

UTICAJ TEHNOLOŠKIH PARAMETARA NA STRUKTURU I SVOJSTVA HLADNO SINTEROVANOG GVOŽĐA

THE EFFECT OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF COLD SINTERED IRON

MILUTIN R. ĐURIČIĆ¹, ZAGORKA S. AĆIMOVIĆ-PAVLOVIĆ²

¹Fakultet za industrijski menadžment- Kruševac,

²Tehnološko-metalurški fakultet-Beograd

Primljeno: 02. 12. 2005.

IZVOD

U radu je istražena zavisnost formiranja mikrostrukture od tehnoloških parametara hladnog sinterovanja praha gvožđa. Akcenat je dat na proučavanje osobnosti građe materijala obzirom na kristalnu strukturu, veličinu zrna i evoluciju mikrostrukturnih konstituenata. Problem stabilnosti mikrostrukture, pre svega sa termodinamičke tačke gledišta, posebno je proučen. Prikazana je korelacija svojstava hladno sinterovanog materijala i strukture imajući u vidu mehanizam i kinetiku procesa konsolidacije, probleme deformacije čestica praha pri presovanju i uslove stvaranja defekata rešetke. Za realizaciju istraživanja izrađen je po sopstvenoj originalnoj konstrukciji, uređaj za visoke pritiske za konsolidaciju materijala. Uređaj je konstruisan tako da postoji mogućnost izmene uslova konsolidacije materijala promenom pritiska presovanja do 20 GPa, što korišćenjem umetaka specijalno izrađenih od kompozitnih materijala na bazi epoksi smola i staklenih vlakana omogućava izostatičko presovanje. Na uređaju je proučeno ponašanje praha gvožđa pri presovanju u opsegu pritisaka 4,5–12,5 GPa.

Ključne reči: hladnosinterovano gvožđe; tehnologija; struktura; svojstva; primena.

ABSTRACT

This study researches the influence of microstructure formation on the technological parameters of cold sintered iron powder. The emphasis is given to the study of the material characteristics structure in consideration of the crystal structure, grain size and evolution of the microstructure constituents. From the thermodynamic point of view, the problem of microstructure stability was studied in particular. The correlation of characteristics of cold sintered material and structure are illustrated, keeping in mind the mechanism and kinetics of the consolidation process, deformation problems of powder particles when being pressed and the conditions of grid defect reproduction. In order to achieve this research, a high pressure device was made according to our own original design for the consolidation of material. This device was made in such a way that it is able to change the conditions of the material consolidation by changing the pressure of pressing up to 20 GPa which by the use of special inserts made of composite material based on epoxy resin and glass fibers enable isostatic pressing. The device registered the behavior of iron powder during pressing within the range of 4,5-12,5 GPa.

Key words : cold sintered iron, technology, structure, properties, application

1. UVOD

Procesi presovanja i hladnog sinterovanja su veoma složeni i nedovoljno izučeni. U toku delovanja pritiska koji izaziva znatnu plastičnu deformaciju disperzne sredine, bez spoljašnjeg zagrevanja, istovremeno se odvija niz fizičko-hemijskih i termodinamičkih pojava i procesa tako da je definisanje opštih zakonitosti procesa hladnog sinterovanja izuzetno težak problem. Ovo tim pre ako se ima u vidu da ispresak predstavlja neravnotežni termodinamički sistem [1-5].

Za opisivanje procesa presovanja i hladnog sinterovanja neophodno je pratiti i kontrolisati procesne parametre koji karakterišu termodinamičko stanje disperznog sistema, a pre svega: brzinu promene gustine materijala, vreme presovanja, temperaturu, spoljni pritisak, kao i niz reoloških parametara koji karakterišu fizičko-hemijska svojstva praha i njegov oblik. Zbog teškoća u definisanju skupa reoloških parametara nije moguće sa sigurnošću dati opštu jednačinu procesa presovanja. Jedan od najvažnijih zadataka i teorije i prakse presovanja metalnih prahova je utvrđivanje zakonitosti između pritiska presovanja i gustine ispreska i ti problemi su intenzivno istraživani. Za rešavanje tog zadatka određivan je, pre svega deformacioni mehanizam zgušnjavanja praha koji obuhvata elastičnu, plastičnu i strukturnu komponentu deformacije između čestica. Sve to doprinosi sagledavanju prirode procesa približavanja čestica pri hladnom sinterovanju praha i utvrđivanju gustine praškastog tela. [6-11] Obzirom da se ovom tehnologijom mogu dobiti materijali sa unapred zadatim svojstvima, koje je veoma teško ili nemoguće postići drugim tehnologijama, neohodno je u potpunosti istražiti strukturu. Osnova za to je elektronska struktura kojom se najpotpunije može opisati zavisnost struktura-svojstva i struktura-tehnologija. Većina teorija koje se odnose na tumačenje elektronske strukture odnose se na idealan kristal. Realan materijal sa svojim defektima znatno se, po svojstvima, razlikuje od teorijski idealnog. Za teoriju i praksu konsolidacije materijala važne su deformacija i generacija defekata strukture. Od niza defekata građe-tačkasti, linijski, površinski, zapreminski prevashodni uticaj imaju dislokacije. Razvijeno je više teorijskih modela za približno izračunavanje energije defekata pakovanja, energije formiranja vakansija i intersticija i energije formiranja dislokacija, što omogućava dobijanje podataka o elektronskoj strukturi kristala u okolini defekata.[12-15] Dislokacije bitno menjaju fizička i mehanička svojstva materijala. Direktna posledica umnožavanja dislokacija u toku plastične deformacije je pojava deformacionog ojačavanja. Pod uticajem plastične deformacije metali postaju tvrdi i čvršći, a istovremeno i krtiji. Dislokacije igraju dvostruku ulogu u metalnim materijalima podvrgnutim dejstvu rastućeg naprezanja, pri čemu čestice praha trpe vrlo složena naponska stanja. U početku procesa presovanja dislokacije pomažu česticama da menjaju svoj oblik i time očuvaju svoju celovitost pri delovanju spoljašnjih sila. Nakon toga dolazi do otežanog kretanja dislokacija i nastupanja momenta razaranja čestica metalnog praha. Nasuprot ovog procesa, pri

određenim naprezanjima dolazi do smanjenja gustine dislokacija u metalnim česticama, odnosno odvija se proces rekristalizacije. Time se u jako deformiranoj strukturi stvaraju nova zrna sa malom gustinom dislokacija. Tada se materijal može ponovo deformisati, i ako treba, ponovo rekristalisati.

Za proces hladnog sinterovanja veoma je važno unutrašnje trenje, koje spada u neelastična (relaksaciona) svojstva materijala. Ono uslovljava pretvaranje energije mehaničke deformacije u toplotu i vezano je za narušavanje termodinamičke ravnoteže u materijalima pri njihovoj deformaciji. Saglasno savremenim predstavama, uzrok unutašnjeg trenja je kretanje dislokacija. S toga može se konstatovati da deformacija metala pri presovanju dovodi do smanjenja unutrašnjeg trenja i otežavanja kretanja dislokacija [13-16].

Procesi konsolidacije praha sinterovanjem i toplim presovanjem praćeni su procesima rekristalizacije, koji mogu dovesti do rasta zrna. Dostizanje granične gustine ne dovodi i do postizanja željene čvrstoće. Tehnologija visokih pritiska neutralizuje to dejstvo i zahvaljujući njoj dobija se sitnozrna struktura i povišena mehanička svojstva u niskotemperaturnoj oblasti. Eksperimentalno je dokazano da, u slučaju kasnije primene klasičnog sinterovanja, temperature sinterovanja uzoraka dobijenih presovanjem sa visokim pritiscima znatno su niže od onih dobijenih presovanjem sa niskim pritiscima (temperature se kreću oko $0,5 T_f$). [17,18].

Pri presovanju praškastih materijala odvija se jednovremeno nekoliko elementarnih procesa, od kojih su najvažniji: pakovanje čestica tokom njihovog složenog kretanja u masi praha i deformacija i lom čestica. Na intenzitet ovih procesa utiče čitav niz faktora kao što su: veličina, oblik, unutrašnja poroznost i razuđenost čestica, njihova raspodela veličina, debljina oksidnog sloja, količina gasova, tvrdoća, količina dodatog veziva i maziva, vrsta i konstrukcija alata i ispreska. Svojstva ispreska zavise od svih pomenutih faktora.

Proces konsolidacije praškastih tela ogleda se u obrazovanju kontakta između čestica praha. Svi procesi pri presovanju metalnih prahova odvijaju se, uglavnom, na kontaktnim površinama čestica, tako da se proučavanje presovanja odnosi na takozvane kontaktne procese.

Prema podacima iz literature [19-21] vidi se da ne postoji jedinstvena teorija konsolidacije praha, što ukazuje da još uvek nisu objašnjeni svi fenomeni procesa sinterovanja praha pod visokim pritiskom vezani za pregurpisavanje čestica, plastičnu deformaciju ili puzanje u ispresku i povećanje efekata površinskog napona kao pokretačke sile difuzije. Takođe, treba imati u vidu da se pomenuti mehanizmi razlikuju međusobno u zavisnosti od niza unutrašnjih parametara procesa (veličina vrata, pritisak gasa u porama, gustina ispreska) i spoljašnjih (pritisak i temperatura), kao i da se njihov relativni doprinos menja sa napredovanjem konsolidacije. Razjašnjenje delovanja pojedinih elementarnih mehanizama moguće je primenom dijagrama presovanja, čemu je u eksperimentu posvećana posebna pažnja.

2. EKSPERIMENT

2.1. Material i metode

Za eksperimentalna istraživanja hladnog sinterovanja korišćen je prah gvožđa, proizvod firme Hoganäs, čistoće 99,76%. Prah je imao sunderastu mikrostrukturu.

U cilju karakterizacije praha Halovim uređajem određena je brzina isticanja praha i nasipna gustina. Rezultati ovih merenja dati su u tabeli 1. Takozvana "zelena" gustina ispreska merena je pri pritisku 412 MPa, koji je propisan standardom.

Tabela 1 - Karakteristični parametri gvoždenog praha

Table 1 - Characteristic parameters of iron powder

Brzina isticanja praha [s/g]	0,64
Nasipna gustina praha [kg/m ³]	2410
Gustina ispreska pod 412 MPa [kg/m ³]	6540

Raspodela veličina čestica praha određivana je laserskim analizatorom tipa "Malvern 3600". Rezultati analize pokazali su da je u pitanju polidisperzni prah u kome najveću relativnu frekvenciju poseduju granulacije praha veličine 54,8 do 118,4 μm (oko 63%), dok čestica dimenzija od 3 do 17,7 μm ima svega 5%, u ukupnom sastavu mešavine praha.

Za hladno sinterovanje korišćeni su cilindrični uzorci $\Phi 10 \times 10$ mm pret-hodno pripremljeni predpresovanjem na laboratorijskoj presi pod pritiskom 0,4 GPa, brzinom presovanja 0,083 mm/s. Ovako pripremljeni uzorci postavljeni su u uređaj za visoke pritiske, u kome je vršeno presovanje pod različitim pritiscima presovanja u opsegu od 4,5 do 12,5 GPa, i brzinom presovanja 0,016 mm/s (oznaka uzoraka prema tabeli 2.). Tokom procesa hladnog sinterovanja praćena je promena gustine uzorka u zavisnosti od pritiska. Merenja su vršena preciznim elektronskim davačima za pritisak, odnosno hod klipova alata. Praćena je promena visine ispreska u zavisnosti od pritiska. Gustine konsolida u zavisnosti od pritiska određivane su hidrostatičkom vagom. U tabeli 2 dati su dobijeni rezultati.

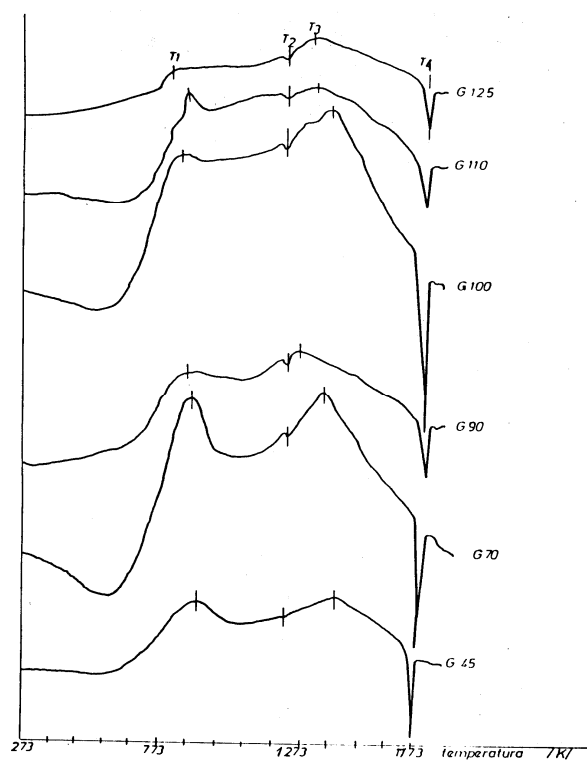
Karakterizacija hladnosinterovanih uzoraka vršena je praćenjem toplotnih efekata metodama diferencijalne termijske analize (DTA) na uređaju tipa "Netsch". Za ispitivanje uzimana je uvek ista masa materijala konsolida (oko 0,5 g). Brzina zagrevanja je bila 20 K/min. DTA je vršena u opsegu od 293 do 1773 K. Metoda DTA korišćena je za detekciju skrivene energije deformacije koja se generiše tokom plastične prerade praha. Ova energija jednovremeno može da na određen način bude i mera defektnosti datog sistema, ako se imaju u vidu neravnotežni defekti nastali tokom plastične deformacije. Na slici 1. prikazane

su krive DTA dobijene zagrevanjem konsolida gvožđa na osnovu kojih su određene karakteristične temperature egzo i endotermnih procesa (tabela 3).

Tabela 2 - Gustina konsolida gvožđa

Table 2 - Density of iron sample

Oznaka uzorka	Pritisak presovanja [GPa]	Gustina ispreska [kg/m ³]	Gustina konsolida [kg/m ³]	Relativna gustina [%]
G45	4,5	6240	7280	92,62
G60	6,0	6240	7280	92,62
G65	6,5	6180	7250	92,24
G70	7,0	6230	7310	93,00
G80	8,0	6170	7300	92,88
G90	9,0	6400	7380	93,91
G100	10,0	6210	7420	94,40
G110	11,0	6230	7520	95,67
G125	12,5	6200	7670	97,58



Slika 1 - Eksperimentalne krive DTA dobijene zagrevanjem konsolida
 Figure 1 - Experimental DTA curves obtained by heating cold sintered iron samples

Tabela 3 - Karakteristične temperature egzo i endotermnih procesa konsolidacije gvožđa

Table 3 - Characteristic temperature exo- and endothermic process

Uzorak	Karakteristična temperatura procesa (K)			
	T ₁	T ₂	T ₃	T ₄
G45	873	1203	1423	1773
G70	823	1203	1343	1773
G90	773	1203	1253	1773
G100	773	1183	1373	1773
G110	823	1183	1333	1773
G125	773	1183	1323	1773

Iz rezultata se vidi da se egzotermni procesi odigravaju u opsegu temperatura 773-873 K, odnosno 1253-1423 K, dok se u opsegu temperatura 1183-1203 K, odnosno 1773 K odigravaju endotermni efekti koji odgovaraju topljenju materijala. Endotermni efekat na 1773 K odgovara temperaturi $\gamma \rightarrow \delta$ preobražaja, koji je verovatno pomeren zbog uslova dobijanja uzoraka (visoki pritisci).

Mikroskopska proučavanja vršena su posmatranjem sveže prelomljenih površina praha i konsolida gvožđa metodama svetlosne mikroskopije i metodama skanirajuće elektronske mikroskopije.

Svetlosna mikroskopija na poliranim površinama uzoraka vršena je u cilju određivanja veličine i raspodele pora. U cilju daljeg izučavanja evolucije mikrostrukturnih komponenata tokom hladnog sinterovanja posmatrane površine su hemijski nagrizane sa reagensom 5% nitalom u toku 10 s. Posmatranjem poliranih i nagriženih površina konsolida gvožđa uočene su promene poroznosti, veličine zrna i oblika čestica u zavisnosti od pritiska presovanja polaznih uzoraka. Mikroskopska ispitivanja prelomnih površina vršena su skanirajućom elektronskom mikroskopijom a omogućila su analiziranje veze i uzajamnog delovanja dislokacija iz zapremine zrna i dislokacija iz granica zrna.

U cilju utvrđivanja mehanizama procesa koji se odvijaju u česticama praha gvožđa pri hladnom sinterovanju određivana je termoelektromotorna sila (TEMS), jačina koercitivnog polja krive magnetizacije (Hc), električna otpornost (ρ_{el}), i mikrotvrdoća (Hv)-(tabela 4).

Merenje diferencijalne TEMS između hladnosinterovanog uzorka i ne-deformisanog uzorka gvožđa vršena je uobičajenim metodama [7]. Pri merenju TEMS korišćene su radne merne otpornosti (20 i 40 Ω) i glavanometar čija je greška merenja manja od 0,1%. Merenje je vršeno u pet tačaka na različitim delovima ispitivanog uzorka.

Tabela 4 - Rezultati ispitivanja mikrotvrdoće, specifične električne otpornosti, TEMF i H_c hladno sinterovanog gvožđa

Table 4 - Testing results of the microhardness, specific electrical resistance, TEMF & H_c of cold sintered iron

Uzorak	Hv (Gpa)	ρ_{el} (m Ω cm)	TEMF (mV)	Hc (A/cm)
G45	0.79	58	36.7	638
G60	0.98	43	22.9	625
G65	1.08	39	23.9	611
G70	1.09	31	22.7	623
G80	1.15	28	22.6	622
G90	1.26	16	25.5	533
G100	1.30	12	24.8	528
G110	1.50	9	29.3	553
G125	1.59	7	16.9	465

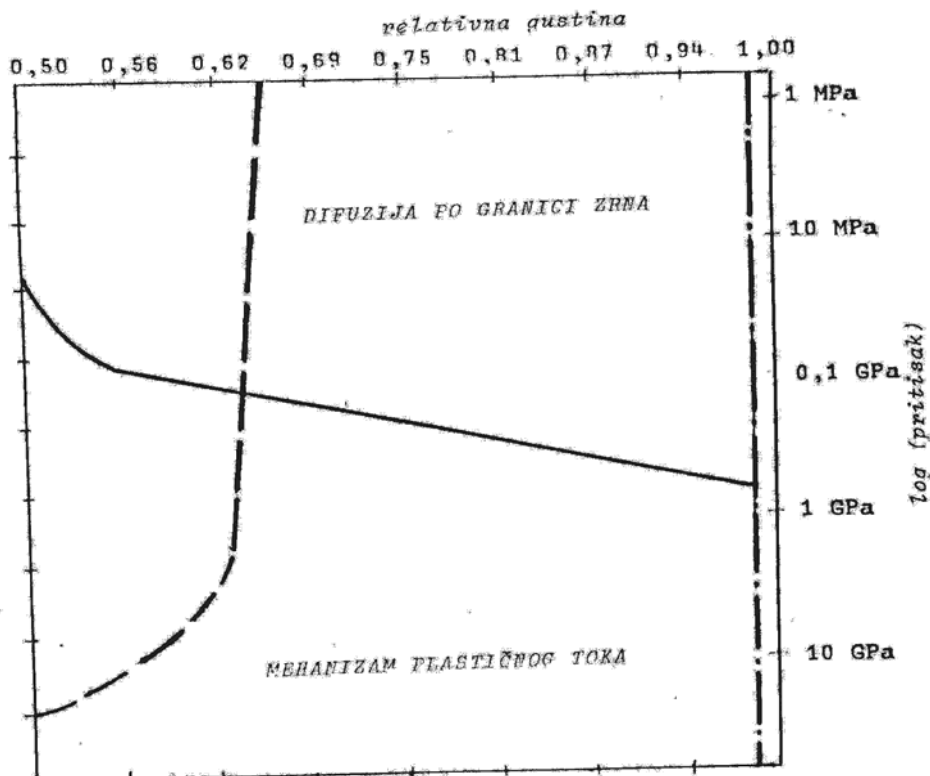
Određivanje jačine koercitivnog polja krive magnetizacije konsolida gvožđa (H_c), saglasno standardu, vršeno je indukcijom metodom preciznim kompaktnim mernim uređajem tipa "Forster-Koercimat 1095". Rezultati merenja prikazani su u tabeli 4.

2.2. Presovanje i hladno sinterovanje gvožđa

Opšti mehanizmi procesa koji se odigravaju tokom hladnog sinterovanja mogu se razmotriti pomoću dijagrama presovanja. Osnova za definisanje dijagrama presovanja bilo je praćenje promene gustine ispreska u toku vremena u zavisnosti od temperature, spoljnog pritiska koji okružuje ispresak, poluprečnika pora, zapremine prosečne čestice. Hladno presovanje pod visokim pritiscima karakterišu kombinovane pokretačke sile koje mogu indukovati zapreminsku difuziju, difuziju po granicama zrna, dislokaciono puzanje i plastičnu deformaciju. Na bazi eksperimentalnih podataka i različitih vrednosti fizičko-hemijskih parametara α - gvožđa uzetih iz literature, konstruisan je dijagram presovanja iz koga se vidi da pri hladnom presovanju preovladava mehanizam plastičnog toka, što je saglasno sa eksperimentalnim podacima. Na slici 2. prikazan je dijagram hladnog sinterovanja koji važi za konsolide G45 do G125.

Usled kompleksnog delovanja svih relevantnih sila u toku procesa hladnog sinterovanja promena mikrotvrdoće materijala na specifičan način može da definiše i objasni posledice nastale odigravanjem elementarnih procesa na mikronivou (generacija dislokacija, ojačavanje materijala). Izvršena teorijska analiza mehanike hladnog sinterovanja u direktnoj je vezi sa definisanjem dijagrama

presovanja i daje mogućnost da se dublje shvate i uzroci delovanja pojedinih mehanizama u određenim oblastima pritiska. Promena mikrotvrdoće H_v konsolida, kao karakteristike jačine materijala u uslovima složenog naponskog stanja, pokazuje da pri povišenju pritiska presovanja, saglasno ranijim razmatranjima, dolazi do stalnog ojačavanja materijala (tabela 4).



Slika 2 - Deformacioni dijagram sinterovanja α - gvožđa ($a=89 \mu\text{m}$; $T=300 \text{ K}$;
 - - - granica stadijuma 1- stadijum 2; ---- granica stadijum 2- stadijum 3)
 Figure 2 - Deformational diagram of α -iron sintering ($a=89 \mu\text{m}$; $T=300 \text{ K}$;
 - - - border of phase 1- phase 2; ----- border of phase 2 – phase 3)

REZULTATI I DISKUSIJA

Pri hladnom sinterovanju gvožđa primenom pritiska od 4,5 do 12,5 GPa mehanizmi procesa konsolidacije i sinterovanja praha su složeni i zahtevali su kompleksna eksperimentalna istraživanja. Prvi stadijum hladnog sinterovanja vezan je za pritiske više od 4,5 GPa do 8 GPa. Njega karakteriše veliko učešće elastičnih deformacija tokom procesa, što sve dovodi do sporijeg porasta gustine

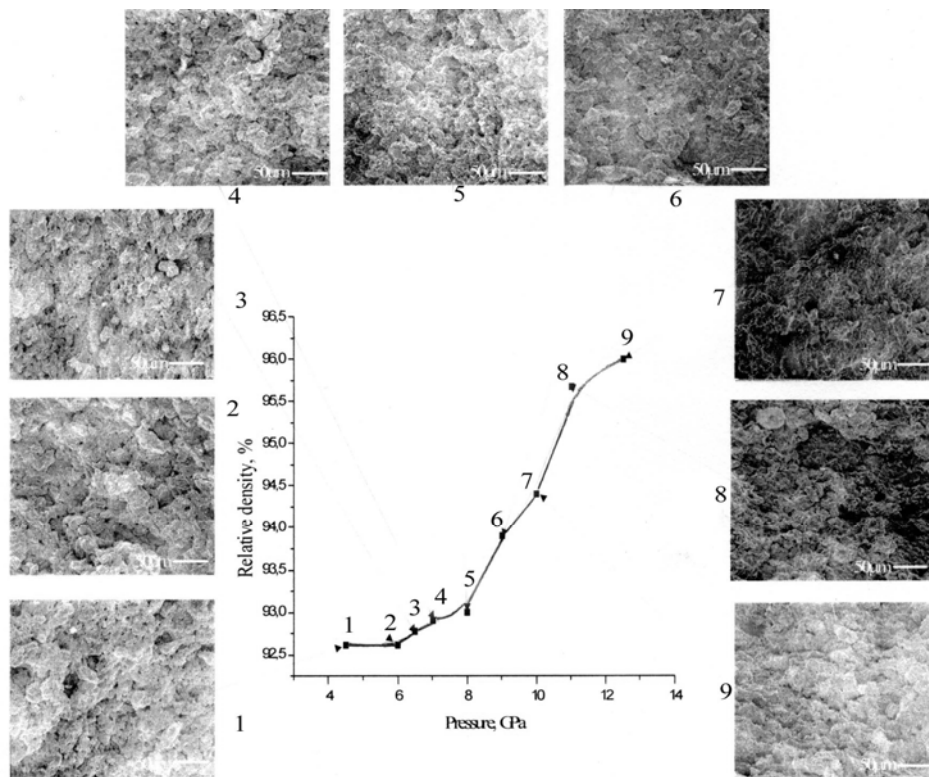
konsolida gvožđa i relativno je slabija deformacija gvožđa. Drugi stadijum hladnog sinterovanja vezan je za pritiske više od 8 GPa. Njega karakteriše izrazitija plastična deformacija zrna, bolje zatvaranje pora i manja elastična deformacija zrna, što dovodi do bržeg porasta gustine konsolida gvožđa (tabela 2.; slika 3.). Dobijanje neporoznog materijala sa maksimalnom gustinom moguće je pri pritiscima broičano jednakim teorijskoj jačini materijala. Iz ovoga se izvodi zaključak da su granični pritisak i gustina određeni strukturom i fizičko-hemijskim svojstvima praha. Međutim, činjenica je da se neporozan materijal zbog uticaja elastičnih deformacija u praksi ne može dobiti. Osnovni mehanizmi koji se odigravaju pri hladnom sinterovanju praha gvožđa, u dva pomenuta stadijuma, mogu se pratiti i na mikriskopskim snimcima uzoraka. Promena gustine hladnosinterovanih uzoraka je direktno proporcionalna promeni pritiska presovanja. Sa povećanjem pritiska presovanja dolazi do povećanja gustine uzoraka, koja se kretala od 92,62% za $P=4,5$ GPa do 97,58% teorijske gustine gvožđa za $P=12,5$ GPa (tabela 2., slika 3).

Kao što je eksperimentalnim istraživanjima pokazano pri hladnom sinterovanju praha gvožđa dolazi do generacije dislokacija. Oporavljanje sinterovanog materijala sa gledišta nestajanja dislokacija iz materijala pri zagrevanju uz karakteristično oslobađanje skrivene energije deformacije, u ovom slučaju, utvrđeno je diferencijalno termijskom analizom (slika 1). Detaljna analiza dobijenih termograma (tabela 3.) pokazuje da se oporavljanje deformisanog materijala odigrava u dva stadijuma (873-773 K i 1423-1323 K). Pri tome sa povišenjem pritiska presovanja proces oporavljanja se odigrava na nižim temperaturama, što ukazuje da su dislokacije generisane pod višim pritiscima pokretljivije.

Činjenica da se oporavljanje odigrava u dva stadijuma ukazuje da iz materijala najpre izlaze dislokacije koje sadrže nižu skrivenu energiju deformacije, dok tek po dostizanju temperature koja omogućava intenzivnije kretanje strukturnih konstituenata materijala mogu izlaziti i delimično umrežene dislokacije.

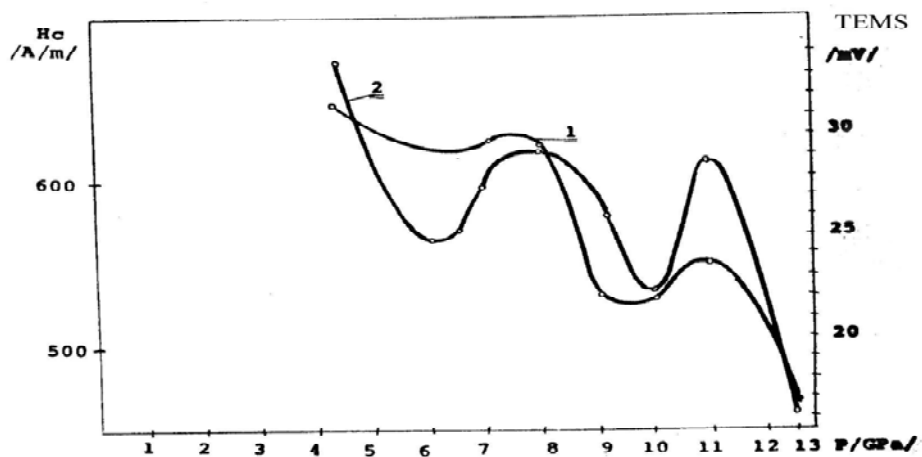
U prvom stadijumu hladnog sinterovanja (od 4,5 do 8 GPa) najverovatnije dolazi do intenzivnije generacije dislokacija u granicama zrna i mikropukotina. Povećanjem pritiska iznad 8 GPa dolazi do porasta gustine dislokacija, do smanjenja TEMS, odnosno do smanjenja koercitivne sile (slika 4.). Ovo je u saglasnosti sa rezultatima ispitivanja DTA.

Pri pritiscima većim od 10 GPa verovatno može doći do fazne transformacije u strukturi gvožđa. Promena TEMS odvija se u saglasnosti sa faznim transformacijama u strukturi, a opadanje H_c vezano je sa smanjenjem defektnosti strukture usled rekristalizacionih procesa.



Slika 3 - Uticaj pritiska presovanja na gustinu hladnosinterovanog gvožđa

Figure 3 - The effect of the pressure on the density of cold sintered iron



Slika 4 - Zavisnost jačine koercitivnog polja H_c i TEMS od pritiska presovanja praha gvožđa: 1-izmerene vrednosti H_c ; 2- izmerene vrednosti TEMS

Figure 4 - The dependence of the coercive field strength H_c and TEMF on pressing pressure of iron: 1-measured values H_c ; 2-measured values TEMF

Merenje specifične električne otpornosti hladnosinterovanog gvožđa (tabela 4.) pokazalo je da sa povišenjem pritiska preosovanja otpornost opada sa vrednosti $58 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ (uzorak G45) do vrednosti $7 \times 10^{-3} \Omega \text{cm}$ (uzorak G125). Analiza zavisnosti specifične električne otpornosti od pritiska presovanje pokazala je da su u potpunoj saglasnosti sa proučavanjem zavisnosti gustine konsolida od pritiska presovanja. Time je i na ovaj način potvrđeno da se proces hladnog sinterovanja, u posmatranom opsegu pritiska presovanja, odvija u dva stadijuma. U prvom stadijumu hladnog sinterovanja (pri pritisku presovanja do 8 GPa) imamo manju gustinu konsolida, i manje intiman kontakt čestica praha, i kao posledicu toga višu specifičnu električnu otpornost i njeno relevantno sporije opadanje sa porastom pritiska. Povećanjem površine kontakta između čestica praha, odnosno povećanjem gustine konsolida imamo intenzivnije opadanje specifične električne otpornosti. Ovako ponašanje konsolida gvožđa nije samo posledica povećanja kontaktne površine između čestica, već i generacija defekata u materijalu pod uticajem visokih pritisaka. Dokazano je strukturnom analizom da pri povišenju pritiska dolazi pre svega, do generacije dislokacija, čijom interakcijom, mogu nastati i tačkasti defekti. Sve ovo doprinosi pozitivnom uticaju pritisaka na povećanje provodnositi. Ovo dokazuje i merenje TEMS konsolida gvožđa, pri čemu je očigledno da se u okviru oba stadijuma sinterovanja na elektronskom nivou odigravaju složeniji procesi. Oni su svakako na nivou finijih defekata od linijskih koji su neposredna posledica plastične deformacije materijala nastale tokom delovanja visokih pritisaka.

4. ZAKLJUČAK

U je radu proučavana konsolidacija gvožđa hladnim sinterovanjem sa ciljem da se pronade funkcionalna veza između tehnologije, sastava i svojstava. Detaljno je izučena zavisnost formiranja mikrostrukture od uslova presovanja i hladnog sinterovanja gvožđa u intervalu pritisaka presovanja od 4,5 GPa do 12,5 GPa. Utvrđeno je da se proces hladnog sinterovanja gvožđa odvija u dva stadijuma (prvi stadijum u intervalu pritisaka 4,5 GPa do 8 GPa i drugi stadijum u intervalu od 8 GPa do 12,5 GPa).

Na osnovu analiza svih svojstava konsolida gvožđa može se zaključiti da se u pojedinim stadijumima hladnog sinterovanja odvijaju sledeće promene:

- sa porastom pritiska presovanja rastu: gustina konsolida, deformisanost zrna, usmeravanje zrna u pravcu normalnom na osu presovanja; smanjuje se hrapavost prelomljenih površina do potpunog nestanka na kraju drugog stadijuma hladnog sinterovanja;

- lom uzoraka se odvija u prvom stadijumu po granicama susednih čestica praha, a u drugom i kroz unutrašnjost zrna;
- sa povećanjem opterećenja dolazi do ojačavanja čestica, a mehanizmi ojačavanja su različiti u različitim intervalima pritiska presovanja; mikrotvroća čestica praha raste sa porastom pritiska presovanja
- pojačava se intimnost međusobnog kontakta čestica praha, usled čega sa porastom pritiska presovanja dolazi do smanjenja specifične električne otpornosti materijala, dok je promena TEMS i H_c različita za pojedne vrednosti pritiska što ukazuje na složenost procesa hladnog sinterovanja.

Imajući u vidu da svi defekti u čvrstom telu na određen način utiču na njegova mehanička svojstva. posebna pažnja posvećena je problemu deformacije čestica praha pri presovanju i generaciji defekata. Konstruisan je dijagram hladnog sinterovanja gvožđa i utvrđeno je da je odgovorni mehanizam denzifikacije materijala plastični tok. Pod dejstvom visokog pritiska uspostavlja se intimni, fizički kontakt i adhezija između upravo formiranih oksidnih i čistih površina čestica. Zbog izuzetnog praktičnog značaja presovanja i hladnog sinterovanja gvožđa detaljno su izučeni ovi procesi naročito sa stanovišta utvrđivanja glavnih zavisnosti između tehnoloških parametara i svojstava konsolida. Objasnjene su neke pojave koje karakterišu proces konsolidacije materijala hladnim sinterovanjem. Utvrđeno je da postoji mogućnost upravljanja svojstvima konsolidovanog gvožđa promenom veličine primenjenog pritiska. Prema ovim rezultatima utvrđeno je da hladno sinterovanje u cilju dobijanja konsolida željenih svojstava treba izvoditi pri pritiscima većim od 9 GPa.

LITERATURA

- [1] M. J. Rodes, "Principles of powder technology", John Wiley and Sons, Chichester, New York (1990) 439.
- [2] R. M. German, "Powder Metallurgy Science-Powder fabrication", MPIF, Princeton, N.J., USA, (1994), 650.
- [3] A. Guljaev, T. Moskvina, "Vlijanie plotnosti na mehaničeskie svojstva poroškovoju konstrukcionnoj stali", Gorjačije pressovanie, Novočerkask, NPI, (1989), s. 100-108.
- [4] G. V. Samsonov, "Problemi sozdanija neorganičeskih veščestv i materijalov s zadanimi svojstvami". Serbian Academy of Sciences and Arts, Belgrade, Yugoslavia, (1978)
- [5] J. F. Phis: "Metal Physics-Defects and their Aggregates in Metals ", Universtity of Sussex, (1972).
- [6] K. G. Wertheim, A. Hausman, W. Sander, "The Electronic Structure of Point Defects", Nort-Holland Publ. Comp., Amsterdam-London, (1973).
- [7] M. Đuričić, "Uticaj tehnoloških parametara na strukturu i svojstva hladno-sinterovanog gvožđa", doktorska disertacija, Centar za multidisciplinarne studije Univerziteta u Beogradu, (1988).
- [8] E. Gutmans, A. Lantey, "Cold Sintered - a new consolidation process in progres in powder metallurgy ", MPIF, Princeton, Proceedings, p. 654-660, (1984).
- [9] A. Wider, Met. And Mater. Technolog., 16 (1), (1994), 3.
- [10] M. Ristić, "Principi nauke o materijalim-Polikristalični materijali", BIGZ Belgrade, 1993.
- [11] R. Simeunović, A. Maričić, N. Šušić, "Kinetics of the Thermal Recovery of Metal Powder", Science of Sintering, 28 (2000), Belgrade (Spec. Issue).
- [12] M. Mitkov, D. Božić, Z. Vujović, "Powder Metallurgy", Institute Vinča - Belgrade, 1998.
- [13] A. Žornjak, V. Olikier, G. Morgun, G. Volkogon, Poroškovaja metalurgija, 5 (1990), s. 6.
- [14] L. F. Pryadko, A. P. Spak, Yu. A. Kunitsky, M. M. Ristić: "Electron aspect of structure formation in transition metal alloys", Science of Sintering in the XXI Century, (2002), Belgrade, p. 11.

- [15] V. Dimić, D. Blagojević, D. Stefanović, V. Paunović. "A contribution to the prognosis of some microstructure features of sintered ceramic materials" *Science of Sintering in the XXI Century*, (2002), Belgrade, p. 120.
- [16] H. P. Klug, L. E. Alecsandar, "X-ray diffraction procedures", John Weley and Sons, second edition (1978).
- [17] M. Đuričić, Z. Aćimović-Pavlović, "Investigation of mathematical relations between technological parameters and properties of cold-sintered iron", *Advanced Science and Technology of sintering*, edited by Stojanović and all, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York (1999), p.565-568.
- [18] E. Y. Gutmans, *Powder Metall. Inter.*, 12 (4), (1988), 178.
- [19] E. Y. Gutmans, A. Lawlay, in *Advanced in Powder Metallurgy*, MPIF, New Jersey, (1990), p. I
- [20] L. F. Prjadko, A. P. Špak, Yu. A. Kunicki, "Klasterni mehanizam difuzije i sinterovanja: Korelacioni efekti atomske i elektronske strukture", *Fundamentalni problemi nauke o sinterovanju*, Belgrade School of Sintering, Proceedings, (2003), p 3.
- [21] D. Drndarević, M. Đuričić, "Modelovanje procesa sinterovanja pomoću neuronskih mreža", *Fundamentalni problemi nauke o sinterovanju*, Belgrade School of Sintering, Proceedings, (2003), p. 33