



**AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE**

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej

Katedra Plastycznej Przeróbki Metali

Rozprawa doktorska

**WPŁYW ROZDROBNIENIA STRUKTURY
NA MECHANIZMY UMOCNIEŃ STALI NISKOWĘGLOWYCH
ODKSZTAŁCANYCH PLASTYCZNIE**

mgr inż. **Krzysztof Muszka**

PROMOTOR: dr hab. inż. Janusz Majta, prof. AGH

Praca dofinansowana w ramach grantu
promotorskiego N507 14831/0029

Kraków, 2008

SPIS TREŚCI

SPIS WAŻNIEJSZYCH OZNACZEŃ I SKRÓTÓW	5
1 OPRACOWANIE LITERATUROWE – STAN ZAGADNIENIA	8
1.1 Rys historyczny oraz podstawowe pojęcia związane z rozdrobnieniem struktury .	8
1.2 Sposoby uzyskiwania struktur ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych	11
1.2.1 Symulator <i>MaxStrain</i>	13
1.3 Mechanizmy odkształcenia	14
1.3.1 Podstawy fizyczne odkształcenia plastycznego	14
1.3.1.1 Zanik efektu spiętrzania dyslokacji na granicach ziarn	15
1.3.1.2 Model sprężystego odkształcenia granic ziarn (Bow-out)	16
1.3.1.3 Poślizg po granicach ziarn	18
1.3.1.4 Wzrost znaczenia strefy granic ziarn – tzw. efekt „rdzenia i płaszcz” (Core and Mantle)	19
1.3.1.5 Powstawanie pasm ścinania	20
1.3.1.6 Źródła i ujścia dyslokacji w granicach ziarn	21
1.3.2 Podział na obszary działania poszczególnych mechanizmów odkształcenia .	23
1.4 Mechanizmy umocnienia	25
1.4.1 Umocnienie roztworowe	25
1.4.2 Umocnienie odkształceniowe	28
1.4.3 Umocnienie dyslokacyjne	29
1.4.4 Umocnienie od podstruktury	31
1.4.5 Umocnienie cząstkami faz obcych	32
1.4.6 Umocnienie od granic ziarn	37
1.5 Efekty silnego rozdrobnienia struktury	40
1.5.1 Własności wytrzymałościowe i udarność	43
1.5.2 Własności plastyczne	45
1.6 Modele naprężenia uplastyczniającego	49
1.6.1 Kompozytowy model Bensona-Meyersa	49
1.6.2 Model Parka	51
1.6.3 Model <i>KHL</i> (Khan – Huang – Liang)	52
2 CEL I TEZA PRACY	55
3 BADANIA DOŚWIADCZALNE	56
3.1 Cel i zakres badań	56
3.2 Materiały badawcze	57
3.3 Urządzenia i techniki wykorzystane dla uzyskania struktury drobnziarnistej i ultra-drobnziarnistej	58
3.3.1 Proces kontrolowanego walcowania	58

3.3.2	Proces z wykorzystaniem silnej akumulacji odkształcenia plastycznego – symulator MaxStrain	63
3.3.2.1	Niejednorodność mikrostruktury i własności w materiałach uzyskanych po odkształceniu na symulatorze MaxStrain.....	64
3.4	Badania mikrostruktury	67
3.4.1	Mikroskopia optyczna.....	68
3.4.2	Prześwietleniowa mikroskopia elektronowa <i>TEM</i>	68
3.4.3	Analiza <i>EBSD</i> (Electron Back Scattered Diffraction)	69
3.5	Badania własności mechanicznych	70
3.5.1	Badania własności mechanicznych materiału wyjściowego	70
3.5.2	Badania własności mechanicznych próbek po walcowaniu	71
4	WYNIKI BADAŃ.....	74
4.1	Rozdrobnienie struktury po procesie walcowania.....	74
4.1.1	Analiza mikrostrukturalna	74
4.1.2	Własności mechaniczne	81
4.1.3	Niejednorodność mikrostruktury i własności	84
4.2	Rozdrobnienie struktury po odkształceniu przy wykorzystaniu symulatora <i>MaxStrain</i>	86
4.2.1	Analiza mikrostruktury	86
4.2.2	Analiza wyników <i>EBSD</i>	89
4.2.3	Własności mechaniczne	94
4.2.4	Analiza niejednorodności mikrostruktury i własności mechanicznych w próbkach po odkształceniu MaxStrain	98
5	MODEL NAPRĘŻENIA UPLASTYCZNIAJĄCEGO DLA STRUKTUR ULTRA-DROBNOZIARNSTYCH.....	100
5.1	Wybór i wstępna weryfikacja modelu.....	100
5.2	Weryfikacja przyjętego modelu dla różnych warunków odkształcenia	103
5.3	Modyfikacja modelu <i>KHL</i>	109
5.4	Weryfikacja zmodyfikowanego modelu <i>KHL</i>	111
5.5	Plan dalszych badań	114
6	PODSUMOWANIE I WNIOSKI KOŃCOWE.....	115
	LITERATURA.....	117

SPIS WAŻNIEJSZYCH OZNACZEŃ I SKRÓTÓW

- A^* – powierzchnia aktywacji; m^2 , cm^2
- A_{C0} – parametr związany z prędkością odkształcenia w pełzaniu Cobla
- A_{r3} – temperatura rozpoczęcia przemiany austenit-feryt; $^{\circ}C$
- b – długość wektora Burgersa; nm, μm , mm, cm
- b_d – współczynnik reprezentujący przyrost gęstości dyslokacji
- C – parametr występujący w równaniu KHL
- C_A – spadek prędkości dyslokacji podczas zdrowienia
- C_i – koncentracja atomów pierwiastków obcych w roztworze
- c_1, \dots, c_5 – stałe występujące w równaniach Zerilliego – Armstronga
- CR – prędkość chłodzenia; $^{\circ}C/s$, K/s
- d – wielkość ziarna; nm, μm , mm
- d_{α} – wielkość ziarna ferrytu; μm
- d_{γ} – wielkość ziarna austenitu; μm
- D_B – średnia odległość między granicami ziarn lub wielkość komórki, nm, μm
- d_e – średnia średnica zastępcza ziarna; nm, μm , mm
- D_{gb} – współczynnik dyfuzji granic ziarn
- f – udział objętościowy wydzielen
- f – gęstość granic szerokokątowych
- f_0 – parametr reprezentujący oddziaływanie pomiędzy atomami a dyslokacją
- F – siła obciążająca; N
- G – moduł ścinania; MPa, GPa
- HV – twardość mierzona sposobem Vickersa
- K – moduł ściśliwości; MPa
- k_B – stała Boltzmann'a; J/K
- k_s – stała powiązana z wytrzymałością granic podziarn
- k_y – współczynnik nachylenia w równaniu Halla-Petcha
- l – średnia odległość pomiędzy przeszkodami; mm
- L – średnia długość dyslokacji, nm, μm , mm, cm
- m – czułość naprężenia na prędkość odkształcenia
- M – współczynnik Taylora
- n – wykładnik umocnienia
- n_0, n_1 – współczynniki w równaniu KHL

$[Nb]_{pre}$ – ilość Nb rozpuszczonego
 $[Nb]_{sol}$ – ilość Nb wydzielonego
 R – stała gazowa; J/mol K
 r – promień cząstki, nm
 r – odległość źródła od granicy ziarna lub promień oddziałującej linii poślizgu (jeśli źródło jest wewnątrz granicy); nm, μm , mm
 R_e – granica plastyczności; MPa
 R_e/R_m – zapas plastyczności;
 R_m – wytrzymałość na rozciąganie; MPa
 S_1, S_2 – systemy poślizgu
 S_1', S_2' – systemy poślizgu poprzecznego
 S_v – obszar granicy ziarn na jednostkę objętości
 T – temperatura bezwzględna; K, $^{\circ}\text{C}$
 t – czas wytrzymania; s
 t_A – czas wyżarzania; s
 T_R – temperatura nagrzewania; $^{\circ}\text{C}$
 T_D – temperatura odkształcenia; $^{\circ}\text{C}$
 T_m, T_b – temperatura topnienia; K, $^{\circ}\text{C}$
 T_R – temperatura wygrzewania; K, $^{\circ}\text{C}$
 T_r – temperatura odniesienia; K, $^{\circ}\text{C}$
 t_R – czas wygrzewania; s
 T_S – temperatura rozpoczęcia przemiany austenit – ferryt; K, $^{\circ}\text{C}$
 V^* – objętość aktywacji; m^3 , cm^3 , mm^3
 X, x – odległość od środka próbki; mm
 ε – intensywność odkształcenia
 $\dot{\varepsilon}$ – intensywność prędkości odkształcenia
 $\dot{\varepsilon}_{ij}$ – tensor prędkości odkształcenia
 θ – kąt dezorientacji granic ziarn
 θ_{LAB} – średni kąt dezorientacji granic ziarn wąskokątowych
 κ – średnica wydzielonych cząstek; nm
 ν – współczynnik Poissona
 ρ – całkowita gęstość dyslokacji; m^{-2} , cm^{-2}
 ρ_i – gęstość dyslokacji geometrycznie niezbędnych; m^{-2} , cm^{-2}
 σ – intensywność naprężenia; MPa
 σ_n – naprężenie działające w kierunku normalnym; MPa

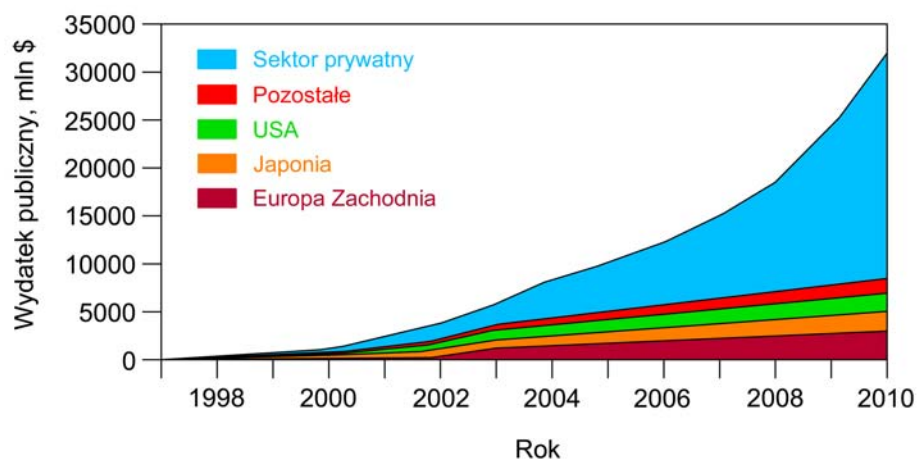
- σ_0 – naprężenie tarcia sieci; MPa
- $\hat{\sigma}_p$ – składowa naprężenia uplastyczniającego pochodząca od nieodkształconych cząstek; MPa
- σ_{ss} – umocnienie od roztworu stałego; MPa
- σ_p – umocnienie wydzieleniowe; MPa
- σ_g – umocnienie od granic ziarn; MPa
- σ_{sg} – umocnienie od substruktury; MPa
- σ_d – umocnienie dyslokacyjne; MPa
- σ_i – naprężenie wewnętrzne; MPa
- σ_{ij} – tensor naprężenia
- σ_p – naprężenie uplastyczniające; MPa
- σ^* – naprężenie pochodzące od barier aktywowanych cieplnie; MPa
- τ – naprężenie styczne; MPa
- τ_g – czas relaksacji potrzebny dla dysocjacji uwięzionych w granicy ziarna dyslokacji krawędziowych

- ARB* – proces walcowania pakietowego blach (z ang. *Accumulative Roll Bonding*)
- ATP* – procesy rozdrabniania struktury na drodze zaawansowanej przeróbki cieplno-plastycznej (z ang. *Advanced Thermomechanical Processing*)
- CEC* – proces cyklicznego wyciskania ściskającego (z ang. *Cyclic Extrusion Compression*)
- EBSD* – dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych (z ang. *Electron Back Scattered Diffraction*)
- EBU* – energia błędu ułożenia
- ECAP* – proces wyciskania przez matrycę kątową (z ang. *Equal Chanel Angular Pressing*)
- DBTT* – temperatura przejścia w stan kruchy (z ang. *Ductile to Brittle Transition Temperature*)
- HPT* – proces skręcania pod ciśnieniem (z ang. *High Pressure Torsion*)
- MES* – Metoda Elementów Skończonych
- MF* – proces wieloosiowego kucia (z ang. *Multiaxial Forging*)
- RST* – temperatura zatrzymania rekrytalizacji (z ang. *Recrystallization Stop Temperature*)
- SD* – odchylenie standardowe
- SEM* – skaningowa mikroskopia elektronowa
- SHPB* – technologia badania materiałów w warunkach bardzo dużych prędkości odkształcenia (z ang. *Split Hopkinson Pressure Bar*)
- SPD* – procesy z dużymi odkształceniami plastycznymi (z ang. *Severe Plastic Deformation*)
- TEM* – prześwietleniowa mikroskopia elektronowa

1 OPRACOWANIE LITERATUROWE – STAN ZAGADNIENIA

1.1 Rys historyczny oraz podstawowe pojęcia związane z rozdrobnieniem struktury

Wytwarzanie materiałów o coraz bardziej rozdrobnionej strukturze stanowi obecnie jeden z najprężniej rozwijających się obszarów badań w dziedzinie inżynierii materiałowej. Najlepiej świadczyć mogą o tym ogromne i w dalszym ciągu wzrastające nakłady środków pieniężnych na rozwój nanotechnologii (Rys. 1.1) [124]. Sama koncepcja uzyskiwania materiałów, zbudowanych z najdrobniejszych, możliwych do uzyskania cząstek, przypisywana jest Richardowi Feynmanowi, który w roku 1959 wygłosił przemówienie zatytułowane: „Tam na spodzie jest mnóstwo miejsca” (*There's Plenty of Room at the Bottom*)[25] na temat manipulowania atomami dla potrzeb tworzenia nowych materiałów. Samo pojęcie nanotechnologia zostało użyte po raz pierwszy w roku 1974 przez Taniguchi z University of Tokio, który dla potrzeb przemysłu elektronicznego opisał możliwości konstruowania materiałów na poziomie manometrycznym [122]. Dalszy rozwój nanotechnologii możliwy był głównie dzięki rozwojowi technik obserwacji nanostruktury. Przykładowo pojawienie się w roku 1981 mikroskopii skaningowej tunelowej, umożliwiło obserwowanie klastrów atomów, a zaprezentowana w roku 1991 przez firmę IBM technologia pozwoliła, przy użyciu jako narzędzia - sił atomowych, na zmianę ułożenia pojedynczych atomów ksenonu [132].

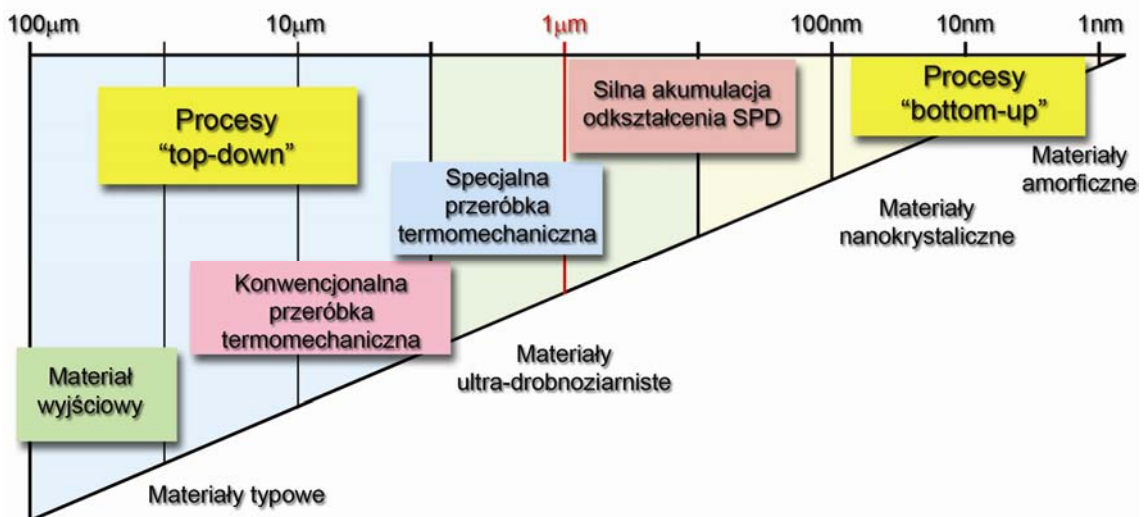


Rys. 1.1 Nakłady na nanotechnologie [124].

W celu uporządkowania istniejącego nazewnictwa w dalszej części pracy przyjęto następujący podział materiałów ze względu na uzyskany poziom rozdrobnienia i elementy strukturalne:

- materiały ultra-drobnziarniste,
- materiały nanokrystaliczne,
- materiały nanostrukturalne.

Najczęściej przyjmuje się, że odpowiednia dla danego stopnia rozdrobnienia struktury nazwa stosowana jest gdy dotyczy co najmniej 70% objętości. Należy w tym miejscu nadmienić, że stosowanie pojęcia nanomateriał powinno się ograniczać do takich materiałów, które oprócz silnego rozdrobnienia struktury (najczęściej poniżej 100nm) charakteryzują się nowymi własnościami (fizycznymi, mechanicznymi) wynikającymi z tego rozdrobnienia [128]. Początkowo nanomateriały uzyskiwane były głównie w niewielkiej objętości metodami, ogólnie określanymi pojęciem „*bottom-up*” – samoorganizacji (Rys. 1.2) - gdzie nanocząstki tworzą poprzez łączenie ze sobą atomów, klastrów atomów czy molekuł. Metody te obejmują takie procesy jak m.in. technika chemicznego osadzania nanocząstek z fazy gazowej, zagęszczanie nanoproszku, czy krystalizacja ze stanu amorficznego [30, 98, 62], a uzyskiwana tą drogą wielkość ziarna mieściła się poniżej 100nm (Rys. 1.2).



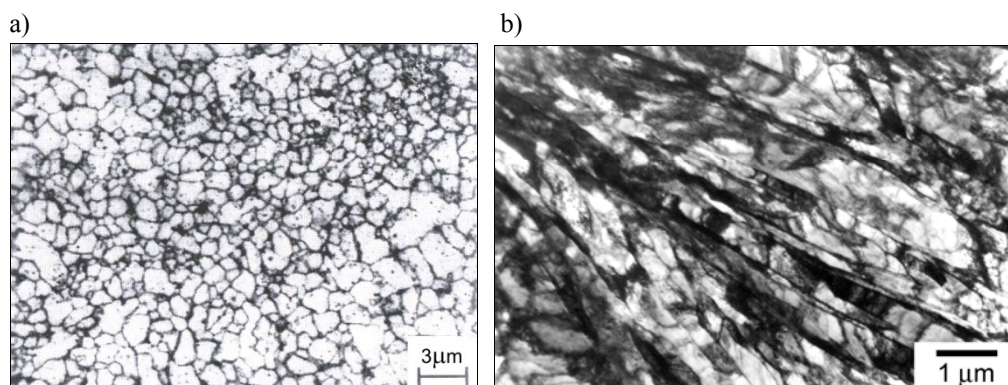
Rys. 1.2 Zakres uzyskiwanego rozdrobnienia struktury w metalach i stopach.

Druga grupa metod, pozwalających na uzyskanie większych objętości materiału o silnie rozdrobnionej strukturze (tzw. *bulk materials*), z materiału wyjściowego o strukturze typowej, ogólnie określana jest pojęciem „*top-down*” – rozdrabniania (Rys. 1.3). Grupa ta obejmuje procesy, wykorzystujące silną akumulację odkształcenia (z ang. *Severe Plastic Deformation – SPD*), a także specjalne procesy przeróbki cieplno-plastycznej (z ang. *Advanced Thermomechanical Processing – ATP*) [38, 39, 112, 139]. Chociaż wykorzystanie silnej energii odkształcenia do rozdrabniania struktury było

znane już wcześniej [107, 108], prawdziwy rozwój metod *SPD* nastąpił od roku 1993, kiedy to Valiev przedstawił je jako efektywne narzędzie do produkcji materiałów ultra-drobnoziarnistych [133]. Materiałami ultra-drobnoziarnistymi przyjęło się nazywać materiały, głównie metale i stopy, w których wielkość ziarna jest na poziomie ok. $1\mu\text{m}$.

Obecnie uzyskane rozdrobnienie struktury, przy wykorzystaniu tych metod, waha się, w zależności od materiału, od $1\mu\text{m}$ do ok. 100nm [128]. W przypadku specjalnej przeróbki cieplno-plastycznej do uzyskiwania struktur silnie rozdrobnionych, pierwsze próby dotyczące wykorzystania procesu walcowania na gorąco, miały miejsce na początku lat 80-tych, a uzyskane rozdrobnienie struktury w stalach mikrostopowych i węglowo-manganowych osiągnęło poziom $4\mu\text{m}$. W 1984r Yada wykorzystał proces walcowania na gorąco i ściskania, gdzie na drodze przemiany i rekrytalizacji dynamicznej ferrytu, uzyskali w stalach TRIP rozdrobnienie na poziomie $1\mu\text{m}$ [39].

Nanokrystalicznymi, nazywamy takie materiały, w których średnia wielkość ziarna jest mniejsza od $1\mu\text{m}$ oraz gdy wewnątrz ziarn nie występuje struktura dyslokacyjna lub jej obecność jest śladowa.



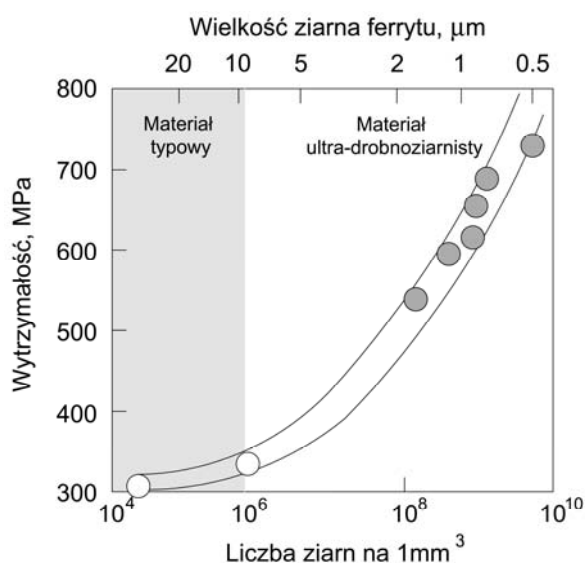
Rys. 1.3 Przykłady materiału nanokrystalicznego -a) i nanostrukturalnego -b)[39,114].

Przykładem może być rozdrobnienie ziarna uzyskane w wyniku rekrytalizacji dynamicznej po silnym odkształceniu plastycznym (Rys. 1.3a) [39]. Materiały nanostrukturalne, podobnie jak nanokrystaliczne charakteryzują się stopniem rozdrobnienia struktury poniżej $1\mu\text{m}$ ale dodatkowo ziarna posiadają silną podstrukturę (strukturę komórkową oraz dyslokacyjne granice wąskokątowe). Tego typu materiały otrzymujemy np. po silnym odkształceniu na zimno, gdy układy dyslokacyjne tworzą strukturę komórkową (Rys. 1.3b) [14].

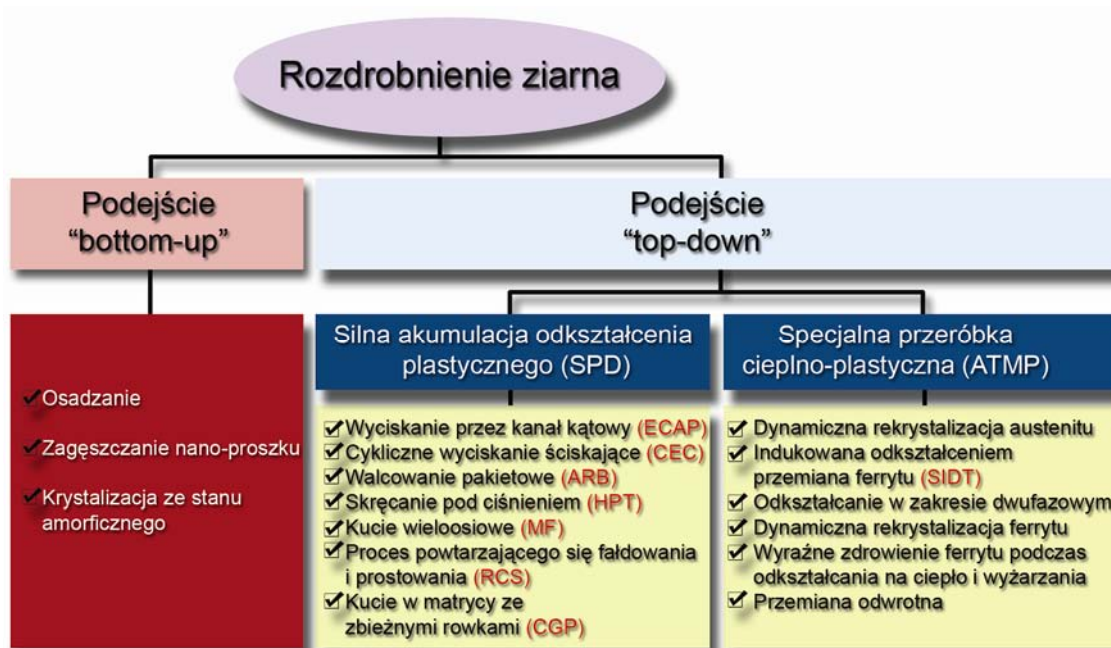
W niniejszej pracy wpływ rozdrobnienia na mechanizmy umocnienia przedyskutowany zostanie w oparciu o materiały ultra-drobnoziarniste i nanostrukturalne, głównie stale niskowęglowe i mikrostopowe. Strukturą typową będą określane materiały o typowym poziomie rozdrobnienia struktury - powyżej $5\mu\text{m}$, otrzymywane w konwencjonalnych procesach przeróbki cieplno-plastycznej.

1.2 Sposoby uzyskiwania struktur ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych

Stale o strukturze ultra-drobnziarnistej już od pewnego czasu cieszą się szerokim zainteresowaniem. Obecnie, można je wytwarzać w skali laboratoryjnej a także w niewielkim stopniu w skali przemysłowej [22, 41, 86, 111]. Przykład może stanowić proces walcowania w wykrojach zamkniętych, na ciepło walcówki ze stali niskowęglowej[86]. W procesie tym wytwarzane są pręty o długości do 20m i średnicy 18mm, w którym wielkość ziarna została zmniejszona nawet do 500nm (Rys. 1.4).

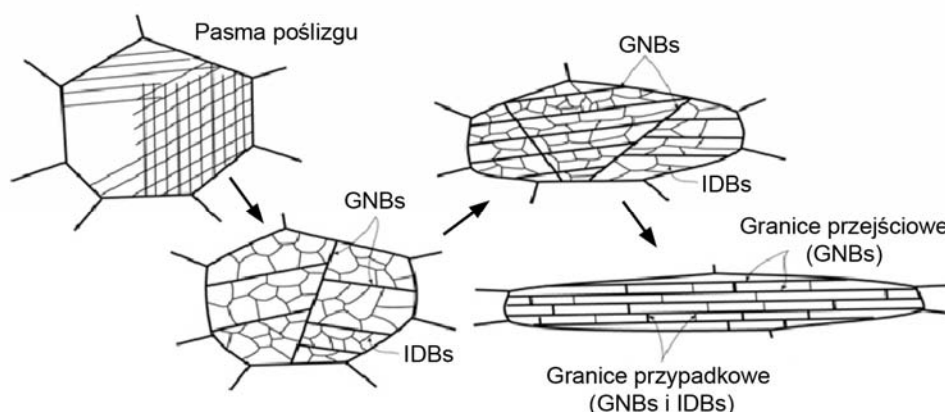


Rys. 1.4 Zmiana wytrzymałości w zależności od uzyskanego stopnia rozdrobnienia struktury w procesie walcowania walcówki w wykrojach zamkniętych. Stal 015C-Si-Mn[86].



Rys. 1.5 Zestawienie podstawowych sposobów uzyskiwania struktur ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych.

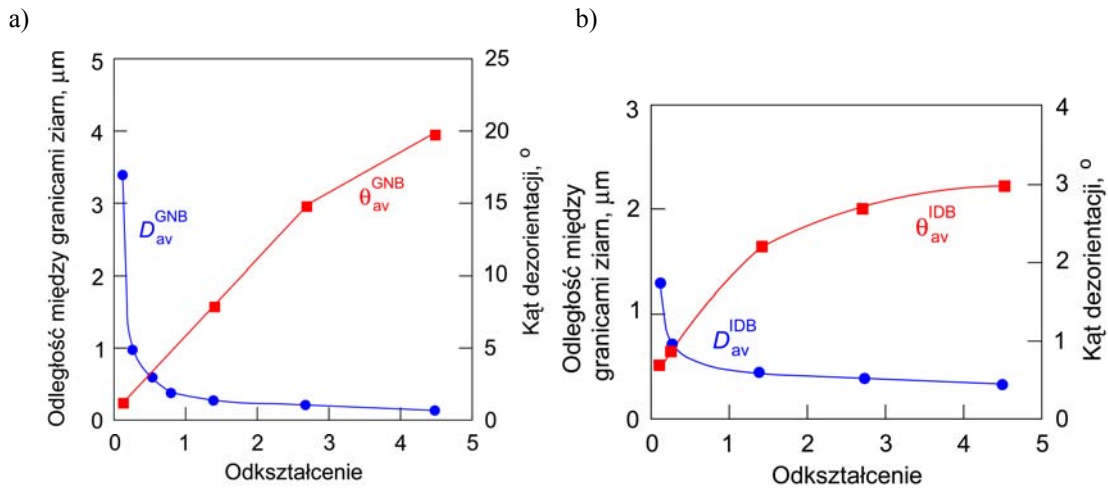
Metody wytwarzania struktur ultra-drobnoziarnistych i nanostrukturalnych zostały schematycznie zebrane na Rys. 1.5. Jak już wspomniano w poprzednim podrozdziale, materiały ultra-drobnoziarniste i nanostrukturalne mogą być otrzymywane na drodze specjalnej przeróbki cieplno-plastycznej (*ATP*) lub technik silnej akumulacji odkształcenia (*SPD*). Pierwsza z nich bazuje na istniejących procesach przemysłowych (głównie proces walcowania) wprowadzając nowe, alternatywne techniki cieplno-plastycznej przeróbki i wykorzystując zjawiska mikrostrukturalne np. rekrytalizację dynamiczną austenitu z następującą po niej przemianą fazową austenit-ferryt [38], przemianę ferrytyczną indukowaną odkształceniem [39], odkształcenie w zakresie dwufazowym, przemianę odwrotną czy walcowanie na zimno z wyżarzaniem struktury martenzytycznej (Rys. 1.5) [39, 111]. Uzyskiwany poziom rozdrobnienia z wykorzystaniem procesów z tej grupy zawiera się w przedziale pomiędzy 5 μ m a 800nm [22, 39, 111]. Druga grupa procesów - *SPD* - wykorzystuje silną akumulację odkształcenia w temperaturze otoczenia bądź w warunkach przeróbki plastycznej na ciepło. Przykładowe, dobrze znane już procesy wykorzystujące tę technikę to: wyciskanie przez kanał kątowy *ECAP* (z ang. *Equal Chanel Angular Pressing*) [107, 108, 133], cykliczne wyciskanie ściskające *CEC* (z ang. *Cyclic Extrusion Compression*) [102], walcowanie pakietowe *ARB* (z ang. *Accumulative Roll Bonding*) [54, 128], skręcanie pod ciśnieniem *HPT* (z ang. *High Pressure Torsion*) [131, 132] czy kucie wieloosiowe *MF* (z ang. *Multiaxial Forging*) [105].



Rys. 1.6 Rozwój struktury dyslokacyjnej w materiałach odkształcanych plastycznie na zimno wraz ze wzrostem odkształcenia [127].

W przypadku procesów wykorzystujących silną akumulację odkształcenia, rozdrobnienie struktury uzyskiwane jest przez wprowadzenie dużej liczby dyslokacji, które tworzą niskoenergetyczne konfiguracje w formie wąskokątowych granic ziarn, które następnie ewoluują wraz z odkształceniem, do postaci jednorodnych, ziarn o granicach szerokokątowych [139]. Powstające granice dyslokacyjne mogą tworzyć tzw. granice dyslokacyjne geometrycznie niezbędne (*GNBs*), które przyjmują formę pasm ścinania lub warstw dyslokacyjnych oraz granice dyslokacyjne geometrycznie przypadkowe (*IDBs*), które tworzą skupiska pomiędzy tymi pierwszymi – Rys. 1.6 [21, 127]. Udział objętościowy granic dyslokacyjnych wzrasta wraz z odkształceniem plastycznym i wpływa na własności odkształconego materiału takie jak: naprężenie

uplastyczniające, ciągliwość czy tekstura [6, 53]. Ponadto, wraz ze wzrostem odkształcenia plastycznego zmniejsza się odległość pomiędzy poszczególnymi granicami i równocześnie rośnie średni kąt ich dezorientacji - Rys. 1.7.



Rys. 1.7 Zmiana średniej odległości pomiędzy granicami i wzrost kąta dezorientacji granic wraz z odkształceniem plastycznym w przypadku a) granic geometrycznie niezbędnych i b) granic geometrycznie przypadkowych [6].

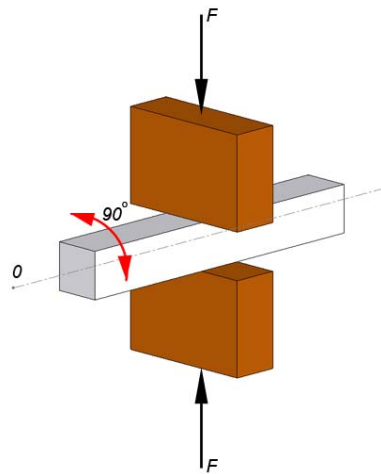
Mimo, że większość technik *SPD* nie ma perspektywy ich wykorzystania do produkcji materiałów nanokrystalicznych na skale przemysłową (ze względu na małe wymiary uzyskiwanych w tych procesach objętości materiału), są one coraz powszechniej stosowanym narzędziem do wytwarzania struktur o dużym poziomie rozdrobnienia. Materiały uzyskiwane tą drogą stanowią punkt wyjścia do dalszych badań nad zachowaniem się tego typu struktur i do rozwoju równań konstytutywnych, służących do ich modelowania.

1.2.1 Symulator MaxStrain

Jedną z technik wykorzystujących silną akumulację odkształcenia plastycznego do uzyskiwania struktur ultra-drobnoziarnistych jest wieloosiowe ściskanie - symulator MaxStrain. W odróżnieniu od większości metod *SPD*, technologia MaxStrain wykorzystuje odkształcenie w dwóch osiach, podczas gdy płynięcie materiału w trzecim kierunku jest całkowicie zablokowane [11, 53]. Schemat, przedstawiający zasadę działania symulatora MaxStrain przedstawiono na

Rys. 1.8. Odkształcenie zadawane jest poprzez dwa przeciwbieżne kowadła, które ścisną próbkę jednocześnie siłą F , w kierunku zaznaczonym na rysunku. Mimo, że dla pojedynczej operacji ściskania, odkształcenie wynosi od 0.3 do 0.5, w procesie tym możliwe jest uzyskanie odkształcenia dochodzącego do 30 bez utraty spójności materiału [11, 53]. Po każdym odkształceniu, próbka jest obracana o 90° wokół dłuższej osi θ i odkształcenie zadawane jest ponownie, aż do uzyskania pożądanego odkształcenia całkowitego. Zablokowanie płynięcia materiału w kierunku osi θ

zapewnia utrzymanie prawie stałej objętości materiału w strefie odkształcenia. Warunki prowadzenia doświadczeń z wykorzystaniem techniki MaxStrain oraz towarzyszące im ograniczenia przedstawione zostaną w dalszej części pracy.



Rys. 1.8 Zasada działania symulatora *MaxStrain*.

1.3 Mechanizmy odkształcenia

Materiały o strukturze ultra-drobnoziarnistej i nanokrystalicznej charakteryzują się zwiększonym udziałem granic ziarn, co może znacznie zmieniać ich stałe fizyczne i własności mechaniczne: moduł sprężystości, ciągliwość, mięknięcie cieplne, oporność zmęczeniowa oraz odporność na pełzanie oraz czułość na prędkość odkształcenia [78, 111]. Gdy w materiale, wraz ze zmniejszającą się wielkością ziarna, rośnie objętościowy udział granic ziarn, zmiana ulega znaczenie poszczególnych mechanizmów odkształcenia oraz sposób ich działania - w porównaniu z typowymi materiałami polikrystalicznymi. Wzrost gęstości dyslokacji w odkształcanym materiale obserwowany jest do momentu wystąpienia pewnego „nasylenia” – następnie mogą wystąpić procesy anihilacji, czyli zmniejszanie efektu umocnienia dyslokacyjnego, co w bezpośredni sposób przekłada się na obniżenie umocnienia odkształceniowego. Wzrostowi gęstości dyslokacji towarzyszy często zwiększona tendencja do lokalizacji naprężeń ścinających, co sprzyja generowaniu dyslokacji i ich anihilacji w granicach ziarn. Jest to jedno z podstawowych źródeł utraty ciągliwości w materiałach ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych [65, 111, 126].

1.3.1 Podstawy fizyczne odkształcenia plastycznego

Badania literaturowe wskazują, że w przypadku materiałów metalicznych o strukturze rozdrobnionej do poziomu wielkości ziarna poniżej 1 μ m, odkształcenie

plastyczne może zachodzić na drodze innych mechanizmów odkształcenia niż te, które obserwowane są dla struktur typowych. Główną przyczyną zmian w mechanizmach odkształcenia jest znaczny wzrost udziału objętościowego granic ziarn i zmniejszenie ich średnicy do rozmiarów, dla których zasięg działania spiętrzających się dyslokacji staje się porównywalny bądź większy od samej średnicy ziarna. W takim przypadku odkształceniu plastycznemu towarzyszą następujące zjawiska [14, 15, 78]:

- zanik efektu spiętrzania dyslokacji na granicach ziarn,
- sprężyste odkształcenie granic ziarn na skutek powstających wygięć dyslokacji,
- wzrost znaczenia strefy granic ziarn – tzw. efekt „rdzenia i płaszcz”,
- powstawanie pasm ścinania,
- obecność źródeł i ujść dyslokacji w granicach ziarn.

Zjawiska te, których bezpośrednim efektem jest odkształcenie plastyczne, występują najczęściej równolegle, a stopień aktywności danego mechanizmu zależy przede wszystkim od poziomu rozdrobnienia struktury (konkretnie od udziału objętościowego granic ziarn szeroko i wąskokątowych) a także od rodzaju sieci krystalicznej czy też od zastosowanych warunków odkształcania. W kolejnych podrozdziałach zostaną dokładniej omówione podstawy fizyczne modeli przedstawionych wyżej mechanizmów odkształcenia.

1.3.1.1 Zanik efektu spiętrzania dyslokacji na granicach ziarn

Podstawowy związek pomiędzy wielkością ziarna a granicą plastyczności lub naprężeniem uplastyczniającym reprezentowany jest przez równanie Halla–Petcha [32, 94]:

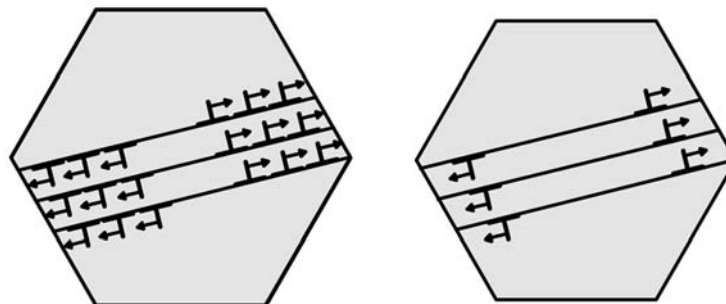
$$\sigma_p = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (1.1)$$

W powyższym równaniu σ_0 jest naprężeniem tzw. tarcia wewnętrzznego (uwzględnia wpływ umocnienia roztworowego i wydzieleniowego ale nie dyslokacyjnego). W sensie fizycznym jest to naprężenie uplastyczniające nieodkształconego monokryształu, zorientowanego dla działania złożonego systemu poślizgu, lub jest to granica plastyczności gruboziarnistej struktury polikrystalicznej, wolnej od tekstury. Współczynnik k_y uwzględnia warunki odblokowania granic ziarn, a d jest wielkością ziarna.

W materiałach typowych, interpretacja fizyczna równania (1.1) najczęściej opiera się na dwóch modelach: a) modelu spiętrzania dyslokacji (z ang. *pile-up model*) i b) modelu „gęstości dyslokacji” [58]. Model spiętrzania dyslokacji zakłada istnienie wartości krytycznej naprężenia stycznego τ_c , przekroczenie której umożliwi kontynuację poślizgu przez granicę ziarna [19]:

$$\tau_c = n_d \tau_s \quad (1.2)$$

gdzie: τ_s - naprężenie styczne potrzebne do przekroczenia bariery równe przyłożonemu naprężeniu τ , n_d – liczba dyslokacji okupujących odcinek l wzdłuż płaszczyzny poślizgu między źródłem a przeszkodą (granicą ziarna).



Rys. 1.9 Zanik efektu spiętrzania dyslokacji na granicach ziarn [78].

Koncepcja modelu spiętrzania dyslokacji na granicach ziarn leży u podstaw zależności Halla-Petcha (równanie (1.1)). Zakłada ona, że dyslokacje są generowane przez źródła Franka-Reada, które znajdują się w centrum ziarn. Jednakże, w sytuacji gdy wielkość ziarna zmniejsza się, liczba dyslokacji w jego wyniku zmierza do zera i wówczas zanika efekt umocnienia. Rys. 1.9 przedstawia indywidualne dyslokacje (dodatnie i ujemne) unieruchomione w przeciwległych granicach ziarn. W efekcie, mechanizm spiętrzania się dyslokacji na granicach ziarn zanika. Model ten został zaproponowany przez Pande [92] i był dalej rozwijany przez Armstronga i współpracowników [2] w kierunku zmiany współczynnika nachylenia k_y w równaniu (1.1).

1.3.1.2 Model sprężystego odkształcenia granic ziarn (Bow-out)

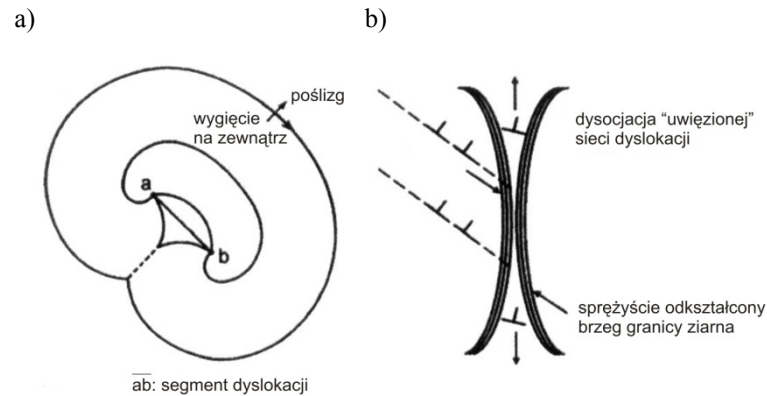
Kolejnym zjawiskiem obserwowanym w strukturach silnie rozdrobnionych po odkształceniu plastycznym, jest tworzenie się sprężysto odkształconych granic ziarn. Powstają one na skutek wygięć dyslokacji, które tworzą się w materiale podczas silnego odkształcenia plastycznego (

Rys. 1.10a) [134]. Ko [52] zaproponował model, pozwalający na opis tego zjawiska. Warunek plastycznego płynięcia jest w tym modelu ściśle związany z naprężeniem krytycznym, które jest wymagane do utworzenia źródła Franka-Reada. Teoretycznie, naprężenie krytyczne dla takich warunków można zapisać następująco:

$$\tau_c = \frac{Gb}{2\pi L(1-\nu)} \left\{ \left(1 - \frac{3}{2}\nu\right) \ln\left(\frac{L}{b}\right) - 1 + \frac{\nu}{2} \right\} \quad (1.3)$$

gdzie: G – moduł ścinania, b – długość wektora Burgersa, ν – współczynnik Poissona, L – średnia długość dyslokacji.

Dla materiałów o wielkości ziarna powyżej 100nm, długość dyslokacji jest porównywalna z $\rho^{-1/2}$, gdzie ρ jest gęstością dyslokacji [36].



Rys. 1.10 Schematyczne przedstawienie działania modelu wyginania się na zewnątrz dyslokacji –a) oraz dysocjacja uwiecznionej sieci dyslokacji krawędziowych [52].

Na podstawie równania (1.3) można wyprowadzić zależność pozwalającą na obliczenie granicy plastyczności materiałów ultra-drobnziarnistych:

$$\sigma_p = \sigma_i + M\tau_c \quad (1.4)$$

gdzie σ_i – jest naprężeniem tarcia sieci, a M jest współczynnikiem Taylora.

W przypadku materiałów typowych ogólnie przyjmuje się, że dyslokacje spiętrzają się na granicach ziarn - o ile nie napotkają innych oporów w ich wnętrzach. W strukturach po dużym odkształceniu plastycznym dominującym zjawiskiem jest dysocjacja uwiecznionej dyslokacji krawędziowych w granicach ziarn (

Rys. 1.10b). W tego typu materiałach obserwuje się nierównowagowe granice ziarn o bardzo dużej gęstości dyslokacji i wysokich naprężeniach wewnętrznych. Ważną rolę odgrywa w tym przypadku proces zdrowienia dynamicznego, który z łatwością zachodzi w tych warunkach i powoduje dodatkowo zanik umocnienia odkształceniowego. Zmiana gęstości dyslokacji związana ze zdrowieniem może być opisana następującym równaniem [52]:

$$\frac{d\rho}{dt} = \frac{\alpha_{ad}\dot{\epsilon}}{bd} - \frac{\rho}{\tau_g} \quad (1.5)$$

gdzie: ρ jest gęstość dyslokacji, $\dot{\epsilon}$ - prędkość odkształcenia α_{ad} – człon geometryczny związany z udziałem dyslokacji aktywnych i τ_g – czas relaksacji potrzebny dla

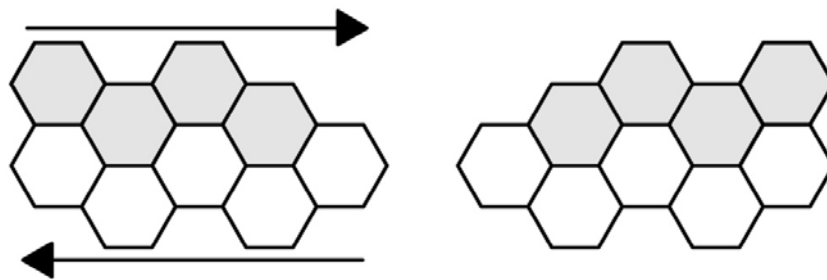
dysocjacji uwieczonych w granicach ziarn dyslokacji krawędziowych. W warunkach odkształcania w stanie ustalonym tj. $(d\rho/dt)=0$, τ_g może być zapisane w postaci:

$$\tau_g = \frac{\rho b d}{\alpha_{ad} \dot{\epsilon}} \quad (1.6)$$

Jeżeli zatem czas odkształcania będzie dłuższy od τ_g to dyslokacje uwieczone w granicach ziarn będą miały wystarczająco dużo czasu na „rozpuszczenie się” podczas odkształcania, powodując tym samym brak umocnienia odkształceniowego [24, 93].

1.3.1.3 Poślizg po granicach ziarn

W przypadku materiałów nanokrystalicznych, dla pewnej krytycznej wielkości ziarna, pojawia się tzw. odwrócony efekt Halla-Petcha (mięknienie wraz z rozdrobnieniem mikrostruktury) [74, 89, 90, 92]. Ogólnie, efekt ten można przypisać zwiększonej aktywności granic ziarn w strukturach nanokrystalicznych z powodu ich ślizgania się, bądź z powodu dyfuzyjnego przepływu masy przez granice ziarn. Możliwym mechanizmem odkształcenia w tym przypadku mogło by być pełzanie Cobla mimo, że mechanizm ten w typowych metalach polikrystalicznych pojawia się tylko w temperaturze powyżej $0.5T_{top}$ [74]. Jednakże w przypadku odkształcenia na zimno, gdy wielkość ziarna osiągnie odpowiedni poziom rozdrobnienia, główną rolę może zacząć odgrywać mechanizm podobny do poślizgu po granicach ziarn opisywany przez wspomniane pełzanie Cobla (Rys. 1.11) [13, 78].



Rys. 1.11 Mechanizm odkształcenia poprzez poślizg po granicach ziarn [78].

Zatem, odwrócony efekt Halla-Petcha mógłby być właśnie bezpośrednią konsekwencją pełzania Cobla, w którym prędkość odkształcenia wyrażona jest następującym równaniem (1.7):

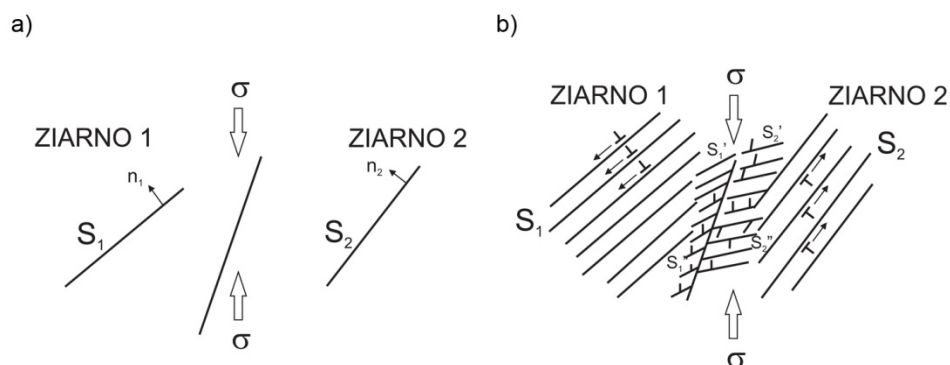
$$\dot{\epsilon} = \frac{A_{Co} D_{gb} \sigma_n}{G d^3} \quad (1.7)$$

gdzie: D_{gb} – współczynnik dyfuzji granicy ziarna, σ_n - przyłożone naprężenie normalne, G – moduł ścinania, A_{Co} – parametr, d – wielkość ziarna.

Niemniej jednak, konwencjonalny mechanizm pełzania Cobla wymaga aby $\tau \sim d^3 = [d^{1/2}]^6$ tj. aby krzywa zależności $\tau(d^{1/2})$ bardzo szybko malała ze wzrostem $d^{1/2}$. To jednak przeczy wynikom uzyskiwanym w badaniach doświadczalnych [89]. Również inni badacze wykazali, że ten sam poślizg po granicach ziarn nie jest wystarczający do osiągnięcia względnego ścinania ziarn, przedstawionego schematycznie na Rys. 1.11. Jak wykazali Raj i Ashby [101], oraz Fu [26], musi zaistnieć pewne plastyczne dopasowanie, które jednak wprowadza dalsze trudności w opisie tego mechanizmu. Niemniej jednak wydaje się, że poślizg po granicach ziarn staje się mechanizmem dominującym dla struktur o wielkości ziarna poniżej 10nm, i to właśnie ten mechanizm mógłby być odpowiedzialny za odwrócony efekt H-P. Najprawdopodobniej jest to więc wynik jednoczesnego występowania obu mechanizmów tj. poślizgu po granicach ziarn poprzez mechanizm podobny do pełzania Cobla i poprzez relaksację – jak zaproponował Fan[24].

1.3.1.4 Wzrost znaczenia strefy granic ziarn – tzw. efekt „rdzenia i płaszcz” (Core and Mantle)

Trudności w opisie efektów związanych z rozdrobnieniem struktury wynikają głównie z różnic w zjawiskach fizycznych, pojawiających się w obszarze granic ziarn i w samych wnętrzach ziarn. Li po raz pierwszy w 1963r. [58] zaobserwował, że granice ziarn mogą działać jako źródła dyslokacji. Podejście to zostało rozszerzone przez Ashbyego [5], który zaproponował podział na dyslokacje statystycznie zmagazynowane i geometrycznie niezbędne – wymagane są dla dopasowania niezgodności naprężeń w granicach ziarn ze względu na anizotropię [36].



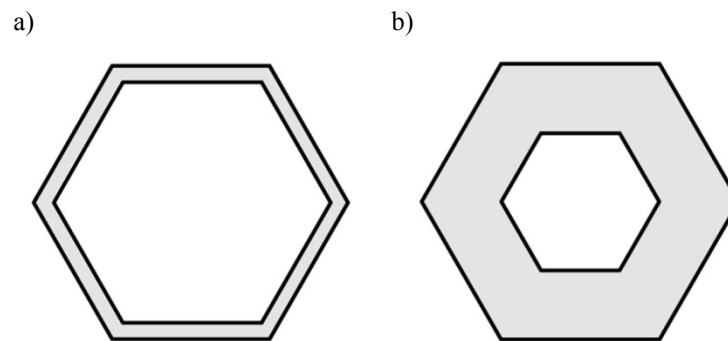
Rys. 1.12 Zjawiska zachodzące w otoczeniu granic ziarn [27].

Wpływ granicy ziarna na rozwój mechanizmu odkształcenia plastycznego schematycznie zilustrowano na Rys. 1.12. Zakładając, że w sąsiadujących ziarnach odkształcenie zachodzi poprzez pojedynczy poślizg, można zauważyć iż w większej odległości od granicy (we wnętrzu ziarna) w ziarnach 1 i 2 aktywowane są odpowiednio

systemy poślizgów S_1 i S_2 . Są to systemy, posiadające największe efektywne naprężenia styczne dla odpowiednich ziarn.

W sąsiedztwie granicy ziarna kierunek działania efektywnego naprężenia stycznego zmienia się, z powodu pewnej sprężystej anizotropii. Prowadzi to do aktywacji źródeł w sąsiedztwie granicy i do poślizgu w systemie S_1' w ziarnie 1 i S_2' w ziarnie 2. Zmiana kąta działania kierunku maksymalnego naprężenia stycznego wraz ze zmianą osi obciążenia, prowadzi do poślizgu poprzecznego, schematycznie oznaczonego na rysunku 1.14b jako S_1'' i S_2'' , odpowiednio w ziarnie 1 i 2. W rezultacie dochodzi do znacznego niedopasowania sieci krystalograficznej w obszarze przylegającym do granicy ziarna, przez co umacnia się on znacznie szybciej niż samo wnętrze ziarna.

Rys. 1.13 przedstawia schematyczny podział ziarna na dwa obszary: centralny – „rdzeń” i obszar granicy ziarna, zwany „płaszczem”. Stosunek objętości tych dwóch obszarów zależy od wielkości ziarna. Gdy zmniejsza się wielkość ziarna, „płaszcz” staje się proporcjonalnie większy, jak pokazano na Rys. 1.13b [78]. Jak już wspomniano, odpowiedź mechaniczna (odpowiedź na naprężenie uplastyczniające) każdego z tych obszarów jest inna – umocnienie odkształceniowe jest wyraźniejsze w obszarze „płaszczu”.



Rys. 1.13 Schemat kompozytowego mechanizmu odkształcenia „rdzeń i płaszcz”. Ziarno typowe –a), ziarno rozdrobnione –b)[78].

Wnętrza ziarn poddane są bardziej jednorodnemu stanowi naprężenia, podczas gdy w „płaszczu” jest kilka czynników powodujących zwiększone umocnienie: źródła dyslokacji, zmiana w orientacji płaszczyzny maksymalnego ścinania, niedopasowanie sprężyste i plastyczne [26, 27,75].

1.3.1.5 Powstawanie pasm ścinania

Cechą charakterystyczną procesu odkształcenia materiałów ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych - a w wielu przypadkach bezpośrednią przyczyną braku umocnienia jest lokalizacja odkształcenia poprzez tworzenie się pasm ścinania [44, 78] (

Rys. 1.14). Jak już wspomniano, ograniczona skłonność do umocnienia odkształceniowego wynika z braku kumulowania się dyslokacji wraz z odkształceniem

plastycznym. Naprężenie uplastyczniające metalu może być reprezentowane przez sumę składowej atermicznej (σ_G) i cieplnej (σ^*) [78]:

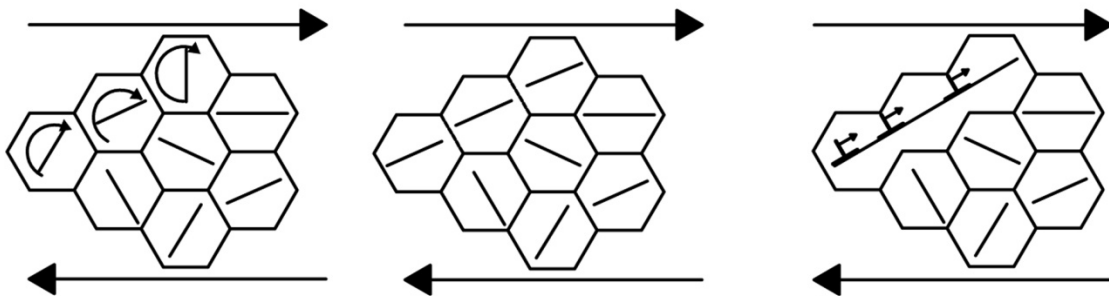
$$\sigma_p = \sigma_G + \sigma^* \quad (1.8)$$

Składowa atermiczna reprezentuje naprężenie potrzebne do pokonania przeszkód dalekiego zasięgu - głównie granic ziarn. Składowa cieplna reprezentuje efekty pochodzące od defektów punktowych i liniowych tj. przeszkód, które mogą być pokonane dzięki energii cieplnej. Składowa τ_G może być wyrażona za pomocą następującego równania:

$$\sigma_G = k\rho^{1/2} \quad (1.9)$$

gdzie ρ jest gęstością dyslokacji ruchomych.

Powstawanie pasm ścinania może być wspomagane przez koalescencję nanoziarn, która została zaobserwowana przez Wanga [135].



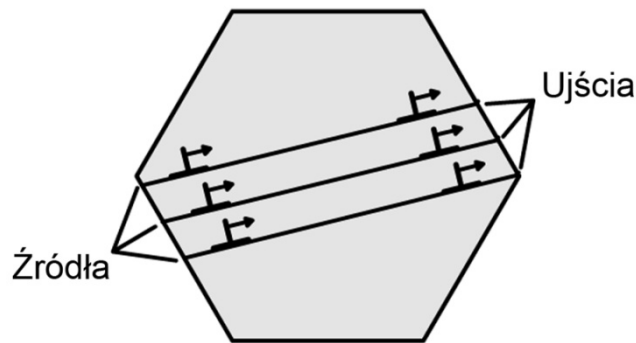
Rys. 1.14 Mechanizm koalescencji ziarn [78].

Rys. 1.14 schematycznie przedstawia, w jaki sposób sąsiadujące ze sobą równoosiowe nanoziarna mogą, podczas rotacji, tworzyć wydłużone ziarna, które działają jako uprzywilejowane ścieżki dla odkształcenia plastycznego, ponieważ umożliwiają bardziej rozległy ruch dyslokacji. Na rysunku główne orientacje poślizgu i ich rotacje w ziarnach zaznaczone zostały odcinkami.

1.3.1.6 Źródła i ujścia dyslokacji w granicach ziarn

Gdy wielkość ziarna maleje do poziomu nano, dyslokacje bez przeszkód mogą przemieszczać się w ich wnętrzu. Tak więc, dyslokacje wyemitowane z granicy po jednej stronie ziarna, mogą zanikać w przeciwległej granicy. Zjawisko to, przedstawione schematycznie na Rys.1.15, zostało po raz pierwszy zaobserwowane dzięki symulacji metodą Dynamiki Molekularnej (*MD*) i zostało analitycznie opisane przez Liao [59,60] oraz Asaro [3]. Autorzy wykorzystali podejście energetyczne, w

którym pracę potrzebną do przemieszczenia się frontu dyslokacji porównuje się z energią pozostawioną przez śrubowe segmenty pętli dyslokacyjnej oraz energią odkształcenia (Rys. 1.16)[77].

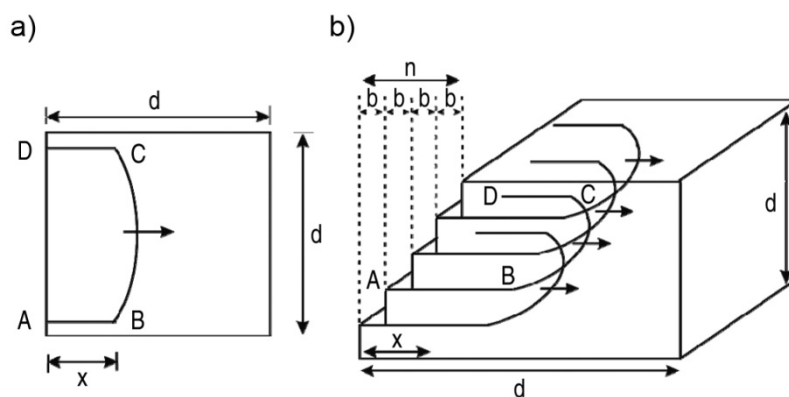


Rys. 1.15 Schematyczne przedstawienie mechanizmu odkształcenia w którym granica ziarna stanowi zarówno źródła jak i ujścia dla dyslokacji[78].

Rys. 1.16 przedstawia dyslokację wyemitowaną z granicy ziarna AD i przemieszczającą się częściowo poprzez wyidealizowane sześciennie ziarno. Ta dyslokacja, dla której przyjęto charakter krawędziowy, pozostawia za sobą dwie dyslokacje śrubowe AB i DC. Rys. 1.16b przedstawia widok trójwymiarowy tego samego układu dyslokacji, który wyemitowany z lewej granicy przebył średni dystans x w ziarnie. Odkształcenie lewej strony tego ziarna odkształcana jest przez odkształcenie styczne γ . Natomiast napężenie styczne może być wyrażone poprzez następujące równanie:

$$\tau = \alpha Gb / d \quad (1.10)$$

gdzie α jest rzędu jedności. Przykładowo, dla miedzi o wielkości ziarna 50nm i przy założeniu, że $a=0.5$, $b=0.25nm$ otrzymamy $\tau=242MPa$, natomiast dla ziarna o średnicy $d=20nm$, $\tau=603MPa$.



Rys. 1.16 Sposób przemieszczania się dyslokacji poprzez nanoziarno i pozostawienie dwóch segmentów AB i CD -a); przemieszczanie się układu dyslokacji poprzez nanoziarno w płaszczyznach równoległych i tworzenie się odkształcenia ścinającego γ -b) [77].

Wszystkie omówione mechanizmy odkształcania mogą działać w strukturze jednocześnie, jednakże w zależności od poziomu rozdrobnienia jeden z nich może stać się mechanizmem dominującym. W odróżnieniu od struktur typowych, gdzie obszary działania poszczególnych mechanizmów są dość dobrze poznane i opracowane w postaci tzw. map mechanizmów odkształcenia plastycznego [4], w strukturach ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych istnieje potrzeba zdefiniowania obszarów dla nowych mechanizmów odkształcania, w których zostaną odzwierciedlone zarówno czynniki materiałowe (wielkość ziarna, skład chemiczny, sieć krystaliczna) jak i procesowe (odkształcenie, temperatura odkształcenia i prędkość odkształcenia).

1.3.2 Podział na obszary działania poszczególnych mechanizmów odkształcenia

Intensywne badania nad odkształcaniem plastycznym materiałów nanokrystalicznych prowadzone są w wielu ośrodkach badawczych na całym świecie. Spowodowało to gwałtowny postęp w zrozumieniu podstawowych mechanizmów odkształcenia działających w strukturach ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych. Wszystkie mechanizmy opisane w tym rozdziale mogą występować pojedynczo lub wspólnie, w zależności od warunków materiałowych (wielkość ziarna, skład chemiczny itp.) oraz procesowych (temperatura, prędkość odkształcenia, stan naprężenia). Niemniej jednak niektóre z nich mogą dominować i tym samym można założyć, że będą kontrolować również umocnienie odkształcanego materiału.

Dla uszeregowania według ważności wymienionych mechanizmów odkształcenia plastycznego dla poziomu rozdrobnienia, dla którego stają się dominujące, posłużono się systematyką przyjętą za Conradem [14, 15]. Autorzy badali wpływ mechanizmów odkształcenia dla różnych metali w szerokim zakresie wielkości ziarna od kilkudziesięciu nanometrów do kilku mikrometrów. Pozwoliło to na wyodrębnienie trzech podstawowych zakresów, w których zachodzi zmiana w zachowaniu materiału. Graniczna wielkość ziarna dla przejścia z jednego zakresu do drugiego zależy zarówno od parametrów procesu odkształcania (prędkość odkształcenia, temperatura) jak i cech samego materiału (początkowa mikrostruktura i tekstura).

W zakresie powyżej 1 mikrometra na możliwości wzajemnego blokowania się dyslokacji wpływa zarówno gęstość dyslokacji ruchomych jak i lasu dyslokacji. Wynikające z tego naprężenie plastycznego płynięcia w tym zakresie znacznie wzrasta wraz ze zmniejszaniem się wielkości ziarna, co w pełni potwierdza zależność Halla-Petcha [78, 90, 111].

Dla zakresu średnicy ziarna pomiędzy 1 μ m a 100nm, współczynnik nachylenia k_y w równaniu Halla-Petcha ulega znacznemu zmniejszeniu. Jednocześnie większość dotychczasowych modeli, opisujących związki pomiędzy obciążeniem a strukturą typową, przestają działać w poprawny sposób, a tym samym przewidywać zależność wielkości ziarna od naprężenia i umocnienia odkształceniowego. Wynika to z różnic,

które występują w fizycznych procesach, zachodzących w obszarze granic ziarn i we wnętrzach ziarn. Ashby zaproponował, że naturalna różnica w akumulacji odkształcenia plastycznego pomiędzy obszarem granic ziarn a ich wnętrzem może zostać wyjaśniona przez przyjęcie istnienia dyslokacji geometrycznie niezbędnych (*GNDs*). Według tej teorii, odkształcenie wnętrza ziarna zachodzi głównie poprzez pojedynczy poślizg podczas gdy w obszarze granicy ziarna (płaszczyzna) sieć krystaliczna ulega dużym rotacjom, wywołującym dodatkowy poślizg (patrz Rys. 1.11). Skutkuje to wyższą prędkością umocnienia odkształceniowego w obszarach przylegających do granicy ziarna. Obserwowane różnice mogą wynikać z dwóch głównych źródeł:

- a) łatwego zarodkowania dyslokacji w granicach ziarn, co jest przyczyną mniejszego naprężenia plastycznego płynięcia w tym obszarze,
- b) w pobliżu granicy ziarna następuje zmiana kierunku maksymalnego naprężenia stycznego z powodu anizotropii sprężystej [29].

Chia [12] zasugerował istnienie trzech podstawowych mechanizmów dla wzrostu gęstości dyslokacji wraz ze zmniejszającą się wielkością ziarna:

- a) granice ziarn stanowią źródła dla dyslokacji,
- b) granice ziarn zmniejszają ich średnią drogę swobodną,
- c) dyslokacje geometrycznie niezbędne pozwalają w przypadku niejednorodnego odkształcenia chronić granice ziarn przed powstawaniem pustek i zawinięć.

Mechanizmy te mogą działać niezależnie od siebie lub wspólnie, następująco po sobie lub równocześnie.

Kolejny przedział wielkości ziarna, w którym następuje zmiana dominujących mechanizmów odkształcenia to zakres średnic ziarn poniżej ok. 100nm. Taki poziom rozdrobnienia nie został jeszcze uzyskany w przypadku stali. Tym niemniej, publikowane są wyniki badań dla skonsolidowanego proszku żelaza, dla którego jako graniczną wielkość ziarna, przy której następuje zmiana dominującego mechanizmu odkształcenia z odkształcenia przez poślizg dyslokacji na mechanizm poślizgu po granicach ziarn, przyjęto $d=80nm$. Poniżej tej wielkości ziarna zaobserwowano odwrócony efekt Halla-Petcha [49].

Jak już wspomniano, istnieją trzy podstawowe przyczyny tzw. odwróconego efektu Halla-Petcha, czyli zmniejszania się naprężenia uplastyczniającego wraz ze zmniejszeniem wielkości ziarna: a) dyfuzyjne pełzanie granic ziarn – pełzanie Cobla) lub b) poślizg po granicach ziarn i/lub c) ścinanie granic ziarn [14, 15].

Podsumowanie dyskusji nad wpływem rozdrobnienia struktury na mechanizmy odkształcenia, oraz zjawiska obserwowane dla danego poziomu rozdrobnienia struktury, przedstawiono dodatkowo w tabelicy. 1.1. Zestawiono tutaj również podstawowe modele konstytutywne, służące do opisu poszczególnych mechanizmów odkształcenia w zależności od poziomu rozdrobnienia struktury.

Przedstawione mechanizmy odkształcenia związane są również z mechanizmami umocnienia, które działają w materiałach ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych. Dyskusja tych mechanizmów będzie przeprowadzona w kolejnych rozdziałach w

odniesieniu do procesów umocnienia, występujących w materiałach o strukturach typowych.

Tablica 1.1: Główne mechanizmy odkształcania oraz inne zjawiska związane z silnym rozdrobieniem struktury [84]

Wielkość ziarna	Mechanizm odkształcania	Główne obserwacje	Model konstytutywny opisujący zachowanie się materiału
$d > 1\mu\text{m}$	Poślizg dyslokacji	Przecinanie się dyslokacji	Model pile-up
$100\text{nm} < d < 1\mu\text{m}$	Odkształcanie wnętrza ziarna zachodzi na drodze pojedynczego poślizgu, podczas gdy odkształcanie obszaru granic ziarn odbywa się w dwóch lub trzech systemach poślizgu	Bardziej jednorodny stan naprężenia we wnętrzach ziarn, duże rotacje sieci w obszarze granic ziarn	- Model pile-up - Model bow-out - Model rdzeń i płaszcz
$d < 100\text{nm}$	- pełzanie dyfuzyjne (Pełzanie Cobla) - poślizg po granicach ziarn - ścinanie granic ziarn	Brak spiętrzenia się dyslokacji wraz z odkształcaniem	Odwrócony H-P modele kompozytowe

1.4 Mechanizmy umocnienia

Dotychczasowe badania wielokrotnie potwierdziły, że bezpośrednim efektem działania określonych mechanizmów odkształcania są również odpowiednie mechanizmy umocnienia lub mięknienia i stopień niejednorodności własności mechanicznych. W związku z tym należy oczekiwać, że rozdrobnienie struktury do poziomu ultradrobnodziarnistego bądź nanokrystalicznego, będzie w mniejszym lub większym stopniu zmieniać zarówno wagę jak i sposób działania poszczególnych składowych mechanizmów umocnienia, tj.:

- roztworowego,
- odkształceniowego,
- dyslokacyjnego,
- podstruktury,
- cząstkami faz obcych,
- od granic ziarn.

1.4.1 Umocnienie roztworowe

Pierwiastki rozpuszczone w osnowie działają jako przeszkody dla ruchu dyslokacji, tym samym powodując wzrost własności wytrzymałościowych [10, 16, 19-21, 73, 83]. Umocnienie od atomów obcych może odbywać się na drodze trzech podstawowych mechanizmów:

- blokowanie dyslokacji w ich położeniach wyjściowych,
- zmniejszenie szybkości ruchu dyslokacji w wyniku zwiększenia naprężenia „tarcia” sieci,
- utrudnienie w pokonywaniu przeszkód przez dyslokacje w wyniku ograniczenia poślizgu poprzecznego.

Poziom umocnienia roztworowego zależy od rodzaju roztworu jaki tworzy pierwiastek rozpuszczony w danej osnowie. Rozróżniamy dwa podstawowe rodzaje roztworów: substytucyjne i międzywęzłowe. W przypadku roztworów substytucyjnych wielkość atomów pierwiastka rozpuszczonego i osnowy jest porównywalna, możliwa jest zamiana atomów w węzłach sieci krystalograficznej. Atomy obce powodują sferyczne odkształcenie sieci, a efektywne umocnienie względne, na jednostkę skoncentrowania, równe jest ok. 1/10 wartości modułu ścinania G osnowy. Roztwory międzywęzłowe powstają gdy atomy pierwiastka rozpuszczonego są dużo mniejsze od osnowy, przez co lokują się w pozycjach międzywęzłowych, np. atomy C, N, B, H, O. Konsekwencją jest niesferyczne odkształcenie sieci. Efektywne względne umocnienie, na jednostkę skoncentrowania, jest dużo większe aniżeli w przypadku roztworów substytucyjnych, jest trzykrotnie większe od modułu ścinania G osnowy.

Wśród podstawowych efektów umocnienia spowodowanych oddziaływaniem atomów obcych wymienić należy:

- Oddziaływanie sprężyste pola naprężeń wynikającego z niedopasowania z siecią osnowy
- Oddziaływanie modułów ścinania. W wyniku różnic w strukturze elektronicznej w obszarze otaczającym atomy obce występuje lokalne zróżnicowanie wiązań metalicznych i stałych sprężystości w stosunku do osnowy. W efekcie sieć może być lokalnie bardziej elastyczna lub sztywna - czyli posiadać odpowiednio niższą lub wyższą wartość modułu ścinania. W konsekwencji występuje lokalne oddziaływanie pola naprężeń sprężystych na dyslokacje śrubowe i krawędziowe. Ocena ilościowa oddziaływania modułów ścinania może być dokonana za pomocą następującej zależności [16]:

$$\eta = \frac{1}{G} \frac{dG}{dc} = \frac{d \ln G}{dc} \quad (1.11)$$

gdzie c oznacza koncentracje danego pierwiastka rozpuszczonego w osnowie.

- Oddziaływanie błędów ułożenia, tzw. oddziaływanie Suzuki lub chemiczne. Rozpuszczalność pierwiastka stopowego może być większa w obszarach z błędami ułożenia aniżeli w pozostałej objętości kryształu. W efekcie atomy obce wędrują do takich miejsc tworząc skupiska blokujące ruch dyslokacji.
- Oddziaływanie elektryczne (atomy obce oddziałują na dyslokacje poprzez dipole elektryczne)
- Oddziaływanie uporządkowania bliskiego zasięgu (atomy obce mają tendencję do grupowania się i tym samym zwiększają energię nieuporządkowania w sieci)

- Oddziaływanie uporządkowania dalekiego zasięgu (występuje w stopach wykazujących skłonność do tworzenia tzw. podsieci. Ruch dyslokacji w tego typu sieciach jest przyczyną powstawania tzw. granic pozafazowych).

Precyzyjne opisanie mechanizmów odpowiedzialnych za umocnienie roztworowe jest trudne do jednoznacznego wyjaśnienia. Zakładając, że odkształcenie sieci spowodowane obecnością atomu obcego wywoła pole naprężeń, to można przyjąć że wynikające z tego oddziaływanie na dyslokację będzie równoważne wzrostowi naprężenia stycznego potrzebnego dla uruchomienia dyslokacji. Z drugiej strony oddziaływanie to będzie reprezentowane przez zmianę modułu sprężystości. Najczęściej, dla danej zawartości pierwiastka rozpuszczonego stosowana jest następująca zależność wyrażająca umocnienie roztworowe [73]:

$$\sigma_{ss} \propto \tau = A c_i^{2/3} f_o^{4/3} \quad (1.12)$$

gdzie A i B są stałymi, a f_o reprezentuje oddziaływanie pomiędzy atomami pierwiastka rozpuszczonego a dyslokacją, w którym uwzględnione są zarówno odkształcenie sieci jak i zmiana modułu sprężystości. Parametr f_o jest wyrażony następującym wzorem:

$$f_o = \left(\frac{1}{a} \frac{da}{dc_i} + \beta \frac{1}{G} \frac{dG}{dc_i} \right)^{1/2} \quad (1.13)$$

gdzie β jest stałą zależną od rodzaju dyslokacji (krawędziowa, śrubowa lub mieszana), na którą oddziałują atomy pierwiastka rozpuszczonego.

Obecność pierwiastka rozpuszczonego może w niektórych sytuacjach powodować efekt odwrotny do umocnienia, np. w niskich temperaturach odkształcania (poniżej temperatury pokojowej). Przyczyną obserwowanego mięknięcia jest fakt, że w przypadku ferrytu składowe krawędziowe i śrubowe dyslokacji posiadają różną zdolność do przemieszczania się. Dyslokacje krawędziowe mogą się przemieszczać łatwiej ze względu na niższy potencjał Peierlsa. W efekcie dyslokacje krawędziowe mogą ciągnąć za sobą długie segmenty dyslokacji śrubowych. Z mobilnością dyslokacji śrubowych związana jest wielkość granicy plastyczności i naprężenia uplastyczniającego ferrytu. Efekt mięknięcia związany jest z oddziaływaniem atomów pierwiastków rozpuszczonych z dyslokacjami śrubowymi, w wyniku czego tworzą się uskoki dyslokacyjne w postaci przegięć i progów [20]. Obecność atomów obcych powoduje lokalne odkształcenie sieci i mogą powstawać podwójne uskoki dyslokacji lub może ulec obniżeniu potencjał Peierlsa dyslokacji śrubowej, co w efekcie prowadzi do obniżenia naprężenia plastycznego płynięcia. Ogólnie, w uproszczonych obliczeniach inżynierskich przyrost własności wytrzymałościowych np. granicy plastyczności wywołany umocnieniem roztworowym może być przedstawiony w postaci następującej zależności [29]:

$$\sigma_{ss} = \sum_0^i k_i c_i \quad (1.14)$$

gdzie: k_i – współczynnik umocnienia roztworem stałym dla i -tego pierwiastka rozpuszczonego; c_i – zawartość i -tego pierwiastka rozpuszczonego (% wagowy).

Najczęściej w praktycznych zastosowaniach wykorzystywane są empiryczne zależności dla danych składów chemicznych, np. zaproponowane dla stali niskowęglowych i mikrostopowych następujące zależności [28, 95, 96, 123]:

$$\sigma_{ss} = 37[Mn] + 83[Si] + 59[Al] + 38[Cu] + 11[Mo] + 2918[N] \quad (1.15)$$

$$\sigma_{ss} = 80[Mn] + 750[P] + 60[Si] + 80[Cu] + 80[Ti_{ss}] + 5000[N_{ss}] \quad (1.16)$$

$$\sigma_{ss} = 215 + 104[Si] + 50[Mn] + 64[P] + 6.1[Cr] + 39.5[Ni] + 4.8[Co] + 18.1[Mo] \quad (1.17)$$

$$\sigma_{ss} = 55 + 42[Mn]^{0.54} + 750[P] + 2400[Nb] + 60[Si] + 80[Cu] + 80[Ti] + 5000[N] \quad (1.18)$$

W przypadku stali ultra-drobnziarnistych, działanie umocnienia roztworowego polega na zwiększaniu prędkości akumulacji dyslokacji, bez względu na zastosowaną prędkość odkształcania. Wzrasta tym samym gęstość dyslokacji, co w efekcie prowadzi do większego umocnienia odkształceniowego, w porównaniu ze stalami, w których umocnienie roztworowe jest słabe. Równocześnie umocnienie roztworowe w stalach ultra-drobnziarnistych zmniejsza wielkość komórek i odległości pomiędzy granicami dyslokacyjnymi a także opóźnia rozwój mikrostruktury [129]. Zawartość mikrodotyków stopowych w roztworze zmniejsza energię błędu ułożenia (*EBU*). Wraz z jej obniżeniem tworząca się struktura komórkowa staje się mniej wyraźna. Wpływ atomów obcych na strukturę materiału odkształcanego jest rezultatem ich segregacji do dyslokacji a tym samym do zmiany *EBU* [10].

1.4.2 Umocnienie odkształceniowe

Umocnienie odkształceniowe, w zakresie podstawowych mechanizmów dyslokacyjnych zostało omówione w rozdziale 1.3.1. Poniżej zostaną zaprezentowane dwa mechanizmy będące efektem umocnienia odkształceniowego, które można

wyróżnić ze względu na rolę, jaką odgrywa w kształtowaniu własności mechanicznych poprzez przeróbkę plastyczną.

Istnieje szereg modeli pozwalających na ocenę naprężenia uplastyczniającego w warunkach przeróbki plastycznej, zarówno na zimno jak i na ciepło lub gorąco. Przy ustalonych warunkach procesu odkształcania oraz dla określonego składu chemicznego stali z powodzeniem stosowane są empiryczne równania, które uwzględniają najbardziej istotne parametry technologiczne. Przykładowo, dla stali mikrostopowej z dodatkiem Nb z powodzeniem można zastosować bardzo popularną postać równania opisującą zmiany naprężenia uplastyczniającego w funkcji wielkości ziarna austenitu, prędkości i temperatury odkształcania oraz zawartości Nb [137]:

$$\sigma = 22.7 \varepsilon^{0.223} \dot{\varepsilon}^{0.0480} d_{\gamma}^{-0.070} \exp\left(\frac{2880}{T}\right) \exp(3.01 \cdot [Nb]) \quad (1.19)$$

gdzie d_{γ} jest wielkością ziarna austenitu, a $[Nb]$ oznacza całkowitą zawartość niobu w stali.

Bardzo często dla przybliżonej oceny umocnienia pochodzącego od odkształcenia plastycznego wykorzystuje się znaną postać równania Taylora:

$$\sigma_d = \alpha G b \rho^{1/2} \quad (1.20)$$

gdzie: G – moduł ścinania dla czystego żelaza; $G = 8.1 \times 10^4$ MPa, b – długość wektora Burgersa; dla ferrytu $b = 0.248$ nm, ρ – gęstość dyslokacji, α – stała zależna od oddziaływania między dyslokacjami, $\alpha = 0.38 - 1.33$ (dla stali ferrytycznych = 0.8).

Zależność (1.20) można przedstawić w innej postaci, uwzględniając gęstość początkową dyslokacji ρ_0 oraz zakładając, że w warunkach przeróbki plastycznej na gorąco lub ciepło, naprężenie wewnętrzne σ_i jest równe naprężeniu uplastyczniającemu σ_p :

$$\sigma_p = \sigma_i = \alpha G b (\rho - \rho_0)^{1/2} \quad (1.21)$$

1.4.3 Umocnienie dyslokacyjne

Umocnienie dyslokacyjne opisywane równaniami (1.20) i (1.21) dotyczy efektywnej gęstości dyslokacji, tzn. tej części która pozostaje w materiale odkształconym po uwzględnieniu procesów zdrowienia oraz anihilacji:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{umoc}^+ - \left(\frac{d\rho}{d\varepsilon}\right)_{zdr}^- \quad (1.22)$$

lub [137]

$$d\rho = \left(\frac{\delta\rho}{\delta\varepsilon} \right) d\varepsilon + \left(\frac{\delta\rho}{\delta t} \right) dt \quad (1.23)$$

Jeśli gęstość dyslokacji wzrasta równomiernie wraz ze wzrostem odkształcenia, pierwszy człon po prawej stronie równania (1.23) może być zastąpiony następującym równaniem:

$$\frac{\delta\rho}{\delta\varepsilon} = b_d \varepsilon^m \quad (1.24)$$

gdzie b_d jest współczynnikiem reprezentującym przyrost gęstości dyslokacji i jest zależny od temperatury odkształcania, wielkości ziarna austenitu, prędkości odkształcania oraz zawartości Nb zarówno w roztworze jak i w wydzieleniach [137]. Ponieważ gęstość dyslokacji można przyjąć jako proporcjonalną do odkształcenia, dla małych wartości odkształceń, w równaniu (1.24) wykładnik $m = 0$. Parametr b_d można wyznaczyć w oparciu o badania Johnsona i Gilmana [45] oraz ogólna zależność przyrostu gęstości dyslokacji od temperatury [137]:

$$b_d = b_0 D_\gamma^{m_b} \dot{\varepsilon}^{n_b} \exp\left(\frac{Q_b}{RT}\right) \quad (1.25)$$

$$b_0 = b_{00} \exp(A \cdot [Nb]_{sol} + B \cdot [Nb]_{pre}) \quad (1.26)$$

gdzie: R – stała gazowa; $[Nb]_{sol}$ – ilość Nb rozpuszczonego; $[Nb]_{pre}$ – ilość Nb wydzielonego $m_b, n_b, b_{00}, A, B, Q_b$ – stałe

Występujący po prawej stronie równania (1.23) człon $\left(\frac{\delta\rho}{\delta t}\right)$ może być wyrażony w następującej postaci:

$$\frac{\delta\rho}{\delta t} = -c_d \cdot (\rho - \rho_0)^{n_d} \quad (1.27)$$

gdzie n_d jest parametrem, który przyjmuje wartości w zależności od występującego mechanizmu zdrowienia [106]: i) $n_d=1$ gdy dyslokacje znikają w wyniku wspinania i absorpcji na granicach ziarn, ii) $n_d=2$ gdy spotykają się dyslokacje różnoimienne.

Ponieważ oba mechanizmy mogą zachodzić równocześnie, wartości parametru n_d mogą się zmieniać w zakresie $1 \div 2$.

Występujący w równaniu (1.27) parametr c_d , odzwierciedla spadek prędkości dyslokacji podczas zdrowienia i jest funkcją temperatury odkształcania, wielkość ziarna austenitu, prędkości odkształcania oraz ilości rozpuszczonego i wydzielonego Nb. Zależność parametru c_d od każdego z wymienionych czynników nie jest jednoznacznie określona, niemniej jednak można przyjąć że poniższe równanie jest właściwą jego reprezentacją:

$$c_d = c_0 D_\gamma^{m_c} \dot{\epsilon}^{n_c} \exp\left(\frac{Q_c}{RT}\right) \quad (1.28)$$

$$c_0 = c_{00} \exp\left(C \cdot [Nb]_{sol} + D \cdot [Nb]_{pre}\right) \quad (1.29)$$

gdzie: $m_c, n_c, c_{00}, C, D, Q_c$ – stałe

Podstawiając równania (1.24) i (1.27) do (1.23) oraz przyjmując, że $m=0$ i $n=0$ przy założeniu warunków stałej prędkości odkształcania, otrzymamy następującą postać równania na gęstość dyslokacji:

$$\rho = \left(\frac{b_d \dot{\epsilon}}{c_d}\right) \left(1 - \exp\left(-\frac{c_d \epsilon}{\dot{\epsilon}}\right)\right) + \rho_0 \quad (1.30)$$

W tabelicy 1.2 zamieszczono przykładowe wartości parametrów, występujących w równaniach 1.25-1.29, dla mikrostopowej stali z dodatkiem Nb [137].

Tablica 1.2: Stałe dla równań (1.25) – (1.30)

b_{00} , mm ⁻²	A , %wag ⁻¹	B , %wag ⁻¹	m_b	n_b	Q_b , J/molK
1.33×10^7	0.92	5.41	-0.207	0.105	34100
c_{00} s ⁻¹	C %wag ⁻¹	D %wag ⁻¹	m_c	n_c	Q_c J/molK
144	-4.30	0	-0.182	1.02	-18200

W przypadku ciepłno-plastycznej przeróbki stali niskowęglowych i mikrostopowych, można również w sposób przybliżony wyznaczyć efektywną gęstość dyslokacji w oparciu o podstawowe parametry odkształcania.

1.4.4 Umocnienie od podstruktury

Przyrost granicy plastyczności, a dokładniej mówiąc naprężenia uplastyczniającego w materiale w którym została zmagazynowana energia odkształcania może być obliczony jako dodatkowe naprężenie σ_{sg} lub jako składowa ogólnego równania Halla-Petcha.

Umocnienie będące składową umocnienia odkształceniowego można przedstawić za pomocą następującego, uogólnionego równania [58]:

$$\sigma_{sg} = k_s D_B^m \quad (1.31)$$

gdzie: m – wykładnik z zakresu -1 do $-1/2$, k_s – stała związana z wytrzymałością granic podziarn

$$k_s = \frac{1.6G\sqrt{b\theta}}{2\pi(1-\nu)} \cong 2.1\sqrt{\theta} \quad (1.32)$$

gdzie: θ – kąt dezorientacji granic podziarn D_B – średnia wielkość podziarna lub odległość między ściankami komórek.

Najbardziej rozpowszechnioną zależnością opisującą umocnienie pochodzące od granic podstruktury jest następujące równanie [56]:

$$\sigma_{sg} = \sigma_0 + k_y' D_B^{-1} \quad (1.33)$$

Innym sposobem na reprezentacji umocnienia pochodzącego od podstruktury jest w granicy plastyczności lub naprężeniu uplastyczniającym zastąpienie w równaniu Halla-Petcha średnicy ziarna, d , tzw. średnicą zastępczą, d_e wyznaczoną za pomocą następującego równania:

$$d_e^{-1} = d^{-1} + D_B^{-1} \quad (1.34)$$

W przypadku zmagazynowania w materiale bardzo dużej energii odkształcenia granice wąskokątowe (kąt dezorientacji $<15^\circ$) zamieniają się w klasyczne granice szerokokątowe. Mechanizm ten zostanie szerzej omówiony przy dyskusji umocnienia od rozdrobnienia struktury.

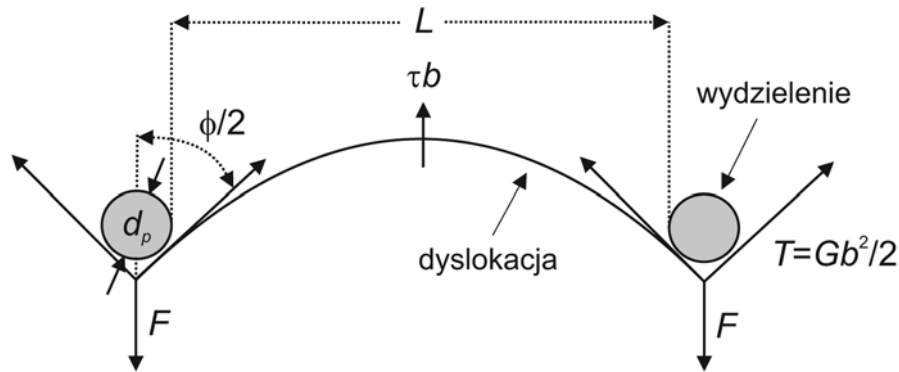
1.4.5 Umocnienie cząstkami faz obcych

Obecność cząstek faz obcych stanowi źródło silnego umocnienia wnikającego z oddziaływania z przemieszczającymi się dyslokacjami [16, 29]. Siła tego oddziaływania zależy od składu chemicznego, wielkości, rozmieszczenia oraz stopnia koherencji z osnową. Ze względu na pochodzenie cząstek możemy rozróżnić dwa podstawowe sposoby umacniania: dyspersyjne i wydzieleniowe.

Umocnienie dyspersyjne: gdy cząstki wprowadzane są do stopu w procesie wytwarzania, np. metodami metalurgii proszków lub utleniania wewnętrznego i pomiędzy nimi a osnową występuje niekoherentna granica międzyfazowa.

Umocnienie wydzieleniowe: gdy cząstki faz wtórnych wydzielają się w osnowie (podczas zabiegów przesycań i starzenia lub indukowane odkształceniem) i pomiędzy nimi a osnową występuje koherentna granica międzyfazowa, a w otoczeniu tych cząstek występuje sprężyste odkształcenie sieci osnowy i pole naprężeń dalekiego zasięgu.

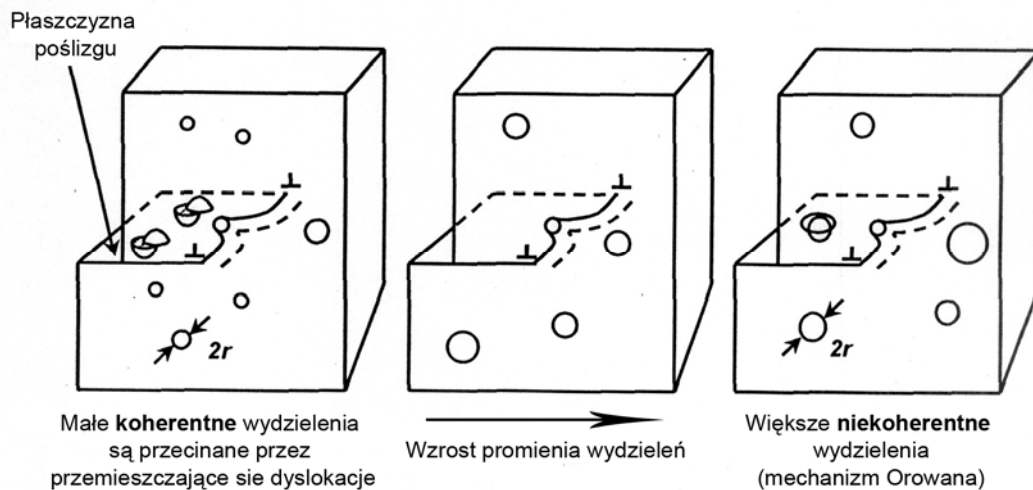
Umocnienie wydzieleniowe stali jest najczęściej uzyskiwane na drodze tworzenia twardych, niekoherentnych wydzieleni, tj. węglików lub węglikoazotków Nb, Mo, Ti i V. Wydzielenia posiadają sieć krystaliczną, której elementarna komórka znacznie różni się od tej w Fe. Dodatkowo, cząstki tych wydzieleni posiadają bardzo wysoki moduł sprężystości i dużą twardość. Jedynie zarodki, lub bardzo małe wydzielenia mogą być koherentne lub pół-koherentne z siecią żelaza. Korzystna rola drobno rozmieszczonych wydzieleni nie jest ograniczona tylko do umocnienia dyspersyjnego. Drobne dyspersyjne wydzielenia utrzymują także drobnoziarnistą strukturę w stali w wysokich temperaturach poprzez blokowanie migrujących granic ziarn. W obu przypadkach potrzebna jest duży udział objętościowy drobnych wydzieleni.



Rys. 1.17 Schematyczne przedstawienie interakcji pomiędzy dyslokacją a wydzieleniami w stali. Dyslokacje tworzą wygięcia pomiędzy dwoma przeszkodami z powodu rozdzielonej siły ścinającej τ . Napięcie linii dyslokacyjnej, T , zapobiega wydłużaniu się linii dyslokacyjnej. Dla cząstek ulegających ścinaniu $\phi/2 > 0$ – działa wówczas mechanizm Motta-Nabarro, dla cząstek, gdzie działa mechanizm Orowana: $\phi/2 = 0$ [16].

Cząstki biorące udział w procesie umocnienia wydzieleniowego, podobnie jak atomy pierwiastków obcych w umocnieniu roztworowym, mogą oddziaływać na przemieszczające się dyslokacje na drodze różnych mechanizmów (Rys. 1.17). Do najważniejszych zaliczyć należy:

- przecinanie cząstek przez dyslokacje – mechanizm Motta-Nabarro,
- omijanie cząstek przez dyslokacje z tworzeniem wokół nich pętli dyslokacyjnych - mechanizm Orowana,
- omijanie cząstek przez dyslokacje w wyniku zmiany płaszczyzny poślizgu przez wspinanie lub poślizg poprzeczny.



Rys. 1.18 Schematyczne przedstawienie oddziaływań pomiędzy wydzieleniami a dyslokacjami [16].

Gdy wydzielania są *miękkie*, koherentne, dyslokacja może je przecinać (Rys. 1.18). Przyrost umocnienia jest efektem sumowania następujących składowych:

- umocnienia od odkształcenia koherencji, wg mechanizmu Motta-Nabarro. (umocnienie pojawia się w wyniku zaburzenia pola odkształceń- przemieszczenie atomów- wokół wydzielienia koherentnego z osnową). Dla małych wydzieli (<10nm) umocnienie wynikające z braku koherencji wzrasta wraz ze wzrostem wydzieli. Dla wydzieli >10nm, umocnienie słabnie wraz ze wzrostem wielkości wydzieli.
- umocnienia „chemicznego” (po przecięciu wydzielienia przez dyslokację: zmiana energii błędu ułożenia w wydzielieniu, zmiana granicy podziału wydzielenie-osnowa, wzrost energii niedopasowania itp.). W tym wypadku wzrost umocnienia następuje wraz ze wzrostem wielkości wydzielienia. W przypadku stali mikrostopowych umacnianych wydzieleniowo dominującym jest mechanizm Orowana ponieważ występujące tutaj cząstki wydzieli są twardsze od osnowy i posiadają wyższe moduły ścinania oraz najczęściej są niekoherentne z osnową

Przyrost naprężenia wywołany mechanizmem Orowana można obliczyć za pomocą tzw. równania Aschbyego-Orowana [16]:

$$\sigma_p = \frac{0.538Gb f^{1/2}}{\kappa} \ln\left(\frac{\kappa}{2b}\right) \quad (1.35)$$

gdzie: f – udział objętościowy wydzieli, κ – średnia średnica wydzieli cząstek.

Postać wzoru (1.35) zmienia się wraz ze zmianą stopnia koherencji wydzielienia z osnową.

Ogólnie można stwierdzić, że w przypadku wydzieleń *miękkich* oddziaływanie na dyslokacje prowadzi jedynie do wzrostu prędkości umocnienia odkształceniowego. Natomiast wydzielania *twarde* powodują znaczny wzrost efektów umocnienia w czasie procesu odkształcania.

Na wielkość umocnienia pochodzącego od cząstek faz obcych ma wpływ również rodzaj dyslokacji, z którymi te cząstki oddziałują. Napięcie linii dyslokacyjnej opisywane przez mechanizm Orowana może istotnie różnić się w przypadku dyslokacji krawędziowej, śrubowej lub mieszanej. Dla przykładu:

$$\sigma_p = 0.093MGb \frac{f^{1/2}}{\kappa} \ln\left(\frac{2\kappa}{r_0}\right) \quad (1.36)$$

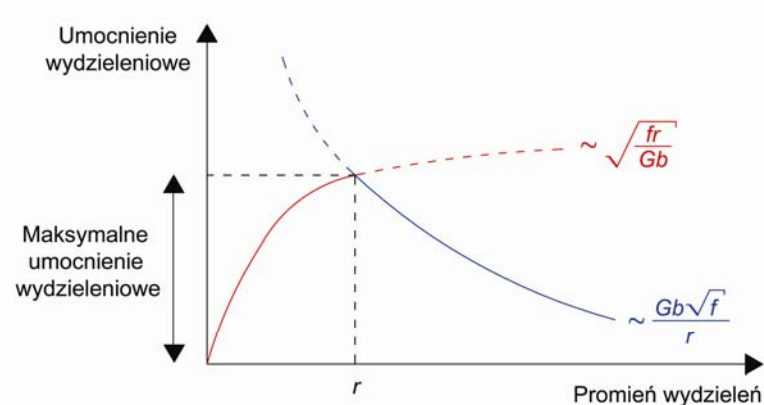
dla dyslokacji krawędziowej, oraz

$$\sigma_p = 0.140MGb \frac{f^{1/2}}{\kappa} \ln\left(\frac{2\kappa}{r_0}\right) \quad (1.37)$$

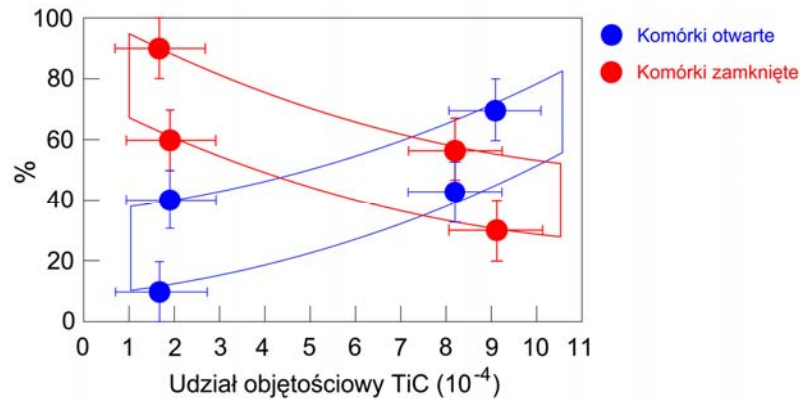
dla dyslokacji śrubowej.

Wzrost umocnienia pochodzący od ścinania koherentnych wydzieleń mechanizmowi jest proporcjonalny do \sqrt{fr} , gdzie f jest ich udziałem objętościowym, a r promieniem wydzielenia.

W ogólnym przypadku naprężenie ścinające początkowo wzrasta proporcjonalnie do \sqrt{fr} , jako że dyslokacje ścinają bardzo małe, koherentne wydzielania. Umocnienie wydzieleniowe osiąga następnie maksimum zanim zacznie spadać wraz z dalszym wzrostem średnicy wydzieleń – proporcjonalnie do $\frac{\sqrt{f}}{r}$, kiedy to przeważać zaczyna mechanizm Orowana. Dla danego udziału objętościowego wydzieleń, istnieje optymalny rozmiar cząstek, dla którego umocnienie jest maksymalne – Rys. 1.19.



Rys. 1.19 Schemat przedstawiający wpływ mechanizmu Motta-Nabarro i Orowana na umocnienie materiału w zależności od promienia wydzieleń [16].



Rys. 1.20 Zmiana udziału objętościowego w strukturze komórkowej wraz ze wzrostem udziału objętościowego wydzieleni [17].

W przypadku struktur o silnym poziomie rozdrobnienia, uzyskanych na drodze dużej akumulacji odkształcenia plastycznego, ze względu na interakcje pomiędzy wydzieleniami a dyslokacjami, bardzo dużą rolę odgrywa udział objętościowy wydzieleni [16, 83]. W materiałach silnie rozdrobnionych, charakteryzujących się strukturą komórkową, można wyróżnić dwa rodzaje ścian komórek: ściany I typu – które rozwijają się wówczas głównie jako długie równoległe ściany o dużej gęstości dyslokacji, a także ściany typu II - są one mniej więcej prostopadłe do ścian typu I i charakteryzują się mniejszą gęstością dyslokacji [17].

Dodatkowo, ściany pierwszego typu, które nie są podzielone w sposób regularny przez ściany drugiego typu można zdefiniować jako „komórki otwarte”, natomiast komórki, w których są obecne oba rodzaje ścian można traktować jako „komórki zamknięte”. Gdy udział objętościowy wydzieleni wzrasta, zmniejsza się średnia wielkość komórek zamkniętych w substrukturze [17] a także ich udział objętościowy – Rys. 1.20. Także odległość pomiędzy ściankami komórek zmniejsza się wraz ze wzrostem udziału objętościowego wydzieleni.

W przypadku struktur silnie rozdrobnionych, poza udziałem objętościowym wydzieleni, dużą rolę odgrywa także ich wielkość. Dla przykładu, w stalach z dodatkami mikrostopowymi Ti, wydzielenia można podzielić na trzy klasy wielkości [17]: mniejsze lub równe $1\mu\text{m}$ (wydzielenia TiN); wydzielenia o rozmiarze pomiędzy 100nm and $1\mu\text{m}$ ($\text{TiS}, \text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$), czy też bardzo drobne wydzielenia o rozmiarze ok. 100\AA (TiC). Tylko drobne wydzielenia są aktywne w blokowaniu dyslokacji. Wydzielenia większe blokują jedynie małą, ograniczoną ilość dyslokacji. W materiałach ultra-drobnoziarnistych, wydzielenia także stanowią przeszkody dla ruchu dyslokacji, zmniejszając tym samym proces dynamicznego zdrowienia. W rezultacie, obserwuje się znaczne utrzymywanie dyslokacji w ziarnach co z kolei, hamuje zanik umocnienia odkształceniowego, skutkując we wzroście ciągliwości [65].

Podsumowując dyskusję na temat wpływu umocnienia wydzieleniowego, można stwierdzić iż w przypadku materiałów o sieci A1, rozwój struktury komórkowej silnie zależy od udziału objętościowego wydzieleni. Mechanizmem kontrolującym ten rozwój

jest mechanizm Orowana. W przypadku materiałów o sieci A2, wydzielenia mają wpływ tylko na odległości pomiędzy ściankami typu II. Wynika z tego, iż powstawanie ścianek I typu jest kontrolowane głównie przez przemieszczanie się dyslokacji śrubowych, związanych raczej z naprężeniem tarcia sieci, aniżeli z oddziaływaniem pomiędzy poszczególnymi dyslokacjami czy też pomiędzy dyslokacjami a wydzieleniami.

1.4.6 Umocnienie od granic ziarn

Jak już wspomniano w rozdziale 1.3.1.1, najbardziej uogólnionym związkiem pomiędzy własnościami mechanicznymi a wielkością ziarna jest równanie Halla-Petcha dla dolnej granicy plastyczności (równanie 1.1). Równanie Halla-Petcha znajduje zastosowanie nie tylko do obliczania efektu umocnienia pochodzącego od szerokokatowych granic ziarn ale również podziarn, komórek dyslokacyjnych, płytek martenzytu lub perlitu oraz bliźniaków odkształcenia. Ważnym jest aby za każdym razem możliwie precyzyjnie określić warunki dla jakich równanie 1.1. jest stosowane. Zagadnienie to nabiera szczególnego znaczenia w przypadku materiałów o bardzo silnym rozdrobnieniu ziarna. Osobnym problemem jest analiza tzw. odwróconej zależności Halla-Petcha dla materiałów nanokrystalicznych. Obniżenie granicy plastyczności po przekroczeniu pewnego krytycznego stopnia rozdrobnienia tłumaczone jest najczęściej zmianą mechanizmu odkształcania z poślizgu dyslokacyjnego na poślizg po granicach ziarn. Dla materiałów nanokrystalicznych wzór Halla-Petcha może być stosowany (poza wspomnianym wcześniej wyjątkiem dla nanomateriałów) do wyznaczenia wpływu wielkości ziarna na granicę plastyczności.

W przypadku materiałów nanostrukturalnych, równanie Halla-Petcha może być wykorzystywane jedynie dla wyznaczenia naprężenia uplastyczniającego, które odpowiada bieżącemu stanowi materiału, tzn. zgromadzonej energii odkształcenia:

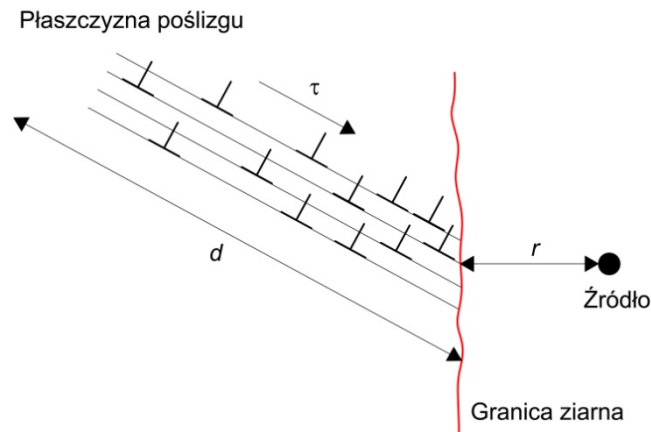
$$\sigma_p = \sigma_{0(\varepsilon)} + k_{y(\varepsilon)} d^{-1/2} \quad (1.38)$$

gdzie $\sigma_{0(\varepsilon)}$ jest naprężeniem uplastyczniającym dla wnętrza monokryształu lub struktury gruboziarnistej dla danego odkształcenia. Odzwierciedla wzrost gęstości dyslokacji w granicach wąsko-kątowych podstruktury (bez dyslokacji rozproszonych, których gęstość silnie maleje wraz ze wzrostem odkształcenia); $k_{y(\varepsilon)}$ - stała dla danego odkształcenia.

Równanie Halla-Petcha opiera się na podstawowym mechanizmie blokowania przemieszczających się dyslokacji przez bariery, które stanowią granice ziarn (Rys. 1.21). Sąsiadujące ziarna mają zazwyczaj różną orientację krystalograficzną ale wspólną granicę ziarn. Podczas odkształcenia plastycznego poślizg lub ruch dyslokacji musi nastąpić w poprzek tej wspólnej granicy. Ogólnie umocnienie od granic ziarn wzrasta gdy energia błędu ułożenia (EBU) maleje (np. silne dla Cu, słabe dla Al).

Schemat mechanizmu oddziaływania granicy ziarna na przemieszczającą się dyslokację przedstawiono na Rys. 1.21. Granica ziarna stanowi przeszkodę dla ruchu dyslokacji ponieważ:

- orientacja sąsiadujących ziarn jest różna. Dyslokacja przechodząc z ziarna A do B musi zmienić kierunek i płaszczyznę poślizgu. Jest to tym trudniejsze im większa jest dezorientacja krystalograficzna.
- zaburzenie ułożenia atomów wewnątrz granic ziarn powoduje brak ciągłości płaszczyzn poślizgu między ziarnami.



Rys. 1.21 Mechanizm spiętrzania się dyslokacji w granicach ziarna [29].

Jak widać na Rys. 1.21 w warunkach, gdy przyłożone naprężenie jest dostatecznie duże i działa dostatecznie długo, przemieszczające się dyslokacje mogą skupiać się przed przeszkodą (granica ziarna) tworząc tzw. spiętrzenia dyslokacji. W konsekwencji powstaje dodatkowe pole naprężeń co w efekcie powoduje wzrost własności wytrzymałościowych.

Jednakże, jak wspomniano przy dyskusji mechanizmów odkształcenia, w przypadku, gdy odstęp pomiędzy dyslokacjami mobilnymi jest porównywalny z wielkością ziarna i gdy naprężenie przyłożone do tych dyslokacji będzie odkształcać sprężyste granicę – stabilne spiętrzenia dyslokacji nie utworzą się – mechanizm spiętrzania nie będzie więc mógł dalej służyć do wyjaśnienia równania Halla-Petcha [88]. W takim wypadku można zaproponować, by naprężenie potrzebne do zapoczątkowania migracji dyslokacji w substrukturze, składającej się zarówno z granic wąsko- jak i szerokokątowych (ze źródłami Franka-Reada wewnątrz ziarn/podziarn), reprezentowane przez następującą zależność [88]:

$$\sigma = \sigma_i + \hat{\sigma}_p + \alpha_1 Gb\sqrt{\rho_i} + \alpha_2 Gb\left(\frac{1}{\delta} + \frac{1}{d}\right) \quad (1.39)$$

gdzie G jest modułem ścinania, b – długość wektora Burgersa, $\hat{\sigma}_p$ jest składową naprężenia uplastyczniającego, pochodzącą od nieodkształcalnych cząstek (naprężenie Orowana $\hat{\sigma}_p = Gb / L$, gdzie L jest odległością pomiędzy cząstkami), ρ_i gęstością

dyslokacji w podziarnach a δ odległością pomiędzy ściankami podziarn; d jest bądź wielkością ziarna, w nieodkształconym materiale polikrystalicznym, bądź odległością pomiędzy granicami szerokokątowymi w strukturze po silnym odkształceniu plastycznym.

Przyjmując, że model spiętrzania dyslokacji na granicach ziarn jest wciąż obowiązujący [33], można podjąć próbę opisu umocnienia powodowanego przez wąskokątowe granice ziarn, w oparciu o założenie, że opór granicy jest naprężeniem wymaganym do „przepchnięcia” dyslokacji krawędziowej przez prostą ścianę ziarna (lub komórki). Wówczas stała k_y równania Halla-Petcha będzie równa:

$$k_y = G\sqrt{b\theta} \quad (1.40)$$

gdzie θ jest kątem dezorientacji granicy ziarna.

Jako alternatywne wyjaśnienie dla różnic w mechanizmie umocnienia od rozdrobnienia struktury, Hansen [33] powiązał naprężenie uplastyczniające struktury komórkowej z całkowitą gęstością dyslokacji. Założył on, iż gęstość dyslokacji granicy ziarna wynika jedynie z granic dyslokacyjnych geometrycznie niezbędnych i zaproponował następującą zależność na naprężenie:

$$\sigma = \sigma_0 + M\alpha Gb\sqrt{3b\theta D_B}^{-1/2} \quad (1.41)$$

gdzie τ_0 naprężenie tarcia sieci, M współczynnik Taylora, D_B odległość pomiędzy granicami, mierzona wzdłuż dowolnych linii. W przypadku stali, dla wartości $M=3$ i $\alpha=0.24$, współczynnik nachylenia k_y w równaniu Halla-Petcha wyniesie w przybliżeniu:

$$k_y = 1.25G\sqrt{b\theta} \quad (1.42)$$

Wartość ta jest wyższa w porównaniu do te uzyskanej z modelu spiętrzania dyslokacji. Jak już wspomniano, równanie (1.42) pokazuje wpływ kąta dezorientacji na współczynnik k_y dla granic dyslokacyjnych. Można zauważyć, że dla tego typu granic, współczynnik nachylenia w równaniu Halla-Petcha (równania 1.40 i 1.42) wzrasta proporcjonalnie do pierwiastka kwadratowego kąta dezorientacji. Tak więc, przy małych kątach dezorientacji, współczynnik nachylenia k_y dla komórek czy podziarn będzie mniejszy, niż w przypadku szerokokątowych granic ziarn. Na tej podstawie można przypuszczać, że istnienie pewna krytyczna wartość kąta dezorientacji granicy, dla której udział w umocnieniu pochodzący od granic wąsko i szerokokątowych będzie równy. Podsumowując można więc stwierdzić, iż umocnienie materiału nanostrukturalnego może być traktowane jako złożony efekt w zależności od układu dyslokacji.

Składowa mechanizmu umocnienia pochodząca od wąsko- i szerokokątowych granic ziarn może również być uwzględniona nie tylko poprzez określenie odległości pomiędzy granicami, ale także przez określenie ich udziału objętościowego. W przypadku struktur silnie odkształconych plastycznie, umocnienie pochodzące od poszczególnych rodzajów granic ziarn może być wyrażone następującej addytywnej formie [34]:

$$\sigma = \sigma_0 + M\alpha Gb\sqrt{1.5bS_V\theta_{LAB}(1-f)} + k\sqrt{\frac{S_V}{2}}f \quad (1.43)$$

gdzie S_V - obszar granicy na jednostkę objętości, f - gęstość granic szerokokątowych i θ_{LAB} - średni kąt dezorientacji granic wąskokątowych.

Zależność ta daje dobrą zgodność z wynikami doświadczalnymi dla analizy naprężenia plastycznego płynięcia w temperaturze pokojowej Al, Ni oraz stali IF. W równaniu (1.43) S_V może zostać zamienione z $2/D_B$, gdzie D_B jest średnią odległością pomiędzy granicami.

Na podstawie powyższej analizy można stwierdzić, iż różnice w równaniach konstytutywnych opisujących mechanizmy umocnienia, w przypadku materiałów ultradrobnoziarnistych i nanostrukturalnych wynikają głównie ze znacznie zwiększonego udziału granic wąsko- i szerokokątowych. Granice te stanowią podstawowe przeszkody dla ruchu dyslokacji. Możliwości przewidywania własności mechanicznych takich materiałów zależą zatem od prawidłowej reprezentacji wymienionych zjawisk np. w modelu naprężenia uplastyczniającego.

1.5 Efekty silnego rozdrobnienia struktury

W zależności od zastosowanej metody wytwarzania można uzyskać struktury o różnym poziomie rozdrobnienia ziarna, udziale objętościowym granic ziarn wąsko czy szerokokątowych, czy też poziomie niejednorodności. Z punktu widzenia jakości mikrostruktury, silne odkształcenie plastyczne, stosowane w technikach SPD wprowadza duży udział substruktury (najczęściej poprzez fragmentację pierwotnych ziarn), która następnie, w odpowiednich warunkach (wyżarzanie bądź dynamiczne zdrowienie), może zostać zamieniona na strukturę szerokokątową. Prowadzi to w efekcie do większego poziomu rozdrobnienia w porównaniu z metodami ATP. Odkształcenie na ciepło i zimno przy zastosowaniu technik ATP również powoduje duże rozdrobnienie struktury i prowadzi do fragmentacji ziarn (do postaci komórek i podziarn). W przypadku odkształcania na gorąco techniką ATP, mniejsza zdolność do akumulacji energii odkształcenia, ze względu na dynamiczne procesy zdrowienia w wyższych temperaturach, skutkuje w uzyskaniu mniejszego stopnia rozdrobnienia struktury, która jednakże charakteryzuje się większą jednorodnością. Jak już wspomniano w poprzednich rozdziałach, wszystkie te czynniki, a w szczególności

rozdrobienie struktury, wpływając na zjawiska fizyczne zachodzące w materiale, uruchamiają bardziej złożone mechanizmy odkształcenia i umocnienia w porównaniu ze strukturami typowymi. To z kolei, wpływa na zmianę końcowych właściwości materiału stwarzając możliwości uzyskania materiałów o nowych, specjalnych właściwościach.

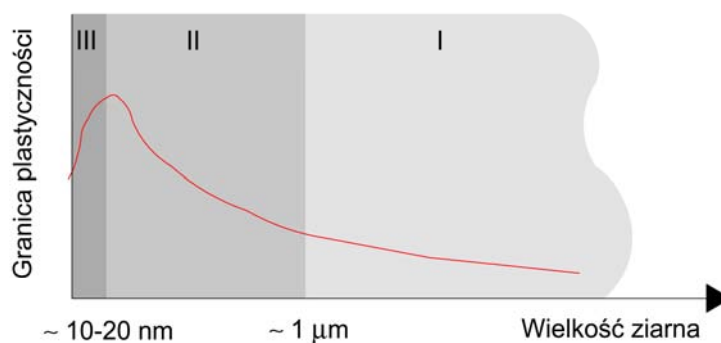
Podsumowanie efektów wynikających z rozdrobnienia struktury dla żelaza i stali zestawiono w tablicy 1.3. Można zauważyć, że słusznym jest podział dyskutowanych zagadnień na zakresy determinowane wielkością ziarna, w których na skutek zmian w mechanizmach odkształcenia i umocnienia, obserwuje się również zmiany właściwości mechanicznych.

Tablica 1.3: Podsumowanie efektów wynikające z rozdrobnienia struktury w stalach [84]

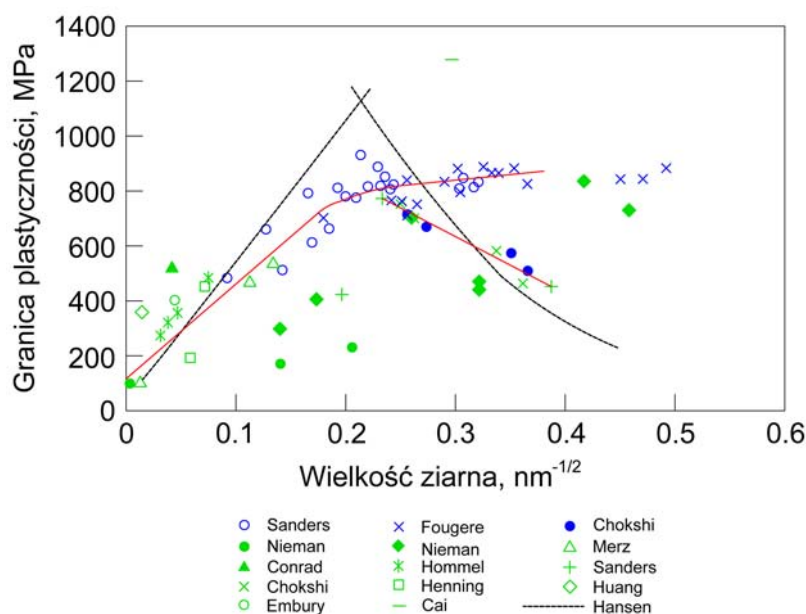
Poziom rozdrobnienia	Efekty zachodzące wraz z rozdrobnieniem struktury									
	Nachylenie H-P	Naprężenie uplastyczniające	Naprężenie płynięcia	Dyslokacje	Czułość na odkształcenia	Ciągliwość	Udamność	Umocnienie odkształceniowe		
$d > 1 \mu\text{m}$	Stałe	Zwiększa się	Znacznie zwiększa się	Zwiększa się gęstość dyslokacji ruchomych i lasu dyslokacji		Dobra, powoli obniża się	Zwiększa się	Silne		
100nm $< d < 1 \mu\text{m}$	Obniża się w zakresie mniejszych wielkości ziarn	Zwiększa się	Rośnie ale w mniejszym stopniu w porównaniu do zakresu I	Zwiększa się ilość spiętrzonych dyslokacji i granic ziarn.	Zwiększa się (metale o sieci A1), zmniejsza się (metale o sieci A2)	Zmniejsza się	Zwiększa się	Zmniejsza się – większe w pobliżu granic ziarn niż we wnętrzach ziarn		
$d < 100\text{nm}$	Odwrotne		Obniża się	Zwiększa się udział objętościowy granic ziarn	W metalach o sieci A1 wzrasta	Niska, nie zmienia się	Brak danych dla stali – dla Cu zwiększa się	Ograniczone jako konsekwencja tworzenia się pasm ścinania		

1.5.1 Własności wytrzymałościowe i udarność

Zmniejszenie rozmiaru ziarna z zakresu mikro- do nanometrycznego powoduje przede wszystkim poprawę własności wytrzymałościowych mimo, iż dla wielu materiałów zaobserwowano spadek współczynnika nachylenia k_y w równaniu Halla-Petcha [14, 15, 49, 90, 111]. Rys. 1.22 i Rys. 1.23 przedstawiają ogólne zachowanie się granicy plastyczności dla zmniejszającego się rozmiaru ziarna [78, 90]. Potwierdzają one, omówione już wcześniej, istnienie zakresów wielkości ziarna, dla których następuje zmiana zachowania się materiału.



Rys. 1.22 Schematyczne przedstawienie istnienia obszarów w których następuje zmiana zachowania się materiału [90].

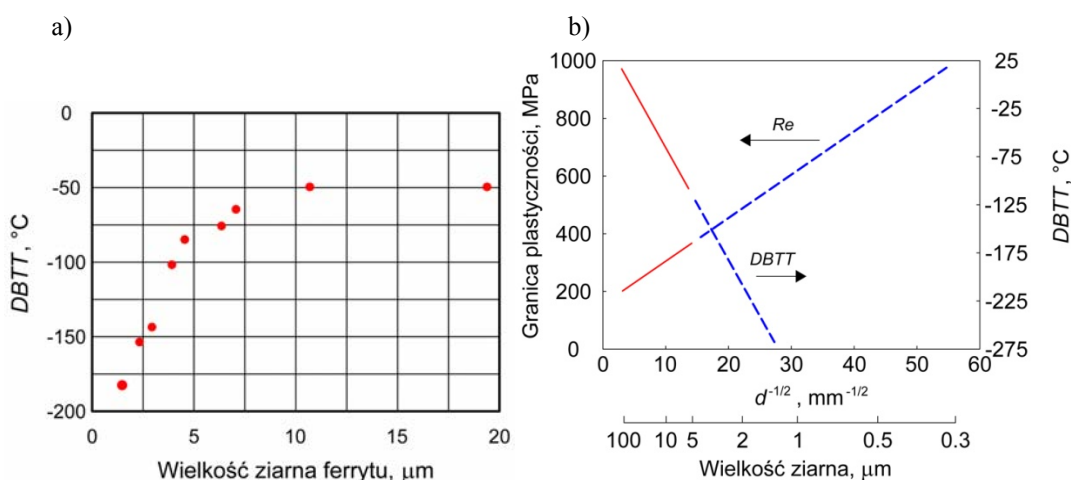


Rys. 1.23 Zależność granicy plastyczności od wielkości ziarna dla miedzi [78].

Również w przypadku stali obserwuje się znaczną poprawę własności wytrzymałościowych, gdy wielkość ziarna zmniejsza się do zakresu nanometrycznego [110,111]. Stale ultra-drobnoziarniste, uzyskiwane metodą silnej akumulacji odkształcenia, charakteryzują się silną substrukturą i dużą gęstością dyslokacji w ziarnach szerokokątowych. Zatem, wzrost wytrzymałości w tym przypadku wynika nie tylko z umocnienia pochodzącego od rozdrobnienia struktury, lecz również od

umocnienia odkształceniowego czy umocnienia od tekstury. Śledząc zależność granicy plastyczności od wielkości ziarna, w przypadku stali nie obserwuje się odwróconego efektu Halla-Petcha, gdyż poziom rozdrobnienia, który byłby potrzebny do jego zaistnienia nie jest jeszcze uzyskiwany. Widoczny jest natomiast, spadek współczynnika nachylenia w równaniu Halla-Petcha (dla poziomu rozdrobnienia poniżej 300nm) głównie na skutek zmian zachodzących podczas odkształcania w strukturze (np. w stalach niskowęglowych zastępowanie twardego perlitu przez z cementyt sferoidalny w osnowie ferrytycznej)[111].

Kolejną korzyścią wynikającą z silnego rozdrobnienia struktury jest znaczna poprawa udarności [63, 65, 111, 116]. Wraz ze zmniejszaniem się wielkości ziarna, propagacja zainicjowanego pęknięcia zostaje znacznie ograniczona. Rozdrobnienie struktury zwiększa więc poziom wytrzymałości na zerwanie oraz obniża temperaturę przejścia w stan kruchy *DBTT* [99]. Gdy poziom rozdrobnienia osiągnie pewną krytyczną wartość (poniżej kilkunastu nanometrów) obserwowana jest zmiana mechanizmu pęknięcia [57]. W przypadku materiałów o strukturze typowej przelom powstaje jako efekt tworzących się mikropęknięć i następującej ich koalescencji. W materiale nanokrystalicznym, gdzie aktywność dyslokacji jest ograniczona a dominującym mechanizmem jest poślizg po granicach ziarn, przelom powstaje poprzez rozrywanie wiązań atomowych wzdłuż ścieżki, która na powierzchni przelomu tworzy morfologię w postaci pustek.

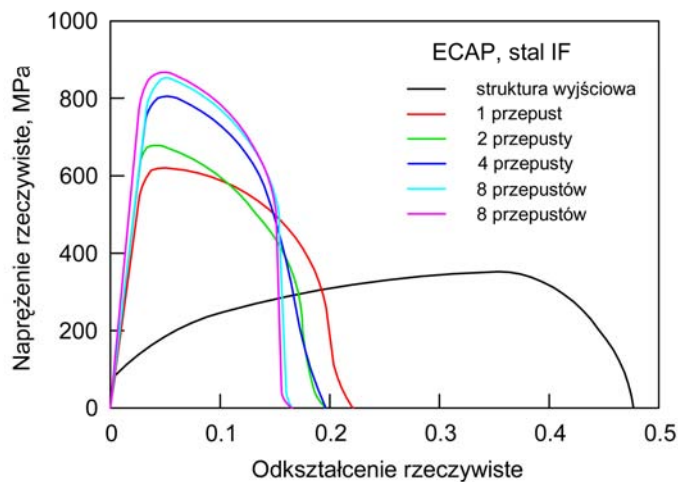


Rys. 1.24 Wpływ rozdrobnienia struktury na temperaturę przejścia w stan kruchy [7, 99].

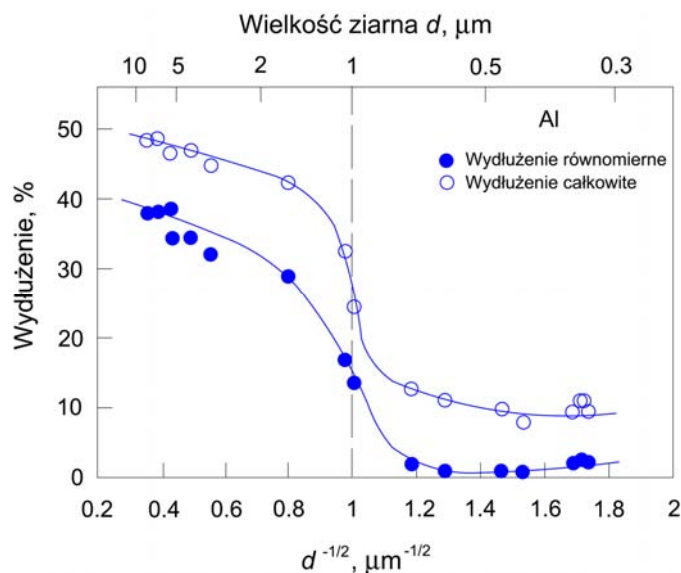
W przypadku stali, uzyskiwany poziom rozdrobnienia nie osiąga wartości krytycznej, która jest wymagana dla zmiany mechanizmu pęknięcia, niemniej jednak w stalach ultra-drobnziarnistych obserwuje się znaczne obniżenie temperatury przejścia w stan kruchy w porównaniu do stali o strukturze typowej – Rys. 1.24[111, 121].

1.5.2 Własności plastyczne

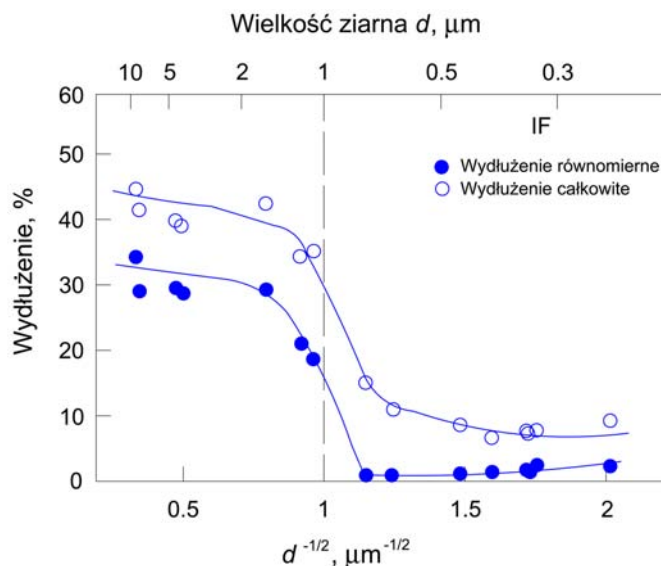
Rozdrobnienie struktury wiąże się jednak również ze spadkiem własności plastycznych [65, 91, 123, 111-112, 120,121], co można zaobserwować kolejno na Rys. 1.25, Rys. 1.26 i Rys. 1.27. Jednym z podstawowych źródeł utraty ciągliwości jest zmniejszenie efektu umocnienia dyslokacyjnego. Utrata ciągliwości odpowiada momentowi utraty spójności, który obserwowany jest na wykresie rozciągania jako koniec odkształceń równomiernych. Pierwszą z przyczyn utraty własności plastycznych w stalach ultra-drobnziarnistych może być zdrowienie dynamiczne, które w przypadku tych materiałów znacznie obniża prędkość umocnienia odkształceniowego [110-112].



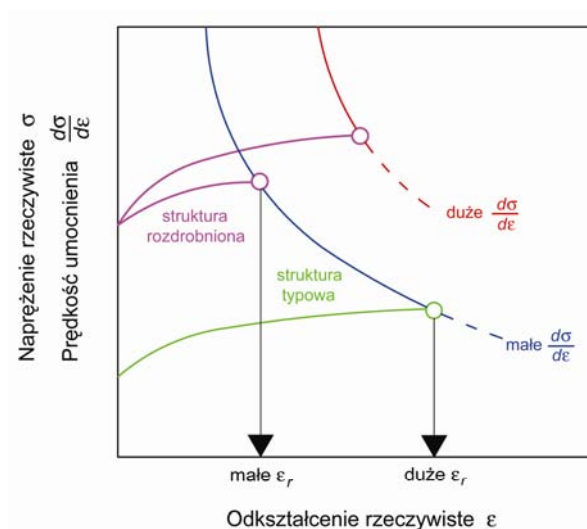
Rys. 1.25 Wyniki próby rozciągania dla stali IF. Materiał wyjściowy i materiał po odkształceniu ECAP po różnej ilości przepustów [23].



Rys. 1.26 Zależność własności plastycznych od średniej wielkości ziarna dla stali IF [126].



Rys. 1.27 Zależność własności plastycznych od średniej wielkości ziarna dla stali IF [126].



Rys. 1.28 Schematyczne przedstawienie zmian wydłużenia równomiernego ϵ_r w zależności od poziomu rozdrobnienia struktury [91].

Podczas odkształcenia plastycznego dyslokacje, które przenoszą to odkształcenie wewnątrz ziarn zatrzymywane są na granicach. Kinetyka dynamicznego zdrowienia związana jest natomiast z rozprzestrzenianiem tych uwieczonych dyslokacji krawędziowych w granicach ziarn [93]. Obniżenie gęstości dyslokacji w ziarnach prowadzi zatem do osłabienia efektu umocnienia odkształceniowego. Badania sugerują, iż istnieją dwa typy mechanizmu zdrowienia – wolniejsze – we wnętrzach ziarn i szybsze w pobliżu granic ziarn. O ile ten drugi mechanizm nie ma większego znaczenia w przypadku struktur typowych (z powodu mniejszego udziału objętościowego granic), o tyle wydaje się on być istotny w przypadku struktur o silnym rozdrobnieniu ziarna [110].

Zjawisko utraty ciągliwości w materiałach ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych, może być również wyjaśnione w oparciu o niestabilność plastyczną

pojawiającą się w próbie rozciągania. Niestabilność ta, powodująca zapoczątkowanie powstawania szyjki na skutek lokalizacji odkształcenia może być łatwo oszacowana w oparciu o kryterium Considère [5]:

$$\sigma = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (1.44)$$

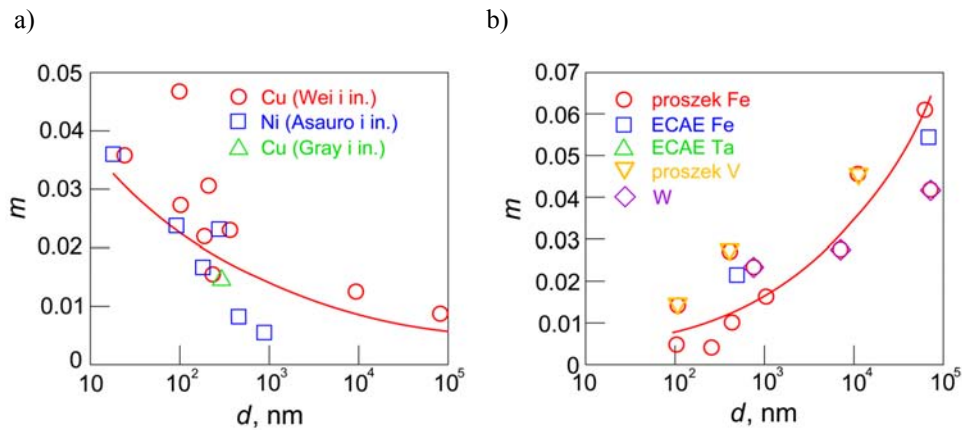
gdzie σ – naprężenie rzeczywiste, ε – odkształcenie rzeczywiste

Gdy w próbie rozciągania, prędkość umocnienia $d\sigma/d\varepsilon$ osiągnie wartość naprężenia uplastyczniającego, kończy się zakres odkształceń równomiernych i zaczyna tworzyć się szyjka. W przypadku materiałów silnie rozdrobnionych gdzie - szczególnie we wczesnym stadium odkształcania - następuje znaczny wzrost naprężenia uplastyczniającego a dodatkowo jest niski poziom umocnienia odkształceniowego, niestabilność plastyczna pojawia się znacznie wcześniej, niż w przypadku materiałów typowych (Rys. 1.28) [91]. Zjawisku utraty umocnienia odkształceniowego można przeciwdziałać przez zwiększenie gęstości dyslokacji, które w konsekwencji spowoduje wzrost prędkości umocnienia i opóźnienie lokalizacji odkształcenia pod działaniem naprężenia rozciągającego. Wzrost udziału objętościowego granic ziarn w materiałach o strukturach silnie rozdrobnionych powoduje, że wzrasta aktywność mechanizmów dyfuzyjnych, które poprawiają własności plastyczne. Niemniej jednak, wzrost ciągliwości z tego wynikający jest niewspółmiernie mały w porównaniu z ograniczeniem wynikającym ze spadku dyslokacyjnie kontrolowanej plastyczności. Także umocnienie wywołane wzrostem prędkości odkształcenia (kryterium niestateczności Hart'a) może stanowić drogę do poprawy ciągliwości w strukturach silnie rozdrobnionych [78]. Podstawowym w tym wypadku założeniem jest stwierdzenie, że wraz ze zwiększającym się stopniem rozdrobnienia następuje wzrost czułości na prędkość odkształcenia, reprezentowanej przez współczynnik m . Taka tendencja obserwowana jest przede wszystkim w metalach o sieci A1. W przypadku metali o sieci A2, wpływ stopnia rozdrobnienia struktury jest zdecydowanie słabszy lub odwrotny (Rys. 1.29) [136]. Jest to zgodne z tezą, że w metalach o sieci A2 umocnienie odkształceniowe jest mniej czułe na obniżenie temperatury lub wzrost prędkości odkształcenia, aniżeli w przypadku sieci A1.

Głównym czynnikiem kontrolującym współczynnik m jest tzw. objętość aktywacji dla odkształcenia plastycznego V^* , która można opisać następującą zależnością [104]:

$$V^* = bA^* = mk_B T (\Delta \ln \dot{\varepsilon} / \Delta \sigma_p) \quad (1.45)$$

gdzie: b – długość wektora Burgersa, A^* - obszar aktywacji dla ruchu dyslokacji, k_B – stała Boltzmanna, T – temperatura, $\dot{\varepsilon}$ -prędkość odkształcenia i σ_p – naprężenie uplastyczniające.



Rys. 1.29 Zależność współczynnika czułości prędkości odkształcenia na naprężenie od wielkości ziarna dla metali o sieci A1 –a) i A2 –b) [136].

Jest ona powiązana ze współczynnikiem czułości prędkości odkształcenia na naprężenie w sposób następujący:

$$m = 1.73k_B / V * \sigma_p \quad (1.46)$$

Tym samym ciągłość, prędkość odkształcenia oraz mechanizmy odkształcenia są ze sobą ściśle powiązane i istnieje możliwość ich kombinacji dla poprawy zdolności materiału do odkształceń plastycznych. Należy oczekiwać, że poprawa plastyczności w przypadku ultra-drobnodziarnistych stali mikrostopowych będzie możliwa w momencie osiągnięcia podwyższonej czułości na prędkość odkształcenia. Jest to możliwe poprzez zaprojektowanie odpowiedniego procesu przeróbki cieplno-plastycznej oraz składu chemicznego badanego materiału [113].

Wśród korzystnych efektów, związanych z rozdrobnieniem struktury do poziomu nanometrycznego, należy również wymienić nadplastyczność, która obserwowana jest w niektórych metalach i stopach drobnodziarnistych (w tym w stalach), przede wszystkim w wyższych temperaturach ale również w warunkach małych prędkości odkształcenia [55, 79, 132]. Silne rozdrobnienie struktury powoduje pojawienie się stanu nadplastyczności w znacznie niższych temperaturach, bądź też w warunkach wyższych prędkości odkształcenia (w porównaniu ze strukturami typowymi). Nadplastyczność w materiałach nanokrystalicznych pojawia się głównie jako rezultat poślizgu po granicach ziarn [132]. W przypadku stopów aluminium o poziomie rozdrobnienia struktury pomiędzy 1µm a 500nm, obserwuje się także pojawienie stanu nadplastyczności w warunkach dużej prędkości odkształcenia [9]. Głównym czynnikiem, wymaganym do zaistnienia tego typu nadplastyczności, jest wyraźna przewaga w strukturze szerokokatowych granic ziarn. Ogólnie można podsumować, iż pojawienie się stanu nadplastyczności w materiałach nanokrystalicznych związane jest z relatywnie dużym umocnieniem odkształceniowym powodowanym przez zmianę

mechanizmów odkształcenia, prawdopodobnie z powodu trudności z akomodacją dyslokacji przez granice ziarn [117].

Podsumowując dyskusję na temat własności plastycznych w strukturach silnie rozdrobnionych można stwierdzić, iż ich poprawę w strukturach ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych można osiągnąć głównie przez zwiększenie umocnienia odkształceniowego [91, 93, 110, 111], które w stalach można osiągnąć poprzez [65, 97]:

- wytworzenie struktury bimodalnej (o zróżnicowanym rozkładzie wielkości ziarna), która zapewniałaby z jednej strony dobrą wytrzymałość przy jednoczesnym dostarczeniu odpowiedniego poziomu plastyczności,
- uzyskanie struktury wielofazowej (np. ferryt+martenzyt),
- wprowadzenie do struktury defektów w postaci dyspersyjnych cząstek faz obcych (drobne wydzielienia węglikoazotków, cementytu itd.) stanowiących dodatkowe przeszkody dla ruchu dyslokacji.

1.6 Modele naprężenia uplastyczniającego

Reakcją materiału odkształcanego plastycznie na zadawane obciążenie jest zmiana naprężenia uplastyczniającego. Z tego też powodu można przyjąć, że dyskusja związków pomiędzy stopniem rozdrobnienia struktury a mechanizmami umocnienia może być poprowadzona z wykorzystaniem modeli naprężenia uplastyczniającego. W ten sposób możliwym będzie uwzględnienie najbardziej istotnych warunków odkształcania, zarówno procesowych jak i materiałowych.

1.6.1 Kompozytowy model Bensona-Meyersa

Benson [8] i Meyers [76] opracowali opis konstytutywny, w którym naprężenie plastycznego płynięcia uzależnione zostało od wielkości ziarna w zakresie nanometrycznym. Podejście to opiera się na czterech podstawowych założeniach, wykorzystywanych do opisu umocnienia pochodzącego od granic ziarn:

- granice ziarn działają jako przeszkody dla ruchu dyslokacji,
- granice ziarn stanowią źródła dyslokacji,
- anizotropia sprężysta powoduje dodatkowe naprężenia w otoczeniu granic ziarn,
- w obszarze granic ziarn generowanych jest wiele systemów poślizgu, podczas gdy wnętrza ziarn, zdominowane są przez pojedyncze poślizgi.

W świetle powyższych założeń można przyjąć, iż wnętrza ziarn umacniają się poprzez klasyczny model (poślizg dyslokacji), podczas gdy granice ziarn wykazują znacznie

szybszy wzrost gęstości dyslokacji (jak już wcześniej wspomniano w podrozdziale 1.3.4.1 –

Rys. 1.12). Model ten przewiduje kompozytowy charakter materiału, w którym wnętrza ziarn posiadają naprężenie uplastyczniające σ_{pB} , natomiast umocniona strefa granic ziarn, odpowiednio naprężenie uplastyczniające σ_{pGB} [8]:

$$\sigma_p = \sigma_{pB} + 8k_{MA}(\sigma_{pGB} - \sigma_{pB})\bar{D}^{-1/2} - 16k_{MA}^2(\sigma_{pGB} - \sigma_{pB})D^{-1} \quad (1.47)$$

gdzie: σ_p – naprężenie uplastyczniające, k_{MA} – współczynnik nachylenia Meyersa-Ashwortha, D – średnia wielkość ziarna.

Dla rozmiarów ziarna z zakresu mikrometrycznego dominuje składowa $D^{-1/2}$ i w efekcie uzyskiwana jest tradycyjna zależność Halla-Petcha. Wartość współczynnika nachylenia k_y w równaniu Halla-Petcha wyniesie:

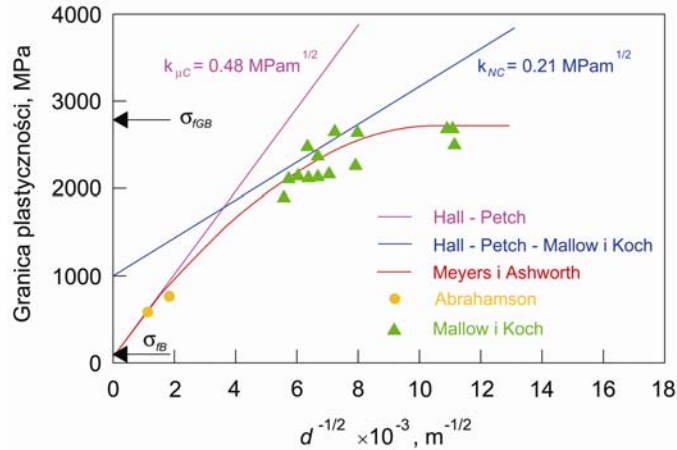
$$k_y = 8k_{MA}(\sigma_{pGB} - \sigma_{pB}) \quad (1.48)$$

Gdy wielkość ziarna maleje, czynnik D^{-1} zaczyna dominować a wartość $\sigma_p(D^{-1/2})$ osiąga maksimum. Sytuacja taka pojawia się dla pewnej krytycznej wartości wielkości ziarna $D_c = (4k_{MA})^2$. Dla wartości $D < D_c$ zakłada się, że krzywa zależności naprężenia uplastyczniającego od odwrotności wielkości ziarna stabilizuje się na określonym poziomie. Model ten posiada szereg założeń i uproszczeń:

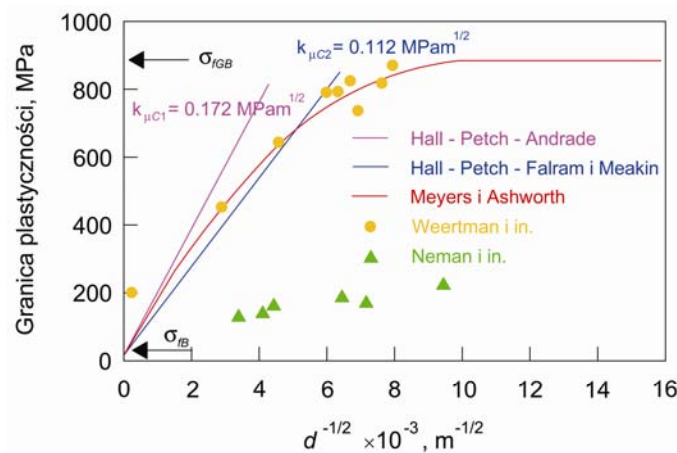
- założono, iż warstwa umocniona odkształceniowo zależy od wielkości ziarna w klasyczny sposób ($D^{-1/2}$),
- naprężenie uplastyczniające warstwy umocnionej jest stałe a umocnienie odkształceniowe pomiędzy tą warstwą a wnętrzem ziarn zmienia się gradientowo,
- „nasylenie” naprężenia uplastyczniającego w granicach ziarn następuje we wczesnym stadium odkształcenia plastycznego.

Jak pokazano na Rys. 1.30, pomimo zastosowania tak drastycznych założeń, uzyskano całkiem dobrą zgodność z wynikami doświadczalnymi. Zarówno wyniki badań doświadczalnych jak i obliczeń modelowych potwierdzają fakt, iż współczynnik nachylenia równania Halla-Petcha w zakresie nanometrycznym jest niższy w porównaniu do zakresu typowych wielkości ziarn.

a)



b)



Rys. 1.30 Zależność naprężenia uplastyczniającego od wielkości ziarna dla żelaza –a) i miedzi –b). Porównanie wyników doświadczalnych i wyników obliczeń według równania (1.47). [76].

1.6.2 Model Parka

Przykładem modelu naprężenia, który nie bazuje na klasycznej teorii spiętrzenia dyslokacji na granicach ziarn jest model zaprezentowany przez Parka [93]. W podejściu tym wykorzystano model odkształcenia sprężystego granic ziarn, który opisano w rozdziale 1.3.1.2., oraz warunki dla naprężenia krytycznego koniecznego do powstania wygięcia dyslokacji, opisane równaniem (1.3):

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{MGb}{2\pi\rho^{-1/2}(1-\nu)} \left[\left(1 - \frac{3\nu}{2}\right) \ln\left(\frac{\rho^{-1/2}}{b}\right) - 1 + \frac{\nu}{2} \right] \quad (1.49)$$

gdzie: σ_0 – naprężenie tarcia sieci (= 76 MPa); M – współczynnik Taylora (= 2.78 dla sieci A2); G – moduł ścinania (= 78 GPa); b – długość wektora Burgersa (= 2.48×10^{-10} m); ν - współczynnik Poissona (= 0.33) i ρ - gęstość dyslokacji.

Pomiar gęstości dyslokacji jest często utrudniony i niedokładny, w związku z tym stosowane są metody zastępcze np. z wykorzystaniem obrazu struktury komórkowej tj. średnicy zastępczej komórek [119]. Gęstość dyslokacji w równaniu (1.49) może zostać wyznaczona z następującej zależności:

$$\rho^{1/2} = \frac{D_B}{k_1} \quad (1.50)$$

gdzie d_s - średnica podziarna (wielkość komórki, średni dystans pomiędzy poprzecznymi ścianami komórek) a k_1 – stała ($k_1=23$).

Przedstawione w pracy [119] porównanie wyników obliczeń wartości granicy plastyczności za pomocą wzoru (1.49) z wartościami zmierzonymi w próbie ściskania dla stali IF (średnia wielkości ziarna $1.5\mu\text{m}$) oraz w próbie rozciągania dla stopu FeAl (średnia wielkość ziarna 500nm), świadczy o zadowalającej zbieżności modelu. Przedstawiona metodyka może być zastosowana w badaniach i modelowaniu własności w materiałach, uzyskanych po przeróbce na zimno, gdzie w materiale obserwuje się duży udział wąskokątowych granic ziarn.

1.6.3 Model KHL (Khan – Huang – Liang)

Kolejny model, który charakteryzuje się dużą dokładnością w przewidywaniu naprężenia uplastyczniającego dla materiałów ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych został opracowany przez zespół Khan, Hunag i Linag (KHL) [47-49]. Pierwotna postać tego modelu została zaproponowana w 1999r i zakładała możliwość rozkładu całkowitej prędkości odkształcenia na część sprężystą i plastyczną[48]:

$$\sigma_p = \left(a + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \right) \left[A + B \left(1 - \frac{\ln \dot{\epsilon}}{\ln D_0^p} \right)^{n_1} (\epsilon^p)^{n_0} \right] \dot{\epsilon}^{C \ln \dot{\epsilon}} (1 - T^*{}^m) \quad (1.51)$$

gdzie:

$$T^* = \left(\frac{T - T_r}{T_m - T_r} \right), \quad \sigma_p - \text{naprężenie uplastyczniające}; \quad \epsilon^p - \text{intensywność odkształcenia}; \quad T_m$$

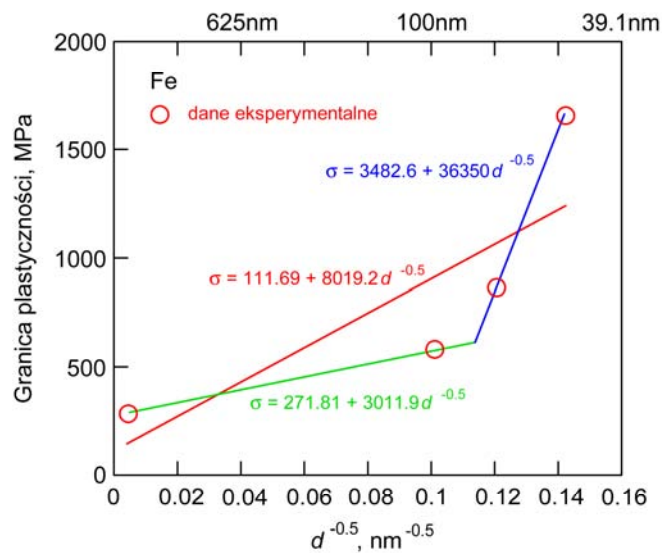
– temperatura topnienia; T – temperatura bieżąca; T_r – temperatura odniesienia; $D_0^p = 10^6 \text{ s}^{-1}$; $\dot{\epsilon}^* = 1 \text{ s}^{-1}$ - prędkość odkształcenia odniesienia; $\dot{\epsilon}$ - intensywność prędkości odkształcenia; $A, k_y, B, n_0, n_1, C, m$ – stałe materiałowe.

Model ten został następnie zmodyfikowany w taki sposób, aby opisywał umocnienie odkształceniowe materiału w zależności od odkształcenia, prędkości odkształcenia, temperatury i wielkości ziarna [49]:

$$\sigma_p = \left(a + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \right) \left[1 + B^* \left(1 - \frac{\ln \dot{\varepsilon}}{\ln D_0^p} \right)^{n_1} (\varepsilon^p)^{n_0} \right] \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}^*} \right)^C \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_r} \right)^m \quad (1.52)$$

gdzie: σ_p - naprężenie uplastyczniające; ε^p - intensywność odkształcenia; T_m - temperatura topnienia; T - temperatura bieżąca; T_r - temperatura odniesienia; $D_0^p = 10^6 \text{ s}^{-1}$; $\dot{\varepsilon}^* = 1 \text{ s}^{-1}$ - prędkość odkształcenia odniesienia; $\dot{\varepsilon}$ - intensywność prędkości odkształcenia; $a, k_y, B^*, n_0, n_1, C, m$ - stałe materiałowe.

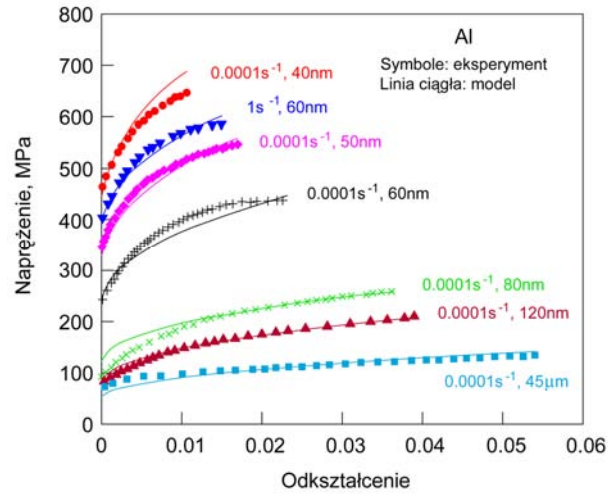
Dodatkowo, ta lepkoplastyczna postać modelu odzwierciedla efekt odwrócenia zależności Halla-Petcha dla struktur nanokrystalicznych (Rys. 1.31), tj. obniżanie wartości granicy plastyczności wraz z rozdrobnieniem struktury.



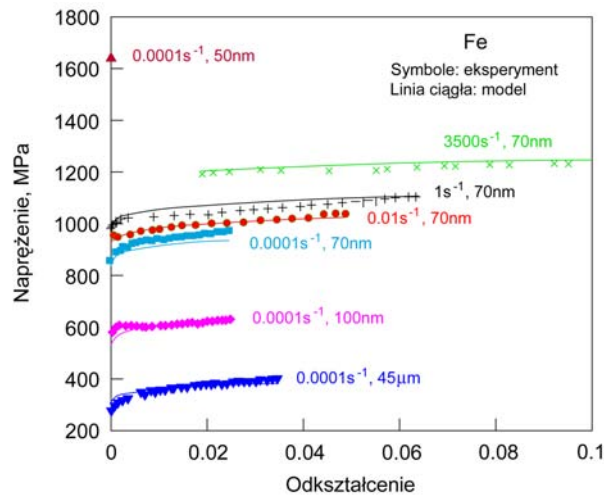
Rys. 1.31 Zmiana granicy plastyczności w zależności od wielkości ziarna dla nanokrystalicznego żelaza obliczona według liniowej zależności Halla-Petcha (linia czerwona) oraz według zależności bi-liniowej [49].

Model KHL (równanie 1.52) charakteryzuje się bardzo dobrą dokładnością w szerokim zakresie wielkości ziarn (od nanometrów do setek mikrometrów) oraz prędkości odkształcenia (Rys. 1.32) [49].

a)



b)



Rys. 1.32 Porównanie wyników doświadczalnych i obliczeń modelowych z wykorzystaniem modelu KHL dla aluminium (a) i żelaza (b) [49].

Na podstawie przeprowadzonej analizy teoretycznej wykazano, jak istotnym jest konieczność zróżnicowania modeli konstytutywnych, zarówno dla mechanizmów odkształcenia plastycznego jak i umocnienia w przypadku, gdy struktura zostaje rozdrobiona do poziomu poniżej $1\mu\text{m}$.

2 CEL I TEZA PRACY

Badania literaturowe oraz przeprowadzona dyskusja nad związkami pomiędzy stopniem rozdrobnienia struktury a poszczególnymi mechanizmami umocnienia pozwalają na sformułowanie celu i tezy pracy.

W celu wyznaczenia podstawowych związków pomiędzy czynnikami materiałowymi i procesowymi, które wpływają na rozdrobnienie struktury, a w konsekwencji na mechanizmy umocnienia stali niskowęglowych, sformułowano następujące cele pracy:

- zdefiniowanie źródeł zmian obserwowanych w mechanizmach umocnienia, spowodowanych przez silne rozdrobnienie struktur badanych materiałów,
- ocena możliwości opisu teoretycznego mechanizmów umocnienia występujących w strukturach ultra-drobnoziarnistych
- opracowanie podstawowych związków konstytutywnych pomiędzy parametrami procesu odkształcania a zmianami strukturalnymi dla modelowania własności mechanicznych struktur silnie rozdrobnionych.

Tezę pracy stanowi stwierdzenie, że: *analiza mechanizmów umocnienia oraz weryfikacja doświadczalna istniejących związków konstytutywnych pomiędzy parametrami procesu odkształcania a zmianami strukturalnymi pozwoli na poprawę modelowania własności mechanicznych materiałów o strukturach silnie rozdrobnionych.*

3 BADANIA DOŚWIADCZALNE

3.1 Cel i zakres badań

Badania doświadczalne przeprowadzono dwuetapowo. Pierwszy – wstępny etap obejmował analizę wpływu stopnia rozdrobnienia struktury na uzyskane własności wytrzymałościowe badanych stali w konwencjonalnych procesach przeróbki plastycznej. W tym celu wykorzystano proces kontrolowanego walcowania w warunkach laboratoryjnych.

W kolejnym etapie badań wykorzystano procesy silnej akumulacji odkształcenia plastycznego (*SPD*) dla uzyskania struktury ultra-drobnziarnistej i nanokrystalicznej. Analizie poddano zarówno wpływ zastosowanych parametrów procesu odkształcenia i mechanizmów umocnienia na uzyskany poziom rozdrobnienia i jakość struktury, jak i wynikające z tego końcowe własności badanych materiałów.

Przeprowadzone badania obejmowały:

- Wytworzenie struktur ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych:
 - kontrolowane walcowanie,
 - symulator *MaxStrain*,
- Badania mikrostruktury:
 - mikroskopia optyczna,
 - prześwietleniowa mikroskopia elektronowa
 - *SEM/EBSD*,
- Badania własności mechanicznych uzyskanych materiałów:
 - próba rozciągania,
 - próba ściskania,
 - odkształcanie z bardzo dużymi prędkościami odkształcenia z wykorzystaniem Zmodyfikowanego Pręta Hopkinsona (SHPB).

3.2 Materiały badawcze

Do badań wytypowano cztery gatunki stali, w istotny sposób różniące się czułością na zastosowane warunki odkształcania. Podstawowy materiał badawczy stanowiły dwie stale z mikrododatkiem stopowymi (X65 oraz Y). Jako swoisty materiał referencyjny dla stali mikrostopowych wytypowano stal węglowo-manganową(250) oraz stal wolną od atomów międzywęzłowych (Ti-IF). Podstawowy skład chemiczny badanych stali przedstawiono w tabelicy 3.1. Założono, że tego typu gatunki stali są szczególnie podatne na kształtowanie własności mechanicznych na drodze przeróbki cieplno-plastycznej, tym samym stanowią dobry materiał badawczy dla oceny zmian aktywności mechanizmów umocnienia od stopnia rozdrobnienia struktury. Kształtowanie własności w tych stalach opiera się na trzech podstawowych mechanizmach umocnienia: umocnienie roztworowe, wydzieleniowe i od granic ziaren. Kontrolowanie parametrów odkształcania w zakresie austenitycznym, w czasie przemiany fazowej oraz w wysokotemperaturowym ferrycie umożliwia silne oddziaływanie na wymienione mechanizmy umocnienia. Dodatkową przyczyną wyboru wymienionych gatunków stali jest fakt, że znajdują one szerokie zastosowanie w przemyśle maszynowym, samochodowym oraz stoczniowym. Tak więc, możliwości poprawy własności mechanicznych oraz dokładności kontrolowania zachowanie się materiału w warunkach np. dużych obciążeń plastycznych i prędkości odkształcenia mogą się szybko przekładać na efekty ekonomiczne. Zwłaszcza stale o niskiej zawartości węgla z mikrododatkiem stopowymi stanowią bardzo ciekawy materiał badawczy, gdyż pozwalają na obserwację oraz analizę większości znanych mechanizmów umocnienia. Ponadto, skład chemiczny tych stali pozwala na uzyskiwanie bardzo dużego rozdrobnienia końcowej struktury ferrytycznej na drodze przeróbki cieplno-plastycznej a co za tym idzie – w połączeniu z umocnieniem wydzieleniowym, prowadzi do uzyskania wysokich własności wytrzymałościowych, plastycznych oraz poprawę odporności na kruche pękanie w obniżonych temperaturach.

Tablica 3.1: Podstawowy skład chemiczny badanych stali (w % wagowych)

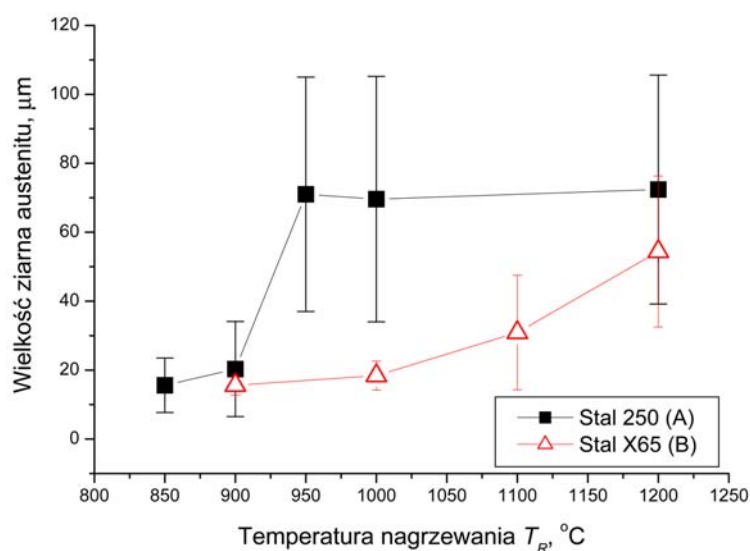
Materiał (oznaczenie)	C	Mn	Si	Al	Ti	Nb	B
C-Mn (250)	0.15	1.0	0.14	0.031	0.002	0.005	0.0003
Mikrostopowa (X65)	0.07	1.1	0.25	0.041	0.02	0.04	-
Mikrostopowa II (Y)	0.07	1.36	0.27	0.02	0.031	0.067	0.002
Ti-IF (IF)	0.0022	0.11	0.009	0.037	0.073	-	-

3.3 Urządzenia i techniki wykorzystane dla uzyskania struktury drobnoziarnistej i ultra-drobnoziarnistej

3.3.1 Proces kontrolowanego walcowania

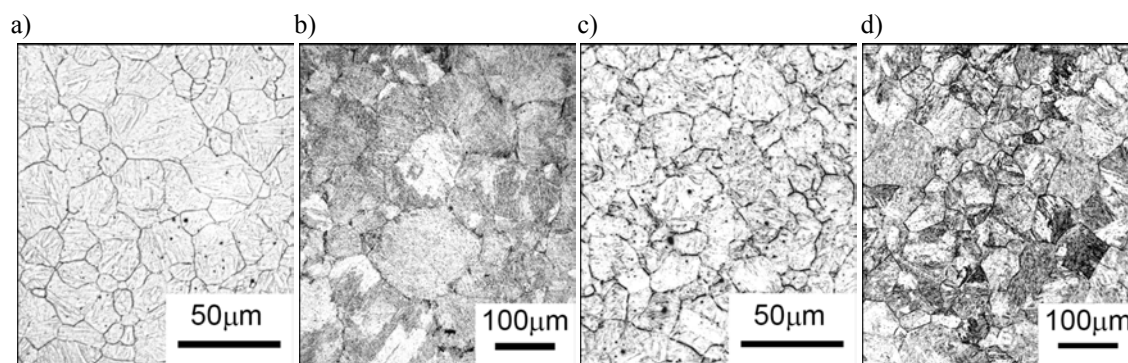
Pierwszym etapem badań doświadczalnych była wstępna ocena wpływu rozdrobnienia struktury ferrytycznej na własności mechaniczne stali 250 i X65. W tym celu wykorzystano proces kontrolowanego walcowania, gdzie dzięki odpowiedniemu doborowi parametrów przeróbki cieplno-plastycznej (uwzględnienie różnych zjawisk mikrostrukturalnych: rekrytalizacja dynamiczna i zdrowienie, proces wydzieleniowy oraz indukowana odkształceniem przemiana austenit - ferryt) uzyskano mikrostruktury o poziomie rozdrobnienia ziarna ferrytu od 12 do 2 μm .

Aby prawidłowo dobrać parametry procesu walcowania dla badanych stali, wykonano szereg badań wstępnych. Pierwszym badanym parametrem była temperatura nagrzewania wsadu do walcowania T_R . Jest to istotny parametr, szczególnie w przypadku stali z mikrododatkami stopowymi, gdyż decyduje m.in. o rozpuszczaniu węglikoazotków niobu Nb(C,N), co z kolei ma kluczowy wpływ na dalszy rozwój mikrostruktury [73]. Niższa temperatura nagrzewania wsadu hamuje rozrost ziarna austenitu, gdyż węgliki niobu i azotki tytanu efektywnie blokują granice ziarn. Obniżona w ten sposób prędkość migracji granic ziarn bezpośrednio przyczynia się do bardziej rozdrobnionej struktury austenitu. W celu określenia w jakiej temperaturze nastąpi rozrost początkowego ziarna austenitu badanych stali z materiału wsadowego wycięto niewielkie próbki sześciennie (10x10x10mm), które następnie austenitizowano w piecu fluidyzacyjnym (w atmosferze ochronnej azotu) w różnych temperaturach (900, 950, 1000, 1100, 1200°C) przez 300s. Próbki te kolejno hartowano w wodzie i trawiono. Następnie metodą siecznych wyznaczono średnią wielkość ziarna austenitu.



Rys. 3.1 Wyniki pomiaru wielkości ziarna austenitu w stalach 250 i X65 [82].

Na Rys. 3.1 przedstawiono wykres wielkości ziarna austenitu w zależności od temperatury wygrzewania. Widać wyraźnie, iż dodatki mikrostopowe w przypadku stali X65 efektywnie hamują rozrost ziarna austenitu do temperatury ok. 1100°C. W przypadku stali 250 obserwuje się gwałtowny rozrost ziarna powyżej temperatury 900°C, które następnie stabilizuje się osiągając średnią wartość ok. 70µm.



Rys. 3.2 Wyjściowe struktury austenitu badanych stali: 250 – $T_R = 900^\circ\text{C}$ -a), 1200°C -b); X65 – $T_R = 1000^\circ\text{C}$ -c), 1200°C -d) [82].

W celu przeanalizowania wpływu wyjściowej wielkości ziarna austenitu jako jednego z parametrów decydujących o poziomie rozdrobnienia struktury w wyrobie finalnym, wybrano dwie temperatury nagrzewania dla każdego badanego gatunku stali, takie w których uzyskano drobną i rozrośniętą strukturę wyjściową austenitu po wygrzewaniu. Struktury te dla obu stali zestawiono na

Rys. 3.2.

Kolejnym bardzo istotnym parametrem przy planowaniu przeróbki cieplno-plastycznej, szczególnie w przypadku stali z dodatkami mikrostopowymi, jest poprawne określenie temperatury rozpoczęcia przemiany austenit-ferryt ($T_S=A_{r3}$). Temperatura ta jest uzależniona od parametrów procesu przeróbki cieplno-plastycznej, takich jak wielkość ziarna austenitu, prędkość chłodzenia a także od składu chemicznego stali. Istnieje wiele metod wyznaczana różnymi metodami obejmującymi analizę cieplną, dylatometrię, zmiany mikrostrukturalne i pomiarem intensywności stekstrowania. Ostatnio została opracowana nowa metoda, zwaną odkształcaniem podczas ciągłego chłodzenia (z ang. *Continuous Cooling Deformation-CCD*). Metoda ta dość dobrze określa temperaturę A_{r3} dla stali, uwzględniając nawet wpływ historii odkształcania [138], gdyż wykazuje ona całkiem dobrą czułość na te parametry. Dodatkowym atutem tej metodologii jest fakt, iż do określenia temperatury A_{r3} można zastosować konkretny schemat przeróbki cieplno-plastycznej. Metodologia ta może być wyjaśniona w następujący sposób: gdy zmienia się temperatura, naprężenie można zdefiniować za pomocą równania 3.1 odnoszącego się do ogólnej formy równania konstytutywnego [19] i wyrażenia na obliczenie wysoko-temperaturowego naprężenia uplastyczniającego [109].

$$\dot{\varepsilon} = A \sinh(\alpha\sigma)^{n'} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (3.1)$$

przeliczenie daje:

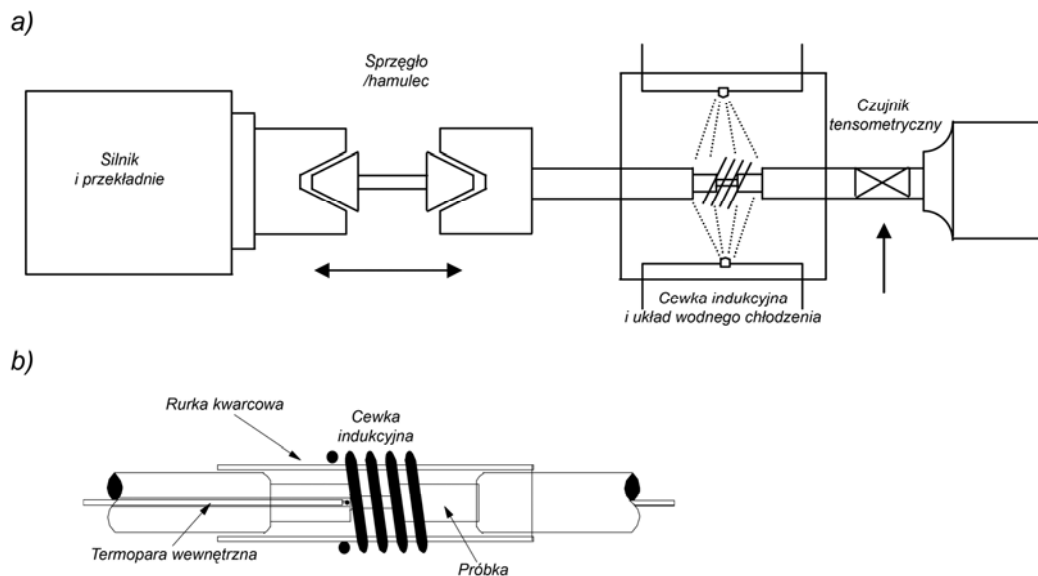
$$\sigma_p = \frac{\sinh^{-1}(X)}{\alpha}, \quad (3.2)$$

gdzie:

$$X = \left\{ \frac{1}{A} \left[\dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \right] \right\}^{1/n'} \quad (3.3)$$

σ_p i $\dot{\epsilon}$ są odpowiednio naprężeniem uplastyczniającym i prędkością odkształcenia, R - stała gazowa, A , n' i α stałe dla danego składu chemicznego. Tak więc przewiduje się, że naprężenie powoli wzrasta wraz ze spadkiem temperatury, tym samym zakładając iż podczas ciągłego chłodzenia nie zachodzą żadne zmiany mikrostrukturalne. Dlatego, gdy zaistnieje jakiegokolwiek odchylenie od tego zachowania na krzywej *CCD*, może być ono powiązane ze zmianą mikrostruktury.

W niniejszej pracy metodę tą wykorzystano do wyznaczenia temperatury A_{r3} dla stali 250 i X65, gdyż w przypadku tych stali szczególnie istotne było jej dokładne określenie dla konkretnych schematów przeróbki cieplno-plastycznej (dobór temperatury odkształcenia dla walcowania na gorąco). W tym celu wykorzystano plastometr skrętny, będący na wyposażeniu Centre for Material and Fibre Innovation w Deakin University (Rys. 3.3).



Rys. 3.3 Plastomer skrętny będący na wyposażeniu CMFI, Deakin University [7].

Stal została nagrzana do temperatury austenitzowania, i wytrzymana przez dany czas (czas i temperatura austenitzowania zostały określone zgodnie z zastosowanym schematem cieplno-mechanicznym). Kolejno, próbkę schłodzono ze stałą prędkością

chłodzenia 0.5K/s do temperatury wyższej, która była wyższa niż każda z temperatur krytycznych napotkanych podczas chłodzenia z temperatury nagrzewania (RST , A_{r3}). Następnie próbkę poddano ciągłemu odkształcaniu ze stałą prędkością odkształcenia ($0.001s^{-1}$) i dalszemu schładzaniu, dopóki temperatura nie spadła wyraźnie poniżej temperatury A_{r3} .

Tablica 3.2: Temperatura A_{r3} wyznaczona dla stali 250 i X65 metodą CCD

Stal	T_A , °C	A_{r3} , °C
250	1200	778
	900	800
X65	1200	799
	1000	815

Wyrażna zmiana zaobserwowana została w przebiegu krzywej płynięcia każdej z badanych stali. Zmiana ta związana jest z początkiem przemiany austenit-feryt tj. z poszukiwaną temperaturą A_{r3} . Badania metalograficzne próbek wykonane na zamrożonych strukturach w temperaturze o 10°C wyższej i niższej od tej temperatury również potwierdziły zmiany mikrostrukturalne. Wyznaczone temperatury A_{r3} zamieszczono w tablicy 3.2.

Tablica 3.3: Parametry procesu walcowania zastosowane dla stali: 250 -a) i X65 -b)

a)

Próbka	T_R , °C	T_D , °C	Odkształcenie; redukcja pasma	CR , °C/s
A1	900	900	0,51; (40%)	0.2
A2	1200	750	0,91; (60%)	4
A3	900	778	0,51; (40%)	10
A4	900	800	0,51; (40%)	10
A5	900	800	0,70; (50%)	10
A6	1200	750	1,35; (74%)	10
A7	900	800	1.35; (74%)	10

b)

Próbka	T_R , °C	T_D , °C	Odkształcenie; redukcja pasma	CR , °C/s
B1	1200	1000	1,05; (65%)	0.2
B2	1200	800	1,05; (65%)	0.2
B3	1200	800	1,05; (65%)	4
B4	1200	840	1,20; (70%)	4
B5	1000	840	1,31; (73%)	4
B6	1000	800	1,31; (73%)	4

Walcowanie próbek ze stali 250 i X65 prowadzone było zgodnie ze schematami zamieszczonymi w tablicy 3.3. na walcierce duo firmy Dinkel, będącej na wyposażeniu

Centre for Material and Fibre Innovation, Deakin University w Australii (Rys. 3.4). Wymiary próbek, oraz podstawowe parametry walcarki, zamieszczono w tablicy 3.4.



Rys. 3.4 Walcarka duo firmy Dinkel.

Proces walcowania prowadzono w następujący sposób: próbki nagrzewano do temperatury nagrzewania T_R , wytrzymano w tej temperaturze przez 300s a następnie schładzano do temperatury walcowania T_D i walcowano. Po odkształceniu, próbki były schłodzone do temperatury otoczenia z różnymi prędkościami CR . Zastosowano cztery różne ośrodki chłodzące: woda, powietrze, olej (*Super Quench Oil*) oraz wełna Kaowool.

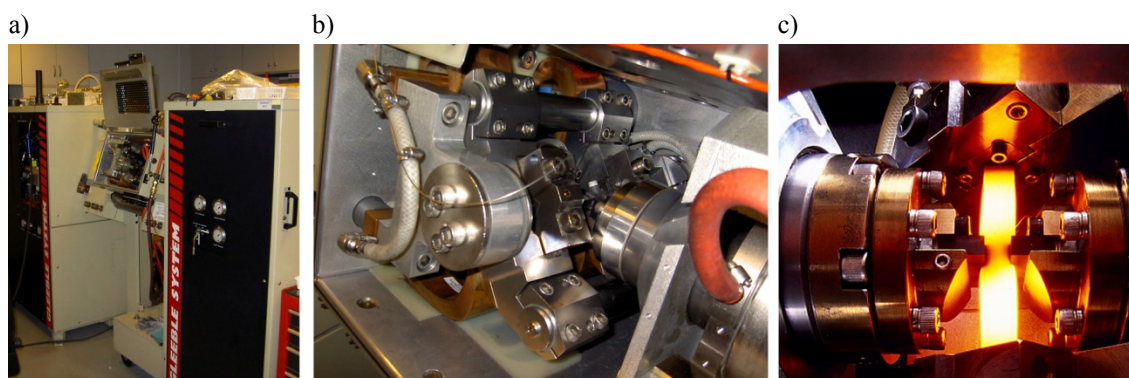
Tablica 3.4: Wymiary wsadu do walcowania oraz podstawowe parametry walcarki

Długość próbki, mm	140
Szerokość próbki, mm	40
Wysokość próbki, mm	15
Średnica walców, mm	350
Długość beczki walców, mm	450
max nacisk, T	200
Prędkość obrotowa, rpm	30
Moc silnika, kW	75

Podczas procesu nagrzewania i walcowania, temperatura próbek mierzona była w sposób ciągły przy użyciu dwóch termopar typu N, umieszczonych w otworach, wywierconych po obu bokach walcowanej próbki na głębokość ok. 10mm.

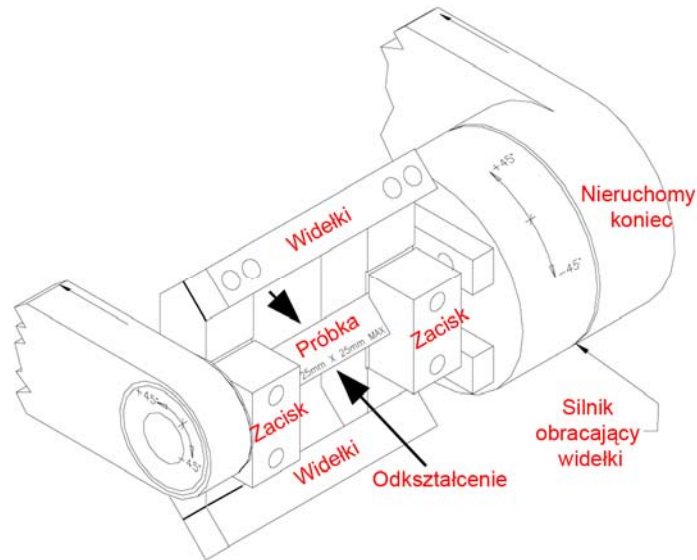
3.3.2 Proces z wykorzystaniem silnej akumulacji odkształcenia plastycznego – symulator *MaxStrain*

W drugiej części badań doświadczalnych wykorzystano symulator *MaxStrain*, znajdujący się w Instytucie Metalurgii Żelaza w Gliwicach (Rys. 3.5). Urządzenie to o którym wspomniano już w rozdziale 1.2.1 wykorzystuje metodę silnej akumulacji odkształcenia *SPD*.



Rys. 3.5 Symulator *MaxStrain*. Widok ogólny -a); widok klatki symulatora -b) proces odkształcania próbki na gorąco [11] -c).

Schemat symulatora *MaxStrain* przedstawiono na Rys. 3.6. Składa się ono z obrotowego zestawu, który jest zamontowany do symulatora termomechanicznego *Gleeble*. Zestaw ten zbudowany jest z bardzo sztywnej ramy, w której montuje się próbkę tak, by obracała się wokół swojej dłuższej osi. Próbka utrzymywana jest poprzez zaciski, które są elektrycznie izolowane od siebie, co pozwala na przepływ dużego prądu przez próbkę. Prąd ten jest kontrolowany przez system, pozwalający na szybką i dokładną kontrolę temperatury w próbce. System termomechaniczny zapewnia dokładną, serwo-hydrauliczną kontrolę dwóch niezależnych kowadeł umieszczonych po dwóch przeciwległych stronach próbki, tak jak zaznaczono strzałkami na Rys. 3.6, określającymi jednocześnie kierunek działania odkształcenia. Ponieważ oba końce próbki są zablokowane, odkształcenie w środkowej części próbki nie powoduje jej wydłużania. Podczas ściskania, materiał płynie jedynie w kierunku bocznym. Po pierwszym odkształceniu próbka jest szersza i cieńsza. Po obróceniu jej o 90°, zadawane jest kolejne odkształcenie powodujące ponownie płynięcie materiału w kierunku bocznym, tym razem prostopadle w stosunku do pierwszego odkształcenia. Kolejne odkształcenia powodują zwiększanie się szerokości próbki w strefie odkształcenia, natomiast nie zwiększa się jej całkowita długość.

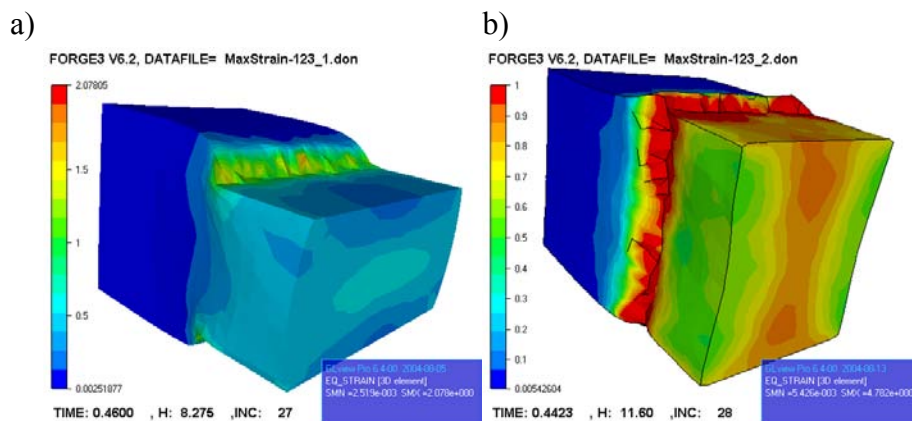


Rys. 3.6 Schemat budowy symulatora *MaxStrain* [11].

Minimalny czas przerwy pomiędzy kolejnymi odkształceniami może wynosić 0.2s. Odkształcenie może być prowadzone w dowolnej temperaturze, prędkość nagrzewania i chłodzenia materiału, także może być ściśle kontrolowana. Zakres prędkości odkształcenia wynosi od 0.01 do 50s⁻¹.

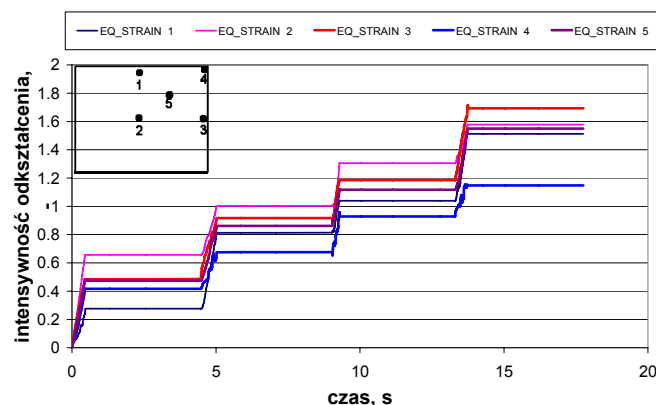
3.3.2.1 Niejednorodność mikrostruktury i własności w materiałach uzyskanych po odkształceniu na symulatorze *MaxStrain*

Bardzo ważnym aspektem, związanym z uzyskiwaniem struktur ultra-drobnoziarnistych na symulatorze *MaxStrain* jest duża niejednorodność odkształcenia plastycznego. Wynika ona przede wszystkim z silnej akumulacji odkształcenia a także ze zmiany kierunku obciążania w każdym kolejnym etapie ściskania, co powoduje dużą lokalizację odkształcenia na skutek sporych zmian stosunku wysokości do szerokości próbki.

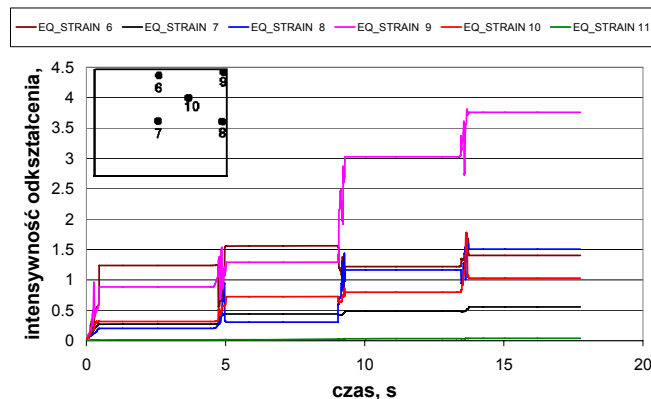


Rys. 3.7 Rozkład odkształcenia w końcowej fazie pierwszego -a) i trzeciego -b) etapu odkształcenia na symulatorze *MaxStrain* [53].

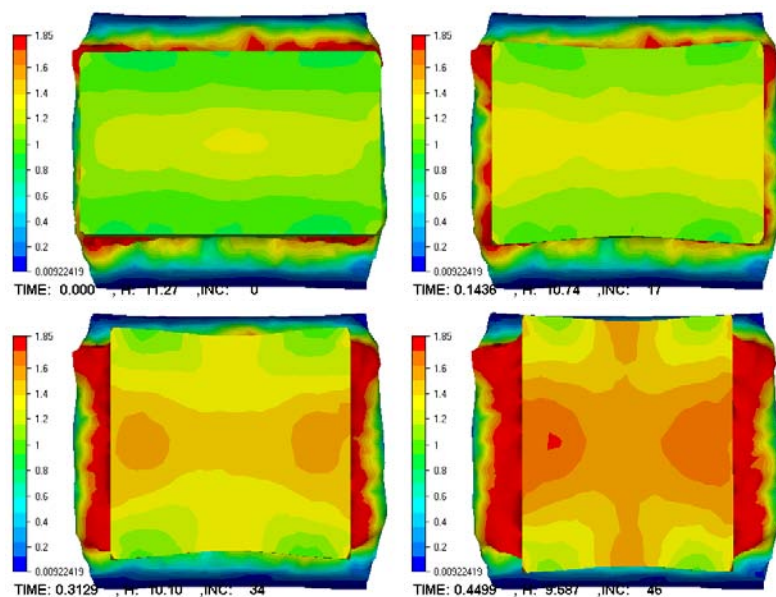
Wyniki symulacji metodą elementów skończonych, przedstawiające rozkłady odkształcenia, uzyskane po pierwszym i trzecim etapie odkształcania (z uwzględnieniem kumulowania się odkształcenia) przedstawiono na Rys. 3.7 [53]. Widać wyraźnie iż poziom niejednorodności odkształcenia plastycznego na przekroju poprzecznym próbki wzrasta i zmienia się wraz ze zmianą kierunku obciążenia w kolejnym etapie odkształcania. Rys. 3.8 oraz Rys. 3.9 przedstawia obliczone wartości intensywności odkształcenia w charakterystycznych punktach na przekroju poprzecznym próbki (punkty 1-5 – płaszczyzna prostopadła do głównej osi w środku próbki – Rys. 3.8, punkty 6-10 – płaszczyzna prostopadła do głównej osi próbki leżąca w odległości 4mm od środkowej płaszczyzny – Rys. 3.9). Należy zauważyć, iż w wyniku zmiany kierunku obciążenia w kolejnym etapie odkształcania, punkty 1 i 6 przechodzą odpowiednio w punkty 3 i 8, zaś punkty 3 i 8 przyjmują symetryczne położenie względem punktów 1 i 6. W pierwszych trzech etapach, największe odkształcenie skumulowane występuje w punkcie 2, leżącym w środku przekroju poprzecznego próbki. W czwartym etapie największą wartość intensywności odkształcenia otrzymano dla punktu nr 3, co przypisać można dużej wysokości próbki (stosunek wysokości do szerokości wynosił ok. 1.65), która spowodowała lokalizację odkształcenia w strefie pod kowadłami – Rys. 3.10 [53].



Rys. 3.8 Obliczone wartości odkształcenia w wybranych punktach odniesienia na przekroju poprzecznym odkształcanej próbki w funkcji czasu: wartości dla punktów 1- 5 [53].



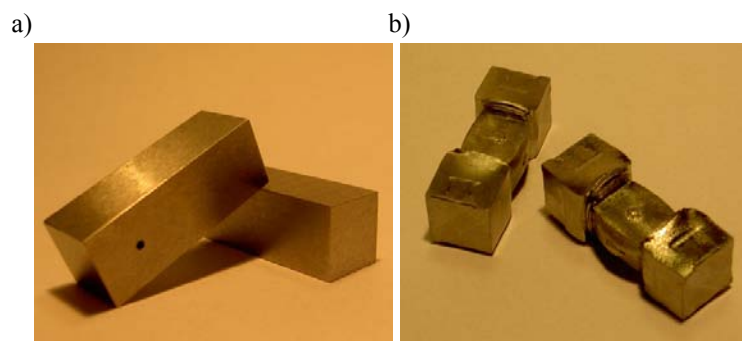
Rys. 3.9 Obliczone wartości odkształcenia w wybranych punktach odniesienia na przekroju poprzecznym odkształcanej próbki w funkcji czasu: wartości dla punktów 6-10 (b) [53].



Rys. 3.10 Lokalizacja odkształcenia przy kowadłach w wyniku dużego zróżnicowania wysokości do szerokości w kolejnych etapach procesu [53].

Duża niejednorodność odkształcenia plastycznego w procesie odkształcania na symulatorze *MaxStrain* wpływa bezpośrednio na niejednorodność rozwoju mikrostruktury a w efekcie, na poziom niejednorodności własności mechanicznych odkształconego materiału. Niemniej jednak w środkowym obszarze strefy odkształcenia uzyskuje się podobny stopień odkształcenia (Rys. 3.10). Zatem, przy przyjęciu odpowiedniej techniki lokalizacji miejsca poboru próbek do badań metalograficznych i własności, możliwe jest przeprowadzenie analizy porównawczej dla próbek po różnej historii odkształcania *SPD*.

W niniejszej pracy do badań na zimno i ciepło (w temperaturze 500°C) przygotowano próbki w postaci prostopadłościanów o długości 21.2mm i kwadratowym przekroju poprzecznym 10x10mm (Rys. 3.11a). Wszystkie próbki do badań *MaxStrain* zostały wycięte elektroiskrowo z materiałów dostarczonym w stanie wyjściowym, w kierunku równoległym do kierunku walcowania.



Rys. 3.11 Widok próbek przed –a) i po odkształceniu –b) [68, 80].

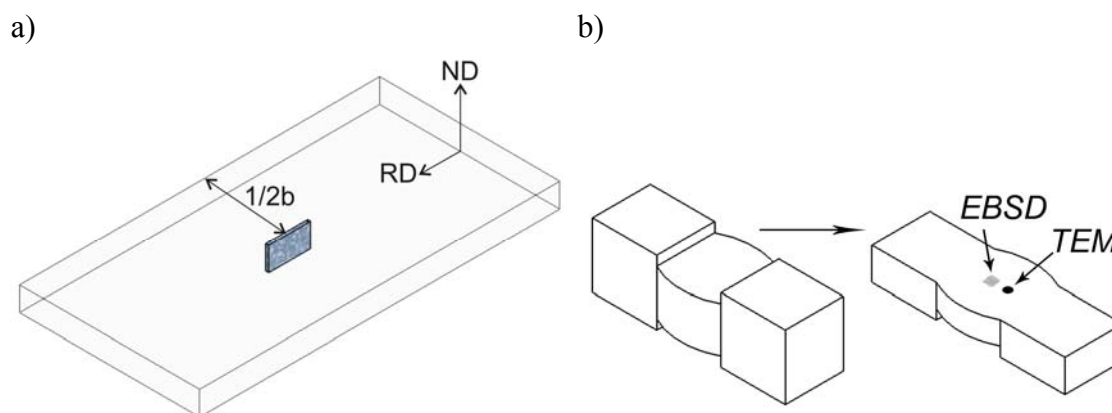
Proces odkształcenia *MaxStrain* prowadzono według schematów zestawionych w tabelicy 3.6. Odkształcenie przeprowadzono w jednaki sposób dla wszystkich badanych stali. W przypadku schematu nr 1, próbki odkształcenie były w temperaturze otoczenia z całkowitym odkształceniem 5 (odkształcenie 0.5 w każdej sekwencji). W schemacie 2, dodatkowo po odkształceniu w temperaturze pokojowej (odkształcenie całkowite 5), próbki nagrzewano do temperatury 500°C i poddawano wyżarzaniu w tej temperaturze przez czas 1200s. Kolejny schemat – nr 3 obejmował odkształcenie w temperaturze pokojowej z całkowitym odkształceniem 20 i wyżarzaniem rekrytalizującym w takich samych warunkach jak w przypadku poprzednim.

Tablica 3.6: Parametry procesu odkształcania na symulatorze *MaxStrain*

Nr	Oznaczenie próbki	T_R °C	t_R s	CR °C/s	Pierwszy cykl odkształcenia					Drugi cykl odkształcenia		
					T_{D1} °C	ϵ_1	T_A °C	t_A s	CR_1 °C/s	T_{D2} °C	ϵ_2	CR_2 °C/s
1	IF_1; 250_1;X65_1;Y_1	–	–	–	20	5	–	–	–	–	–	–
2	IF_2; 250_2;X65_2;Y_2	–	–	–	20	5	500	1200	4	–	–	–
3	IF_3; 250_3;X65_3;Y_3	–	–	–	20	20	500	1200	4	–	–	–
4	IF_4; 250_4;X65_4;Y_4	500	300	–	500	4	–	–	4	–	–	–
5	IF_5; 250_5;X65_5;Y_5	–	–	–	20	5	500	1200	–	500	5	4

3.4 Badania mikrostruktury

Obserwacja mikrostruktury w próbkach po walcowaniu prowadzona była w płaszczyźnie normalnej, równoległej do kierunku walcowania (Rys. 3.12a) w połowie wysokości próbki oraz w odległości 0.1-0.15mm od jej powierzchni. Pomiar wielkości ziarna ferrytu w tych próbkach prowadzono metodą siecznych, wspomagając się programem do analizy obrazów ImageJ. W każdym przypadku brano pod uwagę co najmniej 300 ziarn.



Rys. 3.12 Sposób wycinania próbek do badań mikrostrukturalnych w próbkach po walcowaniu –a), i próbkach po odkształceniu *MaxStrain* –b). RD-kierunek walcowania, ND, kierunek normalny do RD.

W przypadku próbek po odkształceniu na symulatorze *MaxStrain* badania mikrostruktury prowadzone były za pomocą prześwietleniowej mikroskopii elektronowej. Cienkie folie wycięto w płaszczyźnie, leżącej w połowie przekroju poprzecznego w odległości ok. 2mm od środka próbki (Rys. 3.12b). W tym samym miejscu prowadzono badania mikrotekstury (*EBSD*).

W przypadku próbek odkształcanych na symulatorze *MaxStrain*, obserwacje mikrostruktury prowadzono na płaszczyźnie leżącej w połowie próbki w niewielkiej odległości (ok. 2mm) od środka jej przekroju poprzecznego (Rys. 3.12b). Próbki do obserwacji mikrostruktury wycinane były za pomocą precyzyjnej piły Struers Accutom-50 wraz z chłodziwem, które zapobiegało ich przegrzaniu. Próbki po walcowaniu analizowane były mikroskopem optycznym, natomiast w przypadku próbek po odkształceniu *MaxStrain*, na jednej połowie każdej z próbek przeprowadzono analizę optyczną, TEM oraz *EBSD*.

3.4.1 Mikroskopia optyczna

Każda próbka do badań mikroskopii optycznej była inkludowana w bakielicie, bądź w przewodzącym polimerze (dla analizy *SEM/EBSD*) a następnie szlifowana przy użyciu papierów o gradacji 220, 600, 800 i 1200 w teźże sekwencji. Kolejny etap obejmował polerowanie powierzchni z wykorzystaniem past diamentowych 15, 6, 3, 1 μ m w sekwencji, przy użyciu automatycznej polerki (Struers Rotoforce-4). Pomędzy kolejnymi krokami polerowania próbki były myte i płukane etanolem w płuczce ultradźwiękowej. Struktura austenityczna stali trawiona była roztworem kwasu pikrynowego z dodatkiem detergentu, natomiast struktura ferrytyczna 2% roztworem kwasu azotowego w etanolu (nitalem).

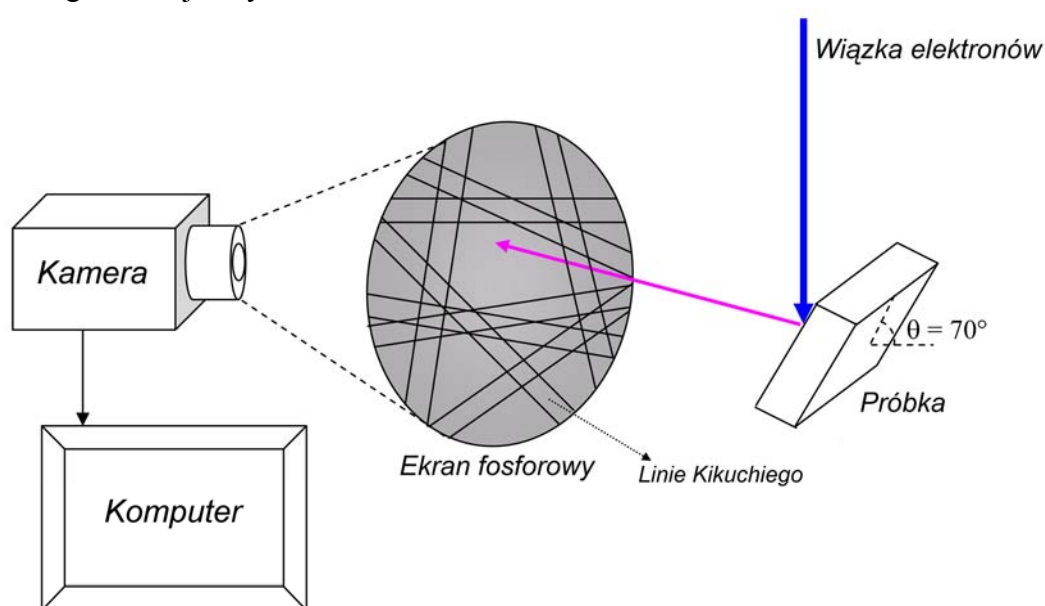
W przypadku analizy *EBSD*, dla uzyskania wysokiego stopnia indeksowania, niezbędne było dalsze polerowanie powierzchni przy użyciu krzemionki koloidalnej (*colloidal silica – OPS*).

3.4.2 Prześwietleniowa mikroskopia elektronowa TEM

Badania struktury z wykorzystaniem elektronowej mikroskopii prześwietleniowej przeprowadzono w Pracowni Mikroskopii Elektronowej na Wydziale Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej AGH. Na wyposażeniu pracowni znajdują się dwa mikroskopy transmisyjne pracujący przy napięciu przyśpieszającym 200kV: mikroskop JEOL JEM2010 ARP (liniowa zdolność rozdzielcza 0,194nm) oraz mikroskop JEOL JEM 200 CX. Oba mikroskopy wyposażone są w przystawkę skaningową oraz energio-dyspersyjny detektor do analizy składu chemicznego w nanoobszarach. W Pracowni wykorzystuje się również pełne wyposażenie do przygotowania próbek do transmisyjnej mikroskopii elektronowej: urządzenia do cięcia (piła drutowa, wolnoobrotowa piła tarczowa na cienkie tarcze diamentowe), elektropolerki oraz dwie ścieniarki jonowe.

3.4.3 Analiza EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)

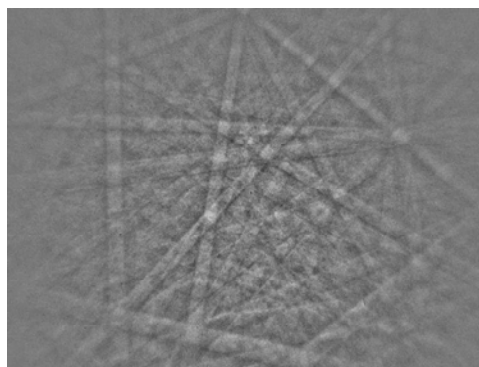
Do analizy orientacji ziarn i tekstury wykorzystano elektronowy mikroskop skaningowy LEO 1530 będący na wyposażeniu Centre for Material and Fibre Innovation w Deakin University (Australia) wyposażony w jednostkę EBSD firmy HKL [37]. Analiza EBSD jest relatywnie nową techniką stosowaną do badania mikrostruktury i mikrotekstury metali. W metodzie tej, próbka umiejscowiona jest w komorze mikroskopu skaningowego, tak aby pomiędzy powierzchnią próbki a padającą wiązką elektronów istniał niewielki kąt, zazwyczaj 20° . Technika ta polega głównie na gromadzeniu i indeksowaniu zbioru dyfraktogramów linii Kikuchiego z poszczególnych ziarn na które pada wiązka elektronów mikroskopu skaningowego (Rys. 3.13). Kiedy wiązka elektronów wchodzi w krystaliczne ciało stałe jest dyfuzyjnie i nieelastycznie rozpraszana we wszystkich kierunkach. Dlatego też, niektóre elektrony padają pod kątem Bragga na każdy zestaw płaszczyzn sieciowych. Elektrony te następnie mogą ulegać elastycznemu rozproszeniu, dając silnie wzmocnioną wiązkę. Za źródło rozpraszania elektronów można uważać obszar pomiędzy płaszczyznami sieci gdzie w wyniku przecięcia się tzw. stożków Kossela ze sferą Ewalda powstają linie Kikuchiego [7, 103]. Tworzą się one na fosforowym ekranie kamery EBSD, który jest ustawiony tak, aby przechwytywać tworzące się stożki dyfrakcyjne – wówczas powstaje para równoległych stożkowych przekrojów (tzw. stożków Kossela), które są niemal proste i wyglądają jak równoległe linie (linie Kikuchiego). Można zauważyć, że są one oddalone od siebie o kąt $2\theta_B$, który z kolei jest proporcjonalny do odległości pomiędzy płaszczyznami sieciowymi. Cały dyfraktogram linii Kikuchiego na fosforowym ekranie składa się z par równoległych linii, gdzie każda para linii (znana jako pasmo Kikuchiego) posiada określoną (różną) szerokość i odpowiada określonej płaszczyźnie krystalograficznej – Rys. 3.14.



Rys. 3.13 Schemat przedstawiający główne składniki systemu EBSD [37].

W niniejszych badaniach w celu uzyskania wysokiego stopnia indeksowania oraz ostrych pasm Kikuchiego, bardzo istotne było dokładne i staranne przygotowanie powierzchni próbek w sposób, jaki opisano powyżej, a także prawidłowe ustawienie mikroskopu.

Poza odpowiednim przygotowaniem próbki, na indeksowanie także wpływ ma ustawienie *EBS*D oraz charakterystyka mikrostrukturalna próbki. Ustawienie parametrów pomiaru *EBS*D wykonano na podstawie serii próbnych doświadczeń. Jako, że badane próbki poddane były bardzo silnemu odkształceniu plastycznemu, należy także wspomnieć, iż na poziom indeksowania wpływa także ilość odkształcenia resztkowego pozostającego w mikrostrukturze (np. na skutek silnego odkształcenia bądź przemiany).



Rys. 3.14 Przykładowy dyfraktogram linii Kikuchiego [37].

Aby wyeliminować zerowe rozwiązania (dyfraktogramy *EBS*D które nie mogły zostać zindeksowane) a także odizolowane punkty, które zostały zindeksowane niewłaściwie, wykorzystano postprocesową redukcję szumu. Punkty, które zostały usunięte z mapy *EBS*D, wypełnione zostały kopiami punktów sąsiednich.

3.5 Badania własności mechanicznych

Badania własności mechanicznych obejmowały zarówno badania w warunkach quasi-statycznych, jak i w warunkach obciążenia dynamicznego (prędkość odkształcenia rzędu $1700\text{-}2000\text{s}^{-1}$) a także pomiary twardości.

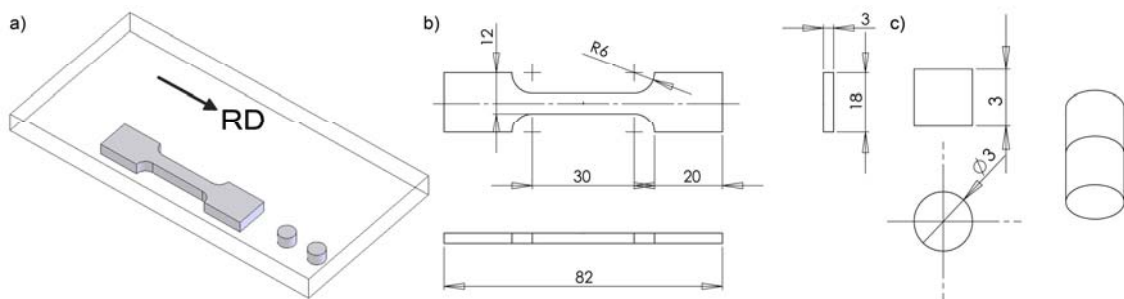
3.5.1 *Badania własności mechanicznych materiału wyjściowego*

W celu dokładnego określenia wpływu stopnia rozdrobnienia struktury na mechanizmy umocnienia badanych stali a także w celu dostarczenia dodatkowych danych dla procesu modelowania ich własności, niezbędnym było określenie własności mechanicznych dostarczonego materiału wyjściowego. Własności te wyznaczono w próbie jednoosiowego ściskania na próbkach cylindrycznych o średnicy 3mm i wysokości $h=4,5\text{mm}$ w temperaturze pokojowej dla dwóch różnych prędkości odkształcenia ($0,001$ i 1s^{-1}). Próby ściskania z prędkością $0,001\text{s}^{-1}$ przeprowadzono na

maszynie wytrzymałościowej INSTRON 4502 będącej na wyposażeniu Wydziału Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej AGH. Próby dla wyższej prędkości odkształcenia ($1s^{-1}$) przeprowadzono na symulatorze Gleeble 3800 znajdującym się w Instytucie Metalurgii Żelaza w Gliwicach.

3.5.2 Badania własności mechanicznych próbek po walcowaniu

W przypadku próbek po walcowaniu, pierwszy etap badań własności mechanicznych obejmował próby quasi-statycznego rozciągania z wykorzystaniem maszyny wytrzymałościowej MTS w Centre for Material and Fibre Innovation (Deakin University). Z każdego pasma po walcowaniu, wycięto dwie płaskie próbki do rozciągania równoległe do kierunku walcowania (RD) zgodnie z Rys. 3.15a. Dokładną geometrię i wymiary tych próbek przedstawiono na rysunku Rys. 3.15b.



Rys. 3.15 Sposób wycinania próbek do badań własności mechanicznych w walcowanym paśmie –a); wymiary i geometria próbek do próby rozciągania –b); wymiary i sposób ułożenia próbek do ściskania na zmodyfikowanym przecie hopkinsona –c).

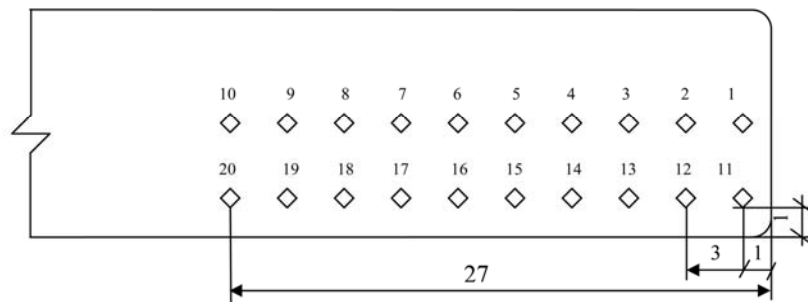
Kolejny etap obejmował badanie zachowania się struktur w warunkach obciążenia dynamicznego. W tym celu wykorzystano test SHPB (z ang. *Split Hopkinson Pressure Bar*), będącego na wyposażeniu Faculty of Engineering and Industrial Science, Swinburne University (Melbourne, Australia) – Rys. 3.16. Obecnie jest to powszechnie znana i szeroko stosowana technika badania zachowania się różnych materiałów w warunkach dużych prędkości odkształcenia (rzędu $10^3 s^{-1}$).

W konwencjonalnej metodzie SHPB próbka umieszczona jest między dwoma prętami: padającym i przekazującym a działanie tej metody jest następujące: wystrzelony za pomocą ciśnienia pręt uderzający uderza w pręt padający i wówczas generowany jest impuls naprężenia, który przemieszcza się poprzez pręt padający do momentu, gdy uderzy on w próbkę. Następnie część tego impulsu odbija się od powierzchni pomiędzy prętem padającym a próbką z powodu oporu niedopasowanego materiału, pozostała część natomiast przemieszcza się dalej przez próbkę, odkształcając ją plastycznie. Transmitowany impuls jest przekazywany następnie do kolejnego pręta – przekazującego, i przemieszcza się wzdłuż niego do momentu, gdy dotrze do końca próbki. Ponieważ próbka jest stosunkowo krótka, naprężenie rozchodzące się w niej można uznać za jednoosiowe. Znając wartości naprężeń w pręcie padającym i przekazującym (dzięki zapisowi z czujników tensometrycznych) można przy pomocy

podstawowych równań teorii propagacji fal oraz zasady superpozycji stanów, uzyskać wielkości naprężenia, odkształcenia i prędkości odkształcenia w próbce [31].



Rys. 3.16 Zmodyfikowany Pręt Hopkinsona (SHPB) na wyposażeniu Swinburne University of Technology.



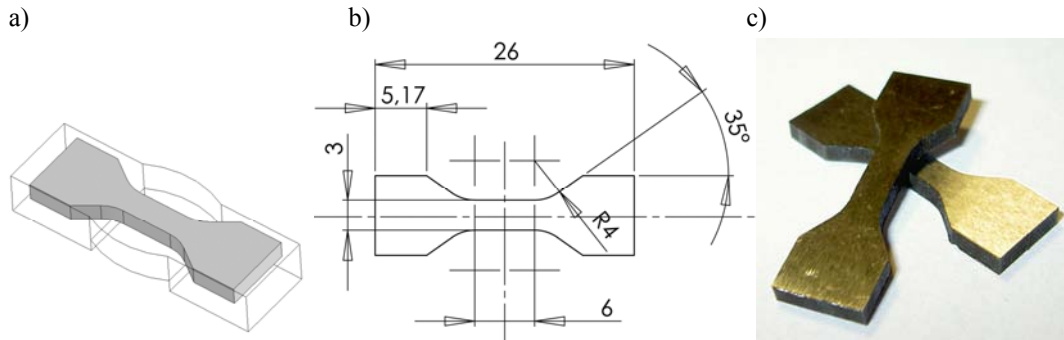
Rys. 3.17 Sposób pomiaru rozkładu twardości w próbkach po walcowaniu[82].

W tej grupie badań doświadczalnych, ostatnim etapem było określenie poziomu niejednorodności własności mechanicznych w próbkach po walcowaniu. Badania te przeprowadzono za pomocą twardościomierza ZWICK 3212 znajdującego się na wyposażeniu Katedry Plastycznej Przeróbki Metali AGH. Pomiar rozkładów twardości prowadzono metodą Vickersa przy obciążeniu 5kG zgodnie ze schematem zamieszczonym na Rys. 3.17.

Własności mechaniczne w próbkach po odkształceniu *MaxStrain* wyznaczano w próbce rozciągania a poziom niejednorodności tych własności na przekroju strefy odkształcenia określano poprzez wykonanie rozkładów twardości.

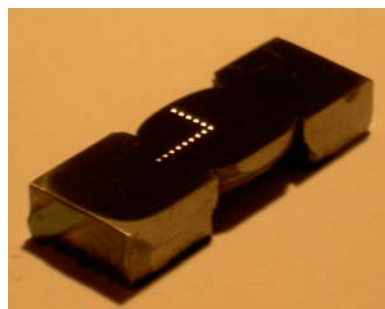
Każda próbka po odkształceniu na symulatorze *MaxStrain* została przecięta na połowę w płaszczyźnie wzdłużnej. Następnie z jednej połowy wycięto przy pomocy drążarki elektroiskrowej próbkę do rozciągania (Rys. 3.18a). Z kolei na drugiej połowie, po wykonaniu zgładów metalograficznych, przeprowadzono pomiar rozkładu twardości, a także badania mikrostruktury według schematu opisanego we wcześniejszej części tego

rozdziaku. Wymiary i geometria płaskich próbek do rozciągania przedstawiona została na Rys. 1.19b,c. Próbkę te rozciągane były na maszynie wytrzymałościowej typu INSTRON 4502, będącej na wyposażeniu Wydziału Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej AGH. Próby prowadzono z prędkością 2mm/min. Ze względu na małe wymiary próbek, niemożliwe było zastosowanie ekstensometru.



Rys. 3.18 Miejsce wycięcia próbki do rozciągania z próbki po odkształceniu *MaxStrain* –a); wymiary próbki do rozciągania (grubość próbki –2mm) –b); widok próbki do rozciągania –c)[80].

Jak wspomniano, technika uzyskiwania struktury ultra-drobnoziarnistej i nanokrystalicznej na symulatorze *MaxStrain*, ze względu na kumulację kilkunastu (lub kilkudziesięciu) sekwencji pojedynczych odkształceń ściskających, prowadzi do silnej niejednorodności odkształcenia w całej objętości próbki, a tym samym do dużego poziomu niejednorodności mikrostruktury i własności mechanicznych. W niniejszej pracy, oszacowania poziomu niejednorodności własności dokonano w oparciu o pomiary rozkładu twardości na powierzchni, leżącej w połowie przekroju poprzecznego próbki – Rys. 3.19. Odciski wykonano metodą Vickersa, przy obciążeniu wgłębnika 5kG. Na powierzchni każdej z uprzednio przeciętych na połowę próbek wykonano, począwszy od środka ich przekroju poprzecznego, 9 odcisków w kierunku wzdłużnym i 6 odcisków w kierunku poprzecznym próbki. Odległości pomiędzy odciskami wynosiły 0,75mm.



Rys. 3.19 Rozkład odcisków podczas pomiarów twardości HV na przekroju próbki po odkształceniu *MaxStrain*[80].

4 WYNIKI BADAŃ

4.1 Rozdrobnienie struktury po procesie walcowania

4.1.1 Analiza mikrostrukturalna

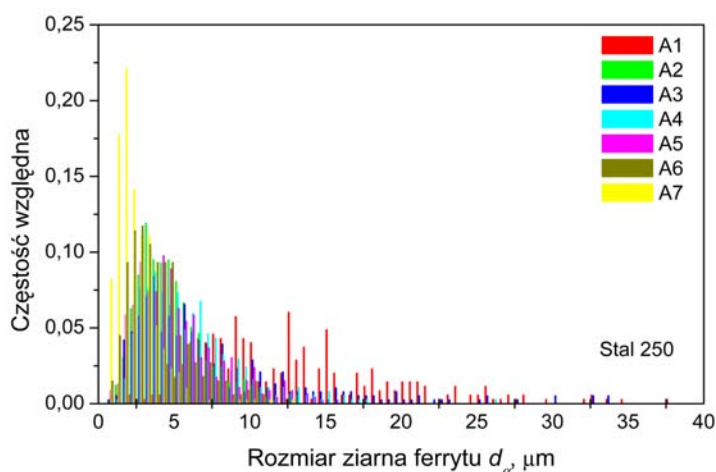
Pierwszy etap badań doświadczalnych miał na celu zbadanie wpływu parametrów procesu walcowania (temperatury nagrzewania, temperatury odkształcenia, odkształcenia i prędkości chłodzenia) na uzyskany poziom rozdrobnienia struktury ferrytycznej, a w efekcie na końcowe własności wyrobu.

Wyniki pomiaru średniej wielkości ziarna ferrytu oraz rozkład wielkości ziarna w materiale odkształcanym z daną historią odkształcenia przedstawione zostały odpowiednio dla stali 250 (A) oraz dla stali X65 (b) w tablicach 4.1 i 4.2 oraz na Rys. 4.1 i Rys. 4.2

Tablica 4.1: Wyniki pomiarów średniej wielkości ziarna ferrytu w próbkach ze stali 250 po procesie walcowania

Próbka	d_{α} (SD), μm
A1	12.79 (6.58)
A2	10.81 (5.87)
A3	7.57 (5.84)
A4	6.12 (3.34)
A5	5.22 (2.85)
A6	3.96 (2.14)
A7	2.44 (1.48)

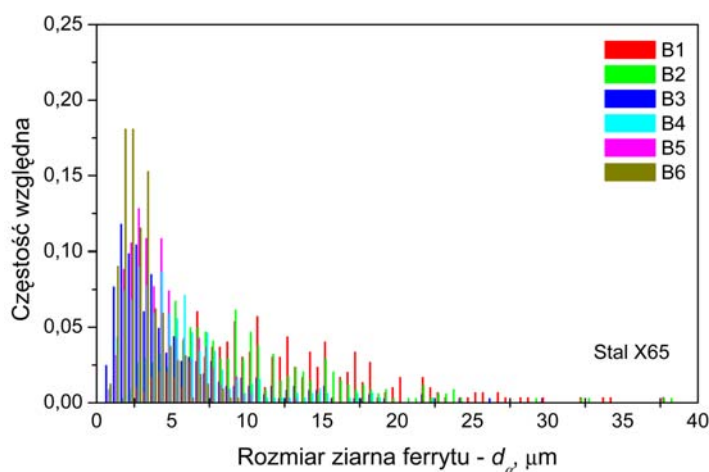
W przypadku obu stali można ogólnie stwierdzić, iż największe rozdrobnienie struktury uzyskano dla próbek, które były odkształcane w temperaturze tuż przed rozpoczęciem przemiany austenit – ferryt (T_S) – rysunek 4.3g i 4.4f. Dodatkowo, próbki nagrzane do wyższej temperatury T_R (z bardziej rozrośniętą strukturą początkową) charakteryzują się bardziej niejednorodną strukturą aniżeli próbki z mniejszym ziarnem początkowym austenitu. Jak można było oczekiwać, również zastosowanie większego odkształcenia doprowadziło do większego rozdrobnienia ziarna ferrytu.



Rys. 4.1 Rozkład wielkości ziarna ferrytu w próbkach po walcowaniu ze stali 250.

Tablica 4.2: Wyniki pomiarów średniej wielkości ziarna ferrytu w próbkach ze stali X65 po procesie walcowania

Próbka	d_α (SD), μm
B1	12.34 (6.11)
B2	10.09 (6.01)
B3	8.53 (5.05)
B4	5.28 (3.53)
B5	4.13 (2.14)
B6	3.02 (1.53)



Rys. 4.2 Rozkład wielkości ziarna ferrytu w próbkach po walcowaniu ze stali X65.

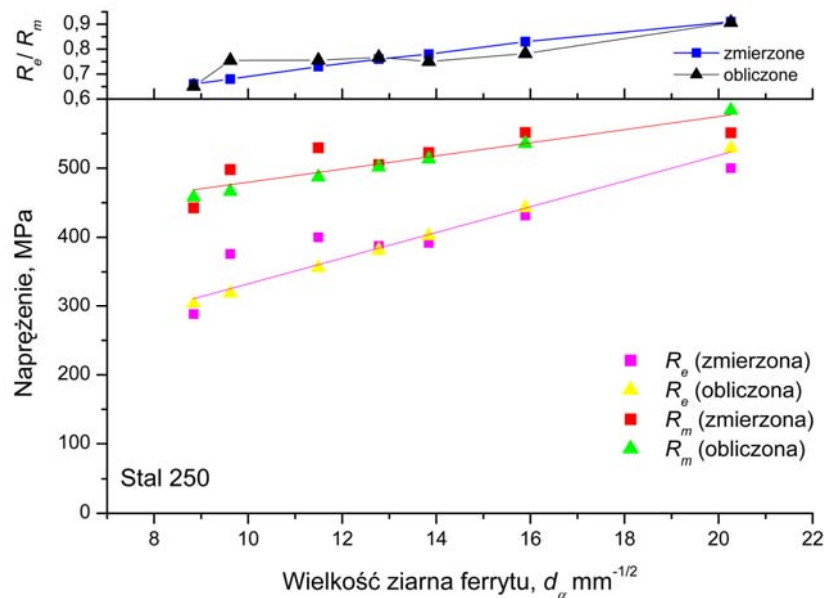
Rys. 4.3 i Rys. 4.4. przedstawiają w formie wykresów wyniki pomiarów R_e , R_m oraz R_e/R_m , w zależności wielkości ziarna ferrytu, odpowiednio dla stali 250 i X65. W przypadku stali 250, współczynnik nachylenia równania Halla-Petcha wydaje się być zgodny z oczekiwaniami – zarówno w przypadku R_e jak i R_m . Potwierdzeniem tego jest

również porównanie wyników doświadczalnych z wynikami obliczonymi przy wykorzystaniu empirycznych zależności na R_e i R_m , przedstawionych równaniami (4.1) i (4.2) [40] – Rys. 4.3.

$$R_e = 62.6 + 26Mn + 60Si + 759P + 213Cu + 3286N + \frac{19.7}{\sqrt{\frac{d_\alpha}{1000}}} \quad (4.1)$$

$$R_m = 165 + 54Mn + 100Si + 652P + 473Ni + 635C + 2173N + \frac{11}{\sqrt{\frac{d_\alpha}{1000}}} \quad (4.2)$$

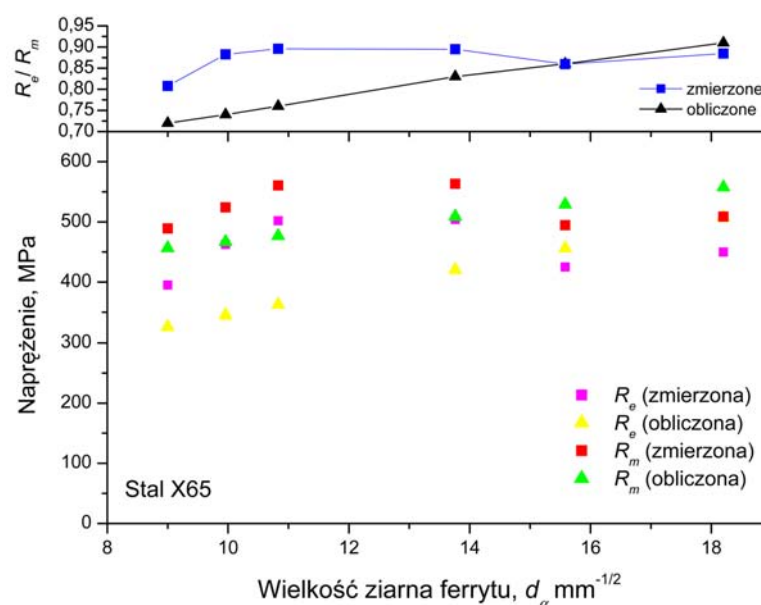
gdzie: d_α jest wielkością ziarna ferrytu, mierzona w μm .



Rys. 4.3 Zależność R_e i R_m oraz R_e / R_m od wielkości ziarna ferrytu zmierzona i obliczona przy wykorzystaniu równań 4.1 i 4.2 dla stali 250.

W przypadku stali z dodatkami mikrostopowymi zaobserwowano pewne rozbieżności pomiędzy wynikami pomiarów i obliczeń z wykorzystaniem modelu empirycznego – Rys. 4.4. Należy przypuszczać, że wynikają one z umocnienia wydzieleniowego, jaki jest obecny w tego typu stalach a nie jest uwzględniany w równaniach (4.1) i (4.2). Dwa ostatnie pomiary R_e i R_m , odpowiadające największemu poziomowi rozdrobnienia ferrytu odnoszą się do schematów odkształcenia, w których materiał nagrany został do niższej temperatury nagrzewania T_R . W konsekwencji, w próbkach tych uzyskano niższy poziom umocnienia wydzieleniowego z powodu mniejszej ilości rozpuszczonego w roztworze niobu, a istniejące wydzielenia powstałe z pierwotnego procesu produkcji są zbyt duże dla efektywnego oddziaływania. Stwierdzenie to niejako potwierdza również porównanie z wynikami obliczeń modelem Hodgsona-Gibbsa – mimo iż model ten opracowany został dla stali C-Mn i nie

uwzględnia efektu umocnienia wydzieleniowego [40]. Dlatego też, w przypadku struktur, gdzie poziom tego umocnienia był istotny (schematy A1-A4), widoczne są wyraźne różnice pomiędzy wynikami z badań doświadczalnych a wynikami obliczeń, natomiast w przypadku próbek o mniejszym poziomie umocnienia wydzieleniowego (schematy A4-A5), różnice te są mniejsze.

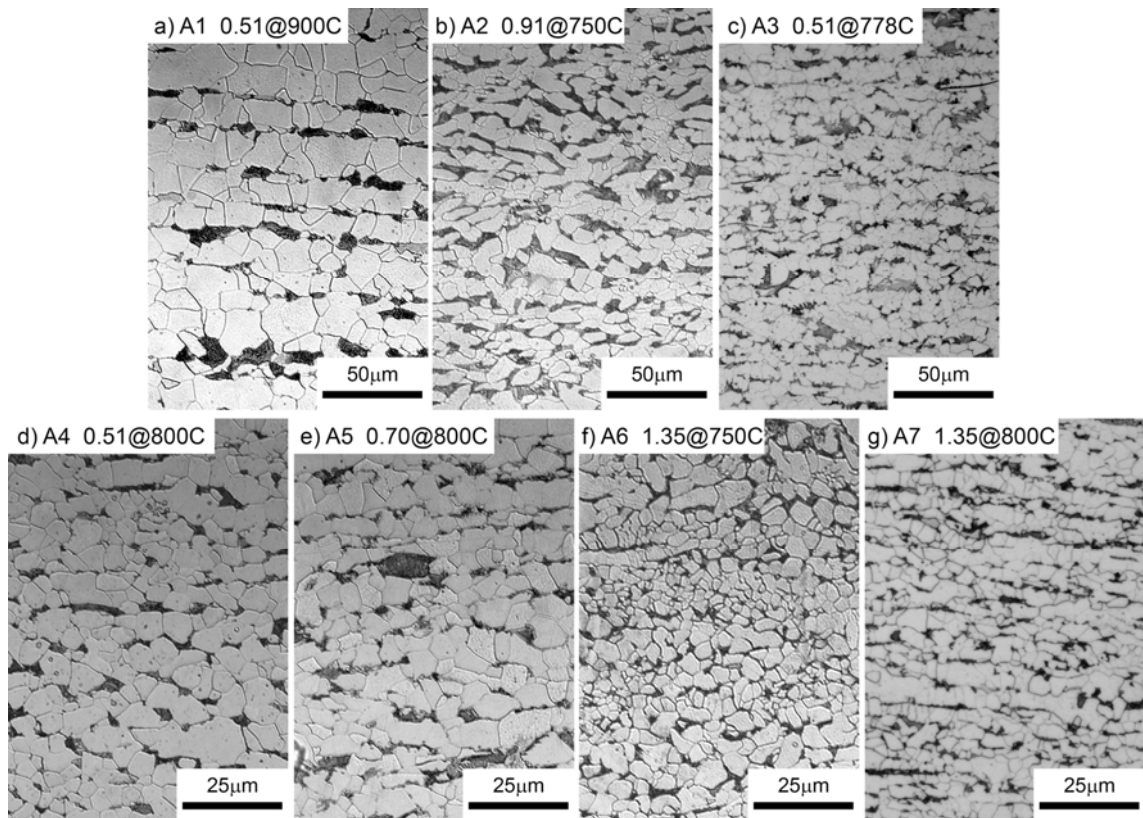


Rys. 4.4 Zależność R_e , R_m oraz R_e/R_m od wielkości ziarna ferrytu zmierzona i obliczona przy wykorzystaniu równań 4.1 i 4.2 dla stali X65.

Na rysunkach 4.5. i 4.6. zestawiono mikrofotografie struktur, uzyskane dla wszystkich przyjętych schematów odkształcania, odpowiednio dla stali 250 i X65.

Dla szczegółowego przedyskutowania uzyskanych zmian mikrostruktury oraz własności próbek po walcowaniu porównano ze sobą wybrane schematy walcowania, o podobnej historii odkształcania.

Porównując mikrostruktury próbek A2 i A6 (Rys. 4.5b, f) można zauważyć, iż zgodnie z oczekiwaniem zwiększenie odkształcania w temperaturze odpowiadającej początkowi przemiany fazowej austenit-ferryt, spowodowało znaczne rozdrobnienie końcowej struktury, przypuszczalnie na skutek zwiększonej prędkości zarodkowania ferrytu. W obu przypadkach materiał został odkształcony w temperaturze 750°C, co spowodowało wystąpienie indukowanej odkształceniem przemiany fazowej, której zwiększony udział objętościowy w próbce A6 (Rys. 4.5f) można przypisać zastosowaniu w tym przypadku większego odkształcania. W obu przypadkach, struktura charakteryzuje się wysokim poziomem niejednorodności, co jest typowe dla odkształcania w zakresie dwufazowym [72]. Zwiększenie prędkości chłodzenia po odkształceniu (próbka A6), spowodowało wzrost udziału struktury bainitycznej kosztem struktury perlitycznej (próbka A2).

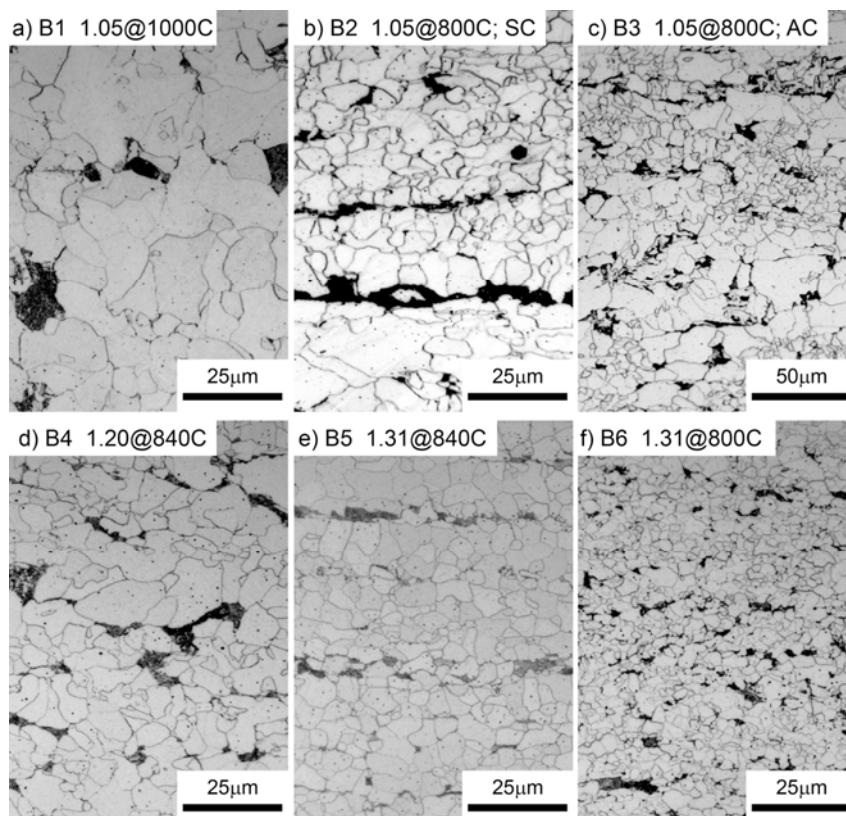


Rys. 4.5 Mikrostruktury optyczne uzyskane dla stali A po procesie walcowania[MAFE].

W przypadku schematów A3 i A4 (Rys. 4.5c, d) można zauważyć, iż stosunkowo niewielka zmiana temperatury walcowania dla próbki A4, wpłynęła na znacznie większe rozdrobnienie jej końcowej struktury. Głównym efektem odkształcenia w tym przypadku, jest wzrost jednorodności miejsc zarodkowania ferrytu. Natomiast w próbce A3, najbardziej prawdopodobną przyczyną widocznej dużej niejednorodności struktury jest fakt, iż w zastosowanej temperaturze odkształcenia (778°C), przemiana fazowa austenit – ferryt została już częściowo rozpoczęta (patrz tablica 3.2).

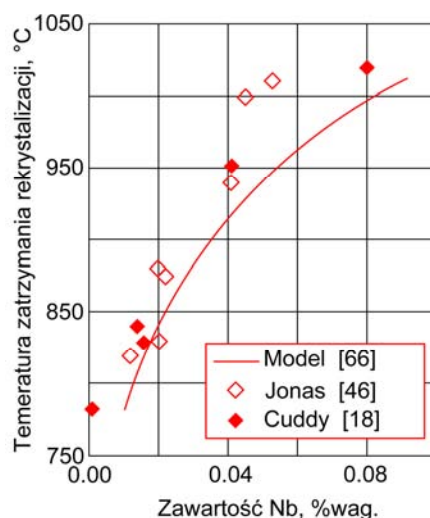
Wpływ wielkości odkształcenia zastosowanego tuż przed rozpoczęciem przemiany fazowej austenit – ferryt na zmiany końcowej struktury jest wyraźnie widoczny w przypadku schematów A5 i A7 (Rys. 4.5e, g). Znacznie większe odkształcenie zastosowane w przypadku próbki A7 skutkowało w znacznym rozdrobnieniu struktury ferrytu. Struktury obserwowane w tych dwóch przypadkach wskazują na wystąpienie w niewielkim stopniu przemiany indukowanej odkształceniem.

Podobną analizę przeprowadzono dla stali z dodatkami mikrostopowymi (Rys. 4.6). Ogólnie, wpływ parametrów odkształcenia na rozwój mikrostruktury po walcowaniu, jest podobny jak w przypadku stali 250. Niemniej jednak należy zauważyć iż maksymalny poziom rozdrobnienia jaki uzyskano w przypadku tej stali był mniejszy niż w stali C-Mn dla podobnych warunków odkształcania.



Rys. 4.6 Mikrofotografie struktur dla stali X65 po procesie walcowania. SC – chłodzenie powolne (0.2°C/s); AC – chłodzenie szybkie (4°C/s).

Rys. 4.6a i b przedstawia porównanie struktur otrzymanych dla schematów walcowania B1 i B2. Zastosowane w tym przypadku historie procesu odkształcania spowodowały wystąpienie dwóch różnych zjawisk kontrolujących rozwój mikrostruktury. Rys. 4.7 przedstawia wpływ zawartości Nb na temperaturę zatrzymania rekrytalizacji (*RST*). Obliczenia przeprowadzone w pracy [66] oraz dane zamieszczone w [18] i [46] wskazują, iż dla zawartości Nb 0.04% wag., temperatura *RST* wynosi ok. 930-950°C. Na tej podstawie można stwierdzić, że dla próbki odkształconej w temperaturze wyższej (schemat B1) należy się spodziewać relatywnie małej objętości wydzielań, w tym również indukowanego odkształceniem Nb(C,N), w związku z czym nie będą one w tym przypadku wpływały na opóźnianie rekrytalizacji dynamicznej czy też na hamowanie rozrostu ziarna. Przeciwniej sytuacji można oczekiwać dla schematu B2, gdzie walcowanie w temperaturze poniżej *RST* (800°C) skutkowało zaistnieniem intensywnego, indukowanego odkształceniem, procesu wydzieleniowego Nb(C,N).



Rys. 4.7 Zależność temperatury zatrzymania rekrytalizacji (RST) od zawartości Nb w roztworze [66].

Spodziewanym efektem w tym przypadku, będzie znaczne opóźnienie rekrytalizacji (w tych warunkach najprawdopodobniej meta-dynamicznej), co bezpośrednio prowadzi do obecności umocnionego (niezrekrytalizowanego) austenitu i w dalszej kolejności wzrostu stosunku prędkości zarodkowania do prędkości wzrostu ferrytu. Jak wiadomo, zjawiska te sprzyjają większemu rozdrobnieniu struktury ferrytycznej po przemianie fazowej. Równocześnie, obserwuje się zmianę w poziomie niejednorodności struktury – zarówno wielkości ziarna ferrytu jak i stopnia dyspersji perlitu (na korzyść próbki B1) – Rys. 4.6a. Dodatkowo, w próbce B2, perlit uformował strukturę pasmową – co jest typowe dla tego gatunku stali po procesie kontrolowanego walcowania. Niemniej jednak, poziom rozdrobnienia ferrytu w stalach mikrostopowych jest zawsze większy w przypadku, gdy jest on produktem przemiany fazowej z austenitu w stanie umocnionym aniżeli z austenitu zrekrystalizowanego.

Porównując schematy B2 i B3 (Rys. 4.6b, c), można zauważyć, że większa prędkość chłodzenia zastosowana dla próbki B3 (z niezmiennym poziomem umocnienia wydzieleniowego), doprowadziła do wzrostu udziału objętościowego struktury bainitycznej (Rys. 4.6c) w miejsce perlitycznej (Rys. 4.6b).

Wyższa temperatura nagrzewania wsadu, T_R , w przypadku próbki B4 (Rys. 4.6d) doprowadziła do zupełnego rozpuszczenia Nb(C,N), podczas gdy w przypadku próbki B5 (niższa temperatura T_R), większość wydzieleni Nb nie została rozpuszczona i była obecna w postaci rozrośniętych cząstek węglikoazotków. Zmiana temperatury nagrzewania wpłynęła również na wielkość ziarna austenitu. Próbka B4 posiada znacznie bardziej jednorodną strukturę ferrytyczno-bainityczną aniżeli próbka B5 (Rys. 4.6d, e) mimo, że poziom rozdrobnienia ferrytu był większy dla próbki B5. Najbardziej prawdopodobną tego przyczyną jest fakt, iż próbka B4 posiadała mniejszą strukturę wyjściową austenitu od próbki B5, oraz wystarczającą ilość Nb w roztworze, by hamować rekrytalizację pomiędzy odkształceniem a początkiem przemiany fazowej.

Próbka B6 (Rys. 4.6e) również nagrzana została do niższej temperatury początkowej, a niższa temperatura odkształcenia spowodowała znaczne rozdrobnienie ferrytu. Można

oczekiwać, iż dla zastosowanych w tym przypadku parametrów odkształcania, zaszła indukowana odkształceniem przemiana fazowa.

4.1.2 Własności mechaniczne

Wpływ rozdrobnienia struktury na własności mechaniczne otrzymanych materiałów określany był zarówno w warunkach obciążenia quasi-statycznego jak i dynamicznego. Tablice 4.3 i 4.4 podsumowują własności mechaniczne, uzyskane dla badanych próbek w zależności od poziomu rozdrobnienia struktury.

Tablica 4.3: Wyniki badań własności mechanicznych. Statyczna próba rozciągania dla próbek po walcowaniu. Stal 250 (A).

Próbka	R_e , MPa	R_m , MPa	R_e/R_m
A1	288	443	0.65
A2	376	498	0.76
A3	400	530	0.76
A4	388	505	0.77
A5	392	523	0.75
A6	431	552	0.78
A7	500	551	0.91

Tablica 4.4: Wyniki badań własności mechanicznych. Statyczna próba rozciągania dla próbek po walcowaniu. Stal X65(B).

Próbka	R_e , MPa	R_m , MPa	R_e/R_m
B1	395	489	0.81
B2	463	524	0.88
B3	502	561	0.90
B4	504	563	0.89
B5	400	483	0.83
B6	450	509	0.88

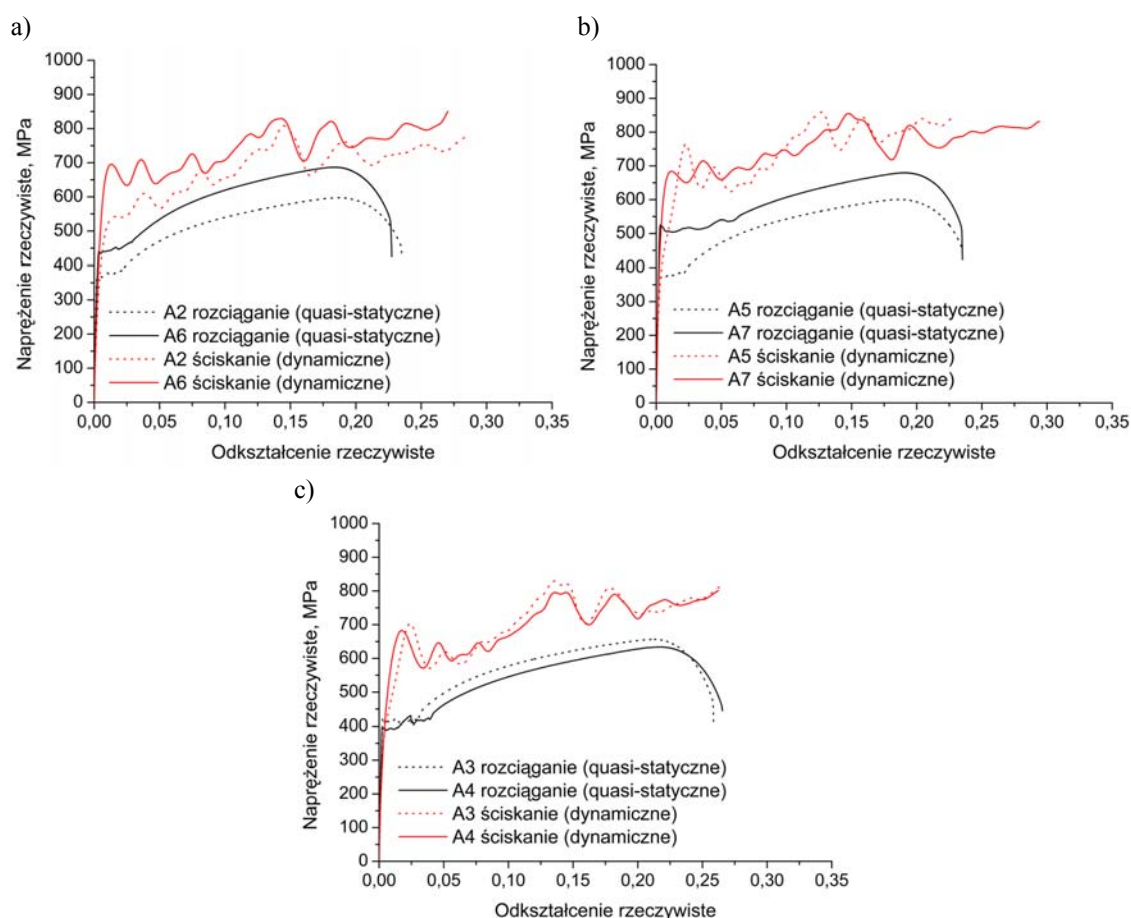
Przedstawione wyniki pomiarów pokazują wyraźnie, że zmiany zachodzące w mikrostrukturze i połączone z nimi rozdrobnienie ferrytu, wpłynęły na poprawę własności mechanicznych badanych stali. Ogólnie można stwierdzić, iż wraz z rozdrobnieniem struktury w stali 250 nastąpił wzrost zapasu plastyczności, podczas gdy w przypadku stali X65, zmienił on się w niewielkim stopniu.

W kolejnej części badań przeprowadzono analizę wpływu prędkości odkształcania na własności mechanicznych otrzymanych próbek. Określono związek pomiędzy historią przeróbki cieplno-plastycznej – stopniem rozdrobnienia struktury a własnościami mechanicznymi w warunkach quasi-statycznego rozciągania oraz

ściskania z bardzo dużymi prędkościami. Zaobserwowane różnice we własnościach, wynikają przede wszystkim z zastosowania różnych schematów odkształcania oraz prędkości odkształcania. Zależą one również od składu chemicznego stali oraz od zastosowanych parametrów procesu wcześniejszej przeróbki cieplno-plastycznej [85].

Aby w dostatecznie dokładny sposób przeanalizować wyniki pomiaru własności mechanicznych, dalsza analiza dotyczyła porównanych ze sobą wybranych schematów odkształcania. Wyniki pomiarów własności mechanicznych, w postaci zestawionych ze sobą krzywych płynięcia, dla stali A pokazano na Rys. 4.8.

Porównując schematy A2 i A6 (Rys. 4.8a), można zauważyć, iż większe rozdrobnienie struktury w próbce A6 zostało odzwierciedlone we własnościach mechanicznych, zarówno w warunkach obciążenia quasi-statycznego jak i dynamicznego.

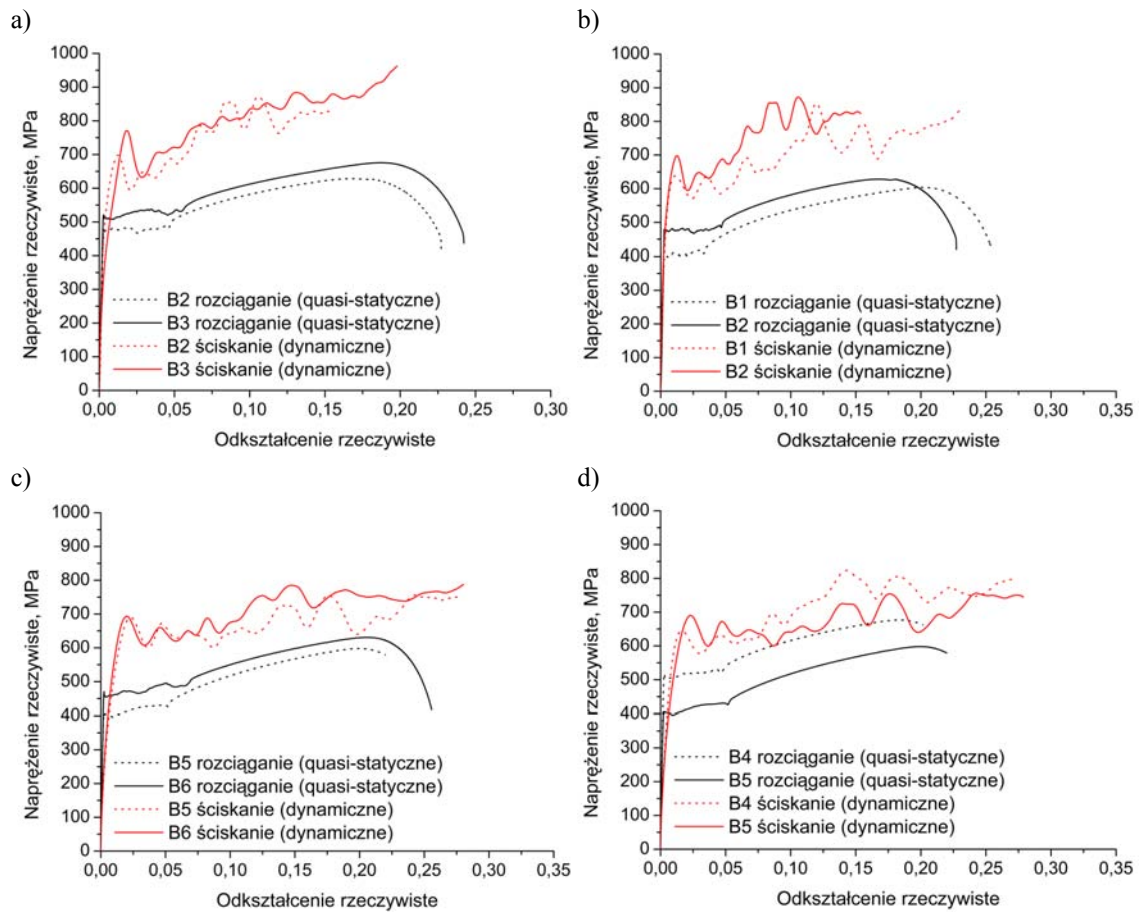


Rys. 4.8 Porównanie krzywych napężenie – odkształcenie rzeczywiste dla stali A, zmierzonych w warunkach obciążenia quasi-statycznego (rozciąganie) i dynamicznego (ściskanie). Schematy: A2-A6 –a), A3-A4 –b), A5-A7 –c).

Dla schematów A3 i A4 (Rys. 4.8b) widoczny jest minimalny spadek własności wraz z rozdrobnieniem struktury, co jest zjawiskiem przeciwnym do oczekiwanego. Niemniej jednak pewną rolę może tutaj odgrywać poziom jednorodności struktury (wielkości ziarna), oraz zmiany dotyczące drugiej fazy tj. udział objętościowy perlitu i bainitu.

W przypadku próbek A5 i A7 (Rys. 4.8b) można zaobserwować, że rozdrobnienie struktury, w przypadku testów quasi-statycznych, powoduje wzrost granicy

plastyczności i odkształcenia Lüdersa, podczas gdy dla dynamicznych warunków obciążenia efekty wynikające z rozdrobnienia są minimalne.



Rys. 4.9 Porównanie krzywych napężenie – odkształcenie rzeczywiste dla stali A, zmierzonych w warunkach obciążenia quasi-statycznego (rozciąganie) i dynamicznego (ściskanie). Schematy: B1-B2 –a), B2-B3 –b), B4-B5 –c), B5-B6 –d).

Podobna analiza została przeprowadzona dla stali z mikrododatkami stopowymi (stal B). Porównanie krzywych napężenie-odkształcenie rzeczywiste, wyznaczonych w warunkach małej i dużej prędkości odkształcenia, dla próbek po walcowaniu, przedstawiono na Rys. 4.9.

Porównanie własności mechanicznych wyznaczonych w temperaturze pokojowej z różnymi prędkościami odkształcania dla próbek B1 i B2 (Rys. 4.9a) wskazują, iż większa objętość wydzielen $Nb(C,N)$ w przypadku próbki B2 spowodowała, poza zmianą poziomu umocnienia pochodzącego od rozdrobnienia struktury (zależność Halla-Petcha), dodatkowe umocnienie wydzieleniowe.

Zestawienie własności mechanicznych otrzymanych dla próbek, odkształczanych ze schematami B2 i B3 (Rys. 4.9b) pokazuje, iż w przypadku struktury o większym stopniu rozdrobnienia (B3) uzyskano wyższe własności plastyczne i wytrzymałościowe dla obydwu zastosowanych prędkości odkształcania. Zastosowanie większej prędkości chłodzenia w przypadku schematu B3 (umocnienie wydzieleniowe pozostało na niezmiennym poziomie w stosunku do schematu B2), potwierdza korzystny wpływ struktury rozdrobnionej na poprawę własności wytrzymałościowych bez obniżenia

własności plastycznych. Jako drugie źródło różnic we własnościach mechanicznych pomiędzy próbką B2 a B3 można wskazać wzrost udziału bardziej plastycznego bainitu w strukturze B3 w miejsce perlitu (próbka B2) – co wpłynęło w tym przypadku na poprawę własności plastycznych (Rys. 4.9b).

Porównując własności próbek B4 i B5 (Rys. 4.9c) widzimy, że własności mechaniczne w przypadku B4 są znacznie wyższe, pomimo że własności plastyczne w obu próbkach są podobne. Tendencja ta jest widoczna zarówno dla własności zmierzonych w warunkach quasi-statycznego rozciągania jak i dynamicznego ściskania. Poziom umocnienia pochodzącego od rozdrobnienia struktury, w obydwu przypadkach był podobny, ponieważ uzyskana dla tych próbek wielkość ziarna ferrytu była zbliżona (ok. $5\mu\text{m}$). Tak więc, wyższa wytrzymałość uzyskana w przypadku próbek, odkształcanych według schematu B4, może wynikać z większego poziomu umocnienia wydzieleniowego spowodowanego większym udziałem objętościowym dyspersyjnych wydzieleni Nb(C,N).

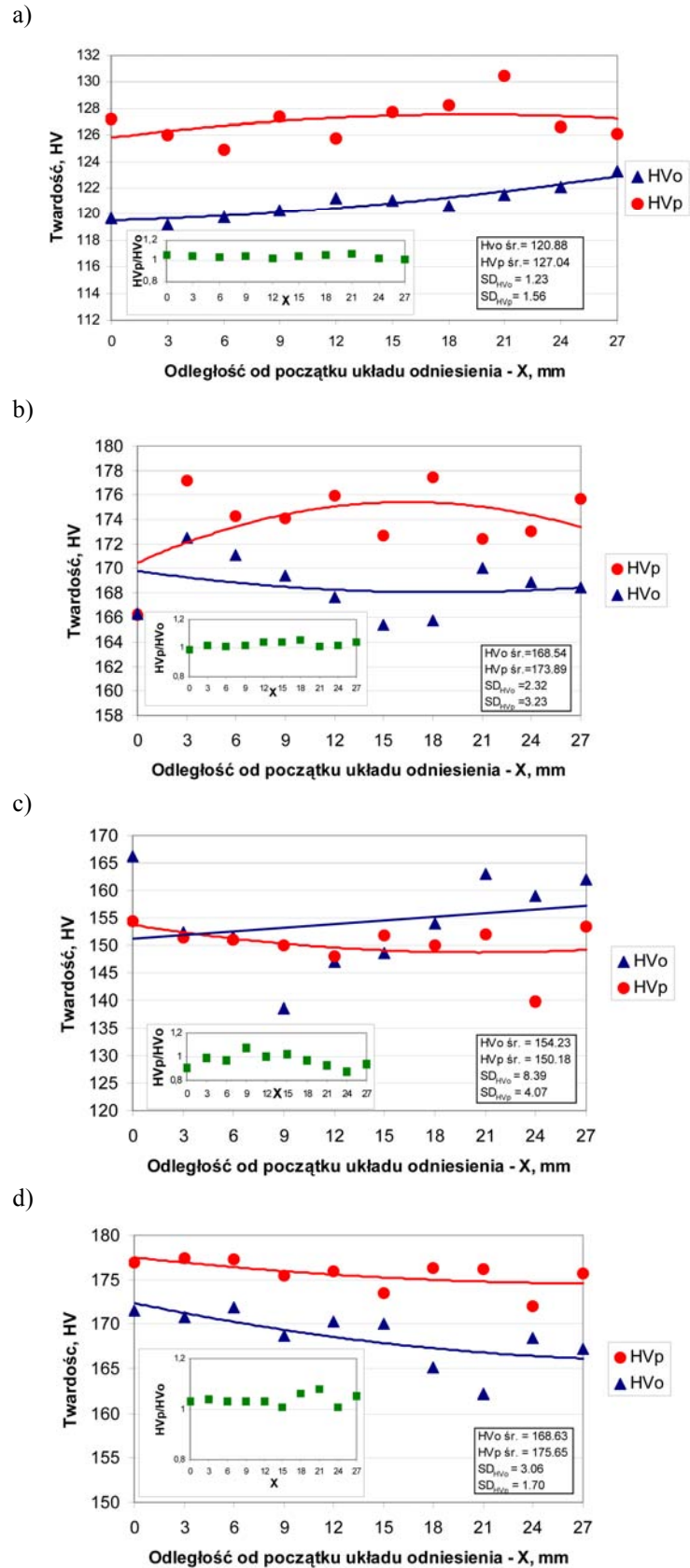
Zestawiając ze sobą własności mechaniczne zmierzone dla próbek walcowanych według schematów B5 i B6 (Rys. 4.9c), zauważymy, że wyższy poziom rozdrobnienia struktury w próbce B6 (średni rozmiar ziarna ferrytu ok. $3\mu\text{m}$), w porównaniu z próbką B5, bezpośrednio wpływa na własności mechaniczne, zarówno dla małych jak i dużych prędkości odkształcenia.

Przeprowadzona analiza wskazuje, że wpływ wielkości ziarna umocnienie badanego materiału, zarówno w warunkach obciążenia quasi-statycznego (prędkość odkształcenia $0,001\text{s}^{-1}$) jak i dynamicznego (prędkość odkształcenia $\approx 1800\text{s}^{-1}$) jest silnie zróżnicowany. Obserwowane zależności są bezpośrednim efektem historii rozwoju mikrostruktury, która z kolei wynika z zastosowanej historii odkształcania.

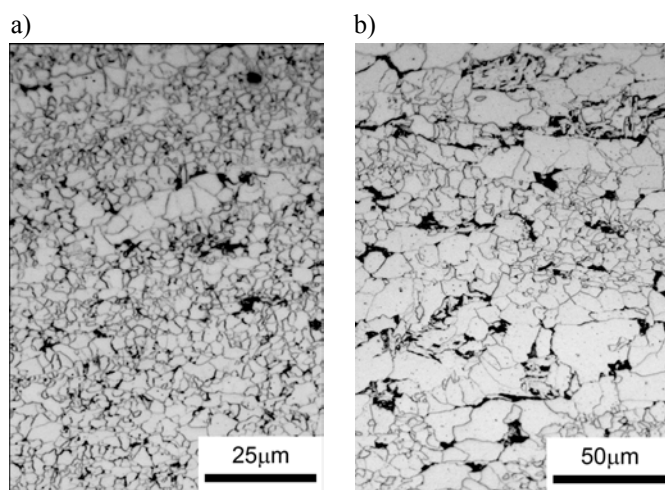
4.1.3 Niejednorodność mikrostruktury i własności

W celu oszacowania poziomu niejednorodności własności mechanicznych na przekroju poprzecznym walcowanego pasma, przeprowadzono pomiary twardości, zgodnie ze schematem, przedstawionym na rysunku (Rys. 3.17)[82]. W przypadku stali 250 (A) wyniki przedstawione na Rys. 4.10a-b wskazują, że bez względu na uzyskany poziom rozdrobnienia struktury, próbki charakteryzują się podobnym poziomem niejednorodności własności mechanicznych. W przypadku stali X65 (Rys. 4.10c-d) sytuacja przedstawia się nieco inaczej – większy poziom niejednorodności własności zaobserwowano dla próbki o drobniejszej. Stwierdzenie to dotyczy zarówno różnicy we własnościach zmierzonych przy powierzchni i w środku próbki, jak również wzdłuż przekroju poprzecznego walcowanego pasma.

Jednocześnie, w przypadku wszystkich próbek po walcowaniu odnotowano wyższe wartości własności mechanicznych w warstwie przypowierzchniowej. Bezpośrednią przyczyną różnic we własnościach mechanicznych jest niejednorodność mikrostrukturalna.



Rys. 4.10 Zmiany rozkładu twardości w zależności od odległości od układu odniesienia na przekroju poprzecznym walcowanego pasma oraz stosunek twardości przy powierzchni do twardości w środku pasma. Próbkę A1 – a), próbkę A7 – b) Próbkę B1 – c), próbkę B6 – d) [82].



Rys. 4.11 Porównanie mikrostruktury przy powierzchni –a) i w środku walcowanego pasma – kierunek równoległy do RD. Mikroskop optyczny – próbka B3.

Przykład porównania mikrostruktury przy powierzchni i w środkowej części próbki po walcowaniu przedstawiono na Rys. 4.11. Średnia wielkość ziarna zmierzona w tym przypadku w środku próbki wynosiła ok. $8.53\mu\text{m}$, podczas gdy w części przypowierzchniowej, odpowiednio $2\mu\text{m}$. Niejednorodność mikrostrukturalna wynika ze znacznie większych odkształceń w warstwie przypowierzchniowej w tym znacznie większego udziału naprężeń stycznych, które są dużo bardziej efektywne w rozdrabnianiu struktury.

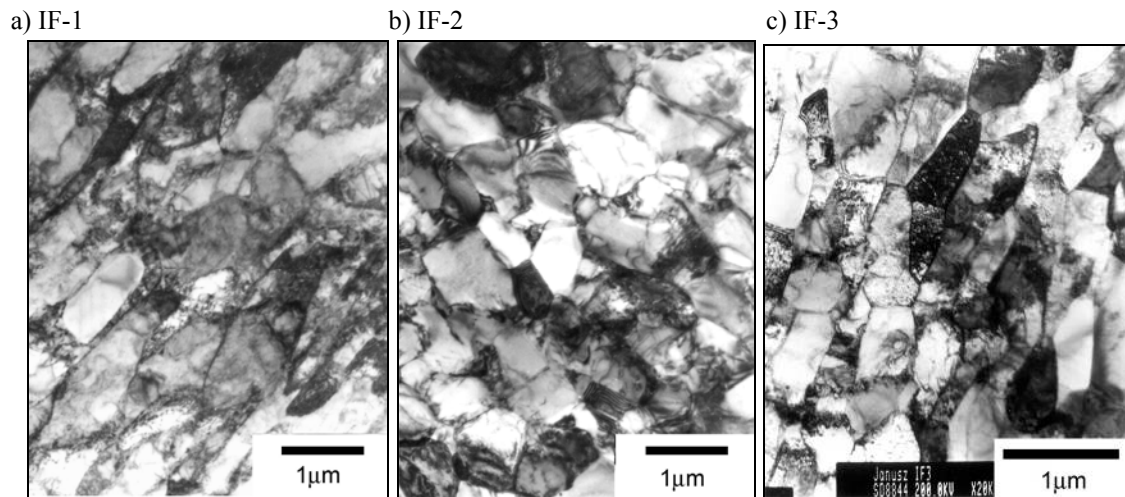
4.2 Rozdrobnienie struktury po odkształceniu przy wykorzystaniu symulatora *MaxStrain*

4.2.1 Analiza mikrostruktury

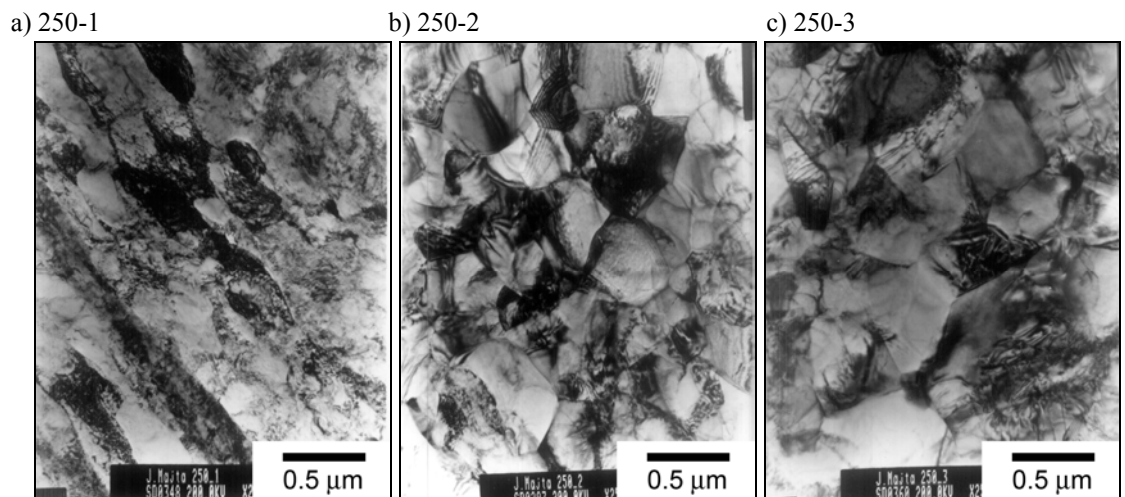
Zastosowanie symulatora *MaxStrain* pozwoliło na uzyskanie rozdrobnienia struktury z zakresu poniżej $1\mu\text{m}$. Taki stopień rozdrobnienia uzyskano dla każdego przypadku badanych stali. Nadmienić jednak należy, że otrzymane tą drogą materiały charakteryzują się dużą niejednorodnością mikrostrukturalną i należy bardzo starannie prowadzić analizę otrzymanych wyników. Na rysunkach przedstawiono wyniki obserwacji mikrostruktur, otrzymanych techniką cienkich folii przy pomocy prześwietleniowego mikroskopu elektronowego.

W przypadku stali IF, zastosowanie silnego odkształcenia w temperaturze pokojowej (Rys. 4.12a) spowodowało powstanie silnej struktury lamelarnej, która następnie, dzięki zastosowaniu wyżarzania w temperaturze 500°C uległa defragmentacji i przybrała formę bardziej stabilnej struktury odkształceniowej (Rys. 4.12b). Zastosowanie dużego odkształcenia plastycznego z następującym po nim wyżarzaniem (schemat 3) sprawiło, iż dzięki procesom zdrowieniowym, które zaszły podczas wyżarzania, materiał nanostrukturalny zmienił się w nanokrystaliczny. Potwierdzają to przeprowadzone obserwacje dla wszystkich badanych stali.

Porównując mikrostruktury uzyskane po zastosowaniu schematów 1-3 dla stali 250 należy stwierdzić, że także w tym przypadku próbka 250-1 (Rys. 4.13a) charakteryzuje się strukturą lamelarną i podobnie, jak to miało miejsce w przypadku stali IF, zamieniła się w strukturę komórkową dzięki zastosowaniu wyżarzania w temperaturze 550°C (Rys. 4.13b i c).

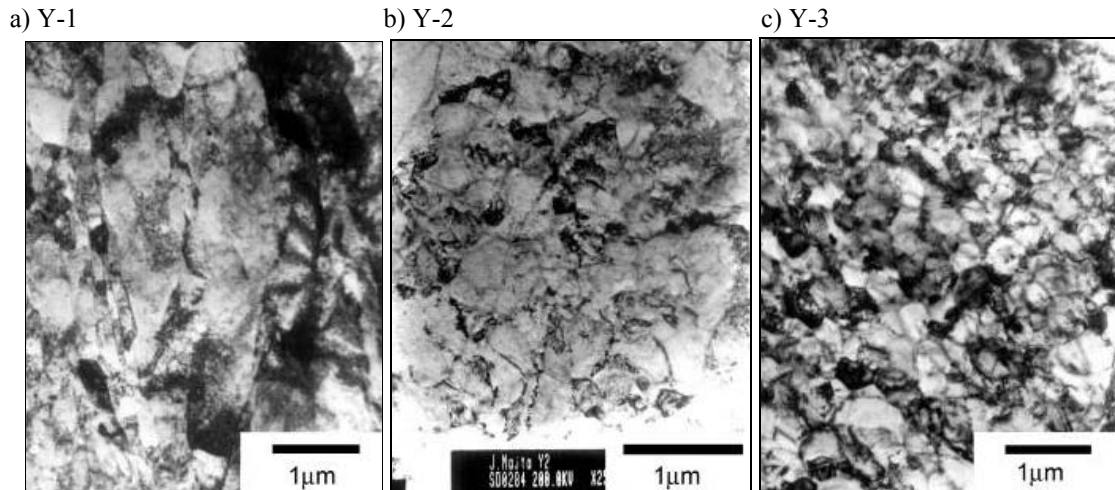


Rys. 4.12 Mikrostruktury uzyskane po odkształceniu *MaxStrain* dla stali IF – schematy odkształcenia 1-3[68].



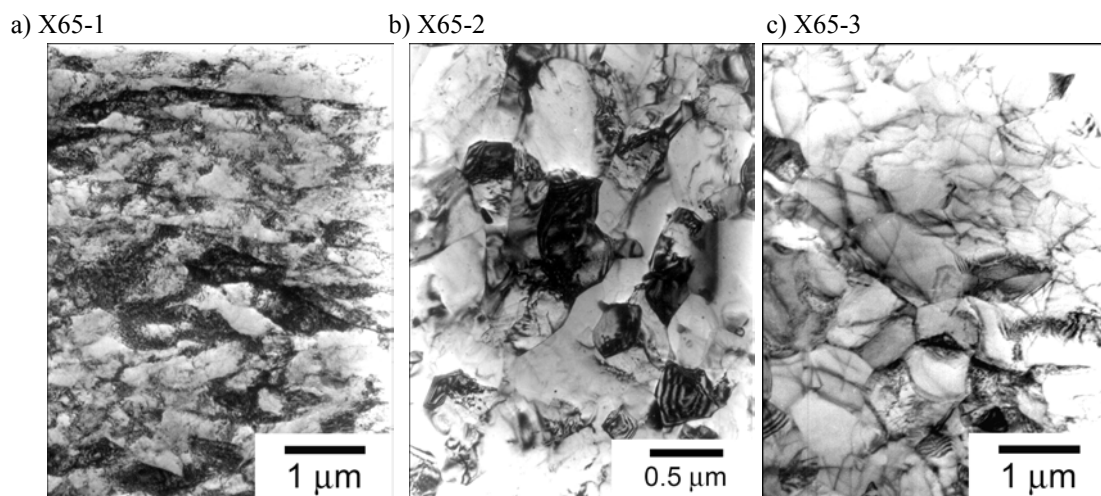
Rys. 4.13 Mikrostruktury uzyskane po odkształceniu *MaxStrain* dla stali 250 – schematy odkształcenia 1-3.

Spośród wszystkich badanych materiałów w stali Y otrzymano największy poziom rozdrobnienia ziarna ferrytu. W przypadku odkształcania w temperaturze pokojowej, z odkształceniem całkowitym 5 (schemat 1), uzyskana struktura składała się w większości z równoległych pasm o szerokości od 0.3 do 1 μm. We wnętrzach tych pasm da się zauważyć typową podstrukturę dyslokacyjną [68]. Zastosowanie dużego odkształcenia z następującym wyżarzaniem (schemat 3) doprowadziło do znacznego rozdrobnienia struktury a powstałe ziarna są równoosiowe i zaokrąglone.



Rys. 4.14 Mikrostruktury uzyskane po odkształceniu *MaxStrain* dla stali Y – schematy odkształcenia 1-3[68, 83].

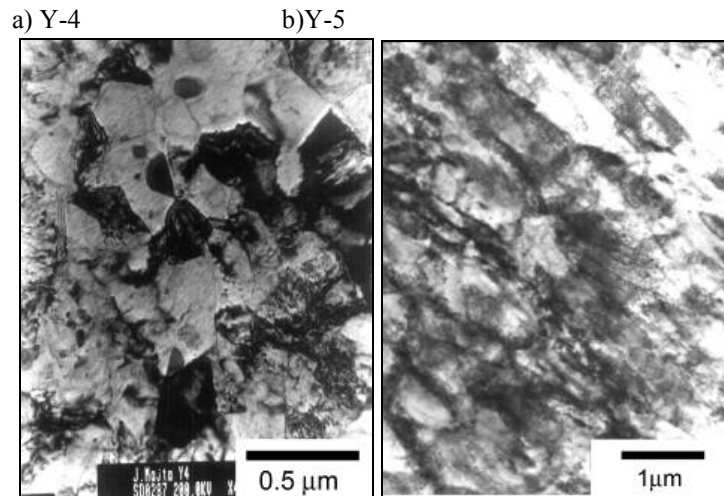
Podobne obserwacje zanotowano w przypadku stali X65 (Rys. 4.15), z tą tylko różnicą, że osiągnięty tutaj poziom rozdrobnienia jest niższy – w porównaniu ze stalą Y. Wynika to przede wszystkim z różnic w składzie chemicznym obu stali (niższa zawartość dodatków mikrostopowych w stali X65), a tym samym mniejszego efektu umocnienia wydzieleniowego i roztworowego[83].



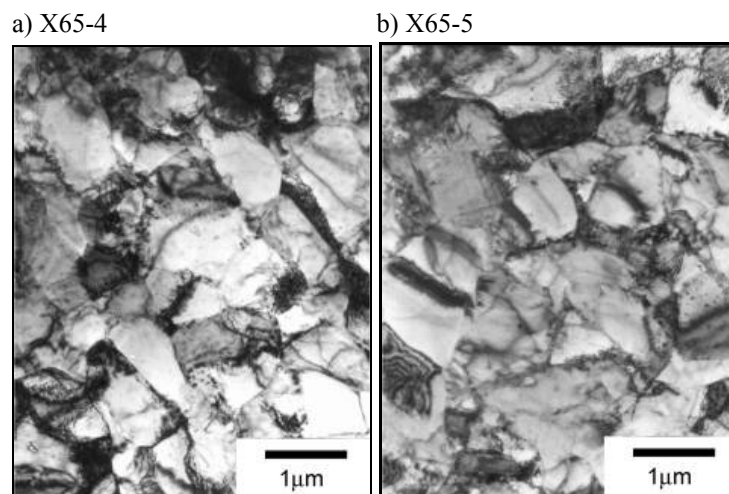
Rys. 4.15 Mikrostruktury uzyskane po odkształceniu *MaxStrain* dla stali X65 – schematy odkształcenia 1-3[83].

Podobnie, porównanie otrzymanych mikrostruktur stali Y i X65, uzyskanych po zastosowaniu 4 schematu odkształcania, potwierdza fakt silniejszego rozdrobnienia, w stali o większej zawartości dodatków mikrostopowych, jednakże w przypadku odkształcenia w temperaturze 500°C – schemat 4 – granice ziarn w stali Y charakteryzują się pewnym „rozmyciem”. Poziom niejednorodności struktury w obu stalach jest podobny - Rys. 4.16 i

Rys. 4.17.



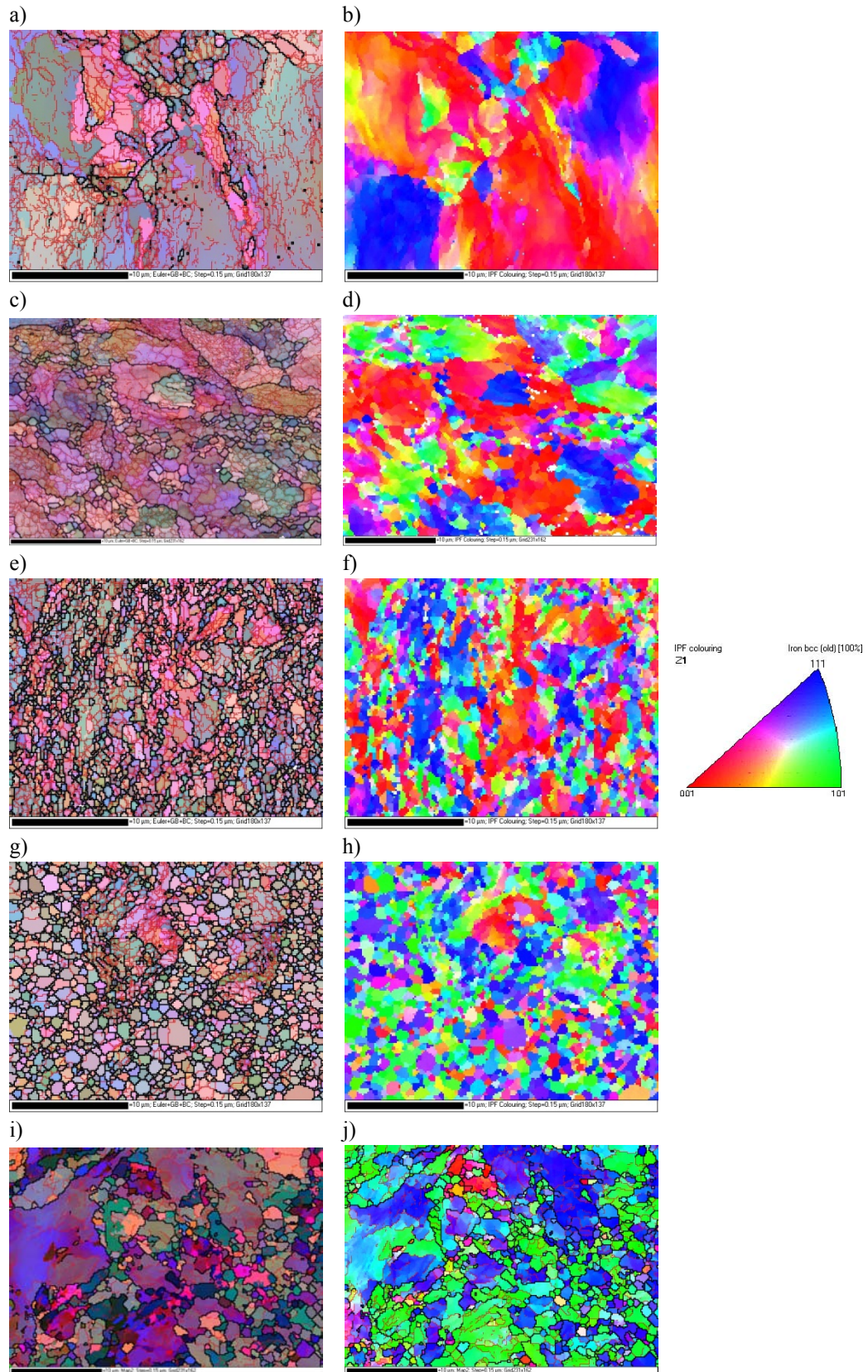
Rys. 4.16 Mikrostruktury uzyskane po odkształceniu *MaxStrain* dla stali Y – schematy odkształcenia 4, 5.



Rys. 4.17 Mikrostruktury uzyskane po odkształceniu *MaxStrain* dla stali X65 – schematy odkształcenia 4, 5 [68].

4.2.2 Analiza wyników EBSD

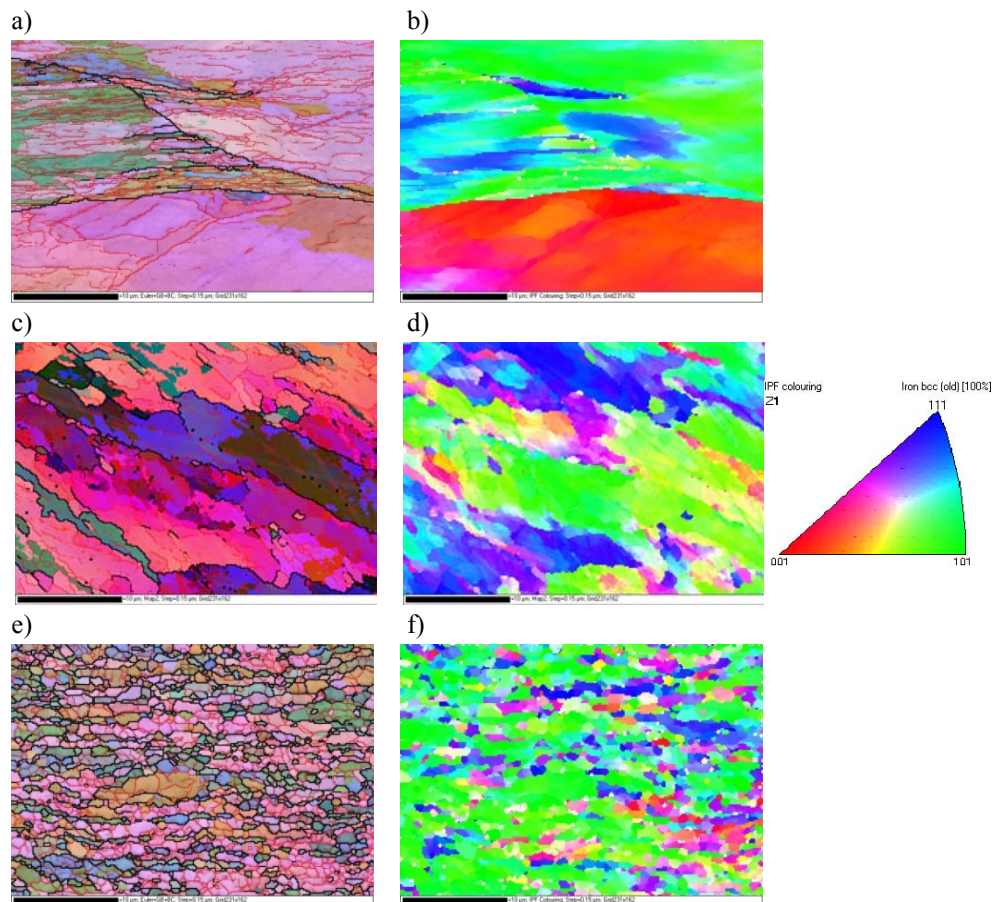
Wykorzystanie techniki *EBS*D w niniejszych badaniach miało przede wszystkim na celu szczegółowe zbadanie wpływu zastosowanych parametrów odkształcania (temperatura odkształcania, wielkość odkształcania, czas wyżarzania) na stopień rozwoju granic ziarn (zarówno wąsko- jak i szerokokątowych), tym samym na uzyskany poziom rozdrobnienia struktury. Na kolejnych rysunkach zamieszczono wyniki tej analizy w postaci map orientacji krystalograficznej poszczególnych ziarn, oraz map reprezentujących odwrotne figury biegunowe (reprezentacja tekstury).



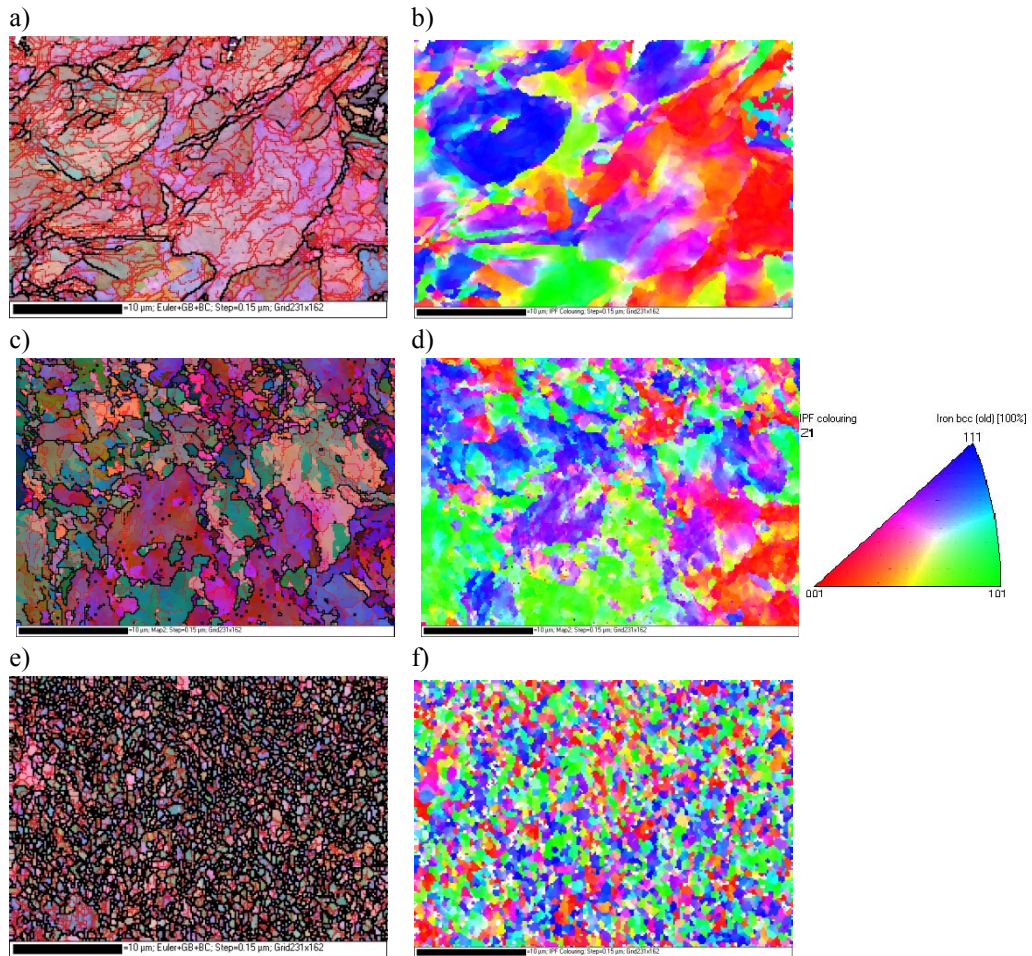
Rys. 4.18 Wyniki analizy *EBSD* dla próbek ze stali 250. Mapy orientacji ziarn za pomocą kątów Eulera - a),-c),-e),-g),-i), Reprezentacja tekstury (odwrotne figury biegunowe) -b),-d),-f),-h),-j). Linie czerwone – granice wąskokątowe, linie czarne – granice szerokokątowe. Schematy odkształcenia: 1-a),-b); 2-c),-d); 3-e),-f); 4-g),-h); 5-i),-j).

Porównując schematy 2 i 3 w przypadku stali 250 (odpowiednio Rys. 4.18c, e), można zauważyć bardzo czytelny wzrost objętości struktury drobnoziarnistej oraz wzrost udziału granic szerokokątowych dla danych warunków wyżarzania. Gdy zadane odkształcenie zakumulowane na zimno jest dużo większe (20 vs. 5), obserwuje się dalszy postęp w rozdrobnieniu struktury, co przeczy spotykanym w literaturze wynikom, według których wzrost odkształcenia powyżej 4 nie powoduje dalszych konsekwencji w rozwoju struktury oraz końcowych własności mechanicznych [51]. Należy przypuszczać, że podstawową tego przyczyną jest niejednorodność odkształcenia oraz schemat stanu mechanicznego charakterystyczne dla symulatora *MaxStrain*. Wyraźnie widać że zwiększenie odkształcenia sprzyjało zamianie substruktury w granice szerokokątowe.

Porównując struktury uzyskane dla stali 250 po zastosowaniu schematów odkształcenia 2 i 4 (Rys. 4.18c, g) można zauważyć, patrząc na bardzo gruboziarnistą strukturę dla schematu 4, co potwierdzone jest również obserwowaną teksturą, domniemywać można, że energia odkształcenia, które zostało zadane w temperaturze odkształcenia zostało spożytkowane na „selektywny” rozrost ziarn – innymi słowy reorganizacja granic ziarn szerokokątowych. Obserwuje się również w przypadku schematu 4 zdecydowanie większą przekątną podziarn, co dodatkowo potwierdza wcześniejszy wniosek, że reorganizacja struktury w tym schemacie prowadzi do struktur rozrośniętych, gruboziarnistych.



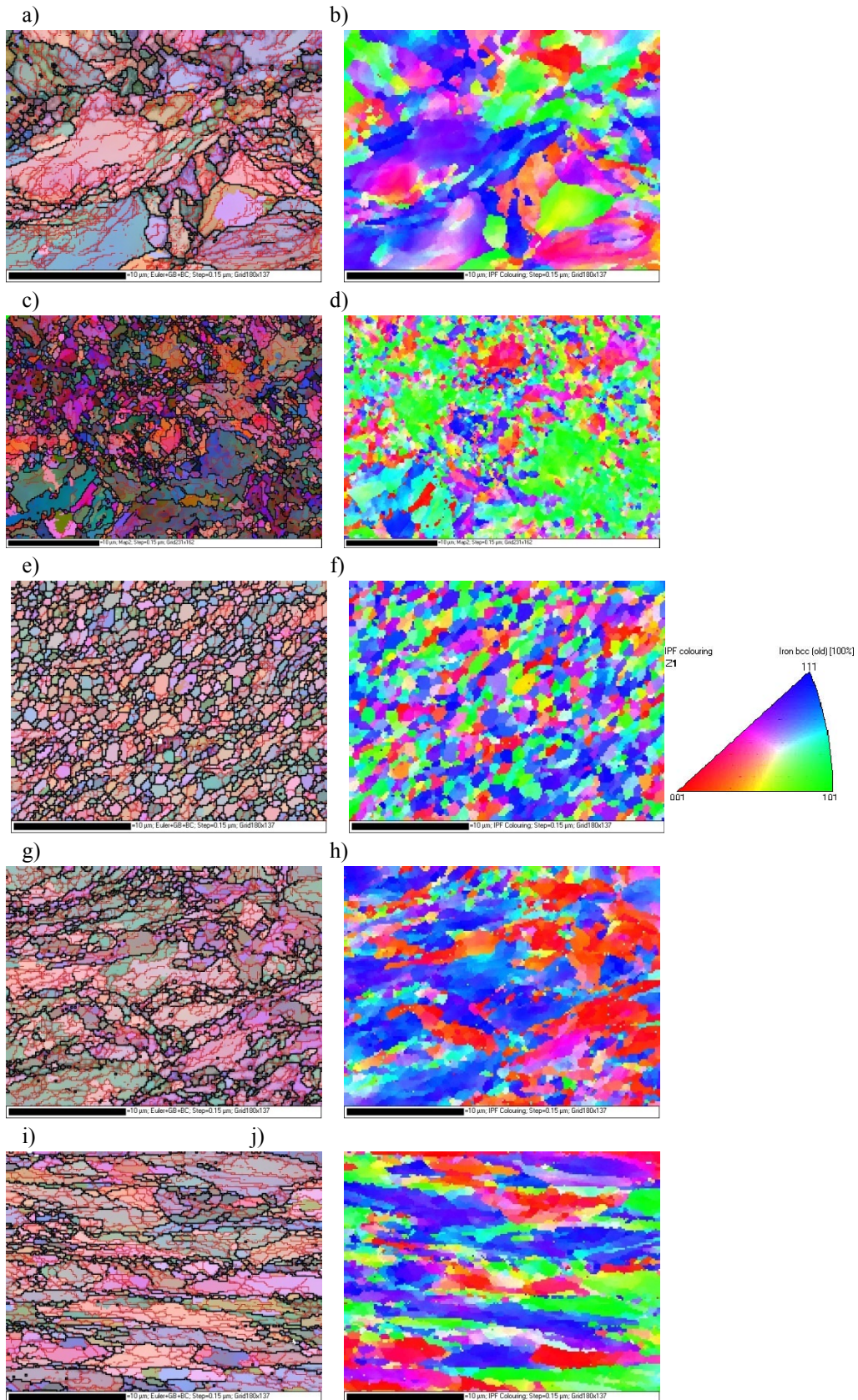
Rys. 4.19 Wyniki analizy *EBSD* dla próbek ze stali IF. Mapy orientacji ziarn za pomocą kątów Eulera - a),-c),-e). Reprezentacja tekstury (odwrotne figury biegunowe) -b),-d),-f). Linie czerwone – granice wąskokątowe, linie czarne – granice szerokokątowe. Schematy odkształcenia: 1-a),-b); 2-c),-d); 3-e),-f).



Rys. 4.20 Wyniki analizy *EBS*D dla próbek ze stali Y. Mapy orientacji ziarn za pomocą kątów Eulera - a),-c),-e). Reprezentacja tekstury (odwrotne figury biegunowe) -b),-d),-f). Linie czerwone – granice wąskokątowe, linie czarne – granice szerokokątowe. Schematy odkształcenia: 1-a),-b); 2-c),-d); 3-e),-f).

W przypadku tych samych warunków odkształcenia (schemat 3) widoczne jest wyraźnie większe rozdrobnienie w stali Y (Rys. 4.20e) aniżeli w stali X65 (Rys. 4.21e). Jednocześnie wzrasta stopień zaawansowania zmiany substruktury w trwałą strukturę szerokokątową. Począwszy od schematu odkształcenia 1 zaobserwować można silniejszy stopień utworzonej substruktury w stali Y (Rys. 4.20a) aniżeli w stali X65 (Rys. 4.21a). Wskazuje to na silniejszą tendencję stali Y do tworzenia struktur dyslokacyjnych w postaci podziarn. Wynika to z większego udziału objętościowego dyspersyjnych wydzielen $Nb(C,N)$ w tej stali, które efektywnie blokują dyslokacje tak, akumulując efekty odkształcenia [83].

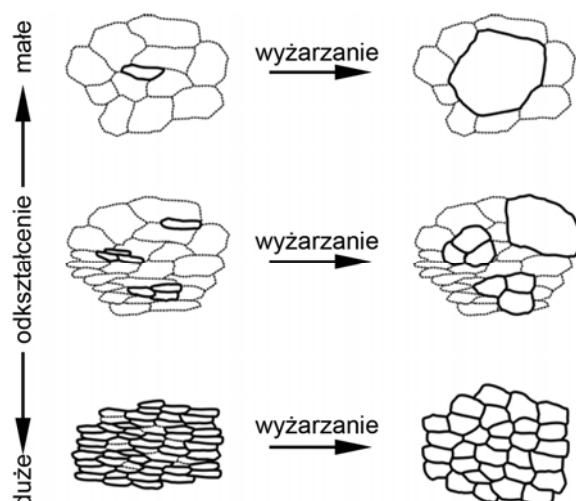
Obraz struktury dla stali 250 (Rys. 4.18e) reprezentuje stan pośredni pomiędzy stalami mikrostopowymi. Porównując stale 250 i IF (Rys. 4.18e i Rys. 4.19e) dla schematu odkształcenia nr 3 widać wyraźnie, że został zachowany dosyć duży udział podstruktury w warunkach tak dużego odkształcenia, natomiast utworzone granice szerokokątowe są mocno rozdrobnione jedynie w przypadku stali 250 (Rys. 4.18e). Poziom rozdrobnienia tych stali jest podobny do stali Y (Rys. 4.20e). Obserwuje się dużą niejednorodność stopnia rozdrobnienia. Widoczne są skupiska obszarów silnie rozdrobnionych na granicach ziarn pierwotnych. W mniejszej skali daje się to również zaobserwować w przypadku stali X65 - Rys. 4.21e.



Rys. 4.21 Wyniki analizy *EBS*D dla próbek ze stali X65. Reprezentacja orientacji ziarn za pomocą kątów Eulera -a),-c),-e),-g),-i), Reprezentacja tekstury (odwrotne figury biegunowe) -b),-d),-f),-h),-j). Linie czerwone – granice wąskokątowe, linie czarne – granice szerokokątowe. Schematy odkształcenia: 1-a),-b); 2-c),-d); 3-e),-f); 4-g),-h); 5-i),-j).

Z faktu tego wynika wniosek, że istotne znaczenie może mieć stopień rozdrobnienia struktury wyjściowej przed zastosowaniem odkształcenia *SPD*. Tzn. im mniejsze ziarno początkowe, tym struktura bardziej jednorodnie rozdrobniona, ale należy domniemywać, że będzie istniał pewien poziom graniczny wielkości ziarna w strukturze wyjściowej dla której ww wniosek będzie obowiązywał. Również wielkość odkształcenia plastycznego będzie miała w tym wypadku istotne znaczenie (Rys. 4.22). W przypadku stali IF – schemat 3 – (Rys. 4.19e) obserwuje się bardzo silny poziom stekstrowania, co można tłumaczyć wyjątkowo dużym ziarnem wyjściowym.

Jeżeli porównamy ze sobą wyniki badań dla schematu 4, możemy zauważyć, że dla stali X65 (Rys. 4.21g) nie występują charakterystyczne dla stali 250 efekty strukturalne (Rys. 4.21g). Za przyczyny tych rozbieżności można wskazać istnienie w strukturze stali X65 czynników hamujących (wydzielenia, roztwór stały). Podobnie jak w stali 250 i tutaj obserwuje się silne stekstrowanie.



Rys. 4.22 Schematyczne przedstawienie zmian w mikrostrukturze podczas wyżarzania stali IF uzyskanej w procesie ARB z różnymi odkształczeniami [127].

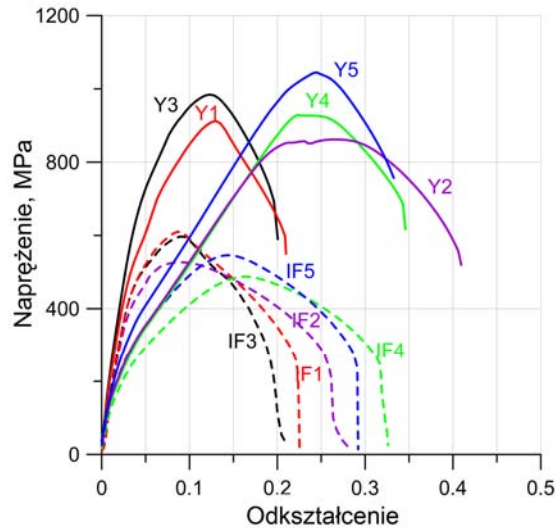
Porównując wyniki odkształcania według schematów 2 i 5 (Rys. 4.18c, i) można zauważyć, że w przypadku stali 250 samo wyżarzanie w temperaturze 500°C dla odkształcenia 5 w temperaturze pokojowej nie spowodowało trwałego rozdrobnienia struktury. Natomiast widoczna jest silnie rozwinięta substruktura drobnoziarnista. Po zastosowaniu dodatkowego odkształcenia w temperaturze wyżarzania nastąpił wzrost kąta dezorientacji substruktury. Efekt ten jest obserwowany w przeważającej objętości materiału. Prezentowana drobnoziarnista struktura charakteryzuje się jednak dużą niejednorodnością. Występują również lokalne obszary z rozwiniętą jedynie substrukturą.

4.2.3 Własności mechaniczne

Przyjęte do badań schematy odkształcania miały na celu nie tylko wytworzenie struktur ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych, lecz przede wszystkim zbadanie wpływu rozdrobnienia struktury na mechanizmy umocnienia. W tym celu

przeprowadzono badania własności mechanicznych, z różnymi prędkościami odkształcania.

Pierwszą grupę badań stanowiły próby rozciągania, prowadzone na zimno w warunkach quasi-statycznych. Wyniki tych prób przedstawiono w postaci wykresów, zamieszczonych na rysunkach Rys. 4.23 i Rys. 4.24.



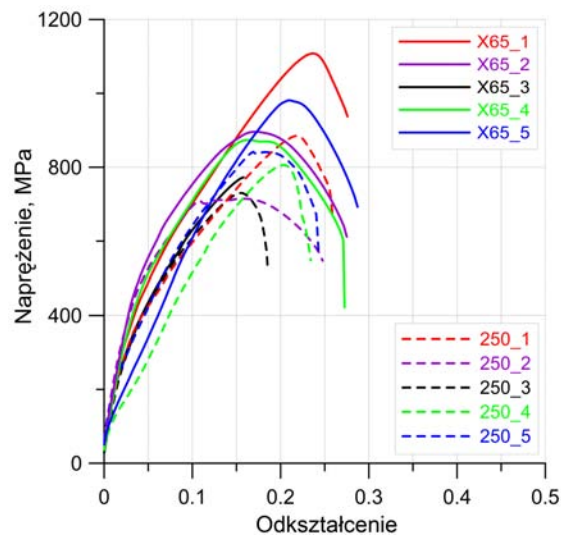
Rys. 4.23 Wyniki próby rozciągania w warunkach quasi-statycznego obciążenia dla próbek odkształconych na symulatorze *MaxStrain*. Stale Y i IF [68, 69, 80].

Wyniki z przeprowadzonych prób rozciągania dla stali IF (Rys. 4.23), potwierdzają silny wpływ zastosowanej historii odkształcenia na własności mechaniczne końcowego wyrobu [68]. Również w przypadku stali IF obserwowany jest podobny przebieg krzywych naprężenie-odkształcenie ze znacznie różniącymi się wartościami wydłużenia całkowitego. Należy zauważyć, iż w przypadku próbki IF-3 jej mikrostruktura była całkowicie wyzdrowiona, jednakże efekt w postaci wzrostu własności plastycznych jest niewielki. Ogólnie można stwierdzić, że w stali IF wydłużenie równomierne nie jest silnie zależne od rozdrobnienia struktury. Zmiany własności obserwowane w stali Y są dużo bardziej złożone i skomplikowane. Z jednej strony można zaobserwować duży przyrost umocnienia odkształceniowego i znacznie wyższe własności wytrzymałościowe – w porównaniu do stali IF, z drugiej strony uzyskany poziom wydłużenia całkowitego w większości przypadków jest podobny. Jedynie wyniki rozciągania próbek odkształconych według schematu 2 wyraźnie odbiegają od pozostałych.

Ogólnie można zauważyć, iż otrzymane wyniki z krzywej rozciągania dla materiałów po odkształceniu techniką *MaxStrain* są podobne do krzywych, uzyskiwanych z innych procesów, wykorzystujących silną akumulację odkształcenia - Rys. 1.25 [23].

Prędkość z jaką umacnia się materiał odkształcony w przypadku stali X65 i 250 jest ogólnie podobna – Rys. 4.24. Należy pamiętać, że dla stali X65 dodatkowe źródło umocnienia stanowiły wydzielenia węglikoazotków – co uwidocznione zostało w postaci wyższego poziomu naprężenia dla tej stali. W odróżnieniu od dwóch poprzednich stali (Y i IF), w tym przypadku nie ma aż tak wyraźnego wpływu

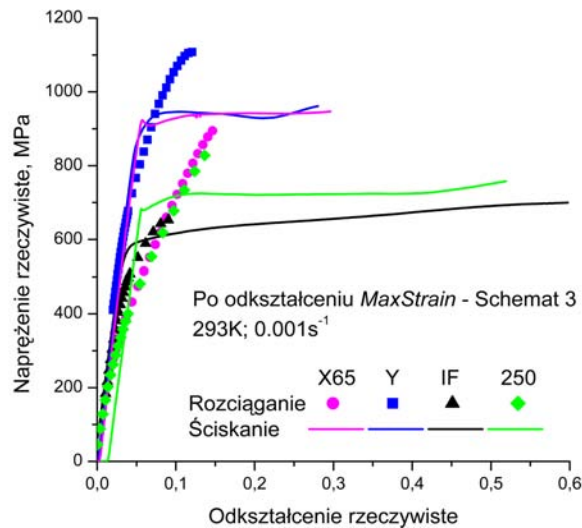
zastosowanej historii procesu odkształcania na uzyskany poziom wydłużenia całkowitego. Zestawienie wszystkich podstawowych własności mechanicznych badanych próbek znajduje się w tabelicy 4.5.



Rys. 4.24 Wyniki próby rozciągania w warunkach quasi-statycznego obciążenia dla próbek odkształcanych techniką *MaxStrain*. Stale X65 i 250 [68, 69, 80].

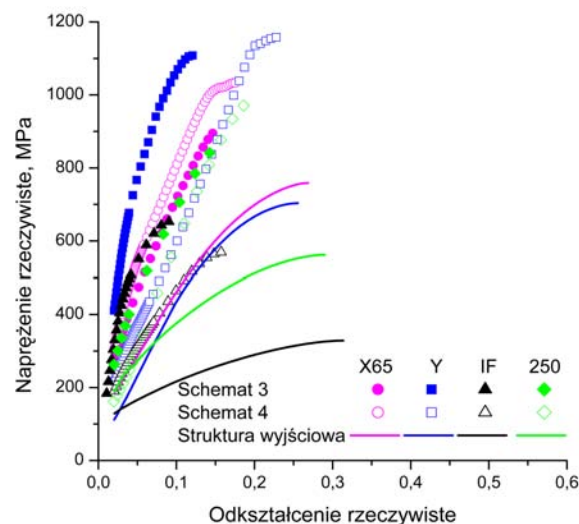
*Tablica 4.5: Wyniki zmierzonych własności mechanicznych dla próbek odkształconych techniką *MaxStrain**

Próbka	R_e , MPa	R_m , MPa	R_e / R_m	$HV5$
IF-1	366	610	0.6	201
IF-2	304	526	0.58	178
IF-3	360	597	0.6	193
IF4	364	488	0.75	188
IF-5	354	546	0.83	185
250-1	470	885	0.53	273
250-2	598	715	0.84	242
250-3	504	730	0.69	253
250-4	326	806	0.40	259
250-5	581	841	0.69	304
X65-1	619	1108	0.56	348
X65-2	640	889	0.72	290
X65-3	574	773	0.74	260
X65-4	617	870	0.71	289
X65-5	452	981	0.46	292
Y-1	700	912	0.77	309
Y-2	436	862	0.51	321
Y-3	850	984	0.86	354
Y-4	424	928	0.46	301
Y-5	488	1045	0.47	333



Rys. 4.25 Porównanie krzywych naprężenie –odkształcenie uzyskanych w próbie rozciągania i ściskania badanych stali. *MaxStrain* dla schematu 3 [81].

Bardzo interesujące wyniki obserwacji zamieszczono na Rys. 4.25 [81]. Porównano tutaj wyniki pomiarów własności mechanicznych dla dwóch różnych prób – rozciągania i ściskania. W przeciwieństwie do materiałów o typowym poziomie rozdrobnienia struktury, w strukturach nanokrystalicznych obserwuje się znacznie większe różnice w przebiegu krzywych plastycznego płynięcia, gdy zmieniony zostanie stan naprężenia. Efekt ten jest zależny od historii odkształcania, zastosowanej w celu uzyskania struktur ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych.



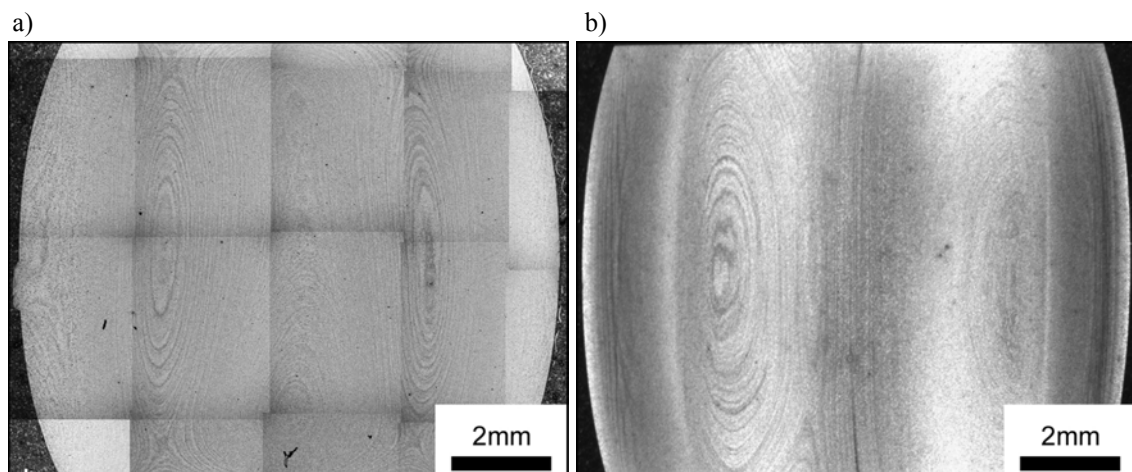
Rys. 4.26 Porównanie krzywych naprężenie – odkształcenie rzeczywiste uzyskanych dla próbie rozciągania dla badanych stali, uzyskanych po odkształceniu *MaxStrain* dla schematu 3 i 4 oraz dla materiału wyjściowego [81].

Na Rys. 4.26 przedstawiono zestawienie krzywych płynięcia plastycznego dla wszystkich badanych stali (wg schematu odkształcenia nr 3 i 4). Wyraźnie widać wzrost własności wytrzymałościowych oraz spadek ciągliwości otrzymanych materiałów ultra-

drobnoziarnistych. Największe różnice we własnościach mechanicznych w stosunku do materiału wyjściowego o typowej strukturze, można zauważyć w przypadku stali IF, natomiast najmniejsze dla stali 250. Wnioski te dotyczą zarówno schematów odkształcenia 3 jak i 4 [81].

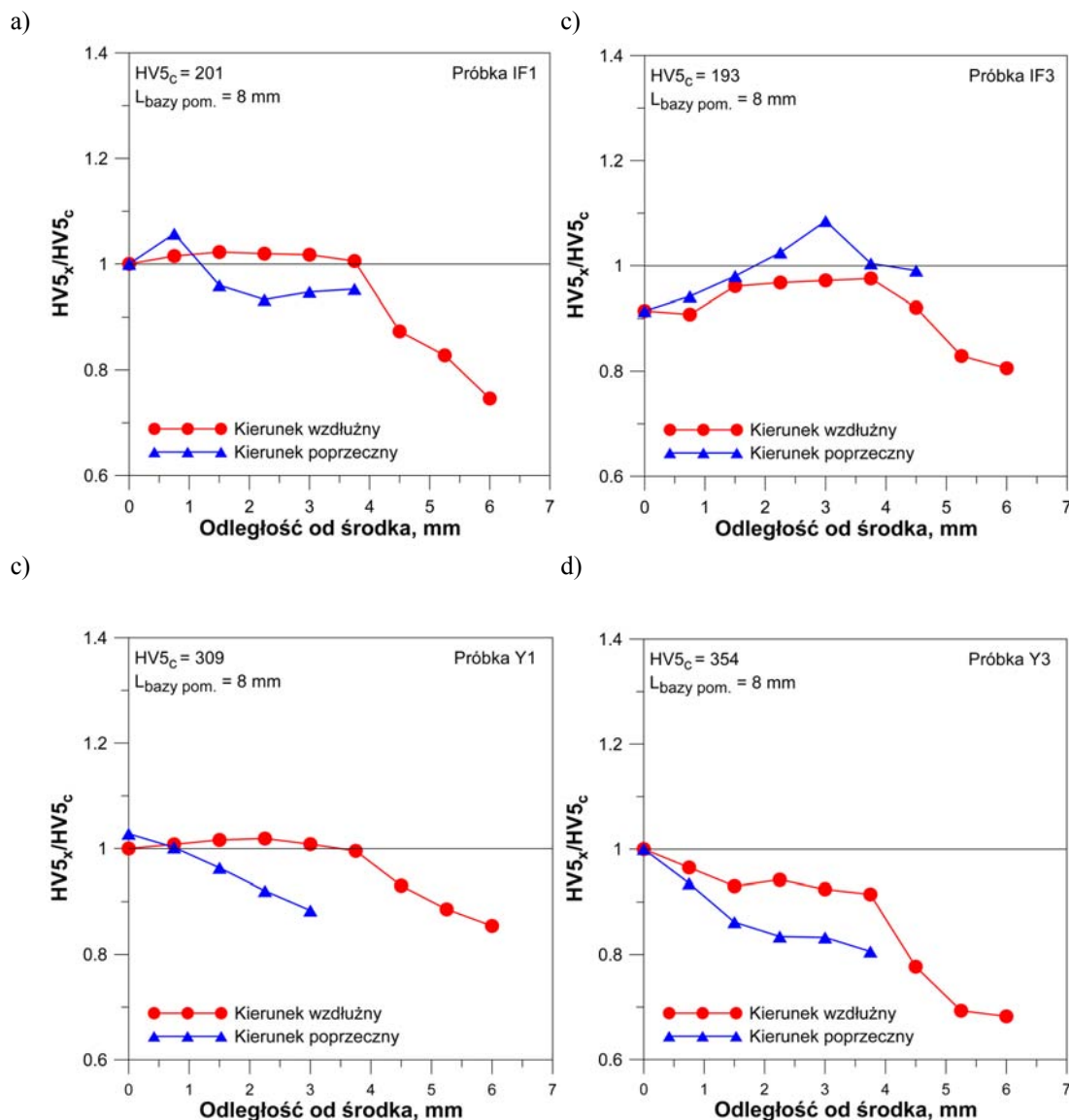
4.2.4 Analiza niejednorodności mikrostruktury i własności mechanicznych w próbkach po odkształceniu MaxStrain

Jak już wspomniano, struktury uzyskane na symulatorze *MaxStrain* charakteryzują się dużym poziomem niejednorodności mikrostrukturalnej. Przykład makrostruktury dla próbki ze stali X65, uzyskanej po odkształceniu ze schematem 2 (patrz: tablica 3.6) zamieszczono na Rys. 4.27. Widoczne są linie płynięcia, które wynikają głównie ze zmiany drogi odkształcenia w procesie odkształcania wykorzystującym symulator *MaxStrain*. Podobny poziom niejednorodności uzyskano w wynikach modelowania komputerowego zamieszczonych rozdziale 3.3.2.1. Oczywistym jest, że tak duży poziom niejednorodności odkształcenia oraz mikrostruktury przekłada się bezpośrednio na niejednorodność własności mechanicznych. W niniejszych badaniach oszacowania poziomu niejednorodności własności mechanicznych na przekroju poprzecznym próbek, uzyskanych techniką *MaxStrain*, dokonano na podstawie pomiarów twardości, których rozkłady zostały wykonane zgodnie z rysunkiem (Rys. 3.19).



Rys. 4.27 Makrostruktura przekroju poprzecznego próbek uzyskanych po odkształceniu *MaxStrain* według schematu 2. Stal X65 -a) i Y-b).

Przykładowe wyniki rozkładów twardości przedstawiono na Rys. 4.28. Zarówno w przypadku stali IF jak i stali mikrostopowej Y, widać wyraźnie, że poziom niejednorodności zwiększa się wraz ze wzrostem odkształcenia (Rys. 4.28b i d). Jednocześnie można stwierdzić, iż we wszystkich przypadkach niejednorodność własności mechanicznych, mierzona w kierunku wzdłużnym zawsze była mniejsza, niż niejednorodność mierzona od środka próbki w kierunku poprzecznym[68, 80].



Rys. 4.28 Przykładowe wyniki pomiarów rozkładu twardości w kierunku wzdłużnym i poprzecznym na przekroju próbki dla stali IF –a), -b) i stali Y –c), -d) [80].

Analiza mikrostruktury, orientacji krystalograficznej ziarn oraz wyniki pomiarów własności mechanicznych pozwoliły na zbadanie wpływu historii odkształcania na uzyskiwany poziom rozdrobnienia w strukturach analizowanych stali niskowęglowych i mikrostopowych, a także pozwoliły na ocenę poziomu niejednorodności uzyskanych struktur. Otrzymane wyniki zostały wykorzystane w dalszej części pracy do weryfikacji modeli naprężenia uplastyczniającego, które zastosowano w symulacji procesów ściskania i rozciągania materiałów o strukturze ultra-drobnopowinowej.

5 MODEL NAPRĘŻENIA UPLASTYCZNIAJĄCEGO DLA STRUKTUR ULTRA-DROBNOZIARNSTYCH

5.1 Wybór i wstępna weryfikacja modelu

Jednym z bardziej popularnych modeli, pozwalających na obliczenie naprężenia uplastyczniającego, w szerokim zakresie wielkości ziarna oraz prędkości odkształcenia, jest model Zerilliego-Armstronga (Z-A). W odróżnieniu od większości modeli empirycznych, model ten silnie bazuje na podstawach fizycznych i pozwala na opis naprężenia uplastyczniającego z uwzględnieniem zjawisk mikrostrukturalnych, zachodzących w odkształcanym materiale [115]. Dla metali o sieci A1, w przypadku materiałów typowych, ruch dyslokacji ograniczany jest przez ich wzajemne przecinanie się, co w efekcie prowadzi do umocnienia odkształceniowego. Zależność konstytutywna w modelu Z-A dla metali o sieci A1 przedstawia się następująco:

$$\sigma_p = \sigma_G + c_2 \varepsilon^{1/2} \exp(-c_3 T + c_4 T \ln \dot{\varepsilon}) + kd^{-1/2} \quad (5.1)$$

W przypadku metali o sieci A2, wpływ odkształcania jest wzmocniony przez dodatkowy empiryczny człon $c_5 \varepsilon^n$:

$$\sigma_p = \sigma_G + c_1 \exp(-c_3 T + c_4 T \ln \dot{\varepsilon}) + c_5 \varepsilon^n + kd^{-1/2} \quad (5.2)$$

gdzie: σ_G - składowa atermiczna, c_1 , c_2 , c_3 , c_4 , c_5 stałe, k - mikrostrukturalna intensywność naprężenia, d - średnia wielkość ziarna, $\dot{\varepsilon}$ - intensywność prędkości odkształcenia, T - temperatura bezwzględna.

Co prawda twórcy modelu przewidywali, że może on być stosowany w szerokim zakresie wielkości ziarna i prędkości odkształcenia, niemniej jednak przydatność tego modelu w analizie materiałów ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych nie została jeszcze zweryfikowana. Z tego powodu w niniejszych badaniach podjęto próbę oceny modelu dla materiałów ultra-drobnoziarnistych oraz porównano go z modelem KHL (patrz rozdział 1.6.3) [80]. Podstawową przyczyną wyboru modelu KHL dla przeprowadzenia analizy porównawczej stanowi fakt, iż model ten został sprawdzony w działaniu dla szerokiego zakresu wielkości ziarna (od kilkudziesięciu mikrometrów do kilkudziesięciu nanometrów) i prędkości odkształcenia (od $0.001s^{-1}$ do $3000s^{-1}$). Ponadto model ten uwzględnia lepko-plastyczny charakter płynięcia materiału oraz zmianę mechanizmów umocnienia odpowiadającą za odwrócenie efektu Halla-Petcha (patrz Rys. 1.31).

Do weryfikacji zastosowanych modeli wykorzystano komercyjne oprogramowanie Abaqus Explicit w oparciu o Metodę Elementów Skończonych [1].

Przeprowadzono symulację procesu ściskania próbki osiowosymetrycznej ze stali IF na zimno, w szerokim zakresie wielkości ziarna i prędkości odkształcenia.

W pierwszym etapie w procesie modelowania wyznaczono współczynniki, występujące w równaniu Z-A. W tym celu wykorzystano wcześniejsze wyniki przeprowadzonych badań [70, 71].

Tablica 5.1: Współczynniki modelu Z-A wyznaczone dla stali Y i IF [70, 71, 115]

Stal		σ_G , MPa	c_1 , MPa	c_2 , MPa	c_3 , MPa	c_4 , MPa	c_5 , MPa	n	k_y , MPa mm ^{0.5}
Y	Feryt	0	1100	-	0.00390	0.000280	336	0.298	5
	Austenit	35	-	1356	0.00245	0.000178	-	-	23
IF	Feryt	0	1080	-	0.00558	0.000225	131	0.228	18
	Austenit	45	-	1100	0.00185	0.000150	-	-	5

Dopasowanie współczynników przeprowadzono przy wykorzystaniu gotowych procedur optymalizacji, dostępnych w oprogramowaniu Matlab tj. algorytmu Nelder-Meada oraz procedury optymalizacji, minimalizującej błąd pomiędzy danymi doświadczalnymi a obliczonymi na podstawie modelu Z-A. Zestaw dobranych współczynników przedstawiono w tabelicy 5.1.

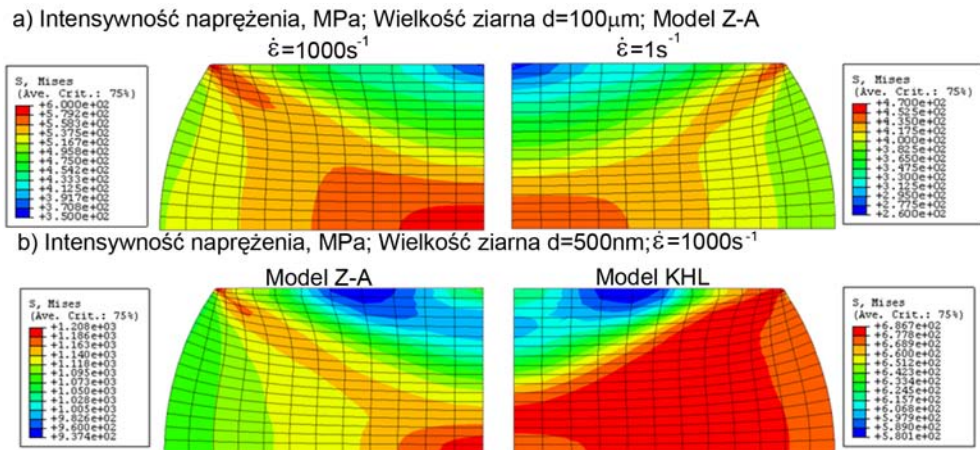
W przypadku modelu KHL przyjęto współczynniki równania zaproponowane przez autorów modelu dla nanokrystalicznego Fe – tablica 5.2 [49].

Tablica 5.2: Współczynniki modelu KHL przyjęte z [49]

Fe		a , MPa	k_y , MPa/nm ^{-0.5}	B/a	n_l	n_0	c
d^* =80nm	$0 < d^{0.5} < d^{*0.5}$	80	2250	6.5	0.25	0.4	0.017
	$d^{*0.5} < d^{0.5}$	-4603	46.286	0.314	-	-	-

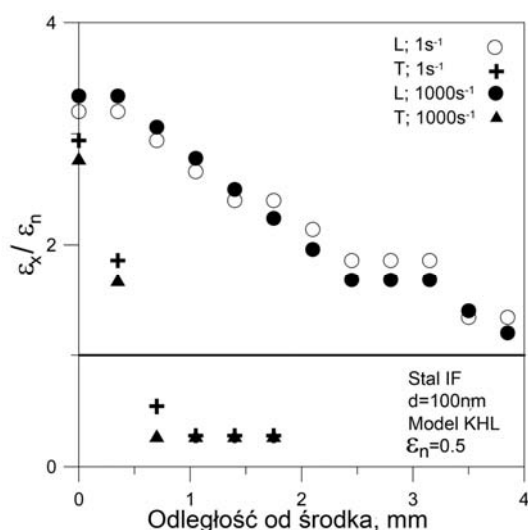
Następnie, oba modele, wraz z zestawem współczynników zostały zaimplementowane do symulacji metodą elementów skończonych procesu ściskania próbek osiowosymetrycznych. Implementacja modeli do programu Abaqus Explicit była możliwa dzięki dołączeniu do programu własnych procedur, napisanych w języku skryptowym Python, który między innymi pozwala na bezpośrednią kontrolę zastosowanych modeli. Symulacje komputerowe wykonano dla próbek osiowosymetrycznych o wymiarach ($\phi 6 \times 9$ mm). Proces przebiegał z odkształceniem $\epsilon=0.5$ w temperaturze pokojowej. Jako, że proces jest osiowosymetryczny, analizowano tylko ćwiartki przekroju poprzecznego próbki, co pozwoliło na skrócenie czasu obliczeń. Symulacja procesu odkształcania odbywającego się w szerokim zakresie prędkości odkształcenia oraz uwzględnienie zjawisk cieplnych zachodzących w odkształcanym materiale wymagało wygenerowania optymalnego podziału strefy odkształcenia na siatkę elementów skończonych. Siatka została przygotowana z wykorzystaniem

elementów czterowzłowych typu CAX4RT. Dodatkowo, w przypadku symulacji procesu ściskania próbek w warunkach dużych prędkości odkształcenia zastosowano funkcje adaptacji siatki. Dokładność analizowanych modeli materiału analizowana była w różnych warunkach obciążenia (mała i duża prędkość odkształcenia $\dot{\epsilon}=1s^{-1}$ i $\dot{\epsilon}=1000s^{-1}$) a także dla różnego poziomu rozdrobnienia struktury (100 μm , 500nm i 100nm).



Rys. 5.1 Rozkłady intensywności naprężenia obliczone przy wykorzystaniu modeli Z-A i KHL dla różnych prędkości odkształcenia i wielkości ziarna – stal IF[80].

Rys. 5.1 przedstawia przykładowe wyniki obliczeń rozkładów intensywności naprężenia dla symulacji procesu spęcznienia próbek ze stali IF z wykorzystaniem analizowanych modeli (równania 5.2 i 1.52). Zgodnie z oczekiwaniem, niejednorodność naprężenia uplastyczniającego (przyjmowanego tutaj jako równe intensywności naprężenia, zgodnie z hipotezą wyężeniową Hubera-Misesa-Hencky) jest znacznie większa w przypadku obciążenia dynamicznego. W takich warunkach obserwowany jest średnio ok. 50% wzrost intensywności naprężenia w stosunku do obliczeń dla procesu ściskania przeprowadzonego z małą prędkością odkształcenia (Rys. 5.1a). W przypadku struktury nanokrystalicznej (Rys. 5.1b), można zauważyć, że model Z-A daje znacznie większe wartości intensywności naprężenia w porównaniu z modelem KHL. Ponieważ wyniki publikowane w literaturze, dotyczące modelu KHL [49] pokazują, że model ten gwarantuje bardzo dobrą zgodność dla tego typu struktur, odkształczanych zarówno w warunkach dużych jak i małych prędkości odkształcenia można przyjąć, iż model ten wydaje się bardziej adekwatnym dla tego typu materiałów i będzie kluczowym w dalszej analizie.



Rys. 5.2 Niejednorodność rozkładu intensywności odkształcenia (stosunek intensywności odkształcenia bieżącej do nominalnej $\varepsilon_x/\varepsilon_n$) dla próbki ze stali IF. L – kierunek wzdłużny, T – kierunek poprzeczny [80].

Przykład oceny niejednorodności intensywności odkształcenia z wykorzystaniem modelu KHL zobrazowano na Rys. 5.2. Przedstawiono tutaj względne zmiany intensywności odkształcenia w ściskanej próbce (stosunek bieżącej wartości intensywności odkształcenia ε_x , mierzonej w odległości x od środka próbki, do wartości nominalnej intensywności odkształcenia ε_n) w funkcji odległości od środka próbki. Widać wyraźnie, iż nawet w przypadku dużego poziomu rozdrobnienia struktury (100nm) czułość modelu na zmieniające się warunki obciążenia (prędkość odkształcenia) jest dostatecznie dobra – odzwierciedla on również zmiany niejednorodności intensywności odkształcenia. Przeprowadzone obliczenia modelowe pozwalają na stwierdzenie, że jednym z podstawowych efektów zmiany warunków odkształcenia z quasi-statycznych na dynamiczne, jest silna niejednorodność rozkładu intensywności odkształcenia [80].

Przedstawiona, wstępna weryfikacja przyjętych modeli naprężenia uplastyczniającego pozwoliła na dokonanie wyboru modelu, który poddano dalszej bardziej szczegółowej analizie i rozbudowie. W celu weryfikacji wykorzystano wyniki badań doświadczalnych przedstawione w rozdziale 4. Przeprowadzona weryfikacja miała na celu sprawdzenie możliwości wykorzystania modelu KHL do przewidywania własności stali ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych.

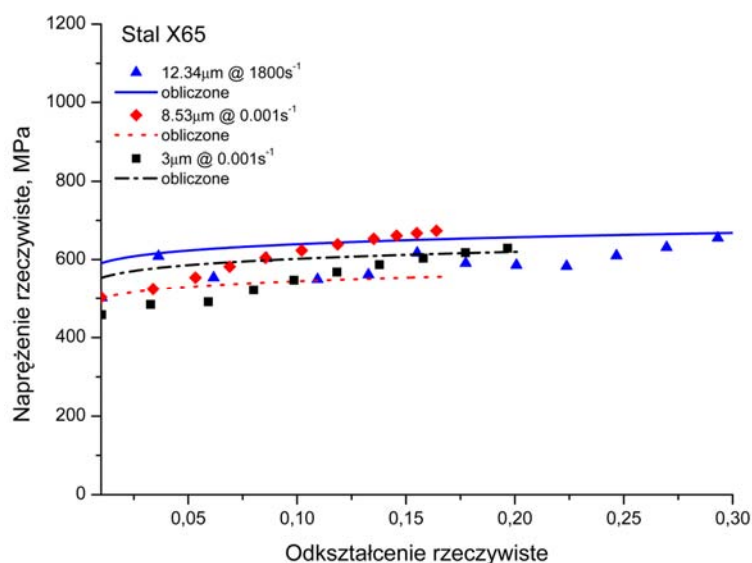
5.2 Weryfikacja przyjętego modelu dla różnych warunków odkształcenia

Weryfikacja teoretyczna i doświadczalna modelu KHL była prowadzona dwuetapowo. W pierwszym etapie porównano wyniki obliczeń modelem KHL z rzeczywistymi doświadczeniami dla stali X65 i Y, odkształcanymi w próbach rozciągania i ściskania na zimno, w szerokim zakresie prędkości odkształcenia i wielkości ziarna. Porównanie to przeprowadzono przy wykorzystaniu oprogramowania Matlab, i prowadzono w sposób analogiczny do procedury wyznaczania współczynników w równaniu Z-A, opisaną w podrozdziale 5.1. Początkowe wartości

współczynników dla procesu optymalizacji, zostały one wyznaczone w sposób analogiczny do tego, jaki wykorzystali autorzy modelu [49]: stała C została określona przy wykorzystaniu granicy plastyczności, wyznaczonej dla materiału nanokrystalicznego przy prędkościach odkształcenia $1s^{-1}$ i $0.001s^{-1}$. Kolejno, na podstawie rzeczywistych krzywych naprężenie-odkształcenie dla prędkości odniesienia, wyznaczono parametry B i n_0 . Wykorzystując wyznaczone parametry B i n_0 oraz współczynnik nachylenia w równaniu Halla-Petcha dla prędkości odkształcenia $0.0001s^{-1}$, wyznaczono, a i k . Ostatecznie na podstawie krzywych rzeczywistych naprężenie-odkształcenie, uzyskanych przy innych prędkościach odkształcenia, określono parametr n_1 . Zestaw optymalnych współczynników równania KHL dla analizowanych stali został zamieszczony w tabelicy 5.3.

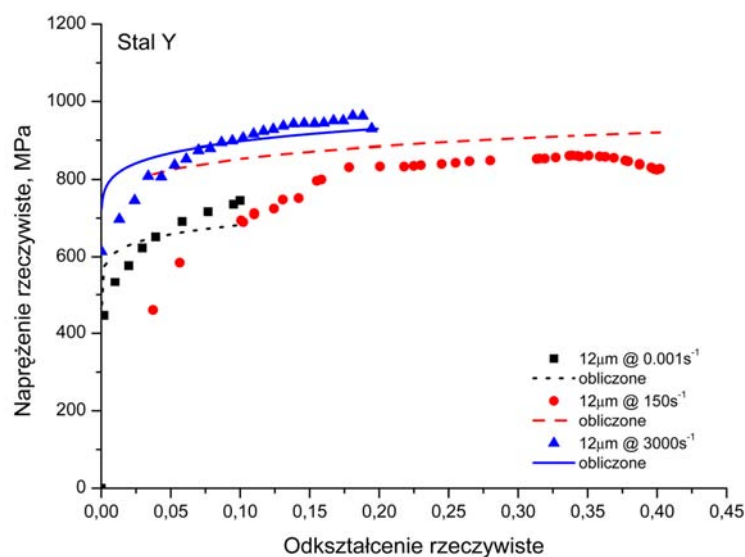
Tablica 5.3: Wartości współczynników równania KHL wyznaczone dla stali X65 i Y[83]

Stal	a , MPa	k_y , MPa/nm ^{-0.5}	B/a	n_1	n_0	C
X65	350	5880	0.6	0.08	0.13	0.015
Y	460	5950	0.75	0.09	0.15	0.021



Rys. 5.3 Porównanie wyników obliczonych modelem KHL z wynikami uzyskanymi w próbach plastometrycznych prowadzonych w temperaturze pokojowej dla różnych wielkości ziarna i prędkości odkształcenia – stal X65 [83].

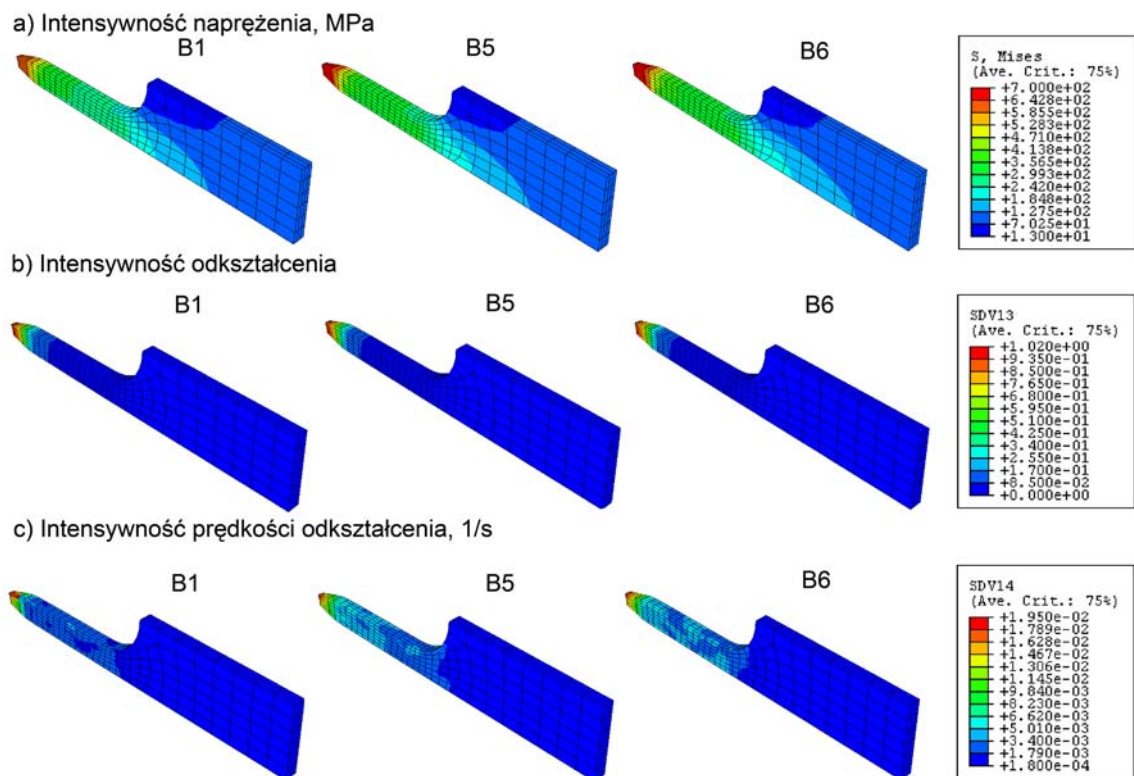
Wyniki przeprowadzonej analizy porównawczej, zamieszczono w postaci wykresów na Rys. 5.3 i Rys. 5.4, odpowiednio dla stali X65 i Y. Przedstawione wykresy potwierdzają wnioski, uzyskane podczas wstępnej weryfikacji modelu KHL dla stali IF. Także i w tym przypadku, uzyskano dosyć dobre przybliżenie w szerokim zakresie wielkości ziarna i prędkości odkształcenia. Dodatkowo, w przypadku stali X65 uzyskano dobrą zgodność dla różnych stanów naprężenia, jakie istnieją dla próby rozciągania (w warunkach quasi-statycznych) i ściskania (z dużą prędkością odkształcenia).



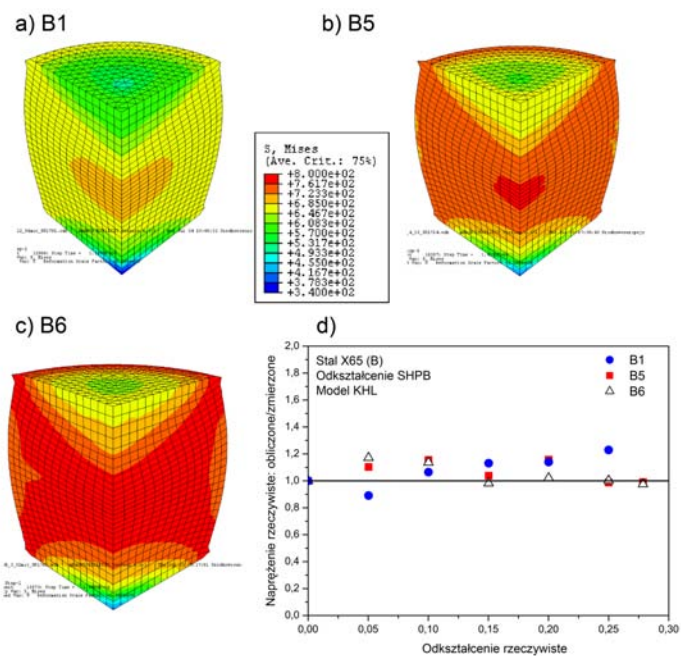
Rys. 5.4 Porównanie wyników obliczonych modelem KHL z wynikami uzyskanymi w próbach plastometrycznych prowadzonych w temperaturze pokojowej dla struktury typowej w szerokim zakresie prędkości odkształcenia – stal Y [83].

Dalsza weryfikacja oryginalnej postaci modelu KHL (równanie (1.51)) dla analizowanych procesów dla stali X65, przeprowadzona została w oparciu o symulacje metodą elementów skończonych. W tym przypadku również wykorzystano program Abaqus Explicit, jednak – w odróżnieniu od poprzedniej, wstępnej weryfikacji – model KHL został zaimplementowany do programu poprzez podprocedurę użytkownika VUMAT. Jest to podprogram napisany w języku programowania Fortran, który wykonuje obliczenia równoległe z solverem Abaqusa i wymienia z nim dane na bieżąco. Wszystkie symulacje były prowadzone w takich samych warunkach prędkości odkształcenia i temperatury jakie były przyjęte w warunkach rzeczywistych. Również modele próbek przygotowane w programie Abaqus miały kształt i wymiary identyczne z próbkami wykorzystanymi w doświadczeniach (Rys. 3.15b, c).

Wyniki z modelowania próby rozciągania dla materiału o różnej wielkości ziarna przedstawiono na rysunku 5.5. Wpływ zastosowanej historii odkształcenia, w pierwszej kolejności jako rezultatu zastosowania różnej historii odkształcenia, widać przede wszystkim w rozkładach intensywności prędkości odkształcenia (Rys. 5.5c). W przypadku próbki B6 o największym poziomie uzyskanego rozdrobnienia, wartości intensywności prędkości odkształcenia są wyższe aniżeli w pozostałych próbkach. Potwierdza to skuteczność modelu *KHL* dla zastosowanych warunków odkształcenia. Jest to szczególnie istotne w procesie rozciągania, gdyż w tym przypadku kluczowym jest odpowiednia reprezentacja umocnienia związanego z prędkością odkształcenia, szczególnie w przypadku materiałów ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych, dla których ważnym zagadnieniem jest poprawa ciągliwości (zgodnie z kryterium Harta [51]).

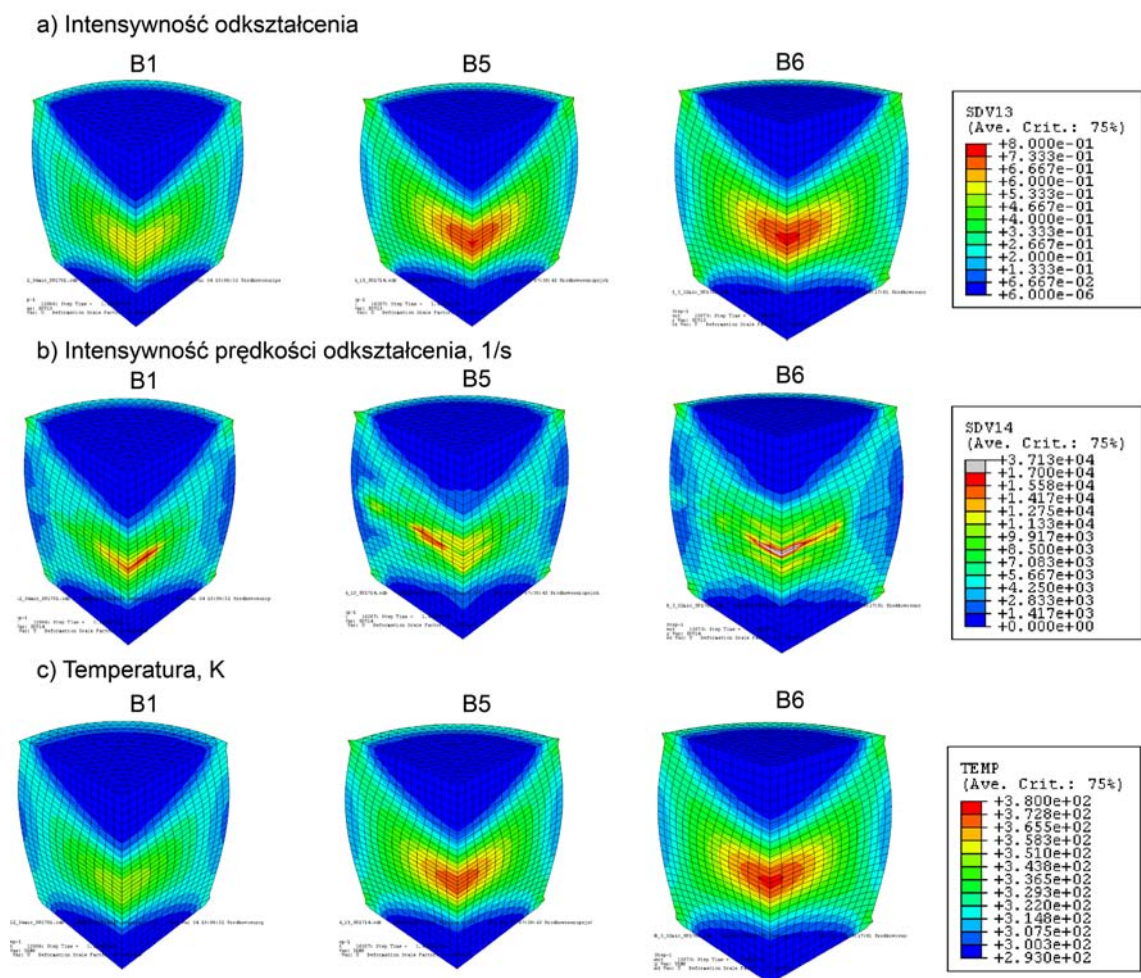


Rys. 5.5 Przykładowe wyniki modelowania. Rozkład intensywności naprężenia –a), intensywności odkształcenia –b) oraz intensywności prędkości odkształcenia -) w rozciąganych próbkach ze stali X65.



Rys. 5.6 Przykład obliczeń modelowych rozkładu intensywności naprężenia (a-c) oraz porównanie stosunku naprężenia obliczonego modelem KHL do zmierzonego w teście SHPB -d).

W przypadku obliczeń symulacyjnych procesu ściskania z bardzo dużymi prędkościami (testy *SHBP*) zauważono, że zarówno w rzeczywistym procesie jak i w symulacji *MES*, rozdrobnienie struktury silnie wpływa na naprężenie plastycznego płynięcia, a w efekcie na intensywność naprężenia. Obserwowane efekty występują w znacznie większym stopniu, niż miało to miejsce w przypadku testów, prowadzonych w warunkach quasi-statycznych (Rys. 5.6a-c). O dobrej zgodności przyjętego modelu z wynikami doświadczalnymi świadczy porównanie naprężenia obliczonego z naprężeniem uzyskanym w próbie ściskania, co przedstawia Rys. 5.6d. Można zatem stwierdzić, iż wpływ prędkości odkształcenia na naprężenie uplastyczniające dla różnego poziomu rozdrobnienia została poprawnie odzwierciedlona, zarówno w modelu *KHL*, jak i w schemacie stanu naprężenia i odkształcenia, jaki istnieje w przypadku ściskania pakietowego (dwóch próbek ułożonych jedna na drugiej).



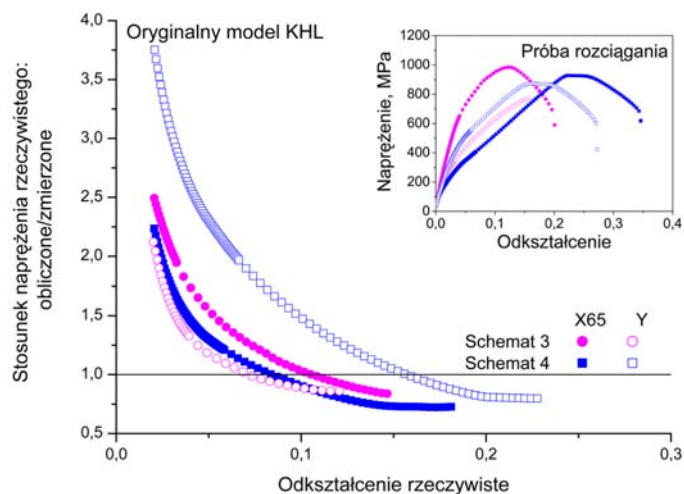
Rys. 5.7 Przykład obliczeń. Rozkłady intensywności odkształcenia -a), intensywności prędkości odkształcenia -b) oraz temperatury -c) uzyskane w symulacji *MES* ściskania na *SHPB* - stal X65.

Rys. 5.7 przedstawia dalsze wyniki symulacji procesu ściskania z bardzo dużymi prędkościami (*SHPB*) z wykorzystaniem modelu *KHL*. Interesujące wyniki otrzymano w przypadku rozkładu intensywności prędkości odkształcenia, co wynika głównie z ułożenia próbek w stosy oraz przyjętych warunków brzegowych – w szczególności opisu kontaktu na powierzchniach stykających się próbek, w którym współczynnik tarcia opisano zależnością od prędkości wzajemnego przemieszczania się powierzchni kontaktowych [61].

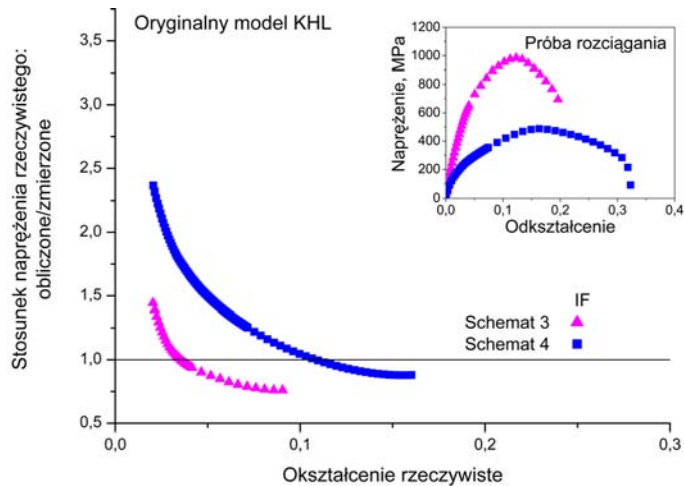
Przeprowadzona w tym etapie analiza potwierdza słuszność wyboru modelu *KHL* dla w modelowaniu naprężenia uplastyczniającego badanych materiałów uzyskanych na drodze przeróbki cieplno-plastycznej o typowym stopniu rozdrobnienia struktury.

Kolejnym etapem weryfikacji modelu *KHL* było jego wykorzystanie dla modelowania naprężenia uplastyczniającego w strukturach ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych, uzyskanych w procesach odkształcania z wykorzystaniem symulatora *MaxStrain*.

Do analizy wykorzystano wyniki rzeczywistych wykresów naprężenie-odkształcenie, otrzymanych z próby rozciągania dla próbek, wyciętych ze stali X65, Y i IF, po odkształceniu *MaxStrain* według schematów 3 i 4 (tablica 3.6). Wartości naprężenia uplastyczniającego, obliczone modelem *KHL* porównano z wartościami zmierzonymi a wyniki zamieszczono na Rys. 5.8 i Rys. 5.9.



Rys. 5.8 Porównanie obliczeń modelowych (*KHL* – równanie (1.52)) i zmierzonych w próbkach po odkształceniu *MaxStrain* wg schematu 3 i 4. Stale X65 i Y [83].



Rys. 5.9 Porównanie obliczeń modelowych (*KHL* – równanie (1.52)) i zmierzonych w próbkach po odkształceniu *MaxStrain* wg schematu 3 i 4 dla stali IF [83].

Przedstawione porównanie wyników pokazuje duże rozbieżności pomiędzy naprężeniem obliczonym a zmierzonym, szczególnie dla początkowego etapu odkształcania, co wyklucza możliwość wykorzystania modelu *KHL* dla materiałów ultra-drobnopziarnistych. Najbardziej prawdopodobną przyczyną obserwowanych dużych rozbieżności jest fakt, iż twórcy modelu *KHL* badali materiały uzyskane w technologii metalurgii proszków, zagęszczane na gorąco, których struktura zarówno początkowa jak i ta po odkształceniu plastycznym charakteryzuje się dużo większym poziomem jednorodności w porównaniu z badanymi tutaj stalami mikrostopowymi, w których zmiany mikrostrukturalne oraz składowe mechanizmów umocnienia są dużo bardziej złożone [83]. Ponadto, w przypadku struktur uzyskanych na symulatorze *MaxStrain*, udział umocnienia dyslokacyjnego – dla struktury niewyzdrowionej - jest szczególnie duży i w znacznym stopniu wpływa na zachowanie materiału podczas odkształcania.

Bezpośrednią konsekwencją przeprowadzonych badań i dyskusji otrzymanych wyników stała się konieczność zaproponowania modyfikacji oryginalnej postaci modelu *KHL* dla uwzględnienia dodatkowych mechanizmów umocnienia, pojawiających się w przypadku materiałów uzyskanych na drodze dużej akumulacji odkształcania.

5.3 Modyfikacja modelu *KHL*

Przedstawione w poprzednim podrozdziale rozbieżności pomiędzy wynikami uzyskiwanymi przy zastosowaniu modelu *KHL* dla struktur ultra-drobnopziarnistych, wynikają przede wszystkim z niedoszacowania umocnienia pochodzącego od granic ziarn (wąsko i szerokokątowych) oraz umocnienia wydzieleniowego, które – jak już wspomniano wcześniej, również w dużym stopniu wpływa na umocnienie materiału np. poprzez oddziaływanie pomiędzy wydzieleniami a dyslokacjami. Efektem działania tych mechanizmów jest inny obraz krzywej umocnienia materiału, w porównaniu z

materiałami typowymi – co widać wyraźnie na przykładzie krzywych z próby rozciągania, omówionych w rozdziale 4. W przypadku materiałów uzyskanych na symulatorze *MaxStrain*, strefa odkształcenia charakteryzuje się dużym poziomem niejednorodności odkształcenia, co prowadzi do silnej niejednorodności mikrostrukturalnej. Uwzględnienie w sposób prawidłowy wpływu wszystkich mechanizmów umacniania materiału jest zatem bardzo istotne dla prawidłowego przewidywania własności materiałów ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych. Bazowanie jedynie na krzywych umocnienia uzyskanych w warunkach jednoosiowej próby rozciągania może również stanowić przyczynę nieprawidłowości w procesie modelowania, ze względu na istotne różnice w schematach stanu naprężenia.

W oryginalnej postaci modelu *KHL* (równanie (5.3)) pierwszy człon równania opisuje zależność naprężenia od wielkości ziarna i ma charakter dobrze znanej zależności Halla-Petcha:

$$\sigma_p = \left(a + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \right) \left[1 + B^* \left(1 - \frac{\ln \dot{\epsilon}}{\ln D_0^p} \right)^{n_1} (\epsilon^p)^{n_0} \right] \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}^*} \right)^C \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_r} \right)^m \quad (5.3)$$

Twórcy modelu wykazali, iż w przypadku badanych przez nich materiałów, człon ten odzwierciedla zależność naprężenia uplastyczniającego od wielkości ziarna i może być stosowany dla różnych wielkości ziarna. Odwrócony efekt Halla-Petcha, obserwowany poniżej pewnej krytycznej wielkości ziarna, jest tutaj również uwzględniany poprzez zmianę współczynników równania (5.3). Pozostała część modelu, pozwala na obliczenie umocnienia odkształceniowego w funkcji wielkości odkształcenia, prędkości odkształcenia i temperatury.

Na podstawie przeprowadzonej wcześniej analizy teoretycznej oraz wyników zrealizowanych badań doświadczalnych zaproponowano modyfikację równania *KHL* [83]. Zmianie uległ pierwszy człon równania (5.3) w ten sposób aby uwzględnić udział umocnienia pochodzącego od wąskokatowych granic ziarn. Człon został zastąpiony następującą zależnością:

$$\sigma_d = a + M\alpha Gb\sqrt{3bD_B\theta_{LAB}(1-f)} + k\sqrt{D_B f} \quad (5.4)$$

W efekcie, końcowa postać zmodyfikowanego modelu *KHL* przyjmie następującą postać:

$$\sigma = \left[a + M\alpha Gb\sqrt{3bD_B\theta_{LAB}(1-f)} + k\sqrt{D_B f} \right] \left[1 + B^* \left(1 - \frac{\ln \dot{\epsilon}}{\ln D_0^p} \right)^{n_1} (\epsilon^p)^{n_0} \right] \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}^*} \right)^C \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_r} \right)^m \quad (5.5)$$

gdzie: $M, \alpha, G, b, D_B, \theta_{LAB}, f$ - znaczenie jak w równaniu (1.43), $\sigma, \epsilon^p, D_0^p, \dot{\epsilon}^*, \dot{\epsilon}, a, k_y, B^*, n_0, n_1, C, T, T_m, T_r, m$ - znaczenie jak w równaniu (1.52).

Na tym etapie analizy, ocenę efektu związanego z temperaturą pozostawiono w niezmienionej postaci. Także rozwój pasm ścinania, związanych ze ściskaniem wieloosiowym i możliwa zmiana w czułości prędkości odkształcenia na naprężenie [136] jest poza zakresem prowadzonej tutaj analizy.

Tablica 5.4: Wartości współczynników dla zmodyfikowanego modelu *KHL* [83]

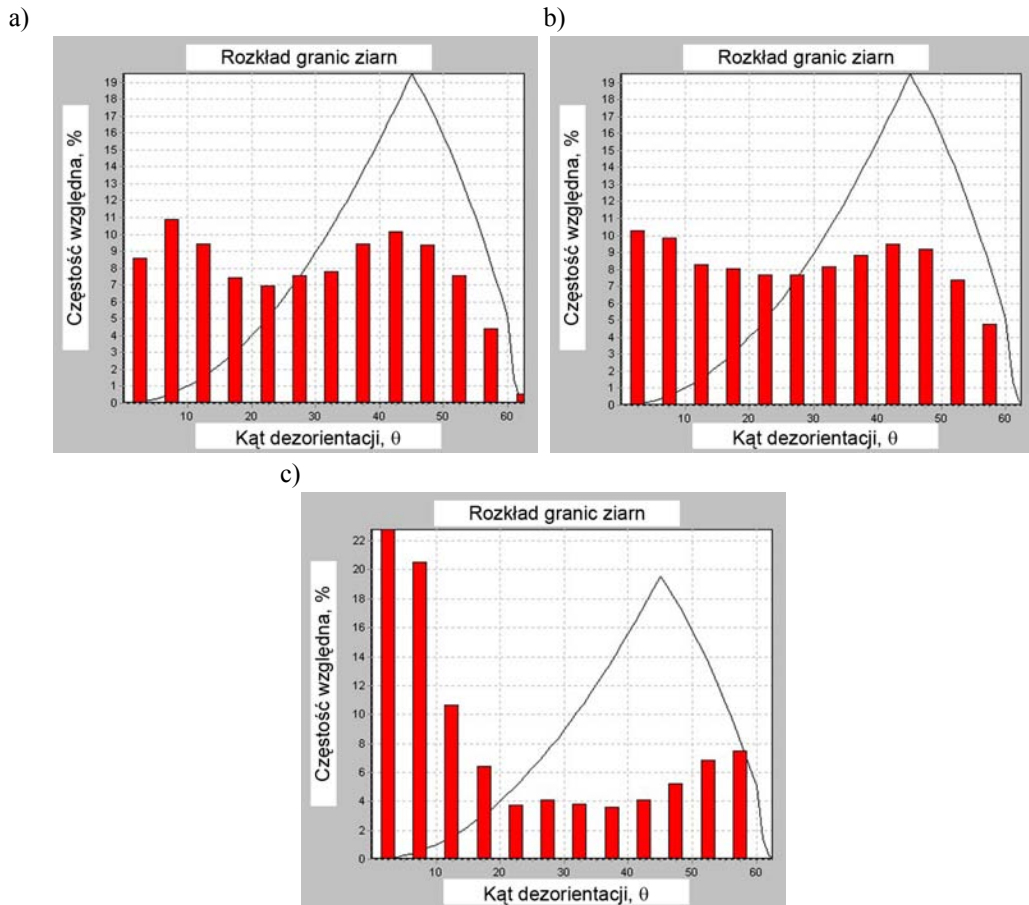
Stal	a , MPa	k_y , MPa/nm ^{-0.5}	B^*	n_1	n_0	C	M	α	G , MPa	b , nm
X65	356	5880	-0.066	0.08	-0.624	0.01	2.75	0.24	81700	0.248
Y	460	5950	-0.042	0.09	-0.69	0.009				

Aby zastosować zmodyfikowaną postać równania *KHL* do modelowania naprężenia uplastyczniającego materiałów ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych, niezbędnym było wyznaczenie odpowiednich współczynników nowego równania (5.5). Przy ponownej kalibracji współczynników przyjęto założenie, że gdy poziom rozdrobnienia struktury osiągnie pewną wartość dla której oryginalna postać modelu *KHL* (równanie (5.3)) przestanie działać w sposób poprawny, koniecznym jest zastosowanie formy zmodyfikowanej – równanie (5.5) – z nowymi wartościami współczynników.

5.4 Weryfikacja zmodyfikowanego modelu *KHL*

Weryfikację zmodyfikowanego modelu *KHL* (równanie (5.5)) przeprowadzono w oparciu o wyniki uzyskane w próbie rozciągania i ściskania, struktur ze stali mikrostopowych uzyskanych na drodze odkształcenia *MaxStrain*. W pierwszej kolejności wykorzystano schematy odkształcenia, które charakteryzowały się odpowiednio małym i dużym udziałem granic wąskokątowych (schemat 3 i 4).

Na Rys. 5.10 zamieszczono wyniki analizy *EBS*D, przedstawiające rozkłady częstości względnej granic ziarn o różnym kącie dezorientacji, kolejno dla próbek X65-3 -a), Y-3-b) i X65-4 -c). Wykresy te posłużyły do oszacowania udziału objętościowego wąskokątowych granic ziarn, oraz średniego kąta dezorientacji granic wąskokątowych. –czyli danych potrzebnych do zmodyfikowanej postaci modelu. Zostały one zebrane w tablicy 5.5 dodatkowo wraz z wartościami średnich odległości pomiędzy granicami szerokokątowymi.

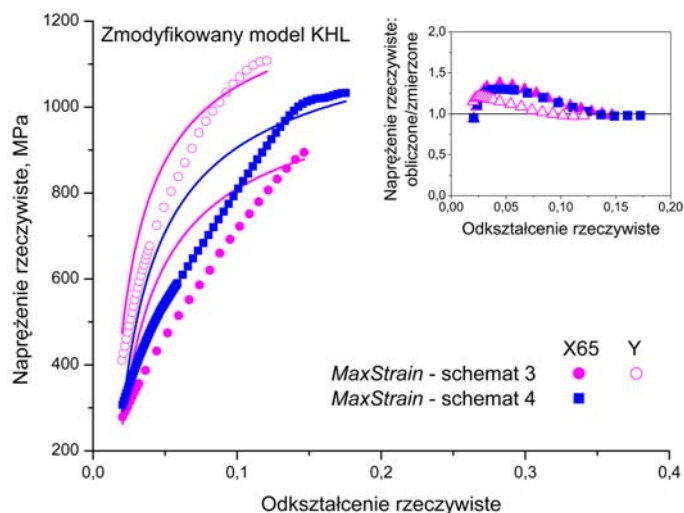


Rys. 5.10 Rozkłady częstości względnej granic ziarn w próbkach po odkształceniu *MaxStrain* dla próbek X65-3 -a) Y-3 -b) i X65-4 -c) – wyniki analizy *EBS*D [83].

Dobór pozostałych współczynników przeprowadzono z wykorzystaniem omówionej wcześniej metody optymalizacji (rozdział 5.1), z takim wyjątkiem, że jako wstępny zestaw współczynników dla procedury optymalizacji w programie Matlab, wykorzystano wartości dobrane wcześniej dla oryginalnego modelu (tablica 5.3). Wyniki procesu optymalizacji zestawiono w tablicy 5.4. Pozostałe dane, potrzebne dla zmodyfikowanej postaci wzoru KHL, tj. wartości średniego kąta dezorientacji granic wąskokątowych, średniej odległości pomiędzy granicami szeroko kątowymi oraz udziału objętościowego granic szerokokątowych uzyskano w oparciu o analizę *EBS*D (Rys. 5.10) i zestawiono w postaci tabelarycznej w tablicy 5.5.

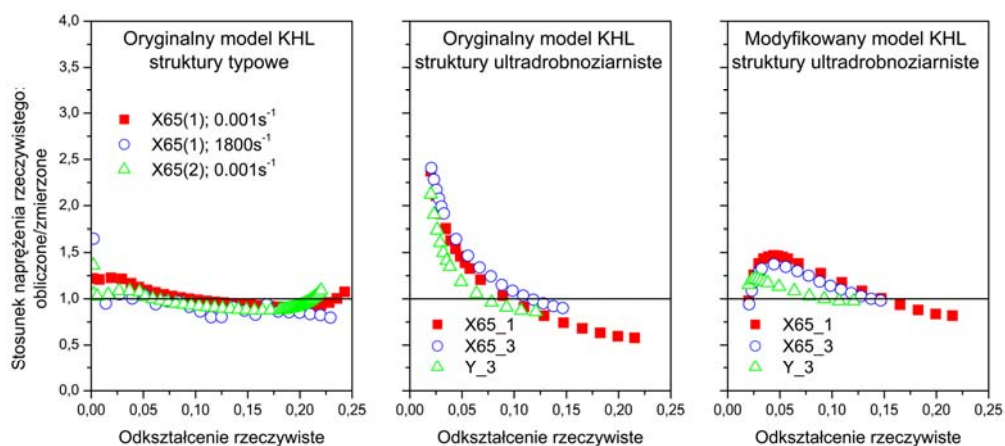
Tablica 5.5: Wartości średniego kąta dezorientacji granic wąskokątowych, średniej odległości pomiędzy granicami szeroko kątowymi oraz udziału objętościowego granic szerokokątowych dla próbek X65-3, X65-4 i Y-3 [83]

Próbka	θ_{LAB} , deg	D_B , nm	f
X65-3	6.89	730	0.711
X65-4	6.40	900	0.459
Y-3	7.15	600	0.716



Rys. 5.11 Wyniki obliczeń z zastosowaniem zmodyfikowanego modelu *KHL* [83].

Wyniki przeprowadzonej weryfikacji przedstawia Rys. 5.11. Widać wyraźnie, iż nastąpiła poprawa zgodności modelu z wynikami doświadczalnymi. Dodatkowo dokładność obliczeń poprawia się wraz ze wzrostem odkształcenia tj. dla większych wartości naprężeń rozciągających. Możliwe wyjaśnienie tego efektu może stanowić teza, iż ta początkowa niezgodność wynika ze zwiększonej niejednorodności struktury dla mniejszych odkształceń.



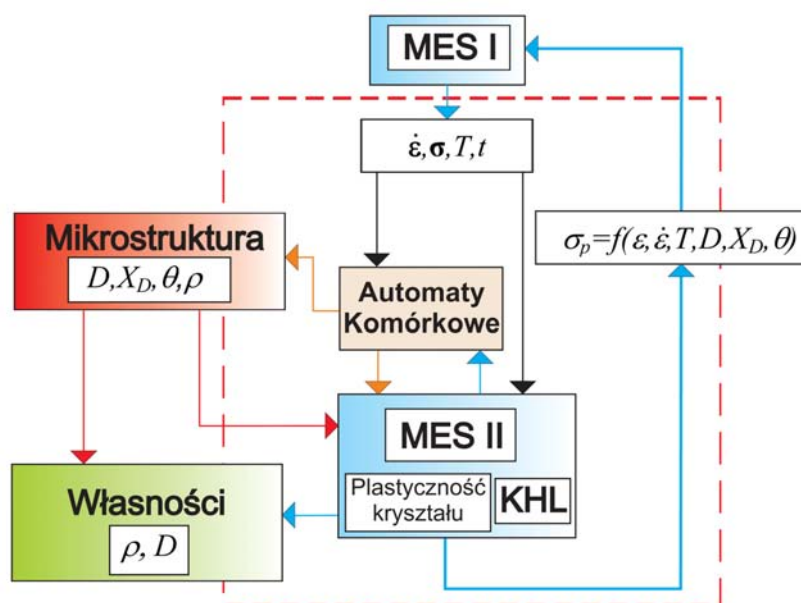
Rys. 5.12 Porównanie wyników obliczeń z wykorzystaniem oryginalnego modelu *KHL* dla struktur typowych –a), i nanostrukturalnych –b) oraz zmodyfikowanego dla struktur nanostrukturalnych –c) [84].

Podsumowaniem dyskusji nad zastosowaniem modelu *KHL* dla modelowania naprężenia uplastyczniającego są wyniki przedstawione na Rys. 5.12. Pokazano tutaj skuteczność działania oryginalnej i zmodyfikowanej wersji modelu dla struktur typowych i ultra-drobnziarnistych [84]. Widać wyraźnie, iż podstawowa postać modelu opisana równaniami (1.52 i 5.1), w przypadku stali mikrostopowych, działa dobrze jedynie w zakresie rozdrobnienia struktury powyżej $1\mu\text{m}$ – za to w szerokim zakresie prędkości odkształcenia (Rys. 5.12a). Gdy struktura materiału jest silnie rozdrobniona a poziom umocnienia pochodzącego od granic ziarn znacznie wzrasta pojawiają się duże rozbieżności pomiędzy wynikami obliczeń i doświadczeń (rysunek

Rys. 5.12b). Modyfikacja modelu, polegająca na uwzględnieniu efektu umocnienia od granic ziarn wąskokątowych i szerokokątowych osobno, pozwoliła na znaczną poprawę uzyskiwanych wyników (Rys. 5.12c). W efekcie można stwierdzić, że przeprowadzona modyfikacja może być stosowana dla przewidywania własności mechanicznych materiałów poddanych procesom odkształcania na drodze silnej akumulacji odkształcenia, z dużą niejednorodnością mikrostruktury i własności, gdzie umocnienie dyslokacyjne i umocnienie pochodzące od substruktury jest znaczne.

5.5 Plan dalszych badań

Dalsza praca nad rozbudową modelu powinna dotyczyć jego rozwoju w oparciu o podejście wielkoskalowe ponieważ efekty analizowanych zjawisk, występujących w materiałach ultra-drobnoziarnistych i nanokrystalicznych, widoczne są jednocześnie w wielu skalach. Można w tym celu wykorzystać nowe techniki analizy numerycznej (automaty komórkowe, dynamika molekularna) [64, 118, 125]. Rys. 5.13 w schematyczny sposób przedstawia algorytm działania kompleksowego modelu własności mechanicznych i rozwoju mikrostruktury dla tego typu materiałów, w oparciu o przestrzenne automaty komórkowe i plastyczność kryształu.



Rys. 5.13 Plan dalszej budowy modelu. MES I – metoda elementów skończonych w zastosowaniu do skali makro. MES II – metoda elementów skończonych w zastosowaniu do skali mikro. KHL – zmodyfikowany model naprężenia uplastyczniającego (wg. Khan-Huan-Liang). $\dot{\epsilon}$ – tensor prędkości odkształcenia, σ – tensor naprężeń normalnych, σ_p – naprężenie uplastyczniające, T – temperatura, t – czas; D – średnia wielkość ziarna, X_D – ułamek objętościowy ziarn z granicami szerokokątowymi, θ – kąt dezorientacji granic ziarn, ρ – gęstość dyslokacji.

Otrzymane w pracy i poddane szczegółowej dyskusji wyniki badań doświadczalnych mogą stanowić istotny fundament dla analizy wieloskalowej, przedstawionej na Rys. 5.13. Bardzo ważnym elementem dalszych badań

doświadczalnych jest weryfikacja zaproponowanych w niniejszej pracy rozwiązań dla rzeczywistych procesów ATP i *SPD*. Wydaje się, że dodatkowym celem przyszłych badań powinno być również wykorzystanie procesów ATP dla wytworzenia struktur bimodalnych, które mogłyby być poddane analizie podobnej do tej, przedstawionej w niniejszej pracy.

6 PODSUMOWANIE I WNIOSKI KOŃCOWE

W pracy poddano dyskusji wpływ rozdrobnienia struktury na podstawowe mechanizmy umocnienia występujące w materiałach metalicznych po odkształceniu plastycznym. Zidentyfikowano obszary poziomego rozdrobnienia struktury, w których następuje zmiana mechanizmów odkształcenia, co bezpośrednio wpływa na zmiany umocnienia badanych materiałów. Zdefiniowane zostały różnice w opisach mechanizmów odkształcenia oraz umocnienia dla materiałów ultra-drobnziarnistych i nanokrystalicznych. Szczegółowej analizie poddano mechanizmy umocnienia od granic ziaren (szeroko- i wąskokątowych) oraz umocnienia wydzieleniowego. W dalszej części pracy omówiono efekty wynikające z działania tych mechanizmów tj. zmiany we własnościach końcowych materiałów – zmiana współczynnika nachylenia w równaniu Halla-Petcha, zmiana czułości naprężenia uplastyczniającego na prędkość odkształcenia, zanik umocnienia odkształceniowego oraz obniżenie własności plastycznych. Przedstawiono także istniejące modele naprężenia uplastyczniającego dla struktur ultra-drobnziarnistych. Przeprowadzono dyskusję podstawach fizycznych badanych modeli oraz warunki dla ich zastosowania w procesach komputerowego modelowania własności oraz struktur ultra-drobnziarnistych stali niskowęglowych.

W części doświadczalnej pracy, wytworzono struktury ultra-drobnziarniste w czterech gatunkach stali niskowęglowych i mikrostopowych. W tym celu zastosowano procesy kontrolowanego walcowania oraz *SPD* – z wykorzystaniem silnej akumulacji odkształcenia w wieloosiowym spęczaniu (symulator *MaxStrain*). Szczegółowej dyskusji wpływ poszczególnych parametrów procesu na uzyskany poziom rozdrobnienia oraz na końcowe własności mechaniczne. Przeprowadzona również została ocena niejednorodności zmian w mikrostrukturze i własności mechanicznych.

Wykorzystując wyniki zrealizowanych badań doświadczalnych oraz analizy teoretycznej przeprowadzono weryfikację wybranych, istniejących modeli naprężenia uplastyczniającego dla materiałów ultra-drobnziarnistych i nanostrukturalnych. W tym celu wykorzystano symulację komputerową, w oparciu o komercyjny program Abaqus Explicit, co pozwoliło na weryfikację przyjętych rozwiązań oraz ocenę ich przydatności w modelowaniu własności stali niskowęglowych o strukturze ultra-drobnziarnistej. Następnie w oparciu o wyniki badań własnych, zaproponowano modyfikację modelu *KHL* poprzez rozdzielenie w modelu składowych umocnienia pochodzących od granic ziaren szeroko- i wąskokątowych. Skuteczność działania zaproponowanych modeli zweryfikowano kolejno w symulacji procesów spęczania i rozciągania oraz poprzez porównanie wyników doświadczalnych z obliczeniowymi. Kompleksowa ocena zrealizowanych w pracy badań pozwoliła na sformułowanie następujących wniosków:

- Możliwe jest wytworzenie struktur ultra-drobnoziarnistych w stalach niskowęglowych i mikrostopowych w oparciu o technikę *SPD*. Należy jednak przeprowadzić wnikliwą ocenę niejednorodności odkształcenia i wynikających z tego efektów w zmianach struktury i własności mechanicznych.
- Otrzymane wyniki z przeprowadzonych badań doświadczalnych pozwalają na weryfikację istniejących związków konstytutywnych pomiędzy parametrami procesu odkształcania z silną akumulacją odkształcenia a umocnieniem wyrobu gotowego.
- Analiza zmian występujących w stalach, zwłaszcza z mikrodotatkami stopowymi jest trudna i złożona. Z drugiej strony obecność dyspersyjnych cząstek faz obcych oraz umocnienie roztworowe stwarzają wyjątkowe możliwości różnicowania struktury dyslokacyjnej, która może być wykorzystana dla potrzeb uzyskania trwałej struktury ultra-drobnoziarnistej i nanokrystalicznej.
- Istnieje możliwość poprawy dokładności w symulacji odkształcania materiałów ultra-drobnoziarnistych z wykorzystaniem zmodyfikowanego modelu *KHL*, w którym uwzględniono wpływ umocnienia dyslokacyjnego oraz umocnienia od podstruktury.

Konieczne jest prowadzenie dalszych badań w kierunku rozszerzenia zakresu parametrów, zarówno materiałowych, jak i procesowych, które w istotny sposób mogą wpływać na mechanizmy umocnienia oraz własności mechaniczne materiałów ultra-drobnoziarnistych. Szczególną uwagę należy poświęcić poprawie własności plastycznych.

LITERATURA

- [1] *Abaqus Analysis User's Manuals*, Hibbit, Karlsson & Sorensenm 2003, Pawtucket.
- [2] Armstrong R.W., Hughes G.D.: *Advanced materials for the twenty-first century*, The Julia Weertman Symposium, ed. Y.W. Chung, Warrendale, PA: TMS, 1999, 409.
- [3] Asaro J.R., Krysler P., Kad B.: *Philos. Mag.*, 83, 2003, 733.
- [4] Ashby M.F.: *The first report on deformation maps*, *Acta Metall.*, 20, 1972, 889.
- [5] Ashby M.F.: *The deformation of plastically non-homogeneous materials*, *Philos. Mag.*, 21, 197, 399.
- [6] Bay. B., Hansen N., Kuhlmann-Wilsdorf D.: *Deformation structures in lightly rolled pure aluminium*, *Mater. Sci. Eng. A113*, 1989, 385.
- [7] Belladi H.: *Ultrafine ferrite formation in steels through thermomechanical processing*, Ph.D. Thesis, Deakin University, Geelong, Australia, 2005.
- [8] Benson D.J., Fu H.-H., Meyers M.A.: *On the effect of grain size on yield stress: extension into nanocrystalline domain*, *Mater. Sci. Eng. A 319-320*, 2002, 194.
- [9] Berbon P.B., Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Tsenev N.K., Valiev R.Z., Langdon T.G., *Phil. Mag. Lett.*, 78, 1998, 313.
- [10] Blicharski M.: *Odkształcanie i pękanie*, AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2002.
- [11] Chen W.C., Ferguson D.E., Ferguson H.S.: *Development of ultrafine grain steels using the maxstrain deformation simulator*. Proc. of the 42nd MWSP Conference, ISS Vol. XXXVIII, 2000, 523.
- [12] Chia K.-H., Jung K., Conrad H.: *Dislocation density model for the effect of grain size on the flow stress of a Ti-15.2 at.% Mo β -alloy at 4.2-650 K*, *Mater. Sci. Eng. A 409*, 2005, 32-38.
- [13] Chokshi A.H., Rosen A., Karch J., Gleiter H.: *On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials*, *Scripta Metall.* 23, 1989, 1679.
- [14] Conrad H., Narayan J.: *Mechanisms for grain size hardening and softening in Zn*, *Acta Mater.*, 50, 2002, 5067.
- [15] Conrad H.: *Grain size dependence of the plastic deformation kinetics in Cu*, *Mater. Sci. Eng. A 341*, 2003, 216.
- [16] Cooman De B.Ch., Speer J.G., Pyshmintsev I.Y., Yoshinaga N.: *Materials design. The key to modern steel products*, GRIPS Metdia GmbH, Bad Harzburg, 2007.
- [17] Copreaux J., Lanteri S., Schmitt J.-H.: *Effect of precipitation on the development of dislocation substructure in low carbon steels during cold deformation*, *Mater. Sci. Eng. A 164*, 1993, 201-205.
- [18] Cuddy L.J., *Thermomechanical processing of microalloyed austenite*, Eds. A.J. DeArdo, G.H. Ratz and P.J. Wray, TMS-AIME, Warrendale, 1982, 129.
- [19] Dieter G.E.: *Mechanical metallurgy*, 3rd Edition, McGraw Hill Book Company, New York USA, 1986.

- [20] Dobrzański L.: *Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*, Wydawnictwo Naukowo Techniczne, Gliwice – Warszawa 2002.
- [21] Dollar M., Gorczyca S.: *Umocnienie materiałów polikrystalicznych*, Hutnik: Wiadomości Hutnicze, 7-8, 1984, 254.
- [22] Dong H., Weng Y.: *Grain refinement in steels and the application trials in China*, International Symposium on Ultrafine Grained Steels ISUGS 2007, Kitakyushu, Japan, October 24-26, 2007, 14.
- [23] Estrin Y.: *Effects of severe plastic deformation: mechanical properties and beyond*, Mater. Sci. Forum, 503-504, 2006, 91.
- [24] Fan G.J., Choo H., Liaw P.K., Lavernia E.J.: *A model for the inverse Hall–Petch relation of nanocrystalline materials*, Mat. Sci. Eng. A 409, 2005, 243.
- [25] Feynman R.P.: There's Plenty of Room at the Bottom, Engineering and Science (Caltech, 1960), www.zyvex.com/nanotech/eynman.html.
- [26] Fu H.-H., Benson D.J., Meyers M.A.: *Analytical and computational description of effect of grain size on yield stress of metals*, Acta Mater., 49, 2001, 2567.
- [27] Fu H.-H., Benson D.J., Meyers M.A.: *Computational description of nanocrystalline deformation based on crystal plasticity*, Acta Mater. 52, 2004, 4413.
- [28] Gladman T., Dulieu D., McIvor I.D.: *Structure-property relationships in high-strength microalloyed steels*, Microalloying' 75, ed. M. Korchynsky Union Carbide Corp. New York, 1976, 32.
- [29] Gladman T.: *The physical metallurgy of microalloyed steels*, London: The Institute of Materials, 1997.
- [30] Gleiter H.: *Nanocrystalline Materials*, Prog. Mater. Sci. 33, 1989, 223.
- [31] Gray G.T.: Classic Split-Hopkinson Pressure Bar Testing, Mechanical Testing and Evaluation, Metals Handbook, 2000, 8: 462, American Society for Metals, Materials Park, OH.
- [32] Hall E.O.: *Deformation and ageing of mild steel*, Proc. Phys. Soc. London B 64, 1951, 747.
- [33] Hansen N.: *Boundary strengthening in undeformed and deformed polycrystals*, Mater. Sci. Eng. A 409, 2005, 39.
- [34] Hansen N.: *Hall–Petch relation and boundary strengthening*, Scr. Mater. 51, 2004, 801.
- [35] Hirth J.P., Lothe J.: *Theory of dislocations*, 2nd Ed. Willey & Sons, New York, 1982.
- [36] Hirth J.P., Met. Trans., 3, 1972, 3017.
- [37] *HKL TECHNOLOGY APS*, Denmark, July 2001.
- [38] Hodgson P.D., Beladi H., Barnett M.R.: *Grain refinement in steels through thermomechanical processing*, Mater. Sci. Forum, 500-501, 2005, 39.
- [39] Hodgson P.D., Beladi H.: *The formation of ultrafine grained steel microstructures through thermomechanical processing*, Steel-Grips, Vol 2, 2004, Suppl., 45.
- [40] Hodgson P.D., Gibbs R.K.: *A mathematical model to predict the final properties of hot rolled C-Mn and microalloyed steels*, ISIJ Int., 32, 1992, 1329.

- [41] Huang X., Kamikawa N., Morito S., Hansen N., Tsuji N.: *Ultrafine grained IF steel – characteristic structures and properties*, International Symposium on Ultrafine Grained Steels ISUGS 2007, Kitakyushu, Japan, October 24-26, 2007, 12.
- [42] Huges D.A., Hansen N.: *Microstructure and strength of Nickel at large strains*, Acta Mater. 48, 2000, 2985.
- [43] Hunt Jr. W.H.: *Nanomaterials: nomenclature, novelty, and necessity*, JOM, October, 2004, 13.
- [44] Jia D., Ramesh K.T., Ma E.: *Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron*, Acta Mater. 51, 2001, 3495.
- [45] Johnson W.G., Gilman J.J., J. Appl. Phys., 30, 1959, 129.
- [46] Jonas J.J.: *Mathematical Modeling of Hot Rolling of Steel*, Ed. S.Yue, CIM, Hamilton, 1990, 99.
- [47] Khan A.S., Huang S.: *Experimental and theoretical study of mechanical behavior of 1100 aluminium in the strain range 10^{-5} - $10^{-4} s^{-1}$* , Int. J. Plast., 8, 1992, 397.
- [48] Khan A.S., Liang R.: *Behaviors of three BCC metal over a wide range of strain rates and temperatures: experiments and modeling*, Int. J. Plast., 15, 1999, 1089.
- [49] Khan A.S., Suh Y.S., Chen X., Takacs L., Zhang H.: *Nanocrystalline aluminium and iron: Mechanical behavior at quasi-static and high strain rates, and constitutive modeling*, Int. J. Plast., 22, 2006, 195.
- [50] Khan A.S., Suh Y.S., Kazmi R.: *Quasi-static and dynamic loading responses and constitutive modeling on titanium alloys*, Int. J. Plast., 20, 2004, 2233.
- [51] Kim H.-W., Kang S.-B., Tsuji N., Minamino Y.: *Elongation increase in ultra-fine grained Al-Fe-Si alloy sheets*, Acta Mater., 53, 2005, 1737.
- [52] Ko Y.G., Shin D.H., Park K.-T., Lee Ch.S.: *An analysis of the strain hardening behavior of ultra-fine grain pure titanium*, Scripta Mater., 54, 2006, 1785.
- [53] Kuziak R.: *Modelowanie zmian struktury i przemian fazowych zachodzących w procesach obróbki cieplno-plastycznej stali*, Instytut Metalurgii Żelaza, Gliwice 2005.
- [54] Kwapisz M.: *Badanie procesu walcowania pakietowego aluminium i opracowanie modelu rozwoju mikrostruktury i własności mechanicznych*, Praca Doktorska, Częstochowa, 2007.
- [55] Langdon T.G., Metall. Trans, 13A, 1982, 689.
- [56] Langford J., Cohen M., Trans. A.S.M., 62, 1969, 623.
- [57] Li H., Ebrahimi F.: *Ductile-to-brittle transition in nanocrystalline metals*, Adv. Mater. 17, 2005, 1972.
- [58] Li J.C.M.: *Petch relation and grain boundary sources*, Trans TMSAIME, 1963, 227, 239.
- [59] Liao X.Z., Srinivasan S.G., Zhao Y.H., Baskes M.I., Zhu Y.T. i in.: *Formation mechanism of wide stacking faults in nanocrystalline Al*, Appl. Phys. Lett., 84, 2004, 3564.
- [60] Liao X.Z., Zhou F., Lavernia J., He D.W., Zhu Y.T.: *Deformation twins in nanocrystalline Al*, Appl. Phys. Lett., 83, 2003, 5062.

- [61] Lim S.C., Ashby M.F.: *Wear-mechanism maps*, Acta Metall., 35, 1987, 1.
- [62] Lu K.: *Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties*, Mater. Sci. Eng. R 16, 1996, 161.
- [63] Lu L., Li S.X., Lu K.: *An abnormal strain rate effect on tensile behavior in nanocrystalline copper*, Scripta Mater., 45, 2001, 1163.
- [64] Madej L., Hodgson P.D., Pietrzyk M.: *The validation of a multiscale rheological model of discontinuous phenomena during metal rolling*, Comp. Mater. Sci., 41, 2007, 236.
- [65] Ma E.: *Eight routes to improve the tensile ductility of bulk nanostructured metals and alloys*, JOM, April, 2006, 49.
- [66] Majta J., Lenard J., Pietrzyk M.: *Modelling the evolution of the microstructure of a Nb steel*, ISIJ Int., 36, 1996, 1094.
- [67] Majta J., Muszka K., Stefańska-Kądziela M.: *Study of mechanical properties of ultrafine grained HSLA and Ti-IF steels*, Proceedings of the 5th Int. Conf. on Mechanics and Materials in Design, Porto, Portugal, July 24-26, 2006, eds J.F. Silva Gomes & Shaker A. Meguid, 441.
- [68] Majta J., Muszka K.: *Mechanical properties of ultra fine-grained HSLA and Ti-IF steels*, Mater. Sci. Eng. A 464, 2007, 186.
- [69] Majta J., Muszka K.: *The effect of thermomechanical processing on microstructure and mechanical properties of ultrafine grained microalloyed Steels*, The 13th International Symposium on Plasticity and Its Current Applications, June 2-6, The Hotel Aleyska, Girdwood, Alaska, USA, Eds. A.S. Khan, B. Farrokh, 349.
- [70] Majta J., Stefańska-Kądziela M., Muszka K., Bator A.: *High strain rate behavior of microalloyed steels for automotive applications*, Advanced Technology of Plasticity 2005, Proceedings of the 8th International Conference on Technology of Plasticity, Verona, October 9-13, 2005, ed. P. F. Bariani. – Italy: Edizioni Progetto Padova, 2005, 432.
- [71] Majta J., Stefańska-Kądziela M., Muszka K.: *Modeling of strain rate effects on microstructure evolution and mechanical properties of HSLA and IF-Ti Steels*, The 5th International Conference on HSLA Steels, HSLA Steels 2005, 8-10 November 2005, Sanya, Hainan, China, Proceedings in: Iron & Steel Suppl., 40, 2005, 513.
- [72] Majta J., Zurek A.K.: *Modeling of ferrite structure after deformation in the two-phase region*, Int. J. Plast., 19, 2003, 707.
- [73] Majta J.: *Complete model for Niobium-microalloyed steels deformed under hot working conditions*, Rozprawy Monograficzne nr 89, AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2000.
- [74] Masumura R.A., Hazzeledeine P.M., Pande C.S.: *Yield stress of fine grained materials*, Acta Mater. 46, 1998, 4527.
- [75] Meyers M., Ashworth E.: *Model for the effect of grain size on the yield stress of metals*, Philos. Mag. A, 46, 1982, 737.

- [76] Meyers M.A., Benson D.J., Vohringer O., Kad B.K., Xue Q, Fu H.-H.: *Constitutive description of dynamic deformation: physically-based mechanisms*, Mater. Sci. Eng., A 322, 2002, 194.
- [77] Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J.: *Mechanical properties of nanocrystalline materials*, Prog. Mater. Sci., 51, 2006, 427.
- [78] Meyers M.A., Mishra A., Benson D.J.: *The deformation physics of nanocrystalline metals: experiment, analysis, and computations*, JOM, April, 2006, 41.
- [79] Mishra R.S., Beiler T.R., Mukherjee A.K., Acta Metal. Mater., 43, 1995, 877.
- [80] Muszka K., Hodgson P.D., Majta J.: *A physical based modeling approach for the dynamic behavior of ultrafine grained structures*, J. Mater. Proc. Technol., 177, 2006, 456.
- [81] Muszka K., Hodgson P.D., Majta J.: *The effect of grain refinement on the strengthening mechanisms in low carbon and microalloyed HSLA steels*, International Symposium on Ultrafine Grained Steels ISUGS'07, October 24-26, Kitakyushu, Japan, 123.
- [82] Muszka K., Majta J., Bienias Ł.: *Effect of grain refinement on mechanical properties of microalloyed steels*, Metall. Found. Eng., 32, 87.
- [83] Muszka K., Majta J., Hodgson P.D.: *Modeling of the mechanical behavior of nanostructured HSLA steels*, ISIJ Int., 47, 2007, 1221.
- [84] Muszka K., Majta J., Hodgson P.D.: *Study of the grain size effect on the deformation behavior of microalloyed Steels*, Proc. Materials Science And Technology 2007, September 16-20, Detroit, MI, USA, 493.
- [85] Muszka K., Majta J., Sleboda T., Stefańska-Kądziela M.: *Comparison of the mechanical response of HSLA steel deformed under static and dynamic loading conditions*, The 10th International Conference on Metal Forming, Eds. J. Kusiak, P. Hartley, J. Majta, I. Pillinger and M. Pietrzyk, GRIPS Media, Kraków 2004, 747.
- [86] Nagai K.: *Ultrafine-grained ferrite steel with dispersed cementite particles*, J. Mater. Proc. Technol., 117, 2001, 329.
- [87] Nakashima H., Watase M. Yoshinaga H., Trans. Jpn. Inst. Met., 27, 1986, 122.
- [88] Nes E., Marthinsen K., Holmedal B.: *The effect of boundary spacing on substructure strengthening*, Mater. Sci. Technol. 20, 2004, 1377.
- [89] Nieh T.G., Wadsworth J.: *Hall-Petch relation in nanocrystalline solids*, Scripta Metall., 25, 1991, 955.
- [90] Nieh T.G., Wang J.G.: *Hall-Petch relationship in nanocrystalline Ni and Be-B alloys*, Intermetallics, 13, 2005, 377.
- [91] Ohmori A., Torizuka S., Nagai K.: *Strain-hardening due to dispersed cementite for low carbon ultrafine-grained steels*, ISIJ Int. 44, 2004, 1063.
- [92] Pande C.S., Masumura R.A., Armstrong R.W.: *Pile-up based Hall-Petch relation for nanoscale materials*, Nanostruct. Mater., 2, 1993, 323.
- [93] Park K., Kim Y., Lee J.G., Shin D.H.: *Thermal stability and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel*, Mater. Sci. Eng. A 293, 2000, 165.

- [94] Petch N.J.: *The cleavage strength of polycrystals*, J. Iron Steel Inst. 174, 1953, 25.
- [95] Petitgand H., Regle H., Bouaziz O., Inug T., Barrois S.: *Modelling of grain growth and mechanical properties of IF steels*, Proc. of IF Steels 2000, Eds. Iron & Steel Society, Warrendale, 2000, 339.
- [96] Pickering F.B.: *Hardenability concepts with applications to steel*, eds. D.V. Doane and J.S. Kirkaldy, the Metallurgical Society of AIME, Warrendale, 1978, 179.
- [97] Ponge D., Song R., Raabe D.: *The formation of ultrafine grained microstructure in a plain C-Mn steel*, International Symposium on Ultrafine Grained Steels 2007, Kitakyushu, Japan, October 24-26, 2007, 2.
- [98] Poole Ch.P., Owens F.J.: *Introduction to nanotechnology*, John Willey & Sons Inc., New York, 2003.
- [99] Preistner R., Ibraheem A.K.: *Processing of steel for ultrafine ferrite grain structures*, J. Mater. Sci. Technol., 16, 2000, 1267.
- [100] Przybyłowicz K.: *Metaloznawstwo*, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa 1992.
- [101] Raj R., M. Ashby M.: *On grain boundary sliding and diffusional creep*, J. Met. Trans., 2A, 1971, 1113.
- [102] Richert A., Korbel A.: *The effect of strain localization on mechanical properties of Al 99.992 in the range of large deformations*, J. Mater. Proc. Techn., 53, 1995, 331.
- [103] Richert M.: *Inżynieria nanomateriałów i struktur ultradrobnoziarnistych*, AGH: Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2006.
- [104] Rodriguez P.: *Grain size dependence of the activation parameters for plastic deformation: Influence of crystal structure, slip system, and rate-controlling dislocation mechanism*, Metall. Mater. Trans., 35A, 2004, 2697.
- [105] Rosochowski A., Olejnik L., Richert M.: *Metal forming technology for producing bulk nanostructured metals*, Steel-Grips, 2, 2004, Suppl., 35.
- [106] Sandström R., Acta Metall., 25, 1977, 897.
- [107] Segal V.M.: *Materials processing by simple shear*, Mater. Sci. Eng. A 197, 1995, 157.
- [108] Segal V.M., Reznikov V.I., Drobyshevskiy A.E., Kopylov V.I., Russian Metall. (Engl. Transl.), 1, 1981, 115.
- [109] Sellars C.M., McTegart W.J., Acta Metall. 14, 1966, 1136.
- [110] Song R., Ponge D., Raabe D, Acta Mater., 53, 2005, 4881.
- [111] Song R., Ponge D., Raabe D., Kaspar R.: *Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C-Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing*, Acta Mater., 53, 2005, 845.
- [112] Song R., Ponge D., Raabe D., Speer J.G., Matlock D.K.: *Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels*, Mater. Sci. Eng., A 441, 2006, 1.

- [113] Stefańska-Kądziela M., Majta J., Dymek S., Muszka K.: *Effect of high strain rate on the dislocation structure of microalloyed and IF steels*, Arch. Metall. Mater., 52, 2007, 223.
- [114] Stefańska-Kądziela M., Majta J., Muszka K.: *Strain rate dependency of the dislocation substructure formation in HSLA and IF steels*, International conference on Microalloyed Steels: Processing, Microstructure, Properties and Performance, July 16-19, Pittsburgh, PA, USA, Eds. A.J. DeArdo, C.I. Garcia, AIST, 181.
- [115] Stefańska-Kądziela M.: *Odkształcanie plastyczne w warunkach dynamicznego obciążenia*, Paraca doktorska, Kraków, 2006.
- [116] Stolayarov V.V., Valiev R.Z., Zhu Y.T.: *Enhanced low-temperature impact toughness of nanostructured Ti*, Appl. Phys. Lett., 88, 2006, 041905.
- [117] Sutton A.P., Balluffi R.W., *Interfaces in crystalline materials*. Clarendon Press., Oxford, 1995.
- [118] Svyetlichnyy D.S: *Three-dimensional cellular automata for simulation of microstructure evolution*, COMPUTational PLASticity: fundamentals and applications COMPLAS IX, Barcelona, 5-7 September 2007, Eds. Onante E., Owen R., Suarez B., CINME, 2007, 983.
- [119] Śleboda T., Muszka K., Majta J., Hale P. Wright R.N.: *The possibilities of mechanical property control in fine grained structures*, J. Mater. Proc. Technol., 177, 2006, 461.
- [120] Takaki S., Kawasaki K., Kimura Y.: *Mechanical properties of ultra fine grained steel*, J.Mater. Process. Technol., 117, 2001, 359.
- [121] Takaki, S.: *Mechanical properties of ultra fine grained iron and steel*, The 5th International Conference on HSLA Steels, HSLA Steels 2005, 8-10 November 2005, Sanya, Hainan, China, Proceedings in: Iron & Steel Supplement, 2005, Vol.40, 909.
- [122] Taniguchi N.: *On the basic concept of nanotechnology*, Proc. Intl. Conf. Prod. Eng. Tokyo, Part II, Tokyo: Japan Society of Precision Engineering, 1974.
- [123] Torizuka S. i in.: *An integrated model for microstructural evolution and properties prediction in the hot strip mill*. Thermomechanical Processing in Theory, Modelling & Practise, eds. Hutchinson i in., ASM, Stockholm, 1996, 227.
- [124] Towards a European Strategy for Nanotechnology for Nanotechnology” EU Commission, 2004.
- [125] Trębacz L., Pernach M., Madej L., Wajda W., Pietrzyk M., Paul H.: *Finite element simulation of deformation of polycrystals accounting for the orientation of grains*, Computer Methods and Systems CMS 2007, Eds. Tadeusiewicz R. Lizęga A., Szymkat M., Kraków, 2007, 161.
- [126] Tsuji N., Ito Y., Saito Y., Minamino Y.: *Strength and ductility of ultrafine grained aluminium and iron produced by ARB and annealing*, Scripta Mater., 47, 2002, 893.
- [127] Tsuji N., Kamikawa N., Ueji R.: *Formation mechanisms of ultrafine grained structure in severe plastic deformation of low carbon steel*, International

- Symposium on Ultrafine Grained Structures ISUGS 2005, 8-10 November 2005, Sanya, Hainan, China, Proceedings in: *Iron & Steel*, 40, 2005, Suppl., 85.
- [128] Tsuji N., Takata N., Ueji R., Koyama H.: *Fabrication of multi-phase ultrafine grained steels for managing both strength and ductility*, International Symposium on Ultrafine Grained Steels 2007, Kitakyushu, Japan, October 24-26, 2007, 5.
- [129] Uenishi A., Teodosiu C., Nesterova E.V.: *Microstructural evolution at high strain rates in solution-hardened interstitial free steel*, *Mater. Sci. Eng., A* 400-401, 2005, 499.
- [130] Umemoto M., Todaka Y., Li J., Tsuchiya K.: *Nanocrystalline structure in steels produced by various severe plastic deformation processes*, *Mater. Sci. Forum* 503-504, 2006, 11.
- [131] Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T.: *Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation*, *Nanostr. Mater.*, April, 2006, 33.
- [132] Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V.: *Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation*, *Prog. Mater. Sci.*, 45, 2000, 103.
- [133] Valiev R.Z., Korznikov A.V., Mulyukov R.R.: *Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation*, *Mater. Sci. Eng., A* 186, 1993, 141.
- [134] Valiev R.Z.: *Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals*, *Mater. Sci. Eng., A* 234-236, 1997, 59.
- [135] Wang Y.M., Ma E., Chen W.M.: *Enhanced tensile ductility and toughness in nanostructured Cu*, *Appl. Phys. Lett.*, 80, 2002, 2395.
- [136] Wei Q., Cheng S., Ramesh K.T., Ma E.: *Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals*, *Mater. Sci. Eng., A* 381, 2004, 71.
- [137] Yoshie A., Fujita T., Fujioka M., Okamoto k., Morikawa H.: *Formulation of flow stress of Nb added steels by considering work-hardening and dynamic recovery*, *ISIJ Int.*, 36, 1996, 467.
- [138] Zarei-Hanzaki A.: *Transformation characteristics of Si-Mn TRIP steels after thermomechanical processing*, Ph. D. Thesis, McGill University, Montreal, Canada, 1994.
- [139] Zhu Y.T., Langdon T.G.: *The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation*, *JOM*, October, 2004, 58.