



AGH

AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE

DZIEDZINA NAUK INŻYNIERYJNO-TECHNICZNYCH

DYSCYPLINA INŻYNIERIA MATERIAŁOWA

ROZPRAWA DOKTORSKA

Analiza deformacji plastycznej drobnokrystalicznego
magnezu o silnej teksturze wyciskania w zakresie temperatur
298K - 4K

Autor: Michał Jakub Waląg

Promotor rozprawy: Dr hab. inż. Anna Kula, Prof. AGH
Promotor pomocniczy: Dr inż. Piotr Noga

Praca wykonana: Akademia Górniczo-Hutnicza im. S. Staszica w Krakowie, Wydział
Metali Nieżelaznych

Kraków, 2025

Praca sfinansowana przez Narodowe Centrum Nauki, w ramach projektu OPUS22 nr. 2021/43/B/ST5/00730 pt. „Mechaniczne i strukturalne skutki deformacji plastycznej drobnokrystalicznego magnezu i jego stopów w zakresie niskich temperatur”.

Streszczenie

Niniejsza rozprawa doktorska porusza tematykę wpływu wielkości ziarna na właściwości mechaniczne i plastyczność technicznie czystego magnezu (Mg 99,95%) w szerokim zakresie temperatur: 298K - 4K. Przez wzgląd na szereg korzystnych właściwości Mg jest szeroko wykorzystywany w różnych gałęziach przemysłu. Kształtowanie produktów magnezowych na dużą skalę jest jednak poważnie utrudnione, głównie ze względu na niską plastyczność w temperaturze otoczenia oraz silną anizotropię gotowych wyrobów. Jednym z możliwych sposobów poprawy odkształcalności Mg jest rozdrobnienie jego mikrostruktury w celu aktywacji alternatywnych mechanizmów odkształcenia związanych z poślizgiem po granicach ziaren (GBS).

Celem pracy jest określenie aktywnych mechanizmów deformacji podczas odkształcenia plastycznego w temperaturze otoczenia (298K) oraz w warunkach kriogenicznych (78K i 4K), w krytycznym zakresie wielkości ziarna, w którym możliwa jest aktywacja GBS. Praca dostarcza nowej, fundamentalnej wiedzy o strukturze i właściwościach polikrystalicznego Mg, która nie jest dostępna w literaturze naukowej.

Materiałem do badań był technicznie czysty Mg o średniej wielkości ziarna w zakresie $9\text{ }\mu\text{m} \div 0,9\text{ }\mu\text{m}$, wytworzony w konwencjonalnym procesie wyciskania współbieżnego. Właściwości mechaniczne badanych materiałów określano na podstawie prób jednoosiowego rozciągania i ściskania w temperaturach 298K, 78K i 4K. Objętość aktywowana ΔV^* oraz parametr czułości na prędkość odkształcenia „m” wyznaczano w oparciu o eksperymenty skokowej zmiany prędkości odkształcenia lub na podstawie ciągłych eksperymentów przeprowadzonych dla dwóch różnych prędkości odkształcenia. W celu określenia aktywności GBS podczas odkształcenia w 298K wykonano eksperymenty in-situ rozciągania i ściskania w komorze skaningowego mikroskopu elektronowego. Tekstury materiałów zostały określone z wykorzystaniem technik dyfrakcji rentgenowskiej (XRD). Analiza mikrostruktury została przeprowadzona przy użyciu mikroskopii świetlnej (MŚ) oraz skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM), w tym technik EBSD oraz t-EBSD.

Przeprowadzone badania wykazały, że wielkość ziarna oraz temperatura deformacji znacząco wpływają na aktywację poszczególnych mechanizmów odkształcenia Mg. W temperaturze otoczenia obserwowano zmianę charakterystyki deformacji po przekroczeniu krytycznej wielkości ziarna $d = 3\text{ }\mu\text{m}$ zarówno w warunkach rozciągania jak i ściskania. Aktywacja GBS w drobnokrystalicznych materiałach skutkuje: (i) spadkiem umocnienia odkształceniowego, (ii) zwiększoną plastycznością oraz (iii) odejściem od liniowej zależności Halla-Petcha. W temperaturach kriogenicznych, niezależnie od wielkości ziarna oraz kierunku obciążenia, mechanizmami odpowiedzialnymi za odkształcenie plastyczne są poślizg dyslokacji oraz bliźniakowanie. Obserwowano istotnie niższą plastyczność w porównaniu z deformacją w 298K, a redukcja wielkości ziarna skutkowała wzrostem właściwości wytrzymałościowych zarówno w przypadku rozciągania, jak i ściskania, zgodnie z klasycznym zachowaniem Halla-Petcha.

Abstract

This doctoral dissertation investigates the influence of grain size on the mechanical properties and plasticity of technically pure magnesium (Mg 99.95%) over a broad temperature range of 298K to 4K. Magnesium is widely used across various industries due to its advantageous properties. However, large-scale forming of magnesium components remains challenging, primarily because of its low plasticity at room temperature and the pronounced anisotropy of final products. One promising approach to improve Mg formability is microstructural refinement, which can activate alternative deformation mechanisms such as grain boundary sliding (GBS).

The primary objective of this study is to identify the active deformation mechanisms during plastic deformation at room temperature (298K) and under cryogenic conditions (78K and 4K), focusing on the critical grain size range where GBS can be activated. The research provides novel and fundamental knowledge about the structure and mechanical behaviour of polycrystalline magnesium that is not currently available in literature.

The material studied was technically pure Mg with an average grain size ranging from 9 μm to 0.9 μm , produced via a conventional direct extrusion process. Mechanical properties of the materials were examined by conducting uniaxial tension and compression tests at 298K, 78K, and 4K. The activation volume (ΔV^*) and strain rate sensitivity parameter "m" were determined based on strain rate jump tests or two continuous tests conducted at different strain rates. To evaluate GBS activity at 298K, in-situ tensile and compression experiments were performed using a micro testing stage placed inside the chamber of a SEM microscope. Crystallographic textures of initial and deformed samples were analysed using X-ray diffraction (XRD), while microstructural characterization was carried out with light microscopy (LM) and scanning electron microscopy (SEM), including EBSD and t-EBSD techniques.

The results show that both grain size and deformation temperature significantly affect the plastic deformation behaviour of polycrystalline magnesium, particularly by influencing the activation of individual deformation mechanisms. At room temperature, a transition in deformation behaviour was observed when the grain size decreased below a critical value of $\approx 3 \mu\text{m}$, under both tension and compression. In fine-grained materials, GBS activation led to (i) reduced strain hardening, (ii) enhanced plasticity, and (iii) deviation from the linear Hall–Petch relationship. At cryogenic temperatures, plastic deformation was predominantly governed by dislocation slip and twinning, regardless of grain size and loading direction. In these conditions, significantly lower ductility was observed compared to deformation at 298K, while grain size refinement led to increased strength in both tension and compression, in accordance with classical Hall–Petch behaviour.

Spis treści

1	Stan zagadnienia	1
1.1	Mechanizmy odkształcenia plastycznego w magnezie i stopach magnezu	4
1.1.1	Poślizg dyslokacji	4
1.1.2	Bliźniakowanie mechaniczne	6
1.1.3	Wpływ temperatury na aktywność poślizgu i bliźniakowania w magnezie	8
1.1.4	Wpływ dodatków stopowych na aktywność poślizgu i bliźniakowania w magnezie	9
1.2	Tekstura w materiałach heksagonalnych	11
1.3	Wpływ wielkości ziarna na właściwości materiałów metalicznych	12
1.3.1	Zależność Halla-Petcha	12
1.3.2	Wpływ wielkości ziarna na aktywność poszczególnych mechanizmów odkształce- nia w magnezie i jego stopach	20
1.4	Podsumowanie	26
2	Cel oraz teza pracy	28
3	Materiał i metody badawcze	29
3.1	Materiał do badań	29
3.2	Metodyka badawcza	30
3.2.1	Określenie średniej wielkości ziarna	30
3.2.2	Określenie udziału objętościowego bliźniaków w mikrostrukturze po odkształceniu	30
3.2.3	Badania strukturalne MŚ, SEM, EBSD, t-EBSD	32
3.2.4	Badania tekstury XRD	34
3.2.5	Właściwości mechaniczne, pomiary czułości na prędkość odkształcenia	35
3.2.6	Badania in-situ SEM/EBSD	37
4	Wyniki badań własnych	40
4.1	Wpływ parametrów wyciskania na wielkość ziarna czystego Mg	40
4.1.1	Charakterystyka materiału wyjściowego	41
4.2	Wpływ wielkości ziarna na właściwości mechaniczne czystego Mg podczas odkształcenia w 298K, 78K oraz 4K.	46
4.2.1	Twardość materiałów po wyciskaniu	46
4.2.2	Charakterystyki odkształcenia zarejestrowane podczas prób jednoosiowego rozcią- gania	47

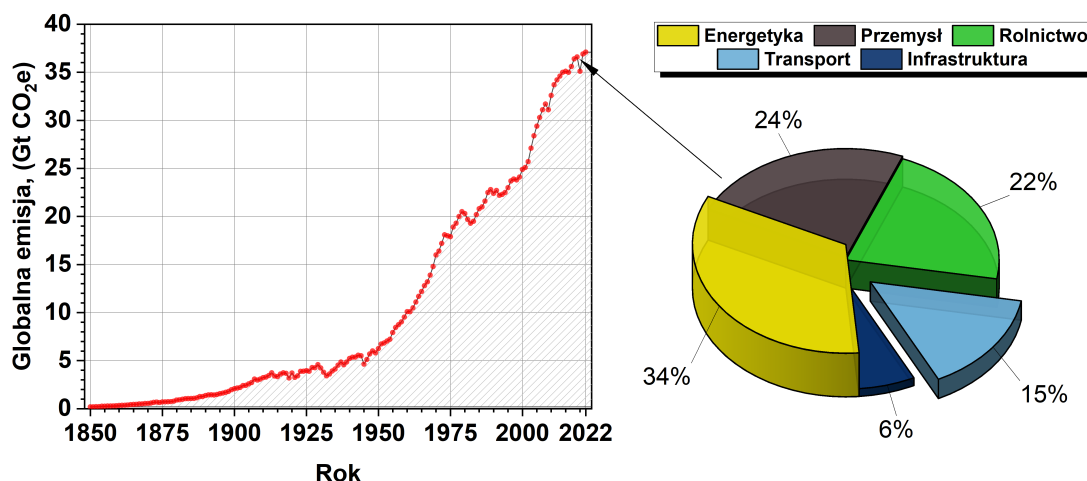
4.2.3	Krzywe prędkości umocnienia uzyskane w próbach jednoosiowego rozciągania . . .	51
4.2.4	Czułość na prędkość odkształcenia	54
4.2.5	Charakterystyka powierzchni przełomów	57
4.2.6	Charakterystyki odkształcenia zarejestrowane podczas prób jednoosiowego ściskania	60
4.2.7	Krzywe prędkości umocnienia uzyskane w próbach jednoosiowego ściskania	64
4.2.8	Czułość na prędkość odkształcenia	66
4.3	Pomiary tekstury krystalograficznej technikami dyfrakcji rentgenowskiej XRD	68
4.4	Obserwacje mikrostruktury po odkształceniu plastycznym w próbach jednoosiowego rozciągania i ściskania w zakresie temperatur 298K-4K.	68
4.4.1	Analiza mikrostruktury po maksymalnym odkształceniu w próbach jednoosiowego rozciągania	71
4.4.2	Ewolucja mikrostruktury podczas odkształcenia w próbach jednoosiowego ściskania	75
5	Analiza wyników	80
5.1	Analiza właściwości mechanicznych polikrystalicznego Mg podczas odkształcenia w zakresie temperatur 298K-4K	80
5.1.1	Analiza aktywnych mechanizmów odkształcenia podczas deformacji plastycznej . .	81
5.1.2	Analiza umocnienia polikrystalicznego Mg w warunkach jednoosiowego rozciągania i ściskania	91
5.2	Plastyczność drobnokrystalicznego Mg w zakresie temperatur 298K-4K	99
6	Wnioski	101
A	Tekstury materiałów wyjściowych oraz po odkształceniu w temperaturach 298K-4K	103
B	Obserwacje odkształcenia plastycznego in-situ	111
	Bibliografia	113
	Spis rysunków	127

Rozdział 1

Stan zagadnienia

Przełom XVIII i XIX wieku to czas wielkiej rewolucji przemysłowej oraz początek wzmożonej eksploatacji paliw kopalnych związanej między innymi ze stopniowym wypieraniem silników parowych przez dużo wydajniejsze - spalinowe. Po latach wiemy, że wielki skok cywilizacyjny wykonany poprzez automatyzację wielu procesów przemysłowych, znalazł swoje negatywne odbicie wskutek antropologicznych (tzn. związanych z działalnością człowieka) zmian klimatu. W związku z rosnącą na przestrzeni lat emisją gazów cieplarnianych do atmosfery (Rys.1.1), rośnie średnia temperatura planety. Jednym ze skutków, który możemy obserwować „tu i teraz” to chociażby coraz bardziej gwałtowne zjawiska atmosferyczne w postaci intensywnych burz czy trąb powietrznych. Ponadto dalszy wzrost średniej temperatury, w pierwszej kolejności będzie odczuwalny na obszarach przyrównikowych co może w przyszłości spowodować wielkie fale migracji ludności na północ, w poszukiwaniu nowego miejsca do życia. Według szóstego raportu, działającego przy Organizacji Narodów Zjednoczonych IPCC (*Intergovernmental Panel on Climate Change*), istnieje pięć dużych sektorów gospodarki odpowiedzialnych za emisję większości gazów cieplarnianych do atmosfery. Sektorem mającym największy procentowy udział w emisji jest energetyka (34%). Następnie plasują się przemysł (24%) oraz rolnictwo (22%), do którego zaliczony został przemysł leśny czy hodowla zwierząt. Czwarte miejsce z wynikiem 15% „zajmuje” sektor transportowy w całości tzn. transport lądowy, powietrzny i morski. Najmniejszy udział w emisji ma sektor infrastruktury obejmujący między innymi spalanie gazu na poczet ogrzewania domów czy gotowania [2]. Dążenie do neutralności klimatycznej, czyli maksymalnego ograniczenia emisji GHG (*ang. greenhouse gases*) wymaga wdrażania proekologicznych rozwiązań w każdym z wymienionych sektorów. Oczywistym wydaje się odejście od paliw kopalnych w kontekście wytwarzania energii elektrycznej i zastępowanie ich przez różnego rodzaju źródła odnawialne. Sektor energetyczny, przemysłowy i transportowy są od siebie bardzo zależne, także całościowe ograniczenie emisji gazów cieplarnianych do atmosfery musi być składową wielu mniejszych działań w każdym z sektorów tak, aby przynieść globalnie widoczny efekt.

Gros transportu odbywa się drogą lądową, gdzie dalej, mimo rosnącej elektryfikacji pojazdów osobowych, głównym napędem pozostaje silnik spalinowy. Oprócz bardzo popularnego wśród producentów samochodów *downsizingu* czyli maksymalnej redukcji pojemności skokowej silnika w celu zapewnienia niższego spalania, efektywnym sposobem na osiągnięcie tego samego celu jest obniżanie masy pojazdów. Istnieją badania wskazujące, że każde dodatkowe 100 kg masy, podnosi spalanie od około 0,3 - 0,5 l \ 100km co



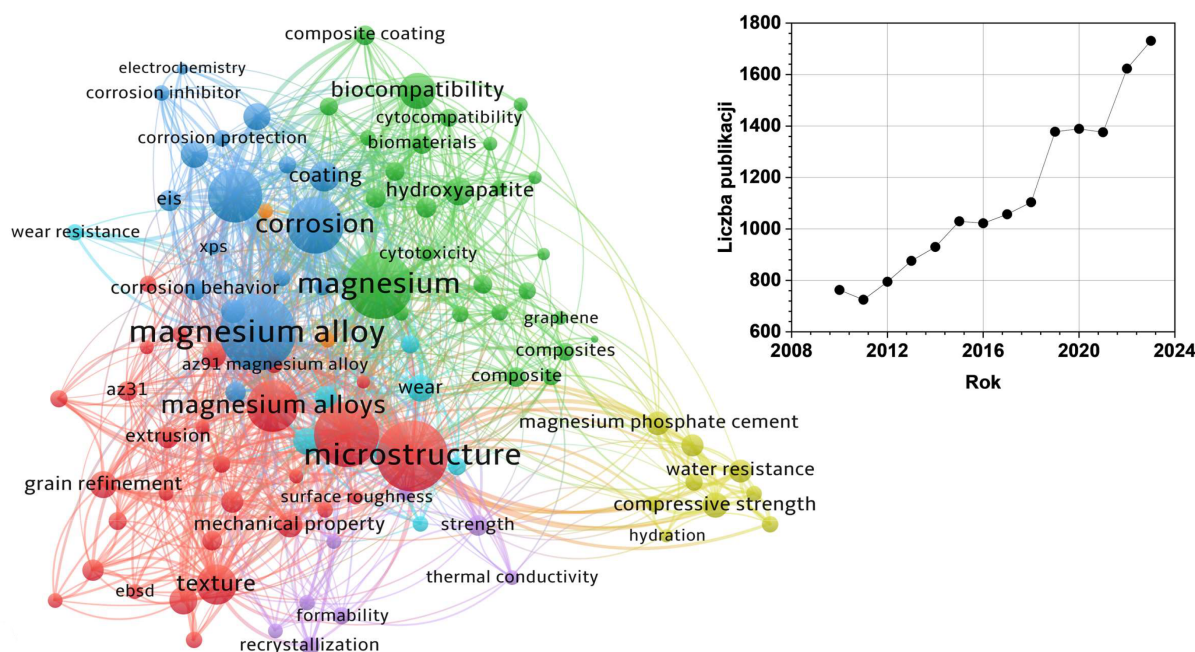
Rysunek 1.1: Globalna emisja dwutlenku węgla do atmosfery na przestrzeni lat 1850 - 2022 [1] wraz z procentowym udziałem poszczególnych sektorów gospodarki w emisję w 2019 roku [2].

wiąże się z emisją dodatkowych $7,5 - 12,5 \text{ gCO}_2 \setminus 100\text{km}$ [3]. Badania te dotyczą samochodów o średnim gabarycie (do 1500 kg masy własnej). Lżejsze pojazdy generują też mniejsze opory w przekazywaniu mocy przez silnik, co może korzystnie wpływać na jego żywotność, z reguły nadszarpniętą przez bardzo małą pojemność.

Ze względu na niskie koszty wytwarzania, przemysł automotive przez długi czas oparty był o stopy żelaza oraz aluminium, jednak już w latach 30. XX w. zaprezentowany został samochód Bugatti Aerolithe z nitowaną karoserią wykonaną z Elektronu (90% magnezu i 10% aluminium) stosowanego ówczśnie w przemyśle lotniczym. Stop ten później był wykorzystywany w wyczynowym sporcie motorowym, aż do wyścigu Le Mans w 1955 roku, podczas którego doszło do samozapłonu bolidu z karoserią wykonaną w większości ze stopu magnezu. Za okres gwałtownego rozwoju produkcji elementów magnezowych w samochodach cywilnych przyjmuje się lata 70. XX w. Magnez jako pierwiastek, cechuje się gęstością o 75% niższą niż stal i niemal 33% niższą niż aluminium, co czyni go najlżejszym materiałem konstrukcyjnym [4]. W połączeniu ze świetną wytrzymałością właściwą (tzn. stosunkowi wytrzymałości do gęstości), wysoką sztywnością i zdolnością do tłumienia drgań [5, 6] stopy magnezu szybko zyskiwały na popularności w kontekście produkcji przemysłowej na dużą skalę. W branży automotive stopy magnezu są obecnie szeroko wykorzystywane do produkcji wielu komponentów. Stopy w stanie po odlaniu (m. in. bloki silnika, obudowy skrzyń biegów), ale też stopy walcowane, kute czy wyciskane znajdują zastosowania obejmujące chociażby elementy nadwozia, felgi, oprzyrządowanie silnika i wiele innych [7]. Wybiegając poza czysto fizyczne i technologiczne własności produktów magnezowych, należy uwypuklić również kilka faktów. Według US Geological Survey, zawartość magnezu w skorupie ziemskiej sięga 2% (ósmo najczęściej występujący pierwiastek). Ponadto, metaliczny magnez z powodzeniem może być pozyskiwany z wody morskiej, a jego zawartość w jednej mili sześcienniej (ok. 4 km^3) jest szacowana na prawie sześć milionów ton [8]. W połączeniu z możliwością recyklingu, która według literatury sięga 100% [9] staje się jasne, że zastosowania produktów magnezowych wybiegają lub będą wybiegać daleko poza szeroko pojęty przemysł transportowy. Potencjalne obszary zastosowań obejmują m. in. implantologię ze względu

na świetną biokompatybilność, kontrolowaną biodegradowalność w warunkach fizjologicznych czy moduł Younga zbliżony do niektórych ludzkich kości [10, 11, 12].

Kształtowanie produktów magnezowych na szeroką skalę jest niestety mocno utrudnione, głównie ze względu na słabą odkształcalność w temperaturze otoczenia i silną anizotropię gotowych wyrobów. Szczególnie niekorzystne jest występowanie tzw. asymetrii granicy plastyczności (*ang. tension-compression asymmetry*), która występuje między innymi wskutek wzmożonego bliźniakowania mechanicznego oraz formowania się intensywnej tekstury podczas konwencjonalnych procesów przeróbki plastycznej [13, 14, 15]. Z tego powodu, w praktyce przemysłowej zachodzi konieczność podnoszenia temperatur przy których są prowadzone operacje kształtowania plastycznego. W zależności od materiału i/lub oczekiwanych właściwości wyrobu, temperatury te zawierają się w zakresie $300\div 500^{\circ}\text{C}$ co znacząco podnosi energochłonność całego procesu tym samym zwiększając koszty produkcji [16]. Wiele właściwości magnezu można znacznie poprawić poprzez modyfikację składu chemicznego tj. dodawanie pierwiastków stopowych. Najpopularniejsze stopy zawierające glin i cynk lub mangan (serie AZ lub AM) charakteryzują się zwiększoną wytrzymałością, która wynika głównie z umocnienia roztworowego [17]. Popularne są również stopy serii ZK (Mg-Zn-Zr). W nich, dodatek cyrkonu powoduje rozdrobnienie mikrostruktury stopu i wzrost wytrzymałości zgodnie z zależnością Halla-Petcha. Poprawa plastyczności może być realizowana m. in. poprzez dodatek niektórych pierwiastków ziem rzadkich (REE, *ang. Rare-earth elements*) takich jak itr, gadolin czy cer. Dodatki te, skutecznie ograniczają też powstawanie tekstury w procesach przeróbki plastycznej [18]. Alter-



Rysunek 1.2: Mapa cytowań wygenerowana za pomocą VOSviewer. Dane wg. bazy Scopus. Szukana fraza ,magnesium' , filtrowanie: artykuł, dyscyplina: inżynieria materiałowa, rok publikacji od 2020. Liczba publikacji zawierających słowo kluczowe ,magnesium' od 2010 do 2023r. wg. bazy Web of Science.

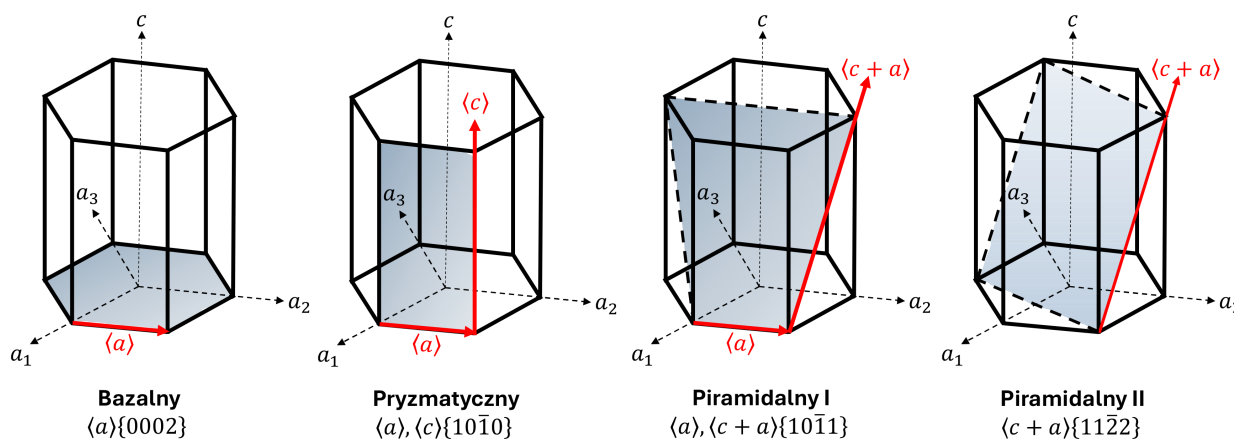
natywą dla dodatków stopowych jest rozdrobnienie mikrostruktury (rozumianej jako zmniejszenie średniej wielkości ziarna) skutkujące skuteczną poprawą plastyczności czystego magnezu w temperaturze otoczenia [19].

Aktualne trendy badawcze związane z magnezem i jego stopami są schematycznie przedstawione na Rys. 1.2 w postaci mapy cytowań. Podejmowane badania są silnie powiązane z wymienionymi wyżej potencjalnymi obszarami zastosowań produktów magnezowych. Jako najważniejsze należy wymienić badania związane z korozją, biokompatybilnością, właściwościami mechanicznymi, teksturą czy rozdrobnieniem mikrostruktury. Analizując liczbę publikacji na przestrzeni nieco ponad ostatnią dekadę należy zauważyć stale rosnący trend publikacyjny, a od roku 2015 rocznie ukazuje się przynajmniej 1000 publikacji zawierających słowo kluczowe „magnez”. Na tej podstawie można stwierdzić, iż tematyka podejmowana w niniejszej pracy jest aktualna i jak najbardziej wpisuje się w aktualne trendy publikacyjne/badawcze. Ponadto, praca ma aspekt poznawczy, obejmujący badania podstawowe nad drobnokrystalicznym magnezem w temperaturach kriogenicznych. Należy zaznaczyć potencjalne zastosowania produktów magnezowych w środowiskach wymagających utrzymywania tak niskich temperatur. Mogą one obejmować elementy instalacji do przechowywania i transportu ciekłego wodoru w pojazdach, gdzie kluczowe znaczenie ma redukcja masy komponentów. Innym przykładem mogą być konstrukcyjne elementy oprzyrządowania wykorzystywanego w systemach nadprzewodzących (tomografy MRI, akceleratory cząstek), które wymagają chłodzenia do temperatur kriogenicznych.

1.1 Mechanizmy odkształcenia plastycznego w magnezie i stopach magnezu

1.1.1 Poślizg dyslokacji

Podstawowym mechanizmem odkształcenia materiałów metalicznych jest poślizg dyslokacji odbywający się na płaszczyznach i kierunkach gęstego ułożenia atomów. Dla materiałów krystalizujących w sieci heksagonalnej (HCP, A3), w tym magnezu, system łatwego poślizgu tworzy płaszczyzna podstawy słupa heksagonalnego (0002), i zawierające się w niej trzy kierunki $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Niska symetria sieci A3 powoduje,



Rysunek 1.3: Najważniejsze systemy poślizgu w kryształach heksagonalnych.

System poślizgu	Typ wektora Burgersa	Płaszczyzna poślizgu	Kierunek poślizgu	LNSP*
Bazalny	a	(0002)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Pryzmatyczny	a	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Pryzmatyczny	c	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle 0001 \rangle$	2
Piramidalny (π_1)	a	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	4
Piramidalny (π_1)	$c + a$	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	5
Piramidalny (π_2)	$c + a$	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	5

Tabela 1.1: Możliwe systemy poślizgu w metalach heksagonalnych. [20, 18]. LNSP* - liczba niezależnych systemów poślizgu.

że w obrębie jednej komórki elementarnej istnieje tylko jedna płaszczyzna gęstego upakowania atomów co powoduje, iż liczba niezależnych systemów poślizgu niezbędnych do skutecznego odkształcenia plastycznego jest niewystarczająca. Stąd istnieje konieczność aktywacji innych systemów, które zapewniają możliwość homogenicznego odkształcenia w całej objętości materiału. Najważniejsze systemy poślizgu zostały schematycznie przedstawione na Rys. 1.3. W temperaturze otoczenia, w pierwszej kolejności odkształcenie inicjowane jest w systemach łatwego poślizgu (0002) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Poślizg dyslokacji jest również możliwy, a zarazem konieczny w systemach niebazalnych typu: pryzmatycznego (0002) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ i $\{10\bar{1}0\} \langle 0001 \rangle$, piramidального π_1 $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ i $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ oraz piramidального π_2 $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$. Aktywacja poślizgu niebazalnego jest w stanie zagwarantować niezbędną liczbę niezależnych systemów poślizgu potrzebnych do odkształcenia oraz wnoszą składową $\langle c+a \rangle$, która zapewnia odkształcenie wzdłuż osi c komórki elementarnej (Tab. 1.1).

Metale krystalizujące w sieci heksagonalnej można scharakteryzować pod względem stosunku wysokości słupa do krawędzi jego podstawy (stosunek c/a). Za przypadek idealny przyjmuje się stosunek równy ok. 1,633, a najbliższe są takie metale jak Mg czy Co. Niektóre z metali o tej budowie krystalograficznej mają stosunek c/a mniejszy (Ti, Zr, Hf), bądź większy (Zn, Cd) od idealnego. Jedną z ważniejszych implikacji różnej wartości c/a wśród metali, jest zmiana stopnia upakowania płaszczyzn atomami. W przypadku, gdy komórka heksagonalna posiada wyższą od idealnej wartość c/a , jest ona wydłużona wzdłuż osi c . Tym samym, płaszczyzna podstawy słupa jest mniejsza i gęściej wypełniona atomami. Metale o mniejszym stosunku c/a posiadają niejako „rozrzedzone” płaszczyzny bazalne, przez zwiększoną długość krawędzi a powodując, iż atomy na niej są rzadziej upakowane. Taka sytuacja powoduje, że zwiększa się zagęszczenie atomowe płaszczyzn pryzmatycznych i piramidalnych, tym samym zwiększając prawdopodobieństwo aktywacji dyslokacji w tych systemach.

Selekcja oraz aktywacja poszczególnych systemów poślizgu następuje zgodnie z prawem Schmid-Boasa.

$$\tau_c = \sigma m \quad (1.1)$$

Odształcenie zostanie zainicjowane w tym systemie, w którym dla danej wartości naprężenia σ wartość naprężenia ścinającego τ_c (CRSS - *ang. Critical Resolved Shear Stress*) osiągnie wartość krytyczną, tzn. wystarczającą do zainicjowania ruchu dyslokacji w danym systemie poślizgu [21].

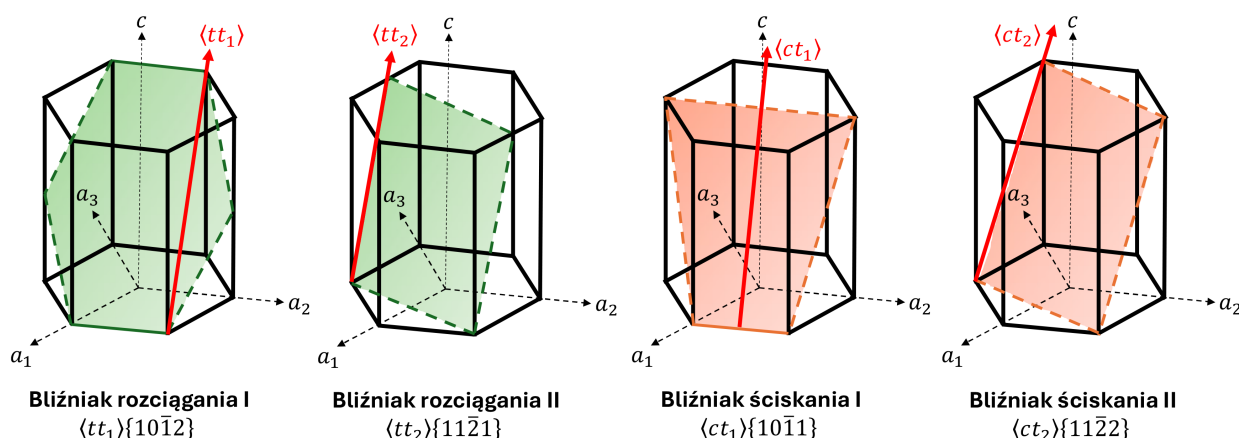
$$m = \cos\alpha\cos\beta \quad (1.2)$$

Tzw. czynnik Schmid m określa kątowe zależności pomiędzy kierunkiem (α) i normalną do płaszczyzny poślizgu (β), a osią naprężenia zewnętrznego. Wartość czynnika Schmid nie przekracza 0,5.

Przykładowe wartości CRSS w magnezie, według [22] mogą wynosić: $0,52 \div 0,82$ MPa dla systemów bazalnych $\langle a \rangle$, $39 \div 50$ MPa dla systemów pryzmatycznych $\langle a \rangle$ oraz 80 MPa dla piramidalnych systemów $\langle c+a \rangle$ ($T=298K$). Bardzo niskie wartości naprężenia krytycznego w systemie bazalnym powodują, że emisja dyslokacji w tym systemie jest mocno preferowana. Z drugiej strony, wysokie wartości CRSS systemów niebazalnych powodują, że do ich aktywacji potrzeba znacznie wyższych naprężeń, co jest jedną z bezpośrednich przyczyn słabej odkształcalności magnezu i stopów magnezu w temperaturze otoczenia.

1.1.2 Bliźniakowanie mechaniczne

Bliźniakowanie mechaniczne jest obok poślizgu dyslokacji bardzo istotnym mechanizmem odkształcenia plastycznego, zwłaszcza w kryształach heksagonalnych o niższym stopniu symetrii komórki elementarnej w porównaniu do sieci RSC czy RPC. Podczas bliźniakowania mechanicznego, poprzez ścięcie proste sieci, następuje przesunięcie atomów znajdujących się w płaszczyznach równoległych do płaszczyzny bliźniakowania (K_1), która jest niezmiennicza. Przesunięcie to zachodzi wzdłuż odpowiedniego kierunku (η_1), który zawiera się w płaszczyźnie K_1 . Geometrycznie kompletny opis bliźniakowania jest ponadto uzupełniony o płaszczyznę K_2 , która rotuje podczas odkształcenia, płaszczyznę S prostopadłą do płaszczyzn K_1 i K_2 oraz kierunek η_2 (kierunek, w którym płaszczyzna S przecina płaszczyznę K_2). Istnieją cztery fizycznie równoważne sposoby powstawania bliźniaka. Bliźniaki powstające wskutek obrotu o 180° wokół płaszczyzny K_1 (i) lub poprzez symetryczne odbicie względem płaszczyzny bliźniakowania (ii), noszą nazwę bliźniaków pierwszego rodzaju. Bliźniakami drugiego rodzaju nazywa się bliźniaki powstałe wskutek symetrycznego odbicia sieci osnowy względem prostopadłej do kierunku bliźniakowania (iii) lub poprzez obrót sieci osnowy o 180° wokół η_1 (iv). Definicja konkretnego typu bliźniaka następuje poprzez wskazanie pary płaszczyzna - kierunek w konfiguracji K_1, η_2 lub K_2, η_1 [23, 24]. Zamiennie do tego opisu, zdefiniować typ bliźniaka można za pomocą K_1, η_1 oraz wartości ścięcia prostego s , które jest zależne m. in. od ilorazu stałych sieciowych c/a [25, 26].



Rysunek 1.4: Płaszczyzny i kierunki krystalograficzne związane z bliźniakowaniem w kryształach heksagonalnych.

Dyskutowana w poprzednim podrozdziale mała liczba dostępnych systemów poślizgu w magnezie i jego stopach powoduje, że konieczne jest uruchomienie innych mechanizmów w celu skutecznego odkształcenia materiału. Bliźniakowanie mechaniczne ma tutaj szczególnie znaczenie w kontekście przenoszenia makroskopowego obciążenia wzdłuż osi c komórki elementarnej. Pogląd na możliwość uruchomienia bliźniakowania w obrębie konkretnych płaszczyzn ewoluował przez lata. Początkowo uważano [27], że w magnezie i jego stopach, bliźniaki odkształcenia mogą powstawać w ośmiu płaszczyznach piramidalnych typu: $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$, $\{10\bar{1}3\}$, $\{10\bar{1}4\}$, $\{11\bar{2}1\}$, $\{11\bar{2}2\}$, $\{11\bar{2}3\}$ oraz $\{11\bar{2}4\}$. Następnie pogląd ten ewoluował [28], a liczbę rozpatrywanych systemów bliźniakowania ograniczono do czterech (Rysunek 1.4). Obecnie, za istotne uznaje się tak zwane bliźniaki rozciągania (*ang. tension twins*) typu $\{10\bar{1}2\} < \bar{1}011 >$ oraz bliźniaki ściskania (*ang. contraction twins*) typu $\{10\bar{1}1\} < 10\bar{1}2 >$, a nazwy tych typów bliźniaków są stowarzyszone z efektem wydłużenia (rozciągania) lub skrócenia (ściskania) komórki elementarnej wzdłuż osi c wskutek powstania bliźniaka [29, 30, 31]. Bliźniaki te są określane jako pierwotne.

Bliźniaki wtórne (*ang. double twins*) powstają w już zbliźniakowanym obszarze, czyli wewnątrz istniejącego bliźniaka pierwotnego [32]. Mogą one występować zarówno w obrębie bliźniaków rozciągania, jak i ściskania [33]. W literaturze najczęściej wyróżnia się trzy główne typy bliźniaków wtórnych: (i) $\{10\bar{1}2\} - \{10\bar{1}2\}$, (ii) $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ oraz (iii) $\{10\bar{1}3\} - \{10\bar{1}2\}$ [34, 35, 36].

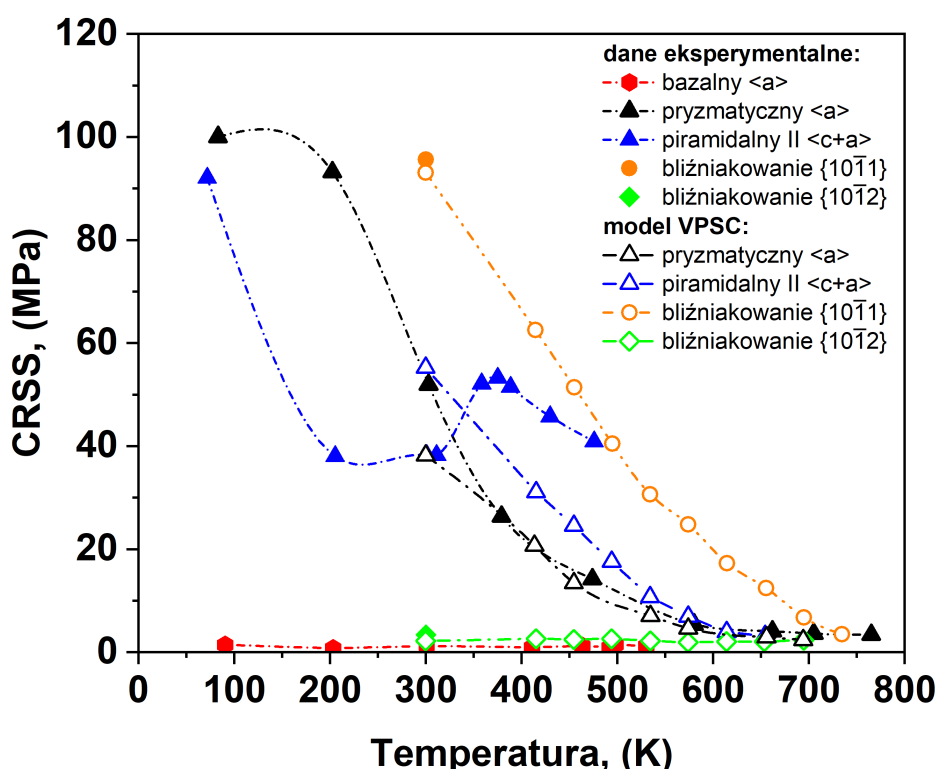
Jedną z poważniejszych konsekwencji utworzenia się bliźniaka podczas odkształcenia, jest rotacja obszaru zbliźniakowanego względem materiału osnowy. Możliwym sposobem definiowania bliźniaka w materiałach heksagonalnych jest określenie kąta dezorientacji pomiędzy płaszczyznami bazalnymi komórki elementarnej w materiale osnowy i bliźniaka. Każdy z typów bliźniakowania powoduje rotację sieci o stały kąt, którego wartości są różne dla danego typu bliźniaka i zostały przedstawione w tabeli 1.2. Przykładowo, płaszczyzny bazalne w bliźniaku rozciągania $\{10\bar{1}2\}$ są zorientowane pod kątem $86,3^\circ$ względem płaszczyzn bazalnych w osnowie. Mając na uwadze, że systemy łatwego poślizgu w materiałach HCP zawierają się w płaszczyźnie podstawy, rotacja tych płaszczyzn do nowego położenia względem kierunku zewnętrznej siły, może powodować ułatwienie bądź utrudnienie dalszego odkształcenia w systemach bazalnych. Ma to szczególne znaczenie w kontekście silnego stekstrowania wyrobów z magnezu i jego stopów. Selekcja konkretnego systemu bliźniakowania podczas odkształcenia następuje analogicznie do klasycznego poślizgu dyslokacji. Zostaje aktywowany system, dla którego zostało przekroczone naprężenie krytyczne τ_c , jednak istnieje pewne ograniczenie wynikające z polaryzacji ścięcia bliźniaczego. Jedną z konsekwencji polarnej natury bliźniakowania jest szczególnie niekorzystne zjawisko asymetrii granicy plastyczności podczas działania jednoosiowego stanu naprężeń (rozciąganie, ściskanie) [38, 39, 40, 41].

Wariant bliźniakowania	Kąt dezorientacji
Bliźniak rozciągania $\{10\bar{1}2\} < \bar{1}011 >$	$86,3^\circ$
Bliźniak ściskania $\{10\bar{1}1\} < 10\bar{1}2 >$	$56,2^\circ$
Bliźniakowanie wtórne $\{10\bar{1}2\} - \{10\bar{1}2\}$	$7,4^\circ$
Bliźniakowanie wtórne $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$	$37,5^\circ$

Tabela 1.2: Wartości kąta dezorientacji pomiędzy płaszczyzną bazalną osnowy i bliźniaka dla wybranych systemów bliźniakowania mechanicznego w magnezie [37].

Wartość CRSS dla bliźniaków ściskania $\{10\bar{1}1\}$ w magnezie w temperaturze otoczenia zazwyczaj jest znacząco wyższa niż dla innych systemów odkształcenia [42, 43]. Z drugiej strony, do uruchomienia bliźniaków rozciągania $\{10\bar{1}2\}$, wymagana wartość CRSS jest zdecydowanie niższa niż dla któregośkolwiek z systemów umożliwiających skuteczne przenoszenie odkształcenia wzdłuż osi c komórki elementarnej. W tym kontekście, bliźniakowanie mechaniczne, a zwłaszcza w systemie $\{10\bar{1}2\}$, jest istotnym mechanizmem odkształcenia plastycznego w magnezie i stopach magnezu, a zwłaszcza w temperaturze otoczenia.

1.1.3 Wpływ temperatury na aktywność poślizgu i bliźniakowania w magnezie



Rysunek 1.5: Wartości CRSS w funkcji temperatury dla podstawowych systemów poślizgu magnezu wyznaczone eksperymentalnie: bazalny $\langle a \rangle$ [44], pryzmatyczny $\langle a \rangle$ [45, 46, 47, 48], piramidalny II $\langle c+a \rangle$ [49] i bliźniakowania ($\{10\bar{1}2\}$ [50], $\{10\bar{1}1\}$ [51, 52]) oraz za pomocą modelu VPSC [53].

Jak już wspomniano, możliwość aktywacji konkretnych systemów poślizgu silnie zależy od wartości CRSS w rzeczywistych warunkach obciążenia materiału. Rysunek 1.5 przedstawia wartości CRSS dla poszczególnych systemów poślizgu i bliźniakowania w magnezie wyznaczone eksperymentalnie oraz za pomocą modelu typu VPSC (*ang. Visco-Plastic Self-Consistent*). W pierwszej kolejności należy zauważyć, że bazalny system łatwego poślizgu praktycznie nie wykazuje zmian wartości CRSS w całym zakresie temperatur. Wartości te wynoszą maksymalnie kilka MPa, co oznacza, że niezależnie od temperatury deformacji, poślizg bazalny może być dominującym lub jednym z głównych mechanizmów odkształcenia. Biorąc pod uwagę jedynie wartości CRSS w temperaturze 300K (otoczenia), odkształcenie komórek elementarnych

wzdłuż osi c może zachodzić poprzez bliźniakowanie typu $\{10\bar{1}2\}$, które podobnie jak poślizg bazalny, nie wykazuje istotnej zależności temperaturowej. Z kolei formowanie bliźniaków typu $\{10\bar{1}1\}$ jest znacznie bardziej utrudnione, gdyż wartości CRSS wymagane do ich aktywacji są znacząco wyższe niż dla niebazalnych systemów poślizgu. Symulacje wskazują, że bliźniakowanie tego typu charakteryzuje się najwyższymi wartościami CRSS w zakresie temperatur $300\div 800\text{K}$, a jego wartość systematycznie maleje wraz ze wzrostem temperatury, teoretycznie ułatwiając aktywację tego mechanizmu [53]. Szereg przemysłowych operacji kształtowania plastycznego wyrobów magnezowych odbywa się w warunkach podwyższonych temperatur. Jest to podparte analizą wartości CRSS dla niebazalnych systemów poślizgu, takich jak pryzmatyczny $\langle a \rangle$ oraz piramidalny II $\langle c+a \rangle$. Systemy te wykazują silną zależność temperaturową – wraz ze wzrostem temperatury odkształcenia, wartości CRSS sukcesywnie maleją. W konsekwencji uruchamiane są dodatkowe mechanizmy, co prowadzi do zwiększonej plastyczności materiału. Należy jednak zaznaczyć, że większość badań eksperymentalnych koncentruje się na temperaturach powyżej 298K . Może to tłumaczyć powszechne przekonanie, iż podwyższanie temperatury odkształcenia powoduje ciągły spadek wartości CRSS dla niebazalnych systemów poślizgu. O ile założenie to znajduje potwierdzenie w przypadku systemów pryzmatycznych $\langle a \rangle$, okazuje się, że w zakresie $200\div 400\text{K}$, poślizg w systemach piramidalnych II $\langle c+a \rangle$ wykazuje wzrost wartości CRSS. Zjawisko to zaobserwowano również w kryształach kadmu i cynku – metalach heksagonalnych o wyższym niż Mg stosunku c/a . Szczegółowe badania strukturalne wykazały, że przyczyną tego anormalnego efektu jest niestabilna struktura rdzenia dyslokacji typu $\langle c+a \rangle$. Wraz ze wzrostem temperatury i dostarczaniem energii termicznej, krawędziowy segment dyslokacji całkowitej $\langle c+a \rangle$ dysocjuje na dyslokacje parcjalne. Jednym z produktów tej reakcji jest osiadła (*ang. sessile*) dyslokacja $\langle a \rangle$ oraz poślizgowa (*ang. glissile*) dyslokacja $\langle c \rangle$. Zakładając poślizgową naturę dyslokacji całkowitej $\langle c+a \rangle$, obecność osiadłego segmentu w postaci dyslokacji parcjalnej $\langle a \rangle$ powoduje makroskopowy wzrost naprężenia wymaganego do aktywacji tego systemu. Ponadto, na segmencie śrubowym dyslokacji $\langle c+a \rangle$ wymuszany jest podwójny poślizg poprzeczny (*ang. double cross-slip*), który również wymaga większego naprężenia [54]. Niemniej, po przekroczeniu temperatury granicznej, w okolicy 400K , wartość CRSS dla systemów piramidalnych II zaczyna spadać, co stopniowo ułatwia ich aktywację. Warto zauważyć, iż wyniki obliczeń za pomocą modeli zupełnie nie przewidują tego typu zachowania. W zakresie temperatur $100\div 300\text{K}$, odkształcenie plastyczne zdaje się być zdominowane przez mechanizmy, które nie wykazują szczególnej wrażliwości na zmiany temperatury (system bazalny oraz bliźniakowanie $\{10\bar{1}2\}$). W połączeniu ze zdecydowanie najwyższymi wartościami CRSS dla systemów piramidalnych II $\langle c+a \rangle$ oraz pryzmatycznych $\langle a \rangle$ można założyć, iż inicjacja odkształcenia plastycznego w tych systemach będzie znacząco utrudniona. Istnieją badania wskazujące, że w zakresie temperatur $4,2\div 78\text{K}$, systemy piramidalne II $\langle c+a \rangle$ również wykazują anormalny wzrost wartości CRSS (wyższe w 78K niż w $4,2\text{K}$). Badania te jednak były prowadzone na monokryształach Mg w warunkach uprzywilejowanego poślizgu w tych systemach [55].

1.1.4 Wpływ dodatków stopowych na aktywność poślizgu i bliźniakowania w magnezie

Modyfikację właściwości magnezu poprzez dodawanie pierwiastków stopowych można rozpatrywać przez zwiększenie lub zmniejszenie prawdopodobieństwa uruchomienia konkretnych mechanizmów odkształcenia (poślizgu/bliźniakowania). Wprowadzając do roztworu atomy obce o innym promieniu atomowym, mo-

System odkształcenia	Mg	Mg-Al(1% at.)	Mg-Zn(1% at.)
Poślizg bazalny $\langle a \rangle$	0,7	2,7	4,0
Poślizg przyrmatyczny $\langle a \rangle$	40	38	38
Bliźniakowanie $\{10\bar{1}2\}$	10	10	10

Tabela 1.3: Wartości krytycznego naprężenia ścinającego CRSS (w MPa) w monokryształach dla poślizgu bazalnego, przyrmatycznego i bliźniakowania $\{10\bar{1}2\}$ w magnezie i wybranych stopach [22, 40].

żemy powodować lokalne rozpychanie lub skurcz sieci, a to prowadzi do odejścia od stosunku c/a czystego metalu w stronę wyższych lub niższych wartości. Analizując wartości CRSS dla monokryształu Mg zawarte w tabeli 1.3 można zauważyć, iż dodatek glinu lub cynku na poziomie 1% at. powoduje wzrost naprężenia krytycznego niezbędnego do uruchomienia poślizgu w płaszczyźnie bazalnej oraz jego spadek w przypadku poślizgu w systemie przyrmatycznym. Na tej podstawie można wnioskować, że zarówno atomy Al i Zn powodują skrócenie komórki wzdłuż osi c , a niebazalny poślizg będzie bardziej prawdopodobny. Jednak w rzeczywistości sytuacja jest dużo bardziej skomplikowana. Przede wszystkim w większości przypadków mamy styczność z materiałem polikrystalicznym, gdzie dużą rolę odgrywają granice ziaren (np. w kontekście zarodkowania i propagacji bliźniaka). Miejscowe obszary koncentracji naprężeń mogą też w pewnym stopniu wpływać na naprężenia wewnątrz pojedynczego ziarna. Wpływ pierwiastków stopowych na aktywność poszczególnych mechanizmów odkształcenia ma więc charakter dużo bardziej złożony i obejmuje ponadto szereg zjawisk związanych m. in. z obecnością różnego rodzaju wydzieleni czy zmianą energii błędu ułożenia (EBU).

Zdecydowanie największą grupę stopów magnezu stanowią stopy z dodatkiem glinu i cynku (seria AZ i ZK) lub manganu (seria AM). Stopy tych serii w głównej mierze posiadają wyższe właściwości wytrzymałościowe w porównaniu do czystego magnezu. Według [56] dyslokacje bazalne $\langle a \rangle$ układają się w niskoenergetycznych obszarach pomiędzy atomami domieszek. Potrzebne więc jest wyższe naprężenie, aby te dyslokacje „ruszyć” i rośnie ono wraz z zawartością dodatków. Stopy te nadają się również do obróbki cieplnej jednak nie jest ona tak efektywna jak w przypadku stopów aluminium. Jednym z powodów jest bardzo niekorzystna geometria wydzieleni, która nie zapewnia dostatecznie silnego efektu utrudnienia ruchu dyslokacji w bazalnych systemach łatwego poślizgu [57]. Istnieją jednak badania stwierdzające, iż wydzielenia te mogą ograniczać aktywność bliźniakowania [58, 59, 60]. Samo bliźniakowanie z kolei może prowadzić do poprawy plastyczności w stopach tych serii poprzez chociażby rotację sąsiednich ziaren i osłabienie tekstury [30, 61]. Z drugiej strony wiele wysiłku podejmowanego jest w celu poprawy słabych właściwości plastycznych magnezu, wynikających z małej liczby dostępnych mechanizmów odkształcenia w temperaturze otoczenia. Grupą stopów wykazujących bardzo duży potencjał w tym zakresie niewątpliwie jest cała gama stopów oparta o metale ziem rzadkich (RE). Stopy grupy Mg-RE generalnie wykazują podwyższoną aktywność dyslokacji typu $\langle c+a \rangle$, a zjawisko to jest tłumaczone modyfikacją EBU przez atomy domieszek [62, 63, 64, 65] lub bardziej prawdopodobny poślizg poprzeczny na płaszczyznach niebazalnych [66, 67]. Bliźniakowanie w stopach Mg-RE wydaje się być ograniczone do bliźniaków rozciągania, co tłumaczone jest zmniejszonym stosunkiem c/a w tych stopach [68]. Badania w tym zakresie pozostają jednak mocno ograniczone. Stopy Mg-RE ponadto cechują się dobrą wytrzymałością i stabilnością temperaturową [69].

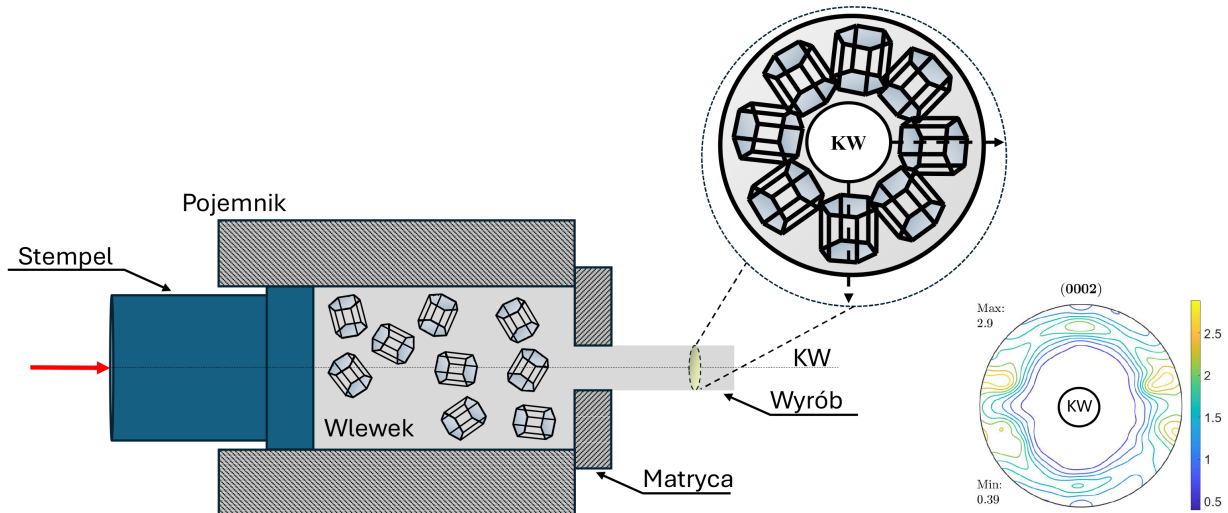
1.2 Tekstura w materiałach heksagonalnych

Obserwowane makroskopowo właściwości polikrystalicznego ciała stałego zależą od cech pojedynczych krystalitów (ziaren) wchodzących w jego skład. Jedną z właściwości, którą posiada każde ziarno, jest jego orientacja krystalograficzna względem sąsiadów. W ujęciu makroskopowym orientacja wszystkich ziaren w materiale powinna być przypadkowa i tak samo prawdopodobna. W warunkach rzeczywistych, zjawiska związane z krystalizacją, kształtowaniem plastycznym czy obróbką cieplną powodują rotację płaszczyzn krystalograficznych do nowych, bardziej stabilnych konfiguracji. Zatem, o teksturze w materiale polikrystalicznym można mówić, kiedy występuje nieprzypadkowy rozkład orientacji ziaren względem zewnętrznego układu odniesienia [70, 71]. W niniejszej pracy, tekstura krystalograficzna jest dyskutowana w kontekście przeróbki plastycznej, gdzie definicja zewnętrznego układu odniesienia zazwyczaj opiera się o kierunek działania zewnętrznej siły podczas operacji kształtowania plastycznego. Formowanie się tekstury podczas procesu wyciskania i jej reprezentacja w formie figury biegunowej (0002) schematycznie przedstawia Rysunek 1.6. Statystycznie równomiernie rozłożone ziarna w materiale wyjściowym, doznają rotacji wskutek odkształcenia plastycznego, co powoduje ich rotację w kierunku działającej siły zewnętrznej (w tym przypadku kierunku wyciskania KW). W konsekwencji, materiał po wyciskaniu cechuje się teksturą, w której większość komórek elementarnych jest zorientowana równolegle do kierunku wyciskania.

Silna tekstura rozwijająca się podczas przeróbki plastycznej materiałów heksagonalnych jest konsekwencją właściwości metali HCP dyskutowanych w poprzednich sekcjach. Mała liczba dostępnych systemów łatwego poślizgu dyslokacji oraz fakt, iż większość z nich operuje w płaszczyźnie podstawy słupa heksagonalnego powoduje ich silną rotację. Bliźniakowanie z kolei powoduje reorientację sieci krystalograficznej, a jego duża aktywność podczas odkształcenia w temperaturze pokojowej zmienia orientację istotnej objętości ziaren [72].

Tak jak w przypadku preferencyjnych systemów poślizgu i bliźniakowania, również powstawanie tekstury w metalach HCP jest powiązane z ilorazem stałych sieciowych (stosunkiem c/a). Metale o stosunku c/a bliskim idealnego (np. Mg, $c/a = 1,624$) posiadają teksturę, w której większość płaszczyzn bazalnych komórek elementarnych jest zorientowana równolegle do kierunku zewnętrznego obciążenia [73, 74, 71]. Metale HCP o stosunku wyższym niż idealny (np. Zn, $c/a = 1,856$), ze względu na uprzywilejowany poślizg piramidalny wykazują tekstury, w których bieguny płaszczyzn bazalnych są przesunięte w stronę kierunku walcowania/wyciskania [75, 76]. Z drugiej strony w metalach o niższej wartości c/a (np. Ti, $c/a = 1,587$), ułatwiony poślizg w systemach przyzmatycznych powoduje przesunięcie biegunów w stronę kierunku poprzecznego [77].

Nie należy pomijać wpływu dodatków stopowych na procesy formowania się tekstury podczas procesów przeróbki plastycznej. Generalnie, popularne stopy, w których głównym dodatkiem stopowym jest glin lub cynk nie wykazują efektu osłabienia tekstury wyrobów i cechują się one silną, bazalną teksturą [78]. Liczne badania wskazują jednak, że stopy z metalami ziem rzadkich rozwijają zdecydowanie słabszą teksturę, a produkty wykonane z tych stopów cechują się zdecydowanie mniejszą anizotropią właściwości [13, 79, 80, 81]. Ich wadą jest natomiast wysoka cena. Alternatywą w tym kontekście zdaje się być wapń, którego dodatek do konwencjonalnych (tańszych) stopów również może ograniczać powstawanie tekstury [82, 83].



Rysunek 1.6: Schematyczne przedstawienie procesu wyciskania. Formowanie się tekstury wyrobu zostało przedstawione za pomocą modelowych komórek elementarnych oraz przykładowej figury biegunowej (0002). Przedstawiona tekstura powstała podczas odkształcenia jest charakterystyczna dla metali heksagonalnych o ilorazie stałych sieciowych c/a bliskich idealnej (m. in. Mg, $c/a = 1,624$).

1.3 Wpływ wielkości ziarna na właściwości materiałów metalicznych

1.3.1 Zależność Halla-Petcha

Pierwszym skojarzeniem przychodzącym na myśl przy dyskusji o wpływie wielkości ziarna na właściwości materiałów metalicznych jest tzw. zależność Halla-Petcha. W latach pięćdziesiątych XX w. Hall przedstawił wyniki badań, na podstawie których wnioskował, że dolna granica plastyczności stali jest związana z jej wielkością ziarna [85]. Opisaną przez Halla zależność rozwinął Petch [86], który wysunął pogląd, iż wewnątrz ziaren istnieją źródła Franka-Reada (FR), z których następuje emisja dyslokacji. Finalnie sformułował równanie, które wiąże granicę plastyczności σ_y z wielkością ziarna d :

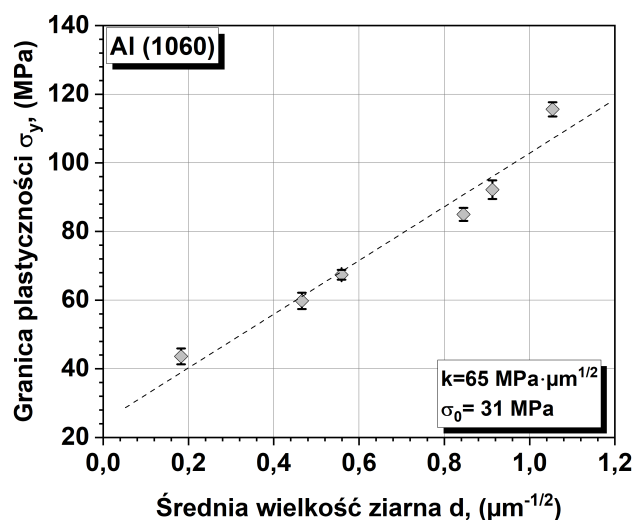
$$\sigma_y = \sigma_0 + k \frac{1}{\sqrt{d}} \quad (1.3)$$

gdzie k i σ_0 są stałymi powiązаныmi m. in. z mikrostrukturą materiału i można je wyznaczyć ekstrapolując dane eksperymentalne. Stała k jest co do wartości równa nachyleniu ekstrapolowanej prostej, a σ_0 wartości punktu jej przecięcia z osią „y” (Rysunek 1.7). Stała σ_0 , w literaturze jest określana jako **naprężenie tarcia sieci** (*ang. friction stress*). Naprężenie to można rozbić na trzy składowe:

$$\sigma_0 = \sigma_{CRSS} + \sigma_p + \Delta\sigma_s \quad (1.4)$$

gdzie: σ_{CRSS} - jest powiązana z wartością krytycznego naprężenia ścinającego (CRSS) dominującego systemu poślizgu, σ_p - naprężenie szczątkowe (*ang. residual stress*) związane z przeróbką termomechaniczną, $\Delta\sigma_s$ - człon uwzględniający umocnienie roztworowe [87].

Stała k w równaniu 1.3 jest określana jako **współczynnik koncentracji naprężeń** (w literaturze spotyka się

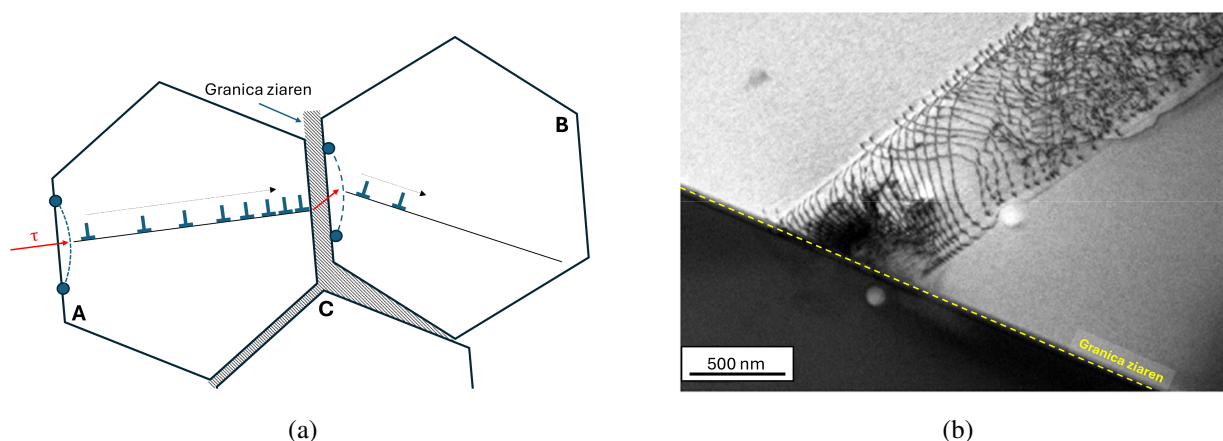


Rysunek 1.7: Przykładowa zależność Halla-Petcha wyznaczona w oparciu o dane eksperymentalne uzyskane w próbie jednoosiowego rozciągania Aluminium serii 1060 o średniej wielkości ziarna w zakresie 30 do 0,9 μm w temperaturze otoczenia [84].

również określenia **współczynnik umocnienia granicami ziaren** lub **parametr Petcha**). Jej wartość jest silnie powiązana z wieloma czynnikami, w tym z teksturą, wielkością ziarna oraz kierunkiem obciążenia [88]. Czynniki te wspólnie determinują aktywację konkretnych mechanizmów odkształcenia podczas deformacji plastycznej, co jest szczególnie istotne w przypadku materiałów o ograniczonej liczbie możliwych systemów łatwego poślizgu, takich jak Mg i jego stopy. Z tego względu zagadnienie to zostało szerzej omówione w dalszej części pracy.

Istotnym czynnikiem mającym wpływ na parametr k jest temperatura, a badania eksperymentalne prowadzone na stopie Mg-5%Ti wskazują, że jego wartość (nachylenie) maleje z poziomu około 354 do 131 $\text{MPa } \mu\text{m}^{1/2}$ wraz ze wzrostem temperatury z -196°C do 147°C . Ponadto, bardzo podobne zależności obserwowano dla czystego magnezu [89].

Znaczący wpływ na wartość k mają również parametry stricte materiałowe, takie jak energia granicy ziaren, ich struktura oraz skłonność do dyfuzji. Interakcje między granicami ziaren a dyslokacjami obejmują zjawiska takie jak zarodkowanie, anihilacja oraz transmisja dyslokacji [90]. Gdy dyslokacja zbliża się do granicy ziarna, energia zgromadzona w jej obszarze osiąga wartość maksymalną, a następnie spada po przeniesieniu poślizgu do sąsiedniego ziarna. Wartość tej energii określa się jako barierę energetyczną E dla transmisji poślizgu przez granicę ziarna. Wykazano istnienie ścisłej, odwrotnie proporcjonalnej zależności pomiędzy barierą energetyczną E , a statyczną energią granicy ziarna E_{GB} w metalach RSC. Relację tę opisuje równanie: $E = 2,8 \times 10^{13} (E_{GB})^{-0,6}$ [91]. W przypadku Mg i jego stopów istnieją wyniki badań sugerujące, że niska energia granicy ziarna utrudnia bliźniakowanie. Ponadto energia ta może być zredukowana poprzez wprowadzenie odpowiednich dodatków stopowych [92, 93]. Wpływ koherentności granic ziaren oraz ich podatności na dyfuzję nie został dotychczas dokładnie zbadany w kontekście Mg i jego stopów. Jednak na podstawie przeglądowej pracy [88] można wysunąć wniosek, że granice ziaren o bardziej uporządkowanej strukturze, niższej energii i mniejszej dyfuzyjności mają większą zdolność do utrzymywania wysokich kon-



Rysunek 1.8: (a) Schematyczne przedstawienie modelu spiętrzania się dyslokacji na granicy ziaren (wg. [88]). Pod wpływem naprężenia τ następuje emisja dyslokacji ze źródła w obrębie ziarna A. W konsekwencji, powstaje ich spiętrzenie w pobliżu granicy ziaren, a na szczycie naprężenie, które po przekroczeniu krytycznej wartości może spowodować emisję dyslokacji w sąsiadującym ziarnie B (b) Interakcja (spiętrzenie) dyslokacji z dwóch systemów poślizgu z granicą ziarna w stali nierdzewnej typu 304 [84]. Zdjęcie wykonane za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM).

centracji naprężeń. W rezultacie materiały o takich właściwościach mogą charakteryzować się wyższymi wartościami k .

Przez dekady powstało wiele modeli opisujących relację pomiędzy granicą plastyczności a wielkością ziarna. Początkowo zakładano, iż umocnienie wynikające z redukcji średniej wielkości ziarna jest konsekwencją spiętrzania się dyslokacji (*pile-up*) i to właśnie te modele były w pierwszej kolejności intensywnie rozwijane. Klasyczna teoria Halla-Petcha zakłada, że granice ziaren stanowią przeszkodę dla ruchu dyslokacji i powodują ich spiętrzenie. Wynika to z tego, że dyslokacje w większości przypadków nie są w stanie ich pokonać (wyjątek stanowią granice koherentne). Po przekroczeniu pewnej wartości naprężenia na szczycie spiętrzenia, następuje emisja dyslokacji do ziaren sąsiednich. Opis ten zakłada, że wytrzymałość jest zależna od wielkości ziarna, ponieważ małe ziarno ogranicza rozmiar powstających spiętrzeń powodując, że naprężenie konieczne do zapoczątkowania emisji dyslokacji w sąsiednich ziarnach jest wyższe [85, 86]. Istotnym uzupełnieniem tego opisu jest zaproponowany przez Cottrella [94] model zakładający, że spiętrzenia dyslokacji generują naprężenie, które może aktywować źródła Franka-Reada w ziarnie sąsiednim (Rysunek 1.8a). W ten sposób klasyczna teoria została „domknięta”, ponieważ tłumaczyła zarówno proces spiętrzania oraz propagacji dyslokacji i makroskopowe odkształcenie materiału.

Kolejne rozwinięcia modelu *pile-up* wprowadzają do równania 1.3 człony, które pozwalają na fizyczną interpretację roli parametru k w oryginalnym równaniu. Armstrong [95] postulował, że źródło FR może znajdować się w innym systemie poślizgu niż spiętrzenie dyslokacji. Do równania 1.3 wprowadził czynnik Taylora. Z kolei Smith [96], rozwinął tę teorię i zastąpił czynnik Taylora, czynnikami mikro i makroorientacji krystalograficznej postulując wpływ mikrotekstury na aktywację źródeł emitujących dyslokacje. Kolejne prace [97, 98] dyskutowały zagadnienia związane z ograniczonym dystansem operowania źródeł dyslokacji

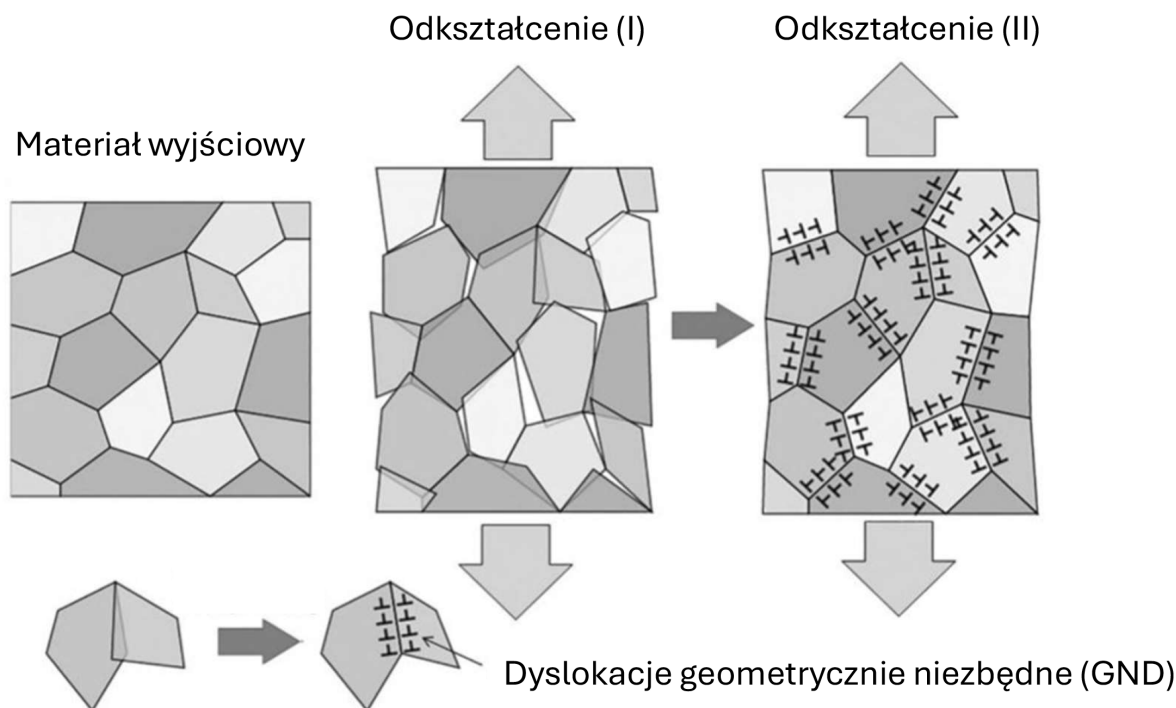
oraz ich podatność na tak zwane naprężenia wsteczne (*ang. backstresses*) mogące negatywnie wpływać na emisję nowych defektów. Nazarov z kolei postulował umacnianie się granic ziaren [99].

Podstawową wadą modelu spiętrzeń dyslokacji jest brak bezpośredniego dowodu na związek wielkości ziarna z długością spiętrzenia. Ponadto wymagał on założenia, że naprężenie krytyczne potrzebne do emisji dyslokacji przez spiętrzenie jest stałe. Nowa klasa modeli powstała w oparciu o wyniki badań doświadczalnych, gdzie powiązano gęstość dyslokacji ρ z wielkością ziarna. Model gęstości dyslokacji zaproponowany przez Li [100] opierał się na założeniu, że emisja dyslokacji jest możliwa na krawędziach granic ziaren (*ang. grain boundary ledges*) i można sprowadzić go do równania:

$$\sigma = \sigma_0 + M\alpha Gb\rho^{-1/2} \quad (1.5)$$

gdzie: M - czynnik Taylora, G - moduł Kirchhoffa, α - stała materiałowa. Sprowadzając człon $M\alpha Gb$ w równaniu 1.5, do postaci jednej stałej k oraz biorąc pod uwagę proporcjonalność $\rho \simeq d^{-1}$ okazuje się, że równanie przyjmie postać tożsamą z równaniem 1.3. W konsekwencji zarówno model gęstości dyslokacji i model spiętrzeń, pozwala na wyznaczenie liniowej zależności pomiędzy naprężeniem płynięcia σ , a wielkością ziarna d , skutecznie odzwierciedlając dane eksperymentalne. Model gęstości dyslokacji jest jednym z kilku tzw. modeli umocnieniowych (*ang. work-hardening*).

Innym reprezentantem tej grupy jest model Ashby'ego [101], zakładający istnienie geometrycznie niezbędnych dyslokacji (*ang. geometrically necessary dislocations, GND's*). Koncept ten wnosi, że deformacja



Rysunek 1.9: Schematyczne przedstawienie modelu GND. Odształcenie plastyczne odbywa się w dwóch etapach. (I) Odształcenie plastyczne i emisja dyslokacji w systemach poślizgu zgodnie z prawem Schmid-Boasa, (II) utworzenie GND zapewniających kompatybilność materiału. Schemat zaadaptowany z [102].

w materiale polikrystalicznym odbywa się dwuetapowo (Rysunek 1.9). Etap I obejmuje odkształcenie w systemach poślizgu zgodnie z prawem Schmid-Boasa tworząc tak zwane dyslokacje statystycznie rozłożone

(ang. *statistically stored dislocations, SSDs*) [103, 104]. Odształcenie poprzez emisję tylko i wyłącznie SSDs prowadzi do powstawania w materiale różnego rodzaju nieprawidłowości takich jak nachodzenie ziaren (ang. *overlapping*) czy powstawanie pustek (ang. *voids*). W celu zapewnienia spójności materiału podczas odkształcenia, w etapie II, w obszarach przy granicach ziaren powstają układy dyslokacji (GNDs), które pełnią rolę dodatkowych płaszczyzn, na których znajdują się atomy. Nie przenoszą one odkształcenia, stanowią przeszkodę dla ruchu „normalnych” dyslokacji, zatem mają swój udział w umocnieniu materiału [105]. W modelu Ashby’ego całkowita gęstość dyslokacji ρ jest sumą obydwu typów dyslokacji (SSD i GND), a gęstość GNDs jest powiązana ze średnią wielkością ziarna d poprzez zależność:

$$\rho_{GND} \approx \varepsilon/4db \quad (1.6)$$

gdzie: ε - makroskopowe odkształcenie plastyczne, b - wektor Burgersa.

Po podstawieniu równania 1.6 do 1.5 otrzymujemy zależność,

$$\sigma \approx \sigma_0 + \alpha Gb\sqrt{\rho_{GND} + \rho_{SSD}} \quad (1.7)$$

która dla małych odkształceń plastycznych może przyjąć formę:

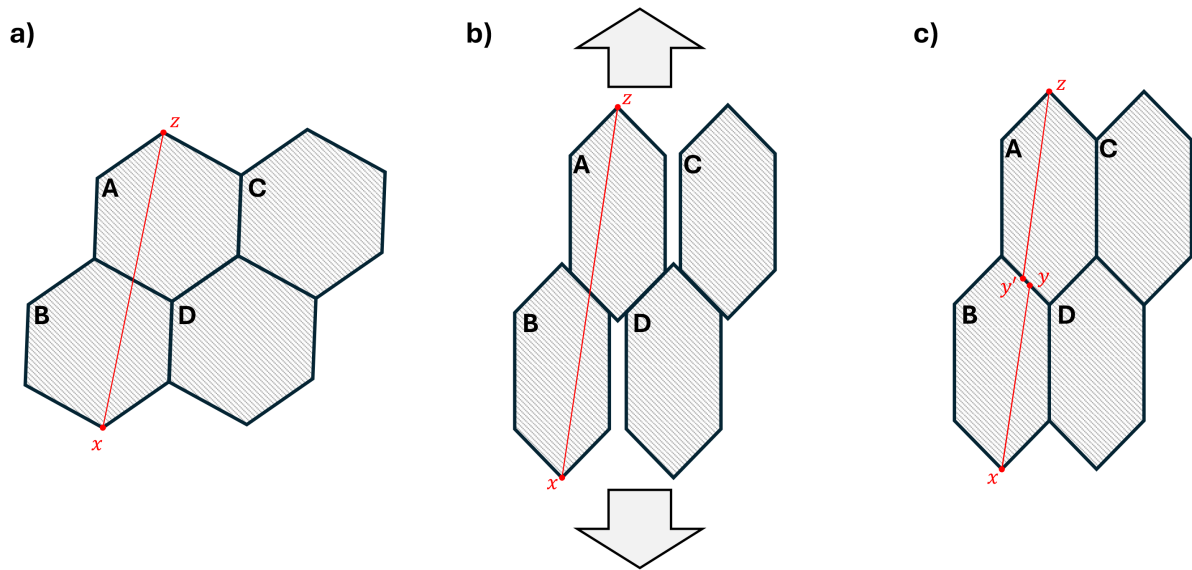
$$\sigma \approx \sigma_0 + \alpha G\sqrt{b\varepsilon/4d} \quad (1.8)$$

i w sposób liniowy łączy naprężenie płynięcia z wielkością ziarna. Ponadto, model ten wiąże stałą k , z wartością makroskopowego odkształcenia plastycznego ε [106], a gęstość dyslokacji ρ_{GND} można skutecznie oszacować w oparciu o wyniki pomiarów EBSD [107].

Ważną grupę modeli stanowią tzw. modele kompozytowe (ang. *composite*), które traktują każde ziarno jako agregat składający się z (i) wnętrza ziarna oraz (ii) otoczenia granicy ziaren [108, 109]. Thompson [108] postulował, że dyslokacje zachowują się inaczej w środku ziarna niż na jego krawędziach (w obszarach granic ziaren), a jego model dobrze odwzorowywał dane eksperymentalne uzyskane m. in. dla mosiądzu, miedzi i aluminium. Koncepcja ta została rozwinięta przez Meyersa i Ashwortha [109]. Założono, że różnica w sprężystości sąsiadujących ziaren powoduje wzrost naprężenia w pobliżu granic i emisję dyslokacji w tych obszarach. Zarówno obszar wewnętrzny jak i granica ziarna akumulują defekty w inny sposób (z różną prędkością), wykazując różny stopień umocnienia. Tym samym, makroskopowo obserwowana granica plastyczności powinna być rozpatrywana jako średnia wytrzymałość rdzenia (wnętrza ziarna) i obszaru granic ziaren. Zaproponowany model dobrze odwzorowywał dane eksperymentalne uzyskane dla polikrystalicznego niklu o wielkości ziarna wchodzącej w zakres poniżej 1 μm . Istnieją opracowania stwierdzające, że przy opisie zachowania materiałów o średniej wielkości ziarna w zakresie od 100 nm do 1 μm , modele kompozytowe są najbardziej precyzyjne [110, 111].

Zależność Halla-Petcha w materiałach drobno i ultra-drobndziarnistych

Rozwój zaawansowanych technik produkcyjnych i możliwość prowadzenia badań na materiałach o silnie rozdrobnionej mikrostrukturze wymusiły weryfikację istniejących dotychczas modeli opisujących zależność Halla-Petcha. Początkowo, wysoką wytrzymałość materiałów tuż na początku zakresu nanometrycznej wielkości ziarna (ok. 100 nm) łączono ze zwiększoną objętością granic ziaren, które naturalnie stanowią



Rysunek 1.10: Poślizg po granicach ziaren w materiale polikrystalicznym (wg. [116]). Pod wpływem naprężenia zewnętrznego, ziarna wydłużają się w kierunku działającej siły **b)**. Następnie, przesuwają się wzdłuż wspólnej granicy w celu zniwelowania pustek powstałych w materiale **c)**. W wyniku aktywności GBS, prosta x-z w materiale wyjściowym ulega rozdzieleniu na odcinki x-y oraz y'-z.

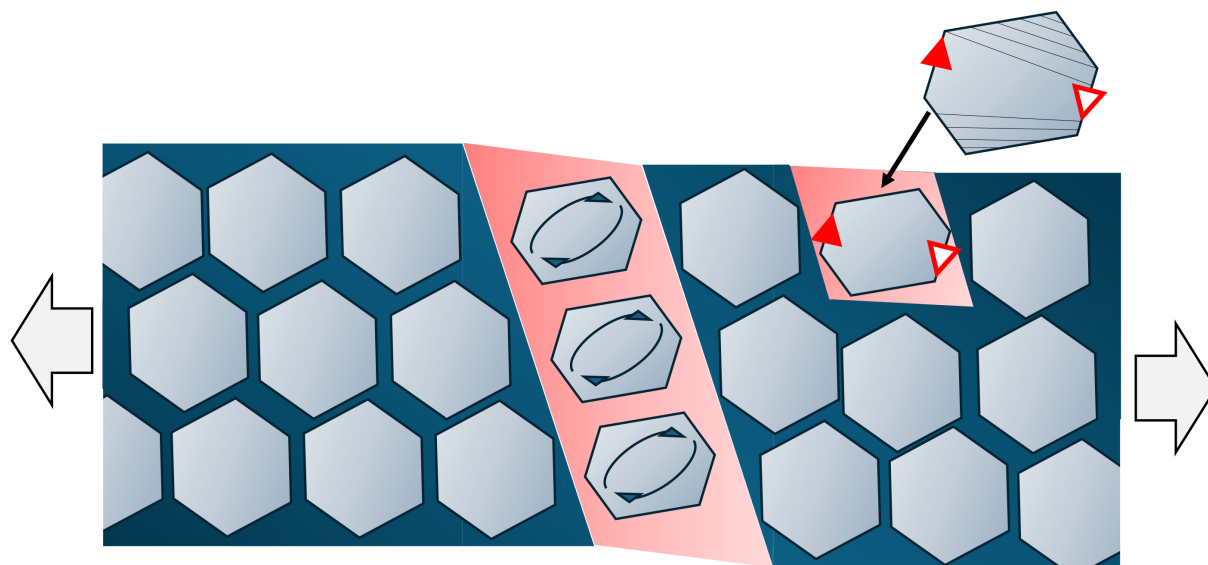
przeszkody dla ruchu dyslokacji. Szybko okazało się jednak, że wraz z dalszym rozdrabnianiem mikrostruktury, wyniki badań eksperymentalnych coraz bardziej wyczerpują formułę liniowej zależności Halla-Petcha i wskazują na jej załamanie. Z czysto fizycznego punktu widzenia, załamanie reakcji Halla-Petcha (*ang. Hall-Petch breakdown*) jest zjawiskiem, które przewidywano dość wcześnie. Przykładowo, wolfram o wielkości ziarna ok. 10 nm wykazywałby wytrzymałość przekraczającą 10 GPa, czyli powyżej wytrzymałości teoretycznej (w strukturze idealnej, bez defektów sieci krystalicznej) [106]. Na eksperymentalne potwierdzenie tej tezy trzeba było poczekać, aż powstaną metody umożliwiające produkcję takich (drobnokrystalicznych) materiałów, a pierwsze wyniki badań, sugerujące spadek wytrzymałości (w tym konkretnym przyp. twardości) materiału wraz z rozdrobnieniem jego mikrostruktury, zostały opublikowane w 1989 roku [112]. Eksperymenty były prowadzone na miedzi i palladzie w dwóch zakresach wielkości ziarna: (i) $25 \div 4 \mu\text{m}$ oraz (ii) $16 \div 6 \text{ nm}$. Zarówno Cu i Pd wykazały liniowy wzrost wytrzymałości wraz ze zmniejszaniem wielkości ziarna w zakresie (i) oraz jej spadek w zakresie (ii). Badania te zostały uzupełnione przez Fougera [113], który potwierdził załamanie zależności HP po osiągnięciu pewnej krytycznej wielkości ziarna, jednak stwierdził, że konkretne wartości naprężenia uplastyczniającego mogą zależeć od metody wytwarzania materiału. Obecnie przyjmuje się, że dla większości metali odwrócenie zależności Halla-Petcha może występować w zakresie wielkości ziarna od $10 \div 50 \text{ nm}$ [114, 115].

W odpowiedzi na empiryczne potwierdzenie występowania odwrotnej zależności HP w różnych metalach i stopach, należało określić mechanizm odkształcenia odpowiedzialny za występowanie tego efektu. W pierwszej kolejności należy wymienić poślizg po graniach ziaren (*ang. grain boundary sliding, GBS*), który najczęściej jest dyskutowany w literaturze w kontekście odkształcenia wysokotemperaturowego i zjawiska nadplastyczności. Wynika to z tego, że w podwyższonych temperaturach istnieje wyższe prawdo-

podobieństwo zachodzenia procesów dyfuzyjnych w reakcji na zewnętrzny układ naprężeń. Przyjmuje się, że ziarna ulegają wydłużeniu w kierunku działającej siły poprzez mechanizmy pełzania dyfuzyjnego (Coble'a i/lub Herringa-Nabarro) czego konsekwencją jest powstawanie pustek w materiale. Pustki te są niwelowane między innymi poprzez uruchomienie poślizgu po granicach ziaren (efekt ponownego „zejścia się” ziaren przedstawiono schematycznie na rysunku 1.10) [117, 118]. Według niektórych źródeł możemy wyróżnić dwa typy poślizgu po granicach ziaren: (i) Rachingera (sprężysty) oraz (ii) Lifshitz'a (dyfuzyjny) [119]. Istotną różnicą pomiędzy nimi jest fakt, iż aktywacja GBS o charakterze dyfuzyjnym nie wymaga aktywności dodatkowych procesów akomodacyjnych w celu zachowania spójności materiału. Makroskopowe przesunięcie ziaren względem siebie, które możemy obserwować za pomocą technik mikroskopowych jest takie samo, niezależnie od operującego typu GBS co dodatkowo utrudnia jego identyfikację.

Przez lata wykształciło się wiele modeli opisujących zjawisko poślizgu po granicach ziaren. Klasyczna teoria (model) zakłada termicznie aktywowane odkształcenie zachodzące w obszarze granic ziaren i wywodzi się z modeli spiętrzeń dyslokacji. Przyjmuje się, że w materiałach o ultradrobnoziarnistej strukturze ziarno jest tak małe, że w jego obrębie dyslokacje nie są w stanie się spiętrzać [120], a Nieh [121] postulował, że istnieje graniczny rozmiar ziarna po osiągnięciu którego w danym ziarnie może znajdować się tylko jedna dyslokacja. Rosnący udział objętościowy granic ziaren powoduje, że większość odkształcenia jest realizowana właśnie w ich obszarze. Model ten nie zakładał niekompatybilności odkształcenia plastycznego [122]. Inny model z grupy „dyslokacyjnych” został wprowadzony w oparciu o obserwacje odkształcenia plastycznego in-situ niektórych metali (Ni, Cu, Al) o nanokrystalicznej strukturze. Badania te wskazują na istotne różnice w sposobie akumulacji dyslokacji w porównaniu do struktury gruboziarnistej. W próbkach o wielkości ziarna równej ok. 10 nm dyslokacje emitowane podczas odkształcenia plastycznego nie spiętrzają się, lecz są szybko absorbowane przez sąsiednie granice ziaren. Mechanizm ten znajduje potwierdzenie w pomiarach gęstości dyslokacji. Wartość ta maleje lub jest stała już w materiałach o średniej wielkości ziarna ok. 100 nm co może powodować załamanie zależności HP lub zmianę (spadek) jej nachylenia. Powyższe badania posłużyły do stworzenia modelu zarodkowania dyslokacji (*dislocation - nucleation model*) wprowadzonego przez Asaro [123]. Model ten zakłada m. in. emisję błędów ułożenia do przestrzeni między ziarnami (granic) i jest skuteczny dla materiałów o średniej wielkości ziarna do ok. 10 nm. Spójność materiału jest zapewniana poprzez mechanizmy akomodacyjne: emisję dyslokacji z punktów potrójnych (miejsca styku trzech ziaren) lub w procesach dyfuzyjnych [110].

Poza modelami opartymi o analizę szeroko pojętego zachowania się dyslokacji, dosyć wcześnie wykształciły się modele zakładające aktywację procesów dyfuzyjnych (*ang. grain boundary diffusion*) [124, 125] i są one bardzo istotnym uzupełnieniem GBS. Czerpią one między innymi z dyskutowanych wcześniej modeli kompozytowych traktujących materiał polikrystaliczny jako kompozyt składający się z obszarów wewnątrz ziaren oraz granic pomiędzy nimi. W tym kontekście granice są obszarami, w których łatwo zachodzi pełzanie typu Coble'a i właśnie w ten sposób realizowana jest część odkształcenia plastycznego. Wydaje się, że najbardziej prawdopodobna jest konkurencja klasycznego GBS i procesów dyfuzyjnych, co postulował Pande [122]. Pogląd ten wynika z tego, iż w materiałach o wielkości ziarna poniżej ok. 10 nm modele dyfuzyjne lepiej odzwierciedlają wyniki danych eksperymentalnych. Przyjęto, że materiały o relatywnie dużej wielkości ziarna spełniają zależność Halla-Petcha (równanie 1.3). W materiałach o nanometrycznej



Rysunek 1.11: Schemat przedstawia zaproponowany przed Ovid’ka mechanizm rotacyjnego odkształcenia materiałów o nanokrystalicznej strukturze pod wpływem zewnętrznego naprężenia. Rotacja ziaren jest wywołana ruchem dipoli dysklinacji (trójkąty). Przemieszczając się, dipole rotują sieć krystaliczną (przykładowe płaszczyzny oznaczono jako czarne linie) w obrębie ziarna. Zaadaptowano z [126].

wielkości ziarna (rzędu kilku nanometrów) pełzanie Coble’a jest mechanizmem dominującym. Natomiast w materiałach o „pośredniej” wielkości ziarna oraz ich silnym zróżnicowaniu, powyższe mechanizmy konkurują ze sobą.

Innym ciekawym mechanizmem odkształcenia materiałów ultra-drobnodziarnistych jest zaproponowany przez Ovid’ka model rotacyjny (*ang. grain rotation*) [126]. Model ten zakłada odkształcenie plastyczne poprzez rotację ziaren wywołaną istnieniem dipoli dysklinacyjnych (*ang. disclination*) w obrębie granic ziaren. Dysklinacja jest defektem liniowym, który w odróżnieniu od dyslokacji nie jest definiowany poprzez wektor przemieszczenia (wektor Burgersa), tylko poprzez wektor obrotu $\vec{\omega}$ [127]. Istnienie dipola, czyli pary dysklinacji powoduje rotację sieci krystalicznej pomiędzy nimi (Rysunek 1.11). Dipole mogą istnieć tylko wtedy jeżeli odległość między nimi jest wystarczająco mała. W materiałach nanokrystalicznych duża objętość granic ziaren gwarantuje możliwość powstawania dipoli, a w konsekwencji realizację odkształcenia plastycznego w ten sposób. Model ten nie wyklucza współistnienia innych mechanizmów dyskutowanych powyżej (choćby GBS).

Parametrami mającymi istotny wpływ na możliwość wystąpienia GBS podczas odkształcenia są temperatura oraz prędkość odkształcenia. Biorąc to pod uwagę należy podkreślić, że produkcja materiałów o możliwie najmniejszej wielkości ziarna nie zawsze jest rozwiązaniem optymalnym. Techniki umożliwiające silne rozdrobnienie mikrostruktury są zazwyczaj kosztowne lub ograniczone pod względem wydajności procesu. Zwiększona wytrzymałość wynikająca z umocnienia granicami ziaren, w większości zastosowań jest zjawiskiem korzystnym, lecz nie zawsze musi tak być. Materiały przeznaczone do pracy w warunkach wysokich temperatur są tutaj dobrym przykładem. W takich przypadkach nadrzędnym celem jest nie tyle

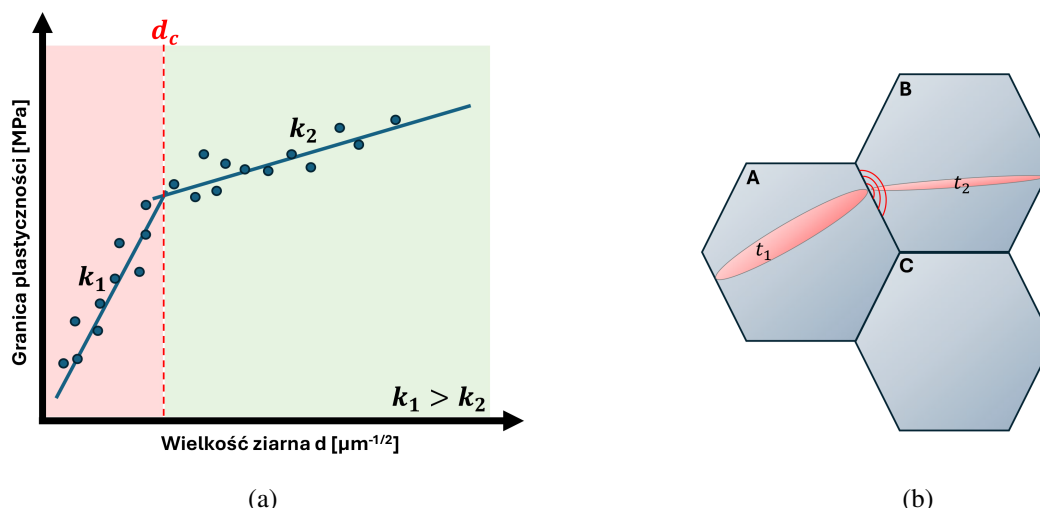
sama wytrzymałość, co jej temperaturowa stabilność. W tym kontekście zwiększona objętość granic ziaren w połączeniu z podwyższoną temperaturą i niską prędkością odkształcenia może prowadzić do fatalnych konsekwencji, takich jak przyspieszone pełzanie. Zjawisko to wynika z intensyfikacji międzykrystalicznej dyfuzji typu Coble'a, która jest także jednym z mechanizmów odpowiedzialnych za aktywację GBS. W konsekwencji, materiały pracujące w najbardziej ekstremalnych warunkach (np. łopatki turbin silników odrzutowych) często posiadają strukturę monokrystaliczną, co pozwala „wyeliminować” negatywny wpływ granic ziaren na wytrzymałość w wysokich temperaturach.

Z drugiej strony, intensywne badania są poświęcone zjawisku niskotemperaturowej nadplastyczności, gdzie szczególną popularnością cieszą się między innymi stopy aluminium [128]. Rozdrobnienie mikrostruktury materiału do takiego stopnia, że GBS zostanie aktywowany bez udziału temperatury (lub przy jej ograniczonym wpływie), może znacząco poprawić możliwości kształtowania plastycznego. Co więcej, może umożliwić produkcję wyrobów z materiałów, które z reguły są uznawane za trudno odkształcalne w konwencjonalnych procesach przeróbki plastycznej. Grupą materiałów wykazujących potencjał w tym zakresie są metale o strukturze heksagonalnej, w tym magnez i jego stopy.

1.3.2 Wpływ wielkości ziarna na aktywność poszczególnych mechanizmów odkształcenia w magnezie i jego stopach

W odróżnieniu od materiałów o regularnych sieciach krystalograficznych, metale heksagonalne są z reguły uznawane za materiały trudno odkształcalne (patrz Rozdział 1.1). Odejście od liniowej zależności Halla-Petcha i związany z tym efekt zwiększonej plastyczności, został zaobserwowany w czystym magnezie o wielkości ziarna w okolicach $1 \div 2 \mu\text{m}$ [129, 19] co jest wartością zdecydowanie wyższą chociażby w porównaniu do metali RSC/RPC. Zależność Halla-Petcha została pierwotnie sformułowana na podstawie wyników badań prowadzonych na stali. Ze względu na główny składnik stopowy, którym jest żelazo, stal z reguły (choć nie zawsze) jest ciałem izotropowym o regularnej sieci krystalograficznej. Zatem ewentualne zmiany w wartościach współczynnika koncentracji naprężeń k nie powinny zbytnio się różnić w zależności od warunków obciążenia. Niemniej nawet w metalach RSC (np. Ni), obserwowano wpływ tekstury na wartości stałej k , co tłumaczono m. in. wyższą skłonnością do emisji dyslokacji z obszarów granic ziaren [130]. W przypadku Mg i jego stopów, efekt ten jest jeszcze bardziej wyraźny, głównie ze względu na intensywne tekstury powstające podczas kształtowania plastycznego. Mimo wszystko, zależność Halla-Petcha pozostaje spełniona w szerokim zakresie wielkości ziarna, jednak wartości stałej k potrafią znacząco się od siebie różnić. Przyjmuje się, że za taki stan rzeczy jest odpowiedzialna aktywacja poszczególnych mechanizmów odkształcenia, a redukcja wartości k obserwowana jest zazwyczaj w materiałach, których tekstura faworyzuje poślizg w systemach bazalnych [88].

W magnezie i jego stopach często można zaobserwować, że w zakresie większych wielkości ziarna nachylenie prostej H-P (k) jest większe do pewnej granicznej wielkości, a następnie zmienia się — zmniejsza się lub załamuje. Schematycznie zostało to przedstawione na Rysunku 1.12a. Przykładowo, w rozciąganych próbkach ze stopu AZ31, wartość parametru k wynosi $130 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$ w zakresie wielkości ziarna od 17 do 30 μm i wzrasta do $700 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$ w zakresie od 30 do ok. 90 μm [43]. Efekt ten jest również widoczny podczas ściskania [131]. Powiązanie wartości stałej k w Mg z aktywnymi mechanizmami od-



Rysunek 1.12: (a) Schematyczne przedstawienie zmiany wartości parametru k w równaniu Halla-Petcha. W zakresie większych wielkości ziarna, prosta ekstrapolowana z danych eksperymentalnych, do pewnej granicznej wielkości (d_c) posiada nachylenie k_1 (obszar czerwony). Dalsze zmniejszanie wielkości ziarna (obszar zielony) powoduje, że nachylenie prostej przyjmuje inną wartość (k_2). W tym przypadku zmniejsza się. Dla stopów Mg przyjmuje się, iż duże nachylenie k_1 w zakresie większych wielkości ziarna, jest związane z aktywnością bliźniakowania. (b) Propagacja bliźniaka z ziarna A do ziarna B poprzez zarodkowanie z granicy ziaren (wg. [88]).

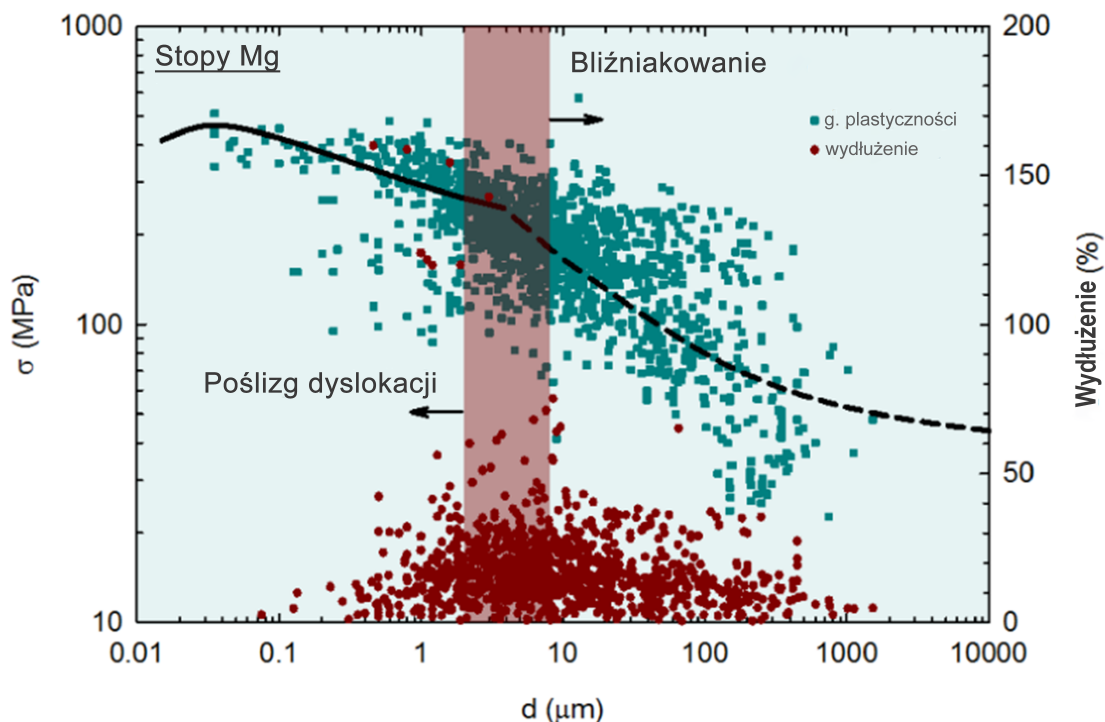
kształcenia wynika głównie z poglądu, że wielkość ziarna może istotnie wpływać na proces powstawania i propagacji bliźniaka [132, 133, 134]. W metalach HCP, ze względu na ograniczoną liczbę dostępnych systemów poślizgu, bliźniakowanie jest szczególnie uprzywilejowanym mechanizmem. Barnett [135] wysunął tezę, iż wpływ wielkości ziarna na powstawanie bliźniaków typu $\{10\bar{1}2\}$ może być dwójaki. Podobnie do modelu spiętrzania się dyslokacji, krawędź/czubek (*ang. tip*) bliźniaka oddziałuje na granice ziaren [88]. Obszar koncentracji naprężeń wzdłuż granic jest miejscem zarodkowania bliźniaka, co umożliwia jego propagację (Rysunek 1.12b). Większa objętość granic ziaren przekłada się zatem na więcej miejsc potencjalnej nukleacji. Z drugiej strony obecny jest pogląd, że istnieje granicznie mała wielkość ziarna przy której bliźniak nie jest w stanie się uformować.

Wpływ wielkości ziarna na aktywność bliźniakowania w różnych metalach i stopach jest tematem aktywnej debaty w środowisku naukowym. Dominuje pogląd zakładający spadek aktywności bliźniakowania wraz rozdrabnianiem mikrostruktury. Istnieją jednak wyniki symulacji odkształcenia plastycznego nanokrystalicznych metali RSC, które wskazują, że wraz ze zmniejszaniem d (do poziomu kilkudziesięciu nanometrów) bliźniakowanie jest coraz bardziej ułatwione, a następnie ponownie utrudnione ze względu na zbyt małą wielkość ziarna [136, 137, 138]. Można zatem postulować, że wraz z malejącą d , aktywność bliźniakowania początkowo maleje (zakres I), następnie rośnie (zakres II) i ponownie maleje (zakres III). Metale heksagonalne, w tym Mg i jego stopy zdają się wykazywać podobną tendencję. Wyniki badań eksperymentalnych [139, 140] wskazują, że zmniejszenie wielkości ziarna do poziomu kilku mikrometrów skutecznie ogranicza aktywność bliźniakowania (zakres I). Ponadto, eksperymenty na mikropilarach [141] oraz obserwacja relatywnie dużej objętości bliźniaków podczas odkształcenia niektórych metali i stopów HCP o na-

nokrystalicznej strukturze [142, 143] dowodzą, że mogą one również wykazywać zwiększoną tendencję do bliźniakowania przy nanometrycznej wielkości ziarna (zakres II i III).

W materiałach nie wykazujących tekstury, odkształcenie plastyczne powinno być praktycznie w całości kontrolowane przez poślizg w płaszczyźnie podstawy słupa heksagonalnego [144]. W rzeczywistości jednak, nawet tekstura o bardzo niskiej intensywności powoduje, że nie można pomijać roli poślizgu w płaszczyznach piramidalnych i przyzmatycznych (oraz bliźniakowania), ponieważ lokalna orientacja poszczególnych ziaren może faworyzować poślizg w tych właśnie systemach [145]. Teoretycznie, przy ekstremalnie rozwiniętej teksturze bazalnej (tzn. wszystkie ziarna zorientowane osią c komórki heksagonalnej prostopadle do kierunku działającej siły), poślizg bazalny nie byłby w ogóle możliwy ze względu na zerowy czynnik Schmid (równanie 1.2). W rzeczywistości, wartość CRSS dla systemu bazalnego jest tak niska w porównaniu do innych systemów, że nawet odchylenie o kilka stopni powoduje możliwość jego aktywacji w danym ziarnie. Jednym ze sposobów na określenie aktywności poszczególnych dyslokacji, jest analiza pasm poślizgu (*ang. slip trace analysis*). Wyniki takich badań przeprowadzonych na polikrystalicznym Mg o różnej wielkości ziarna (36 μm , 19 μm oraz 5 μm) wskazują, że podczas rozciągania próbki o $d = 36 \mu\text{m}$, 87% pasm pochodzi od niebazalnych (piramidalnych i przyzmatycznych) systemów poślizgu. W próbce o $d = 19 \mu\text{m}$, około 70% pasm pochodzi od systemu bazalnego, a wynik ten nie ulega większej zmianie w przypadku próbki o najbardziej rozdrobionej strukturze [146]. Należy zaznaczyć, że w materiale o mniejszych wielkościach ziarna obserwowano pasma lokalizacji odkształcenia, i to właśnie w tych obszarach stwierdzono największą aktywność poślizgu bazalnego. Ponadto, czynnikiem istotnie wpływającym na jego wzmożoną aktywność jest niski kąt dezorientacji pomiędzy sąsiednimi ziarnami ($\theta < 30^\circ$) co znacząco ułatwia proces propagacji dyslokacji. Autorzy sugerują też aktywację systemów piramidalnych, pomimo niskich wartości czynnika Schmid (*ang. non-Schmid activation*), która jest związana z odpowiedzią materiału na lokalne naprężenia przy granicach ziaren. Podobne wyniki uzyskano podczas ściskania, a podwyższona aktywność niebazalnych systemów odkształcenia w Mg o większej wielkości ziarna jest również zgodna z wynikami niektórych symulacji [74, 147].

Konkretne zakresy wielkości ziarna, w których może nastąpić ograniczenie aktywności lub całkowite wygaszenie jednego mechanizmu kosztem drugiego, jest uwarunkowane przez szereg czynników. W przypadku magnezu należy wymienić przede wszystkim: początkową teksturę wyrobu, kierunek obciążenia, dodatki stopowe, temperaturę i prędkość odkształcenia. Wszystko to powoduje, że ciężko jest ustalić pewne sztywne zakresy wielkości ziarna, w których możemy mieć pewność, że odkształcenie będzie realizowane poprzez ten czy inny mechanizm. Niemniej w literaturze podejmowane są takie próby. Przykładowo w przeglądowej pracy Carvalho [148] pojawia się konkluzja, iż w większości komercyjnych stopów magnezu bliźniakowanie jest mechanizmem dominującym do wielkości ziarna około 4 μm , a optymalny kompromis pomiędzy wytrzymałością i plastycznością jest osiągany w przedziale $2 \div 8 \mu\text{m}$. Schematycznie zostało to przedstawione na Rysunku 1.13. Przejście między różnymi nachyleniami zależności H-P, związane z dominującą rolą bliźniakowania lub poślizgu w odkształceniu, następuje przy rozmiarach ziarna rzędu kilku mikrometrów. Na podstawie przeanalizowanych danych, można zaobserwować tendencję do spadku maksymalnego wydłużenia wraz ze wzrostem wielkości ziarna w zakresie kontrolowanym przez bliźniakowanie. Z drugiej strony, w zakresie kontrolowanym przez poślizg można zaobserwować odwrotną



Rysunek 1.13: Zestawienie wpływu wielkości ziarna na granicę plastyczności i wydłużenie stopów magnezu. Zaadaptowano z [148].

zależność (spadek wydłużenia wraz ze zmniejszeniem wielkości ziarna). O ile przedstawiona na Rysunku 1.13 tendencja zdaje się obowiązywać dla dużej liczby stopów magnezu, można zauważyć pewne punkty, wskazujące na wydłużenie przekraczające 100% przy wielkości ziarna bliskiej 1 μm . Punkty te odnoszą się głównie do czystego magnezu oraz stopów magnezu z litem. W przypadku stopów takich jak Mg-Li, wzrost plastyczności wynika między innymi z obniżenia wartości stosunku c/a i wzrostu EBU, co w konsekwencji obniża wartości CRSS niebazalnych systemów poślizgu i zwiększa prawdopodobieństwo ich aktywacji [149, 150, 151].

Niektóre prace sugerują, że taki wzrost plastyczności może być również spowodowany aktywacją mechanizmów poślizgu po granicach ziaren spowodowaną m. in. silnym ograniczeniem bliźniakowania przy wielkości ziarna w zakresie kilku mikrometrów. Temat ten budzi jednak sporo kontrowersji, zwłaszcza w świetle wielu sprzecznych wyników badań eksperymentalnych. Jako jeden z przykładów można podać pracę Koike [152], który obserwując spadek anizotropii normalnej w komercyjnym stopie AZ31 twierdził, że uruchomienie mechanizmów GBS jest możliwe przy wielkości ziarna wynoszącej około 8 μm , w temperaturze otoczenia. Jednak bezpośrednie obserwacje przesunięć siatki naniesionej na materiał przed odkształceniem w połączeniu z analizą technikami EBSD wykazały, że w tym stopie i w tych warunkach, odkształcenie za pomocą GBS nie jest możliwe [153], a efekt spadku anizotropii tłumaczony jest poprzez zmianę we względnej aktywności niebazalnych systemów poślizgu. Ponadto, podczas odkształcenia tego stopu o wielkości ziarna ok. 0,5 μm , również nie zaobserwowano aktywności GBS [154]. Zatem rozpatrując możliwość aktywacji mechanizmów związanych z poślizgiem po granicach ziaren, ograniczenie rozważań do czystego Mg wydaje się jak najbardziej uzasadnione. Szereg wyników badań eksperymentalnych

pozwała stwierdzić, że w środowisku naukowym panuje zgoda na temat możliwości aktywacji GBS w zakresie wielkości ziarna już na poziomie 1 μm [19, 129, 155, 156].

Silne rozdrobnienie mikrostruktury do poziomu, w którym GBS może zostać aktywowany, często wymaga zastosowania specjalistycznych technik produkcyjnych. Wymienić można (i) przeciskanie przez kanał kątowy (*ang. equal-channel angular pressing, ECAP*), (ii) HPT (*ang. high pressure torsion*) czy mielenie w młynach kulowych (*ang. ball milling*) połączone z konsolidacją plastyczną. Zastosowanie tych metod, z dużą skutecznością pozwala na uzyskanie materiałów o nanometrycznej wielkości ziarna. W tym zakresie, sama aktywność GBS też nie budzi większych wątpliwości. Hwang przeprowadził eksperymenty ściskania czystego Mg o wielkości ziarna $d = 45 \text{ nm}$ wytworzonego za pomocą mielenia w młynku kulowym i późniejszej konsolidacji plastycznej z różnymi parametrami. Na podstawie analizy objętości aktywowanej podczas odkształcenia i obserwacji mikrostruktury postulował realizację odkształcenia przez poślizg po granicach ziaren, jednak mimo to niektóre z badanych przez niego materiałów **pękały w sposób kruchy** [157, 158].

Choi badał Mg o wielkości ziarna w szerokim zakresie od 120 μm do 60 nm, a materiał uzyskany był na drodze mielenia, a następnie konsolidacji w procesie wyciskania. Określił istnienie trzech regionów wielkości ziarna odznaczających się aktywnością różnych mechanizmów odkształcenia. Region I - materiały o średniej wielkości ziarna powyżej 1 μm spełniają liniową zależność Halla-Petcha, a odkształcenie plastyczne kontrolowane jest głównie poprzez interakcje dyslokacji z granicami ziaren lub z granicami bliźniaczymi. Region II - obejmuje materiały o wielkości ziarna w zakresie 100 nm ÷ 1 μm . W tym zakresie obserwowano wypłaszczenie relacji Halla-Petcha spowodowane głównie ograniczeniem aktywności bliźniakowania, przy czym bliźniaki były dalej widoczne w mikrostrukturze materiału po odkształceniu. W regionach I i II rozdrobnienie wielkości ziarna (do 100 nm) powodowało ciągły spadek plastyczności. Region III - materiały o wielkości ziarna poniżej 100 nm, w których obserwowano odwrotną zależność Halla-Petcha spowodowaną znaczącym udziałem GBS w odkształceniu oraz silnym wyhamowaniem bliźniakowania. Przy wielkości ziarna 60 nm obserwowano poprawę plastyczności [159].

Podobne wyniki (dominacja GBS przy $d < 100 \text{ nm}$) zaprezentował Ren [160]. Badane materiały były odkształcone zarówno w próbach jednoosiowego rozciągania i ściskania, a wytworzone zostały poprzez mielenie w młynach i spiekanie plazmowe (SPS). O ile jednak sama aktywność GBS nie pozostawia większych wątpliwości, ciekawość budzi fakt, że wszystkie materiały w których go stwierdzono ($d = 93 \text{ nm}$, 64 nm i 31 nm), wykazały **niższą plastyczność** niż próbki o zdecydowanie większym ziarnie ($d = 560 \text{ nm}$ i 2,4 μm). Zarówno podczas rozciągania i ściskania, rozdrobnienie ziarna w zakresie od 2,5 μm do 31 nm powodowało systematyczny spadek plastyczności. Ponadto, należy zauważyć generalnie niską plastyczność wszystkich badanych materiałów w zakresie ok. 2÷3% podczas rozciągania i 15÷25% podczas ściskania.

Zheng z kolei, w swoich badaniach wykazuje, że aktywacja GBS może wystąpić już w zakresie wielkości ziarna na poziomie 3÷4 μm . Badania te były oparte o rozciąganie materiałów o średniej wielkości ziarna w zakresie od 0,65÷60 μm uzyskanych w procesie HPT. W zakresie dużych wielkości ziarna ograniczona plastyczność magnezu spowodowana jest przez intensywne bliźniakowanie, a z procesem jego wygaszania związana jest podwyższona aktywność niebazalnych systemów poślizgu. Z aktywacją mechanizmów GBS

stowarzyszony był efekt **zwiększonej plastyczności** [161].

Pomimo, że we wszystkich przytoczonych pracach badano czysty Mg, wartości krytycznej wielkości ziarna, przy której zostaje uruchomiony GBS różnią się od siebie. Niekonwencjonalne techniki produkcyjne takie jak te wspomniane wyżej powodują, że uzyskany za ich pomocą materiał cechuje się specyficznym typem tekstury [162], a to ona w znacznym stopniu determinuje możliwość aktywacji poszczególnych systemów odkształcenia. Pomijając często podnoszony zarzut dotyczący znacznej niejednorodności mikrostruktury materiałów uzyskiwanych tymi metodami, ich główną wadą pozostaje ograniczona skalowalność do warunków przemysłowych. Najważniejszym czynnikiem pozostaje jednak potencjalna korzyść wynikająca z aktywacji GBS, jaką jest poprawa plastyczności. **Analiza literatury wskazuje, że w przypadku materiałów wytworzonych w niekonwencjonalny sposób sprzężenie pomiędzy aktywacją GBS, a wzrostem plastyczności nie jest regułą!** Jedną z możliwych przyczyn takiego stanu rzeczy jest odmienny mechanizm odpowiedzialny za rozdrobnienie mikrostruktury. W technikach SPD (*ang. severe plastic deformation*) proces dynamicznej rekrytalizacji przebiega w sposób ciągły (*ang. continuous dynamic recrystallization, cDRX*), w którym nowe ziarna powstają z podziarn utworzonych głównie na skutek naprężeń ścinających. Tak uzyskana mikrostruktura charakteryzuje się dużym nagromadzeniem defektów oraz ograniczoną stabilnością. Z kolei w konwencjonalnych metodach, zachodzących w podwyższonej temperaturze, dynamiczna rekrytalizacja ma charakter nieciągły (*ang. discontinuous dynamic recrystallization, DDRX*) i obejmuje zarodkowanie oraz wzrost nowych ziaren. Choć także i one nie są całkowicie wolne od defektów, to struktura uzyskana w ten sposób zwykle zawiera stabilne granice wysokokątowe [163, 164]. Biorąc pod uwagę duży potencjał do poprawy plastyczności Mg poprzez uruchomienie mechanizmów GBS, w opinii autora należy szczególnie rozważyć zachowanie materiałów, które mogą być w stosunkowo łatwy sposób wdrożone do produkcji na dużą skalę w przemyśle, w konwencjonalnych procesach takich jak wyciskanie czy walcowanie. Zaletą tych procesów jest duża powtarzalność uzyskiwanych wyrobów, chociażby pod względem formującej się tekstury.

Materiały wytworzone w procesie wyciskania badał Chandiran [155] w próbie jednoosiowego ściskania. W Mg o średniej wielkości ziarna w zakresie $1,4 \div 80 \mu\text{m}$ może nastąpić aktywacja GBS, a towarzyszy jej podwyższona aktywność poślizgu, znaczne ograniczenie bliźniakowania, mniejsze umocnienie i zwiększona plastyczność. Zeng i współautorzy [156] przeprowadzili szczegółowe badania nad wpływem wielkości ziarna na mechanizmy deformacji czystego magnezu podczas rozciągania w temperaturze otoczenia. Porównano próbki magnezu o wielkości ziarna $1,2 \mu\text{m}$ (FG-Mg) oraz $12 \mu\text{m}$ (CG-Mg) uzyskane w procesie współbieżnego wyciskania w różnych temperaturach. Oba materiały charakteryzowały się silną teksturą bazalną, typową dla produktów magnezowych uzyskanych podczas tego procesu. Mimo podobnej tekstury FG-Mg wykazał znacznie wyższą plastyczność (**ponad 100% wydłużenia** przy prędkości odkształcenia 10^{-4}s^{-1}) w porównaniu do CG-Mg, dla którego odnotowano wydłużenie na poziomie ok. 11%. Obserwacje *in-situ* za pomocą technik SEM/EBSD ujawniły, że głównym mechanizmem deformacji w drobnokrystalicznym materiale jest poślizg między grupami ziaren o podobnej orientacji, wspomagany przez rotację ziaren znajdujących się pomiędzy nimi. Dalsza analiza wykazała, że ziarna o twardych orientacjach, podczas odkształcenia rotowały w kierunku orientacji miękkich, co ułatwiało ich późniejsze odkształcenie poprzez poślizg dyslokacji. Obserwacje TEM wykazały, że dyslokacje łatwo przemieszczały

się do granic ziaren i tam anihilowały, co ograniczało ich gromadzenie wewnątrz ziaren. Podsumowując, autorzy wnioskowali, że w magnezie o drobnej wielkości ziarna dominującym mechanizmem deformacji jest kooperatywny poślizg po granicach ziarna (cGBS, *ang. cooperative Grain Boundary Sliding*), czyli poślizg między grupami ziaren o podobnej orientacji. Mechanizm ten jest akomodowany przez rotacje ziaren oraz poślizg dyslokacyjny, co umożliwia uzyskanie bardzo dużej plastyczności (ponad 100%) w temperaturze pokojowej.

1.4 Podsumowanie

Analiza stanu zagadnienia wskazuje na duży zasób danych literaturowych w zakresie realizowanej tematyki badawczej, aczkolwiek w opinii autora brak jest pewnej systematyki w prowadzeniu niektórych badań oraz ograniczenie do wąskiego zakresu wielkości ziarna jak i temperatury odkształcenia. Zaproponowane w pracy doktorskiej badania eksperymentalne pozwalają na weryfikację i usystematyzowanie istniejących danych oraz zdobycie nowej, fundamentalnej wiedzy o strukturze i właściwościach polikrystalicznego magnezu, która obecnie nie jest dostępna w literaturze naukowej. Wiedza ta dotyczy: (i) właściwości techniczne czystego Mg o **krytycznym zakresie wielkości ziarna w temperaturze otoczenia oraz w warunkach kriogenicznych (78K i 4K)**, (ii) mechanizmów płynięcia plastycznego w zależności od wielkości ziarna, warunków oraz temperatury deformacji, (iii) związku pomiędzy wielkością ziarna, temperaturą, a charakterystykami prędkości umocnienia, (iv) aktywnych mechanizmów deformacji plastycznej, które kontrolują proces odkształcenia w warunkach jednoosiowego rozciągania i ściskania, (v) ewolucji tekstury oraz mikrostruktury w zależności od zadanych warunków deformacji oraz (vi) wpływu wielkości ziarna oraz temperatury deformacji na plastyczność polikrystalicznego Mg.

Dobór kriogenicznych temperatur deformacji podyktowany został również coraz większym zainteresowaniem właściwościami magnezu i jego stopów w warunkach niskotemperaturowych [165, 166, 167, 168]. Dostępny w literaturze opis zjawisk towarzyszących odkształceniu w zakresie temperatur kriogenicznych jest dość mocno ograniczony i w większości przypadków odnosi się do eksperymentów przeprowadzonych dla czystego magnezu i wybranych stopów Mg o gruboziarnistej strukturze [169, 170, 171, 172]. W zakresie małych wielkości ziarna, aktualny stan wiedzy ogranicza się do pojedynczego eksperymentu przeprowadzonego przez Zhenga i współpracowników [173], gdzie w próbie rozciągania w temperaturze 77K określano właściwości czystego Mg o wielkości ziarna 0,6 μm uzyskanego metodą HPT. Zatem zasadnym staje się podjęcie tematyki badawczej, która pozwoli na uzupełnienie luki wiedzy z zakresu właściwości mechanicznych drobnokrystalicznego magnezu w warunkach niskotemperaturowych sięgających temperatury zera absolutnego.

Oprócz poznawczego charakteru niniejszej pracy, uzyskane wyniki badań prezentują wymiar praktyczny i użyteczny. W świetle przytoczonych wyników badań eksperymentalnych oraz potencjalnych korzyści w postaci zwiększonej plastyczności, zrozumienie zależności między wielkością ziarna, a możliwością aktywacji GBS, wydaje się kluczowe dla optymalizacji właściwości mechanicznych czystego magnezu, w kontekście efektywnego kształtowania plastycznego. Dlatego, w niniejszej pracy podjęto próbę kompleksowego opisu zjawisk towarzyszących odkształceniu plastycznemu drobnokrystalicznego magnezu o silnej

teksturze bazalnej. Uzyskanie materiału do badań w konwencjonalnym procesie przeróbki plastycznej tj. współbieżnego wyciskania, niesie ze sobą szereg korzyści w postaci:

- Zachowania masywnego produktu w postaci prętów/płaskowników
- Powtarzalności materiałów pod kątem formowanej tekstury
- Stosunkowo łatwe wdrożenie do praktyki przemysłowej.

Ponadto, analiza stanu zagadnienia wskazuje, że rozdrobnienie mikrostruktury czystego Mg na drodze innej niż procesy konwencjonalne (szereg wymienionych wcześniej metod SPD), nie zawsze niesie ze sobą korzyści w postaci wzrostu plastyczności materiału pomimo realizacji części odkształcenia przez GBS. Zatem, określenie krytycznych wielkości ziarna, przy których następuje aktywacja mechanizmów poślizgu po granicach ziaren **powodująca wzrost plastyczności**, może stanowić cenną wskazówkę dla technologów i inżynierów w projektowaniu procesów produkcji wyrobów magnezowych o zwiększonej plastyczności i ograniczonej anizotropii właściwości wyrobu. Między innymi, ze względu na tę właśnie anizotropię, badania prowadzone w pracy skupione są na określeniu aktywnych mechanizmów odkształcenia w zależności od zewnętrznego układu naprężenia (rozciąganie/ściskanie). Prace badawcze skupiają się na materiałach o wielkości ziarna w krytycznym zakresie, w którym możliwa jest aktywacja mechanizmów poślizgu po granicach ziaren.

Rozdział 2

Cel oraz teza pracy

Celem niniejszej pracy jest **Analiza wpływu wielkości ziarna na deformację plastyczną drobnokrystalicznego magnezu o silnej teksturze wyciskania w zakresie temperatur od 298K do 4K.**

W związku z założonym celem sformułowano tezę: **Rozdrobnienie mikrostruktury czystego magnezu zrealizowane poprzez redukcję średniej wielkości ziarna, skutkuje wzrostem plastyczności podczas odkształcenia w temperaturze otoczenia poprzez uruchomienie alternatywnych mechanizmów deformacji, w tym poślizgu po granicach ziaren. Efekt ten nie występuje podczas odkształcenia w temperaturach kriogenicznych, a odkształcenie plastyczne kontrolowane jest poprzez poślizg i bliźniakowanie.**

Rozdział 3

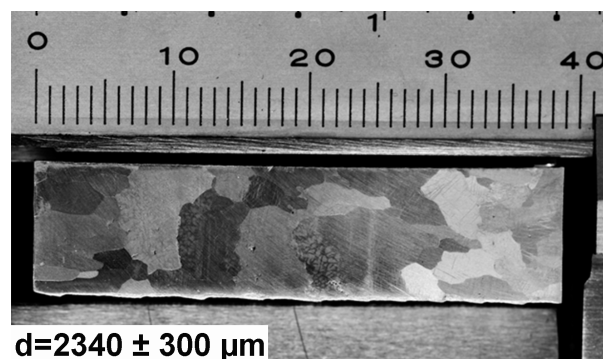
Material i metody badawcze

3.1 Materiał do badań

Materiał do badań w postaci prętów i płaskowników z technicznie czystego magnezu (Tabela 3.1) został uzyskany w procesie współbieżnego wyciskania przy pomocy prasy o maksymalnej sile nacisku 130 t (Rysunek 3.1a). Wsad w postaci walców o średnicy 38 mm, wysokości 50 mm oraz średniej wielkości ziarna $d \simeq 2,34$ mm (Rysunek 3.1b), wyciskano przy prędkości ruchu stempla wynoszącej 1, 0,5 lub 0,1 mm/s. Temperaturę procesu (temperatura, którą osiągnął wsad przed przyłożeniem siły) kontrolowano za pomocą termopary umieszczonej w pojemniku prasy. Współczynnik wyciskania λ określony jako $\lambda = \frac{A_0}{A_e}$, (gdzie: A_0 pole powierzchni przekroju wsadu, A_e przekrój poprzeczny uzyskanego płaskownika/pręta), był zależny od geometrii zastosowanej matrycy. Dokładne wartości parametrów procesu (temperatura, współczynnik wyciskania, geometria matrycy) i ich wpływ na mikrostrukturę wytworzonych materiałów, zostały szczegółowo omówione w dalszej części pracy (Rozdział 4.1).



(a)



(b)

Rysunek 3.1: (a) Stanowisko laboratoryjne do prowadzenia procesu wyciskania współbieżnego. (b) Fotografia przedstawiająca strukturę materiału wsadowego.

Mg	Al	Ca	Cu	Fe	Mn	Na	Ni	Si	Zn
≈ 99.95	< 0.005	≤ 0.01	< 0.005	< 0.001	0.024	≤ 0.01	< 0.001	0.03	0.001

Tabela 3.1: Skład chemiczny technicznie czystego magnezu wykorzystanego do badań (w % masowych).

3.2 Metodyka badawcza

3.2.1 Określenie średniej wielkości ziarna

Pomiary średniej wielkości ziarna zostały przeprowadzone w oparciu o jedną z dedykowanych metod zawartych w normie ASTM E112 [174]. W pracy zastosowano metodę liniową Heyna (*ang. Heyn's line-intercept method*), która pozwala na określenie średniej wielkości ziarna d_l poprzez stosunek liczby przecięć (ziaren), do całkowitej długości linii, wzdłuż której dokonywano zliczeń.

$$d_l = \frac{n + 1}{l}, \quad (3.1)$$

gdzie: $n + 1$ - liczba ziaren + dwa ziarna skrajne liczone jako $\frac{1}{2}$, l - całkowita długość linii.

Dla każdego materiału, pomiarów dokonano na przynajmniej pięciu losowo wybranych obszarach (zdjęciach), przy powiększeniu dobranym w ten sposób, aby w obrębie jednej linii znajdowało się minimum 20 pojedynczych ziaren. W zależności od koniecznego powiększenia, pomiary przeprowadzono na zdjęciach wykonanych za pomocą mikroskopu świetlnego i/lub skaningowego mikroskopu elektronowego. Dla niektórych materiałów, średnia wielkość ziarna została dodatkowo zweryfikowana przy pomocy pomiarów EBSD (Rozdział 4.1.1). Przykładowy pomiar w obrębie zdjęcia został przedstawiony na Rysunku 3.2 Procedura obejmowała:

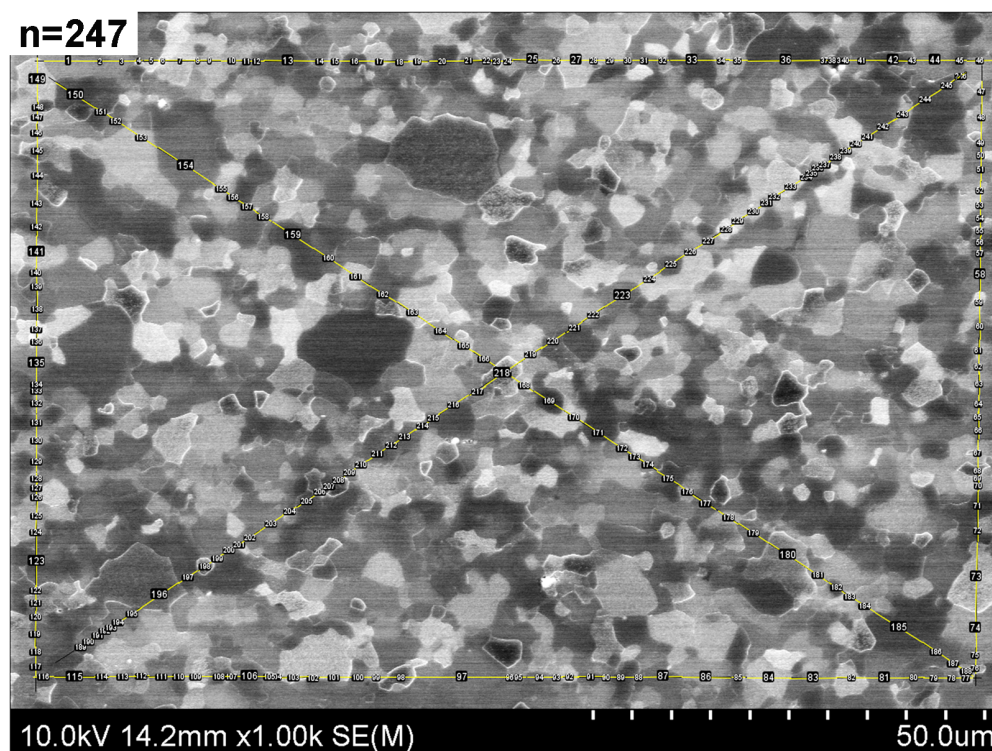
1. naniesienie linii wg. jednego ze schematów proponowanych w normie i zapisanie ich długości,
2. wyznaczenie ilości ziaren w obrębie każdej z linii (dwa skrajne ziarna liczone jako $\frac{1}{2}$, przecięcie na styku trzech ziaren liczone jako $1\frac{1}{2}$),
3. zsumowanie całkowitej liczby ziaren oraz linii w obrębie jednego zdjęcia,
4. wyznaczenie średniej wielkości ziarna d zgodnie ze wzorem 3.1,
5. pomiar średnicy każdego ziarna wzdłuż linii pomiarowych w celu sporządzenia histogramów.

Pomiary zostały wykonane za pomocą darmowego oprogramowania ImageJ. Dla każdego materiału zmierzono przynajmniej 500, a większości przypadków około 1000 pojedynczych ziaren. Norma uznaje pomiar za wiarygodny, kiedy procedurę zliczeń wykonano na $3 \div 5$ losowo wybranych obszarach, w obrębie których całkowita liczba zliczonych ziaren przekracza 50 (na wszystkich liniach).

3.2.2 Określenie udziału objętościowego bliźniaków w mikrostrukturze po odkształceniu

Statystyczna metoda zliczania punktów

Udział objętościowy bliźniaków został określony w oparciu o normę ASTM E-562 [175], wykorzystując metodę zliczania punktów (*ang. systematic manual point-count*) w celu statystycznego oszacowania skład-



Rysunek 3.2: Schemat wyznaczania średniej wielkości ziarna w oprogramowaniu ImageJ na przykładzie fotografii SEM próbki po wyciskaniu w temperaturze 170°C. n-liczba zliczonych ziaren.

ników mikrostruktury. Sam pomiar polega na zliczeniu liczby punktów w siatce, które „trafiły” w obszar badanego elementu struktury (w tym przypadku bliźniaka), a udział objętościowy wyrażony w % wyznacza się ze wzoru:

$$V = \frac{P}{P_c} * 100\%, \quad (3.2)$$

gdzie: P - liczba „trafień”, P_c - całkowita liczba punktów w siatce.

Pomiary przeprowadzono dla każdej próbki odkształcanej w temperaturach 298K, 78K i 4K. W zależności od wielkości ziarna badanej próbki oraz jakościowej ocenie ilości bliźniaków w badanej mikrostrukturze, od pięciu do dziesięciu reprezentatywnych obszarów (zdjęć/map uzyskanych za pomocą MŚ, SEM, EBSD) zostało wytypowanych do przeprowadzenia pomiarów. Ich dokładność została zapewniona poprzez naniesienie siatki zawierającej około 230 punktów, równomiernie rozłożonych w obrębie zdjęcia. Pomiary były prowadzone z wykorzystaniem oprogramowania ImageJ.

Procedura wykorzystująca wyniki pomiarów XRD

Ze względu na bardzo intensywne bliźniakowanie, które obserwowano głównie podczas odkształcenia w próbach jednoosiowego ściskania, jego ilościowe określenie w mikrostrukturach tych materiałów często nie było możliwe za pomocą metody przedstawionej powyżej. Próbie ilościowego określenia jaka objętość materiału doznała rotacji wskutek bliźniakowania, podjęto w oparciu o wyniki pomiarów tekstury metodami XRD. Założono, że zdecydowana większość orientacji w materiałach po ściskaniu jest konsekwencją bliźniakowania, ponieważ jego efektem jest transformacja płaszczyzn bazalnych o kąt bliski 90° w stronę

kierunku obciążenia. Obliczenia wykonywano wykorzystując funkcje pakietu MTEX. Metoda wymaga:

(I) rotacji wyników pomiarów o 90° tak, aby kierunek wyciskania/siły znajdował się w płaszczyźnie rysunku

```
odf=calcODF(pf);
rot=rotation.byAxisAngle(yvector,90*degree);
pf2=rotate(pf,rot);
odf2=calcODF(pf2);
```

(II) sprowadzenia funkcji rozkładu orientacji ODF do pojedynczych maksimów (biegunów) o znanej wartości liczbowej, rozłożonych równomiernie na figurze biegunowej {0002}.

```
r = regularS2Grid('theta',(0:5:90)*degree,'rho',...
...(0:5:355)*degree,'antipodal');
pf_01=calcPDF(odf,[Miller(0,0,0,2,CS)],r,'antipodal');
pf02 = reshape(pf_01,size(r));
mean_intensities = mean(pf02);
max_intensities = max(pf02);
```

Wartość zsumowanych maksimów w zakresie $0 \div 40^\circ$ podzielona przez sumę maksimów w całej objętości figury, reprezentuje udział objętościowy założonego komponentu tekstury (w tym przypadku orientacje do 40° wokół kierunku obciążenia).

```
twinsum=sum(mean_intensities(1,1:9));
allsum=sum(mean_intensities);
twovolume=(twinsum/allsum)*100;
```

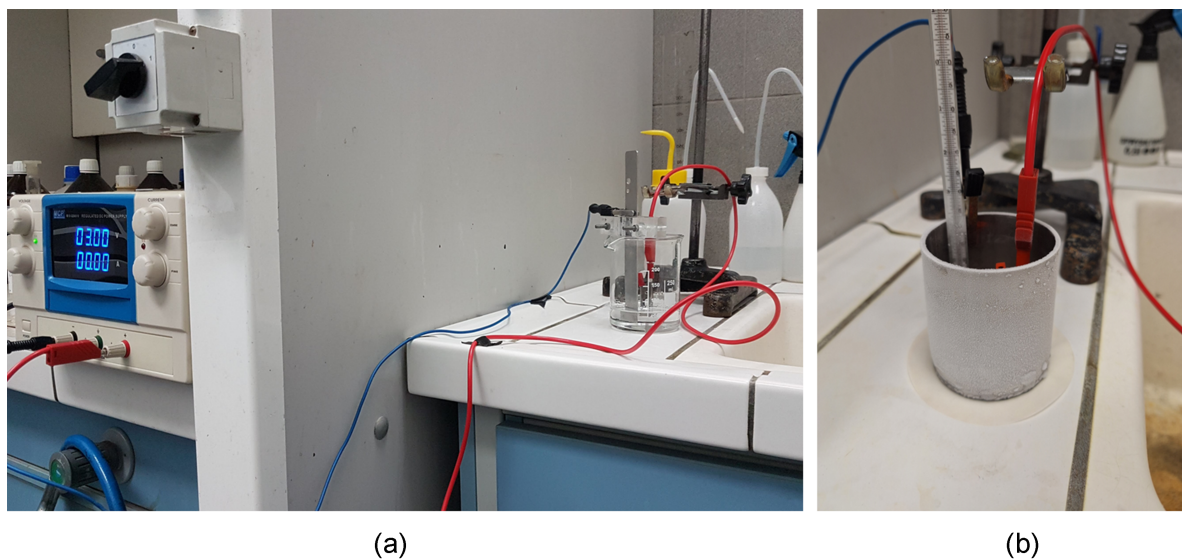
Wynik ten, wyrażony w procentach, został zinterpretowany jako objętość materiału, która doznała transformacji wskutek bliźniakowania.

3.2.3 Badania strukturalne MŚ, SEM, EBSD, t-EBSD

Procedury metalograficzne

Badania strukturalne obejmowały charakterystykę materiałów w stanie po wyciskaniu (wyjściowych) oraz po deformacji plastycznej w szerokim zakresie temperatur. Ponadto badano powierzchnie przełamów po rozciąganiu. Obserwacje strukturalne prowadzone za pomocą mikroskopu optycznego Nikon Epiphot 200 oraz skaningowego mikroskopu elektronowego FEG Hitachi SU-70 poprzedzone były procedurą metalograficzną obejmującą: (i) cięcie próbek za pomocą przecinarki elektro-erozyjnej (EDM), (ii) ręczne szlifowanie na papierach ściernych SiC o deklarowanej gradacji ścierniwa od $20\text{ }\mu\text{m}$ do $4\text{ }\mu\text{m}$ bez obecności wody oraz (iii) polerowanie na zawieszinach diamentowych o gradacji 3 oraz $1\text{ }\mu\text{m}$ z wykorzystaniem bezwodnego lubrykantu na bazie izopropanolu.

(I) W przypadku obserwacji mikroskopem świetlnym, próbki były poddane procesowi elektropolerowania w roztworze kwasu fosforowego (H_3PO_4) z etanolem (w stosunku objętościowym 3:5) w temperaturze otoczenia przy napięciu 3V przez około 20 minut. Następnie próbki były trawione odczynnikami o składzie: kwas pikrynowy (3g), woda (5ml), etanol (50ml) oraz kwas octowy (2,5ml) do momentu utworzenia się



Rysunek 3.3: Fotografie przedstawiające stanowisko laboratoryjne do elektropolerowania próbek w roztworach kwasów: (a) H_3PO_4 w temperaturze otoczenia oraz (b) $HClO_4$ w niskich temperaturach.

charakterystycznego, brązowego nalotu na całej powierzchni próbki. Po trawieniu, próbki płukano zimną wodą.

(II) W przypadku badań z wykorzystaniem SEM, próbki po polerowaniu na zawieszinach diamentowych, były poddane procesowi elektropolerowania w 2,5% roztworze kwasu nadchlorowego ($HClO_4$) w etanolu, w temperaturze $-50^\circ C$ przy napięciu 30V przez czas od 10 do 15 minut.

Proces elektropolerowania był prowadzony w układzie przedstawionym na Rysunku 3.3a). Korzystano z zewnętrznego źródła zasilania, które umożliwia precyzyjną kontrolę warunków prądowych. Podczas elektropolerowania w temperaturze otoczenia, rolę katody pełniła blaszka ze stali nierdzewnej zanurzona w elektrolicie. Ze względu na konieczność znacznego obniżenia temperatury elektrolitu zawierającego $HClO_4$, osiąganą poprzez dolewanie do niego ciekłego azotu, rolę zlewki oraz katody równocześnie, pełnił pojemnik ze stali nierdzewnej (Rysunek 3.3b). Bezpośrednio przed obserwacją, próbki były polerowane jonowo z wykorzystaniem polerki jonowej Hitachi IM-3000 (nie dotyczy pomiarów EBSD).

Cienkie folie do pomiarów t-EBSD przygotowano przez pocienianie na papierach ściernych wcześniej wyciętych plastrów (za pomocą EDM) do grubości około $130\ \mu m$ oraz elektropolerowaniu w 2,5% roztworze kwasu nadchlorowego ($HClO_4$) w etanolu, w temperaturze $-50^\circ C$ przy napięciu 50V z wykorzystaniem polerki Struers Tenupol-5.

Pomiary z wykorzystaniem technik dyfrakcji elektronowej EBSD

Pomiary EBSD prowadzono przy pomocy mikroskopu FEG Hitachi SU-70 wyposażonego w kamerę Oxford C-Swift oraz mikroskopu FEG Versa 3D FEI z kamerą Oxford Symmetry S (t-EBSD). Badane materiały zostały poddane procedurom metalograficznym przedstawionym w sekcji wyżej (SEM, cienkie folie). Mapy (EBSD, t-EBSD) rejestrowano z krokiem $0,25 \div 0,05\ \mu m$. Wyniki pomiarów zostały opracowane z wykorzystaniem pakietu MTEX, które jest darmowym rozszerzeniem do oprogramowania MatLab. Zwrócono uwagę, aby kierunek wyciskania/rozciągania/ściskania był równoległy do pionowej krawędzi każdej z map.

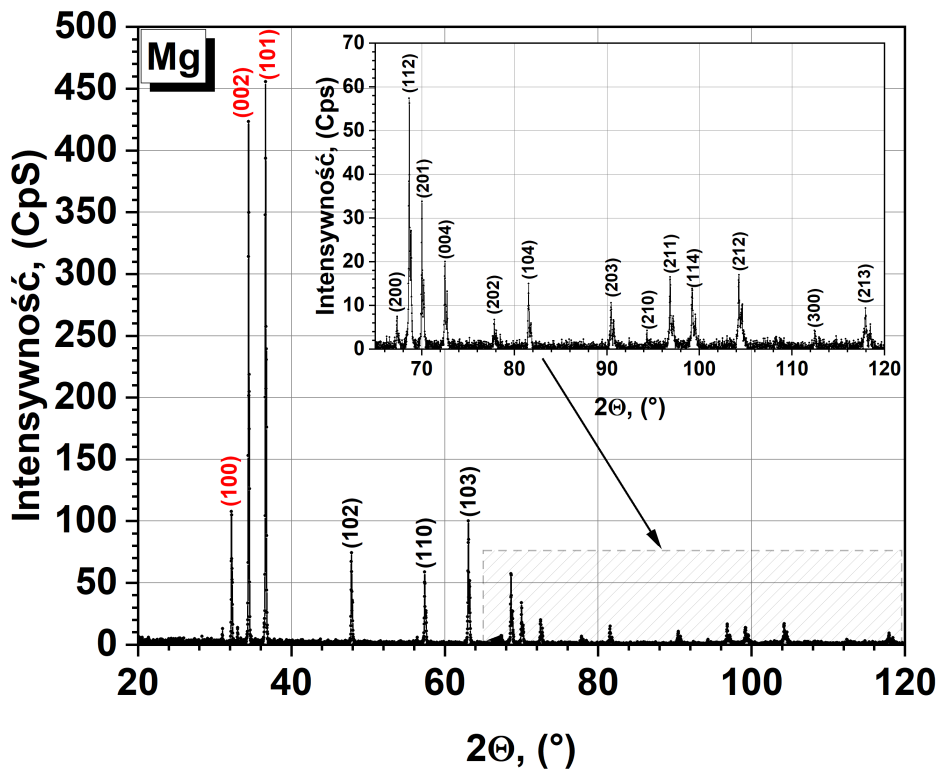
Granice ziaren wysokiego kąta (powyżej 15°), oznaczono grubszą, czarną linią, natomiast granice niskiego kąta ($2 \div 15^\circ$) są zaznaczone linią szarą o mniejszej grubości.

Analizę wartości czynników Schmid poszczególnych ziaren prowadzono dla materiałów wyjściowych tj. po procesie wyciskania. W tym celu skorzystano z wbudowanej funkcji pakietu MTEX pozwalającej na wyznaczenie tej wartości dla konkretnego systemu poślizgu/bliźniakowania oraz założonego stanu obciążenia. W pracy przeprowadzono ww. analizę dla systemów (i) bazalnego $\{0002\}$, (ii) pryzmatycznego $\langle a \rangle$ $\{10\bar{1}0\}$, (iii) piramidalnego I $\langle c+a \rangle$ $\{10\bar{1}1\}$ oraz (iv) bliźniaka rozciągania T1 $\{10\bar{1}2\}$. Do wyznaczenia wartości SF założono jednoosiowy stan naprężenia rozciągającego równoległego do kierunku wyciskania, tożsamy z rzeczywistymi warunkami prowadzonych eksperymentów.

Mapy rozkładu parametrów KAM (*ang. Kernel Average Misorientation*) oraz GOS (*ang. Grain Orientation Spread*) wykonano z wykorzystaniem funkcji zaimplementowanych do pakietu MTEX.

3.2.4 Badania tekstury XRD

Badania tekstury zostały przeprowadzone dla materiałów wyjściowych oraz po odkształceniu w różnych temperaturach, za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego Bruker D8 Discover z wykorzystaniem promieniowania $\text{Cu } K\alpha 1$ o długości fali $1,54 \text{ \AA}$. Rejestrowano figury biegunowe $\{0002\}$, $\{10\bar{1}0\}$ oraz $\{10\bar{1}1\}$. Wyniki pomiarów zostały opracowane przy pomocy oprogramowania MTEX. Pomiary tekstury poprze-



Rysunek 3.4: Przykładowe widmo rentgenowskie zarejestrowane dla czystego magnezu po wyciskaniu w temperaturze 80°C .

dzone były wykonaniem analizy fazowej (Rysunek 3.4), w celu dobrania takich wartości kątowych źródła promieniowania i detektora, które zapewnią pomiar „pików” o maksymalnej intensywności.

Procedura metalograficzna zastosowana przed pomiarami tekstury była taka sama jak w przypadku badań SEM/EBSD. W przypadku niektórych próbek, w których zaobserwowano anormalny rozrost ziarna podczas powrotu do temperatury otoczenia, pomiarów tekstury dokonywano w obszarach zawierających małe i duże ziarno. Pozwoliło to wykluczyć błędną interpretację wyników spowodowaną znacząco mniejszą liczbą zmierzonych ziaren oraz inną ich orientacją nie wynikającą z prowadzonych eksperymentów. Wszystkie figury biegunowe w pracy są przedstawione w tej samej konwencji:

ED (*ang. Extrusion direction*) - kierunek wyciskania w odniesieniu do materiałów wyjściowych. W przypadku rozciągania/ściskania, kierunek obciążenia jest równoległy do **ED**.

TD (*ang. Transverse direction*) - kierunek poprzeczny.

ND (*ang. Normal direction*) - kierunek normalny jest zawsze w płaszczyźnie rysunku.

3.2.5 Właściwości mechaniczne, pomiary czułości na prędkość odkształcenia

Próby jednoosiowego rozciągania i ściskania

Badania właściwości mechanicznych obejmowały próby jednoosiowego rozciągania i ściskania próbek czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna **d**. Eksperymenty przeprowadzono w temperaturze otoczenia (298K), a także w warunkach kriogenicznych: temperaturze wrzenia ciekłego azotu (78K) oraz helu (4K). Próbki do rozciągania (o wymiarach bazy pomiarowej 2 x 3 x 20 mm) i ściskania (o wysokości 8 mm i średnicy 6 mm) wycięto wzdłuż kierunku wyciskania przy użyciu drążarki elektroerozyjnej (EDM), zapewniając, że kierunek obciążenia pozostawał równoległy do kierunku wcześniejszego kształtowania plastycznego. Aby zminimalizować wpływ ewentualnego odkształcenia powstałego podczas wycinania, przed rozpoczęciem badań próbki poddano trawieniu przez 3–4 minuty w roztworze zawierającym: 100 ml CH_3OH , 12 ml HCl oraz 8 ml HNO_3 . Zabieg ten dodatkowo usuwał tlenki z powierzchni próbek. Próby jednoosiowego rozciągania i ściskania prowadzono przy stałej prędkości odkształcenia $2,8 \cdot 10^{-4} s^{-1}$. W celu ograniczenia wpływu tarcia podczas prób ściskania, powierzchnie styku próbek z kowadłami maszyny pokryto cienką warstwą azotku boru.

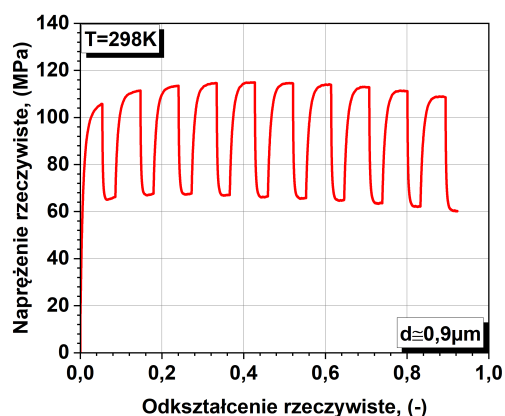
Czułość na prędkość odkształcenia

Inżynierski parametr czułości na prędkość odkształcenia „m” został wyznaczony z zależności:

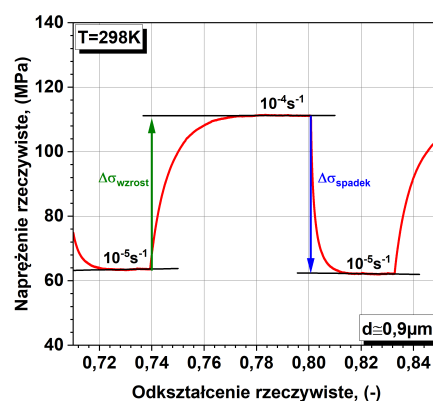
$$m = \frac{\log(\sigma_1/\sigma_2)}{\log(\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2)} \quad (3.3)$$

gdzie: σ_1, σ_2 - naprężenie podczas spadku/wzrostu korespondujących prędkości odkształcenia $\dot{\epsilon}_1, \dot{\epsilon}_2$.

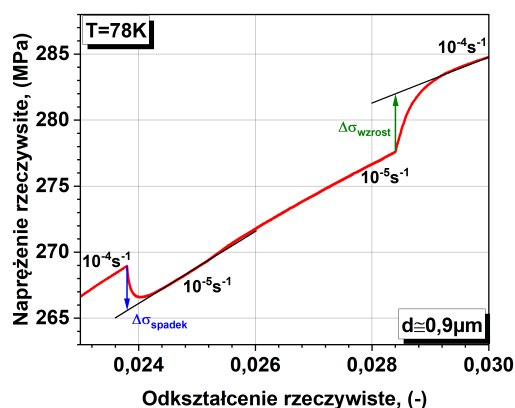
W przypadku rozciągania, parametr wyznaczono w oparciu o eksperymenty skokowej zmiany prędkości odkształcenia podczas rozciągania, które były prowadzone w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. Cykliczna zmiana prędkości odkształcenia pomiędzy $2,8 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ a $2,8 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ była realizowana po przejściu materiału w stan plastyczny. Przykładowy sposób wyznaczania wartości naprężeń σ_1 i σ_2 przy wzroście ($\Delta\sigma_{wzrost}$) lub spadku ($\Delta\sigma_{spadek}$) naprężenia został przedstawiony na Rysunku 3.5.



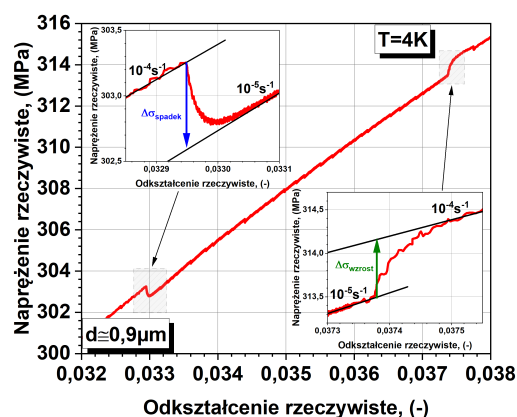
(a)



(b)

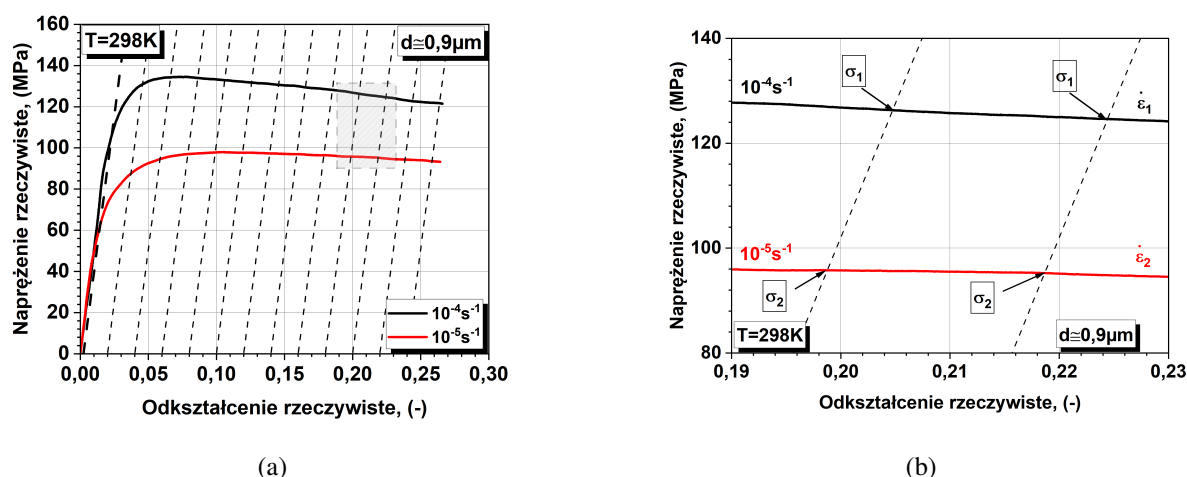


(c)



(d)

Rysunek 3.5: (a) Przykładowa krzywa eksperymentalna zarejestrowana podczas skokowych zmian prędkości odkształcenia Mg o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$, w temperaturze 298K podczas jednoosiowego rozciągania. (b-d) Sposób wyznaczania zmian napężenia przy spadku ($\Delta\sigma_{\text{spadek}}$) i wzroście ($\Delta\sigma_{\text{wzrost}}$) prędkości odkształcenia na przykładzie danych zarejestrowanych podczas eksperymentów w 298K, 78K oraz 4K.

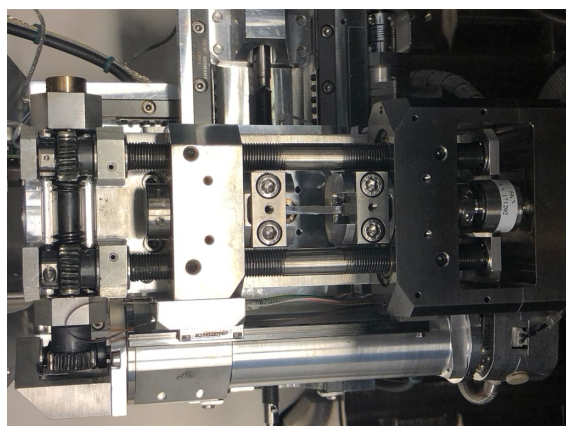


Rysunek 3.6: (a) Przykładowe krzywe eksperymentalne zarejestrowane podczas ściskania ze stałymi prędkościami odkształcenia Mg o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$ w temperaturze 298K, w oparciu o które wyznaczono inżynierski parametr czułości na prędkość odkształcenia „m” (b).

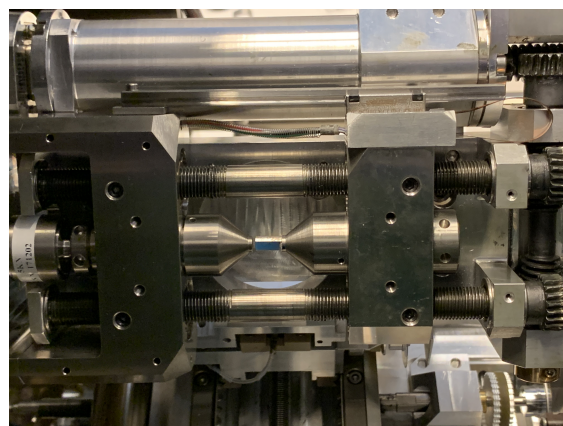
W przypadku prób ściskania, parametr „m” wyznaczono w oparciu o eksperymentalne krzywe napężenie - odkształcenie, zarejestrowane podczas dwóch eksperymentów ze stałą prędkością odkształcenia $2,8 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ i $2,8 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ w temperaturach 298K oraz 78K. Sposób wyznaczania wartości σ_1, σ_2 do równania 3.3 został przedstawiony na Rysunku 3.6b. Badania właściwości mechanicznych zostały przeprowadzone w laboratorium niskich temperatur Uniwersytetu McMaster w Kanadzie ze względu na dostęp do specjalistycznej aparatury pozwalającej na prowadzenie prac w kriogenicznym zakresie temperatur.

3.2.6 Badania in-situ SEM/EBSD

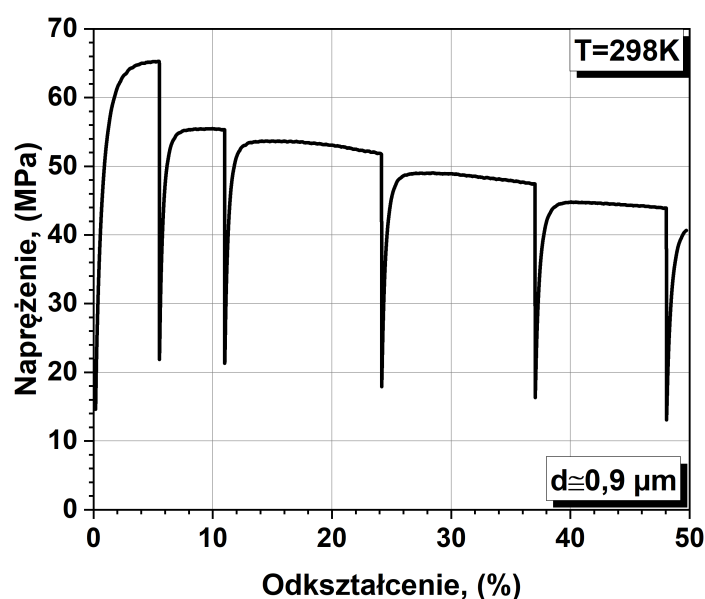
Eksperymenty in-situ przeprowadzono przy użyciu stanowiska testowego umieszczonego wewnątrz komory skaningowego mikroskopu elektronowego FEG Versa 3D FEI (Rysunek 3.7a, 3.7b). Powierzchnie próbek przeznaczonych do eksperymentów zostały przygotowane zgodnie z tą samą procedurą, co próbki do analizy SEM/EBSD. W następnej kolejności, na powierzchnię próbek zostały naniesione mikro-siatki o wymiarach $100 \times 100 \mu\text{m}$, o głębokości $1 \mu\text{m}$ i odstępem między liniami również $1 \mu\text{m}$. Siatki zostały wykonane za pomocą wiązki jonów galu (FIB). Eksperymenty rozciągania i ściskania in-situ przeprowadzono przy prędkościach odkształcenia wynoszących $3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ i $3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ w temperaturze 298K. Próby były zatrzymywane przy różnych poziomach odkształcenia w celu wykonania obrazowania SEM/EBSD (Rysunek 3.7c).



(a)



(b)

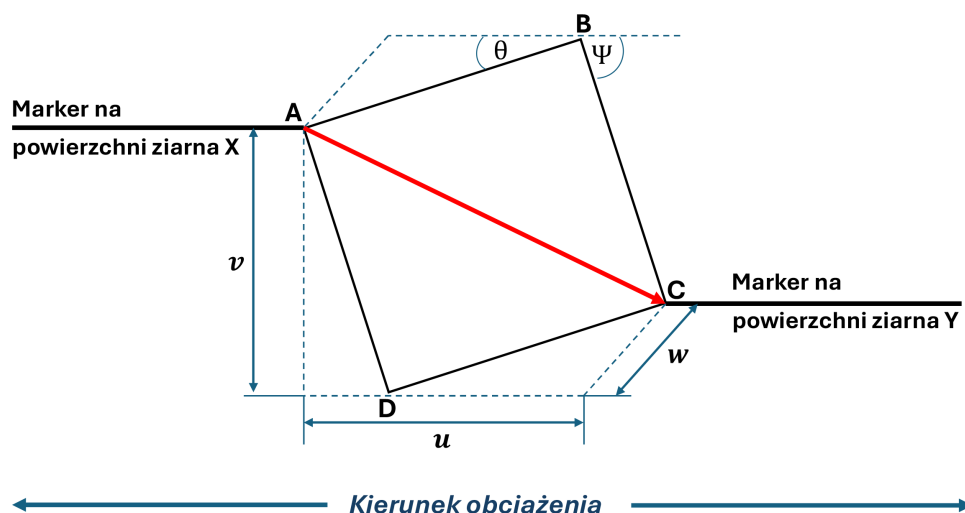


(c)

Rysunek 3.7: Zdjęcia przedstawiające próbki do rozciągania (a) i ściskania (b) zamontowane w urządzeniu do badań in-situ. (c) Przykładowa charakterystyka naprężenie - odkształcenie zarejestrowana podczas eksperymentów rozciągania in-situ czystego magnezu o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$. Widoczne spadki naprężenia, są związane z przerywaniem eksperymentu w celu wykonania obrazowania SEM. W przypadku ściskania, wykonano dodatkowe obrazowanie EBSD.

Określenie udziału poślizgu po granicach ziaren w odkształceniu plastycznym

W przypadku gdy dwa sąsiadujące ziarna (X i Y) z uprzednio naniesionym markerem przemieszczają się względem siebie w wyniku poślizgu po granicach ziaren, na granicy między nimi powstają przesunięcia (Rysunek 3.8). Wektor poślizgu $\vec{AC}$ można rozłożyć na trzy składowe: składową $\vec{u}$ zorientowaną wzdłuż osi naprężenia, składową $\vec{v}$, prostopadłą zarówno do osi naprężenia jak i do powierzchni próbki oraz składową $\vec{w}$, która również jest prostopadła do osi naprężenia, lecz zawiera się w płaszczyźnie powierzchni próbki. Orientację granicy ziaren definiują dwa kąty θ i Ψ . Udział poślizgu po granicach ziaren w całości



Rysunek 3.8: Schematyczne przedstawienie geometrycznych elementów poślizgu po granicach ziaren. Zaadaptowano z [176].

odkształcenia plastycznego może być określony za pomocą relacji [176, 177]:

$$\xi = \frac{\varepsilon_{GBS}}{\varepsilon} \quad (3.4)$$

$$\varepsilon_{GBS} = \phi \frac{(u, v, w)}{d} \quad (3.5)$$

gdzie: u, v, w - przesunięcia siatki pomiędzy poszczególnymi ziarnami, ϕ - stała geometryczna równa 1 w przypadku pomiarów u lub 1,5 w przypadku pomiarów v i w , d - średnia wielkość ziarna. W pracy mierzono komponent u , zatem przyjęto wartość stałej ϕ równą 1. W zależności od jakości zdjęć, analizowano przynajmniej kilkadziesiąt pojedynczych przesunięć siatki i wyciągano wartość średnią. Pomiarów dokonano za pomocą oprogramowania ImageJ.

Badania twardości

Badania twardości metodą Vickersa przy obciążeniu 9,807 N (HV1) wykonano przy użyciu półautomatycznego mikrotwardościomierza Shimadzu HMV-2T. Odciski wykonywano na przekrojach wzdłużnych, wyciętych z prętów uzyskanych w procesie wyciskania. Próbki zainkludowano w samoutwardzalnej żywicy akrylowej Duracryl, aby zapewnić, że badana powierzchnia jest prostopadła do wgłębnika. Próbki do badań twardości zostały poddane procedurze metalograficznej obejmującej szlifowanie na papierach ściernych SiC o gradacji od 20 do 4 μm i polerowanie na zawieszinach diamentowych o gradacji 3 oraz 1 μm z wykorzystaniem automatycznej polerki Struers Tegramin 20. Aby upewnić się, że badana powierzchnia jest wolna od powierzchniowej deformacji, próbki trawiono odczynnikami zawierającym: 100 ml H_2O , 1 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 1 ml HNO_3 oraz 1 ml CH_3COOH przez ok. 15 s. Dla każdego materiału wykonano po 10 odcisków, z których wyciągnięto wartość średnią.

Rozdział 4

Wyniki badań własnych

4.1 Wpływ parametrów wyciskania na wielkość ziarna czystego Mg

Sekcję przedstawienia wyników badań eksperymentalnych rozpoczyna krótkie omówienie wpływu parametrów procesu wyciskania na konkretny aspekt mikrostruktury magnezu w postaci średniej wielkości ziarna d . Badanie takiej zależności nie jest istotą niniejszej pracy, lecz mnogość zastosowanych kombinacji parametrów i uzyskanych materiałów, w opinii autora pozwala na wyciągnięcie pewnych wniosków. Na etapie planowania badań założono, iż podstawowym sposobem na uzyskanie rozdrobnionej mikrostruktury, będzie kontrola parametrów w procesie konwencjonalnego wyciskania współbieżnego. Proces ten gwarantuje stosunkowo łatwe skalowanie do warunków przemysłowych. Pierwsze działania badawcze obejmowały zatem wyciskanie czystego Mg z różnymi parametrami. Tabela 4.1 zawiera zbiorcze informacje na temat tych parametrów (temperatura, geometria matrycy, współczynnik wyciskania) oraz średniej wielkości ziarna uzyskanych przy ich zastosowaniu wyrobów. Analizując dane w niej zawarte można wnioskować, że to temperatura jest czynnikiem mającym większe znaczenie w kontekście możliwości redukcji średniej wielkości ziarna. Przeprowadzone badania wskazują, że obniżanie temperatury prowadzenia procesu, skutkuje coraz silniejszym rozdrobnieniem mikrostruktury. Wyciskanie materiałów w tej samej temperaturze, lecz z różnym współczynnikiem wyciskania (zależnym od zastosowanej matrycy), nie powoduje tak istotnych różnic w wielkości ziarna wyrobu. Przykładowo, wyciskanie w stałej temperaturze 120°C, z zastosowaniem matryc o średnicy 5 mm, 6 mm oraz 8 mm, skutkowało uzyskaniem zbliżonych d w zakresie od 2÷1,5 μm . Podobną wartość ($d = 2 \mu\text{m}$) uzyskano przy wyciskaniu w tej samej temperaturze jednak z wykorzystaniem matrycy o przekroju prostokąta o wymiarach 3x15 mm. Współczynnik wyciskania $\lambda = 25$ był w tym przypadku zbliżony do tego, podczas wykorzystania matrycy o średnicy 8 mm ($\lambda = 22$). Materiał wyciskany w 120°C z wykorzystaniem matrycy o przekroju kwadratu o boku 8 mm ($\lambda = 18$), posiada nieznacznie większą wielkość ziarna na poziomie 2,5 μm . Z drugiej strony, stała geometria matrycy o średnicy 8 mm przy zmiennej temperaturze wyciskania w zakresie 270°C do 80°C powoduje, że średnia wielkość ziarna materiału po wyciskaniu zawiera się w zakresie od 9 do około 0,8 μm .

Uzupełnieniem danych z Tabeli 4.1 jest Rysunek 4.1 przedstawiający porównanie struktury wytworzonych materiałów przy tym samym powiększeniu. Trawienie próbek ujawniło elementy mikrostruktury w postaci granic ziaren. Obserwacje strukturalne za pomocą mikroskopu optycznego, umożliwiły scharakte-

Lp.	Temperatura T	Średnica/wymiary wyrobu	Współczynnik wyciskania λ	d [μm]
1	320°C	10 mm	14	22 $\pm$ 1,14
2	320°C	6 mm	40	16 $\pm$ 0,63
3	270°C	8 mm	22	9 $\pm$ 3
4	220°C	8 mm	22	5 $\pm$ 1
5	170°C	8 mm	22	3 $\pm$ 0,5
6	150°C	5 mm	58	7 $\pm$ 0,65
7	140°C	5 mm	58	6 $\pm$ 0,6
8	120°C	5 mm	58	2 $\pm$ 0,2
9	120°C	6 mm	40	2 $\pm$ 0,1
10	120°C	8 mm	22	1,5 $\pm$ 0,2
11	100°C	10 mm	14	0,9 $\pm$ 0,5
12	100°C	8 mm	22	0,9 $\pm$ 0,2
13	80°C	8 mm	22	0,8 $\pm$ 0,5
14	170°C	10x10 mm	11	4 $\pm$ 0,37
15	120°C	8x8 mm	18	2,5 $\pm$ 1
16	120°C	3x15 mm	25	2 $\pm$ 0,6

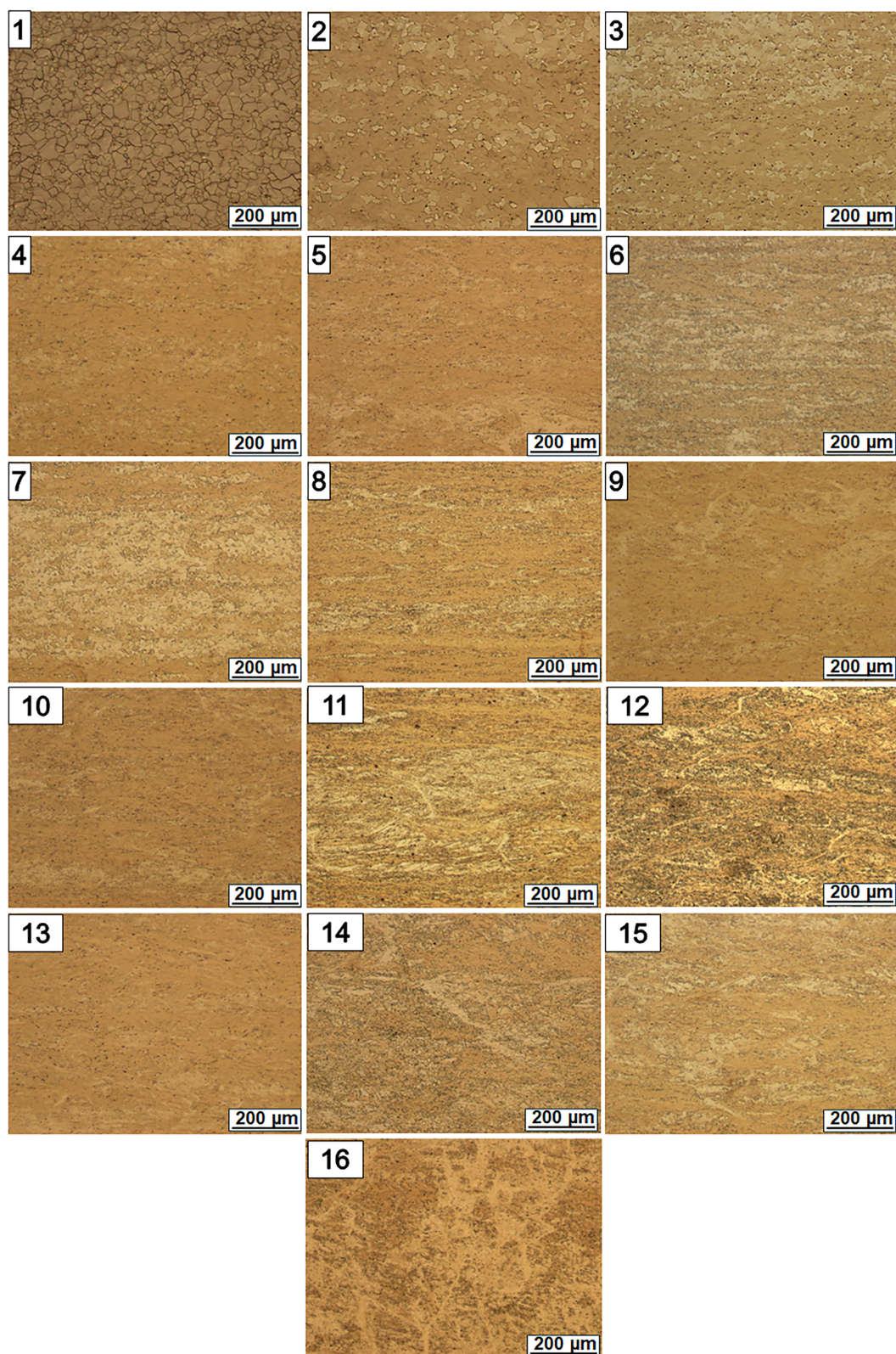
Tabela 4.1: Zestawienie średnich wielkości ziarna **d** uzyskanych w procesie wyciskania Mg z różnymi parametrami. L.p. umieszczone w tabeli korespondują z oznaczeniami na Rysunku 4.1.

ryzowane ich pod względem wielkości ziarna, zgodnie z procedurą przedstawioną w poprzednim rozdziale (3.2). Wyciskanie w zakresie temperatur od około 320°C do 80°C w różnych konfiguracjach wymiarów i geometrii matryc pozwoliło na uzyskanie masywnego wyrobu w postaci prętów lub płaskowników o średniej wielkości ziarna w zakresie od około 22 μm do 0,8 μm .

4.1.1 Charakterystyka materiału wyjściowego

Z przedstawionego zestawu materiałów, do dalszych, szczegółowych badań wytypowano pięć, wyciskanych przez matrycę o tej samej geometrii: o przekroju kołowym, średnicy 8 mm, w temperaturach: 270°C, 220°C, 170°C, 120°C oraz 100°C. Materiały te odznaczają się średnią wielkością ziarna kolejno: 9 μm , 5 μm , 3 μm , 1,5 μm oraz 0,9 μm , a ich mikrostruktury charakteryzują się równoosiowym, zrekrytalizowanym ziarnem (Rysunek 4.2 a-e). Rozwinięciem pomiarów średniej wielkości ziarna było skonstruowanie histogramów. Ich analiza wskazuje, że rozdrobnienie mikrostruktury czystego Mg wynika z mniejszego udziału frakcji ziaren o zdecydowanie większym rozmiarze. W materiałach o średniej wielkości ziarna 3 μm , 1,5 μm i 0,9 μm , nie obserwowano ziaren o średnicy większej niż 9 μm . Średnia wielkość ziarna została także zweryfikowana podczas pomiarów technikami EBSD. Wartości **d** uzyskane metodą liniową oraz z pomiarów EBSD są ze sobą zgodne lub bardzo do siebie zbliżone (Tabela 4.2).

We wszystkich materiałach wyjściowych obserwowano zdecydowanie wyższy udział granic ziaren wysokiego kąta, natomiast różnica w udziale granic niskiego kąta pomiędzy materiałem o największej i naj-

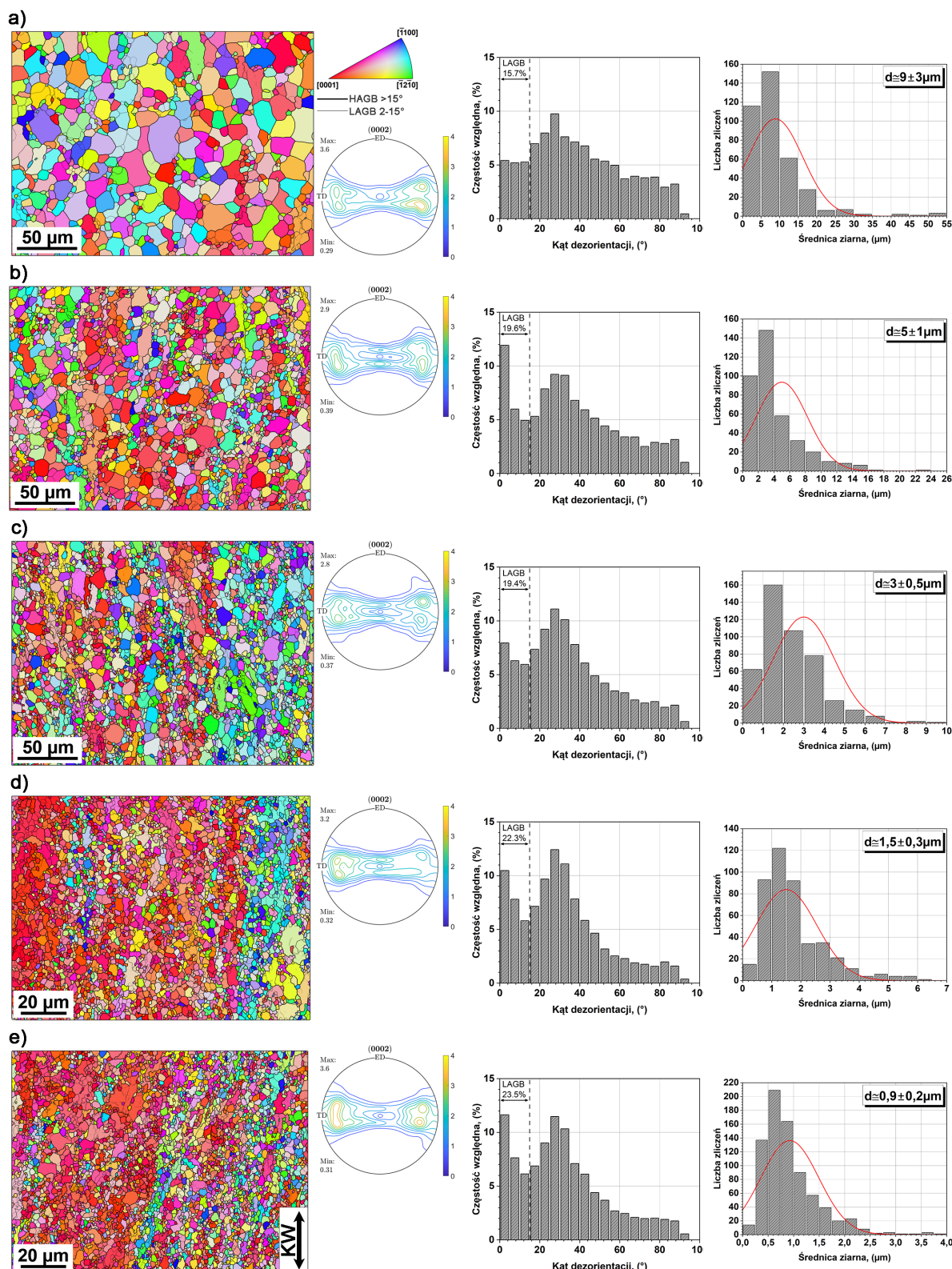


Rysunek 4.1: Obserwacje strukturalne czystego Mg w stanie po wyciskaniu z różnym doбором jego parametrów (temperatura, współczynnik wyciskania). Przypisane numery korespondują do tych, zawartych w Tabeli 4.1. Zdjęcia wykonane w świetle spolaryzowanym, przy takim samym powiększeniu.

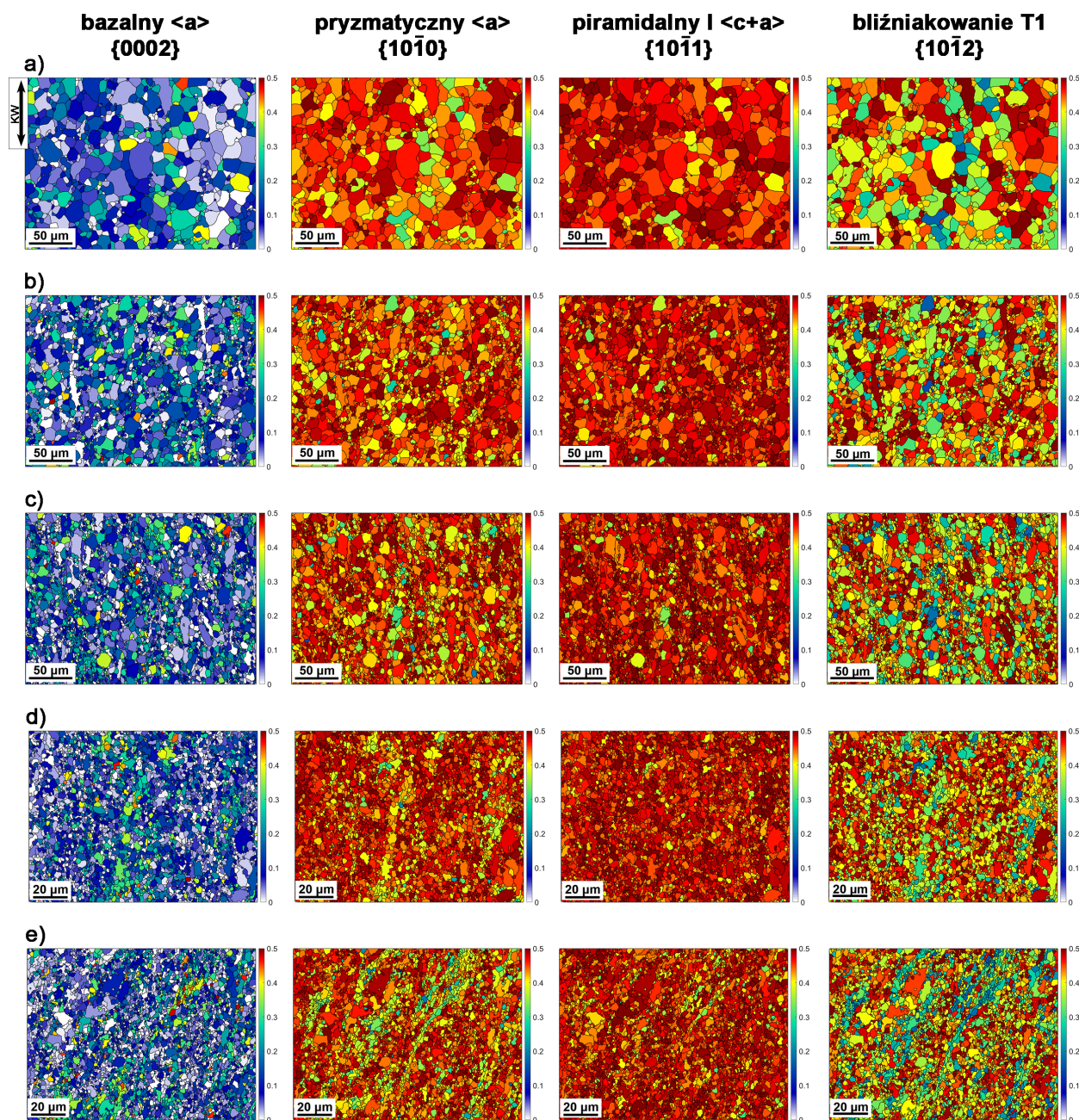
Temperatura wyciskania	270°C	220°C	170°C	120°C	100°C
d_l	9 ± 3	5 ± 1	$3 \pm 0,5$	$1,5 \pm 0,3$	$0,9 \pm 0,2$
d_{ebstd}	8 ± 5	4 ± 3	$3 \pm 0,5$	$1,7 \pm 0,5$	$0,85 \pm 0,5$

Tabela 4.2: Porównanie wyników pomiarów średnich wielkości ziarna (metoda liniowa vs. EBSD)

mniejszej wielkości ziarna wynosi niecałe 10%. Zwiększony udział granic niskiego kąta, może w pewnym stopniu faworyzować poślizg dyslokacji w systemach łatwego poślizgu, ze względu na większy stopień dopasowania sąsiadujących ziaren [88]. Pomiar orientacji krystalograficznej za pomocą technik EBSD oraz XRD sugerują, iż materiały wyjściowe odznaczają się teksturą typu bazalnego, w której większość płaszczyzn podstawy słupa heksagonalnego jest zorientowana równolegle do kierunku wyciskania. Jest to typowa tekstura, która kształtuje się podczas przeróbki plastycznej materiałów heksagonalnych. Jak można zauważyć na figurach biegunowych $\{0002\}$ silna, bazalna tekstura rozwija się niezależnie od średniej wielkości ziarna. Formowanie się tekstury tego typu niesie ze sobą pewne konsekwencje w postaci ułatwienia lub utrudnienia odkształcenia w konkretnych systemach poślizgu. Jak wspomniano we wcześniejszej części pracy (Rozdział 1.3), ekstremalna forma tekstury, w której płaszczyzny bazalne ułożone są idealnie równolegle do kierunku działającej siły wyklucza możliwość aktywacji bazalnych systemów łatwego poślizgu ze względu na zerowy czynnik Schmid. W przypadku badanych materiałów, pomiary XRD pozwalają stwierdzić, że większość płaszczyzn $\{0002\}$ jest rozłożona równomiernie wokół kierunku normalnego (ND). To oznacza, że przy tak małej wartości CRSS dla poślizgu w systemie bazalnym, nawet małe wartości czynnika Schmid umożliwiają odkształcenie w tych systemach. Taka interpretacja znajduje potwierdzenie w przeprowadzonej analizie wartości SF (*ang. Schmid Factor*) dla poszczególnych ziaren, w oparciu o wyniki pomiarów EBSD (Rysunek 4.3). Podczas analizy założono możliwość działania naprężenia rozciągającego wzdłuż kierunku wyciskania. Według zastosowanej skali kolorów, ziarna w których poślizg w danym systemie jest zabroniony ze względu na $SF = 0$ są oznaczone kolorem białym. Można zauważyć, iż niezależnie od wielkości ziarna, w większości ziaren poślizg bazalny jest możliwy. Wartości SF są dość niskie i mieszają się w zakresie $0, 1 \div 0, 2$, jednak ze względu na znacząco niższe CRSS odkształcenie w tych systemach jest jak najbardziej prawdopodobne. Podobną analizę wykonano również dla systemów pryzmatycznych oraz piramidalnych. W obydwu przypadkach wartości SF są znacząco wyższe i często bliższe 0,5. Należy jednak pamiętać, iż CRSS dla systemów piramidalnych jest wielokrotnie wyższe i pozornie korzystne zorientowanie ziaren nie gwarantuje ich aktywacji. Obliczenia czynników Schmid poszczególnych ziaren, przeprowadzono również dla popularnego wariantu bliźniakowania $\{10\bar{1}2\}$. Analiza wskazuje, że wiele ziaren jest zorientowanych korzystnie na odkształcenie tym mechanizmem. Obliczenia nie biorą pod uwagę polaryzacji ścięcia bliźniaczego, ponieważ zmiana zwrotu wektora obciążenia (w tym przypadku rozciąganie i ściskanie wzdłuż tego samego kierunku) nie zmienia geometrii płaszczyzna - wektor siły. Zatem, uruchomienie tego konkretnego wariantu bliźniakowania jest możliwe, jednak uwarunkowane lokalną potrzebą ziarna na przeniesienie naprężenia rozciągającego wzdłuż osi c komórki heksagonalnej.



Rysunek 4.2: Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, figury biegunowe $\{0002\}$, histogramy kąta dezorientacji granic ziaren oraz średniej wielkości ziarna materiałów wyjściowych o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm , (e) 0,9 μm . LAGB, HAGB (*ang. low/high-angle grain boundaries*) - granice niskiego ($2 \div 15^\circ$) i wysokiego ($\geq 15^\circ$) kąta. KW - kierunek wyciskania.

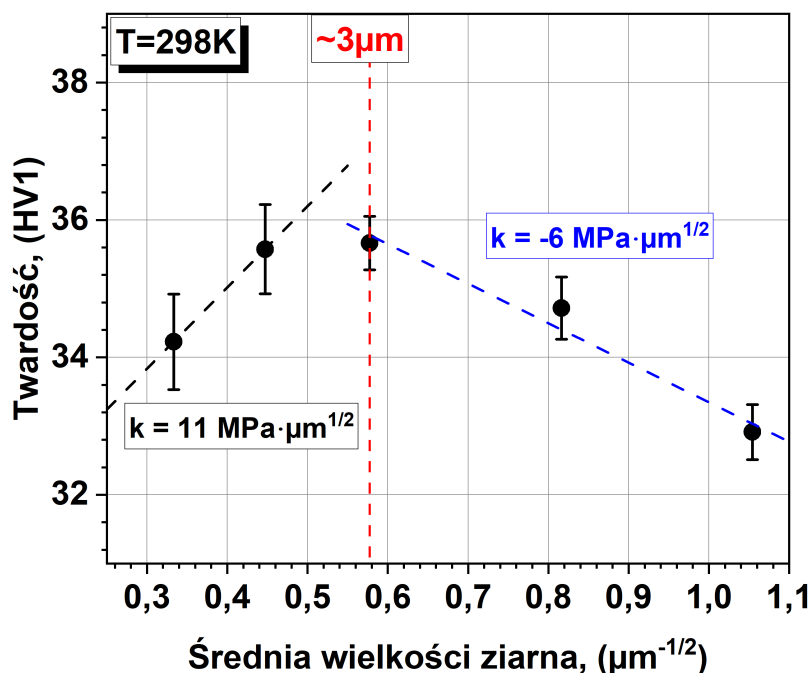


Rysunek 4.3: Mapy wartości czynnika Schmid dla wybranych systemów poślizgu i bliźniakowania wyznaczone w oparciu o pomiary EBSD materiałów wyjściowych o średniej wielkości ziarna: (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm , (e) 0,9 μm . Skala wartości SF w zakresie 0 ÷ 0,5, KW - kierunek wyciskania

4.2 Wpływ wielkości ziarna na właściwości mechaniczne czystego Mg podczas odkształcenia w 298K, 78K oraz 4K.

4.2.1 Twardość materiałów po wyciskaniu

Wyniki pomiarów twardości materiałów wyjściowych zostały zbiorczo przedstawione na Rysunku 4.4 w formie zależności Halla-Petcha. Zaprezentowane wartości odpowiadają średnim z dziesięciu niezależnych pomiarów wykonanych dla każdej z próbek. Największą twardość, na poziomie bliskim 36 HV, zaobserwowano dla materiału o średniej wielkości ziarna $d = 5 \mu\text{m}$. Bardzo zbliżoną wartość (około 36 HV) uzyskano również dla próbki o ziarnie $3 \mu\text{m}$, co sugeruje stabilizację tej właściwości przy dalszym rozdrabnianiu struktury. W przypadku próbki o największym ziarnie ($d = 9 \mu\text{m}$) twardość była niższa i wynosiła nieco ponad 34 HV. Zmniejszanie wielkości ziarna skutkowało systematycznym spadkiem twardości. Dla próbki o ziarnie $1,5 \mu\text{m}$ wartość ta wyniosła około 35 HV, a dla materiału o najmniejszym d ($0,9 \mu\text{m}$), spadła do poziomu zbliżonego do 33 HV, czyli poniżej wartości zarejestrowanej dla próbki o największej wielkości ziarna ($9 \mu\text{m}$). Taki przebieg wskazuje, że zależność pomiędzy twardością a wielkością ziarna nie jest monotoniczna i może ulegać odwróceniu po przekroczeniu pewnej krytycznej wielkości ziarna. Analiza danych eksperymentalnych pozwala wskazać punkt załamania tej zależności w pobliżu $d = 3 \mu\text{m}$. Dla ziaren większych od tej wartości obserwuje się wzrost twardości wraz ze spadkiem wielkości ziarna, zgodny z klasyczną relacją Halla-Petcha o dodatnim nachyleniu ($k \approx 11 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$). Natomiast poniżej tej granicy zależność ulega odwróceniu, a nachylenie przyjmuje wartość ujemną ($k \approx -6 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$).



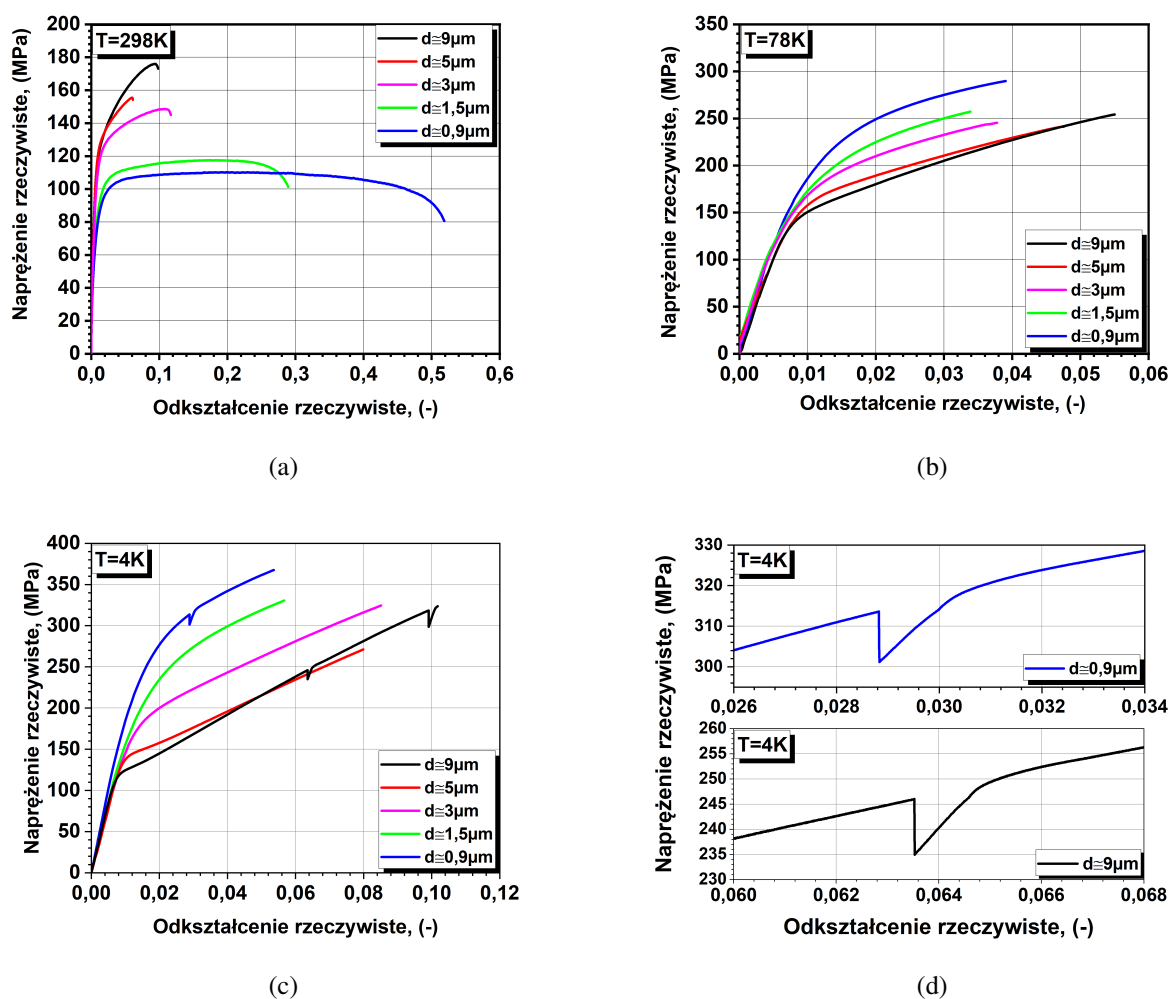
Rysunek 4.4: Zestawienie twardości Vickersa materiałów wyjściowych o średniej wielkości ziarna d równej $9 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$, $1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$, w formie zależności Halla-Petcha.

4.2.2 Charakterystyki odkształcenia zarejestrowane podczas prób jednoosiowego rozciągania

Rysunek 4.5 przedstawia charakterystyki naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste, zarejestrowane podczas jednoosiowego rozciągania próbek o średniej wielkości ziarna $9\text{ }\mu\text{m}$, $5\text{ }\mu\text{m}$, $3\text{ }\mu\text{m}$, $1,5\text{ }\mu\text{m}$ oraz $0,9\text{ }\mu\text{m}$ w temperaturze 298K, 78K oraz 4K, a zestawienie najważniejszych właściwości zostało zawarte w Tabeli 4.3. Podczas odkształcenia w temperaturze otoczenia (Rysunek 4.5a) obniżenie średniej wielkości ziarna powoduje jakościową zmianę przebiegu krzywych w porównaniu do materiałów o większym ziarne oraz wyraźne zaznaczenie granicy plastyczności. Krzywe rozciągania próbek o d równym $9\text{ }\mu\text{m}$, $5\text{ }\mu\text{m}$ i $3\text{ }\mu\text{m}$, cechują się wzrostem naprężenia aż do wartości maksymalnej σ_m (w zakresie $150\div 180\text{ MPa}$) i zerwania próbki. W przypadku próbek $1,5\text{ }\mu\text{m}$ i $0,9\text{ }\mu\text{m}$, przebieg ten jest ustabilizowany na pewnym poziomie, a sama wartość naprężenia płynięcia jest zdecydowanie niższa i nie przekracza 120 MPa . Obniżenie średniej wielkości ziarna powoduje przede wszystkim wyraźnie zaznaczony efekt zwiększonej plastyczności. W przypadku próbek o większej wielkości ziarna ($9\text{ }\mu\text{m}$, $5\text{ }\mu\text{m}$ i $3\text{ }\mu\text{m}$) zarejestrowane wartości maksymalnego odkształcenia zawierają się w zakresie $8\div 10\%$, podczas gdy próbki $1,5\text{ }\mu\text{m}$ i $0,9\text{ }\mu\text{m}$ wykazują odkształcenie kolejno ok. 30% i 50% . W temperaturze 78K (Rysunek 4.5b) niezależnie od wielkości ziarna, zarejestrowane wartości odkształcenia są zdecydowanie niższe i zawierają się w przedziale $3\div 5\%$. W tym przypadku rozdrobnienie mikrostruktury powoduje wzrost granicy plastyczności, przy czym przejście materiału w stan plastyczny staje się coraz mniej wyraźnie zaznaczone. Maksymalne naprężenia zarejestrowane w temperaturze 78K zawierają się w zakresie $240\div 300\text{ MPa}$, przy czym najwyższe odnotowano dla próbki o wielkości ziarna równej $0,9\text{ }\mu\text{m}$.

Temperatura	Właściwość	Średnia wielkość ziarna				
		9 μm	5 μm	3 μm	1,5 μm	0,9 μm
298K	σ_y (MPa)	116	122	115,5	93,5	86,5
	σ_M (MPa)	177	156	149	118	110
	ε_F (-)	0,1	0,06	0,12	0,3	0,53
78K	σ_y (MPa)	151,5	162,5	176	175	194
	σ_M (MPa)	254	242	245	258	290
	ε_F (-)	0,05	0,05	0,04	0,03	0,04
4K	σ_y (MPa)	122	142	168	184	218
	σ_M (MPa)	324	271	325	331	368
	ε_F (-)	0,1	0,08	0,09	0,06	0,05

Tabela 4.3: Zestawienie najważniejszych właściwości mechanicznych czystego Mg o różnej wielkości ziarna zarejestrowanych podczas prób jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. σ_y , σ_M i ε_F oznaczają kolejno: granicę plastyczności, maksymalne zarejestrowane naprężenie oraz odkształcenie przy zerwaniu.



Rysunek 4.5: Krzywe napężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane w próbie jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K oraz (c) 4K. (d) Przykładowe niestabilności naprężenia zarejestrowane podczas rozciągania próbek o wielkości ziarna $9\mu\text{m}$ oraz $0,9\mu\text{m}$ w temperaturze 4K.

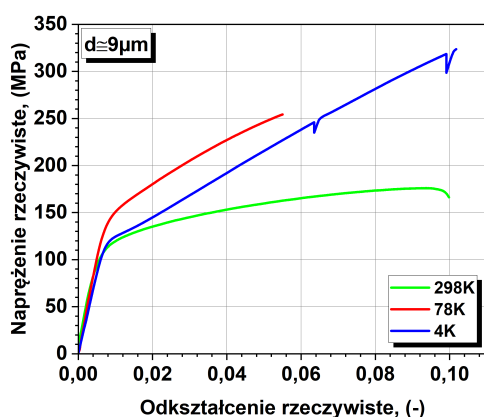
Podobne tendencje obserwowano w przypadku odkształcenia próbek w temperaturze 4K (Rysunek 4.5c). Maksymalne zarejestrowane naprężenia są wyższe niż podczas rozciągania w 78K i mieszczą się w zakresie od ok. 250 MPa do ponad 350 MPa ($d = 0,9\mu\text{m}$). Podobnie jak w temperaturze 78K, w 4K nie obserwowano efektu zwiększonej plastyczności stowarzyszonego ze zmniejszeniem średniej wielkości ziarna. Maksymalne odnotowane odkształcenia mieszczą się w przedziale $4\div 10\%$ i są nieco wyższe niż w przypadku deformacji w 78K. Podczas rozciągania próbek o $d = 9\mu\text{m}$ oraz $0,9\mu\text{m}$ w temperaturze 4K, zaobserwowano pojedyncze spadki naprężenia o wartościach około 10 MPa (Rysunek 4.5d), a efekt ten jest związany ze zjawiskiem adiabatycznej deformacji.

Jest to zjawisko odnoszące się do niestabilności plastycznej, która występuje, gdy ciepło generowane podczas odkształcenia plastycznego nie jest efektywnie odprowadzane z obszaru deformacji. W konsekwencji dochodzi do lokalnego wzrostu temperatury, co prowadzi do spadku naprężenia płynięcia – efektu widocznego makroskopowo na rejestrowanej krzywej. Warunkiem sprzyjającym wystąpieniu tego zjawiska są m.in.

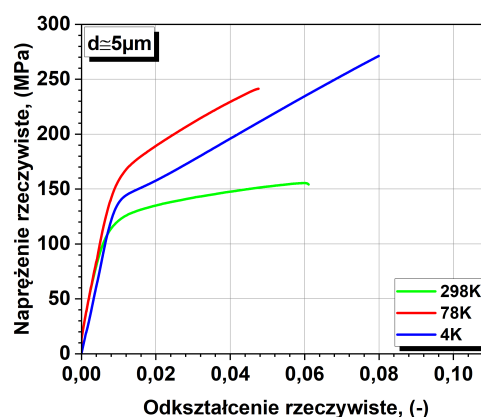
niski współczynnik przewodzenia ciepła oraz mała pojemność cieplna materiału. Zgodnie z modelem proponowanym przez Basińskiego [178], niestabilność plastyczna pojawia się, gdy spadek naprężenia płynięcia wywołany lokalnym nagraniem przewyższa wzrost wynikający z ciągłego odkształcenia. Zlokalizowany obszar próbki ulega wówczas gwałtownej deformacji, po czym następuje jego ochłodzenie. Kontynuacja odkształcenia staje się możliwa dopiero po ponownym przyłożeniu naprężenia co najmniej równego wcześniejszemu maksimum. Zjawisko to obserwowano w aluminium oraz jego stopach, podczas odkształcenia w temperaturze 4K, przy czym efekt ten był szczególnie wyraźny w przypadku stopów. Adiatyczna deformacja została również zaobserwowana podczas odkształcenia monokryształów miedzi, prowadząc do lokalnego nagromadzenia dyslokacji zwiększając opór elektryczny [179]. Magnez jest metalem o niskim przewodnictwie cieplnym [180], więc występowanie zjawiska deformacji adiatycznej jest w jego przypadku jak najbardziej uzasadnione. Istnieją prace potwierdzające jej występowanie w stopach Mg zawierających dodatki metali ziem rzadkich [169, 170].

Ciekawą zależność zaobserwowano podczas odkształcenia próbek o większym ziarnie (tj. 9 μm , 5 μm i 3 μm) w niskich temperaturach. Otóż granica plastyczności tych próbek jest wyższa podczas odkształcenia w temperaturze 78K niż w 4K, co jest dobrze widoczne na zestawieniach temperaturowych przedstawionych na Rysunku 4.6 (a-c) oraz na zestawieniu wartości granicy plastyczności w funkcji temperatury odkształcenia (Rysunek 4.7b). Istnienie tego zjawiska można przypisać podwyższonej aktywności niebazalnych systemów poślizgu podczas odkształcenia w temperaturach bliskich 0K. Według symulacji struktury rdzenia dyslokacji typu $\langle c+a \rangle$ przeprowadzonych przez Ando i wsp. [181], w 0K dyslokacje te posiadają stabilną strukturę i mogą być traktowane jako jeden z dostępnych mechanizmów odkształcenia. Jednak wraz ze wzrostem temperatury do około 30K, dyslokacje $\langle c+a \rangle$ ulegają dysocjacji i przyjmują konfiguracje osiadłe (*ang. sessile*), tym samym ich ruch staje się mocno utrudniony. Stabilna struktura dyslokacji typu $\langle c+a \rangle$ i możliwość ich ruchu w temperaturach poniżej 30K, może być bezpośrednią przyczyną niższej wartości granicy plastyczności obserwowanej podczas odkształcenia w temperaturze 4K.

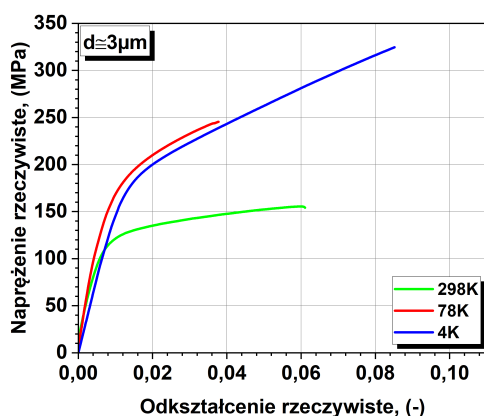
Rysunek 4.7a przedstawia zależności Halla-Petcha (σ_y vs. $d^{-1/2}$) skonstruowane w oparciu o dane wyznaczone z charakterystyk odkształcenia zarejestrowanych podczas rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K. W przypadku rozciągania w 298K można zaobserwować, że przy osiągnięciu krytycznej wielkości ziarna na poziomie około 3 μm , następuje widoczne załamanie zależności H-P objawiające się negatywnym nachyleniem prostej ekstrapolowanej z danych eksperymentalnych i zmianę początkowego nachylenia prostej z $k \approx 35\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$ na $k \approx -103\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$. Rozciąganie w temperaturach 78K i 4K generuje zależności H-P bez widocznego załamania o nachyleniach kolejno: $k \approx 66\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$ oraz $k \approx 130\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$. Rysunek 4.7b przedstawia zmianę wartości granicy plastyczności σ_y poszczególnych materiałów, w zależności od temperatury odkształcenia. Należy zauważyć, że w zakresie temperatur 78K÷298K, wszystkie badane materiały wykazują spadek σ_y wraz ze wzrostem temperatury, przy czym rozdrobnienie mikrostruktury skutkuje spadkiem o większym nachyleniu sięgającym ok. 0,5 MPa/K w przypadku próbki 0,9 μm . Dla porównania próbka o $d = 9 \mu\text{m}$ wykazuje spadek 0,16 MPa/K. W zakresie temperatur kriogenicznych, próbki o wielkości ziarna 9 μm , 5 μm i 3 μm wykazują wzrost σ_y wraz z podnoszeniem temperatury. Efekt zanika w próbkach 1,5 μm i 0,9 μm , gdzie granica plastyczności w 4K jest wyższa niż w 78K.



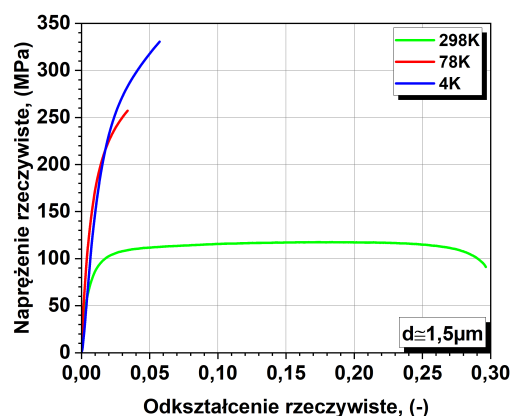
(a)



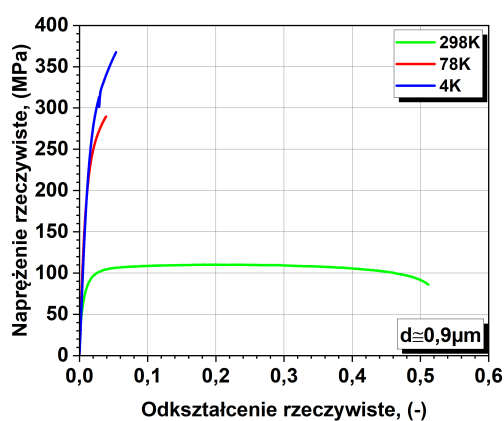
(b)



(c)

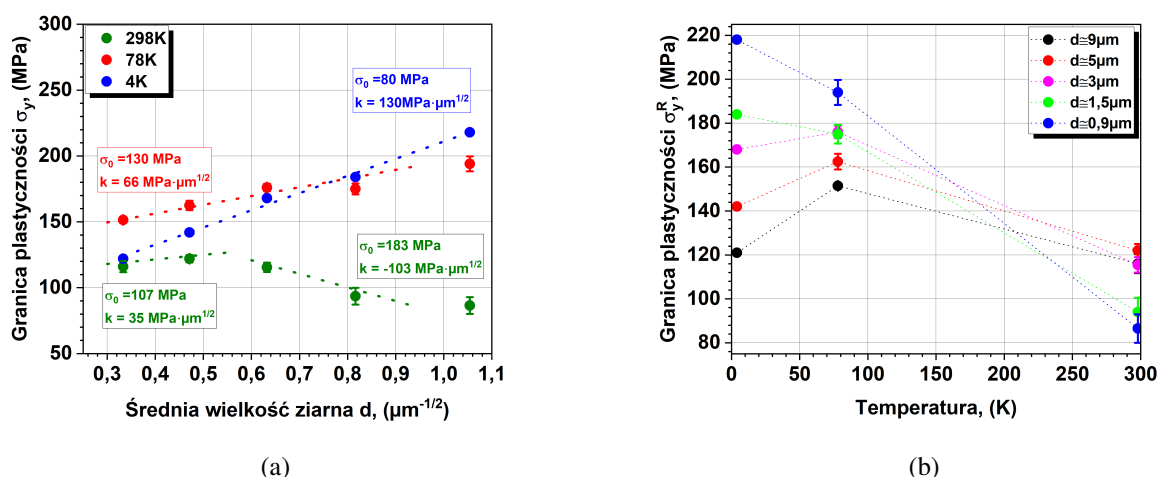


(d)



(e)

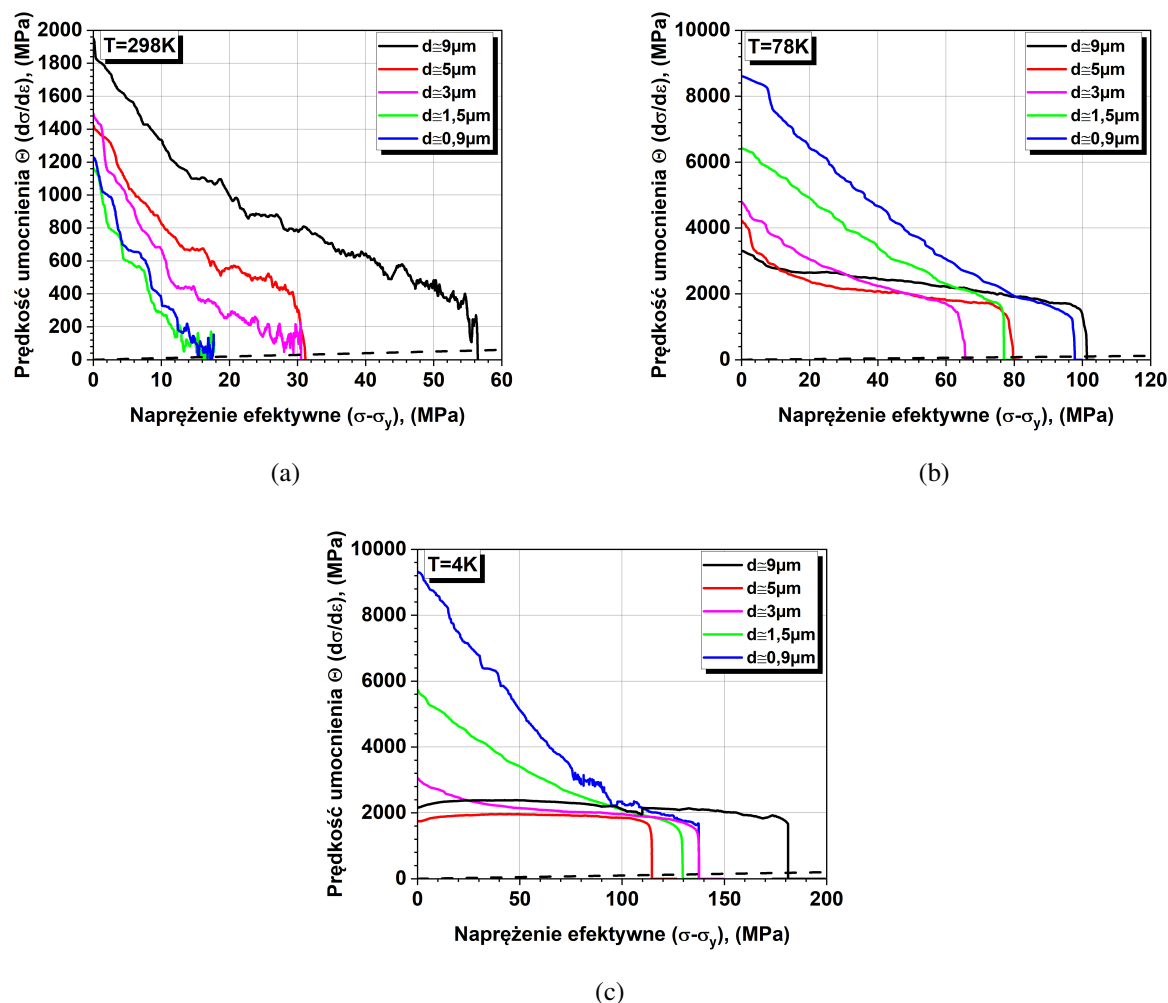
Rysunek 4.6: Zestawienia porównawcze krzywych napężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm zarejestrowanych w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K.



Rysunek 4.7: (a) Zależności Halla-Petcha wyznaczone w oparciu o wyniki uzyskane w próbach jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. σ_0 - współczynnik koncentracji naprężeń, k - naprężenie tarcia sieci. (b) Zestawienie wartości granicy plastyczności σ_y w funkcji temperatury dla poszczególnych wielkości ziarna.

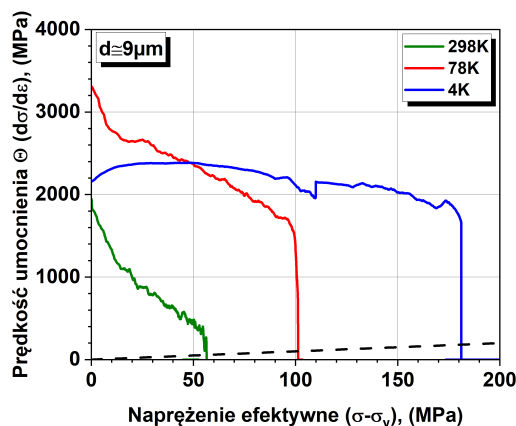
4.2.3 Krzywe prędkości umocnienia uzyskane w próbach jednoosiowego rozciągania

Rysunek 4.8, przedstawia zależności prędkości umocnienia Θ w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$), czyli z pominięciem sprężystej składowej naprężenia. $\Theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ oznacza przyrost naprężenia σ w stosunku do przyrostu odkształcenia ε . Krzywe prędkości umocnienia zarejestrowane podczas rozciągania w temperaturze otoczenia (Rysunek 4.8a) cechują się jakościowo podobnym przebiegiem, który reprezentuje tak zwane trzecie stadium deformacji. Stadium to charakteryzuje się ciągłym spadkiem prędkości umocnienia, aż do zerwania próbki. Taki kształt krzywych wskazuje na aktywność procesów dynamicznego zdrowienia. W temperaturze 298K, początkowa wartość Θ wynosi ok. 2000 MPa w próbce 9 μm i systematycznie maleje wraz z redukcją średniej wielkości ziarna do wartości ok. 1200 MPa w próbkach 1,5 μm i 0,9 μm , a same krzywe prędkości umocnienia wykazują coraz większe nachylenie. Takie zachowanie wskazuje na większą aktywność procesów dynamicznej odbudowy struktury w materiałach o mniejszym d . Podczas odkształcenia w 78K (Rysunek 4.8b) początkowe wartości Θ są dużo wyższe niż w przypadku odkształcenia w temperaturze otoczenia i rosną wraz z redukcją średniej wielkości ziarna. Próbka 9 μm wykazuje początkową wartość Θ na poziomie ok. 3300 MPa, natomiast dla próbki 0,9 μm odnotowano wartość sięgającą 8600 MPa. W 4K (Rysunek 4.8c) początkowe wartości Θ próbek o wielkości ziarna poniżej 3 μm są wyższe niż podczas odkształcenia w 78K i sięgają 9300 MPa w przypadku próbki 0,9 μm . Materiały o wielkości ziarna powyżej 3 μm wykazują podobne prędkości umocnienia w całym zakresie naprężenia efektywnego. Duży wzrost początkowych wartości Θ podczas odkształcenia w temperaturach kriogenicznych może wynikać ze zwiększonego udziału sprężysto-plastycznej deformacji, co ma swoje odzwierciedlenie w krzywych eksperymentalnych (Rysunek 4.5 (b-c)). Przerywaną linią na Rysunkach 4.8 i 4.9 zaznaczono kryterium nie-stabilności plastycznej Considère'a. Kryterium to jest spełnione w momencie, kiedy $\Theta = \sigma$, to znaczy kiedy prędkość umocnienia równa się co do wartości z naprężeniem płynięcia plastycznego [182]. Niezależnie

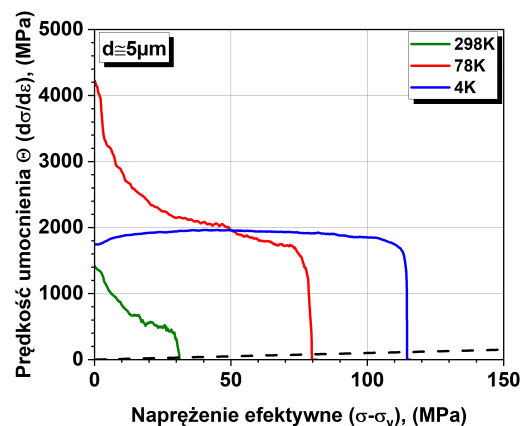


Rysunek 4.8: Krzywe prędkości umocnienia Θ w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) uzyskane podczas jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K.

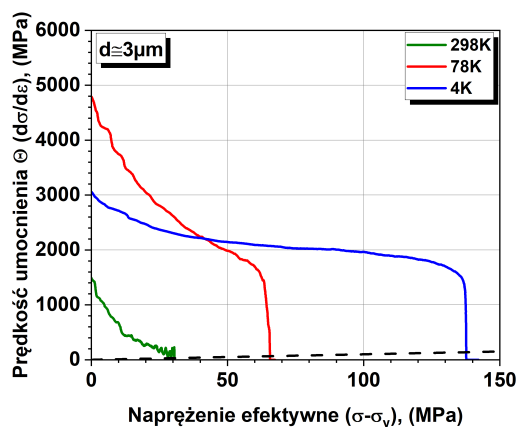
od temperatury deformacji, w materiałach o wielkości ziarna 9 μm oraz 5 μm (Rysunki 4.9a-4.9b), lokalizacja odkształcenia i pęknięcie następuje zanim kryterium to zostaje spełnione, o czym świadczy gwałtowny spadek wartości Θ . W przypadku materiału o $d = 9 \mu m$, pęknięcie następuje przy wartościach Θ w zakresie 1600÷1800 MPa w niskich temperaturach i przy Θ ok. 200 MPa w $T=298K$. W przypadku próbki 5 μm wartości te są zbliżone. Dla materiałów o mniejszej wielkości ziarna (Rysunki 4.9c-4.9e), przedwczesne pękanie ma miejsce jedynie podczas odkształcenia w temperaturach 78K i 4K. W 298K, próbki 3 μm , 1,5 μm oraz 0,9 μm spełniają kryterium Considère'a przy wartościach Θ równych odpowiednio: 150 MPa, 113 MPa oraz 110 MPa. W temperaturach 78K i 4K, pękanie tych materiałów następuje przy wyższych wartościach Θ w zakresie 1200÷1800 MPa. Zestawienia temperaturowe (Rysunek 4.9) wskazują na istotny wpływ temperatury na kinetykę umocnienia badanych materiałów. W każdym przypadku obniżenie temperatury deformacji skutkuje wyhamowaniem procesów dynamicznej odbudowy struktury, objawiającym się przez mniej strome spadki krzywych (w materiałach o wielkości ziarna 3 μm , 1,5 μm , i 0,9 μm) lub całkowite ich wypłaszczenie (próbki $d = 9 \mu m$ i 5 μm).



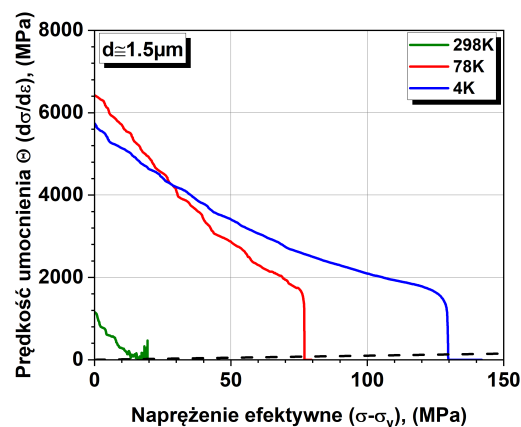
(a)



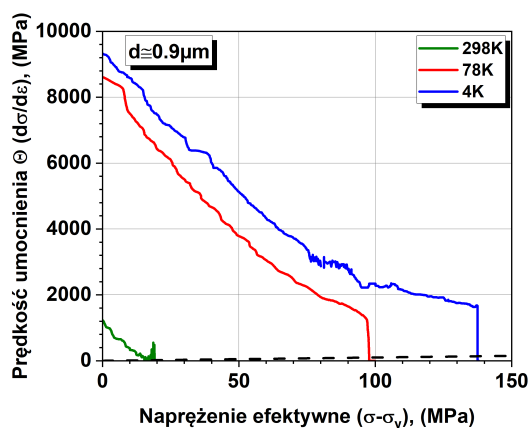
(b)



(c)



(d)



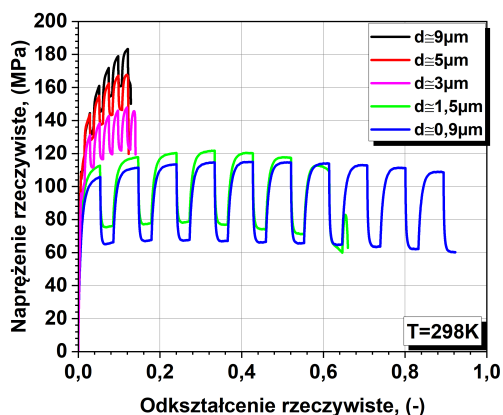
(e)

Rysunek 4.9: Zestawienie porównawcze krzywych prędkości umocnienia Θ w funkcji napężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) uzyskanych podczas jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) $9 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $3 \mu\text{m}$, (d) $1,5 \mu\text{m}$ i (e) $0,9 \mu\text{m}$ w temperaturze 298K, 78K i 4K.

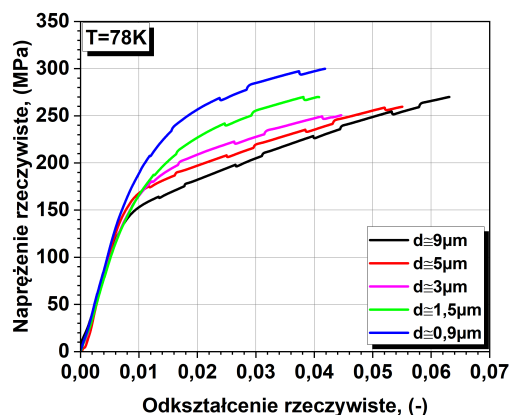
4.2.4 Czułość na prędkość odkształcenia

Rysunek 4.10 przedstawia krzywe naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane podczas eksperymentów skokowej zmiany prędkości odkształcenia podczas rozciągania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. Eksperymenty te były prowadzone w celu określenia parametru czułości na prędkość odkształcenia „m” i umożliwiły jego wyznaczenie w oparciu o zależność 3.3.

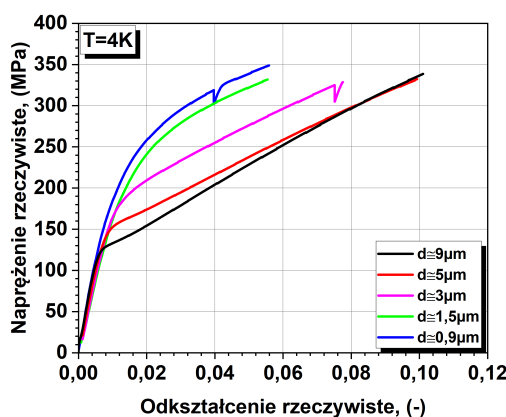
W temperaturze 298K (Rysunek 4.10a) materiały o wielkości ziarna 9 μm , 5 μm oraz 3 μm wykazują



(a)



(b)



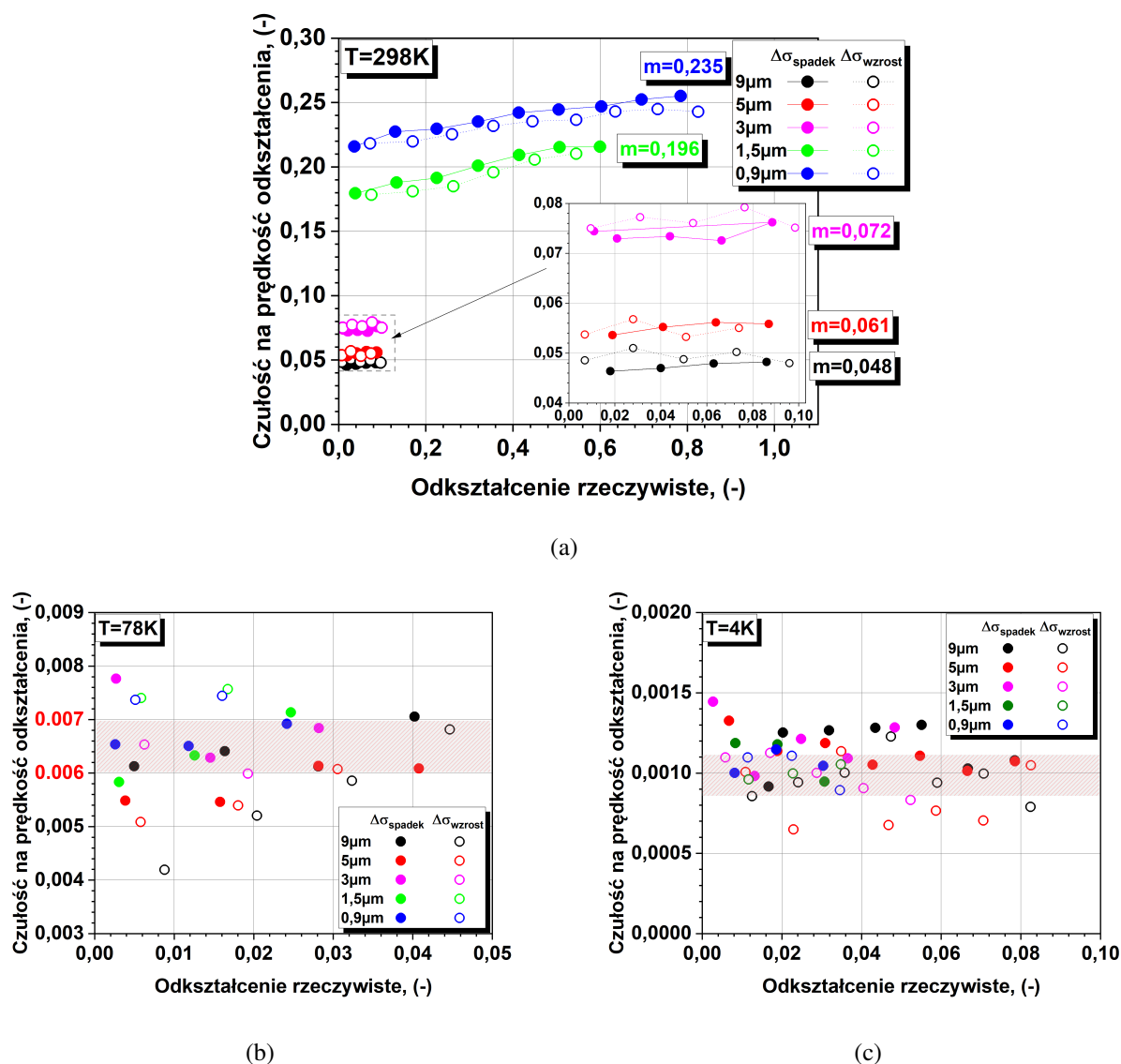
(c)

Rysunek 4.10: Krzywe naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane podczas jednoosiowego rozciągania ze skokową zmianą prędkości odkształcenia czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K oraz (c) 4K.

oscylacje naprężenia związane ze zmianą prędkości odkształcenia w zakresie ok. 20 MPa. Rozdrobnienie mikrostruktury powoduje, że zmiany są zdecydowanie większe i sięgają blisko 50 MPa. Efekt zwiększonej plastyczności materiałów o $d = 1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$ jest również dobrze widoczny tak jak podczas statycznych prób rozciągania (Rysunek 4.5a), a maksymalne zarejestrowane odkształcenie sięga blisko 90% w przypadku próbki o najmniejszej wielkości ziarna. Obniżenie temperatury deformacji do 78K powoduje, iż niezależnie od d , amplitudy naprężeń związane ze zmianą prędkości odkształcenia są coraz mniejsze (Rysunek

4.10b). W przypadku próbek 0,9 μm wynoszą średnio ok. 5 MPa. W temperaturze 4K wartość ta maleje jeszcze bardziej, a pojedyncze skoki nie przekraczają wartości 2 MPa. Ponadto, pojawiają się pojedyncze spadki naprężenia związane z adiabatyczną deformacją (Rysunek 4.10c) analogicznie do eksperymentów ze stałą prędkością (Rysunek 4.5c).

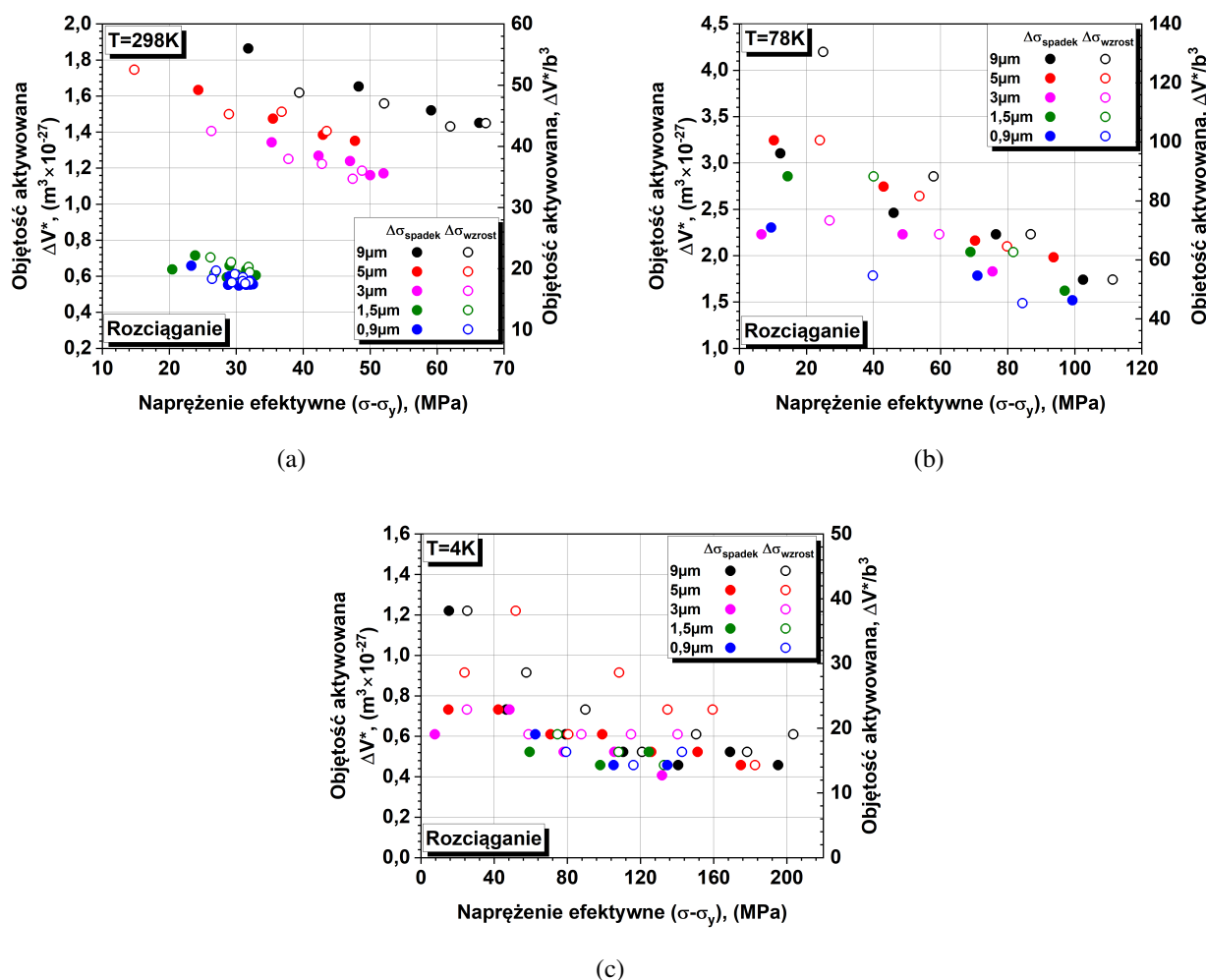
Rysunek 4.11 przedstawia wartość inżynierskiego parametru czułości na prędkość odkształcenia „ m ”



Rysunek 4.11: Inżynierski parametr czułości na prędkość odkształcenia „ m ” wyznaczony w oparciu o eksperymenty skokowej zmiany prędkości odkształcenia podczas rozciągania w temperaturze (a) 298K, (b) 78K (c) 4K w funkcji odkształcenia rzeczywistego dla czystego Mg o różnej średniej wielkości ziarna. W przypadku odkształcenia w temperaturze 78K oraz 4K, obszary zakreskowane oznaczają przedział, w którym zawierają się średnie wartości parametru „ m ” poszczególnych próbek.

w funkcji odkształcenia rzeczywistego podczas deformacji w próbach jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K. W temperaturze 298K (Rysunek 4.11a), materiały o większej wielkości ziarna (9 μm , 5 μm , 3 μm) wykazują uśrednione wartości „ m ” kolejno 0,048, 0,061 oraz 0,072. Dalsze rozdrob-

nienie mikrostruktury powoduje znaczący wzrost czułości na prędkość odkształcenia. Próbki o $d = 1,5 \mu\text{m}$ oraz $0,9 \mu\text{m}$ odznaczają się wartościami parametru „m” kolejno 0,196 oraz 0,235. Jego wartości wyznaczone zarówno przy spadkach $\Delta\sigma_{spadek}$ i wzrostach $\Delta\sigma_{wzrost}$ naprężenia związanych ze zmianą prędkości odkształcenia, co do wartości są do siebie zbliżone i nie zaobserwowano odejścia od tej reguły w całym zakresie wielkości ziarna. Obserwowany w temperaturze 298K wzrost parametru „m” wraz z redukcją wielkości ziarna jest zupełnie nieobecny podczas odkształcenia w temperaturze 78K (Rysunek 4.11b). W tym przypadku wszystkie wartości średnie parametru czułości na prędkość odkształcenia zawierają się w przedziale pomiędzy $0,006 \div 0,007$ i są znacząco niższe niż w temperaturze otoczenia. Podobna sytuacja ma miejsce w temperaturze 4K (Rysunek 4.11c), gdzie uśrednione wartości „m” oscylują w granicy 0,001. Podczas odkształcenia w temperaturach kriogenicznych nie stwierdzono jasnego wpływu wielkości ziarna na parametr czułości na prędkość odkształcenia.



Rysunek 4.12: Wartości objętości aktywowanej ΔV^* w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$), wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna, w oparciu o eksperymenty skokowej zmiany prędkości odkształcenia podczas rozciągania w (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K. Dodatkowa oś z prawej strony, przedstawia wartość ΔV^* znormalizowaną względem wektora Burgersa dyslokacji bazalnej (b^3) w Mg.

Rozwinięciem eksperymentów skokowej zmiany prędkości odkształcenia jest określenie objętości aktywowanej podczas odkształcenia plastycznego. W klasycznym ujęciu, wartość ta jest związana z oddziaływaniem dyslokacji z przeszkodami bliskiego zasięgu takimi jak bariery Peierlsa-Nabarro czy dyslokacje lasu. W kontekście prowadzonych badań, może jednak dostarczyć pewnych informacji na temat aktywnych mechanizmów odkształcenia w badanych materiałach [158]. Objętość aktywowana ΔV^* została wyznaczona w oparciu o równania [183, 184]

$$\Delta a^* = \frac{MkT}{b\sigma} \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} = \frac{MkT}{b} \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \equiv \frac{MkT}{b} \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \sigma} \quad (4.1)$$

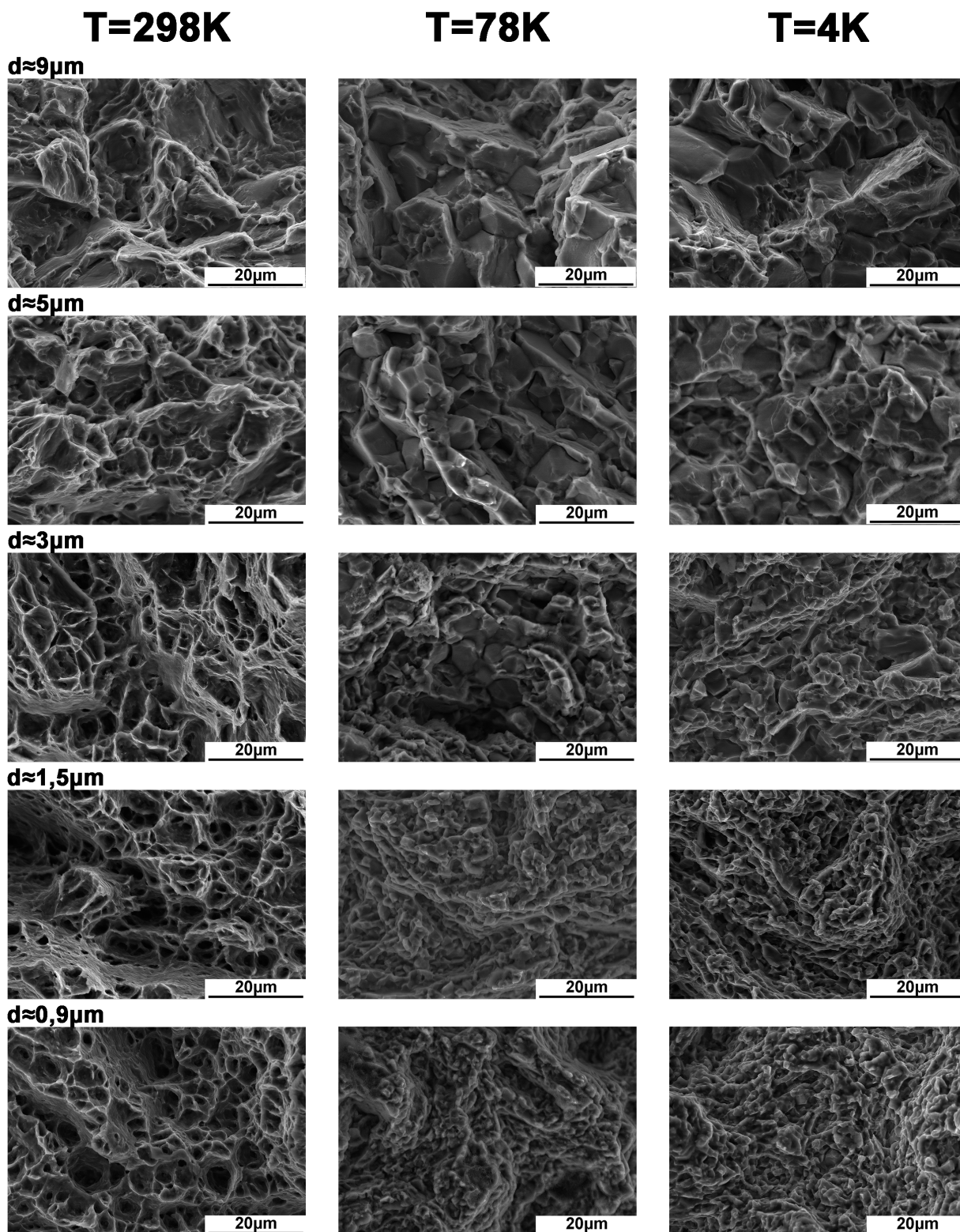
$$\Delta V^* = b\Delta a^* = MkT \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \sigma} \quad (4.2)$$

gdzie: Δa^* - powierzchnia aktywacji; k - stała Boltzmanna; T - temperatura bezwzględna; M - czynnik Taylora i b - wektor Burgersa dyslokacji bazalnej w Mg. $\Delta \sigma$ oznacza zmianę naprężenia wskutek zmiany prędkości odkształcenia $\Delta \ln \dot{\epsilon}$.

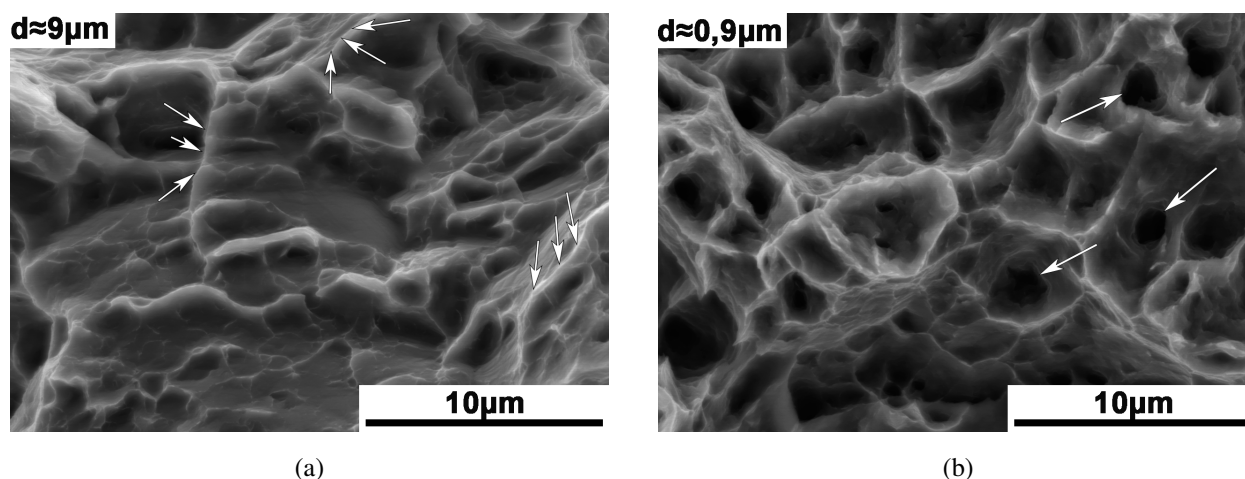
Rysunek 4.12 przedstawia ewolucję objętości aktywowanej w funkcji naprężenia efektywnego podczas rozciągania w 298K, 78K i 4K. Wartości ΔV^* uzyskane podczas rozciągania próbek o $d = 9 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$ i $3 \mu\text{m}$ w temperaturze 298K wykazują podobną tendencję, przejawiającą się ciągłym spadkiem wraz z postępującym odkształceniem. Podczas rozciągania w temperaturze otoczenia (Rysunek 4.12a) materiały o większym ziarnie wykazują początkowe wartości ΔV^* w zakresie od około 60 do 40 b^3 . W przypadku próbek o mniejszym ziarnie (1,5 μm oraz 0,9 μm) wartości te są znacznie niższe, oscylujące wokół 20 b^3 i w odróżnieniu od próbek gruboziarnistych są ustabilizowane na jednym poziomie bez względu na stopień zaawansowania odkształcenia. W warunkach kriogenicznych, ciągły spadek wartości objętości aktywowanej wraz z postępującym odkształceniem obserwowano niezależnie od wielkości ziarna. Podczas rozciągania w 78K (Rysunek 4.12b) zaobserwowano wzrost wartości ΔV^* w początkowym etapie odkształcenia (w porównaniu do deformacji w 298K). Wartości te mieszczą się w zakresie od 140 do 60 b^3 , a te uzyskane podczas rozciągania w 4K (Rysunek 4.12c) zawierają się w przedziale od 40 do 10 b^3 i są niższe w porównaniu do deformacji w 78K. Podobnie jak w przypadku granicy plastyczności, za tą tendencję może odpowiadać podwyższona aktywność poślizgu w systemach piramidalnych [55]. Rozdrobnienie mikrostruktury wpływa na obniżenie wartości ΔV^* niezależnie od temperatury odkształcenia, jednak efekt ten jest najbardziej uwidoczniiony w 298K.

4.2.5 Charakterystyka powierzchni przełomów

Obserwacje przełomów po próbach jednoosiowego rozciągania Mg o różnej średniej wielkości ziarna w 289K, 78K oraz 4K były prowadzone za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego (Rysunek 4.13). Analiza przełomów po rozciąganiu w 298K wykazała, że zmniejszenie średniej wielkości ziarna powoduje przejście z krucho-ciągłej charakterystyki pęknięcia do pęknięcia ciągłego, gdzie proces dekohezji poprzedzony jest znacznym odkształceniem plastycznym. W materiałach o większej wielkości ziarna można zaobserwować cechy przełomu transkrystalicznego (łupliwego), to znaczy zachodzącego wzdłuż określonych płaszczyzn krystalograficznych (Rysunek 4.14a). Jest to przełom w większości o charakterystyce kruchej, bez widocznych śladów odkształcenia plastycznego.



Rysunek 4.13: Obserwacje SEM przełomów po rozciąganiu w 298K, 78K i 4K czystego Mg o różnej średniej wielkości ziarna.



Rysunek 4.14: Obserwacje powierzchni przełomów uzyskanych w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze otoczenia czystego Mg o wielkości ziarna (a) 9 μm oraz (b) 0,9 μm . Strzałkami oznaczono przykładowe płaszczyzny łupliwości (a) lub mikrodołki wskazujące na ciągłą charakterystykę pęknięcia (b).

Taki sposób dekohezji jest jednym z powodów ograniczonej plastyczności produktów magnezowych. Z drugiej strony, materiały o najmniejszej wielkości ziarna, w temperaturze 298K, wykazują cechy przełomu plastycznego. Proces pęknięcia jest poprzedzony odkształceniem plastycznym, którego produktem jest duża ilość mikrodołków wypełniających całą powierzchnię przełomu (Rysunek 4.14b). Tak wyraźna zmiana charakterystyki pęknięcia materiałów podczas odkształcenia w temperaturze otoczenia koreluje z wynikami uzyskanymi w próbach jednoosiowego rozciągania i jest efektem zwiększonej plastyczności próbek o wielkości ziarna $d = 1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$ (Rysunek 4.5a). Może to również sugerować, iż redukcja średniej wielkości ziarna ma swoje konsekwencje w postaci zmiany dominującego mechanizmu odkształcenia w temperaturze 298K. Obniżenie temperatury deformacji w przypadku materiałów o większej wielkości ziarna, powoduje zmianę charakteru pęknięcia z transkrystalicznego na międzykrystaliczne, gdzie dekohezja materiału odbywa się w obszarach granic ziaren. Materiały nie wykazują obecności odkształcenia plastycznego poprzedzającego pęknięcie, a w efekcie można zaobserwować „otwieranie się” pojedynczych ziaren charakterystyczne dla pęknięcia międzykrystalicznego. Próbki o mniejszej wielkości ziarna, podczas deformacji w niskich temperaturach, wykazują cechy pęknięcia o charakterystyce krucho-ciągliwej.

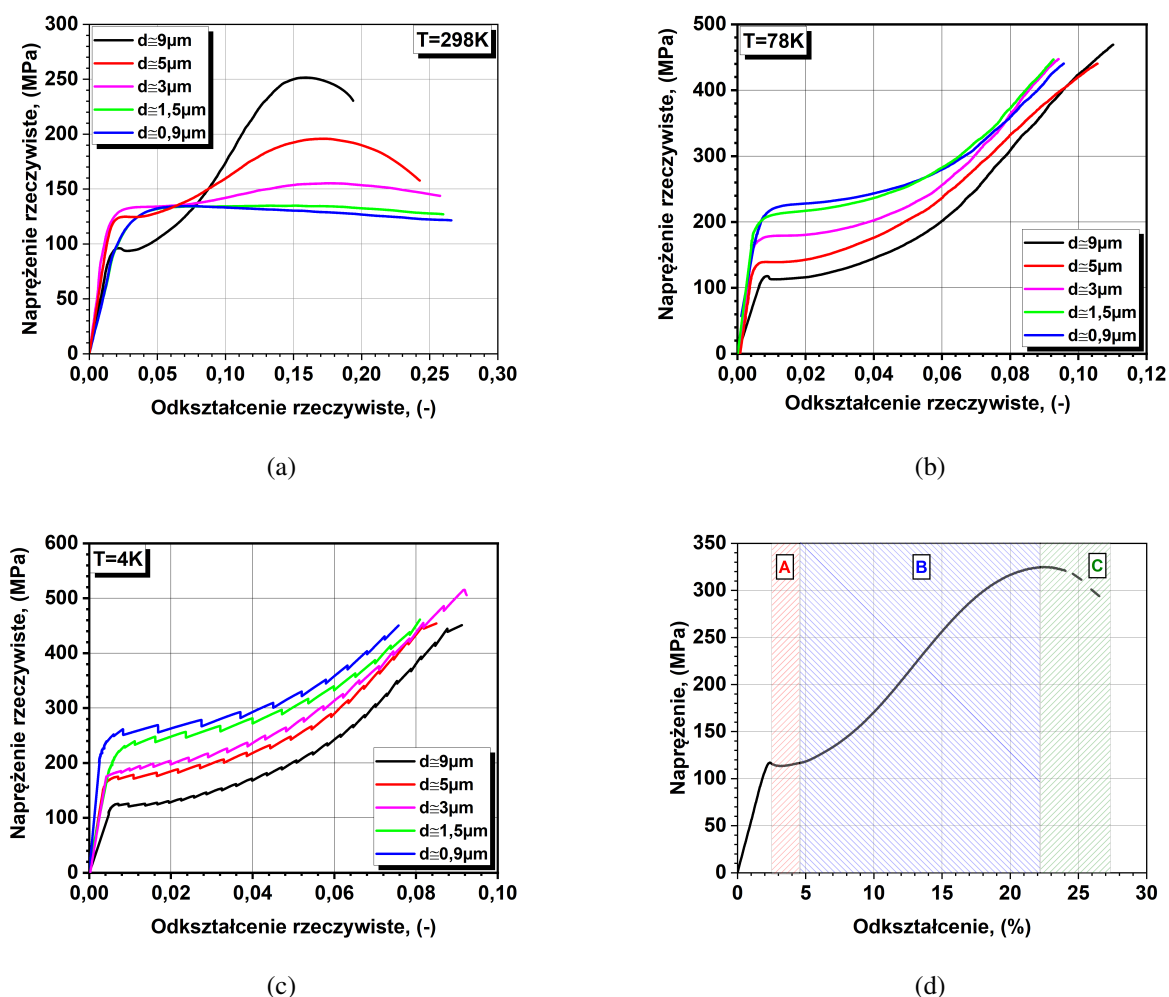
4.2.6 Charakterystyki odkształcenia zarejestrowane podczas prób jednoosiowego ściskania

Charakterystyki naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane podczas prób jednoosiowego ściskania zostały przedstawione na Rysunku 4.15a-4.15c, a zestawienie najważniejszych właściwości zostało zawarte w Tabeli 4.4. W temperaturze otoczenia ściskanie materiałów o wielkościach ziarna: 3 μm , 1,5 μm i 0,9 μm zostało przerwane przed całkowitym zniszczeniem próbek w celu przeprowadzenia dalszych badań mikrostrukturalnych. W temperaturach kriogenicznych (78K, 4K) eksperymenty zostały przerwane ze względu na ograniczenia maszyny wytrzymałościowej. Podczas odkształcenia w temperaturze 298K (Rysunek 4.15a) krzywe próbek o większej wielkości ziarna (9 μm i 5 μm) wykazują cechy tzw. przebiegu sigmoidalnego (*ang. S-shaped*), który schematycznie został przedstawiony na Rysunku 4.15d. Cechuje się on małym spadkiem naprężenia płynięcia po przejściu materiału w stan plastyczny i następującym po nim, krótkim „plateau” (Etap A). Etap B to gwałtowny wzrost naprężenia aż do wartości maksymalnej

Temperatura	Właściwość	Średnia wielkość ziarna				
		9 μm	5 μm	3 μm	1,5 μm	0,9 μm
298K	σ_y (MPa)	97	121	132	129	130
	σ_M (MPa)	250	220	155	136	135
	ε_F (%)	0,2*	0,22*	0,26	0,26	0,27
78K	σ_y (MPa)	116	165	168	208	220
	σ_M (MPa)	467	404	447	447	441
	ε_F (%)	0,11*	0,09*	0,09*	0,09	0,09
4K	σ_y (MPa)	125	174	182	230	253
	σ_M (MPa)	450	453	512	460	450
	ε_F (%)	0,09	0,09	0,09	0,08	0,08

Tabela 4.4: Zestawienie najważniejszych właściwości mechanicznych czystego Mg o różnej wielkości ziarna zarejestrowanych podczas prób jednoosiowego ściskania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. σ_y , σ_M i ε_F oznaczają kolejno: granicę plastyczności, maksymalne zarejestrowane naprężenie oraz odkształcenie, przy czym wartości oznaczone * oznaczają pęknięcie próbki podczas eksperymentu.

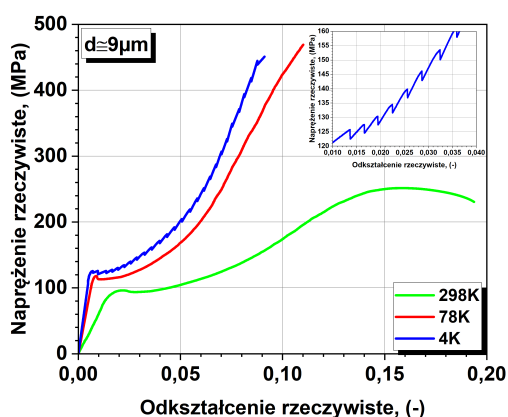
związany z umocnieniem odkształceniowym. Podczas etapu C osiągana jest maksymalna wartość naprężenia płynięcia σ_M i następujący jego spadek aż do pęknięcia. Tego typu przebieg jest dość charakterystyczny dla odkształcenia kontrolowanego poprzez bliźniakowanie [185]. Zmniejszenie średniej wielkości ziarna powoduje kompletną zmianę charakteru krzywych ściskania i widoczny spadek umocnienia, wypłaszczenie się krzywej w przypadku próbki o ziarnie 3 μm lub ustabilizowanie płynięcia na pewnym poziomie, aż do przerwania eksperymentu w przypadku materiałów o najmniejszym d (1,5 μm i 0,9 μm). Różnice w maksymalnych wartościach naprężenia są znaczące i wynoszą ok. 250 MPa w próbce 9 μm i 135 MPa w próbce 0,9 μm . W temperaturze 78K (Rysunek 4.15b) niezależnie od wielkości ziarna, we wszystkich próbkach obserwowano jakościowo podobny przebieg krzywych ściskania wykazujący cechy przebiegu sigmoidalnego.



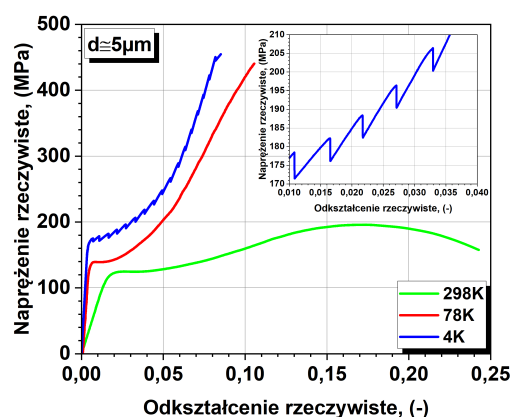
Rysunek 4.15: Krzywe napężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane w próbie jednoosiowego ściskania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K oraz (c) 4K. (d) Przykładowa krzywa ściskania, na której schematycznie zaznaczono poszczególne etapy (stadia) odkształcenia.

Należy zwrócić uwagę na wyższe wartości maksymalnego zarejestrowanego napężenia, które dla wszystkich próbek przekracza 400 MPa. Podczas ściskania w 4K (Rysunek 4.15c) zarejestrowane wartości σ_M są nieco wyższe (10÷35 MPa) niż podczas odkształcenia w 78K. Ponadto we wszystkich badanych próbkach obserwowano mniejsze bądź większe oscylacje napężenia związane ze zjawiskiem adiabatycznej deformacji zaraz po przejściu materiałów w stan plastyczny.

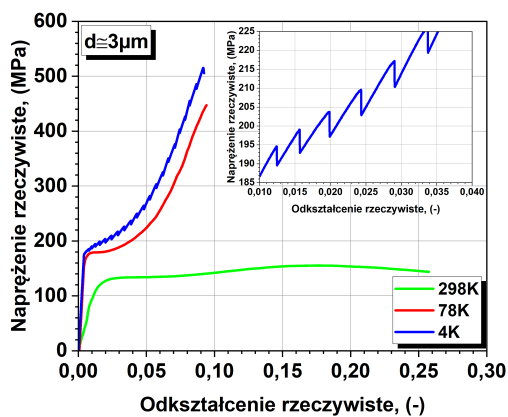
Temperaturowe zestawienia krzywych ściskania dla poszczególnych wielkości ziarna zostały przedstawione na Rysunku 4.16. Należy zaobserwować, iż niezależnie od wielkości ziarna i temperatury odkształcenia, materiały wykazują wyraźną granicę plastyczności. Efekt zwiększonego umocnienia próbek wraz z obniżaniem temperatury deformacji obserwowano niezależnie od wielkości ziarna. W materiałach o średniej wielkości ziarna równej $9\mu m$ i $5\mu m$, w temperaturze 78K zarejestrowano pojedynczy spadek napężenia po przejściu materiału w stan plastyczny (Rysunek 4.16a, 4.16b). W przypadku próbki $9\mu m$ efekt ten występuje także w 298K (Rysunek 4.16a).



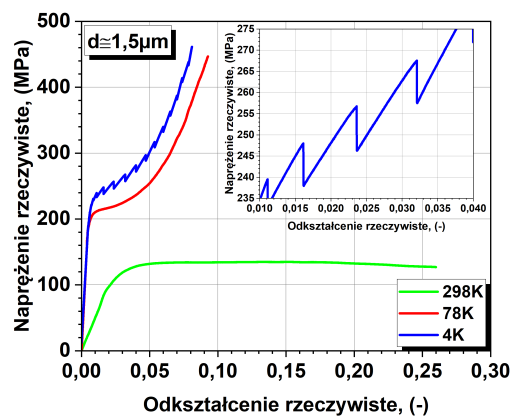
(a)



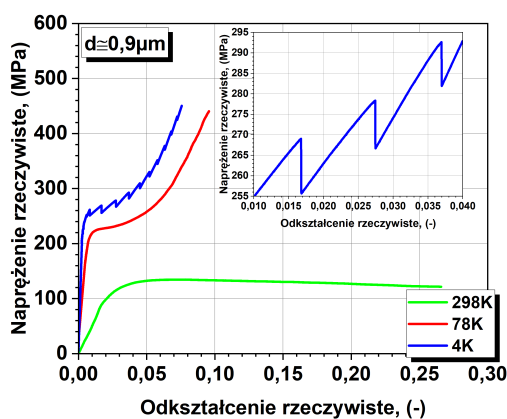
(b)



(c)

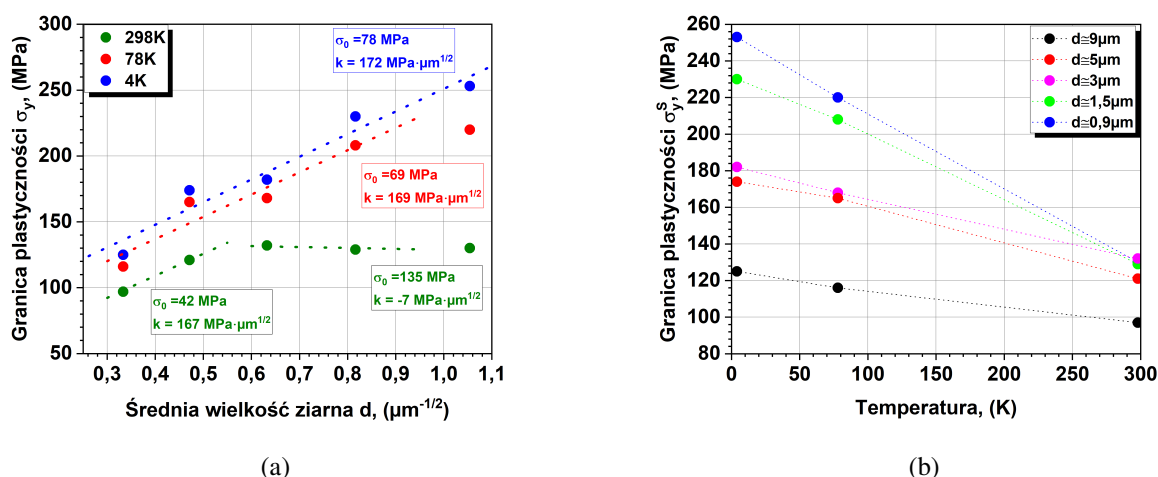


(d)



(e)

Rysunek 4.16: Zestawienia porównawcze krzywych naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm zarejestrowanych w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturach 298K, 78K i 4K.



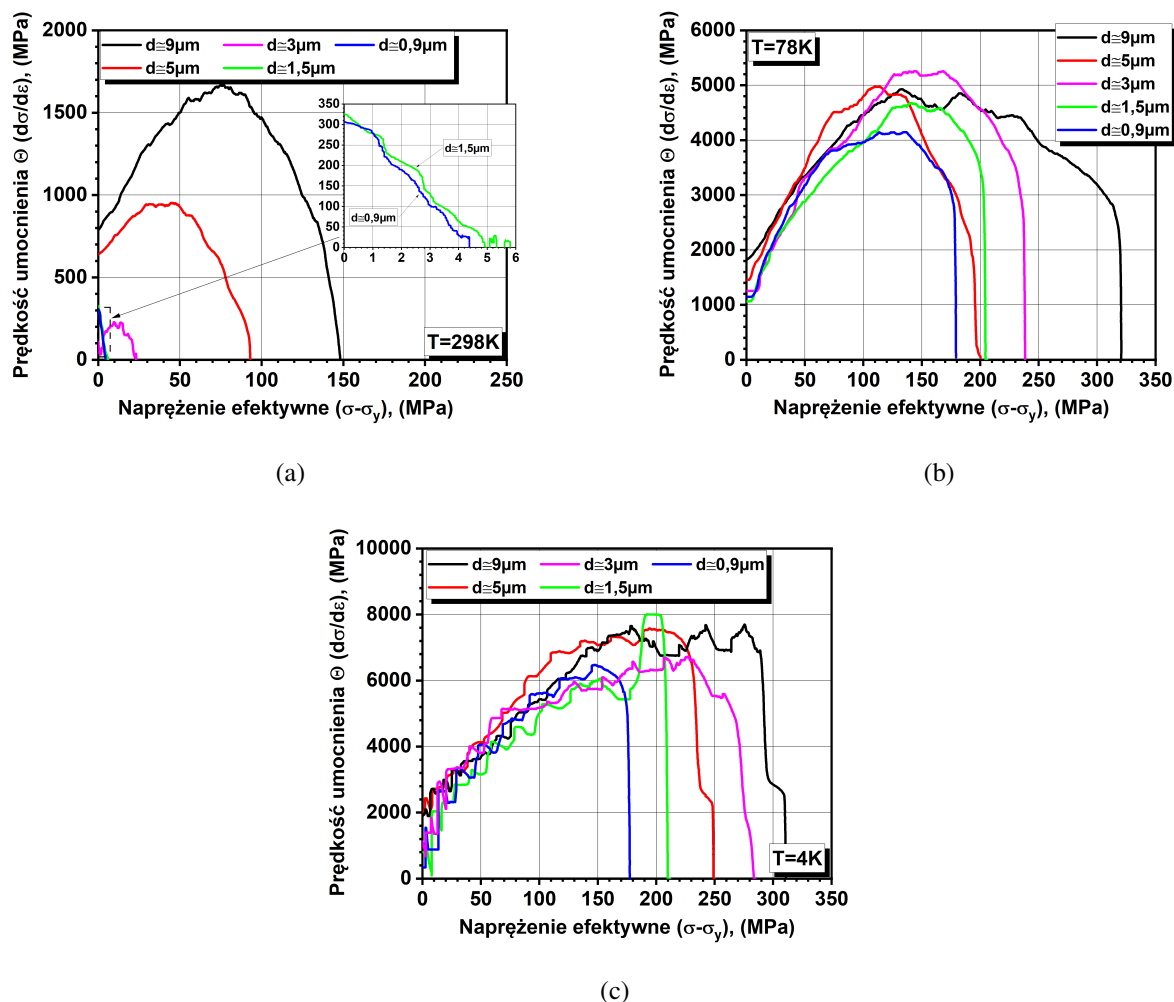
Rysunek 4.17: (a) Zależności Halla-Petcha wyznaczone w oparciu o wyniki uzyskane w próbach jednoosiowego ściskania czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. k - współczynnik koncentracji naprężeń, σ_0 - naprężenie tarcia sieci. (b) Zestawienie wartości granicy plastyczności σ_y w funkcji temperatury dla poszczególnych wielkości ziarna.

Mniejsze wykresy zamieszczone na Rysunkach 4.16a-4.16e przedstawiają szczegóły oscylacji naprężenia związanych z adiabatyczną deformacją, które zostały zarejestrowane podczas ściskania w temperaturze 4K. Oscylacje te zawierają się w zakresie od około 5 do 15 MPa, a ich amplituda nieznacznie rośnie wraz z redukcją średniej wielkości ziarna.

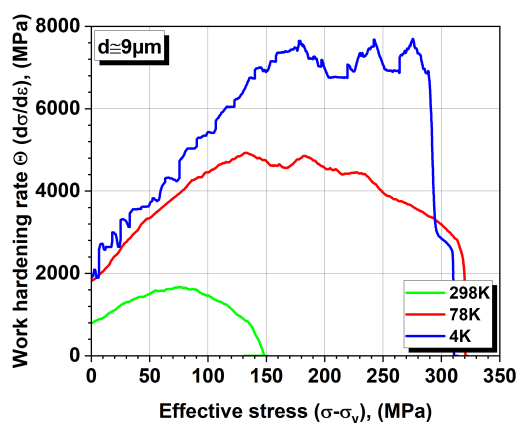
Rysunek 4.17a przedstawia zależności Halla-Petcha (σ_y vs. $d^{-1/2}$) skonstruowane w oparciu o dane wyznaczone z charakterystyk odkształcenia zarejestrowanych podczas ściskania w temperaturach 298K, 78K i 4K. Podczas odkształcenia w temperaturze 298K, podobnie jak w przypadku rozciągania, redukcja średniej wielkości ziarna poniżej $3 \mu m$ powoduje zmianę nachylenia prostej HP z początkowego $k \approx 167 \text{ MPa} \cdot \mu m^{1/2}$ na $k \approx -7 \text{ MPa} \cdot \mu m^{1/2}$. Efekt ten jest nieobecny podczas odkształcenia w temperaturach 78K i 4K, gdzie zmniejszenie średniej wielkości ziarna skutkuje spełnieniem liniowej zależności HP o nachyleniach kolejno: $k \approx 169 \text{ MPa} \cdot \mu m^{1/2}$ oraz $k \approx 172 \text{ MPa} \cdot \mu m^{1/2}$. Wysokie wartości k wygenerowane podczas ściskania materiałów o większym ziarnie w 298K oraz w pełnym zakresie wielkości ziarna w 78K i 4K, wskazują na dużą aktywność bliźniakowania podczas odkształcenia. Wartości te są zdecydowanie wyższe niż w przypadku rozciągania (Rysunek 4.7). Wpływ temperatury odkształcenia na granicę plastyczności w zależności od wielkości ziarna został przedstawiony na Rysunku 4.17b. Podczas ściskania w temperaturze otoczenia, wartości σ_y maleją wraz z malejącą wielkością ziarna, jednak od poziomu ok. $3 \mu m$ jest to spadek niewielki. Efektu anormalnej wartości granicy plastyczności widocznej podczas rozciągania w 78K i 4K podczas ściskania nie zaobserwowano. Redukcja średniej wielkości ziarna powoduje stały wzrost σ_y podczas ściskania w temperaturach kriogenicznych. Materiały o najmniejszej wielkości ziarna ($1.5 \mu m$ i $0.9 \mu m$) wykazują podobny, liniowy spadek σ_y wraz ze wzrostem temperatury (w zakresie 298K-4K) wynoszący kolejno: 0.34 MPa/K i 0.42 MPa/K . Próbki o $d = 9 \mu m$ i $5 \mu m$ wykazują podobne spadki o mniejszej wartości ok. 0.18 MPa/K . Materiał o największej wielkości ziarna $9 \mu m$ wykazuje najmniejszy temperaturowy spadek wartości σ_y równy 0.09 MPa/K .

4.2.7 Krzywe prędkości umocnienia uzyskane w próbach jednoosiowego ściskania

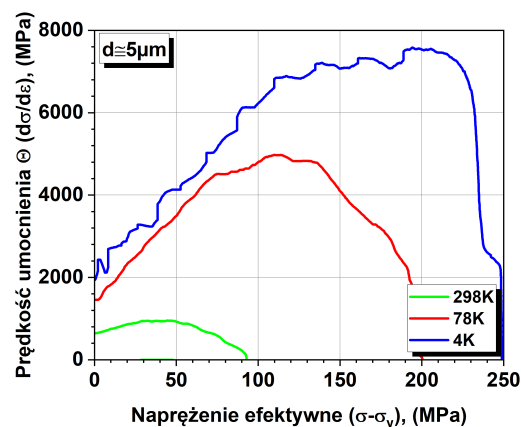
Rysunek 4.18 przedstawia krzywe prędkości umocnienia Θ vs. naprężenie efektywne ($\sigma - \sigma_y$) zarejestrowane podczas ściskania próbek w 289K, 78K i 4K. Należy zauważyć, że dla większości materiałów przebieg tych krzywych jest zupełnie odmienny niż w przypadku rozciągania i wykazuje złożony, wieloetapowy charakter. Wyjątek stanowi odkształcenie w temperaturze otoczenia (Rysunek 4.18a), gdzie w przypadku próbek o średniej wielkości ziarna 1,5 μm i 0,9 μm następuje wyraźna zmiana charakteru krzywych prędkości umocnienia do tych przypominających te obserwowane podczas rozciągania. Te jednak charakteryzują się niskimi początkowymi wartościami Θ na poziomie 300÷350 MPa oraz bardzo stromym spadkiem, który sugeruje intensywne procesy odbudowy struktury. W 298K materiały o większym d (9 μm , 5 μm i 3 μm) wykazują przebieg dość charakterystyczny dla aktywności bliźniakowania oraz silnego umocnienia materiału, które ma swoje odzwierciedlenie w polu powierzchni pod wykresem [171, 169, 165, 170].



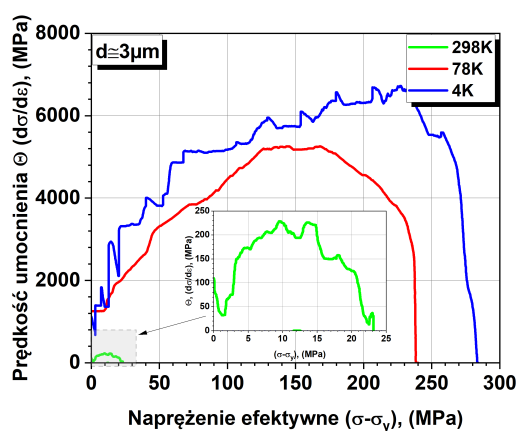
Rysunek 4.18: Krzywe prędkości umocnienia Θ w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) uzyskane podczas jednoosiowego ściskania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K.



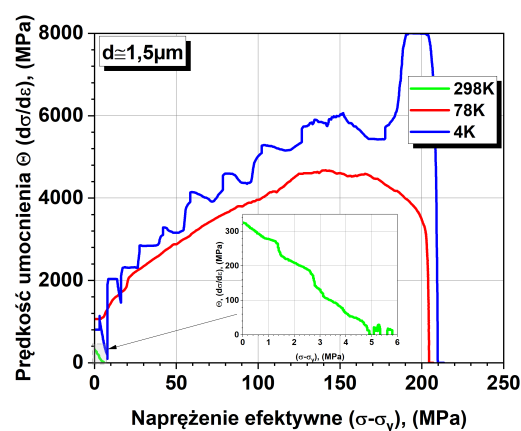
(a)



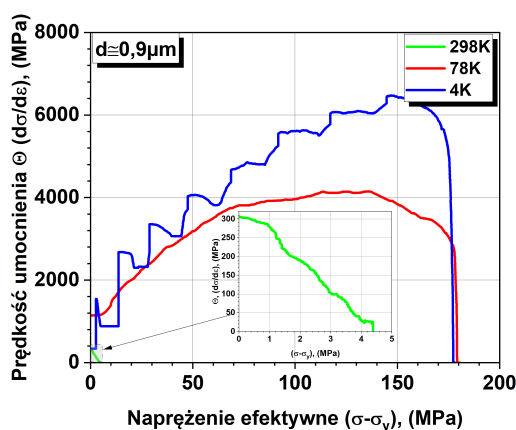
(b)



(c)



(d)



(e)

Rysunek 4.19: Zestawienie porównawcze krzywych prędkości umocnienia Θ w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) uzyskanych podczas jednoosiowego ściskania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) $9 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $3 \mu\text{m}$, (d) $1,5 \mu\text{m}$ i (e) $0,9 \mu\text{m}$ w temperaturze 298K, 78K i 4K. Kropkami oznaczone zostały zakresy gwałtownego spadku wartości Θ .

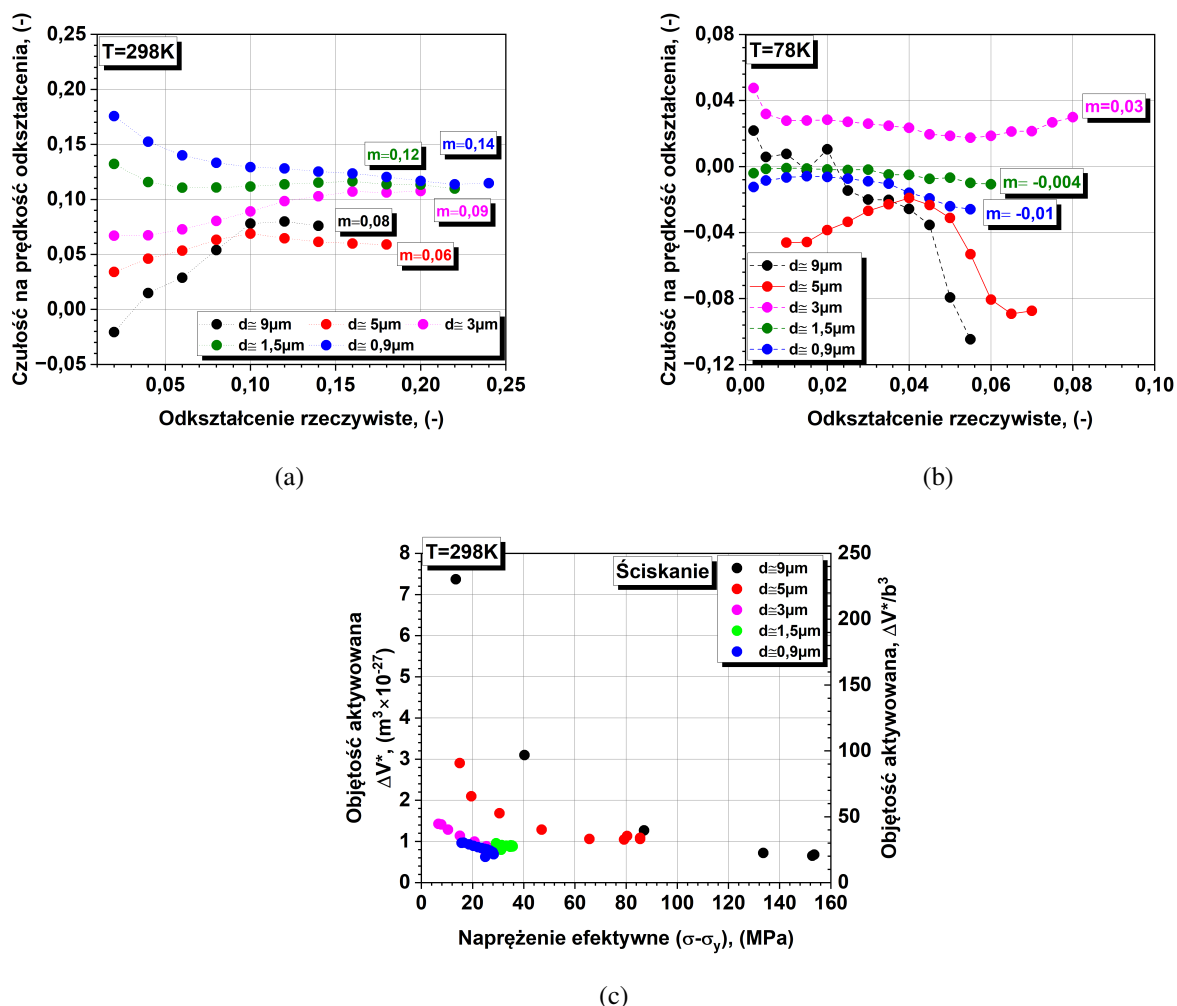
Umocnienie to wynika zapewne z dużej objętości interfejsów bliźniak-osnowa, które stanowią efektywną przeszkodę dla propagujących dyslokacji. Redukcja średniej wielkości ziarna w zakresie $9 \div 3 \mu\text{m}$ powoduje spadek początkowych wartości Θ z ok. 800 MPa do ok. 100 MPa. Podobnie jest z maksymalnymi wartościami Θ , które wynoszą kolejno ok. 1700 MPa, 850 MPa i 230 MPa. W temperaturach kriogenicznych (Rysunki 4.18b-4.18c) niezależnie od wielkości ziarna, krzywe prędkości umocnienia wykazują podobny wieloetapowy charakter, taki jak próbki o większych d ściskane w temperaturze otoczenia. Początkowe wartości Θ w 78K zawierają się w zakresie $1100 \div 1800$ MPa, natomiast w 4K jest to zakres $350 \div 2000$ MPa. Zestawienia temperaturowe przedstawione na Rysunku 4.19 pokazują jak duży wpływ na zdolność do kumulowania defektów odgrywa temperatura deformacji. W przypadku materiałów o najmniejszym ziarnie ($1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$), można zaobserwować kompletną zmianę kinetyki umocnienia wraz z obniżeniem temperatury odkształcenia (Rysunki 4.16d-4.19e). Natomiast w pozostałych materiałach obserwowano duży wzrost zdolności do gromadzenia defektów i umocnienia o czym świadczy większe pole powierzchni pod wykresem. Niezależnie od wielkości ziarna, podczas odkształcenia w temperaturach kriogenicznych krzywe są do siebie jakościowo podobne. Przebieg jest analogiczny do krzywych obserwowanych podczas ściskania w 298K próbek o większej wielkości ziarna, jednak początkowe i maksymalne wartości Θ są zdecydowanie wyższe. Oscylacje naprężenia zarejestrowane podczas deformacji w 4K (Rysunek 4.15c) mają swoje odzwierciedlenie w krzywych prędkości umocnienia.

4.2.8 Czułość na prędkość odkształcenia

Rysunki 4.20a i 4.20b przedstawiają wartości parametru czułości na prędkość odkształcenia „ m ” w funkcji odkształcenia rzeczywistego, wyznaczone podczas ściskania ze stałymi prędkościami odkształcenia w temperaturach 298K oraz 78K. W temperaturze 298K (Rysunek 4.20a) materiały wykazują uśrednione wartości „ m ” w zakresie $0,06 \div 0,14$. Niezależnie od wielkości ziarna, przy odkształceniu na poziomie ok. 0,1 wartości te „stabilizują się” na pewnym poziomie, aż do przerwania eksperymentów. Istotne różnice stwierdzono natomiast w początkowych etapach odkształcenia. Rozdrobnienie mikrostruktury badanych materiałów powoduje wzrost początkowych wartości parametrów „ m ”. Na początku płynięcia plastycznego, próbka o $d = 9 \mu\text{m}$, wykazuje ujemną czułość na prędkość odkształcenia i jej stopniowy wzrost wraz z postępującym odkształceniem. Z drugiej strony dla próbek o najmniejszych wielkościach ziarna ($1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$) obserwowano początkowe wartości „ m ” w zakresie $0,13 \div 0,18$. Takich korelacji nie stwierdzono w przypadku odkształcenia w 78K (Rysunek 4.20b), gdzie początkowe wartości „ m ” są niższe niż w temperaturze otoczenia i mieszczą się w zakresie $-0,045 \div 0,045$ nie wykazując związku ze średnią wielkością ziarna. W przypadku próbek $9 \mu\text{m}$ i $5 \mu\text{m}$, rozbieżność w wartościach „ m ” przy poszczególnych wartościach odkształcenia jest tak duża, iż niezasadne staje się wyciągnięcie wartości średniej. Dla pozostałych próbek uśrednione wartości oscylują w zakresie $-0,01 \div 0,03$.

Rysunek 4.20c przedstawia ewolucję objętości aktywowanej w funkcji naprężenia efektywnego podczas ściskania w 298K. Ze względu na w większości negatywny parametr czułości na prędkość odkształcenia podczas ściskania w 78K, określenie ΔV^* ograniczono do 298K, gdzie badane materiały wykazały pozytywny parametr czułości na prędkość odkształcenia. Podobnie jak podczas rozciągania, w materiałach o większej wielkości ziarna d ($9 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$ i $3 \mu\text{m}$), ΔV^* maleje wraz z postępującym odkształceniem plastycznym,

co ulega zmianie w próbkach o wielkości ziarna $1,5\ \mu\text{m}$ i $0,9\ \mu\text{m}$, gdzie wartości te są ustabilizowane w całym zakresie. Redukcja średniej wielkości ziarna powoduje spadek ΔV^* z zakresu powyżej $200\ b^3$ (próbka $9\ \mu\text{m}$) do około $20\div 30\ b^3$ w próbkach $1,5\ \mu\text{m}$ i $0,9\ \mu\text{m}$. Należy również zaznaczyć, że im mniejsza wielkość ziarna, tym mniejsze różnice w początkowych i końcowych wartościach objętości aktywowanej podczas odkształcenia.



Rysunek 4.20: Inżynierski parametr czułości na prędkość odkształcenia „ m ” w funkcji odkształcenia rzeczywistego dla czystego Mg o różnej średniej wielkości ziarna, wyznaczony w oparciu o próby jednoosiowego ściskania ze stałymi prędkościami odkształcenia w (a) 298K, (b) 78K. (c) Wartości objętości aktywowanej ΔV^* w funkcji naprężenia efektywnego $(\sigma - \sigma_y)$, wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna, podczas ściskania ze stałymi prędkościami odkształcenia w 298K. Dodatkowa oś z prawej strony, przedstawia wartość ΔV^* znormalizowaną względem wektora Burgersa dyslokacji bazalnej (b^3) w Mg.

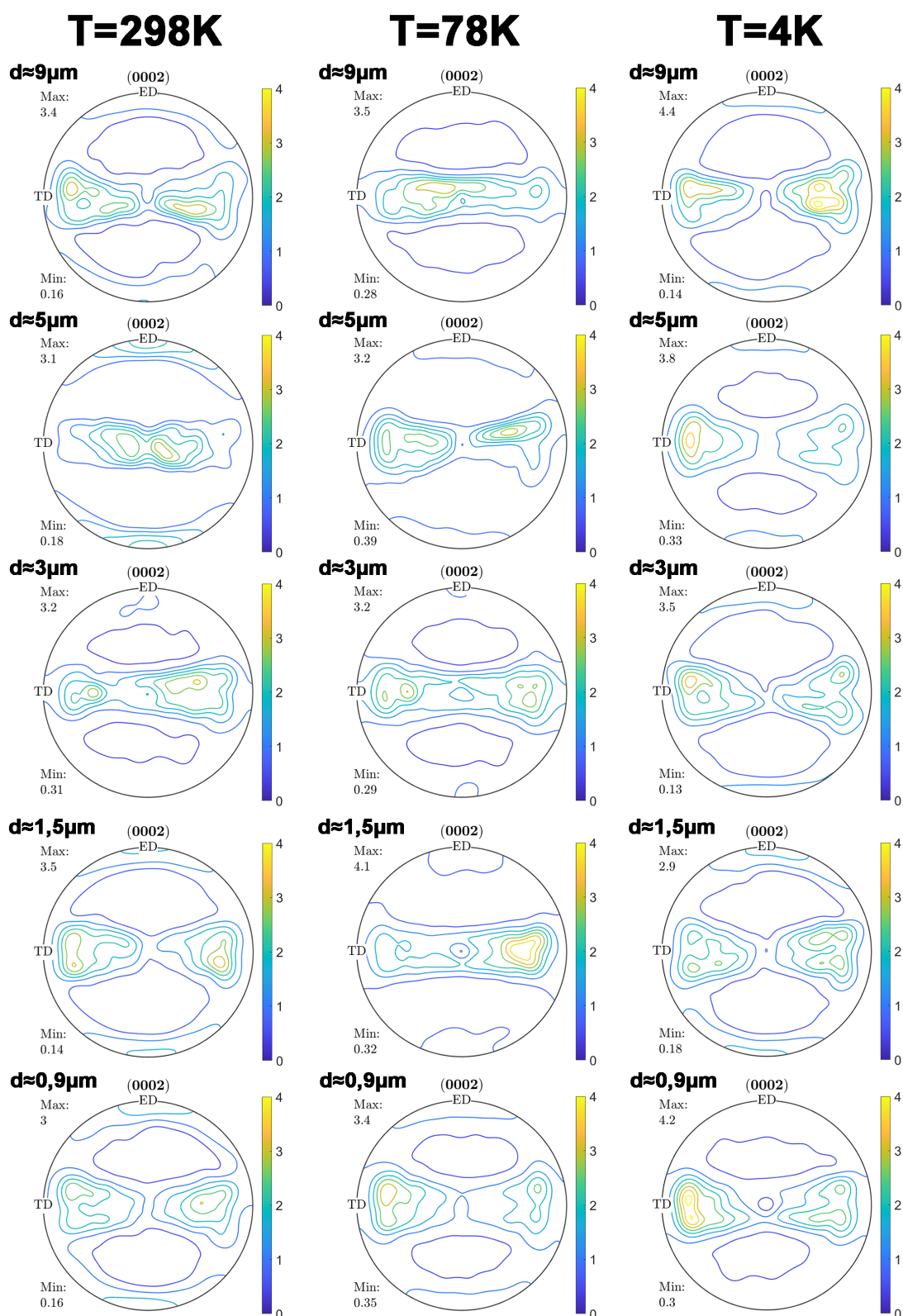
4.3 Pomiary tekstury krystalograficznej technikami dyfrakcji rentgenowskiej XRD

Rysunek 4.21 przedstawia zestaw figur biegunowych $\{0002\}$ zmierzonych po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K (Tabela 4.3). Ich analiza wskazuje, że niezależnie od temperatury deformacji oraz wielkości ziarna, bazalny komponent tekstury zostaje w większości zachowany. Taka tekstura po deformacji sugeruje, że duża część odkształcenia plastycznego została zrealizowana poprzez poślizg, który nie powoduje większych zmian (reorientacji) sieci krystalograficznej indywidualnych ziarn. Większość płaszczyzn bazalnych pozostaje zorientowana równolegle do kierunku obciążenia. Niewielka frakcja orientacji skupiona wokół kierunku rozciągania, spowodowana jest obecnością bliźniaków rozciągania typu $\{10\bar{1}2\}$ w mikrostrukturze, na co wskazuje wartość kąta dezorientacji bliźniak-osnowa bliska 90° (Tabela 1.2). Analogiczne zestawienie dla ściskania zostało przedstawione na Rysunku 4.22. W przypadku odkształcenia w temperaturach kriogenicznych, niezależnie od wielkości ziarna, materiały wykazują cechy w pełni przetransformowanej tekstury. Jest ona w większości efektem rotacji ziaren o około 90° w stronę kierunku obciążenia, co jest jasnym sygnałem, że proces odkształcenia plastycznego w znacznej mierze jest kontrolowany przez bliźniakowanie. Materiały o średniej wielkości ziarna $9\text{ }\mu\text{m}$ oraz $5\text{ }\mu\text{m}$ ściskane w 298K, wykazały podobne cechy. Próbkę o mniejszej wielkości ziarna ($3\text{ }\mu\text{m}$, $1,5\text{ }\mu\text{m}$ i $0,9\text{ }\mu\text{m}$) wykazują nieco odmienny charakter, przejawiający się bimodalnym rozkładem płaszczyzn bazalnych, gdzie jedna frakcja zorientowana jest wokół kierunku ściskania, a druga wokół kierunku normalnego, efekt ten pogłębia się wraz z redukcją d . Zjawiskiem stowarzyszonym jest znaczące osłabienie intensywności zmierzonych tekstur tych materiałów.

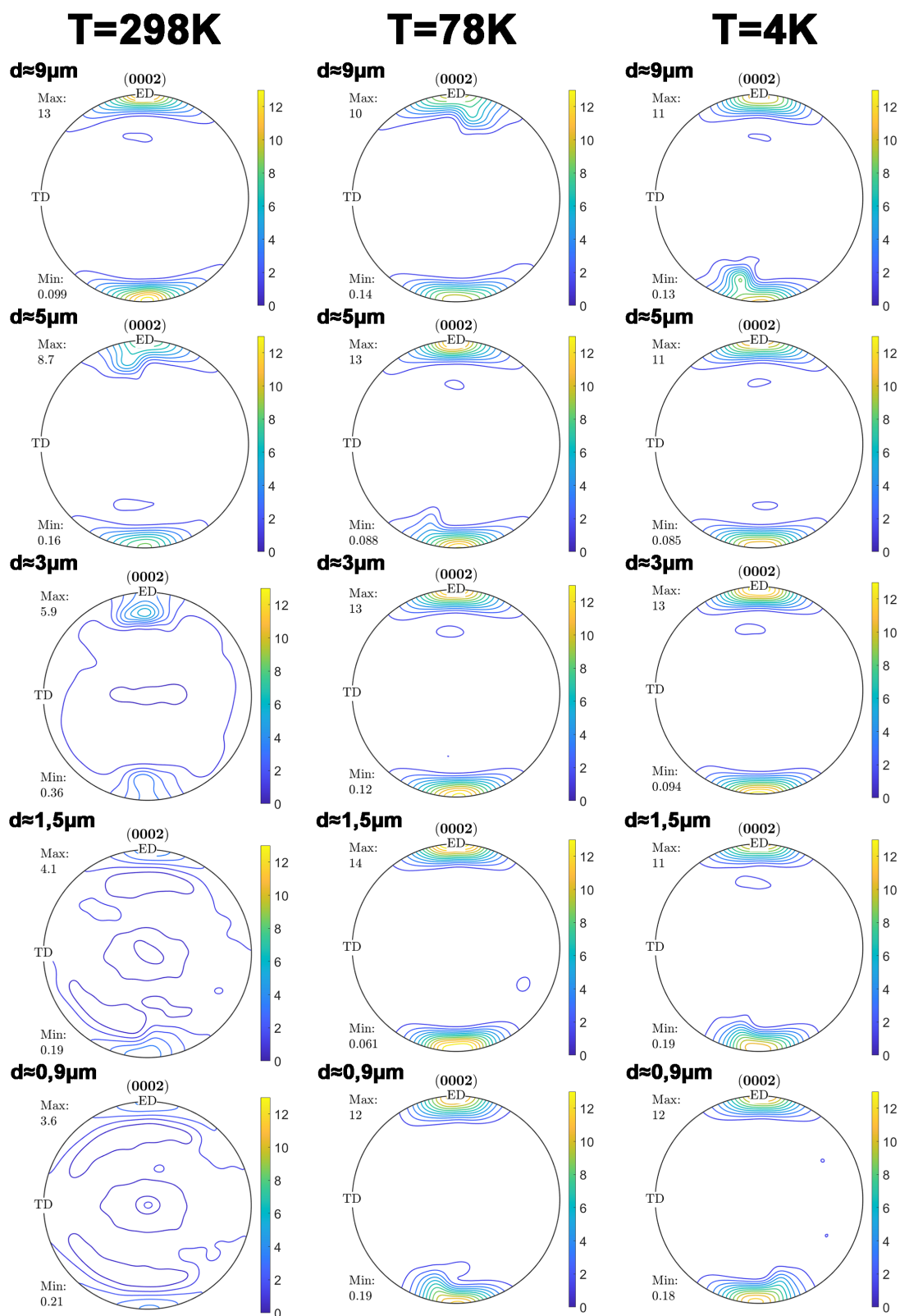
Komplet zmierzonych figur biegunowych został zamieszczony w Dodatku A.

4.4 Obserwacje mikrostruktury po odkształceniu plastycznym w próbach jednoosiowego rozciągania i ściskania w zakresie temperatur 298K-4K.

Obserwacje mikrostruktury zostały w znacznym stopniu oparte o pomiary orientacji krystalograficznych metodami EBSD. Analiza właściwości mechanicznych pozwala wyodrębnić dwie grupy badanych materiałów wykazujące podobne cechy. Grupę I stanowią próbki o większej wielkości ziarna ($9\text{ }\mu\text{m}$ i $5\text{ }\mu\text{m}$), natomiast grupę II, próbki o $d = 5\text{ }\mu\text{m}$, $1,5\text{ }\mu\text{m}$ i $0,9\text{ }\mu\text{m}$. Stąd szczegółowe badania mikrostrukturalne technikami EBSD zostały ograniczone do materiałów uznanych za reprezentatywne w każdej z grup. Są to materiały odznaczające się średnią wielkością ziarna $d = 5\text{ }\mu\text{m}$ oraz $0,9\text{ }\mu\text{m}$, odkształcone w próbach jednoosiowego rozciągania i ściskania w 298K, 78K i 4K. W przypadku rozciągania obserwacje struktury zostały przeprowadzone po maksymalnym odkształceniu. W przypadku ściskania w temperaturze 298K wykonano serię eksperymentów mających na celu określenie ewolucji tekstury i mikrostruktury podczas odkształcenia plastycznego. W tym celu, ściskanie było prowadzone do konkretnej wartości odkształcenia, a następnie próbka była poddana charakterystyce za pomocą XRD oraz technik EBSD. W przypadku ściskania w temperaturach kriogenicznych, ze względu na małą plastyczność, pomiarów dokonano tylko po maksymalnym odkształceniu.



Rysunek 4.21: Figury biegunowe (0002) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna po maksymalnym odkształceniu (Tabela 4.3) w próbce jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K.



Rysunek 4.22: Figury biegunowe (0002) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna po maksymalnym odkształceniu (Tabela 4.4) w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K.

4.4.1 Analiza mikrostruktury po maksymalnym odkształceniu w próbach jednoosiowego rozciągania

Rysunki 4.24 i 4.25 przedstawiają mikrostruktury materiałów po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w 298K, 78K i 4K. W przypadku próbek o większej d ($5\ \mu\text{m}$) można zaobserwować, że pojedyncze ziarna są wydłużone w kierunku rozciągania. W materiale o $d = 0,9\ \mu\text{m}$ mikrostruktury po odkształceniu nie wykazują takich cech. Niezależnie od temperatury odkształcenia, obydwa materiały odznaczają się niewielką aktywnością bliźniakowania. Rozkłady kąta dezorientacji granic ziaren wskazują, że podczas rozciągania materiału o wielkości ziarna $d = 0,9\ \mu\text{m}$, bliźniakowanie może być ograniczone w stosunku do materiału o większym ziarnie. Świadczy o tym mniejszy udział granic ziaren o kącie dezorientacji bliskim 86° (Rysunek 4.25). Udziały objętościowe bliźniaków po rozciąganiu dla poszczególnych materiałów i temperatur odkształcenia zostały przedstawione w Tabeli 4.5. Można zauważyć, że niezależnie od temperatury, zmniejszenie średniej wielkości ziarna skutkuje systematycznym spadkiem objętości fazy bliźniaczej w mikrostrukturze po odkształceniu. Wartości te mieszczą się w zakresie: $10 \div 4\%$ dla próbek odkształcanych w 298K, $7 \div 4\%$ w 78K oraz $5 \div 3\%$ w 4K. Pozostają więc one stosunkowo niskie, wskazując na jedynie wspomagającą rolę bliźniakowania podczas rozciągania.

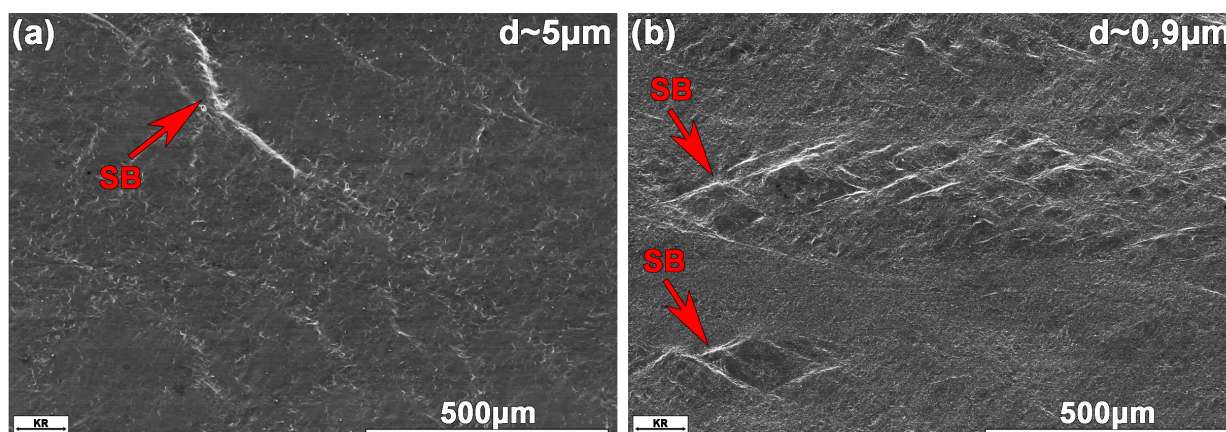
Temperatura	Udział objętościowy bliźniaków [%]				
	9 μm	5 μm	3 μm	1,5 μm	0,9 μm
298K	9 ± 1	10 ± 2	$5 \pm 0,6$	$4 \pm 0,6$	4 ± 2
78K	7 ± 1	$6 \pm 0,7$	$4 \pm 0,7$	$3 \pm 0,9$	$4 \pm 0,9$
4K	$5 \pm 0,6$	$2 \pm 0,4$	2 ± 1	$2 \pm 0,5$	$2 \pm 0,7$

Tabela 4.5: Udział objętościowy bliźniaków w mikrostrukturze czystego Mg po maksymalnym odkształceniu w próbach jednoosiowego rozciągania w 298K, 78K i 4K (Tabela 4.3)

Mechanizmem dominującym zdaje się być poślizg dyslokacji, który może przyjmować zorganizowaną formę stref zlokalizowanego odkształcenia (*ang. slip bands*), co jest przedstawione na Rysunku 4.23. Strefy te charakteryzują się obecnością dużej ilości pasm poślizgu propagujących przez ziarna na dystansie przynajmniej $200\ \mu\text{m}$. Obserwacje wskazują, że w materiale o mniejszym ziarnie, obszarów tych jest więcej w stosunku do próbki o większej d , co może mieć związek ze zwiększoną plastycznością drobnokrystalicznych materiałów.

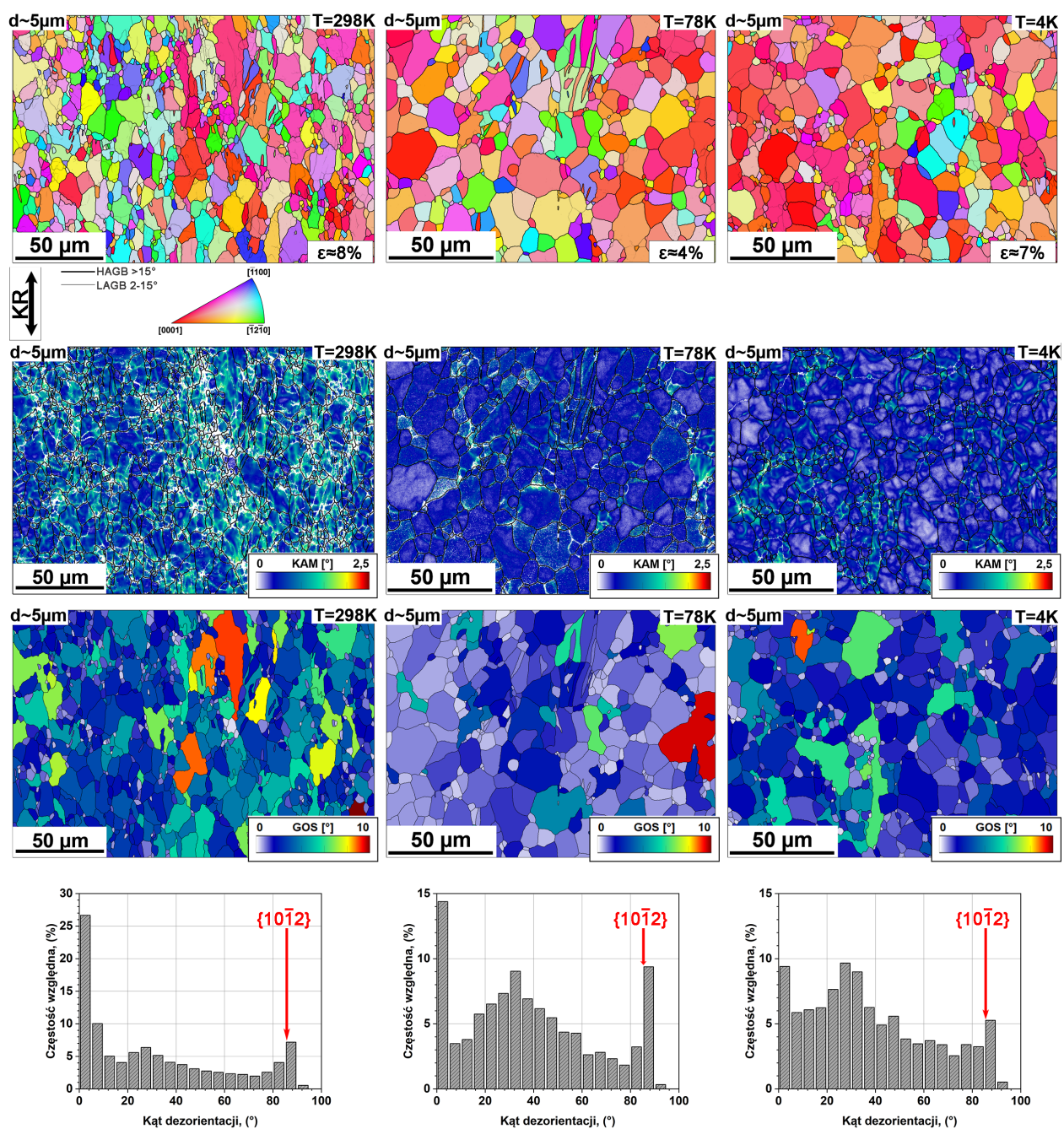
W oparciu o wyniki pomiarów EBSD, przeprowadzono analizę lokalnego niedopasowania sąsiadujących ziaren za pomocą parametru KAM (*ang. Kernel Average Misorientation*). Taka analiza materiałów po odkształceniu może dostarczyć informacji na temat lokalnych zmian krzywizny powierzchni, które wynikają np. z podwyższonej gęstości dyslokacji. Wyższe wartości KAM mogą sugerować wyższy poziom naprężeń wewnętrznych i są często obserwowane w materiałach o dużym udziale granic wysokiego kąta, ponieważ są to obszary o wysokiej dezorientacji. Obrazowanie tym parametrem, w niektórych przypadkach może umożliwić uwidocznienie lokalnych struktur dyslokacyjnych w odkształconym materiale.

Analiza KAM przeprowadzona dla materiałów po rozciąganiu wskazuje, że wartości tego parametru są za-

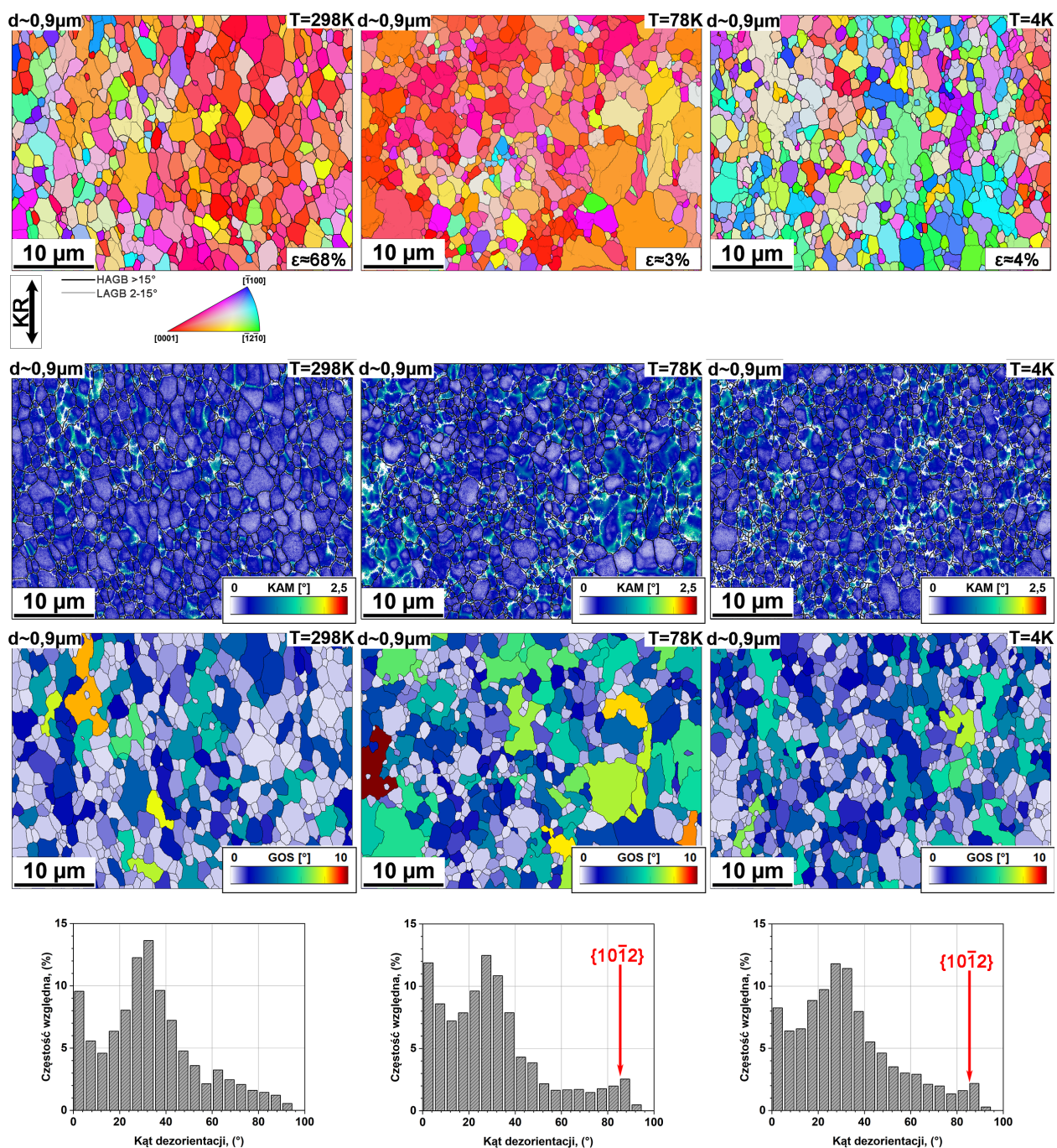


Rysunek 4.23: Obserwacje SEM powierzchni próbek o $d = 5 \mu\text{m}$ (a) i $0,9 \mu\text{m}$ (b) po rozciąganiu w 298K. SB (*ang. slip band*) - pasmo lokalizacji odkształcenia.

leżne od wielkości ziarna. W materiale o $d = 5 \mu\text{m}$ rozciągany w temperaturze 298K (Rysunek 4.24), obserwowano najwyższe wartości parametru KAM, który jest stosunkowo jednorodnie rozłożony na całej badanej powierzchni. Pewne jego wzrosty można zauważyć w obszarach współistnienia ziarna o różnych rozmiarach, co może wskazywać, że (i) drobne ziarna stanowią skuteczne przeszkody dla ruchu dyslokacji lub (ii) granice ziaren oddzielające mniejsze i większe ziarna pełnią funkcję miejsc zapewniających kompatybilność obszarów o dużym niedopasowaniu. W temperaturze 298K, w przypadku materiału o mniejszej wielkości ziarna (Rysunek 4.25), obserwowane wartości parametru KAM są niższe i w większości skupione w obszarach granic ziaren. Jest to zgodne z wynikami badań właściwości mechanicznych - to oznacza mniejszym umocnieniem drobnoziarnistych materiałów (Rysunek 4.5a). Analizując wpływ temperatury rozciągania na wartości parametru KAM, można stwierdzić, że jej obniżenie do 4K w przypadku materiału o $d = 5 \mu\text{m}$ powoduje, że większość obszarów granic ziaren odznacza się wyższymi wartościami KAM. Taki wynik znajduje potwierdzenie w obserwacjach powierzchni przełomów, gdzie podczas odkształcenia w 4K obserwowano proces pęknięcia wzdłuż granic ziaren, które w tym kontekście zdają się być miejscami lokalnego nagromadzenia dyslokacji. Pewnym uzupełnieniem analizy KAM jest wyznaczenie innego parametru, mianowicie GOS (*ang. Grain Orientation Spread*), który pozwala na określenie globalnej dezorientacji w obrębie całego ziarna. Mierzy on wewnętrzne odchylenia orientacji względem średniej dla całego ziarna. Niskie wartości GOS (dla Mg i jego stopów zazwyczaj przyjmuje się $0 \div 2-3^\circ$ [186]) sugerują, iż ziarno jest wolne od defektów, dlatego parametr ten często służy jako wskaźnik, czy dane ziarno powstało na skutek uruchomionych procesów odbudowy mikrostruktury, w tym zdrowienia i rekrytalizacji. Z kolei jego wysokie wartości mogą sugerować, że całe ziarno uległo znacznemu odkształceniu (np. wskutek intensywnej reorientacji struktury). Ten efekt jest dobrze widoczny np. w mikrostrukturze materiału o ziarnie $5 \mu\text{m}$, po rozciąganiu w 78K (Rysunek 4.24), gdzie obserwowano podwyższoną wartość parametru GOS w obrębie bliźniaka. W badanych materiałach, niezależnie od wielkości ziarna i temperatury odkształcenia, obszary w których obserwowano podwyższone wartości KAM, w większości przypadków wykazywały podwyższone wartości GOS. Świadczy to, że obszary te cechują się dużą dezorientacją i deformacją (nagromadzeniem dyslokacji).



Rysunek 4.24: Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, histogramy wartości kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM zmierzone dla materiałów o średniej wielkości ziarna 5 μm po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K. KR - kierunek rozciągania.



Rysunek 4.25: Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, histogramy wartości kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM zmierzone dla materiałów o średniej wielkości ziarna 0,9 μm po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K. KR - kierunek rozciągania.

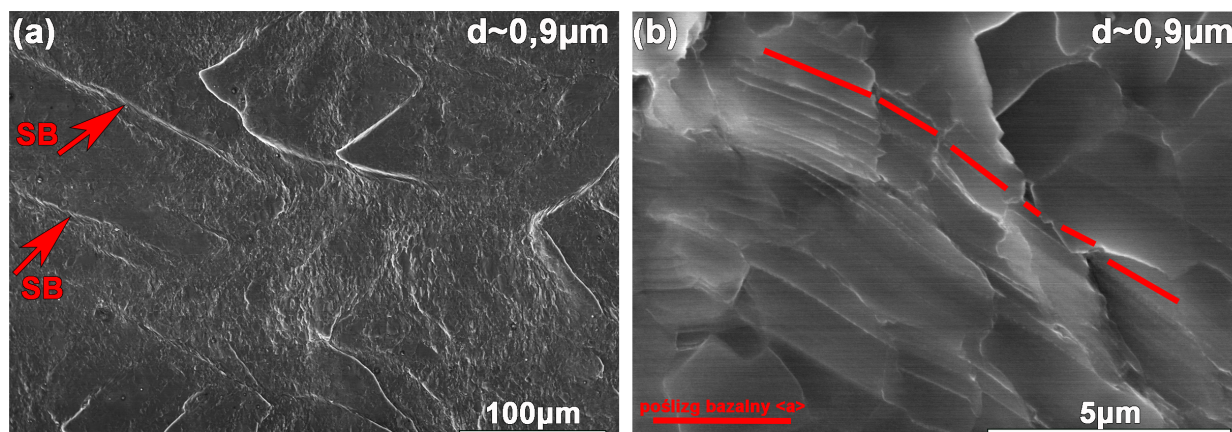
4.4.2 Ewolucja mikrostruktury podczas odkształcenia w próbach jednoosiowego ściskania

Rysunek 4.27 przedstawia ewolucję mikrostruktury i tekstury podczas ściskania w temperaturze 298K próbki o $d = 5 \mu\text{m}$. Należy zauważyć, że w początkowej fazie odkształcenia już przy deformacji na poziomie około 3%, bliźniaki są silnie widoczne w całej objętości materiału. Są to bliźniaki rozciągania typu $\{10\bar{1}2\}$ na co wskazuje wysoki udział granic ziaren o kącie dezorientacji ok. 86° oraz figura biegunowa z wyraźnym maksimum wokół kierunku ściskania. Dalsza deformacja pogłębia reorientację materiału wyjściowego do nowych orientacji. Materiał odkształcony charakteryzuje się przetransformowaną mikrostrukturą. Lokalnie widoczne są jeszcze małe skupiska bliźniaków. Analizując histogramy kątów dezorientacji można zaobserwować, że postępujące odkształcenie plastyczne powoduje wzrost udziału ziaren o kącie dezorientacji od $2 \div 10\%$ co również może być stowarzyszone z powstawaniem konkretnego wariantu bliźniaka wtórnego (Tabela 1.2). Wzrost odkształcenia plastycznego powoduje sukcesywny wzrost wartości parametru KAM w całej badanej objętości, a zwłaszcza w obszarach, gdzie są widoczne bliźniaki. To wskazuje na duże nagromadzenie dyslokacji w tych miejscach, co jest efektem spodziewanym, biorąc pod uwagę, że taki interfejs jest naturalną przeszkodą dla ruchu dyslokacji. Wraz ze wzrostem odkształcenia, rośnie również udział obszarów o podwyższonym parametrze GOS, świadcząc o w miarę jednorodnym rozkładzie odkształcenia w badanym materiale.

Ewolucja mikrostruktury podczas ściskania próbki o $d = 0,9 \mu\text{m}$ została przedstawiona na Rysunku 4.28. Odkształcenie materiału o mniejszej wielkości ziarna nie powoduje tak daleko idących zmian strukturalnych, tak jak miało to miejsce w próbce o większym ziarnie. W początkowym stadium odkształcenia bliźniaki w mikrostrukturze są widoczne raczej lokalnie. Dopiero odkształcenie na poziomie około 10% powoduje wzrost jego aktywności i wyraźne zaznaczenie obecności fazy bliźniaczej. Próbka po maksymalnym odkształceniu cechuje się mikrostrukturą, w której widoczne są pojedyncze bliźniaki. Proces deformacji, podobnie jak podczas rozciągania, może być dodatkowo wspomagany poprzez powstawanie stref lokalizacji odkształcenia (Rysunek 4.26). Wartości parametru KAM sukcesywnie rosną wraz z postępującą deformacją, również w obszarze pasm zlokalizowanego odkształcenia. Obszary te odznaczają się ponadto podwyższonymi wartościami parametru GOS - co wskazuje na duże nagromadzenie dyslokacji w tych obszarach - prawdopodobnie ze względu na dużą aktywność poślizgu bazalnego [146]. Podobnie jak w przypadku rozciągania, podwyższone wartości parametru KAM w materiale o większej wielkości ziarna, świadczą o skuteczniejszej kumulacji defektów w porównaniu do drobnokrystalicznego materiału. Malejąca wraz

Temperatura	Średnia wielkość ziarna				
	9 μm	5 μm	3 μm	1,5 μm	0,9 μm
298K	88%	85%	72%	65%	62%
78K	88%	88%	89%	89%	88%
4K	86%	88%	89%	87%	87%

Tabela 4.6: Udział objętościowy bliźniaków w mikrostrukturze czystego Mg po maksymalnym odkształceniu w próbach jednoosiowego ściskania w 298K, 78K i 4K (Tabela 4.4)

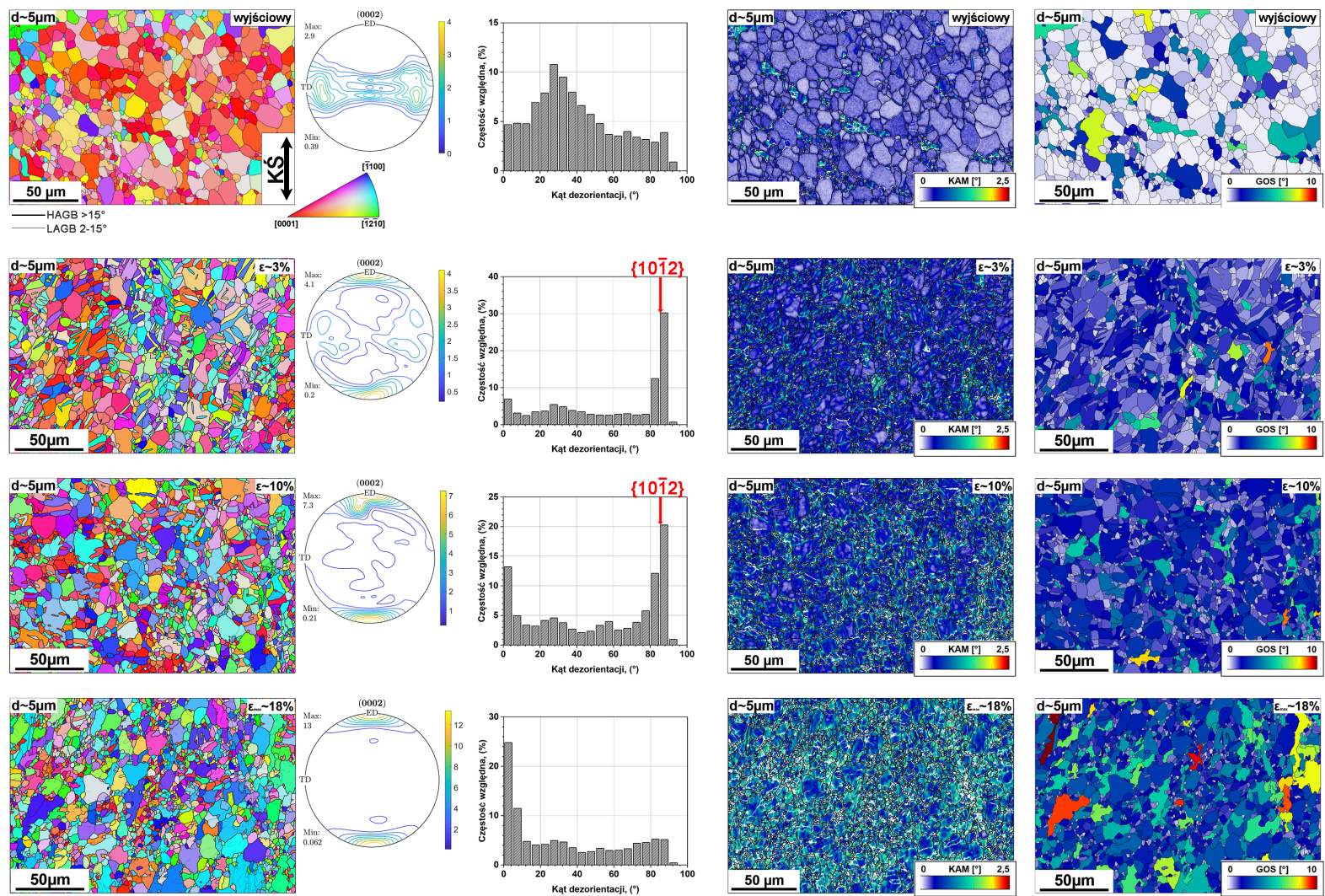


Rysunek 4.26: Obserwacje SEM powierzchni próbki o $d = 0,9 \mu\text{m}$ po ścisnaniu w 298K. SB (*ang. slip band*) - pasmo lokalizacji odkształcenia.

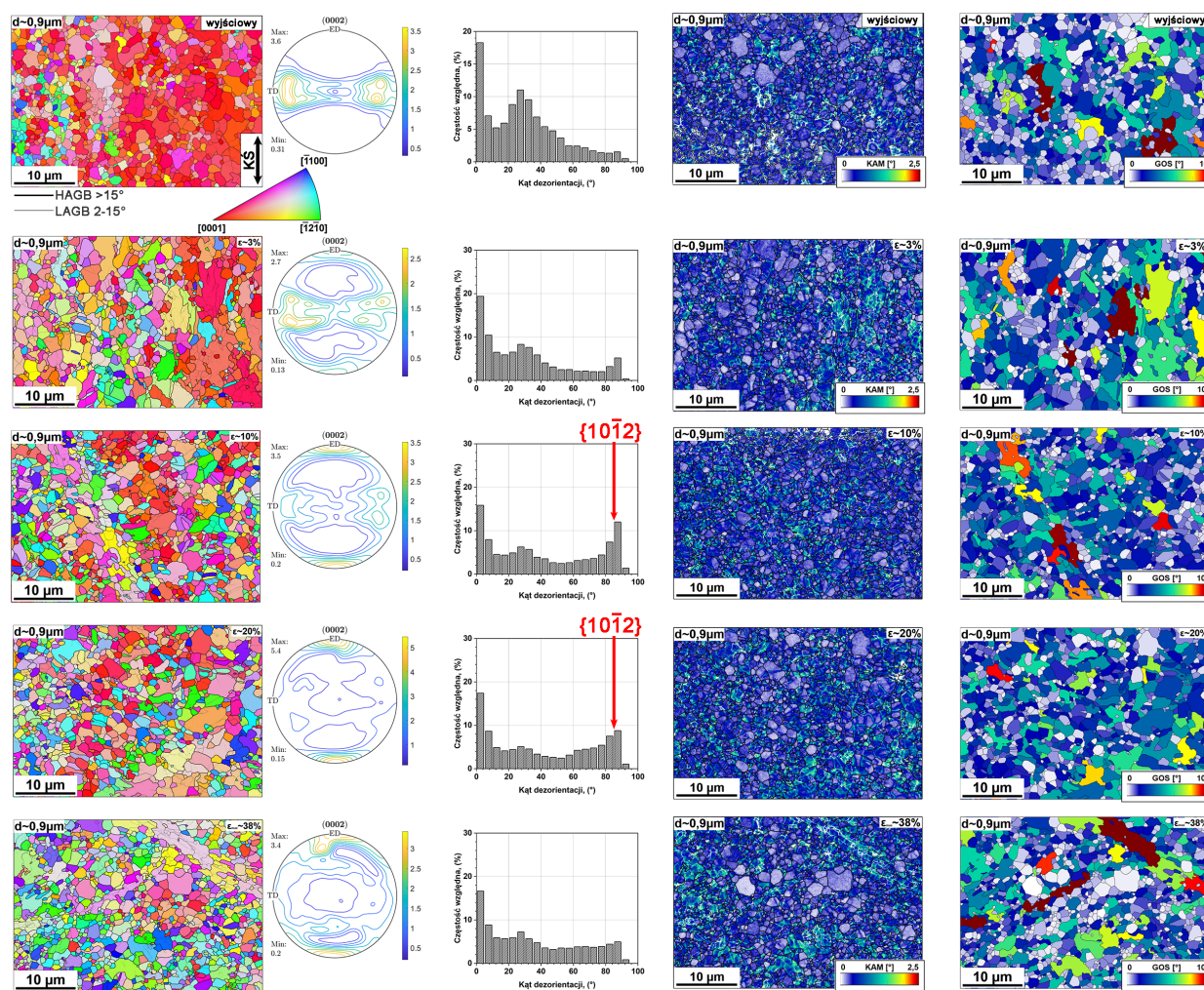
z redukcją wielkości ziarna zdolność do umocnienia widoczna podczas prób jednoosiowego ścisnania (Rysunek 4.15a) jest widoczna poprzez niższe wartości parametru KAM próbki $0,9 \mu\text{m}$. Jego wysokie wartości w materiale o większym d potwierdzają dużą zdolność gruboziarnistych materiałów do umocnienia odkształceniowego. Figury biegunowe $\{0002\}$ wskazują, że część odkształcenia została zrealizowana poprzez bliźniakowanie, jednak początkowy, bazalny komponent tekstury jest dalej silnie widoczny w mikrostrukturze materiału.

Rysunek 4.29 przedstawia mikrostruktury materiałów odkształconych w temperaturach 78K i 4K. Niezależnie od wielkości ziarna, mikrostruktury próbek odkształconych w temperaturach kriogenicznych wskazują na to, iż dominującym mechanizmem odkształcenia w tym zakresie temperatur jest bliźniakowanie. Wartości KAM są rozłożone równomiernie w całej badanej objętości, a wysoki GOS w niektórych obszarach świadczy o dużym nagromadzeniu dyslokacji. Ponadto, w próbkach o mniejszym ziarnie zaobserwowano element niestabilności struktury, skutkujący anormalnym rozrostem ziarna podczas powrotu próbki do temperatury otoczenia. Niskie wartości GOS w tych ziarnach wskazują, iż powstały one na skutek rekrytalizacji silnie zdeformowanych obszarów przy udziale temperatury i są one wolne od odkształcenia.

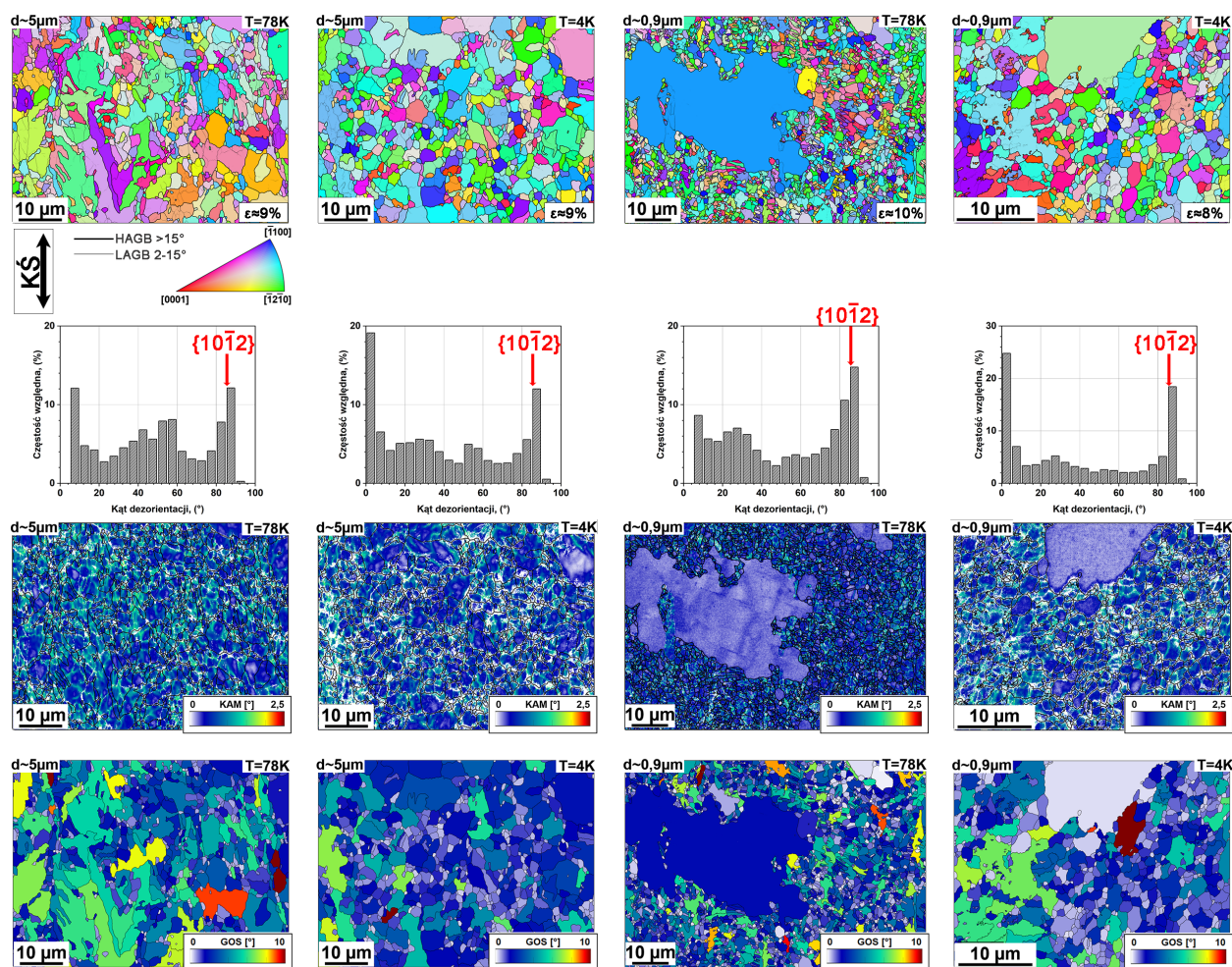
Udziały objętościowe bliźniaków po ścisnaniu dla poszczególnych materiałów i temperatur deformacji zostały przedstawione w Tabeli 4.6. Analiza danych zawartych w tabeli wskazuje, że w temperaturze 298K, redukcja średniej wielkości ziarna powoduje istotne ograniczenie jego aktywności podczas ścisnania. W materiale o $d = 9 \mu\text{m}$, faza bliźniacza po maksymalnym odkształceniu stanowi około 90% objętości materiału. Redukcja średniej wielkości ziarna powoduje sukcesywny spadek tej wartości do około 60% w przypadku materiału o najmniejszym ziarnie. Takiej zależności nie obserwowano podczas odkształcenia w temperaturach kriogenicznych, gdzie objętości fazy bliźniaczej zawierają się w przedziale $85 \div 90\%$. Oznacza to, że w zakresie temperatur $78\text{K} \div 4\text{K}$, proces odkształcenia plastycznego w próbach ścisnania jest zdominowany poprzez bliźniakowanie niezależnie od średniej wielkości ziarna.



Rysunek 4.27: Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, figury biegunowe {0002}, histogramy kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM i GOS zmierzone dla materiału wyjściowego o średniej wielkości ziarna 5 μm oraz po odkształceniu $\epsilon = 3\%$, $\epsilon = 10\%$ oraz $\epsilon_{max} = 18\%$ w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K.



Rysunek 4.28: Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, figury biegunowe $\{0002\}$, histogramy kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM i GOS zmierzone dla materiału wyjściowego o średniej wielkości ziarna $0,9 \mu\text{m}$ oraz po odkształceniu $\varepsilon = 3\%$, $\varepsilon = 10\%$, $\varepsilon = 20\%$ oraz $\varepsilon_{max} = 38\%$ w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K.



Rysunek 4.29: Mapy EBSD rozkładu orientacji krystalograficznych, histogramy wartości kąta dezorientacji granic ziarn oraz mapy parametrów KAM, zmierzone dla materiałów o średniej wielkości ziarna 5 μm oraz 0,9 μm , po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturach 78K i 4K. KŚ - kierunek ściskania.

Rozdział 5

Analiza wyników

5.1 Analiza właściwości mechanicznych polikrystalicznego Mg podczas odkształcenia w zakresie temperatur 298K-4K

Przeprowadzone badania eksperymentalne wskazują, że rozdrobnienie mikrostruktury czystego Mg w zakresie badanych wielkości ziarna ma istotny wpływ na właściwości wytrzymałościowe. W temperaturze otoczenia, niezależnie od kierunku obciążenia, materiały o wielkości ziarna d w zakresie $9 \div 3 \mu\text{m}$ wykazały wzrost wartości granicy plastyczności spełniający liniową zależność Halla–Petcha (Rysunki 4.7a i 4.17a). Zarówno podczas rozciągania jak i ściskania w całym zakresie wielkości ziarna rozdrobnienie mikrostruktury powoduje sukcesywny spadek maksymalnego zarejestrowanego naprężenia — zdolności do umocnienia (Rysunki 4.5a i 4.15a). Materiały o mniejszym d ($1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$) wykazały niższe wartości σ_y zarówno podczas rozciągania jak i ściskania w porównaniu do materiałów o większym ziarnie. W przypadku rozciągania można mówić o „załamaniu” relacji Halla–Petcha, ponieważ następuje istotna zmiana nachylenia tej zależności w stronę wartości ujemnych, natomiast przy ściskaniu obserwowano tendencję, którą można określić jako wypłaszczenie. Podobną zależność zaobserwowano podczas badań twardości. Po przekroczeniu krytycznej wielkości ziarna na poziomie około $3 \mu\text{m}$, twardość HV1 materiałów wykazywała negatywny trend, podobny do tego zaobserwowanego podczas rozciągania. Niezależnie od wielkości ziarna stwierdzono istotny wpływ temperatury na właściwości wytrzymałościowe, który objawia się ciągłym wzrostem granicy plastyczności wraz z obniżeniem temperatury odkształcenia. Taki efekt obserwowano niezależnie od kierunku obciążenia, z wyjątkiem „anormalnego” zachowania materiałów o wielkości ziarna 9 i $5 \mu\text{m}$ podczas rozciągania, opisanego we wcześniejszej części pracy. W niskich temperaturach (78K i 4K) liniowe zależności Halla–Petcha są spełnione w całym zakresie badanych wielkości ziarna.

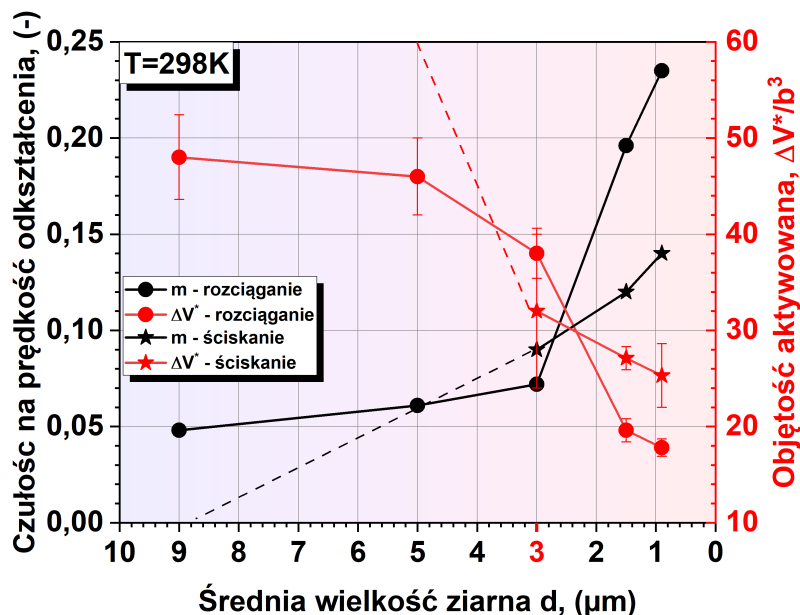
Omówione wyżej różnice wynikają z aktywności różnych mechanizmów odkształcenia w zależności od wielkości ziarna oraz temperatury deformacji. Zagadnienie to jest szczegółowo analizowane w następnym podrozdziale.

5.1.1 Analiza aktywnych mechanizmów odkształcenia podczas deformacji plastycznej

Rozważania dotyczące mechanizmów aktywowanych podczas odkształcenia plastycznego rozpoczyna omówienie wpływu wielkości ziarna oraz temperatury deformacji na aktywność bliźniakowania mechanicznego. Bliźniakowanie w Mg, podobnie jak w innych metalach heksagonalnych, odgrywa szczególnie istotną rolę w przenoszeniu makroskopowych obciążeń wzdłuż osi c komórki elementarnej. Wynika to między innymi z niskiej wartości CRSS oraz ograniczonej liczby dostępnych, niezależnych systemów poślizgu (Rozdział 1.1). Ponadto, ze względu na uwarunkowania geometryczne oraz początkową teksturę, proces ten jest szczególnie uprzywilejowany podczas ściskania materiałów będących tematem niniejszego opracowania - co znalazło potwierdzenie w toku prowadzonych badań eksperymentalnych. O podwyższonej aktywności bliźniakowania podczas jednoosiowego ściskania świadczą: (i) sigmoidalny charakter zarejestrowanych krzywych naprężenie–odkształcenie (Rysunek 4.15a), (ii) duża zdolność do umocnienia (Rysunek 4.18a), (iii) niskie (lub nawet ujemne) wartości parametru czułości na prędkość odkształcenia m (Rysunek 4.20a), (iv) wysokie wartości objętości aktywowanej w początkowych etapach odkształcenia plastycznego (Rysunek 4.20c). W temperaturze otoczenia wszystkie te efekty obserwowano dla materiałów o większej wielkości ziarna, tj. $d = 9\ \mu\text{m}$, $5\ \mu\text{m}$ oraz $3\ \mu\text{m}$. Dalsze rozdrobnienie mikrostruktury prowadziło m.in. do spadku zdolności do umocnienia, wzrostu wartości parametru m oraz spadku wartości ΔV^* (Rysunki 4.15a, 4.20a i 4.20c). Sugeruje to, że podczas odkształcenia w temperaturze 298K, przekroczenie pewnej granicznej wielkości ziarna powoduje ograniczenie aktywności bliźniakowania mechanicznego, z którym może być stowarzyszona aktywacja innych mechanizmów odkształcenia. Obserwacje mikrostruktury materiałów odkształconych w próbach jednoosiowego ściskania potwierdzają, że bliźniakowanie w materiałach o większej wielkości ziarna jest procesem zdecydowanie bardziej intensywnym. Badania ewolucji mikrostruktury próbki o $d = 5\ \mu\text{m}$ (Rysunek 4.27) wykazały dużą aktywność bliźniakowania już od początkowych etapów odkształcenia plastycznego. Natomiast w materiale o mniejszym ziarnie ($d = 0,9\ \mu\text{m}$) jego aktywność była zdecydowanie niższa (Rysunek 4.28). W temperaturach kriogenicznych nie zaobserwowano takich zależności, a redukcja średniej wielkości ziarna powoduje liniowy wzrost właściwości wytrzymałościowych (Rysunki 4.15b, 4.15c, 4.17). Ponadto, obserwacje mikrostruktury po odkształceniu pozwalają stwierdzić, iż aktywność bliźniakowania podczas ściskania w temperaturach 78K i 4K nie wykazuje szczególnej zależności od wielkości ziarna (Rysunek 4.29).

Pewną analogię zaobserwowano podczas prób jednoosiowego rozciągania w temperaturze 298K. Podobnie jak w przypadku prób ściskania, rozdrobnienie mikrostruktury skutkowało spadkiem umocnienia (Rysunek 4.5a), wzrostem m (Rysunek 4.11a) oraz spadkiem ΔV^* (Rysunek 4.12a). Jednak niezależnie od wielkości ziarna, podczas rozciągania w temperaturze otoczenia bliźniakowanie pełni rolę mechanizmu wspomagającego — zachodzi jedynie w pojedynczych ziarnach korzystnie zorientowanych względem kierunku obciążenia (Rysunki 4.24 i 4.25). Zachowanie początkowych, bazalnych komponentów tekstury również wskazuje na to, iż procesem w większości kontrolującym odkształcenie plastyczne podczas rozciągania jest poślizg dyslokacji (Rysunek 4.21). W temperaturach kriogenicznych redukcja średniej wielkości ziarna powoduje wzrost właściwości wytrzymałościowych (Rysunki 4.5b, 4.5c), a analiza mikrostruktury po odkształceniu nie wskazuje na istotny wpływ temperatury odkształcenia na aktywność bliźniakowania podczas rozciągania.

Pewnych informacji na temat aktywności poszczególnych mechanizmów odkształcenia może dostarczyć analiza wartości parametrów czułości na prędkość odkształcenia „ m ” oraz objętości aktywowanej ΔV^* . Literatura wskazuje, że odkształcenie jest w pełni kontrolowane przez GBS, kiedy wartości parametru „ m ” wynoszą około 0,5 lub więcej (np. ok. 1 w przypadku znaczącej aktywności pełzania Coble’a) [187, 124]. Jednak tak duże wartości parametru „ m ” raczej obserwowane są podczas odkształcenia wysokotemperaturowego. Niższe wartości w zakresie około 0,05 i niższym (nawet negatywne) są typowe dla deformacji kontrolowanej przez poślizg dyslokacji lub bliźniakowanie. W przypadku Mg i jego stopów wartość „ m ” na poziomie ok. 0,2 może świadczyć o aktywności GBS i jego kontrybucji w odkształcenie plastyczne [19]. Innym parametrem często wyznaczanym podczas pomiarów czułości na prędkość odkształcenia jest objętość aktywowana ΔV^* podczas odkształcenia. Jak wspomniano w poprzednim rozdziale, wartość ta również może wskazywać na pewne zmiany w aktywnych mechanizmach odkształcenia. W tym przypadku niskie jej wartości (ok. $20 b^3$) mogą sugerować aktywację procesów poślizgu po granicach ziaren [55, 158, 188]. Rysunek 5.1 przedstawia wartości parametru „ m ” oraz objętości aktywowanej ΔV^* próbek Mg o różnych wielkościach ziarna zarejestrowane podczas prób jednoosiowego rozciągania i ściskania w temperaturze 298K. Materiały o większym ziarnie ($d = 9 \mu\text{m}$ i $5 \mu\text{m}$) cechują się niskimi wartościami „ m ” i jednocześnie wysokimi wartościami ΔV^* co jednoznacznie wskazuje, że mechanizmami, które kontrolują odkształcenie są poślizg dyslokacji i/lub bliźniakowanie. W przypadku ściskania efekt ten jest szczególnie uwypuklony

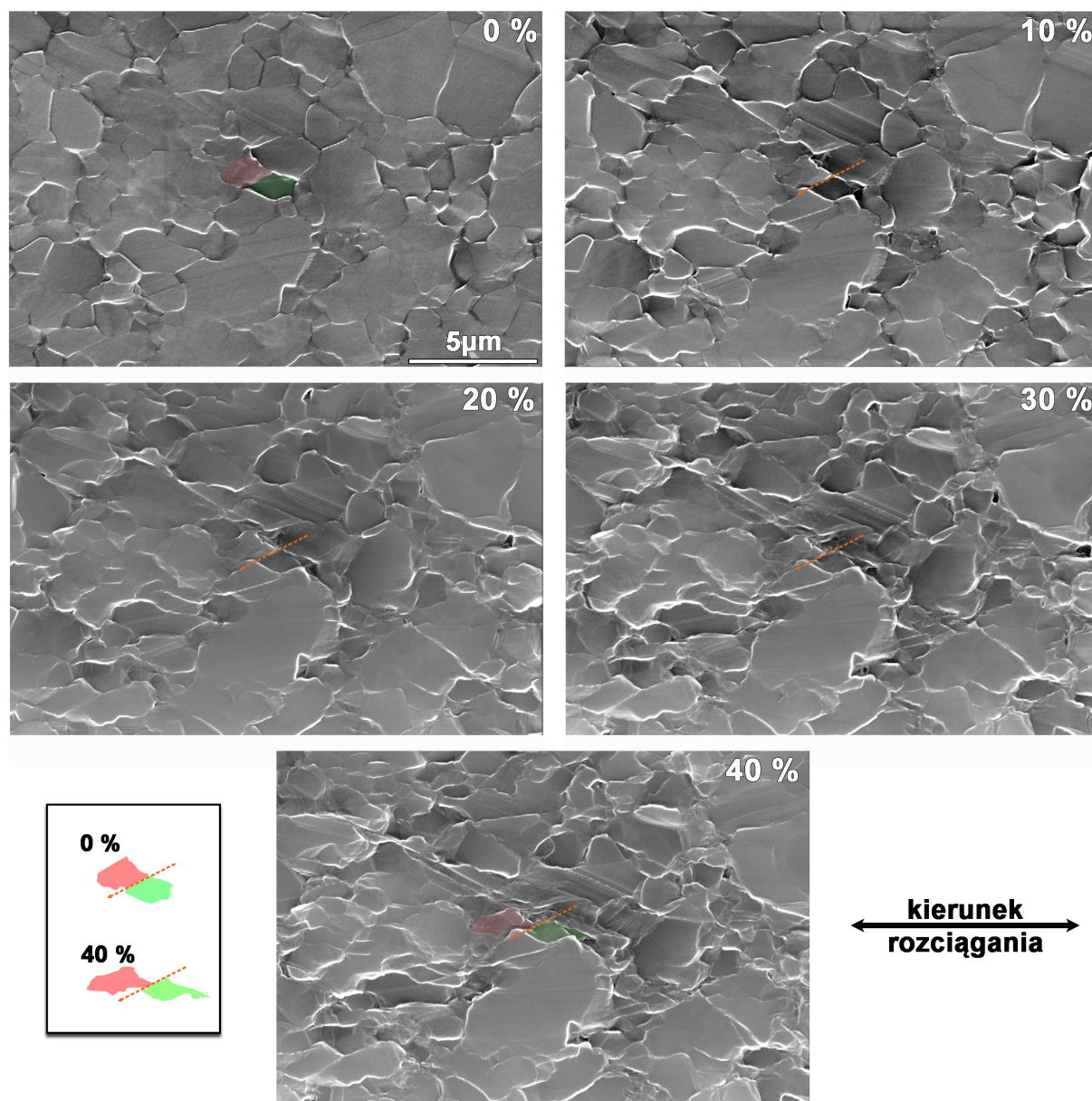


Rysunek 5.1: Wartości inżynierskiego parametru czułości na prędkość odkształcenia „ m ” oraz objętości aktywowanej ΔV^* w funkcji średniej wielkości ziarna, wyznaczone podczas prób jednoosiowego rozciągania i ściskania w temperaturze 298K. Ze względu na bardzo wysokie początkowe wartości ΔV^* z równocześnie ujemnymi wartościami „ m ” zarejestrowanymi podczas ściskania próbek o $d = 9 \mu\text{m}$ i $5 \mu\text{m}$, rzeczywiste wartości nie zostały zamieszczone na wykresie. Ekstrapolacja w stronę tych punktów została oznaczona liniami przerywanymi.

poprzez negatywne wartości „m”, które są związane z intensywnym bliźniakowaniem w początkowym stadium odkształcenia oraz bardzo wysokie wartości ΔV^* . Niezależnie od kierunku obciążenia, redukcja średniej wielkości ziarna powoduje sukcesywny wzrost wartości „m” wraz ze spadkiem uśrednionych wartości ΔV^* . Natomiast obserwowano różnice pomiędzy konkretnymi wartościami w zależności od kierunku obciążenia. Podczas rozciągania, w przypadku próbek o najmniejszej wielkości ziarna, tj. 1,5 μm i 0,9 μm , wartości „m” wynoszą 0,2 oraz 0,24 przy jednoczesnych wartościach $\Delta V^* = 20$ i 18 b^3 . Z kolei podczas ściskania wartości te wynosiły kolejno 0,12 i 27 b^3 ($d = 1,5 \mu\text{m}$) oraz 0,14 i 25 b^3 ($d = 0,9 \mu\text{m}$). Takie wartości sugerują, że zarówno w warunkach jednoosiowego rozciągania i ściskania, Mg o wielkości ziarna poniżej 3 μm mogą realizować część odkształcenia plastycznego poprzez mechanizmy poślizgu po granicach ziaren.

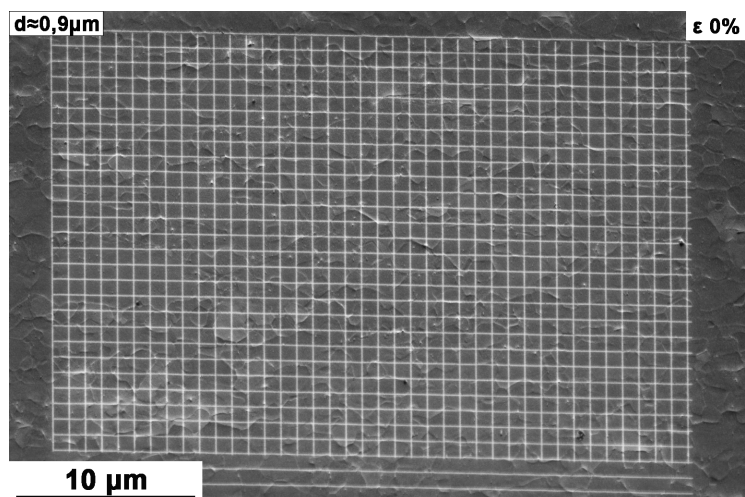
Przeprowadzona powyżej analiza silnie sugeruje, iż niezależnie od warunków obciążenia, w temperaturze otoczenia, w materiałach o silnie rozdrobionej strukturze może nastąpić realizacja odkształcenia plastycznego poprzez mechanizmy poślizgu po granicach ziaren. Celem potwierdzenia tej tezy poprzez obserwacje mikrostrukturalne, przeprowadzono eksperymenty in-situ materiałów o wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$ w warunkach rozciągania i ściskania. Próbkę do tych badań zostały przygotowane zgodnie z procedurą przedstawioną w Rozdziale 3.2.6. Rysunek 5.2 przedstawia ewolucję mikrostruktury próbki o wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$ odkształconej in-situ w próbie jednoosiowego rozciągania. Aktywność GBS może być obserwowana na przykładzie dwóch ziaren (oznaczonych kolorami czerwonym i zielonym), które w wyniku odkształcenia przesuwają się względem siebie wzdłuż wspólnej granicy (oznaczonej strzałką). Schemat na Rysunku 5.2 przedstawia rzeczywisty kształt tych ziaren przed i po maksymalnym odkształceniu. Innym popularnym sposobem na udowodnienie aktywności GBS, jest obserwacja przesunięć (*ang. offsets*) uprzednio naniesionej siatki, celem udowodnienia, że jedno ziarno przesunęło się względem drugiego w wyniku aktywacji poślizgu po granicach ziaren. Rysunek 5.3 przedstawia ewolucję mikrostruktury czystego Mg o wielkości ziarna 0,9 μm podczas rozciągania w temperaturze 298K. Widoczne przesunięcia zaczynają być obecne w mikrostrukturze materiału już od początkowych etapów odkształcenia, co w przypadku rozciągania można obserwować na przykładzie zdjęcia po odkształceniu ε na poziomie około 10% (Rysunek 5.3b). Wybrane przesunięcia siatki za pomocą których można śledzić aktywność GBS zostały oznaczone strzałkami. Poza udowodnieniem aktywacji GBS za pomocą obserwacji przesunięć ziaren względem siebie, w oparciu o relacje 3.4 i 3.5 możliwe jest określenie jego udziału w całkowitym odkształceniu plastycznym. W tym celu zmierzono kilkadziesiąt pojedynczych przesunięć siatki dla których średnia wartość zmierzonego komponentu u wyniosła około 0,32 μm przy odkształceniu $\varepsilon = 0,5$. Zważywszy na średnią wielkość ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$, ε_{GBS} wynosi 0,34 co po podstawieniu do równania 3.4 daje udział GBS ξ w całkowitym odkształceniu na poziomie bliskim 70%. Dodatkowe fotografie SEM in-situ do odkształcenia $\varepsilon = 0,5$ znajdują się w załączniku (Dodatek B).

W przypadku ściskania eksperymenty in-situ prowadzono do poziomu $\varepsilon = 15\%$, ponieważ dalsza redukcja wysokości próbki uniemożliwiała skuteczną obserwację pierwotnie wyznaczonych obszarów. Rysunek 5.4 przedstawia ewolucję mikrostruktury podczas ściskania oraz mapy EBSD tego samego obszaru podczas odkształcenia. Przesunięcia naniesionej siatki zaczynają być widoczne przy odkształceniu powyżej 5%. Ponadto, deformacja już od wstępnego etapu jest wspomagana poprzez powstawanie stref zlokalizowanego odkształcenia (Rysunek 5.4b) świadcząc o dużej aktywności poślizgu bazalnego. Pomiary poszczególnych

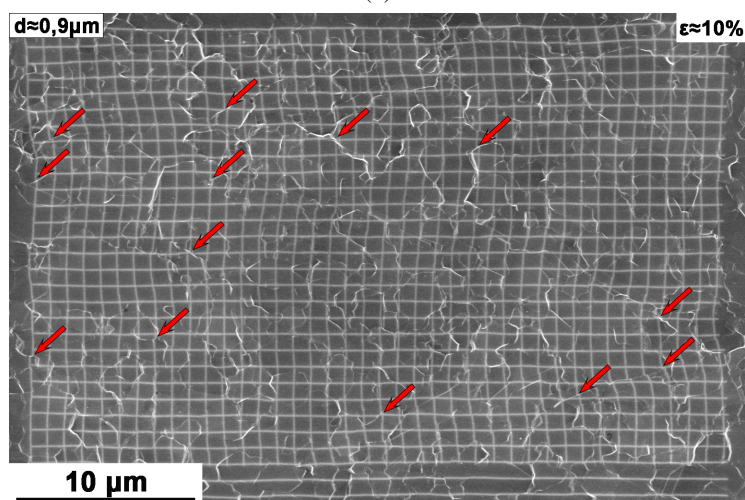


Rysunek 5.2: Obserwacje in-situ SEM powierzchni próbki Mg o średniej wielkości ziarna $0,9\ \mu\text{m}$, przy różnych poziomach odkształcenia ($\varepsilon = 0 \div 40\%$) podczas rozciągania w temperaturze 298K. Strzałką oznaczono płaszczyznę wzdłuż której następuje przesunięcie sąsiadujących ziaren.

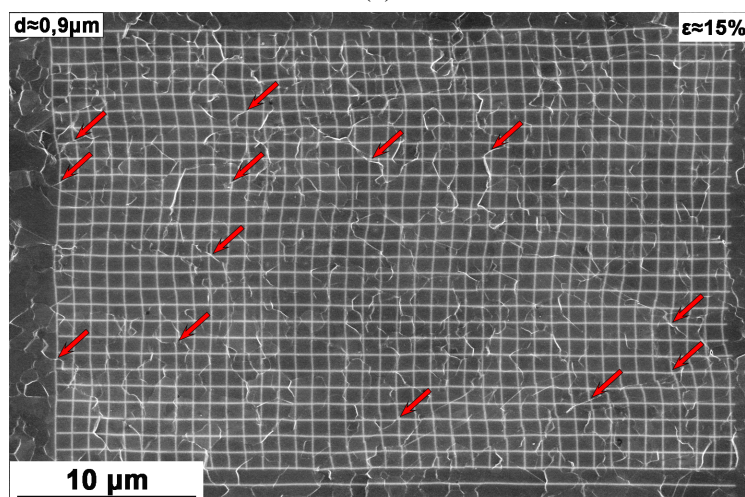
przesunięć siatki wykazały, że średnia wartość zmierzonego komponentu u wyniosła około $0,055\ \mu\text{m}$ przy odkształceniu $\varepsilon = 0,15$. Wartość ε_{GBS} wynosi 0,34 co po podstawieniu do równania 3.4 wskazuje, że przy deformacji $\varepsilon = 15\%$, około 40% odkształcenia plastycznego jest realizowane poprzez mechanizm GBS. Wykonanie dodatkowego obrazowania EBSD (Rysunki 5.4e-h) badanych obszarów pozwoliło uchwycić dodatkowe cechy mikrostruktury powstające w miarę postępującego odkształcenia. Tak jak wskazywały na to poprzednie analizy, w materiale o małej wielkości ziarna, bliźniakowanie jest ograniczone w początkowej fazie deformacji.



(a)

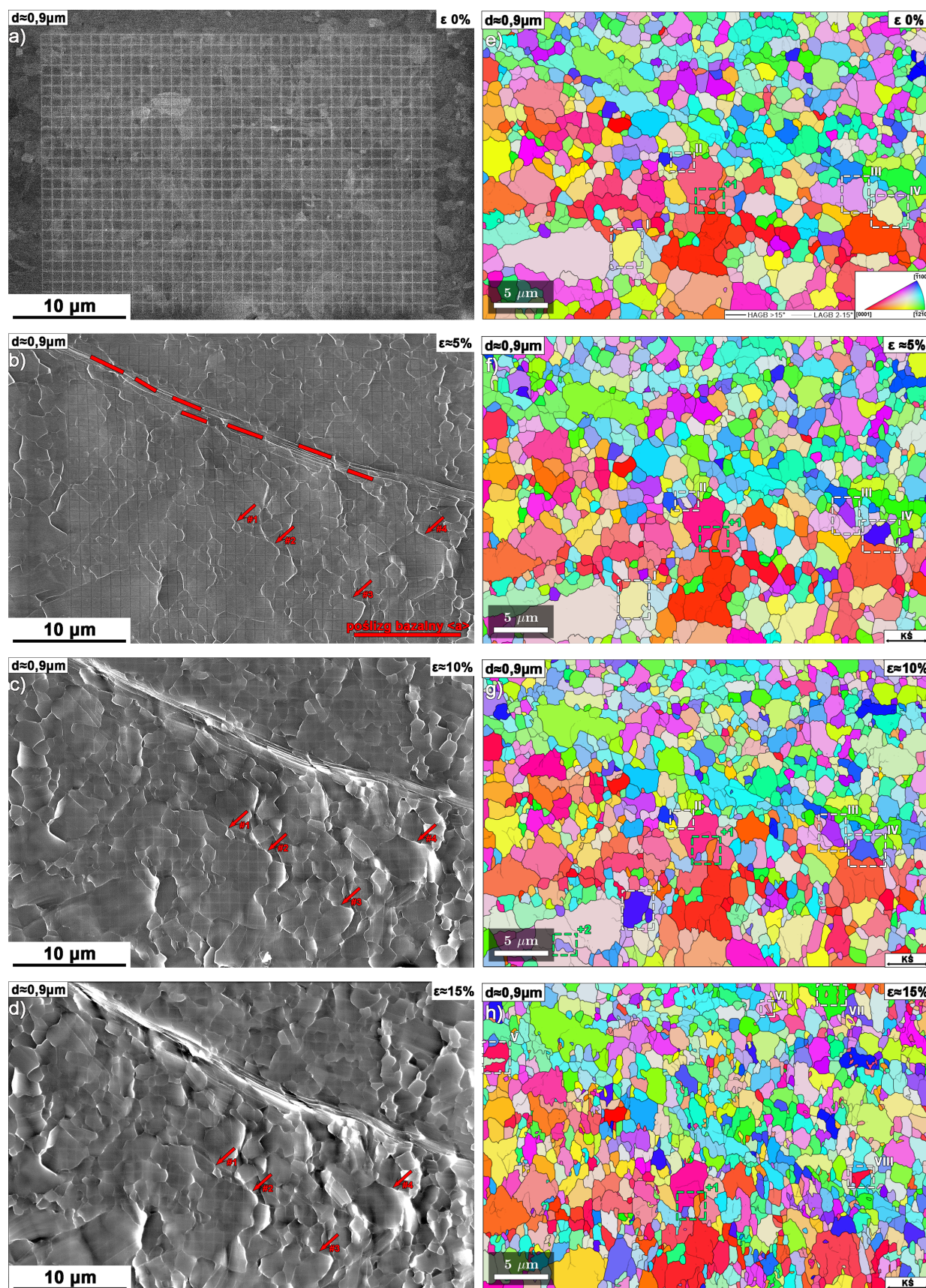


(b)



(c)

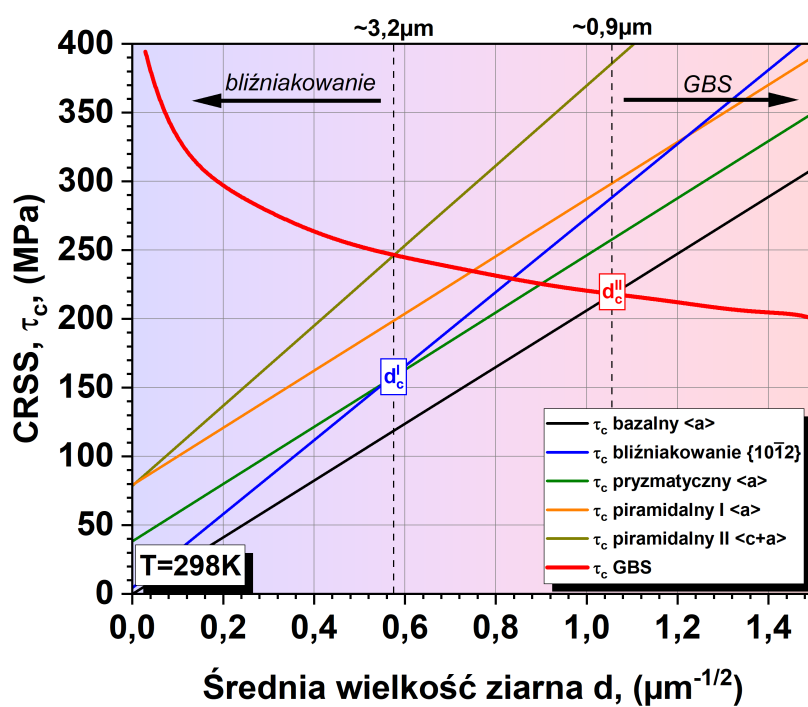
Rysunek 5.3: Obserwacje in-situ SEM siatki naniesionej na powierzchnię próbki Mg o wielkości ziarna $0,9 \mu\text{m}$ przed (a) i po odkształceniu 10% (b) i 15% (c) w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 298K. Strzałkami zaznaczono przykładowe przesunięcia siatki związane z efektem poślizgu po granicach ziaren.



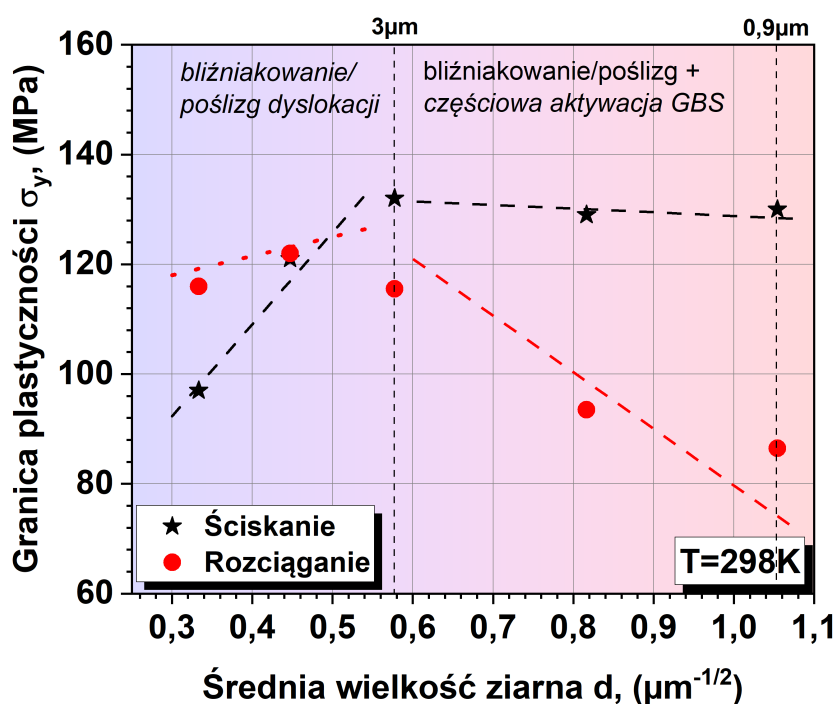
Rysunek 5.4: Obserwacje in-situ SEM (a-d) oraz mapy EBSD (e-h) odkształcenia plastycznego Mg o średniej wielkości ziarna $0,9\ \mu\text{m}$ podczas jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K.

Kilka przykładów formowania się bliźniaków podczas odkształcenia oznaczono za pomocą białych kwadratów I, II, III i IV w początkowych stadiach odkształcenia (Rysunki 5.4e-g) oraz V, VI, VII, i VIII przy odkształceniu $\varepsilon = 15\%$ (Rysunek 5.4h). Ponadto zaobserwowano pewną aktywność procesów dynamicznej rekrytalizacji, która objawia się powstawaniem nowych ziarn podczas odkształcenia plastycznego. Zostało to oznaczone zielonymi kwadratami +1 i +2 na mapach EBSD. Literatura wskazuje, iż DRX może być procesem wspomagającym poślizg po granicach ziaren w temperaturze 298K lub być odrębnym mechanizmem odpowiedzialnym za niższe umocnienie Mg [19]. Zarówno w przypadku rozciągania i ściskania, badania in-situ zostały ograniczone do temperatury pokojowej ze względu na to, że analiza danych eksperymentalnych w żaden sposób nie wskazuje na aktywność GBS podczas odkształcenia w temperaturach kriogenicznych.

Zestaw przedstawionych wyżej argumentów pozwala wnioskować, iż podczas odkształcenia w temperaturze otoczenia, przekroczenie krytycznej wielkości ziarna na poziomie około $3\ \mu\text{m}$ umożliwia częściową aktywację mechanizmu poślizgu po granicach ziaren (GBS) oraz jego udział w procesie odkształcenia plastycznego. Rysunek 5.5a przedstawia analizę wartości krytycznego naprężenia ścinającego (CRSS) w funkcji wielkości ziarna dla różnych systemów poślizgu oraz bliźniakowania w Mg opracowaną przez Zhenga [161]. Z analizy tej wynika, że przy danej wielkości ziarna aktywowany zostaje mechanizm o najniższej wartości CRSS. W szerokim zakresie wielkości ziarna - aż do kilkudziesięciu mikrometrów - najniższą wartość CRSS wykazuje bazalny system poślizgu, co sugeruje jego dominującą rolę w odkształceniu plastycznym. Jednakże, ze względu na ograniczoną liczbę dostępnych niezależnych systemów poślizgu, odkształcenie w samych systemach bazalnych nie jest wystarczające. W efekcie aktywowane zostaje również bliźniakowanie mechaniczne w systemie $\{10\bar{1}2\}$, którego wartość CRSS pozostaje drugą najniższą w zakresie większych rozmiarów ziarna. Aktywność tych dwóch mechanizmów - poślizgu bazalnego oraz bliźniakowania - dominuje zatem w zakresie wielkości ziarna powyżej około $3\ \mu\text{m}$. W miarę dalszego rozdrobnienia mikrostruktury, obserwuje się wzrost udziału poślizgu w niebazalnych systemach (głównie pryzmatycznych $\langle a \rangle$), co wynika z przecięcia się ich krzywych CRSS z krzywą dla bliźniakowania. Wartość CRSS dla bliźniakowania zaczyna przewyższać wartość CRSS dla poślizgu pryzmatycznego już przy $d = 3,2\ \mu\text{m}$, wskazując na malejące znaczenie bliźniakowania i rosnącą aktywność niebazalnych systemów poślizgu poniżej tej wielkości ziarna. Jednocześnie wartość CRSS dla GBS istotnie maleje wraz z redukcją wielkości ziarna i przy $d = 0,9\ \mu\text{m}$ osiąga wartość niższą niż CRSS dla poślizgu bazalnego. Oznacza to, że w materiałach o wielkości ziarna mniejszej niż $0,9\ \mu\text{m}$, GBS może stać się dominującym mechanizmem deformacji. Zakres wielkości ziarna pomiędzy $3\ \mu\text{m}$ a $0,9\ \mu\text{m}$ należy zatem traktować jako zakres przejściowy, w którym może współwystępować kilka mechanizmów: bliźniakowanie, poślizg bazalny i niebazalny oraz GBS. Wyniki eksperymentalne uzyskane w niniejszej pracy dobrze odzwierciedlają ten ogólny trend (Rysunek 5.5b). Zarówno dla prób ściskania jak i rozciągania w temperaturze otoczenia, materiały o ziarnie większym niż $3\ \mu\text{m}$ spełniają liniową zależność Halla-Petcha, co świadczy o dominacji klasycznych mechanizmów dyslokacyjnych: poślizgu bazalnego i bliźniakowania. Warto zwrócić uwagę, że podczas ściskania aktywność bliźniakowania jest zdecydowanie bardziej wyraźna, co jest widoczne między innymi przez duże nachylenie zależności HP w tym zakresie wielkości ziarna. W miarę zmniejszania d w zakresie $3 \div 0,9\ \mu\text{m}$ obserwuje się spadek wartości σ_y , co związane jest między innymi ze wzrastającą aktywnością GBS. Wyniki te bardzo



(a)



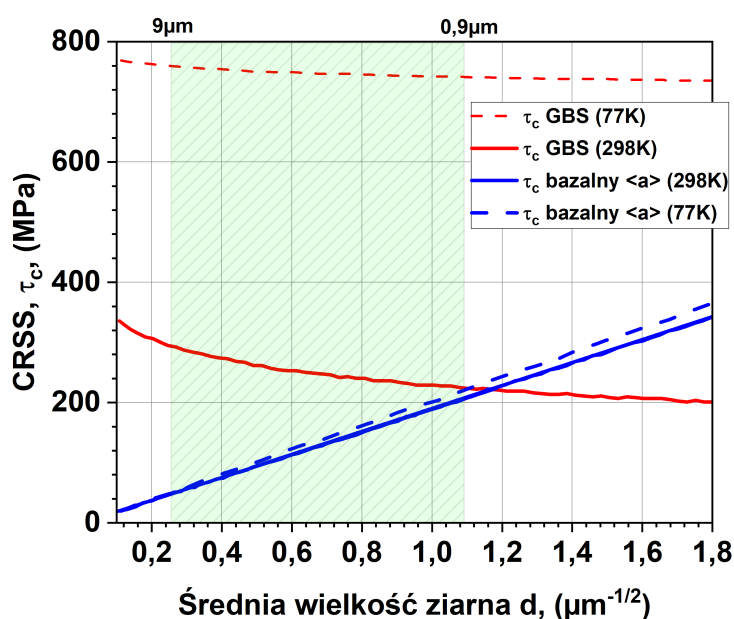
(b)

Rysunek 5.5: (a) Wartości krytycznego naprężenia ścinającego CRSS dla bliźniakowania $\{10\bar{1}2\}$, systemów poślizgu dyslokacji oraz poślizgu po granicach ziaren GBS w funkcji wielkości ziarna dla czystego Mg (wg. [161]) (b) Eksperymentalne wyniki wartości granicy plastyczności uzyskane w pracy wraz z zakresami wielkości ziarna w których następuje aktywacja GBS.

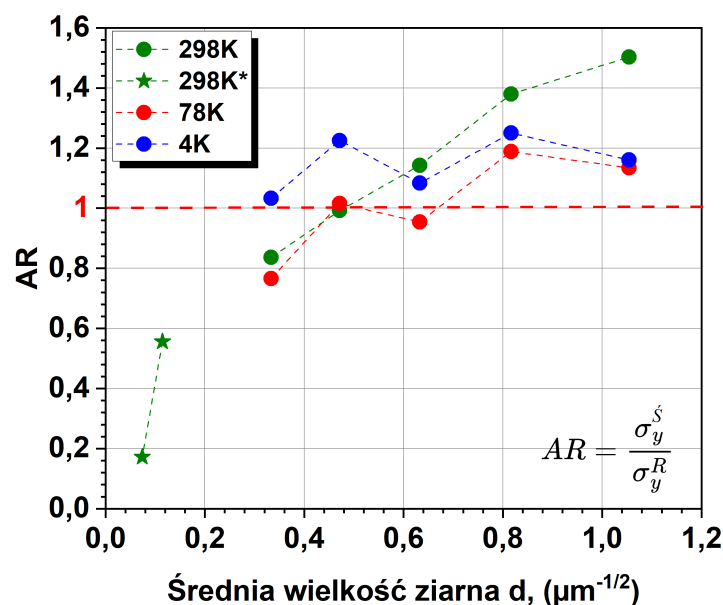
dobrze korelują z „zakresem przejściowym” przedstawionym na Rysunku 5.5a, gdzie istnieje duża konkurencja pomiędzy poszczególnymi mechanizmami odkształcenia i możliwe jest współdziałanie wielu z nich.

Zarówno podczas rozciągania jak i ściskania dla wszystkich badanych materiałów obniżenie temperatury deformacji skutkowało spadkiem plastyczności oraz spełnieniem liniowej zależności Halla–Petcha. W połączeniu z analizą tekstury i mikrostruktury stwierdzono, że brak jest przesłanek sugerujących możliwość aktywacji mechanizmu poślizgu po granicach ziaren w temperaturach kriogenicznych. Przyczyn takiego stanu rzeczy należy upatrywać w znacznym wzroście krytycznego naprężenia ścinającego (CRSS) dla GBS wraz z obniżaniem temperatury deformacji. Rysunek 5.6 przedstawia zależność CRSS dla poślizgu bazalnego i GBS w funkcji wielkości ziarna w temperaturach 298K i 77K. Jak widać, naprężenia niezbędne do uruchomienia GBS w temperaturze 77K są znacznie wyższe niż w przypadku chociażby poślizgu bazalnego, co czyni jego aktywację niemożliwą niezależnie od wielkości ziarna. Wyniki badań eksperymentalnych wskazują, że deformacja w niskich temperaturach zachodzi głównie poprzez poślizg dyslokacyjny oraz bliźniakowanie, które jest szczególnie wyraźne w próbach ściskania. Można domniemywać, że uruchomienie poślizgu po granicach ziaren w jeszcze niższych temperaturach (4K) będzie coraz bardziej utrudnione.

W oparciu o wyniki badań eksperymentalnych zebranych w Tabelach 4.3 i 4.4, można ponadto określić wpływ wielkości ziarna na anizotropię badanych materiałów. Rysunek 5.7 przedstawia wpływ wielkości ziarna na współczynnik asymetrii granicy plastyczności (*ang. yield asymmetry ratio, AR*) definiowany jako stosunek wartości granicy plastyczności σ_y wyznaczonej podczas ściskania i rozciągania tego samego materiału. Jest to powszechnie stosowany parametr, który umożliwia szybkie oszacowanie anizotropii wyrobu.



Rysunek 5.6: Wartość krytycznego naprężenia ścinającego CRSS w funkcji wielkości ziarna dla poślizgu bazalnego <a> oraz GBS dla czystego magnezu w temperaturach 298K i 77K (wg. [173]). Zielony obszar odpowiada zakresowi wielkości ziarna próbek badanych w niniejszej pracy.



Rysunek 5.7: Wpływ wielkości ziarna na współczynnik asymetrii granicy plastyczności. * - dla porównania wartości dla Mg o wielkości ziarna 183 μm oraz 76 μm [170, 189].

Wartość AR równa jedności oznacza, że materiał wykazuje taką samą granicę plastyczności niezależnie od kierunku obciążenia (rozciągania/ściskania). Im bardziej AR odbiega od 1, tym większą anizotropią właściwości mechanicznych charakteryzuje się dany materiał. Metale o sieci heksagonalnej, w tym magnez, wykazują silną anizotropię, której jedną z głównych przyczyn jest uprzywilejowanie bliźniakowania podczas ściskania wzdłuż kierunku kształtowania plastycznego (wyciskania/walcowania). W próbkach odkształconych w temperaturze 298K zaobserwowano niemal liniową zależność współczynnika AR w badanym zakresie wielkości ziarna. Dla próbki o $d = 9 \mu\text{m}$, σ_y zarejestrowana podczas rozciągania była wyższa niż podczas ściskania, co skutkowało wartością AR niższą niż 1. Próbka o $d = 5 \mu\text{m}$ charakteryzowała się AR bliskim 1, natomiast dalsze rozdrobnienie ziarna powodowało wzrost wartości AR, ponieważ w tych materiałach σ_y podczas ściskania była wyższa niż podczas rozciągania. W przypadku odkształcenia w temperaturach 78K i 4K nie stwierdzono jednoznacznej zależności między wielkością ziarna a wartością AR. Szerszą perspektywę można uzyskać odnosząc uzyskane wyniki do wartości AR wyrobów magnezowych otrzymanych w warunkach przemysłowych, które charakteryzują się znacznie większą wielkością ziarna niż materiały badane w niniejszej pracy. Przykładowo, walcowana i wyżarzona blacha magnezowa o ziarnie wynoszącym około 180 μm wykazuje wartość AR na poziomie 0,2 [170]. W przypadku pręta o $d = 76 \mu\text{m}$ współczynnik ten wzrasta w kierunku 1, osiągając wartość bliską 0,6 [189]. Na tej podstawie można stwierdzić, że rozdrobnienie mikrostruktury prowadzi do stopniowego zaniku anizotropii właściwości mechanicznych. Tendencja ta wynika głównie z ograniczenia aktywności bliźniakowania, które jest kluczowym mechanizmem odpowiedzialnym za anizotropię. W kontekście jej ograniczenia, optymalny zakres wielkości ziarna mieści się w przedziale $9 \div 3 \mu\text{m}$. Dalsze rozdrobnienie skutkuje ponownym wzrostem wartości AR powyżej 1, co oznacza odwrócenie trendu i zwiększenie różnic w wartościach granicy plastyczności podczas rozciągania i ściskania.

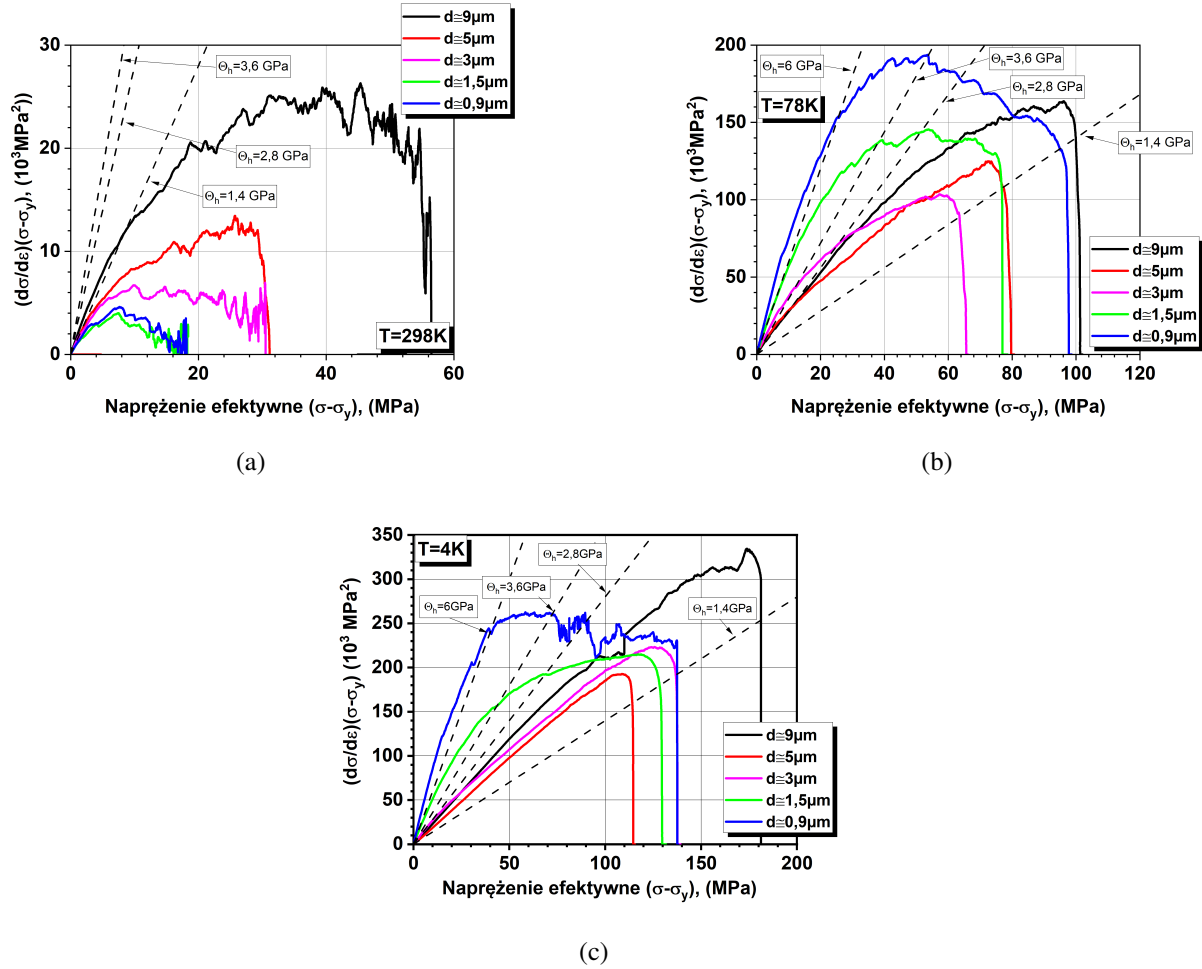
5.1.2 Analiza umocnienia polikrystalicznego Mg w warunkach jednoosiowego rozciągania i ściskania

Krzywe prędkości umocnienia przedstawione w poprzednim rozdziale (Rysunki 4.8 i 4.18) wyraźnie wskazują, że charakter umocnienia badanych materiałów zależy zarówno od średniej wielkości ziarna, jak i od temperatury deformacji. Istotną rolę odgrywa także kierunek obciążenia, ponieważ przebiegi krzywych uzyskanych podczas rozciągania i ściskania różnią się od siebie, co sugeruje udział odmiennych mechanizmów odpowiedzialnych za odkształcenie plastyczne. Podczas rozciągania, niezależnie od wielkości ziarna i temperatury deformacji, krzywe prędkości umocnienia wykazują jednolity charakter – umocnienie systematycznie maleje. W temperaturze 298K obserwuje się zmniejszoną zdolność do kumulacji defektów wraz z redukcją średniej wielkości ziarna, co objawia się coraz bardziej stromym spadkiem wartości umocnienia. Takie zachowanie sugeruje, że w drobnoziarnistych materiałach dyslokacje mogą być efektywnie anihilowane w obszarach granic ziaren, których objętość jest znacząco większa niż w materiałach o większych ziarnach. Mimo tych różnic jakościowy charakter krzywych pozostaje zachowany w całym zakresie analizowanych wielkości ziarna i temperatur deformacji. Podczas ściskania obserwuje się podobne zależności. W temperaturach 78K i 4K, niezależnie od wielkości ziarna, przebieg krzywych prędkości umocnienia wskazuje na intensywne bliźniakowanie, które prowadzi do znacznego umocnienia materiału. Próbkę o większej wielkości ziarna odkształcane w 298K również wykazują tę tendencję. Natomiast w przypadku materiałów o najbardziej rozdrobnionej strukturze umocnienie praktycznie zanika, a wieloetapowy charakter krzywych zmienia się i upodabnia do przebiegów rejestrowanych podczas rozciągania. Biorąc pod uwagę, że w pozostałych przypadkach mechanizmem kontrolującym odkształcenie plastyczne jest bliźniakowanie, tak drastyczna zmiana w sposobie kumulacji defektów sugeruje jego wyhamowanie lub znaczące ograniczenie.

W klasycznej analizie mechanizmów umocnienia podczas deformacji plastycznej ważną rolę odgrywa tzw. analiza Kocksa–Meckinga, przedstawiająca zależność współczynnika umocnienia $\Theta = d\sigma/d\varepsilon$ w funkcji efektywnego naprężenia ($\sigma - \sigma_y$). Koncepcja ta wywodzi się z rozważań nad ewolucją gęstości dyslokacji w odkształcanym metalu, opartych na modelu Taylora. W toku deformacji gęstość dyslokacji rośnie wska-

Aktywne systemy poślizgu (interakcje pomiędzy poszczególnymi systemami deformacji)	$\Theta_h = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$
Bazalna – bazalna	1,4 GPa
Bazalna – pryzmatyczna	2,8 GPa
Bazalna – piramidalna	3,6 GPa
Pryzmatyczna	5 GPa
Piramidalna – piramidalna	6 GPa

Tabela 5.1: Interakcje pomiędzy poszczególnymi systemami poślizgu dyslokacji oraz powiązane z nimi wartości atermicznego komponentu Θ_h (wg. [190, 191])

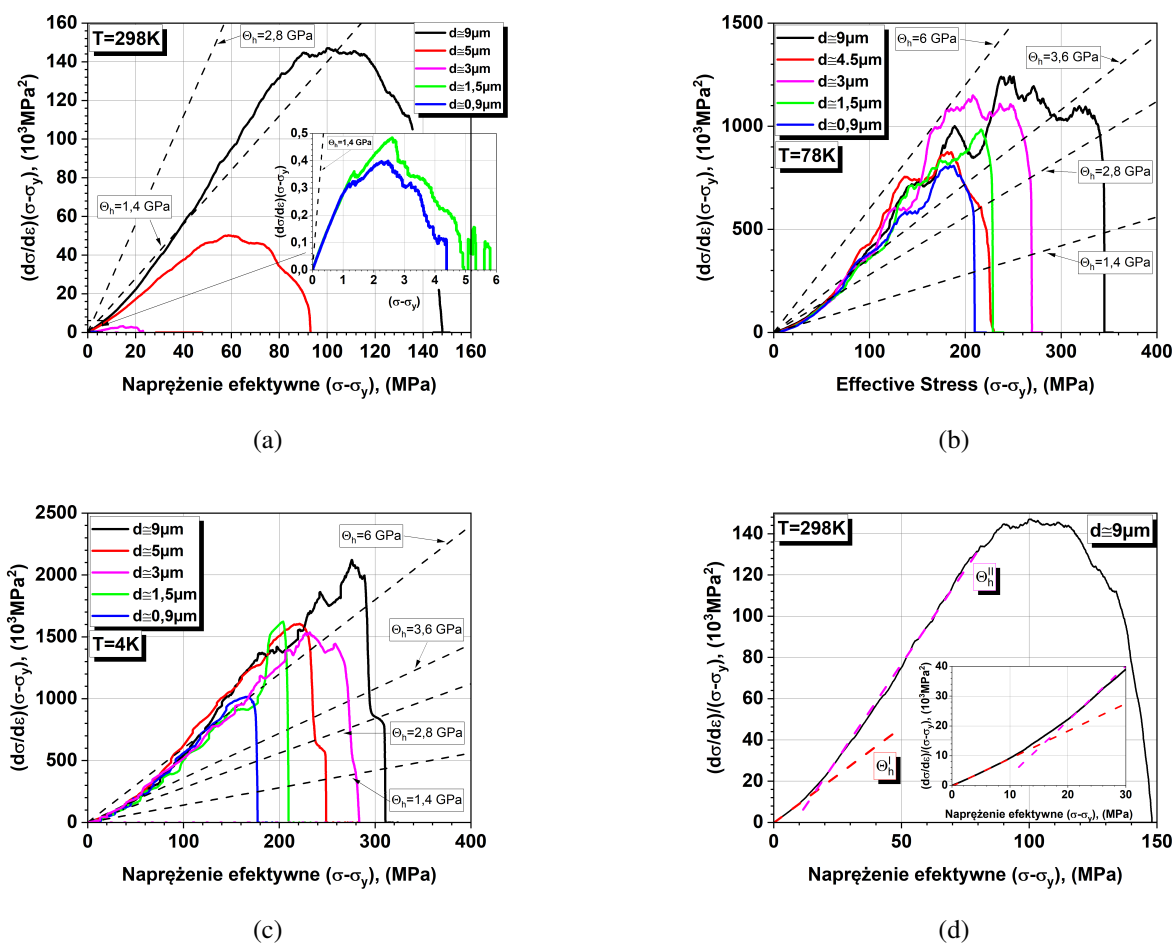


Rysunek 5.8: Zależności $\Theta(\sigma - \sigma_y)$ w funkcji naprężenia efektywnego, wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna podczas jednoosiowego rozciągania w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K.

tek generacji nowych defektów, lecz jednocześnie może ulegać nasyceniu w wyniku anihilacji i zdrowienia. W kontekście materiałów polikrystalicznych, konkurencja pomiędzy atermiczną akumulacją dyslokacji a zdrowieniem dynamicznym jest wyrażona poprzez równanie:

$$(\sigma - \sigma_y)\Theta = (\sigma - \sigma_y)[\Theta_h - \Theta_r(\sigma, \dot{\epsilon}, T)] \quad (5.1)$$

gdzie: σ - naprężenie plastyczne, σ_y - granica plastyczności, Θ - makroskopowa prędkość umocnienia, Θ_h - komponent atermicznej akumulacji defektów, Θ_r - komponent zdrowienia dynamicznego, T - temperatura, $\dot{\epsilon}$ - prędkość odkształcenia. Początkowy, liniowy zakres krzywej, która powstaje z zależności opisanej równaniem 5.1 odzwierciedla atermiczną akumulację dyslokacji. Odejście od liniowej zależności wskazuje na uruchomienie mechanizmów zdrowienia dynamicznego, co zazwyczaj ma miejsce przy dużych naprężeniach [192]. Rysunki 5.8 oraz 5.9, przedstawiają zależności $\Theta(\sigma - \sigma_y)$ w funkcji naprężenia efektywnego $(\sigma - \sigma_y)$, które mogą dostarczyć dodatkowych informacji na temat kinetyki kumulacji defektów podczas odkształcenia. Skonstruowanie takich zależności pozwala na wyznaczenie liniowych współczynników Θ_h , czyli komponentu atermicznej akumulacji defektów. Wyznaczenie tej wartości okazuje się istotne w świetle wyników badań eksperymentalnych przeprowadzonych przez Cáceresa i Lukáča [190, 191], którzy powią-



Rysunek 5.9: Zależności $\Theta(\sigma - \sigma_y)$ w funkcji naprężenia efektywnego, wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna podczas jednoosiowego ściskania w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K. Przykład wyznaczenia wartości Θ_h (d).

zali wartość Θ_h z aktywnością poszczególnych mechanizm poślizgu dyslokacji podczas odkształcenia plastycznego (Tabela 5.1). Zaproponowany przez nich model stanowi rozwinięcie klasycznego podejścia i pozwala określić udział poszczególnych systemów poślizgu na podstawie danych makroskopowych (w tym przypadku Θ) bez potrzeby wyznaczania czynnika Taylora, którego określenie w metalach HCP jest utrudnione ze względu na równoczesną aktywację wielu mechanizmów deformacji.

Podczas rozciągania charakterystyki $\Theta(\sigma - \sigma_y)$ vs. $(\sigma - \sigma_y)$ wykazują liniowy wzrost w początkowej fazie, którego nachylenie zależy od wielkości ziarna i temperatury deformacji. W temperaturze otoczenia wartości nachylenia nieznacznie maleją wraz z rozdrobnieniem ziarna. Szybsze odejście od liniowej zależności w przypadku materiałów o mniejszym ziarnie ($d = 1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$) sugeruje przyspieszone działanie mechanizmów zdrowienia dynamicznego (Rysunek 5.8a). Niezależnie od wielkości ziarna wartości atermicznych komponentów umocnienia Θ_h wskazują, że umocnienie jest w większości efektem interakcji pomiędzy dyslokacjami w bazalnych systemach łatwego poślizgu ($\Theta_h^R < 1,4 \text{ GPa}$, Tabela 5.2). Redukcja średniej wielkości ziarna powoduje spadek nachylenia z wartości około 1,3 GPa ($d = 9 \mu\text{m}$) do 0,9 GPa ($d = 1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$). Przeciwną tendencję obserwowano w temperaturach kriogenicznych (78K

Temperatura	Właściwość	Wielkość ziarna				
		9 μm	5 μm	3 μm	1,5 μm	0,9 μm
298K	Θ_h^R [GPa]	1,3	1,2	1,2	0,9	0,9
	Θ_{hI}^S [GPa]	0,9	0,7	1,1	-	-
	Θ_{hII}^S [GPa]	1,9	1,1	0,3	0,3	0,3
78K	Θ_h^R [GPa]	2,5	1,9	3,3	5,3	6
	Θ_{hI}^S [GPa]	2,7	2,4	2,8	2,5	2,5
	Θ_{hII}^S [GPa]	5,9	6	6	5,5	5
4K	Θ_h^R [GPa]	2,3	2	2	4,5	7
	Θ_{hI}^S [GPa]	4	3,4	5	3	3,5
	Θ_{hII}^S [GPa]	9,7	8,7	7	7	8

Tabela 5.2: Wartości atermicznego komponentu umocnienia wyznaczonego dla Mg o różnej średniej wielkości ziarna podczas rozciągania (Θ_h^R) i ściskania (Θ_{hI}^S , Θ_{hII}^S).

i 4K), gdzie redukcja d skutkuje coraz wyższymi wartościami nachylenia, które osiągają poziom nawet ok. 7 GPa. W przypadku ściskania można wyróżnić dwa liniowe etapy atermicznego umocnienia: początkowy etap Θ_{hI} , charakteryzujący się mniejszym nachyleniem oraz drugi etap Θ_{hII} , w którym tempo umocnienia wzrasta w wyniku wzmożonych procesów magazynowania defektów (Rysunek 5.9d). W temperaturze pokojowej zmniejszenie wielkości ziarna prowadzi do istotnego spadku nachylenia Θ_{hII} z 1,9 GPa w materiale o $d = 9 \mu\text{m}$ do 0,3 GPa ($d = 3 \mu\text{m}$), a dalsza redukcja ziarna skutkuje zanikiem Θ_{hI} i rozwojem tylko drugiego etapu umocnienia o wartości ok. 0,3 GPa $d = 1,5 \mu\text{m}$ i 0,9 μm (Rysunek 5.9a). Podobnie jak w przypadku rozciągania takie wartości komponentów świadczą o dużej aktywności bazalnych systemów poślizgu.

W niskich temperaturach obie składowe umocnienia, Θ_{hI} oraz Θ_{hII} , osiągają zdecydowanie wyższe wartości (Rysunki 5.9b 5.9c). W 78K nachylenie Θ_{hI} mieści się w zakresie $2,5 \div 2,8$ GPa, a Θ_{hII} wzrasta do $5,5 \div 6$ GPa. W temperaturze 4K umocnienie jest jeszcze bardziej intensywne – wartości Θ_{hI} wynoszą $3 \div 5$ GPa, a Θ_{hII} osiąga blisko 10 GPa w przypadku próbki o największym d .

Obniżenie temperatury deformacji w obydwu przypadkach (rozciąganie i ściskanie) prowadzi do wzrostu wartości początkowego nachylenia Θ_h , co oznacza silniejsze umocnienie odkształceniowe. Szczególnie wysokie wartości w zakresie $6 \div 9$ GPa wskazują na aktywację dodatkowych mechanizmów deformacji, w tym interakcji dyslokacji w systemach pryzmatycznych i piramidalnych. W warunkach ograniczonego bliźniakowania ze względu na początkową teksturę i kierunek obciążenia, może to być reakcja materiału na konieczność przenoszenia odkształcenia wzdłuż osi c komórek heksagonalnych. Wszystkie wartości komponentów Θ_h zostały przedstawione w Tabeli 5.2.

Biorąc pod uwagę wcześniejszy wniosek dotyczący wpływu rozdrobnienia ziarna na kinetykę umocnienia, rozumianą jako zdolność materiału do kumulowania defektów w strukturze, przeprowadzono obliczenia maksymalnej gęstości dyslokacji po odkształceniu. Ewolucję gęstości dyslokacji wyznaczono na podstawie danych eksperymentalnych zarejestrowanych podczas rozciągania i ściskania wykorzystując równanie Taylora:

$$(\sigma - \sigma_y) = M\alpha\mu b\sqrt{\rho_d} \quad (5.2)$$

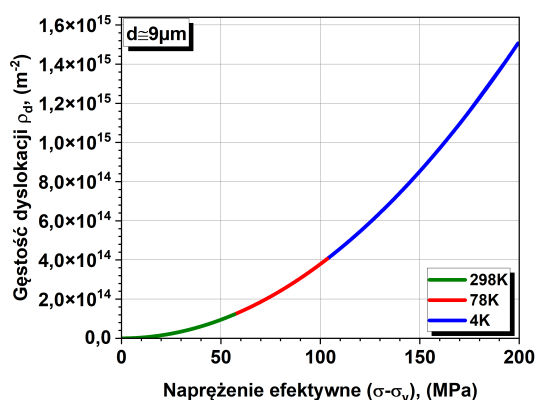
gdzie: M - czynnik Taylora, b - wektor Burgersa dyslokacji bazalnej w Mg, μ - moduł ścinania, α - stała strukturalna. Wartość stałej α może zawierać się w zakresie $0,2 \div 1,9$ w zależności od interakcji pomiędzy poszczególnymi typami dyslokacji [190]. Ze względu na to, iż w obliczeniach rozpatrywano wektor Burgersa dyslokacji bazalnej, przyjęto wartość α równą 0,3. Uzyskane wyniki dostarczają istotnych informacji na temat zdolności badanych materiałów do kumulowania defektów w strukturze krystalicznej. Maksymalne wartości gęstości dyslokacji zestawiono w Tabeli 5.3, natomiast Rysunek 5.10 przedstawia zależności ρ_d od naprężenia efektywnego, wyznaczone na podstawie danych eksperymentalnych zarejestrowanych podczas prób rozciągania. W temperaturze otoczenia ρ_d rośnie parabolicznie do wartości maksymalnej. Maksymalna wartość ρ_d wyraźnie maleje wraz ze zmniejszaniem się średniej wielkości ziarna, co wskazuje na ograniczoną zdolność do akumulacji dyslokacji przez drobnoziarnisty materiał. Prawdopodobną przyczyną tego zjawiska jest zwiększony udział objętościowy granic ziaren, które pełnią rolę efektywnych miejsc anihilacji dyslokacji i sprzyjają dynamicznemu zdrowieniu materiału w trakcie deformacji.

Wielkość ziarna		Maksymalna gęstość dyslokacji $\rho_d, (m^{-2})$		
		298K	78K	4K
9 μm	Rozciąganie	$1,58 \times 10^{14}$	$4,14 \times 10^{14}$	$1,51 \times 10^{15}$
	Ściskanie	$1,15 \times 10^{15}$	$4,87 \times 10^{15}$	$4,06 \times 10^{15}$
5 μm	Rozciąganie	$4,81 \times 10^{13}$	$2,58 \times 10^{14}$	$6,1 \times 10^{14}$
	Ściskanie	$4,57 \times 10^{14}$	$2,23 \times 10^{15}$	$3,02 \times 10^{15}$
3 μm	Rozciąganie	$4,66 \times 10^{13}$	$1,76 \times 10^{14}$	$8,49 \times 10^{14}$
	Ściskanie	$2,64 \times 10^{13}$	$3,04 \times 10^{15}$	$3,43 \times 10^{15}$
1,5 μm	Rozciąganie	$2,02 \times 10^{13}$	$2,45 \times 10^{14}$	$7,65 \times 10^{14}$
	Ściskanie	$1,16 \times 10^{12}$	$2,23 \times 10^{15}$	$2,05 \times 10^{15}$
0,9 μm	Rozciąganie	$1,83 \times 10^{13}$	$3,85 \times 10^{14}$	$7,21 \times 10^{14}$
	Ściskanie	$9,4 \times 10^{11}$	$1,9 \times 10^{15}$	$1,49 \times 10^{15}$

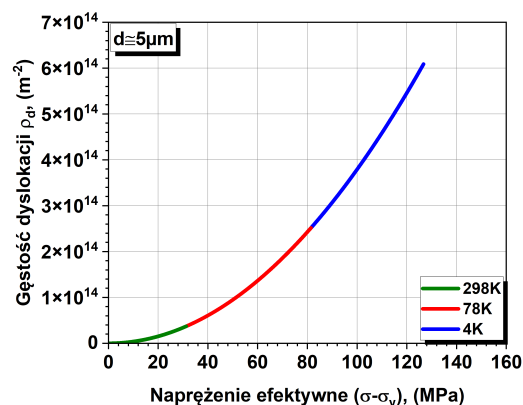
Tabela 5.3: Maksymalna gęstość dyslokacji Mg o różnej wielkości ziarna, po odkształceniu w próbach jednoosiowego rozciągania i ściskania w 298K, 78K i 4K.

W temperaturze 78K obserwowano nieliniową zależność: dla zakresu wielkości ziarna $d = 9 \div 3 \mu\text{m}$ maksymalna gęstość dyslokacji stopniowo maleje, jednak dalsze rozdrobnienie struktury prowadzi do ponownego wzrostu ρ_d . Z kolei w temperaturze 4K maksymalne wartości ρ_d nie wykazują jednoznacznej korelacji z wielkością ziarna. Niezależnie od d , obniżenie temperatury deformacji powoduje systematyczny wzrost maksymalnej gęstości dyslokacji. Jest to zgodne z oczekiwaniami i wynika z ograniczonej ruchliwości dyslokacji w temperaturach kriogenicznych, co sprzyja ich intensywnej akumulacji. Podobne zależności w niskich temperaturach zaobserwowano podczas prób ściskania (Rysunek 5.11). Redukcja średniej wielkości ziarna powoduje, że maksymalna gęstość dyslokacji systematycznie maleje. Wyjątek stanowi próbka o $d = 3 \mu\text{m}$, która zarówno podczas odkształcenia w 78K jak i 4K, wykazała wyższe wartości ρ_d niż materiał o $d = 5 \mu\text{m}$. Podczas ściskania w temperaturze otoczenia maksymalna gęstość dyslokacji sukcesywnie maleje wraz z rozdrobnieniem ziarna, podobnie jak podczas rozciągania.

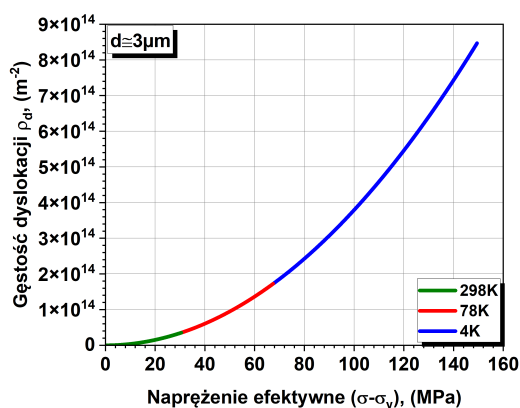
Jakościowe tendencje wydają się być niezależne od kierunku obciążenia. W temperaturach kriogenicznych, w większości przypadków, spadek temperatury deformacji skutkuje wzrostem maksymalnej gęstości defektów w strukturze. Pomimo, że podczas rozciągania i ściskania w 298K redukcja d powoduje spadek ρ_d , występują różnice w ich wartościach. W materiałach o większej wielkości ziarna ($d = 9 \mu\text{m}$ i $5 \mu\text{m}$) maksymalna gęstość dyslokacji po ściskaniu jest wyższa niż podczas odkształcenia w próbie rozciągania. Zjawisko to jest zgodne z wcześniejszymi obserwacjami dotyczącymi dużego umocnienia i intensywnego bliźniakowania. W materiale o wielkości ziarna $3 \mu\text{m}$ wartości te są najbardziej zbliżone spośród wszystkich badanych próbek, natomiast dalsze rozdrobnienie struktury powoduje, że próbki po ściskaniu wykazały niższe maksymalne wartości ρ_d . W przypadku próbek o najmniejszej wielkości ziarna ($0,9 \mu\text{m}$) różnica ta sięga niemal 2×10^{13} . Jednym z możliwych wyjaśnień tego efektu są nasilone procesy rekrytalizacji dynamicznej podczas ściskania ujawnione podczas badań strukturalnych (Rysunek 5.4). Mogą one bezpośrednio wpływać na ilość defektów w mikrostrukturze, obniżając wyznaczone wartości ρ_d .



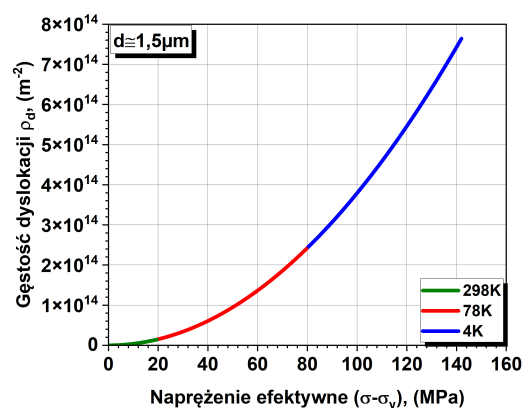
(a)



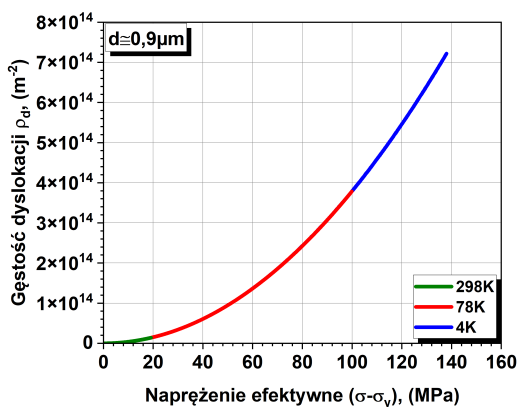
(b)



(c)

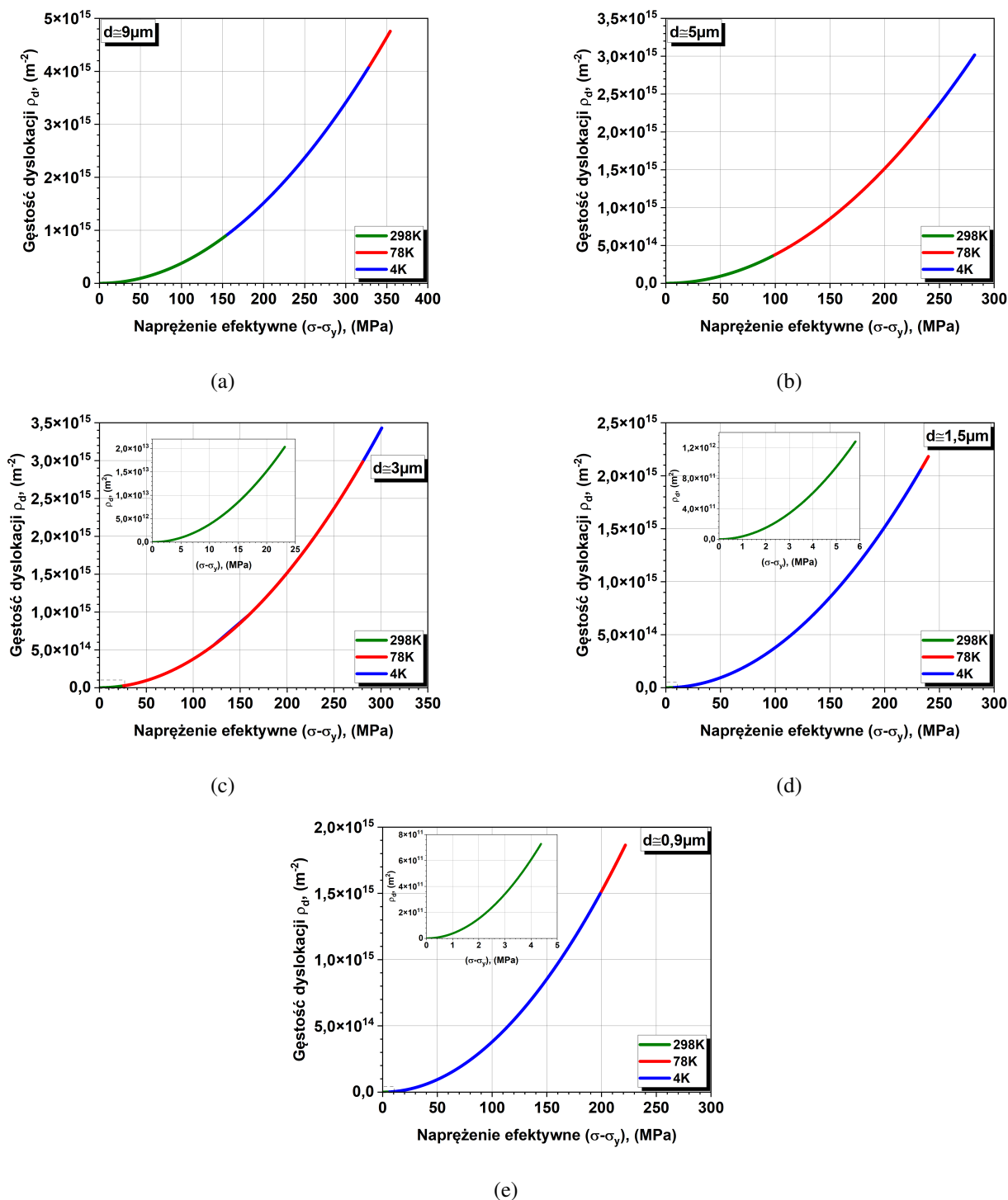


(d)



(e)

Rysunek 5.10: Gęstość dyslokacji ρ_d w funkcji naprężenia efektywnego $(\sigma - \sigma_y)$ podczas jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm w temperaturze 298K, 78K i 4K.



Rysunek 5.11: Gęstość dyslokacji ρ_d w funkcji naprężenia efektywnego $(\sigma - \sigma_y)$ podczas jednoosiowego ściskania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) $9 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $3 \mu\text{m}$, (d) $1.5 \mu\text{m}$ i (e) $0.9 \mu\text{m}$ w temperaturze 298K, 78K i 4K.

5.2 Plastyczność drobnokrystalicznego Mg w zakresie temperatur 298K-4K

W toku prowadzonych badań eksperymentalnych stwierdzono istotny wpływ wielkości ziarna czystego magnezu na plastyczność, zwłaszcza podczas odkształcenia w temperaturze otoczenia. W 298K, zarówno podczas rozciągania i ściskania, rozdrobnienie mikrostruktury do poziomu poniżej 3 μm skutkowało znaczącym wzrostem plastyczności, który jest stowarzyszony z uruchomieniem alternatywnego mechanizmu odkształcenia w postaci poślizgu po granicach ziarn. W materiałach o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$ wzrost ten sięgał nawet 50%, a w przypadku ściskania plastyczność była ograniczona jedynie możliwościami stanowiska pomiarowego (Rysunki 4.5a 4.15a).

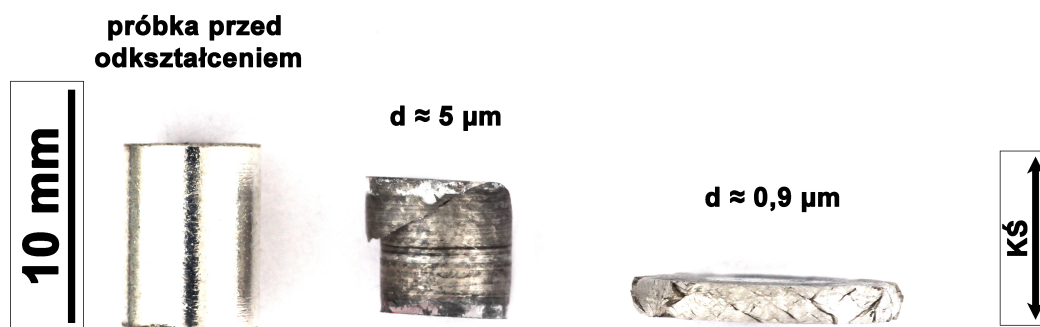
Rysunek 5.12 obrazuje wpływ wielkości ziarna na efektywność plastycznego kształtowania czystego magnezu w temperaturze otoczenia. Próbkę o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$, wykazują znacznie większy zakres maksymalnego odkształcenia w porównaniu do materiałów o wielkości ziarna 5 μm , zarówno w próbie rozciągania (Rysunek 5.12a) jak i ściskania (Rysunek 5.12b). Szczególnie w przypadku rozciągania widoczne jest wyraźne przewężenie w rejonie zerwania, charakterystyczne dla ciągłego procesu pęknięcia w którym dekohezja poprzedzona jest odkształceniem plastycznym. Obserwacja ta jest zgodna z wynikami analizy przełomów (Rysunek 4.13), gdzie w przypadku materiałów o ziarnie mniejszym niż 3 μm następuje przejście od przełomu krucho-ciągłego do ciągłego. Z kolei w próbie ściskania materiał o większym ziarnie uległ kruchemu zniszczeniu poprzez ścięcie, podczas gdy próbka drobnoziarnista odkształcała się równomiernie i wykazała się znacznie wyższą plastycznością, praktycznie ograniczoną możliwościami maszyny wytrzymałościowej. Zestawienie to potwierdza, że redukcja wielkości ziarna do poziomu submikronowego umożliwia znacznie efektywniejsze kształtowanie plastyczne czystego magnezu.

Aktywność GBS przy tak „dużej” wielkości ziarna w porównaniu do metali o sieciach regularnych może być spowodowana m. in. niską temperaturą topnienia Mg, co przekłada się na niższą temperaturę homologiczną podczas odkształcenia w 298K. Poślizg po granicach ziaren jest procesem, który w pewnej części jest kontrolowany poprzez procesy dyfuzyjne. Energia aktywacji dyfuzji z granic ziaren w Mg jest znacząco niższa niż w przypadku innych metali oraz może być jeszcze mniejsza wraz z rozdrobnieniem wielkości ziarna [193]. Rozpatrując wpływ energii granicy ziarna na możliwość aktywacji GBS wydaje się, że brak tego efektu chociażby w popularnych stopach Mg może być spowodowany segregacją wydzieleni faz umacniających w obszary granic ziaren.

Zarówno w przypadku rozciągania i ściskania, obniżenie temperatury deformacji skutkuje ograniczeniem plastyczności, a proces odkształcenia nie jest wspomagany przez GBS w żadnym z badanych materiałów. Analiza fraktograficzna wskazuje, że niezależnie od wielkości ziarna, w temperaturach kriogenicznych przełomy wykazują cechy kruchego pęknięcia międzykrystalicznego z charakterystycznym efektem otwierania się ziarn związanym z nagromadzeniem spiężeń dyslokacji wzdłuż granic ziaren.



(a)



(b)

Rysunek 5.12: Zestawienia porównawcze makrofotografii próbek o wielkości ziarna 5 i $0,9 \mu\text{m}$ po maksymalnym odkształceniu w temperaturze 298K w próbach rozciągania (a) i ściskania (b).

Rozdział 6

Wnioski

Niniejsza praca oraz przeprowadzone w jej ramach badania dostarczają usystematyzowanej wiedzy na temat odkształcenia plastycznego technicznie czystego magnezu o średniej wielkości ziarna w zakresie $9 \div 0,9 \mu\text{m}$. Jest to zakres wielkości ziarna, który można osiągnąć za pomocą konwencjonalnych metod produkcyjnych, zapewniających masowość wyrobów. Tym samym, w opinii autora, uzyskane wyniki badań mają duży potencjał aplikacyjny. Określenie mechanicznych i strukturalnych skutków odkształcenia zarówno w temperaturze otoczenia, jak i w temperaturach kriogenicznych systematyzuje dostępne w literaturze dane oraz uzupełnia obecny stan wiedzy. Wiedza ta pozwala wyjść poza konwencjonalne zastosowania produktów magnetycznych, takie jak przemysł samochodowy i biomedyczny, oraz skierować uwagę na ich inne potencjalne zastosowania. Szczegółowe wnioski wyciągnięte z całości przeprowadzonych prac rysują się następująco:

1. Rozdrobnienie ziarna istotnie wpływa na mechanizmy deformacji plastycznej technicznie czystego magnezu (Mg 99,95%), zarówno w warunkach rozciągania, jak i ściskania oraz w szerokim zakresie temperatur (298K, 78K, 4K). W temperaturze otoczenia, w materiałach o ziarnie większym niż $3 \mu\text{m}$ mechanizmami kontrolującymi odkształcenie są poślizg dyslokacji oraz bliźniakowanie (szczególnie podczas ściskania), natomiast dalsze rozdrobnienie prowadzi do aktywacji poślizgu po granicach ziaren i ograniczenia roli bliźniakowania. Aktywacja GBS prowadzi do zmniejszenia zdolności materiału do umocnienia oraz istotnego wzrostu plastyczności. W zakresie niskich temperatur, mechanizmami odpowiedzialnymi za odkształcenia plastyczne są poślizg i bliźniakowanie, niezależnie od wielkości ziarna. Plastyczność materiałów spada wraz z obniżeniem temperatury odkształcenia niezależnie od d .
2. Aktywność GBS w drobnokrystalicznym magnezie ($d < 3 \mu\text{m}$) w temperaturze 298K potwierdzają wysokie wartości parametru czułości na prędkość odkształcenia („ m ” $> 0,2$), niskie wartości objętości aktywowanej ($\Delta V^* \approx 20 b^3$) oraz obserwacje mikrostrukturalne (w tym in-situ). Wzrost udziału GBS skutkuje wyraźnym wzrostem plastyczności i spadkiem umocnienia odkształceniowego. Wyznaczone wartości parametrów czułości na prędkość odkształcenia i objętości aktywowanej wskazują, że w warunkach temperatur kriogenicznych proces deformacji plastycznej realizowany jest przez poślizg i bliźniakowanie. W temperaturach 78K i 4K nie obserwowano aktywności GBS ze względu na zbyt wysokie wartości CRSS niezbędne do jego aktywacji.

3. Zmiana mechanizmu odkształcenia podczas rozciągania w 298K, jest również manifestowana przez zmianę charakterystyki powierzchni przelomów. Materiały o większym ziarnie wykazują cechy przelomu kruchego, natomiast rozdrobnienie struktury powoduje, że charakterystykę przelomu można zaklasyfikować jako krucho-ciągły z widocznym odkształceniem plastycznym poprzedzającym proces dekohezji. W temperaturach kriogenicznych, materiały o większej wielkości ziarna wykazują cechy przelomu transkrystalicznego z charakterystycznym efektem „otwierania się” ziarn. Materiały o mniejszej wielkości ziarna wykazują cechy pęknięcia o charakterystyce krucho-ciągłej.
4. Niezależnie od warunków obciążenia, w materiałach obserwowano obecność stref zlokalizowanego odkształcenia w postaci pasm ścicia. Powstawanie tych stref jest spowodowane wysoką aktywnością poślizgu w systemach bazalnych. Występowały one zarówno podczas rozciągania jak i ściskania. Intensywność powstawania stref wydaje się wyższa wraz z redukcją średniej wielkości ziarna.
5. Liniowa zależność Halla–Petcha jest spełniona we wszystkich temperaturach dla materiałów o ziarnie powyżej 3 μm . W temperaturze 298K, przy dalszym rozdrobnieniu, relacja ta ulega załamaniu na skutek dominacji GBS. W temperaturach 78K i 4K zależność Halla–Petcha pozostaje zachowana niezależnie od wielkości ziarna.
6. Wysokie wartości atermicznych komponentów akumulacji dyslokacji Θ_h wyznaczone z zależności $\Theta(\sigma - \sigma_y)$ w funkcji naprężenia efektywnego, wskazują na możliwą aktywność niebazalnych systemów poślizgu dyslokacji podczas odkształcenia w temperaturach kriogenicznych. Niższe wartości komponentów podczas deformacji w 298K świadczą o wyższej aktywności procesów dynamicznej odbudowy struktury.

Dodatek A

Tekstury materiałów wyjściowych oraz po odkształceniu w temperaturach 298K-4K

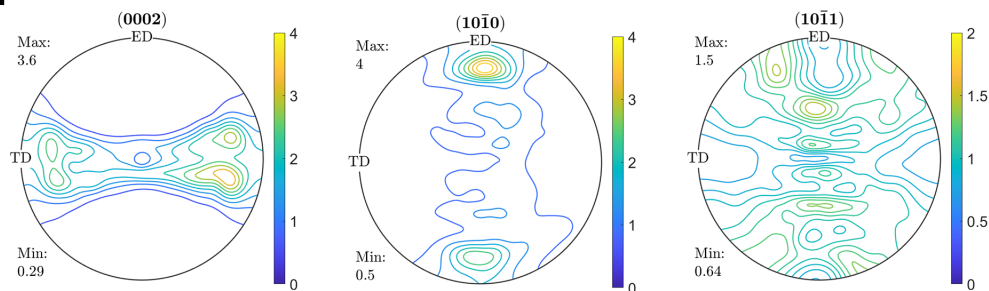
Dodatek A zawiera zbiór wszystkich zarejestrowanych figur biegunowych ((0002), $(10\bar{1}0)$ i $(10\bar{1}1)$) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna dla:

1. materiałów wyjściowych (Rysunek A.1),
2. materiałów po maksymalnym odkształceniu plastycznym podczas jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K (Rysunek A.2), 78K (Rysunek A.3) oraz 4K (Rysunek A.4),
3. materiałów po maksymalnym odkształceniu plastycznym podczas jednoosiowego ściskania w temperaturach 298K (Rysunek A.5), 78K (Rysunek A.6) oraz 4K (Rysunek A.7).

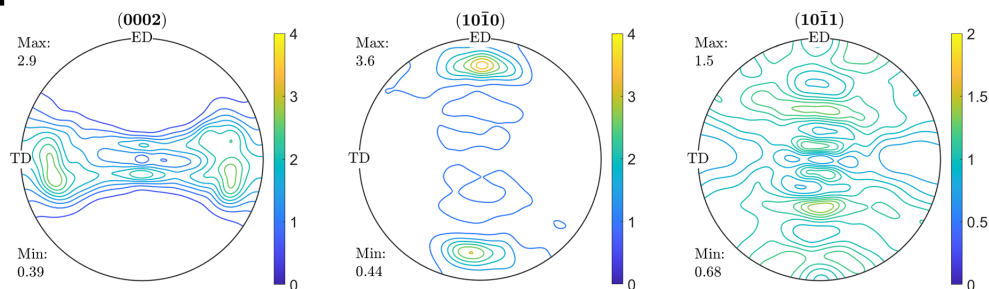
Z uwagi na objętość prezentowanych wyników, w zasadniczej części pracy przedstawiono jedynie figury (0002), które są wystarczające do zaprezentowania istotnych zmian w teksturze materiałów po odkształceniu.

Materiał wyjściowy

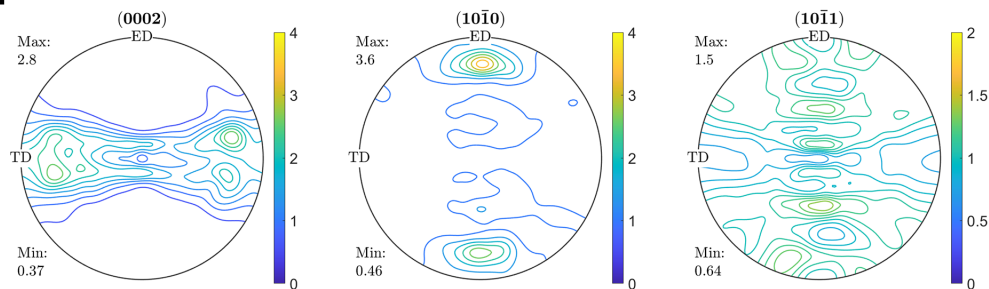
d≈9μm



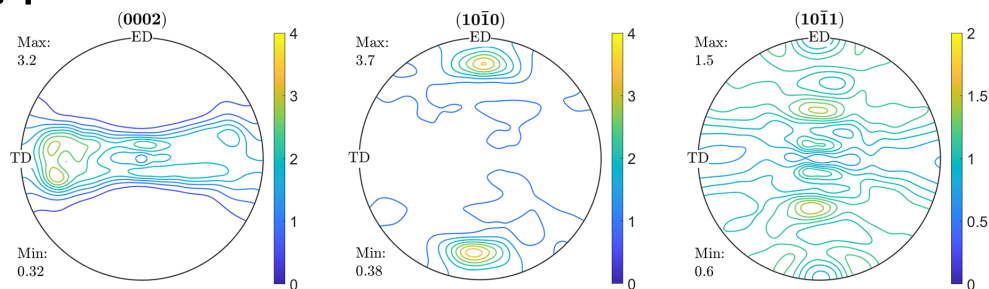
d≈5μm



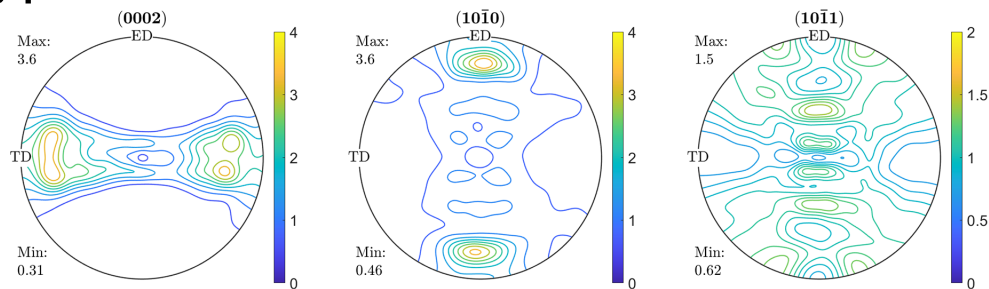
d≈3μm



d≈1,5μm



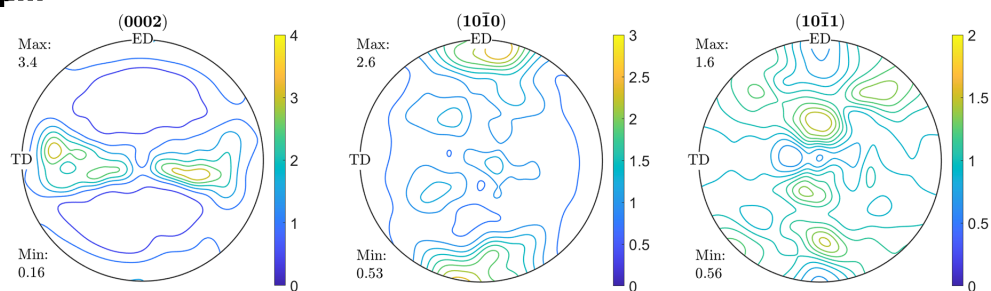
d≈0,9μm



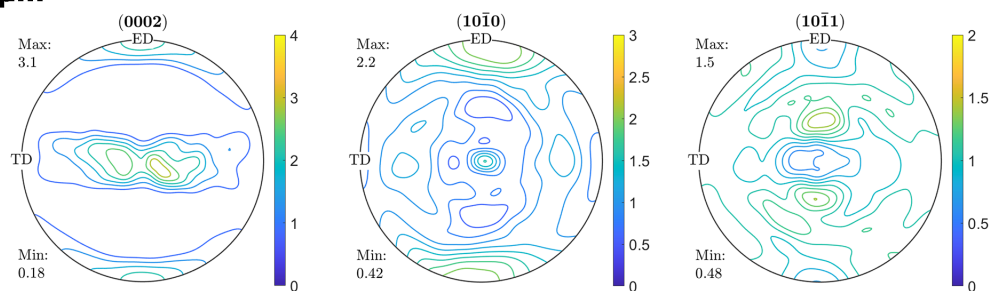
Rysunek A.1: Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) materiałów wyjściowych Mg, o różnej średniej wielkości ziarna.

Rozciąganie, T=298K

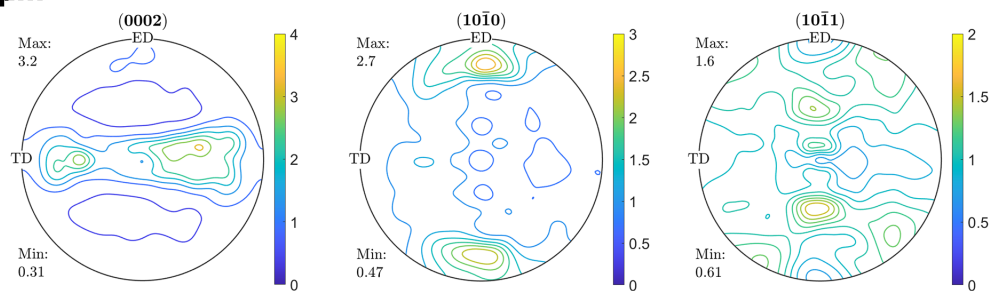
d≈9μm



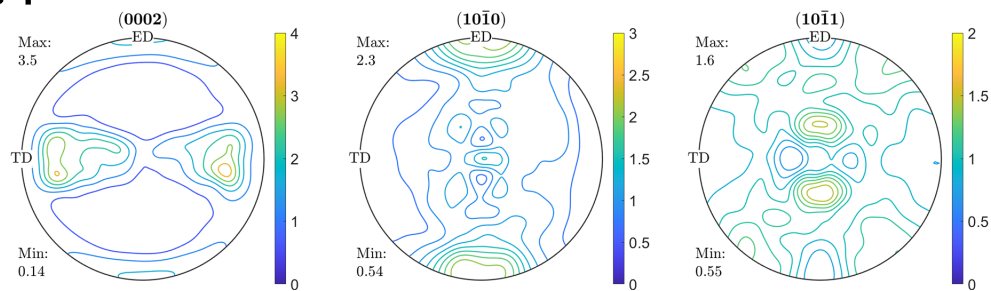
d≈5μm



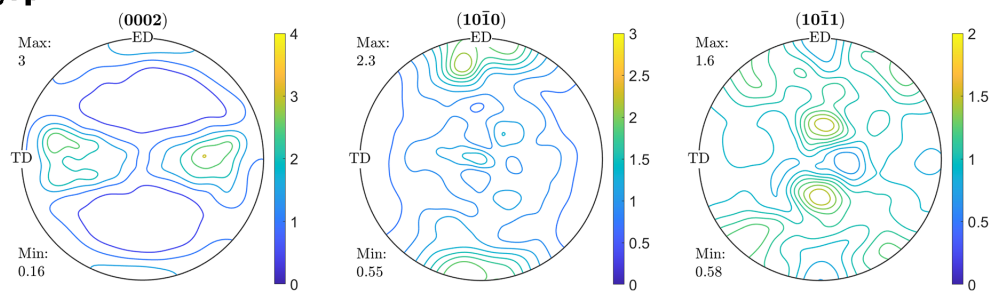
d≈3μm



d≈1,5μm



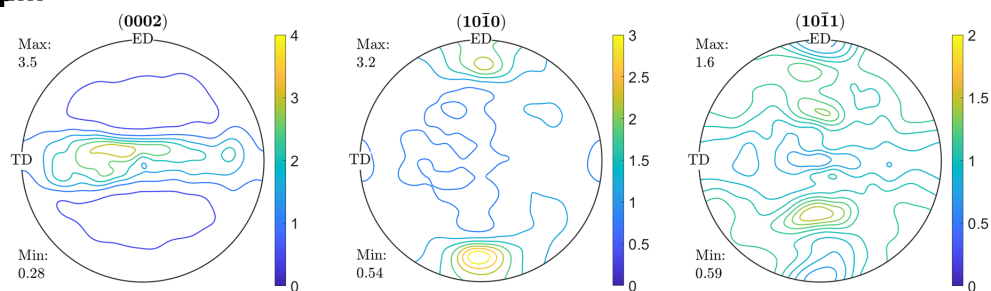
d≈0,9μm



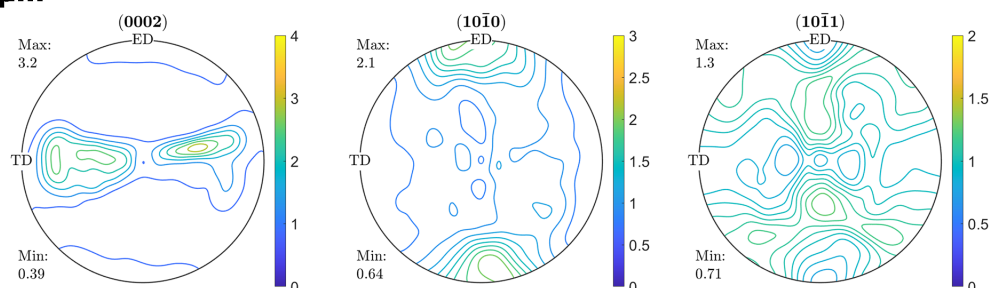
Rysunek A.2: Figury biegunowe (0002), $(10\bar{1}0)$ i $(10\bar{1}1)$ czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 298K.

Rozciąganie, T=78K

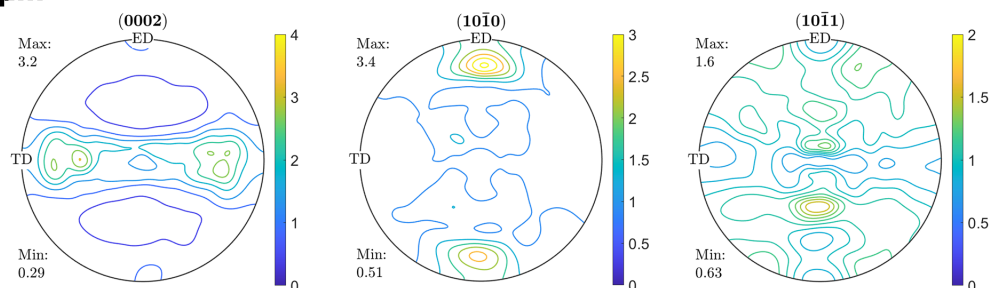
d≈9μm



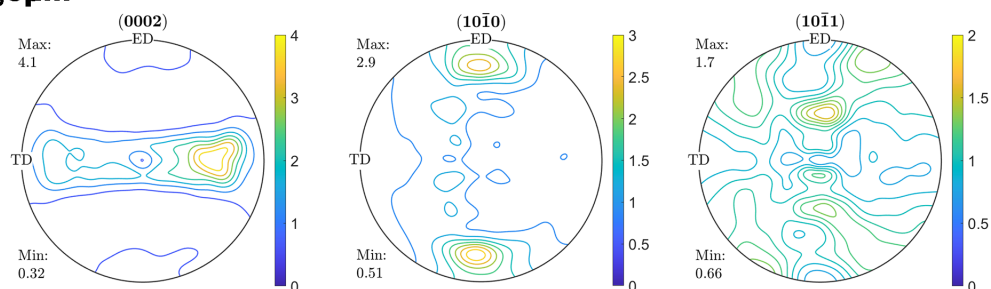
d≈5μm



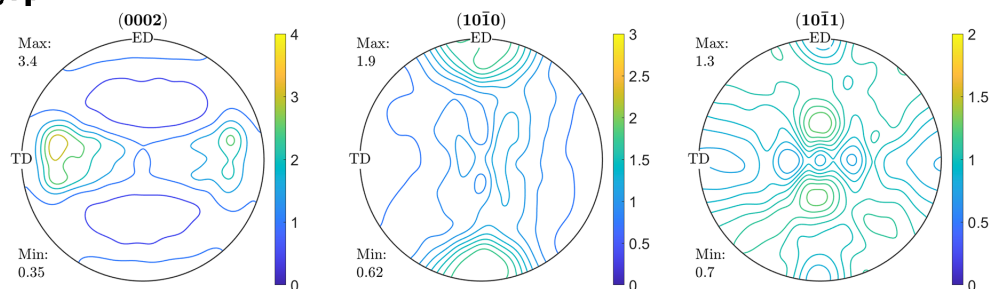
d≈3μm



d≈1,5μm



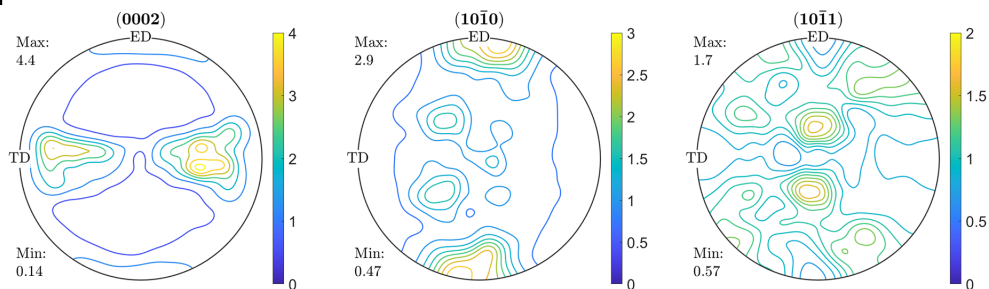
d≈0,9μm



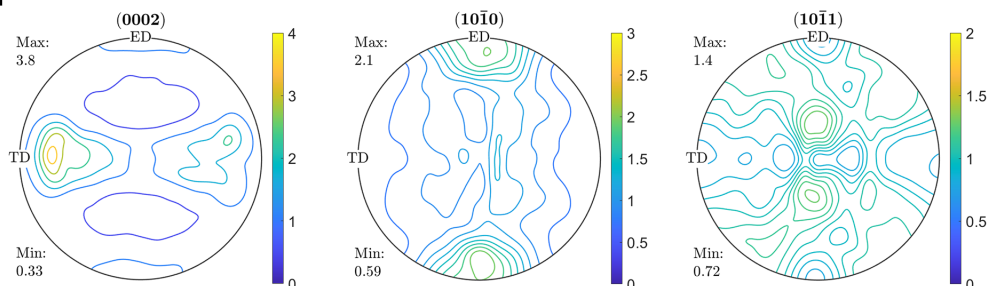
Rysunek A.3: Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 78K.

Rozciąganie, T=4K

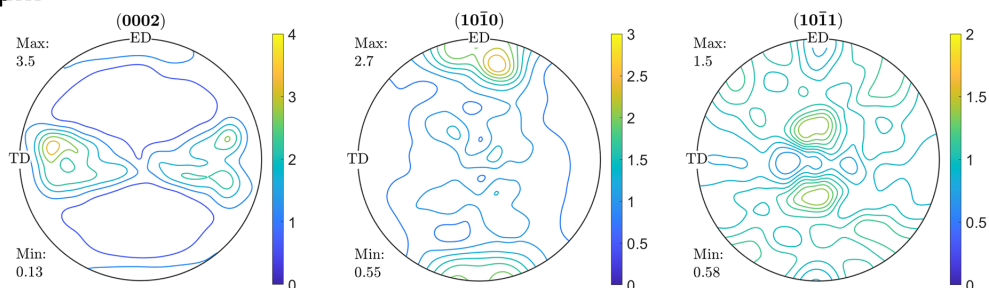
d≈9μm



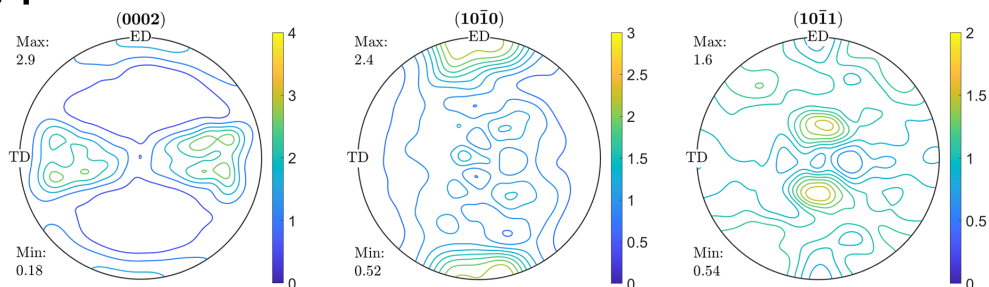
d≈5μm



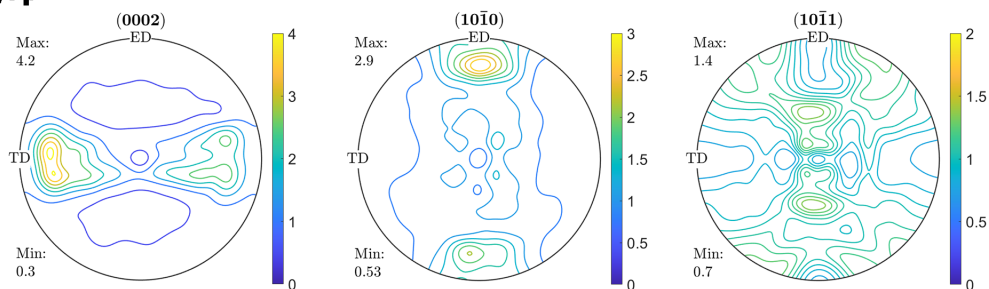
d≈3μm



d≈1,5μm



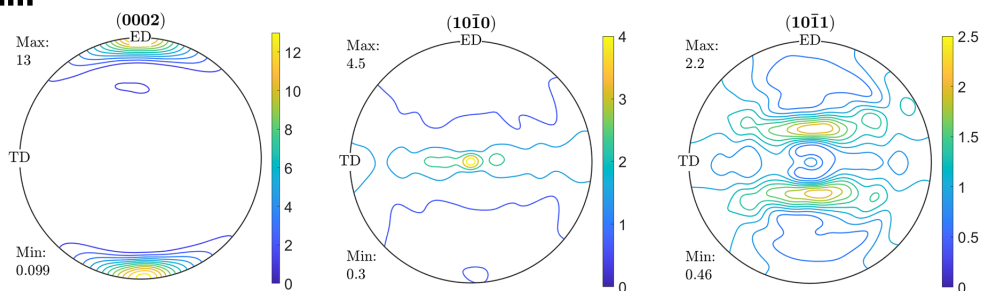
d≈0,9μm



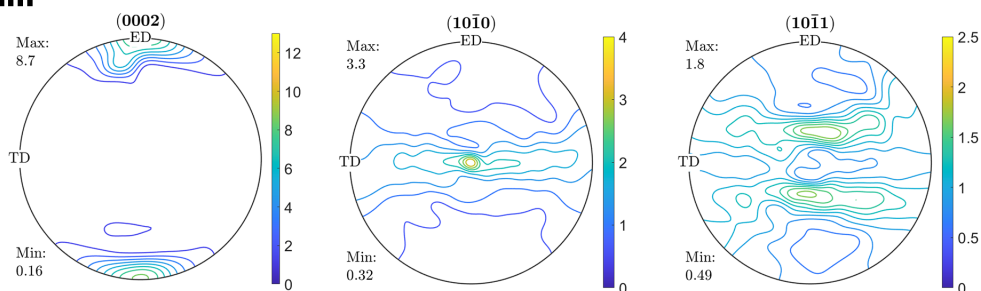
Rysunek A.4: Figury biegunowe (0002), $(10\bar{1}0)$ i $(10\bar{1}1)$ czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 4K.

Ściskanie, T=298K

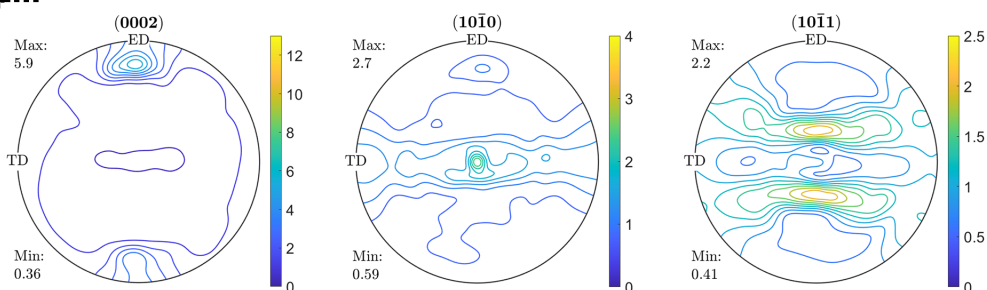
d≈9μm



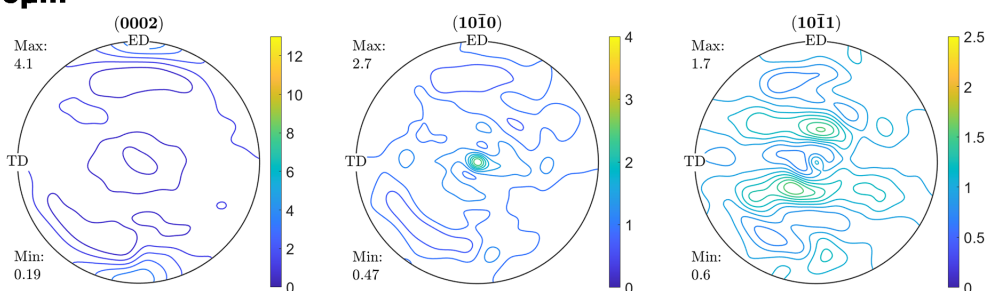
d≈5μm



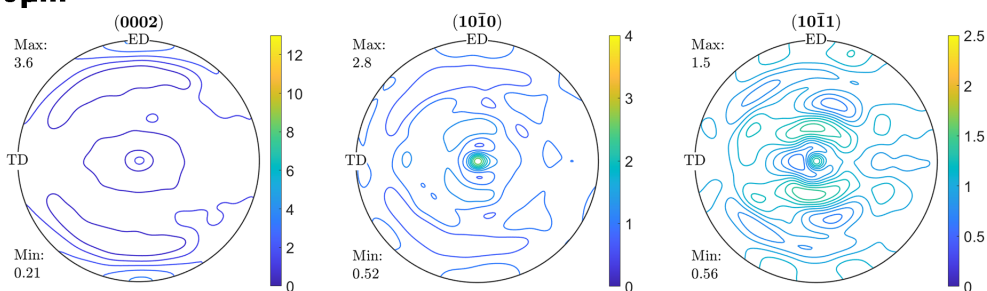
d≈3μm



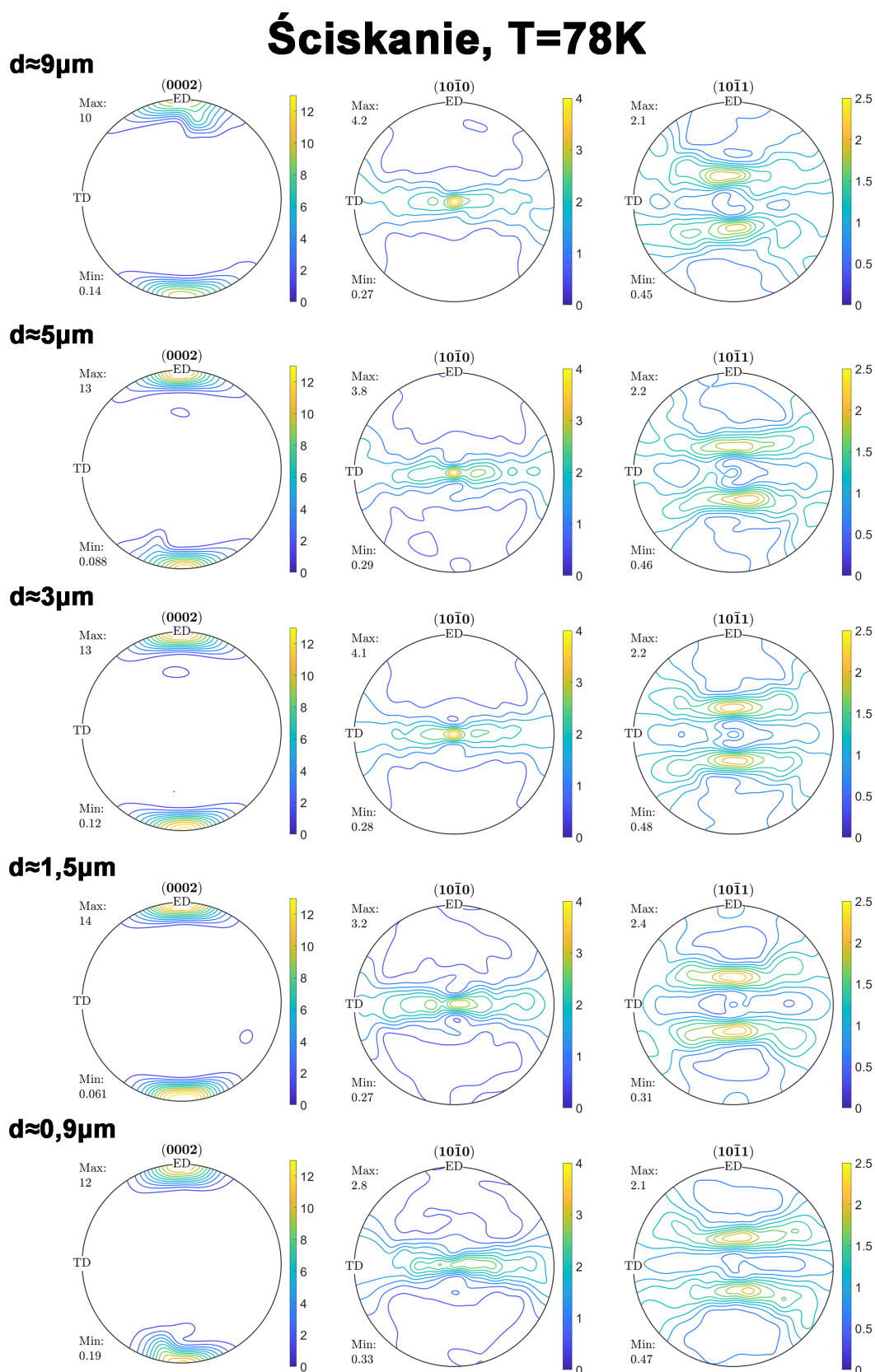
d≈1,5μm



d≈0,9μm



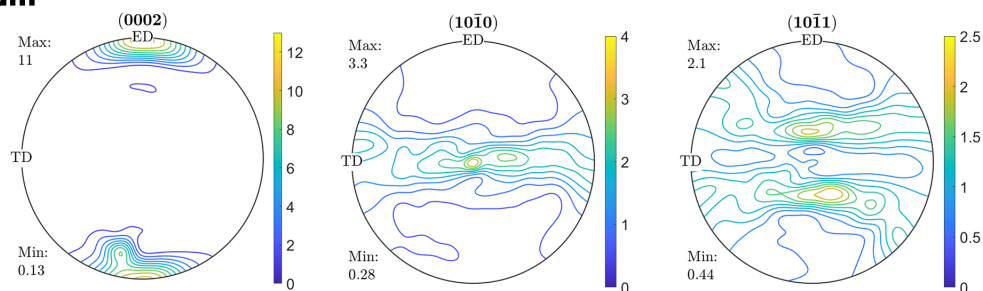
Rysunek A.5: Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K.



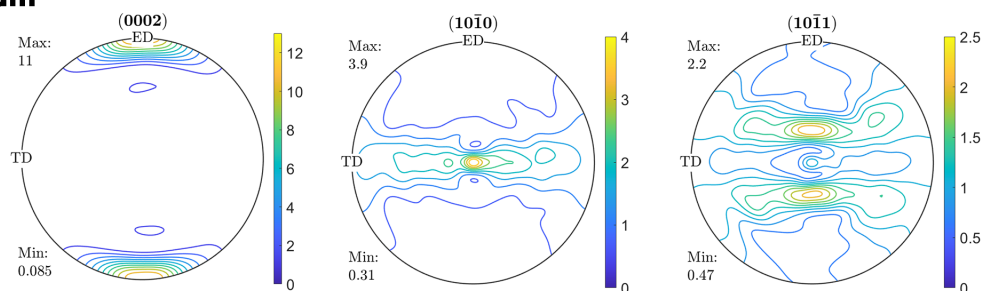
Rysunek A.6: Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}0$) i (10 $\bar{1}1$) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 78K.

Ściskanie, T=4K

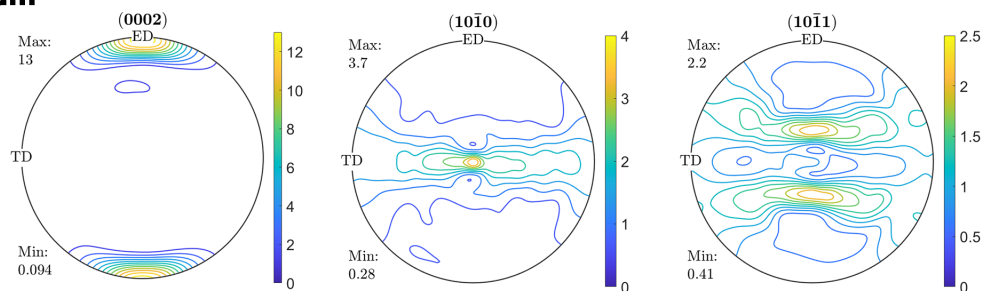
d≈9μm



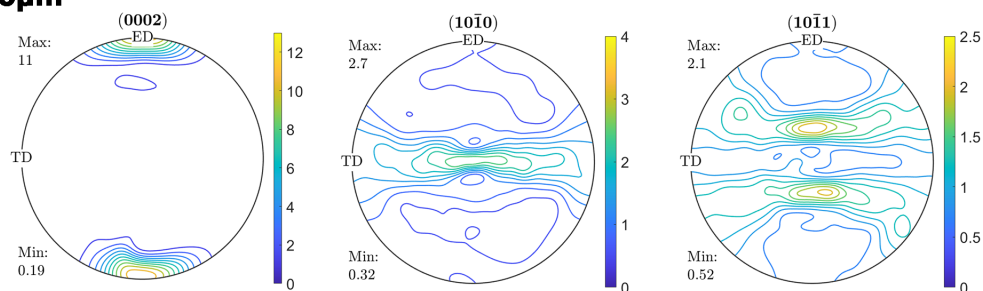
d≈5μm



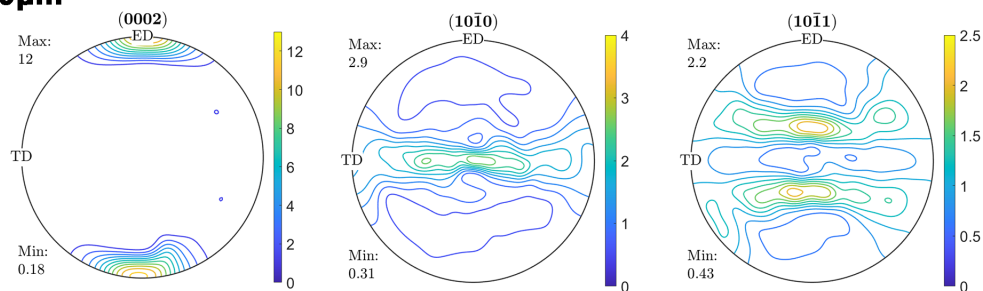
d≈3μm



d≈1,5μm



d≈0,9μm

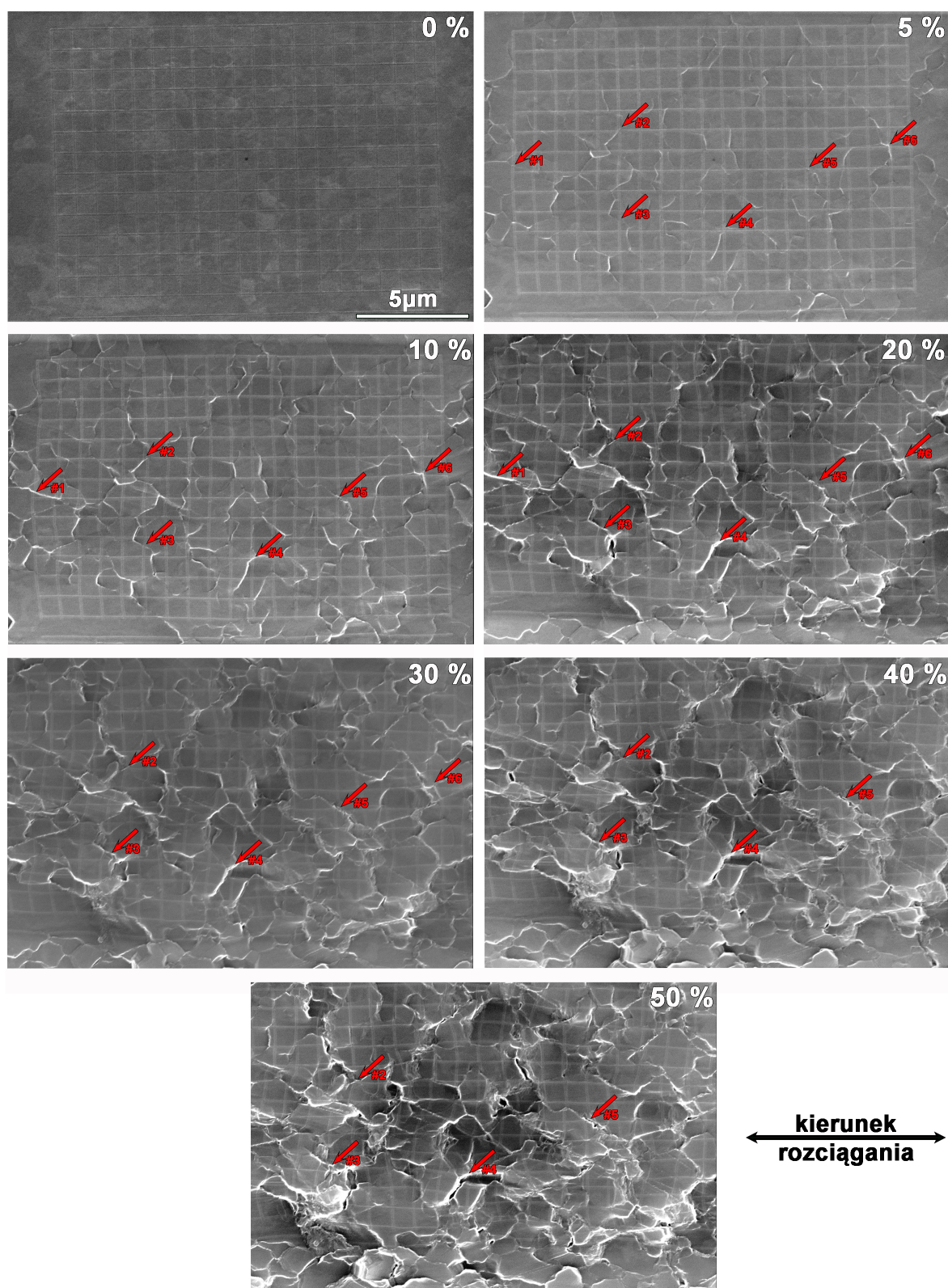


Rysunek A.7: Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 4K.

Dodatek B

Obserwacje odkształcenia plastycznego in-situ

Dodatek B zawiera dodatkowe obserwacje SEM odkształcenia plastycznego in-situ, prowadzone podczas rozciągania w 298K. Na rysunku B.1 aktywność GBS można śledzić za pomocą przesunięć siatki naniesionej na materiał przed odkształceniem. Konkretnie przykłady zostały oznaczone strzałkami.



Rysunek B.1: Obserwacje in-situ SEM powierzchni próbki Mg o średniej wielkości ziarna $0,9\ \mu\text{m}$ z naniesioną siatką, przy różnych poziomach odkształcenia ($\varepsilon = 0 \div 50\%$) podczas rozciągania w temperaturze 298K. Strzałkami oznaczono przykładowe przesunięcia siatki powstałe w wyniku aktywności GBS.

Bibliografia

- [1] “Climate Watch,” 2024. Washington, D.C.: World Resources Institute. Available online at: <https://www.climatewatchdata.org>.
- [2] S. Dhakal, J. Minx, F. Toth, A. Abdel-Aziz, M. F. Meza, K. Hubacek, I. Jonckheere, Y.-G. Kim, G. Nemet, S. Pachauri, X. Tan, and T. Wiedmann, “Emissions Trends and Drivers,” in *IPCC, 2022: Climate Change 2022: Mitigation of Climate Change. Contribution of Working Group III to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change*, Cambridge, UK and New York, NY, USA: Cambridge University Press, 2022. Edited by P.R. Shukla, J. Skea, R. Slade, A. Al Khourdajie, R. van Diemen, D. McCollum, M. Pathak, S. Some, P. Vyas, R. Fradera, M. Belkacemi, A. Hasija, G. Lisboa, S. Luz, and J. Malley.
- [3] G. Fontaras, N.-G. Zacharof, and B. Ciuffo, “Fuel consumption and CO₂ emissions from passenger cars in Europe—Laboratory versus real-world emissions,” *Progress in energy and combustion Science*, vol. 60, pp. 97–131, 2017.
- [4] T. M. Pollock, “Weight loss with magnesium alloys,” *Science*, vol. 328, no. 5981, pp. 986–987, 2010.
- [5] M. Gupta and S. N. M. Ling, *Magnesium, magnesium alloys and magnesium composites*. John Wiley & Sons, 2011.
- [6] H. Somekawa, H. Watanabe, D. A. Basha, A. Singh, and T. Inoue, “Effect of twin boundary segregation on damping properties in magnesium alloy,” *Scripta Materialia*, vol. 129, pp. 35–38, 2017.
- [7] M. K. Kulekci, “Magnesium and its alloys applications in automotive industry,” *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 39, pp. 851–865, 2008.
- [8] R. E. Brown, “Magnesium in the 21st century: magnesium will become the material of choice as designers strive to improve energy efficiency in transportation,” *Advanced Materials & Processes*, vol. 167, no. 1, pp. 31–34, 2009.
- [9] B. Mordike and T. Ebert, “Magnesium: properties—applications—potential,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 302, no. 1, pp. 37–45, 2001.
- [10] A.-K. Gartzke, S. Julmi, C. Klose, A.-C. Waselau, A. Meyer-Lindenberg, H. J. Maier, S. Besdo, and P. Wriggers, “A simulation model for the degradation of magnesium-based bone implants,” *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 101, p. 103411, 2020.

- [11] V. A. Shalomeev, V. L. Greshta, I. I. Papirov, V. S. Shokurov, A. I. Pikalov, A. P. Mukhachev, and D. O. Yelatontsev, “Advances and prospects of high-purity magnesium and its alloys in medicine: A concise review,” *Journal of Alloys and Compounds Communications*, p. 100011, 2024.
- [12] Y. Liu, J. Yin, and G.-z. Zhu, “Advances in Magnesium-Based Biomaterials: Strategies for Enhanced Corrosion Resistance, Mechanical Performance, and Biocompatibility,” *Crystals*, vol. 15, no. 3, p. 256, 2025.
- [13] A. Davis, J. Robson, and M. Turski, “Reducing yield asymmetry and anisotropy in wrought magnesium alloys: A comparative study,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 744, pp. 525–537, 2019.
- [14] M. O. Pekguleryuz, K. Kainer, and A. A. Kaya, *Fundamentals of magnesium alloy metallurgy*. Elsevier, 2013.
- [15] Z. Zeng, N. Stanford, C. H. J. Davies, J.-F. Nie, and N. Birbilis, “Magnesium extrusion alloys: a review of developments and prospects,” *International Materials Reviews*, vol. 64, no. 1, pp. 27–62, 2019.
- [16] I. Polmear, D. StJohn, J.-F. Nie, and M. Qian, *Light alloys: metallurgy of the light metals*. Butterworth-Heinemann, 2017.
- [17] Z. Yang, J. Li, J. Zhang, G. Lorimer, and J. Robson, “Review on research and development of magnesium alloys,” *Acta metallurgica sinica (English letters)*, vol. 21, no. 5, pp. 313–328, 2008.
- [18] U. Masood Chaudry, S. Tekumalla, M. Gupta, T.-S. Jun, and K. Hamad, “Designing highly ductile magnesium alloys: current status and future challenges,” *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, pp. 1–88, 2021.
- [19] Z. Zeng, J.-F. Nie, S.-W. Xu, C. H. J. Davies, and N. Birbilis, “Super-formable pure magnesium at room temperature,” *Nature communications*, vol. 8, no. 1, pp. 1–6, 2017.
- [20] P. Partridge, “The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals,” *Metallurgical reviews*, vol. 12, no. 1, pp. 169–194, 1967.
- [21] E. Schmid and W. Boas, “Kristallplastizität mit besonderer Berücksichtigung der Metalle, 1935,” *Berlin: Julius Springer*, 1935.
- [22] W. Hutchinson and M. Barnett, “Effective values of critical resolved shear stress for slip in polycrystalline magnesium and other hcp metals,” *Scripta Materialia*, vol. 63, no. 7, pp. 737–740, 2010.
- [23] B. A. Bilby and A. Crocker, “The theory of the crystallography of deformation twinning,” *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and physical sciences*, vol. 288, no. 1413, pp. 240–255, 1965.
- [24] J. Christian, “CHAPTER 20 - Deformation Twinning,” in *The Theory of Transformations in Metals and Alloys* (J. Christian, ed.), pp. 859–960, Oxford: Pergamon, 2002.

- [25] M. Bevis and A. Crocker, "Twinning modes in lattices," *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 313, no. 1515, pp. 509–529, 1969.
- [26] A. Kula, *Mechanizmy i parametry aktywacyjne odkształcenia plastycznego stopów Mg-Gd i Mg-Y zachodzącego w warunkach silnego ograniczenia łatwego poślizgu dyslokacji*. Kraków: Wydawnictwo Naukowe AKAPIT, 2019.
- [27] C. S. Roberts, *Magnesium and its Alloys*. Wiley, 1960.
- [28] J. W. Christian and S. Mahajan, "Deformation twinning," *Progress in materials science*, vol. 39, no. 1-2, pp. 1–157, 1995.
- [29] M. Barnett, "Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part II: „Contraction” twins," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 464, no. 1-2, pp. 8–16, 2007.
- [30] M. Barnett, "Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part I: „Tension” twins," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 464, no. 1-2, pp. 1–7, 2007.
- [31] G. Gottstein and T. Al Samman, "Texture development in pure Mg and Mg alloy AZ31," in *Materials Science Forum*, vol. 495, pp. 623–632, Trans Tech Publ, 2005.
- [32] A. Crocker, "Double twinning," *Philosophical Magazine*, vol. 7, no. 83, pp. 1901–1924, 1962.
- [33] M. Ruffino and A. T. Paxton, "Theoretical models of double twinning in magnesium," *Physical Review Materials*, vol. 7, no. 11, p. 113603, 2023.
- [34] Z.-Z. Shi, Y. Zhang, F. Wagner, T. Richeton, P.-A. Juan, J.-S. Lecomte, L. Capolungo, and S. Berbenni, "Sequential double extension twinning in a magnesium alloy: Combined statistical and micro-mechanical analyses," *Acta Materialia*, vol. 96, pp. 333–343, 2015.
- [35] I. Beyerlein, J. Wang, M. Barnett, and C. Tomé, "Double twinning mechanisms in magnesium alloys via dissociation of lattice dislocations," *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 468, no. 2141, pp. 1496–1520, 2012.
- [36] H. Yoshinaga, T. Obara, and S. Morozumi, "Twinning deformation in magnesium compressed along the C-axis," *Materials Science and Engineering*, vol. 12, no. 5-6, pp. 255–264, 1973.
- [37] M. Z. Bian and K. S. Shin, "Twinning behavior in magnesium single crystal," *Metals and Materials International*, vol. 19, no. 5, pp. 999–1004, 2013.
- [38] E. Sukedai and T. Yokoyama, "Investigation of tensile–compressive yield asymmetry and the role of deformation twin in extruded pure magnesium," *International Journal of Materials Research*, vol. 101, no. 6, pp. 736–740, 2010.
- [39] D. Li, V. Joshi, C. Lavender, M. Khaleel, and S. Ahzi, "Yield asymmetry design of magnesium alloys by integrated computational materials engineering," *Computational materials science*, vol. 79, pp. 448–455, 2013.

- [40] J. Robson, "Anisotropy and asymmetry of yield in magnesium alloys at room temperature," *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 45, pp. 5226–5235, 2014.
- [41] J. T. Wang, J. Q. Liu, X. Zhao, *et al.*, "On tension–compression yield asymmetry in an extruded Mg–3Al–1Zn alloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 478, no. 1-2, pp. 789–795, 2009.
- [42] A. Oppedal, H. El Kadiri, C. Tomé, G. Kaschner, S. C. Vogel, J. Baird, and M. Horstemeyer, "Effect of dislocation transmutation on modeling hardening mechanisms by twinning in magnesium," *International Journal of Plasticity*, vol. 30, pp. 41–61, 2012.
- [43] J. Koike, "Enhanced deformation mechanisms by anisotropic plasticity in polycrystalline Mg alloys at room temperature," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, no. 7, pp. 1689–1696, 2005.
- [44] W. Sheely and R. Nash, "Mechanical properties of magnesium monocrystals," *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, vol. 218, no. 3, pp. 416–423, 1960.
- [45] A. Akhtar and E. Teghtsoonian, "Solid solution strengthening of magnesium single crystals — I alloying behaviour in basal slip," *Acta Metallurgica*, vol. 17, no. 11, pp. 1339–1349, 1969.
- [46] A. Akhtar and E. Teghtsoonian, "Solid solution strengthening of magnesium single crystals—II the effect of solute on the ease of prismatic slip," *Acta Metallurgica*, vol. 17, no. 11, pp. 1351–1356, 1969.
- [47] A. Akhtar and E. Teghtsoonian, "Substitutional solution hardening of magnesium single crystals," *Philosophical Magazine*, vol. 25, no. 4, pp. 897–916, 1972.
- [48] P. W. Flynn, J. Mote, and J. E. Dorn, "On the thermally activated mechanism of prismatic slip in magnesium single crystals," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 221, no. 6, pp. 1148–1154, 1961.
- [49] J. Stohr and J. Poirier, "Electron-microscope study of pyramidal slip $\{11\bar{2}2\} < 11\bar{2}3 >$ in magnesium," *Philosophical Magazine*, vol. 25, no. 6, pp. 1313–1329, 1972.
- [50] R. Reed-Hill and W. Robertson, "Additional modes of deformation twinning in magnesium," *Acta Metallurgica*, vol. 5, no. 12, pp. 717–727, 1957.
- [51] H. Yoshinaga and R. Horiuchi, "Work hardening characteristics of the basal slip of magnesium single crystals," *Transactions of the Japan Institute of Metals*, vol. 3, no. 4, pp. 220–226, 1962.
- [52] B. Wonsiewicz and W. Backofen, "Independent slip systems and ductility of hexagonal polycrystals," *Transaction of Metallurgical Soc. AIME*, vol. 239, pp. 1422–1433, 1967.
- [53] K. S. Shin, L. Wang, M. Bian, S. Choi, A. Komissarov, and V. Bazhenov, "Effects of temperature on critical resolved shear stresses of slip and twinning in Mg single crystal via experimental and crystal plasticity modeling," *Journal of Magnesium and Alloys*, vol. 11, no. 6, pp. 2027–2041, 2023.

- [54] H. Tonda and S. Ando, "Effect of temperature and shear direction on yield stress by $\{11\bar{2}2\} < \bar{1}123 >$ slip in HCP metals," *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 33, no. 3, pp. 831–836, 2002.
- [55] B. Bhattacharya, *Plastic deformation behavior of pure magnesium in the temperature range 4.2 K–300K*. Library and Archives Canada: Bibliotheque et Archives Canada, Ottawa, 2007.
- [56] A. Akhtar and E. Teghtsoonian, "Solid solution strengthening of magnesium single crystals—I alloying behaviour in basal slip," *Acta Metallurgica*, vol. 17, no. 11, pp. 1339–1349, 1969.
- [57] J. F. Nie, "Effects of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in magnesium alloys," *Scripta Materialia*, vol. 48, no. 8, pp. 1009–1015, 2003.
- [58] M. Gharghouri, G. Weatherly, and J. Embury, "The interaction of twins and precipitates in a Mg-7.7 at.% Al alloy," *Philosophical Magazine A*, vol. 78, no. 5, pp. 1137–1149, 1998.
- [59] M. Gharghouri, G. Weatherly, J. Embury, and J. Root, "Study of the mechanical properties of Mg-7.7 at.% Al by in-situ neutron diffraction," *Philosophical Magazine A*, vol. 79, no. 7, pp. 1671–1695, 1999.
- [60] J. Jain, W. Poole, C. Sinclair, and M. Gharghouri, "Reducing the tension–compression yield asymmetry in a Mg–8Al–0.5 Zn alloy via precipitation," *Scripta Materialia*, vol. 62, no. 5, pp. 301–304, 2010.
- [61] L.-t. Liu, S.-w. Bai, B. Jiang, H. Chao, Q.-h. Wang, Y. Ming, G.-s. Huang, D.-f. Zhang, and F.-s. Pan, "Improved mechanical properties of Mg-3Al-1Zn alloy sheets with TD-preferred texture prepared via turned bearing extrusion," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 33, no. 10, pp. 2955–2969, 2023.
- [62] S. Sandlöbes, M. Friák, S. Zaefferer, A. Dick, S.-b. Yi, D. Letzig, Z.-r. Pei, L.-F. Zhu, J. Neugebauer, and D. Raabe, "The relation between ductility and stacking fault energies in Mg and Mg–Y alloys," *Acta Materialia*, vol. 60, no. 6–7, pp. 3011–3021, 2012.
- [63] Z. Pei, L.-F. Zhu, M. Friák, S. Sandlöbes, J. von Pezold, H. Sheng, C. P. Race, S. Zaefferer, B. Svendsen, D. Raabe, *et al.*, "Ab initio and atomistic study of generalized stacking fault energies in Mg and Mg–Y alloys," *New Journal of Physics*, vol. 15, no. 4, p. 043020, 2013.
- [64] Q. Zhang, L. Fu, T.-W. Fan, B.-Y. Tang, L.-M. Peng, and W.-J. Ding, "Ab initio study of the effect of solute atoms Zn and Y on stacking faults in Mg solid solution," *Physica B: Condensed Matter*, vol. 416, pp. 39–44, 2013.
- [65] Z. Ding, W. Liu, H. Sun, S. Li, D. Zhang, Y. Zhao, E. J. Lavernia, and Y. Zhu, "Origins and dissociation of pyramidal $c+a$ dislocations in magnesium and its alloys," *Acta Materialia*, vol. 146, pp. 265–272, 2018.
- [66] B. Yin, Z. Wu, and W. Curtin, "First-principles calculations of stacking fault energies in Mg–Y, Mg–Al and Mg–Zn alloys and implications for $c+a$ activity," *Acta Materialia*, vol. 136, pp. 249–261, 2017.

- [67] T. Tsuru and D. Chrzan, "Effect of solute atoms on dislocation motion in Mg: An electronic structure perspective," *Scientific reports*, vol. 5, no. 1, p. 8793, 2015.
- [68] S. Shah, M. Liu, A. Khan, F. Ahmad, M. Abdullah, X. Zhang, S. Xu, and Z. Peng, "Twinning aspects and their efficient roles in wrought Mg alloys: A comprehensive review," *Journal of Magnesium and Alloys*, 2024.
- [69] B. Mordike, "Creep-resistant magnesium alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 324, no. 1-2, pp. 103–112, 2002.
- [70] H. Hu, "Texture of metals," *Texture, Stress, and Microstructure*, vol. 1, no. 4, pp. 233–258, 1974.
- [71] S. Suwas and R. K. Ray, *Crystallographic texture of materials*. Springer, 2014.
- [72] V. Randle and O. Engler, *Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping*. CRC press, 2000.
- [73] Y. Wang and J. Huang, "Texture analysis in hexagonal materials," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 81, no. 1, pp. 11–26, 2003.
- [74] S. Agnew, M. Yoo, and C. Tome, "Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y," *Acta Materialia*, vol. 49, no. 20, pp. 4277–4289, 2001.
- [75] A. Imandoust, C. Barrett, T. Al-Samman, K. Inal, and H. El Kadiri, "A review on the effect of rare-earth elements on texture evolution during processing of magnesium alloys," *Journal of materials science*, vol. 52, pp. 1–29, 2017.
- [76] H. CC, H. JC, L. YK, and H. YM, "Basal-texture induced low formability during room temperature hydroforming of fine-grained AZ31 Mg tubes," *Materials transactions*, vol. 45, no. 11, pp. 3142–3149, 2004.
- [77] H. Lee, C. Esling, and H. Bunge, "Development of the rolling texture in titanium," *Texture, Stress, and Microstructure*, vol. 7, no. 4, pp. 317–337, 1988.
- [78] J. Nie, K. Shin, and Z. Zeng, "Microstructure, deformation and property of wrought magnesium alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, no. 12, pp. 6045–6109, 2020.
- [79] N. Stanford and M. Barnett, "The origin of "rare earth" texture development in extruded Mg-based alloys and its effect on tensile ductility," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 496, no. 1-2, pp. 399–408, 2008.
- [80] N. Stanford, R. Marceau, and M. Barnett, "The effect of high yttrium solute concentration on the twinning behaviour of magnesium alloys," *Acta Materialia*, vol. 82, pp. 447–456, 2015.
- [81] J. Robson, A. Twier, G. Lorimer, and P. Rogers, "Effect of extrusion conditions on microstructure, texture, and yield asymmetry in Mg–6Y–7Gd–0.5 wt% Zr alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 24, pp. 7247–7256, 2011.

- [82] N. Stanford, "The effect of calcium on the texture, microstructure and mechanical properties of extruded Mg–Mn–Ca alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 1, pp. 314–322, 2010.
- [83] B. Langelier, A. Nasiri, S. Lee, M. Gharghouri, and S. Esmaeili, "Improving microstructure and ductility in the Mg–Zn alloy system by combinational Ce–Ca microalloying," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 620, pp. 76–84, 2015.
- [84] B. Cui, J. Kacher, M. McMurtrey, G. Was, and I. Robertson, "Influence of irradiation damage on slip transfer across grain boundaries," *Acta materialia*, vol. 65, pp. 150–160, 2014.
- [85] E. Hall, "The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results," *Proceedings of the Physical Society. Section B*, vol. 64, no. 9, p. 747, 1951.
- [86] N. J. Petch, "The cleavage strength of polycrystals," *J. Iron Steel Inst.*, vol. 174, pp. 25–28, 1953.
- [87] I. Toda-Caraballo, E. I. Galindo-Nava, and P. E. Rivera-Díaz-del Castillo, "Understanding the factors influencing yield strength on Mg alloys," *Acta Materialia*, vol. 75, pp. 287–296, 2014.
- [88] H. Yu, Y. Xin, M. Wang, and Q. Liu, "Hall-Petch relationship in Mg alloys: A review," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 34, no. 2, pp. 248–256, 2018.
- [89] G. S. Rao and Y. Prasad, "Grain boundary strengthening in hot rolled magnesium-5 at.% thallium: Importance of texture," *Scripta metallurgica*, vol. 17, no. 1, pp. 147–151, 1983.
- [90] Z. Shen, R. Wagoner, and W. Clark, "Dislocation pile-up and grain boundary interactions in 304 stainless steel," *Scripta metallurgica*, vol. 20, no. 6, pp. 921–926, 1986.
- [91] M. D. Sangid, T. Ezaz, H. Sehitoglu, and I. M. Robertson, "Energy of slip transmission and nucleation at grain boundaries," *Acta materialia*, vol. 59, no. 1, pp. 283–296, 2011.
- [92] H. Somekawa and T. Mukai, "Effect of grain boundary structures on grain boundary sliding in magnesium," *Materials Letters*, vol. 76, pp. 32–35, 2012.
- [93] K. Chen and K. P. Boyle, "Elastic properties, thermal expansion coefficients, and electronic structures of Mg and Mg-based alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40, pp. 2751–2760, 2009.
- [94] A. H. Cottrell, "Theory of brittle fracture in steel and similar metals," *Trans. Met. Soc. AIME*, vol. 212, 1958.
- [95] R. Armstrong, I. Codd, R. Douthwaite, and N. Petch, "The plastic deformation of polycrystalline aggregates," *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 7, no. 73, pp. 45–58, 1962.
- [96] E. Smith and P. Worthington, "The effect of orientation on the grain size dependence of the yield strength of metals," *Philosophical Magazine*, vol. 9, no. 98, pp. 211–216, 1964.

- [97] A. Navarro and E. De Los Rios, "An alternative model of the blocking of dislocations at grain boundaries," *Philosophical Magazine A*, vol. 57, no. 1, pp. 37–42, 1988.
- [98] L. H. Friedman and D. Chrzan, "Continuum analysis of dislocation pile-ups: influence of sources," *Philosophical Magazine A*, vol. 77, no. 5, pp. 1185–1204, 1998.
- [99] A. Nazarov, "On the pile-up model of the grain size-yield stress relation for nanocrystals," *Scripta materialia*, vol. 34, no. 5, pp. 697–701, 1996.
- [100] J. C. Li, "Petch relation and grain boundary sources," *Trans. Metall. Soc. AIME*, vol. 227, no. 1, p. 239, 1963.
- [101] M. Ashby, "The deformation of plastically non-homogeneous materials," *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 21, no. 170, pp. 399–424, 1970.
- [102] T. Hasebe, *Field Theory of Multiscale Plasticity*. Cambridge University Press, 2024.
- [103] J. F. Nye, "Some geometrical relations in dislocated crystals," *Acta metallurgica*, vol. 1, no. 2, pp. 153–162, 1953.
- [104] A. Arsenlis and D. Parks, "Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density," *Acta materialia*, vol. 47, no. 5, pp. 1597–1611, 1999.
- [105] H. Gao and Y. Huang, "Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity," *Scripta Materialia*, vol. 48, no. 2, pp. 113–118, 2003.
- [106] Z. C. Cordero, B. E. Knight, and C. A. Schuh, "Six decades of the Hall–Petch effect—a survey of grain-size strengthening studies on pure metals," *International Materials Reviews*, vol. 61, no. 8, pp. 495–512, 2016.
- [107] W. Pantleon, "Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction," *Scripta Materialia*, vol. 58, no. 11, pp. 994–997, 2008.
- [108] A. W. Thompson, M. I. Baskes, and W. F. Flanagan, "The dependence of polycrystal work hardening on grain size," *Acta Metallurgica*, vol. 21, no. 7, pp. 1017–1028, 1973.
- [109] M. A. Meyers and E. Ashworth, "A model for the effect of grain size on the yield stress of metals," *Philosophical Magazine A*, vol. 46, no. 5, pp. 737–759, 1982.
- [110] S. N. Naik and S. M. Walley, "The Hall–Petch and inverse Hall–Petch relations and the hardness of nanocrystalline metals," *Journal of Materials Science*, vol. 55, no. 7, pp. 2661–2681, 2020.
- [111] R. B. Figueiredo, M. Kawasaki, and T. G. Langdon, "Seventy years of Hall–Petch, ninety years of superplasticity and a generalized approach to the effect of grain size on flow stress," *Progress in Materials Science*, vol. 137, p. 101131, 2023.

- [112] A. H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, and H. Gleiter, "On the validity of the Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials," *Scripta metallurgica*, vol. 23, no. 10, pp. 1679–1683, 1989.
- [113] G. Fougere, J. Weertman, R. Siegel, and S. Kim, "Grain-size dependent hardening and softening of nanocrystalline Cu and Pd," *Scripta metallurgica et materialia*, vol. 26, no. 12, pp. 1879–1883, 1992.
- [114] C. Carlton and P. Ferreira, "What is behind the inverse Hall-Petch effect in nanocrystalline materials?," *Acta Materialia*, vol. 55, no. 11, pp. 3749–3756, 2007.
- [115] H. Conrad and J. Narayan, "On the grain size softening in nanocrystalline materials," *Scripta materialia*, vol. 42, no. 11, pp. 1025–1030, 2000.
- [116] T. H. Courtney, *Mechanical Behavior of Materials*. Boston: McGraw-Hill, 2 ed., 2000.
- [117] J. Adamczyk, *Metaloznawstwo teoretyczne, cz. 3 Odkształcenie plastyczne, umocnienie i pękanie*. Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 1993.
- [118] L. Dobrzański, *Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne. Gliwice-Warszawa, 2002.
- [119] T. G. Langdon, "Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades," *Journal of Materials Science*, vol. 41, pp. 597–609, 2006.
- [120] W. Qin, Z. Chen, P. Huang, and Y. Zhuang, "Dislocation pileups in nanocrystalline materials," *Journal of alloys and compounds*, vol. 289, no. 1-2, pp. 285–288, 1999.
- [121] T. Nieh and J. Wadsworth, "Hall-Petch relation in nanocrystalline solids," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 25, no. 4, pp. 955–958, 1991.
- [122] C. Pande and K. Cooper, "Nanomechanics of Hall-Petch relationship in nanocrystalline materials," *Progress in Materials Science*, vol. 54, no. 6, pp. 689–706, 2009.
- [123] P. K. Robert J. Asaro and B. Kad, "Deformation mechanism transitions in nanoscale FCC metals," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 83, no. 12, pp. 733–743, 2003.
- [124] R. Coble, "A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials," *Journal of applied physics*, vol. 34, no. 6, pp. 1679–1682, 1963.
- [125] B. Cai, Q. Kong, L. Lu, and K. Lu, "Interface controlled diffusional creep of nanocrystalline pure copper," *Scripta Materialia*, vol. 41, no. 7, pp. 755–759, 1999.
- [126] I. Ovid'Ko, "Deformation of nanostructures," *Science*, vol. 295, no. 5564, pp. 2386–2386, 2002.
- [127] P. Klimanek, V. Klemm, A. E. Romanov, and M. Seefeldt, "Disclinations in plastically deformed metallic materials," *Advanced engineering materials*, vol. 3, no. 11, pp. 877–884, 2001.
- [128] F. Liu and Z. Ma, "Contribution of grain boundary sliding in low-temperature superplasticity of ultrafine-grained aluminum alloys," *Scripta Materialia*, vol. 62, no. 3, pp. 125–128, 2010.

- [129] H. Somekawa and T. Mukai, "Hall–Petch breakdown in fine-grained pure magnesium at low strain rates," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 46, no. 2, pp. 894–902, 2015.
- [130] A. Godon, J. Creus, S. Cohendoz, E. Conforto, X. Feaugas, P. Girault, and C. Savall, "Effects of grain orientation on the Hall–Petch relationship in electrodeposited nickel with nanocrystalline grains," *Scripta Materialia*, vol. 62, no. 6, pp. 403–406, 2010.
- [131] M. Barnett, Z. Keshavarz, A. Beer, and D. Atwell, "Influence of grain size on the compressive deformation of wrought Mg–3Al–1Zn," *Acta materialia*, vol. 52, no. 17, pp. 5093–5103, 2004.
- [132] M. Meyers, O. Vöhringer, and V. Lubarda, "The onset of twinning in metals: a constitutive description," *Acta materialia*, vol. 49, no. 19, pp. 4025–4039, 2001.
- [133] M. A. Meyers, U. R. Andrade, and A. H. Chokshi, "The effect of grain size on the high-strain, high-strain-rate behavior of copper," *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 26, pp. 2881–2893, 1995.
- [134] G. T. Gray III, "Influence of strain rate and temperature on the structure. Property behavior of high-purity titanium," *Le Journal de Physique IV*, vol. 7, no. C3, pp. C3–423, 1997.
- [135] M. Barnett, "A rationale for the strong dependence of mechanical twinning on grain size," *Scripta materialia*, vol. 59, no. 7, pp. 696–698, 2008.
- [136] V. Yamakov, D. Wolf, S. Phillpot, and H. Gleiter, "Deformation twinning in nanocrystalline Al by molecular-dynamics simulation," *Acta Materialia*, vol. 50, no. 20, pp. 5005–5020, 2002.
- [137] M. Chen, E. Ma, K. J. Hemker, H. Sheng, Y. Wang, and X. Cheng, "Deformation twinning in nanocrystalline aluminum," *Science*, vol. 300, no. 5623, pp. 1275–1277, 2003.
- [138] X. Wu and Y. Zhu, "Inverse grain-size effect on twinning in nanocrystalline Ni," *Physical review letters*, vol. 101, no. 2, p. 025503, 2008.
- [139] N. Stanford, U. Carlson, and M. Barnett, "Deformation twinning and the Hall–Petch relation in commercial purity Ti," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 39, no. 4, pp. 934–944, 2008.
- [140] A. Ghaderi and M. R. Barnett, "Sensitivity of deformation twinning to grain size in titanium and magnesium," *Acta materialia*, vol. 59, no. 20, pp. 7824–7839, 2011.
- [141] Q. Yu, R. K. Mishra, and A. M. Minor, "The effect of size on the deformation twinning behavior in hexagonal close-packed Ti and Mg," *Jom*, vol. 64, pp. 1235–1240, 2012.
- [142] L. Zhang and Y. Han, "Twins formation and their role in nanostructuring of zirconium," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 523, no. 1-2, pp. 130–133, 2009.
- [143] X. Wu, K. Youssef, C. Koch, S. Mathaudhu, L. Kecskes, and Y. Zhu, "Deformation twinning in a nanocrystalline hcp Mg alloy," *Scripta Materialia*, vol. 64, no. 3, pp. 213–216, 2011.

- [144] S. Agnew, "Deformation mechanisms of magnesium alloys," in *Advances in wrought magnesium alloys*, pp. 63–104, Elsevier, 2012.
- [145] B. Raeisinia and S. R. Agnew, "Using polycrystal plasticity modeling to determine the effects of grain size and solid solution additions on individual deformation mechanisms in cast Mg alloys," *Scripta Materialia*, vol. 63, no. 7, pp. 731–736, 2010.
- [146] C. Cepeda-Jiménez, J. Molina-Aldareguia, and M. Pérez-Prado, "EBSD-assisted slip trace analysis during in situ SEM mechanical testing: application to unravel grain size effects on plasticity of pure Mg polycrystals," *Jom*, vol. 68, no. 1, pp. 116–126, 2016.
- [147] S. R. Agnew and Ö. Duygulu, "Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B," *International Journal of plasticity*, vol. 21, no. 6, pp. 1161–1193, 2005.
- [148] A. P. Carvalho and R. B. Figueiredo, "An overview of the effect of grain size on mechanical properties of magnesium and its alloys," *Materials Transactions*, vol. 64, no. 7, pp. 1272–1283, 2023.
- [149] Y.-M. Kim, I.-H. Jung, and B.-J. Lee, "Atomistic modeling of pure Li and Mg–Li system," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 20, no. 3, p. 035005, 2012.
- [150] X. Peng, W. Liu, G. Wu, H. Ji, and W. Ding, "Plastic deformation and heat treatment of Mg–Li alloys: a review," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 99, pp. 193–206, 2022.
- [151] Y. Zou, L. Zhang, H. Wang, X. Tong, M. Zhang, and Z. Zhang, "Texture evolution and their effects on the mechanical properties of duplex Mg–Li alloy," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 669, pp. 72–78, 2016.
- [152] J. Koike, R. Ohyama, T. Kobayashi, M. Suzuki, and K. Maruyama, "Grain-boundary sliding in AZ31 magnesium alloys at room temperature to 523 K," *Materials Transactions*, vol. 44, no. 4, pp. 445–451, 2003.
- [153] N. Stanford, K. Sotoudeh, and P. S. Bate, "Deformation mechanisms and plastic anisotropy in magnesium alloy AZ31," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 12, pp. 4866–4874, 2011.
- [154] J. Feng, H. Sun, J. Li, X. Li, J. Zhang, W. Fang, and W. Fang, "Tensile flow and work hardening behaviors of ultrafine-grained Mg–3Al–Zn alloy at elevated temperatures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 667, pp. 97–105, 2016.
- [155] E. Chandiran, Y. Ogawa, R. Uejii, and H. Somekawa, "An inverse Hall-Petch relationship during room-temperature compression of commercially pure magnesium," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 930, p. 167443, 2023.
- [156] Z. Zeng, M. Zhou, P. Lynch, F. Mompiau, Q. Gu, M. Esmaily, Y. Yan, Y. Qiu, S. Xu, H. Fujii, *et al.*, "Deformation modes during room temperature tension of fine-grained pure magnesium," *Acta Materialia*, vol. 206, p. 116648, 2021.

- [157] S. Hwang, C. Nishimura, and P. McCormick, "Deformation mechanism of nanocrystalline magnesium in compression," *Scripta materialia*, vol. 44, no. 8-9, pp. 1507–1511, 2001.
- [158] S. Hwang and P. G. McCormick, "Deformation behaviour of nanocrystalline magnesium," *Metals and Materials*, vol. 4, pp. 543–547, 1998.
- [159] H. Choi, Y. Kim, J. Shin, and D. Bae, "Deformation behavior of magnesium in the grain size spectrum from nano-to micrometer," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 6, pp. 1565–1570, 2010.
- [160] R. Ren, J. Fan, B. Wang, Q. Zhang, W. Li, and H. Dong, "Hall-Petch relationship and deformation mechanism of pure Mg at room temperature," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 920, p. 165924, 2022.
- [161] R. Zheng, J.-P. Du, S. Gao, H. Somekawa, S. Ogata, and N. Tsuji, "Transition of dominant deformation mode in bulk polycrystalline pure Mg by ultra-grain refinement down to sub-micrometer," *Acta Materialia*, vol. 198, pp. 35–46, 2020.
- [162] F. Sayari, R. Roumina, R. Mahmudi, M. M. Hoseini-Athar, and P. Hedström, "Comparison of the effect of ECAP and SSE on microstructure, texture, and mechanical properties of magnesium," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 908, p. 164407, 2022.
- [163] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, and J. J. Jonas, "Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions," *Progress in materials science*, vol. 60, pp. 130–207, 2014.
- [164] H. Mirzadeh, "Grain refinement of magnesium alloys by dynamic recrystallization (DRX): A review," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 25, pp. 7050–7077, 2023.
- [165] C. Silva, A. Kula, R. Mishra, and M. Niewczas, "Mechanical properties of Mg-Sc binary alloys under compression," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 692, pp. 199–213, 2017.
- [166] C. Silva, A. Kula, R. Mishra, and M. Niewczas, "The effect of Sc on plastic deformation of Mg-Sc binary alloys under tension," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 761, pp. 58–70, 2018.
- [167] W. Gong, T. Kawasaki, R. Zheng, T. Mayama, B. Sun, K. Aizawa, S. Harjo, and N. Tsuji, "Compressive deformation behavior of AZ31 alloy at 21K: an in-situ neutron diffraction study," *Scripta Materialia*, vol. 225, p. 115161, 2023.
- [168] H. Somekawa, Y. Ogawa, Y. Ono, and A. Singh, "Deformation behavior at cryogenic temperature in extruded Mg-Al-Zn alloy," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 102, no. 11-12, pp. 396–406, 2022.
- [169] A. Kula, K. Noble, R. Mishra, and M. Niewczas, "Plasticity of Mg-Gd alloys between 4 K and 298 K," *Philosophical Magazine*, vol. 96, no. 2, pp. 134–165, 2016.
- [170] A. Kula, X. Jia, R. Mishra, and M. Niewczas, "Flow stress and work hardening of Mg-Y alloys," *International Journal of Plasticity*, vol. 92, pp. 96–121, 2017.

- [171] A. Kula, C. Silva, and M. Niewczas, "Grain size effect on deformation behaviour of Mg–Sc alloys," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 727, pp. 642–657, 2017.
- [172] G. Han, Y. Noh, U. M. Chaudry, S. H. Park, K. Hamad, and T.-S. Jun, "{10 $\bar{1}$ 2} extension twinning activity and compression behavior of pure Mg and Mg-0.5 Ca alloy at cryogenic temperature," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 831, p. 142189, 2022.
- [173] R. Zheng, W. Gong, J.-p. Du, S. Gao, M. Liu, G. Li, T. Kawasaki, S. Harjo, C. Ma, S. Ogata, *et al.*, "Rediscovery of Hall-Petch strengthening in bulk ultrafine grained pure Mg at cryogenic temperature: a combined in-situ neutron diffraction and electron microscopy study," *Acta Materialia*, vol. 238, p. 118243, 2022.
- [174] E112-96, "Standard test methods for determining average grain size," *ASTM International: West Conshohocken, PA, USA*, 2004.
- [175] E562-02, "Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count," *ASTM International: West Conshohocken, PA, USA*, 2002.
- [176] R. Bell and T. G. Langdon, "An investigation of grain-boundary sliding during creep," *Journal of Materials Science*, vol. 2, pp. 313–323, 1967.
- [177] T. G. Langdon, "An evaluation of the strain contributed by grain boundary sliding in superplasticity," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 174, no. 2, pp. 225–230, 1994.
- [178] Z. S. Basinski, "The instability of plastic flow of metals at very low temperatures," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 240, no. 1221, pp. 229–242, 1957.
- [179] M. Niewczas, Z. Basinski, S. Basinski, and J. Embury, "Deformation of copper single crystals to large strains at 4.2 K: I. Mechanical response and electrical resistivity," *Philosophical Magazine A*, vol. 81, no. 5, pp. 1121–1142, 2001.
- [180] J. R. Davis, *Metals handbook desk edition*. ASM international, 1998.
- [181] S. Ando, H. Tonda, and T. Gotoh, "Molecular dynamics simulation of <c+a> dislocation core structure in hexagonal-close-packed metals," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, no. 3, pp. 823–829, 2002.
- [182] A. Considere, "Use of the iron and steel in buildings," *Ann Des Ponts Chaussees*, vol. 9, pp. 574–575, 1885.
- [183] B. Chalmers, J. Christian, U. Kocks, A. Argon, and M. Ashby, "Thermodynamics and kinetics of slip," in *Progress in Materials Science*, vol. 19, Pergamon, 1975.
- [184] B. J. Diak, K. R. Upadhyaya, and S. Saimoto, "Characterization of thermodynamic response by materials testing," *Progress in materials science*, vol. 43, no. 4, pp. 223–363, 1998.

- [185] S.-G. Hong, S. H. Park, and C. S. Lee, "Role of $\{10\text{--}12\}$ twinning characteristics in the deformation behavior of a polycrystalline magnesium alloy," *Acta Materialia*, vol. 58, no. 18, pp. 5873–5885, 2010.
- [186] A. Hadadzadeh, F. Mokdad, M. Wells, and D. Chen, "A new grain orientation spread approach to analyze the dynamic recrystallization behavior of a cast-homogenized Mg-Zn-Zr alloy using electron backscattered diffraction," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 709, pp. 285–289, 2018.
- [187] H. Lüthy, R. A. White, and O. D. Sherby, "Grain boundary sliding and deformation mechanism maps," *Materials Science and Engineering*, vol. 39, no. 2, pp. 211–216, 1979.
- [188] C. Duhamel, Y. Brechet, and Y. Champion, "Activation volume and deviation from Cottrell–Stokes law at small grain size," *International Journal of Plasticity*, vol. 26, no. 5, pp. 747–757, 2010.
- [189] S. Sisodia, S. Jananandhan, V. K. Pakki, C. Konkati, and A. Chauhan, "Towards reducing tension-compression yield and cyclic asymmetry in pure magnesium and magnesium-aluminum alloy with cerium addition," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 886, p. 145672, 2023.
- [190] C. Cáceres and P. Lukáč, "Strain hardening behaviour and the Taylor factor of pure magnesium," *Philosophical magazine*, vol. 88, no. 7, pp. 977–989, 2008.
- [191] C. Cáceres, P. Lukáč, and A. Blake, "Strain hardening due to $\{10\ 1\ 2\}$ twinning in pure magnesium," *Philosophical Magazine*, vol. 88, no. 7, pp. 991–1003, 2008.
- [192] U. Kocks and H. Mecking, "Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case," *Progress in materials science*, vol. 48, no. 3, pp. 171–273, 2003.
- [193] R. B. Figueiredo, F. S. Poggiali, C. L. Silva, P. R. Cetlin, and T. G. Langdon, "The influence of grain size and strain rate on the mechanical behavior of pure magnesium," *Journal of materials science*, vol. 51, pp. 3013–3024, 2016.

Spis rysunków

1.1	Globalna emisja dwutlenku węgla do atmosfery na przestrzeni lat 1850 - 2022 [1] wraz z procentowym udziałem poszczególnych sektorów gospodarki w emisję w 2019 roku [2].	2
1.2	Mapa cytowań wygenerowana za pomocą VOSviewer. Dane wg. bazy Scopus. Szukana fraza ,magnesium' , filtrowanie: artykuł, dyscyplina: inżynieria materiałowa, rok publikacji od 2020. Liczba publikacji zawierających słowo kluczowe ,magnesium' od 2010 do 2023r. wg. bazy Web of Science.	3
1.3	Najważniejsze systemy poślizgu w kryształach heksagonalnych.	4
1.4	Płaszczyzny i kierunki krystalograficzne związane z bliźniakowaniem w kryształach heksagonalnych.	6
1.5	Wartości CRSS w funkcji temperatury dla podstawowych systemów poślizgu magnezu wyznaczone eksperymentalnie: bazalny $\langle a \rangle$ [44], pryzmatyczny $\langle a \rangle$ [45, 46, 47, 48], piramidalny II $\langle c+a \rangle$ [49] i bliźniakowania ($\{10\bar{1}2\}$ [50], $\{10\bar{1}1\}$ [51, 52]) oraz za pomocą modelu VPSC [53].	8
1.6	Schematyczne przedstawienie procesu wyciskania. Formowanie się tekstury wyrobu zostało przedstawione za pomocą modelowych komórek elementarnych oraz przykładowej figury biegunowej (0002). Przedstawiona tekstura powstała podczas odkształcenia jest charakterystyczna dla metali heksagonalnych o ilorazie stałych sieciowych c/a bliskich idealnej (m. in. Mg, $c/a = 1,624$).	12
1.7	Przykładowa zależność Halla-Petcha wyznaczona w oparciu o dane eksperymentalne uzyskane w próbie jednoosiowego rozciągania Aluminium serii 1060 o średniej wielkości ziarna w zakresie 30 do 0,9 μm w temperaturze otoczenia [84].	13
1.8	(a) Schematyczne przedstawienie modelu spiętrzania się dyslokacji na granicy ziaren (wg. [88]). Pod wpływem naprężenia τ następuje emisja dyslokacji ze źródła w obrębie ziarna A . W konsekwencji, powstaje ich spiętrzenie w pobliżu granicy ziaren, a na szczycie naprężenie, które po przekroczeniu krytycznej wartości może spowodować emisję dyslokacji w sąsiadującym ziarnie B (b) Interakcja (spiętrzenie) dyslokacji z dwóch systemów poślizgu z granicą ziarna w stali nierdzewnej typu 304 [84]. Zdjęcie wykonane za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM).	14
1.9	Schematyczne przedstawienie modelu GND. Odkształcenie plastyczne odbywa się w dwóch etapach. (I) Odkształcenie plastyczne i emisja dyslokacji w systemach poślizgu zgodnie z prawem Schmid-Boasa, (II) utworzenie GND zapewniających kompatybilność materiału. Schemat zaadaptowany z [102].	15

1.10	Poślizg po granicach ziaren w materiale polikrystalicznym (wg. [116]). Pod wpływem naprężenia zewnętrznego, ziarna wydłużają się w kierunku działającej siły b). Następnie, przesuwają się wzdłuż wspólnej granicy w celu zniwelowania pustek powstałych w materiale c). W wyniku aktywności GBS, prosta x-z w materiale wyjściowym ulega rozdzieleniu na odcińki x-y oraz y'-z.	17
1.11	Schemat przedstawia zaproponowany przed Ovid'ka mechanizm rotacyjnego odkształcenia materiałów o nanokrystalicznej strukturze pod wpływem zewnętrznego naprężenia. Rotacja ziaren jest wywołana ruchem dipoli dysklinacji (trójkąty). Przemieszczając się, dipole rotują sieć krystaliczną (przykładowe płaszczyzny oznaczono jako czarne linie) w obrębie ziarna. Zaadaptowano z [126].	19
1.12	(a) Schematyczne przedstawienie zmiany wartości parametru k w równaniu Halla-Petcha. W zakresie większych wielkości ziarna, prosta ekstrapolowana z danych eksperymentalnych, do pewnej granicznej wielkości (d_c) posiada nachylenie k_1 (obszar czerwony). Dalsze zmniejszanie wielkości ziarna (obszar zielony) powoduje, że nachylenie prostej przyjmuje inną wartość (k_2). W tym przypadku zmniejsza się. Dla stopów Mg przyjmuje się, iż duże nachylenie k_1 w zakresie większych wielkości ziarna, jest związane z aktywnością bliźniakowania. (b) Propagacja bliźniaka z ziarna A do ziarna B poprzez zarodkowanie z granicy ziaren (wg. [88]).	21
1.13	Zestawienie wpływu wielkości ziarna na granicę plastyczności i wydłużenie stopów magnezu. Zaadaptowano z [148].	23
3.1	(a) Stanowisko laboratoryjne do prowadzenia procesu wyciskania współbieżnego. (b) Fotografia przedstawiająca strukturę materiału wsadowego.	29
3.2	Schemat wyznaczania średniej wielkości ziarna w oprogramowaniu ImageJ na przykładzie fotografii SEM próbki po wyciskaniu w temperaturze 170°C. n-liczba zliczonych ziaren.	31
3.3	Fotografie przedstawiające stanowisko laboratoryjne do elektropolerowania próbek w roztworach kwasów: (a) H_3PO_4 w temperaturze otoczenia oraz (b) $HClO_4$ w niskich temperaturach.	33
3.4	Przykładowe widmo rentgenowskie zarejestrowane dla czystego magnezu po wyciskaniu w temperaturze 80°C.	34
3.5	(a) Przykładowa krzywa eksperymentalna zarejestrowana podczas skokowych zmian prędkości odkształcenia Mg o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu m$, w temperaturze 298K podczas jednoosiowego rozciągania. (b-d) Sposób wyznaczania zmian naprężenia przy spadku ($\Delta\sigma_{spadek}$) i wzroście ($\Delta\sigma_{wzrost}$) prędkości odkształcenia na przykładzie danych zarejestrowanych podczas eksperymentów w 298K, 78K oraz 4K.	36
3.6	(a) Przykładowe krzywe eksperymentalne zarejestrowane podczas ściskania ze stałymi prędkościami odkształcenia Mg o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu m$ w temperaturze 298K, w oparciu o które wyznaczono inżynierski parametr czułości na prędkość odkształcenia „m” (b).	37

3.7	Zdjęcia przedstawiające próbki do rozciągania (a) i ściskania (b) zamontowane w urządzeniu do badań in-situ. (c) Przykładowa charakterystyka naprężenie - odkształcenie zarejestrowana podczas eksperymentów rozciągana in-situ czystego magnezu o średniej wielkości ziarna $d = 0,9 \mu\text{m}$. Widoczne spadki naprężenia, są związane z przerwaniem eksperymentu w celu wykonania obrazowania SEM. W przypadku ściskania, wykonano dodatkowe obrazowanie EBSD.	38
3.8	Schematyczne przedstawienie geometrycznych elementów poślizgu po granicach ziaren. Zaadaptowano z [176].	39
4.1	Obserwacje strukturalne czystego Mg w stanie po wyciskaniu z różnym dobozem jego parametrów (temperatura, współczynnik wyciskania). Przypisane numery korespondują do tych, zawartych w Tabeli 4.1. Zdjęcia wykonane w świetle spolaryzowanym, przy takim samym powiększeniu.	42
4.2	Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, figury biegunowe $\{0002\}$, histogramy kąta dezorientacji granic ziaren oraz średniej wielkości ziarna materiałów wyjściowych o średniej wielkości ziarna (a) $9 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $3 \mu\text{m}$, (d) $1,5 \mu\text{m}$, (e) $0,9 \mu\text{m}$. LAGB, HAGB (<i>ang. low/high-angle grain boundaries</i>) - granice niskiego ($2 \div 15^\circ$) i wysokiego ($\geq 15^\circ$) kąta. KW - kierunek wyciskania.	44
4.3	Mapy wartości czynnika Schmidta dla wybranych systemów poślizgu i bliźniakowania wyznaczone w oparciu o pomiary EBSD materiałów wyjściowych o średniej wielkości ziarna: (a) $9 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $3 \mu\text{m}$, (d) $1,5 \mu\text{m}$, (e) $0,9 \mu\text{m}$. Skala wartości SF w zakresie $0 \div 0,5$, KW - kierunek wyciskania	45
4.4	Zestawienie twardości Vickersa materiałów wyjściowych o średniej wielkości ziarna d równej $9 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$, $3 \mu\text{m}$, $1,5 \mu\text{m}$ i $0,9 \mu\text{m}$, w formie zależności Halla-Petcha.	46
4.5	Krzywe naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane w próbie jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K oraz (c) 4K. (d) Przykładowe niestabilności naprężenia zarejestrowane podczas rozciągania próbek o wielkości ziarna $9 \mu\text{m}$ oraz $0,9 \mu\text{m}$ w temperaturze 4K.	48
4.6	Zestawienia porównawcze krzywych naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) $9 \mu\text{m}$, (b) $5 \mu\text{m}$, (c) $3 \mu\text{m}$, (d) $1,5 \mu\text{m}$ i (e) $0,9 \mu\text{m}$ zarejestrowanych w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K.	50
4.7	(a) Zależności Halla-Petcha wyznaczone w oparciu o wyniki uzyskane w próbach jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. σ_0 - współczynnik koncentracji naprężeń, k - naprężenie tarcia sieci. (b) Zestawienie wartości granicy plastyczności σ_y w funkcji temperatury dla poszczególnych wielkości ziarna.	51
4.8	Krzywe prędkości umocnienia Θ w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) uzyskane podczas jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K.	52

- 4.9 Zestawienie porównawcze krzywych prędkości umocnienia Θ w funkcji naprężenia efektywnego $(\sigma - \sigma_y)$ uzyskanych podczas jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm w temperaturze 298K, 78K i 4K. 53
- 4.10 Krzywe naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane podczas jednoosiowego rozciągania ze skokową zmianą prędkości odkształcenia czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K oraz (c) 4K. 54
- 4.11 Inżynierski parametr czułości na prędkość odkształcenia „m” wyznaczony w oparciu o eksperymenty skokowej zmiany prędkości odkształcenia podczas rozciągania w temperaturze (a) 298K, (b) 78K (c) 4K w funkcji odkształcenia rzeczywistego dla czystego Mg o różnej średniej wielkości ziarna. W przypadku odkształcenia w temperaturze 78K oraz 4K, obszary zakreskowane oznaczają przedział, w którym zawierają się średnie wartości parametru „m” poszczególnych próbek. 55
- 4.12 Wartości objętości aktywowanej ΔV^* w funkcji naprężenia efektywnego $(\sigma - \sigma_y)$, wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna, w oparciu o eksperymenty skokowej zmiany prędkości odkształcenia podczas rozciągania w (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K. Dodatkowo oś z prawej strony, przedstawia wartość ΔV^* znormalizowaną względem wektora Burgersa dyslokacji bazalnej (b^3) w Mg. 56
- 4.13 Obserwacje SEM przełomów po rozciąganiu w 298K, 78K i 4K czystego Mg o różnej średniej wielkości ziarna. 58
- 4.14 Obserwacje powierzchni przełomów uzyskanych w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze otoczenia czystego Mg o wielkości ziarna (a) 9 μm oraz (b) 0,9 μm . Strzałkami oznaczono przykładowe płaszczyzny łupliwości (a) lub mikrodołki wskazujące na ciągłą charakterystykę pęknięcia (b). 59
- 4.15 Krzywe naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste zarejestrowane w próbie jednoosiowego ściskania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K oraz (c) 4K. (d) Przykładowa krzywa ściskania, na której schematycznie zaznaczono poszczególne etapy (stadia) odkształcenia. 61
- 4.16 Zestawienia porównawcze krzywych naprężenie rzeczywiste - odkształcenie rzeczywiste czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm zarejestrowanych w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturach 298K, 78K i 4K. 62
- 4.17 (a) Zależności Halla-Petcha wyznaczone w oparciu o wyniki uzyskane w próbach jednoosiowego ściskania czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. k - współczynnik koncentracji naprężeń, σ_0 - naprężenie tarcia sieci. (b) Zestawienie wartości granicy plastyczności σ_y w funkcji temperatury dla poszczególnych wielkości ziarna. 63

- 4.18 Krzywe prędkości umocnienia $\dot{\epsilon}$ w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) uzyskane podczas jednoosiowego ściskania czystego magnezu o różnej wielkości ziarna w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K. 64
- 4.19 Zestawienie porównawcze krzywych prędkości umocnienia $\dot{\epsilon}$ w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) uzyskanych podczas jednoosiowego ściskania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm w temperaturze 298K, 78K i 4K. Kropkami oznaczone zostały zakresy gwałtownego spadku wartości $\dot{\epsilon}$. . . 65
- 4.20 Inżynierski parametr czułości na prędkość odkształcenia „m” w funkcji odkształcenia rzeczywistego dla czystego Mg o różnej średniej wielkości ziarna, wyznaczony w oparciu o próby jednoosiowego ściskania ze stałymi prędkościami odkształcenia w (a) 298K, (b) 78K. (c) Wartości objętości aktywowanej ΔV^* w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$), wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna, podczas ściskania ze stałymi prędkościami odkształcenia w 298K. Dodatkowa oś z prawej strony, przedstawia wartość ΔV^* znormalizowaną względem wektora Burgersa dyslokacji bazalnej (b^3) w Mg. . 67
- 4.21 Figury biegunowe (0002) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna po maksymalnym odkształceniu (Tabela 4.3) w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. 69
- 4.22 Figury biegunowe (0002) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna po maksymalnym odkształceniu (Tabela 4.4) w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturach 298K, 78K oraz 4K. 70
- 4.23 Obserwacje SEM powierzchni próbek o $d = 5 \mu\text{m}$ (a) i 0,9 μm (b) po rozciąganiu w 298K. SB (*ang. slip band*) - pasmo lokalizacji odkształcenia. 72
- 4.24 Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, histogramy wartości kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM zmierzone dla materiałów o średniej wielkości ziarna 5 μm po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K. KR - kierunek rozciągania. 73
- 4.25 Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, histogramy wartości kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM zmierzone dla materiałów o średniej wielkości ziarna 0,9 μm po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturach 298K, 78K i 4K. KR - kierunek rozciągania. 74
- 4.26 Obserwacje SEM powierzchni próbki o $d = 0,9 \mu\text{m}$ po ściskaniu w 298K. SB (*ang. slip band*) - pasmo lokalizacji odkształcenia. 76
- 4.27 Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, figury biegunowe {0002}, histogramy kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM i GOS zmierzone dla materiału wyjściowego o średniej wielkości ziarna 5 μm oraz po odkształceniu $\epsilon = 3\%$, $\epsilon = 10\%$ oraz $\epsilon_{max} = 18\%$ w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K. 77

- 4.28 Mapy EBSD orientacji krystalograficznych, figury biegunowe $\{0002\}$, histogramy kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM i GOS zmierzone dla materiału wyjściowego o średniej wielkości ziarna $0,9 \mu\text{m}$ oraz po odkształceniu $\varepsilon = 3\%$, $\varepsilon = 10\%$, $\varepsilon = 20\%$ oraz $\varepsilon_{max} = 38\%$ w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K. 78
- 4.29 Mapy EBSD rozkładu orientacji krystalograficznych, histogramy wartości kąta dezorientacji granic ziaren oraz mapy parametrów KAM, zmierzone dla materiałów o średniej wielkości ziarna $5 \mu\text{m}$ oraz $0,9 \mu\text{m}$, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturach 78K i 4K. KŚ - kierunek ściskania. 79
- 5.1 Wartości inżynierskiego parametru czułości na prędkość odkształcenia „m” oraz objętości aktywowanej ΔV^* w funkcji średniej wielkości ziarna, wyznaczone podczas prób jednoosiowego rozciągania i ściskania w temperaturze 298K. Ze względu na bardzo wysokie początkowe wartości ΔV^* z równocześnie ujemnymi wartościami „m” zarejestrowanymi podczas ściskania próbek o **d = 9 μm i 5 μm** , rzeczywiste wartości nie zostały zamieszone na wykresie. Ekstrapolacja w stronę tych punktów została oznaczona liniami przerywanymi. 82
- 5.2 Obserwacje in-situ SEM powierzchni próbki Mg o średniej wielkości ziarna $0,9 \mu\text{m}$, przy różnych poziomach odkształcenia ($\varepsilon = 0 \div 40\%$) podczas rozciągania w temperaturze 298K. Strzałką oznaczono płaszczyznę wzdłuż której następuje przesunięcie sąsiadujących ziaren. . 84
- 5.3 Obserwacje in-situ SEM siatki naniesionej na powierzchnię próbki Mg o wielkości ziarna $0,9 \mu\text{m}$ przed (a) i po odkształceniu 10% (b) i 15% (c) w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 298K. Strzałkami zaznaczono przykładowe przesunięcia siatki związane z efektem poślizgu po granicach ziaren. 85
- 5.4 Obserwacje in-situ SEM (a-d) oraz mapy EBSD (e-h) odkształcenia plastycznego Mg o średniej wielkości ziarna $0,9 \mu\text{m}$ podczas jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K. 86
- 5.5 (a) Wartości krytycznego naprężenia ścinającego CRSS dla bliźniakowania $\{10\bar{1}2\}$, systemów poślizgu dyslokacji oraz poślizgu po granicach ziaren GBS w funkcji wielkości ziarna dla czystego Mg (wg. [161]) (b) Eksperymentalne wyniki wartości granicy plastyczności uzyskane w pracy wraz z zakresami wielkości ziarna w których następuje aktywacja GBS. . 88
- 5.6 Wartość krytycznego naprężenia ścinającego CRSS w funkcji wielkości ziarna dla poślizgu bazalnego $\langle a \rangle$ oraz GBS dla czystego magnezu w temperaturach 298K i 77K (wg. [173]). Zielony obszar odpowiada zakresowi wielkości ziarna próbek badanych w niniejszej pracy. . 89
- 5.7 Wpływ wielkości ziarna na współczynnik asymetrii granicy plastyczności. * - dla porównania wartości dla Mg o wielkości ziarna $183 \mu\text{m}$ oraz $76 \mu\text{m}$ [170, 189]. 90
- 5.8 Zależności $\Theta(\sigma - \sigma_y)$ w funkcji naprężenia efektywnego, wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna podczas jednoosiowego rozciągania w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K. 92
- 5.9 Zależności $\Theta(\sigma - \sigma_y)$ w funkcji naprężenia efektywnego, wyznaczone dla czystego magnezu o różnej wielkości ziarna podczas jednoosiowego ściskania w temperaturze (a) 298K, (b) 78K i (c) 4K. Przykład wyznaczenia wartości Θ_h (d). 93

5.10	Gęstość dyslokacji ρ_d w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) podczas jednoosiowego rozciągania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm w temperaturze 298K, 78K i 4K.	97
5.11	Gęstość dyslokacji ρ_d w funkcji naprężenia efektywnego ($\sigma - \sigma_y$) podczas jednoosiowego ściskania czystego magnezu o średniej wielkości ziarna (a) 9 μm , (b) 5 μm , (c) 3 μm , (d) 1,5 μm i (e) 0,9 μm w temperaturze 298K, 78K i 4K.	98
5.12	Zestawienia porównawcze makrofotografii próbek o wielkości ziarna 5 i 0,9 μm po maksymalnym odkształceniu w temperaturze 298K w próbach rozciągania (a) i ściskania (b). . . .	100
A.1	Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) materiałów wyjściowych Mg, o różnej średniej wielkości ziarna.	104
A.2	Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 298K.	105
A.3	Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 78K.	106
A.4	Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 4K.	107
A.5	Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 298K.	108
A.6	Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 78K.	109
A.7	Figury biegunowe (0002), (10 $\bar{1}$ 0) i (10 $\bar{1}$ 1) czystego magnezu o różnej średniej wielkości ziarna, po maksymalnym odkształceniu w próbie jednoosiowego ściskania w temperaturze 4K.	110
B.1	Obserwacje in-situ SEM powierzchni próbki Mg o średniej wielkości ziarna 0,9 μm z naniesioną siatką, przy różnych poziomach odkształcenia ($\varepsilon = 0 \div 50\%$) podczas rozciągania w temperaturze 298K. Strzałkami oznaczono przykładowe przesunięcia siatki powstałe w wyniku aktywności GBS.	112