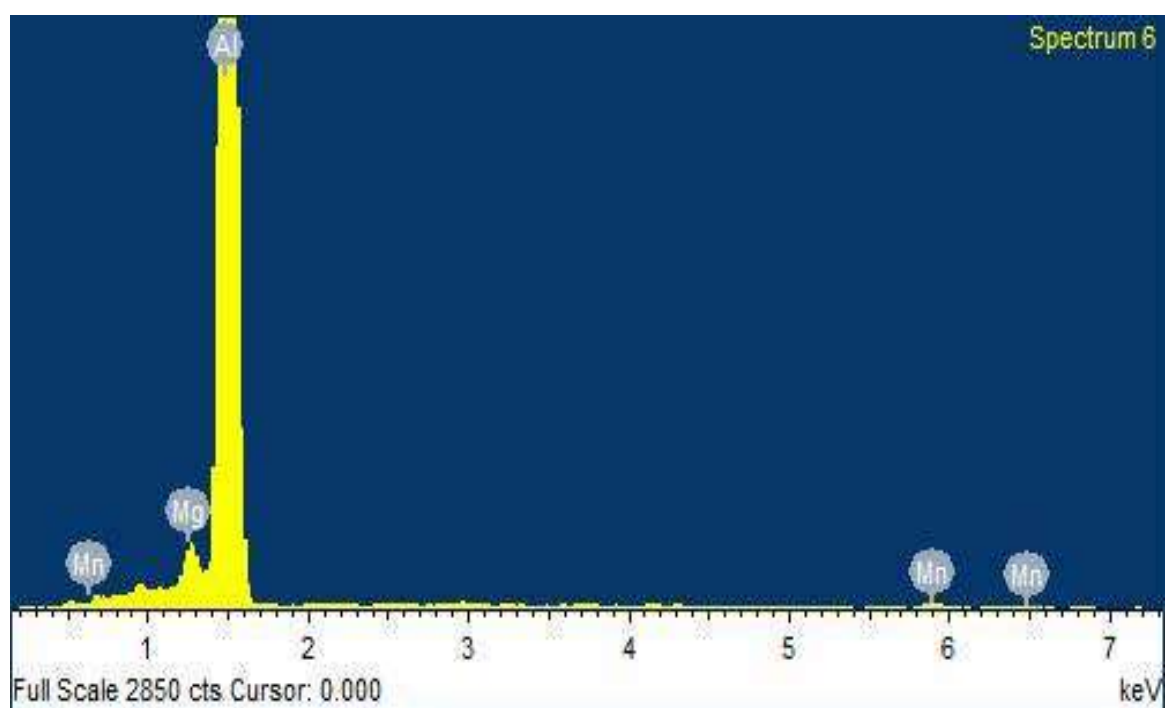
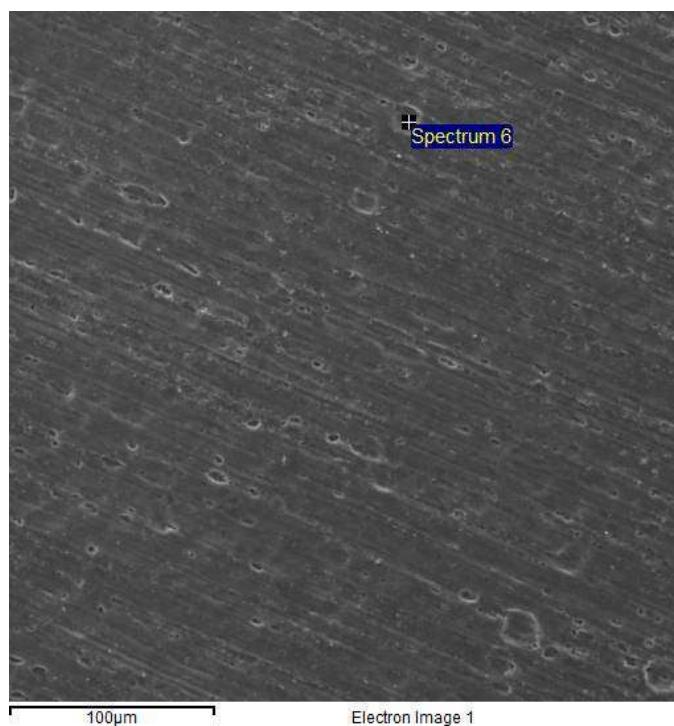


Figura 2.3 Analiza SEM-EDXA

AL 3004 +ECAP 4X

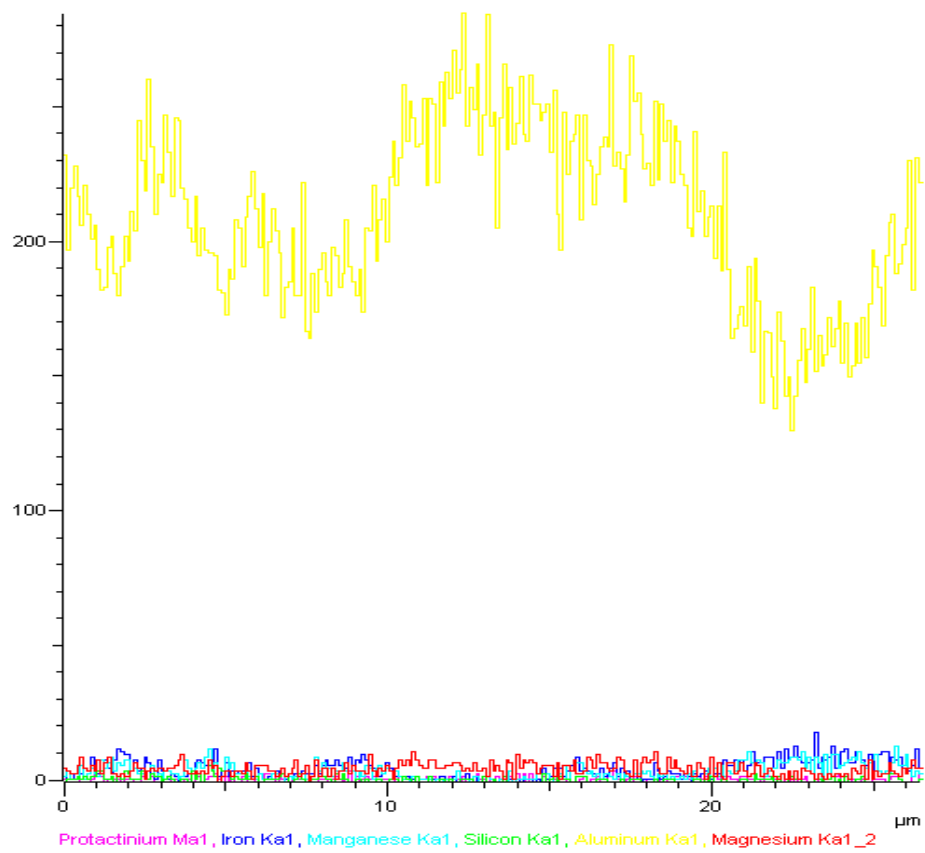
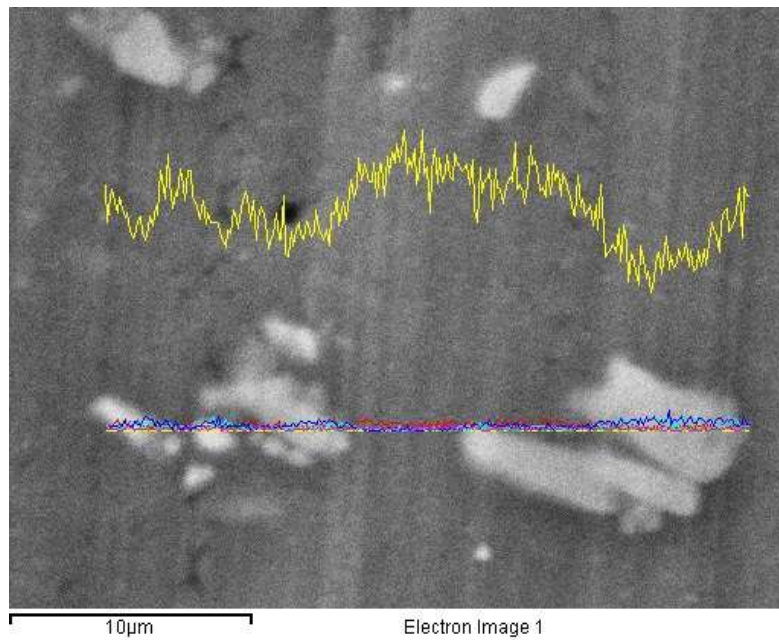


Figura 2.4

AA3004 +ECAP 4X

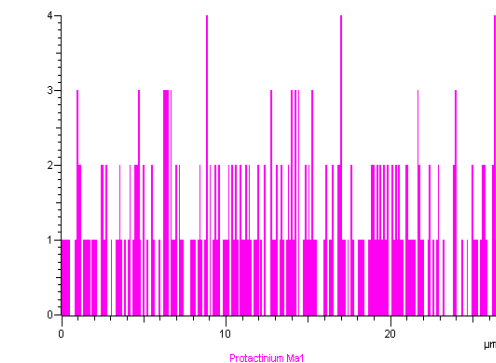
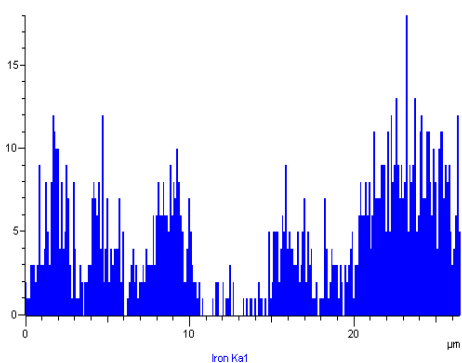
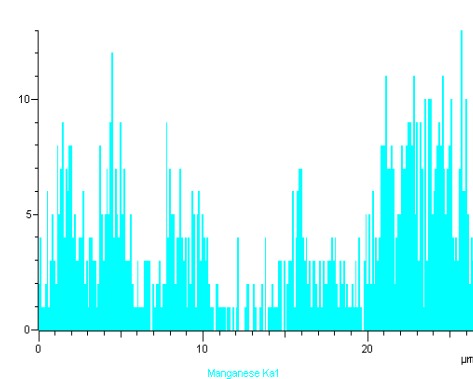
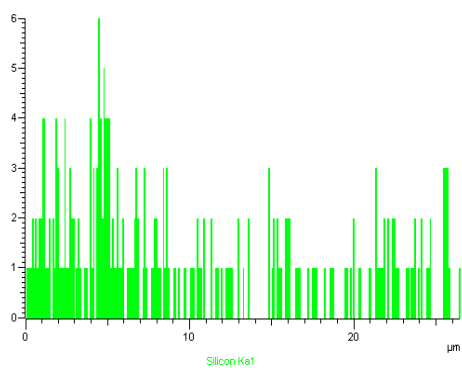
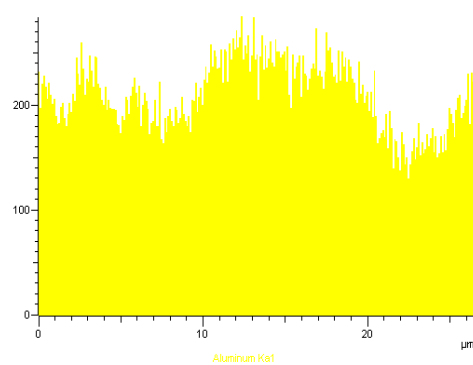
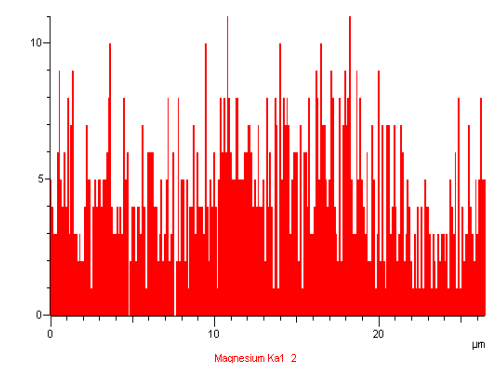
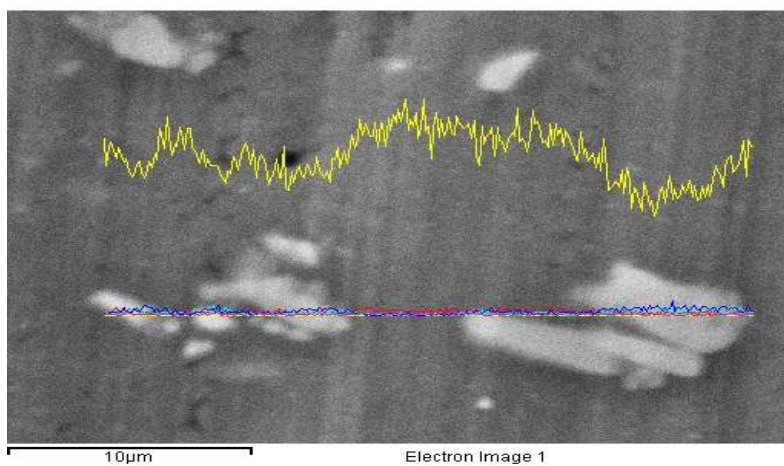


Figura 2.5 Harta e shpërndarjes së elementeve me EDAX AA3004

Kjo lidhje përdoret kryesisht për ambalazhimin e pijeve freskuese si coca-cola etj., në industrinë e ndërtimit për çatitë, për tavanet prej Al, për kornizat e kompjuterëve, për materiale zbukuruese etj.

2.2 Pajisja ECAP

Provat në ECAP-it u zhvilluan në laboratorët e Departamentit të Mekanikës të Universitetit Politeknik të Ancones, Itali dhe pajisja e përdorur është treguar në figurat 2.6 (Sipërfaqja e hapur sandviç) dhe 2.7 (Sipërfaqja e mbyllur dhe e fiksuar).

Diametri i kanaleve cilindrike ishte 10 mm, kurse këndet $\Phi = 90^\circ$, $\psi=20^\circ$. Në këto kondita, studimet kanë treguar [1,10,75] që deformimi gjatë një kalimi nëpër stampën ECAP është $\varepsilon=1.05$. Shtypja maksimale në presë = 140 bar, kurse shpejtësia e planzherit = $(4-7) \frac{\text{mm}}{\text{s}}$.

Kampionet për ECAP u prenë në formën e cilindrave me gjatësi ~ 10 cm. Ata ju nënshtuan procedurës ECAP në temperaturën e dhomës, duke përdorur stampën me kanale në formë L, me diametër 1cm dhe me kënd $\Phi = 90^\circ$ midis dy pjesëve të kanalit, ndërsa këndi shtesë në harkun e jashtëm të kurbaturës, ku priten dy kanalet ishte $\psi=20^\circ$. Duke përdorur këtë konfiguracion stampe, çdo kalim nëpër stampë jep një deformim ~ 1 të kampionit [1]. Meqenëse seksioni tërthor i cilindrave mbetet i pandryshuar gjatë ECAP, kampionet u deformuan në mënyrë të përsëritur deri në 6 kalime nëpër stampë, duke përfutur një deformim total prej ~ 6 dhe që identifikohet me anë të numrit të kalimeve nëpër stampë si 1X, 2X, 3X etj. Përpara se të presohet çdo kampion lyhej me një lubrifikant të përbërë nga disulfid molibdeni në vaj mineral, për të zvogëluar fërkimin me muret e stampës.

Të gjithë kampionet u presuan duke përdorur linjën B_C në të cilën kampioni rrotullohet me 90° në të njëjtin drejtim midis dy kalimeve të njëpasnjëshme [2,3,4,5,8,9,10]. Kjo linjë u zgjodh sepse studimet kanë treguar që çon në formimin e kokrrizave ekuiaksiale të ndara nga kufij kokrrizash me kënd të gjerë ç'orientimi.

Forma e kampioneve mbas kalimit nëpër stampën ECAP paraqitet në figurën 2.6.



Figura 2.6 ECAP i hapur

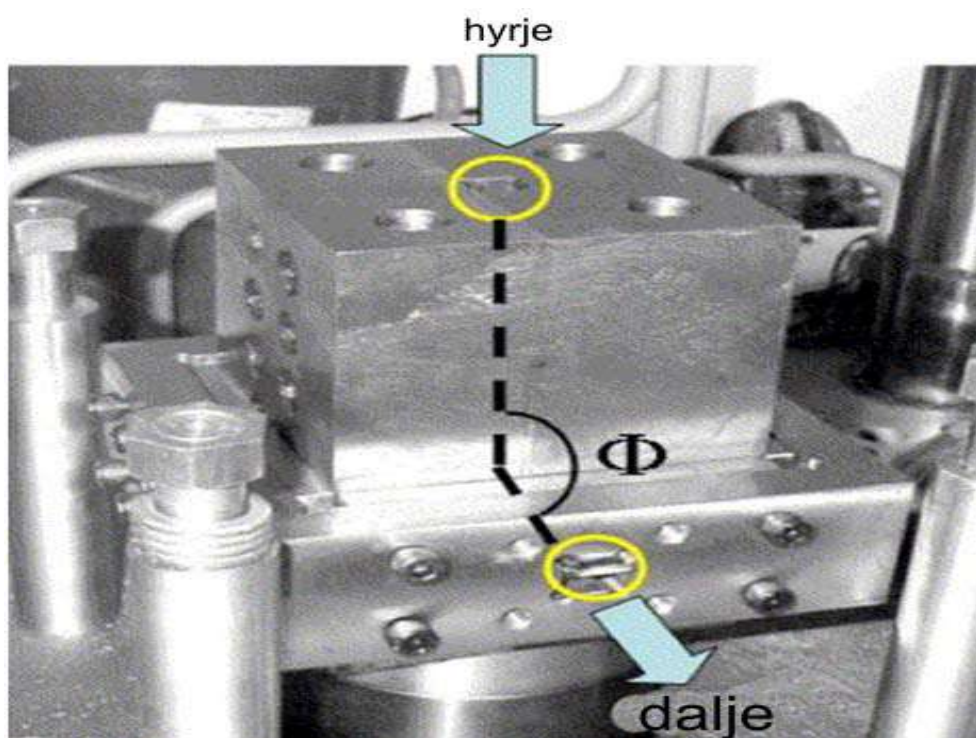


Figura 2.7 Sipërfaqja mbyllur e ECAP dhe e fiksuar

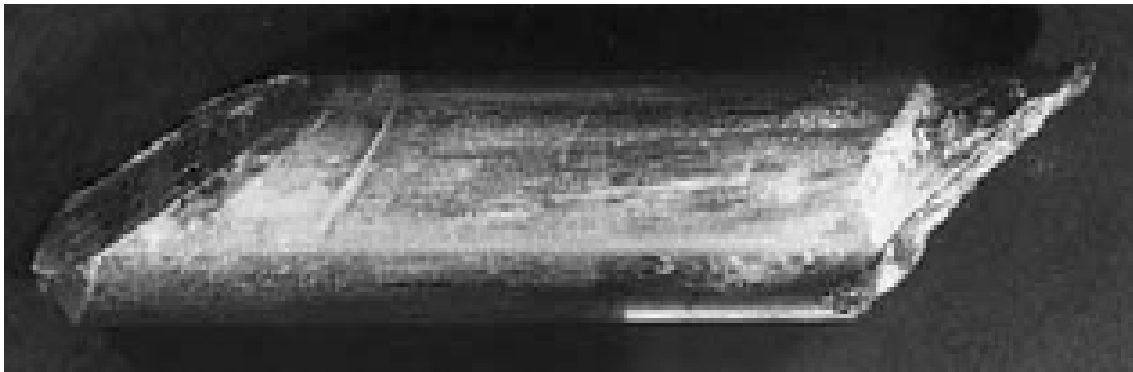


Figura 2.8 Forma e kampionit mbas kalimit nëpër stampën ECAP

2.3. Provat në tërheqje

Realizimi i provave në tërheqje bëhet sipas standardeve përkatëse kombëtare dhe ndërkombëtare. Nëpërmjet këtyre standardeve përcaktohen rregullat, respektivisht normat dhe parimet e përgjithshme në fushën e realizimit të provave me qëllim që rezultatet e arritura të jenë të krahasueshme, uniforme dhe të vlefshme në çdo kohë dhe në çdo vend ku realizohen provat. Pra, standardet janë dokumente të hartuara dhe të miratuara kombëtare dhe ndërkombëtare, që përmbajnë specifikime ose kritere teknike të saka dhe të qarta, të cilat përdoren si rregulla, respektivisht udhëzues për të siguruar që provat t'i përshtaten qëllimit për të cilin realizohen.

Standardet kombëtare ose ndërkombëtare që ju dedikohen provave të materialeve e përcaktojnë: marrjen e mostrave, respektivisht kampioneve për provë, formën, respektivisht trajtën e kampioneve, përpunimin dhe dimensionet e kampioneve, përgatitjen për provë, metodat e provës për çdo lloj të materialeve, evidentimi i rezultateve të fituara, përpunimi i tyre e kështu me radhë. Ndër standardet më të njohura që përdoren për realizimin e provave të metaleve janë: standardi gjerman-DIN, standardi francez-NF, standardi italian-UNI, standardi amerikan-ASTM, standardi britanik-BS etj., ndërsa me qëllim të përgjithësimin dhe unifikimit të provave të materialeve përdoret edhe standardi ndërkombëtar ISO me qendër në Gjenevë.

Prova në tërheqje bëhet me qëllim të përcaktimit të rezistencës ndaj deformimit dhe aftësisë për deformim të materialeve të ndryshme. Kjo provë është me karakter të përgjithshëm, që jep informacion mbi vetitë mekanike më shumë se çdo provë tjetër [13].

Me provën në tërheqje me veprim statik të ngarkesës përcaktohen:

- ❖ -rezistenca ndaj deformimit, që përkufizohet me kufirin e rrjedhshmërisë- R_e , qëndrueshmërinë maksimale (soliditeti)- R_m ,
- ❖ -aftësia për deformim, që përkufizohet me zgjatimin (elongacionin)- A dhe ngushtimin (kontraktionin)- Z .

Evidentimi i veprimeve që i dedikohen provës në tërheqje regjistrohet në një raport pune të veçantë, që ndryshe quhet edhe protokoli i provës në tërheqje. Protokoli për provën në tërheqje kryesisht duhet të përmbajë:

- Të dhënat e nevojshme për kampionin që i nënshtrohet provës në tërheqje,
- Të dhënat për makinën universale për provë: prodhuesi, tipi i makinës, intervali i ngarkesës së kampionit, mënyra e matjes së ngarkesave, deformimeve e kështu me radhë, temperaturën e kryerjes së provës në tërheqje,
- Datën e kalibrimit të makinës etj.

Nxjerrja (marrja) e kampioneve nga materiali bazë dhe përpunimi mekanik i tyre duhet të bëhet në atë mënyrë që të mos shkaktojë ndryshime mikrostrukture. Kryesisht kampionet mund të nxirren (merren) me prerje me gërshërë dhe prerje me gaz, ndërsa përpunimi final i përmasave gjeometrike bëhet me makina gdhendëse dhe frezuese.

Vlen të theksohet se në raste të jashtëzakonshme, kur bëhet fjalë për prova speciale të materialeve me kosto të lartë, për provën e tërheqjes shfrytëzohen të ashtuquajturit mikrokampione, si ai i përdorur në eksperimentin tonë.

Makinat universale për provën në tërheqje, kryesisht duhet t'i plotësojnë këto kërkesa:

- të mund të sigurohet vendosje simetrike e kampionit në nofullat shtrënguese,
- realizim të njëtrajtshëm të ngarkesës, pa dridhje dhe pa goditje,
- ruajtja e vlerës së realizuar të ngarkesës në kampion pas ndërprerjes së veprimit të tyre,
- shpejtësia e ngarkimit të jetë sa më njëtrajtshme

Provat në tërheqje u kryen në Departamentin e Mekanikës, Universiteti i Limerick-ut, Irlandë duke përdorur aparaturën e paraqitur në figurën e mëposhtëme (Figura 2.9).



Figura 2.9

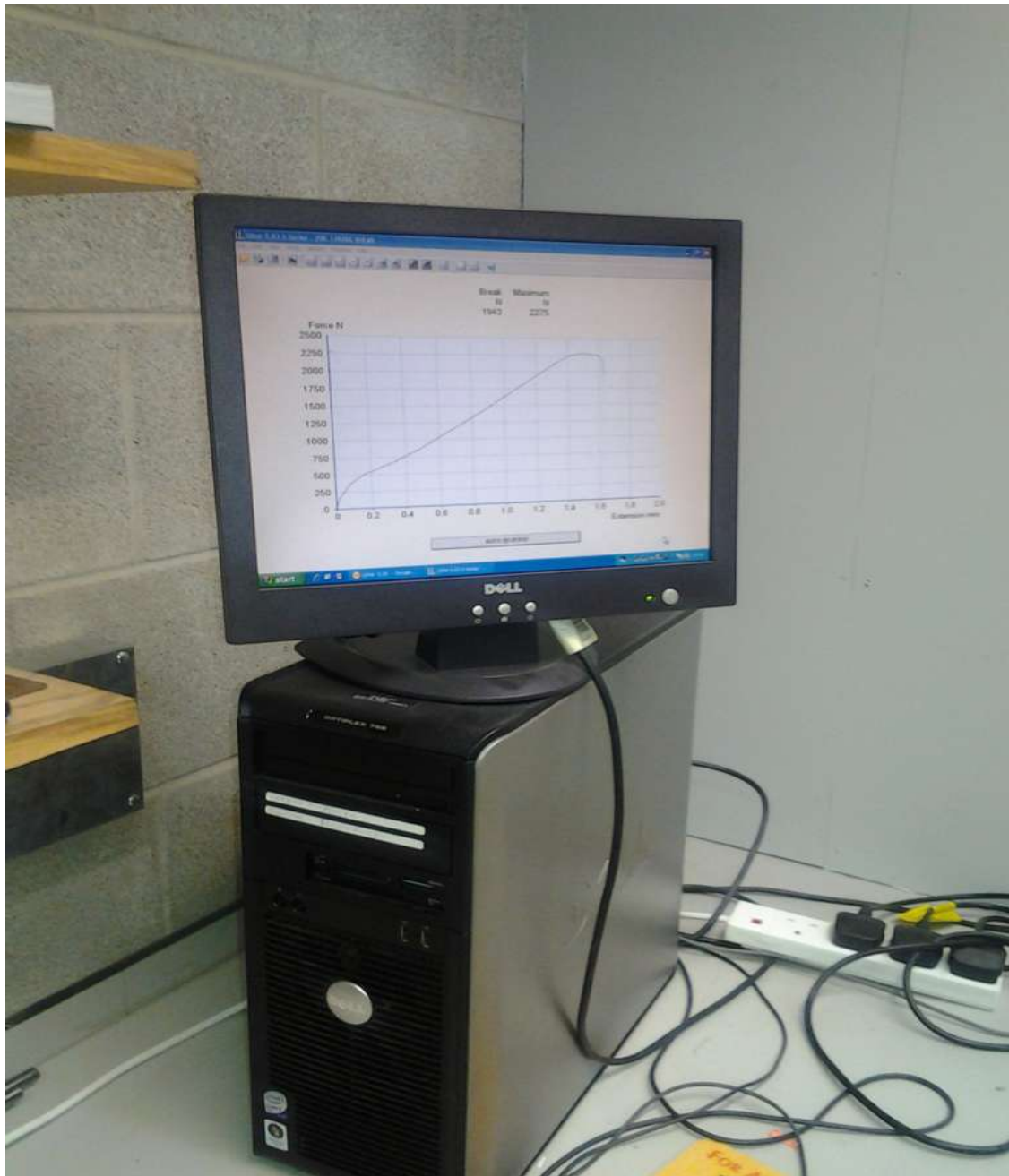


Figura 2.10

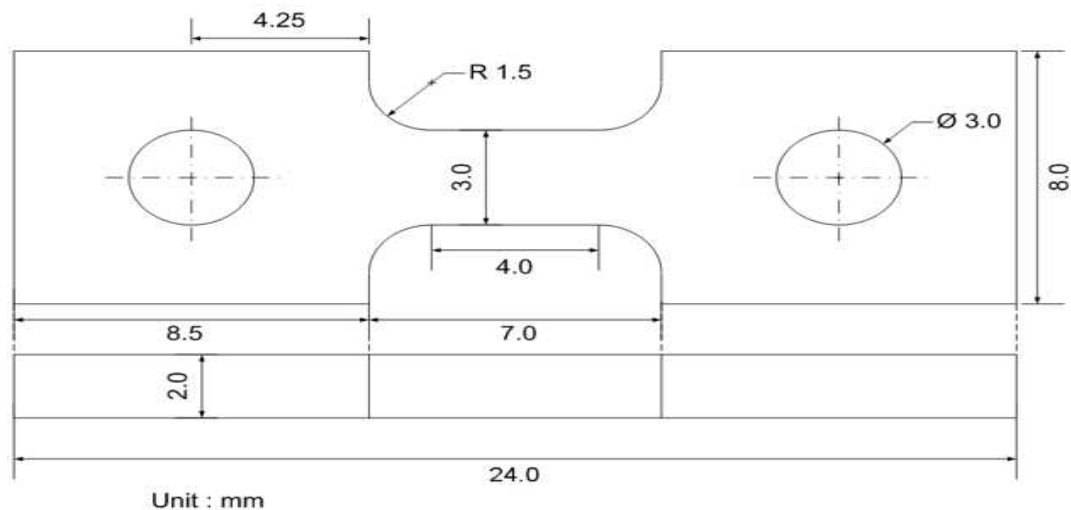


Figura 2.11 Forma dhe përmasat e kampionit të përdorur në provat në tërheqje.

2.4 Matja e mikrofortësisë

Fortësia është rezistenca që një material bën ndaj depërtimit të një materiali (trupi) tjetër, dukshëm më të fortë. Në fushën e materialeve teknike janë zhvilluar metoda të ndryshme të matjes së fortësisë. Matja e fortësisë është metoda më e shpeshtë e provës së materialeve për përcaktimin e vetive mekanike edhe pse fortësia nuk është ndonjë karakteristikë tepër relevante për përcaktimin e vetive mekanike në përgjithësi. Fortësia lidhet edhe me disa veti të tjera mekanike të materialeve. Matja e fortësisë e dëmton pak sipërfaqen e detalit të cilit i matet fortësia dhe shpesh kjo metodë klasifikohet si metodë jo shkatërruese.

Për matjen e fortësisë shpeshherë nuk ka nevojë të përgatitet kampion i veçantë, por vetëm një përgatitje e thjeshtë e sipërfaqes së detalit ose eventualisht kampionit. Pajisjet për matjen e fortësisë (fortësimatësit), kryesisht janë më të thjeshtë dhe më të lirë në krahasim me disa pajisje tjera për përcaktimin e vetive mekanike të materialeve, p.sh. në krahasim me pajisjen për provën në tërheqje. Princi i themelor i matjes së fortësisë konsiston në matjen e madhësisë ose thellësisë së gjurmës të cilën e shkakton indentori (shtypësi) me një ngarkesë të caktuar e cila vepron në material. Këto metoda janë shumë të përshtatshme për matjen e fortësisë së materialeve metalike ku gjatë provës mund të shkaktohet deformim plastik. Indentorët ose penetratorët kanë formën e sferës, piramidës ose të konit, ndërsa punohen nga materialet me fortësi të madhe (çelik i kalitur, lidhje të forta ose diamanti).

Metodat të cilat sot më së shumti përdoren për matjen e fortësisë janë metodat me veprim statik të ngarkesës (Brinell, Vickers, Rockwell).

2.4.1 Metoda e Brinell-it

Te metoda e Brinell-it, si identor (penetrator-shtypës) përdoret sfera e çelikut të kalitur (rrallë herë edhe nga lidhjet e forta), me diametër D e cila vepron në shtresat sipërfaqësore të materialit me ngarkesën F , figura 2.12.

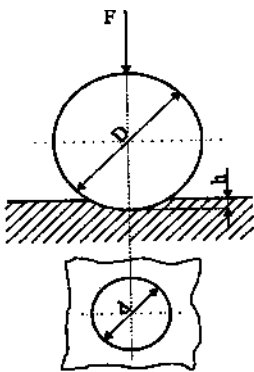


Figura 2.12 Matja e fortësisë sipas Brinell-it

Pas veprimit të ngarkesës F , në sipërfaqe të materialit shkaktohet gjurma në formë të kalotës sferike me diametër “ d ” dhe me thellësi “ h ”.

Fortësia e Brinell-it, sipas definicionit paraqet raportin e intensitetit të ngarkesës ndaj sipërfaqes së gjurmës:

$$HV = \frac{F0,102}{S} \dots\dots\dots (2.1)$$

ku $F(N)$ është ngarkesa (forca) shtypëse, $S \text{ (mm}^2\text{)}$ - sipërfaqja e kalotës sferike e cila përcaktohet me relacionin:

$$S = B D h \text{ (mm}^2\text{)} \dots\dots\dots (2.2)$$

ku $D \text{ (mm)}$ është diametri i sferës,

$h \text{ (mm)}$ - thellësia e depërtimit të sferës në material pas veprimit të ngarkesës shtypëse dhe pas shkarkimit.

Pasi që sipas kësaj metode nuk matet thellësia e depërtimit të sferës “ h ”, por diametri i gjurmës “ d ” (mm), fitohet shprehja për përcaktimin e fortësisë sipas Brinell-it:

$$HV = \frac{F0,204}{\pi D \left[D - \left(D^2 - d^2 \right)^{\frac{1}{2}} \right]} \dots\dots\dots (2.3)$$

2.4.2 Metoda e Vickers-it

Te metoda e Vickers-it janë të eliminuara dy mangësi themelore të metodës së Brinell-it: kufizimi i intervalit të matjes deri në 450HV dhe varësia e vlerës së fortësisë nga ngarkesa (forca) shtypëse e sferës. Mangësia e parë eliminohet me përdorimin e materialit më të fortë të identorit (penetratorit-shtypësit), si diamanti, ndërsa mangësia e dytë eliminohet nga forma e identorit. Te metoda e Vickers-it si identor përdoret piramida katërfaqësore me kënd prej 136° ndërmjet faqeve, fig.2.13.

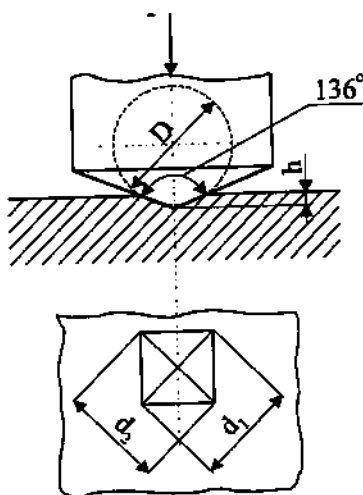


Figura 2.13. Matja e fortësisë sipas Vickers-it

Këtu për përcaktimin e sipërfaqes së gjurmës matet gjatësia e diagonaleve d_1 dhe d_2 , ndërsa fortësia sipas Vickers-it mund të përcaktohet:

$$HV = \frac{F \cdot 0,1854}{d^2} \dots\dots\dots (2.4)$$

ku:

$F(N)$ -ngarkesa (forca) shtypëse,

$d(mm)$ - vlera mesatare aritmetike e diagonaleve të matura të gjurmës.

Trashësia minimale e kampionit (mostrës) ose detalit mund të jetë shumë më e vogël se gjatë provës së Brinell-it sepse këtu përdoren ngarkesa(forca) shtypëse më të vogla dhe kjo trashësi është $(1,2-1,5)d$, ku: d -diagonalja e gjurmës. Gjatë matjes së fortësisë me metodën e Vickers-it është e nevojshme që sipërfaqja ku bëhet matja të përgatitet më mirë, ndërsa gjatë matjes së mikrofortësisë është e nevojshme të bëhet edhe polirimi i sipërfaqes ku bëhet matja.

Gjithashtu për shkak të madhësisë së vogël të gjurmës, për matjen e saktë të saj duhet të përdoret mikroskopi matës.

Për matjen e mikrofortësisë tek materialet metalike kryesisht kemi përdorur aparaturën **Vickers HVS-30 Shimadzu** duke përdorur ngarkesë prej 300g e amplifikuar për kohën 15s, matja është bërë në distancë 250 μ m në mes pikave. Eksperimenti u realizua në fakultetin e Gjeoshkencave dhe teknologjisë në Mitrovicë-Kosovë; aparati i përdorur paraqitet në figurën 2.14.



Figura 2.14 Pamja e aparatit të mikrofortësisë Vickers **HSV- 30 SHIMADZU**

Kampionet e presura u prenë në mënyrë perpendikulare në akset e tyre gjatësore apo longitudinale dhe të gjitha matjet mbi mikro-fortësinë janë marrë në rrafshin tërthor X (Fig. 2.8). secili kampion është lustruar apo lëmuar me kujdes deri në një sipërfaqe përfundimtare si pasqyrore dhe mikro-fortësia Vicker, Hv, është matur mbi sipërfaqen e secilës mostër. Për secilën matje, një ngarkesë prej 300 g është aplikuar për një kohë qëndrimi prej 15 s. Veç kësaj janë bërë matje të mikrofortësisë në rrafshin e prerjes tërthore ku në tri vija (linja) në distanca prej 2.0 mm nga vija qendrore dhe për secilën vijë të veçantë, janë regjistruar matje individuale në largësi prej 250 μ m nga njëra tjetra. Matjet individuale të mikro-fortësisë janë

paraqitur edhe në një formë tri dimensionale, për të siguruar një paraqitje të drejtpërdrejtë vizuale të dhënave. Është matur edhe mikro-fortësia e materialit në gjendje të papresuar për të siguruar një krahasim me kampionet e presuara.

2.5 Vrojtimi i mikrostrukturës

2.5.1 Mikroskopia optike

Analizat mikrostrukture luajnë një rol të rëndësishëm në shkencën moderne të materialeve si dhe në inxhinieri, meqenëse vetitë mekanike të materialeve përcaktohen nga struktura e tyre e brendshme. Pra e një rëndësie të veçantë gjatë ekzaminimeve është që të sigurohet një makrostrukturë e vërtetë, sepse pa këtë edhe ekzaminimet dhe interpretimet më të mira do të jenë të pa dobishme.

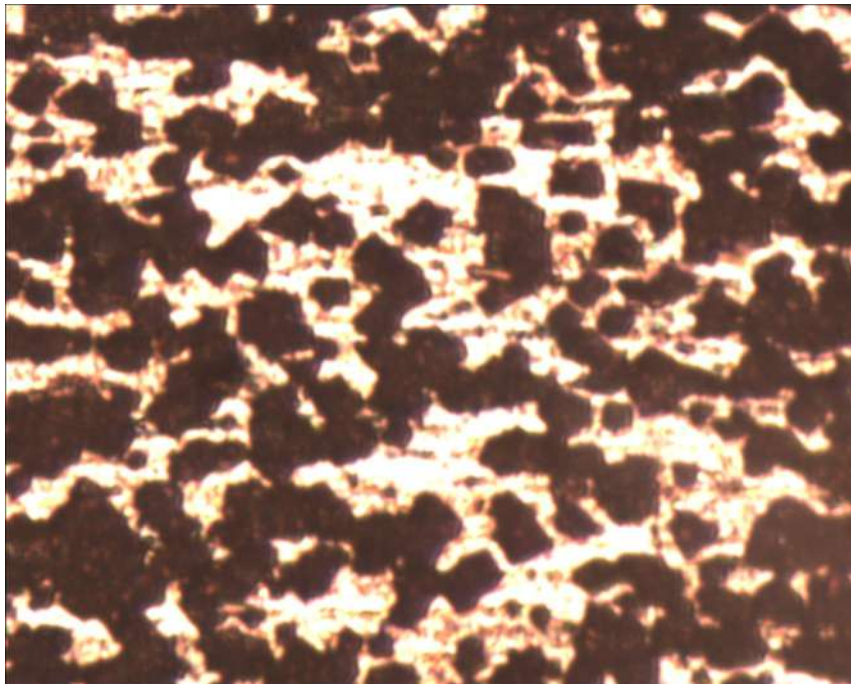
Metodat optike përdorin përpos mikroskopisë së dritës edhe ato elektronike, mikroskopinë jonike, analiza rëntgenografike, etj.

Kërkesat për një mostër metalografike për hulumtime optike janë që mostra duhet të jetë reprezentative me të gjitha karakteristikat e materialit që hulumtohet.

Nga kampionet e presuara në ECAP u përgatitën mostra për vërtetim në mikroskopin optik. Ato u poliruan me letra poliruese me ashpërsi të ndryshme: 600, 800, 1000, 1200, si edhe qeleshe derisa sipërfaqja u bë si pasqyrë dhe pastaj u korroduan (brejtën) me solucionin Keller(190ml uji i distiluar, 5ml Acid Nitrik, 3ml Acid Klorhidrik, Acid Florhidrik) për 10-30 s. Aparati i mikroskopisë optike i përdorur në laboratorin e Ferrofizikës, universiteti Sveti Kiril i Metodi, FSHMN Shkup, paraqitet në figurën 2.14.



Figura 2.15 Aparati i mikroskopit optik, FSHMN Shkup.



Fotografi mikroskopo-optike e lidhjes Al 3004 te papresuar

2.5.2. Mikroskopia elektronike me skanim (SEM)

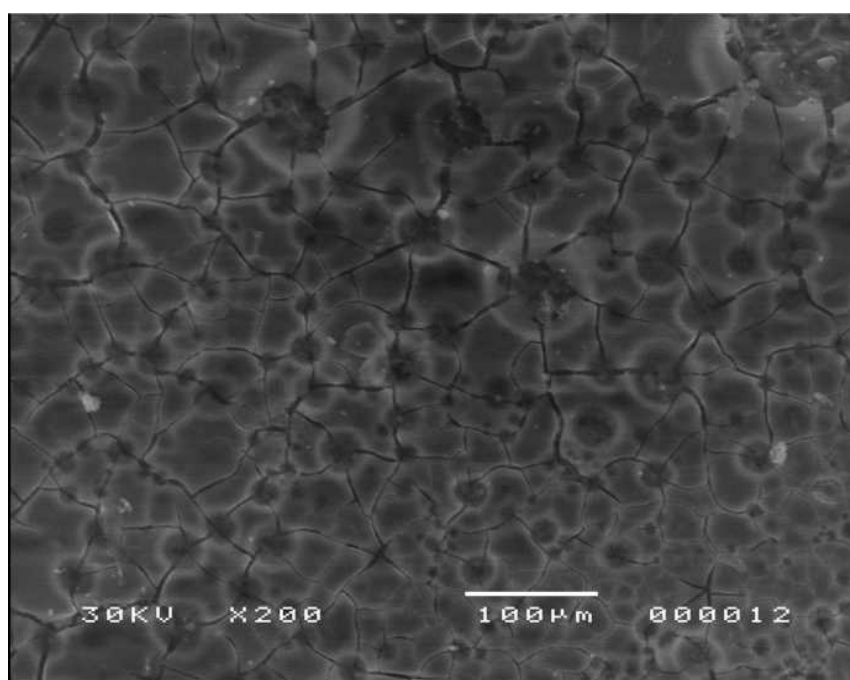
Mikroskopia elektronike është një teknikë analitike e cila esencialisht përdor bashkëveprime të ndryshme ndërmjet tufës së elektroneve dhe një kampioni për formimin e një imazhi si dhe për karakterizimin struktural dhe elementar të materialeve. Ekzistojnë teknika të ndryshme të mikroskopisë elektronike si TEM (Mikroskopi elektronik me Transmetim), SEM etj.

Mikroskopia elektronike me skanim është një teknikë për investigimin e strukturës së sipërfaqes. Një tufë elektronesh (deri në 25 kV) skanohet përmes sipërfaqes së kampionit dhe elektrone sekondarë, elektrone të prapësuar dhe rreze X prodhohen si rezultat i bashkëveprimit të tufës rënëse dhe kampionit. Detektorë të ndryshëm mbledhin këto grimca dhe prodhojnë një shëmbëllim. Intensiteti i elektroneve sekondare dhe rrjedhimisht edhe ndriçimi i shëmbëllimit varet nga relievi lokal i sipërfaqes dhe si pasojë topografia paraqitet në imazh. Me SEM mund të arrihet një zmadhim deri në 40.000 herë, një aftësi ndarëse më i vogël se 0.5 nm dhe një thellësi e lartë fokusi. Shëmbëllimi nga elektronet e prapësuar jep informacion rreth shpërndarjes së elementëve me masa atomike të ndryshme. Identifikimi i elementëve është gjithashtu i mundur nga matjet e SEM me energy dispersive X-ray analysis (EDXA), që ekziston në çdo SEM.

Në studimin tonë mostrat e prera nga kampionet e presura me ECAP nga 1-6 kalime u poliruan me letra poliruese të ashpërsisë së ndryshme dhe qeleshe derisa sipërfaqja u bë si pasqyrë dhe pastaj u korroduan (brejtën) me solucione të ndryshme dhe për kohë të ndryshme. Rezultati më i mirë për ç'faqjen e strukturës kokrrizore u arrit nga korrodimi me acid fluoridrik për një kohë prej 1-1.5 min që u përcaktua eksperimentalisht. Për vrojtimin e mikrostrukturës me SEM u përdorën dy aparatura. Njëra në laboratorin e FSHMN, Universiteti Shën Kirili dhe Metodij, departamenti i Fizikës, Shkup, Figura 2.16.) dhe në laboratorin e FSHMN Shtip (Figura 2.17.)



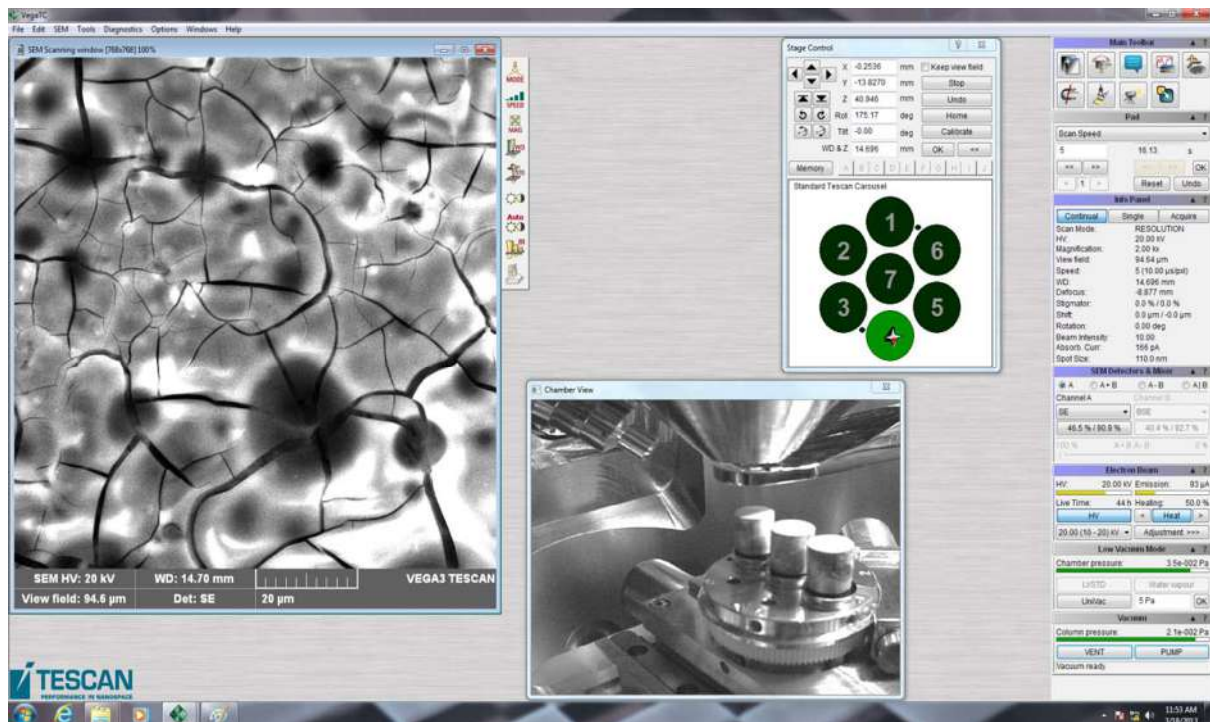
Figura 2.16 SEM – FSHMN Shkup - Departamenti i Fizikes



Mikrofotografi me SEM e lidhjes së Al 3004 e presuar në ECAP.



Figura 2.17 SEM Fakulteti i FSHMN Shtip



Mikrofotografi me SEM e lidhjes së Al 3004 e presuar në ECAP.

Kapitulli III

REZULTATET E PËRFTUARA DHE INTERPRETIMI I TYRE

3.1. Përmirësimi i vetive mekanike të lidhjeve të Al të përpunuar nga ECAP

3.1.1 Provat në tërheqje të lidhjes AA 3004

Për studim u mor lidhja e aluminit AA3004 me përbërje (wt.%) si më poshtë: 1.1 % Mn, 1,2 % Mg, 0.6% Fe, 0.4% Cu, dhe 0.4% Si, pjesa tjetër Al. Kjo lidhje përdoret gjerësisht në paketim, në kontejnerët, në ndërtim, në industrinë e automobilave etj. sepse ka fortësi specifike mjaft të mirë, rezistencë ndaj korrozionit, etj.

Për përfitim të strukturës nanokristaline, mostrat në formë të cilindrave me gjatësi 10 cm dhe me diametër prej 1 cm (10 mm), u janë nënshtruar ECAP-it në një stampë me kënd të ndërprerjes së kanaleve prej $\Phi = 90^\circ$ dhe kënd të harkut të jashtëm të ndërprerjes së kanaleve prej $\psi = 20^\circ$. Të dy kanalet kishin një prerje cilindrike tërthore të barabartë prej 10 mm [1,42,44]. Nga cilindrat e presuar me ECAP, në drejtimin e presimit, u përgatitën kampione për provat në tërheqje në formën dhe përmasat e paraqitura në figurën 3.1 dhe presimi u krye duke përdorur rrugën B_C.

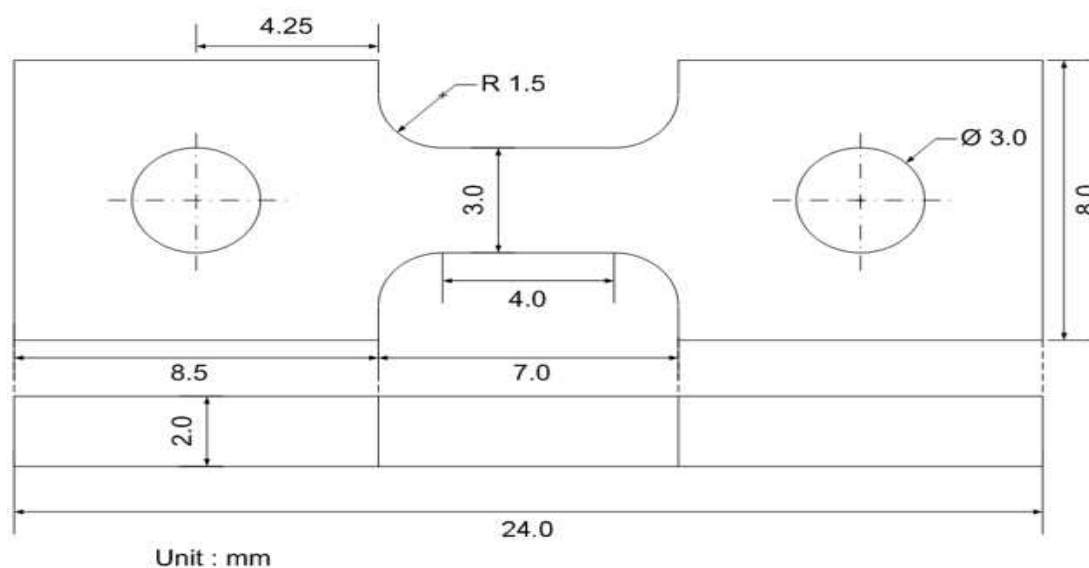


Figura 3.1 Forma dhe përmasat e kampionit në tërheqje.

Provat në tërheqje u kryen paralel me drejtimin e presimit, deri në shkatërrimin e kampionit, në temperaturën e dhomës, duke përdorur një makinë në tërheqje me shpejtësi deformimi $1.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Këto prova u kryen në Departamentin e Mekanikës, Universiteti i Limerick-ut, Irlandë.

Rezultatet për AA 3004 për provat në tërheqje në temperaturën e dhomës në gjendjen fillestare të papresuar dhe në dy gjendje të presuara (2X dhe 4X kalime) janë treguar në figurën 3.2.

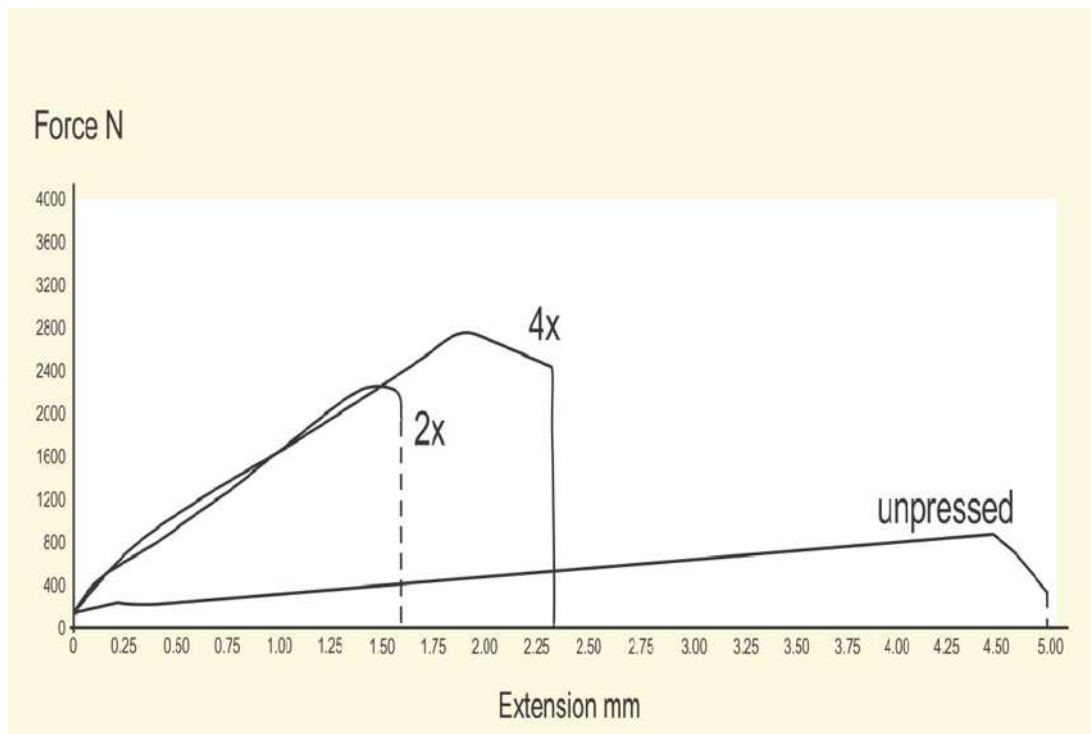


Figura 3.2 Grafiku i varësisë së forcës nga deformimi për provat në tërheqje të lidhjes AA 3004

Vihet re që lidhja e papresuar kokrrizë ashpër e Al me një përmasë kokrrize rreth $50 \mu\text{m}$, ka kufi të ulët të rrjedhshmërisë, një fortësim relativisht të mirë nga deformimi, dhe plasticitet të mirë (zgjatim të madh deri në këputje). Kjo sjellje është tipike për metalet kokrrizëashpër.

Figura 3.2 tregon që deformimet relativisht të vogla SPD (2 kalime nëpër stampën ECA) rrisin mjaft fortësinë në kurriz të plasticitetit (zgjatimit deri në këputje), ndërsa deformimet më të mëdha SPD (4X) rrisin plasticitetin, ndërkohë që rrisin më tej fortësinë (3.3 herë). Kjo është e kundërt me sjelljen mekanike klasike të metaleve që deformohen në mënyrë plastike. Në teknikat konvencionale të deformimit plastik të metaleve si petëzimi, tërheqja, kuposja etj, deformimi më i madh plastik shkakton një fortësim nga deformimi duke rritur fortësinë, por nga ana tjetër zvogëlon plasticitetin e metalit (zgjatimin deri në këputje). Kjo sjellje

mekanike jo e zakonshme, d.m.th. kombinimi i jashtëzakonshëm i fortësisë së lartë dhe plasticitetit të lartë i vërejtur tek metalet që i nënshtrohen deformimit plastik (SPD), i detyrohet nanstrukturës së veçantë të prodhuar gjatë përpunimit SPD [57,67,75].

Kombinimi i kokrrizave ultra të imta (ultrafine) me densitetin e lartë të dislokimeve, mesa duket mundëson deformimin sipas mekanizmave të rinj. Për metalet kokrrizë ashpër mekanizmat kryesorë të deformimit janë lëvizja e dislokimeve dhe binjakëzimi. Besohet që kokrrizat ultra të imta me kufij kokrrizash me kënd të madh, pengojnë lëvizje e dislokimeve dhe rrjedhimisht rrisin fortësinë (strength). Në të njëjtën kohë, këto kokrriza mund gjithashtu të lehtësojnë funksionimin e mekanizmave të tjerë të deformimit si rrëshqitjen e kufijve të kokrrizave, që stimulon rrotullimin e kokrrizave dhe përmirëson plasticitetin.

Një tjetër lidhje alumini e studiuar është lidhja industriale AA 5754 me përbërje në wt%: 2.4-2.6% Mg, 0.1-0.6% Mn, 0.4% Cr, 0.4% Fe, 0.4% Si, 0.2% Zn (pjesa tjetër Al). Kjo lidhje është përdorur për prodhimin e pjesëve të automobilave dhe u sigurua nga STAMPAL (Torino, Itali). Vëzhgimet nga mikroskopi optik zbuluan një madhësi kokrrize ~70 m. Mostrat në format e cilindrave me gjatësi ~ 10 cm, iu nënshtroan ECAP deri në një total prej 7 kalimesh, ekuivalente me një deformim prej ~ 7. Presimet janë kryer në temperaturën e dhomës, duke përdorur rrugën B_C, sepse eksperimentet kanë treguar se është procedurë më optimale për realizimin më të shpejtë të një sërë madhësi kokrrizash ekuiaksiale të ndara me kufij kokrrizash me kënde të mëdhenj [8,10,41].

Provat në tërheqje u kryen paralel me drejtimin e presimit deri në shkatërrim, në temperaturën e dhomës, duke përdorur një makinë prove me shpejtësi deformimi $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Eksperimenti u realizua në departamentin e Mekanikës, Universiteti i Ankonës, Itali.

Provat në tërheqje janë paraqitur në Figurën 3.3. ku sforcimi është paraqitur kundrejt deformimit për një kampion në gjendje të papresuar dhe për kampionet e presuara nga 1 deri në 6 kalime nëpër stampën ECAP.

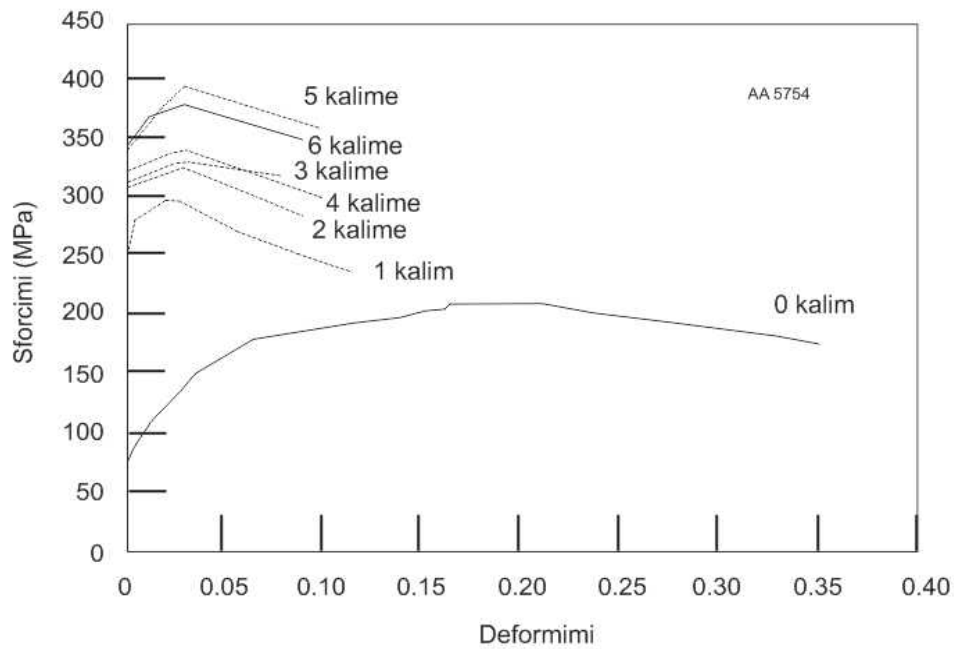


Figura 3.3 Varësia sforcim-deformim për lidhjen AA 5754

Këto kurba tregojnë se zgjatimet deri në këputje (plasticiteti) janë shumë të reduktuara pas ECAP. Kështu, lidhja e pa-presuar këputet në ~35%, por pas presimit të 1-6 kalimeve, këputjet janë ulur deri në ~10%. Është e dukshme nga Fig. 3.3 se vlera e kufirit të rrjedhshmërisë (ose sforcimi për deformimin 0.2%) rritet me një faktor ~ 3 herë; nga ~ 80 MPa në lidhjen e papresuar deri në ~ 240 MPa pas një kalimi të vetëm në ECAP dhe më pas për kalimet shtesë rritja është relativisht e vogël.

3.2 Matja e mikrofortësisë dhe studimi i homogjenitetit të deformimit

3.2.1 Mikrofortësia e lidhjes AA 5754

Nga cilindrat e presuar të lidhjes AA 5754 në ECAP për 1-7 kalime, u prenë copa të vogla në dy plane ortogonalë, të cilat u poliruan deri në pasqyrë dhe u përdorën pastaj për të matur mikrofortësinë me Vickers HV, duke përdorur një peshë prej 100 g, e aplikuar për 15 s.

Matjet e mikrofortësisë në këto dy plane paraqiten në figurën 3.4.

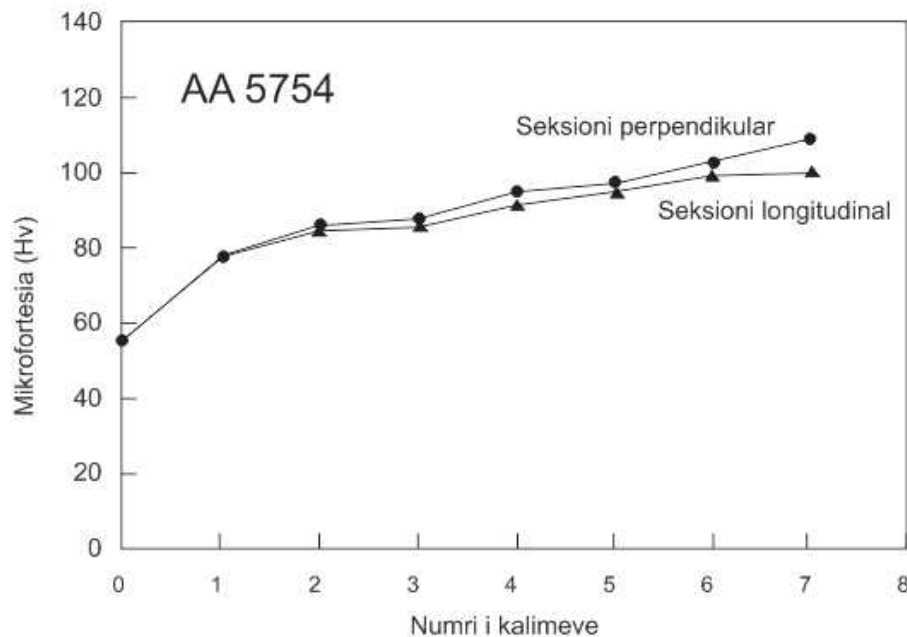


Figura 3.4 Mikrofortësia HV, në varësi të numrit të kalimeve ECAP në 2 plane ortogonalë.

Figura 3.4 tregon ndryshim të mikro-fortësisë me numrin e kalimeve, ku matjet janë marrë në 2 plane ortogonale dhe pika e parë (kalimi zero) i referohet lidhjes së pa-presuar. Dy përfundime mund të arrihen nga këto kurba. Së pari, fortësia në thelb është e pavarur nga plani i prerjeve. Së dyti, vlera e HV rritet papritmas pas një kalimi të vetëm (nga vlera ~ 56 deri në ~ 80), por pastaj rritet ngadalë me kalimet e tjera shtesë. Megjithatë në total fortësia rritet nga ~ 56 deri në ~ 110 pas 7 kalimeve ECAP.

3.2.2 Mikrofortësia e lidhjes 3004

Eksperimentet u kryen mbi lidhjen industriale Al 3004 me përbërjen e mëposhtme në përqindje wt %, me 1.1% Mn, 1.2% Mg 0.6%, Fe 0.4% Cu dhe 0.4% Si. Kjo lidhje është përdorur më së shumti për prodhimin kanaçeve për pije, për ndërtime, tavanet prej alumini, kapakë, kuti kompjuterësh, stolisje, etj. Mostrat për ECAP janë prerë në formën e cilindrave me gjatësi prej ~ 10 cm. Ata iu ishin nënshtruar ECAP-it në temperaturë dhome, duke përdorur një stampë të ngurtë që përmban vetëm një kanal te përkulur në formë L, dhe me një diametër prej 1 cm. Brenda stampës këndi i përkuljes së kanaleve ishte 90° dhe këndi $\psi = 20^\circ$ në harkun e jashtëm të lakores ku të dy kanalet ndërpriten. Duke përdorur këtë konfigurim të stampës, në çdo kalim të mostrës përmes stampës ECAP, shkakton një deformim ekuivalent

~ 1 (Shih kapitullin I) [1,15,27,79]. Meqë dimensionet tërthore të cilindrave mbeten të pandryshuara në ECAP mostrat vazhdojnë të deformohen në mënyrë përsëritëse deri në gjashtë kalime nëpër matricë duke dhënë një deformim të plotë maksimal prej ~ 6 dhe e identifikuar me numrin e kalimeve si 1X, 2X, 3X etj. Para se të presohet çdo shufër mbulohej me një lubrifikant që përmbante një suspension të bisulfitit të molibdenit në një vaj mineral, për të zvogëluar fërkimin midis mostrës dhe mureve të stampës.

Të gjitha mostrat janë presuar duke përdorur rrugën B_C në të cilën mostra është rrotulluar me 90° në të njëjtin drejtim përmes çdo kalimi radhazi [1,58,96], ku kjo rrugë përpunimit është përzgjedhur për shkak se ajo çon më shpejt në përfundim të një grumbulli kokrrizash ekuiaksiale, të ndara nga kufij kokrrizash me kënde të mëdha ç'orientimi. Shufrat e presuara janë prera në drejtime pingule dhe paralele me akset e tyre të gjatësisë dhe matjet e mikrofortësisë janë marrë në planet tërthore X dhe Y dhe gjatësore Z (Fig 3.5).

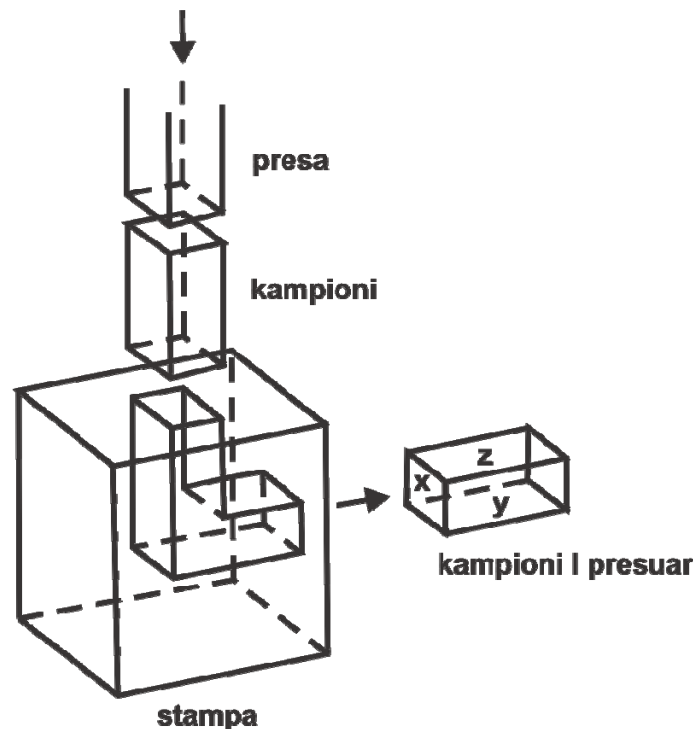


Figura 3.5 Ilustrimi skematik i ECAP si dhe planet X, Y, Z.

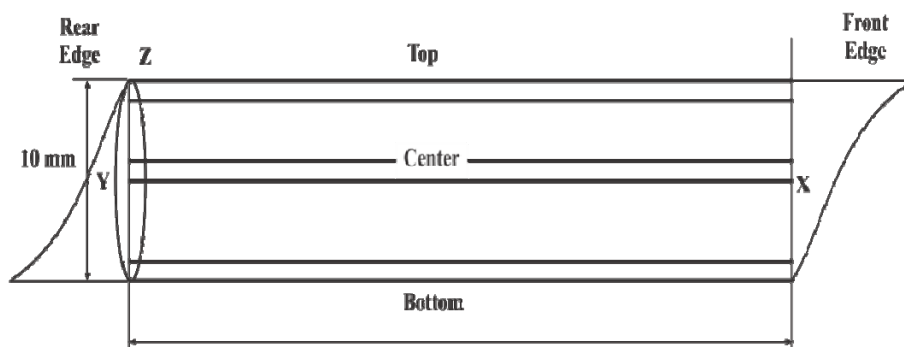


Figura 3.6 Linjat e matjes se mikrofortësisë në planin gjatësor të kampionit të presuar.

Secila sipërfaqe e prerë e mostrës është lustruar me kujdes deri në një sipërfaqe pasqyruese dhe mikro-fortësitë Vicker, Hv, janë marrë në sipërfaqen e secilës mostër duke përdorur testuesin e mikro-fortësisë SHIMADZU HSV- 30 e pajisur me intenderin Vicker. Për secilën matje, një ngarkesë prej 300 gr është vendosur në një kohë qëndrimi prej 15 s. Në çdo plan në tri vija (linja) (Figura 3.6 për planin gjatësor) në distanca prej 2.0 mm nga vija qendrore dhe për secilën vijë të veçantë, janë regjistruar matje individuale në largësi prej 250 μm nga njëra tjetra. Matjet individuale të mikro-fortësisë janë paraqitur edhe në një formë tri dimensionale, për të siguruar një paraqitje të drejtpërdrejtë vizuale të të dhënave. Është matur edhe mikro-fortësia e materialit në gjendje të papresuar për të siguruar një krahasim me kampionet e presuara.

Figurat 3.7 – 3.12 paraqesin vlerat e mikrofortësisë për 2 linjat e pozicioneve në largësi 2 mm nga linja qendrore, për planin tërthor X: pas një kalimi (Figura 3.7), pas 2 kalimeve (Figura 3.8), pas tre kalimeve (Figura 3.9), pas katër kalimeve (Figura 3.10), pas pesë kalimeve (Figura 3.11) dhe pas gjashtë kalimeve (Figura 3.12). Vija e poshtme e ndërprerë, paraqet vlerën e mikrofortësisë në gjendjen e papresuar. Me qëllim që të përftohet një paraqitje më e drejtpërdrejtë dhe vizuale, të dhënat janë paraqitur edhe në formë tre-dimensionale ku vlerat e mikrofortësisë janë vendosur në boshtin vertikal. Këto kurba janë paraqitur pas çdo kurbe koresponduese 3.7-3.12. Vlerat mesatare të HV kundrejt numri të kalimeve në ECAP janë paraqitur në figurën 3.13.

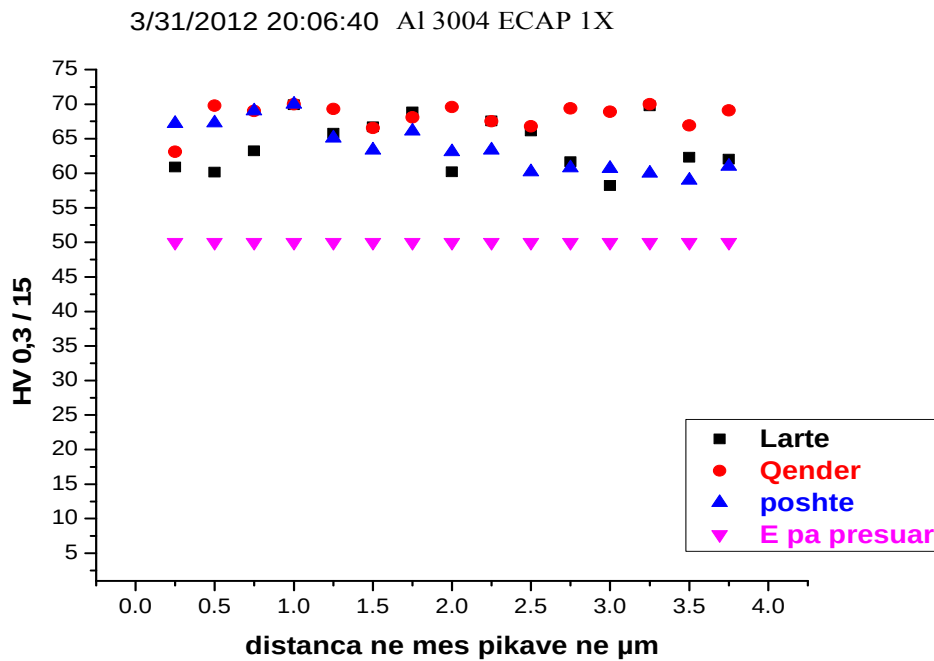


Figura 3.7 (a) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm, për një kalim

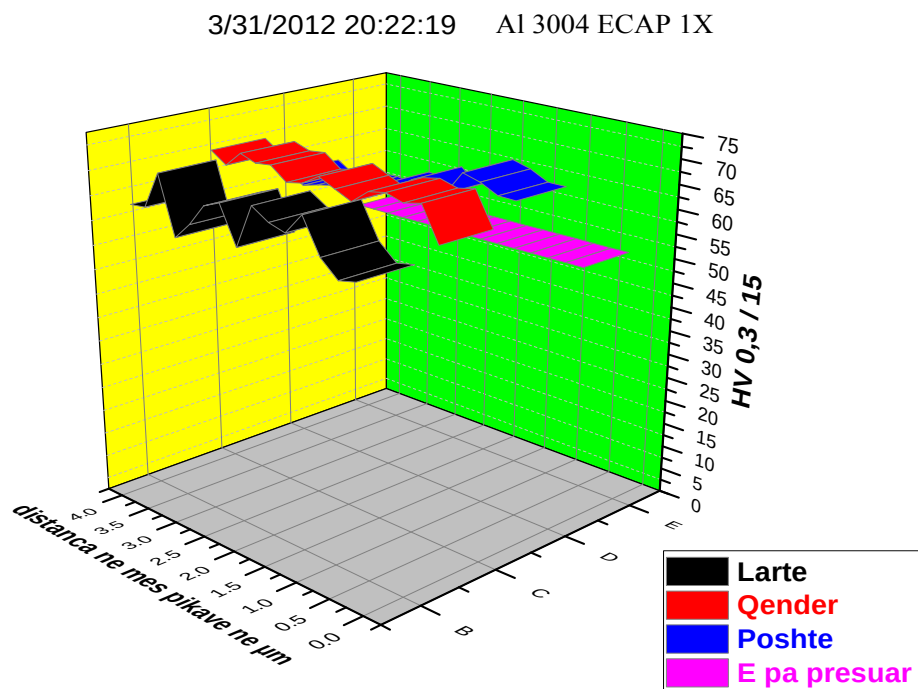


Figura 3.7 (b) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm, për një kalim.

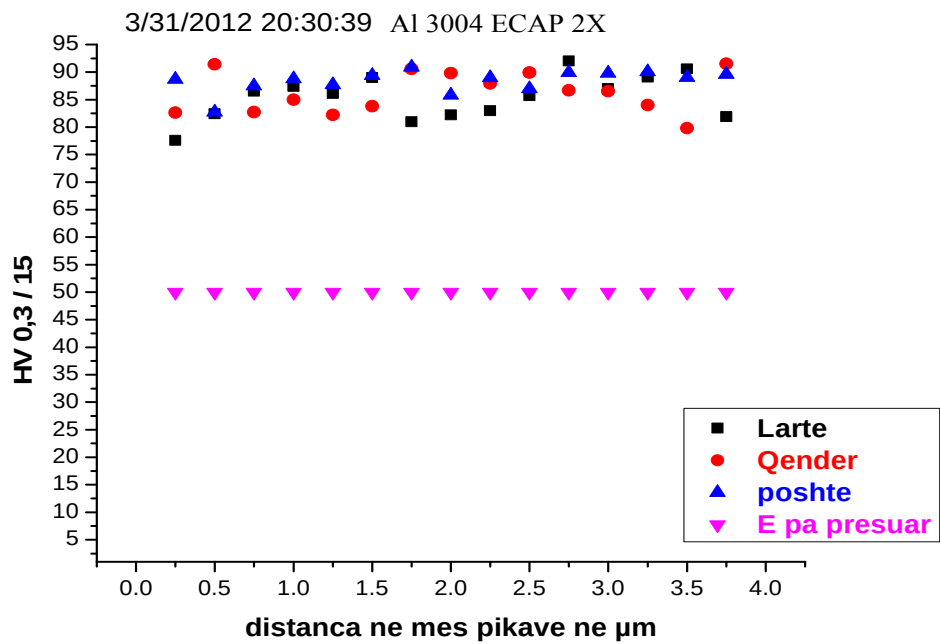


Figura 3.8 (a) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për dy kalime.

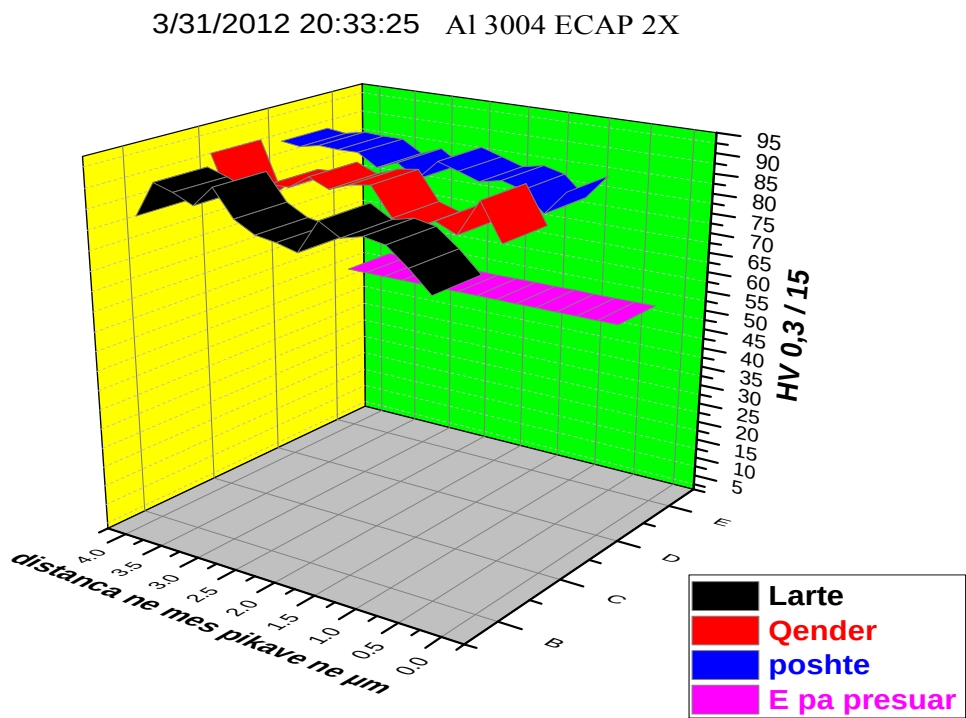


Figura 3.8 (b) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për dy kalime.

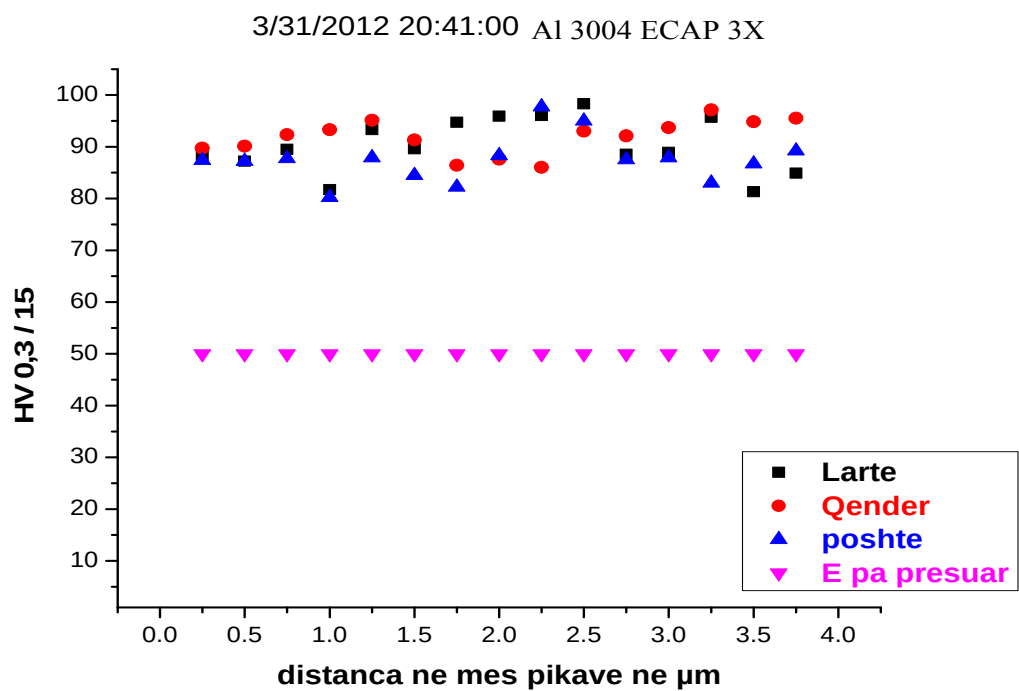


Figura 3.9 (a) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për tri kalime.

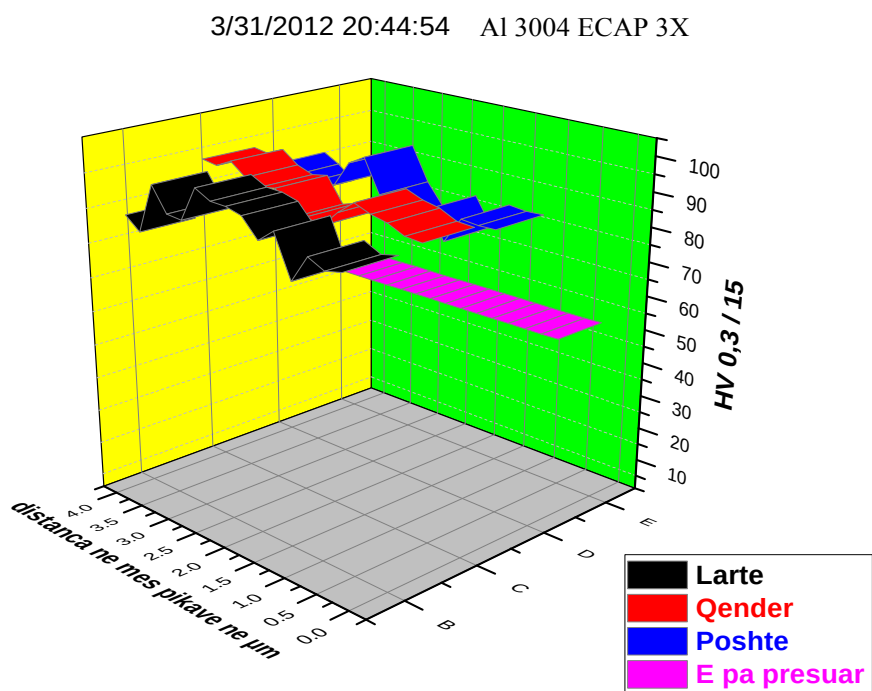


Figura 3.9 (b) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për tri kalime.

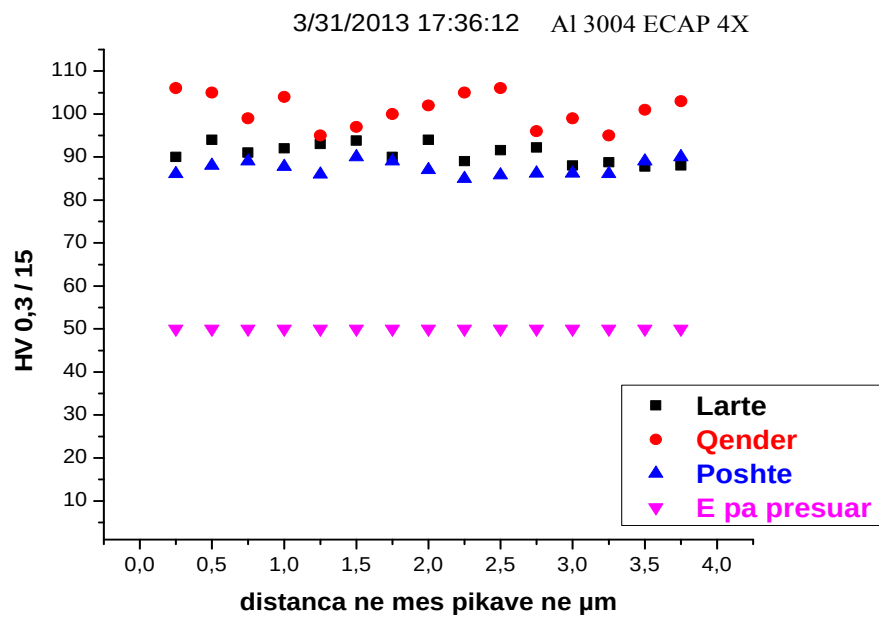


Fig.3.10 (a) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për katër kalime

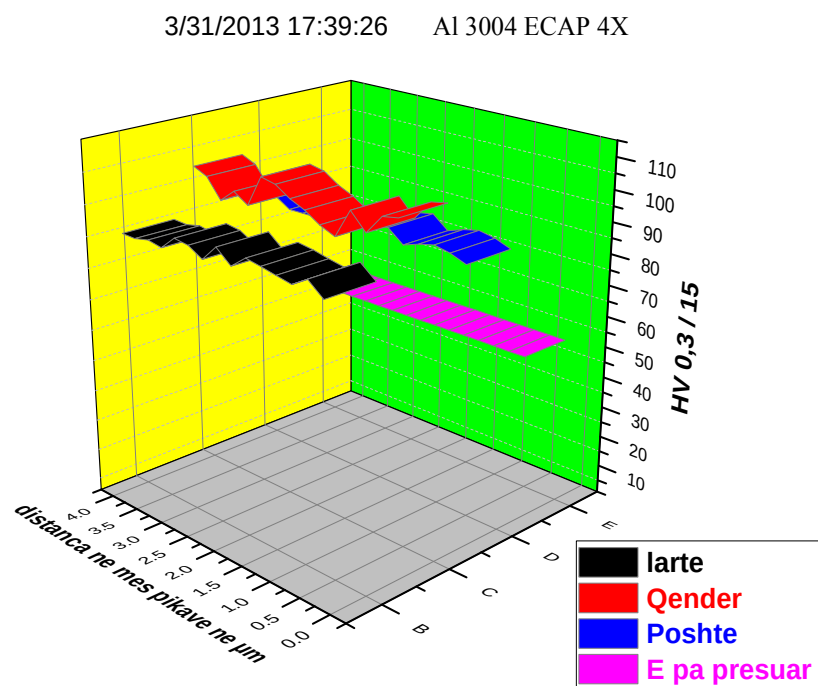


Figura 3.10 (b) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për katër kalime.

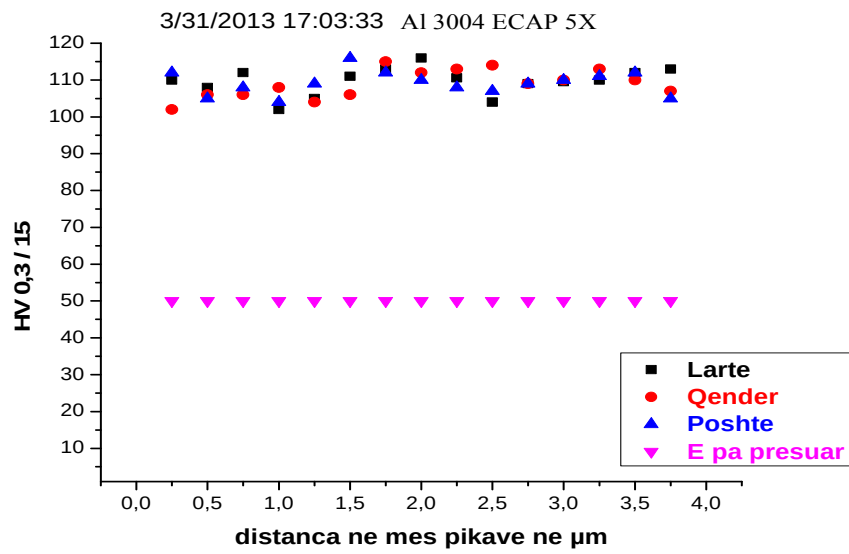


Figura 3.11 (a) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për pesë kalime.

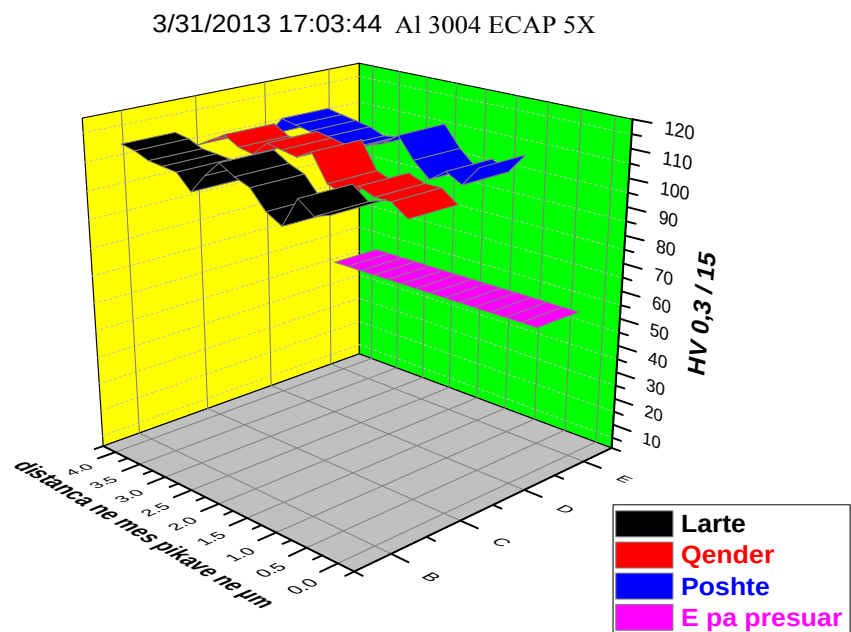


Figura 3.11 (b) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për pesë kalime.

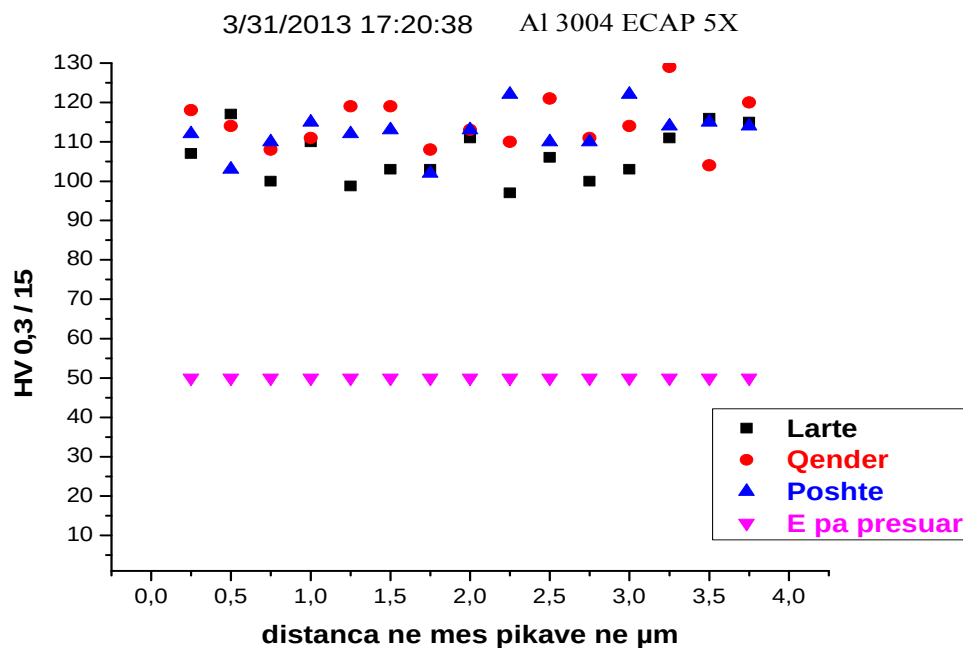


Figura 3.12 (a) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për gjashtë kalime.

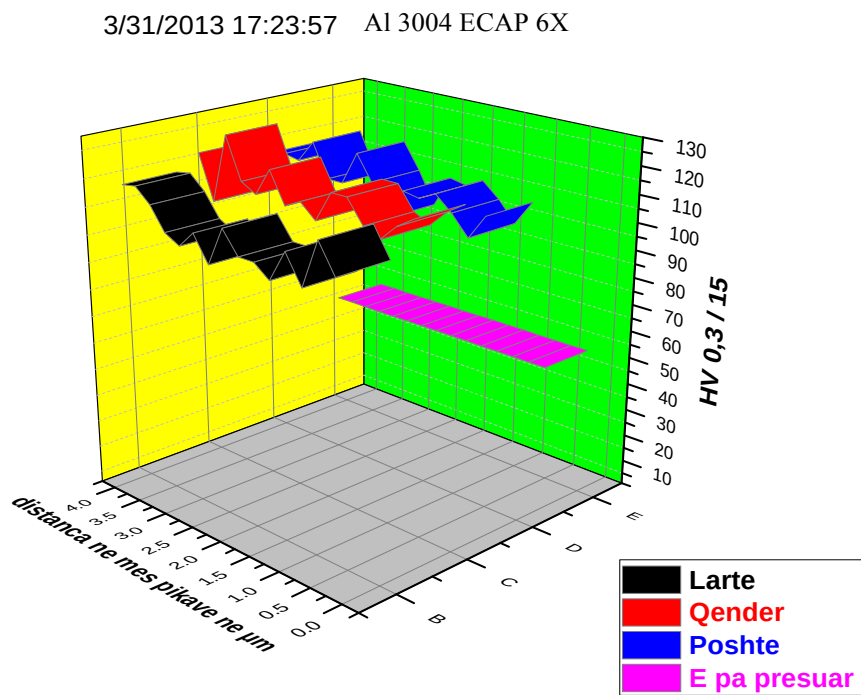


Figura 3.12 (b) Mikrofortësia HV, kundrejt distancës në mes pikave në μm , për gjashtë kalime

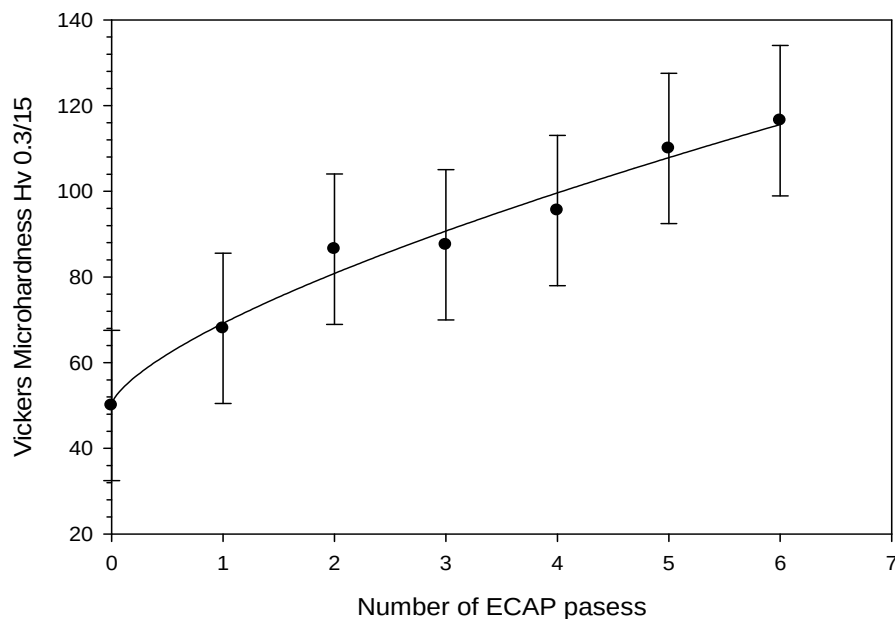
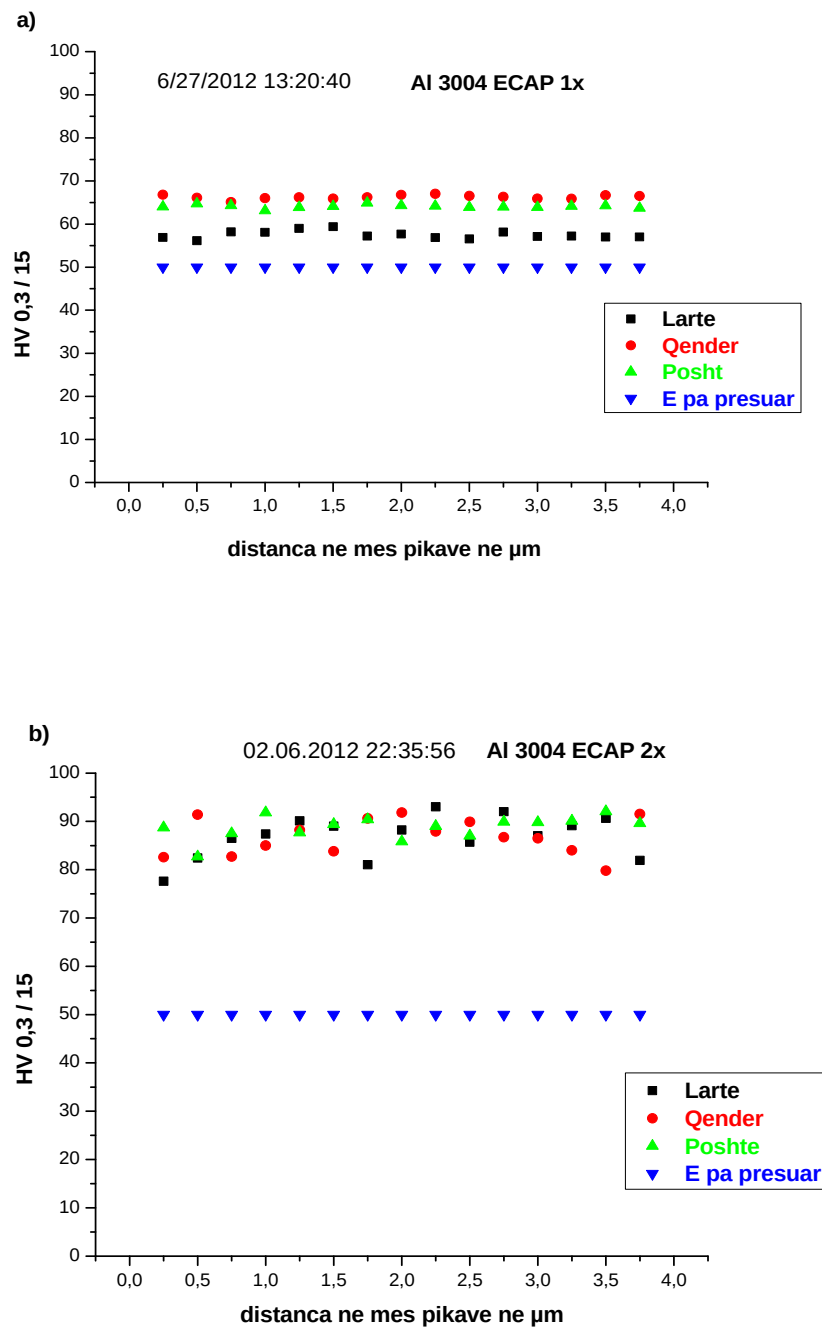


Figura 3.13 Mikrofortësia HV (bashkë me devijimet standard) kundrejt largësisë në mes pikave në μm , për një deri gjashtë kalime ECAP.

Këto paraqitje demonstrojnë se fortësia rritet pas një kalimi të vetëm nga një vlerë fillestare prej ~ 50 deri në vlera për të gjitha traversat brenda rangut prej $\sim 60 - 120$ dhe aty ka një rritje të konsiderueshme pas dy kalimeve ashtu që pothuajse të gjitha vlerat e HV-së janë më të mëdha se 80. Kjo rritje vazhdon prej tre deri në gjashtë kalime kur pothuajse të gjitha vlerat e HV-së janë rreth 120.

Është e dukshme nga Fig. 3.7-3.12 se pavarësisht disa shpërndarjeve në vlerën mesatare të Hv-së, matjet e marra pas një deri në gjashtë kalimesh të ECAP-it përgjatë tri linjave, në thelb janë konstante. Një përfundim i dytë është se vlerat e regjistruara të Hv-së në sipërfaqen e sipërme dhe të poshtme të shufrës, janë pak më të ulëta se në qendër. Pas gjashtë kalimeve në Figura 3.12, vlerat e fortësisë janë pothuajse të shpërndara në mënyrë homogjene nëpër planin gjatësor për të tri linjat. Këto rezultate konfirmojnë, se përpunimi me ECAP ofron homogjenitet të shkëlqyer në rrafshin gjatësor dhe nuk ka ndonjë zhvillim më të madh drejt homogjenitetit me rritjen e numrit të kalimeve nëpër stampë. Siç tregohet edhe në Fig. 3.13 fortësia rritet me përafërsisht me një faktor 2 pas 2 kalimeve dhe më pas mikro-fortësia vazhdon të rritet, por në një sasi më të vogël. Këto tendenca përgjithësisht janë në përputhje me të dhënat e mëhershme për matjet e fortësisë. [11,17,18].

Në Figurat 3.14 a), b),c),d) tregohen vlerat e mikrofortësisë të matura në 3 linja të hequra në planin tërthor të kampionit X (Figura 3.6) në largësi 2mm nga vija qendrore, lart dhe poshtë. Për çdo linjë janë bërë 15 matje të veçanta, për çdo kampion dhe rezultatet janë paraqitur në Fig. 3.14 a (për një kalim); në Fig. 3.14 b (për dy kalime); në Fig. 3.14 c (për tre kalime) dhe në Fig. 3.14 d (për katër kalime). Vija e poshtme në çdo figurë paraqet mikrofortësinë në gjendje të papresuar. Këto grafikë tregojnë që fortësia rritet nga vlera fillestare ~ 50, për të gjitha linjat brenda rendit ~ 60 –110 dhe ka një rritje pas dy kalimeve, kështu që pothuajse të gjitha vlerat e Hv janë më të mëdha se 120.



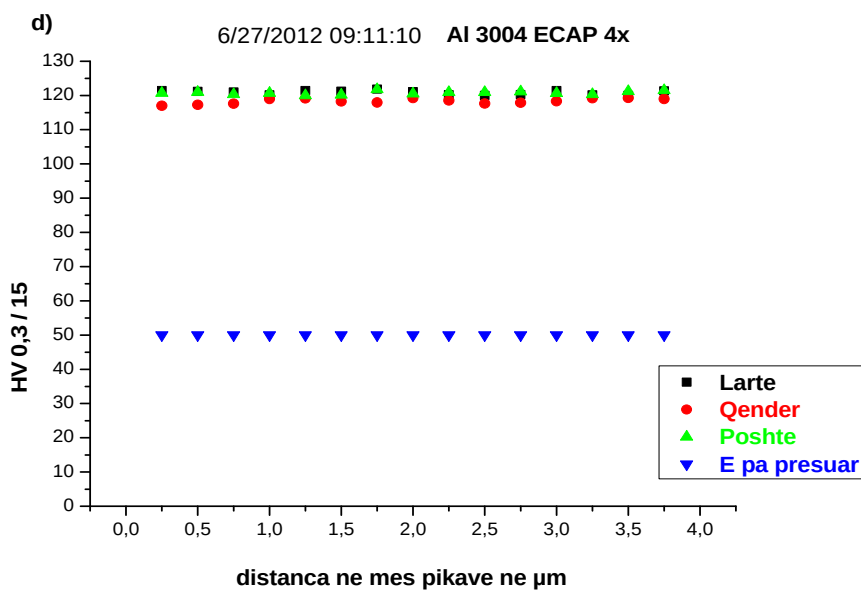
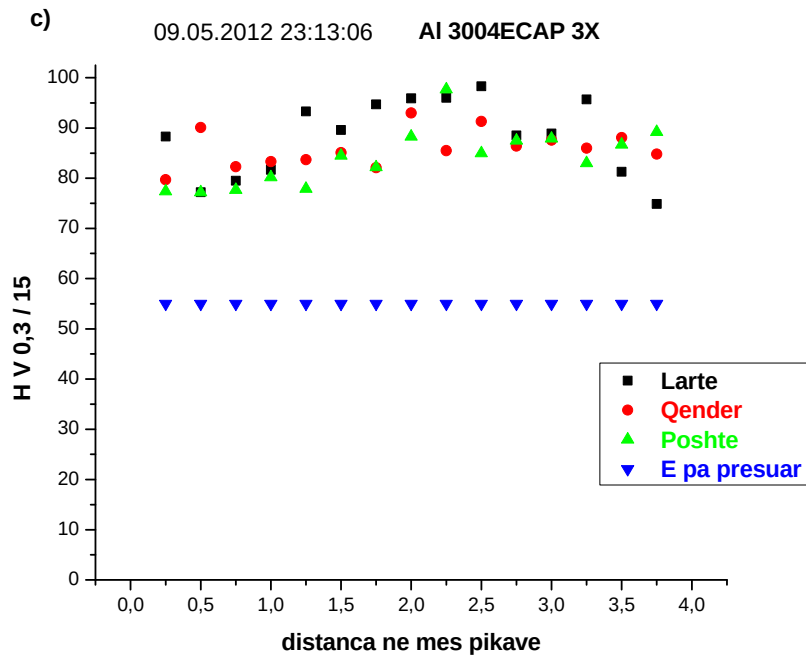


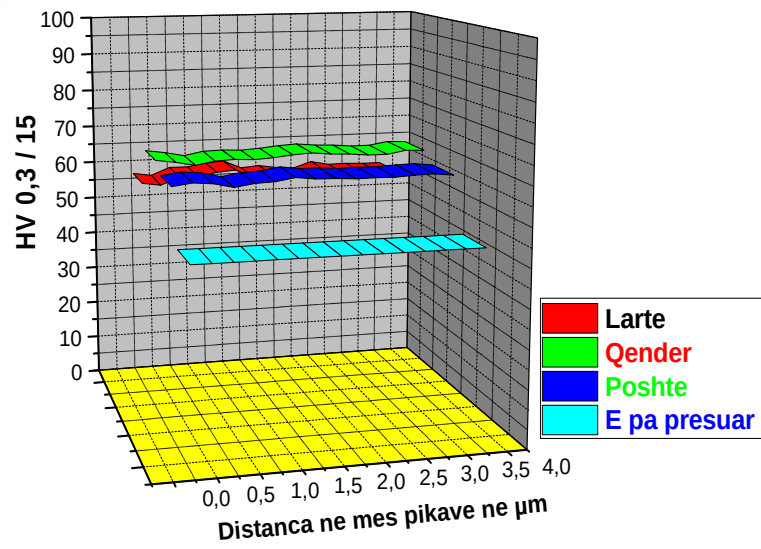
Figura 3.14 Vlerat individuale të mikro-fortësisë Vickers, Hv, të regjistruara në planin tërthor X përgjatë linjës qendrore dhe në 2 vija, 2.0 mm nga vija qendrore, për mostrat e presuara përmes (a) një kalimi, (b) dy kalimesh, (c) tre kalimesh dhe (d) katër kalimesh ECAP.

Është e qartë nga Fig . 3.14 (a), (b) dhe (c) se pavarësisht disa shpërndarjeve në vlerën mesatare të Hv-së, matjet e marra pas një, dy dhe tre kalimesh me ECAP, përgjatë tri vijave, në thelb janë konstante. Një përfundimi tjetër është se vlerat e regjistruara të Hv-së lart dhe poshtë vijës qendrore, janë pak më të ultë se në qendër. Ky variacion në shpërndarjen e

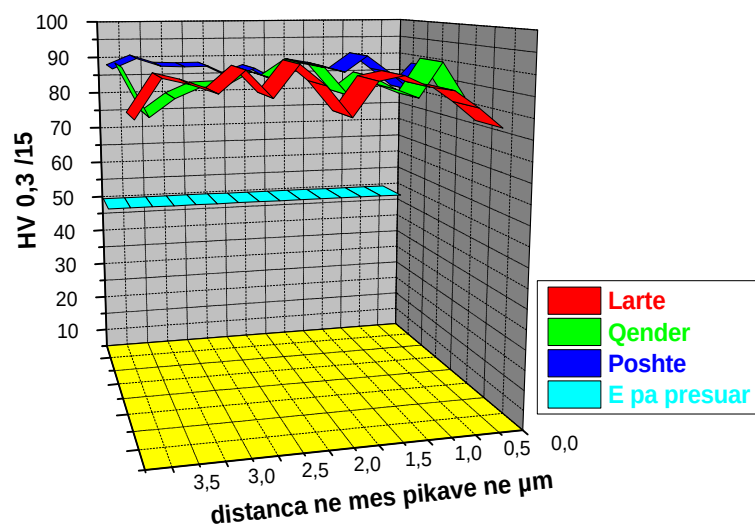
vlerave të fortësisë, nuk është i pranishëm pas katër kalimesh si në Fig. 3.14 (d), ku vlerat e fortësisë janë shpërndarë në mënyrë homogjene gjatë rrafshit tërthor, për të tri linjat. Këto rezultate konfirmojnë, se përpunimi me ECAP ofron homogjenitet të shkëlqyer në rrafshin tërthor dhe nuk ka një zhvillim drejt homogjenitetit më të madh me rritjen e numrit të kalimeve nëpër stampë (4 kalimeve). Studimet e mëhershme kanë demonstruar një korrelacion të mirë në mes të vlerave të regjistruara në matjet e mikro-fortësisë dhe mikrostrukturës së brendshme të materialit [7,8]. Prandaj, konstatohet se përpunimi me ECAP prodhon një mikrostrukturë të shkëlqyer homogjene në materialet e Al 3004 në pjesën tërthore dhe gjatësore të kampionit të presuar.

Një paraqitje më vizuale mund të arrihet duke paraqitur të dhënat në një formë tri-dimensionale, ku vlerat e mikro-fortësisë janë paraqitur në boshtin vertikal. Ky lloj përfaqësimi tregohet në Fig.3.15 për kampionet e shtypura përmes: (a) një kalimi, (b), dy kalimeve, (c) tri kalimeve dhe (d) katër kalimeve, respektivisht. Këto të dhëna konfirmojnë fortësinë në rritje me rritjen e numrit të kalimeve ECAP dhe zhvillimin gradual në një mikrostrukturë në thelb homogjene pas katër kalimeve me ECAP. Raportet e mëhershme kanë përshkruar zhvillimin e homogjenitetit në aliazhin - Al 6061 dhe në aliazhin Al 1050 pas 6 kalimeve kur matjet e mikro-fortësisë janë marrë mbi rrafshet e prerjes tërthore, dhe në rrafshin gjatësor [7,9]. Rezultatet e tanishme janë në përputhje me këto raporte.

a) 6/27/2012 13:25:59 AI 3004 ECAP 1x



b) 02.06.2012 23:05:43 AI 3004 ECAP 2x



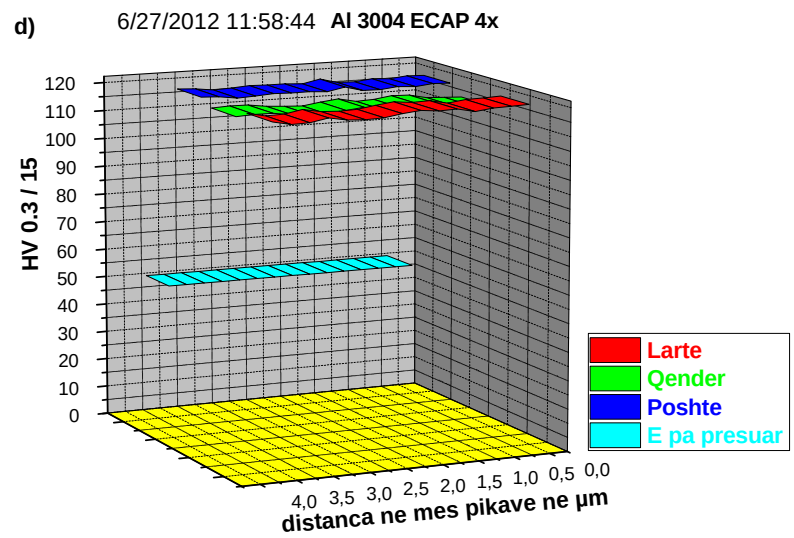
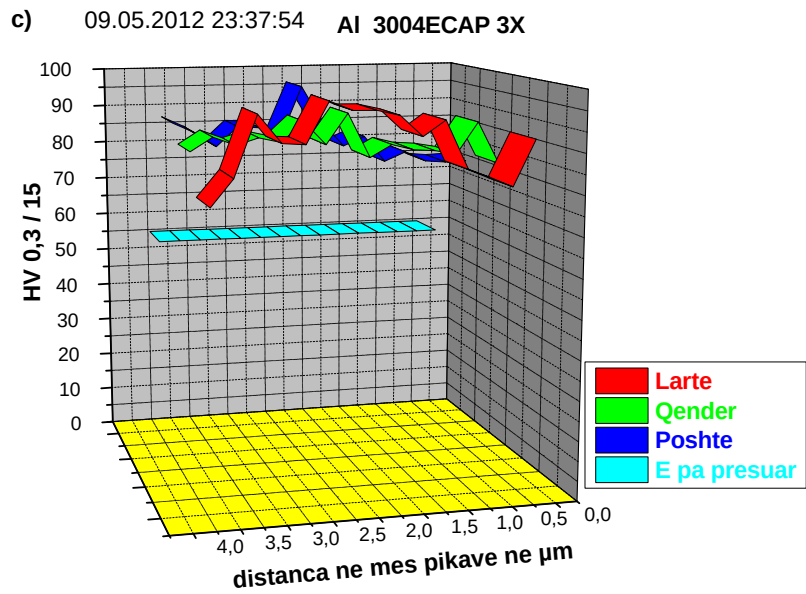


Figura 3.15 Prezantimi tre-dimencional i vlerave të fortësisë në rrafshin e tërthortë X pas (a) një kalimi, (b) dy kalimeve, (c) tri kalimeve dhe (d) katër kalimeve.

3.3. Vrojtimi i mikrostrukturës me mikroskop optik dhe mikroskop elektronik me skanim (SEM)

Sikurse kemi përmendur më parë mikrostruktura e një materiali ndikon fort në vetitë e tij fizike si në fortësinë e tij, plasticitetin, qëndrueshmërinë, rezistencën ndaj korrozionit, sjelljen në temperatura të larta/të ulta, në rezistencën ndaj lodhjes etj., të cilat veti nga ana tjetër përcaktojnë aplikimin e materialit në praktikën industriale. Vrojtimet e mikrostrukturës përfshijnë instrumenta me aftësi zbërthyes të lartë duke filluar nga mikroskopi optik tek mikroskopi elektronik, difraksioni me rreze X etj., dhe secila nga këto metoda përfshijnë përgatitjen e kampionit (mostrës) për vrojtim (prerje, lëmim, korrodim, depozitim në vakum etj.). Metodatat njihen bashkërisht si **metallografi**, sepse përdoren për metalet dhe lidhjet e tyre, por mund të përdoren në formë të modifikuar për çdo material tjetër si qeramikat, qelqet, kompozitët apo polimerët.

Vrojtimi mikroskopik i sipërfaqes së një kampioni të lëmuar mirë, por të korroduar, zbulon vetëm pak karakteristika strukturore, ndërsa korrodimi përdoret për të zbuluar dhe madje për të identifikuar karakteristikat strukturore si p.sh kokrrizat, apo fazat e pranishme. Procesi i korrodimit përfshin zakonisht përdorimin e një substancie të përshtatshme acide, apo baze, në sipërfaqen e kampionit për disa sekonda apo minuta, të cilat zbulojnë mikrostrukturën për shkak të shpejtësisë së ndryshme të veprimit në fazat e pranishme apo orientimet e ndryshme të kokrrizave. Duhet theksuar që gjetja e korrodesit të përshtatshëm për një material të dhënë, apo e kohës së përshtatshme është një punë jo e lehtë dhe kërkon eksperiencë të konsiderueshme.

Në eksperimentet tona pas shumë provave, ne përdorëm si korrodes acid fluoridrik për një kohë prej 1-1.5 min.

Në Figurat 3.16. dhe 3.17 paraqiten mikrofotografite optike të lidhjes AA 3004 të papresuar.

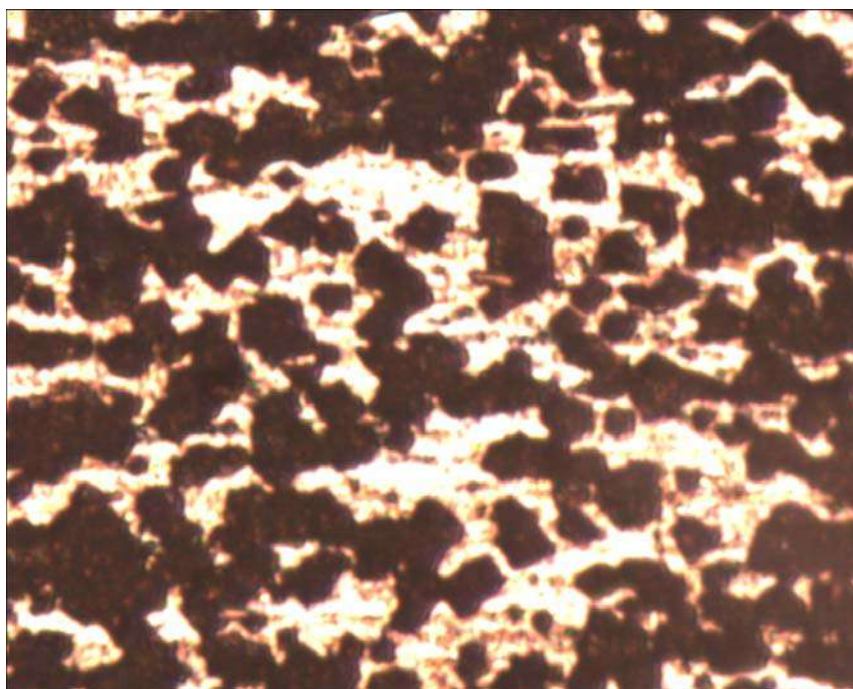


Figura 3.16. Fotografi optike e lidhjes AA 3004 e papresuar

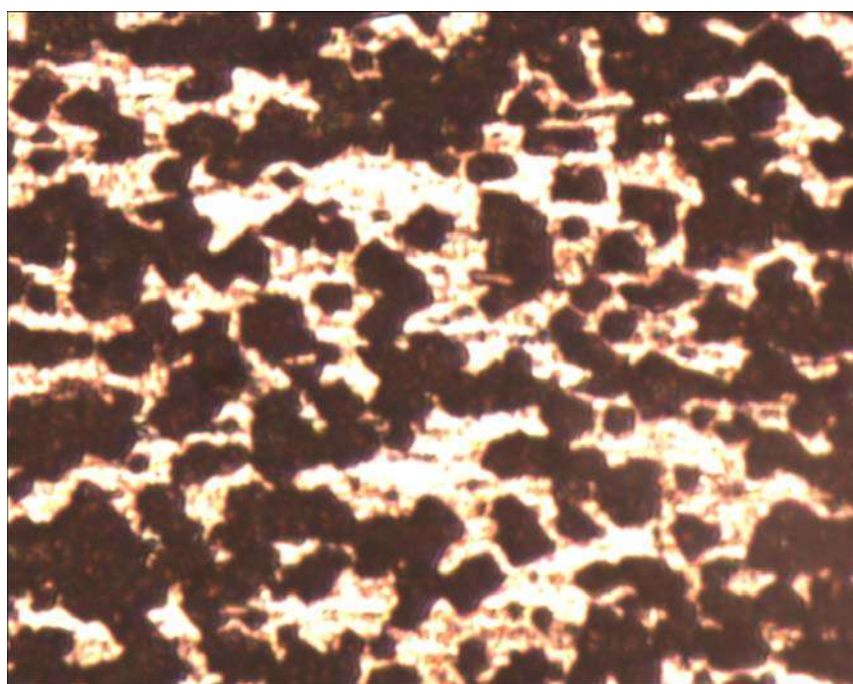


Figura 3.17 Fotografi optike e lidhjes AA 3004 e papresuar.

Në Figurat 3.18–3.19 paraqiten pamjet mikroskopo-optike me dritë të polarizuar të lidhjes AA 3004, pas një kalimi dhe 4 kalimeve nëpër stampën ECAP. Vihet re që pas një kalimi kokrrizat janë të zgjatura sipas drejtimit të presimit, kurse me rritjen e numrit të kalimeve, pra me rritjen e deformimit kokrrizat fillojnë të bëhen më ekuiaksiale, siç dëshmohet edhe në fotografi.

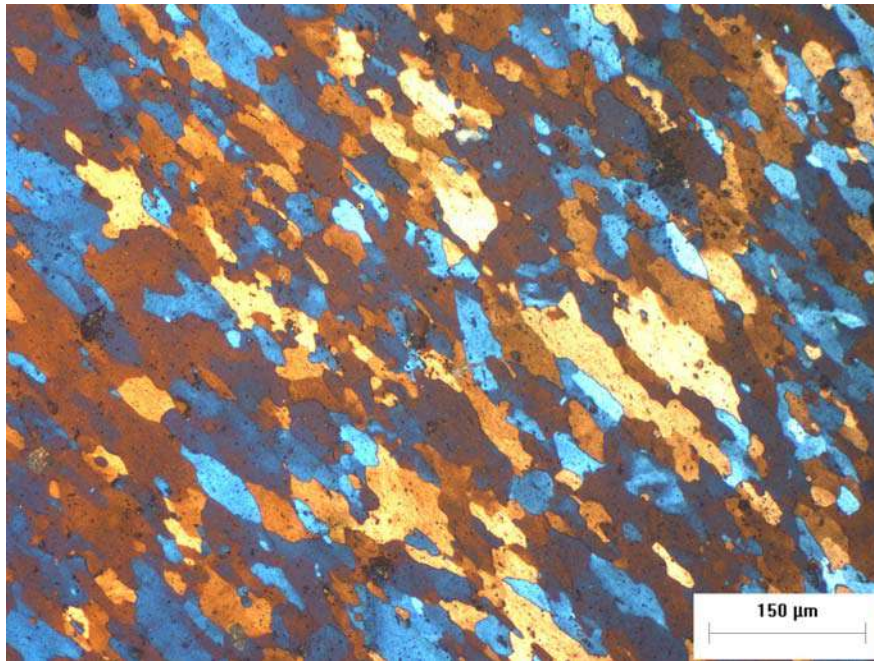


Figura 3.18 Fotografi mikroskopo-optike me dritë të polarizuar të lidhjes AA 3004, pas një kalimi ECAP

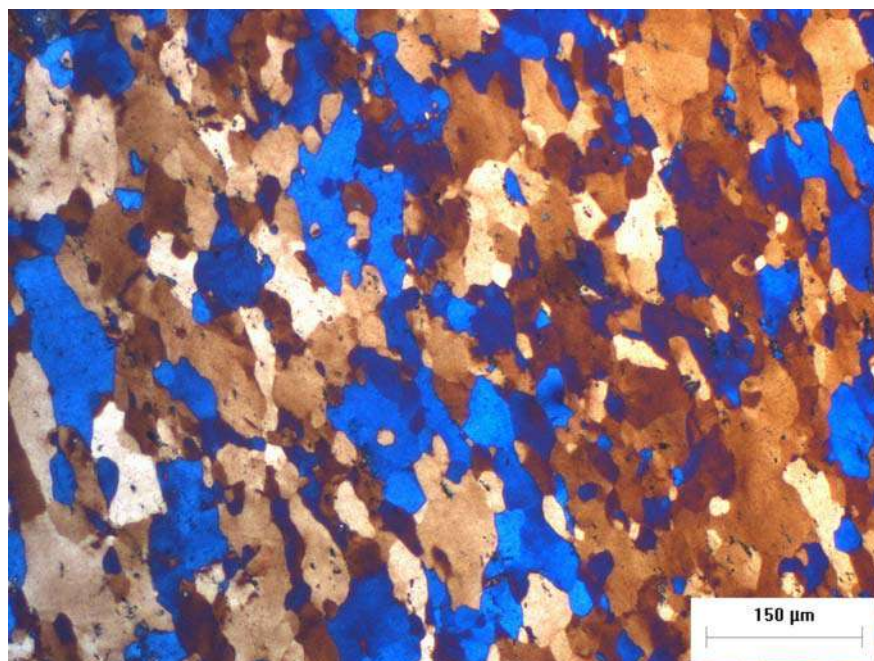


Figura 3.19 Fotografi mikroskopo-optike me dritë të polarizuar të lidhjes AA 3004, pas 4 kalimeve ECAP

Vihet re në fotografi që pas 2 kalimeve nëpër stampën ECAP kokrrizat janë të zgjatura sipas boshtit gjatësor të kampionit për shkak të deformimit të rrëshqitjes ndërsa kampioni kalon përmes zonës së rrëshqitjes brenda stampës ECAP. Është e qartë që ka një numër të madh kufij kokrrizash me kënd të ngushtë dhe kjo i korrespondon fillimit të zhvillimit të strukturës

nënkokrrizore, brenda çdo kokrrize, që në kalimin e parë. Me rritjen e deformimit pra të numrit të kalimeve nëpër stampë, kjo strukturë e zgjatur e kokrrizave transformohet në një strukturë kokrrizash më ekuiaksiale dhe ato kufizohen nga kufij kokrrizash me kënd të gjerë. Përveç mikroskopit optik, një studim më i detajuar dhe më i imët i strukturës u realizua me Mikroskop Elektronik me Skanim (SEM) për vërtetimin e strukturës së kampioneve të presuar mbas 1-6 kalime nëpër stampën ECAP. Para vërtetimit në SEM kampionet u poliruan me letra të ndryshme poliruese dhe me pasta poliruese derisa sipërfaqja e bë si pasqyrë dhe mbas kësaj sipërfaqja u korrodua në një solucion 5% acif fluoridrik. Nga mikrofotografitë e përfutuara u vlerësua përmasa e kokrrizave, duke përdorur metodën e ndërprerjes lineare. Për këtë si dhe për përpunime statistikore të përmasës, u përdor një software HGS (HGS Measure software) bashkë me Scanning probe image processor (SPIP). Sic kemi përmendur në Kapitullin 2 eksperimentet u kryen në FSHMN, Universiteti Shën Kirili dhe Metodi, Shkup dhe në FSHMN, Universiteti Goce Delçev, Shtip.

Në figurat e mëposhtme (3.20 – 3.21) paraqiten mikrofotografitë me SEM te lidhjes AA 3004



Figura 3.20 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, në gjendje të papresuar.

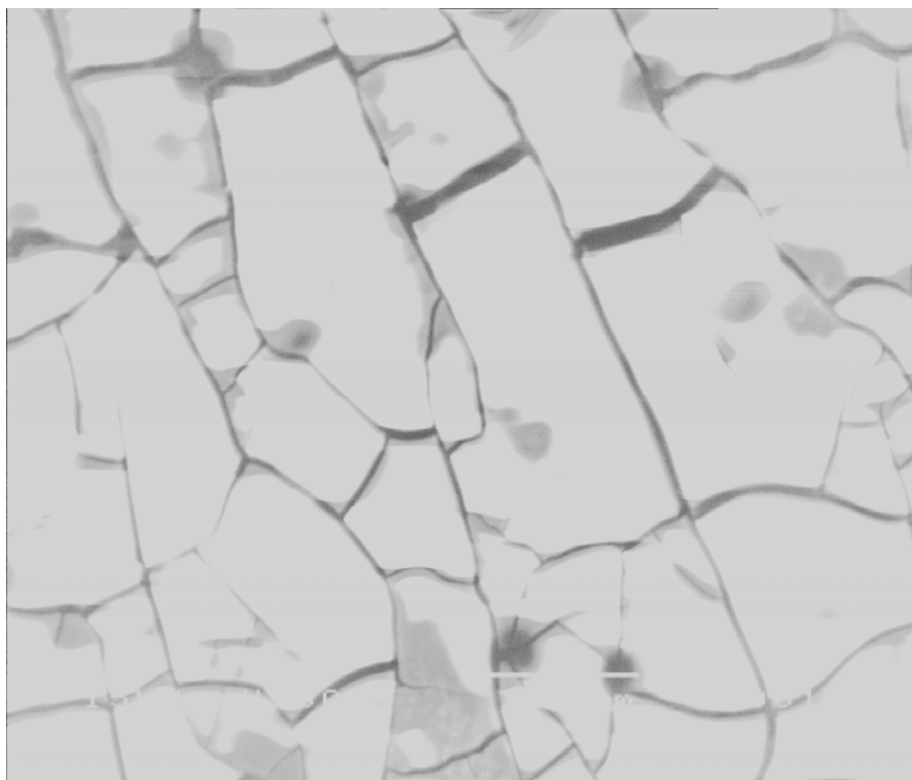


Figura 3.21 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas një kalimi ECAP.

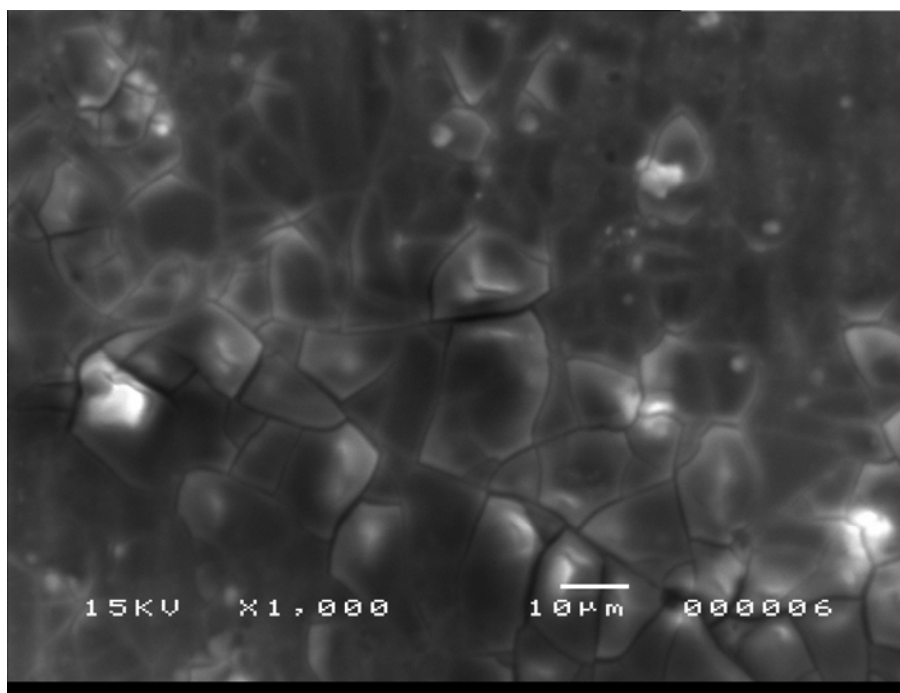


Figura 3.22 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas 2 kalimeve ECAP.

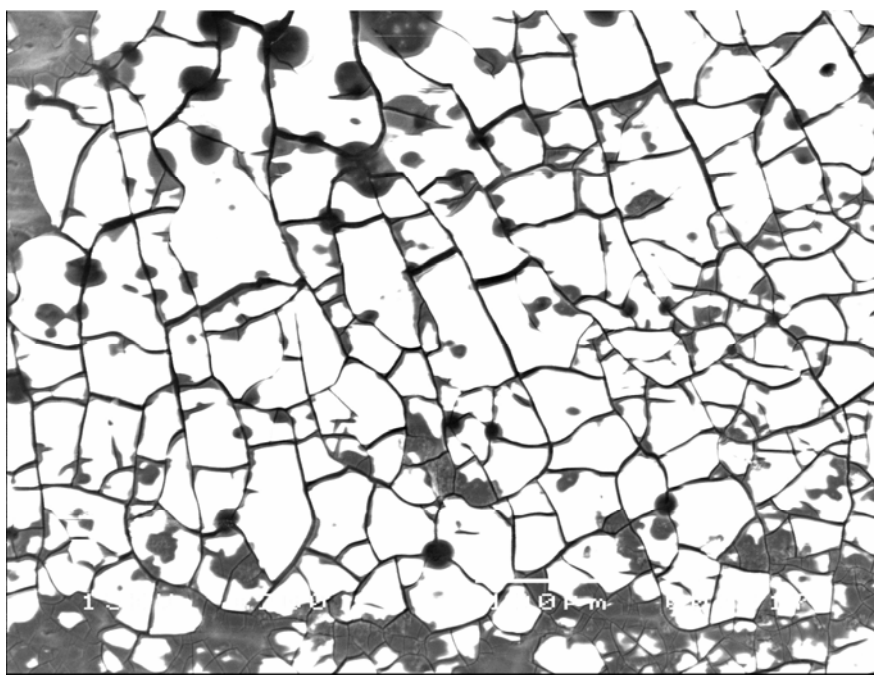


Figura 3.23 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas 2 kalimeve ECAP.

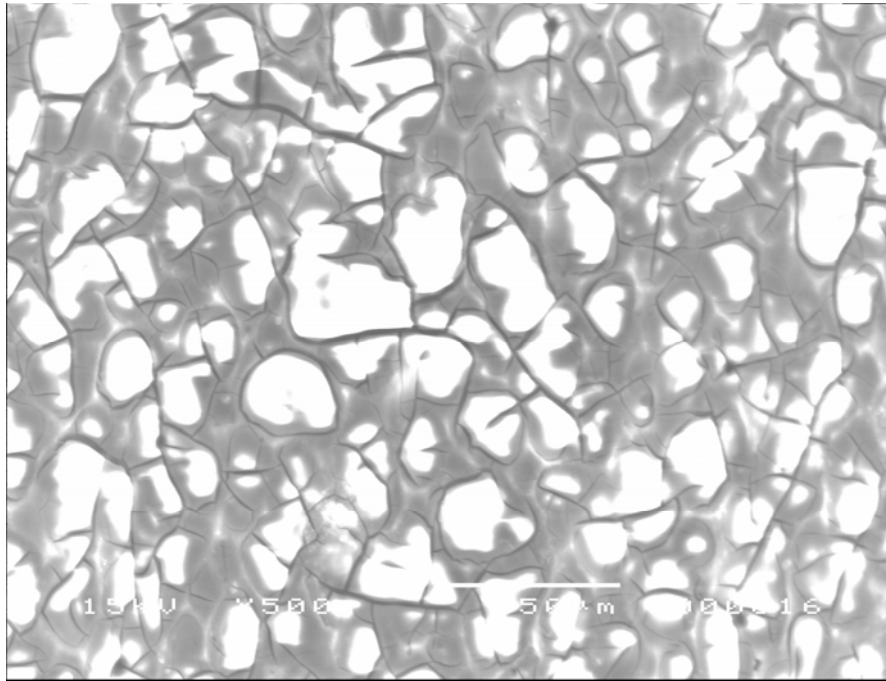


Figura 3.24 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas 3 kalimeve ECAP

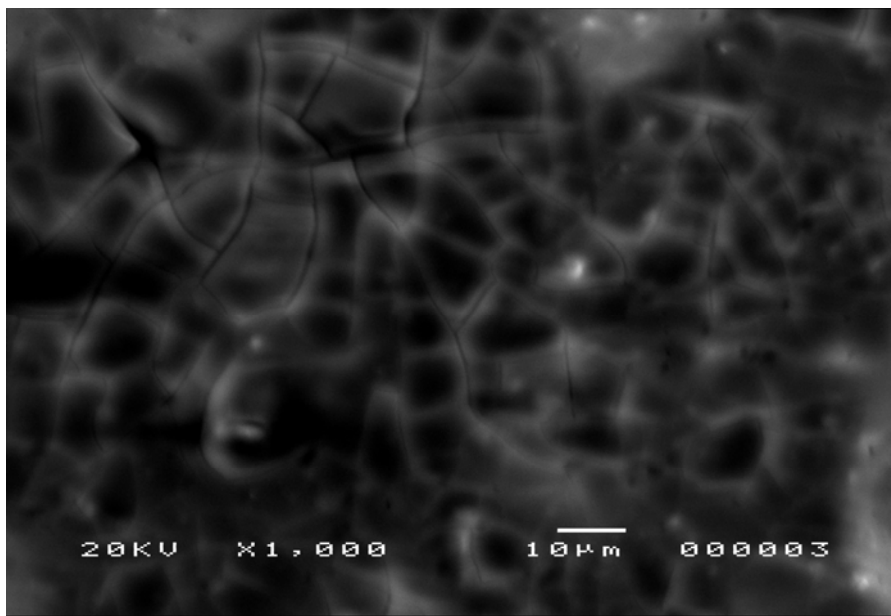


Figura 3.25 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas 4 kalimeve ECAP.

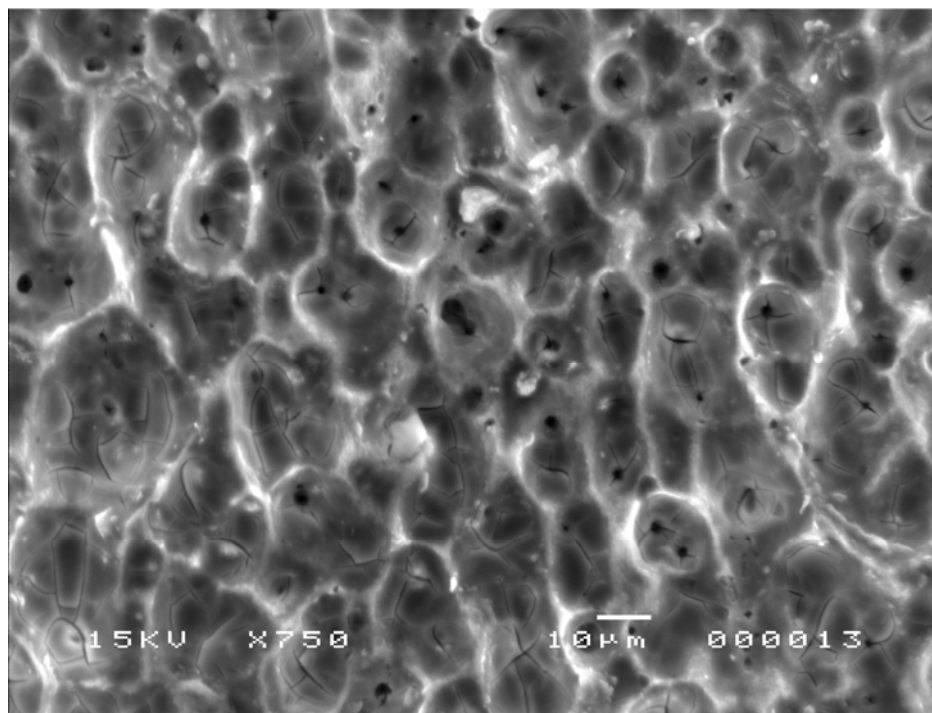


Figura 3.26 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas 5 kalimeve ECAP.

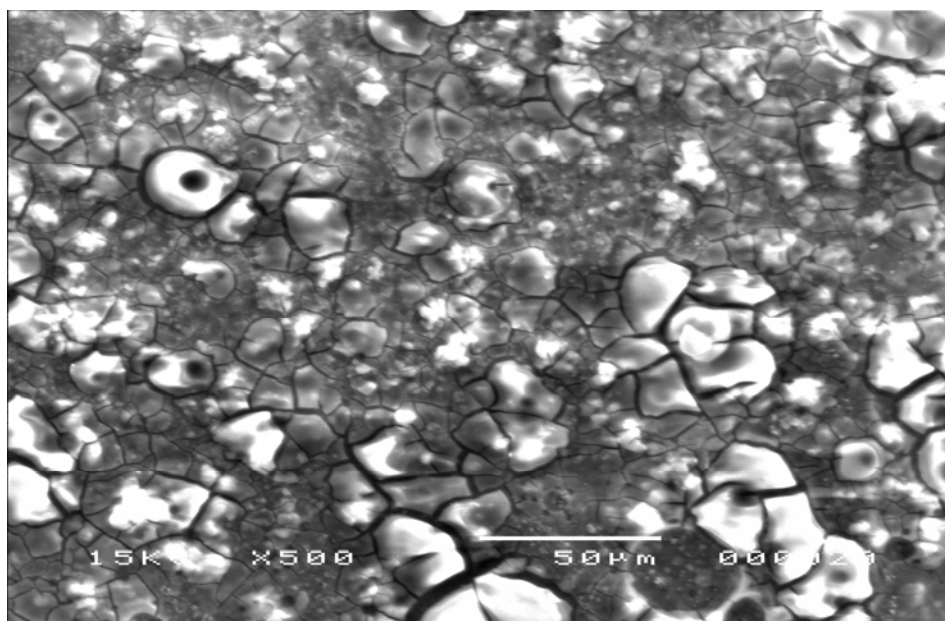


Figura 3.27 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas 6 kalimeve.

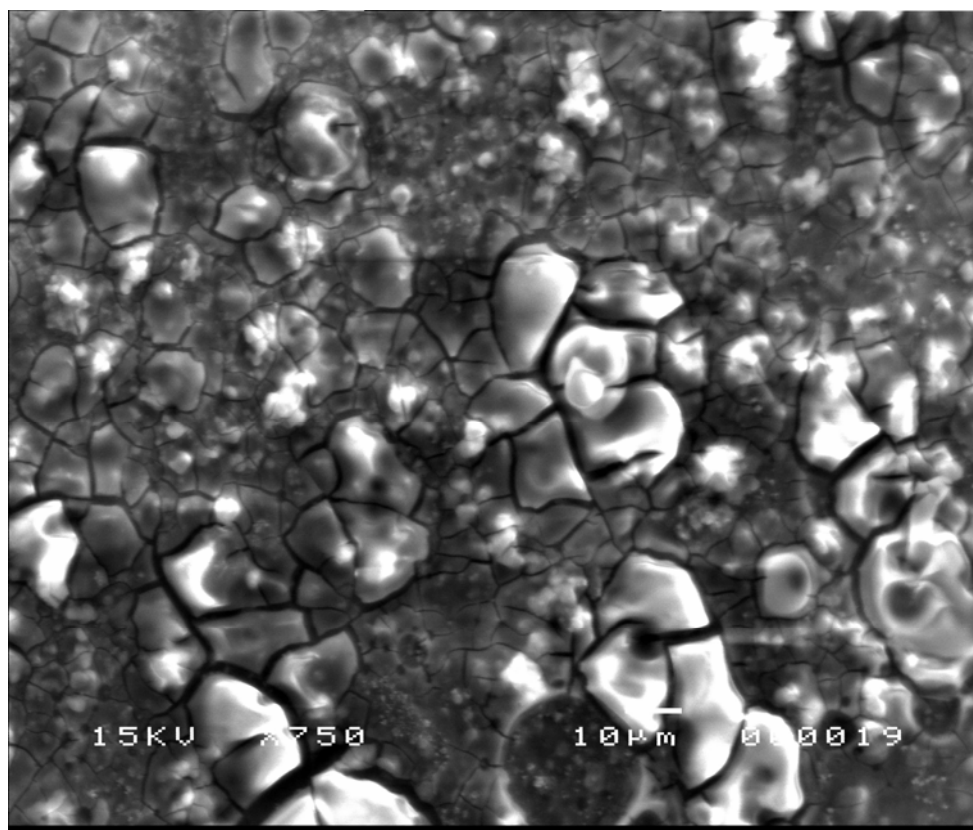


Figura 3.28 Fotografi mikroskopike me SEM e lidhjes AA 3004, pas 6 kalime.

Figurat 3.20 deri në 3.28 paraqsin mikrostrukturën me SEM të mostrave AA3004 të përpunuara me ECAP për një kalim të vetëm, 2, 3, 4, 5 dhe respektivisht 6 kalimeve.

Shëmbëllimi në Fig. 3.20 tregon që materiali në gjendje të papresuar ka mikrostrukturën tipike të një materiali të padeformuar kokrrizë ashpër. Matjet japin një përmasë mesatare kokrrize prej $\sim 50 \mu\text{m}$. Njihet mirë edhe në literaturë që në rastin e përpunimit të kampioneve sipas rrugës B_C forma ekuiaksiale e kokrrizave formohet zakonisht gjatë 4 kalimeve nëpër stampën ECAP dhe kufijtë e kokrrizave bëhen me kënde të mëdhenj, me ndryshime të vogla pas kalimeve të mëtejshme nëpër stampë.

Të gjitha imazhet individuale tregojnë tranzicionin e mikrostrukturave kompakte të grimcave të mëdha, në mikrostrukturë të grimcave të vogla, në varësi të numrit të kalimeve të ECAP-it. Madhësia mesatare e grimcave ($GS=d$) e secilës mostër të përpunuar me ECAP u përcaktua me metodën e ndërprerjes lineare duke përdorur softuerin e matjes HGS. Madhësia mesatare e kokrrizës në varësi të kalimeve në ECAP është dhënë në Fig.3.29, ku pika e parë (zero kalime) i referohet lidhjes së papresuar. Madhësia fillestare e kokrrizës prej $\sim 50\mu\text{m}$ pas 6 kalimeve është reduktuar në $\sim 12 \mu\text{m}$; imtësimi më i madh i kokrrizës u vu re pas 3 kalimeve, ndërsa pas kësaj madhësia e kokrrizës vazhdoi të zvogëlohet me sasi shumë më të vogël. Me

qëllim që të vëzhgohej struktura e nën-kokrrizave ishte e nevojshme që të përdoret mikroskopi elektronik i Transmisionit (TEM), por kjo pajisje nuk ekziston në institucionet tona.

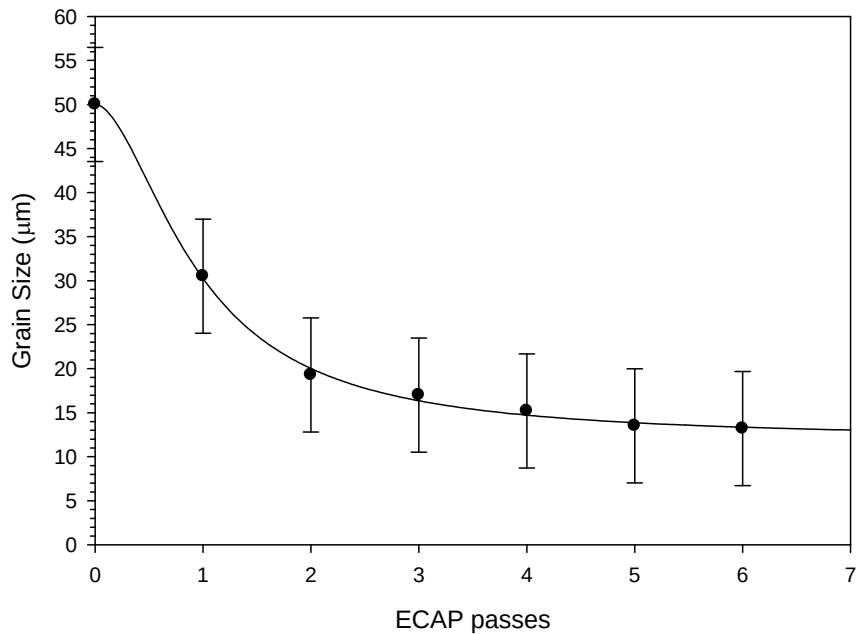


Figura 3.29. Varësia e përmasës së kokrrizës d nga numri i kalimeve N .

Fig. 3.29 tregon varësinë e përmasës së kokrrizës nga deformimi (nga numri i kalimeve nëpër stampën ECAP) nga 1-6 kalime. Duket qartë që përmasa fillestare zvogëlohet mjaft mbas kalimit të parë dhe të dytë nëpër stampë, gjë që tregon një evolucion të shpejtë të mikrostrukturës. Ndërsa më vonë përmasa e kokrrizës mbetet pothuajse konstante me rritjen e numrit të kalimeve deri në 6 që janë përdorur në këtë studim.

Shëmbëllimet e përftuara me SEM u përpunuan me software-in Scanning Probe Image Processor dhe rezultatet u paraqitën në formën e histogramave të treguara në figurat e mëposhtme 3.30 – 3.32.

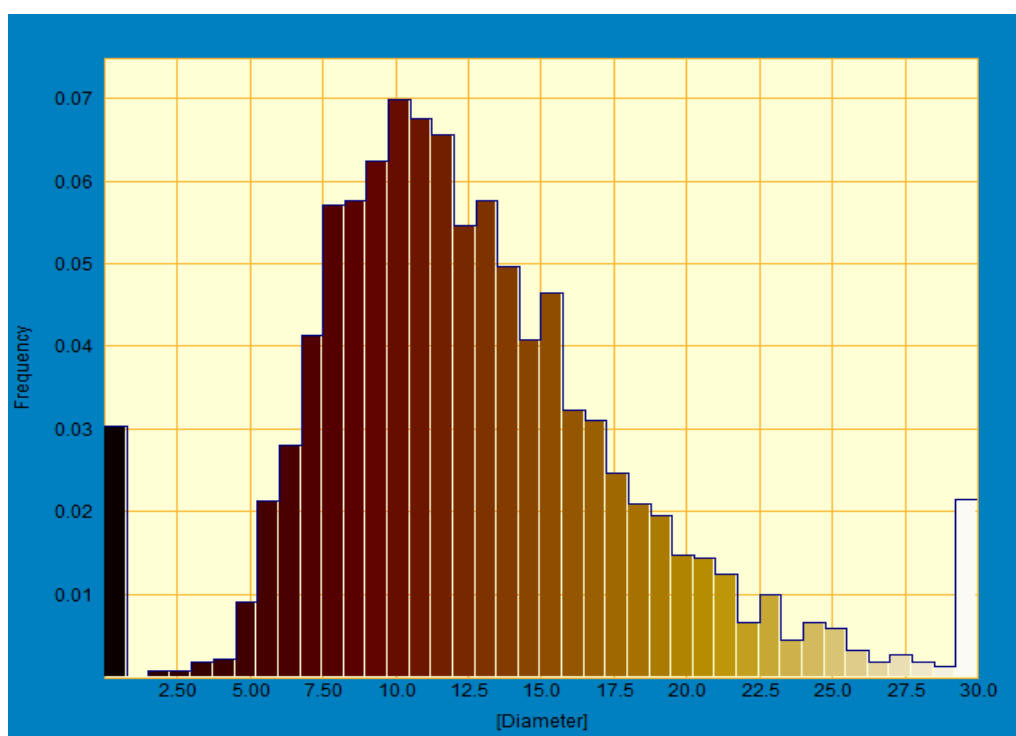
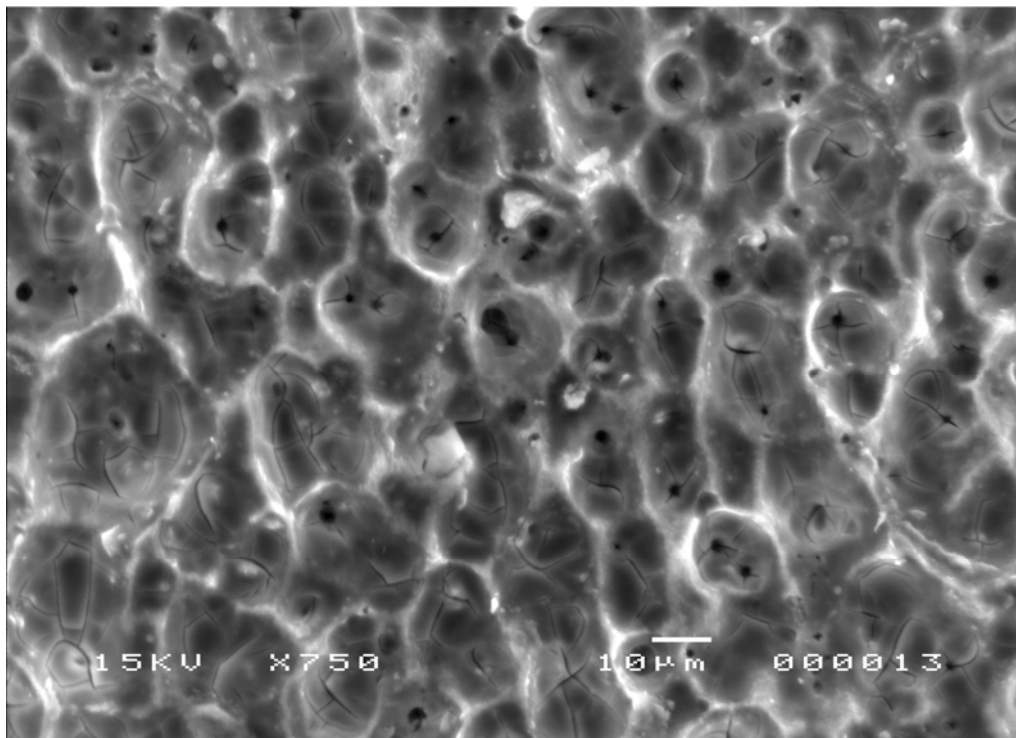


Figura 3.30. Rezultati i analizës së shëmbëllimit të AA 3004 pas 5 kalimeve ECAP.

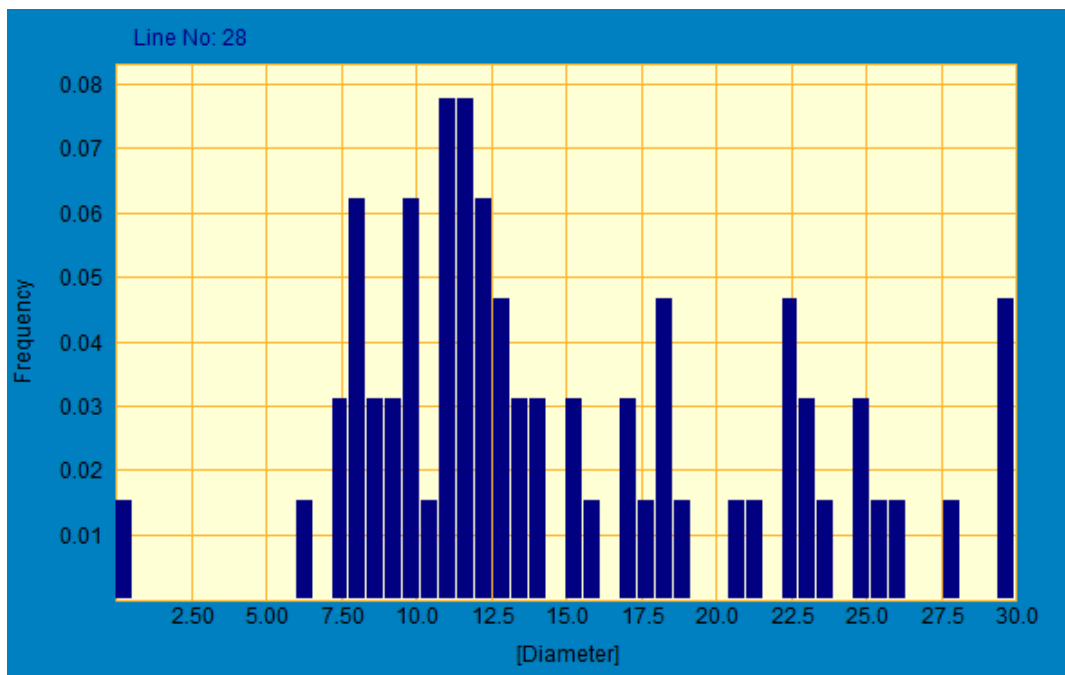
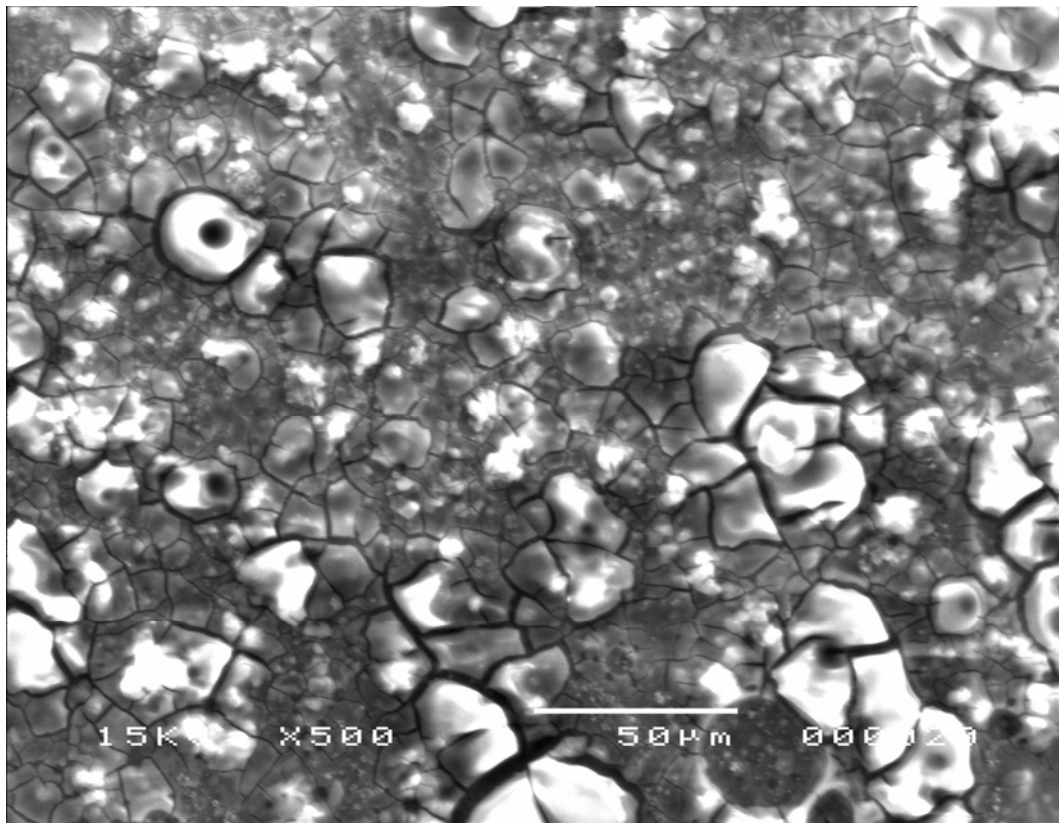


Figura 3.31 Rezultati i analizës së shëmbëllimit të AA 3004 pas 6 kalimeve ECAP.

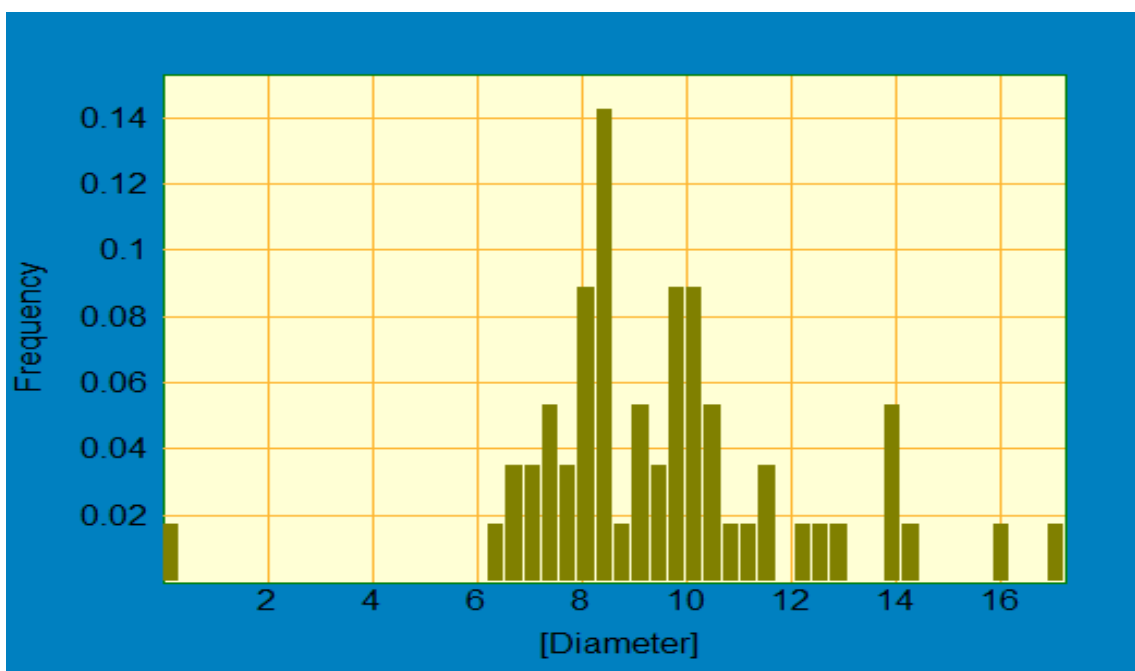
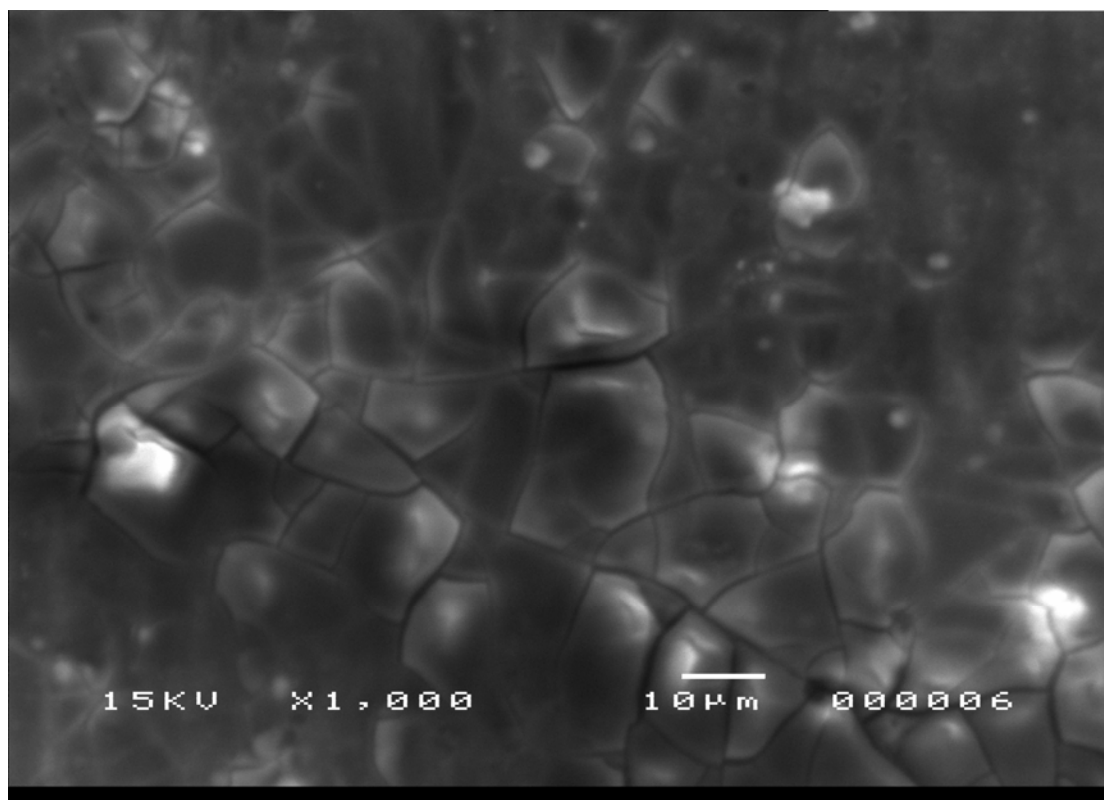


Figura 3.32 Rezultati i analizës së shëmbëllimit të AA 3004 pas 2 kalimeve ECAP.

KAPITULLI IV

PËRFUNDIMET:

1. Dy lidhje industriale alumini AA 3004 dhe AA 5754 ju nënshtruan deformimit të Fortë Plastik me metodën ECAP, duke përdorur rrugën B_C , nëpër 1 deri në 6 kalime në stampë. Vetitë mekanike të këtyre lidhjeve u vlerësuan nëpërmjet provave mekanike dhe duke matur mikrofortësinë Vickers në 2 plane ortogonalë. Mikrostruktura u vrojtua duke përdorur mikroskop optik dhe mikroskop elektronik me skanim (SEM). Nga studimi i kryer mund të nxirën përfundimet e mëposhtme.
2. Mbas deformimit të fortë plastik përmasa mesatare e kokrrizës u zvogëlua nga $\sim 70 \mu\text{m}$ dhe $50 \mu\text{m}$ deri në $\sim 11 \mu\text{m}$.
3. Nga kurbat e përfutuara në tërheqje vihet re që materialet e përpunuar me ECAP pësojnë një fortësim nga deformimi që prej kalimit të parë nëpër stampë. Për lidhjen AA 5754 vlera e kufirit të rrjedhshmërisë (ose sforcimi për deformimin 0.2%) rritet me një faktor ~ 3 herë; nga $\sim 80 \text{ MPa}$ në lidhjen e papresuar deri në $\sim 240 \text{ MPa}$ pas një kalimi të vetëm në ECAP dhe më pas për kalimet shtesë rritja është relativisht e vogël.
4. Për lidhjen AA3004 kurbat tregojnë që deformimet relativisht të vogla SPD (2 kalime nëpër stampën ECAP) rrisin mjaft fortësinë në kurriz të plasticitetit (zgjatimit deri në këputje), ndërsa deformimet më të mëdha SPD (4X) rrisin plasticitetin, ndërkohë që rrisin më tej fortësinë. Kjo është e ndryshme me sjelljen mekanike klasike të metaleve që deformohen në mënyrë plastike. Në teknikat konvencionale të deformimit plastik të metaleve si petëzimi, tërheqja, kuposja etj., deformimi më i madh plastik shkakton një fortësim nga deformimi duke rritur fortësinë, por nga ana tjetër zvogëlon plasticitetin e metalit (zgjatimit deri në këputje). Kjo sjellje mekanike jo e zakonshme, d.m.th. kombinimi i jashtëzakonshëm i fortësisë së lartë dhe plasticitetit të lartë i vërejtur tek metalet që i nënshtrohen deformimit plastik (SPD), i detyrohet nanstrukturës së veçantë të prodhuar gjatë përpunimit SPD.
5. Kombinimi i kokrrizave ultra të imta (ultrafine) me densitetin e lartë të dislokimeve, sic duket mundëson deformimin sipas mekanizmave të rinj. Për metalet kokrrizë

ashpër mekanizmat kryesorë të deformimit janë lëvizja e dislokimeve dhe binjakëzimi. Besohet që kokrrizat ultra të imta me kufij kokrrizash me kënd të madh, pengojnë lëvizje e dislokimeve dhe rrjedhimisht rrisin fortësinë (strength). Në të njëjtën kohë, këto kokrriza mund gjithashtu të lehtësojnë funksionimin e mekanizmave të tjerë të deformimit si rrëshqitjen e kufijve të kokrrizave, që stimulon rrotullimin e kokrrizave dhe përmirëson plasticitetin.

6. Matje të mikrofortësisë Vickers u realizuan në materialet e presuara me ECAP nga 1-6 kalime për lidhjet AA5754 dhe AA 3004 në dy plane reciprokisht pingulë (plane ortogonale). Matjet treguan që fortësia në thelb është e pavarur nga plani i prerjeve dhe vlera e HV rritet papritmas pas një kalimi të vetëm, por pastaj rritet ngadalë me kalimet e tjera shtesë. Për lidhjen AA 3004 vlera mesatare e mikrofortësisë rritet me afërsisht 2 herë pas 2 kalimeve dhe më pas HV vazhdon të rritet por me sasi më të vogla.
7. Me qëllim për të studiuar zhvillimin e homogjenitetit të deformimit, u realizuan matje të mikrofortësisë në 2 plane tërthor dhe gjatësor, për lidhjen AA 3004, të presuar me ECAP nga 1-6 kalime. Për këtë u matën vlerat e mikrofortësisë në tre linja njëra në qendër dhe dy të tjera sipër dhe poshtë linjës qendrore, të ndara në largësi 2mm nga linja qendrore. Matjet treguan që vlerat e mikrofortësisë janë të shpërndara pothuajse në mënyrë homogjene në të dy planet tërthor dhe gjatësor, për të tre linjat, mbas 6 kalimeve nëpër stampën ECAP.
8. Studimet e mëparshme në literaturë [26-30] kanë treguar se ka një lidhje mjaft të mirë midis vlerave të matura të mikrofortësisë dhe strukturës së brendshme të materialit. Rrjedhimisht mund të themi që përpunimi me ECAP i lidhjes AA3004 prodhon një mikrostrukturë mjaft homogjene gjate gjithë kampionit të presuar në planet tërthore dhe gjatësore.
9. Mikrostrukturat u ekzaminuan me SEM dhe madhësia e kokrrizës së materialit të presuar u përcaktua duke përdorur metodën e ndërprerjes lineare.
10. Rezultatet tregojnë se mikrostruktura dhe mikro-fortësia evoluojnë me rritjen e deformimit në mënyrë që, pas 6 kalimeve të plota, struktura është pothuajse homogjene në të gjithë rrafshet e ndarjes tërthore të shufrës.

11. Mikro-fortësia mesatare rritet përafërsisht me një faktor 2 pas dy kalimeve neper stampën ECAP dhe më tej mikro-fortësia vazhdon të rritet, por në një sasi më të vogël.
12. Vrojtimet mikro-strukture tregojnë që ka një zvogëlim të përmasës së grimcës nga $\sim 50\mu\text{m}$ në gjendjen fillestare deri në $\sim 12\mu\text{m}$ pas 6 kalimeve nëpër stampën ECAP.
13. ECAP- është një mjet shumë efektiv për arritjen e reduktimit substancial të madhësisë së kokrrizës të lidhjeve komerciale AA3004 dhe AA5754. Investigimet mikrostrukture tregojnë se struktura e zgjatur e kokrrizave të formuara qysh në kalimin e parë përmes stampës ECAP, shndërrohet në strukture nënkokrrizore me nënkokrriza pothuajse ekuiaksiale të ndara nga kufijtë kokrrizash me kënd të madh.
14. Rezultatet e përftuara janë në përputhje me raportet e mëparshme dhe me literaturën mbi zhvillimin e homogjenitetit të lidhjeve të Al, të përpunuara me ECAP.
15. Rezultatet demonstrojnë se një mikrostrukture e qëndrueshme është formuar pas 6 kalimeve dhe kjo strukture arsyeshëm mbetet e qëndrueshme deri në 6 kalime
16. Punimi tregoi se zvogëlimi i madhësisë së kokrrizës çon në një përmirësim të ndjeshëm të fortësisimit dhe të vetive mekanike të lidhjeve të studiuara të Aluminit AA3004 dhe AA 5754 të përpunuara me ECAP në temperaturë ambienti.

REFERENCAT

1. R. Z. Valiev, T. G. Langdon: *Prog. Mater. Sci.* **51**, 2006, p. 881–981
2. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon: *Metall. Mater. Trans.*, **29A**, 1998, p. 2503-2510
3. M. Kawasaki, Z. Horita, T.G. Langdon: *Material Science and Engineering*, **A524**, 2009, p. 143-150
4. O.E. Hall, *Proc. Roy. Soc.*, **B 64**, 1951, p.747-753
5. N. J. Patch, J.: *Iron Steel Inst.*, **174**, 1953, p. 25-28
6. Y. Iwahashi, J.Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon: *Scr.Mater.*, **35**, 1996, 143 -145
7. A. Vevecka, P. Cavaliere, M. Cabbibo, E. Evangelista, T.G. Langdon: *Journal of Materials Science Letters*, **20**, 2001, 17, p. 1601-1603
8. R.Z. Valiev, I.V. Islamgaliev, I.V. Alexandrov: *Progr.Mater. Sci.*, **45**, 2000, p. 103-189
9. V.M. Segal: *Mat. Sci. and Eng.*, 1999, **A271**, p. 322-333
10. T. Kvackaj, J. Bidulska, M. Fujda, R. Kocisko, I. Pokorny , O. Milkovic: *Materials Science Forum*, Vols. **633-634**, 2010, p. 273-302
11. T. Kvackaj , R. Kocisko, J. Bidulska, R. Bidulský, J. Dutkiewicz: *Chemické Listy*, Vol. **105**, 2011, No. **16**, p. 514-516
12. T. Kvačkaj, R. Kočiško, I. Pokorný, J. Bidulská, M. Kvačkaj, A. Kováčová, R. Bidulský, L. Litynska-Dobrzynska and J. Dutkiewicz: *Acta Physica Polonica A*, vol. **122**, 2012, p. 57-560
13. R.Z.Valiev, T.G. Langdon: *Progress in Materials Science*, **51**, 2006, p. 881-981
14. A. Vevecka – Priftaj, A. Böhner, J. May, H.W. Höppel, M. Göken: *Mater. Sci. Forum*, **741**, 2008, p. 584-586
15. T.G. Langdon: *Materials Science and Engineering*, **A 462**, 2007, p. 3-11
16. C.Xu, S.Schroeder, P.Berbon, T.G.Langdon: *Acta Materialia*, **58**, 2010, p. 1379-1386
17. M. Prell, C. Xu and T.G. Langdon: *Mater. Sci. Eng.*, **A 480**, 2008, p. 449-455
18. S.N. Alhajeri, N.Gao, and T.G. Langdon: *Mater. Sci. Eng.*, **A 528**, 2011, p. 3833-3840
19. S.L. Semjatin, Semiatin, D.P. DeLo, E.B. Shell: *Acta Mater.*, **48**, 2000, p. 1841-1851
20. H.S. Kim: *Mater. Sci. Eng.*, **A 315**, 2001, p. 122-128
21. C.Xu, M.Furukawa, Z.Horita, T.G. Langdon: *Mater Sci. Eng.*, **A 398**, 2005, p. 66-76

22. H. Gleiter Progress in Materials Science 33 (1989) 223-315.
23. Zhu YT, Loë TC, Langdon TG. Scripta Mater 2004;51:825.
24. Valiev RZ., Islamgaliev I.V. Alexandrov IV, Progr.Mater. Sci. 2000;45:103-189
25. Zehetbauer M, Stüë H, Vorhauer A, Schafner E, Kohout J, Adv. Eng. Mater 2003;5:330-337
26. Valiev RZ. Langdon T.G. Progress in Materials Science 51 ,2006 881–981
27. Vevecka – Priftaj A, Böhner A, May J, Höppel H.Ë, Göken M., Mater. Sci. forum , vols 584-586 2008, 741-747
28. Langdon T.G. Materials Science and Engineering A 462 , 2007, 3–11
29. R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov, Materials Science and Engineering A1 (1993) 223-248.
30. O.V. Mishin, V. Yu. Gerstman, R.Z. Valiev, G. Gottstein, Scripta Materials (1996) 34-43.
31. V.V. Rubin, Large plastic deformation and destruction of metals. Moscow : Metalurgia, 1987.
32. J. G. Sevillano, P. Van Houtte, E. Aernoudt, Progress in Materials Science. (1980) 25-69.
33. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Saka i, Acta Materialia, 47, (1999) 579-583.
34. Y.T. Zhu, TC. Lowe, TG. Langdon. Scripta Materials (2004) 51, 825-830.
35. M. Zehetbauer, H. Stüwe, A.Vorhauer, E.Schafner, J.Kohout, Advanced Engineering Materials 5 (2003) 330-337.
36. A.Vevecka–Priftaj, A. Böhner, J. May, H.W. Höppel, M. Göken: Materials Science Forum, Vols. 584-586 (2008) 741-747.
37. M. Prell, C. Xu and T.G. Langdon, Materials Science and Engineering A 480 (2008) 449-455
38. C. Xu, S.Schroeder, P. Berbon, T.G. Langdon Acta Materialia 58 (2010) 1379–1386.
39. R.C. Hibbeler, Mechanics of Materials, 8th ed., Pearson-Prentice Hall, NJ (2011) (ISBN 9780136022305).
40. M. Kawasaki, Z. Horita, T.G. Langdon, Material Science and Engineering A524, 143 (2009).
41. A.A. Salem, T.G. Langdon, T.R. McNelley, C.R. Kalidindi, S.I. Semiatin, Metall. Mater. Trans. A 37A 2879-2891 (2006).
42. R.Z. Valiev, I.V. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Progr.Mater. Sci. 45, 103-189 (2000).
43. H. Gleiter, Prog. Mater. Sci. 33, 223-315 (1989).

44. M. Prell, C. Xu and T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 480, 449-455 (2008).
45. Valiev RZ, editor. *Ultrafine-grained materials prepared by severe plastic deformation*, vol. 21, *Annales de Chimie. Science des Materiaux*, 1996, p. 369, Special issue.
46. Gleiter H. *Progr Mat Sci* 1989;33:223.
47. Weertman JR. *Mater Sci Eng* 1993;A166:161.
48. Koch CC, Cho YS. *Nanostructured Mater* 1992;1:207.
49. Morris DG. In: *Mechanical behavior of nanostructured materials*. Switzerland: Trans Tech. Publ, 1998. p. 85.
50. Pavlov VA. *Phys Met and Metallogr* 1989;67:924.
51. Rybin VV. *Large plastic deformations and destruction of metals*. Moscow: Metallurgia, 1987.
52. Valiev RZ, Korznikov AV, Mulyukov RR. *Mater Sci Eng* 1993;A168:141.
53. Valiev RZ, Alexandrov IV, Islamgaliev RK. In: Chow GM, Noskova NI, editors.
54. *Nanocrystalline materials: science and technology*. Nato ASI. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1998. p. 121.
55. Valiev RZ, Kaibyshev OA, Kuznetsov RI, Musalimov RSh, Tsenev NK. *DAN SSSR* 1988;301(4):864.
56. Valiev RZ, Krasilnikov NA, Tsenev NK. *Mater Sci Eng* 1991;A137:35.
57. Valiev RZ, Islamgaliev RK. Superplasticity and superplastic forming. In: Ghosh AK, Bieler, TR, editors. *The Minerals, Metals and Materials Society*, 1998, p.117.
58. Valiev RZ, Islamgaliev RK. *Fiz Met Metalloved* 1998;85:161.
59. Valiev RZ. *Nanostructured Mater* 1995;6:73.
60. Smirnova NA, Levit VI, Pilyugin VI, Kuznetsov RI, Degtyarov MV. *Fiz Met Metalloved* 1986;62:566.
61. Smirnova NA, Levit VI, Degtyarov MV. *Fiz Met Metalloved* 1988;65:1027.
62. Valiev RZ, Ivanisenko YuV, Rauch EF, Baudelet B. *Acta Mater* 1997;44:4705.
63. Valiev RZ. Synthesis and processing of nanocrystalline powder. In: David L. Bourell, editors.
64. Alexandrov IV, Zhu Y, Lowe T, Islamgaliev RK, Valiev RZ. *Metall Mater Trans*
65. Segal VM, Reznikov VI, Drobyshevskij AE, Kopylov VI. *Metally* 1981;1:115.

66. Iwahashi Y, Wang J, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. Scripta Mater 1996;35:143. [26] Segal VM. Mater Sci Eng 1995;A197:157.
67. Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. Acta Mater 1998;46:1589.
68. Ferrase S, Segal VM, Hartwig KT, Goforth RE. Metall Mater Trans 1997;28A:1047.
69. Salishchev GA, Valiahmetov OR, Galeev RM, Malysheva SP. Russian Metally 1996;4:86.
70. Bridgmen J. In: Processing of metals under high pressure conditions. Techizdat M, 1936, Moscow: p. 230, (Russian translation).
71. Mishin OV, Gertsman VYu, Valiev RZ, Gottstein G. Scripta Mater 1996;35:873. [44] Valiev RZ, Mishra RS, Grosa J, Mukherjee AK. Scripta Mater 1996;34:1443.
72. Shen H, Li Z, Gunther B, Korznikov AV, Valiev RZ. Nanostructured Mater 1995;6:385.
73. Mazurskiy MI, Murzinova MA, Salischev GA, Afonichev DD. Russian Metally 1995;6:83.
74. Gertsman VYu, Birringer R, Valiev RZ, Gleiter H. Scr Metall Mater 1994;30:2294. [49] Islamgaliev RK, Chmelik F, Kuzel R. Mater Sci Eng 1997;A234-236:335.
75. Valiev RZ, Kozlov EV, Ivanov YuF, Lian J, Nazarov AA, Baudelet B. Acta Metall Mater
76. Furukawa M, Ma Y, Horita Z, Nemoto M, Valiev RZ, Langdon TG. In: Chandra T, Sakai T, editors. Proc. Int. Conf. On Thermomechanical Processing of Steels and Other Materials, 1997, p. 1875.
77. L. F. Mondolfo, Manganese in Aluminium Alloys, Manganese Centre, Neuilly sur Seine, France, (1977).
78. B. D. Craig, Handbook of Corrosion Data, p. 17, ASM International, Metals Park, USA, (1960).
79. W. D. Callister, Materials Science and Engineering: An Introduction, p. 372, John Wiley & Sons, Inc., USA, (1999).
80. A. K. Vasudevan and R. D. Doherty, Aluminum Alloys-Contemporary Research and Applications, p. 76-83, 137-167, Treatise on Materials Science and Technology, 31, H. Herman Editor. Academic Press, Inc., USA., (1989).
81. R. G. Kamat and S. Saimoto, in Proceedings of The 3rd International Conference on ALUMINIUM ALLOYS (ICAA3): Their physical and mechanical properties, Trondheim, Norway, 3, p. 291-296, (1992).

82. D. T. L. Alexander and A. L. Greer, *Acta Materialia*, 50, 2571-2583 (2002).
83. D. L. Sun, S. B. Kang, and H.S.Koo, *Materials Chemistry and Physics*, 63, 37-43 (2000).
84. L. F. Mondolfo, *Aluminum Alloys: Structure and Properties*, Butterworth & Co (Publishers) Ltd, London, UK, (1976).
85. M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, *Journal of Materials Science*, 36, 2835 (2001).
86. Afseth, *Metallurgical Control of Filiform Corrosion of Aluminium Alloys*, Norwegian University of Science and Technology, (1999).
87. R. Ambat and A. J. Davenport, Unpublished results, The University of Birmingham, (2002).
88. R. E. Smallman and R. J. Bishop, *Modern Physical Metallurgy & Materials Engineering*, p. 224, Butterworth-Heinemann, Oxford, (1999).
89. Y.T. Zhu and T.C. Lowe, "*Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process*", *Mater. Sci. Eng. A* 291, p. 46, 2000.
90. M. Wagenhofer, M. Erickson-Natishan, R.W. Armstrong and F.J. Zerilli, "*Influence of strain rate and grain size on yield and serrated flow in commercial Al-Mg alloy 5086*", *Scripta Materialia* 41, p.1177, 1999
91. L.S. Tóth, R.A. Massion, L. Germain, S.C. Baik and S. Suwas, "*Analysis of texture evolution in equal channel angular extrusion of copper using a new flow field*", *Acta Mater.* 52, p. 1885, 2004.
92. C. Teodosiu, "*Materials science input to engineering models*", In: *Modelling of Plastic Deformation and Its Engineering Applications*, (S.I. Andersen et al., Eds.), RisØ National Laboratory, Roskilde, Denmark, (Proc. 13th RisØ International Symposium on Materials Science), p. 125, 1992.
93. T. Tabata, H. Fujita, Y. Nakajima, "*Behavior of dislocations in Al- Mg single crystals observed by high voltage electron microscopy*", *Acta Met.*, 28, p. 795, 1985.
94. V.M. Segal, "*Materials processing by simple shear*", *Mater. Sci. Eng. A* 197, p. 157, 1995.
95. P. Rodrigues, "*Encyclopedia of Materials Science and Engineering – Supplementary*", vol. 1, Pergamon, Oxford, UK, p. 504, 1988
96. E.F. Rauch, L. Dupuy, "*Textural Evolution during Equal Channel Angular Extrusion versus Planar Simple Shear*", in '*Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*', Wiley-VCH (2004), *Proceedings of the Conference NANOSPD2*, (M. Zehetbauer and R.Z. Valiev eds) Vienna, 9-13 décembre 2002, p. 297, 2002.

97. S.Ferrasse V.M. Segal, K.T. Hartwig, R.E. Goforth, “Microstructure and Properties of Copper and Aluminum Alloy 3003Heavily Worked by Equal Channel Angular Extrusion,” Metall. Mater. Trans. A 28, p. 1047, 1997
98. J.E. Hatch, “*Work hardening, recovery, recrystallization, and grain growth*” In: Aluminium – Properties and physical metallurgy, American Society for Metals, p. 105, 1984.