

# **Akademia Górniczo – Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie**



Wydział Metali Nieżelaznych  
Katedra Struktury i Mechaniki Ciała Stałego

## **ROZPRAWA DOKTORSKA**

---

### **Deformacja plastyczna siluminów o silnie rozdrobnionych ziarnach**

Autor: Rafał Pastuszek  
Kraków 2006

Promotor: dr hab. inż. Henryk Dybiec Prof. AGH

# SPIS TREŚCI

|            |  |           |
|------------|--|-----------|
| <b>1</b>   | <b>WPROWADZENIE .....</b>  | <b>4</b>  |
| <b>2</b>   | <b>CEL PRACY .....</b>   | <b>6</b>  |
| <b>3</b>   | <b>NADEUTEKTYCZNE SILUMINY O SILNIE ROZDROBNIONEJ STRUKTURZE .....</b>   | <b>9</b>  |
| <b>4</b>   | <b>MECHANIZMY DEFORMACJI PLASTYCZNEJ MATERIAŁÓW O SILNIE ROZDROBNIONEJ STRUKTURZE .....</b>  | <b>19</b> |
| <b>4.1</b> | <b>Modele opisujące fizyczne aspekty plastycznej deformacji materiałów o silnie rozdrobnionej mikrostrukturze.....</b>   | <b>23</b> |
| 4.1.1      | Rozważania ogólne.....   | 23        |
| 4.1.2      | Model odkształcenia uwzględniający jako główny mechanizm poślizg dyslokacyjny w sieci krystalicznej.....   | 26        |
| 4.1.3      | Modele odkształcenia uwzględniające jako główny mechanizm zjawiska związane z aktywnością w obszarach przygranicznych .....  | 33        |
| 4.1.3.1    | Pełzanie.....  | 35        |
| 4.1.3.2    | Poślizg po granicach ziaren .....  | 40        |
| 4.1.4      | Podsumowanie rozważań o fizycznych modelach mechanizmów deformacji .....   | 65        |
| <b>4.2</b> | <b>Modele oparte o regułę mieszanin – deformacja plastyczna materiałów o rozdrobnionej strukturze w odniesieniu do mechanizmu deformacji materiałów kompozytowych.....</b> | <b>66</b> |
| 4.2.1      | Ogólne spojrzenie na regułę mieszanin .....  | 66        |
| 4.2.2      | Modele naprężenia płynięcia oparte o regułę mieszanin.....   | 71        |
| 4.2.3      | Podsumowanie omówienia modeli opartych o regułę mieszanin.....   | 75        |
| <b>5</b>   | <b>PRZESŁANKI DO PODJĘCIA BADAŃ .....</b>  | <b>76</b> |
| <b>6</b>   | <b>BADANIA WŁASNE.....</b>   | <b>77</b> |
| <b>6.1</b> | <b>Program badań eksperymentalnych .....</b>   | <b>77</b> |
| <b>6.2</b> | <b>Materiał użyty do badań .....</b>   | <b>79</b> |

|            |  |            |
|------------|--|------------|
| <b>6.3</b> | <b>Badania standardowe .....</b>   | <b>81</b>  |
| 6.3.1      | Próby rozciągania i ściskania .....  | 82         |
| 6.3.2      | Testy kalorymetryczne oraz dylatometryczne .....   | 83         |
| 6.3.3      | Badania mikroskopowe .....   | 85         |
| <b>6.4</b> | <b>Wyniki badań .....</b>  | <b>86</b>  |
| 6.4.1      | Badania mikroskopowe materiału wyjściowego i materiału kutego matrycowo na gorąco .....  | 87         |
| 6.4.1.1    | Badania mikroskopem świetlnym.....   | 87         |
| 6.4.1.2    | Badania mikroskopem elektronowym.....  | 91         |
| 6.4.2      | Testy kalorymetryczne i dylatometryczne.....   | 100        |
| 6.4.3      | Próby rozciągania i ściskania materiału wyjściowego.....   | 104        |
| 6.4.4      | Próby ściskania materiału kutego matrycowo .....   | 112        |
| <b>6.5</b> | <b>Analiza wyników badań standardowych.....</b>  | <b>113</b> |
| <b>6.6</b> | <b>Teza pracy .....</b>  | <b>120</b> |
| <b>6.7</b> | <b>Koncepcja badań dodatkowych i opis eksperymentów .....</b>  | <b>122</b> |
| 6.7.1      | Badania wykonane na mikroskopie optycznym i skaningowym – obserwacje struktury ze szczególnym uwzględnieniem analizy reliefu deformacji..... | 122        |
| <b>6.8</b> | <b>Wyniki badań dodatkowych.....</b>   | <b>125</b> |
| <b>6.9</b> | <b>Analiza wyników badań dodatkowych .....</b>   | <b>134</b> |
| <b>7</b>   | <b>PODSUMOWANIE I WNIOSKI.....</b>   | <b>136</b> |
| 7.1        | Wnioski .....  | 139        |
| <b>8</b>   | <b>LITERATURA .....</b>  | <b>141</b> |

Wyzwania, jakie stoją przed współczesną gospodarką wskazują na konieczność zmniejszania energo- i materiałochłonności, jako warunku zrównoważonego wzrostu i racjonalnego gospodarowania nieodnawialnymi zasobami naturalnymi. W większości przypadków cele te można osiągnąć poprzez zastąpienie tradycyjnie stosowanych tworzyw materiałami nowej generacji o zwiększonej wytrzymałości właściwej lub lepszych właściwościach funkcjonalnych, które już na etapie projektowania uwzględniają specyficzne wielofunkcyjne potrzeby stawiane materiałom przez konstrukcje. Innymi słowy to materiał dostosowywany jest do konstrukcji a nie konstrukcja do materiału. Takie podejście wymaga oparcia produkcji materiałów na wiedzy o nich, a z drugiej strony, wymusza elastyczne i umiejętne stosowanie wielu skojarzeń technologicznych, aby uzyskać zamierzony efekt w postaci zestawu własności „na miarę” potrzeb konstrukcji (tailored materials).

Naturalną rezerwą wzrostu wytrzymałości bez pogarszania odporności na korozję i bez degradacji własności plastycznych (odporności na pękanie) jest silne rozdrobnienie struktury krystalitów do rozmiarów nanometrycznych lub submikronowych. Na taką możliwość wskazuje dobrze znana relacja Halla-Petcha, chociaż siła tej zależności wyraźnie maleje w obszarze submikronowych wielkości ziaren. Niektóre informacje literaturowe [1], wydają się wskazywać na istniejące maksimum wytrzymałości dla pewnych wielkości ziarna w obszarze submikronowych rozmiarów krystalitów, a dalsze rozdrabnianie struktury obniża wytrzymałość materiału. Maksymalne wartości tej wytrzymałości odbiegają niewiele od teoretycznej wartości naprężenia płynięcia szacowanej na  $G/30$  ( $G$  - moduł sprężystości poprzecznej) [2]. Z drugiej strony silne rozdrobnienie ziaren oprócz wzrostu wytrzymałości prowadzi, w pewnych zakresach temperatur i prędkości odkształcenia, do wzmożonej plastyczności a niekiedy do nadplastyczności, stwarzając tym samym okazję do stosunkowo łatwego formowania plastycznego takich tworzyw [3].

Nieliczne dostępne informacje w literaturze wskazują, że w nieobrabialnych cieplnie stopach aluminium można zwiększyć maksymalne własności wytrzymałościowe do ok. 60% wielkości teoretycznej przy zachowaniu niezmiennych własności

plastycznych poprzez rozdrobnienie struktury do poziomu nano/submikronowego [4,5], a przez wprowadzenie niektórych dodatków stopowych zwiększyć stabilność struktury i poprawić istotnie własności w podwyższonych temperaturach. Materiały takie posiadają, zatem konkurencyjne właściwości mechaniczne w porównaniu do konwencjonalnych stopów obrabianych cieplnie przy znacznie lepszych własnościach plastycznych, większej stabilności temperaturowej i odporności na korozję.

W światowej literaturze opisano kilkanaście metod wytwarzania materiałów metalicznych o silnie rozdrobnionej strukturze ziaren. Przykładem jest sposób wytwarzania nadeutektycznych siluminów **AlSi26Ni8** o hybrydowej strukturze składającej się z 2-3 mikronowych kryształów pierwotnego krzemu umieszczonych w submikronowej eutektyce Al-Si (200-300nm), stabilizowanej znaczną ilością nanometrycznych (~30nm) cząstek faz międzymetalicznych [6-8]. W materiale tym rozdrobnienie struktury uzyskuje się w procesie szybkiej krystalizacji poprzez modyfikację przechłodzeniową, przy prędkościach chłodzenia rzędu  $10^4$  K/s. Taki efekt można otrzymać podczas produkcji proszków metodą rozpylania ciekłego metalu. Zastosowanie konsolidacji plastycznej otrzymanych proszków pozwala uzyskać materiał lity o pomijalnej porowatości i wymiarze kryształitów (ziaren) odziedziczonym z proszku wyjściowego.

Zachowanie masywnych materiałów o submikronowej strukturze ziaren poddawanych dużym odkształceniom plastycznym jest generalnie nieznanne. Liczne opracowania literaturowe skupione wokół zjawisk dotyczących deformacji plastycznej materiałów o strukturze nanometrycznej nie uwzględniają materiałów, które można charakteryzować jako materiały o strukturze hybrydowej jak w przypadku stopu **AlSi26Ni8**, zatem wyniki badań takich materiałów zdają się być nieodzowne, ponieważ mogą dostarczyć podstawowych informacji na temat możliwości stosowania podobnych materiałów w praktyce konstrukcyjnej. Poznanie i określenie podstawowych cech mechanizmu deformacji badanego materiału jest ważnym etapem na drodze jego efektywnego wykorzystania w ewentualnych aplikacjach przemysłowych i warunkuje świadome formowanie jego własności użytkowych jak również pozwala przewidzieć pełniejsze spektrum zastosowań oraz sposobów otrzymywania gotowych wyrobów.

Przedmiotem rozważań i badań niniejszej pracy jest mechanizm deformacji plastycznej powyższego materiału. Poznanie natury tego mechanizmu stanowi ważny element wiedzy o tej klasie materiałów i daje podstawy do świadomej ingerencji w proces ich projektowania i wytwarzania, umożliwiając uzyskanie materiału „na miarę” końcowego przeznaczenia wyrobu.

Do jednych z bardziej rozpowszechnionych materiałów konstrukcyjnych należą stopy aluminium-krzem (siluminy) [9-14]. Dotyczy to jednak stopów z grupy siluminów podeutektycznych i eutektycznych. Teoretycznie [15-18], zwiększanie zawartości krzemu i innych pierwiastków tworzących fazy międzymetaliczne z aluminium, powyżej zawartości eutektycznej, powinno poprawić szereg właściwości mechanicznych i użytkowych. Niestety, trudności z opanowaniem metod kontroli wielkości i morfologii struktury ziarnowej takich materiałów powodują, że siluminy nadeutektyczne wykorzystuje się tylko sporadycznie, a stopy te ze zwiększoną zawartością niklu i żelaza nie są praktycznie wykorzystywane ze względu na to, że stosowanie tradycyjnych metody metalurgicznych do ich wytwarzania całkowicie zawodzi. Poszukiwanie technicznie możliwych i ekonomicznie opłacalnych metod produkcji siluminów nadeutektycznych ze zwiększoną zawartością niklu stanowiły od dawna wyzwanie dla inżynierii materiałowej materiałów metalicznych. Skojarzenie metod szybkiej krystalizacji i niekonwencjonalnej metalurgii proszków stwarza szanse na przełamanie barier w tym zakresie. Zastosowanie takiej technologii umożliwia otrzymanie materiału o strukturze silnie rozdrobnionej, ale o wymiarach elementów struktury od wymiarów manometrycznych po mikrometryczne, którą to strukturę można nazwać hybrydową. Połączenie różnych wymiarowo struktur w jednym materiale pozwala otrzymać lepszy, pod względem zespołu własności wytrzymałościowych i plastycznych, materiał w porównaniu do materiałów o strukturze bardziej jednorodnej wymiarowo, łącząc zalety zarówno nanomateriału jak i klasycznego materiału polikrystalicznego o mikro i submikronowej strukturze [16, 19-21, 24].

W światowej literaturze opisano kilkanaście metod wytwarzania materiałów metalicznych o silnie rozdrobnionej strukturze ziaren [10, 11, 17, 19, 20, 22, 23, 25-29]. Pierwsze prace doświadczalne nad takimi sposobami wytwarzania omawianych stopów rozpoczęto pod koniec lat sześćdziesiątych XX w, jednakże, dopiero pod koniec lat osiemdziesiątych i na początku lat dziewięćdziesiątych prace nad tą technologią weszły w fazę przemysłową. Pomimo pojawiających się na rynku, w coraz większej ilości, wyrobów z takich materiałów ilość informacji naukowej w postaci publikacji dostępnych

w powszechnym obiegu jest bardzo niewielka, co świadczy o dosyć skutecznej ochronie tej informacji przez dysponentów wiedzy technicznej i technologicznej przydatnej w produkcji rynkowej.

Od 1997r. w Katedrze Struktury i Mechaniki Ciała Stałego podjęto badania podstawowe i użytkowe nadeutektycznych siluminów o dużej zawartości niklu. W tym czasie zrealizowano dwa międzynarodowe projekty badawcze „MicroAlu” i „AluSiForm” w ramach IV i V Programu Ramowego Unii Europejskiej, które miały na celu zgromadzenie kompleksowej wiedzy na temat materiału i możliwości produkcji z niego, w operacjach przeróbki plastycznej, tłoków do silników spalinowych.

Istnieje powszechne przekonanie, poparte wieloma faktami doświadczalnymi, że własności mechaniczne tworzyw inżynierskich są determinowane przez krytyczne wartości naprężeń aktywujące mechanizmy deformacji lub, dla materiałów z natury kruchych, mechanizmy pęknięcia. Dlatego wydaje się oczywistym, że wiedza na temat mechanizmów płynięcia lub pęknięcia stanowi podstawę dla świadomego sterowania procesami wytwarzania materiałów oraz decyduje o ich racjonalnych zastosowaniach. Dotychczasowe badania własności silnie rozdrobnionych nadeutektycznych siluminów o hybrydowej strukturze, wskazują na stosunkowo duży potencjał plastyczny i specyficzny dla tego materiału sposób realizacji odkształcenia plastycznego z małym udziałem poślizgu dyslokacyjnego. Drobnosiarnista, hybrydowa struktura stopu **AlSi26Ni8** wskazuje na silną komplikację możliwości realizacji odkształcenia plastycznego na drodze klasycznego dla materiałów metalicznych mechanizmu, jakim jest poślizg dyslokacyjny. Zaobserwowano brak umocnienia odkształceniowego z tendencją do mięknięcia odkształceniowego w szerokim zakresie temperatur oraz anomalię zależności własności mechanicznych od wielkości ziarna. Zauważono również niestandardowe zachowanie się materiału podczas testów ściskania i rozciągania polegające na wystąpieniu znacznej, sięgającej 30%, różnicy pomiędzy naprężeniem uplastyczniającym podczas rozciągania i ściskania [19, 23]. Powyższe fakty świadczą o bardzo nietypowych dla materiałów metalicznych zjawiskach zachodzących podczas odkształcenia plastycznego badanego materiału.

W oparciu o powyższe przesłanki, sformułowano temat niniejszej pracy doktorskiej oraz postawiono następujące pytanie naukowe:

**Jaka jest natura i główne cechy mechanizmu odkształcenia plastycznego materiałów o strukturze hybrydowej zawierającej znaczące ilości ziaren nanometrycznych i submikronowych oraz nieodkształcalne plastycznie elementy struktury?**

Dodatkowo postawiono pytania powiązane z pytaniem głównym, a mianowicie:

- Jakie są możliwości umocnienia odkształceniowego rozpatrywanych materiałów oraz jakie są możliwości stabilizacji stanu umocnionego?

- Jaka jest stabilność struktury ziaren powstałych w procesie szybkiej krystalizacji poddawanych procesom deformacji plastycznej na gorąco i obróbki cieplnej?

Poszukiwanie odpowiedzi na powyższe pytania stanowi cel niniejszej pracy.

### 3 NADEUTEKTYCZNE SILUMINY O SILNIE ROZDROBNIONEJ STRUKTURZE

Siluminy należą do najbardziej rozpowszechnionych stopów aluminium. Są to stopy przeważnie odlewnicze, których głównym składnikiem stopowym jest krzem, ale również w mniejszych ilościach takie pierwiastki jak magnez, miedź i nikiel. Dużą zaletą siluminów są ich znakomite własności odlewnicze, bardzo dobra odporność na korozję i niewielka cena, a przy dużych zawartościach krzemu posiadają bardzo wyraźnie obniżony współczynnik rozszerzalności cieplnej. Nie należą do stopów o wysokich właściwościach wytrzymałościowych, ale przy stosunkowo niskiej gęstości ich wytrzymałość właściwa przewyższa wytrzymałość żeliwa i staliwa zwykłego. Ostatnio wykorzystuje się te stopy do przeróbki plastycznej, głównie jako platory innych stopów aluminium stosowanych w technologiach globalnego lutowania.

Aluminium tworzy z krzemem układ eutektyczny przy zawartości krzemu około 12%. Eutektyka aluminiowo-krzemowa krystalizowana w tradycyjnych procesach odlewniczych posiada strukturę płytkową podlegającą modyfikacji chemicznej pierwiastkami alkalicznymi, głównie sodem lub strontem. Modyfikatory te skutecznie rozdrabniają ziarna (kolonie) eutektyki, poprawiając własności wytrzymałościowe odlewów oraz ich skrawalność. O ile technicznie i technologicznie opanowano produkcję modyfikowanych siluminów podeutektycznych i eutektycznych, o tyle technologia wytwarzania siluminów nadeutektycznych nadal sprawia kłopoty ze względu na brak skutecznej metody modyfikacji morfologii i wielkości pierwotnych kryształów krzemu w tych stopach. Długie iglaste kryształy krzemu bardzo niekorzystnie wpływają na własności mechaniczne i całkowicie degradują obrabialność mechaniczną. Modyfikacja fosforem poprawia nieco skrawalność w niektórych siluminach nadeutektycznych, ale nie poprawia w należyтым stopniu wytrzymałości. Dodatek niklu i/lub żelaza do nadeutektycznych siluminów podnosi ich własności wytrzymałościowe w wysokich temperaturach, niestety bardzo silnie pogarsza własności odlewnicze, powodując silną skłonność do pękania odlewów i całkowicie pozbawia ten materiał zdolności do odkształceń plastycznych z powodu silnej tendencji do występowania rozrostu ziaren krzemu pierwotnego i faz aluminiowo-niklowych, już na etapie procesów

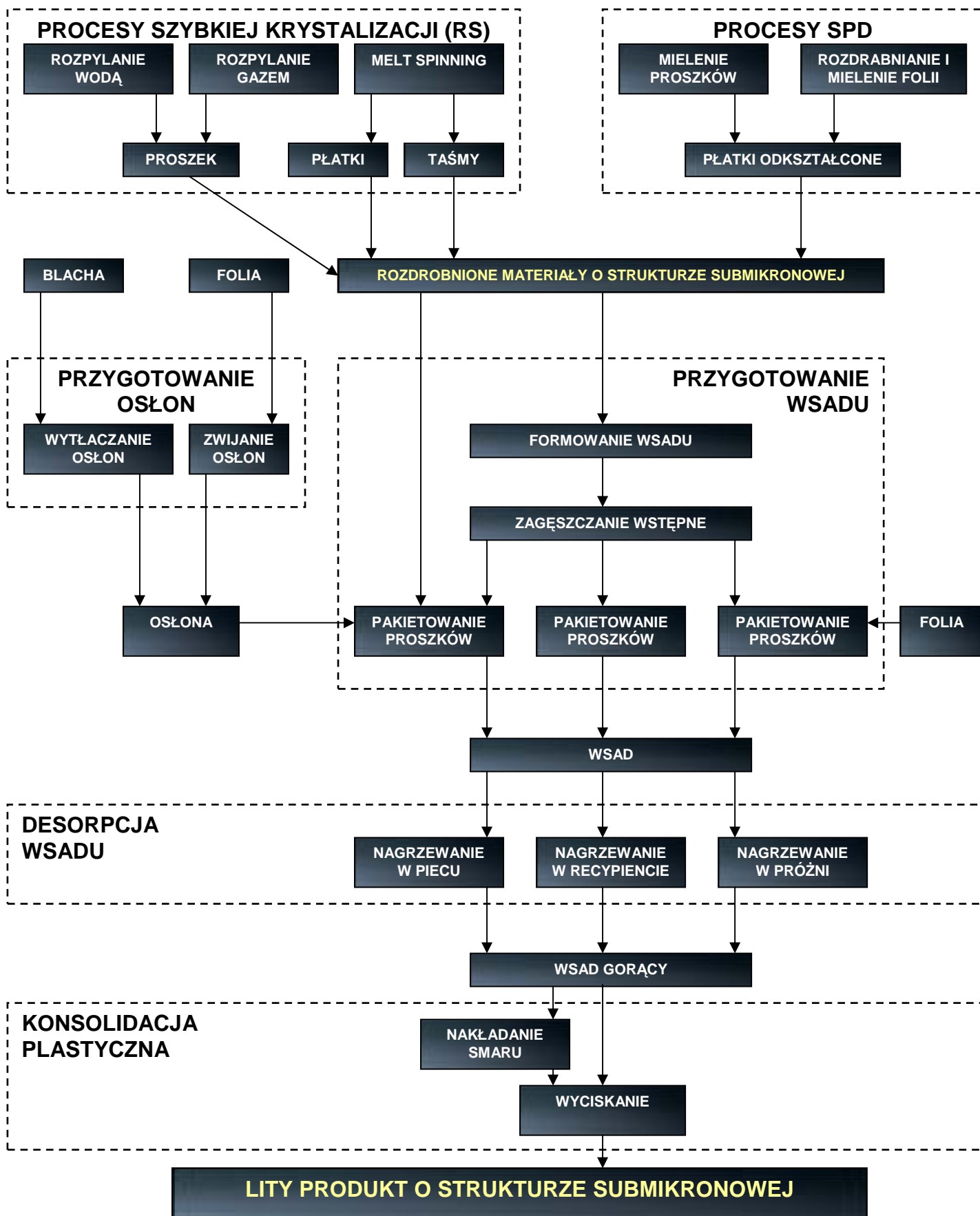
odlewniczych. Do tej pory jest to główną przyczyną ograniczającą zastosowania tych materiałów, których teoretyczne możliwości są bardzo obiecujące.

Nadeutektyczne siluminy w chwili obecnej traktuje się jako typowe stopy odlewnicze i żadna z norm nie przewiduje zastosowania tych materiałów jako stopów do przeróbki plastycznej. Polskie normy wyróżniają dwa takie stopy – AK18 i AK20 natomiast normy ANSI wymieniają trzy produkty 390.0, 392.0 i 393.0. Maksymalna zawartość krzemu w tych stopach wynosi 22% (stop 393.0) a pozostałe dodatki stopowe nie przekraczają 1% z wyjątkiem stopu 390.0, który przy 17% krzemu dopuszcza zawartość do 4,5% miedzi. Stopy te traktowane są jako typowe stopy tłokowe do zastosowań w silnikach bardzo silnie obciążonych, pracujących w podwyższonych temperaturach.

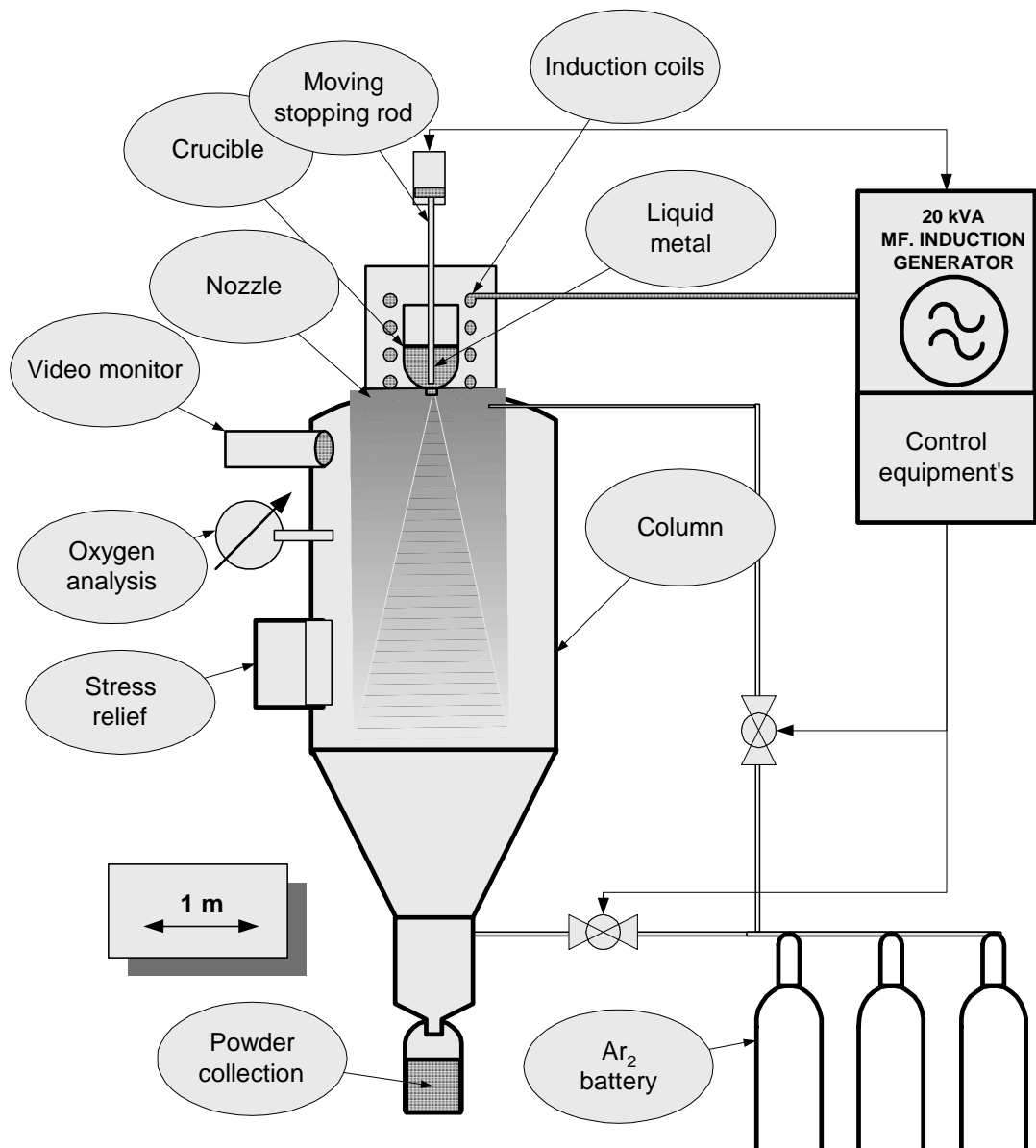
Tradycyjne metody rozdrabniania ziarna materiałów metalicznych nie pozwalają na uzyskiwanie submikronowych rozmiarów ziaren. Jedną z metod niekonwencjonalnych jest metoda szybkiej krystalizacji bazująca na zjawisku modyfikacji przechłodzeniowej, silnie stymulującej zarodkowanie przy jednoczesnym spowolnieniu wzrostu zarodków. Warunki takie są możliwe do uzyskania przy krystalizacji proszków rozpylanych z fazy ciekłej lub odlewania cienkich taśm, gdzie prędkość chłodzenia osiąga wielkości rzędu  $10^5 \div 10^6$  C/s.

Główne atrybuty szybkiej krystalizacji to rozdrobnienie ziarna, ujednoczenie składu, formowanie nierównowagowych krystalicznych lub quasi-krystalicznych faz. W wyniku takiego procesu uzyskuje się proszek lub płatki, z których konstrukcyjnie użyteczną postać można otrzymać poprzez proces konsolidacji. Powszechnie używana w metalurgii proszków metoda konsolidacji dyfuzyjnej w zastosowaniu do stopów aluminiowych jest, niestety, bardzo nieefektywna ze względu na brak skutecznego reduktora tlenków aluminium, zawsze pokrywającego rozdrobnione formy tych materiałów warstwami separującymi, które uniemożliwiają dyfuzyjne przepływy masy w procesie spiekania. Zastosowanie technologii szybkiej krystalizacji i konsolidacji plastycznej w nadeutektycznych stopach aluminium krzem eliminuje ten problem.

Publikowane do połowy lat dziewięćdziesiątych ubiegłego wieku prace, głównie badaczy węgierskich skupionych wokół G. Ziaji oraz grupy z Uniwersytetu w Delft kierowanej przez J. Duszczyka, wykazały możliwość znacznego zwiększenia zawartości krzemu (nawet do 30%) oraz niklu i żelaza (do 10%) w tych stopach przy zastosowaniu technologii wytwarzania opartej na szybkiej krystalizacji (RS) i konsolidacji proszków (PM). W rezultacie zastosowania skojarzonej technologii RS/PM można uzyskać, jak wykazały badania wspomnianych zespołów [7], materiał o znakomitych właściwościach mechanicznych przy tym podatny do przeróbki plastycznej w wysokich temperaturach.



Rys. 1. Metody wytwarzania litych materiałów o strukturze submikronowej z proszków metali



**Rys. 2.** Schemat zestawu do półprzemysłowej produkcji szybko krystalizowanego proszku w atmosferze ochronnej

Do chwili obecnej materiały takie nie zostały ujęte w normach i należy je traktować jako materiały eksperymentalne, niemniej jednak są to materiały o bardzo dużym potencjale aplikacyjnym w wielu dziedzinach techniki. Na diagramie (rys. 1) pokazano schematy technologiczne wytwarzania litych półproduktów o strukturze submikronowej z rozdrobnionych form metali.

Jednym z najprostszych, choć niekoniecznie najbardziej efektywnym wariantem, jest oparcie procesu szybkiej krystalizacji na technice rozpylania ciekłego metalu w gazie obojętnym do komory atomizera wypełnionej takim gazem. Schemat procesu

otrzymywania szybko krystalizowanego proszku metodą rozpylania gazem obojętnym do gazu obojętnego pokazano na **rys. 2**. Proste frakcjonowanie otrzymanego proszku daje możliwość wpływania na wielkość rozdrobnienia struktury w oparciu o doświadczalnie udokumentowany fakt zmiany prędkości chłodzenia (krystalizacji) od rozmiaru cząstki (kropki stopu) powstającej w dyszy atomizera. Dalsze etapy procesu wytwarzania litego półproduktu można oprzeć o konsolidację plastyczną z wykorzystaniem metody wyciskania na gorąco w osłonach (koszulkach) zagęszczonych lub nie zagęszczonych wstępnie proszków po frakcjonowaniu.

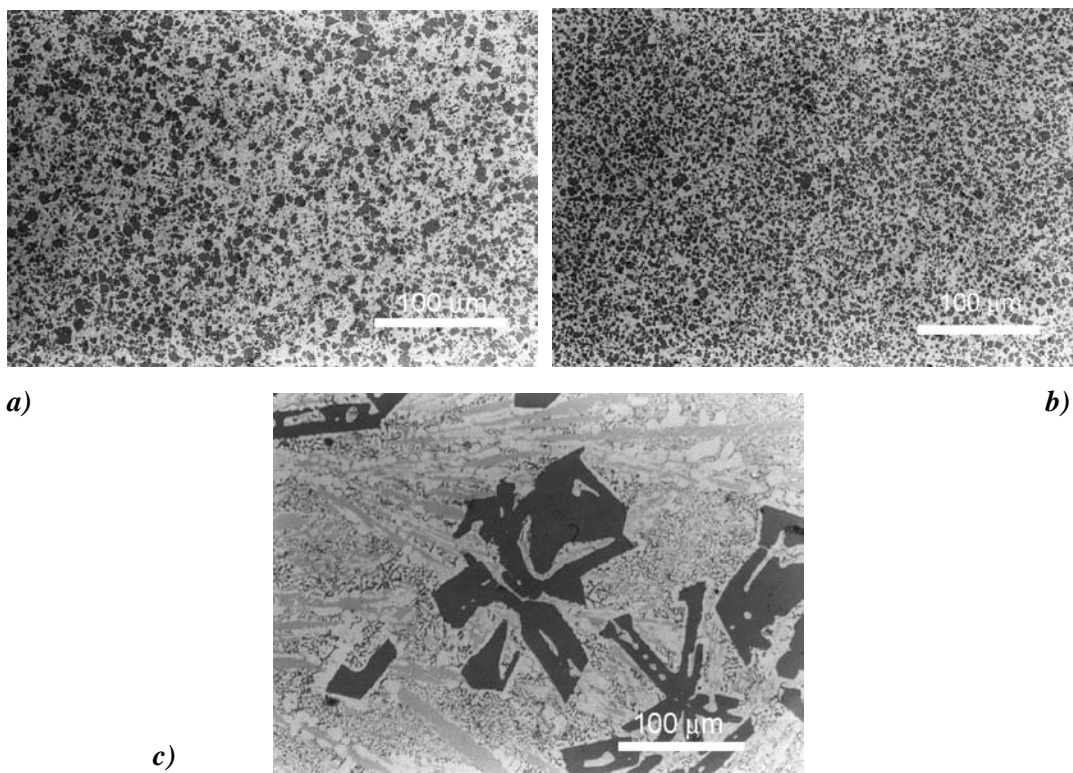
W wyniku opisanego procesu, wyprodukowane materiały posiadają strukturę polikrystaliczną o silnie rozdrobnionym stabilnym ziarnie, którego wielkość nie ulega zmianom w dalszych procesach przeróbki plastycznej. Uzyskane pręty posiadają gładką powierzchnię pokrytą cienką warstwą czystego aluminium i wykazują bardzo dobrą obrabialność mechaniczną.

Typowy obraz mikrostruktury nietrawionego preparatu z materiałów konsolidowanych z dwu różnych frakcji tego samego stopu **AlSi26Ni6** obserwowanych w mikroskopie świetlnym pokazano na **rys. 3 a)** i **b)**. Dla porównania na **rys. 3 c)** pokazano materiał o identycznym składzie chemicznym, ale uzyskany na drodze tradycyjnej technologii odlewniczej. Zastosowanie technologii szybkiej krystalizacji i konsolidacji plastycznej radykalnie zmienia strukturę ziarnistą materiału. Produktem tej technologii jest materiał o bardzo drobnej, równoosiowej (mikronowej) strukturze pierwotnego krzemu otoczonej matrycą eutektyki aluminiowo - krzemowej. Wielkość pierwotnych kryształów krzemu zależy od frakcji cząstek proszku, z którego konsolidowano materiał. Połączenie różnych wymiarowo struktur w jednym materiale pozwala w efekcie otrzymać znacznie bardziej zoptymalizowany pod względem własności wytrzymałościowych i plastycznych materiał, niż materiały o strukturze bardziej jednorodnej wymiarowo, łącząc zalety zarówno nanomateriału jak i klasycznego materiału polikrystalicznego o mikro i submikronowej strukturze [16, 19-21, 24].

Dla materiału konsolidowanego z grubszej frakcji krystality krzemu pierwotnego są wyraźnie większe niż w materiale konsolidowanym z drobniejszej frakcji, ale ich wielkość nie przekracza kilku mikrometrów. W tym drugim materiale wielkość tą oszacowano na połowę poprzedniej (w przypadku tradycyjnie otrzymywanego siluminu nadeutektycznego iglaste ziarna krzemu osiągają wielkość do 500  $\mu\text{m}$ ). Zmiany składu chemicznego w zakresie 24% ÷ 30% Si oraz 5% ÷ 10% Ni+Fe nie zmieniają w zasadniczy sposób obrazu struktury chociaż mają wpływ na właściwości tych materiałów.

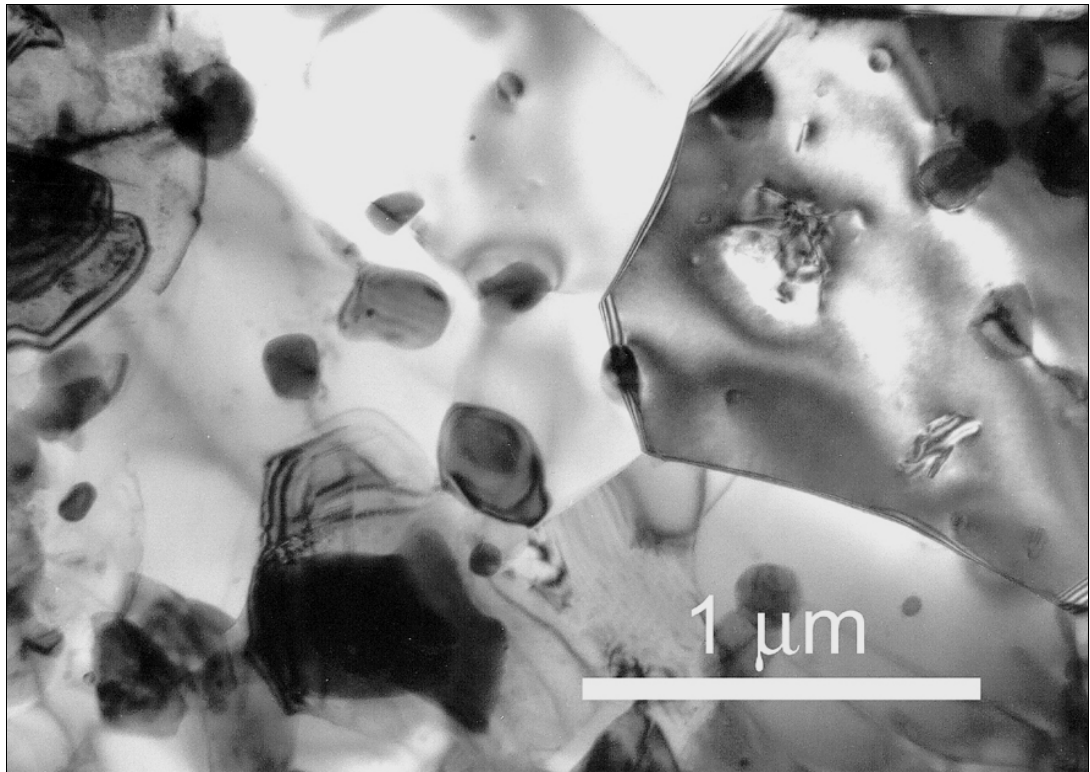
Przykładowe zdjęcia mikrostruktury materiału **AlSi26Ni6** wykonane na mikroskopie elektronowym techniką transmisyjną pokazano na **rys. 4** i **5**. Pierwotne

kryształy krzemu, pomimo ich niewielkich rozmiarów, posiadają często strukturę multikrystalicznych rozet o wspólnym wierzchołku wewnątrz kryształu (**rys. 5**). Wskazuje to na częste występowanie zarodkowania heterogenicznego pierwotnego krzemu przy szybkim chłodzeniu. Oprócz multikryształów obserwuje się również monokrystaliczne ziarna pierwotnego krzemu, niekiedy intensywnie zbliżniaczone. Kryształy pierwotnego krzemu otacza ziarnista mieszanina eutektyczna równoosiowych ziaren krzemu i fazy bogatej w aluminium o wielkości ziaren od ~150nm do ~500nm silnie dekorowana na granicach cząstkami bogatymi w nikiel o wymiarach od ~30nm do ~90nm (**rys. 4, 5** oraz **7**). Szybka krystalizacja całkowicie przebudowuje eutektykę płytkową, charakterystyczną dla siluminów produkowanych metodami tradycyjnymi, w eutektykę ziarnistą.

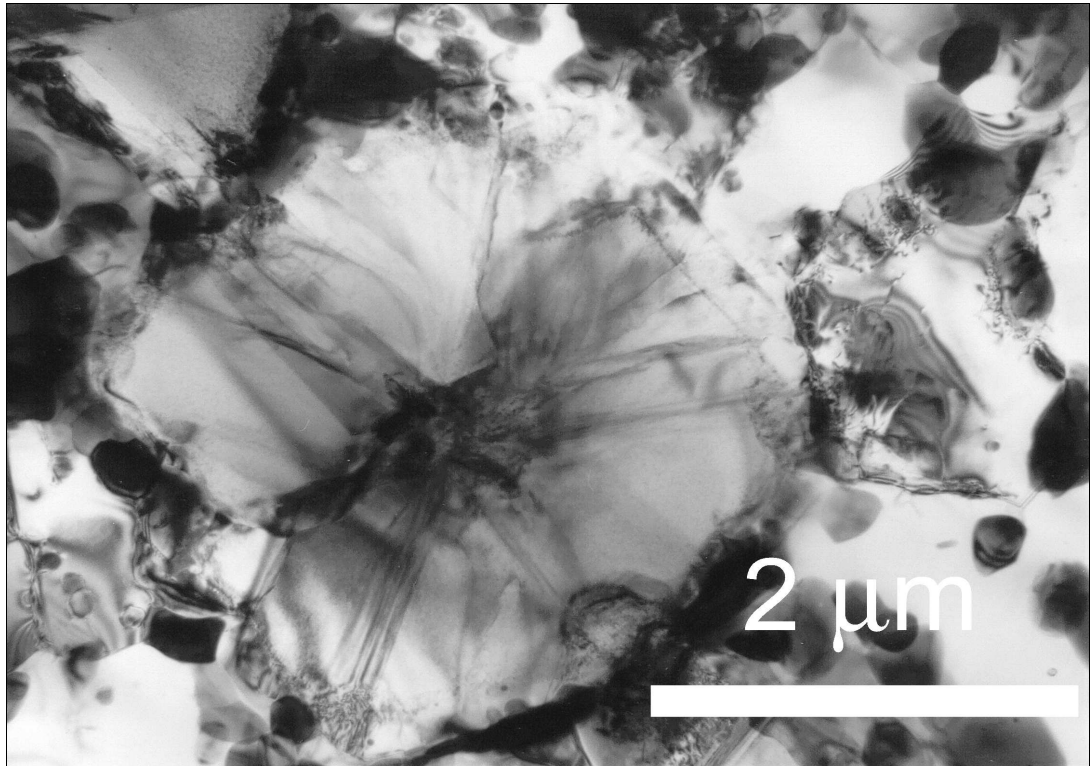


**Rys. 3.** Mikrostruktura materiału **AlSi26Ni6**: a) konsolidowanego z frakcji <0,15mm, b) konsolidowanego z frakcji <0,05mm, c) materiału odlewane tradycyjnie - widoczne iglaste wydzielania krzemu, ciemne to wydzielania faz niklowo-aluminiowych.

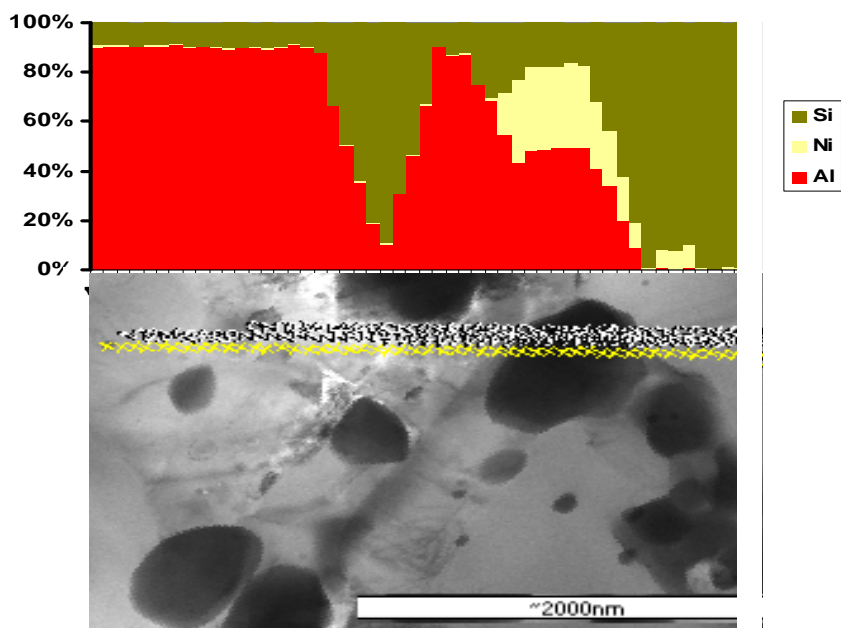
Ogólny obraz struktury dobrze ilustruje wynik obserwacji techniką STEM przedstawiony na **rys. 7**. Struktura materiałów konsolidowanych z różnych frakcji jest bardzo podobna z wyraźnie drobniejszymi kryształami pierwotnego krzemu w materiale konsolidowanym z frakcji drobniejszej.



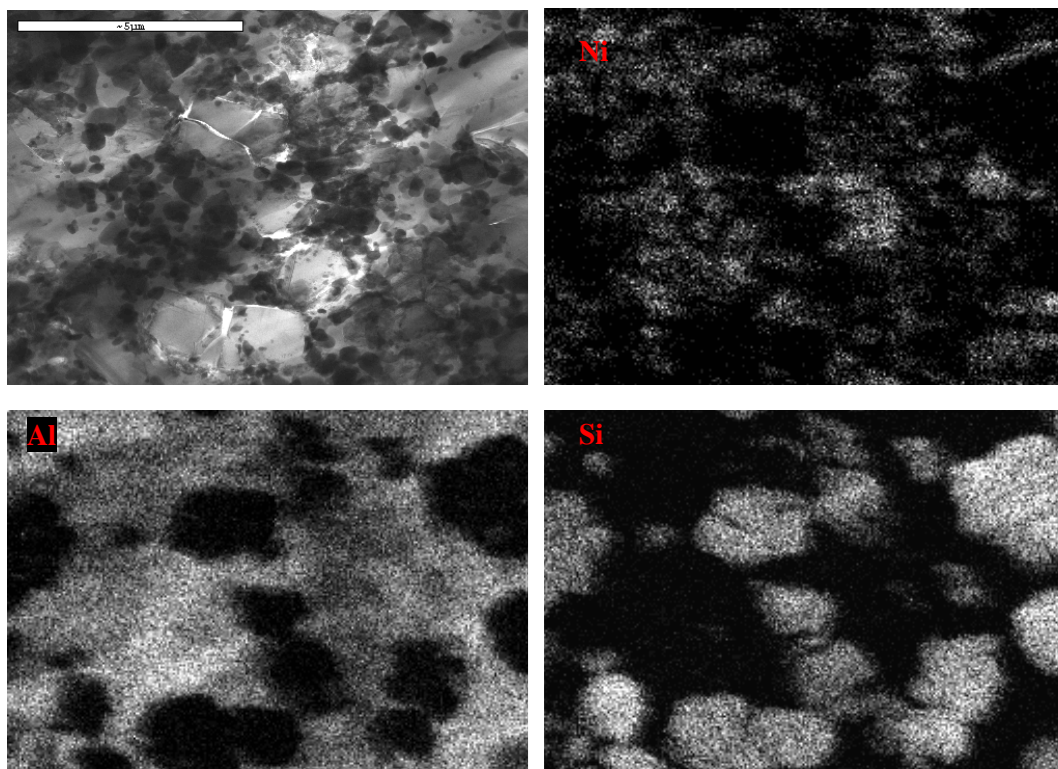
**Rys. 4.** Mikrostruktura materiału  $\text{AlSi26Ni6}$  (PNC) (frakcja proszku  $<0,15\text{mm}$ ) - obserwacja techniką TEM.



**Rys. 5.** Mikrostruktura materiału  $\text{AlSi26Ni6}$  (PNF) (frakcja proszku  $<0,05\text{mm}$ ) - obserwacja techniką TEM.



**Rys. 6.** Przykładowa mapa rozmieszczenia w [%] składników materiału  $AlSi_{26}Ni_6$  – żółta linia wskazuje analizowane punkty



**Rys. 7.** Przykładowa mapa rozmieszczenia składników materiału  $AlSi_{26}Ni_6$ , jasne pola to obszary zajmowane przez poszczególne, główne składniki stopu, widoczne pęknięcia kryształów krzemu, oraz pęknięcia na granicach faz, obszary zawierające Al pokrywają się z obszarami bogatymi w Ni – mikroskop STEM JEOL 2010, powiększenie 10.000x

Generalnie wyniki badań struktury pokazują, że materiał szybko krystalizowany i konsolidowany plastycznie posiada ultra-drobnoziarnistą strukturę pierwotnych kryształów krzemu otoczonych przez sub-mikronową, ziarnistą eutektykę aluminium-krzem stabilizowaną przez nanometryczne wydzielenia faz bogatych w nikiel. Z tego względu materiał ten należy kwalifikować jako materiał o strukturze hybrydowej z przedziału wymiarowego obejmującego elementy nano-, submikro- i ultramikrometryczne. Liczne nanometryczne wydzielenia często lokują się na granicach ziaren eutektyki, blokują ich rozrost zgodnie z efektem Zenera, co stanowi o dużej stabilności termicznej struktury tych materiałów. W materiale istnieje duża ilość nanoszczelin i pęknięć (**rys. 7**), jakkolwiek gęstość analizowanych materiałów jest identyczna, a nawet minimalnie wyższa, w stosunku do odlewanych stopu o takim samym składzie.

Właściwości mechaniczne materiału AlSi26Ni6 prezentuje **tabela 1**. Charakterystyczną cechą jest wysoki poziom własności wytrzymałościowych, ponad dwukrotnie przekraczający poziom tych własności dla tradycyjnych nadeutektycznych siluminów odlewniczych. Zwraca uwagę asymetria własności przy rozciąganiu i ściskaniu, przy czym własności wytrzymałościowe są zawsze większe przy rozciąganiu. Inną charakterystyczną cechą jest bardzo wysoki poziom własności w wysokich temperaturach. Krzywe rozciągania i ściskania (z wyjątkiem krzywej rozciągania w temperaturze pokojowej, gdzie zerwanie na skutek kruchego pęknięcia występowało tuż po osiągnięciu granicy plastyczności) wykazywały bardzo wyraźne zakresy mięknięcia odkształceniowego a niszczenie próbki następowało w wyniku kruchego pęknięcia, bez wyraźnie tworzącej się szyjki.

**Tabela 1.** Właściwości wytrzymałościowe konsolidowanego plastycznie materiału AlSi24Ni6 (proszek <50 $\mu$ m) przy ściskaniu (ind. c) i rozciąganiu (ind. r)

| T, °C | R <sub>cC</sub> , MPa | R <sub>cT</sub> , MPa | R <sub>mC</sub> , MPa | R <sub>mT</sub> , MPa | A <sub>C</sub> , % | A <sub>T</sub> , % |
|-------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|--------------------|
| 20    | 341.8                 | 347.9                 | 462.5                 | 347.9                 | 21.5               | 0.2                |
| 380   | 155.2                 | 169.2                 | 170.0                 | 205.3                 | >50                | 4.9                |
| 460   | 73.4                  | 86.5                  | 83.5                  | 98.4                  | >50                | 15.6               |

Zwracają uwagę dobre własności plastyczne tego materiału w wysokich temperaturach. Przy ściskaniu w temperaturach powyżej 300C próbki odkształcały się stabilnie do końca próby bez wykazywania kruchości. W temperaturze pokojowej próba ściskania mogła być kontynuowana, bez obserwacji pęknięć do odkształceń powyżej 20%.

Przy rozciąganiu odkształcenia do zniszczenia były zdecydowanie niższe, ale naprężenia płynięcia znacząco przewyższały naprężenia płynięcia dla ściskania.

Mając na uwadze również inne właściwości tych materiałów, takie jak bardzo dobra obrabialność mechaniczna, znacznie poprawiona w stosunku do stopów odlewanych odporność na ścieranie, bardzo dobre własności zmęczeniowe i podobną do odlewów udarność przy podniesionym o prawie 40% module Younga. Można uznać, że materiały te tworzą nową generację tworzyw o wielkich perspektywach aplikacji do różnych celów technicznych.

## 4 MECHANIZMY DEFORMACJI PLASTYCZNEJ MATERIAŁÓW O SILNIE ROZDROBNIONEJ STRUKTURZE

Obserwacje doświadczalne tradycyjnych materiałów metalicznych sugerują, że silne rozdrobnienie struktury krystalitów (ziaren) do rozmiarów submikronowych (pomiędzy 100 a 500nm [30, 31]) lub ultradrobnoziarnistych (do kilku mikronów [32]) może być powodem szybkiego wzrostu własności mechanicznych tych materiałów w temperaturach traktowanych tradycyjnie jako niskie [21, 33-50]. Na taką możliwość wskazuje dobrze znana relacja Halla-Petcha:

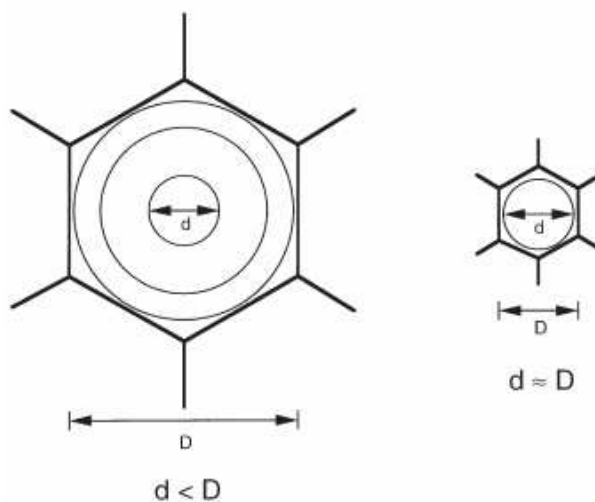
$$\tau = \tau_0 + kd^{-1/2} \quad (1),$$

gdzie:  $\tau_0$  jest naprężeniem potrzebnym do uruchomienia poszczególnych dyslokacji niezależnym od wielkości ziarna,  $k$  jest stałą z wykresu Halla-Petcha, zależną głównie od temperatury i prędkości odkształcenia wzrastającą silnie wraz ze wzrostem ilości składników stopowych, a  $d$  średnicą ziarna [21]. Według klasycznego założenia głównym powodem, dla którego rozdrobnienie struktury wpływa na umocnienie materiału jest zjawisko spiętrzenia dyslokacji przy granicach ziaren, co w rezultacie powoduje wzrost siły potrzebnej do odkształcenia materiału zgodnie z relacją Halla-Petcha. Jednakże zjawisko wzrostu siły i wpływu granic międzyziarnowych jest rozpatrywane na różne sposoby [44]. Część modeli uwzględnia granice międzyziarnowe jako bariery dla ruchu spiętrzeń dyslokacji, co powoduje koncentrację naprężeń i aktywację źródeł dyslokacyjnych w sąsiadujących ziarnach, co w efekcie prowadzi do inicjowania poślizgu z ziarna do ziarna i ciągłe umacnianie się materiału w efekcie zwiększenia ilości dyslokacji. Inne modele podają jako źródło wzrostu naprężenia zgodne z relacją Halla-Petcha, umocnienie odkształceniowe, następujące w skutek zmniejszenia się średniej drogi swobodnej dyslokacji, spowodowane barierami w postaci granic ziaren. Kolejne wyjaśnienia to ograniczenie, wraz z malejącym rozmiarem ziarna, aktywacji poślizgu ze źródeł należących do obszarów przygranicznych, częściowe zakotwiczenie dyslokacji w obszarach granic ziaren, akumulowanie dyslokacji w celu akomodowania gradientów naprężeń pomiędzy obszarami przygranicznymi, a wewnątrz ziaren [51-53]. Można dodać,

iż pomimo licznych teorii, zależność Halla-Petcha jest wyznaczona jedynie na drodze empirycznej [52].

Silne rozdrobnienie ziaren oprócz wzrostu wytrzymałości prowadzi w pewnych zakresach temperatur i prędkości odkształcenia do wzmożonej plastyczności, a niekiedy do nadplastyczności stwarzając tym samym okazję do stosunkowo łatwego formowania plastycznego takich tworzyw. Materiały o ultradroboziarnistej, submikronowej i nanometrycznej strukturze reprezentują nową generację zaawansowanych materiałów, uwidaczniając unikalne i technologicznie atrakcyjne własności z uwagi na rozmiar ziarna i efekty międzyfazowe [51], przy czym na szczególną uwagę zasługują niespotykane mechaniczne własności tych materiałów, jeśli porównać takie cechy jak: wytrzymałość na rozciąganie, odporność na zmęczenie czy plastyczność, w stosunku do materiałów o tradycyjnej gruboziarnistej strukturze [38, 40, 42, 43, 45, 46, 50, 54-56, 58, 59].

Liczne badania materiałów o bardzo silnie rozdrobnionej strukturze wskazują jednak, że w zakresie nanometrycznych wielkości ziaren zależność Halla-Petcha wyraźnie słabnie i posiada tendencje do odwracania się [31, 39, 44, 50, 54, 60- 69]. Jednym z najistotniejszych zjawisk, które spotykamy w silnie rozdrobnionych materiałach jest blokada źródeł Fanka-Reada oraz utrudniony ruch dyslokacji. Oczywistym limitem dla obecności dyslokacji w materiale polikrystalicznym jest warunek, zgodnie, z którym ziarno materiału musi być wystarczająco duże, aby pętla dyslokacyjna mogła się w nim wytworzyć. [47] (**rys. 8**).



**Rys. 8.** Schematycznie przedstawiony limit wielkości ziarna dla wytworzenia pętli dyslokacji

Powyższy warunek można wyrazić za pomocą zależności pomiędzy wielkością pętli dyslokacyjnej  $d$  a wielkością cząsteczki ziarna  $D$  [70]:

$$d(\tau) = D \tag{2}$$

W literaturze badawczej można znaleźć wiele przykładów na to, iż przedstawiony warunek, jest skrajnym warunkiem teoretycznym limitującym prawo Halla-Petcha, w przypadku metali sieci A1 szacowanym na wartość krytyczną  $D = 10$  do  $20$  nm, gdyż w rzeczywistości nieadekwatność zachowania się materiałów o rozdrobnionej strukturze w stosunku do przewidywań teoretycznych można zaobserwować na znacznie wyższym poziomie wymiarowym, niż jest to sugerowane w równaniu (2). Wskazuje to na istnienie procesów deformacji, które znacznie odbiegają w swoim przebiegu od standardowo przyjętych modeli dyslokacyjnych dla polikrystalicznych metali.

Zgodnie z informacjami literaturowymi, można wyróżnić dwa wyraźne trendy w opisywaniu zjawiska nieadekwatności relacji Halla-Petcha do wyników badań materiałów o submikronowej i nanometrycznej strukturze, a co z tym związane, podejmujących analizę możliwych modyfikacji/alternatyw w stosunku do klasycznego modelu przebiegu procesu deformacji polikryształów.

**Pierwszy** trend, przeważający, skupiony jest na zjawiskach dotyczących aspektu fizycznego deformacji plastycznej materiałów silnie rozdrobnionych, takich jak ruch dyslokacji, deformacja przez bliźniakowanie realizowana przy udziale dyslokacji częściowych emitowanych na granicach ziaren, poślizg po granicach ziarn, mechanizmy plastycznego płynięcia oparte na zjawisku dyfuzji (deformacja mechanizmem Coble'a, deformacja poprzez dyfuzję w punktach potrójnych), transformacje struktury granic ziarn towarzyszące odkształceniu takie, jak deformacja poprzez rotację struktur przygranicznych czy też całych ziaren oraz migracja granic ziaren z udziałem ruchu dyslokacji granic ziaren i mechanizmów dyfuzyjnych. W zaproponowanych rozwiązaniach mechanizm, który wymaga mniejszego naprężenia uważa się za odpowiedzialny za realizację odkształcenia.

**Druga** tendencja badawcza, to kierunek, w którym traktuje się materiały o rozdrobnionej strukturze, jako co najmniej dwufazowe kompozyty, gdzie granice i wnętrza ziarn są rozpatrywane jako oddzielne składniki kompozytu, z których każdy posiada zupełnie inne własności mechaniczne. W tych modelach odkształcenia, procesy determinujące deformację są rozpatrywane w kontekście sumy ważonej oporu plastycznego (reguła mieszanin) charakterystycznego dla obszarów materiału przypisanych obszarom wewnątrz ziarn oraz obszarom przygranicznym, co silnie uzależnia te modele od wielkości fazy (strefy) przygranicznej, a co z tym związane, od wielkości ziarna. Przyjmuje się, iż opór plastyczny w obszarach przygranicznych jest mniejszy niż w obszarach ziaren, co odpowiada za odejście od zależności Halla-Petcha wraz z rosnącą objętością frakcji przygranicznej. W tych modelach zwykle nie bierze się pod uwagę

ewolucji defektów i transformacji struktur przygranicznych, które to mogą silnie zakłócać przebieg deformacji.

Każdy z dwóch wymienionych trendów, jako podstawę do analizy odmiennego zachowania, w stosunku do materiałów o konwencjonalnej wielkości ziarna, przyjmuje fakt, iż materiały silnie rozdrobnione charakteryzuje duża objętościowo frakcja obszarów przygranicznych oraz nanometryczne, submikronowe ewentualnie mikronowe rozmiary ziaren wszystkich lub niektórych znaczących frakcji wchodzących w skład materiału. Kilka modeli opisuje ruch dyslokacji, jako główny mechanizm deformacji materiałów silnie rozdrobnionych, zmodyfikowany w stosunku do tych, które są proponowane dla gruboziarnistych materiałów. Jednocześnie podkreśla się, iż proces deformacji plastycznej przebiega z udziałem większym lub mniejszym stref przygranicznych głównie dzięki takim mechanizmom jak poślizg po granicach ziaren oraz transport dyfuzyjny głównie poprzez dyfuzję po granicach ziaren, co zdecydowanie odróżnia te materiały od konwencjonalnych gruboziarnistych materiałów. Konsekwencją przewagi mechanizmów deformacji opartych na aktywnej roli stref przygranicznych są malejące własności wytrzymałościowe wraz ze zwiększającym się rozdrobnieniem ziarna w obszarach wielkości ziaren umożliwiającym uzyskanie takiej przewagi. Dzieje się to jednak zawsze przy wysokich wartościach własności wytrzymałościowych uzyskanych w następstwie rozdrobnienia ziaren w zakresie klasycznej struktury o wymiarach ziaren z przedziału mikronowego. Można dodać, iż z faktem przejścia pomiędzy dwoma odmiennymi mechanizmami odkształcenia przy pewnej wielkości ziaren, zależnej od własności analizowanego materiału, wynika optymalny rozmiar ziaren dla materiału znajdujący się właśnie w obszarze przejściowym, przy którym dochodzi do współdziałania dwu odmiennych mechanizmów deformacji, i osiągnięcia maksymalnych możliwych własności mechanicznych.

## 4.1 MODELE OPISUJĄCE FIZYCZNE ASPEKTY PLASTYCZNEJ DEFORMACJI MATERIAŁÓW O SILNIE ROZDROBNIONEJ MIKROSTRUKTURZE

---

### 4.1.1 ROZWAŻANIA OGÓLNE

---

Trwała zmiana kształtu ciała krystalicznego bez naruszenia stabilności struktury krystalicznej, może być osiągnięta przy wykorzystaniu wielu mechanizmów, zwanych fizycznymi mechanizmami deformacji plastycznej. Podstawowe mechanizmy odkształcenia plastycznego można podzielić na następujące grupy [53, 71-76]:

- niskotemperaturowe odkształcenie plastyczne propagowane przez poślizg dyslokacji,
- bliźniakowanie mechaniczne,
- niskonapężeniowe odkształcenie przez poślizg lub poślizg ze wspinaniem się dyslokacji oraz pełzanie Harper-Dorn'a i pełzanie nie podlegające prawu potęgowemu,
- odkształcenie (pełzanie) dyfuzyjne (po granicach - Coble'a, objętościowe - Nabarro-Herring'a lub złożone z obu wymienionych mechanizmów, oraz pełzanie poprzez dyfuzję w punktach potrójnych),
- poślizg po granicach ziaren realizowany poprzez nadplastyczne pełzanie lub chemiczną dyfuzję wzajemną podczas realizacji wiskozyjnego poślizgu, ewentualnie przez inne mechanizmy umożliwiające wzajemny względem siebie ruch ziaren
- dodatkowo, z uwagi na specyfikę materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, do mechanizmów umożliwiających deformację należy zaliczyć również procesy przebiegające w obszarach przygranicznych determinowane obecnością dyslokacji granic ziaren, jak również wzmożoną dyfuzją odbywającą się w punktach potrójnych, nie związane bezpośrednio ani z pełzaniem Coble'a, ani z poślizgiem po granicach ziaren [61].

Dwa pierwsze z pośród wymienionych mechanizmów zalicza się powszechnie do mechanizmów charakterystycznych dla deformacji w niskich i średnich temperaturach

(do około  $0,5T_m$ ), podczas gdy pozostałe wymienione mechanizmy uchodzą za typowe sposoby odkształcenia dla wysokotemperaturowej deformacji, często współzystające z mechanizmami niskotemperaturowymi, wspomaganymi przez bierne, z punktu widzenia deformacji, procesy odnowy struktury (zdrowienie i rekrytalizacja).

Mechanizmy deformacji plastycznej nie prowadzą do zmiany objętości materiału. Zasada stałej objętości, wynikająca z istoty sieci krystalicznej może być spełniona poprzez dyfuzyjny transport masy, w wyniku, którego destrukcja sieci w jednym miejscu jest równoważona przez jej odbudowę w innej części kryształu lub w wyniku translacyjnego poślizgu części kryształu o wielkość równą wielokrotności periodu sieci [99]. Odkształcenie przez dyfuzyjny transport masy, częste w temperaturach podwyższonych i bardzo małych naprężeniach, charakteryzuje się małą prędkością, toteż jego udział w przypadku klasycznych polikryształów ograniczony jest, według dość powszechnego poglądu, do bardzo wolnych procesów [77]. Jak zostanie zaprezentowane w dalszych częściach pracy, niekoniecznie musi to dotyczyć procesów dyfuzji zachodzących w materiałach o silnie rozdrobnionej strukturze.

Bardziej rozpowszechnionymi mechanizmami deformacji od mechanizmów dyfuzyjnych w zakresie odkształcenia polikryształów, zwłaszcza w niskich temperaturach, są procesy związane z poślizgiem, które mogą być zrealizowane poprzez ruch dyslokacji sieciowych lub dyslokacji granic ziarn. Mechanizm związany z ruchem dyslokacji granic ziarn dotyczy realizacji odkształcenia w obrębie nieciągłości struktury krystalicznej, jaką jest granica i prowadzi do wzajemnego przemieszczenia się całych kryształitów bez naruszenia ich wewnętrznej struktury. Mechanizm taki może być stymulowany absorpcją przez granice ziarn dyslokacji sieciowych i nazywany jest skrótowo poślizgiem po granicach. Ze względu na wymóg spójności materiału w czasie odkształcenia plastycznego, mechanizm ten jest zwykle uzupełniany mechanizmami akomodacyjnymi wewnątrz ziaren jak również w obszarach przygranicznych, które mogą mieć charakter dyfuzyjnego transportu masy lub dyslokacyjnej akomodacji przez dyslokacje sieciowe, ewentualnie mogą to być elastyczne zaburzenia sieci krystalicznej dla bardzo małych przesunięć w stosunku do powierzchni poślizgu wzdłuż granicy ziaren. Akomodacja poślizgu po granicy ziaren poprzez ruch dyslokacji odbywa się głównie poprzez zlokalizowane strefy deformacji przyległe do punktów potrójnych sąsiadujących z blokującym ziarnem lub poprzez poślizg i/lub bliźniakowanie całego ziarna blokującego poślizg po granicach ewentualnie poprzez wspinanie i poślizg w obrębie granicy ziaren. Akomodacja poślizgu po granicach ziaren poprzez dyfuzję zachodzi zarówno w obszarach przygranicznych zgodnie z mechanizmem Coble'a jak również w obrębie ziaren zgodnie z mechanizmem Nabarro – Herring'a. Jak wykazano w [78], zjawiska pełzania

kawitacyjnego również stanowią bardzo istotny czynnik pozwalający na zachowanie spójności materiału podczas poślizgu po granicach ziaren.

Ruch dyslokacji sieciowych realizuje tak zwany poślizg transkrystaliczny, który w niskich temperaturach jest zasadniczym mechanizmem deformacji plastycznej. Należy jednak zwrócić uwagę, że bezwzględna wartość przemieszczenia związanego z pojedynczą dyslokacją ma wielkość rzędu wektora Burgersa. Uzyskanie, zatem makroskopowo mierzalnych odkształceń plastycznych wymaga zaangażowania bardzo dużej liczby dyslokacji. Z uwagi na dalekozasięgowe pole naprężeń każdej dyslokacji, ruch dużej formacji dyslokacji związany jest z koniecznością organizacji czasowo-przestrzennej, powodowanej wzajemnym oddziaływaniem i naturalną tendencją do minimalizacji energii wewnątrz układu. Geometryczne ograniczenia, determinowane przez systemy poślizgu oraz wymogi spójności przy granicach ziaren, mogą indukować kolejne procesy akomodacyjne, oddziałujące na dyslokacje przenoszące odkształcenie plastyczne [77].

Przyjęcie znacznie wyższego współczynnika dyfuzji, z uwagi na silnie rozwiniętą objętościowo frakcję obszarów przygranicznych, umożliwiło przeniesienie mechanizmów odkształcenia charakterystycznych dla procesów wysokotemperaturowych, takich jak zjawiska pełzania (szczególnie pełzanie Coble'a), i poślizg po granicach ziaren (wspomagane przez poślizg i wspinanie dyslokacji, migrację granic i rotację dysklinacji granic ziaren, formowanie nowych faz podczas transformacji faz metastabilnych, emisję dyslokacji sieciowych z punktów potrójnych i z obszarów przygranicznych, powstawanie pęknięć i szczelin akomodujących poślizg po granicach, itp [79, 80]), w rejon niskotemperaturowego odkształcenia materiałów o submikronowej lub nanometrycznej strukturze.

W zakresie fizycznych aspektów deformacji plastycznej, można wymienić 2 stanowiska literaturowe:

- jedno klasyczne, którego przedstawiciele zakładają, iż dominującym w zakresie rozmiarów submikronowych pozostaje odkształcenie realizowane przez poślizg dyslokacji w sieci krystalicznej,
- drugie, którego przedstawiciele uważają, iż klasyczny model odkształcenia nie może egzystować poniżej pewnych krytycznych wielkości ziarna bez znacznych modyfikacji, przy których tradycyjne modele deformacji plastycznej nie odpowiadają zarówno obserwowanym w czasie badań zjawiskom jak i przewidywaniom teoretycznym.

**Wszystkie opisane dalej modele odkształcenia plastycznego dotyczą deformacji odbywającej się w temperaturach pokojowych, jeżeli nie zaznaczono inaczej.**

#### 4.1.2 MODEL ODKSZTAŁCENIA UWZGLĘDNIAJĄCY JAKO GŁÓWNY MECHANIZM POŚLIZG DYSLOKACYJNY W SIECI KRYSZTALICZNEJ

---

Poślizg dyslokacji realizowany jest przez ruch zachowawczy, czyli ruch nie wymagający transportu masy, podczas którego dyslokacja porusza się w płaszczyźnie zawierającej jej wektor Burgersa. Warunkiem ruchu dyslokacji jest działanie na nią siły zewnętrznej o wartości nie mniejszej niż siła Peierlsa-Nabarro. W rzeczywistych kryształach ruch dyslokacji jest ograniczany różnego rodzaju przeszkodami. Szybkość odkształcenia plastycznego jest kontrolowana wzajemnym oddziaływaniem ruchliwych dyslokacji, wpływem na nie pierwiastków stopowych, wydzieleni i granic ziaren oraz siłami Peierlsa-Nabarro. Doświadczenia wykazały, że szybkość odkształcenia zawsze jest eksponentyjną funkcją naprężeń. Wartość wykładnika zależy od kształtu i rodzaju przeszkód, które można podzielić na dwie ogólne klasy:

1. Przeszkody dyskretne, które indywidualnie przeszkadzają w ruchu dyslokacji. Są to np. mocne cząsteczki dyspersyjne lub wydzielienia omijane przez dyslokacje oraz słabe wydzielienia lub las dyslokacji, które są przecinane przez dyslokacje.
2. Bariery rozproszone działające zbiorowo, a więc np. atomy roztworu stałego czy tarcie sieci krystalicznej.

Zakłada się, iż materiały polikrystaliczne o konwencjonalnej, gruboziarnistej strukturze podczas odkształcenia plastycznego na zimno ulegają deformacji na skutek poślizgu dyslokacji sieci, który odbywa się wewnątrz ziaren krystalitów. Granice ziaren przyjmują w takim przypadku rolę przeszkód na drodze dyslokacji, wpływając na wartość naprężenia płynięcia, co zostało wyrażone w prawie Halla-Petcha. Na mechaniczne własności polikryształów gruboziarnistych silnie wpływa ewolucja defektów wewnątrz krystalitów, natomiast ewolucja struktur przygranicznych następująca podczas odkształcenia ma znaczenie marginalne [40].

Powyzsza sytuacja ulega diametralnej zmianie w przypadku rozdrobnienia ziaren do rozmiarów mikronowych i submikronowych. Wraz z malejącym rozmiarem ziarna uporządkowanie jak i gęstość dyslokacji w sieci drastycznie spadają [61, 81, 82]. Brak obecności mobilnych dyslokacji w submikronowych oraz nanometrycznych, a rzadziej w mikronowych ziarnach jest typowy i został bardzo dobrze udokumentowany w badaniach prowadzonych za pomocą techniki mikroskopii elektronowej [81, 83-85], poprzez rozważania teoretyczne i za pomocą dynamicznych symulacji molekularnych [86-97]. W takich materiałach poślizg dyslokacji wciąż może stanowić główny mechanizm

operujący podczas odkształcenia plastycznego, jednakże dyslokacje, nie są tak intensywnie gromadzone wewnątrz ziaren, jak ma to miejsce w materiałach gruboziarnistych. W przypadku ziaren o wielkości submikronowej dyslokacje sieci odgrywają istotną rolę podczas odkształcenia plastycznego, jakkolwiek źródła Franka-Reada są silnie tłumione, a emisja dyslokacji sieci odbywa się przy udziale alternatywnych źródeł leżących w obszarach granic ziaren, takie jak: punkty potrójne, nano i mikropeknięcia [98].

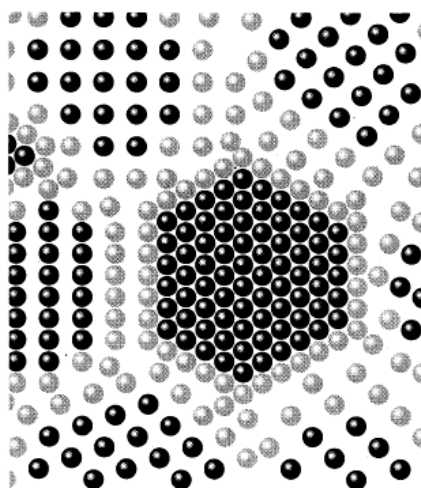
Istnieje bogata literatura dotycząca analizy możliwości odkształcenia plastycznego w materiałach o silnie rozdrobnionej strukturze ziaren na drodze klasycznych, dyslokacyjnych mechanizmów deformacji, (ze wskazaniem ograniczeń dotyczących materiałów o wielkości ziarna poniżej 30 nanometrów) [47, 60, 63, 64, 70, 79, 81, 83, 99-104]. W przypadku rozpatrywania anomalii pojawiających się w wynikach badań eksperymentalnych, najczęstszym wyjaśnieniem zjawiska odejścia od prawa Halla-Petcha jest wskazanie na powstawanie w nanometrycznych ziarnach spiętrzeń dyslokacyjnych, które pozwalają na masowe penetrowanie przez dyslokacje granic ziaren, jednakże spiętrzeń dyslokacyjnych w nanometrycznych ziarnach nie udało się jak do tej pory udokumentować.

Przeciwnie wyjaśnienie zaobserwowanego zjawiska uwzględnia model zaproponowany przez Masumare i innych [60], który zakłada klasyczne spiętrzenie dyslokacyjne w ziarnie jako źródło zależności Halla-Petcha, jednakże z uwzględnieniem limitu dla ilości dyslokacji mieszczących się w malejącym ziarnie materiału. Postulowano, iż zależność pomiędzy naprężeniem a średnicą ziarna, wynikająca z prawa Halla-Petcha, jest zachowana gdyż wraz z malejącą średnicą ziarna naprężenie uplastyczniające wzrasta z powodu malejących spiętrzeń dyslokacyjnych. W sytuacji, kiedy spiętrzenia dyslokacji maleją, większa wartość naprężenia zewnętrznego jest potrzebna, aby doprowadzić do odkształcenia. Gdy liczba dyslokacji w spiętrzeniu spada do jednej, nie ma możliwości dalszego podnoszenia wartości naprężenia płynięcia – możliwość umocnienia przez rozdrobnienie ziarna zostaje nasycona. Powyższy model zawodzi niestety w obszarze rozmiarów ziaren, gdzie obserwuje się obniżenie wartości naprężenia wraz z malejącą średnicą ziarna, nie jest on również zgodny z wynikami badań doświadczalnych prowadzonych na materiałach o znacznie większym rozmiarze ziaren, gdzie dochodzi do załamania się relacji Halla-Petcha.

Kolejne modele odkształcenia silnierozdrobnionych materiałów na drodze mechanizmów dyslokacyjnych [44] uwzględniają zjawisko pełzania, podczas którego, dyslokacje potrzebują określonego czasu, aby zostać zaabsorbowane przez granicę ziaren – wyznaczono odległość wynoszącą do 30nm od granicy ziarna, na którą dyslokacje mogą zostać „wysane” z wnętrza ziarna, jednakże nie istnieje żadne rozwiązanie szczegółowe

wyjaśniające jak takie zjawiska wpływają na odwrócenie prawa Halla-Petcha w zależności od wielkości ziarna. Inny model zakładający zjawisko absorpcji dyslokacji sieci przez granice ziaren, opisuje związek pomiędzy malejącą gęstością dyslokacji sieci wraz ze zwiększającą się frakcją obszarów przygranicznych, co w efekcie powoduje obniżenie się naprężenia uplastyczniającego. Następny model przedstawiony w [44] sugeruje, iż energia obszarów przygranicznych maleje wraz z malejącym rozmiarem ziaren, a co z tym związane, granice ziarn przestają stanowić barierę dla penetracji dyslokacji i następuje obniżenie wartości naprężenia uplastyczniającego. Żaden z powyższych dwóch modeli nie został zweryfikowany na drodze doświadczalnej, nie przedstawiono również teoretycznego wyjaśnienia tych modeli.

W modelu odkształcenia przedstawionym w [105] wyróżniono dwa możliwe mechanizmy zachodzące w odkształcanym materiale, w zależności od wielkości ziarna, spośród których jeden uwzględnia rolę obszarów przygranicznych w przenoszeniu odkształcenia plastycznego. W obrębie wielkości ziaren większych od średnicy krytycznej  $d_{cr}$  postulowane są klasyczne mechanizmy dyslokacyjne i pełna zgodność wartości naprężenia uplastyczniającego z równaniem Halla-Petcha. W przypadku wielkości ziarna mniejszej od  $d_{cr}$  wg autorów [105], materiał zachowuje się jak koherentny, umocniony wydzieleniowo dwufazowy stop, w którym obszary przygraniczne pełnią rolę osnowy, a ziarna, wydzielenia koherentnych z osnową (rys. 9).

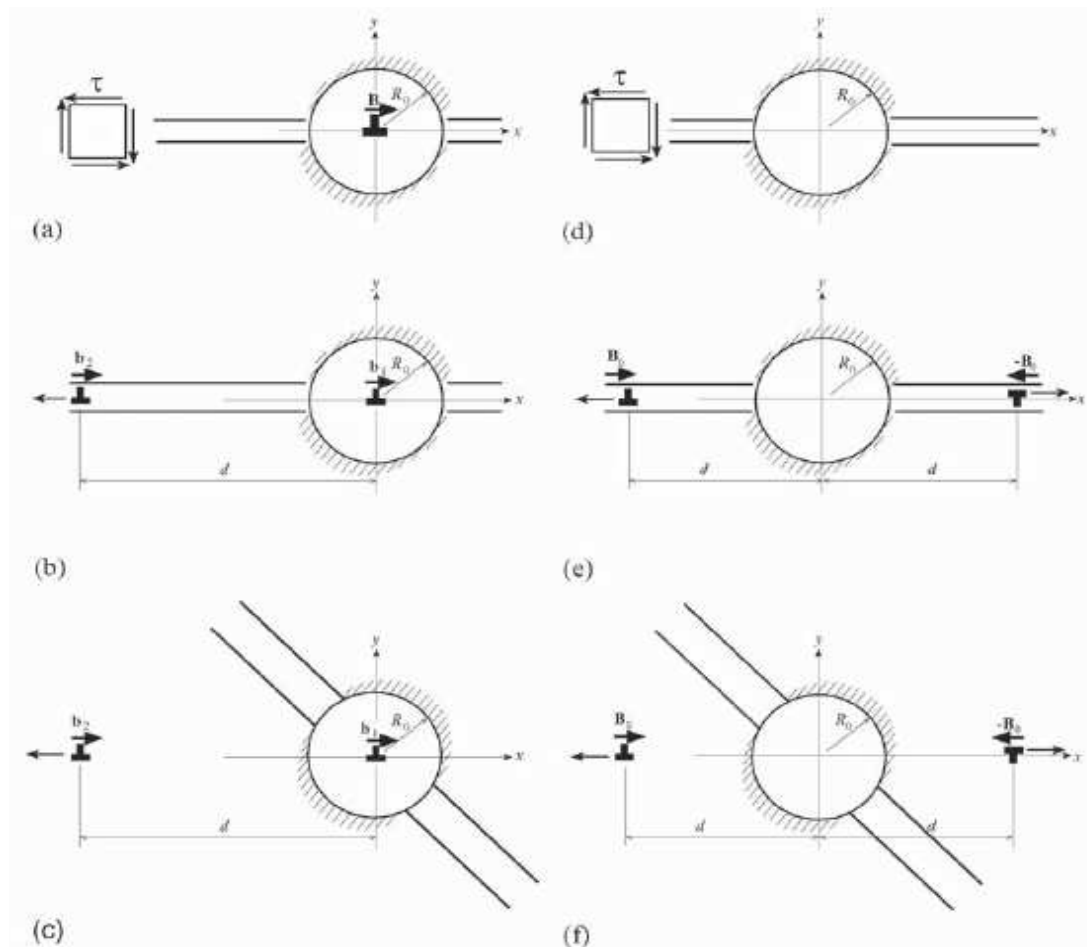


**Rys. 9.** Schematyczna ilustracja polikryształu zawierającego obszary przygraniczne (kolor szary) jako osnowę koherentną z siecią krystaliczną każdego z ziaren (kolor czarny)

W obszarze wielkości ziaren poniżej  $d_{cr}$  naprężenie uplastyczniające materiału jest kontrolowane przez naprężenie uruchomienia dyslokacji, zaś w obszarach przygranicznych, energię powierzchni granicy i objętościowy udział granicy w materiale. Model ten dosyć dobrze pokrywa się z wynikami doświadczalnymi w obszarze, gdzie

prawo Halla-Petcha ulega odwróceniu. Jednakże struktura ziaren w rzeczywistości różni się od struktury obszarów przygranicznych w stopniu wysoce odbiegającym od przyjętego modelu, podobnie dyslokacje w obu tych obszarach (sieci krystalicznej i obszarze granic ziaren) nie różnią się znacząco między sobą charakterem swojej aktywności, inaczej niż to ma miejsce w rzeczywistości, a założona koherentność pomiędzy ziarnami a granicami sąsiadujących ziaren jest dyskusyjna.

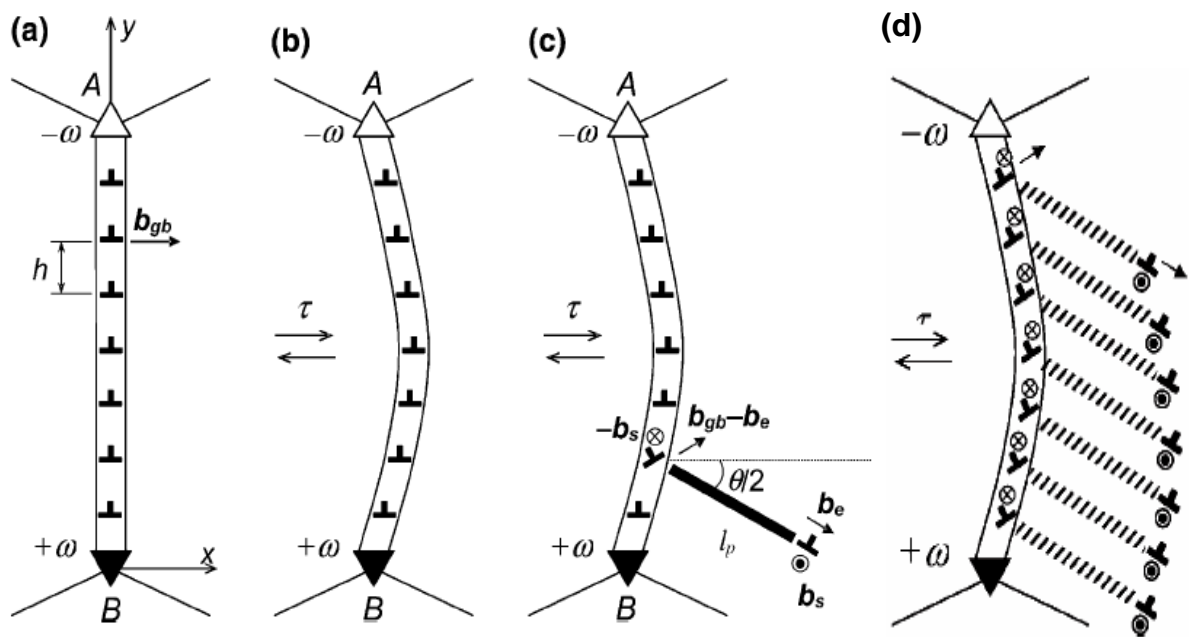
W [98] przedstawiono model emisji dyslokacji z nano/mikroszczeliny (nano/mikropęknięcia) - **rys. 10**.



**Rys. 10.** Emisja dyslokacji sieci oraz granic ziaren z cylindrycznego nanopeknięcia; (a), (b) i (c) rozbite dyslokacje krawędziowej o wektorze Burgersa  $\mathbf{B}$ , w podlegającej przemieszczeniu cylindrycznej pustce, na dyslokacje  $\mathbf{b}_1$  pozostającą w obrębie pustki i dyslokację granic ziaren (b) lub sieci (c) o wektorze Burgersa  $\mathbf{b}_2$ ; (d), (e) i (f) emisja dwóch dyslokacji krawędziowych (e) granic ziaren i (f) sieci, o przeciwnych znakach i wektorach Burgersa  $\mathbf{B}_0$  i  $-\mathbf{B}_0$ , z niepodlegającej przemieszczaniu pustki

Według [98] nanopęknięcia efektywnie emitują dyslokacje o małym wektorze Burgersa pod wpływem wysokiej wartości naprężenia w materiałach charakteryzujących się dużą frakcją obszarów przygranicznych. Podczas emisji dyslokacji z nanopęknięcia, dochodzi do jego wzrostu, co powoduje powstawanie zaobserwowanych podczas doświadczeń plastycznych wgłębień widocznych na płaszczyznach przełomów próbek [98 i referencje tamże]. Przedstawiony model emisji dyslokacji z mikropęknięć wyjaśnia genezę powstawania dyslokacji sieci w warunkach utrudnionego operowania źródeł Franka-Reada, jednakże nie podejmuje zagadnienia fizycznych aspektów operowania dyslokacji sieci w materiale o rozdrobnionym strukturze.

Oprócz zaprezentowanych modeli emisji dyslokacji sieci z obszarów przyległych do pustek/pęknięć, istnieją kolejne modele emisji dyslokacji sieci z obszarów przygranicznych (rys. 11, 12).

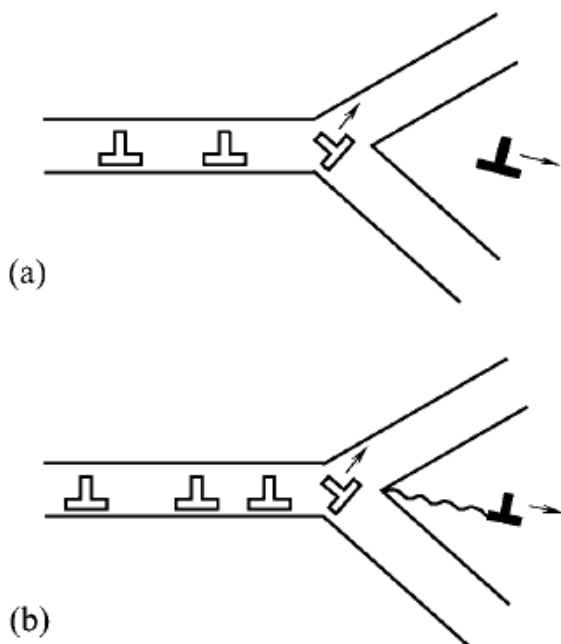


**Rys. 11.** Ewolucja wysokokątowej granicy ziarn zawierającej dyslokacje; a) stan początkowy; b) wygięcie granicy pod wpływem przyłożonego naprężenia; c) indukowane naprężeniem rozdzielanie dyslokacji granicy ziaren, w wyniku, którego dochodzi do emisji częściowej dyslokacji Shockley'a do wnętrza ziarna; za poruszającą się dyslokacją Shockley'a powstaje błąd ułożenia, d) bliźniakowanie występujące na skutek emisji grupy częściowych dyslokacji z obszaru przygranicznego do wewnątrz ziarna; bliźniak zajmuje przestrzeń w której poruszają się częściowe dyslokacje [40]

Zjawiska związane z emisją dyslokacji sieci z obszarów granic ziaren wskazują na możliwość istnienia trzech różnych mechanizmów deformacji w materiałach o silnie rozdrobionej strukturze, spośród których niektóre zostały zweryfikowane doświadczalnie [47, 98, 106-108]:

1. Deformacja poprzez poślizg dyslokacji sieci.
2. Deformacja przez bliźniakowanie.
3. Deformacja z udziałem dyslokacji częściowych na nie przyległych płaszczyznach.

Wymienione mechanizmy, pomimo iż nawiązują do klasycznych mechanizmów opartych o zjawiska poślizgu dyslokacji sieci, w tym przypadku mają swoje źródło w zjawiskach odbywających się w obszarze granic ziaren.



**Rys. 12.** Emisja dyslokacji sieci z punktu potrójnego na granicy ziaren; a) doskonała, b) częściowa dyslokacja wyemitowana ze spiętrzenia dyslokacji granic ziaren w punkcie potrójnym [40,61]

Przedstawione modele, oparte na założeniu, iż realizacja odkształcenia plastycznego w materiałach o silnie rozdrobionej strukturze, przebiega na drodze ruchu dyslokacji sieci, nie podejmują ważnego zagadnienia dotyczącego różnicy pomiędzy rolą dyslokacji w materiale o dużym rozmiarze ziaren i ziaren submikronowych, gdzie dochodzi do silnej interakcji pomiędzy dyslokacjami sieci a dyslokacjami granic ziaren i strukturami

przygranicznymi. Wykazano [81, 100], iż obecność dyslokacji w nanocząstkach lub w agregacie cząsteczek o nanometrycznej lub submikronowej wielkości jest energetycznie niekorzystne, jeżeli wielkość cząstki jest mniejsza od pewnej krytycznej wielkości zależnej od właściwości materiału takich jak moduł Kirchhoffa czy opór stawiany ruchowi dyslokacji. Niestabilność dyslokacji w przypadku drobnych cząstek jest związana z efektem sprężystej interakcji pomiędzy dyslokacjami a powierzchnią swobodną nanocząstki lub granic ziaren przyległych do nanoziaren.

Brak aktywności lub mała aktywność dyslokacji wewnątrz submikronowych i nanometrycznych ziaren nie zmienia faktu, iż dyslokacje, mogą być bardzo aktywnym składnikiem mechanizmu deformacji materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, biorąc udział w odkształceniu realizowanym w obszarach przygranicznych i pełniąc tam analogiczną rolę do roli, jaką pełnią dyslokacje sieci wewnątrz ziaren [82, 109].

#### 4.1.3 MODELE ODKSZTAŁCENIA UWZGLĘDNIAJĄCE JAKO GŁÓWNY MECHANIZM ZJAWISKA ZWIĄZANE Z AKTYWNOŚCIĄ W OBSZARACH PRZYGRANICZNYCH

---

Pomimo prób modyfikacji, istniejące modele dyslokacyjne nadal nie są w stanie wyjaśnić odstępstwa od prawa Halla-Petcha w zakresie submikronowych i nanometrycznych rozmiarów ziaren. W przeciwieństwie do klasycznych modeli mechanizmu odkształcenia plastycznego na drodze poślizgu dyslokacyjnego, powstało wiele modeli wiążących mechanizm deformacji materiałów o silnie rozdrobionej strukturze z aktywną rolą granic ziaren. Udowodniono eksperymentalnie [110 i referencje tamże], iż materiały o ultradrobnoziarnistej strukturze podlegają deformacji plastycznej poprzez poślizg dyslokacji sieci i poślizg po granicach ziaren oraz szereg zjawisk związanych z odkształcaniem materiału z udziałem stref przygranicznych. Dalej zostaną przedstawione teoretyczne modele wyjaśniające udział różnych mechanizmów deformacji i ich kooperację podczas odkształcania materiałów ultradrobnoziarnistych.

W przypadku materiałów o submikronowej lub nanometrycznej budowie szeroko rozpowszechnionym jest pogląd, iż mechanizmy, które w przypadku klasycznych materiałów polikrystalicznych są aktywowane cieplnie powyżej  $0,6 T_m$ , w materiałach wysokorozdrobnionych mogą wystąpić nawet w temperaturach znacząco niższych, w szczególności dotyczy to mechanizmów związanych z dyfuzją po granicach ziaren, w punktach potrójnych, poślizgiem po granicach ziaren, deformacją rotacyjną realizowaną poprzez ruch dyslokacji lub dysklinacji granic ziaren, jak również zjawiskiem pełzania związanym ze wspinaniem się dyslokacji [111].

Granice ziaren to leżące na płaszczyźnie defekty struktury krystalicznej [61], oddzielające od siebie obszary o różnej orientacji krystalograficznej lub różnym typie sieci, które mogą być scharakteryzowane przez stopień koincydencji (granice małego i dużego kąta, granice bliźniacze) lub niedopasowaniem typu sieci (granice międzyfazowe: koherentne, półkoherentne i niekoherentne) [71]. Ułożenie atomów w obszarach przygranicznych, a więc również własności tych obszarów, nie zależą jedynie od konwencjonalnych zmiennych termodynamicznych jak temperatura, ciśnienie czy chemiczny potencjał, ale również od przynajmniej pięciu zmiennych geometrycznych [109]. Koezystencja wielu możliwych konfiguracji stanów obszarów przygranicznych powoduje, iż granice ziaren nie zachowują się w sposób homogeniczny (nawet w obrębie jednego odcinka granicy), nie wykazują również ani jednakowych współczynników

dyfuzyjności, ani jednakowego oporu poślizgu, reagując dynamicznie wraz ze zmianą temperatury, co ma duże znaczenie dla samych własności obszaru przygranicznego, który analizowany w sposób uśredniony daje jedynie mniej lub bardziej przybliżony obraz faktycznego stanu.

Obszary przygraniczne są wydajnymi ujściami wakansów, a w warunkach niedosycenia wakansami, mogą być ich źródłem. Granice ziaren mogą być źródłem istotnego efektu umocnienia w polikryształach. Istnieją cztery główne powody umocnienia w obszarach przygranicznych [97]:

- granice ziaren stanowią barierę dla propagacji poślizgu dyslokacji sieci,
- granice ziaren mogą stanowić źródła dyslokacji,
- anizotropia sprężysta jest źródłem naprężeń w sąsiedztwie obszarów przygranicznych,
- granice stanowią centrum aktywacji dla poślizgu wielokrotnego, podczas gdy wewnątrz ziaren zdominowane są pojedynczym poślizgiem (w przypadku prawidłowej orientacji).

Granice ziaren w materiałach o silnie rozdrobnionej strukturze wpływają na strukturę dyslokacyjną w sposób dwojaki [112]. Z jednej strony ograniczają możliwość rozwoju pętli dyslokacyjnych, zagęszczając strukturę dyslokacyjną i zwiększając lokalne naprężenia, a z drugiej strony, stanowią miejsce, gdzie dochodzi do absorpcji lub emisji dyslokacji sieci [71] (szczególnie w punktach potrójnych [107]) oraz dyslokacji granic ziaren, co skutkuje zanikaniem pól naprężeń szczególnie pod wpływem termicznie aktywowanych procesów (dyfuzyjny transport masy, pełzanie dyslokacyjne, pełzanie dyfuzyjne). Obszary przygraniczne są miejscami wzmożonej dyfuzji, szczególnie w punktach potrójnych, która w przypadku materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze może być kilka razy silniejsza (nawet sześciokrotnie wyższy współczynnik dyfuzji i dwukrotnie niższa energia aktywacji dyfuzji [113-115]) niż w przypadku materiałów gruboziarnistych.

Wymienione niektóre własności granic ziaren, jak również fakt, iż są one amorficzną lub częściowo amorficzną, znaczącą objętościowo frakcją w materiale o rozdrobnionej strukturze, i bardzo dużej, w stosunku do regularnej sieci krystalicznej, dyfuzyjności [116], predestynują obszary przygraniczne do roli istotnych ośrodków przenoszących odkształcenie, alternatywnych w stosunku do sieci krystalicznej wewnątrz ziaren, z użyciem mechanizmów odmiennych od standardowo operujących w polikrystalicznej sieci metali.

#### 4.1.3.1 PEŁZANIE

Przyłożenie stałego obciążenia do materiału powoduje, oprócz natychmiastowego odkształcenia, zapoczątkowanie powolnego procesu deformacji - pełzania, którego prędkość zależna jest od czasu [77]. W niskich temperaturach pełzanie prowadzi do stopniowego zmniejszenia prędkości odkształcenia, natomiast w wyższych temperaturach odpowiadających wysokotemperaturowej deformacji. Po pierwszym parabolicznym stadium, obserwuje się okres stałej prędkości odkształcenia (II stadium pełzania), tożsamy pod względem mechanicznym z klasyczną próbą rozciągania (ściskania) ze stałą prędkością rozciągania (ściskania). Zwykle pełzanie utożsamiane jest z procesami bardzo wolnymi, gdzie prędkość odkształcenia jest mniejsza niż  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ . Jednakże, w przypadku materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, obserwuje się bardzo silny wzrost prędkości takich procesów, a ich dynamika i prędkość nie odbiega od typowych prędkości deformacji dla statycznych testów wytrzymałościowych [77].

Generalnie zjawisko pełzania (odkształcenia wysokotemperaturowego) można przedstawić za pomocą poniższego ogólnego równania zaproponowanego przez Mukherjee'a, Bird'a i Dorn'a:

$$\dot{\epsilon} = \frac{ADGb}{k_B T} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{E}\right)^n \quad (3)$$

,gdzie  $D$  jest współczynnikiem dyfuzji,  $G$  jest modułem sprężystości poprzecznej,  $b$  wektorem Burgersa,  $k_B$  stałą Boltzmanna,  $d$  rozmiarem ziarna,  $p$ ,  $n$  i  $A$  to bezwymiarowe stałe [72, 76, 117].

W przypadku materiałów polikrystalicznych o gruboziarnistej strukturze lub monokryształów, pełzanie w pokojowych temperaturach i wyższych w stanie wysokiego naprężenia jest zdominowane przez mechanizmy dyslokacyjne. W przypadku niskiego naprężenia, mechanizmy pełzania odbywają się najczęściej na drodze dyfuzji. Pełzanie dyfuzyjne początkowo zaproponowane przez Nabarro, dotyczyło transportu dyfuzyjnego pomiędzy granicami ziaren realizowanego poprzez sieć krystaliczną. Następnie Coble zaproponował model pełzania, uwzględniający granice jako optymalne ścieżki dyfuzji podczas pełzania, w temperaturach niższych niż ma to miejsce w przypadku pełzania zgodnie z mechanizmem zaproponowanym przez Nabarro.

Istnieją trzy konkurencyjne w stosunku do siebie ścieżki dyfuzji w polikryształe: obszar sieci krystalicznej, obszar granic ziaren a w nim można wyróżnić punkty potrójne ewentualnie poczwórne [76]. Wartość współczynnika  $p$  dla poszczególnych rodzajów pełzania dyfuzyjnego jest szacowana na:  $p = 2$  dla pełzania Nabarro-Herringa,  $p = 3$  dla pełzania Coble'a oraz  $p = 4$  dla pełzania dyfuzyjnego w punktach potrójnych[46]. Fundamentalnymi procesami, które muszą towarzyszyć dyfuzji są: emisja wakansów na granicach ziaren gdzie dochodzi do transportu masy, transport wakansów pomiędzy granicami oraz absorpcja wakansów na granicach ziaren, gdzie dochodzi do ubytku materiału.

Procesy dyfuzyjne wykazują ze swej natury silną zależność od parametrów wymiarowych struktury, w której zachodzą, z uwagi na to, iż to właśnie rozmiar wpływa bezpośrednio na wielkość gradientu napędzającego te procesy [70, 119]. Podczas pełzania dyfuzyjnego w polikryształe, dyfuzja na granicach ziaren występuje wzdłuż płaszczyzny granicy dwóch sąsiadujących ze sobą ziaren, a wielkość strumienia materii na granicy jest zdeterminowana poprzez wielkość dyfuzji odbywającej się poprzez przyległe punkty potrójne ewentualnie poczwórne [116]. Dodatkowo, rozpatrując zjawiska pełzania w materiałach o rozdrobnionej strukturze należy uwzględnić małą ilość ruchliwych dyslokacji w materiale, silny opór stawiany na drodze dyslokacji sieciowych w postaci granic ziaren, brak spiętrzeń dyslokacji, wysoką dyfuzyjność obszarów przygranicznych, zawierającą komponenty kontrolujące transport masy na granicy takie jak punkty potrójne i poczwórne, oraz ich znaczący udział w objętości materiału. Powyższe cechy, właściwe silnie rozdrobnionym materiałom powodują, iż mechanizmy pełzania dyfuzyjnego, wliczając w to mechanizmy związane z poślizgiem po granicach ziaren, są szczególnie preferowanymi, w stosunku do mechanizmów pełzania dyslokacyjnego [76, 99, 112, 120-123], nawet w warunkach wysokiego naprężenia, które w przypadku struktur gruboziarnistych, wskazywałoby na przejście z pełzania dyfuzyjnego do mechanizmów pełzania dyslokacyjnego [34, 76].

Od wielu lat trwa dyskusja, czy możliwe jest przenoszenie odkształcenia plastycznego w skutek działania pełzania dyfuzyjnego jako mechanizmu dominującego [118]. Przeprowadzone badania wskazują na to, iż w przypadku materiałów o rozdrobnionej strukturze do pełzania dyfuzyjnego (jak również do poślizgu po granicach ziaren [72, 124]) dochodzi także w temperaturze pokojowej [58, 59, 76, 112, 122, 125-127]. W opracowaniach [60, 83, 128] przedstawiono pełzanie dyfuzyjne związane z granicami ziaren (pełzanie Coble'a), ale co charakterystyczne w tym przypadku, zachodzące w temperaturze pokojowej, jako mechanizm odpowiedzialny za anomalie prawa Halla-Petcha występujące w materiałach o wysokim rozdrobnieniu struktury.

Pełzanie Coble'a prowadzi do homogenicznego wydłużenia ziaren wzdłuż osi rozciągania i ściśle zależy od prędkości odkształcenia. Zależność pomiędzy naprężeniem przyłożonym a wielkością ziarna w przypadku pełzania Coble'a przedstawia wzór (4):

$$\tau_c = d^3 \frac{\dot{\epsilon}_c k_B T}{c \Omega \delta_D D_{gb}} \quad (4)$$

,gdzie  $\delta_D$  to szerokość kanału dyfuzji w przybliżeniu równa szerokości granicy ziarna,  $D_{gb}$  to stała dyfuzji dla granicy ziaren,  $\Omega$  – objętość aktywacyjna, zwykle bliska objętości atomowej (dla sieci RSC wynosi  $a^3/4$ ),  $c \approx 14\pi$  to stała proporcjonalności zależna od kształtu ziaren. Powyższe równanie wskazuje na silną zależność pomiędzy wielkością ziaren a naprężeniem, która jest silniejsza i przebiega w odwrotnym kierunku niż w przypadku mechanizmów dyslokacyjnych wyrażonych w prawie Halla-Petcha. Na ogół wyklucza się istotną rolę drugiego mechanizmu dyfuzyjnego (Nabarro-Herringa) związanego z dyfuzją objętościową z uwagi na to, iż w przypadku małych ziaren stała dyfuzji dla mechanizmu NH jest rzędu  $10^6$  razy mniejsza niż w przypadku stałej dyfuzji  $D_{gb}$  [60, 83]. Efekty podobne do operowania mechanizmu NH podczas odkształcenia w temperaturze pokojowej udało się potwierdzić eksperymentalnie jedynie w przypadku ziaren poniżej 10nm i przy naprężeniu progowym rzędu Gb/d.

W przypadku małych ziaren możliwy jest też inny mechanizm niż dyfuzja, powodujący pełzanie. Pełzanie kontrolowane przez obszary przygraniczne - depozycja i usuwanie atomów w rejonach przygranicznych spowodowana poprzez wspinanie się wiązki dyslokacji wygenerowanych na granicy ziaren. Opisany mechanizm powodowałby powstanie zależności pomiędzy wielkością ziarna a naprężeniem ścinającym dokładnie odwrotnej do prawa Halla-Petcha, tzn.  $\tau \propto D^{1/2}$ . Równanie to oraz równanie Halla-Petcha umożliwia określenie rozmiaru ziarna, przy którym opór odkształcenia jest najmniejszy, a co z tym związane, mechanizm odkształcenia przechodzi kolejno z mechanizmów dyslokacyjnych zachodzących wewnątrz ziaren na mechanizmy odkształcenia operujące w obszarach przygranicznych oparte o zjawisko wspinania się dyslokacji.

Mechanizm pełzania Coble'a, w świetle dotychczasowych analiz, nie uzasadnia odstępstwa od prawa Halla-Petcha w zakresie submikronowych wielkości ziarna, a jedynie w zakresie rozmiarów ziaren poniżej 100 nm. Nie udało się, jak dotychczas, na drodze doświadczalnej uwiarygodnić tezy (brak zmiany kształtu ziaren typowy dla dyfuzyjnego pełzania [129]), iż pełzanie dyfuzyjne, którego przebieg byłby zgodny z dotychczasowymi modelami, można by uznać mechanizmem dominującym podczas odkształcenia

plastycznego materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, o wielkości ziaren powyżej 100 nanometrów, szczególnie w temperaturach pokojowych [70].

W literaturze opisano również modele rozważające możliwość pojawienia się jednocześnie wielu mechanizmów deformacji w zbiorze ziaren o zróżnicowanej wielkości. Model przedstawiony w [60] i rozszerzony w [128] a następnie w [83], uwzględnia szeroką dystrybucję wielkości ziarna w danej próbce, a zarazem proponuje złożone rozwiązanie, pozwalające na estymację naprężenia uplastyczniającego w szerokim zakresie wielkości ziaren w oparciu o następujące założenia:

1. Dla materiałów o średnicy ziarna, do pewnego limitu krytycznego, zakłada się zgodność z prawem Halla-Petcha i operowanie klasycznych, dyslokacyjnych mechanizmów deformacji.
2. Wraz z malejącą średnicą ziarna zakłada się wyczerpanie dyslokacyjnego modelu odkształcenia plastycznego.
3. Wraz z przejściem krytycznej wartości średnicy ziarna następuje odwrócenie prawa Halla-Petcha, mechanizmy oparte na poślizgu dyslokacyjnym w sieci zostają wyczerpane a polikryształ rozpoczyna odkształcenie na bazie mechanizmów związanych z dyfuzyjnym pełzaniem Coble'a.

Dla submikronowych wielkości ziaren oba zaproponowane mechanizmy mogą być aktywne jednocześnie podczas odkształcenia plastycznego próbki, w szczególności, jeśli uwzględnić statystyczny rozkład wielkości ziarna w materiale. Biorąc pod uwagę możliwość równoczesnego operowania dwu mechanizmów odkształcenia, oraz dystrybucję rozmiaru ziaren, można przy pomocy powyższego modelu wyjaśnić istnienie strefy charakterystycznej dla zakresu wielkości ziaren, gdzie następuje odejście od liniowej zależności Halla-Petcha, ale nie dochodzi jeszcze do mięknięcia materiału. Z powyższego modelu wynika, iż redukcja rozmiaru ziaren poniżej pewnej wartości, gdzie następuje odwrócenie prawa Halla-Petcha, w celu zwiększenia własności mechanicznych, może okazać się sensowna pod warunkiem, iż zjawiska związane z pełzaniem dyfuzyjnym zostaną ograniczone. Powyższy model sugeruje również, iż w gruboziarnistych polikryształach metali, z uwagi na możliwą różnorodną wielkość ziarna, można znaleźć mikroobszary gdzie dochodzi do odkształcenia poprzez mechanizmy dyfuzyjne. Szczególnym przypadkiem byłby tutaj przykład materiału hybrydowego, gdzie istnieją trzy lub więcej wyraźne rozróżnialne frakcje wielkościowe ziaren w materiale. Zaproponowany model nie uwzględnia wielkości wewnętrznych naprężeń, które mogą wpłynąć na udział poszczególnych mechanizmów deformacji podczas odkształcenia. Nie uwzględnia również obecności cząstek drugiej fazy.

Przyjęcie hipotezy o przynajmniej częściowo dyfuzyjnym charakterze płynięcia materiału o silnie rozdrobnionej strukturze i to w temperaturach, w których w przypadku tradycyjnych materiałów dyfuzyjność jest bardzo mała, wiąże się ze zmianą podejścia do własności użytkowych takich materiałów. W takim wypadku przejście w stan plastyczny nie byłoby kontrolowane progową wartością naprężenia, tylko warunkowane poprzez procesy lepkościowe, które zachodzą przy każdej wielkości naprężenia, co w konsekwencji powoduje, iż parametry reologiczne oraz warunki temperaturowe i to w bardzo wąskim zakresie, byłyby najistotniejszymi czynnikami określającymi przydatność takich materiałów w praktyce konstruktorskiej [21]. Pomimo braku ewidencji dominującej roli podczas odkształcenia w temperaturach pokojowych, zjawiska dyfuzji mogą stanowić bardzo istotny, wręcz niezbędny element procesu deformacji plastycznej, również w temperaturach pokojowych, materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, co zostanie opisane w dalszej części pracy.

#### 4.1.3.2 POŚLIZG PO GRANICACH ZIAREN

Poszczególne ziarna polikrystalicznego materiału mogą przemieszczać się względem siebie. Podczas poślizgu po granicy ziaren, odkształcenie zachodzi w obszarze przygranicznym, a więc w warstwie o grubości rzędu kilku, kilkunastu parametrów sieci. Obszary aktywności takiej deformacji są odseparowane od siebie o odległości związane z wielkością ziarna. Poślizg po granicach ziaren stanowi przykład silnej lokalizacji odkształcenia w skali submikronowej, jeśli wziąć pod uwagę grubość strefy deformacji, bądź skali mikronowej przy uwzględnieniu odległości między strefami deformacji [77].

Poślizg po granicach ziaren zachodzi pomiędzy ziarnami na skutek przyłożonego zewnętrznego naprężenia. Możliwość istnienia poślizgu po granicach ziaren została po raz pierwszy zaobserwowana w 1912 r. przez Rosenhain'a. Wyróżnia się generalnie 2 typy poślizgu po granicach ziaren:

- Poślizg po granicach ziaren Rachingera, podczas którego nie dochodzi do zmiany kształtu ziaren, ale do widocznego przemieszczenia pomiędzy poszczególnymi ziarnami, występuje w warunkach fizycznych odpowiadających pełzaniu dyslokacyjnemu; może, ale nie musi być akomodowany poprzez poślizgi sieci w przyległych ziarnach. Jak wykazały badania [130], poślizg Rachingera zachodzi poprzez ruch dyslokacji granic ziaren.
- Poślizg Lifshitz'a występujący w warunkach pełzania dyfuzyjnego jako konsekwencja kierowanej naprężeniem dyfuzji wakansów. Ziarna podczas poślizgu Lifshitza zmieniają swój kształt, stając się bardziej wydłużone wzdłuż osi naprężenia rozciągającego.

Poślizg po granicach ziaren razem z pełzaniem Coble'a i Nabarro-Heringa oraz transport masy realizowany poprzez mechanizmy dyfuzyjne, jak również pełzanie dyslokacyjne Harpera-Dorna, odbywają się równolegle z uwagi na wzajemnie akomodacyjny charakter tych mechanizmów deformacji. Poślizg po granicach ziaren prowadzi do przemieszczenia się ziaren względem siebie i w ten właśnie sposób realizowane jest odkształcenie, w tym samym czasie procesy pełzania i procesy oparte o poślizg i wspinanie się dyslokacji akomodują poślizg po granicach ziaren, gwarantując koherencję ziaren [118, 131-133]. Podczas pełzania dyfuzyjnego dochodzi do procesów akomodujących (głównie poślizgu po granicach ziaren zgodnie z mechanizmem

Lifshitz'a), gdyż wydłużenie ziaren wzdłuż osi rozciągania wymaga ich wzajemnego przemieszczania się względem siebie [73].

W celu rozróżnienia mechanizmu deformacji od mechanizmu akomodacyjnego wprowadzono następujące rozróżnienie: mechanizmem odpowiedzialnym za odkształcenie plastyczne jest ten, którego udział w przenoszeniu odkształcenia plastycznego jest większy, natomiast rola akomodacyjna przypisana jest mechanizmowi, który w mniejszym stopniu, w stosunku do drugiego, odpowiada za przenoszenie odkształcenia. W sytuacji, kiedy udział w deformacji plastycznej poślizgu po granicach ziaren oraz pełzania dyfuzyjnego jest podobny, mechanizmem akomodacyjnym jest ten, który występuje jako drugi. W przypadku, kiedy oba mechanizmy mają podobny udział i operują w podobnym czasie, oba są symultanicznie przenoszącymi odkształcenie i zarazem oba pełnią symultanicznie rolę mechanizmu akomodacyjnego. Na marginesie można dodać, iż trudno jest ocenić, jaki jest dokładny udział poślizgu po granicach ziaren w całkowitym odkształceniu (stwierdzono, iż udział poślizgu po granicach ziaren podczas deformacji wynosi od 1 do 90% całkowitego odkształcenia [53]), a proponowane metody szacunkowe dają dyskusyjne rezultaty [130, 134, 135].

Poślizg po granicach ziaren jest silnie zdeterminowany obecnością defektów na granicach ziaren. Przemiany, jakim podlegają defekty na granicach ziaren mają silny wpływ na przebieg poślizgu po granicach ziaren, a co z tym związane, wpływają zarówno na strukturę jak i na własności polikryształów [106, 107, 136, 137]. Zgodnie z wynikami badań, poślizg po granicach ziaren jest możliwy, jeżeli na granicy ziaren obecne są mikropęknięcia i/lub mobilne dyslokacje o wektorze Burgersa równoległym do płaszczyzny granicy [82, 138]. Z punktu widzenia geometrii przebiegu poślizgu po granicach ziaren, można wyróżnić poślizg po granicach odbywający się w obrębie indywidualnych ziaren lub poślizg po granicach ziaren odbywający w obszarze przygranicznym przynależnym do grupy ziaren (kooperatywny poślizg po granicach ziaren). Badania wykazały, iż w przypadku, gdy poślizg po granicach ziaren jest mechanizmem dominującym, odpowiedzialnym za przeniesienie odkształcenia plastycznego w materiale, zwykle jest on realizowany na drodze kooperatywnej [136 i referencje tamże].

Kooperatywnemu poślizgowi po granicach ziaren może towarzyszyć kooperatywna rotacją grup ziaren oraz zwykle towarzyszy kooperatywna migracją granic ziaren. Kooperatywny poślizg po granicach ziaren (lub kooperatywna deformacja międzykryształiczna) zakłada sztywne ścięcie materiału zachodzące wzdłuż płaszczyzny ścięcia znajdującej się w obszarze granic ziaren. Istniejące modele przebiegu kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren zakładają towarzyszącą akomodację poprzez

sprężyste odkształcenie a następnie mechanizmy dyfuzyjne i/lub dyslokacyjne [136]. Generalnie uważa się, iż kooperatywny poślizg po granicach ziaren jest możliwy dzięki aktywności ruchliwych dyslokacji granic z towarzyszącą kooperatywną migracją granic ziaren.

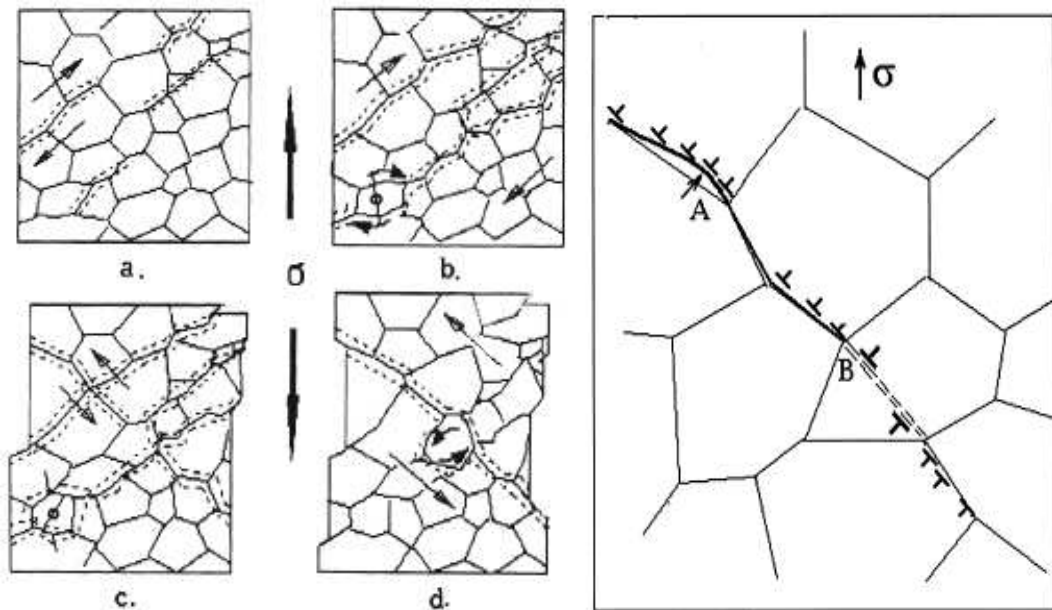
Prędkość odkształcenia realizowana poprzez kooperatywny poślizg po granicach ziaren jest kontrolowana poprzez mechanizmy akomodacyjne. Procesy akomodacyjne, operujące podczas poślizgu po granicach ziaren mogą być podzielone generalnie na sześć zjawisk:

1. Akomodacja na skutek dyfuzji sieci.
2. Akomodacja na skutek dyfuzji zachodzącej na granicach ziaren.
3. Akomodacja na skutek mechanizmów związanych z poślizgiem dyslokacji sieci.
4. Akomodacja na skutek rotacji struktur sieci (ziaren, dysklinacji).
5. Akomodacja na skutek powstawania i propagacji pustek, pęknięć i mikroszczelin.
6. Akomodacja, podczas której dochodzi do połączenia dwóch lub więcej z wymienionych mechanizmów w proporcjach zależnych od wielkości cząstek, temperatury i prędkości odkształcenia [72, 139].

Obserwacje prowadzone na materiałach o silnie rozdrobnionej strukturze, za pomocą mikroskopu sił atomowych, świadczą niezbicie o pierwszorzędnej roli granic ziaren podczas procesu deformacji w przypadku materiałów ultradrobnoziarnistych i to zarówno podczas odkształcenia na gorąco jak i na zimno [140]. Wykazano, iż zlokalizowany poślizg po granicach ziaren jest wysoce prawdopodobny w płaszczyźnie maksymalnego naprężenia ścinającego, czego rezultatem są obserwowane w skali makroskopowej strefy ścinania. Podczas takiego odkształcenia poślizg po granicach ziaren następuje w wyniku ruchu mobilnych dyslokacji znajdujących się na granicach ziaren, których wektor Burgersa jest równoległy do płaszczyzny granicy.

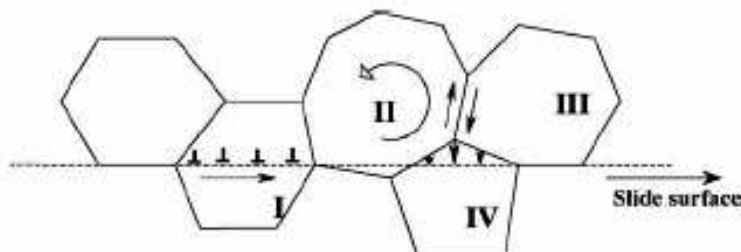
Materiały silnie rozdrobnione mogą być traktowane w skali makroskopowej jako izotropowe, stąd strefy ścinania usytuowane są wzdłuż maksymalnego zewnętrznego, stycznego naprężenia. Powstawanie stref ścinania poprzedzone jest pozycjonowaniem się granic ziaren w jednej płaszczyźnie (**rys. 13**). Proces pozycjonowania realizowany jest na skutek lokalnej migracji granic ziaren oraz migracji punktów potrójnych, co odbywa się poprzez mechanizmy dyfuzyjne (szczególnie w punktach potrójnych) w przypadku materiałów nanokrystalicznych oraz poprzez mechanizmy dyfuzyjno-dyslokacyjne w przypadku materiałów o strukturze submikronowej bądź mikronowej (udział poszczególnych mechanizmów zależy głównie od temperatury, wielkości ziarna i wartości naprężenia). Podczas formowania się strefy ścinania dochodzi również do rotacji ziaren i poślizgu dyslokacji sieci (**rys. 13 i 14**). Z uwagi na wymienione mechanizmy

akomodacyjne może dochodzić do znacznych różnic pomiędzy odkształceniem lokalnym a globalnym.



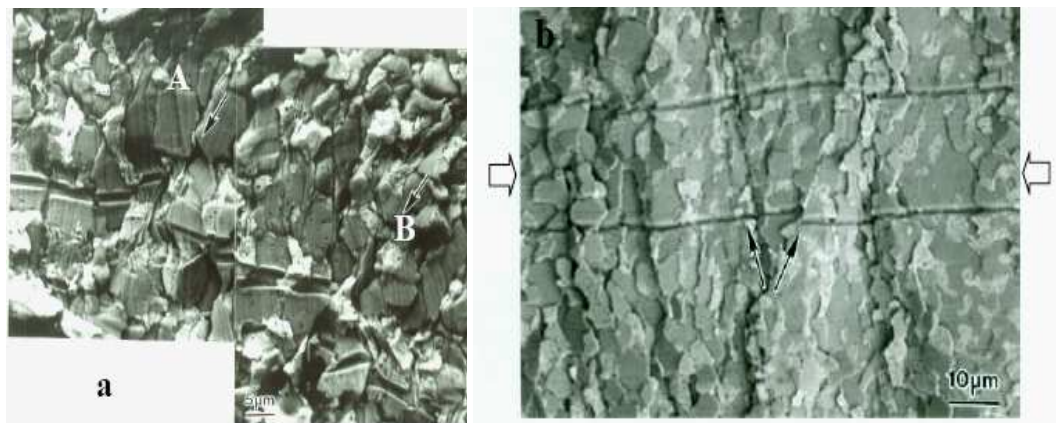
**Rys. 13.** Schemat realizacji odkształcenia poprzez rozwój strefy ścinania powstałej na skutek kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren oraz schemat pokonywania punktów potrójnych przez strefę ścinania kooperatywnego poślizgu po granicy ziaren; **A** – poprzez lokalną migrację granicy ziaren, **B** - poprzez poślizg dyslokacji sieci.

Charakterystyczną cechą kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren jest podział materiału na agregaty bloków krystalicznych przemieszczających się względem siebie. Operowanie jednym lub dwóch systemów płaszczyzn ścinania propagujących się w obszarze przygranicznym w obrębie odkształcanego materiału przedstawiono schematycznie na **rys. 16**. W momencie, gdy dochodzi do operowania dwóch systemów płaszczyzn ścinania (stref ścinania), może odbywać się to symultanicznie lub sekwencyjnie, co udokumentowano na drodze eksperymentalnej [136].



**Rys. 14.** Możliwe mechanizmy podczas formowania się strefy poślizgu w czasie kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren w materiałach ultradrobnoziarnistych: **I** – poślizg dyslokacji, **II** rotacja ziarna, **II-III** poślizg po granicy dwóch sąsiadujących ziaren, **IV** migracja granicy ziarna

Do możliwej rotacji stref ścinania może dochodzić w przypadku konieczności utrzymania wzajemnej równoosiowej struktury stref ścinania, w sytuacji, gdy tylko jeden rodzaj stref ścinania jest aktywny. Warunek równoosiowości w skali makroskopowej jest automatycznie spełniony, gdy operują dwa wzajemnie symetryczne sprzężone ze sobą systemy stref ścinania.

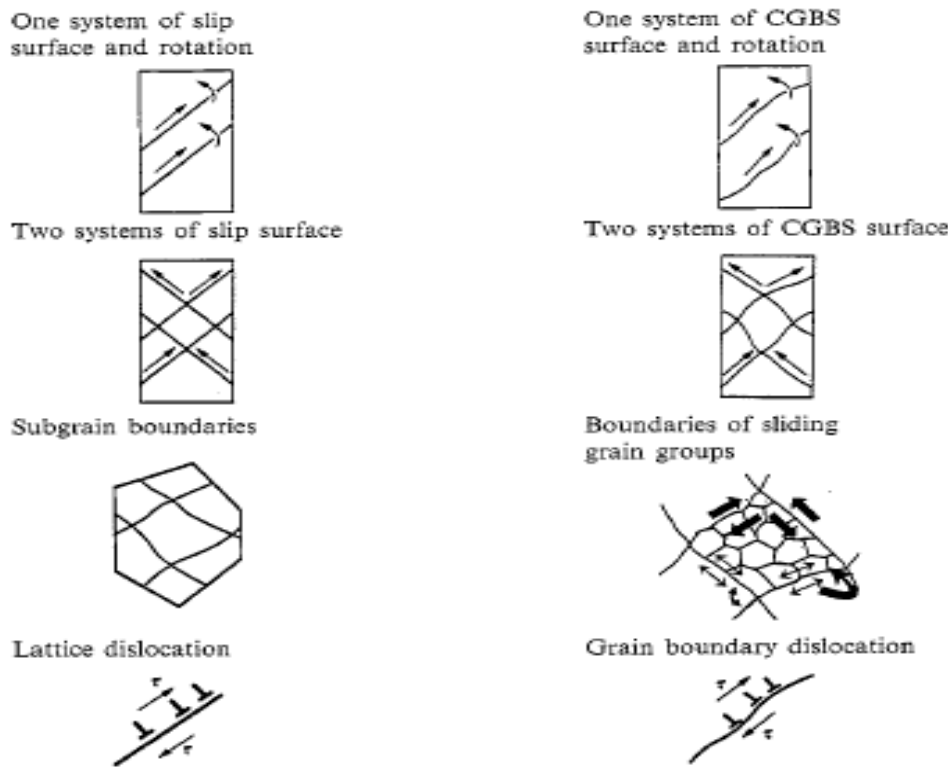


**Rys. 15.** Relief deformacji zrealizowanej przez kooperatywny poślizg po granicach ziaren, na powierzchni stopu Pb62Sn poddanego (a) rozciąganiu i (b) ścisnaniu zgodnie z kierunkiem wskazanym przez duże strzałki – widoczne przesunięcia znaczników referencyjnych (czarne strzałki) oraz strefy przemieszczania się ziaren (poślizgu) [141]

Można zauważyć podobieństwo pomiędzy procesem deformacji zachodzącej poprzez przemieszczanie się krystalitów na skutek kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren, a deformacją zachodzącą poprzez poślizg w pasmach ścinania i to w obrębie zarówno skali makro jak i mikro. W obu przypadkach materiał zostaje podzielony na komórki w odpowiedzi na przyłożone naprężenie zewnętrzne.

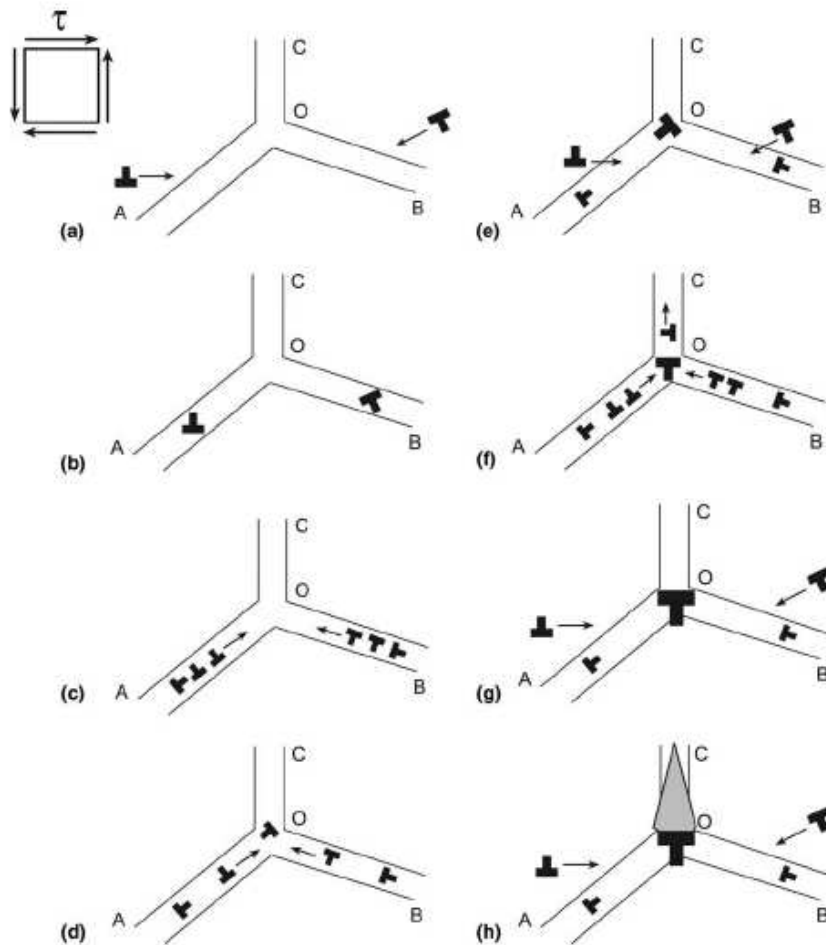
W [44, 110, 142, 143] zaproponowano kooperatywny poślizg po granicach ziaren jako dominujący mechanizm deformacji plastycznej, efektywnie konkurujący z ruchem dyslokacji sieci w przypadku materiałów o mikronowej, submikronowej i manometrycznej strukturze. Jako nośniki odkształcenia plastycznego w skali elementarnej przyjęto konwencjonalne defekty występujące w metalach: dyslokacje sieci oraz dyslokacje granic ziaren o wektorach Burgersa i wielkości rdzenia rzędu parametru sieci. Pod wpływem zewnętrznego naprężenia pojawiające się dyslokacje sieci zostają wyemitowane w kierunku obszarów przygranicznych gdzie zostają absorbowane. Następnie dyslokacje te dysocjują na dyslokacje granic ziaren dwóch typów: dyslokacje poruszające się przez

poślizg oraz dyslokacje poruszające się przez wspinanie z wektorem Burgersa odpowiednio równoległym i prostopadłym do płaszczyzny granicy ziaren (**rys. 17 a-d**). Dyslokacje granic ziaren poruszające się poprzez poślizg w obszarze granic, pod wpływem przyłożonego naprężenia, spiętrzają się w pobliżu punktów potrójnych.

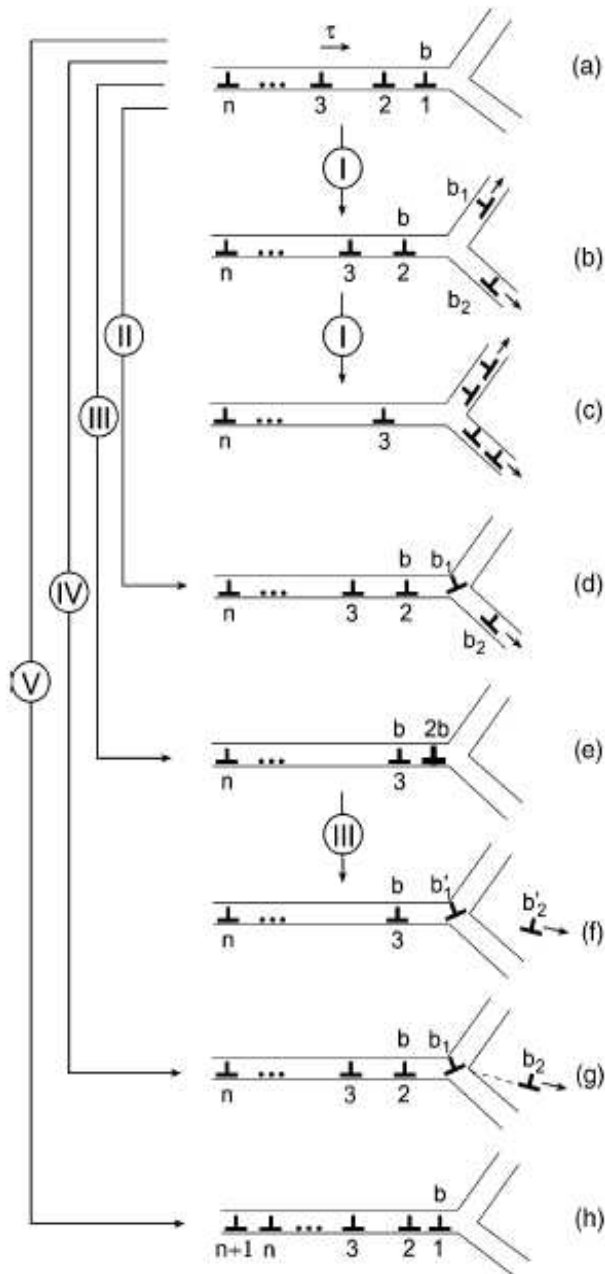


**Rys. 16.** Schematyczna ilustracja porównująca deformację poprzez poślizg dyslokacji sieci (lewa kolumna) z deformacją przebiegającą poprzez kooperatywny poślizg po granicach ziaren (prawa kolumna)

W pracy [111] zaproponowano 5 modeli przemiany spiętrzeń mobilnych dyslokacji znajdujących się na granicy ziaren w punkcie potrójnym (**rys. 18**) [144, 145], w wyniku, których, powstają dyslokacje półutwardzone, szereg dyslokacji wspinających się po przyległych granicach ziaren, doskonałe lub częściowe dyslokacje sieci lub spiętrzenia dyslokacji granic ziaren. Podczas postępującego odkształcenia opisane procesy zachodzą wielokrotnie, doprowadzając do powstania blokady dyslokacyjnej w punkcie potrójnym, prowadzącej do umocnienia odkształceniowego. Blokada dyslokacyjna może przybrać postać półutwardzonej grupy dyslokacji (superdyslokacji) w wyniku obecności, której, narastające naprężenia powodują zarodkowanie pęknięcia w punkcie potrójnym – **rys. 17 g, h**.



**Rys. 17.** Formowanie się półutwardzonej wiązki dyslokacji (superdyslokacji) w punkcie potrójnym i wygenerowanie pęknięcia; (a) dyslokacje sieci poruszają się na skutek przyłożonego naprężenia w obszary granic ziaren, (b) dyslokacje sieci zostają wchłonięte przez obszar granic ziaren, (c) dyslokacje granic ziaren rozdzielają się na wspinające i poruszające się przez poślizg dyslokacje granic ziaren, (d-e) dyslokacje poruszające się przez poślizg ulegają spiętrzeniu w punkcie potrójnym tworząc wiązkę dyslokacji (superdyslokację) – cały proces jest wspomagany napływającymi do obszarów przygranicznych dyslokacjami sieci, (f-g) wiązka dyslokacji granic ziaren (superdyslokacja) ulega rozbiciu na półutwardzoną superdyslokację i dyslokację granicy ziaren poruszającą się po przyległej granicy ziaren, (h) półutwardzona wiązka dyslokacji na skutek generowania pola naprężeń doprowadza do powstania nanopęknięcia w punkcie potrójnym



**Rys. 18.** Przemiany dyslokacji granic ziaren w punktach potrójnych; (a) spiętrzenie dyslokacyjne w punkcie potrójnym, (b-c) czoło spiętrzenia zostaje rozbite na dyslokacje wspinające się po przyległych granicach ziaren, (d) czoło spiętrzenia dyslokacyjnego zostaje rozbite na wspinającą się dyslokację granicy ziaren i zakotwiczoną dyslokację w punkcie potrójnym, (e) zsumowanie się dyslokacji granicy ziaren w zakotwiczoną wiązkę dyslokacji (*superdyslokacja*), (f) rozbitcie zakotwiczonej wiązki dyslokacji w punkcie potrójnym na wspinającą się dyslokację i dyslokację sieci krystalicznej, (g) czoło spiętrzenia dyslokacji granic ziaren zostaje rozbite na zakotwiczoną w punkcie potrójnym wiązkę dyslokacji i częściowe dyslokacje sieci wyemitowane do wnętrza ziarna, generujące błąd ułożenia (przerywana linia), (h) powtórzenie cyklu

## ▪ **Akomodacja poślizgu**

---

Narastające w wyniku poślizgu po granicach niespójności w materiale deformowanym są likwidowane częściowo lub w całości przez mechanizmy akomodacyjne zmierzające do przeciwstawienia się powstawaniu silnych lokalnych koncentracji naprężeń sprężystych wewnątrz materiału. Opisany w poprzednim rozdziale cykl deformacyjny jest akomodowany poprzez proces anihilacji oraz wspinania się dyslokacji po płaszczyznach przyległych do punktu potrójnego granic, powstałych na skutek rozbicia półutwardzonych wiązek dyslokacji w punkcie potrójnym. Powoduje to obniżenie naprężeń narosłych w punkcie potrójnym i mięknięcie [141]. Inne możliwości akomodowania naprężeń powstałych w punktach potrójnych przy udziale transformacji dyslokacji, pokazane na rys. **18 (f)** i **(g)**, to emisja doskonałych lub częściowych dyslokacji sieci.

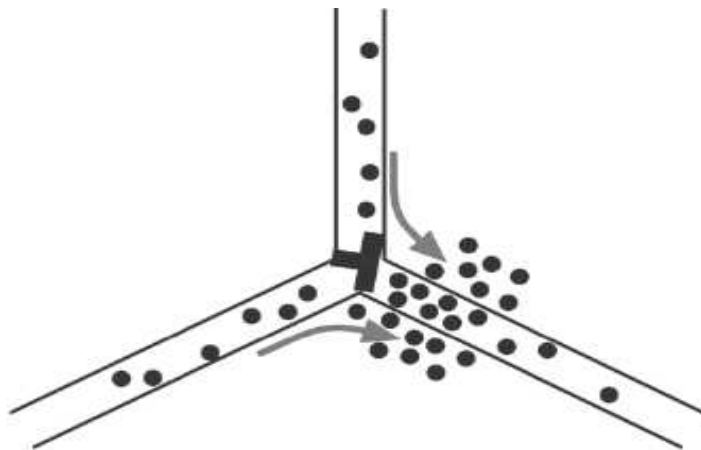
Drugim mechanizmem akomodującym naprężenia w punktach potrójnych jest powstawanie nano i mikro pęknięć, oraz propagacja już istniejących [110] – ten mechanizm akomodacyjny jest opisany bardziej szczegółowo w dalszej części pracy. Kolejnym mechanizmem akomodacyjnym jest dyfuzja atomów pod wpływem naprężeń powstałych w sąsiedztwie punktu potrójnego. Dyfuzja w punktach potrójnych jest szczególnie uprzywilejowana, a w opisywanym przypadku dodatkowo wspomagana, z uwagi na pierwszy mechanizm akomodacyjny (wspinanie się dyslokacji związane ze spiętrzeniem dyslokacji w punkcie potrójnym) na skutek, którego zostaje wyemitowana duża ilość defektów punktowych – tym sposobem mechanizmy dyfuzyjne nie tylko obniżają lokalną wartość naprężeń, ale również eliminują powstawanie pęknięć w punktach potrójnych, co jest niezwykle istotnym mechanizmem z punktu widzenia zapobiegania przełomu i warunkiem wystąpienia nadplastycznego płynięcia.

Wzmoczona dyfuzja na granicy ziaren może na trzy sposoby powstrzymywać zarodkowanie pęknięć w punktach potrójnych:

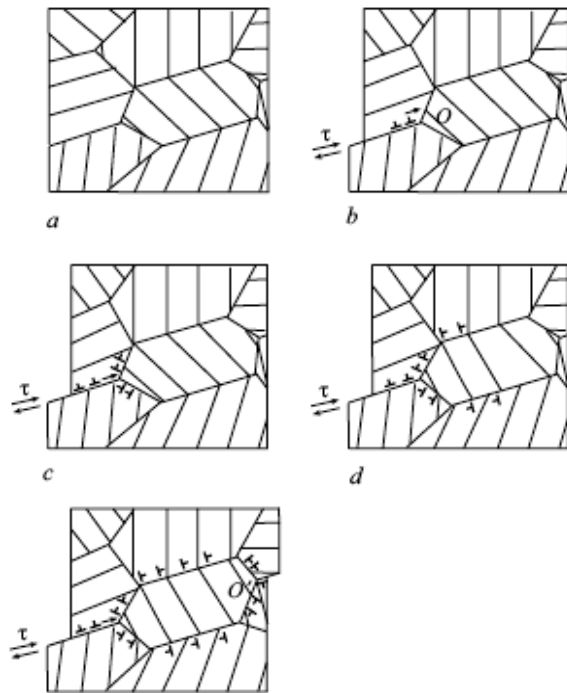
1. Poprzez przyspieszenie procesu wspinania się dyslokacji, co powoduje wzmoczoną anihilację dyslokacji różnoimiennych i obniżenie naprężeń w punkcie potrójnym.
2. Poprzez relaksację naprężeń na skutek dyfuzji międzywęzłowych atomów do regionów, w których półutwardzone dyslokacje w punktach potrójnych generują naprężenie (**rys. 19**).
3. Poprzez intensyfikację zjawisk pełzania dyfuzyjnego w punktach potrójnych oraz pełzania Coble'a, które w pewnych warunkach mogą pełnić rolę głównego mechanizmu odpowiedzialnego za proces odkształcenia [144].

Dyfuzyjne zapobieganie powstawaniu pęknięć jest bardziej intensywne w przypadku materiałów o bardzo silnie rozdrobionej strukturze (nanomateriały), gdzie duża gęstość punktów potrójnych i mała odległość pomiędzy nimi zapewnia optymalne warunki do efektywnego dyfuzyjnego transportu masy. Z uwagi na wzmożoną dyfuzyjność znaczenie poślizgu dyslokacji sieci zanika wraz ze zmniejszającą się wielkością ziarna a takie mechanizmy jak pełzanie dyfuzyjne Coble'a oraz transport dyfuzyjny w punktach potrójnych stają się najistotniejszymi mechanizmami kontrolującymi poślizg po granicach ziaren. Poślizg po granicach ziaren zachodzi z zarodkowaniem mikroszczelin w przypadku, gdy dyfuzyjny transport masy jest niewystarczający, a wzrasta znaczenie opisanego mechanizmu zasilanego przez dyslokacje sieci, jak to ma miejsce w materiałach o submikronowej bądź mikronowej wielkości ziarna.

Z opisanym zjawiskiem akomodacji dyfuzyjnej, jest również związany kolejny mechanizm akomodujący poślizg po granicach ziaren, którym jest eksperymentalnie udowodnione zjawisko rotacji ziaren [84] (**rys. 20**). Do kooperatywnej rotacji ziaren dochodzi jedynie w przypadkach wysokiej dyfuzyjnej akomodacji poślizgu po granicach ziaren – w przypadku wystąpienia rotacji ziaren nie obserwowano zarodkowania mikropęknięć, a materiał ulegał odkształceniu nadplastycznemu. Rotacja ziaren zanika wraz z podniesieniem powyżej pewnej krytycznej wartości temperatury odkształcenia, gdzie mechanizmem całkowicie kontrolującym plastyczne płynięcie jest dyfuzja, a naprężenia ścinające na granicach ziaren są bliskie zeru [147].



**Rys. 19.** Dyfuzyjny przepływ atomów międzywęzłowych zgodny z gradientem naprężeń generowanych przez półutwardzoną wiązkę dyslokacji.



**Rys. 20.** Synchroniczny proces poślizgu po granicach ziaren i obrotu ziarna w odkształcanym nanomateriale; (a-b) poślizg po granicach ziaren, (c-d) rozdzielenie dyslokacji granic ziaren w punkcie potrójnym na dyslokacje wspinające się formujące 2 ściany wspinających się dyslokacji, których ruch jest związany z obrotem sieci krystalicznej, (e) wspinające się dyslokacje spotykają się w następnym punkcie potrójnym gdzie dochodzi do kontynuowania poślizgu po granicach ziaren poprzez poślizg dyslokacji granic ziaren

Niskotemperaturowa dyfuzyjna akomodacja i rotacja są związane wspólnym elementem napędzającym oba wymienione zjawiska [148, 149]. Zarówno dyfuzyjną akomodację jak i rotację ziaren umożliwiają dyslokacje granic ziaren spiętrzone w punktach potrójnych i następnie rozbite na wspinające się dyslokacje, jak zostało to pokazane na **rys. 20** [148]. Powyższe procesy są również, nie bezpośrednio, wspomagane poprzez absorbowane w obszarach przygranicznych dyslokacje sieci poruszające się pod wpływem przyłożonego naprężenia, transformowane na mobilne dyslokacje granic ziaren, co opisano wcześniej. Utworzenie dwóch wiązek wspinających się dyslokacji wzdłuż granic przyległych do punktu potrójnego umożliwia rotację ziaren oraz napędza dyfuzję poprzez generację wakansów.

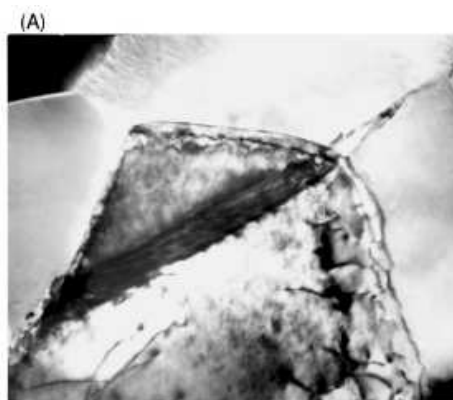
Równowaga pomiędzy mechanizmami umacniania i mięknięcia operującymi podczas kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren, czyli równowaga pomiędzy emisją dyslokacji sieci, ich dysocjacją na dyslokacje granic ziaren, i tworzeniem się spiętrzeń w punktach potrójnych a anihilacją dyslokacji granic ziaren w punktach potrójnych, ich rozbitiem na wspinające się dyslokacje, powstawaniem pustek (pęknięć), rotacją ziaren i dyfuzją atomów w obszarach przygranicznych jest możliwa tylko w wąskim zakresie temperatur i prędkości odkształcenia, w przeciwnym wypadku dochodzi do silnej lokalizacji płynięcia (w przypadku mięknięcia) ewentualnie poprzedzonego silnym umocnieniem się materiału [146, 150].

Analiza przeprowadzona w [151] wskazuje na istnienie pewnej progowej wartości naprężenia, przy której dyslokacje granic ziaren są w stanie przejść punkt potrójny, które w przypadku materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, z uwagi na dużą ilość punktów potrójnych, warunkuje wartość naprężenia płynięcia podczas odkształcenia propagowanego przez kooperatywny poślizg po granicach ziaren. Uważa się, iż zjawisko pokonywania bariery dyslokacyjnej w postaci punktu potrójnego, wraz z ewolucją struktury defektów są głównie odpowiedzialne za efekt umocnienia, stwierdzony doświadczalnie [152-155], pojawiający się również podczas odkształcenia nadplastycznego materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze.

W związku z powyższym, autorzy [111] zaproponowali wprowadzenie podziału punktów potrójnych na twarde, związane z równowagową strukturą i małymi kątami granic, przy których nie dochodzi do rozbicia spięrzeń dyslokacyjnych oraz miękkie, w których następuje rozbicie spięrzeń dyslokacyjnych w danych warunkach obciążenia. Wg [111] stosunek ułamka objętościowego miękkich punktów potrójnych ( $F_s$ ), związanych z nierównowagowym stanem materiału, do twardych ( $F_h$ ) może efektywnie charakteryzować udział poślizgu po granicach ziaren w odkształceniu plastycznym, i co z tym związane, stanowi istotny parametr silnie połączony ze strukturą, opisujący własności drobnoziarnistych materiałów poddanych zewnętrznym naprężeniom. Przeprowadzona analiza wykazała, iż stosunek  $F_s/F_h$  jest determinujący dla dominującego mechanizmu deformacji – materiały o wysokim współczynniku  $F_s/F_h$  wykazują intensywny poślizg po granicach ziaren przy naprężeniu niższym niż specyficzne dla innych mechanizmów deformacji. Podczas obróbki cieplnej ilość mobilnych dyslokacji granic ziaren oraz wartość  $F_s/F_h$  maleje, maleje również gęstość wakansów wspomagających dyfuzyjny transport masy w punktach potrójnych, co powoduje zauważalny wzrost własności i spadek plastyczności w przypadku materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, a mechanizm poślizgu po granicach ziaren zostaje zastąpiony mechanizmami odkształcenia opartymi o zjawisko pełzania dyfuzyjnego w szczególności w punktach potrójnych z udziałem rotacji ziaren w przypadku nanomateriałów [148], lub odkształceniem przebiegającym z głównym udziałem poślizgu dyslokacji sieci.

Punkty potrójne granic, gdzie dochodzi do połączenia różnie zorientowanych względem siebie płaszczyzn granic, pełnią rolę przeszkód na drodze ruchu dyslokacji granic ziaren. Aby pokonać te przeszkody, struktury przygraniczne ulegają transformacji poprzez lokalną migrację granic ziaren. Wg autorów [142] zjawisko to jest podobne w swoim charakterze do zjawisk występujących podczas wysokotemperaturowego poślizgu po granicach ziaren zachodzącego w czasie nadplastycznego odkształcenia. Z przeprowadzonych eksperymentów [105, 156, 157] wynika, iż migracja granic ziaren

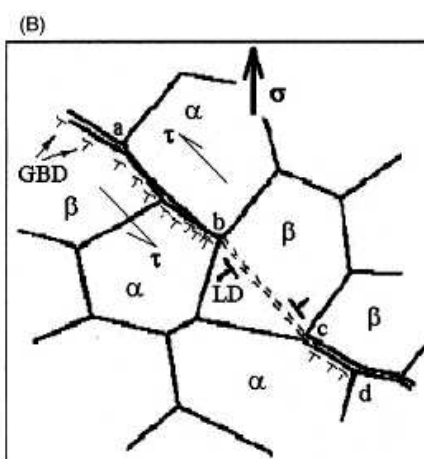
powoduje transformację twardych punktów potrójnych w miękkie oraz zapewnia możliwość formowania chwilowej płaszczyzny zespołu granic ziaren w postaci strefy ścinania (rys. 21, 22) i w efekcie pojawienia się strefy zlokalizowanego plastycznego płynięcia, wzdłuż której następuje plastyczne ścinanie realizowane poprzez proces kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren [55, 84, 100, 158].



**Rys. 21.** Formowanie się strefy ścinania podczas kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren;

(A) zdjęcie TEM drobnoziarnistego Zn22Al uwidaczniające strefę ścicia

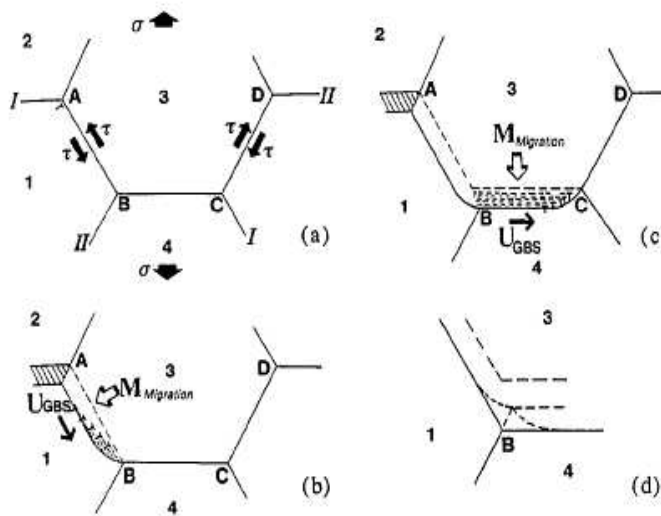
(B) schemat powstawania strefy ścicia



Podczas przejścia dyslokacji przez punkt potrójny dochodzi do utworzenia półutwardzonej wiązki dyslokacji. Ten proces powoduje jednocześnie translację punktu potrójnego i akomodacyjną migrację granicy ziaren, co z kolei zmniejsza jej długość i energię ustawiając ją bardziej równoległe do sąsiedniej granicy, czego efektem jest obniżenie umocnienia powodowanego interakcją dyslokacji z punktem potrójnym (rys. 23), oraz wyraźny efekt mięknięcia podczas odkształcenia. Zostało to zaobserwowane doświadczalnie, jako silnie zlokalizowane plastyczne płynięcie związane z migracją sąsiadujących granic ziaren do pozycji równoległych [159]. Według [160] do migracji granic ziaren dochodzi nie tylko na skutek ruchu dyslokacji granic ziaren czy dyslokacji sieci, ale również na skutek opisanych wcześniej modeli emisji lub absorpcji dyslokacji

w punktach potrójnych i pozostałych obszarach granic ziaren oraz, jak w przypadku nanometrycznych ziaren lub w warunkach podwyższonych temperatur, na skutek dyfuzji.

Lokalna migracja granic ziaren zachodzi bardziej efektywnie niż inne mechanizmy akomodacyjne przebiegające na drodze dyfuzji, z uwagi na bardzo małą, rzędu grubości obszaru przygranicznego, drogę dyfuzji. W przypadku większych ziaren, migracja granic ziaren jest powodowana kombinacją wymienionych mechanizmów, przy czym udział dyfuzji maleje wraz ze wzrostem średnicy ziaren (odległość pomiędzy punktami potrójnymi wzrasta a ich gęstość maleje).

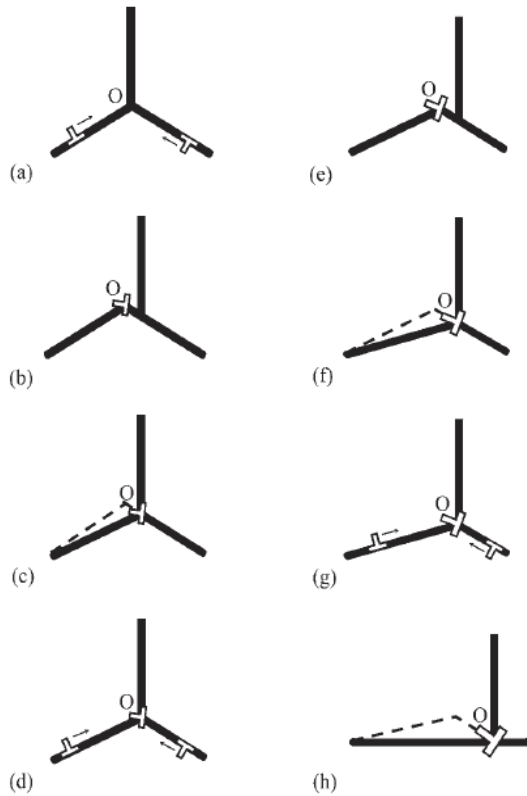


**Rys. 22.** Schemat kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren oraz kooperatywnej migracji granic ziaren realizowany przez ruch dyslokacji granic ziaren; (a) stan początkowy, (b-d) kolejne etapy poślizgu po granicach ziaren i migracji granic AB i BC

**Rys. 22.** Kooperatywny poślizg po granicach ziaren w drobnoziarnistym Al; (a) formowanie się „zakładki”, (b-c) ustawienie się i migracja granic ziaren.

Wahania naprężenia związane z umocnieniem i mięknięciem stanowią przyczynę zagęszczenia stref ścinania, szczególnie, iż nie są one limitowane ograniczoną liczbą systemów poślizgu, jak to ma miejsce w przypadku odkształcenia odbywającego się w sieci krystalicznej. Można wysnuć wniosek, iż podczas odkształcenia przebiegającego poprzez kooperatywny poślizg po granicach ziaren, materiał ma do dyspozycji niemalże nieograniczoną ilość systemów poślizgu, limitowaną jedynie odległością pomiędzy granicami ziaren. Wyjaśnia to również nadplastyczne zachowanie się niektórych materiałów o nanometrycznej, submikronowej i mikronowej strukturze w podwyższonych temperaturach i ich ograniczoną plastyczność w temperaturach pokojowych, w których operowanie mechanizmów dyslokacyjnych jest silnie utrudnione, a warunki potrzebne do

wystąpienia pełzania dyfuzyjnego są niewystarczające do przeprowadzenia na skuteczną skalę migracji granic ziaren i w efekcie kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren.



**Rys. 23.** Transformacja defektów w obszarze punktu potrójnego podczas poślizgu po granicach ziaren w przypadku ultradrobnoziarnistego materiału; (a-b) dyslokacje granic ziaren po spiętrzeniu w punkcie potrójnym tworzą półtwierdzoną wiązkę dyslokacji i powodują migrację punktu potrójnego, (c) migracja granicy ziaren, (d-h) wielokrotne powtórzenie sekwencji od (a) do (c) powoduje wzrost sumarycznego wektora Burgersa półtwierdzonej wiązki dyslokacji (superdyslokacji) i poprzez cząstkowe migracje granicy ziaren uformowanie planarnego szyku granic ziaren

Łatwo zauważyć, iż w przypadku kontrolowania kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren poprzez zjawiska dyfuzyjne, pomimo występujących równocześnie zjawisk akomodacji poprzez poślizg dyslokacji i pękanie, materiały o rozdrobnionej strukturze wykazywać będą bardzo wysoką czułość zarówno na prędkość, jak i na temperaturę odkształcenia, co w istocie zaobserwowano w opublikowanych jak dotychczas wynikach badań.

Opisane zjawiska umocnienia poprzez blokowanie dyslokacji w punktach potrójnych oraz mięknięcia poprzez lokalną migrację granic ziaren i opisane wcześniej zjawiska związane z transformacją dyslokacji, dyfuzją i kawitacją w punktach potrójnych stanowią wg autorów [151] oraz [160] silnie konkurencyjne zjawiska decydujące o wystąpieniu nadplastycznego płynięcia lub uporczywej lokalizacji płynięcia prowadzącej do zniszczenia próbki. Do nadplastycznego płynięcia dochodzi w przypadku, gdy w pierwszej fazie odkształcenia dominującym zjawiskiem jest umocnienie sprzyjające propagacyjnej lokalizacji odkształcenia. W miarę postępu odkształcenia migracja granic

ziaren doprowadza do utworzenia lokalnych płaszczyzn sąsiadujących granic ziaren, wzdłuż których dochodzi do łatwego przemieszczania się ziaren i w efekcie makroskopowego mięknięcia typowego dla drugiego stadium deformacji nadplastycznej materiałów ultradrobnoziarnistych. Do silnej i uporczywej lokalizacji płynięcia dochodzi w przypadku, gdy dominującym zjawiskiem w pierwszym stadium odkształcenia jest mięknięcie, często związane ze wzmożoną kawitacją i brakiem możliwości utworzenia stref ścinania z powodu niewystarczającej wydajności procesu lokalnej migracji granic ziaren lub zablokowania poślizgu wzdłuż stref ścinania poprzez nieodkształcalne cząstki umacniające. Wyklucza to, lub przynajmniej silnie utrudnia nadplastyczne płynięcie, doprowadzając do niewielkich odkształceń lub kruchego pęknięcia.

Biorąc pod uwagę powyższe, różnica pomiędzy homogenicznym a heterogenicznym odkształceniem plastycznym w tym wypadku jest związana z zachowaniem się śpiętrzeń dyslokacji granic ziaren w punktach potrójnych. Poślizg po granicach ziaren w materiale silnie rozdrobnionym występuje lokalnie, tam gdzie wartość  $F_s/F_h$  jest wysoka, indukując transformację punktów potrójnych w innych rejonach materiału, co powoduje intensyfikację lokalizacji oraz rozprzestrzenianie poślizgów po granicach ziaren. Zatem w przypadku wysokiej wartości  $F_s/F_h$  w materiale występuje deformacja plastyczna o mniejszej skłonności do uporczywej lokalizacji, gdzie mechanizmem dominującym jest poślizg po granicach ziaren.

Wartość współczynnika  $F_s/F_h$  silnie zależy od procesu produkcyjnego, i tak, materiały otrzymane na skutek konsolidacji plastycznej na gorąco szybko krystalizowanych proszków metali, jak to ma miejsce w przypadku badanych w pracy materiałów hybrydowych, mają bardziej równowagową strukturę w porównaniu do materiałów drobnoziarnistych otrzymanych np. w procesie SPD, a co z tym związane, charakteryzują je gorsze własności plastyczne w obniżonych temperaturach, niż materiały otrzymane w procesie SPD, wykazujące większą odporność na uporczywą lokalizację deformacji plastycznej, podczas której, w tym przypadku, dominującym mechanizmem odkształcenia może być poślizg po granicach ziaren [61, 86, 135, 150, 155, 161, 162].

Przedstawione rozważania na temat odkształcenia odbywającego się w obszarze przygranicznym, wskazują na bardzo istotny udział punktów potrójnych w procesach deformacji plastycznej materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze. Zgodnie z danymi literaturowymi oraz zaprezentowanymi obserwacjami doświadczalnymi w [101, 102, 106, 111, 138, 144, 148, 151, 163-169] można wyszczególnić następujące cechy punktów potrójnych:

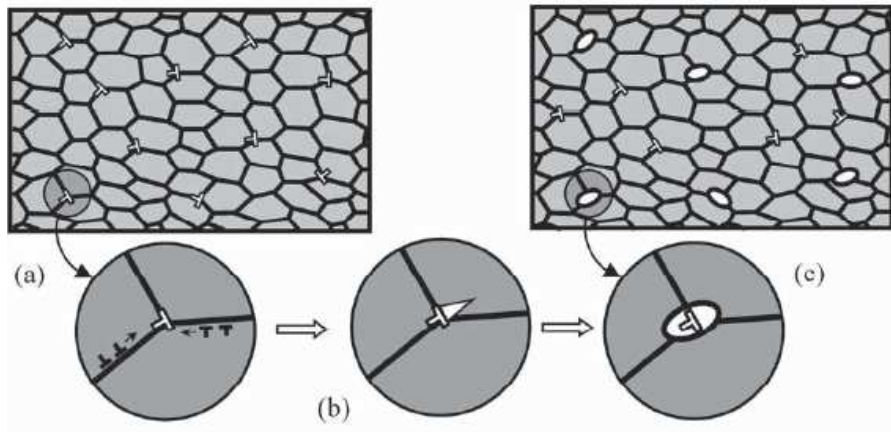
- Pełnią rolę zaawansowanych ścieżek dyfuzji.

- Pełnią rolę zarodków dla powierzchni rozdziału faz.
- Są istotnym elementem umocnienia struktury.
- Pełnią rolę przeszkód podczas poślizgu po granicach ziaren.
- Są źródłem dyslokacji sieci, również częściowych, doprowadzając do deformacji przez bliźniakowanie.
- Są punktami zakotwiczenia podczas migracji granic ziarn w czasie procesu rekrytalizacji, jak również punktami akomodującymi położenie nierównowagowe granic.
- Są miejscami powstawania por, nano i mikro pęknięć.
- Są miejscami gdzie dochodzi do akomodacji poślizgu po granicach ziaren.

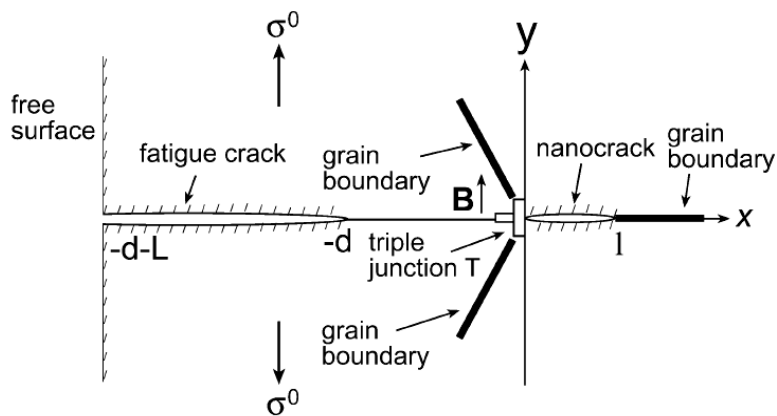
Biorąc pod uwagę powyższe własności punktów potrójnych, oraz jak wspomniano wcześniej mając na uwadze fakt, iż ilość punktów potrójnych wzrasta z trzecią potęgą wraz z malejącą średnicą ziaren, stając się w przypadku materiałów silnie rozdrobnionych znaczącą frakcją w materiale, są one często krytyczną i dominującą strukturą biorąc pod uwagę kwestię określenia mechanizmu odkształcenia.

Zgodnie z badaniami mikroskopowymi, symulacjami komputerowymi i rozważaniami teoretycznymi, mikro i nanopęknięcia oraz pustki zostały zidentyfikowane jako typowe defekty zapoczątkowujące procesy powstawania przełomu w materiałach o submikronowej strukturze [80, 110]. Formowanie się i wzrost nanopęknięć na granicach ziaren jest napędzane sprężystą energią związaną ze spiętrzeniami dyslokacji w punktach potrójnych (**rys. 24**), powstającymi głównie podczas poślizgu po granicach ziaren [110, 173], zewnętrznym naprężeniem oraz istniejącymi pęknięciami, co zostało potwierdzone eksperymentalnie [80]. Dodatkowo, z uwagi na dystrybucję rozmiaru ziaren podczas odkształcenia plastycznego, różne mechanizmy (poślizg po granicach ziaren, pełzanie dyfuzyjne, poślizg dyslokacji sieci) mogą konkurować ze sobą, co zwiększa poziom wewnętrznych naprężeń pomiędzy poszczególnymi frakcjami materiału, zwiększając jednocześnie ilość mikropęknięć oraz nadając im silnie akomodacyjny charakter [144, 145].

Duża ilość punktów potrójnych, towarzysząca rozdrobnieniu ziarna, stanowiących centra zarodkowania dla nowych nano i mikropęknięć, uzasadnia dane doświadczalne [57] dotyczące zwiększonej liczby pęknięć i por w metalach o silnie rozdrobnionej strukturze w stosunku do metali o strukturze gruboziarnistej pojawiających się na skutek cyklicznego obciążenia mechanicznego (**rys. 25**). Zapobieganie pęknięciom może być realizowane na drodze akomodacji naprężeń powstałych w punktach potrójnych poprzez zjawiska związane z dyfuzją, rotacją ziaren oraz emisją i transformacją dyslokacji [40].



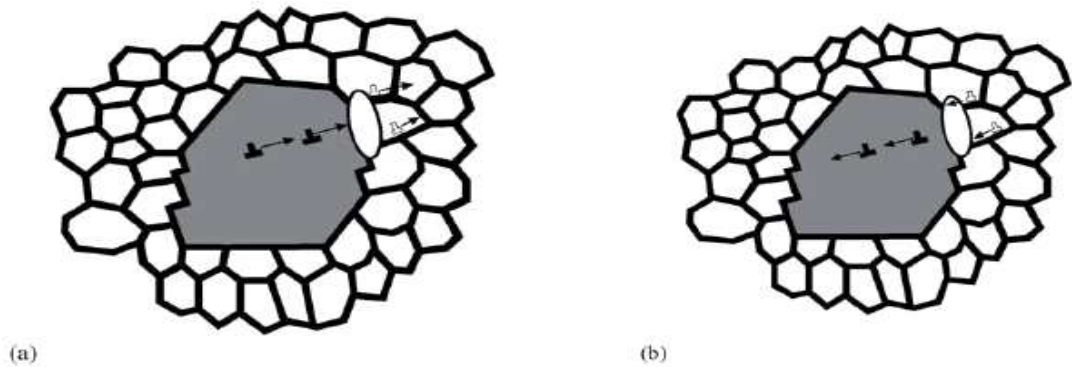
**Rys. 24.** Formowanie się pustek (pęknienie) w deformowanym materiale ultradrobnociarnistym (opis szczegółowy w tekście)



**Rys. 25.** Zarodkowanie pęknięcia w sąsiedztwie przemieszczonego punktu potrójnego naprzeciwko pęknięcia pochodzenia zmęczeniowego – dokładny opis procesu wraz z analizą energetyczną znajduje się w [57]

Jeżeli do poślizgu po granicach ziaren dochodzi w obecności małych (nanometrycznych) wydzieleń jak to ma miejsce w przypadku materiałów o strukturze hybrydowej, z uwagi na różnice pomiędzy strukturą krystaliczną osnowy i wydzielenia, powstają naprężenia, które mogą stymulować powstawanie lub propagację mikro i nanopęknięć. W przypadku obecności dużych submikronowych lub mikronowych cząstek drugiej fazy dochodzi do generowania naprężeń na granicy cząstka-osnowa na skutek możliwej różnicy współczynników rozszerzalności cieplnej - opisane naprężenia powstają podczas procesu produkcyjnego materiału ewentualnie podczas procesów

temperaturowych związanych z warunkami eksploatacji materiału i mogą prowadzić do plastycznego odkształcenia osnowy oraz powstawania pęknięć nieodkształcalnej fazy umacniającej i/lub na granicy osnowa-cząstka drugiej fazy [174, 175].



**Rys. 26.** Transformacja mechanizmu deformacji z udziałem pustki rozdzielającej, nieodkształcalne drobne ziarno od odkształcalnej dużej cząstki; (a) poślizg dyslokacji sieci zostaje przeniesiony poprzez pustkę do obszaru przygranicznego przyległego do pustki i następnie kontynuowany jako poślizg dyslokacji granic ziaren, (b) sytuacja o odwrotnym przebiegu w stosunku do wariantu (a).

Pęknięcia, pustki i szczeliny oprócz wpływu na procesy związane z powstawaniem przełomu, mogą silnie wpływać na plastyczne płynięcie materiałów poprzez emisję dyslokacji (**rys. 26**). Jako źródło zarówno dyslokacji sieci jak i granic ziaren, mogą efektywnie uczestniczyć w przeniesieniu połączonym z transformacją mechanizmu plastycznego płynięcia pomiędzy sąsiadującymi elementami strukturalnymi, np. poślizg dyslokacji sieci może ulec transformacji poprzez stabilne nanopęknięcie do odbywającego się po granicy ziaren poślizgu dyslokacji granic ziaren (**rys. 26a**).

Opisana transformacja, pomiędzy różnymi mechanizmami odkształcenia, może mieć duże znaczenie podczas rozpatrywania mechanizmu deformacji materiałów o minimum bimodalnej strukturze, jak to ma miejsce w przypadku materiałów hybrydowych, gdzie występuje bezpośrednie sąsiedztwo elementów zdolnych do przenoszenia odkształcenia poprzez dyslokacje sieci (duże odkształcalne frakcje materiału) i poprzez dyslokacje granic ziaren (frakcje materiału nieodkształcalne na drodze mechanizmów dyslokacyjnych). W opisywanym przypadku, różne mechanizmy deformacji operują w różnych subregionach strukturalnych materiału w tym samym czasie, co zostało udowodnione podczas badań mikroskopowych materiałów SPD [232 i referencje tamże], a nanopory, mikropęknięcia i ogólniej, pustki, mogą aktywnie uczestniczyć w procesie przekazywania operujących mechanizmów z jednego elementu strukturalnego do drugiego.

## ▪ **Cząstki drugiej faz a stabilizacja struktury stopu**

---

Z uwagi na specyfikę badanego w pracy materiału, przed omówieniem roli cząstek drugiej faz w przebiegu kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren, zostanie omówiona ich rola w stabilizacji struktury materiałów submikronowych.

Zewnętrzna praca dostarczona podczas odkształcenia jest po części dysypowana, a po części magazynowana, co powoduje niestabilność termodynamiczną materiału. Naturalną tego konsekwencją jest możliwość wystąpienia spontanicznych procesów, nierozzerwalnie związanych z procesem deformacji plastycznej: rekrytalizacji i zdrowienia, prowadzących do ponownej równowagi termodynamicznej w materiale. Oba wymienione zjawiska zależą silnie od temperatury, jakkolwiek zdrowienie występuje w znacznie niższych temperaturach i dodatkowo może być stymulowane przez dalekozasięgowe pola naprężeń [77, 176].

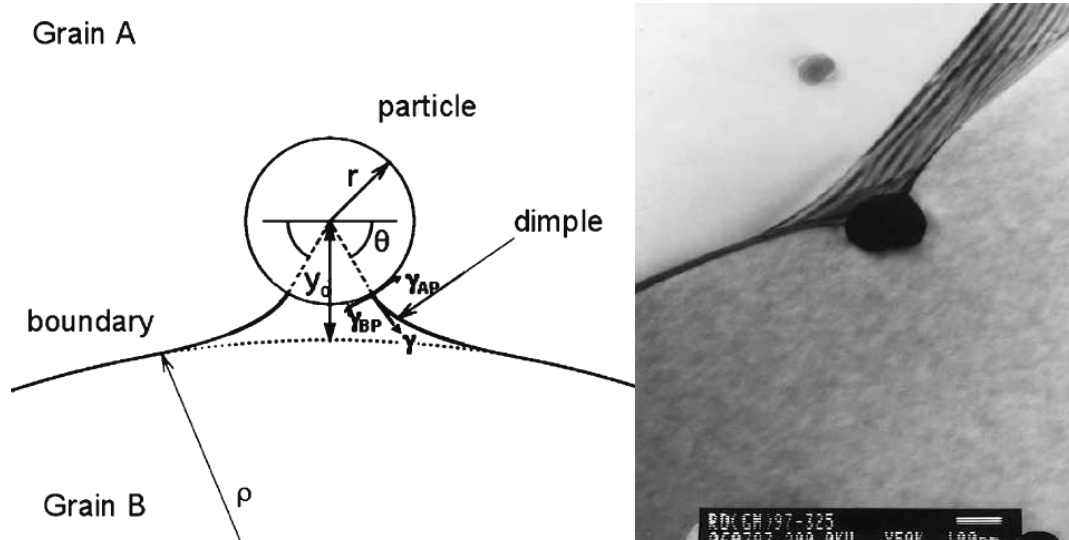
O wystąpieniu i intensywności procesu rekrytalizacji w danych warunkach często decydują cząstki drugiej fazy (cząstki wydzielen, zbrojenie w przypadku kompozytów metalicznych), których wpływ na rekrytalizację zarówno w przypadku polikryształów jak i kompozytów na osnowie metalicznej, można podzielić na 3 zjawiska:

1. Tworzenie zarodków krystalizacji i znaczne obniżenie temperatury początku krystalizacji.
2. Ograniczenie wielkości ziarna po rekrytalizacji
3. Stabilizacyjna rola poprzez inhibitowanie migracji granic ziaren oraz związane z tym blokowanie rozrostu ziaren [177-185].

Hamujący lub uniemożliwiający rekrytalizację wpływ silnie zdyspersjonowanych cząstek (średnica cząstek poniżej 1 mikrona [186-190]) drugiej fazy operuje zgodnie z mechanizmem Zenera (**rys. 27**), poprzez unieruchomienie ruchu granic ziaren zarówno nisko jak i wysokokątowych.

Efekt Zenera zależy głównie od następujących czynników: obecności lub braku cząstek drugiej fazy podczas deformacji oraz od tego czy są one ukształtowane przed procesem rekrytalizacji [186], jak również od wielkości cząstek umacniających, ich ilości oraz energii granicy zgodnie z poniższą zależnością (**5**):

$$P_z = \frac{3F_v \gamma_B}{2r} \quad (5)$$



**Rys. 27.** Schemat oddziaływania sferycznej cząstki z granicą ziarn [191], oraz przykładowe zdjęcie zakotwiczenia migrującej granicy ziaren poprzez cząstkę podczas wygrzewania w temp. 325C [190];  $r$  to promień cząstki,  $\rho$  to promień krzywizny granicy,  $\theta$  to kąt pomiędzy pozycją równowagi i styczną do granicy w punkcie jej kontaktu z cząstką,  $y_0$  to odległość pomiędzy środkiem cząstki a pierwotnym położeniem granicy,  $\gamma$  to naprężenie pomiędzy cząstką a granicą

,gdzie  $F_v$  jest ułamkiem objętościowym cząstek umacniających,  $r$  średnią średnicą cząstki,  $\gamma_B$  energią wysokokątowej granicy ziaren (dla aluminium 0,625 J/m<sup>2</sup>), a  $P_z$  to naprężenie pomiędzy cząstką drugiej fazy a zakotwiczoną granicą. Zależność (5) jest oparta o założenia równoosiowej struktury wydzieleni oraz braku ich koherencji z osnową i pozostaje w liniowej, malejącej zależności ze wzrostem temperatury podczas obróbki cieplnej, jeżeli dyspersja cząstek wydzieleni maleje wraz ze wzrostem temperatury.

Wpływ cząstek drugiej fazy na krytyczną wielkość zarodka krystalizacji może zostać być również rozważony z uwzględnieniem zjawiska Zenera. Krytyczna wielkość zarodka niezbędna do zapoczątkowania wzrostu  $d_c$  może być wyznaczona z następującej zależności [190]:

$$d_c = \frac{4\gamma_B}{P_D - P_z} \quad (6)$$

Zależność (6) pozwala wyznaczyć minimalną wielkość cząstki drugiej fazy (zbrojącej, wydzielenia) potrzebną do procesu zarodkowania stymulowanego przez cząstkę. Dokładny opis zależności pomiędzy wielkością ziarna, kątem dezorientacji granic, wielkością cząstek umacniających i ich ułamkiem objętościowym a efektem powyższych parametrów na zarodkowanie i wzrost ziaren można znaleźć w [192].

W przypadku mikrostruktury kompozytów na osnowie metalowej, przeprowadzone badania [193] wskazują, iż rozmiar i ilość cząstek zbrojenia dodanych do roztopionej osnowy również limitują, jak w przypadku stopów polikrystalicznych, rozmiar cząstek metalu osnowy po rekrytalizacji. I tak dla cząstek zbrojenia o średnicy  $d$ , które stanowią zarodki krystalizacji dla osnowy, otrzymuje się sferyczne ziarna osnowy o średnicy  $D$  zgodnie z zależnością:

$$D = d[(1 - F_V)/F_V]^{1/3} \quad (7)$$

Dalszy rozrost ziarna osnowy będzie hamowany poprzez zakotwiczenie cząsteczek na granicach ziarn zgodnie z mechanizmem Zenera i zatrzyma się na wartości  $D_Z$ . Wyniki badań podane przez autorów [19, 20, 23, 69, 181, 193-195] wskazują na bardzo silnie stabilizujące działanie cząstek wydzielen. Wyniki te potwierdzają, iż duża objętość, silnie rozdrobnionej do odpowiedniej średnicy, frakcji zbrojącej jest bardzo efektywna w przypadku powstrzymywania rekrytalizacji w kompozytach metalowych zbrojonych cząsteczkami.

Powyższe rozważania wskazują, iż w przypadku własności materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze poddawanych procesom przeróbki plastycznej, krytyczne znaczenie ma nie tylko rozmiar struktury czy poszczególnych jej składników, jak również stosunek rozmiarów pomiędzy poszczególnymi frakcjami strukturalnymi (parametr  $Z$ ). Można stwierdzić, iż optymalna wielkość cząstek umacniających dzielących się na dwie różne frakcje wielkościowe – nanometryczną i submikronową, (zbrojących, wydzielen) pozwala na otrzymanie materiału o rozdrobnionej, na skutek obecności licznych zarodków krystalizacji, i stabilnej (blokada frontu rekrytalizacji), na skutek obecności licznych nanowydzielen, mikrostrukturze.

▪ ***Cząstki drugich faz i ich rola w kooperatywnym poślizgu po granicach ziaren***

---

Wysokorozdrobnione cząstki drugiej fazy wpływają na przebieg kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren poprzez:

- stabilizację struktury osnowy,
- utrudnienie operowania akomodacyjnego poślizgu sieci na skutek podniesienia naprężeń potrzebnych do uruchomienia dyslokacji sieci,
- podwyższenie naprężenia progowego dla poślizgu po granicach ziaren poprzez interakcję z ruchem dyslokacji oraz poprzez wpływ na kinetykę przebiegu dyfuzji (redystrybucja lokalnej koncentracji wakansów) po granicach ziaren,
- blokowanie powstawania płaszczyzn poślizgu międzykrystalicznego poprzez ich fragmentację i blokowanie migracji granic ziaren.

W przypadku silnie rozdrobnionych materiałów zawierających dużo wydzieleni cząstek drugich faz (10-100mikronów), tak jak to ma miejsce w przypadku stopów o hybrydowej strukturze, dochodzi do silnego zablokowania poślizgu po granicach ziaren podczas odkształcenia na zimno, ewentualnie do poślizgu dyslokacyjnego wewnątrz sieci blokującego ziarna, a w przypadku cząstek nieodkształcalnych do przecięcia, pęknięcia lub obrotu cząstki w zależności od jej rozmiaru, położenia i warunków odkształcenia [82].

Nieodkształcalne cząstki umacniające kontrolują prędkość odkształcenia poprzez prędkość procesu akomodacji zachodzącego wokół tych cząstek. Jeżeli prędkość relaksacji dyfuzyjnej jest wystarczająca, aby usunąć narastające naprężenie wokół cząstek umacniających, poślizg po granicach ziaren nie zostanie zakłócony. W przypadku stopów zawierających cząstki drugich faz odkształcenie przez poślizg po granicach ziaren, zależy ściśle od wielkości frakcji cząstek umacniających oraz od ich rozmiaru i rozmiaru cząstek osnowy jak również sposobu rozmieszczenia cząstek umacniających w osnowie.

Obecnością nanometrycznych i/lub submikronowych cząstek w obszarach przygranicznych można wytłumaczyć, zaobserwowaną eksperymentalnie, wysoką wartość czułości na prędkość odkształcenia i silną zależność stabilności procesu deformacji od wartości temperatury. Konieczność akomodowania podczas kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren zaburzeń geometrii strefy poślizgu w postaci dużych nieodkształcalnych cząstek wydzieleni, oraz charakterystyczne dla materiałów o wysokorozdrobnionej strukturze blokowanie poślizgu dyslokacji sieci powodujące, iż akomodowanie poślizgu po granicach ziaren poprzez poślizg dyslokacji sieci stają się trudne w realizacji, generuje

ograniczenia, których skutkiem jest w warunkach wysokotemperaturowych odkształcenie kontrolowane poprzez dyfuzję przebiegającą na granicy faz, co dodatkowo zwiększa, i tak już silną w materiałach wysokorozdrobnionych, czułość na temperaturę i prędkość odkształcenia. W przypadku zbyt dużej wielkości nieodkształcalnych cząstek umacniających lub zbyt dużej prędkości odkształcenia, dochodzi do braku możliwości akomodowania na drodze dyfuzji poślizgu po granicach ziaren, co dodatkowo wraz z blokadą możliwości akomodacji za pomocą poślizgu dyslokacji sieci, prowadzi do braku możliwości relaksacji naprężeń powstałych na granicach faz i w efekcie do wzmożonej kawitacji uniemożliwiającej odkształcenie nadplastyczne [196], prowadząc do silnie ograniczonego odkształcenia plastycznego, pomimo wysokiej temperatury odkształcenia i operującego mechanizmu, charakterystycznego dla odkształcenia nadplastycznego, jakim jest kooperatywny poślizg po granicach ziaren.

W przypadku odkształcenia przebiegającego poprzez kooperatywny poślizg po granicach ziaren odbywającego się w niskiej temperaturze, cząstki drugiej fazy, z uwagi na małą aktywność procesów dyfuzyjnych, blokadę migracji granic ziaren i silną blokadę ruchu dyslokacji sieci, jak ma to miejsce w przypadku materiałów hybrydowych, gdzie oprócz mikronowych i submikronowych wydzieleni występują również wydzielenia nanometrycznej wielkości, powodują zablokowanie poślizgu po granicach ziaren doprowadzając do obniżenia plastyczności i wystąpienia silnej kawitacji, jako jedyne dostępne oprócz ograniczonego poślizgu dyslokacji sieci i poślizgu dyslokacji granic ziaren, mechanizmu przenoszącego odkształcenie/akomodującego poślizg po granicach ziaren – kwestia rozróżnienia pomiędzy mechanizmem akomodującym a odpowiadającym za odkształcenie została opisana na początku bieżącego rozdziału. Zakres plastyczności w omawianym wariantcie bardzo silnie zależy od wielkości i rozkładu wielkości cząstek osnowy jak i cząstek drugiej fazy [153, 157, 197, 198].

Drobnoziarniste wydzielenia znajdujące się w obszarach przygranicznych znacząco podnoszą naprężenie progowe potrzebne do wystąpienia poślizgu po granicach ziaren [72]. Naprężenie progowe potrzebne do realizacji poślizgu po granicach ziaren jest najniższe w przypadku mikrokrystalicznych czystych stopów metali, wzrasta znacznie w przypadku czystych nanokrystalicznych metali z uwagi na konieczność zachowania niskiej temperatury podczas realizacji odkształcenia (zapobieganie rozrostu ziaren) oraz blokowanie ruchu dyslokacji. Wyższe niż w nanomateriałach naprężenie związane z poślizgiem po granicach ziaren występuje podczas odkształcenia kompozytów na osnowie metalicznej na skutek konieczności akomodowania naprężeń na styku cząstki nieodkształcalne – osnowa, a najwyższe w przypadku materiałów hybrydowych, z uwagi na obecność nanometryczno - submikronowych i mikronowych faz wydzieleni blokujących

zarówno procesy akomodacyjne towarzyszące poślizgowi po granicach ziaren jak również sam poślizg po granicach ziaren. Jednocześnie, jak wynika z przedstawionego materiału literaturowego, z uwagi na opisane wcześniej zjawisko Zenera związane z blokowaniem rozrostu ziarna, wysokotemperaturowe odkształcenie stopów hybrydowych może przebiegać bardzo stabilnie z osiągnięciem dużych odkształceń plastycznych, pod warunkiem odpowiednio niskiej prędkości odkształcenia umożliwiającej skuteczną akomodację dyfuzyjną w sąsiedztwie nieodkształcalnych cząstek wydzielen.

#### 4.1.4 PODSUMOWANIE ROZWAŻAŃ O FIZYCZNYCH MODELACH MECHANIZMÓW DEFORMACJI

---

Należy podkreślić, iż w obecnym stanie wiedzy o mechanizmach deformacji trudno jest, jeśli w ogóle, wskazać konkretny mechanizm odpowiedzialny za odkształcenie plastyczne w konkretnych warunkach dla danego materiału zwłaszcza tych o silnie rozdrobnionej strukturze. Koegzystencja różnych procesów wspomagających plastyczne płynięcie, o różnym stopniu wzajemnej zależności, brak możliwości wykrycia nawet elementarnych aktów deformacji podczas eksperymentu [103], powodują, iż jedynym dostępnym, jak na razie, sposobem weryfikacji zaproponowanych modeli deformacji jest porównywanie wyników badań doświadczalnych z teoretycznymi modelami, a takie podejście poza nielicznymi wyjątkami [160, 199] nie przyniosło dotychczas rezultatu w postaci efektywnego modelu gwarantującego możliwość szacowania własności materiałów o wysokorozdrobnionej strukturze dla różnych warunków odkształcenia.

Opisane powyżej modele powstały z inspiracji empirycznych obserwacji, symulacji komputerowych, jak również w wyniku teoretycznych rozważań na temat istniejących modeli, jednakże z uwzględnieniem specyficznej roli obszarów przygranicznych i związanych z nimi bezpośrednio zjawisk. Tak więc należy je traktować jako pół empiryczne o ograniczonym stopniu uniwersalności i każdorazowa próba ich aplikacji do konkretnych warunków wymaga ustalenia doświadczalnych warunków brzegowych oraz sprawdzenia, w doświadczalny sposób, kryteriów ich stosowalności. Należy również wspomnieć o coraz częściej przeprowadzanych eksperymentach „in situ” prowadzonych z użyciem technik mikroskopii skaningowej oraz transmisyjnej [200], które w założeniu powinny dostarczyć bezpośrednich informacji, co do sposobu odkształcenia materiałów w zadanych warunkach, niestety wyniki badań prowadzonych w taki sposób, na obecnym etapie rozwoju tych technik, mogą budzić i budzą poważne wątpliwości.

## 4.2 MODELE OPARTE O REGUŁĘ MIESZANIN – DEFORMACJA PLASTYCZNA MATERIAŁÓW O ROZDROBNIONEJ STRUKTURZE W ODNIESIENIU DO MECHANIZMU DEFORMACJI MATERIAŁÓW KOMPOZYTOWYCH

---

### 4.2.1 OGÓLNE SPOJRZENIE NA REGUŁĘ MIESZANIN

---

Występowanie w materiale o strukturze hybrydowej wielu faz o bardzo zróżnicowanych właściwościach lub wielu składników strukturalnych różniących się istotnie właściwościami, pozwala, w niektórych przypadkach, traktować taki materiał podobnie jak kompozyt. Niekiedy wręcz takie materiały zalicza się do klasy kompozytów. Według klasycznej definicji kompozytem jest materiał spełniający następujące warunki [201, 202]:

- Pomędzy materiałami składowymi kompozytu (komponentami) musi istnieć wyraźna granica rozdziału pomiędzy osnową a zbrojeniem, powstająca w procesie łączenia komponentów.
- Komponenty kompozytu muszą mieć różniące się między sobą własności w taki sposób, że kompozyt ma właściwości lepsze i (lub) właściwości nowe (dodatkowe) w stosunku do komponentów użytych osobno, są to głównie własności mechaniczne, odporność na zmęczenie i pełzanie, oraz podwyższone własności w wysokich temperaturach obróbki bądź eksploatacji [203].
- Kompozyt jest materiałem zewnętrze monolitycznym, jednakże z widocznymi granicami między komponentami.
- Jednym ze składników (komponentów) jest osnowa, której zadaniem jest spajanie zbrojenia i przekazywanie obciążenia zewnętrznego na (zbrojenie).

W przypadku nanomateriałów oraz materiałów o submikronowych wielkościach ziarna jak również materiałów hybrydowych możemy mówić o kompozytach zbrojonych cząstkami ewentualnie zawierającymi również cząstki dyspersyjne, które ze swej natury nie stanowią zbrojenia (stanowią element bierny, bo nie przenoszą obciążenia lub przenoszą go w zanedbywalnym stopniu), ale modyfikują właściwości osnowy. Kompozyty takie charakteryzuje plastyczna osnowa i nieodkształcalne, twarde (kruche) zbrojenie [193].

W przypadku klasycznych kompozytów cząstki zbrojenia najczęściej dodawane są do roztopionej osnowy, natomiast w przypadku szybkoekrystalizowanych stopów Al-Si-Ni zbrojenie pojawia się na skutek wydzielenia się równoosiowych kryształów krzemu z osnowy aluminiowo-krzemowej oraz w postaci nanometrycznych wydzieleni faz aluminiowo-niklowych. Pomijając bardzo dużą drobnoziarnistość stopów szybkoekrystalizowanych, efekt strukturalny jest bardzo podobny. Materiał analizowany w pracy (silumin **AlSi26Ni8**) posiada więcej niż 25% zbrojenia niemetalicznego w swojej objętości, jak również spełnia wszystkie wymienione powyżej cechy kompozytu metalicznego zbrojonego cząstkami, co uzasadnia analizę mechanizmu deformacji badanego materiału w kontekście zjawisk charakterystycznych dla materiałów kompozytowych.

Własności kompozytu są funkcją właściwości komponentów i ich udziałów objętościowych. Stwierdzenie to jest podstawą dla obowiązującej w przypadku kompozytów reguły mieszanin, pozwalającej na estymację własności mechanicznych kompozytu. Własności kompozytu mogą być wynikiem oddziaływania addytywnego (sumarycznego) lub synergicznego (wynikowego) jego składników. W bardziej złożonej formie reguła mieszanin zawiera również dane dotyczące geometrii składników poszczególnych części materiału jak też ich niektórych własności. Własności synergiczne uzyskuje się, gdy w wyniku połączenia komponentów o własnościach  $x$  i  $y$  kompozyt uzyskuje własność  $z$ .

W przypadku kompozytów zaobserwowano linową zależność pomiędzy wzrostem zawartością zbrojenia a wartością modułu Younga. Zależność ta jest wyrażona właśnie poprzez regułę mieszanin definiowaną jako średnią ważoną modułów (ważoną udziałem objętościowym komponentów) lub ich odwrotności w zależności od kierunku pomiaru tej cechy, gdzie w jednym przypadku reguła opiera się na sumowaniu przenoszonych sił, a w drugim na sumowaniu odkształceń. I tak:

$$E_c = V_p E_p + V_m E_m \quad - \text{ wielkość modułu wzdłuż włókien} \quad (8)$$

$$1/E_c = 1/V_p E_p + 1/V_m E_m \quad - \text{ wielkość modułu w poprzek włókna} \quad (9)$$

, gdzie  $E_c$ ,  $E_p$ ,  $E_m$  to odpowiednio moduł Younga kompozytu, zbrojenia i osnowy a  $V_p$  oraz  $V_m$  to ułamek objętościowy kompozytu należący do frakcji zbrojenia lub osnowy.

W przypadku kompozytów, których zbrojenie występuje w formie nieciągłej używa się zmodyfikowanej reguły mieszanin [193, 204] zwanej równaniem Halpin-Tsai,

uwzględniającej konieczność równoczesnego uwzględniania addytywności sił i odkształceń:

$$E_c = E_m(1+2sqV_p)/(1-qV_p) \quad (10)$$

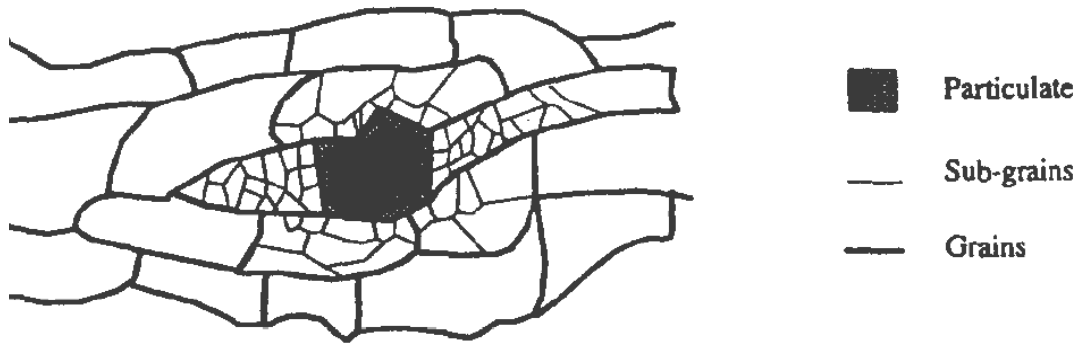
, gdzie:  $q$  jest parametrem zależnym od stosunku modułów zbrojenia i osnowy a  $s$  jest współczynnikiem wydłużenia cząsteczek zbrojenia. Jak wynika z równań (8) – (10), dominującym czynnikiem kontrolującym moduł Younga jest objętość frakcji zbrojącej w kompozycie. Podobną zależność można również przedstawić w przypadku rozpatrywania wytrzymałości kompozytu na ścieranie [205]. Nieco inny kształt posiada reguła mieszania dla granicy plastyczności, ponieważ musi uwzględnić sekwencyjność uplastycznienia komponentów [202].

Do głównych mechanizmów umocnienia struktury kompozytu zbrojonego cząstkami należą [206-208]:

1. Powstawanie dyslokacji na powierzchniach rozdziału faz
2. Umocnienie związane z wewnętrznymi naprężeniami materiału następujące na skutek chłodzenia materiału w czasie produkcji i różnicy rozszerzalności cieplnej pomiędzy osnową a zbrojeniem [165, 209-211]. Takie wewnętrzne naprężenia mogą prowadzić do plastycznego odkształcenia osnowy i do powstawania pęknięć w nieodkształcalnej fazie umacniającej i na granicy osnowa zbrojenie [165].
3. Umocnienie wydzieleniowe, blokujące ruch dyslokacji. To źródło umocnienia zostaje dodatkowo zwiększone poprzez blokowanie rekrytalizacji osnowy w skutek obecności drobnych cząstek umacniających zgodnie z mechanizmem Zenera.
4. Umocnienie na skutek przenoszenia obciążenia zarówno przez osnowę jak i zbrojenie.
5. Formowanie się podziaren w wyniku procesu zdrowienia, który napędzany jest przez energię odkształcenia osnowy w miejscach przylegania do granicy faz (rys. 28). Efekt umocnienia spowodowany przez powstawanie podziaren, tak jak w przypadku przedstawionym w punkcie (3), można oszacować używając prawa Halla-Petcha.

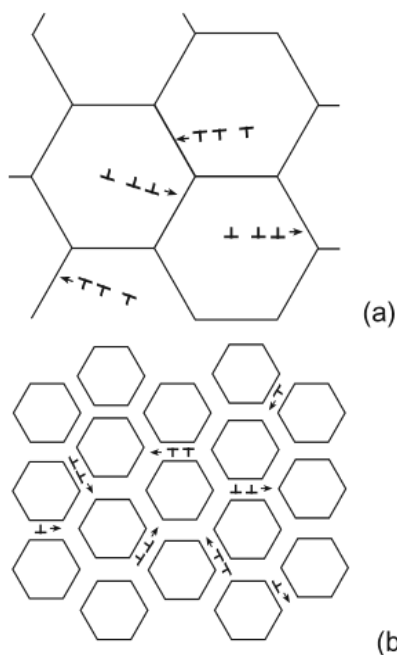
Wszystkie powyższe mechanizmy umocnienia zależą pośrednio lub bezpośrednio od wielkości cząstek umacniających jak i wielkości ziaren osnowy. Sumowanie skutków wszystkich lub kilku mechanizmów umocnienia kompozytów metalicznych zbrojonych cząstkami doprowadza do bardzo istotnego zwiększenia wytrzymałości materiału

kompozytowego w zależności od rodzaju osnowy, cząstek zbrojących, ich ilości oraz wielkości ziaren osnowy i cząstek zbrojących.



**Rys. 28.** Formowanie się podziaren w osnowie metalicznego kompozytu.

W grupie kompozytów na osnowie metalowej znajduje się cała gama materiałów, które określa się pojęciem pseudostopów, materiałów-stopów, których nie można ze względu na właściwości fizykochemiczne metali wytworzyć metodami topienia i odlewania, tak jak to ma miejsce w przypadku materiałów otrzymywanych ze stopowych proszków na drodze szybkiej krystalizacji i konsolidacji plastycznej. Otrzymana w takim przypadku struktura materiału nie jest możliwa do osiągnięcia za pomocą klasycznych metod odlewania. Tak jak w przypadku wybranego do badań w prezentowanej pracy materiału hybrydowego, osnowę kompozytu mogą stanowić fazy aluminiowe, a zbrojenie, bardzo drobno ziarniste, równoosiowe wydzielienia krzemu.



**Rys. 29.** W przypadku materiału o submikronowej strukturze, gdzie deformacja ziaren ma charakter dyslokacyjny (a) granice ziaren to umacniający składnik kompozytu blokujący ruch dyslokacji. W przypadku materiału o nanometrycznej średnicy ziaren (b) obszary przygraniczne stanowią odkształcalną fazę kompozytu, a nieodkształcalne na drodze mechanizmów dyslokacyjnych krystality – fazę zbrojącą kompozyt.

W przypadku materiałów wielofazowych, obszar przygraniczny może być traktowany podobnie jak występująca w kompozytach granica rozdziału (strefa przejścia pomiędzy osnową a zbrojeniem), gdzie występują oddziaływania o charakterze fizycznym bądź chemicznym. Dla materiałów czystych o wielkości ziarna poniżej jednego mikrona, strefy przygraniczne można traktować jako oddzielny składnik kompozytu - osnowę, gdyż w takim przypadku, cząstkami zbrojącymi są same ziarna a odkształcenie przenoszone jest głównie przez obszary przygraniczne zgodnie ze swoistymi dla tych stref mechanizmami odkształcenia (**rys. 29**).

Analogię pomiędzy polikrystalicznymi stopami o submikronowej lub nanometrycznej strukturze a kompozytami o osnowie metalicznej, a w szczególności, porównanie procesu deformacji przebiegającego w takich materiałach opartego o regułę mieszanin można znaleźć w wielu pracach, między innymi: [34, 43, 44, 125, 158, 212, 213]. Reguła mieszanin stała się popularnym sposobem wyjaśnienia powodów, dla których prawo Halla-Petcha zostaje odwrócone w przypadku materiałów o submikronowych i nanometrycznych rozmiarach ziaren.

Jeżeli materiał o submikronowej strukturze może być traktowany jako kompozyt, to można przeprowadzić teoretyczną próbę wyprowadzenia zależności Halla-Petcha dla dwóch modeli takiego nanokompozytu. W pierwszym modelu wewnątrz ziarna może traktować jako osnowę kompozytu, natomiast jako zbrojenie, obszary przyległe do granicy ziaren. W drugim model może zakładać dokładnie odwrotną sytuację: osnową jest strefa obszarów przygranicznych natomiast zbrojeniem krystalicy osnowy i wydzielen [44].

Jeżeli przypisać osnowie (krystalitom) granicę plastyczności  $\sigma_o$ , a obszarom przygranicznym o grubości  $t$ ,  $\sigma_p$ , to wtedy wzór na naprężenie uplastyczniające kompozytu  $\sigma_y^k$  zgodnie z regułą mieszanin przyjmie postać:

$$\sigma_y^k = \sigma_o + \frac{4t}{d}(\sigma_p - \sigma_o) \quad (9)$$

W powyższym wzorze wartości naprężenia uplastyczniającego  $\sigma_p, \sigma_o$  nie zależą od wielkości ziarna  $d$ . Jeżeli przyjąć, iż wartości  $\sigma_p, \sigma_o$  zależą od wartości  $d$  zgodnie z relacją Halla-Petcha otrzymane zostaną następujące zależności:

$$\sigma_p = \sigma_{p0} + K_p d^{-1/2} \quad (10)$$

$$\sigma_o = \sigma_{o0} + K_o d^{-1/2} \quad (11)$$

Można przyjąć, iż  $\sigma_p$  i  $\sigma_o$  są w głównej mierze zależne od naprężenia w czole spiętrzeń dyslokacji przy granicy pomiędzy osnową a granicą wtrącenia (obszarem przygranicznym) od strony wnętrza osnowy, oraz od naprężenia spiętrzeń dyslokacyjnych w obszarach międzyziarnowych. Dodatkowo przyjmując, iż pomiędzy  $\sigma_{o0}$  oraz  $\sigma_{p0}$  a także  $K_o$  i  $K_p$  istnieje następująca zależność:  $q\sigma_{o0} \approx \sigma_{p0}$  oraz  $qK_o \approx K_p$ , gdzie  $q$  jest wartością stałą mniejszą od 1 zależną od gęstości atomowej obszarów przygranicznych, to otrzymamy wzór na wartość naprężenia płynięcia dla kompozytu w którym obszar przygraniczny pełni rolę zbrojenia a osnową są krystalicy [44]:

$$\sigma_y^k = \sigma_{o0} + K_o d^{-1/2} \left( 1 - \frac{1-q^2}{q} \frac{3\delta}{2d} \right) \quad (12)$$

, gdzie  $\delta$  jest grubością obszarów przygranicznych. W powyższym modelu przyjęto, iż niewielka deformacja akomodacyjna ziaren, zablokowana poprzez spiętrzenie naprężeń i uniemożliwienie działalności źródeł F-R może poprzedzić właściwy mechanizm deformacji, który operuje przez poślizg po granicach ziarn. Wraz ze spadającą gęstością obszarów przygranicznych wartość naprężenia płynięcia kompozytu będzie malała, tak więc prawo Halla-Petcha będzie zachowane w przypadku dużych ziaren lub w przypadku gdy  $q$  będzie bliskie 1. W przypadku, gdy  $q < 1$ , wykres Halla-Petcha będzie systematycznie opadał wraz z malejącą średnicą ziaren, aż do jakiejś krytycznej wartości wielkości ziaren  $d_c$ , która może być znaleziona z warunku:

$$\frac{\partial \sigma_y^k}{\partial d^{-1/2}} = 0 \quad (13),$$

przy której wartość zależność Halla-Petcha zmieni znak. Wzór (12) umożliwia bardzo dobrą estymację wyników eksperymentalnych otrzymanych dla materiałów o submikronowej i nanometrycznej wielkości ziarn [44].

Podobne w swoim charakterze kalkulacje, dotyczące granicy plastyczności materiału o submikronowej strukturze oparte o regułę mieszanin można prześledzić w [34, 158, 212, 213]. W zaprezentowanych tam modelach naprężenie uplastyczniające amorficznej strefy przygranicznej zostało ustalone na podstawie przypisania odpowiednich wartości z metalicznych materiałów amorficznych o podobnej kompozycji chemicznej. Jednakże w tym wypadku rolę osnowy (elastycznej części kompozytu przenoszącej odkształcenie) przypisano obszarom przygranicznym, natomiast cząstki umacniające kompozyt występujące w tych modelach to wnętrza ziaren materiału. Przyjęto istnienie kryterium w postaci krytycznej wielkości ziarna  $d_c$ , przy której klasyczny dyslokacyjny mechanizm odkształcenia oraz umocnienia przestaje funkcjonować, co w efekcie powoduje załamanie się prawa Halla-Petcha. Dodatkowo przyjęto, iż istnieją przeszkody na drodze dyslokacji w postaci punktów potrójnych. W [212, 213] podzielono granice występujące w nanomateriałach na okresowe i pseudookresowe, postulując, iż wraz ze zmniejszającą się średnicą ziarna następuje znaczny wzrost ilości granic pseudookresowych w materiale, które w porównaniu do granic okresowych, charakteryzują się dużo lepszą zdolnością do przenoszenia odkształcenia plastycznego, co wg autorów wyjaśnia anomalie wartości pojawiające się w stosunku do przewidywanych przez prawo Halla-Petcha. Wartości fizyczne przewidywane przez modele przedstawione w pracach [34, 158, 212, 213] porównano z wynikami doświadczalnymi osiągając wysoką zgodność z eksperymentem.

Kolejne zastosowanie reguły mieszanin do opisu własności plastycznych materiałów o wysokorozdrobnionej strukturze można znaleźć w pracach [214-216]. Zaproponowany model zawiera jako mechanizm deformacji zarówno ruch dyslokacji jak również mechanizmy płynięcia występujące podczas pełzania dyfuzyjnego (Coble'a) oraz zjawiska dyfuzyjnego transportu masy odpowiadającego za plastyczne odkształcenie na granicach ziarn. W opisywanym przypadku reguła mieszanin została przedstawiona w następujący sposób:

$$\sigma = \sigma_{cr} f_{cr} + \sigma_{gb} (1 - f_{cr}) \quad (14),$$

gdzie:  $f_{cr}$  to objętościowa część frakcji krystalitów w kompozycie,  $\sigma$ ,  $\sigma_{cr}$ ,  $\sigma_{gb}$  to odpowiednio: całkowite naprężenie w materiale, naprężenie w ziarnach oraz naprężenie występujące w obszarach przygranicznych. Naprężenia  $\sigma_{cr}$ ,  $\sigma_{gb}$  zostały ustalone dla każdej z faz kompozytu jako takie same i obliczone na podstawie zadanego makroskopowego odkształcenia. W krystalitach kompozytu uwzględniono trzy mechanizmy odkształcenia plastycznego:

- Odkształcenie za pomocą poślizgu dyslokacyjnego.
- Odkształcenie za pomocą mechanizmu dyfuzji wakansów na przestrzeni litej struktury krystalicznej ziarna.
- Odkształcenie poprzez dyfuzję wakansów wzdłuż granic ziarn.

Postulowano, iż powyższe mechanizmy biorą udział symultanicznie w całkowitej deformacji ziaren materiału. Dla monotonicznego, jednoosiowego obciążenia, całkowita prędkość odkształcenia została rozseparowana na składową sprężystą i plastyczną. Składowa plastyczna została zapisana jako suma prędkości odkształceń plastycznych będących wynikiem wszystkich 3 zaproponowanych mechanizmów deformacji:

$$\dot{\epsilon}^p = \dot{\epsilon}_{cd}^p + \dot{\epsilon}_{cb}^p + \dot{\epsilon}_{cl}^p \quad (15),$$

gdzie:  $d$ ,  $b$  oraz  $l$  reprezentują mechanizmy deformacji odpowiednio: poślizgu dyslokacyjnego opisanego modelem związanym z gęstością dyslokacji [216], dyfuzji na granicy ziarn oraz dyfuzji wewnątrz ziaren. Litera  $c$  oznacza, iż dotyczy to fazy kompozytu związanej z siecią krystaliczną.

Założono krytyczny rozmiar ziarna  $d_c$ , poniżej której mechanizmy dyslokacyjne przestają być aktywnym czynnikiem podczas deformacji plastycznej. Założono dalej, iż dla ziaren poniżej  $d_c$  jedynie mechanizmy oparte na dyfuzji pozostają aktywne oraz, iż deformacja plastyczna obejmująca obszary przygraniczne odbywa się, z uwagi na amorficzny charakter struktury, poprzez dyfuzyjny transport masy wzdłuż granic ziaren dla małych ziaren, natomiast w przypadku dużych ziarn obszary przygraniczne zachowują się jak szkło metaliczne poddane homogenicznej deformacji. Przyjęto, iż opór płynięcia fazy przygranicznej wzrasta wraz ze wzrostem wielkości ziarna, aż do osiągnięcia górnego

limitu, który jest naprężeniem płynięcia materiału w stanie amorficznym i nie zmienia się powyżej ustalonej wielkości ziarna. Minimalna wielkość ziarna jak również naprężenie uplastyczniające, które odpowiadają osiągnięciu górnego limitu mogą być obliczone przy powyższych założeniach.

Powyższy model zakłada istnienie w obszarach przygranicznych stref płynięcia materiału dla obu składników kompozytu (zbrojenie kompozytu czyli: strefa graniczna należąca do granic ziaren + ziarna, oraz osnowa kompozytu czyli obszary granic ziarn), czyli istnienie dwóch oddzielnych mechanizmów płynięcia: jednego związanego z dyfuzją pomiędzy krystalitami a granicą (Nabarro-Herring'a) oraz z pełzaniem zgodnym z mechanizmem Coble'a, natomiast drugi, to mechanizm odkształcenia oparty na zjawisku wiskozyjnego płynięcia fazy, którą stanowią granice ziaren.

W przypadku nanometrycznego materiału z czystej miedzi wykazano, iż dla rozmiarów ziaren poniżej 10nm odkształcenie plastyczne odbywa się jedynie na drodze dyfuzji, natomiast w zakresie 100-1000nm i to bez względu na prędkość odkształcenia dominującym mechanizmem jest poślizg dyslokacyjny. Wpływ mechanizmów dyfuzyjnych odbywających się w obszarach przygranicznych może być jeszcze większy, jeżeli weźmie się pod uwagę zjawiska pełzania na skutek dyfuzji odbywającej się w potrójnych granicach ziarn gdzie, zgodnie z [34, 217], zależność pomiędzy wielkością ziarna a prędkością odkształcenia rośnie wykładniczo z czwartą potęgą. Zaproponowane w [214-216] rozwiązania umożliwiły autorom wyjaśnić w dużej zgodności z eksperymentem zachowanie się wykresu Halla-Petcha w zakresie nanometrycznych rozmiarów ziaren w szerokim zakresie prędkości odkształcenia.

Badania nad wpływem poszczególnych mechanizmów deformacji na odkształcenie, wykazały, iż udział dyfuzji sieci (Nabarro-Herring) w odkształceniu może zostać zaniedbany w każdym badanym przypadku. W przypadku małych rozmiarów ziaren wpływ dyfuzji w obszarach granic ziaren, w szczególności w punktach potrójnych, wydaje się być dominującym mechanizmem odkształcenia plastycznego, podczas gdy wraz ze wrastającą średnicą ziarna wzrasta znaczenie mechanizmu odkształcenia za pomocą poślizgu dyslokacyjnego. Istnieje silny związek pomiędzy prędkością odkształcenia a wielkością ziarna przy ustalaniu wpływu poszczególnych mechanizmów deformacji – wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia maleje rozmiar ziarna, przy którym mechanizmy dyslokacyjne przejmują dominującą rolę podczas odkształcenia – jest to związane z ograniczeniem czasu potrzebnego na transport masy odbywający się na drodze dyfuzji.

### 4.2.3 PODSUMOWANIE OMÓWIENIA MODELI OPARTYCH O REGUŁĘ MIESZANIN

---

Modele oparte o regułę mieszanin, chociaż w prosty i efektywny sposób pozwalają na korekcję prawa Halla-Petcha, to nie opisują nawet w przybliżeniu fizycznych aspektów mechanizmu deformacji zarówno krystalitów jak i obszarów przygranicznych. Modele te zakładają istnienie amorficznej fazy przygranicznej o znacznym udziale objętościowym, co w rzeczywistości stanowi silne ograniczenie dla tych modeli i wydaje się być zasadne jedynie w przypadku materiałów o nanometrycznym rozmiarze ziarna lub szkielet metalicznych. Jak pokazują wyniki w cytowanych pracach, zaproponowane modele nie wyjaśniają w wystarczającej zgodności z eksperymentem danych doświadczalnych otrzymanych dla materiałów o submikronowej lub mikronowej strukturze, gdzie faza przygraniczna nie może spełniać roli znaczącego składnika kompozytu z uwagi na jej minimalny udział objętościowy, wykluczający jej znaczenie w regule mieszanin. Nie znaleziono w literaturze modeli opartych o zasadę mieszanin traktujących stopy o strukturze submikronowej lub hybrydowej analogicznie do metalicznych kompozytów umacnianych cząstkami, gdzie cząstki nieodkształcalnych wydzielen, a nie obszary przygraniczne lub ziarna osnowy, stanowią zbrojenie badanego stopu.

Ze wszystkich opisanych modeli opartych o regułę mieszanin wynika, iż istnieje silna zależność pomiędzy wielkością ziarna, proporcjami wielkości ziaren poszczególnych faz (przenoszącej odkształcenie i nieodkształcalnej), a dominującym mechanizmem deformacji plastycznej (sekwencją mechanizmów deformacji plastycznej).

Jeżeli uwzględnić fakt, iż w zależności od wzajemnych proporcji wielkości i ilości, dodatkowo z podziałem na charakterystykę w danym mikroobszarze materiału, wymienione ośrodki (krystality osnowy, zbrojenia, obszary przygraniczne) mogą przejmować rolę aktywnego medium przenoszącego odkształcenie plastyczne, i to zarówno symultanicznie jak i sekwencyjnie, to można postulować, iż reguła mieszanin wydaje się być dobrym narzędziem pozwalającym na przybliżoną charakterystykę odkształcanego materiału polikrystalicznego o silnie rozdrobionej strukturze ziaren i hybrydowej mikrostrukturze i może być stosowana jako narzędzie pomocnicze do analizy mechanizmów deformacji takich materiałów.

## 5 PRZESŁANKI DO PODJĘCIA BADAŃ

Przedstawione w trzech ostatnich rozdziałach rozważania na temat wiedzy zgromadzonej w literaturze, dotyczącej materiałów będących przedmiotem niniejszej pracy oraz wiedzy teoretycznej odnoszącej się do modeli i mechanizmów deformacji podobnych materiałów, obrazują dość jednoznacznie luki i braki w informacjach, które mogłyby posłużyć, jako podstawa do sformułowania uprawdopodobnionych stwierdzeń dotyczących zadań, jakie postawiono sobie w celach pracy (Rozdział 2). Znajomość podstawowych właściwości oraz struktury materiału, który ma być przedmiotem badań jest niewystarczająca, aby podjąć próbę analizy mechanizmu deformacji, chociaż jest wystarczająca, aby uznać te materiały za niezwykle interesujące tworzywa konstrukcyjne i próbować stosować je w aplikacjach szczególnie dla nich odpowiednich. Z drugiej strony wielość i różnorodność podejścia do tworzenia fizykalnego obrazu deformacji plastycznej podobnych materiałów prezentowana w literaturze jest na tyle rozbieżna, co do założeń i szczegółowych rozwiązań, że trudno byłoby wskazać, któryś z proponowanych modeli fizykalnych, jako adekwatny do nadeutektycznego siluminu ze zwiększoną zawartością niklu o hybrydowej, silnie rozdrobnionej strukturze. Dotyczy to zwłaszcza przypadku materiału o strukturze hybrydowej, która zawiera elementy struktury klasyfikowane zwykle, jako należące do dwu różnych, często przeciwstawnych klas materiałów. Omawiane w rozdziale 4 modele oparte o regułę mieszanin mogą, rzeczywiście, być przydatne do finalnego przewidzenia własności mechanicznych, ale nadal nie dają jasnych przesłanek, co do sposobu realizacji deformacji plastycznej takich materiałów i mogłyby być użyteczne dopiero po zidentyfikowaniu elementarnych procesów prowadzących do zmiany kształtu rozpatrywanych materiału.

Dlatego też, próba realizacji celów sformułowanych wcześniej wymaga przeprowadzenia pewnej liczby standardowych testów, które byłyby w stanie dostarczyć zestawu spójnych informacji, pozbawionych niepewności, co do porównywalności warunków eksperymentów oraz byłyby w stanie stać się bazą dla formułowania hipotez dotyczących mechanizmów deformacji plastycznej materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze hybrydowej. Dopiero na tej bazie postawione tezy mogą stać się przedmiotem dowodzenia i weryfikacji w dodatkowych eksperymentach, o ile pojawi się taka potrzeba. Konieczność przeprowadzenia takich badań wypływa ponadto z faktu, że informacje potrzebne do analizy mechanizmów deformacji charakteryzować się powinny specyficzną dbałością o szczegóły, które zwykle nie mają zasadniczego znaczenia dla wyrobienia sobie poglądu ogólnego o właściwościach badanego materiału i rzadko stanowią przedmiot doniesień naukowych.

## 6 BADANIA WŁASNE

---

### 6.1 PROGRAM BADAŃ EKSPERYMENTALNYCH

---

---

Jak wspomniano wcześniej, realizacja celów niniejszej pracy wymaga w pierwszej kolejności przeprowadzenia standardowych badań określających podstawowe relacje własności mechanicznych badanego materiału i struktury, zarówno wyjściowej jak i ewolucji struktury wywołanej deformacją materiału. Badania własności mechanicznych powinny dać możliwość oceny wpływu warunków deformacji oraz samej deformacji na naprężenie płynięcia. Powinny również pozwolić określić w sposób jakościowy oraz ilościowy wpływ temperatury, prędkości odkształcenia i stanu naprężenia na naprężenie płynięcia, ponieważ te parametry wraz z charakterystykami umocnienia odkształceniowego (również zależnego od temperatury i stanu naprężenia) zawierają w sobie informacje, które są bezpośrednio związane z mechanizmami deformacji i procesami relaksacyjnymi najczęściej towarzyszącymi odkształceniu plastycznemu. Istotnym z punktu widzenia możliwości interpretacyjnych jest również przeprowadzenie wyżej wyspecyfikowanych badań na materiałach o różnych, ale kontrolowanych, parametrach wyjściowych struktury (stopień rozdrobnienia ziaren głównych składników fazowych materiału), przy niezmiennych innych parametrach takich jak skład chemiczny i historia technologiczna materiału.

Do badań postanowiono użyć dwu materiałów o istotnie różnych wielkościach ziaren uzyskanych na drodze konsolidacji plastycznej dwu wyselekcjonowanych frakcji proszku rozpylanego gazem obojętnym do wody. Zapewniało to identyczność obu materiałów pod względem składu chemicznego oraz historii technologicznej, ale pozwalało uzyskać zróżnicowanie wielkości ziarna na skutek różnic w szybkości chłodzenia (szybkości odprowadzania ciepła) zależnej od wielkości cząstki proszku. Na tym etapie badań zaplanowano, następujące eksperymenty dla obydwu przygotowanych materiałów:

1. Próbę jednoosiowego ściskania standardowych próbek cylindrycznych przy ustalonych temperaturach z zakresu od 20C do 460C i różnych prędkościach odkształcenia z zakresu od  $0,1 \text{ s}^{-1}$  do  $0,001 \text{ s}^{-1}$ .
2. Próbę jednoosiowego rozciągania standardowych próbek przy ustalonych temperaturach z zakresu od 20C do 460C i różnych prędkościach odkształcenia z zakresu od  $0,1 \text{ s}^{-1}$  do  $0,001 \text{ s}^{-1}$ .
3. Badania struktury przy pomocy mikroskopu świetlnego na próbkach przed deformacją i po różnych stopniach deformacji nadanych przy różnych warunkach temperaturowo-prędkościowych.
4. Badania struktury przy pomocy mikroskopu elektronowego transmisyjnego na próbkach przed deformacją i po różnych stopniach deformacji nadanych przy różnych warunkach temperaturowo-prędkościowych.
5. Próbę jednoosiowego ściskania próbek z materiału silnie odkształconego na gorąco metodą kucia matrycowego przy temperaturze pokojowej i ustalonej prędkości odkształcenia.
6. Badania struktury przy pomocy mikroskopu świetlnego na próbkach z materiału silnie odkształconego na gorąco metodą kucia matrycowego oraz materiału poddanego obróbce cieplnej
7. Badania struktury przy pomocy mikroskopu elektronowego transmisyjnego na próbkach z materiału silnie odkształconego na gorąco metodą kucia matrycowego.
8. Badania dylatometryczne i kalorymetryczne materiału w stanie wyjściowym.

Wymieniony powyżej zestaw testów i badań powinien dostarczyć spójnych informacji, których analiza jest w stanie dostarczyć uprawdopodobnionych sugestii odnośnie mechanizmu deformacji, pozwalających sformułować roboczą tezę dotyczącą głównych cech mechanizmu kontrolującego zachowanie się materiału pod działaniem sił zewnętrznych.

## 6.2 MATERIAŁ UŻYTY DO BADAŃ

---

Materiał ( $\text{Al}_{26}\text{Si}_{8}\text{Ni}$ ) użyty do badań w niniejszej pracy jest materiałem eksperymentalnym wytworzonym w oparciu o technologię przedstawioną w Rozdziale 2. Doboru składu i opracowania szczegółowej technologii wytwarzania dokonano na podstawie doświadczeń zebranych w projekcie „MikroAlu”, gdzie wykorzystywano materiał produkowany w całości na Politechnice Budapeszteńskiej w oparciu o proszek rozpylany gazem obojętnym do gazu obojętnego a następnie konsolidowany na laboratoryjnym stanowisku do wyciskania w układzie pionowym. Na użytek badań w niniejszej pracy wykorzystano jeden z materiałów testowanych w projekcie „AluSiForm”, który różnił się nieznacznie składem (zwiększona zawartości niklu z 6% do 8%) od materiału referencyjnego, jakim był materiał badany w projekcie „MikroAlu”. Dalsze różnice względem materiału referencyjnego sprowadzały się do różnic w technologii wytwarzania. Wykorzystanie do badań takiego właśnie materiału miało na celu stworzenie możliwości porównywania wyników z danymi zgromadzonymi we wcześniejszych badaniach, w oparciu, o które konstruowano koncepcję badań niniejszej pracy.

Materiał do badań został wytworzony w warunkach przemysłowych przez IMN Oddział Metali Lekkich w Skawinie. Odlane metodą półciąglą wlewki stopu o składzie 26% krzemu, 8% niklu reszta aluminium, poddawano atomizacji przez rozpylanie gazem obojętnym ze stanu ciekłego do komory z wodnym chłodzeniem, w taki sposób, że schłodzone szybko w strumieniu azotu cząstki proszku były „dogaszane” w wodzie. Prowadziło to do odmiennego składu i grubości warstw pasywacyjnych na powierzchni proszku, w porównaniu do materiałów badanych w projekcie „MicroAlu”. W wyniku opisanego procesu, wyprodukowane proszki posiadały strukturę polikrystaliczną o silnie rozdrobnionym, stabilnym termicznie ziarnie, którego wielkość nie ulega zmianom w procesie konsolidacji plastycznej. Po osuszeniu proszek frakcjonowano wybierając dwie frakcje. Jedną frakcję stanowił proszek o wielkości cząstki poniżej 150  $\mu\text{m}$ , drugą zaś proszek o wielkości cząstek mniejszej niż 50  $\mu\text{m}$ . Takie frakcje zostały poddane procesowi konsolidacji plastycznej. Wybór dwu frakcji proszku podyktowany był zamiarem określenia wpływu wielkości ziaren na zachowanie się materiału. W przypadku rozpylania z fazy ciekłej wielkość ziarna jest zależna od prędkości krzepnięcia, a ta z kolei, jest determinowana przez możliwość odprowadzenia ciepła krystalizacji. Zatem, czym mniejsza jest cząstka cieczy, a po zakrzepnięciu cząstka proszku, tym większa jest prędkość krystalizacji, większe przechłodzenie cieczy i mniejsza wielkość ziarna po krystalizacji.

Wybrane proszki zagęszczano wstępnie przez jednostronne prasowanie na zimno w zamkniętym pojemniku, a następnie umieszczano wypraski w zaślepionej obustronnie

cienkościennej (0,6mm) osłonie z czystego aluminium o średnicy nieco mniejszej niż średnica pojemnika prasy (130mm) i podgrzewano do temperatury ok. 450C. Następnie tak przygotowany nabój umieszczano w pojemniku prasy nagrzanym do temperatury ok. 425C i konsolidowano plastycznie przez wyciskanie stosując wydłużenie  $\lambda \approx 30$ . Uzyskiwano pręty okrągłe o średnicy 25mm. Materiał konsolidowany z frakcji proszków o wielkości cząstek poniżej 150 $\mu\text{m}$  oznaczano symbolem *PNC* („coarse”), natomiast po konsolidacji proszków o wielkości cząstek poniżej 50  $\mu\text{m}$  materiał oznaczono *PNF*, („fine”). Uzyskane pręty posiadały gładką powierzchnię pokrytą cienką warstwą czystego aluminium i zostały użyte do przygotowania próbek do badań. W czasie przygotowywania próbek materiał wykazywał dobrą obrabialność mechaniczną.

Z części prętów z materiału *PNF* wykonano, metodą kucia matrycowego na gorąco (temperatura kucia 460C), odkuwki półwyrobów do produkcji tłoków do małogabarytowych silników spalinowych. Odkuwki wykonano w zakładach przemysłowych „BERVA” B.V. na Węgrzech, w celu uzyskanie materiału po dużych odkształceniach nadanych w warunkach przemysłowych (**rys. 30**). Odkuwki w formie grubo i cienkościennych, jednostronnie zaślepionych tulei, wykorzystywano do wykonania próbek do badań materiału, który płynął plastycznie w warunkach różniących się stanów naprężenia (ściana tulei i „korona” tłoczka).



**Rys. 30.** Tłoczki wykonane z materiału *PNC* metodą kucia na gorąco

W wyniku wyżej opisanych działań uzyskano materiał o strukturze identycznej jak opisana w rozdziale 2. Dla materiału *PNC* krystalicy krzemu pierwotnego są wyraźnie większe niż w materiale *PNF*. Ich średnia wielkość nie przekracza 7 $\mu\text{m}$ , podczas gdy w materiale *PNF* wielkość tę oszacowano na ok. 4 $\mu\text{m}$ . Kryształy pierwotnego krzemu otacza mieszanina równoosiowych ziaren krzemu i fazy bogatej w aluminium o wielkości ziaren od ~150nm do ~500nm silnie dekorowana na granicach cząstkami bogatymi w nikiel o wymiarach od ~30nm do ~90nm, tak jak miało to miejsce w materiałach „MicroAlu”.

## 6.3 BADANIA STANDARDOWE

Aby otrzymać niezbędne dane eksperymentalne charakteryzujące deformację i ewolucję struktury, przeprowadzono eksperymenty, których szczegółowe zestawienie pokazuje **tabela 2**. W sumie wykonano ponad 200 testów mechanicznych, na które złożyły się testy ściskania i rozciągania w pokojowej i wysokich temperaturach oraz z różnymi prędkościami odkształcenia. Badania struktury pod mikroskopem optycznym i skaningowym mikroskopem elektronowym, jak również badania defektów struktury wykonane mikroskopem elektronowym technikami TEM oraz STEM. Dodatkowo wykonano badania dylatometryczne i kalorymetryczne celem zbadania przemian fazowych, które mogłyby mieć wpływ na wyniki badań przeprowadzonych po obróbce cieplnej oraz w wysokich temperaturach. W materiałach w stanie nierównowagi, produkowanych na drodze szybkiej krystalizacji przemiany fazowe mogą mieć istotne znaczenie dla zmian własności podczas wysokotemperaturowej deformacji.

Poniżej, w kolejnych podrozdziałach opisano sposób prowadzenia poszczególnych badań oraz przedstawiono najbardziej reprezentatywne wyniki przeprowadzonych eksperymentów a następnie ich analizę.

| <b>Tabela. 2. Zestawienie przeprowadzonych badań</b> |                         |            |   |
|--|-------------------------|------------|---|
| <b>Eksperyment</b>                                   | <b>Rodzaj materiału</b> |            | <b>Stan materiału / Warunki eksperymentu / Ilość wyników</b>  |
| <b>Testy ściskania</b>                               | <b>PNC</b>              | <b>PNF</b> | Materiał po konsolidacji / temperatura testów: 20, 380C, 420C, 460C, prędkość odkształcenia 0,001 do 0,1/s / 48 próbek  |
| <b>Testy rozciągania</b>                             | <b>PNC</b>              | <b>PNF</b> | Materiał po konsolidacji / temperatura testów: 20, 380C, 420C, 460C, prędkość odkształcenia 0,001 do 0,1/s / 48 próbek  |
| <b>Dylatometria</b>                                  | <b>PNC</b>              | <b>PNF</b> | Materiał po konsolidacji / temperatura testów: od 30 do 520C / 4 próby  |
| <b>Kalorymetria</b>                                  | <b>PNC</b>              | <b>PNF</b> | Materiał po konsolidacji / temperatura testów: od 0 do 520C / 4 próby   |
| <b>Mikroskop optyczny</b>                            | <b>PNC</b>              | <b>PNF</b> | Materiał po konsolidacji oraz materiał po deformacji plastycznej w 20C i 340C/ jasne pole, ciemne pole, światło spolaryzowane, powiększenia 400 i 1000 / 8 próbek, 48 zdjęć               |
|  | <b>PNC</b>              | -          | Materiał po kuciu na gorąco (analizowane były ścianka cienka i gruba oraz denko tłoczka) / jasne pole, ciemne pole, światło spolaryzowane, powiększenia 400 i 1000 / 6 próbek, 32 zdjęcia |
|  | <b>PNC</b>              | <b>PNF</b> | materiał po konsolidacji poddany obróbce cieplnej w 340C, 460C przez 100 godzin / jasne pole, ciemne pole, powiększenia 400 i 1000 / 6 próbek, 24 zdjęcia                                 |
| <b>Mikroskop elektronowy transmisyjny (TEM+STEM)</b> | <b>PNC</b>              | <b>PNF</b> | Materiał po konsolidacji oraz materiał po deformacji plastycznej w 20C i 340C / różne powiększenia, analiza składu / 8 próbek   |
|  | <b>PNC</b>              | -          | Materiał po kuciu na gorąco (analizowane były ścianka cienka i gruba oraz denko tłoczka) / różne powiększenia, analiza składu / 3 próbki  |

### 6.3.1 PRÓBY ROZCIĄGANIA I ŚCISKANIA

---

Badania wytrzymałościowe wykonano z wykorzystaniem dynamicznej maszyny wytrzymałościowej MTS 880 (**rys. 31**) wyposażonej w wysokotemperaturowy piec zapewniający stabilizację temperatury w czasie testów z dokładnością  $\pm 3\text{C}$  i równomiernym rozkładem temperatury wzdłuż strefy roboczej dla rozciągania mniejszym niż  $5\text{C}$ , a dla próby ściskania mniejszym niż  $1\text{C}$ .



**Rys. 31.** Maszyna wytrzymałościowa MTS 880 wraz z piecem

Testy wykonano w temperaturze pokojowej oraz w temperaturach  $220\text{C}$ ,  $380\text{C}$ ,  $420\text{C}$  i  $460\text{C}$ . Wybrano początkowe prędkości odkształcenia z zakresu od  $10^{-1}$   $1/\text{s}$  do  $10^{-3}$   $1/\text{s}$ . Każdy test powtarzano przynajmniej trzykrotnie, a do analizy wybierano wynik najbardziej reprezentatywnej próbki. W ten sposób unikano uśredniania wyników, co w niektórych przypadkach mogłoby maskować fizyczne efekty obserwowalne jedynie na indywidualnych próbkach. W wyniku przeprowadzonych prób na materiałach **PNC** oraz **PNF** uzyskano krzywe ściskania i rozciągania dla różnych prędkości i temperatur odkształcenia. W testach ściskania wykorzystano standardowe próbki (**rys. 32**) natomiast do badań rozciągania próbki pięciokrotne.



**Rys. 32.** Próbki przygotowane z materiału **PNC** (od lewej): ściskana na gorąco  $460\text{C}$ , próbka do ściskania na gorąco, próbka do ściskania na zimno, próbka ściskana w temperaturze pokojowej.

### 6.3.2 TESTY KALORYMETRYCZNE ORAZ DYLATOMETRYCZNE

---

Szybko krystalizowane siluminy nadeutektyczne, z uwagi na specyficzny proces produkcji, charakteryzują się dużą ilością faz, w tym część z nich, zgodnie z przesłankami literaturowymi, może znajdować się w stanie silnie nierównowagowym. Celem wykrycia ewentualnych przemian fazowych, które mogłyby być odpowiedzialne za odmienne zachowanie się materiału podczas testów w różnych temperaturach, przeprowadzono badania kalorymetryczne oraz dylatometryczne. Testowano zarówno materiał *PNC* jak i *PNF*.

Do badań kalorymetrycznych zastosowano skaningowy kalorymetr różnicowy DSC 821<sup>o</sup> firmy Mettler Toledo. Testy zostały przeprowadzone bez obecności próbki referencyjnej, w komorze ze stałym przepływem gazu obojętnego (**rys. 33**). Wszystkie próbki zostały poddane badaniu o identycznym schemacie:

- krok 1: nagrzewanie od 0 do 520C,
- krok 2: chłodzenie od 520C do 0C,
- prędkość zmian temperatury: 15°C/min.

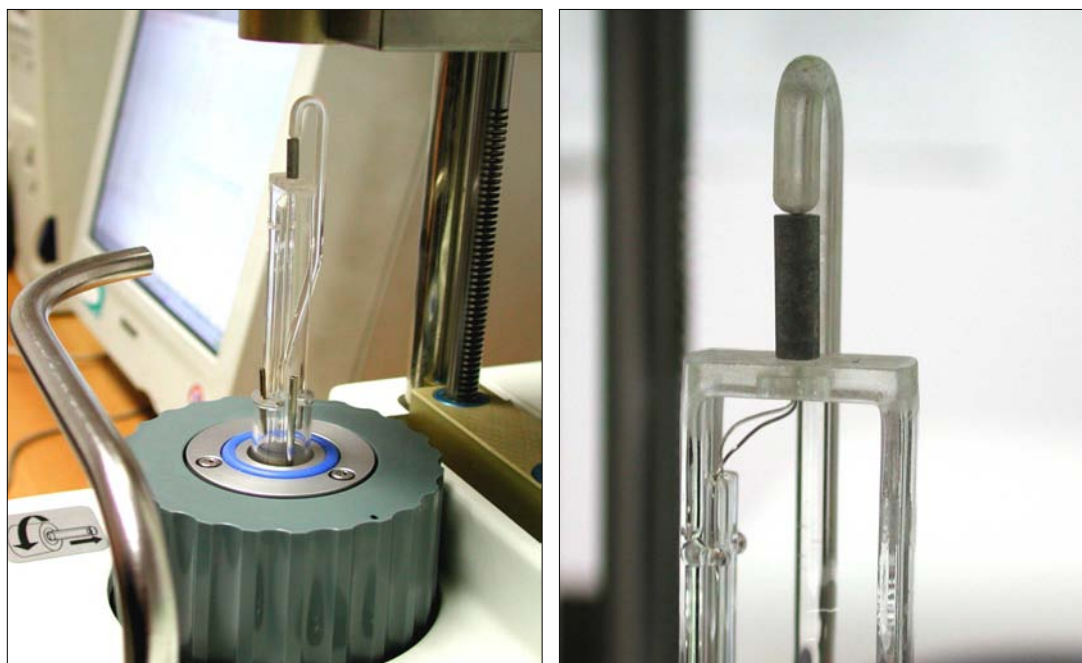


*Rys. 33. Komora do badań kalorymetrycznych wraz z próbką*

Do badań dylatometrycznych zastosowano analizator termomechaniczny TMA/SDTA 840 firmy Mettler-Toledo. We wszystkich pomiarach zastosowano stały

nacisk o wartości 0,1 N wywierany przez sondę pomiarową (**rys. 34**). Badania prowadzono w ochronnej atmosferze argonu. Próbki zostały poddane badaniu o poniższym schemacie:

- krok 1: nagrzewanie od 30 do 470C (lub 520C),
- krok 2: chłodzenie od 470C (lub 520C) do 30C,
- kroki 1 i 2 powtarzane były 4 razy,
- prędkość zmian temperatury: 15C/min.



*Rys. 34. Układ pomiarowy analizatora TMA z próbką*

### 6.3.3 BADANIA MIKROSKOPOWE

---

Badania struktury wykonano stosując metody mikroskopii optycznej i elektronowej. Przygotowywanie preparatów do metalograficznych obserwacji w mikroskopie świetlnym przeprowadzono w oparciu o standardowe procedury firmy STRUERS. Cienkie folie, do badań na mikroskopie transmisyjnym, przygotowywano metodą ścieniania jonowego za pomocą urządzenia PIPS 691. Obserwacje preparatów przeprowadzono przy pomocy mikroskopu świetlnego NEOPHOT 2 i mikroskopu elektronowego skaningowo – transmisyjnego (STEM) JEOL 2010ARP. Obserwacje w mikroskopie świetlnym wykonywano technikami jasnego i ciemnego pola widzenia oraz techniką obserwacji w świetle spolaryzowanym. Preparaty w mikroskopie elektronowym badano techniką transmisyjną (TEM) i skaningowo-transmisyjną (STEM) z wykorzystaniem mikroanalizy chemicznej EDS PENTAFET Oxford Instrument Laboratory ISIS.

## 6.4 WYNIKI BADAŃ

---

Poniżej przedstawiono najbardziej charakterystyczne wyniki przeprowadzonych eksperymentów. Ze względu na ilość i obszerność wyników zgromadzonych w przeprowadzonych eksperymentach prezentacja całości rezultatów prac eksperymentalnych przekracza możliwości edytorskie, a zamieszczenie ich w całości mogłoby prowadzić do braku przejrzystości i zaciemnienia istotnych informacji z nich wpływających. Z tego powodu zamieszczone poniżej omówienia wyników dotyczą całego zbioru danych doświadczalnych, chociaż prezentowany materiał ilustracyjny stanowi jedynie wybrany fragment najbardziej charakterystycznych wyników.

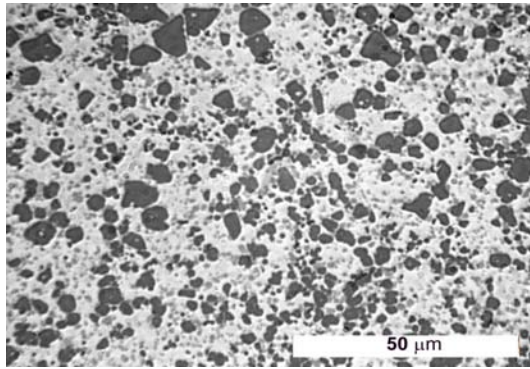
## 6.4.1 BADANIA MIKROSKOPOWE MATERIAŁU WYJŚCIOWEGO I MATERIAŁU KUTEGO MATRYCOWO NA GORĄCO

---

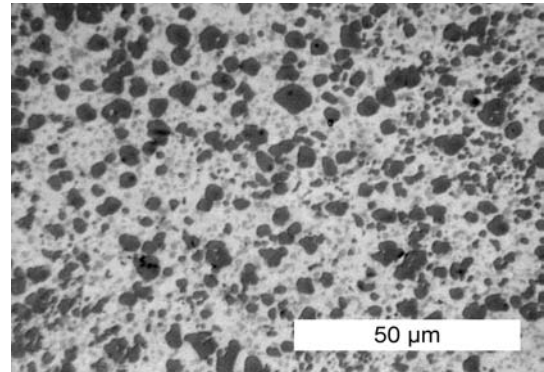
### 6.4.1.1 BADANIA MIKROSKOPEM ŚWIETLNYM

Obrazy mikrostruktury materiału PNC po różnych wariantach obróbki cieplnej i plastycznej obserwowane techniką jasnego pola widzenia na nie trawionych szlifach przedstawiono na **rys. 35**. Równoosiowe, w przewodzie, ziarna pierwotnego krzemu o wielkości nie przekraczającej  $5\div 8\ \mu\text{m}$ , incydentalnie większe, rozłożone równomiernie w osnowie składającej się wyraźnie z wielu bardzo drobnych, submikronowych w rozmiarze faz krzemowych i aluminiowo-niklowych otoczonych roztworem na bazie aluminium, stanowią główne elementy obrazu struktury. Bez względu na historię technologiczną materiału, to znaczy bez względu na to czy materiał był w stanie wyjściowym po konsolidacji, czy został dodatkowo odkształcony w pokojowej, czy w wysokiej temperaturze, z małymi czy dużymi odkształceniami, czy wreszcie został wyżarzony przez bardzo długi czas w różnych, nawet bardzo wysokich temperaturach, obraz uzyskanej struktury jest taki sam. Nie zaobserwowano jakichkolwiek geometrycznych skutków deformacji w strukturze, ani nie obserwowano jakichkolwiek zmian struktury charakterystycznych dla zdrowienia lub rekrytalizacji. Obserwowalne techniką mikroskopii świetlnej elementy morfologiczne i fazowe struktury pozostają całkowicie indyferentne na procesy obróbki cieplnej i plastycznej.

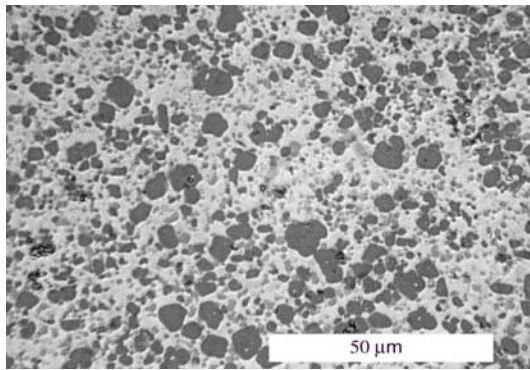
W identyczny sposób przedstawiają się wyniki obserwacji materiału PNF. Jediną cechą odróżniającą ten ostatni materiał od materiału PNC jest wielkość ziarna pierwotnego krzemu, która w tym przypadku nie przekracza (z wyjątkiem nielicznych incydentalnych ziaren) wielkości  $3\div 4\ \mu\text{m}$ . W tym przypadku również obserwowano brak wpływu historii technologicznej materiału na obraz struktury obserwowanej z pomocą mikroskopu świetlnego.



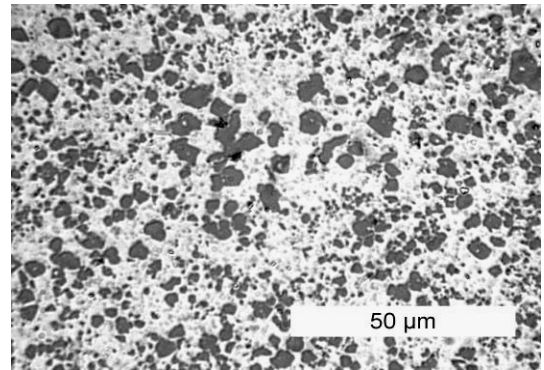
a) po konsolidacji,



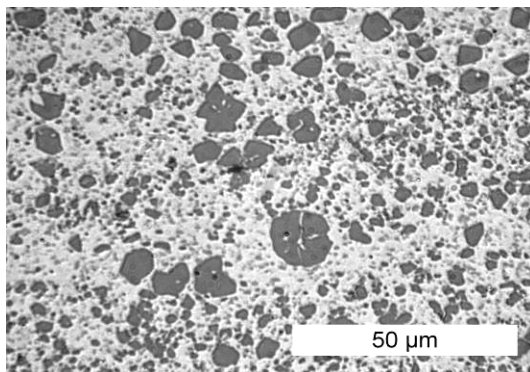
b) po kuciu na gorąco - cienka ścianka tloczka,



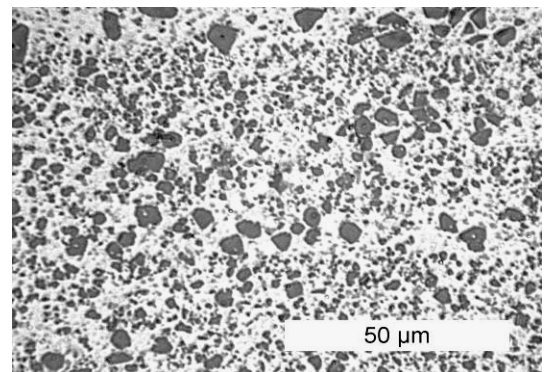
c) po odkształceniu 30% na zimno,



d) po odkształceniu 30% na gorąco (380C),



e) po wyżarzaniu - 100h, 340C,

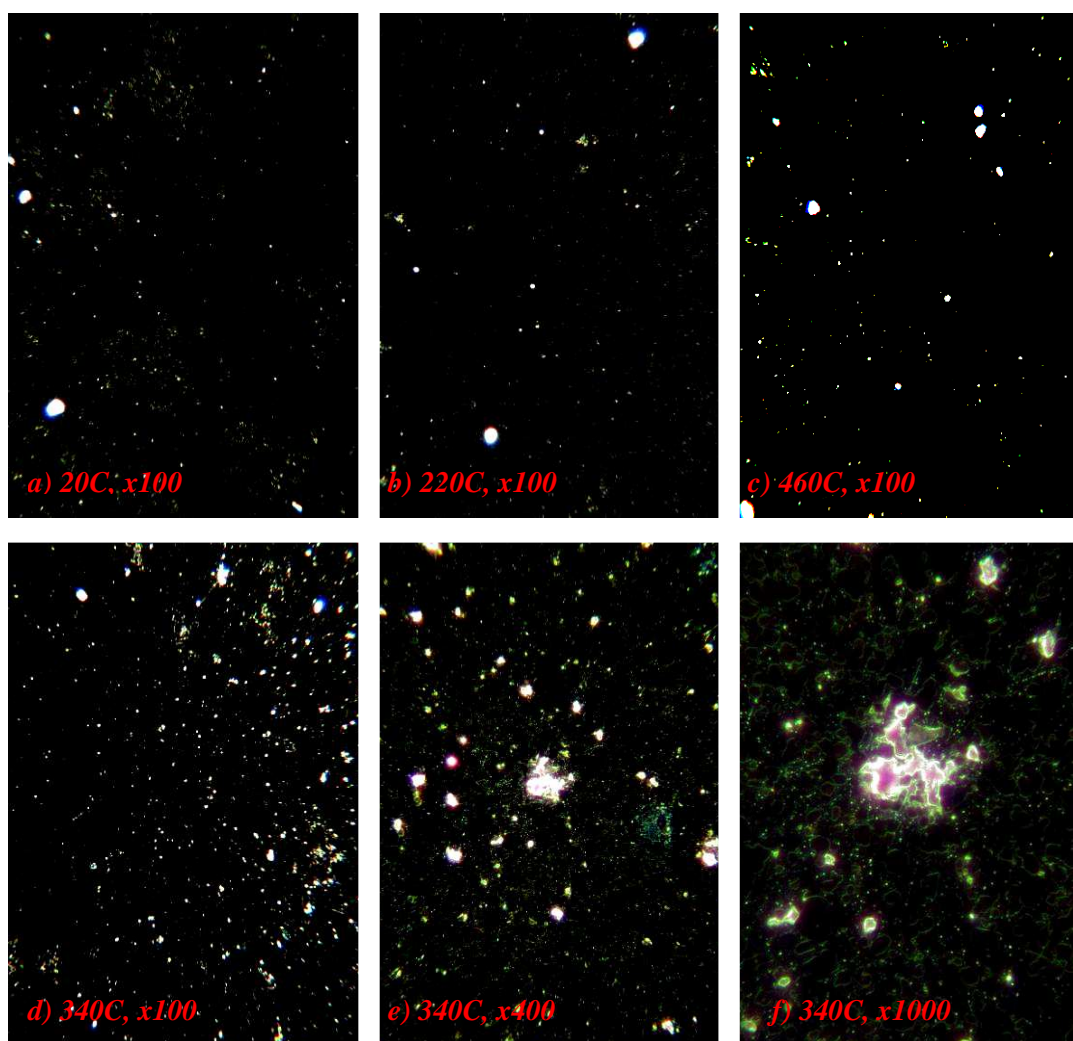


d) po wyżarzaniu - 100h 460C,

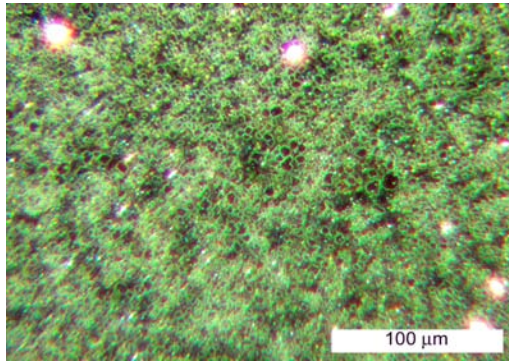
**Rys. 35.** Materiał PNC poddany różnym procesom odkształcenia plastycznego i obróbki cieplnej. Szlif nie trawiony w jasnym polu widzenia.

Zmiana kontrastu obserwacji z jasnego na ciemne pole widzenia uwidacznia różnice wywołane historią technologiczną materiału. Zmiany takie można również obserwować w świetle spolaryzowanym przy częściowo skrzyżowanych nikolach. Deformacja plastyczna na zimno i na gorąco jak i długotrwałe wyżarzanie prowadzi

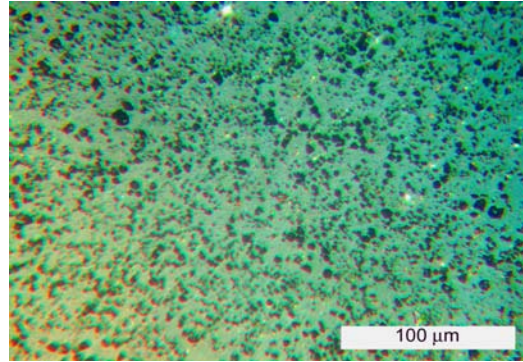
do ujawnienia się pewnej ilości pustek o wymiarach submikronowych i sporadycznie pustek o wymiarach kilku mikronów o nieregularnych, rozetowatych kształtach, świecących w charakterystyczny sposób w tych kontrastach. O ile wielkość odkształcenia plastycznego wpływa na ilość obserwowanych pustek w taki sposób, że zwiększenie odkształcenia do pewnego stopnia zwiększa ilość tych nieciągłości, o tyle wzrost temperatury wyżarzania do około 340C prowadzi do wzrostu ilości pustek, ale dalszy wzrost temperatury odwraca tą tendencję, co ilustruje rys. 36.



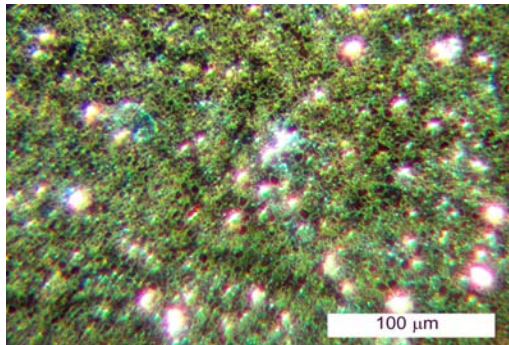
*Rys. 36. Materiał PNF po konsolidacji a), wygrzewany w różnych temperaturach przez 100 godzin, b), c), d). Obrazy e) i f) ilustrują większe powiększenia materiału przedstawionego na obrazie d). Mikroskop optyczny, ciemne pole widzenia.*



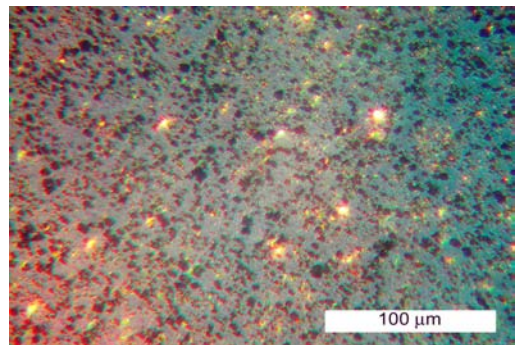
a) denko cylindra, ciemne pole



b) denko, światło spolaryzowane

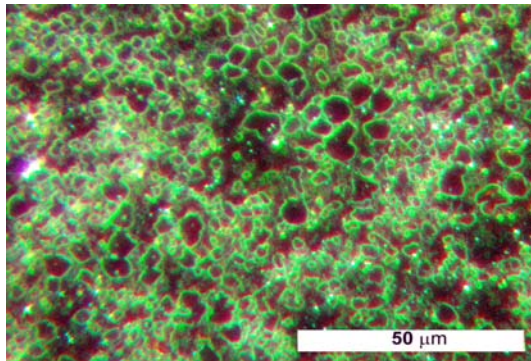


c) ścianka cylindra, ciemne pole

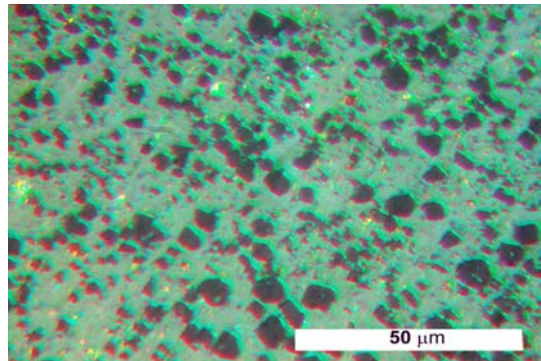


d) ścianka cylindra, światło spolaryzowane

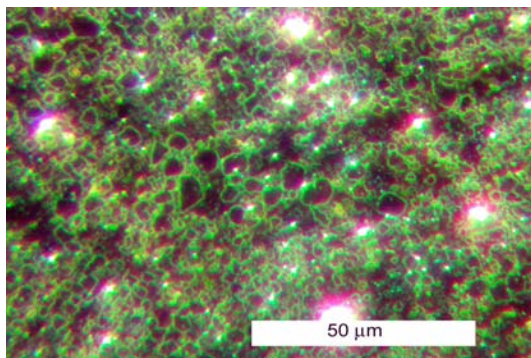
**Rys. 37.** Zdjęcia poszczególnych fragmentów cylindra wykonanego z materiału PNF w procesie kucia na gorąco.



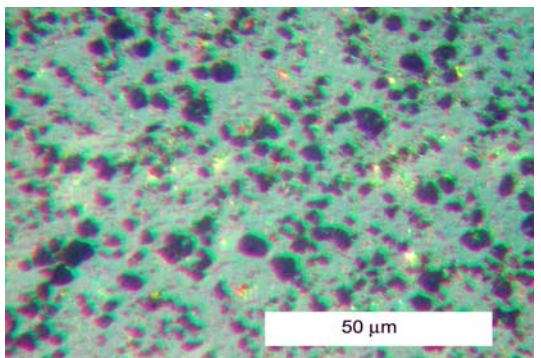
a) denko cylindra, ciemne pole



b) denko cylindra, światło spolaryzowane



c) cienka cylindra, ciemne pole



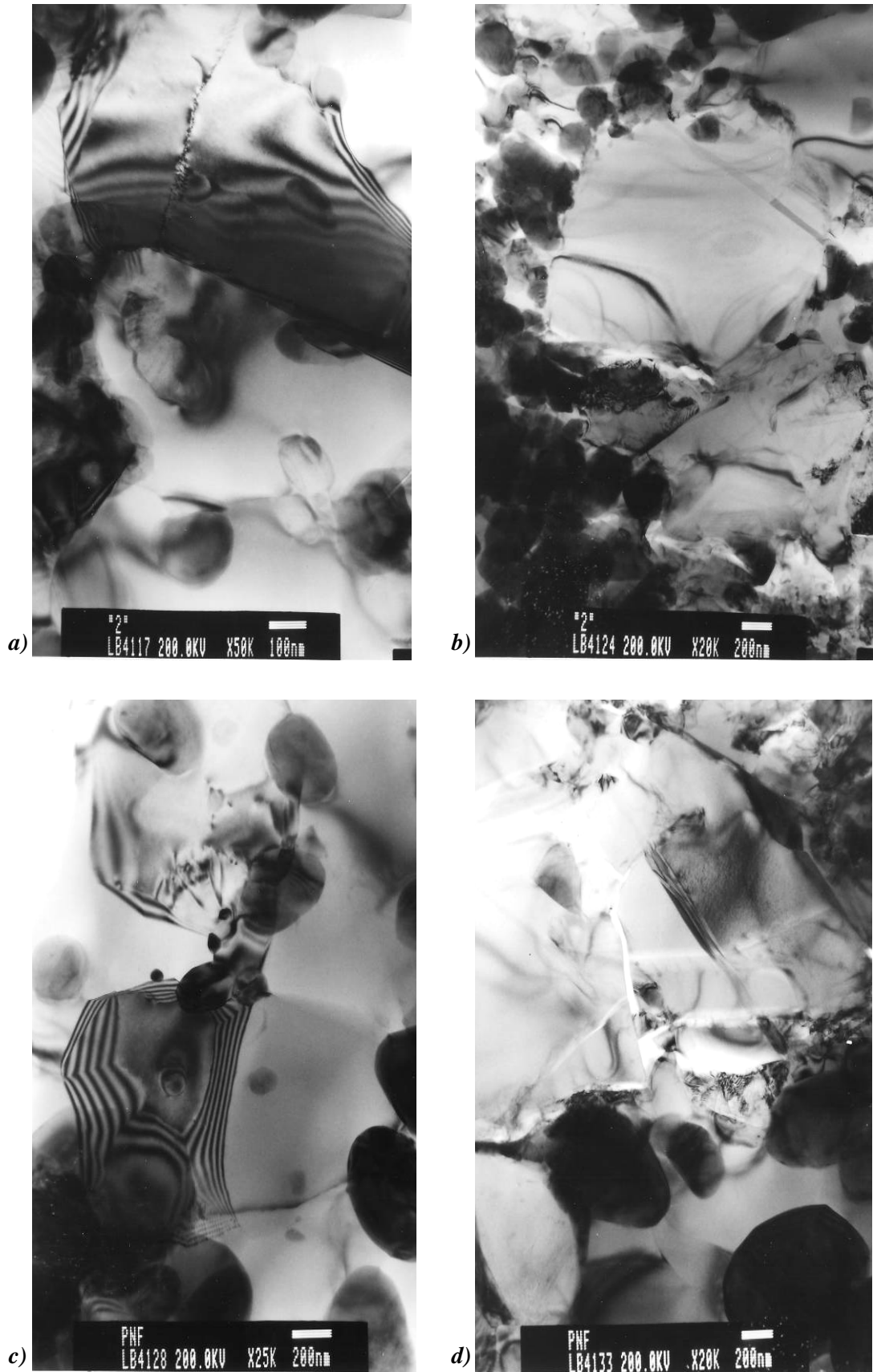
d) ścianka cylindra, światło spolaryzowane

**Rys. 38.** Zdjęcia poszczególnych fragmentów cylindra wykonanego z materiału PNC w procesie kucia na gorąco

Odształcenie indukuje pojawienie się pustek, ale ilość pojawiających się defektów tego typu zależna jest od stanu naprężenia, przy którym odształcenie jest realizowane. Duży udział składowej ściskającej, jak ma to miejsce w denku kutego tłoka, wyraźnie zmniejsza ilość obserwowanych w strukturze pustek i mikro szczelin w porównaniu do ścianki takiej odkuwki, gdzie swobodne płynięcie wzdłuż matrycy może wywoływać lokalnie naprężenia rozciągające. Pokazują to przykłady pokazane na rys. **rys. 37** i **38** odpowiednio dla materiałów PNF i PNC. Obydwa materiały wykazują się podobnymi cechami.

#### 6.4.1.2 BADANIA MIKROSKOPEM ELEKTRONOWYM

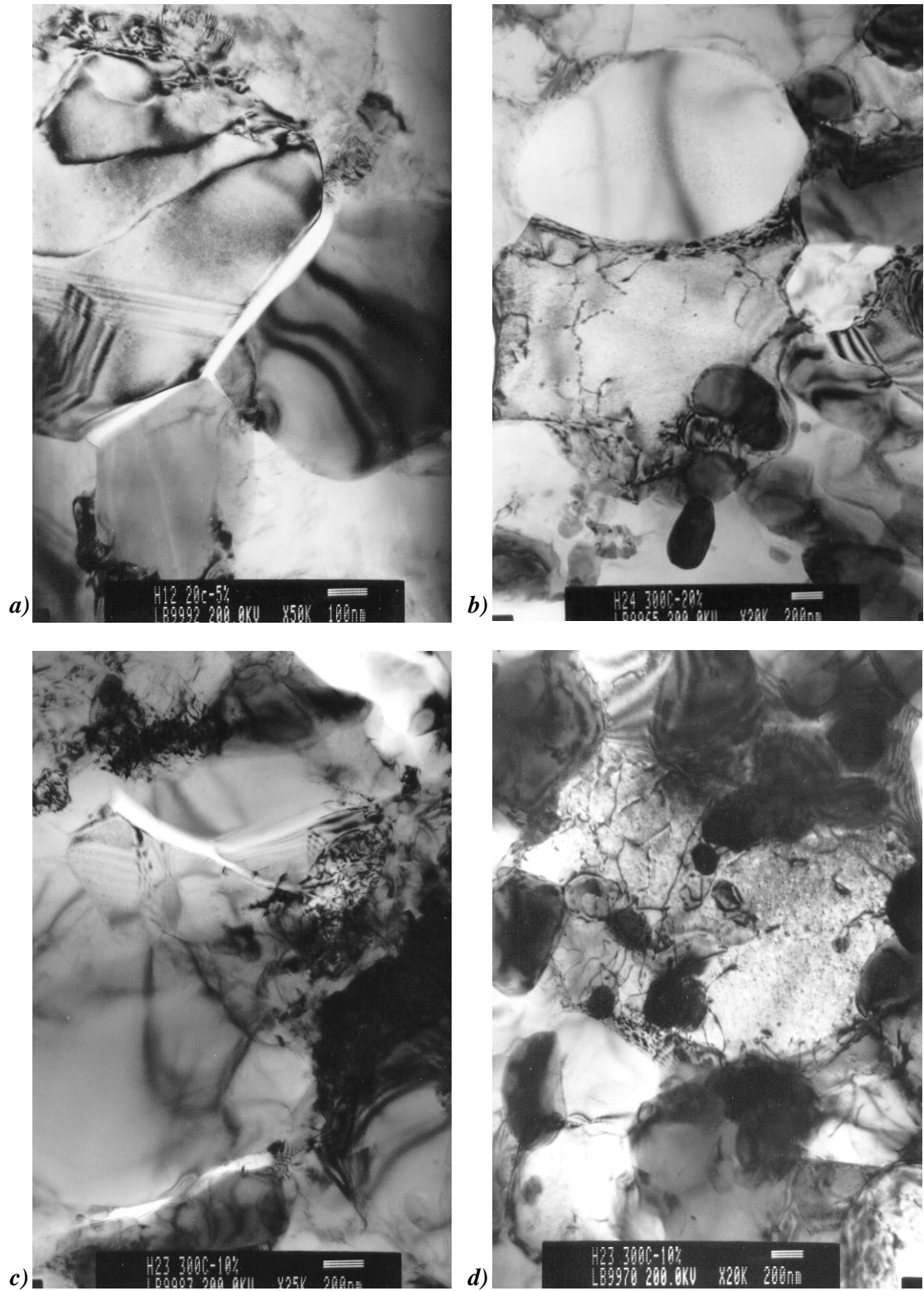
Obserwacje elektrono-mikroskopowe dotyczyły podobnych wariantów materiałowych oraz warunków obróbki cieplnej i odształcenia plastycznego badanych materiałów. Ze względów na racjonalizację kosztów i czasochłonność badań ograniczono się w tym przypadku do wariantów skrajnych wyznaczonych na podstawie badań przy pomocy mikroskopu świetlnego. Zastosowano dwie techniki obserwacji cienkich folii. Podstawowa to obserwacje wykorzystanie kontrastu dyfrakcyjnego w technice TEM, a pomocniczo posługiwano się kontrastem dyfrakcyjno-absorpcyjnym z użyciem techniki STEM. Ta druga technika okazała się szczególnie przydatna do obserwacji przy mniejszych powiększeniach obejmujących znacznie większe obszary próbki, a zatem dostarczająca informacji bardziej ogólnej w porównaniu do lokalnych, zwykle odnoszących się do jednego ziarna, obrazów struktury defektów uzyskiwanej techniką TEM. Obrazy uzyskane przy obserwacji cienkich folii z materiałów po konsolidacji techniką TEM przedstawiono na **rys. 39**. Struktura materiału charakteryzuje się obecnością wielu faz o silnie zróżnicowanych wymiarach. Oprócz mikronowej wielkości ziaren krzemu pierwotnego, widoczne są submikronowej wielkości ziarna roztworu na bazie aluminium oraz krzemu eutektycznego i liczne wydzielienia faz międzymetalicznych na bazie niklu i aluminium o wymiarach od 30nm do 180nm. Fazy te rozmieszczone są równomiernie tworząc przestrzenny układ, na którym rozpięte są proste, nie zdefektowane granice ziaren roztworu stałego aluminium i eutektycznego krzemu.



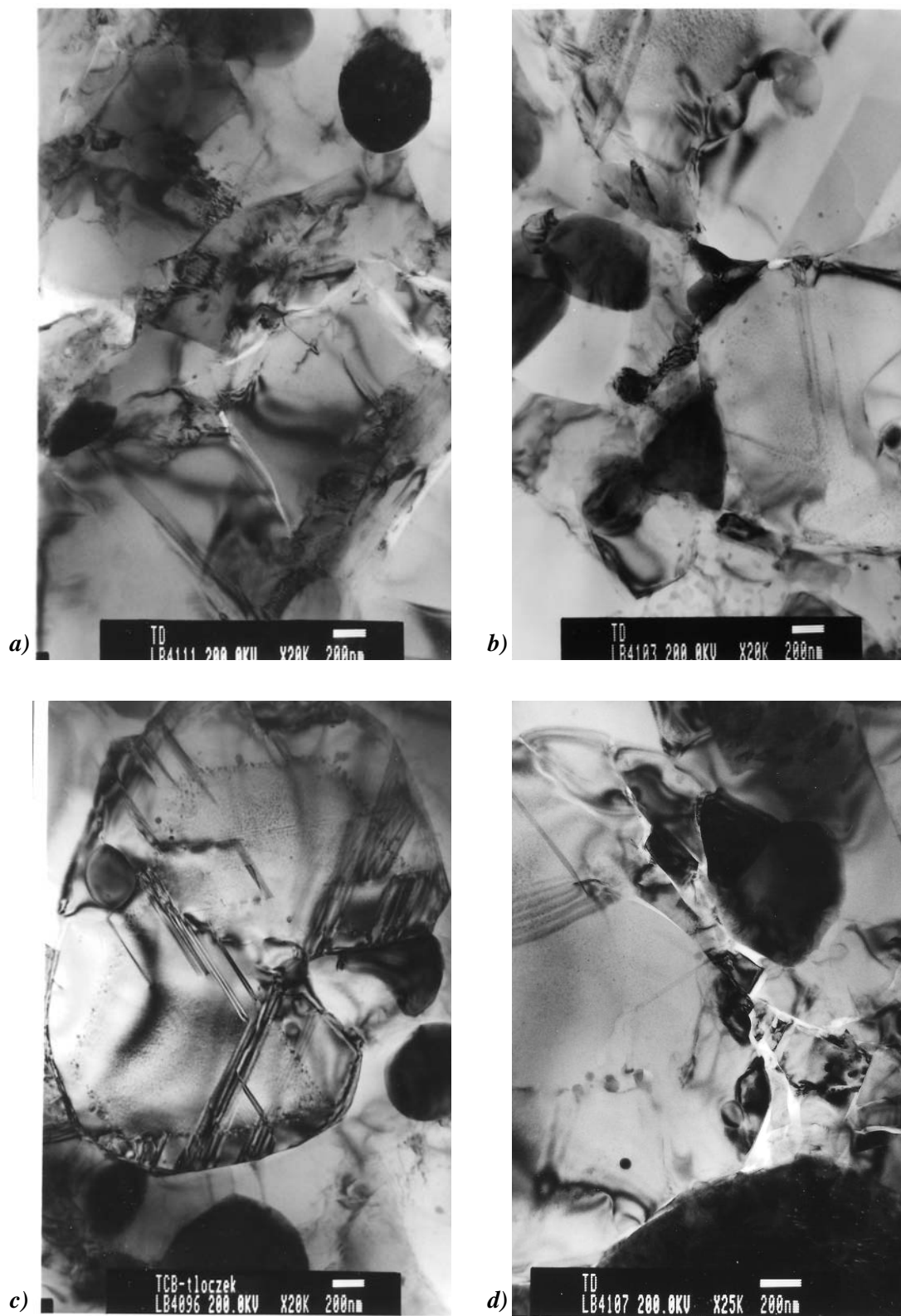
*Rys. 39. Materiał PNC, a), b), i PNF c), d) po konsolidacji plastycznej*

Pomimo tego, że materiał ten powstawał na drodze konsolidacji plastycznej, a więc był poddawany bardzo intensywnej deformacji przy wyciskaniu, ilość obserwowanych dyslokacji jest niewielka. Obserwowane dyslokacje znajdują się wyłącznie w ziarnach roztworu aluminiowego w dodatku tylko w ziarnach o większych wymiarach. Nawet w tym przypadku dyslokacje te mają tendencje do gromadzenia się przy granicach ziaren i nie tworzą układów znanych ze stopów o klasycznej strukturze. W dużych ziarnach krzemu pierwotnego nie obserwuje się dyslokacji, jakkolwiek można znaleźć dość liczne przypadki występowania cienkich bliźniaków deformacji. Niekiedy, choć niezbyt często w tych materiałach można zaobserwować pęknięcia większych kryształów krzemu, przebiegające na wskroś kryształów i kończące się w obszarach roztworu aluminiowego. Widoczne są również, stosunkowo nieliczne pustki o klinowatym kształcie na granicach pomiędzy kryształami krzemu i roztworu aluminiowego lub przy wydzieleniach faz międzymetalicznych.

Deformacja plastyczna konsolidowanych materiałów nie zmienia w zasadniczy sposób obrazu struktury badanych materiałów. Przykładowe struktury materiałów odkształcanych plastycznie do różnych stopni deformacji w temperaturze pokojowej i 380C w próbie ściskania ilustruje **rys. 40**. Podobnie jak w przypadku materiału po konsolidacji uderzającą cechą jest stosunkowo niewielka ilość obserwowanych dyslokacji, chociaż wydaje się być ona nieco większa niż w materiale po konsolidacji. Jest to o tyle zaskakujące, że deformacja w próbie ściskania przebiega bardzo statycznie w porównaniu do odkształcenia w procesie wyciskania, zatem warunki do akumulacji dyslokacji w procesie konsolidacji są znacznie bardziej sprzyjające, o ile w obu przypadkach działają podobne mechanizmy odkształcenia. Obserwowana struktura wskazywać by mogła, że ten ostatni warunek nie jest w pełni spełniony. Obserwowane dyslokacje w sposób bardzo wyraźny gromadzą się w okolicach granic większych rozmiarowo ziaren roztworu aluminiowego (**rys. 41 a, b**), podczas gdy ziarna mniejsze tego roztworu i ziarna krzemu są praktycznie wolne od dyslokacji. W tych ostatnich ziarnach można zaobserwować liczne bliźniaki deformacji oraz szczeliny powstałe w wyniku pęknięcia, podobnie jak obserwowano to w materiałach bezpośrednio po konsolidacji plastycznej.

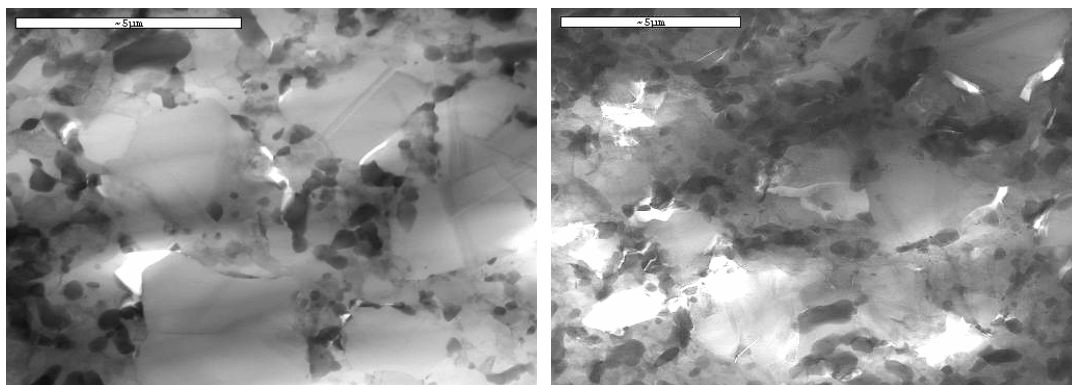


**Rys. 40.** Materiał PNC, **a)** deformacja na zimno 5%, **b)** deformacja w 380C, 20%, **c)** i **d)** materiał odkształcany w temperaturze 380C, 10%.

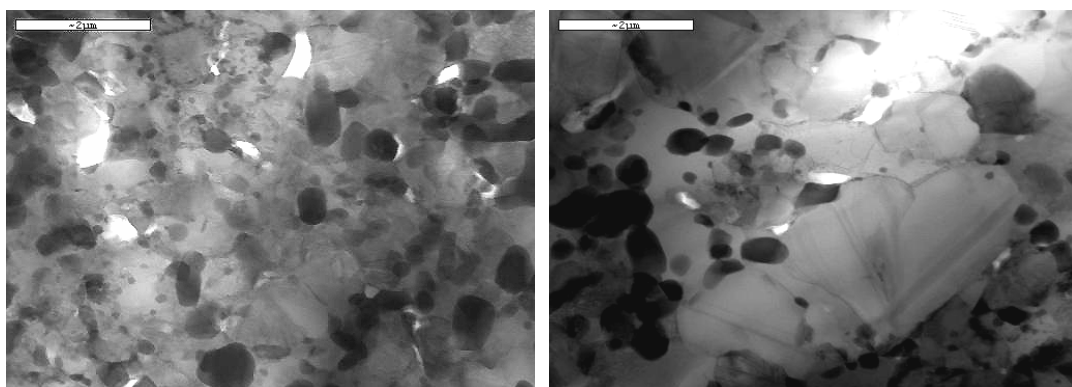


*Rys. 41. Materiał PNC, a) denko tłoczka, b) denko tłoczka, c) i d) cienka ścianka tłoczka; wszystkie próbki otrzymane z tłoczków kutyh na gorąco.*

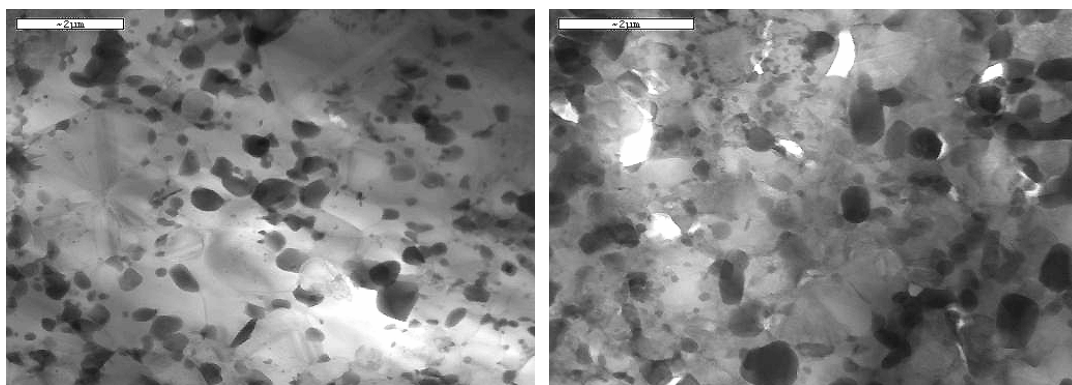
Bardzo charakterystyczną cechą struktury materiałów odkształconych jest wyraźny wzrost ilości pustek w kształcie szczelin leżących w bezpośredniej bliskości międzyfazowych granic ziaren. Pustki te wydają się być rezultatem utraty spójności w tych szczególnych miejscach materiału na skutek odkształcenia. Wielkość tych szczelin zwykle nie przekracza wymiaru ziaren, z którymi jest stowarzyszona i wynosi kilkaset nanometrów.



**Rys. 42.** Struktura (STEM) materiału PNC po konsolidacji - lewe zdjęcie, i po deformacji na zimno 20% - prawe zdjęcie



**Rys. 43.** Struktura (STEM) materiału PNC po deformacji na zimno 20% - lewe zdjęcie, i po deformacji w temperaturze 380C, 20% - prawe zdjęcie



**Rys. 44.** Struktura (STEM) materiału PNC po konsolidacji - lewe zdjęcie, i po deformacji w 380C 20% - prawe zdjęcie

Są to, zatem szczeliny o wymiarach podkrytycznych, które przy naprężeniach jakie są potrzebne do odkształcenia plastycznego nie powodują propagacji szczeliny prowadzącej do pęknięcia. Powodują one ograniczenie plastyczności materiału, ale nie uniemożliwiają deformacji plastycznej.

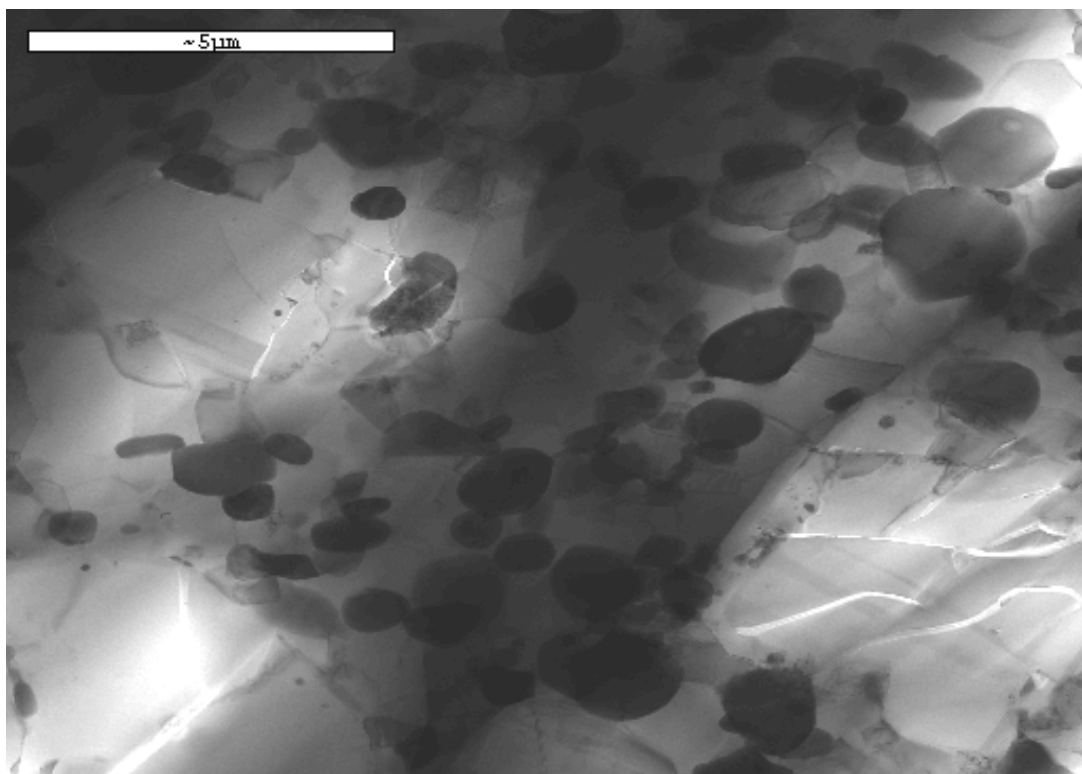
Obserwacje poczynione powyżej znajdują potwierdzenia w badaniach materiału pobranego z tłoka wytwarzanego metoda kucia matrycowego na gorąco (**rys. 41**). Struktura takiego materiału przypomina strukturę opisaną dla materiału bezpośrednio po konsolidacji plastycznej, a różnice pojawiają się jedynie w ilości obserwowanych pustek-szczelin w próbkach pobranych ze ścianki tłoczka i ilości bliźniaków deformacji w kryształach krzemu. Ilość zakumulowanych dyslokacji w roztworze aluminiowym jest taka sama jak po konsolidacji, a ogólny obraz struktury uzyskany z denka tłoczka jest taki sam jak po konsolidacji.

Na kolejnych rysunkach (**rys. 42 - 47**) zostały zaprezentowane obrazy struktur uzyskanych techniką STEM. Podobnie jak w przypadku badań wykonanych na mikroskopie optycznym i techniką TEM obserwacje wykazały, że kształt, wielkość i rozmieszczenie ziaren materiałów odkształcanych na zimno, na gorąco oraz nie poddanych żadnym zabiegom po procesie konsolidacji pozostała bez zauważalnych zmian. Jediną różnicą, jaką zaobserwowano podczas analizy obszernego materiału zdjęciowego, jest pojawiająca się zwiększona ilość szczelin znajdujących się na granicach międzyfazowych wraz z rosnącym stopniem odkształcenia i obniżającą się temperaturą deformacji. Obserwowano również nieliczne przypadki propagacji pęknięć do osnowy materiału.

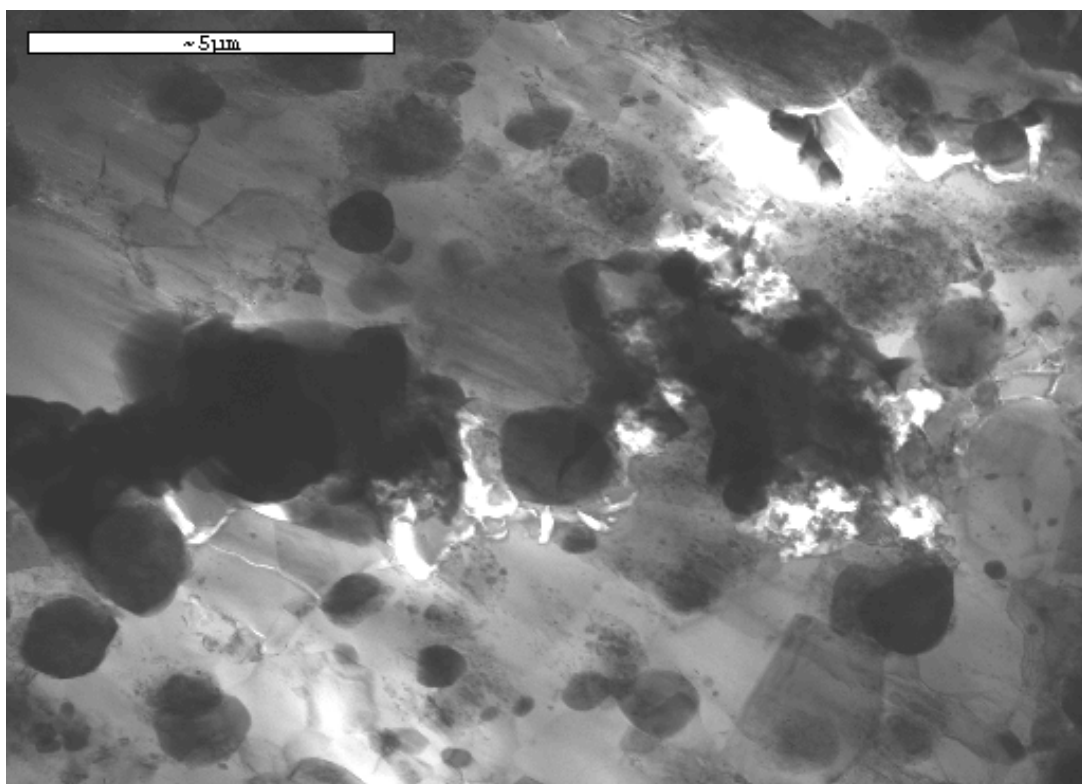
Istnienie struktur dyslokacyjnych przy obserwacjach techniką STEM stwierdzono jedynie w nielicznych miejscach badanych materiałów, a ich obecność nie daje się powiązać z historią termiczną analizowanych próbek. W przypadku niektórych kryształów krzemu zaobserwowano, świadczące o procesie odkształcenia plastycznego, przypadki bliźniakowania, jednakże nie wnoszą one wystarczająco dużego odkształcenia, aby zmienić w sposób widoczny kształty ziaren. Dla największych ziaren pierwotnego krzemu obserwowano dość częste przypadki rozetowych zrostów kryształów pierwotnego krzemu świadczące o ich krystalizacji z bardzo dużymi prędkościami.

Generalny wniosek wypływający z obserwowanych struktur to bardzo nietypowe zmiany w strukturze wywoływane obróbką cieplną oraz odkształceniem plastycznym i to zarówno na zimno jak i na gorąco. Obserwacje różnią się zasadniczo od oczekiwań wypływających ze znajomości zachowań materiałów tradycyjnych i dość wyraźnie wskazują na swoisty dla badanych materiałów mechanizm odkształcenia. Z kolei bardzo duża stabilność termiczna struktur, które nie ulegają zmianom nawet po bardzo długich czasach wyżarzania w bardzo

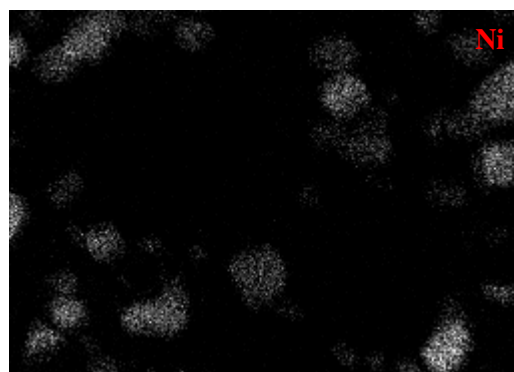
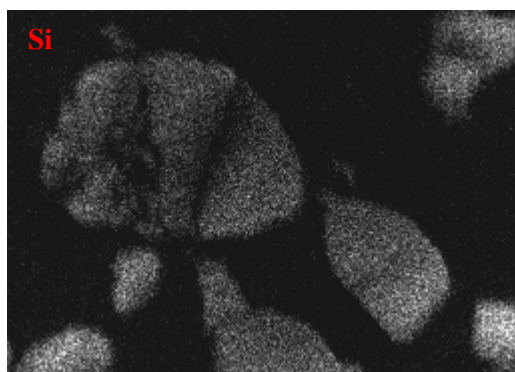
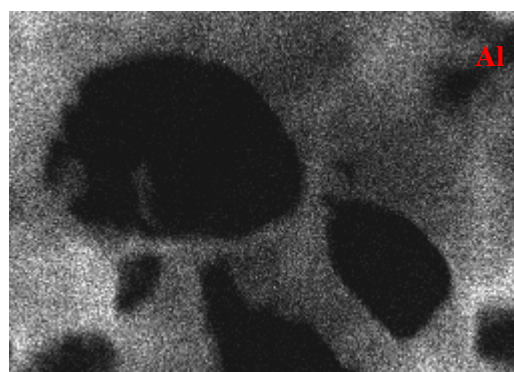
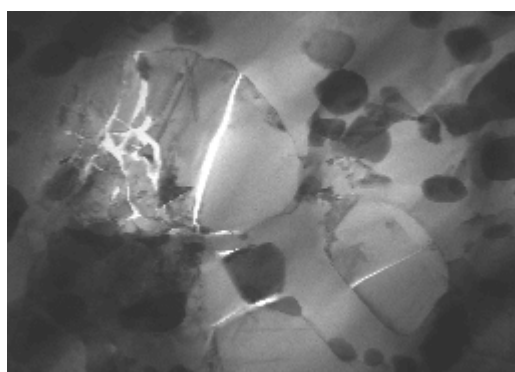
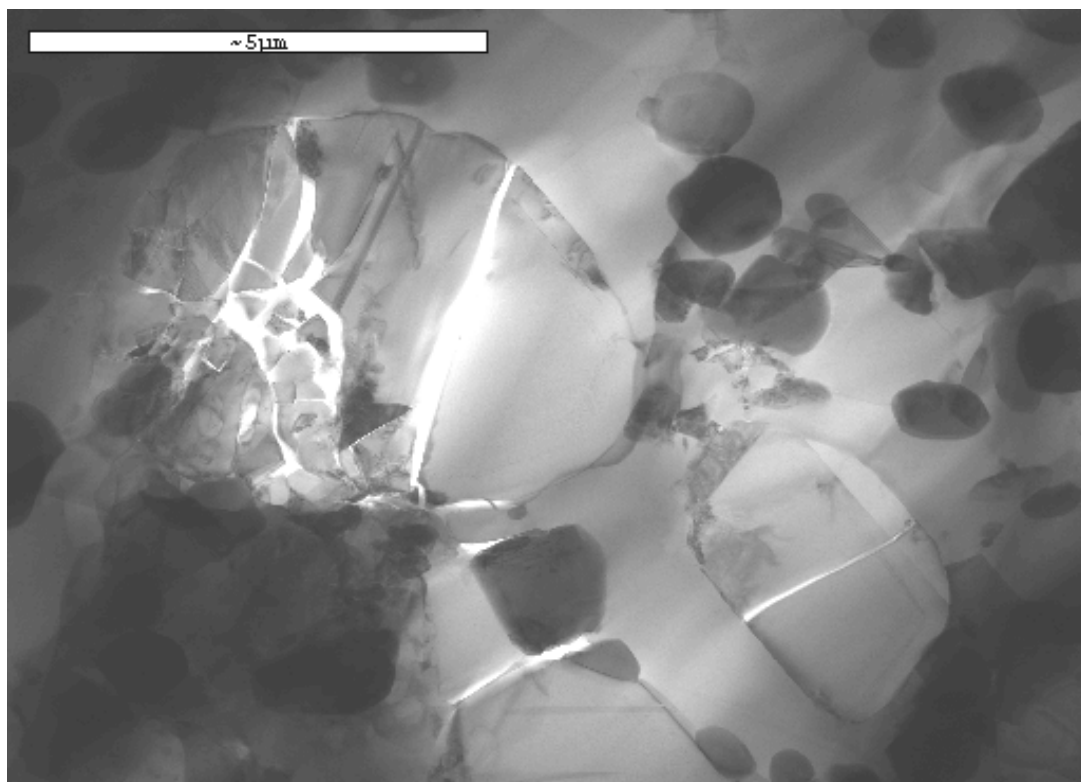
wysokich temperaturach, każe podejrzewać, że w badanych materiałach szybka krystalizacja ( z prędkościami sięgającymi kilkadziesiąt tysięcy stopni na sekundę) prowadzi mimo wszystko do termodynamicznie stabilnej struktury fazowej.



*Rys. 45. Materiał PNC po konsolidacji (STEM, x8.000)*



*Rys. 46. Materiał PNC – denko tloczka (STEM)*



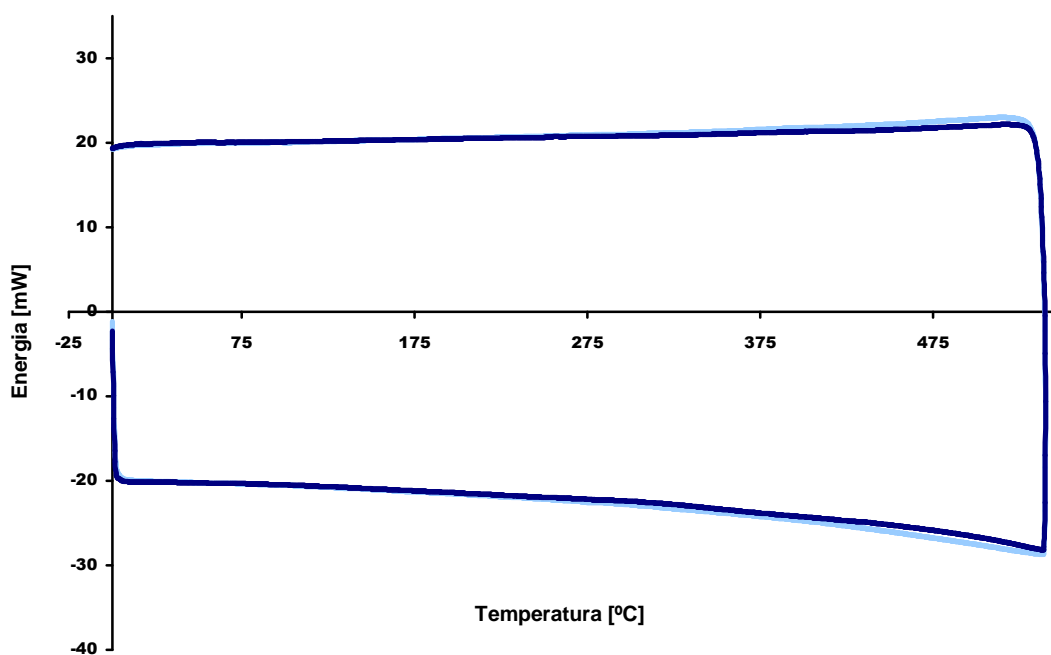
*Rys. 47. Przykład identyfikacji faz w materiale PNC – mapping składu (STEM)*

## 6.4.2 TESTY KALORYMETRYCZNE I DYLATOMETRYCZNE

---

Kalorymetryczną krzywą grzania i chłodzenia materiałów po konsolidacji plastycznej przedstawiono na **rys. 48**. Krzywe dla oby materiałów pokrywają się, jakkolwiek materiał PNF, a więc materiał o mniejszym ziarnie i większym udziale powierzchni swobodnej granul proszku przed konsolidacją wykazywał w wyższych temperaturach minimalnie większą pojemność cieplną. Pomimo braku jakichkolwiek nieregularności na krzywych kalorymetrycznych, należy zauważyć pewną asymetrię krzywych grzania i chłodzenia w temperaturach powyżej przedziału 300C ÷ 340C. Ilość energii wydzielanej na początku chłodzenia jest wyraźnie wyższa niż ilość energii absorbowanej pod koniec cyklu grzania. Wskazywać to może na uruchomienie jakiegoś procesu egzotermicznego o charakterze ciągłym nie związanego z przemianami fazowymi w materiale. Niewielkie różnice zauważone w krzywych dla materiału PNC i PNF wraz ze wspomnianą asymetrią grzania i chłodzenia wskazywać mogą na proces anihilacji defektów sieciowych, lokalne ruchy granic ziaren lub zanik albo koagulacja pustek, jako mechanizmy prowadzące do ciągłego uwalniania energii a zatem do pojawienia się niewielkiego efektu egzotermicznego rozciągniętego w czasie i nie zlokalizowanego przy ustalonej temperaturze. Brak na krzywych grzania i chłodzenia jakichkolwiek nieregularności w postaci pików egzotermicznych lub endotermicznych świadczy jednoznacznie o braku jakichkolwiek przemian fazowych w badanym materiale w zakresie temperatur od pokojowej do 540C. Potwierdza to obserwacje poczynione przy omawianiu struktur tych materiałów wskazujących na zaskakującą stabilność termiczną tych materiałów. Wynik testów kalorymetrycznych jest całkowicie zgodny z taką konstatacją i wydaje się być rozstrzygającym argumentem w dyskusji nad stabilnością termiczną badanych materiałów.

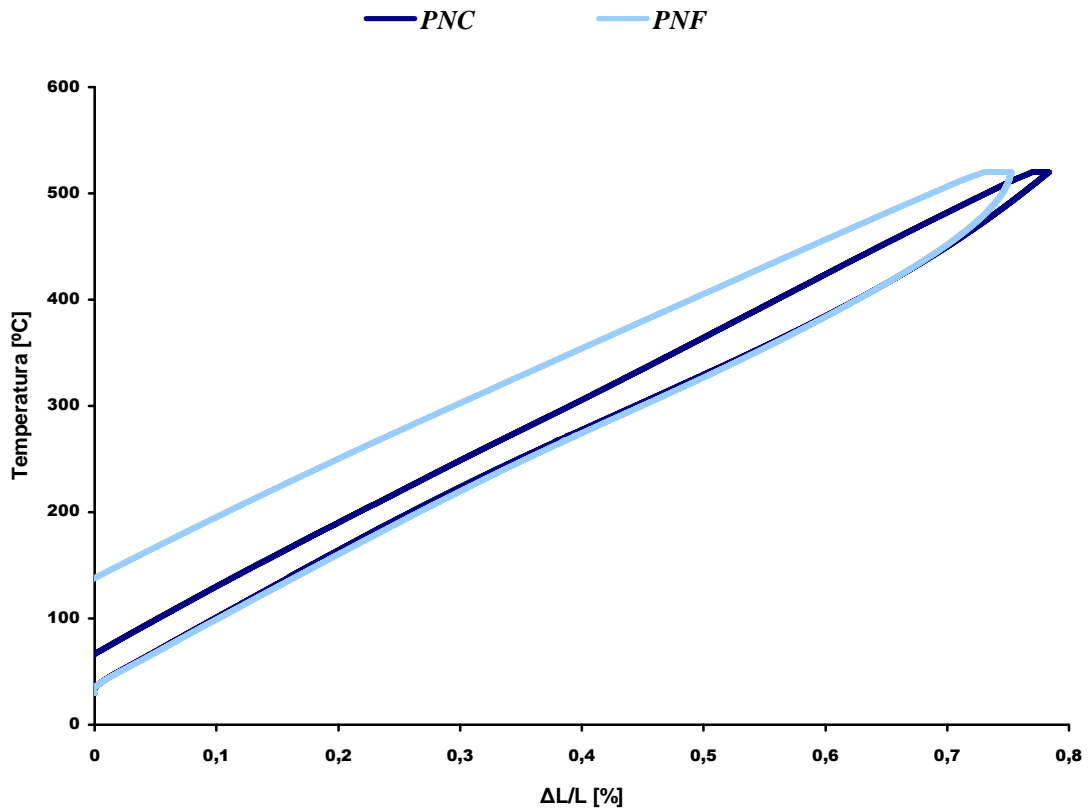
Przykładowe krzywe dylatometryczne dla obu badanych materiałów zilustrowano na **rys. 49** i **50**. Obydwa badane materiały wykazują wyraźną histerezę w cyklu grzanie i chłodzenie z tym jednak, że histereza dla materiału drobnoziarnistego (PNF) jest zdecydowanie większa niż dla materiału gruboziarnistego. W obydwu materiałach cykl grzania i chłodzenia pozostawia deformację termiczną znacząco większą dla materiału PNF. Krzywe dylatometryczne nie wykazują nieregularności w postaci uskoków i załamań, co świadczy o braku w materiale przemian fazowych wykazujących zmianę gęstości. Potwierdza to obserwacje kalorymetryczne oraz badania struktury, które wykluczyły obecność takich przemian w badanych materiałach wskazując na ich stabilność termiczną.



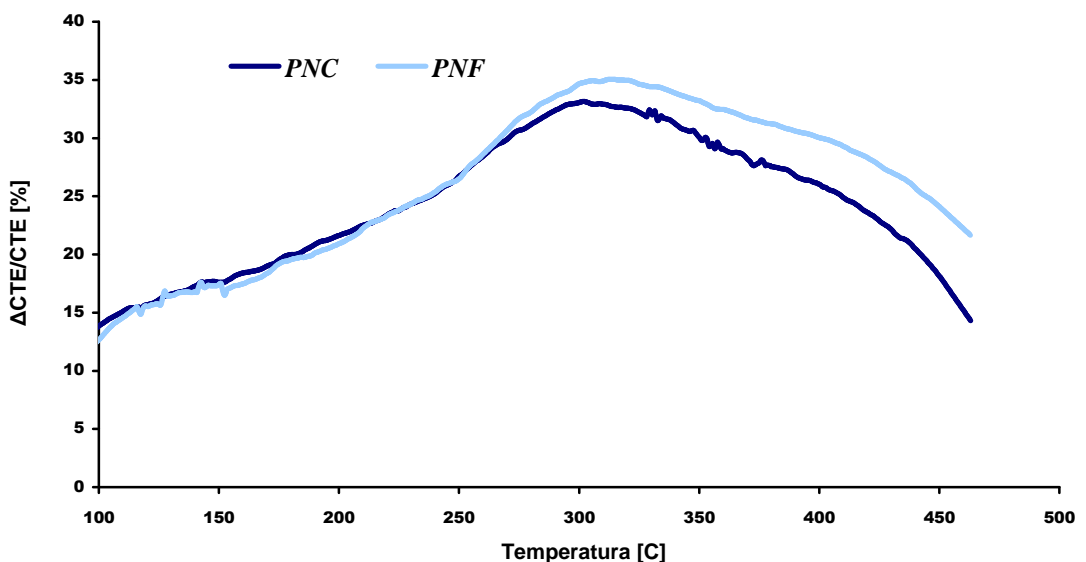
**Rys. 48.** Wykres otrzymany w wyniku testów kalorymetrycznych przeprowadzonych na materiałach **PNC (ciemnoniebieski)** oraz **PNF (jasnoniebieski)**, wzrost temperatury: 15C/min, zakres pomiaru: 0 – 540 – 0C

Zróżniczkowane krzywe dylatometryczne w układzie względna zmiana współczynnika liniowej rozszerzalności cieplnej  $\Delta CTE/CTE$  w funkcji temperatury została przedstawiona na **rys. 50**. W początkowym zakresie temperatur obserwuje się powolny, liniowy przyrost CTE do temperatury ok. 250C, po czym następuje wyraźne przyspieszenie tempa wzrostu tej wielkości do temperatury ok. 300C a powyżej temperatury 340C krzywa odwraca trend i notuje się stabilny spadek CTE ze wzrostem temperatury aż do końca testu przy temperaturze 540C. Obydwa materiały wykazują podobny charakter krzywych i do około 270C obie krzywe pokrywają się. Po przekroczeniu wspomnianej temperatury wielkość CTE w materiale PNC staje się mniejsza w porównaniu do materiału PNF, co wskazuje, że przyczyna przyspieszonego wzrostu CTE w materiale PNC jest kompensowana szybciej lub szybciej się wyczerpuje.

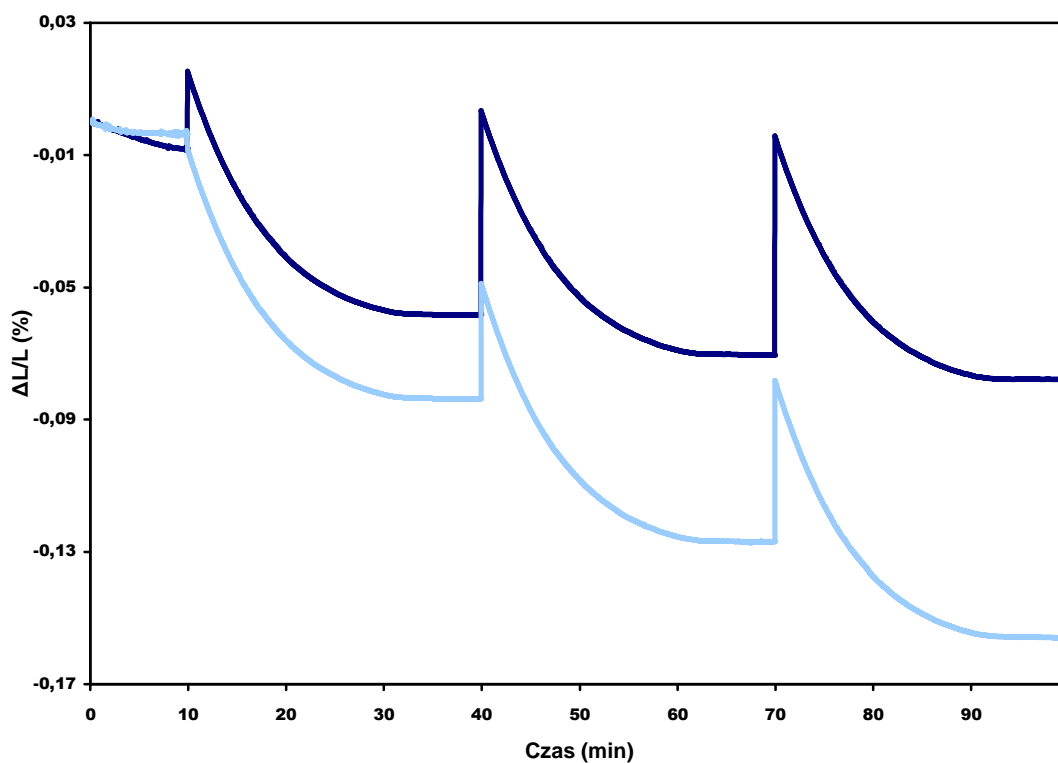
Zmiany resztkowego odkształcenia termicznego wywołanego cyklem grzania i chłodzenia, obserwowane przy temperaturze pokojowej przedstawiono na **rys. 51**. Na wykresie oś czasu przedstawia jedynie czas relaksacji w temperaturze pokojowej a skokowe wzrosty wydłużenia związane są z wykonywaniem kolejnych cykli grzania i chłodzenia. Czas potrzebny do wykonania takich cykli został pominięty na osi czasu w celu wyeksponowania dynamiki zmian odkształceń w stałej temperaturze.



Rys. 49. Wykres otrzymany w wyniku testów dylatometrycznych przeprowadzonych na materiałach PNC (ciemnoniebieski) oraz PNF (jasnoniebieski), wzrost temperatury: 5C/min.



Rys. 50. Wykres obrazujący względne zmiany współczynnika rozszerzalności cieplnej (CTE) otrzymany w wyniku testów dylatometrycznych przeprowadzonych na materiałach PNC (ciemnoniebieski) oraz PNF (jasnoniebieski), wzrost temperatury: 15C/min, zakres pomiaru: 0 – 470 – 0C

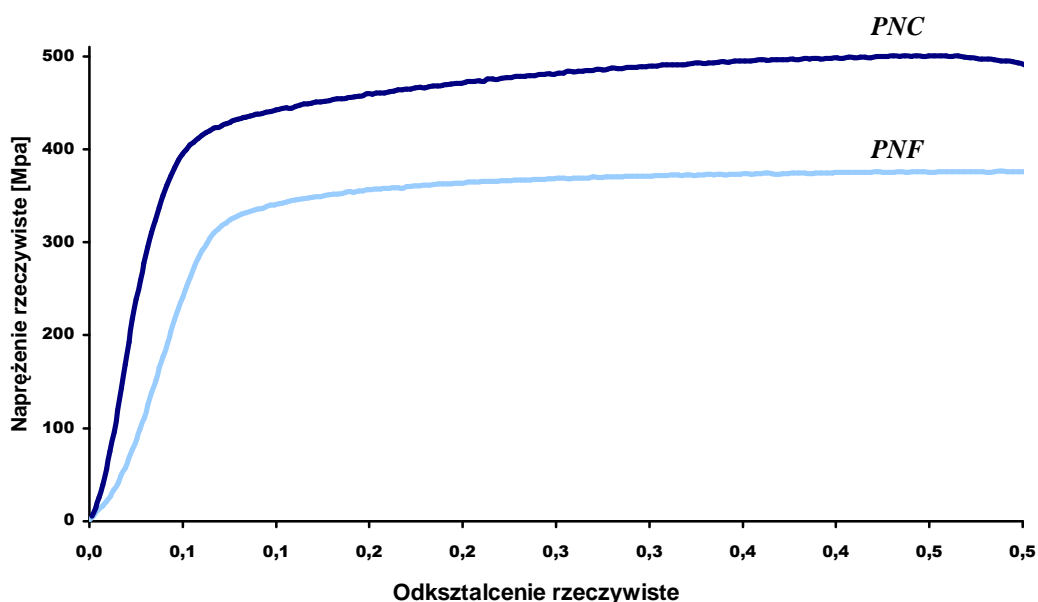


**Rys. 51.** Wykres otrzymany w wyniku testów dylatometrycznych przeprowadzonych na materiałach **PNC (ciemnoniebieski)** oraz **PNF (jasnoniebieski)** – widoczna relaksacja naprężeń wpływająca na względną długość próbki po cyklu grzanie-chłodzenie

Jak wspomniano przy omawianiu krzywej dylatometrycznej cykl grzania i chłodzenia pozostawia w materiale pewne dodatnie odkształcenie termiczne to znaczy, że próbka po cyklu grzania i chłodzenia wydłuża się w stosunku do wyjściowych wymiarów. Pozostawienie próbki w stałej temperaturze wyjściowej powoduje, że próbka dalej zmienia wymiary kurcząc się i w efekcie jej stabilna długość po dostatecznie długim czasie staje się mniejsza niż długość wyjściowa. Efekt ten dobrze ilustruje **rys 51**. Charakter krzywych zmian wymiarowych jest podobny do krzywej relaksacji naprężeń, co może wskazywać na naprężeniowe źródło zmian wymiarów próbki po cyklu termicznym. Oznacza to, że zmiany na krzywych dylatometrycznych swoje pierwotne źródło mają w występowaniu wewnętrznych naprężeń indukowanych przez zmiany temperatury.

### 6.4.3 PRÓBY ROZCIĄGANIA I ŚCISKANIA MATERIAŁU WYJŚCIOWEGO

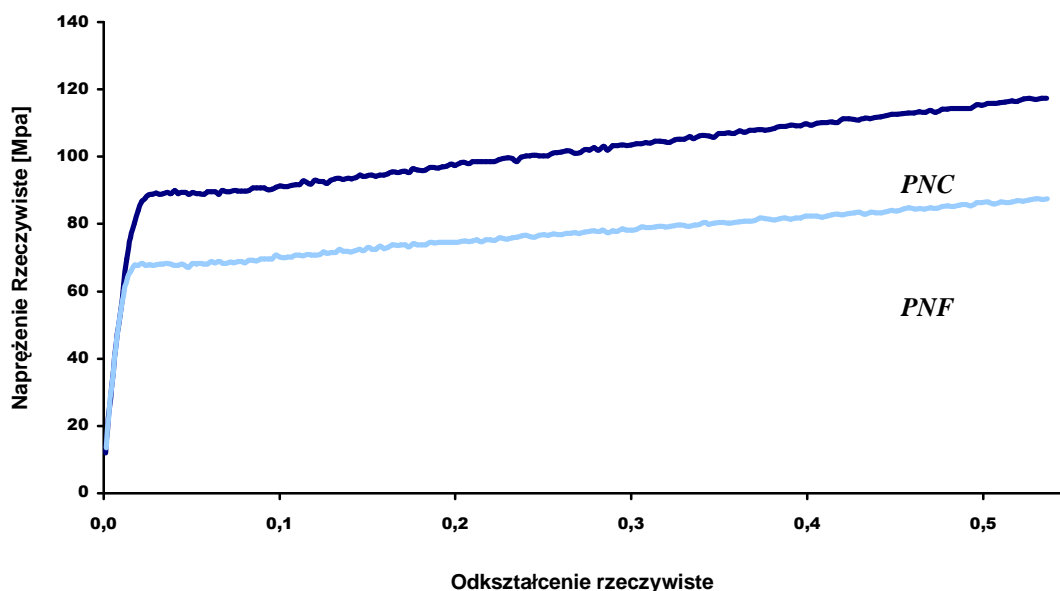
Zaplanowany program badań wytrzymałościowy obejmował testy w próbach ściskania i rozciągania w szerokim zakresie prędkości odkształcenia i temperatur dla obu analizowanych materiałów. Skoncentrowano się jednak głównie na badaniach w temperaturze pokojowej i w temperaturach wysokich (od 340C do 460C), które w tradycyjnych materiałach na bazie aluminium należą do dwu obszarów aktywności jakościowo różnych mechanizmów deformacji.



**Rys. 52.** Testy ściskania dla materiału PNC (150 $\mu$ m) – ciemnoniebieski oraz PNF (50  $\mu$ m) - jasnoniebieski, test wykonany w temperaturze pokojowej

Przykładową krzywą umocnienia w próbie ściskania w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze 380C zilustrowano na **rys. 52 i 53**. Pomimo ilościowych różnic w naprężeniu płynięcia, charakter krzywych umocnienia dla obu temperatur jest podobny. Po krótkim (1% do 2%) zakresie odkształceń plastycznych, gdzie występuje bardzo silne umocnienie odkształceniowe, dalsze odkształcanie powoduje tylko nieznaczny przyrost naprężenia płynięcia typowy dla wysokotemperaturowej deformacji. W temperaturze pokojowej próbki odkształcały się plastycznie do odkształcenia ok. 0,45 po czym

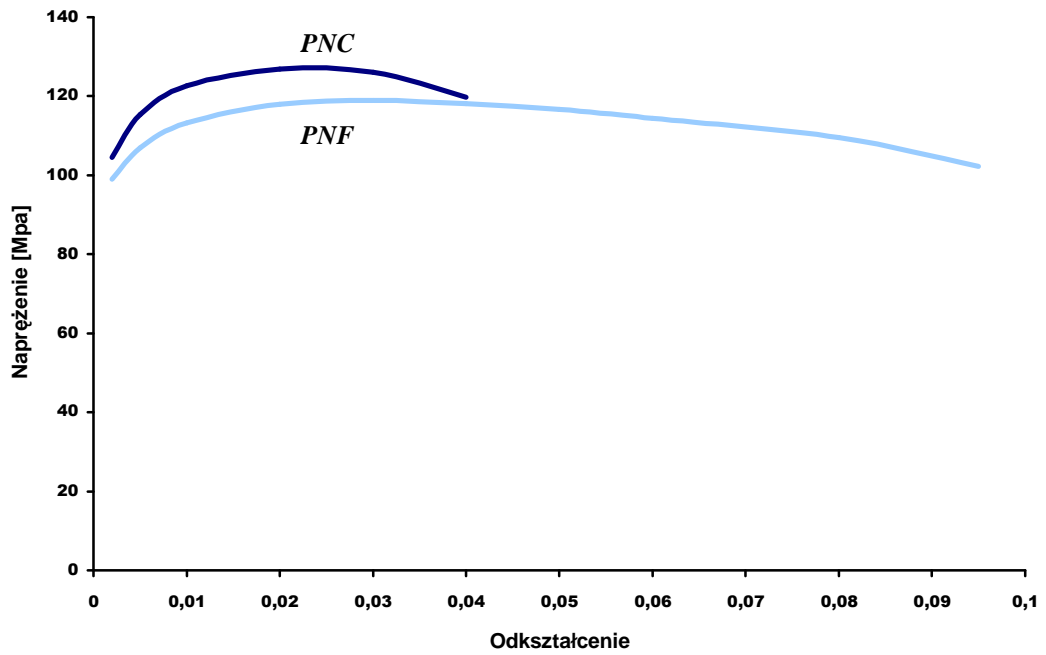
obserwowano spadek siły i pojawienie się pęknięć na ściskanej próbce. Te same materiały w temperaturach wysokich nie wykazywały tendencji do pęknięcia i pozwalały się odkształcać przy kilkakrotnie niższych naprężeniach płynięcia aż do wyczerpania możliwości siłowych maszyny wytrzymałościowej.



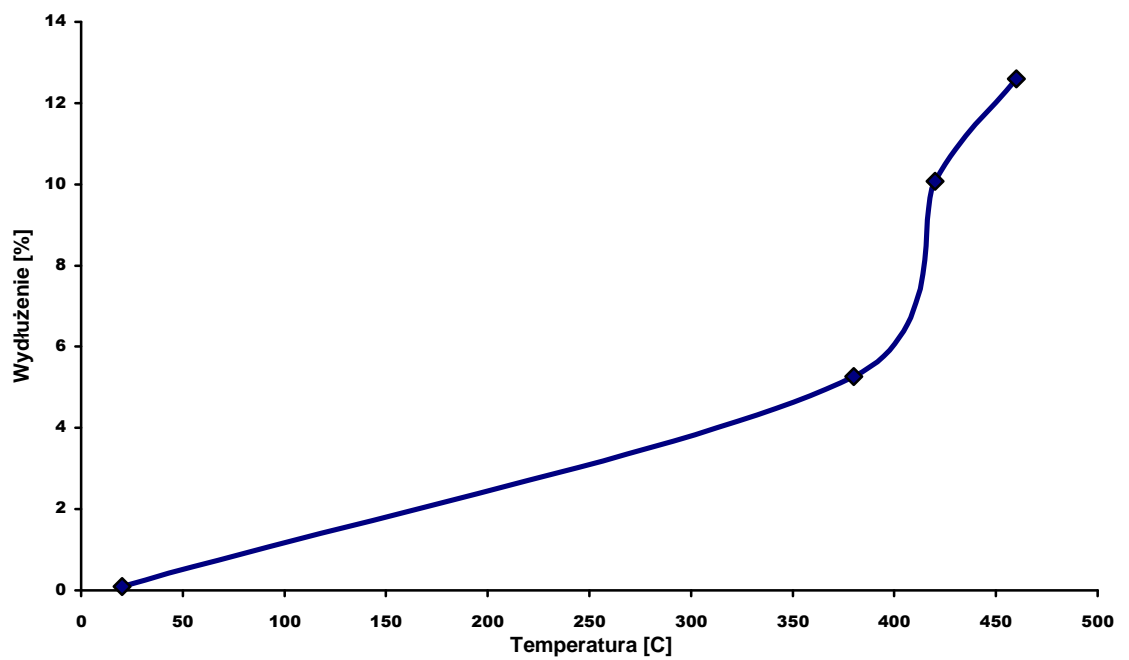
**Rys. 53.** Testy ściskania dla materiałów *PNC* ( $150\mu\text{m}$ ), *PNF* ( $50\mu\text{m}$ ), temperatura podczas testu:  $380^{\circ}\text{C}$

We wszystkich wykonanych próbach charakter krzywych umocnienia był podobny i we wszystkich przeprowadzonych testach obserwowano znacząco niższe naprężenia płynięcia dla materiału PNF to znaczy materiału o drobniejszym ziarnie. W obszarze wysokotemperaturowym zachowanie takie jest powszechnie obserwowane, natomiast obserwacja takiego zachowania w temperaturze pokojowej stanowi odstępstwo od prawa Halla-Petcha i jest wynikiem zaskakującym.

Nieco odmiennie zachowują się badane materiały w próbie rozciągania (**rys. 54**). W temperaturze pokojowej próba rozciągania kończy się po odkształceniu plastycznym ok. 0,2% do 0,5%. Przy tym odkształceniu następowało kruche pęknięcie próbki baz śladu powstawania szyjki, ale ze złomem nachylonym do kierunku rozciągania pod kątem od  $30^{\circ}$  do  $40^{\circ}$ . Przełom posiadał gładki ale matowy wygląd.

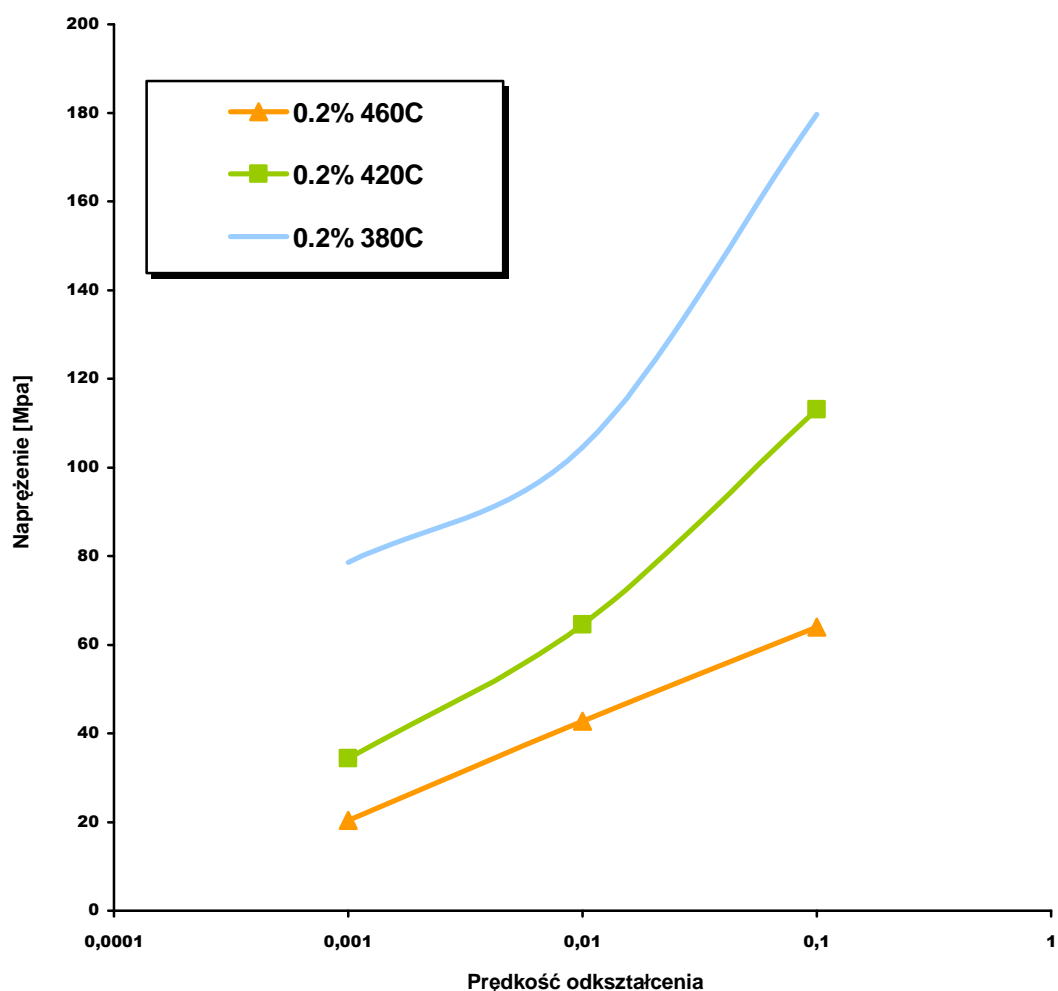


Rys. 54. Testy rozciągania dla materiałów PNC (150 $\mu$ m), PNF (50 $\mu$ m) temperatura podczas testu: 380°C, prędkość odkształcenia 0,01 1/s



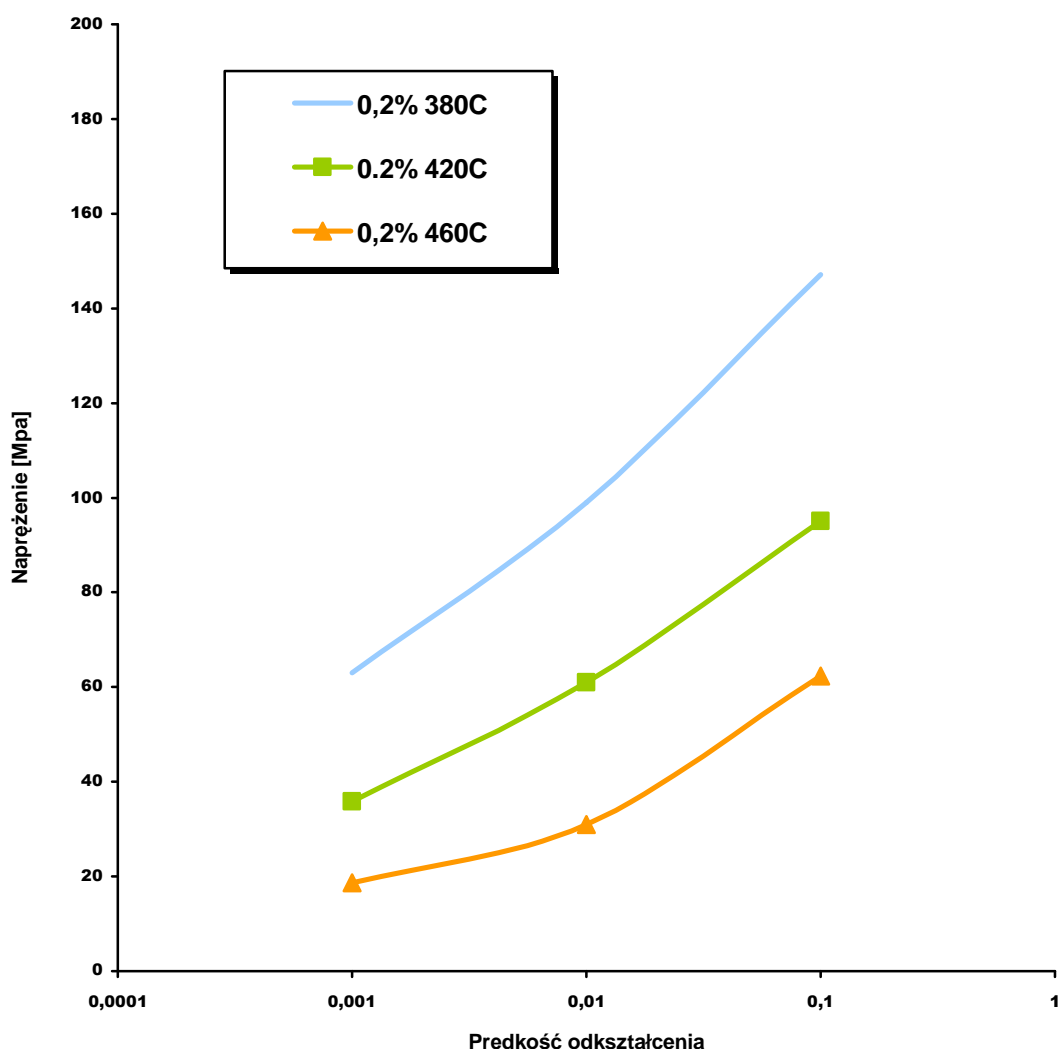
Rys. 55. Wydłużenie materiału PNC (150 $\mu$ m), podczas testów rozciągania w różnych temperaturach

Dla temperatur wysokich wydłużenie osiągało kilkanaście procent (rys. 55), ale również w tym przypadku pękanie próbek występowało bez tworzenia się szyjek, a przełomy miały podobny charakter jak opisane dla temperatury pokojowej. Materiał PNF, charakteryzujący się bardziej drobnoziarnistą strukturą, wykazywał znacząco wyższe wydłużenia w próbach rozciągania w porównaniu do bardziej gruboziarnistego materiału PNC. Krzywe umocnienia w początkowym stadium, podobnie jak przy ściskaniu, charakteryzowały się dużą prędkością umocnienia odkształceniowego, ale już po przekroczeniu odkształcenia na poziomie 1% do 1,5% wielkość ta szybko spadała aby przy odkształceniu od 2% do 4% uzyskać wartość zerową. W dalszym ciągu rozciąganie było realizowane przy opadającej krzywej umocnienia (mięknienie odkształceniowe), chociaż nie obserwowano na próbce tworzenia się szyjki.

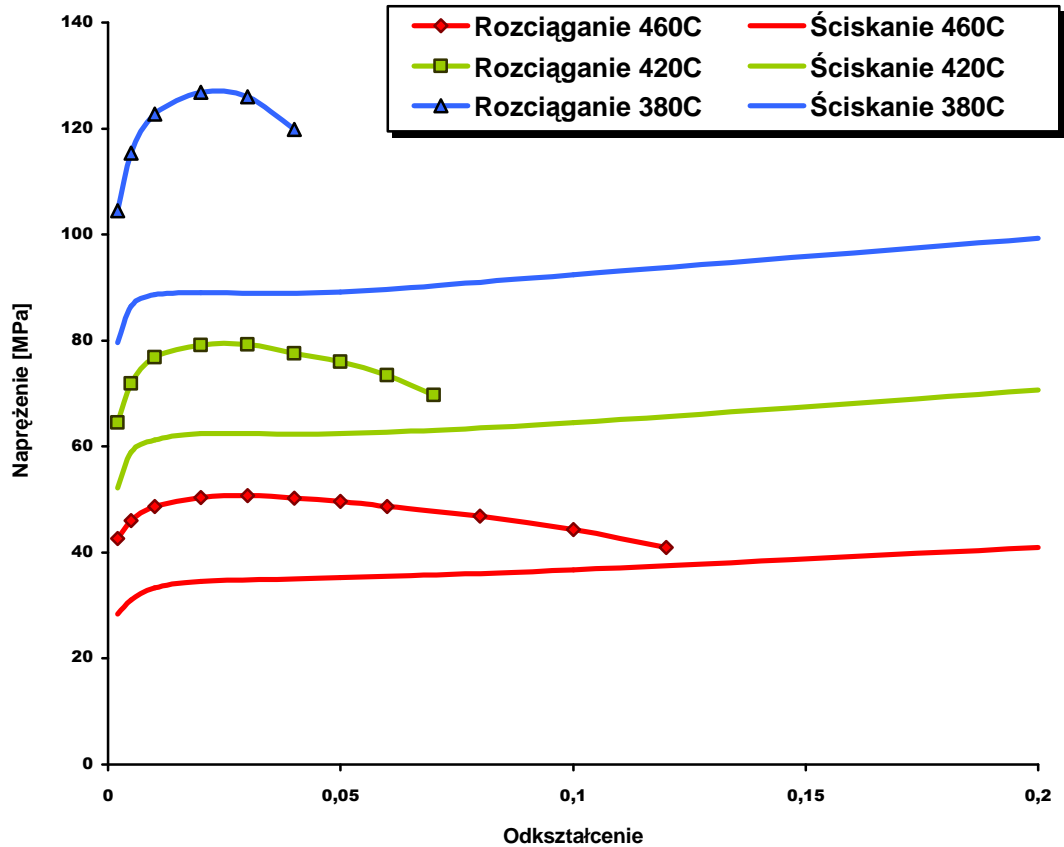


**Rys. 56.** Testy rozciągania dla materiału PNC ( $150\mu\text{m}$ ), temperatura podczas testu:  $380^{\circ}\text{C}$ ,  $420^{\circ}\text{C}$ ,  $460^{\circ}\text{C}$ , wartość naprężenia dla 0,2%

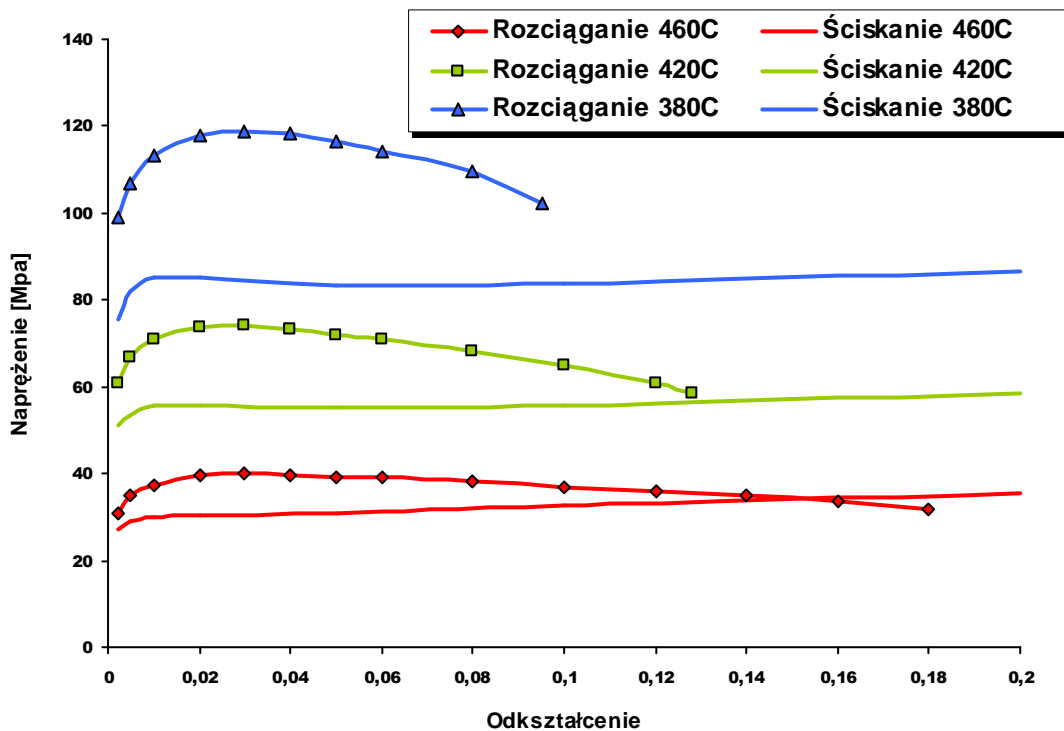
W obszarze deformacji wysokotemperaturowej obserwowano silną zależność naprężenia płynięcia od prędkości odkształcenia. Przedstawiają to rysunki 56 i 57. Ze względu na ograniczoną ilość testów wykonywanych przy różnych prędkościach odkształcenia, trudno jest jednoznacznie określić charakter przebiegu krzywych czułości na prędkość odkształcenia. Obydwa badane materiały wykazywały podobny charakter zależności od prędkości odkształcenia. Podobne przebiegi zależności naprężenia płynięcia od prędkości odkształcenia obserwowano również w próbach ściskania. Szacunkowe wielkości współczynnika czułości na prędkość odkształcenia, definiowanego jako  $m=(\ln\sigma/\ln\dot{\epsilon})$  wahają się w przedziale  $0,15 \pm 0,25$ , co stanowi typowe wartości czułości na prędkość odkształcenia dla tradycyjnie rozumianego mechanizmu odkształcenia w wysokich temperaturach.



**Rys. 57.** Testy rozciągania dla materiału *PNF* ( $50\mu\text{m}$ ), temperatura podczas testu:  $380^{\circ}\text{C}$ ,  $420^{\circ}\text{C}$ ,  $460^{\circ}\text{C}$ , wartość naprężenia dla 0,2%

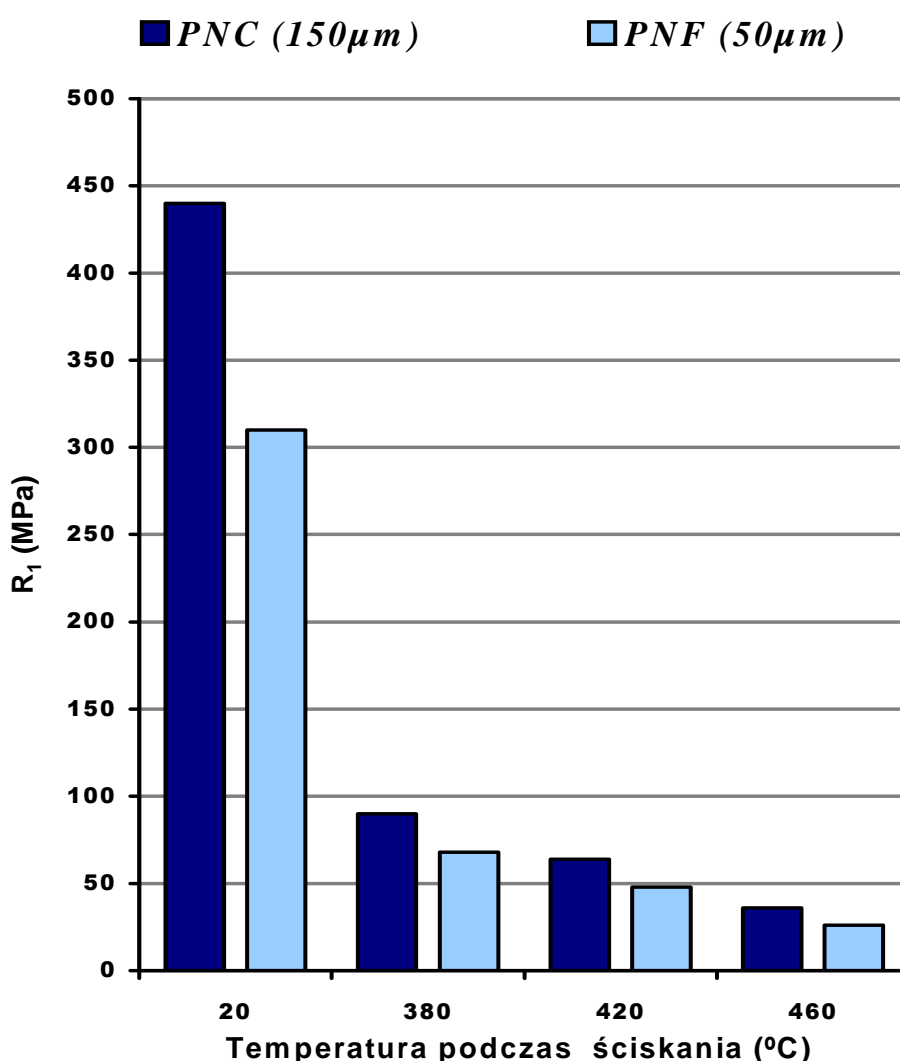


Rys. 58. Porównanie testów rozciągania i ściskania dla różnych temperatur, prędkość odkształcenia 0,01 1/s, materiał PNC

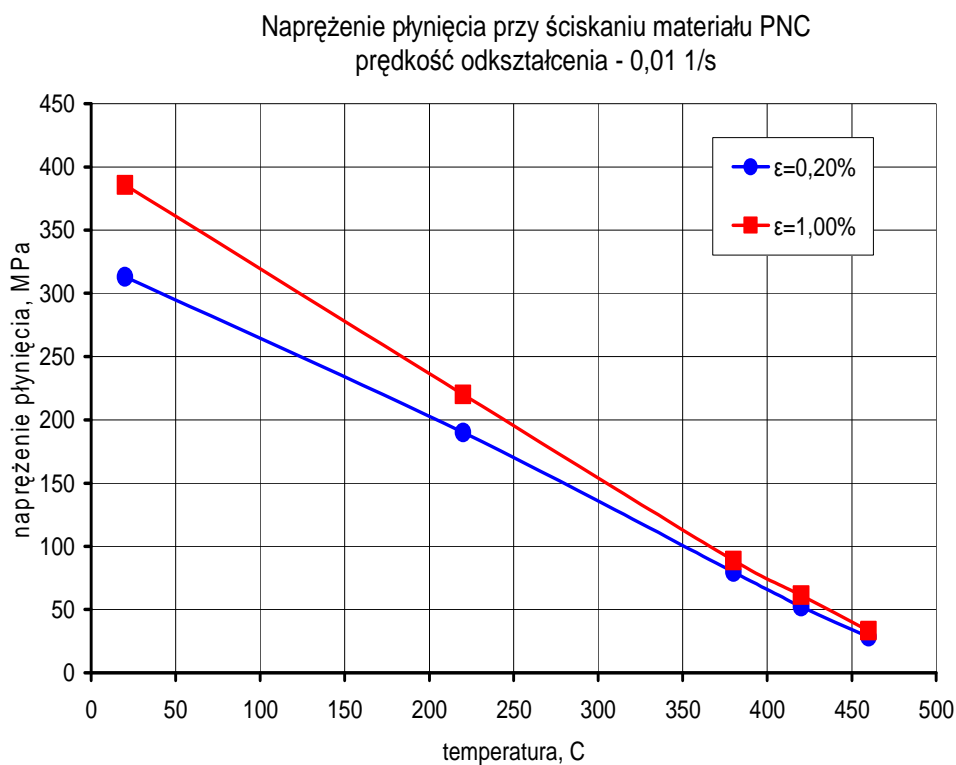


Rys. 59. Porównanie testów rozciągania i ściskania dla różnych temperatur, prędkość odkształcenia 0,01 1/s, materiał PNF

W próbach wytrzymałościowych obserwowano istotne różnice w naprężeniu płynięcia pomiędzy rozciąganiem i ścisaniem. Ilustrują to krzywe umocnienia dla tych prób zestawione na wspólnych wykresach na **rys. 58** i **59**. Krzywe umocnienia przy rozciąganiu, choć obejmujące znacznie mniejszy zakres odkształceń charakteryzują się we wszystkich przypadkach znacząco wyższym naprężeniem płynięcia niż krzywe umocnienia dla ścisania. Różnice te, dochodzące w niektórych przypadkach wartości 30% naprężenia płynięcia dla ścisania i są szczególnie widoczne dla niższych temperatur i wyższych prędkości odkształcenia.



**Rys.60.** Porównanie granicy plastyczności w próbie ścisania dla różnych temperatur badania materiałów *PNC* i *PNF*



**Rys.61.** Zależność napężenia płynięcia w próbie ściskania od temperatury dla materiału PNC

O ile krzywe umocnienia dla ściskania charakteryzują się zawsze niewielkim, ale dodatnim umocnieniem odkształceniowym, o tyle w próbach rozciągania duży obszar odkształceń związany jest z mięknięciem odkształceniowym. Pomimo tego, wbrew znanym kryteriom mechanicznym niestateczności płynięcia, nie stwierdzano obecności szyjki na próbkach po zerwaniu

Badane materiały charakteryzowała silna zależność napężenia płynięcia od temperatury badania (rys. 60). Wzrost temperatury podczas testu ściskania lub rozciągania powoduje spadek granicy plastyczności. Jak już wspomniano wcześniej napężenie płynięcia dla materiału o drobniejszym ziarnie (PNF) jest w każdej temperaturze niższe od napężenia płynięcia dla materiału z większym ziarnem (PNC). Jednakże dynamika zmian z temperaturą tego parametru w dla obu tych materiałów jest podobna. Zależność napężenia płynięcia od temperatury w całym zakresie temperatur, od temperatury pokojowej aż po temperaturę 460C wykazuje liniowy charakter (rys 61). Taki liniowy spadek napężenia płynięcia dotyczy nie tylko granicy plastyczności, ale również napężenia przy większych stopniach deformacji.

#### 6.4.4 PRÓBY ŚCISKANIA MATERIAŁU KUTEGO MATRYCOWO

Rezultaty testów ściskania materiałów kutech matrycowo na gorąco zostały przedstawione w *tabeli 3*. Kucie wymagało zastosowania znacznie większych odkształceń niż możliwe do osiągnięcia w próbach jednoosiowych przy jednoczesnym zapewnieniu w przeważającej objętości kształtowanego materiału dużych hydrostatycznych składowych stanu naprężenia zapobiegających pękaniu. Testy materiału odkutego zostały przeprowadzone w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze 220C, która jest górną dopuszczalną temperaturą pracy badanego tłoczka w mikrosilnikach chłodzonych powietrzem. Kształt krzywych ściskania dla materiałów po kuciu na gorąco był identyczny jak materiałów po konsolidacji. Różnice występowały jedynie w wartościach naprężenia płynięcia.

*Tabela 3. Naprężenia płynięcia podczas testów ściskania próbek otrzymanych z cylindrów kutech na gorąco z materiału PNC – w nawiasie podano wartości odpowiednich naprężeń dla materiału PNC po konsolidacji plastycznej*

| Temperatura testu | Część cylindra | Naprężenie uplastyczniające [MPa] | Naprężenie płynięcia dla $\epsilon=1\%$ [MPa] |
|-------------------|----------------|-----------------------------------|---|
| 20                | Ścianka        | 405 (306)                         | 465 (388)                                     |
|                   | Denko          | 476 (306)                         | 567 (388)                                     |
| 220               | Ścianka        | 290                               | 318   |
|                   | Denko          | 348                               | 383   |

Charakterystyczną cechą własności mechanicznych tłoczków wykonanych z materiału *PNC* są wyraźne różnice pomiędzy własnościami materiału pobranego do testów z denka i ze ścianki tłoczka – każdorazowo własności denka są wyższe. Otrzymane wyniki wskazują na wyraźne podniesienie naprężenia płynięcia powodowane procesami mającymi miejsce podczas procesu kucia matrycowego – materiał kuty charakteryzuje się wyższymi własnościami w stosunku do materiału nie poddanego procesowi kucia. Powodem wyższego naprężenia uplastyczniającego dla denka tłoczka w stosunku do jego ścianki może być różnica pomiędzy stanem naprężenia występującym w tych miejscach. W przypadku denka tłoczka, główna składowa stanu naprężenia jest związana z naprężeniem ściskającym, podczas, gdy w przypadku ścianek, tarcie pomiędzy narzędziem i płynącym materiałem wprowadza naprężenie rozciągające, które może być źródłem mikro pęknięć. Takie mikropęknięcia mogą być przyczyną znaczącego obniżenia wytrzymałości materiału.

## 6.5 ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ STANDARDOWYCH

---

---

Biorąc pod uwagę przedstawione w części teoretycznej koncepcje odkształcenia materiałów o silnie rozdrobnionym ziarnie, można założyć znaczącą aktywność procesów zlokalizowanych w obszarze stref przygranicznych podczas odkształcenia. Należy jednakże uwzględnić znaczenie dla przebiegu odkształcenia dużej ilości nieodkształcalnych, podzielonych na dwie frakcje wymiarowe, cząstek wydzielen. Konsekwencją dominacji mechanizmów deformacji opartych na aktywnej roli stref przygranicznych są malejące własności wytrzymałościowe wraz ze zwiększającym się rozdrobnieniem ziarna. Powyższe stwierdzenie jest zgodne z zaobserwowaną kilkunasto, kilkudziesięciu procentową różnicą pomiędzy własnościami badanych materiałów, gdzie materiał o drobniejszym ziarnie (*PNF*) okazał się mieć niższe własności wytrzymałościowe. Zjawisko to jest niezgodne z zachowaniem przewidywanym przez zależność Halla-Petcha. Taka odwrotna zależność od wielkości ziarna sugeruje działanie odmiennego mechanizmu deformacji plastycznej w porównaniu z zachowaniem tradycyjnych materiałów w niskich temperaturach. Mechanizm taki posiada silnie dysypatywny charakter, co jest zgodne z obserwowanym brakiem lub bardzo niewielkim umocnieniem odkształceniowym badanych stopów. Zachowanie badanych materiałów podczas testów ściskania i rozciągania w całym zakresie temperatur jest typowe dla odkształcenia wysokotemperaturowego - takie stwierdzenie potwierdza czułości na prędkość odkształcenia, której wielkości są typowe dla odkształcenia wysokotemperaturowego oraz liniowy charakter zmian własności wytrzymałościowych z temperaturą w zakresie od temperatury pokojowej po wysokie temperatury. Brak umocnienia odkształceniowego występujący już w temperaturach pokojowych, utrzymujący się w całym zakresie testowych temperatur, może sugerować działanie identycznego mechanizmu deformacji dla badanych materiałów operującego zarówno podczas nisko jak i wysoko temperaturowego odkształcenia.

Stwierdzenie spotykane w niektórych przytoczonych publikacjach [58, 59, 72, 76, 83, 112, 118, 122, 124-128, 253] o dominującym pełzaniu Coble'a operującym podczas wysokotemperaturowego odkształcenia materiałów o submikronowej strukturze, w przypadku badanych stopów należy uznać za nieuzasadnione, z uwagi na brak jakiegokolwiek faktów doświadczalnych świadczących o wydłużeniu ziaren, przynajmniej w zakresie testowanych prędkości odkształcenia.

## ▪ **Dyslokacje**

---

Obserwacje struktury po odkształceniu nie potwierdzają obecności znaczącego udziału odkształcenia objętościowego ziaren fazy bogatej w aluminium. Z uwagi na zróżnicowany rozmiar ziaren i obecność dużej ilości przeszkód dla ruchu dyslokacji w postaci nanometrycznych wydzieliń znajdujących się wewnątrz odkształcalnej osnowy, można przypuszczać, iż poślizg dyslokacji, aczkolwiek utrudniony, jest możliwy wewnątrz roztworu aluminiowego, przynajmniej dla największych ziaren. Obserwowany za pomocą mikroskopu transmisyjnego brak lub mała ilość skupisk dyslokacyjnych, brak kolektywnego zachowania się dyslokacji wewnątrz ziaren, w większości zgromadzonych w pobliżu granic ziaren, nawet w przypadku próbek odkształczanych na zimno z 20% gniotem, może świadczyć raczej o akomodacyjnym charakterze poślizgu dyslokacji sieci, a nie głównym mechanizmie odkształcenia, opartym o zjawisko poślizgu dyslokacji sieci. Taka rola dyslokacji została uwzględniona w modelu odkształcenia realizowanym poprzez kooperatywny poślizg po granicach ziaren zachodzący w niskich temperaturach w materiałach ultradrobnoziarnistych głównie na skutek obecności dyslokacji w obszarach granic ziaren i ich transformacjom [ 44, 110, 142, 143].

Niewielka gęstość dyslokacji w badanych stopach może być rezultatem aktywności mechanizmu uzupełniającego zasadniczy sposób deformacji i może być tłumaczona procesami deformacji plastycznej części dużych ziaren roztworu aluminium, mającego miejsce podczas konsolidacji plastycznej badanego materiału oraz koniecznością lokalnego akomodowania naprężeń pojawiających się na granicach faz z uwagi na duże różnice w wartościach współczynnika rozszerzalności cieplnej pomiędzy składnikami materiału, co jak zaznaczono w części literaturowej, jest typowym zjawiskiem przyczyniającym się do powstawania naprężeń wewnętrznych w kompozytach na osnowie metalowej umacnianych cząstkami wydzieliń.

## ▪ **Naprężenia wewnętrzne**

---

Z powyższym zjawiskiem (naprężenia wewnętrzne związane z różnicą współczynnika rozszerzalności cieplnej pomiędzy frakcjami materiału) może być związana inna, bardzo charakterystyczną cecha tych materiałów, jaką jest wyraźna asymetria naprężenia płynięcia dla ściskania i rozciągania, każdorazowo z wyższymi naprężeniami płynięcia dla rozciągania (**rys. 58, 59**). Powszechnie akceptowanym faktem jest niezależność własności wytrzymałościowych materiałów od zwrotu naprężeń przyłożonych do badanego materiału. Pomijając dobrze znany efekt Bauschingera, który

dopuszcza nieznaczne różnice naprężenia uplastyczniającego przy rozciąganiu i ściskaniu, własność mechaniczna, jaką jest granica plastyczności nie powinna wykazywać zmiany wielkości ze względu na polaryzację naprężenia. Podczas badań natrafiono na zjawisko braku ekwiwalentności naprężenia płynięcia podczas ściskania i rozciągania. Wielkość różnicy naprężenia pomiędzy granicą plastyczności przy ściskaniu i rozciąganiu była bardzo znacząca i dochodziła nawet do ok. 30%. Wyjątek stanowi zachowanie w temperaturze pokojowej gdzie dominuje kruche pękanie przy rozciąganiu. Podniesienie temperatury odkształcenia do 380C i 420C powoduje bardzo dużą, narastającą różnicę pomiędzy naprężeniem przy ściskaniu i przy rozciąganiu. Powyżej temperatury 420C różnica ta zmniejsza się by prawie zaniknąć przy temperaturze 460C. Zróznicowanie naprężenia przy rozciąganiu i ściskaniu zależy od prędkości odkształcenia i wzrasta wraz ze wzrostem prędkości.

Wyjaśnienie powyższego zjawiska wydaje się tkwić w specyficznym składzie fazowym badanych stopów. Główne składniki fazowe, to jest krzem i faza bogata w aluminium, posiadają bardzo dużą różnicę współczynników rozszerzalności termicznej. Dla aluminium współczynnik ten wynosi ~ 24 ppm/K, podczas gdy krzem posiada 3÷6 razy mniejszą wielkość tego parametru (w zależności od orientacji krystalograficznej). Podgrzanie takiego materiału o kilkaset stopni musi spowodować pojawienie się bardzo dużych naprężeń ściskających w fazie bogatej w aluminium i rozciągających w krzemie. Powyższy fakt może mieć wpływ na poprawienie plastyczności badanego w wysokich temperaturach stopu, z uwagi na korzystny, biorąc pod uwagę opisane zjawiska kawitacyjne, ściskający stan naprężeń wewnętrznych.

Krzem praktycznie jest nieodkształcalny plastycznie i cała deformacja plastyczna badanego stopu realizowana jest w obszarach przygranicznych w fazie bogatej w aluminium, poddanej dużym wewnętrznym naprężeniom ściskającym. Superpozycja naprężeń wewnętrznych i zewnętrznych powoduje płynięcie materiału przy ściskaniu na gorąco przy znacznie niższych naprężeniach zewnętrznych, wspomaganych przez wewnętrzne naprężenia termiczne. Rozciągające naprężenia zewnętrzne muszą dodatkowo, oprócz oporów płynięcia, pokonać przeciwne im naprężenia wewnętrzne. Znaczne podniesienie temperatury będzie sprzyjać szybkiej relaksacji termicznych naprężeń wewnętrznych poprzez obniżenie oporów płynięcia w fazie bogatej w aluminium. Powoduje to zanik asymetrii naprężenia płynięcia obserwowany w badaniach. Takie zachowanie potwierdza również wzrost asymetrii naprężenia ze wzrostem prędkości odkształcenia.

Wyniki badań metalograficznych otrzymane dla materiału wygrzewanego 100 godzin w temperaturze 340°C w cyklu wielokrotnego podgrzewania i chłodzenia wskazują,

iż tak obrobiony cieplnie materiał okazał się posiadać największą ilość pustek i szczelin o wymiarach submikronowych. Rezultat taki świadczy o dwojakiej możliwości reakcji na wzrastające z temperaturą lokalne naprężenia wewnętrzne. Jedną z reakcji jest uruchomienie procesu lokalnej deformacji plastycznej (w fazie zdolnej do takiej deformacji) relaksującej naprężenia termiczne, a drugim lokalne pęknięcie prowadzące do dokładnie takich samych skutków relaksacji naprężeń termicznych. Pierwszy z wymienionych sposobów reakcji będzie stawał się coraz bardziej prawdopodobny ze wzrostem temperatury, której wzrost obniża naprężenie płynięcia, drugi z kolei będzie reagował odwrotnie na wzrost temperatury, ale w pewnym zakresie temperatur może się okazać bardziej prawdopodobny ze względu na wysokie naprężenie płynięcia. Obserwowane odwrócenie tendencji do wzrostu ilości pustek ze wzrostem temperatury może mieć takie źródło.

Badania wykonane za pomocą dylatometru (**rys. 50**) wskazują na występujący podczas grzania w temperaturze około 280-360°C przełom we własnościach materiału i wzmacniają hipotezę o uruchomieniu plastycznej relaksacji naprężeń wewnętrznych w tym przedziale temperatur, która będzie stanowiła oprócz CTE dodatkową składową zmian wymiarowych w materiale stąd anomalne zachowanie CTE z temperaturą. Wyniki badań dylatometrycznych potwierdzają istnienie naprężeń wewnętrznych w materiale pochodzenia termicznego, z uwagi na zachowanie się materiału zaobserwowane po cyklu grzanie-chłodzenie, po którym następuje relaksacja naprężeń doprowadzająca do zmiany wymiarów próbki (**rys. 51**).

## ▪ **Zjawiska kawitacyjne**

---

W badanych materiałach, poddanych naprężeniom ściskającym, występująca duża ilość pustek i pęknięć o wymiarach submikronowych, generowana podczas odkształcenia, świadczy o dużych lokalnych naprężeniach rozciągających, co dowodzi niehomogeniczności w przebiegu odkształcenia, i ogólniej, świadczy o odmienności operującego mechanizmu deformacji w stosunku do mechanizmu opartego na poślizgu dyslokacji sieci. Większość pęknięć dotyczy jedynie nieodkształcalnych cząstek oraz obszarów granic ziaren, a pęknięcia nie podlegają propagacji w odkształcalnej osnowie. Takie zachowanie przypomina sytuację obserwowaną podczas odkształcania kompozytów, gdzie łatwo ulegająca deformacji frakcja kompozytu chroni materiał przed propagacją pęknięć.

Tendencja do kawitacji badanych materiałów została dobrze udokumentowana w badaniach mikroskopowych. Zgodnie z teoretycznymi mechanizmami dotyczącymi

akomodacyjnej aktywności pęknięć podczas odkształcenia ultradrobnoziarnistych materiałów zawierających cząstki drugiej fazy, zaobserwowano pęknięcia propagujące do wewnątrz cząstek nieodkształcalnego krzemu, powstające w wydzieleniach krzemu szczególnie intensywnie wzdłuż zaobserwowanych stref ścinania, jak również, najliczniejsze ze wszystkich pęknięcia propagujące się wzdłuż obszarów przygranicznych i to o rozmiarach od kilku nanometrów (pęknięcia i szczeliny), do mikrona (pustki).

Obserwowana dynamika narastania ilości pustek i pęknięć, postępująca wraz z odkształceniem plastycznym, tłumaczyć może różnicę pomiędzy plastycznością materiału w testach ściskania i rozciągania. W czasie testów ściskania dochodzi do procesu powstawania i zaleczania pęknięć i pustek wraz z postępem procesu odkształcenia, głównie dzięki obecności naprężeń ściskających. Sytuacja jest odmienna podczas testów rozciągania. Powstawanie pustek doprowadza do szybkiego formowania się przełomu. Jest to spowodowane brakiem wystarczająco intensywnych naprężeń ściskających, gwarantujących zaleczanie, powstających podczas przebiegu odkształcenia pęknięć oraz niedostateczną odpowiedzią akomodacyjną pozostałych mechanizmów towarzyszących deformacji [72, 139].

Zaobserwowana duża ilość pęknięć z całą pewnością przyczynia się do braku umocnienia odkształceniowego występującego podczas testów rozciągania z uwagi na spadek czynnego przekroju poprzecznego przenoszącego obciążenie. Zgodnie z teorią odkształcenia materiałów o submikronowej strukturze z udziałem kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren [110, 144, 146] właśnie umocnienie (emisja dyslokacji sieci, ich dysocjacja na dyslokacje granic ziaren, i tworzeniem się spiętrzeń w punktach potrójnych) jest warunkiem koniecznym do uzyskania dużego odkształcenia plastycznego natomiast mięknięcie jest każdorazowo związane ze wzmożoną kawitacją bez względu na to czy odkształcenie przebiega w wysokich czy niskich temperaturach. Zgodnie z danymi literaturowymi [146, 150] procesy mięknięcia mogą wystąpić również na skutek anihilacji dyslokacji granic ziaren w punktach potrójnych, ich rozbicia na wspinające się dyslokacje, rotacji ziaren i dyfuzji atomów w obszarach przygranicznych oraz uformowania się pod wpływem procesu migracji granic ziaren strefy łatwego poślizgu, jednakże ze względu na specyfikę materiału hybrydowego, którego struktura jest bardzo silnie umocniona przez cząstki wydzieleni żaden z wymienionych powyżej powodów mięknięcia nie wydaje się być bardziej efektywny w stosunku do pęknięcia i jest mało prawdopodobny z uwagi na skład fazowy materiału silnie ograniczający zjawiska dyfuzyjne.

Zarejestrowane bardzo nieznaczne umocnienie podczas testów ściskania na gorąco materiałów po konsolidacji pozwoliło na otrzymanie dużych odkształceń (od 40% do 80%)

bez wystąpienia pęknięć, co świadczy o równowadze pomiędzy procesami umocnienia i mięknięcia szczegółowo opisanymi w części teoretycznej pracy, charakterystycznymi dla procesów występujących podczas kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren, ale też dla procesów odkształcenia wysokotemperaturowego. Można dodać, iż w przypadku ciągle postępującego umocnienia odkształceniowego, dochodzi do pęknięcia materiału z uwagi na źródło umocnienia operujące podczas kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren, jakim jest powstawanie spiętrzeń dyslokacyjnych w punktach potrójnych, co w istocie, zgodnie z rozważaniami teoretycznymi [110], może stanowić najważniejsze źródło powstających w materiale pęknięć. Powyższą sugestię można by przyjąć jako racjonalną dla rozważanych stopów, jednakże w badaniach struktury nie znaleziono dowodów ani bezpośrednich ani pośrednich, które mogłyby potwierdzić ewentualną tendencję do powstawania wspomnianych spiętrzeń dyslokacji w punktach potrójnych w badanych materiałach.

#### ▪ ***Nieodkształcalne cząstki umacniające***

---

Brak obserwowalnych różnic w wielkości i kształcie ziaren pomiędzy materiałami odkształcanymi w wysokiej temperaturze, w niskiej, poddany operacji obróbki cieplnej świadczy o bardzo silnie stabilizującej roli nanometrycznych wydzieleni blokującej front rekrytalizacji zgodnie z mechanizmem Zenera [177-185] lub o niskim potencjale materiału do podlegania procesom rekrytalizacji z uwagi na małą ilość dyslokacji sieci. Prawdopodobne oba wymienione czynniki (mała gęstość dyslokacji sieci w obszarach wewnętrznych ziaren oraz silny efekt stabilizujący nanowydzieleń) są odpowiedzialne za bardzo stabilną strukturę badanych materiałów, nie podlegającą ewolucji (za wyjątkiem zjawisk kawitacyjnych) pomimo zabiegów cieplno mechanicznych.

W nawiązaniu do struktury analizowanych materiałów można stwierdzić, iż optymalna wielkość cząstek umacniających pozwala na otrzymanie materiału o rozdrobionej i stabilnej mikrostrukturze. W świetle tych rozważań, materiał hybrydowy z uwagi na różne wielkości frakcji wchodzących w jego skład, wydaje się być materiałem w najlepszy sposób gwarantującym stabilną strukturę po obróbce cieplnej w skutek obecności wysokorozdrobionej nanometrycznej fazy stabilizującej, jak i silnie rozdrobioną strukturę powstałą podczas krystalizacji na skutek obecności optymalnej wielkości submikronowej frakcji stanowiącej zarodki krystalizacji.

Obecnością nanometrycznych i submikronowych cząstek w obszarach przygranicznych można również wytłumaczyć zaobserwowaną eksperymentalnie wysoką wartość czułości na prędkość odkształcenia i silną zależność naprężenia uplastyczniającego

od temperatury. Biorąc pod uwagę dane literaturowe [153, 157, 197, 198], można przypuszczać, iż w przypadku zbyt dużej prędkości odkształcenia, dochodzi do szczególnie silnego ograniczenia możliwości dyfuzyjnego akomodowania lokalnej deformacji realizowanej poprzez poślizg po granicach ziaren, postulowanego w literaturze dla tego typu materiałów, co prowadzi do braku możliwości relaksacji naprężeń powstałych na granicach faz i w efekcie do wzrostu naprężenia płynięcia i wzmożonej tendencji do kawitacji. Jednocześnie, z uwagi na opisane wcześniej zjawisko Zenera związane z blokowaniem rozrostu ziarna, wysokotemperaturowe odkształcenie stopów o submikronowej strukturze stabilizowanych nanocząstkami wydzielen, może przebiegać bardzo stabilnie z osiągnięciem dużych odkształceń plastycznych, pod warunkiem odpowiednio niskiej prędkości odkształcenia umożliwiającej skuteczną akomodację opartą o zjawiska dyfuzyjne w sąsiedztwie nieodkształcalnych cząstek wydzielen. Prowadzić to może do zjawiska nadplastyczności i stąd, przy założeniu modelu dyfuzyjnej akomodacji, duża czułość na prędkość odkształcenia, silna zależność naprężenia płynięcia od temperatury i skłonność do tworzenia drobnych submikronowych pustek w takich materiałach.

Powyzsze stwierdzenia dotyczące plastyczności, oparte o cytowany teoretyczny model kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren [144] jest jakościowo zgodne z obserwacjami rozpatrywanych materiałów. Istnieją jednak bardzo poważne rozbieżności ilościowe takie jak bardzo dobra plastyczność przy wysokich prędkościach odkształcenia w procesie kucia, czy liniowość, a nie hiperboliczność, spadku naprężenia z temperaturą i stosunkowo wysoka plastyczność przy temperaturze pokojowej w próbach ściskania, gdzie akomodacja dyfuzyjna jest praktycznie wykluczona ze względu na kinetykę tego procesu. Koncepcja taka nie może, zatem być aplikowane w przypadku badanych stopów, a ich dobrej plastyczność w podwyższonych temperaturach należy poszukiwać na gruncie odmiennego zespołu zjawisk z uwagi na ograniczone możliwości operowania mechanizmów dyfuzyjnych (skład fazowy materiału). Można postulować, iż pod warunkiem zapewnienia odpowiedniego schematu naprężeń ściskających oraz warunków temperaturowych umożliwiających korzystną ewolucję zjawisk kawitacyjnych (pękanie i zgrzewanie pęknięć), możliwe byłoby osiągnięcie znacznego odkształcenia plastycznego z zachowaniem spójności materiału, co obserwowano podczas wysokotemperaturowych testów ściskania gdzie, przy niewielkim umocnieniu zarejestrowanym w trakcie trwania procesu, materiał nie ulegał żadnym pęknięciom nawet przy 80% gnioicie.

## 6.6 TEZA PRACY

---

---

Przedstawiona w poprzednim rozdziale analiza wyników standardowych badań charakterystyk mechanicznych, kalorymetrycznych, dylatometrycznych i struktury obserwowanej na różnych poziomach wymiarowych pokazuje trudności w interpretacji uzyskanych wyników w kategoriach znanych modeli fizycznych deformacji plastycznej. Wydaje się być bezspornym działanie takiego samego mechanizmu deformacji lub zespołu stowarzyszonych mechanizmów w całym zakresie temperatur i prędkości odkształcenia zastosowanego w niniejszych badaniach. Zaskakujące podobieństwo skutków strukturalnych deformacji oraz podobieństwo charakterystyk mechanicznych przy temperaturze pokojowej i wysokiej wskazują na taki charakter mechanizmów, a różnice ilościowe w wielkości naprężenia płynięcia (przy zachowaniu podobieństwa charakteru krzywych) mogą być wynikiem silnego oddziaływania temperatury i generalnie procesów aktywowanych cieplnie na kinetykę każdego ze współdziałających sposobów realizacji deformacji plastycznej.

Bardzo charakterystyczną cechą struktury badanych materiałów jest pojawianie się dość licznie nieciągłości typu nanometryczna i submikronowa szczelina lub submikronowa pustka w materiale odkształconym i to zarówno w obszarach, gdzie materiał poddawany był naprężeniom rozciągającym jak i w obszarach gdzie panowały stany bliskie hydrostatycznemu ściskaniu (denko i ścianka odkuwki). Tendencja do pojawiania się nieciągłości wydaje się być dość naturalną wobec bardzo dużego udziału objętościowego faz praktycznie nieodkształcalnych plastycznie (ok. 44% objętości zajmuje krzem, zarówno pierwotny jak i eutektyczny, oraz nanometryczne fazy aluminiowo nikłowe), ale zaskakuje stosunkowo mała skłonność do rozwoju tych szczelin do rozmiarów krytycznych powodujących nagłe pęknięcie.

Można, zatem przypuszczać, podobnie jak czyni to Dybiec [8], że oprócz zjawiska wywołującego tworzenie się mikro-szczelin i nano-pustek, w materiale operuje zjawisko o przeciwnym charakterze, to znaczy zjawisko zaleczania się (rekohezji) submikro-szczelin. Na możliwość występowania takiego zjawiska (rekohezji submikro-szczelin) zwraca uwagę wspomniany autor, czerpiąc uzasadnienie tego w historii powstawania badanych materiałów, gdzie aktywność procesu trwałej agregacji cząstek proszku lub innej zatamizowanej formy badanych stopów w trakcie deformacji plastycznej jest warunkiem koniecznym dla przeprowadzenia konsolidacji plastycznej w formę litą, zatem, zjawisko to

w takich materiałach musi zachodzić powszechnie i łatwo. Ponadto proces pęknięcia prowadzi do lokalnego wzrostu energii wewnętrznej przez tworzenie nowej powierzchni swobodnej, zatem za odwróceniem zjawiska pęknięcia (rekohezja), zwłaszcza w obecności ściskającego stanu naprężenia, zapobiegającemu otwieraniu się szczeliny, przemawia argument energii wewnętrznej, która w takim procesie będzie ulegać obniżeniu kosztem realizacji pracy odkształcenia plastycznego [8]. Można, zatem dopuścić, że efekt, o którym mowa może stanowić jeden z istotnych, współdziałających mechanizmów deformacji plastycznej rozpatrywanych materiałów, dający, oprócz możliwości akomodacyjnych dla poślizgu po granicach i ścinania transkryystalicznego, możliwość realizacji deformacji plastycznej. Uwaga ta w istocie prowadzi do sformułowania następującej tezy:

*Jeżeli nastąpi synchronizacja pomiędzy procesem otwierania się submikronowej szczeliny prowadzącym do relaksacji naprężenia na jej czole i przemieszczenie się względem siebie dwu części materiału wzdłuż kierunku otwierania się szczeliny oraz zjawiskami prowadzącymi do rekohezji (zaleczania) też w wyniku procesu obniżania energii powierzchniowej submikronowej szczeliny, to proces taki jest w stanie realizować lokalnie deformację trwałą oraz akomodować lokalne niedopasowania wynikające z działania innych mechanizmów deformacji plastycznej nie naruszając globalnej spójności całego obiektu poddanego działaniu sił zewnętrznych.*

Powyższa teza wypływa z już poczynionych obserwacji w standardowych próbach i powinna być zweryfikowana w dodatkowych eksperymentach.

## 6.7 KONCEPCJA BADAŃ DODATKOWYCH I OPIS EKSPERYMENTÓW

---

---

### 6.7.1 BADANIA WYKONANE NA MIKROSKOPIE OPTYCZNYM I SKANINGOWYM – OBSERWACJE STRUKTURY ZE SZCZEGÓLNYM UWZGLĘDNIENIEM ANALIZY RELIEFU DEFORMACJI

---

Sformułowana w tezie koncepcja deformacji plastycznej poprzez lokalne współdziałanie zjawiska otwierania i propagacji submikronowego pęknięcia oraz zamykania tego defektu przez proces adhezyjnego przywracania kohezji (bezdyfuzyjnego zaleczania submikronowej szczeliny) stowarzyszonego z pewnymi formami ścinania plastycznego wzdłuż granic lub poślizgu po granicach, wydaje się dobrze odpowiadać obserwacjom struktury oraz mechanicznym i termicznym cechom materiału opisanym przy analizie wyników wykonanych eksperymentów. Zakładając słuszność postawionej tezy należy oczekiwać, że mechanizm taki w stowarzyszeniu z lokalnym poślizgiem po granicach i lokalnym ścinaniem plastycznym powinien tworzyć ciągi lokalizacji odkształcenia o znacznym zasięgu związane z miejscem najbardziej prawdopodobnym działania takich mechanizmów, a więc w okolicach i wzdłuż granic ziaren, szczególnie międzyfazowych. Ciągi takie powinny być obserwowalne przy badaniach reliefu deformacyjnego i mogą być argumentem potwierdzającym słuszność postawionej tezy a ich brak może stanowić negatywną przesłankę dla takiej koncepcji mechanizmów deformacji.

W celu weryfikacji postawionej tezy przeprowadzono badania dodatkowe w postaci analizy reliefu powierzchniowego po deformacji plastycznej. Badania reliefu powierzchniowego po deformacji plastycznej w różnych temperaturach i przy różnych stopniach odkształcenia pozwalają na dokonanie oceny jednorodności deformacji i ewentualnych parametrów lokalizacji odkształcenia. Relief powierzchni powstający w wyniku deformacji plastycznej stanowi „zapis” całej historii deformacji, ponieważ powstająca w wyniku deformacji nierówność powierzchni posiada charakter trwałej zmiany i nie ulega modyfikacjom na skutek procesów relaksacyjnych lub procesów przebudowy struktury (zdrowienie, rekrytalizacja). Stanowi, zatem trwałe świadectwo wszelkich zdarzeń na powierzchni deformowanego materiału. Badanie, wykonane za pomocą mikroskopu optycznego, reliefu powstałego na skutek deformacji (topografii deformacji) pozwala na zaobserwowanie w małych i średnich powiększeniach form strukturalnych, powstałych na skutek procesów deformacji na dużym obszarze

obserwowanej próbki. Wadą takich obserwacji jest ich ograniczona rozdzielczość oraz silnie ograniczona głębokość ostrości, w konsekwencji, czego, pewne istotne szczegóły mogą być niewidoczne. Zatem, aby uzyskać jak najwięcej informacji przy wspomnianych ograniczeniach do badania reliefu powierzchni po deformacji zastosowano różne kontrasty oraz różne powiększenia.

Kolejnym etapem badań były badania przeprowadzone za pomocą mikroskopu skaningowego, pozwalające śledzić zmiany reliefu i jego szczegóły morfologiczne ze znacznie większą rozdzielczością i bardzo dużej głębokości ostrości, ale jednocześnie przy ograniczeniu obszaru pola widzenia. Ta technika obserwacji stwarza narzędzie do obserwacji:

- możliwych rotacji ziaren,
- propagacji pęknięć oraz powstawania pustek i szczelin,
- kolektywnego zachowania się zjawisk kawitacyjnych,

stanowiących potencjalny ślad, zaproponowanego w tezie pracy, mechanizmu deformacji.



**Rys. 62.** *Próbki wykonane z materiału PNC przygotowane do badań topograficznych reliefu.*

Z uwagi na spodziewany brak różnic w ewolucji struktury badanych materiałów po deformacji plastycznej pomiędzy materiałem *PNF* (50mikronów) oraz *PNC* (150 mikronów), do badań reliefu powierzchniowego przeznaczono jedynie materiał *PNC*. Próbki cylindryczne o średnicy 6mm i wysokości 9mm (**rys. 62**) zostały przygotowane poprzez wypolerowanie powierzchni prostopadłej do podstawy próbek w skutek ścięcia powierzchni cylindrycznej na głębokość około 2mm za pomocą urządzenia firmy Struers RotoPol-11, z użyciem specjalnie przygotowanych do tego celu uchwytów mocujących z żywicy epoksydowej. Po wyjęciu z uchwytów wypolerowana powierzchnia, równoległa do osi próbek, została zarysowana 2 rysami o szerokości około 100nm do 1 mikron, celem stworzenia znacznika referencyjnego do badania przemieszczeń fragmentów materiału

deformowanego względem siebie i lokalnych efektów związanych ze zmianą położenia na powierzchni reliefu deformacji. Tak przygotowane próbki (12sztuk) zostały poddane odkształceniu (ściskanie) za pomocą urządzenia MTS 880 według schematu zamieszczonego w **tabeli 4**.

**Tabela 4.** Zestawienie próbek z materiału *PNC* do badań topografii reliefu deformacji

| Zgniot | Temperatura [°C] |                  |
|--------|------------------|------------------|
|        | 20°C             | 380°C            |
| 5%     | Próbka 5-20 I    | Próbka 5-380 I   |
|        | Próbka 5-20 II   | Próbka 5-380 II  |
| 10%    | Próbka 10-20 I   | Próbka 10-380 I  |
|        | Próbka 10-20 II  | Próbka 10-380 II |
| 20%    | Próbka 20-20 I   | Próbka 20-380 I  |
|        | Próbka 20-20 II  | Próbka 20-380 II |

Po przygotowaniu i odkształceniu, próbki obserwowano a obrazy reliefu sфотографowano z wykorzystaniem cyfrowej kamery współpracującej z mikroskopem Neophot-2. Badania wykonano w trzech kontrastach (ciemne pole, jasne pole, w świetle spolaryzowanym) przy powiększeniu 400 oraz 1000 razy. W efekcie każda z 12-stu próbek została sфотографowana 6 razy, co dało w sumie 72 zdjęcia topografii powierzchni deformacji badanego materiału *PNC*. Te same próbki zostały następnie przebadane na elektronowym mikroskopie skaningowym HITACHI H100 przy powiększeniach od 400 do 10.000x, w rezultacie czego, otrzymano kilkadziesiąt zdjęć struktury. Najbardziej charakterystyczne wyniki przeprowadzonych badań reliefu deformacji pokazano na zdjęciach w rozdziale 6.8, zestawienie przeprowadzonych badań dodatkowych zawiera **tabela 5**.

| <b>Tabela 5. Zestawienie przeprowadzonych badań dodatkowych</b> |                         |   |
|---|-------------------------|---|
| <b>Eksperyment</b>  | <b>Rodzaj materiału</b> | <b>Stan materiału / Warunki eksperymentu / Ilość wyników</b>  |
| <b>Mikroskop optyczny</b>                                       | <b>PNC</b>              | Materiał po konsolidacji* przygotowany do badań reliefu deformacji, następnie odkształcony 5%, 10% lub 20% w temperaturze 20C, 380C / <b>jasne pole, ciemne pole, światło spolaryzowane, powiększenia 400 i 1000</b> / 12próbek, 72 zdjęcia |
| <b>Mikroskop skaningowy</b>                                     | <b>PNC</b>              | Materiał po konsolidacji* przygotowany do badań reliefu deformacji, następnie odkształcony 5%, 10% lub 20% w temperaturze 20C, 380C/ <b>powiększenia od 400 do 10.000</b> / 12 próbek, ponad 100 zdjęć                                      |

## 6.8 WYNIKI BADAŃ DODATOWYCH

---

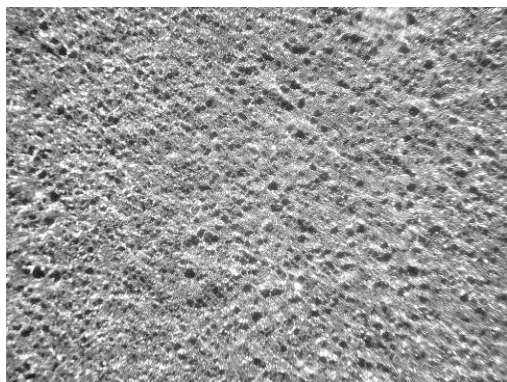
---

Relief deformacyjny (topografia deformacji) dla wczesnych stadiów deformacji w konwencjonalnym materiale składa się zwykle z dwóch elementów: śladów linii poślizgu (uskoków na powierzchni spowodowanych wzajemnym przemieszczeniem fragmentów kryształu względem siebie w wyniku zlokalizowanego poślizgu) wewnątrz poszczególnych ziaren oraz nierówności powierzchni wywołanej odchyleniami powierzchni przekroju ziaren pierwotnie tworzących równą i gładką powierzchnię szlifu. Odchylenia ziaren z ich pierwotnych orientacji do orientacji po deformacji są wynikiem rotacji powstałej na skutek homogenicznej deformacji i więzów ziarna ze swoimi sąsiadami wewnątrz materiału. Wraz z postępem odkształcenia zmiany powierzchniowe akumulują się do tego stopnia, że rozbudowują rzeźbę powierzchni do stanu zaniku możliwości obserwacji mikroskopowych ze względu na przekroczenie obszaru ogniskowania obiektywu mikroskopu (wyjście rzeźby poza głębie ostrości).

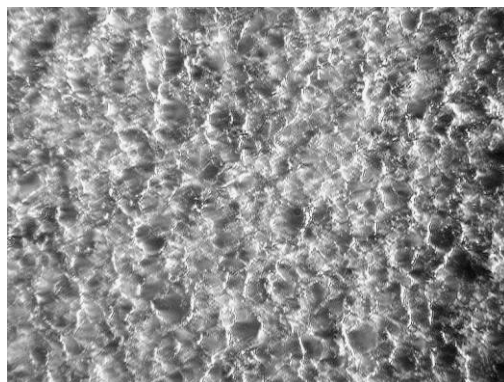
Przykładowe zdjęcia reliefów powierzchni po deformacji obserwowane przy pomocy mikroskopu świetlnego zostały przedstawione na **rys. 63** i **64**. Wyjściowa, całkowicie gładka powierzchnia powstała w wyniku polerowania na tarczy pokrytej silicazem o wielkości ziarna poniżej 300nm, stąd jakiegokolwiek nierówności powierzchni znajdują się poniżej zdolności rozdzielczej mikroskopu świetlnego i są przy tej technice obserwacji całkowicie niewidoczne. Pojawienie się na powierzchni tak przygotowanej obserwowalnych efektów jest rezultatem deformacji plastycznej materiału pod warunkiem, że powstałe w wyniku tego procesu efekty posiadają szerokość lub wysokość powyżej 500nm, który to wymiar przekracza zdolność rozdzielczą mikroskopu i sprawia, że obiekt o takich wymiarach jest widoczny w mikroskopie świetlnym.

Już przy odkształceniu 5% na powierzchni są widoczne skutki odkształcenia w postaci wyraźnie zaznaczonych pofalowanych linii układających się w krzyżujące się ciągi położone pod kątem około  $55^\circ$  do kierunku ściskania. Linie ciągów są gęsto rozmieszczone a ich odległości od siebie wynoszą w przybliżeniu tyle ile wymiar pierwotnych ziaren krzemu. Przy większych powiększeniach i w świetle spolaryzowanym widać, że linie układające się w ciągi są krawędziami kryształów pierwotnego krzemu wypchniętymi lub przesuniętymi w stosunku do ich pierwotnego położenia na skutek lokalnej deformacji ich otoczenia. Zwiększenie odkształcenia powoduje pogłębienie rzeźby

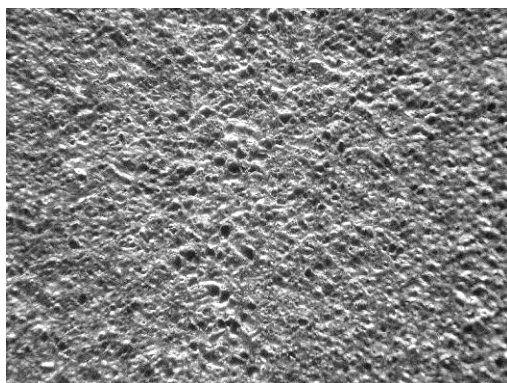
powierzchni i efekty widoczne przy małej deformacji stają się bardziej wyraziste. Po 10% odkształcenia widać już wyraźnie „szachownicowy” układ linii deformacji a dalszy wzrost odkształcenia do 20% ujawnia wyraźne bruzdy i wypiętrzenia pierwotnych linii.



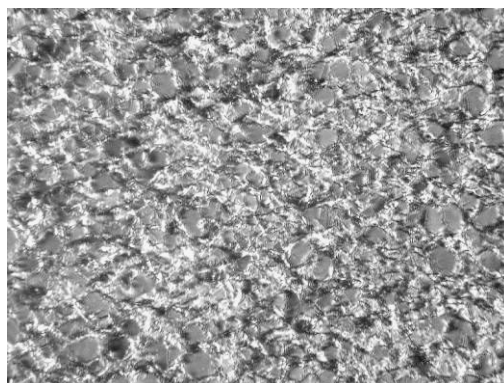
a) gniot 5%, x400, 20C



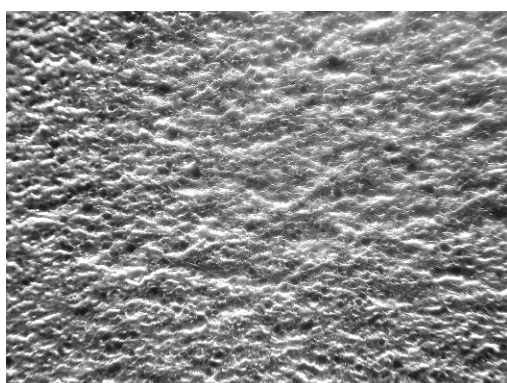
b) gniot 5%, x1000, 20C



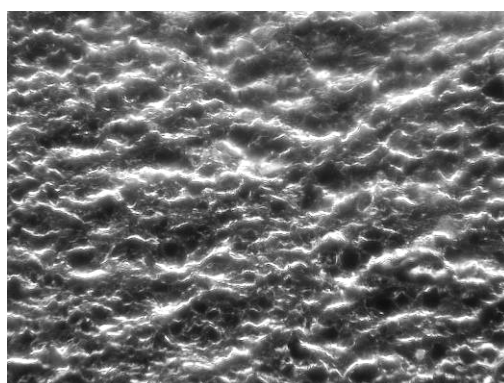
c) gniot 10%, x400, 20C



d) gniot 10%, x1000, 20C

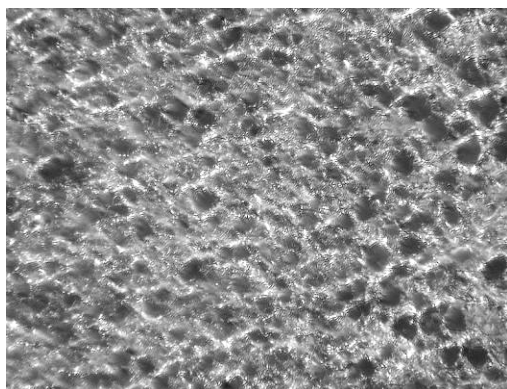


e) gniot 20%, x400, 20C

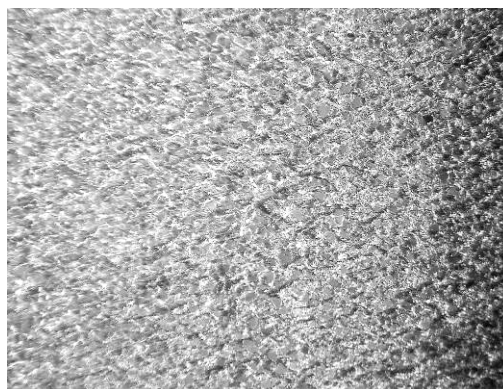


f) gniot 20%, x1000, 20C

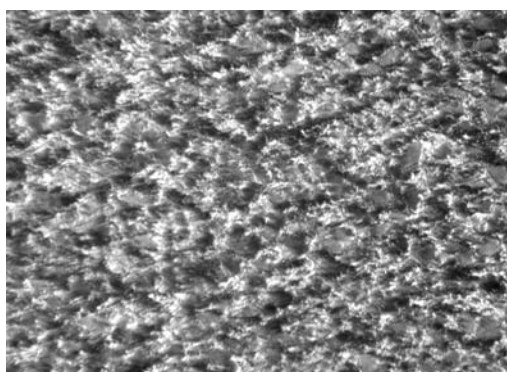
**Rys. 63.** Relief deformacji, materiał PNC;; prędkość ściskania 0,001/s, temperatura odkształcenia 20C,



a) gniot 10%, P, x1000 , 380C



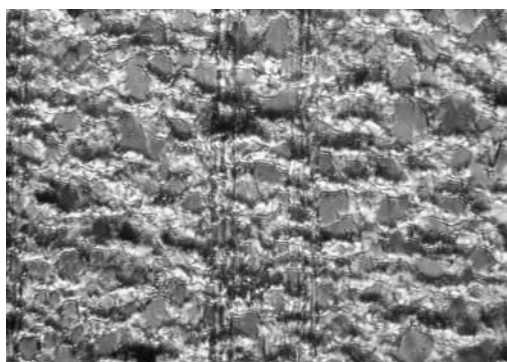
b) gniot 10%, P, x400, 380C



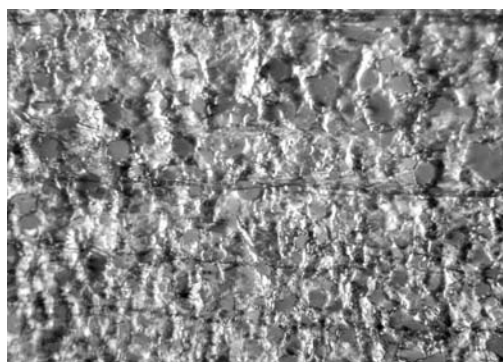
c) gniot 20%, P, x1000, 380C



d) gniot 20%, P, x400, 380C



e) gniot 20%, P, x1000, 380C

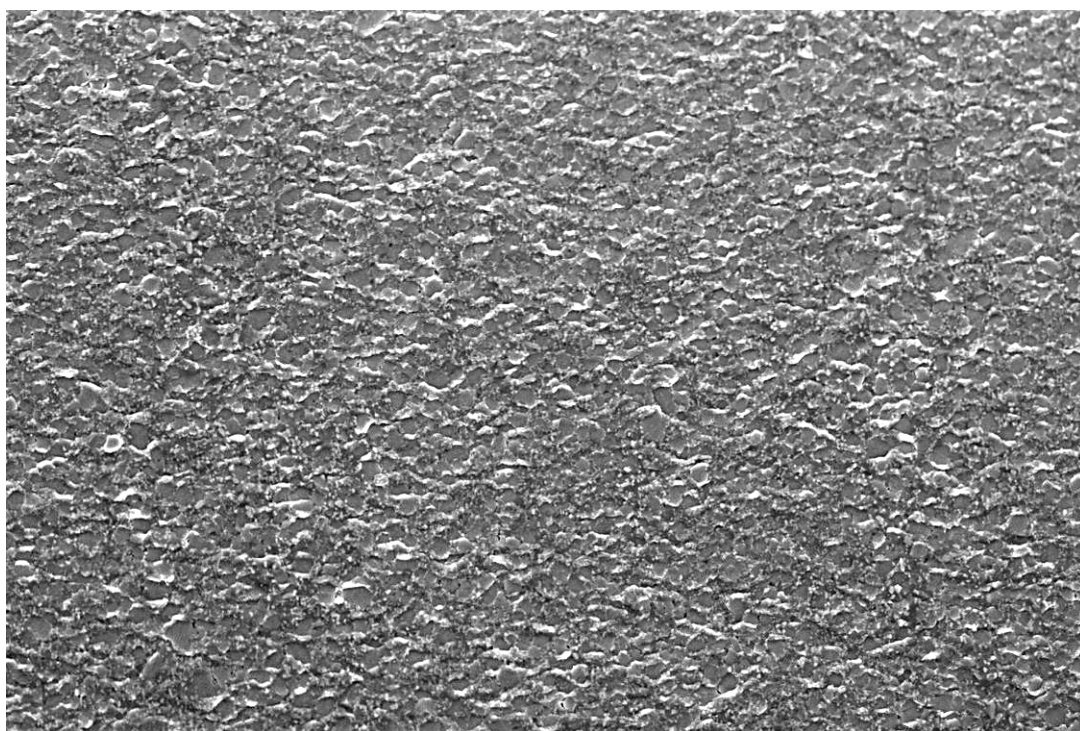


f) gniot 20%, P, x1000, 20C

**Rys. 64.** Relief powierzchni po deformacji w 380C w materiale **PNC**. Na zdjęciach e) i f) widoczny marker referencyjny w postaci mikro-rys.

Obserwacje materiału po deformacji w temperaturze 380C , przedstawione na **rys. 64**, prezentują pod względem ilościowym jak i jakościowym ten sam charakter struktury jaki został opisany dla obserwacji poczynionych przy deformacji w temperaturze pokojowej. Powstające po odkształceniu do 20% bruzdy o grubości  $1\div 2\mu\text{m}$  i długości nawet kilkuset milimetrów są odległe od swoich sąsiadów o około  $5\div 6\mu\text{m}$ , a więc

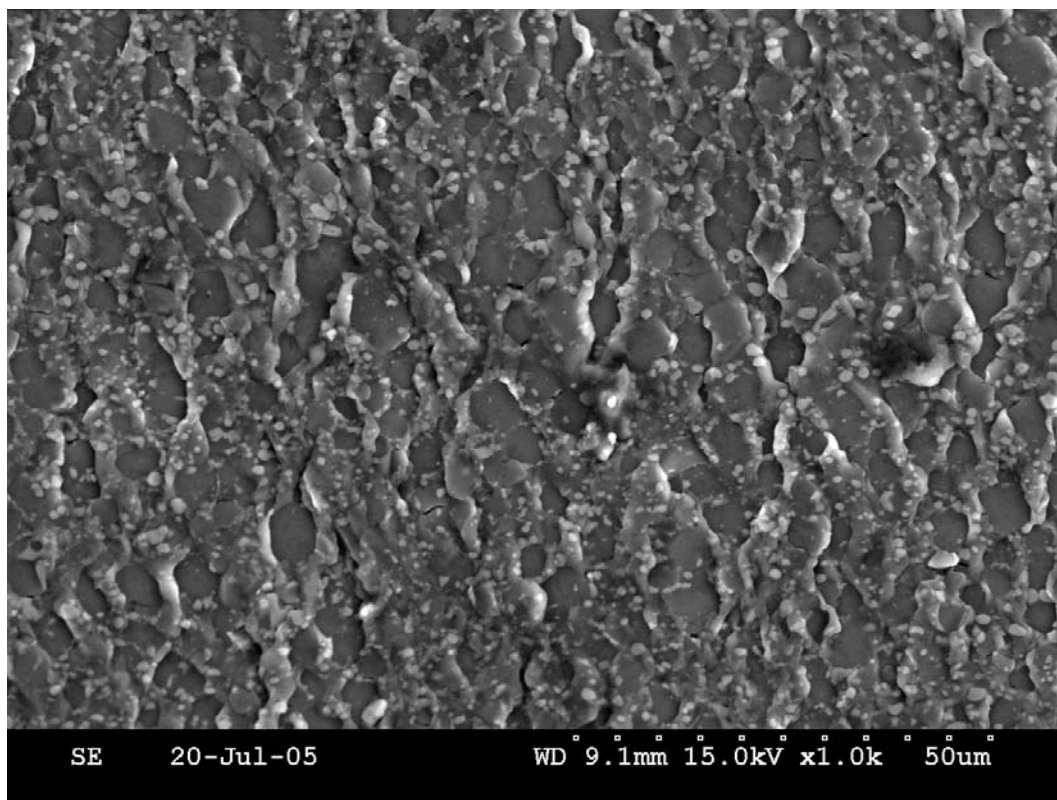
w przybliżeniu tyle ile wynosi wymiar ziaren pierwotnego krzemu. Nie zaobserwowano żadnego nowego efektu w strukturze linii. Przedstawione na tym rysunku fotografie **e)** i **f)** ilustrują zmiany w obrazie markerów w postaci mikro-rys, które pierwotnie całkowicie proste w wyniku odkształcenia wykazują bardzo wyraźne lokalne pofalowania i wygięcia obrazując wzajemne przemieszczenia fragmentów materiału względem siebie.



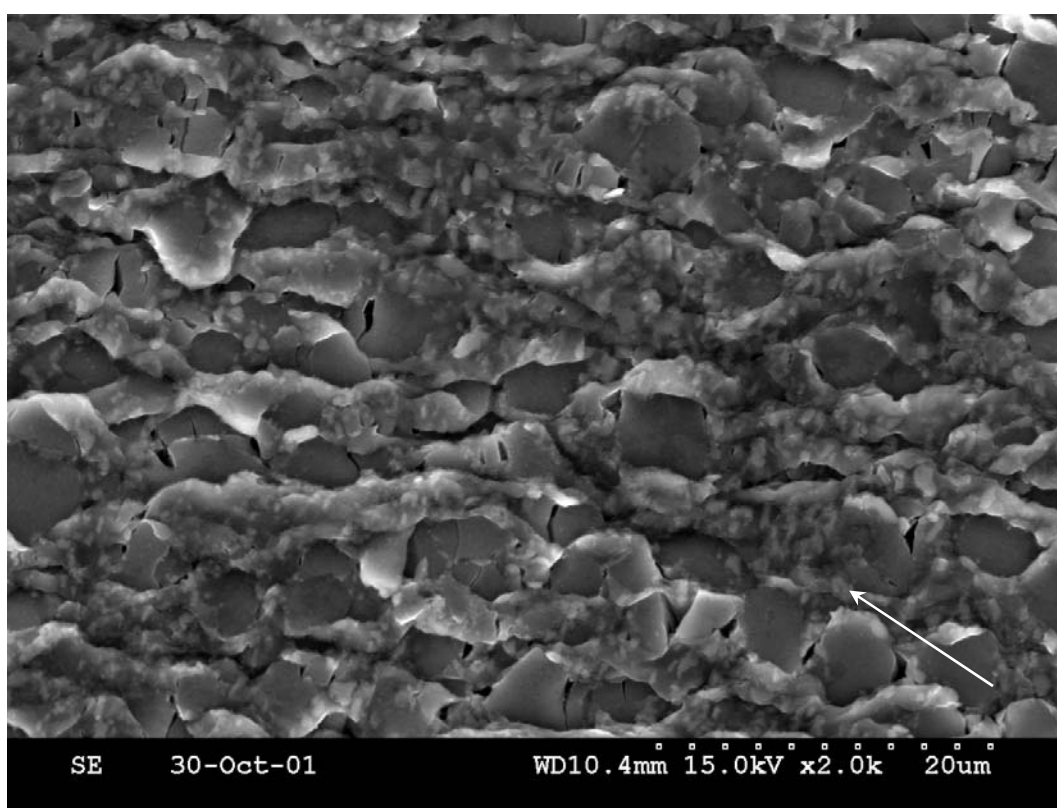
**Rys. 65.** Materiał *PNC*, SEM,  $\times 400$ , 20% odkształcenie na zimno

Zdjęcia reliefów deformacyjnych materiału *PNC* są inne od typowych. Nie ma widocznych linii poślizgu w ziarnach, pochylenia ziaren są małe. Największy strukturalny element, którym są pierwotne kryształy krzemu, nie wykazuje we wnętrzu ziaren żadnych widocznych śladów deformacji plastycznej. Od samego początku deformacji plastycznej zostaje uformowany w materiale bardzo wyraźny system składający się z dwu wzajemnie sprzężonych skrzyżowanych systemów podłużnych bruzd ustawionych pod stałym kątem jaki tworzą płaszczyzny maksymalnych naprężeń ścinających przy ściskaniu.

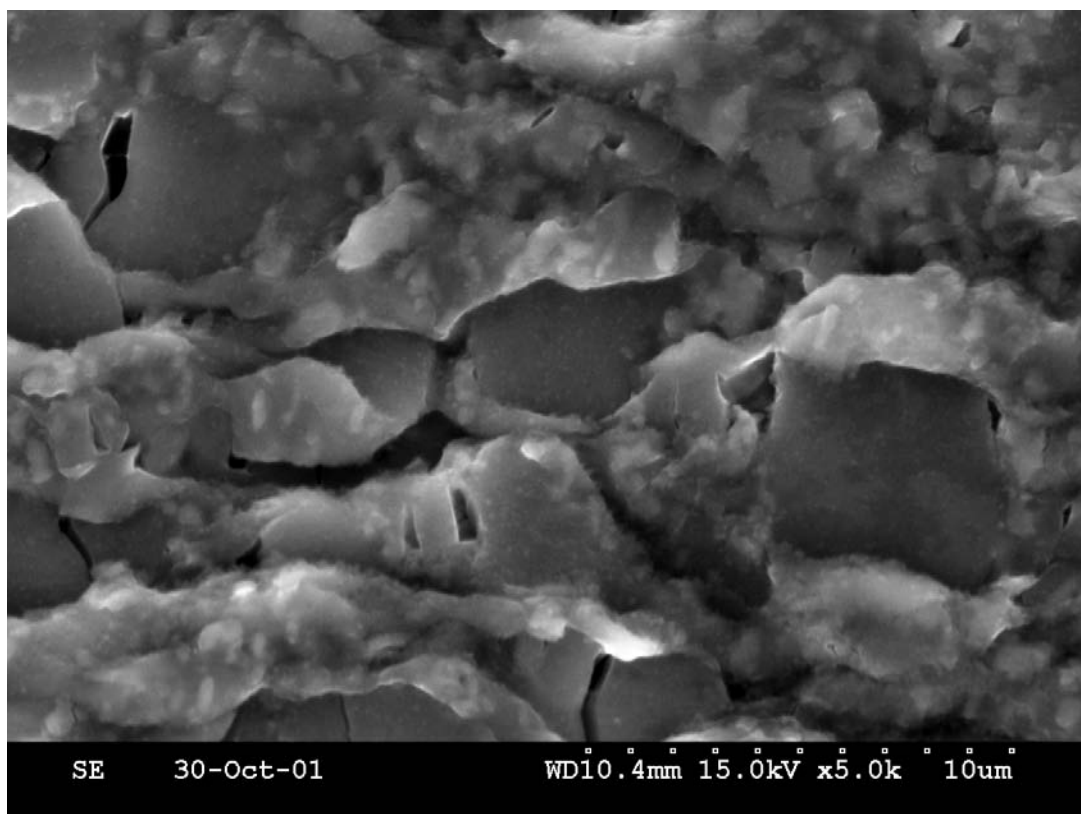
Typowe obrazy reliefu powierzchni deformacji (odkształcenie 20% w temperaturze pokojowej) uzyskane poprzez badania na mikroskopie skaningowym zostały pokazane na **rys. 65 - 68**. Pomimo dużej ilości szczegółów, widać wyraźnie podłużne, wzajemnie skrzyżowane kierunki, wzdłuż których układają się pierwotne kryształy krzemu, podobne do obserwowanych w mikroskopie świetlnym.



*Rys. 66. Materiał PNC, SEM, x1000, 20% odkształcenie na zimno*

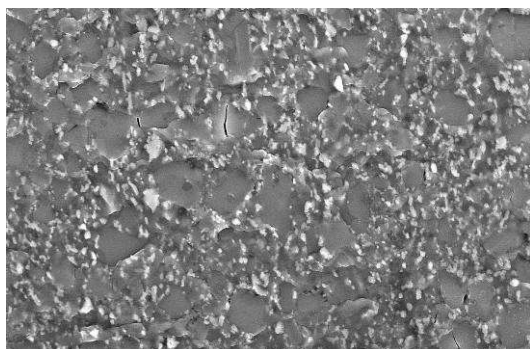


*Rys. 67. Materiał PNC, SEM, x2000, 20% odkształcenie na zimno, widoczne pęknięcia kryształów krzemu i na granicach faz, układające się wzdłuż linii strefy poślizgu*

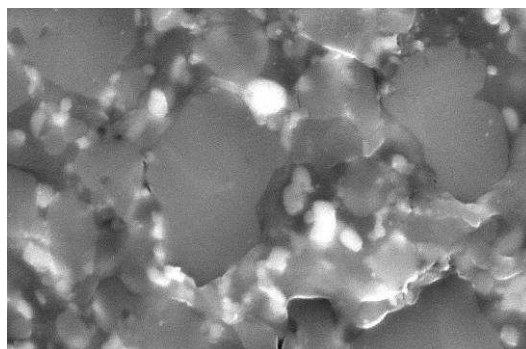


*Rys. 68. Materiał PNC, SEM, x5000, 20% odkształcenie na zimno*

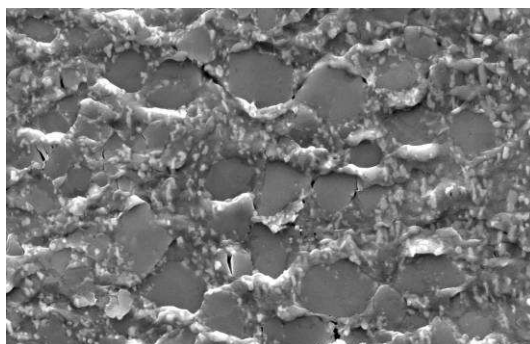
Pomiędzy prawie płaskimi krystalitami Si widoczne są wypchnięte fazy osnowy aluminiowej zawierające na powierzchni liczne drobne wydzielenia faz aluminiowo-niklowych wypieranych na swobodną powierzchnię podczas odkształcania plastycznego fazy bogatej w aluminium (**rys. 66, 67**). Brak jest jakichkolwiek linii poślizgu w ziarnach krzemu jak i osnowy. Dla krzemu sytuacja taka wydaje się być naturalna, ze względu na charakter wiązania i brak możliwości znaczącej mobilności dyslokacji. Dla fazy aluminiowej, świadczy to o braku kolektywnego ruchu dyslokacji wewnątrz tej fazy, a deformacja może być realizowana albo przez indywidualne ruchy dyslokacji dające relief poniżej zdolności rozdzielczej metody obserwacji, albo przez dyfuzyjny transport masy, z natury swojej nie dający reliefu w postaci linii. W pobliżu krystalitów krzemu można zaobserwować ciemne i cienkie zaciemnienia, które w większych powiększeniach zidentyfikowano jako szczeliny ułożone wzdłuż opisywanych wcześniej bruzd związanych z deformacją plastyczną (**rys. 67 - 69**). Obserwowalna ilość takich szczelin wzrasta wraz ze stopniem deformacji i z malejącą temperaturą deformacji i jest największa w przypadku próbek odkształcanych w temperaturze pokojowej z gniosem równym 20%. Nie zaobserwowano rozwierania się tych szczelin. Ich typowa długość jest poniżej mikrometra, a większe z nich nie przekraczają  $1\div 2\mu\text{m}$ .



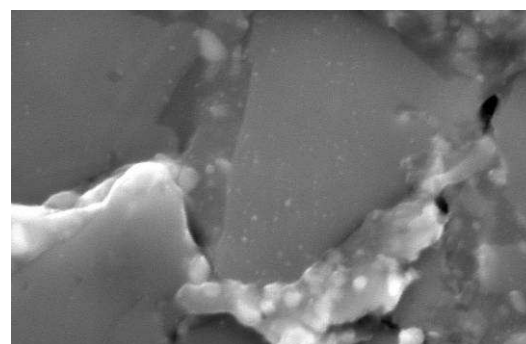
a) 20C, gniot 10%, x2000



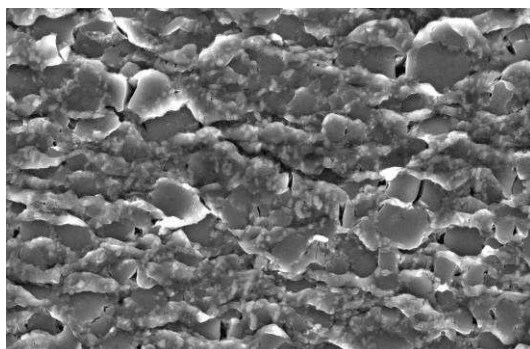
b) 20C, gniot 10%, x10.000



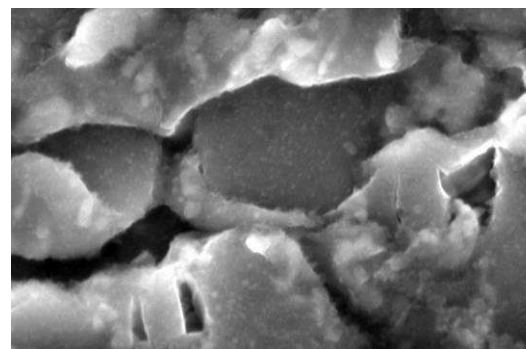
c) 20C, gniot 20%, x2000



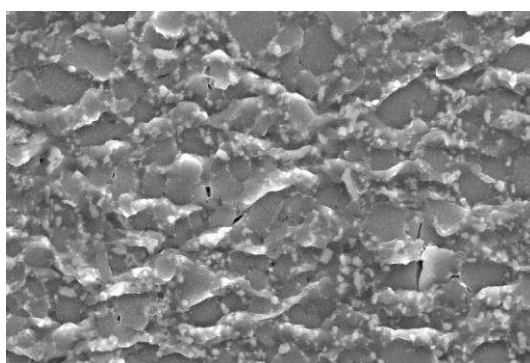
d) 20C, gniot 20%, x10.000



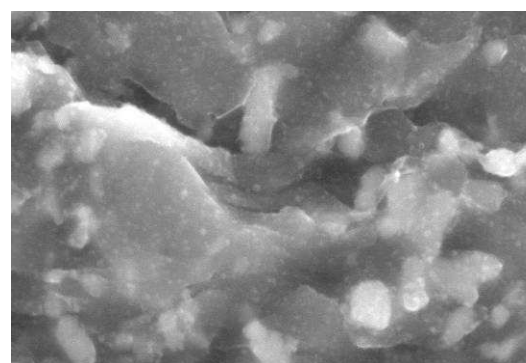
e) 380C, gniot 5%, x2000



f) 380C, gniot 5%, x10.000

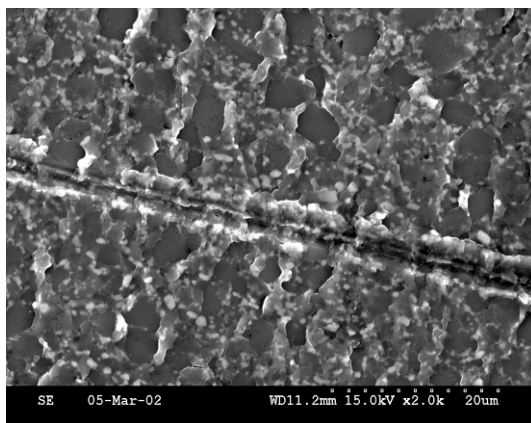


g) 380C, gniot 20%, x2000

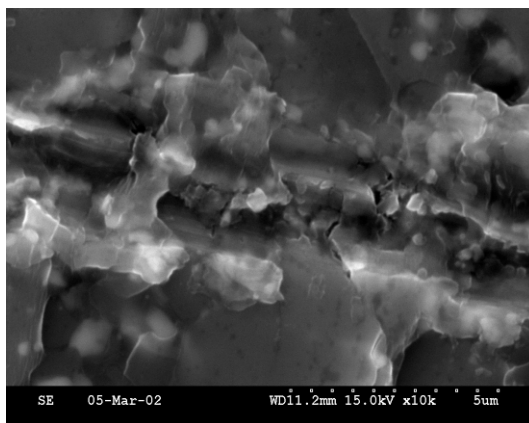


h) 380C, gniot 20%, x10.000

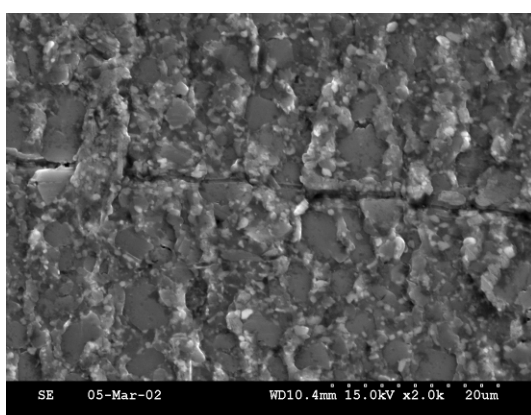
**Rys. 69.** Przykładowe reliefy deformacji materiału PNC



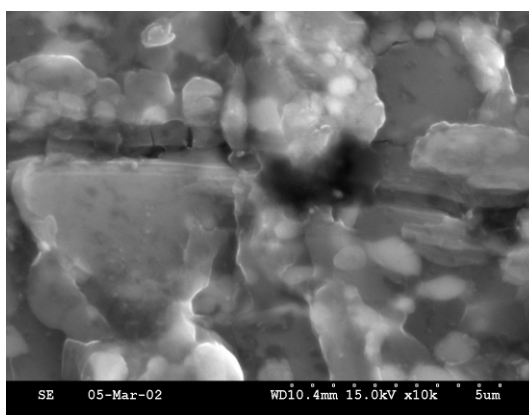
a) 20C, gniot 10%, x2000



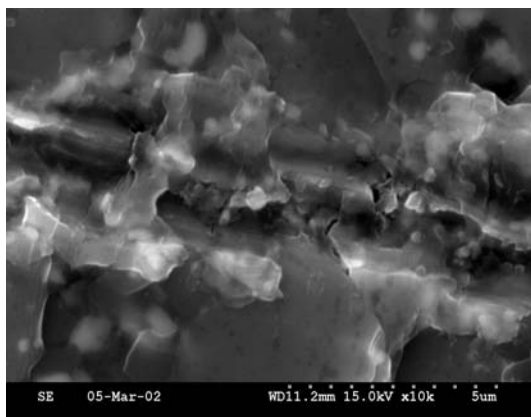
b) 20C, gniot 10%, x10.000



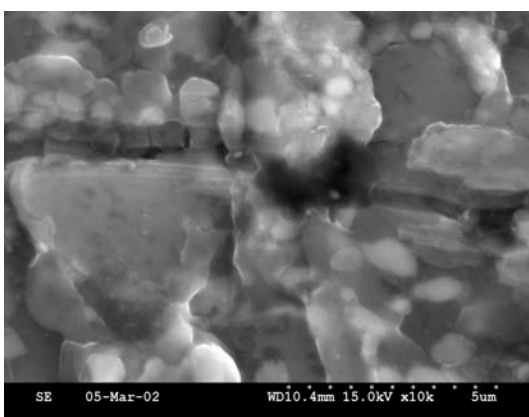
c) 20C, gniot 20%, x2000



d) 20C, gniot 20%, x10.000



e) 380C, gniot 20%, x10.000



f) 380C, gniot 20%, x10.000

**Rys. 70.** Relief deformacji dla materiału PNC, różne wersje odkształcenia

Podobne do opisanych powyżej efektów można było zaobserwować na reliefach materiału po deformacji w temperaturze 380C. Charakterystycznym zjawiskiem jest otwieranie się pęknięć równoległe do kierunku osi próbki (**rys. 67**). Część pęknięć dotyczy

obszarów na granicy krzem - osnowa, a część to pęknięcia krystalitów krzemu. Takie „przecinkowate” pęknięcia równoległe do osi ściskania wydają się świadczyć o występowaniu w próbie ściskania obwodowych naprężeń rozciągających przy powierzchni próbki będących naturalnym zjawiskiem w tego rodzaju próbie mechanicznej. Świadczy to jednak o dużej wrażliwości badanego materiału na naprężenia rozciągające. Oprócz zmian w obserwowanej ilości pęknięć nie zauważono żadnych różnic strukturalnych w wielkości, w rozmieszczeniu oraz w kształcie poszczególnych frakcji materiału, pomiędzy próbkami odkształcanymi w różnych temperaturach i w różnych stopniach deformacji (**rys. 69, 70**).

Obserwacja znaczników referencyjnych na powierzchni deformowanych próbek wskazuje na wyraźne przesunięcia względem siebie części materiału, jak również na obecność rotacji niektórych ziaren (**rys. 70**). Odległość na jaką są przesunięte poszczególne ziarna względem siebie dochodzi do 1 mikrona natomiast szerokość (grubość) strefy w której to przesunięcie jest realizowane sprawia wrażenie przesunięcia w jednej fizycznej płaszczyźnie związanej z granicą międzyfazową i z tego punktu widzenia jest niemierzalną (**rys. 70 e**), co świadczy o olbrzymim lokalnym odkształceniu postaciowym tego materiału. Przesunięcia wzdłuż znacznika referencyjnego są odseparowane względem siebie na odległość około kilku mikronów podobnie jak odległości bruzd obserwowanych przy pomocy mikroskopu świetlnego.

## 6.9 ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ DODATKOWYCH

---

---

Otrzymane wyniki badań mikroskopowych, przeprowadzonych nad reliefem deformacji, świadczą o silnej lokalizacji odkształcenia w obrębie obszarów przygranicznych, widocznej w postaci formujących się podczas odkształcenia stref ścinania, nachylonych pod kątem około  $55^{\circ}$  w stosunku do osi ściskania, bardzo podobnych do opisanych w części literaturowej pracy, dotyczącej kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren [141].

Zaobserwowano, że proces rozwoju stref deformacji w obrębie granic ziaren, w postaci wzajemnie skrzyżowanych bruzd, jak też układania się kryształów krzemu wzdłuż nich, jest stymulowany odkształceniem plastycznym. Obserwacja znaczników naniesionych na powierzchnię próbek poddanych badaniom reliefu deformacji za pomocą mikroskopu skaningowego ewidentnie wskazuje na lokalizację plastycznego płynięcia przebiegającego w obszarach przygranicznych w postaci stref ścinania, wraz z występującą rotacją, przesunięciem lub ścięciem nieodkształcalnych cząstek materiału. Na zaprezentowanych zdjęciach widoczne są małe, periodyczne przesunięcia linii znacznika, rzędu grubości samego znacznika. Uderzający jest brak jakichkolwiek śladów poślizgu dyslokacji w materiale poddanym nawet 20% deformacji na zimno. Szerokość stref płynięcia wynosi około 1 mikron, a w przypadku deformacji 20%, strefy płynięcia formują się w odległości kilku mikronów. Również obserwacja rozmieszczenia nieodkształcalnych cząstek krzemu wzdłuż powstałych stref płynięcia świadczy o silnej lokalizacji odkształcenia w tym rejonie. Zaobserwowana charakterystyka reliefu dotyczy zarówno wysoko jak i niskotemperaturowego odkształcenia.

Widoczna jest stosunkowo duży zasięg penetracji stref płynięcia, sięgający, kilkunastu -kilkudziesięciu ziaren w linii – formowanie i penetracja materiału przez strefy poślizgu jest silnie zakłócone poprzez obecność dużych cząstek faz nieodkształcalnych. Zgodnie z danymi literaturowymi [82], nieodkształcalne cząstki, jeśli nie ulegną pęknięciu, obrotowi lub przesunięciu, ewentualnie, jeżeli ich obecność nie zostanie akomodowana mechanizmami dyslokacyjnymi, w niskich, lub dyfuzyjnymi, w wysokich temperaturach, uniemożliwiają powstanie ciągłej strefy poślizgu. Powyższy opis zdaje się być w pełni zgodny z analizowanymi wynikami badań gdzie na zdjęciach reliefów obserwowano wyraźne obroty, pęknięcia i przesunięcia nieodkształcalnych cząstek Si, jak również liczne pęknięcia na granicach faz. Dodatkowo brak wyraźnej aktywności dyslokacji sieci

w obszarach wewnętrznych ziaren, objawiająca się brakiem nawet drobnych linii poślizgu, uniemożliwia formowanie się poślizgów dyslokacyjnych przecinających odkształcalne ziarna osnowy w strefie odkształcenia, podtrzymujących ciągłość płaszczyzny międzyziarnowego poślizgu. Opisany w literaturze [55, 84, 100, 142, 158], ostatni z wymienionych mechanizmów akomodujących poślizg po granicach ziaren, i umożliwiający zachowanie ciągłości strefy poślizgu międzyziarnowego jakim jest migracja granic ziaren również nie może operować w badanych materiałach z uwagi na obecność licznych, nieodkształcalnych cząstek faz aluminiowo – niklowych blokujących skutecznie nawet lokalne migracje granic ziaren.

Badane materiały charakteryzują się odmiennym mechanizmem odkształcenia zarówno od tradycyjnych stopów polikrystalicznych zawierających cząstki umacniające, jak też od materiałów, o submikronowej strukturze, szeroko opisanych w cytowanej literaturze. Trudno odkształcalna (ze względu na rozmiar ziarna) na drodze mechanizmów dyslokacyjnych osnowa badanych stopów plus złożona (znacznie utrudniająca przebieg kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren), hybrydowa struktura, składają się na wyjątkowy w swoim przebiegu proces deformacji.

Zaobserwowane podczas badań, charakterystyczne zjawiska, wskazują na kompletnie odmienny charakter operującego mechanizmu deformacji w stosunku do przyjętych dla konwencjonalnych, grubokrystalicznych materiałów metalicznych, zarówno w zakresie nisko jak i wysokotemperaturowego odkształcenia.

Biorąc pod uwagę stopy polikrystaliczne o strukturze submikronowej, w warunkach niskich temperatur, jednym z najistotniejszych zjawisk odróżniających mechanizm deformacji badanych stopów od zwykłych stopów o submikronowej strukturze odkształcających się na drodze kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren, jest zjawisko intensywnej kawitacji. W przypadku wysokotemperaturowego odkształcenia, badany materiał silnie wyróżnia brak zjawisk związanych z rozrostem ziaren oraz trudność w tworzeniu płaszczyzn łatwego poślizgu (stref poślizgu) z uwagi na silną blokadę migracji granic ziaren oraz, blokujące poślizg międzykrystaliczny, duże wydzielania krzemu. Zgodnie z teorią, narzuca to na cytowany model kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren, konieczność istnienia bardzo intensywnych, przejmujących dużą część odkształcenia, mechanizmów akomodacyjnych: pękania oraz zjawiska rotacji nieodkształcalnych cząstek, w stosunku do konwencjonalnych, nie hybrydowych stopów o strukturze submikronowej.

Mechanizmy te oparte jak opisano w części teoretycznej pracy, o ruch dyslokacji, kawitację i dyfuzję, pozostały by mechanizmami akomodacyjnymi z uwagi na charakter, jaki pełnią w odkształceniu (ich przebieg jest zgodny z rolą akomodującą tendencję materiału do realizacji odkształcenia w formie kooperatywnego poślizgu po granicach ziaren) gdyby nie udział w sensie ilościowym w procesie realizacji odkształcenia, jaki zdaje się mieć tworzenie szczelin i pustek o wymiarach submikronowych. Powyższe

przesądza o zdefiniowaniu operującego mechanizmu odkształcenia plastycznego. Oznacza to również, iż mechanizmy dyfuzyjne, migracja granic ziaren, kooperatywny poślizg po granicach ziaren, poślizg dyslokacji sieci i granic ziaren oraz rotacja ziaren mogą występować jako mechanizmy stowarzyszone lub mechanizmy akomodujące.

Powyższe stwierdzenie nie wynika jedynie z ewidencji doświadczalnej pęknięć w materiale, ale również z wykluczenia możliwości operowania (biorąc pod uwagę dane literaturowe i zgromadzone dane doświadczalne) innych, znanych mechanizmów deformacji plastycznej operujących w polikrystalicznych stopach metali. Można, zatem stwierdzić, iż charakterystyczna dla badanych stopów struktura (blokada ruchu dyslokacji sieci przez drobnoziarnistą strukturę stopu i obecność wydzieleni oraz blokada powstawania stref poślizgu międzykrystalicznego w skutek obecności dużych cząstek w postaci krystalitów krzemu) prowadzi do obniżenia plastyczności w klasycznym rozumieniu i wystąpienia silnej kawitacji, jako jednego z nielicznych dostępnych (oprócz ograniczonego poślizgu dyslokacji sieci i sugerowanego w literaturze poślizgu dyslokacji granic ziaren) mechanizmów przenoszących odkształcenie. Zjawiska, kawitacyjne nie muszą ograniczać plastyczności badanych stopów, wręcz przeciwnie mogą stanowić o doskonałych własnościach plastycznych materiału. Biorąc pod uwagę przedstawione rozważania, można zaryzykować twierdzenie, iż dzięki odpowiedniemu schematowi naprężeń ściskających oraz warunkom temperaturowym możliwe jest osiągnięcie znacznych odkształceń na drodze osiągnięcia równowagi pomiędzy zjawiskami pęknięcia i rekohezji w badanych stopach (procesy pęknięcia i zgrzewania). Za powyższym stwierdzeniem przemawia dodatkowo fakt, iż badane stopy powstały na skutek konsolidacji plastycznej silnie rozdrobnionych form metalicznych, w procesie, któremu towarzyszy intensywne odkształcenie plastyczne, podczas którego dochodzi do bardzo intensywnych zjawisk tworzenia silnych, kohezyjnych połączeń pomiędzy swobodnymi cząstkami - przedstawione wyniki świadczą o możliwości wielokrotnego powtarzania części zjawisk towarzyszących konsolidacji plastycznej badanych stopów w gotowych już litych wyrobach.

Badane materiały wykazują całą grupę cech, które pozostają w całkowitej zgodności z ilościowymi modelami proponowanymi dla materiałów kompozytowych na osnowie metalicznej umacnianych cząstkami. Klasyfikacja typów deformacji plastycznej zaproponowana i zweryfikowana doświadczalnie w [218] wskazuje, iż zarówno poślizg po granicach ziaren (tutaj realizowany przez pęknięcie i rekohezję) wraz z towarzyszącymi zjawiskami, pęknięcie, jak też odkształcenie przez poślizg dyslokacji, są mechanizmami odkształcenia operującymi podczas deformacji kompozytów

metalicznych umacnianych cząstkami. Udział tych mechanizmów w odkształceniu zależy jedynie od:

- proporcji pomiędzy wielkością cząstek zbrojenia do cząstek osnowy,
- proporcji pomiędzy ułankami objętościowymi frakcji umacniającej i osnowy
- zdolności do przenoszenia odkształcenia plastycznego przez poszczególne komponenty (wnętrza ziaren osnowy, wnętrza ziaren frakcji umacniających, obszary przygraniczne) stopu (kompozytu),
- jakości połączeń pomiędzy osnową a cząstkami umacniającymi.

Zgromadzony materiał badawczy, wraz z analizą wyników i przedstawionym stanem wiedzy na temat mechanizmów deformacji materiałów metalicznych o wysokorozdrobnionej strukturze pozwalają na stwierdzenie, iż postawiona teza:

*Jeżeli nastąpi synchronizacja pomiędzy procesem otwierania się submikronowej szczeliny prowadzącym do relaksacji naprężenia na jej czole i przemieszczenie się względem siebie dwu części materiału wzdłuż kierunku otwierania się szczeliny oraz zjawiskami prowadzącymi do rekohezji (zaleczania) tejże w wyniku procesu obniżania energii powierzchniowej submikronowej szczeliny, to proces taki jest w stanie realizować lokalnie deformację trwałą oraz akomodować lokalne niedopasowania wynikające z działania innych mechanizmów deformacji plastycznej nie naruszając globalnej spójności całego obiektu poddanego działaniu sił zewnętrznych*

jest prawdziwa.

## 7.1 WNIOSKI

---

---

1. Spośród dwóch przebadanych stopów, materiał o drobniejszym ziarnie charakteryzują, w sprzeczności z prawem Halla-Petcha, niższe własności mechaniczne, bez względu na temperaturę procesu, podczas wszystkich przeprowadzonych badań, wskazując na proces odkształcenia przebiegający w sposób charakterystyczny dla odkształcenia w wysokich temperaturach.
2. Proces rozwoju, zaobserwowanych w badaniach mikroskopowych, bruzd jak również układ pierwotnych kryształów krzemu jest stymulowany przez proces deformacji. Tego typu efekty świadczą o silnej lokalizacji plastycznego płynięcia.
3. Odkształcenie jest skoncentrowane na granicach faz pomiędzy pierwotnymi kryształami krzemu i kryształami fazy aluminiowej tworzącej eutektykę. Wewnątrz plastycznej fazy deformacja ma charakter akomodacyjny. Największe strukturalne elementy, które stanowią kryształy krzemu pierwotnego, nie wykazują żadnych widocznych śladów deformacji plastycznej.
4. Brak pasm poślizgu lub poślizgów dyslokacyjnych wewnątrz obszarów dużego odkształcenia eutektyki, nawet w przypadku odkształcenia niskotemperaturowego, może świadczyć o bardzo ograniczonej roli ruchu dyslokacji i/lub homogenicznej dystrybucji poślizgów dyslokacyjnych lub dominującej roli mechanizmu deformacji na granicach ziaren.
5. Odkształceniu plastycznemu badanych materiałów towarzyszy znacząca liczba submikro pęknięć powstających w pierwotnych kryształach krzemu jak również na granicy faz krzem/eutektyka. Liczba takich szczelin wzrasta wraz ze wzrostem stopnia odkształcenia i spada ze wzrostem temperatury odkształcenia. Submikro-szczeliny w obszarach granic międzyfazowych wydają się być bezpośrednio związane z lokalizacją odkształcenia.
6. Słabo rozwinięta struktura dyslokacyjna występująca w badanych materiałach sugeruje poślizg na granicach ziaren lub inny mechanizm przemieszczenia sąsiadujących ze sobą ziaren jako główny mechanizm płynięcia materiału, nawet w temperaturze pokojowej.

7. Nie obserwowano procesu rekrytalizacji nawet w wysokich temperaturach, co jest związane z jednej strony ze słabo rozwiniętą strukturą dyslokacyjną, a z drugiej strony ze znaczną ilością małych, międzymetalicznych cząstek, które blokują ruch frontu rekrytalizacji.
8. Bardzo wyraźna asymetria pomiędzy naprężeniem uplastyczniającym w testach ściskania i rozciągania jest następstwem obecności wewnętrznych naprężeń termicznych w materiale.
9. Plastyczność w niskich temperaturach i przy rozciągających stanach naprężeń jest ograniczona małymi możliwościami akomodowania poślizgu po granicach ziaren przez poślizg dyslokacji sieci z uwagi na liczne wydzielenia nanometrycznych faz aluminiowo-niklowych oraz drobnoziarnistą strukturę materiału, jak również na skutek hamowania procesu rekohezji przez stan naprężenia sprzyjający otwieraniu submikronowych szczelin.
10. Tworzenie się submikronowych pęknięć i ich rekohezja stanowi integralny mechanizm odkształcenia, który wraz z kooperatywnym poślizgiem po granicach ziaren, wspomagany lokalnie przez mechanizmy deformacji oparte o ruch dyslokacji sieci, wydaje się być procesem realizującym w istotnej części proces odkształcenia plastycznego.

- [1]. H. H. Fu, D. J. Benson, M. A. Meyers, *Acta Mater.*, 49 (2001) 2567.
- [2]. C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, *J. Wiley & Sons Inc.*, (1996).
- [3]. S. X. McFadden, *Nature*, 398 (1998) 684.
- [4]. V. L. Tellkamp, E. J. Lavernia, *NanoStructured Mater.*, 12 (1999) 249.
- [5]. M. V. Markushev, *NanoStructured Mater.*, 12 (1999) 839.
- [6]. G. Ziaja, V. Stefaniay, H. Dybiec, *Anyagvizsgalok Lapja*, 4 (1999) 135.
- [7]. G. Ziaja, H. Dybiec, Hungarian Conf. On Mech. Eng. Budapest 2000, *Eds. Springer Verlag*, Berlin (2000).
- [8]. H. Dybiec, P. Kozak, Deformation and Fracture in Structural PM Materials - DF PM 2002, *Proc. of Int. Conference*, Stara Lesna, 15-18 September (2002).
- [9]. G. K. Jinka, M. Bellet, *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 32, (1999) 255.
- [10]. Ch. Lall, W. Heath, *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 36 (2000) 45.
- [11]. F. V. Beaumont, *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 36 (2000) 41.
- [12]. D. Whittaker, *Metal Powder Report*, 5 (2001) 33.
- [13]. J. M. Capus, *Metal Powder Report*, 5 (2001) 21.
- [14]. N. Saheb, T. Laoui, A. R. Daud, R. Yahaya, S. Radiman; *Philosophical Magazine*, 82 (2002) 803.
- [15]. J. E. Hatch, *American Societe for Metals*, 211 (1984) 364.
- [16]. J. Ma, W. Y. Lee, W. Cheng, G. E. Tan, *Key Engineering Materials*, 233 (2003) 755.
- [17]. A. Ünall, *Powder Metallurgy*, vol. 33 (1990) 53.
- [18]. K. Kondoh, Y. Takeda, *Powder Metallurgy*, vol. 43 (2000) 275.
- [19]. H. Dybiec, P. Kozak, R. Pastuszek, L. Błaż, Proc. Int. Conf. "Aluminium in Transport", 22-23 Oct. 2003, Tomaszowice, ed. CC"CentraI" (2003) 27.
- [20]. R. M. Gomes, L. Schaffer, T. Kimura, T. Sato, A. Kamino, *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 36 (2000) 57.

- [21]. H. Dybiec; Potencjalne możliwości i ograniczenia konstrukcyjnych nanomateriałów metalicznych, *artykuł wewnętrzny*, (2006).
- [22]. H. Jones; *Materials Science and Engineering*, A304-306 (2001) 11.
- [23]. H. Dybiec, Final Report of HES2 of “High Efficiency Forming Technology of Light Weight MMC Components for Automotive and Household Applications - AluSiForm”, European project No G5RD-CT-2000-00341, Helsinki (2004).
- [24]. C. C. Koch, *Scripta Materialia*, 49 (2003) 657.
- [25]. W. H. Hunt, *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 36 (2000) 51.
- [26]. C. Suryanarayana, S. F. H. Fores, S. Krishnamurthy, Y. W. Kim, *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 26 (1990) 117.
- [27]. J. Leżański, “Proszki metali i wysokotopliwych faz – metody wytwarzania”, wyd. AGH, Kraków, (1994).
- [28]. A. Zambon, B. Badan, E. Ramous, *Powder Metallurgy*, vol. 42 (1999) vol. 42, 275.
- [29]. R. I. L. Howells, G. R. Dunstan, C. Moore, *Powder Metallurgy*, vol. 31 (1988) 259.
- [30]. X. Zhang, H. Wang, R. O. Scattergood, J. Narayan, C. C. Koch, A. V. Sergueeva, A. K. Mukherjee, *Acta Materialia*, vol. 50 (2002) 4823.
- [31]. P. Sanders, J. Eastman, J. Weertman, *Acta Materialia*, vol. 45 (1997) 4019.
- [32]. V. M. Segal, *Materials Science & Engineering*, vol. 406 (2005) 205.
- [33]. Ken P. Chong, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 5 (2003) 110.
- [34]. Ning Wang, Zhirui Wang, K. T. Aust, U. Erb, *Acta metall. mater.*, vol. 43 (1995) 519.
- [35]. Thayer A. M., Houston C. N., *Business*, 81 (2003) 15.
- [36]. A. Edelstain, J. Murday, B. Rath, *Prog. Mater. Sc.*, 42 (1997) 5.
- [37]. A. Inoue, *Mater. Sc. & Eng.*, A304-306 (2001) 1.
- [38]. C. Koch, R.W. Siegel, E. Hu, M. C. Roco, *WTEC Loyola College in Maryland*, (2000) 93.
- [39]. E. Bonetti, L. Pasquini, E. Sampaolesi; *NanoStructured Materials*, 9 (1997) 611.
- [40]. I.A. Ovid'ko, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 10 (2005).
- [41]. Guo-Dong Zhan, A. K. Mukherjee, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 10 (2005) 185.
- [42]. E. D. Tabachnikova, V. Z. Bengus, A. V. Podolskiy, S. N. Smirnov, V. D. Natsik, K. Csach, J. Miskuf, D. V. Gunderov, R., *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 10 (2005) 229.
- [43]. A. Carpinteri, N. Pugno, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 10 (2005) 320.
- [44]. M. Yu. Gutkin, I. A. Ovid'ko, C. S. Pande; *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 2 (2002) 80.
- [45]. R. Valiev, R. Islamgaliev, I. Alexandrov, *Prog. Mat. Sc.*, 45 (2000) 103.

- [46]. P. Humphreys, *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, vol. 5 (2001) 15.
- [47]. H. Van Swygenhoven, J. R. Weertman, *Scripta Materialia*, vol. 49 (2003) 625.
- [48]. T. Mukai, K. Higashi, K. Ishikawa, *Materials Science and Engineering*, vol. 204, (1995) 12.
- [49]. A. Misra, X. Zhang, D. Hammon, R. Hoagland, *Acta Materialia*, vol. 53 (2005) 221.
- [50]. S. C. Tjong, Haydn Chen, *Reports: A Review Journal*, R 45 (2004) 1
- [51]. J. Aldazabal, J. G. Sevillano; *Materials Science and Engineering*, A365 (2004) 186
- [52]. N. Hansen, *Scripta Materialia*, 51 (2004) 801.
- [53]. J. W. Wyrzykowski, Z. Pakieła, A. Świdarska, Odkształcenie plastyczne polikrystalicznych metali, *Wydawnictwa Politechniki Warszawskiej*, Warszawa (1993).
- [54]. Bing Q. Han, E. J. Lavernia, F. A. Mohamed, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 9 (2005) 1.
- [55]. X. Zhang, H. Wang, C.C. Koch, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 6 (2004) 53.
- [56]. V. L. Tellkamp, E. J. Lavernia; *NanoStructured Materials*, 12 (1999) 249.
- [57]. T. Hanlon, Y. N. Kwon, S. Suresh, *Scripta Materialia*, 49 (2003) 675.
- [58]. B. Moser, T. Hanlon, K. S. Kumar, S. Suresh, *Scripta Materialia*, 6, vol 54 (2006) 1151.
- [59]. T. Hanlon, E. D. Tabachnikova, S. Suresh, *International Journal of Fatigue*, vol. 27 (2005) 1147.
- [60]. R. A. Masumura, P. M. Hazzledine, C. S. Pande, *Acta Mater.*, 13 (1998) 4527.
- [61]. B. Baretzky, M. D. Baro, G. P. Grabovetskaya, J. Gubicza, M. B. Ivanov, Yu. R. Kolobov, T. G. Langdon, J. Lendvai, A. G. Lipnitskii, A. A. Mazilkin, A. A. Nazarov, J. Nogues, I. A. Ovidko, S. G. Protasova, G. I. Raab, A. Revesz, N. V. Skiba, J. Sort, M. J. Starink, B. B. Straumal, S. Surinach, T. Ungar, A. P. Zhilyaev, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 9 (2005) 45.
- [62]. A. A. Fedorov, M. Yu. Gutkin, I. A. Ovid'ko, *Scripta Materialia*, 47 (2002) 51.
- [63]. E. V. Kozlov, A. N. Zhdanov, N. A. Popova, E. E. Pekarskaya, N. A. Koneva, *Materials Science and Engineering*, vol. 387 (2004) 789.
- [64]. A. Misra, J. P. Hirth, R. G. Hoagland, *Acta Materialia*, 53 (2005) 4817.
- [65]. A. Glazer, V. Pozdnayakov, *NanoStructured Materials*, 6 (1995) 767.
- [66]. T. Volpp, E. Goring, W. M. Kuschke, E. Arzt, *NanoStructured Materials*, 8 (1997) 855.
- [67]. A. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter, *Scripta Metall.*, 23 (1989) 1679.

- [68]. R. A. Andrievski, A. M. Glazer, *Scripta Materialia*, 44 (2001) 1621.
- [69]. M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, N. Tsenev, R. Z. Valiev, *Acta Materiali*, vol. 45 (1997) 4751.
- [70]. E. Arzt, *Acta Materialia*, 16 (1998) 5611.
- [71]. K. Przybyłowicz, *Strukturalne aspekty odkształcenia metali*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa (2002).
- [72]. A. K. Mukherjee, *Materials Science and Engineering A322* (2002) 1.
- [73]. T. G. Langdon, *Metallurgical and materials transactions*, 33A (2002) 249.
- [74]. T. G. Langdon, *Materials Science and Engineering*, A283 (2000) 266.
- [75]. T. G. Langdon, *Scripta Materialia*, 6 (1996) 733.
- [76]. A. H. Chokshi, *Scripta Materialia*, 34 (1996) 1905.
- [77]. H. Dybiec, Wysokotemperaturowe odkształcenie stopu AlMg 4,5 – eksperymentalne studium lokalizacji odkształcenia i mechanizmów deformacji w próbie rozciągania, *Metalurgia i Odlewnictwo*, z.136, Wydawnictwo AGH, Kraków (1991).
- [78]. M. E. Kassner, T. A. Hayes, *International journal of plasticity*, 19 (2003) 1715.
- [79]. A. V. Sergueeva, N. A. Mara, A. K. Mukherjee, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 7 (2004) 67.
- [80]. K. S. Kumar, S. Suresh, M. F. Chisholm, J. A. Horton, Wang P., *Acta Materialia*, vol. 51 (2003) 387.
- [81]. A. E. Romanov, *Nanostructured Materials 1- 4* (1995) 125.
- [82]. M. G. Zelin, *Materials Characterization*, vol. 37 (1996) 311.
- [83]. C. S. Pande, R. A. Masumura, *Materials Science and Engineering*, A 409 (2005) 125.
- [84]. M. Ke, S. A. Hackney, W. W. Milligan, E. C. Aifantis, *Nanostructured Materials*, vol. 5 (1995) 689.
- [85]. K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven, S. Suresh, *Acta Materialia*, vol. 51 (2003) 5743.
- [86]. A. V. Sergueeva, N. A. Mara, R. Z. Valiev, A. K. Mukherjee, *Materials Science & Engineering*, vol. 410 (2005) 413.
- [87]. D. Wolf, V. Yamakov, S. R. Phillpot, A. Mukherjee, H. Gleiter, *Acta Materialia*, vol. 53 (2005) 1.
- [88]. G. V. Lasko, Y. Y. Deryugin, S. Schmauder, *Computational Materials Science*, vol. 26 (2003) 20.
- [89]. V. Yamakov, D. Wolf, M. Salazar, S. R. Phillpot, H. Gleiter, *Acta Materialia*, vol. 49 (2001) 2713.

- [90]. P. Keblinski, D. Wolf, S. R. Phillpot, H. Gleiter, *Scripta Materialia*, vol. 41 (1999) 631.
- [91]. V. Yamakov, D. Wolf, S. R. Phillpot, H. Gleiter, *Acta Materialia*, vol. 50 (2002) 61.
- [92]. A. A. Urusovskaya, K. Sangwal, Mechanical properties of crystalline and noncrystalline solids, *Wydawnictwo uczelniane Politechniki Lubelskiej*, Lublin (2001)
- [93]. H. Van Swygenhoven, A. Caro, D. Farkas, *Materials Science and Engineering*, vol. 309 (2001) 440.
- [94]. J. Schiøtz, *Scripta Materialia*, vol. 51 (2004) 837.
- [95]. P. M. Derlet, H. Van Swygenhoven, *Acta Materialia*, vol. 52 (2004) 5863.
- [96]. H. H. Fu, D. H. Benson, Meyers, M.A. *Acta Materialia*, vol. 49 (2001) 2567.
- [97]. D. J. Benson, H. H. Fu, M. A. Meyers, *Materials Science and Engineering*, vol. 319 (2001) 854.
- [98]. I.A. Ovid'ko, A.G. Sheinerman, *Rev. Adv. Mater. Sci.* 11 (2006) 46.
- [99]. E. Arzt, G. Dehm, P. Gumbsch, O. Kraft, D. Weiss, *Progress in materials science*, 46 (2001) 283.
- [100]. M. Y. Gutkin, A. E. Romanov, E. C. Aifantis, *Nanostructured Materials*, 5 (1995) 771.
- [101]. A. E. Romanov, *European Journal of Mechanics*, vol. 22 (2003) 727.
- [102]. V. Klemm, P. Klimanek, A. Kolesnikova, M. Motylenko, A. E. Romanov, *Annales de Chimie Science des Materiaux*, vol. 27 (2002) 25.
- [103]. S. R. Agnew, B. R. Elliott, C. J. Youngdahl, K. J. Hemker, J. R. Weertman, *Materials Science and Engineering*, vol. 285 (2000) 391.
- [104]. M. V. Segal, *Materials Science & Engineering*, vol. 406, (2005) 205.
- [105]. H. W. Song, S. R. Guo, Z. Q. Hu, *Nanostructured Materials* 11 (1999) 203.
- [106]. S. V. Bobylev, I. A. Ovid'ko, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 2 (2004) 75.
- [107]. S. V. Bobylev, M. Gutkin, I. A. Ovid'ko, *Acta Materialia*, vol. 52 (2004) 3793.
- [108]. R. Z. Valiev, *Nanostructured Materials*, vol. 6 (1995) 73.
- [109]. R. G. Hoagland, R. J. Kurtz; *Philosophical magazine*, 82 (2002) 1073.
- [110]. I. A. Ovid'ko, A. G. Sheinerman, *Acta Materialia*, vol. 53 (2005) 1347.
- [111]. A. A. Fedorov, M. Y. Gutkin, I. A. Ovid'ko, *Acta Materialia*, vol (2003) 887.
- [112]. Y. J. Li, W. Blum, F. Breutinger, *Materials Science and Engineering*, A387-389 (2004) 585.
- [113]. Y. R. Kolobov, H. P. Grabovetskaya, I. V. Ratochka, K. V. Ivanov, *Nanostructured Materials*, vol. 12 (1999) 1127.

- [114]. Y. R. Kolobov, I. V. Ratochka, *Materials Science & Engineering*, vol. 410 (2005) 468.
- [115]. Y. R. Kolobov, G. P. Grabovetskaya, M. B. Ivanov, A. P. Zhilyaev, R. Z. Valiev, *Scripta Materialia*, vol. 44 (2001) 873.
- [116]. Byung-Nam Kim, Keijiro Hiraga, Koji Morita, Hidehiro Yoshida, *Rev. Adv. Mater. Sci.* 10 (2005) 54.
- [117]. J. N. Wang, J. S. Wu, Y. D. Ding, *Materials Science and Engineering*, vol. 334 (2002) 275.
- [118]. P. A. Thorsen, J. B. Bilde-Sørensen, *Materials Science and Engineering*, vol. 265, (1999) 140.
- [119]. M. D. Baro, Yu. R. Kolobov, I. A. Ovid'ko, H. E. Schaefer, B. B. Straumal, R. Z. Valiev, I. V. Alexandrov, M. Ivanov, K. Reimann, A. B. Reizis, S. Surinach, A.P. Zhilyaev, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 2 (2001) 1.
- [120]. O. D. Sherby, E. Taleff, *Materials Science and Engineering*, vol. 322 (2002) 89.
- [121]. K. V. Ivanov, I. V. Ratochka, Y. R. Kolobov, *Nanostructured Materials*, vol. 12 (1999) 947.
- [122]. V. Sklenicka, K. Kucharova, M. Pahutova, G. Vidrich, M. Svoboda, H. Ferkel, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 10 (2005) 171.
- [123]. K. E. Harris, A. H. King, *Acta Materialia*, vol. 46 (1998) 6195.
- [124]. Z. Trojanová, P. Lukác, Z. Száraz, *Rev. Adv. Mater. Sci.* vol. 10 (2005) 437.
- [125]. W. M. Yin, S. H. Whang, R. Mirshams, C. H. Xiao, *Materials Science and Engineering*, A301 (2001) 18.
- [126]. Y. Estrin, G. Gotstein, L. S. Shvindlerman, *Scripta Materialia*, 50 (2004) 993.
- [127]. R. Hayes, V. Tellkamp, E. Lavernia, *Scripta Materialia*, 41 (1999) 743.
- [128]. R. A. Masumura, P. M. Hazzledine, C. S. Pande, *Mater. Phys. Mech.* 5 (2002) 16.
- [129]. R. Duclos, *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 24 (2004) 3103.
- [130]. T. G. Langdon, *Journal of Materials Science*, vol. 41 (2006) 597.
- [131]. J. N. Wang, *Acta Materialia*, vol. 48 (2000) 1517.
- [132]. B. N. Kim, K. Hiraga, *Scripta Materialia*, vol. 42 (2000) 451.
- [133]. B. N. Kim, K. Hiraga, *Materials Science and Engineering*, vol. 363 (2003) 67.
- [134]. V. K. Portnoy, I. I. Novikov, *Scripta Materialia*, vol. 40 (1998) 39.
- [135]. L. Clarisse, A. Bataille, Y. Pennec, J. Crampon, R. Duclos, *Ceramics International*, vol. 25 (1999) 389.
- [136]. A. K. Mukherjee, M. G. Zelin, *Materials Science and Engineering*, vol. 208 (1996) 210.
- [137]. M. J. Mayo, *Nanostructured Materials*, vol. 9 (1997) 717.

- [138]. Hongtao Wang, Wei Yang, *International Journal of Plasticity*, 21 (2005) 2053.
- [139]. O. A. Ruano, J. Wadsworth, O. D. Sherby, *Acta Materialia*, vol. 51 (2003) 3617.
- [140]. A. Vinogradov, S. Hashimoto, V. Patlan, K. Kitagawa, *Materials Science and Engineering*, vol. 319 (2001) 862.
- [141]. A. K. Mukherjee, M. Zelin, *Materials Science Forum*, vol. 447 (2004) 41.
- [142]. H. Hahn, P. Mondal, K. A. Padmanabhan, *NanoStructured Materials*, 9 (1997) 603.
- [143]. H. Hahn, K. A. Padmanabhan, *NanoStructured Materials*, 6 (1995) 191.
- [144]. I. A. Ovid'ko, A. G. Sheinerman, *Acta Materialia*, vol. 52 (2004) 1201.
- [145]. I. A. Ovid'ko, A. G. Sheinerman, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 7 (2004) 61.
- [146]. I. A. Ovid'ko, A. G. Sheinerman, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 6 (2004) 21.
- [147]. K. A. Padmanabhan, *Materials science and engineering*, A304-306 (2001) 200.
- [148]. M. Y. Gutkin, I. A. Ovid'ko, N. V. Skiba, *Acta Materialia*, vol. 51 (2003) 4059.
- [149]. M. Yu. Gutkin, I. A. Ovid'ko, *Rev. Adv. Mat. Sci.*, 4 (2003) 79.
- [150]. S. X. McFadden, R. Z. Valiev, A. K. Mukherjee, *Materials Science and Engineering*, vol. 319 (2001) 849.
- [151]. M. Y. Gutkin, I. A. Ovid'ko, N. V. Skiba, *Acta Materialia*, vol. 52 (2004) 1711.
- [152]. M. G. Zelin, A. K. Mukherjee, *Acta metal. mater.*, 6 (1995) 2359.
- [153]. R. S. Mishra, T. R. Bieler, A. K. Mukherjee, *Acta Materialia*, vol. 45 (1997) 561.
- [154]. R. S. Mishra, T. R. Bieler, A. K. Mukherjee, *Acta Metallurgica Materialia*, vol. 43 (1995) 877.
- [155]. R. K. Islamgaliev, R. Z. Valiev, R. S. Mishra, A. K. Mukherjee, *Materials Science and Engineering*, vol. 304 (2001) 206.
- [156]. V. V. Astanin, A. V. Sisanbaev, A. I. Pshenichnyuk, O. A. Kaibyshev, *Scripta Materialia*, vol. 36 (1997) 117.
- [157]. O. A. Kaibyshev, A. I. Pshenichniuk, V. V. Astanin, *Acta Materialia*, vol. 46 (1998) 4911.
- [158]. D. A. Konstantinidis, E. C. Aifantis, *NanoStructured Materials*, vol. 10 (1998) 1111.
- [159]. D. Jia, K. T. Ramesh, E. Ma, *Acta Materialia*, vol. 51 (2003) 3495.
- [160]. K. A. Padmanabhan, H. Gleiter, *Materials Science and Engineering*, vol. 381 (2004) 28.
- [161]. R. S. Mishra, A. K. Mukherjee, D. K. Mukhopadhyay, C. Suryanarayana, F. H. Froes, *Scripta Materialia*, vol. 34 (1996) 1765.
- [162]. R. S. Mishra, R. Z. Valiev, S. X. McFadden, A. K. Mukherjee, A.K., *Materials Science and Engineering*, vol. 252 (1998) 174.

- [163]. A. A. Nazarov, N. A. Enikeev, A. E. Romanov, T. S. Orlova, I. V. Alexandrov, I. J. Beyerlein, *Acta Materialia*, 4 (2006) 985.
- [164]. A. A. Nazarov, A. E. Romanov, R. Z. Valiev, *Scripta Materialia*, 5 (1996) 729.
- [165]. K. Owusu-Boahen, A. H. King, *Acta Materialia*, vol. 49 (2001) 237.
- [166]. G. Gottstein, A. H. King, L. S. Shvindlerman, *Acta Materialia*, vol. 48 (2000) 397.
- [167]. M. Y. Gutkin, I. A. Ovid'ko, K. N. Mikaelyan, *Nanostructured Materials.*, vol. 6 (1995) 779.
- [168]. M. Y. Gutkin, I. A. Ovid'ko, N. V. Skiba, *Materials Science and Engineering*, vol. 339 (2003) 73.
- [169]. M. Y. Gutkin, I. A. Ovid'ko, *Annales de Chimie Science des Materiaux*, vol. 27 (2002) 111.
- [170]. I. A. Ovid'ko, *Philosophical magazine letters*, 10 (2003) 611.
- [171]. I.A. Ovid'ko, A.G. Sheinerman, *Rev. Adv. Mater. Sci*, 6 (2004) 41.
- [172]. G. Gottstein, Y. Ma, L. S. Shvindlerman; *Acta Materialia*, 53 (2005) 1535.
- [173]. Y. N. Wang, J. C. Huang, *Scripta Materialia*, vol. 48 (2003) 1117.
- [174]. M. Yu. Gutkin, I. A. Ovid'ko, N. V. Skiba, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 10 (2005) 483.
- [175]. L. Parrini, R. Schaller, *Acta Materialia*, vol. 44 (1996) 3895.
- [176]. F. J. Humphreys, *Acta Materialia*, vol. 45 (1997) 4231.
- [177]. A. Gholinia, F. J. Humphreys, P. B. Prangnell, *Acta Materialia*, vol. 50 (2002) 4461.
- [178]. J. S. Vetrano, S. M. Bruemmer, L. M. Pawlowski, I. M. Robertson, *Materials Science and Engineering*, vol. 238 (1997) 101.
- [179]. L. Meng, X. L. Zheng, *Mater.Sc.&Eng.*, A237 (1997) 109.
- [180]. A. Inoue, H. Kimura, *Mater.Sc.&Eng.*, A286 (2000) 1.
- [181]. S. Komura, P. B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Scripta Materialia*, vol. 38 (1998) 1851.
- [182]. K. Neishi, Z. Horita, T. G. Langdon, *Materials Science and Engineering*, vol. 352 (2003) 129.
- [183]. M. J. Jones, F. J. Humphreys, *Acta Materialia*, vol. 51 (2003) 2149.
- [184]. C. Y. Barlow, N. Hansen, N., Y. L. Liu, *Acta Materialia*, vol. 50 (2002) 171.
- [185]. M. N. Rittner, J. R. Weertman, J. Eastman, *Acta Materialia* vol. 44 (1996) 1271.
- [186]. R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, A. D. Rollett, *Materials Science and Engineering*, vol. 238 (1997) 219.
- [187]. E. Rabkin, *Scripta Materialia*, vol. 39 (1998) 1631.

- [188]. F. J. Humphreys, M. Ardakani, *Acta Materialia*, vol. 44 (1996) 2717.
- [189]. F. J. Humphreys, *Acta Materialia*, vol. 45 (1997) 5031.
- [190]. R. K. Davies, V. Randle, G. J. Marshall, *Acta Materialia*, vol. 46 (1998) 6021.
- [191]. M. A. Miodownik, *Scripta Materialia*, vol. 54 (2006) 993.
- [192]. J. C. Tan, M. J. Tan, *Materials Science and Engineering*, vol. 339 (2003) 124.
- [193]. P. K. Mallick, *Composites Engineering Handbook*, Marcel Dekker Inc., New York (1997).
- [194]. Koh Hyang Jin, Kim Nack Lee, Sunghak Lee Eui, *Materials Science and Engineering*, vol. 256 (1998) 208.
- [195]. G. H. Strijbos, W. H. Kool, *Materials Science and Engineering*, vol. 194 (1995) 129.
- [196]. Tae Kwon Ha, Hwan Jin Sung, Ki Soo Kim, Young Won Chang, *Materials Science and Engineering*, A271 (1999) 160.
- [197]. B. N. Kim, K. Hiraga, K. Morita, *Acta Materialia* 6 (2005) 1791.
- [198]. O. A. Kaibyshev, *Materials Science and Engineering*, vol. 324 (2002) 96.
- [199]. Y. M. Wang, E. Ma, *Materials Science and Engineering*, vol. 375-377 (2004) 46.
- [200]. C. J. Youngdahl, J. R. Weertman, R. C. Hugo, H. H. Kung, *Scripta Materialia*, vol. 44 (2001) 1475.
- [201]. I. Hyla, J. Śleziona, *Kompozyty – Elementy mechaniki i projektowania*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice (2004)
- [202]. Józef Śleziona, *Podstawy technologii kompozytów*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice (1998)
- [203]. F. Tang, I. E. Anderson, T. Gnaupel-Herold, H. Meeks, H. Prask, J. E. Spowart, *Materials Science and Engineering*, A 383 (2004) 362.
- [204]. F. Tang, I. E. Anderson, T. Gnaupel-Herold, H. Prask, *Materials Science and Engineering*, A 383 (2004) 382.
- [205]. R. L. Deuis, C. Subramanian, J. M. Yellup, *Wear*, 201 (1996) 132.
- [206]. Yan-Lin Wu, Chuen-Guang Chao, *Materials Science and Engineering*, A282 (2000) 193.
- [207]. D. W. A. Rees, *Composites*, 29 (1998) 171.
- [208]. I. A. Ovid'ko, A. G. Sheinerman, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 9 (2005) 17.
- [209]. S. Onaka, J. H. Huang, K. Wakashima, T. Mori, *Mechanics of Materials*, vol. 31 (1999) 717.
- [210]. H. Heinrich, A. Vananti, G. Kostorz, *Materials Science and Engineering*, vol. 319-321 (2001) 434.
- [211]. L. Parrini, R. Schaller, *Acta Materialia* vol. 44 (1996) 4881.

- [212]. I. A. Ovid'ko, *Materials Science and Engineering*, 188 (1994) 37.
- [213]. I. A. Ovid'ko, *NanoStructured Materials*, vol. 8 (1997) 149.
- [214]. H. S. Kim, M. B. Bush, *NanoStructured Materials*, vol. 11 (1999) 361.
- [215]. H. S. Kim, M. B. Bush, Y. Estrin, *Materials Science and Engineering*, A276 (2000) 175.
- [216]. H. S. Kim, M. B. Bush, Y. Estrin, *Materials Science and Engineering*, A316 (2001) 195.
- [217]. B. Schwaiger, B. Moser, M. Dao, N. Chollacoop, S. Suresh, *Acta Materialia*, 51 (2003) 5159.
- [218]. Y. C. Lin, H. C. Li, S. S. Liou, M. T. Shie, *Materials Science and Engineering*, 373 (2004) 363.