

AGH

AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE

Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej

Praca magisterska

Radosław Malik

kierunek studiów: **fizyka techniczna**

Badanie charakterystyk miedzi i aluminium po silnych odkształceniach plastycznych

Opiekun: **prof. dr hab. inż. Krzysztof Wierzbanowski**

Kraków, wrzesień 2020

Oświadczenie studenta

Upředzony(-a) o odpowiedzialności karnej na podstawie art. 115 ust. 1 i 2 ustawy z dnia 4 lutego 1994 r. o prawie autorskim i prawach pokrewnych (t.j. Dz. U. z 2018 r. poz. 1191 z późn. zm.): „Kto przywłaszcza sobie autorstwo albo wprowadza w błąd co do autorstwa całości lub części cudzego utworu albo artystycznego wykonania, podlega grzywnie, karze ograniczenia wolności albo pozbawienia wolności do lat 3. Tej samej karze podlega, kto rozpowszechnia bez podania nazwiska lub pseudonimu twórcy cudzy utwór w wersji oryginalnej albo w postaci opracowania, artystyczne wykonanie albo publicznie zniekształca taki utwór, artystyczne wykonanie, fonogram, wideogram lub nadanie.”, a także upředzony(-a) o odpowiedzialności dyscyplinarnej na podstawie art. 307 ust. 1 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2018 r. poz. 1668 z późn. zm.) „Student podlega odpowiedzialności dyscyplinarnej za naruszenie przepisów obowiązujących w uczelni oraz za czyn uchybiający godności studenta.”, oświadczam, że niniejszą pracę dyplomową wykonałem(-am) osobiście i samodzielnie i nie korzystałem(-am) ze źródeł innych niż wymienione w pracy.

Jednocześnie Uczelnia informuje, że zgodnie z art. 15a ww. ustawy o prawie autorskim i prawach pokrewnych Uczelnia przysługuje pierwszeństwo w opublikowaniu pracy dyplomowej studenta. Jeżeli Uczelnia nie opublikowała pracy dyplomowej w terminie 6 miesięcy od dnia jej obrony, autor może ją opublikować, chyba że praca jest częścią utworu zbiorowego. Ponadto Uczelnia jako podmiot, o którym mowa w art. 7 ust. 1 pkt 1 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. — Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2018 r. poz. 1668 z późn. zm.), może korzystać bez wynagrodzenia i bez konieczności uzyskania zgody autora z utworu stworzonego przez studenta w wyniku wykonywania obowiązków związanych z odbywaniem studiów, udostępniać utwór ministrowi właściwemu do spraw szkolnictwa wyższego i nauki oraz korzystać z utworów znajdujących się w prowadzonych przez niego bazach danych, w celu sprawdzania z wykorzystaniem systemu antyplagiatowego. Minister właściwy do spraw szkolnictwa wyższego i nauki może korzystać z prac dyplomowych znajdujących się w prowadzonych przez niego bazach danych w zakresie niezbędnym do zapewnienia prawidłowego utrzymania i rozwoju tych baz oraz współpracujących z nimi systemów informatycznych.

.....
(czytelny podpis)

Tematyka pracy magisterskiej i praktyki dyplomowej Radosława Malika, studenta drugiego roku studiów drugiego stopnia na kierunku fizyka techniczna

Temat pracy magisterskiej: **Badanie charakterystyk miedzi i aluminium po silnych odkształceniach plastycznych**

Opiekun pracy: prof. dr hab. inż. Krzysztof Wierzbanowski
Miejsce praktyki dyplomowej: WFiIS AGH, Kraków

Program pracy magisterskiej i praktyki dyplomowej

1. Omówienie realizacji pracy magisterskiej z opiekunem.
2. Zebranie i opracowanie literatury dotyczącej tematu pracy.
3. Praktyka dyplomowa:
 - zapoznanie się z ideą,
 - obróbka danych specjalistycznym oprogramowaniem,
 - dyskusja i analiza wyników,
 - sporządzenie sprawozdania z praktyki.
4. Kontynuacja obliczeń związanych z tematem pracy magisterskiej.
5. Zebranie i opracowanie wyników obliczeń.
6. Analiza wyników obliczeń numerycznych, ich omówienie i zatwierdzenie przez opiekuna.
7. Opracowanie redakcyjne pracy.

Termin oddania w dziekanacie:

.....
(podpis kierownika katedry)

.....
(podpis opiekuna)

Serdeczne podziękowania składam:

***Panu prof. dr hab. inż. Krzysztofowi Wierzbanowskiemu**
za cenne dyskusje i wskazówki merytoryczne*

***Panu dr. Marcinowi Wrońskiemu**
za pomoc okazaną podczas przygotowanie danych*

*Szczególne podziękowania składam **moim Rodzicom**
za wyrozumiałość i okazane wsparcie*

Spis treści

1. Wstęp	6
2. Krótki opis techniki wstecznego rozpraszania elektronów (EBSD) oraz sposobu przygotowania próbek	7
2.1. Technika EBSD.....	7
2.2. Intensywne odkształcenia plastyczne realizowane metodą przeciskania przez kanał kątowy (ECAP)	9
3. Modyfikacja własności aluminium odkształconego techniką ECAP po 5 latach przechowywania w temperaturze pokojowej	10
3.1. Mapy orientacji EBSD	10
3.2. Wielkość ziaren	12
3.3. Rozkłady dezorientacji.....	14
3.4. Rozkłady czynnika jakości obrazu (IQ).....	16
3.5. Rozdrobnienie ziaren, energia zgromadzona i gęstość dyslokacji	18
3.6. Tekstury krystalograficzne	21
3.7. Podsumowanie modyfikacji mikrostruktury aluminium po 5 latach po odkształceniu techniką ECAP.....	24
4. Modyfikacja własności walcowanej miedzi po 29 miesiącach przechowywania w temperaturze 50 °C	26
4.1. Średnia wielkość ziaren	26
4.2. Histogramy rozkładu średnic ziaren	27
4.3. Rozdrobnienie ziaren i gęstość dyslokacji	29
4.4. Rozkłady czynnika jakości obrazu.....	31
4.5. Tekstury krystalograficzne	32
4.6. Podsumowanie zmian parametrów mikrostruktury walcowanej miedzi wraz z upływem czasu.....	37
5. Podsumowanie ogólne.....	38
Załącznik 1	40
Literatura:.....	41

1. Wstęp

W obecnych czasach liczne gałęzie przemysłu poszukują tworzyw cechujących się wysoką wytrzymałością, lekkością i niskimi kosztami produkcji. Innymi pożądanymi cechami takich materiałów jest niepodatność na defekty mechaniczne lub powstawanie pęknięć. W obrębie materiałów metalicznych rozwiązaniem mogą być materiały ultradrobnoziarniste, które cechują się powyższymi właściwościami. Wytwarza się je za pomocą grupy technik zwanych intensywnym odkształceniem plastycznym (ang. severe plastic deformation). Do grona tych technik zaliczamy między innymi skręcanie pod wysokim ciśnieniem (HPT), cykliczne wyciskanie ściskające (CEC), ciągłe fałdowanie i zginanie (CCB) oraz metody wykorzystane do odkształcenia próbek badanych w tej pracy - walcowanie oraz wyciskanie przez kanał kątowy (ECAP) [1].

Celem poniższej pracy jest zbadanie zmian struktury zachodzących w walcowanej próbce miedzi, jakie zaszły w ciągu 29 miesięcy od odkształcenia, oraz porównanie otrzymanych wyników z rozszerzoną analizą próbki aluminiowej po 5 latach od poddania jej procesowi ECAP. Na podstawie wyników otrzymanych dla próbki aluminium podejrzewa się, że w wyniku upływu czasu zaczną pojawiać się nowe zarodki ziaren, które staną się centrami rekrytalizacji. Można więc spodziewać się zmniejszenia średniej wielkości ziaren oraz zmniejszenia parametrów charakteryzujących średnie różnice orientacji (dezorientacje), opisywanych przez parametry GAM, KAM i GOS w analizie map uzyskiwanych techniką dyfrakcji wstecznie rozproszonych elektronów (technika EBSD). Ponieważ jednak temperatura topnienia miedzi (1 085 °C) jest znacznie większa niż temperatura topnienia aluminium (660,3 °C), podejrzewa się, że zmiany te dla próbki miedzianej będą znacznie mniej widoczne.

Poniższa praca składa się z trzech głównych części. W pierwszej z nich omówiono metody wytwarzania silnie odkształconych materiałów oraz sposób pomiaru parametrów badanych próbek.

W drugiej części pracy zaprezentowano wyniki zaawansowanych badań przeprowadzonych na próbce aluminium będących rozszerzona analizą jaką przeprowadzono w pracy inżynierskiej. Skupiono się przede wszystkim na wyznaczeniu tekstur, rozkładu czynnika jakości obrazu oraz obliczeniu energii zgromadzonej i gęstości dyslokacji na podstawie parametru KAM, który uzyskano już w pracy inżynierskiej.

W ostatniej części pracy przedstawiono wyniki badania walcowanej próbki miedzi na przestrzeni paru lat po jej odkształceniu. Uzyskano jej podstawowe parametry takie jak: średnia wielkość ziaren, parametry GAM, KAM, GOS, a także energię zgromadzoną i gęstość dyslokacji. Na uwagę zasługuje także fakt, że pomiary wykonano w ciągu całego okresu trwania eksperymentu, nie tylko na jego początku i końcu, co pozwala zaobserwować ciągłość zachodzących procesów.

2. Krótki opis techniki wstecznego rozpraszania elektronów (EBSD) oraz sposobu przygotowania próbek

2.1. Technika EBSD

Metoda elektronów wstecznie rozproszonych pozwala między innymi na określenie orientacji sieci krystalicznej pojedynczych punktów pomiarowych oraz ziaren materiału, dezorientacji sieci krystalicznej między punktami pomiarowymi oraz ziarnami, lokalnej tekstury w badanym obszarze czy też określenie czynnika jakości obrazu (IQ) dla poszczególnych punktów.

Pierwotna, padająca na próbkę, monochromatyczna wiązka elektronów jest najpierw rozpraszana w materiale tworząc wachlarz mniejszych wiązek o różnych energiach, biegnących w różnych kierunkach. Następnie te rozproszone elektrony ulegają dyfrakcji na płaszczyznach krystalograficznych materiału.

Warunek dyfrakcji opisany jest przez prawo Braggów:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin(\theta) \quad (1)$$

gdzie:

λ – długość fali

d_{hkl} – odległość międzyplaszczynowa dla płaszczyzn (hkl),

θ – kąt rozproszenia,

n – rząd refleksu.

Rozproszone wstecznie elektrony tworzą dwa tak zwane stożki Kossela. Ponieważ mają one bardzo szerokie kąty rozwarcia, rzuty stożków na ekran luminofora lub kamery tworzą dwie równoległe linie proste. Charakterystyczny układ takich linii pochodzących od różnych

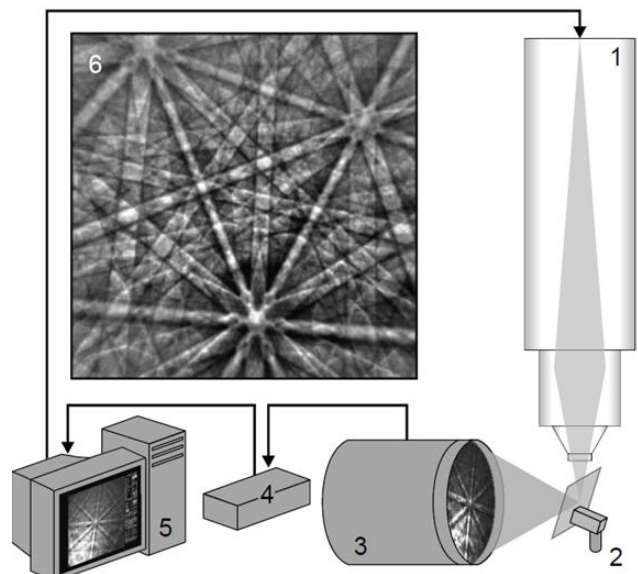
płaszczyzn krystalograficznych, na których rozproszyły się elektrony, nazywa się pasmami Kikuchiego (Rys 1).

Następnie tworzy się model, w którym teoretycznie obliczone pasma Kikuchiego dopasowuje się do pasm obserwowanych podczas pomiaru, z założoną wcześniej dokładnością. Z tak otrzymanych danych można wyznaczyć orientację sieci krystalicznej w danym punkcie pomiarowym.

W celu ułatwienia automatycznej indeksacji obrazu dyfrakcyjnego linie Kikuchiego w płaszczyźnie XY przekształca się w punkty do *przestrzeni* $\rho-\theta$. Dokonuje się tego z pomocą transformacji Hough'a, która pomaga w znalezieniu linii środkowej pomiędzy dwiema liniami pochodzącymi od stożków Kossela, ograniczającymi dane pasmo. Zakłada ona, że dowolna prosta przechodząca przez dany punkt w płaszczyźnie XY może być opisana za pomocą wektora jej odległości ρ od początku układu współrzędnych oraz kąta θ między tym wektorem i osią X . Transformacja ta ma następującą postać:

$$\rho = x \cos(\theta) + y \sin(\theta) \quad (2)$$

Z tak otrzymanych punktów w przestrzeni Hough'a wylicza się ponownie linie Kikuchiego i poddaje się analizie lub porównaniu z zestawem wzorców [2] [3].

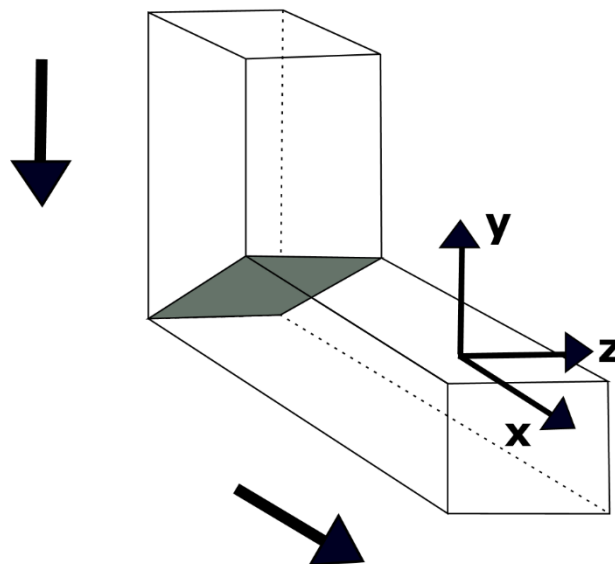


Rys. 1 Schemat układu pomiarowego w technice EBSD: 1. Kolumna optyczna formuje wiązkę fotoelektronów, 2. Elektrony padają na próbkę pod kątem 70° , 3. Kamera CCD rejestruje obraz, 4. Sterownik, 5. Komputer, 6. Obraz dyfrakcyjny [4]

2.2. Intensywne odkształcenia plastyczne realizowane metodą przeciskania przez kanał kątowy (ECAP)

W procesie ECAP próbka jest kilkakrotnie przeciskana przez kanał kątowy. Kanał kątowy można opisać jako dwie połączone ze sobą rury pod określonym kątem ϕ (w naszym przypadku $\phi=120^\circ$). Próbka po przejściu przez kanał może zostać przez niego przepuszczona ponownie bez obrotu albo po obróceniu o kąt 90° , -90° , lub 180° . W zależności od sekwencji przeprowadzonych obrotów próbka może przejść jedną z kilku dostępnych dróg odkształcenia. Powoduje to wybór różnych płaszczyzn ścinania w próbce, w zależności od wybranej drogi odkształcenia.

Jednak po wyciskaniu nie można od razu poddać próbki kolejnemu procesowi ECAP. Należy ją wcześniej przygotować do kolejnego przejścia przez kanał kątowy. Procedura przygotowania składa się z następujących etapów: ucięcie zdeformowanej końcówki sztabki, dopasowanie kształtu próbki do kształtu otworu, usunięcie ostrych elementów próbki oraz pokrycie próbki smarem [5][6][7].

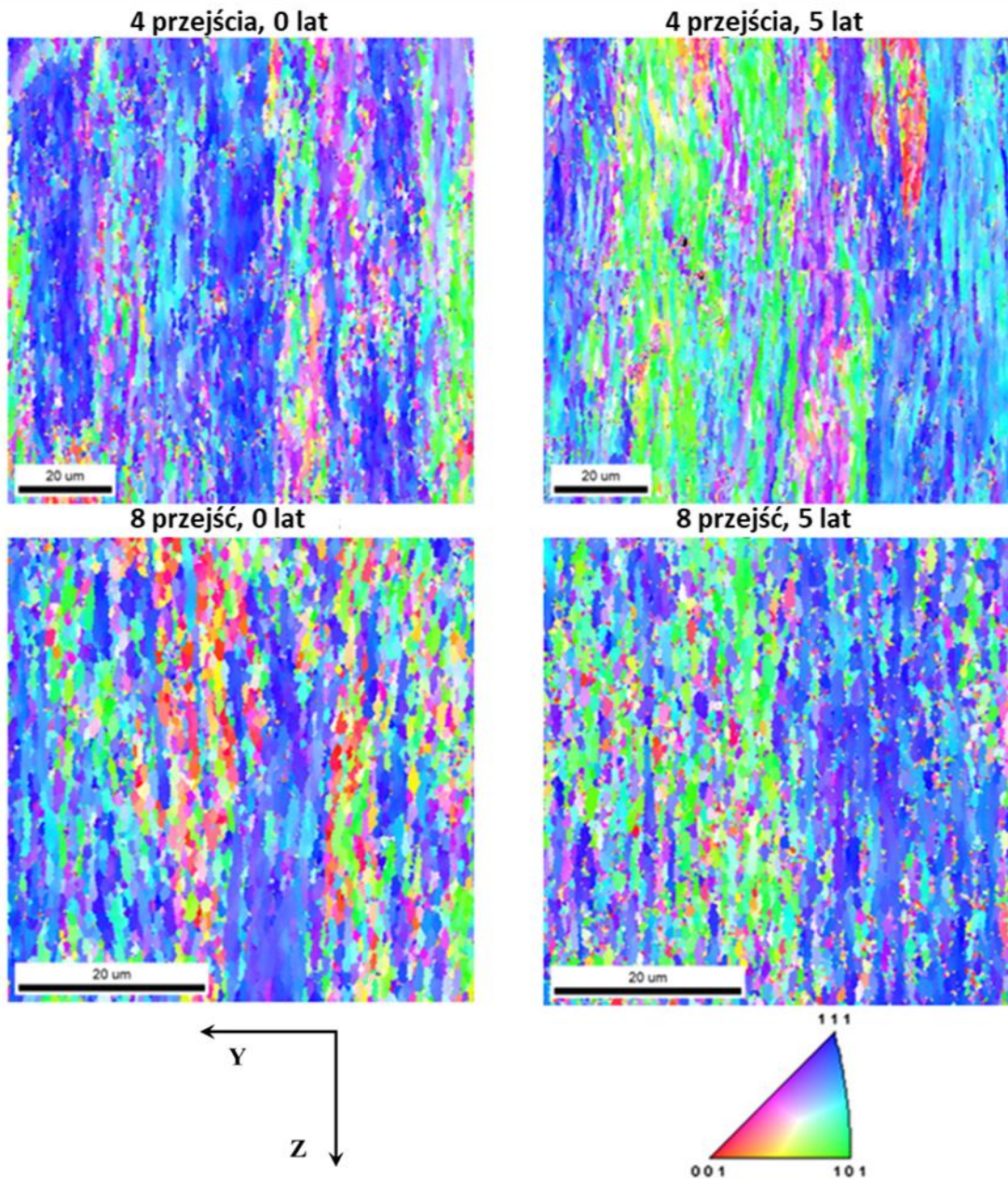


Rys. 2 Geometria procesu ECAP i układ odniesienia związany z pomiarami EBSD (rysunek własny opublikowany w [18]).

3. Modyfikacja własności aluminium odkształconego techniką ECAP po 5 latach przechowywania w temperaturze pokojowej

3.1. Mapy orientacji EBSD

Pomiary map orientacji zostały wykonane na powierzchniach próbek o wymiarach 200 μm x 100 μm z krokiem co 0.2 lub 0.3 μm w środkowych częściach płaszczyzny próbek Y – Z (Rys. 3). Reprezentatywne części map dla próbek po 4 i 8 przejściach ECAP, bezpośrednio po deformacji („0 lat”) i pięć lat później („5 lat”) pokazano na Rys. 4. Można zauważyć, że występuje znaczna różnica między mapami dla próbek „5 lat” i mapami „0 lat”. W związku z tym można oczekiwać, że parametry mikrostruktury i tekstury dla tych map także się różnią. Problemy te omówiono w poniższych sekcjach.



Rys. 3 Fragmenty map orientacji EBSD dla próbek po 4 i 8 przejściach ECAP, bezpośrednio po deformacji („0 lat”) i pięć lat później („5 lat”).

3.2. Wielkość ziaren

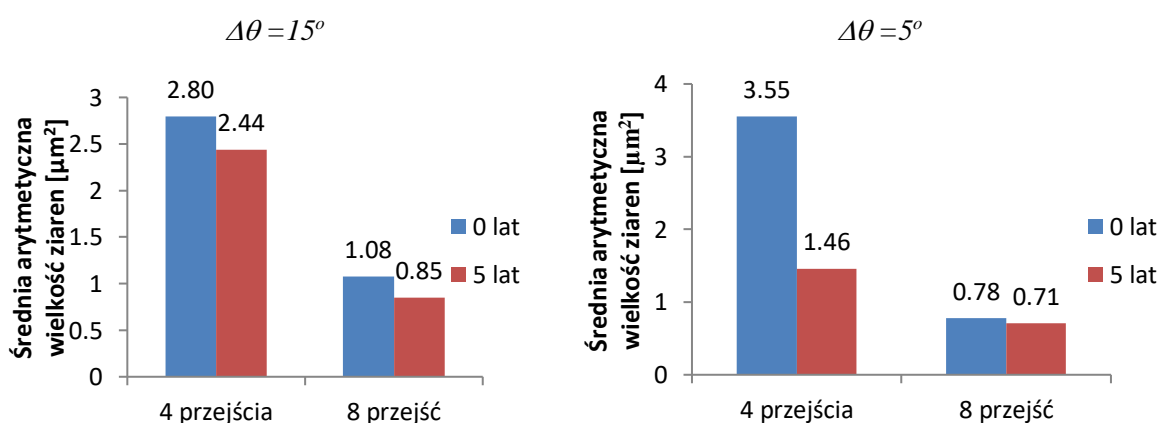
Jedną z podstawowych charakterystyk mikrostruktury jest średnia powierzchnia ziarna. Jej wartości dla próbek po 4 i 8 przejściach ECAP, uzyskane przy użyciu średniej arytmetycznej, pokazano na Rys. 4.

Zasadniczo, wyniki przedstawione w tej pracy dotyczą ziaren przy definicji ich granic posiadających dezorientację równą 15° ($\Delta\theta = 15^\circ$); jednak wyjątkowo na Rys. 4 pokazano również przypadek dla $\Delta\theta=5^\circ$ w celach porównawczych.

Ogólny wniosek jest taki, że próbki „5 lat” mają mniejsze ziarna niż próbki „0 lat”. Zmniejszenie to jest bardziej wyraźne dla próbek po 4 przejściach ECAP niż po 8 przejściach; szczególnie jest to dobrze widoczne w przypadku definicji granic opartej na warunku $\Delta\theta = 5^\circ$ - Rys. 4.

Należy zaznaczyć, że średnia powierzchnia ziaren dla początkowego materiału wynosiła około $560 \mu\text{m}^2$ przy definicji ziarna równej $\Delta\theta = 15^\circ$ i około $90 \mu\text{m}^2$ przy definicji ziarna równej $\Delta\theta = 5^\circ$. A zatem po odkształceniu techniką ECAP obserwuje się znaczne zmniejszenie średniej powierzchni ziarna w porównaniu ze stanem początkowym.

Zmniejszenie wielkości ziarna po 5 latach można wytłumaczyć postępującym w temperaturze pokojowej procesem zdrowienia aluminium: powstają nowe zarodki rekrytalizacji i pojawiają się liczne małe ziarna.

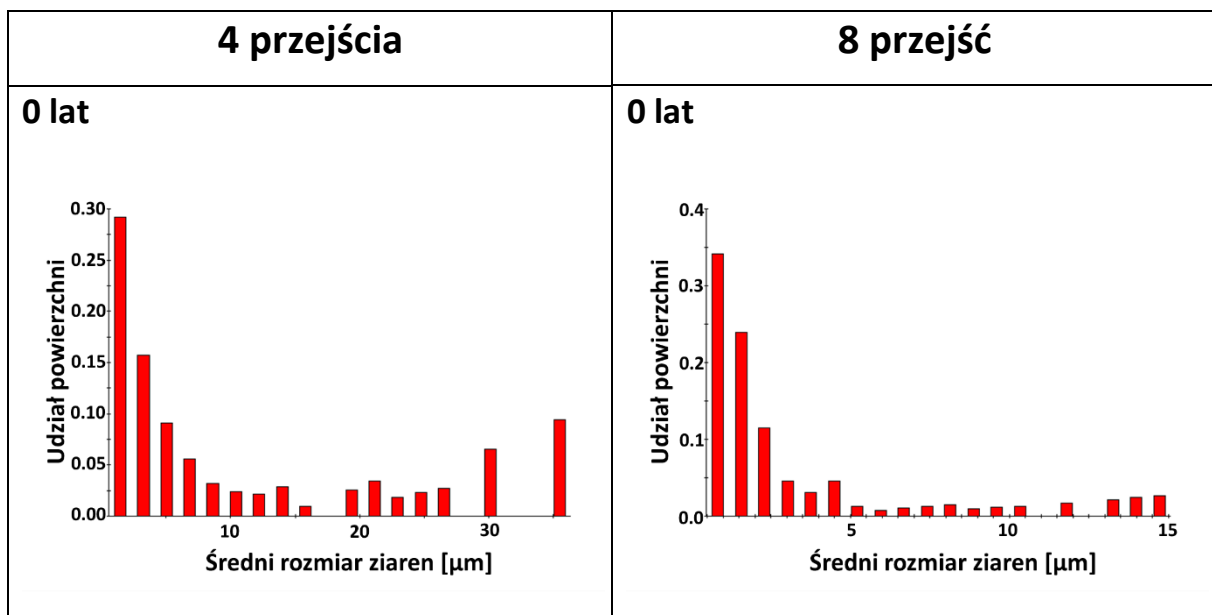


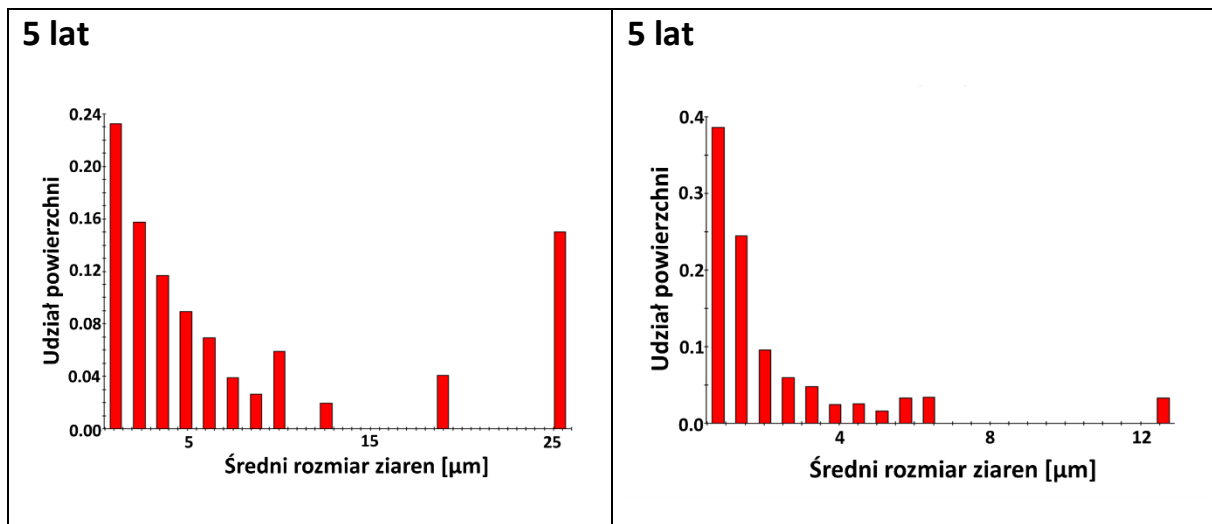
Rys. 4 Średnia powierzchnia ziaren dla próbek po 4 i 8 przejściach ECAP, bezpośrednio po odkształceniu („0 lat”) i pięć lat później („5 lat”). Przedstawiono wyniki otrzymano dla dezorientacji granic ziaren równej $\Delta\theta = 15^\circ$ oraz $\Delta\theta = 5^\circ$.

Powyższy efekt jest również widoczny, jeśli zbadane zostaną rozkłady wielkości ziaren – Rys. 5. W przypadku 4 przejść ECAP większość dużych ziaren o rozmiarach od 10 μm do 35 μm zanika po 5 latach, a w przypadku 8 przejść dzieje się tak dla ziaren o rozmiarach od 7 μm do 15 μm .

Jak wspomniano, efekt ten można wytłumaczyć tworzeniem się zarodków rekrytalizacji i wzrostem nowych, mniejszych ziaren, wewnątrz większych starych ziaren, co tłumaczy znikanie tych ostatnich.

Ogólnie można stwierdzić, że istotna zmiana mikrostruktury aluminium, przejawiająca się zmniejszeniem wielkości ziaren, następuje po kilku latach zdrowienia w temperaturze pokojowej.





Rys. 5 Rozkłady wielkości ziaren dla próbek po 4 i 8 przejściach ECAP, bezpośrednio po odkształceniu („0 lat”) i pięć lat później („5 lat”). Pokazane wyniki otrzymano dla dezorientacji orientacji granicy ziaren $\Delta\theta = 15^\circ$ (wynik własny opublikowany w [18]).

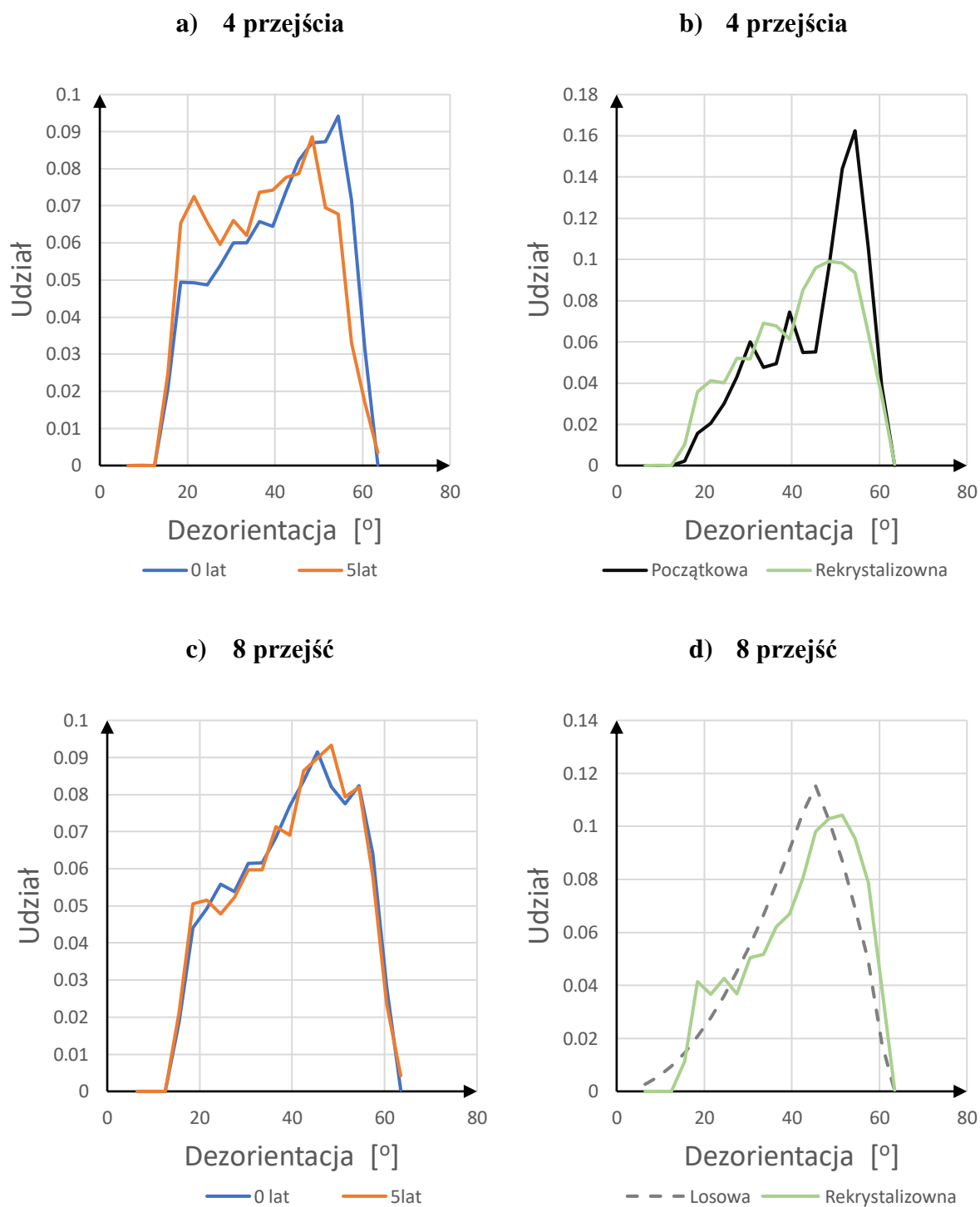
3.3. Rozkłady dezorientacji

Rozkład dezorientacji dla zdefiniowanych ziaren obliczono dla próbek „0 lat” i „5 lat” po 4 i 8 przejściach ECAP - Rys. 6 a i c. Rozkłady dezorientacji obliczono również dla próbek w pełni zrekrytalizowanych po 4 i 8 przejściach ECAP, a także dla materiału wyjściowego - Rys. 6 b i d.

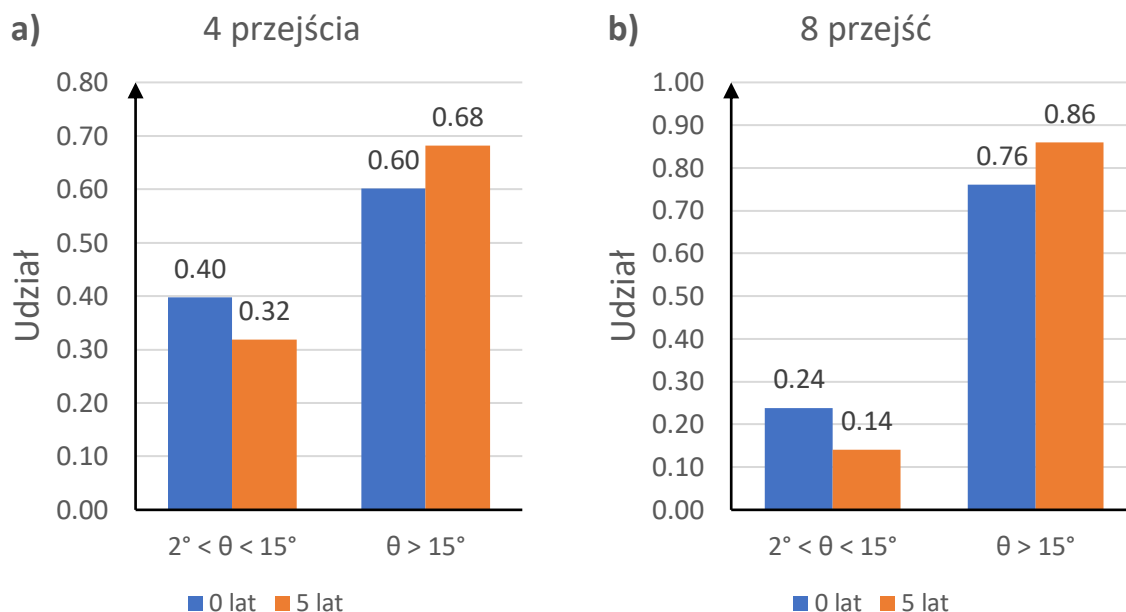
Porównując rozkłady dezorientacji próbek „0 lat” i „5 lat”, można zauważyć zmianę w przypadku materiału po 4 przejściach - Rys. 6a. Więcej dezorientacji między 20° , a 45° pojawiło się po pięciu latach, przy równoczesnym zmniejszeniu udziału dezorientacji między 50° i 63° . Natomiast rozkłady dezorientacji dla analogicznych próbek po 8 przejściach ECAP praktycznie się nie zmieniły - Rys. 6 c.

Należy jednak podkreślić, że rozkłady dezorientacji dla zdeformowanych próbek różnią się znacznie od rozkładów dla materiału początkowego - Rys. 6b. Co się tyczy rozkładów dla próbek po 4 i 8 przejściach ECAP i następnie zrekrytalizowanych (por. Rys. 6b i d) to są one podobne i zbliżone do losowego rozkładu orientacji (wykres Mackenzie’go).

Można zatem stwierdzić, że zmiana dezorientacji po pięciu latach jest bardziej widoczna w próbce po 4 przejściach ECAP niż w próbce po 8 przejściach. Potwierdza to również wynik uzyskany na podstawie współczynnika jakości obrazu (omówiony w następnej sekcji), który wskazuje, że w próbce po 4 przejściach ECAP miał miejsce bardziej intensywny proces zdrowienia.



Rys. 6 Rozkłady dezorientacji pomiędzy zdefiniowanymi ziarnami (granice określono dla $\Delta\theta=15^\circ$): a) dla próbek „0 lat” i „5 lat” po 4 przejściach ECAP, b) dla w pełni zrekrystalizowanej próbki po 4 przejściach ECAP oraz dla materiału wyjściowego, c) dla próbek „0 lat” i „5 lat” po 8 przejściach ECAP, d) dla w pełni zrekrystalizowanej próbki po 8 przejściach ECAP oraz dla losowego rozkładu orientacji (wykres Mackenzie 'go) (wynik własny opublikowany w [18]).



Rys. 7 Udział granic niskokątowych ($2^\circ \leq \theta < 15^\circ$) oraz wysokokątowych ($\theta > 15^\circ$) dla próbek „0 lat” i „5 lat” po: a) 4 przejściach ECAP, b) 8 przejściach ECAP (wynik własny opublikowany w [18]).

Inną ważną charakterystyką materiału są typy granic między ziarnami i ich udziały. Granice zostały podzielone na dwie kategorie: granice niskokątowe z dezorientacjami zawierającymi się między 2° i 15° oraz granice wysokokątowe z dezorientacjami powyżej 15° . Ogólny wniosek jest taki, że dla próbki po 8 przejściach udział granic niskokątowych jest mniejszy niż dla próbki po 4 przejściach (i odpowiednio większy jest udział granic wysokokątowych) - Rys. 7.

Ponadto w obu przypadkach odkształcenia (tj. po 4 i 8 przejściach ECAP) udział granic niskokątowych zmniejszył się po 5 latach, a udział granic wysokokątowych wzrósł. Ten wynik wskazuje, że nowe ziarna powstałe podczas zdrowienia w temperaturze pokojowej mają na ogół większe dezorientacje ze swoimi sąsiadami.

3.4. Rozkłady czynnika jakości obrazu (IQ)

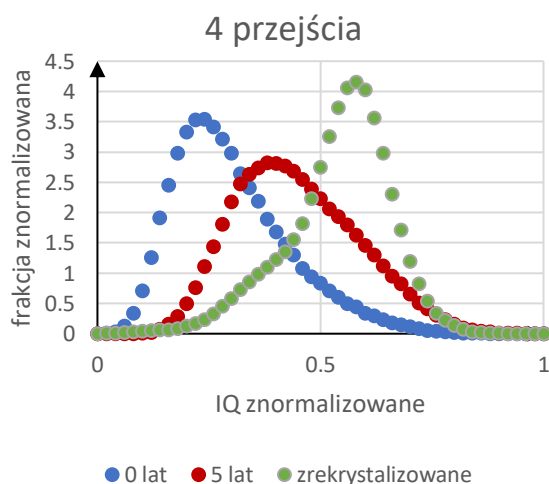
Współczynnik jakości obrazu (IQ) jest kolejnym ważnym parametrem w analizie danych EBSD. Parametr IQ charakteryzuje się wysokimi wartościami w obszarach próbki, w których sieć krystaliczna jest dobrze zdefiniowana (mała ilość defektów), a zatem linie dyfrakcyjne są ostre i intensywne. Wykazano, że rozkład współczynnika IQ można zastosować do

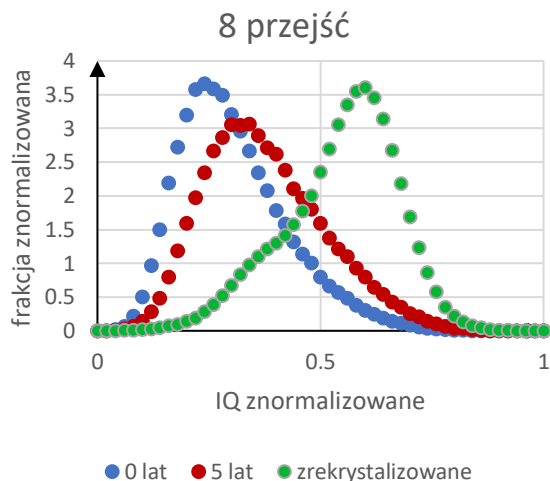
oszacowania zrekrystalizowanej frakcji materiału. Szczegółowy schemat takich obliczeń przedstawiono w [8].

Rozkład współczynnika IQ dla próbek odkształconych („0 lat”), dla próbek po pięciu latach zdrowienia („5 lat”), a także dla próbek w pełni zrekrystalizowanych przedstawiono na Rys. 8. Przedstawiono wyniki dla materiałów po 4 i po 8 przejściach ECAP. Rozkłady współczynnika IQ dla próbek zrekrystalizowanych są silnie przesunięte do wyższych wartości w porównaniu z próbkami odkształconymi („0 lat”) dla obu przypadków 4 i 8 przejść ECAP. Natomiast rozkłady IQ dla próbek „5 lat” znajdują się w pozycjach pośrednich.

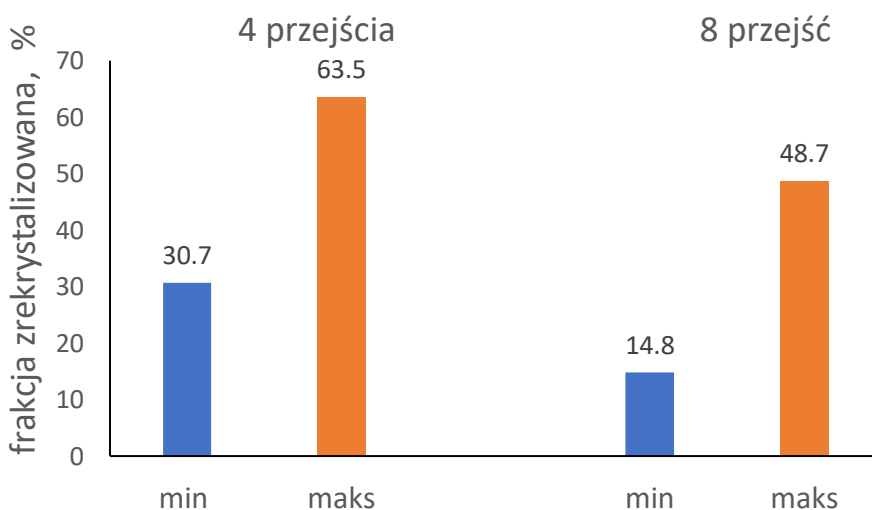
Różnica między rozkładami dla próbki „5 lat” oraz „0 lat” jest wyraźniej zaznaczona dla materiału po 4 przejściach ECAP niż dla materiału po 8 przejściach. Na podstawie algorytmu przedstawionego w [8] można oszacować minimalną i maksymalną zrekrystalizowaną część objętości dla każdej próbki. Uzyskane wyniki dla próbek „5 lat” po 4 i 8 krokach ECAP przedstawiono na Rys. 9. Schemat metody obliczeniowej przedstawiono w Załączniku 1.

Jak wspomniano, w tego rodzaju obliczeniach można określić tylko dolną i górną granicę zrekrystalizowanej objętości. Otrzymano następujące wartości: minimalna i maksymalna zrekrystalizowana objętość dla próbki po 4 przejściach wynosi 30,7% i 63,5%, a dla próbki po 8 przejściach ECAP wynosi odpowiednio: 14,8% i 48,7%. Dlatego oczywiste jest, że proces zdrowienia i rekrytalizacji był bardziej zaawansowany w próbkach po 4 przejściach ECAP.





Rys. 8 Rozkład znormalizowanego współczynnika IQ dla próbek po 4 i 8 przejściach ECAP: próbki „0 lat”, „5 lat” i w pełni zrekrystalizowane (po procesach ECAP) (wynik własny opublikowany w [18]).



Rys. 9 Minimalny i maksymalny udział objętości materiału w której zaszła rekrytalizacja po 5 latach dla próbki po 4 i 8 przejściach ECAP (wynik własny opublikowany w [18]).

3.5. Rozdrobnienie ziaren, energia zgromadzona i gęstość dyslokacji

Oprócz zmniejszenia średniej wielkości ziaren również ich rozdrobnienie (którego miarą jest rozrzut orientacji wewnątrz ziaren) oraz średni kąt dezorientacji między punktami pomiarowymi mają istotny wpływ na właściwości materiału. Trzy parametry, które

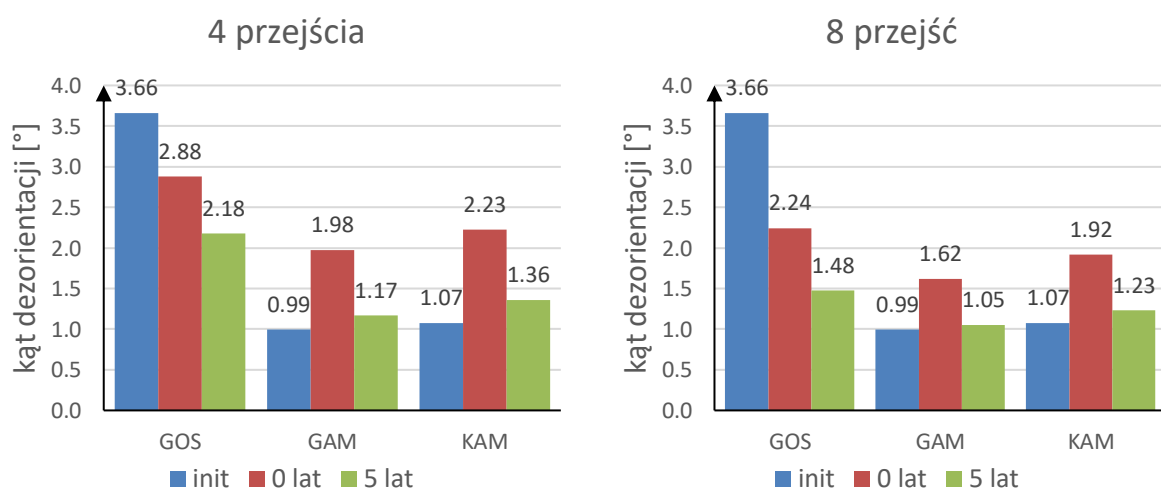
charakteryzują powyższe efekty, zostały określone na podstawie zmierzonych map orientacji (za pomocą techniki EBSD). Są to: rozrzut orientacji w ziarnach (GOS), średnia dezorientacja między punktami pomiarowymi wewnątrz ziaren (GAM) oraz średnia dezorientacja między wszystkimi punktami pomiarowymi w mapie (KAM). Parametry te zostały obliczone dla materiału wyjściowego oraz dla próbek „0 lat” i „5 lat” po 4 i 8 krokach ECAP - Rys. 10.

Parametr GOS wyraża średni rozrzut orientacji mierzonych punktów wewnątrz ziaren od ich średnich wartości. Dlatego charakteryzuje on niejednorodność ziaren próbki. Parametr KAM wyraża średnią dezorientację między sąsiednimi punktami dla całej próbki.

Natomiast parametr GAM charakteryzuje średnią dezorientację między sąsiadującymi punktami, ale tylko we wnętrzu ziaren (punkty na granicach ziaren są wykluczone). Jak widać na Rys. 10, te trzy parametry mają wyraźnie niższe wartości dla próbek „5 lat” niż dla „0 lat”.

Jest to efekt zdrowienia i rekrytalizacji, które miały miejsce w próbkach w czasie 5 lat. Można również zauważyć, że parametry GAM i KAM są w przybliżeniu na tym samym poziomie dla próbek „5 lat” jak dla materiału początkowego; oznacza to, że w próbkach „5 lat” zaszło już w wysokim stopniu zdrowienie.

Należy również zauważyć, że wartości GOS dla próbek „0 lat” i „5 lat” są niższe niż dla materiału początkowego. Efekt ten można wytłumaczyć znacznie mniejszą wielkością ziarna w tych próbkach w porównaniu z materiałem początkowym (dla niego średnia powierzchnia ziarna wynosiła $560 \mu\text{m}^2$, ale dla próbek po 4 i 8 przejściach wynosiła odpowiednio $2,80 \mu\text{m}^2$ i $1,08 \mu\text{m}^2$). Mówiąc wprost, w mniejszych ziarnach z natury rzeczy występuje znacznie mniejsza niejednorodność niż w ziarnach większych.



Rys. 10 Rozrzut orientacji wewnątrz ziaren (GOS), średnia dezorientacja wewnątrz ziaren (GAM) i średnia dezorientacja między punktami pomiarowymi mapy (KAM) dla próbek „0 lat” i „5 lat” po 4 i 8 przejściach ECAP. Parametry KAM i GAM obliczono dla dezorientacji maksymalnych 15° (wynik własny opublikowany w [18]).

Inne interesujące dane, które można uzyskać z pomiarów metodą EBSD, to informacje o energii zmagazynowanej i gęstości dyslokacji - por. [9][10][11][12].

Zauważono najpierw, że w oparciu o wyznaczone rozkłady dezorientacji możliwe jest oszacowanie gęstości dyslokacji tworzących granice niskokątowe w materiale. Należy jednak pamiętać, że takie podejście daje dolne oszacowanie, ponieważ nie wszystkie dyslokacje powodują dezorientacje w materiale. Na podstawie wartości KAM (obliczonych dla dezorientacji w granicach 5°) można obliczyć gęstość dyslokacji, stosując relację [10]:

$$\rho \approx \frac{\alpha\theta}{bd} \quad (2)$$

gdzie: wartość KAM (w granicach do 5°) jest podstawiona w miejsce θ , b jest wartością wektora Burgersa (równą 0.286 nm dla aluminium), d jest wielkością kroku w analizie EBSD oraz α wynosi 2 dla granic pochylnych oraz 4 dla granic skręconych (w obecnych obliczeniach przyjęto $\alpha = 3$).

Gęstość dyslokacji obliczono dla próbki po 8 przejściach ECAP (z następującymi danymi: θ równe 1.274° dla próbki „0 lat”, θ równe 0.905° dla próbki „5 lat”, $d = 0.2 \mu\text{m}$) i porównano z gęstością dyslokacji obliczoną dla materiału początkowego (z następującymi danymi: θ równe 0.729° dla materiału początkowego, $d = 0.35 \mu\text{m}$). Otrzymano następujące wartości gęstości dyslokacji: $1.17 \times 10^{15} \text{ 1/m}^2$ dla próbki „0 lat”, $8.29 \times 10^{14} \text{ 1/m}^2$ dla próbki „5 lat” oraz, dla porównania, $3.81 \times 10^{14} \text{ 1/m}^2$ dla materiału początkowego.

Następnie wartość energii zmagazynowanej w jednostce objętości obliczono według znanego wzoru [10]:

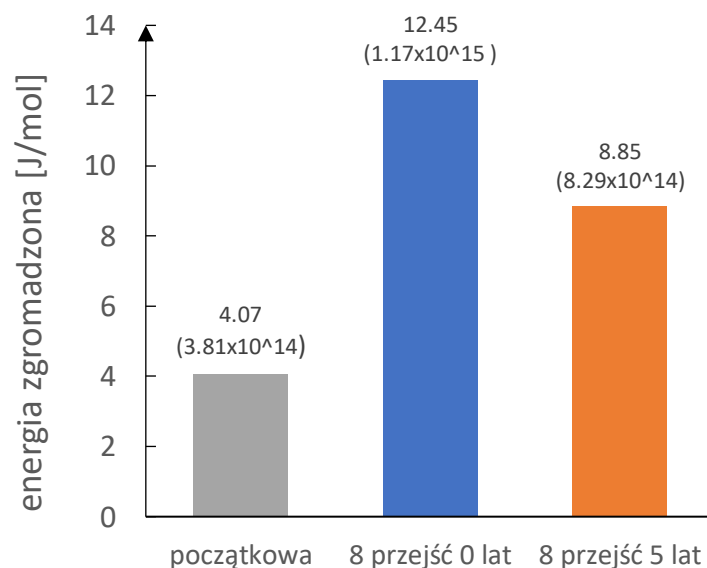
$$E = \frac{1}{2} \rho G b^2 \approx \frac{\alpha \theta G b}{2d} \quad (3)$$

gdzie G jest modułem ścinania (równym 26.1 GPa dla aluminium).

Jak wspomniano, zmiany energii zmagazynowanej oraz gęstości dyslokacji przeanalizowano na przykładzie próbki po 8 przejściach ECAP. Otrzymano następujące wartości zmagazynowanej energii, E : 12.45 J/mol dla próbki „0 lat”, 8.85 J/mol dla próbki „5 lat” oraz 4.07 J/mol dla materiału początkowego. Wyniki te przedstawiono graficznie na Rys. 11 (wartości oszacowanej gęstości dyslokacji, ρ , umieszczono w nawiasach).

Można zauważyć, że zmagazynowana energia (E) oraz gęstość dyslokacji (ρ) są trzykrotnie wyższe w zdeformowanej próbce niż w materiale początkowym. Następnie obserwuje się istotny spadek tych wartości (E i ρ), o około 30%, po pięciu latach (próbka „5 lat”) - Rys. 11. Dlatego można wnioskować, że proces zdrowienia silnie zmniejszył gęstość dyslokacji, a w konsekwencji wartość energii zmagazynowanej.

Należy dodać, że również stan naprężenia resztkowego (patrz np. [13]) mógłby dostarczyć dodatkowych informacji o mikrostrukturze materiału i takie badanie jest planowane w przyszłości.

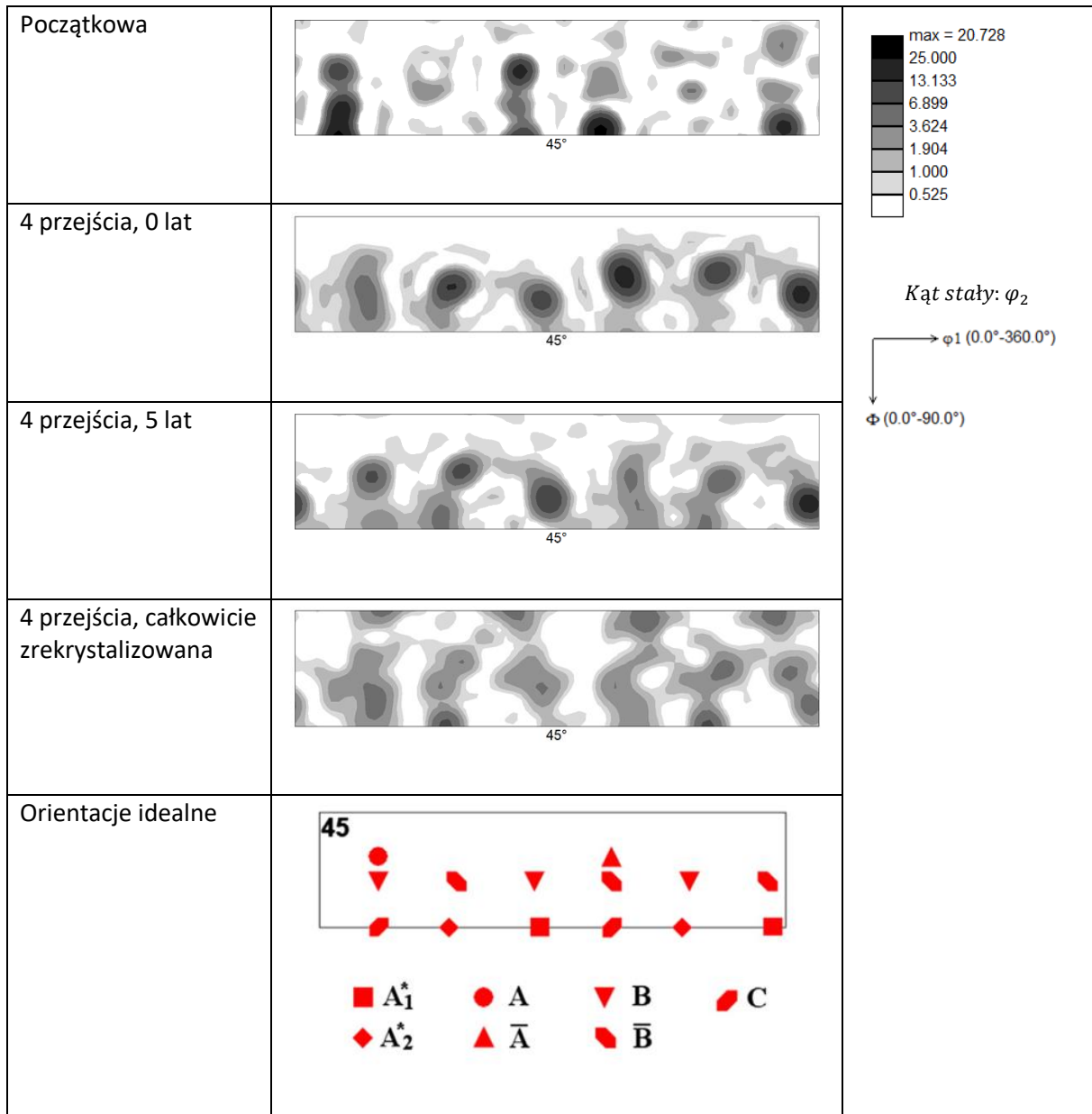


Rys. 11 Energia sprężysta zmagazynowana na jednostkę objętości dla materiału wyjściowego i dla próbek po 8 przejściach ECAP po 0 i 5 latach. Wartości odpowiadających im gęstości dyslokacji podano w nawiasach (i wyrażono w [$1/m^2$]) (wynik własny opublikowany w [18]).

3.6. Tekstury krystalograficzne

Tekstury odkształconych próbek („0 lat” i „5 lat”), a także tekstury materiału w pełni rekrytalizowanego określono na podstawie danych pochodzących z map orientacji EBSD.

Przekroje dla $\varphi_2=45^\circ$ funkcji rozkładu orientacji (FRO) dla materiału początkowego i dla próbek po 4 i 8 przepustach ECAP pokazano odpowiednio na Rys. 12 i 13. Orientacje idealne dla metali o strukturze regularnej ściennie centrowanej (RSC) po procesie ECAP są przedstawione w dolnej części Rys. 12 oraz są wymienione w Tabeli 1.



Rys. 12 Przekroje funkcji rozkładu orientacji (FRO) przy $\varphi_2=45^\circ$ dla materiału początkowego, dla próbek po 4 przejściach ECAP („0 lat” i „5 lat”) oraz dla w pełni zrekrystalizowanej próbki po 4 przejściach. W dolnej części rysunku przedstawiono typowe orientacje idealne obserwowane dla metali o strukturze RSC po odkształceniu ECAP (por. Tabela 1) (wynik własny opublikowany w [18]).

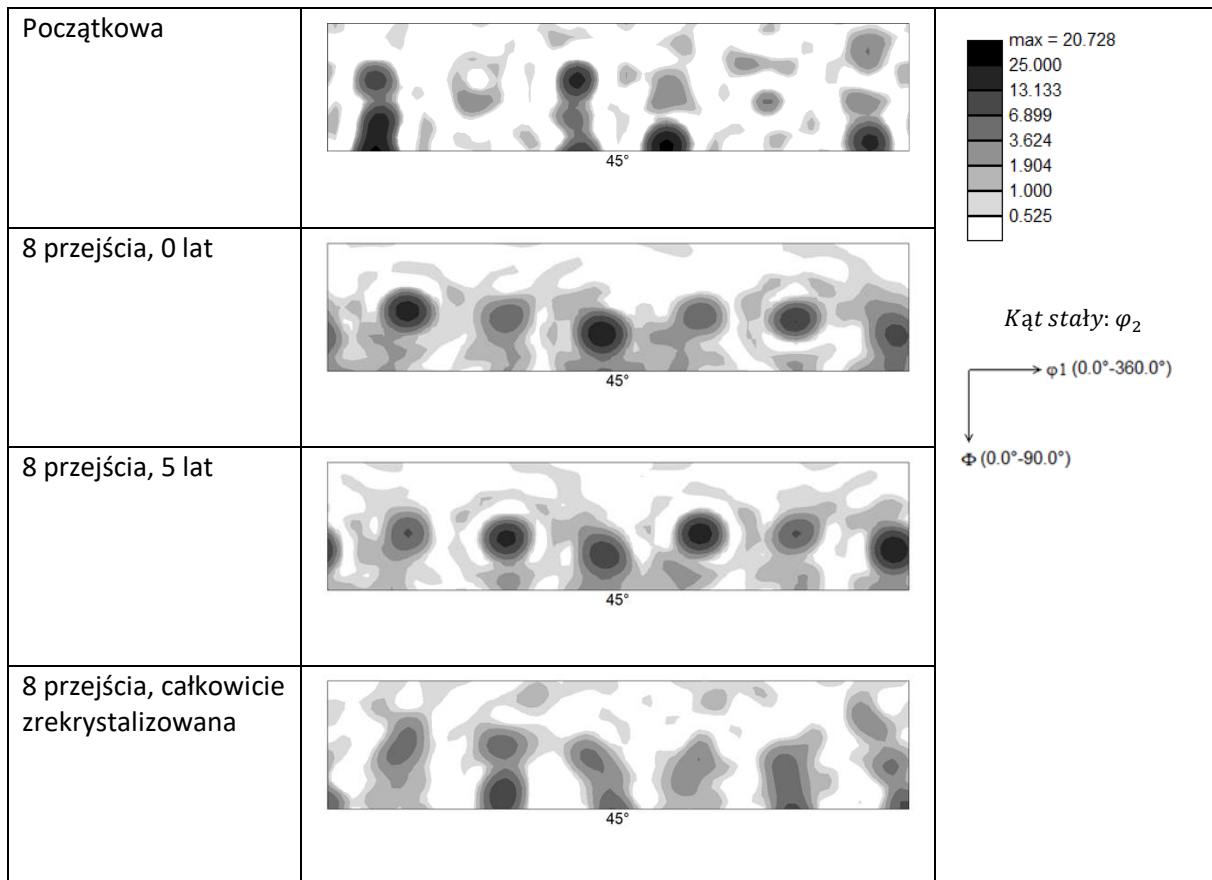
Tabela 1. Typowe orientacje idealne obserwowane po odkształceniu ECAP dla metali o strukturze RSC. Orientacje zostały zdefiniowane przez kąty Eulera i wskaźniki Millera [14].

Component	φ_1	Φ	φ_2	Wskaźniki Millera
A_1^*	80.26/260.26	45	0	$\langle 011 \rangle \{5 -21 21\}$
	170.26/350.26	90	45	
A_2^*	9.74/189.74	45	0	$\langle 011 \rangle \{25 -3 3\}$
	99.74/279.74	90	45	
A	45	35.26	45	$\langle 112 \rangle \{2 -20 9\}$
\bar{A}	225	35.26	45	$\langle 112 \rangle \{-2 20 -9\}$
B	45/165/285	54.74	45	$\langle 111 \rangle \{4 -15 11\}$
\bar{B}	105/225/345	54.74	45	$\langle 111 \rangle \{-11 -4 15\}$
C	135/315	45	0	$\langle 011 \rangle \{-17 -12 12\}$
	45/225	90	45	

Tekstura próbki „0 lat” po 4 przejściach ECAP składa się z orientacji B, \bar{B} , A i \bar{A} - Rys. 12. W teksturze próbki „5 lat” pojawiają się dwie nowe składowe: C oraz A_2^* , które są również obecne w teksturze próbki po pełnej rekrytalizacji - Rys. 12. Ogólnie jest widoczne, że tekstura próbki „5 lat” zbliża się do tekstury materiału w pełni zrekrystalizowanego.

Tekstura próbki „0 lat” po 8 przejściach ECAP zawiera takie same idealne orientacje jak odpowiadająca jej tekstura po 4 przejściach – jak widać na Rys. 12 i 13. Jednakże, w

przeciwieństwie do poprzedniego przypadku, tekstura „5 lat” po 8 przejściach jest tylko nieznacznie zmodyfikowana, a jej podobieństwo do tekstury próbki w pełni rekrytalizowanej jest znacznie mniejsze .



Rys. 13 Przekroje funkcji rozkładu orientacji (FRO) przy $\varphi_2=45^\circ$ dla materiału początkowego, dla próbek po 8 przejściach ECAP („0 lat” i „5 lat”) oraz dla w pełni rekrytalizowanej próbki po 8 przejściach (wynik własny opublikowany w [18]).

3.7. Podsumowanie modyfikacji mikrostruktury aluminium po 5 latach po odkształceniu techniką ECAP

Stwierdzono, że badane parametry mikrostruktury aluminium uległy istotnym modyfikacjom po 5 latach. Te parametry to: średnia wielkość ziaren, rozkłady dezorientacji, czynnik jakości obrazu, energia zgromadzona, gęstość dyslokacji oraz tekstura krystalograficzna.

Zaobserwowane zmiany średniego rozmiaru ziaren świadczą o tym, że wielkość ziaren maleje wraz z upływem czasu. Potwierdzają to także histogramy rozkładu wielkości ziaren.

W przypadku rozkładów kąta dezorientacji, wyraźna zmiana po upływie 5 lat nastąpiła dla próbki poddanej 4 przejściom ECAP. Zwiększyła się liczba dezorientacja w przedziale 20° -

45 °, kosztem dezorientacji z przedziału 50° - 63°. Dla próbki po 8 przejściach ECAP zmiany były mniej widoczne. Jednak rozkłady dezorientacji dla obu próbek odkształconych wyraźnie różnią się od rozkładu dla próbki początkowej. Dla próbek poddanych rekrytalizacji rozkład dezorientacji jest zbliżony do rozkładu wyliczonego po raz pierwszy przez Mackenzie, odpowiadającego próbce z losowym rozkładem orientacji.

Wraz z upływem czasu rozkłady czynnika jakości obrazu IQ wyraźnie przesuwają się w stronę wyższych wartości. Rozkłady dla próbek po rekrytalizacji są bardzo silnie przesunięte ku wyższym wartościom. Efekty te widać dla obu odkształconych próbek (po 4 i 8 przepustach ECAP).

Parametry GOS, GAM i KAM maleją w ciągu 5 lat dla wszystkich wypadków. Natomiast porównując materiał początkowy z próbkami po odkształceniu stwierdzono, że wartość parametru GOS maleje, zaś wartości GAM i KAM rosną. Widać to dla próbki zarówno po 4 jak i 8 przejściach ECAP. Obliczono zmagazynowaną energię sprężystą oraz gęstość dyslokacji dla materiału początkowego oraz próbek po odkształceniu i wyniki te przedstawiono na wykresach. W przypadku próbki po 8 przejściach ECAP stwierdzono wyraźny spadek wartości energii zgromadzonej (i gęstości dyslokacji) po 5 latach.

Przedstawiono także tekstury dla próbek wraz z wybranymi orientacjami idealnymi. Stwierdzono, że tekstura próbki po 4 przejściach ECAP po 5 latach zbliżyła się wyraźnie do tekstury w pełni zrekrystalizowanej próbki.

Podsumowując stwierdzono, że w ciągu 5 lat w próbkach aluminium, poddanych intensywnemu odkształceniu plastycznemu, nastąpił wyraźny proces zdrowienia z widoczną częściową rekrytalizacją. Wyraźnie widać, że procesy zdrowienia i transformacji mikrostruktury nastąpiły w znacznie większym stopniu w próbce po 4 przejściach ECAP. Można to wytłumaczyć faktem, iż w próbce poddanej 8 przejściom ECAP wystąpiła już dynamiczna rekrytalizacja, więc późniejszy proces zdrowienia był już mniej intensywny.

4. Modyfikacja własności walcowanej miedzi po 29 miesiącach przechowywania w temperaturze 50 °C

W poprzednich rozdziałach omówiono zmiany charakterystyki mikrostruktury i tekstury w bardzo silnie odkształconym aluminium po procesie ECAP po pięciu latach przechowywania materiału w temperaturze pokojowej.

Drugim materiałem, który zbadano jest polikrystaliczna miedź po znacznie mniejszym odkształceniu (zgmiot 80 %) uzyskanym w procesie walcowania na zimno. Proces zdrowienia i rekrytalizacji miedzi w temperaturze pokojowej zachodzi jednak znacznie wolniej niż aluminium (temperatury topnienia miedzi i aluminium to odpowiednio 1357.77 K i 933.47 K). Postanowiono zatem zbadać zmiany charakterystyk mikrostrukturalnych odkształconej miedzi w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze 50 °C, czyli takiej jaka panuje, na przykład, w niektórych obszarach pustynnych w ciągu dnia. W tym celu próbki odkształconej miedzi przetrzymywano w suszarce zapewniającej właśnie taką temperaturę przez okres maksymalnie 29 miesięcy oraz w temperaturze pokojowej. W międzyczasie próbki wyjmowano z suszarki i badano ich własności. Przewiduje się zaobserwowanie zmian w strukturze miedzi zachodzących wraz z upływem czasu [15]. Przedstawione wyniki uzyskano w oparciu o mapy rozkładu orientacji wyznaczone techniką EBSD.

Poniżej omówiono skrótowo ewolucję w czasie wybranych własności odkształconej miedzi w temperaturze 50 °C oraz w temperaturze pokojowej.

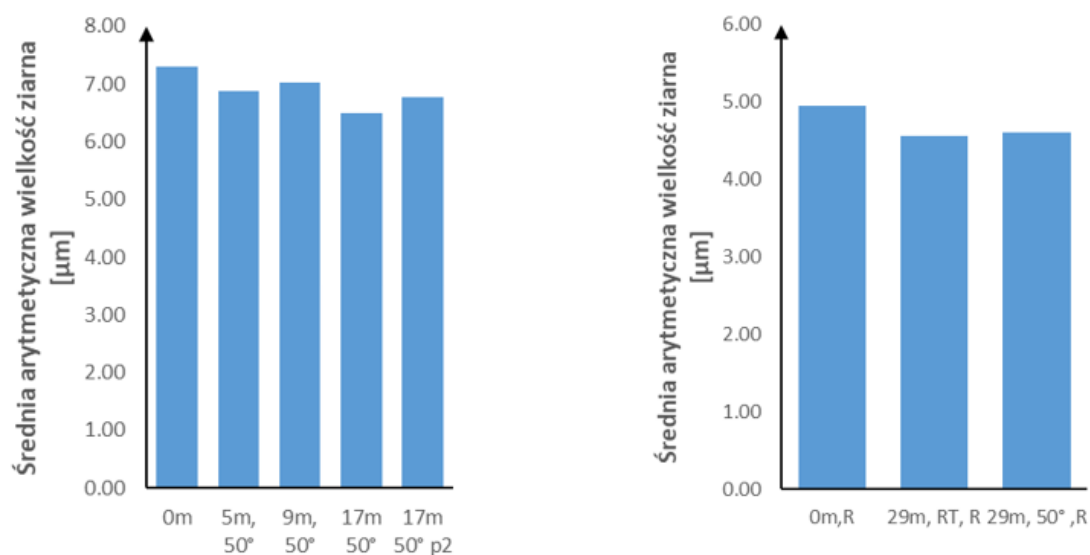
4.1. Średnia wielkość ziaren

Na Rys. 14 pokazano zmianę średniej wielkości ziaren w funkcji czasu.

W lewej części rysunku przedstawiono wyniki dla próbki utrzymywanej w temperaturze 50 °C dla chwili początkowej [0 m], oraz odpowiednio po 5, 9 i 17 miesiącach [5 m, 9 m, 17 m]. Widać, że wielkość ziaren wykazuje tendencje malejącą wraz z upływem czasu (choć nie jest ona bardzo silna).

W prawej części rysunku przedstawiono zmianę średniej wielkości ziarna dla próbek rekrytalizowanych. Próbkę [0 m, R] zrekrystalizowano zaraz po odkształceniu, drugą próbkę [29 m, RT, R] zrekrystalizowano po 29 miesiącach przechowywania w temperaturze pokojowej, a trzecią [29 m, 50°, R] po 29 miesiącach wygrzewania w temperaturze 50° C. Jak widać, średnia wielkość ziaren w próbce [29 m, 50°, R] oraz w próbce [29 m, RT, R] jest mniejsza niż dla próbki bezpośrednio po deformacji [0 m, R]. Przy czym efekt zmniejszenia

wielkości ziaren jest porównywalny dla próbek przetrzymywanych przez 29 miesięcy w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze 50 °C.

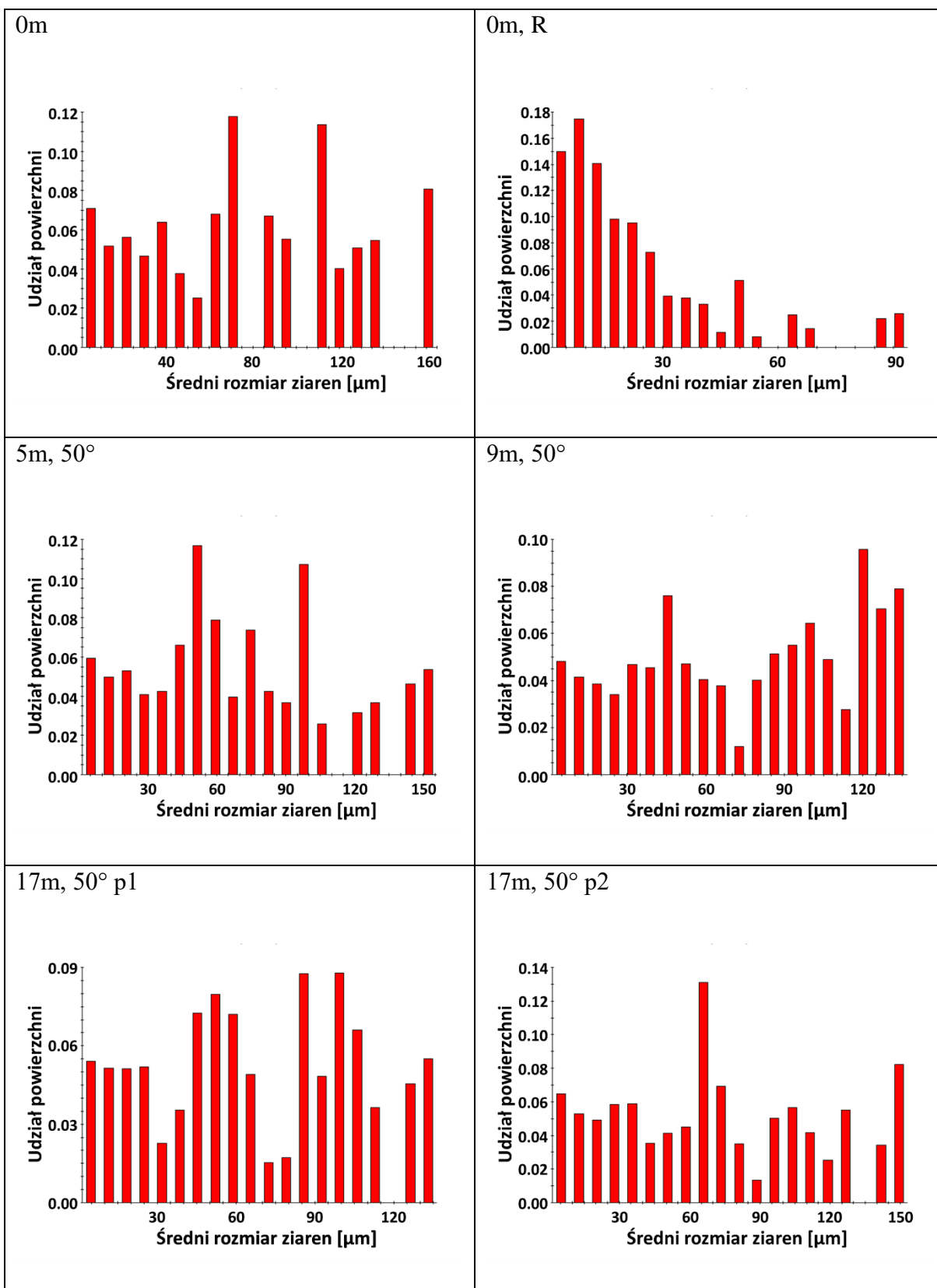


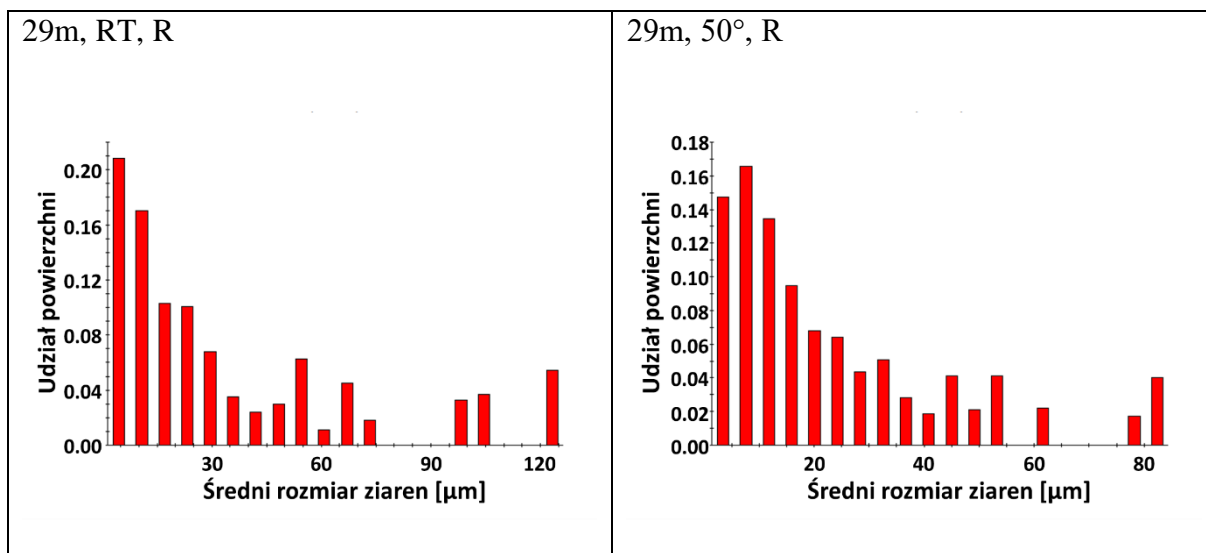
Rys.14. Porównanie zmiany średniej wielkości ziaren wraz z upływem czasu. Wykresy przedstawiają wyniki dla próbek wygrzewanych w temperaturze 50 °C (po lewej) oraz dla trzech różnych próbek poddanych rekrytalizacji (po prawej).

Obserwowane efekty świadczą o powstawaniu zarodków nowych ziaren w silnie zdeformowanych próbkach podczas ich przetrzymywania w temperaturze 50 °C (a nawet w temperaturze pokojowej), zjawisko podobne do zaobserwowanego w silnie odkształconych próbkach aluminium. Powstające zarodki nowych ziaren dzielą stare ziarna, w wyniku czego średni rozmiar ziaren maleje. W próbkach [29 m, RT, R] i [29 m, 50°, R] część materiału jest już wstępnie zrekrytalizowana w procesie wcześniejszego zdrowienia, dlatego średnia wielkość ziaren w nich jest mniejsza niż w próbce [0 m, R].

4.2. Histogramy rozkładu średnic ziaren

Dokładniejszą informację o wielkości ziaren dają ich rozkłady, reprezentowane np. w postaci histogramów. Przedstawione na Rys. 15 rozkłady definiują jaką część badanej powierzchni próbki zajmują ziarna o danej średnicy.





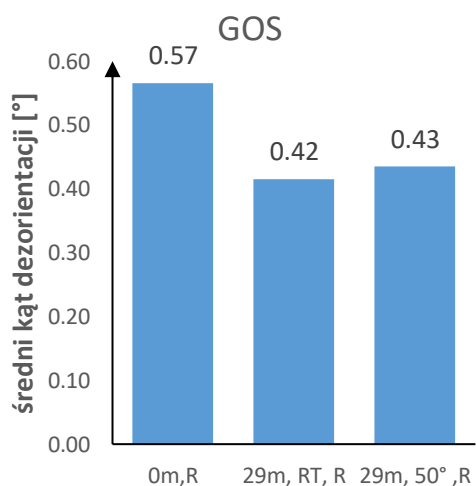
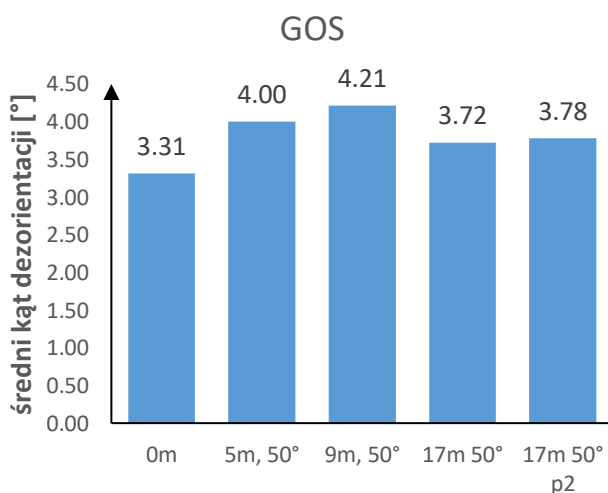
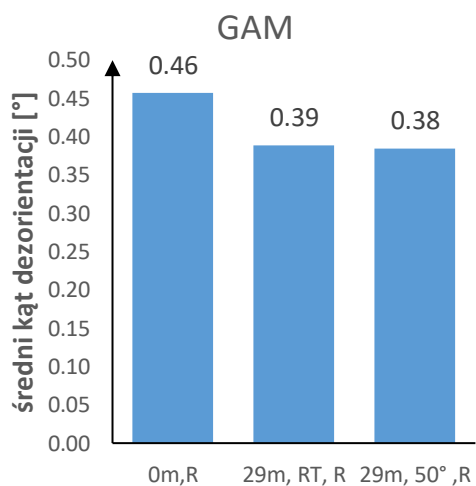
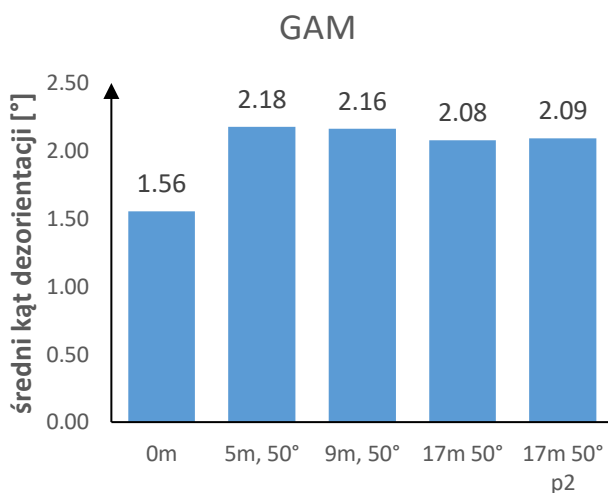
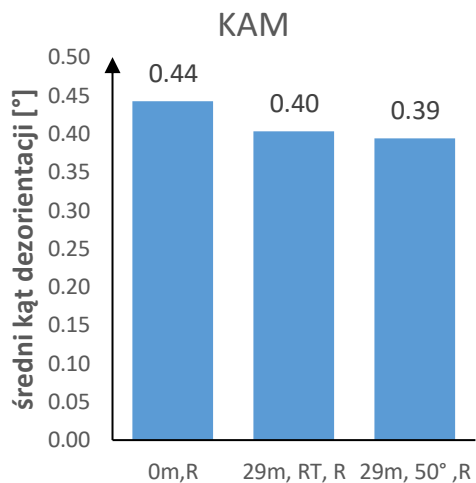
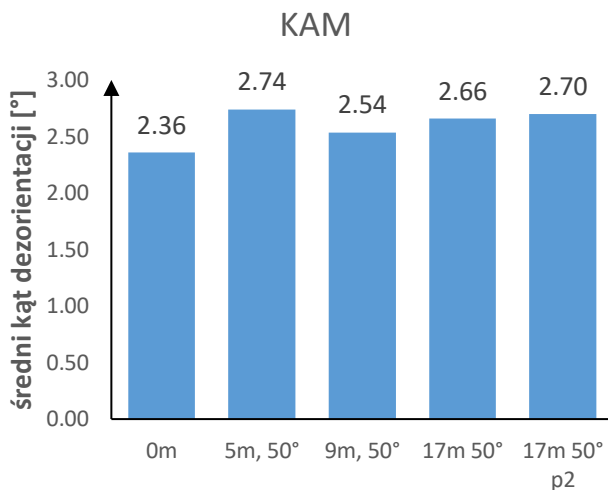
Rys. 15 Wykresy rozkładu wielkości ziaren dla próbek odkształconych i rekrytalizowanych

Jak widać na powyższych rysunkach, rozkład wielkości ziaren dla próbek po deformacji, ale nierekrytalizowanych cechuje brak dominacji ziaren o konkretnym rozmiarze.

Natomiast dla próbek zrekrystalizowanych histogramy wykazują wyraźny malejący kształt, tzn. jest duża przewaga małych ziaren, zaś ziarna o dużych rozmiarach są nieliczne. W próbce bezpośrednio po deformacji największe ziarna osiągają 160 μm , próbki wygrzewane w 50 $^{\circ}\text{C}$ mają największe ziarna w zakresie 130 μm - 150 μm . Natomiast w próbkach po rekrytalizacji histogramy praktycznie kończą się przy wielkości ziaren 70 μm . Ponadto, można zauważyć, że w przypadku próbek po rekrytalizacji najwięcej jest ziaren o średnicy mniejszej niż 10 μm .

4.3. Rozdrobnienie ziaren i gęstość dyslokacji

Parametrami, które charakteryzują stopień rozdrobnienia ziaren są GOS i GAM. Natomiast wartość parametru KAM może służyć do oceny gęstości zgromadzonych dyslokacji, a co za tym idzie energii zgromadzonej na jednostkę objętości. Ewolucję tych parametrów przedstawiono na Rys. 16.



Rys. 16 Wykresy zależności zmiany parametrów KAM, GAM, GOS od czasu dla próbek odkształconych i zrekrytalizowanych.

Parametr KAM rośnie już po 5 miesiącach wygrzewania i następnie zmienia się w stosunkowo niewielkim stopniu. Natomiast dla próbek poddanych rekrytalizacji po 29 miesiącach wygrzewania widać spadek średniego kąta dezorientacji w porównaniu z próbką zrekrystalizowaną zaraz po odkształceniu.

Parametr GAM wyraźnie rośnie w ciągu pierwszych 5 miesięcy, a następnie zmienia się w niewielkim stopniu. Dla próbek po rekrytalizacji parametr GAM jest podobny dla próbek [29 m, 50°, R] i [29 m, RT, R] i ma mniejszą wartość niż dla próbki zrekrystalizowanej bezpośrednio po odkształceniu [0 m, R].

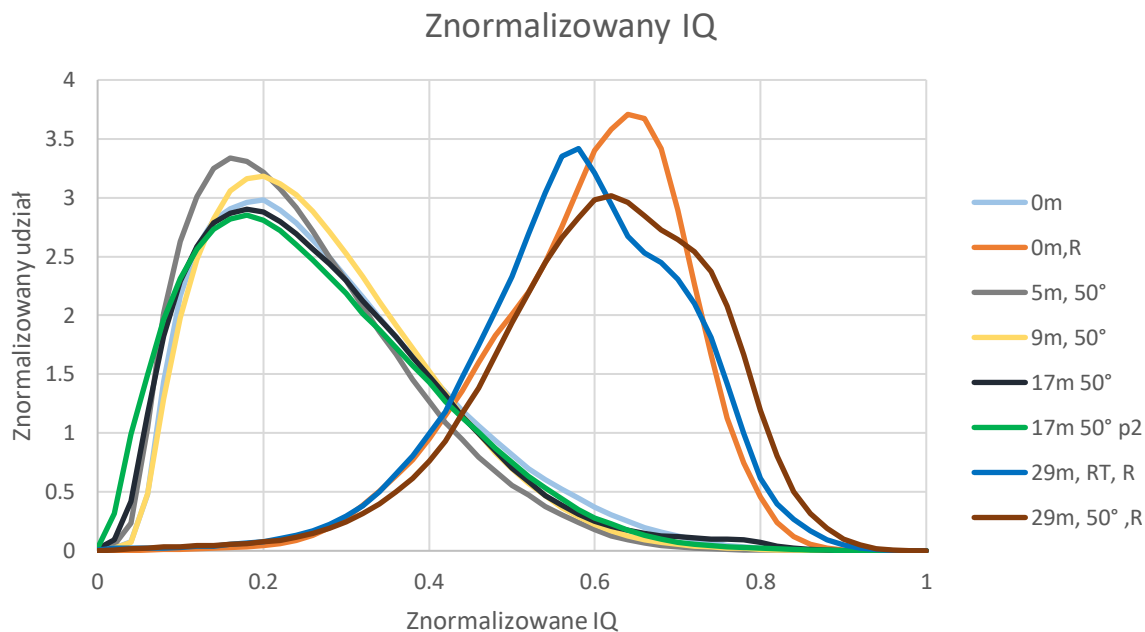
Parametr GOS wzrasta przez pierwsze 9 miesięcy, gdzie podczas 9 miesiąca przyjmuje wartość maksymalną, a następnie nieznacznie maleje. Dla próbek po rekrytalizacji parametr GOS zachowuje się podobnie jak w poprzednich przypadkach i dla próbek zrekrystalizowanych po 29 miesiącach jest wyraźnie mniejszy niż dla próbki zrekrystalizowanej zaraz po odkształceniu.

Wyniki dla próbek wygrzewanych przez 17 miesięcy nie prowadzą do jednoznacznych wniosków poza tym, że dla wszystkich przypadków średni kąt dezorientacji wewnątrz ziaren wyraźnie wzrasta po pierwszym okresie wygrzewania przez 5 miesięcy (parametry GAM i GOS). Ten fakt świadczy o zwiększaniu się rozdrobnienia ziaren w procesie powstawania podziaren i struktury mozaikowej. Natomiast niewielki wzrost wartości parametru KAM po 5 miesiącach może odpowiadać za powstanie granic w strukturze pod-ziarowej.

Ponadto, mniejsze wartości każdego z trzech badanych parametrów w próbkach przetrzymywanych przez 29 miesięcy i zrekrystalizowanych (zarówno w temperaturze pokojowej, jak i w 50 °C) w porównaniu z próbką zrekrystalizowaną bezpośrednio po odkształceniu – świadczą o ich bardziej jednorodnej mikrostrukturze. Jest to wynikiem wstępnego zdrowienia, jakie zaszło w ciągu 29 miesięcy.

4.4. Rozkłady czynnika jakości obrazu

Czynnik jakości obrazu (IQ) informuje o ostrości i natężeniu obserwowanych linii Kikuchiego. Czym mikrostruktura zawiera mniej defektów, czyli im bardziej sieć krystaliczna jest zbliżona do idealnej, tym wartość czynnika IQ jest wyższa.



Rys. 17 Znormalizowane rozkłady IQ dla próbek odkształconych i zrekrystalizowanych

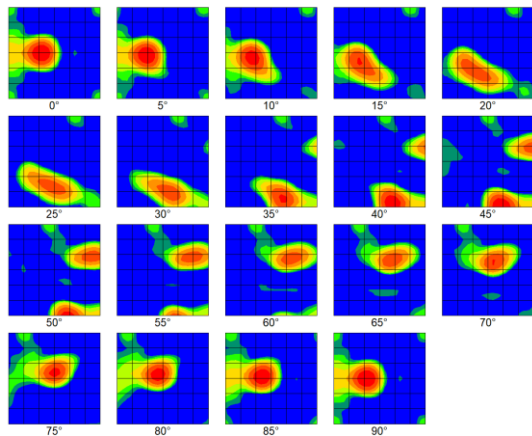
Charakterystyczna jest różnica kształtu rozkładu czynnika IQ między próbkami po deformacji i po rekrytalizacji. Te ostatnie mają maksima przy wysokich wartościach IQ, wyraźnie przesunięte w prawo w porównaniu z rozkładami dla próbek odkształconych (Rys. 17).

Jak widać, na powyższym rysunku czynnik IQ zmienia się w niewielkim stopniu w funkcji czasu dla próbek przetrzymywanych w temperaturze 50 °C. Zmiany te dotyczą drobnych modyfikacji wartości maksymalnych oraz przesunięć na osi IQ.

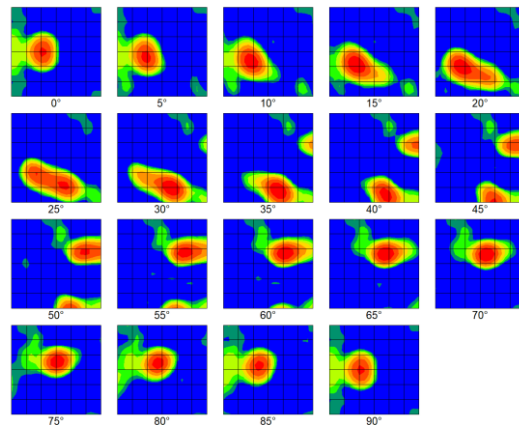
4.5. Tekstury krystalograficzne

W oparciu o wyznaczone mapy orientacji techniką EBSD wyliczono figury biegunowe (FB) oraz funkcje rozkładu orientacji (FRO) dla badanych próbek. Trzeba tutaj zaznaczyć, że orientacje sieci krystalicznej wyznaczone przy użyciu tej techniki uzyskuje się od razu w sposób bezpośredni. Stanowi to duży postęp w porównaniu z klasyczną metodą wyliczania FRO ze zmierzonych FB przy użyciu dyfrakcji rentgenowskiej bądź neutronowej. W tej ostatniej metodzie konieczne jest stosowanie algorytmów iteracyjnych, aby przejść z rozkładów dwuwymiarowych (FB) do funkcji trójwymiarowej jaką jest FRO, co zawsze obarczone jest jakąś niepewnością [16].

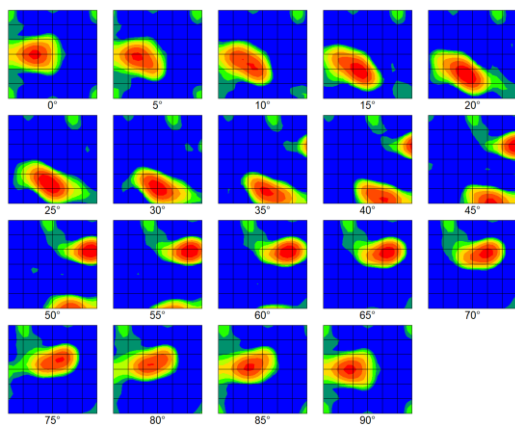
0 m



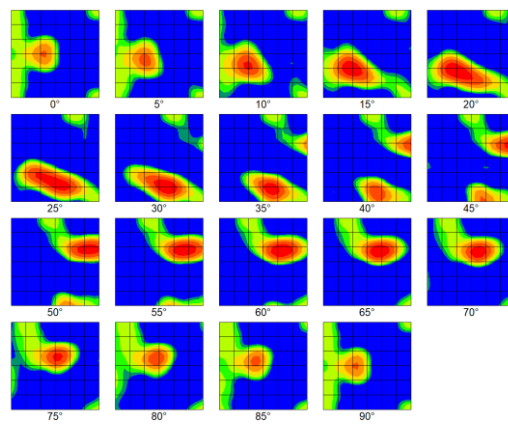
5 m, 50°



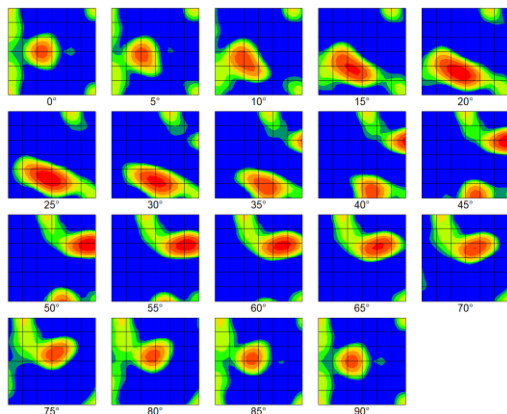
9 m, 50°



17 m, 50° p1



17 m, 50° p2



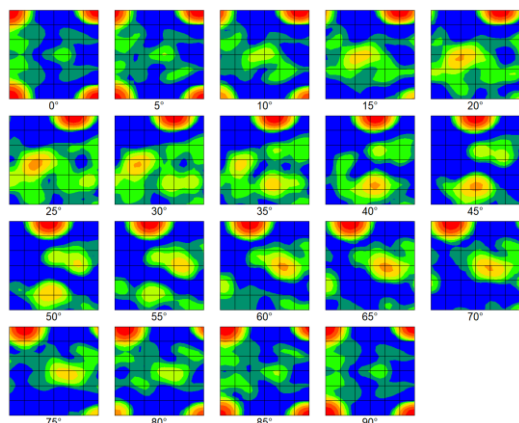
Rys. 18 Przekroje funkcji rozkładu orientacji dla próbek wygrzewanych (dla $\varphi_2=0^\circ, 5^\circ, \dots, 90^\circ$)

Na powyższym rysunku widać subtelne zmiany tekstury (funkcji FRO) przy zachowaniu tego samego ich charakteru. Pokazane na Rys. 18 tekstury są typowymi teksturami walcowania

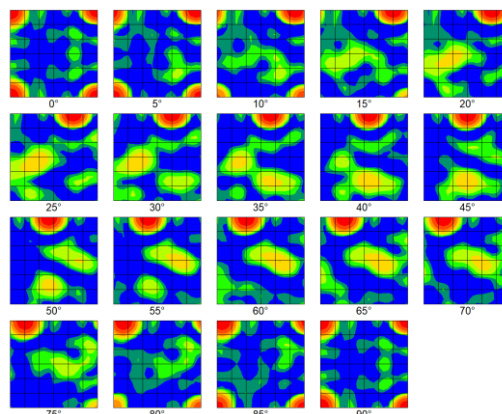
miedzi – zawierają one jako główne składowe orientacje typu miedzi ($\{112\}\langle 111\rangle$), mosiądzu ($\{011\}\langle 211\rangle$), Gossa ($\{011\}\langle 100\rangle$) oraz S ($\{213\}\langle 364\rangle$).

Natomiast na Rys. 19 przedstawiono FRO dla próbek poddanych rekrytalizacji. Tutaj mamy do czynienia z zupełnie innym typem FRO, w których dominuje orientacja sześcienna $\{001\}\langle 100\rangle$ (w kątach Eulera: $\varphi_1 = 0^\circ$, $\phi = 0^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$).

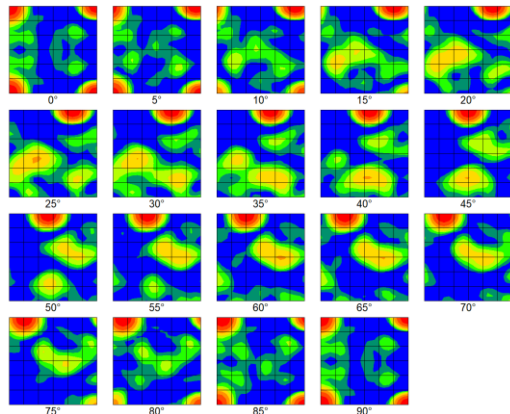
0m, R



29m, RT, R

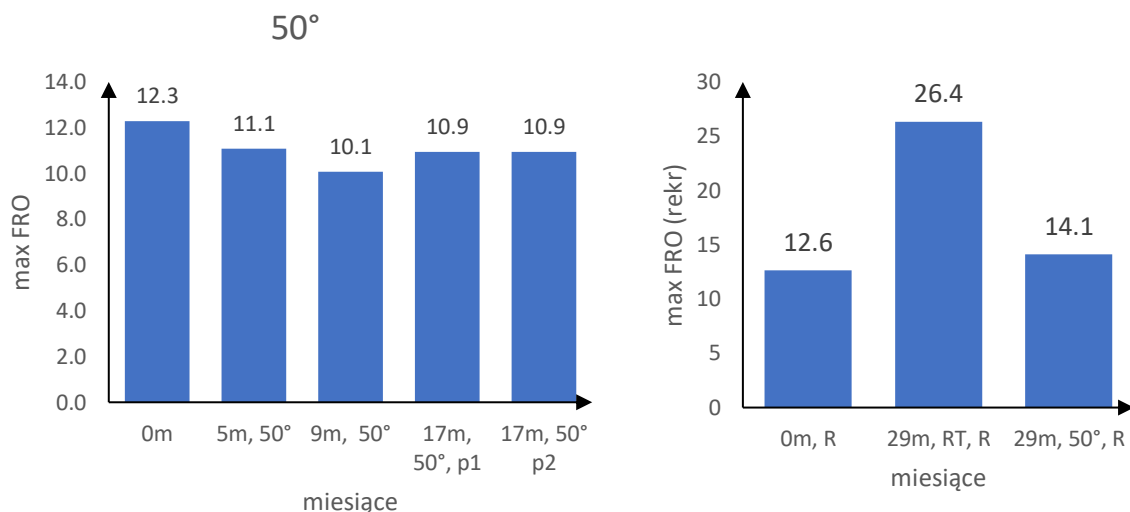


29m, 50°, R



Rys. 19 Przekroje funkcji rozkładu orientacji dla próbek rekrytalizowanych.

Chociaż zmiany tekstur na Rys. 18 są subtelne, można zaobserwować zmniejszanie się maksymalnej wartości FRO próbek po odkształceniu w funkcji czasu ich wygrzewania w temperaturze 50° – Rys. 20 (część lewa). Wartość maksymalnych natężeń FRO jest w przedziale 10 – 12.



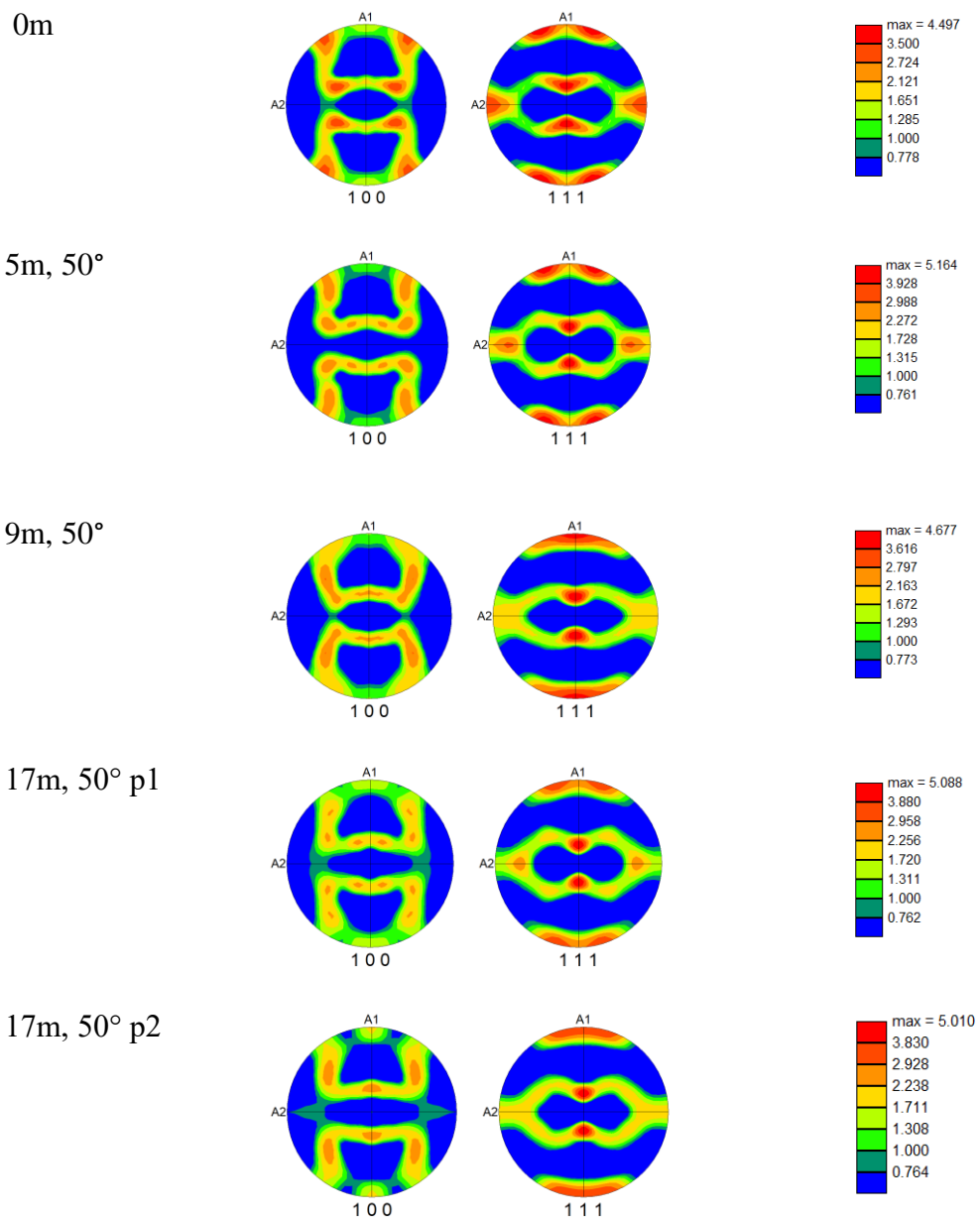
Rys. 20 Wykresy maksymalnych wartości FRO dla tekstur próbek po deformacji wygrzewanych w 50 °C (po lewej) i następnie zrekrytalizowanych (po prawej).

Natomiast charakter FRO próbek zrekrytalizowanych różni się od FRO próbek zdeformowanych i wygrzewanych w 50° C. Na Rys. 20 (część prawa) widzimy ponadto, że wartości maksymalne FRO próbki zrekrytalizowanej zaraz po odkształceniu oraz próbki po 29 miesiącach wygrzewania w 50° C są porównywalne z wartością maksymalną dla materiału początkowego (0m).

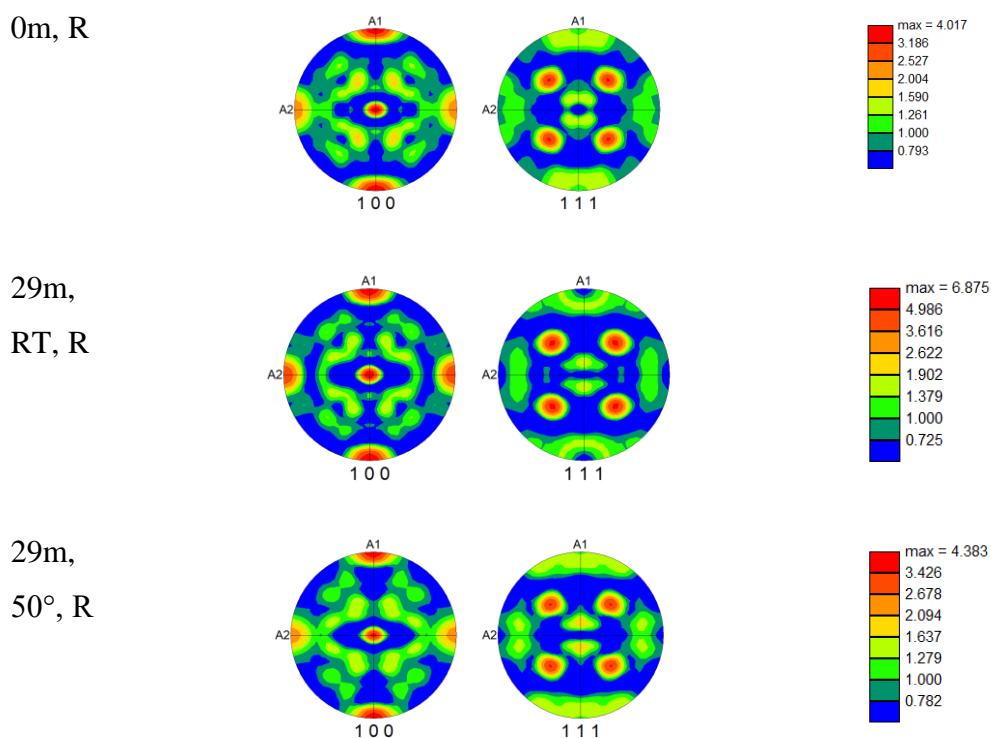
Zauważyć można, że wartość maksymalna FRO próbki zrekrytalizowanej po przetrzymywaniu jej przez 29 miesięcy w temperaturze pokojowej jest dwa razy wyższa niż próbki zrekrytalizowanej po wygrzewaniu przez 29 miesięcy w temperaturze 50°. Można to wytłumaczyć faktem, że zaraz po odkształceniu w materiale obecna jest znaczna energia zgromadzona, a ona jest siłą napędową rekrystalizacji. Wygrzewanie materiału w temperaturze 50° prowadzi do bardziej intensywnego zdrowienia niż w temperaturze pokojowej, czyli do większego ubytku energii zgromadzonej. W rezultacie proces rekrystalizacji w próbce przetrzymywanej w temperaturze pokojowej (gdy pozostało więcej energii zgromadzonej) jest bardziej intensywny i otrzymana tekstura rekrystalizacji ma większe natężenie.

Na Rys. 21 i 22 pokazano wyliczone FB dla próbek odkształconych i zrekrytalizowanych. Są to typowe tekstury walcowania (Rys. 21) oraz rekrystalizacji miedzi (Rys. 22), czyli metalu o strukturze regularnej odkształcanego w procesie posiadającym symetrię rombowa. Tutaj także

widać zupełnie odmienny charakter tekstury odkształcenia i rekrytalizacji, co było już widoczne na FRO.



Rys. 21 Figury biegunowe dla próbek wygrzewanych w różnym czasie



Rys. 22 Figury biegunowe dla próbek rekrytalizowanych po wygrzewaniu w różnym czasie.

4.6. Podsumowanie zmian parametrów mikrostruktury walcowanej miedzi wraz z upływem czasu

W przypadku przetrzymywania walcowanej miedzi w temperaturze 50 °C zmiany w niej zachodzące nie są tak wyraźne jak w przypadku aluminium po intensywnym odkształceniu techniką ECAP. Można jednak zauważyć zmniejszanie się średniej wielkości ziarna wraz z upływem czasu oraz po rekrytalizacji. Potwierdzają to także histogramy rozkładu średnic ziaren. Wynik ten może być dość zaskakujący, gdyż po rekrytalizacji średnica ziaren mogła się też zwiększyć [17].

Parametry GAM, KAM, GOS umiarkowanie wzrastają już po 5 miesiącach wygrzewania w 50 °C i dalsze ich zmiany są w zasadzie pomijalne. Widać jednak wyraźnie zmniejszenie tych parametrów dla próbek rekrytalizowanych po 29 miesiącach w porównaniu z próbką rekrytalizowaną zaraz po odkształceniu.

Podobnie zachowuje się parametr jakości obrazu (IQ) – w przypadku próbek wygrzewanych nie ma znaczących zmian, natomiast znaczącą różnicę widać porównując próbki zrekrystalizowane z odkształconymi.

Tekstury próbek wygrzewanych w 50 °C ulegają łagodnemu rozmyciu z upływem czasu, w efekcie maksymalne wartości FRO wykazują tendencję malejącą. Z drugiej strony widoczny jest zupełnie inny charakter FRO dla próbek zrekrytalizowanych w porównaniu z próbkami po deformacji – wykazują one inne orientacje idealne.

5. Podsumowanie ogólne

W przedstawionej pracy zbadano wpływ upływu czasu na zmiany w strukturach próbek miedzi i aluminium uprzednio poddanych intensywnemu odkształceniu plastycznemu. Jej głównym celem był pomiar i badanie próbek miedzi, oraz pogłębiona o zbadanie tekstur krystalograficznych oraz obliczenie energii zgromadzonej analiza próbki aluminium (próbka ta badana była w pracy inżynierskiej).

Badanie próbki aluminium pozwoliło uzyskać odpowiedzi na wspomniane we wstępie kwestie rozkładu czynnika IQ, typu tekstury oraz wartości energii zgromadzonej i gęstości dyslokacji w próbce. Analiza gęstości dyslokacji i powiązanej z nią energii zgromadzonej na podstawie parametru KAM doprowadziła do kilku interesujących wniosków. Obliczenia przeprowadzane na podstawie danych zebranych z próbki po ośmiu przejściach ECAP pozwoliły stwierdzić, że energia zgromadzona wewnątrz próbki zaraz po odkształceniu jest znacznie większa niż energia zgromadzona w próbce przed odkształceniem. Natomiast wraz z upływem czasu energia zgromadzone w próbce maleje.

Podczas analizy tekstur krystalograficznych zauważono, że po 5 latach w próbce po 4 przejściach ECAP pojawiły się nowe składowe, C oraz A_2^* , takie jakie występują w materiale w pełni zrekrytalizowanym. W próbce po 8 przejściach wraz z upływem czasu nie pojawiają się silnie widoczne nowe składowe.

Wyniki otrzymane z analizy czynnika jakości obrazu wskazują na powolne przesuwanie się parametru IQ w stronę rozkładu charakterystycznego dla materiału całkowicie zrekrytalizowanego wraz z upływem czasu. Zaobserwowano, że zjawisko te występuje silniej w próbce po 4 przejściach ECAP, niż po 8. Na podstawie parametru IQ przeprowadzono też obliczenie minimalnego i maksymalnego udziału objętości frakcji zrekrytalizowanej w materiale, które wskazuje, że proces rekrytalizacji silniej zaszedł w próbce po 4 przejściach niż po 8.

Powyższe obserwacje i ich analizy potwierdzają przypuszczenie, że w próbce aluminium zachodzi intensywny proces zdrowienia, bardziej wyraźny dla próbki po 4 przejściach.

W drugiej części zbadano próbki miedzi poddanej intensywnemu walcowaniu, a następnie jedną z próbek wygrzewano w temperaturze 50 °C, a drugą trzymano w temperaturze pokojowej. Ich analiza pozwala wysnuć następują wnioski.

Na podstawie analizy parametru wielkości ziaren można wywnioskować powstawanie zarodków nowych ziaren w próbkach wygrzewanych w temperaturze 50 °C. Potwierdza to także parametr wielkości ziaren w próbkach zrekrytalizowanych.

Parametry GAM, KAM, GOS , a szczególnie porównanie ich wartości dla próbki miedzi rekrystalizowanej zaraz po deformacji z próbkami rekrystalizowanymi po 29 miesiącach, świadczą o zajściu procesu zdrowienia wraz z upływem czasu.

Interesujące wyniki dało porównanie FRO próbki zrekrytalizowanej po 29 miesiącach wygrzewania w 50 °C z próbką zrekrytalizowaną trzymaną przez ten sam okres w temperaturze pokojowej. Pozwala ono na stwierdzenie, że w próbce przetrzymywanej w suszarce intensywniej zaszedł proces zdrowienia.

Podsumowując, dalsze badanie próbek aluminium odkształcanych techniką ECAP i przetrzymanych przez 5 lat w temperaturze pokojowej, w szczególności analiza tekstur i rozkładu czynnika IQ, potwierdziło wcześniejsze wnioski o powstawaniu zarodków nowych ziaren w próbce. Natomiast w analizie próbek miedzi, przetrzymywanych w temperaturze 50 °C, nie otrzymano równie jednoznacznych wyników, a zaobserwowane zmiany były dużo mniej wyraźne. Można jednak wnioskować, że zaszedł podobny proces powstawania nowych ziaren, tak jak miało to miejsce w próbce aluminium.

Załącznik 1

Metodę użytą do obliczenia frakcji zrekrystalizowanej oparto na algorytmie zaproponowanym w [8]. Frakcję zrekrystalizowaną materiału oceniano na podstawie znormalizowanych rozkładów czynnika IQ (Wartości IQ znormalizowano do zakresu [0,0–1,0]). Również pole powierzchni pod każdym rozkładem znormalizowano do wartości równej 1.0.

Znormalizowane rozkłady dla „0 lat”, „5 lat” i próbki w pełni zrekrystalizowanej (FR) przedstawiono na Rys. 23. Dwa charakterystyczne obszary w tych rozkładach oznaczono jako S1 i S2. Powierzchnia S1 + S1 jest wspólnym obszarem dla rozkładów „5 lat” i FR, stąd reprezentuje ona maksymalną wartość objętości frakcji zrekrystalizowanej. Z drugiej strony, S2 jest wspólnym obszarem dla rozkładów próbek „5-lat” i FR, lecz po odjęciu wspólnego obszaru dla rozkładów próbek FR i „0 lat”; dlatego przedstawia on minimalną wartość objętości frakcji zrekrystalizowanej. W związku z tym udziały objętości frakcji zrekrystalizowanej dla odpowiednich próbek wynoszą:

Dla próbki „5 lat” po 4 przejściach ECAP:

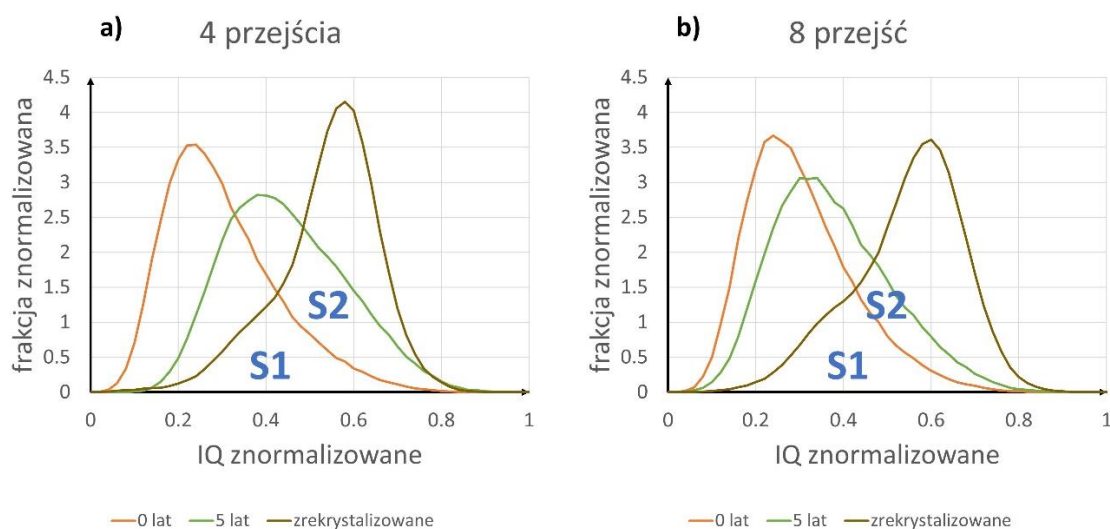
minimalna wartość objętości frakcji zrekrystalizowanej: $S2 = 30.7\%$

maksymalna wartość objętości frakcji zrekrystalizowanej: $S2 + S1 = 63.5\%$

Dla próbki „5 lat” po 8 przejściach ECAP:

minimalna wartość objętości frakcji zrekrystalizowanej: $S2 = 14.8\%$

maksymalna wartość objętości frakcji zrekrystalizowanej: $S2 + S1 = 48.7\%$



Rys 23. Wyróżnione obszary w rozkładach IQ dla próbek: a) po 4 przejściach ECAP i b) po 8 przejściach ECAP (wynik własny opublikowany w [18]).

Literatura:

- [1] E.O. Hall, The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results, Proceedings of the Physical Society, **64** (1951) 747-753
- [2] Electron Backscatter Diffraction (EBSD)
https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/ebsd.html, dr. Susan Swapp, University of Wyoming, 16.09.2020
- [3] F.J. Humphreys, Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD), Scripta Materialia, **51** (2004) 771–776
- [4] M. Faryna, Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych w skaningowym mikroskopie elektronowym: elementy teorii i praktyki, Wydawnictwa AGH, 2012
- [5] A. Rosochowski, L. Olejnik, M. Richert, Metal forming technology for producing bulk nanostructured metals, Suppl. Metal Forming, **2** (2004) 35-45
- [6] J. Bogucka, Zmiany plastyczności stopów aluminium poddanych rozdrabnianiu ziarna metodą intensywnego odkształcenia. Praca doktorska, Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej Polskiej Akademii Nauk oraz Wydział Mechaniczny Politechniki Krakowskiej, Kraków, 2009
- [7] L.B. Tong, M.Y. Zheng, X.S. Hu, K. Wu, S.W. Xu, S. Kamado, Y. Kojima, Influence of ECAP routes on microstructure and mechanical properties of Mg–Zn–Ca alloy, Materials Science and Engineering A, **527** (2010) 4250-4256
- [8] J. Tarasiuk, P. Gerber, B. Bacroix, Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data, Acta Materialia, **50** (2002) 1467–1477
- [9] S.H. Choi, Y.S. Jin, Evaluation of stored energy in cold-rolled steels from EBSD data, Materials Science and Engineering A, **371** (2004) 149–159
- [10] Y. Takayama, J. A. Szpunar, Stored Energy and Taylor Factor Relation in an Al-Mg-Mn Alloy Sheet Worked by Continuous Cyclic Bending, Materials Transactions, **45** (2004) 2316 – 2325
- [11] Q. Liu, D. Jull Jensen, N. Hansen, Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium, Acta mater. **46** (1998) 5819 - 5838

- [12] Y. Takayama, T. Yoshimura, H. Watanabe, Relationship between strain stored by compressive deformation and crystallographic orientation in a pure aluminium, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, **82** (2015) 012029
- [13] M. Marciszko, A. Baczmański, K. Wierzbowski, M. Wróbel, C. Braham, J.-P. Chopart, A. Lodini, J. Bonarski, L. Tarkowski, N. Zazi, Application of multireflection grazing incidence method for stress measurements in polished Al–Mg alloy and CrN coating, Applied Surface Science, **266** (2013) 256–267
- [14] S. Wronski, J. Tarasiuk, B. Bacroix, K. Wierzbowski, H. Paul, Microstructure heterogeneity after the ECAP process and its influence on recrystallization in aluminium, Materials Characterization, **78** (2013) 60–68
- [15] K. Edalati, Y. Hashiguchi, H. Iwaoka, H. Matsunaga, R.Z. Valiev, Z. Horita, Long-time stability of metals after severe plastic deformation: Softening and hardening by self-annealing versus thermal stability, Materials Science & Engineering A, **729** (2018) 340–348
- [16] Materiały pomocnicze z Rzeczywistej Struktury Materiałów
<http://www.ftj.agh.edu.pl/~Wierzbowski/Tekstura.pdf> prof. dr hab. inż. Krzysztof Wierzbowski, Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej, AGH, 16.09.2020
- [17] P. Král, J. Dvořák, M. Kvapilová, W. Blum, V. Sklenička, The influence of long-term annealing at room temperature on creep behaviour of ECAP-processed copper, Materials Letters, **188** (2017) 235–238
- [18] M. Wroński, K. Wierzbowski, **R. Malik**, S. Wroński, D. Wojtas, A. Baczmański, J. Tarasiuk, Microstructure Characteristics of ECAP Processed 1050 Aluminum After Deformation and 5 Years Later, Metals and Materials International, (2020). Opublikowano online: <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00817-3>