Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej Katedra Plastycznej Przeróbki Metali



Rozprawa doktorska

Wpływ rozdrobnienia mikrostruktury na własności mechaniczne stali mikrostopowych odkształcanych w warunkach obciążeń dynamicznych

Remigiusz Błoniarz

Promotor: prof. dr hab. inż. Janusz Majta

Kraków 2020



Pragnę podziękować mojemu promotorowi prof. dr hab. inż. **Januszowi Majcie** za nieocenioną pomoc, wsparcie oraz cierpliwość przy realizacji niniejszej rozprawy doktorskiej.

Praca finansowana w ramach:

projektu badawczego Narodowego Centrum Nauki pt.: *Badania nad poprawą odporności na obciążenia dynamiczne materiałów ultradrobnoziarnistych i nanostrukturalnych*, nr 2015/17/B/ST8/00051.

Spis treści

1.		Wprowadzenie	5
2.		Wpływ podstawowych czynników procesowych i materiałowych na własno mechaniczne metali i ich stopów	ści 7
	2.1.	Wpływ parametrów procesowych	7
	2.1.1.	Odkształcenie	8
	2.1.2.	Temperatura	12
	2.1.3.	Prędkość odkształcenia	16
	2.2.	Wpływ czynników mikrostrukturalnych	24
	2.2.1.	Skład chemiczny	24
	2.2.2.	Sieć krystaliczna	27
	2.2.3.	Energia Błędu Ułożenia (EBU)	29
	2.2.4.	Skład fazowy	33
	2.2.5.	Morfologia składników mikrostrukturalnych	35
	2.2.6.	Proces wydzieleniowy i cząstki fazy dyspersyjnej	43
	2.2.7.	Orientacja krystalograficzna – tekstura	47
	2.3.	Ocena roli stopnia rozdrobnienia mikrostruktury w kształtowaniu własnośc mechanicznych	i 51
3.		Modelowanie wpływu bardzo dużych prędkości odkształcenia na własności reologiczne stali	i 59
	3.1.	Model Johnsona-Cooka	60
	3.2.	Model MTS (Mechanical Threshold Stress)	60
	3.3.	Model Zerilli'ego-Armstronga	62
	3.4.	Model KHL (Khan Huang Liang)	64
4.		Cel i teza pracy	67
5.		Badania własne	68
	5.1.	Materiał badawczy	69
	5.2.	Zastosowane techniki badawcze	70
	5.2.1.	Procesy odkształcania	70
	5.2.2.	Badania mikrostrukturalne	71
	5.2.3.	Badania wytrzymałościowe	71
	5.3.	Wytworzenie materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej przy zastosowaniu wybranych procesów przeróbki plastycznej	77
	5.3.1.	Wieloosiowe ściskanie - system MaxStrain	77
	5.3.2.	Ciągnienie wielostopniowe	79
	5.3.3.	Walcowanie z obróbką cieplno-plastyczną	81

5.4.	Badania własności mechanicznych 99
5.4.2.	Testy rozciągania w warunkach quasi-statycznych
5.4.3.	Badania w warunkach obciążeń dynamicznych 122
6.	Przykład zastosowania modelowania do przewidywania własności mechanicznych stali ultradrobnoziarnistych umocnionych cząstkami faz obcych w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych
7.	Podsumowanie i wnioski153
8.	Bibliografia157

1. Wprowadzenie

Inżynieria materiałowa sensu stricto zajmuje się doborem materiałów pod kątem jak najpełniejszego spełnienia wymagań stawianych w kontekście warunków pracy materiału w środowisku docelowym. Najczęściej podstawowym kryterium decydującym o zastosowaniu danego materiału są jego własności mechaniczne. Odpowiedni dobór materiału niesie jednak ze sobą wiele trudności, gdyż niejednokrotnie jego rzeczywiste warunki pracy mogą odbiegać znacznie od tych uzyskiwanych w laboratoriach. Przykładowo, najczęściej popełnianym błędem jest założenie, że model reologiczny materiału zbudowany dla warunków odkształcania z relatywnie niewielkimi prędkościami odkształcenia ($\dot{\varepsilon} < 100s^{-1}$) może być zastosowany w warunkach obciążeń dynamicznych. Kompleksowe podejście do kwestii badania własności reologicznych ciał stałych, w tym własności mechanicznych wymaga zastosowania różnych metod badawczych w zależności od przewidywanych rzeczywistych warunków obciążania. Przykładem jest przemysł motoryzacyjny, a w szczególności proces projektowania karoserii, gdzie kosztem wielkiego nakładu pracy i skomplikowania procesu produkcji każdy element konstrukcyjny jest wykonany z materiału, który najlepiej spełnia swoją rolę w warunkach zarówno standardowego użytkowania pojazdu, jak również podczas kolizji, które nieuchronnie pojawiają się w ruchu drogowym. W znacznej części to właśnie przemysł motoryzacyjny jest tzw. "motorem napędowym" dla badania zachowania się materiałów w warunkach obciążeń dynamicznych, szczególnie pod kątem zwiększenia bezpieczeństwa w ruchu drogowym.

W wyniku wypadków komunikacyjnych ciało człowieka podlega różnemu rodzajowi obrażeń w zależności od rodzaju charakteru zdarzenia. Rolą konstruktora jest maksymalne, na ile to możliwe, złagodzenie skutków takiego zdarzenia poprzez odpowiedni dobór konstrukcji karoserii, jak i materiałów z których są one wykonane. Rolą zarówno konstrukcji, ale również materiału jest maksymalne rozproszenie energii zderzenia tak, aby możliwie najmniejsza jej ilość została przekazana na ludzkie ciało. Najczęściej przyjmuje się, że energia odkształcania w sensie analitycznym jest całką z równania krzywej płynięcia, co można w graficznej reprezentacji przedstawić jako pole pod wykresem krzywej w próbie rozciągania. Zatem w celu zwiększenia energii odkształcania należy albo zwiększyć zakres całkowania – czyli zastosować materiał o lepszej plastyczności, taki który zostanie bardziej odkształcony przed utratą spójności, albo zwiększyć wartość całkowanej funkcji – czyli zastosować materiał o wyższych własnościach wytrzymałościowych. Kombinacja tak przeciwstawnych charakterystyk reologicznych materiałów oraz fakt, że charakterystyka ta może się zmieniać w sposób gwałtowny wraz ze zmianą prędkości odkształcania stanowi w dalszym ciągu wyzwanie dla inżynierii materiałowej.

Przestawiony powyżej przykład z dziedziny motoryzacji jest jedynie jednym z wielu problemów. Z podobnymi przypadkami zmagają się inżynierowie w szeregu z pozoru diametralnie odmiennych branż, jak budownictwo, gdzie najczęściej obciążenia są quasi-statyczne, ale konieczne jest zabezpieczenie budowli również przed możliwością dynamicznego oddziaływania sił obciążających np. przed trzęsieniami ziemi. Innym przykładem jest przemysł wydobywczy, gdzie konstrukcje zabezpieczające złożony system korytarzy polegają obciążeniom dynamicznym podczas tąpnięć czy wybuchów gazów, ale także przemysł przesyłowy, gdzie rurociągi poddawane są różnym formom obciążenia na skutek ruchów tektonicznych. Istotnym, niejednokrotnie głównym sponsorem oraz beneficjentem postępu technologicznego w dziedzinie odporności materiałów na działania obciążeń dynamicznym z uwzględnieniem ich zdolności do przenoszenia obciążeń dynamicznych wiąże się z koniecznością zabezpieczenia efektów wieloletniej pracy naukowców i inżynierów przed zniszczeniem w wyniku zderzenia z obiektami kosmicznymi poruszającymi się z bardzo dużymi prędkościami.

Szczególnie interesującym materiałem badawczym dla ww. obszarów zastosowań wydają się być stale dodatkami mikrostopowymi o podwyższonych własnościach wytrzymałościowych. Zarówno złożony proces przeróbki termomechanicznej, konieczny do zastosowania w procesie produkcyjnym, jak i złożoność mechanizmów umocnienia czyni te stale wyjątkowo atrakcyjnym materiałem badawczym.

Chociaż problem właściwej oceny własności reologicznych w warunkach obciążeń dynamicznych sprowadzić można do oceny ich własności mechanicznych, to ze względu na dużą liczbę czynników zarówno materiałowych (skład chemiczny i mikrostrukturalny, rodzaj sieci krystalicznej, morfologia składników mikrostruktury), jak i procesowych (stan mechaniczny, temperatura) jednoznaczna ocena zachowania się badanego materiału jest trudna.

Obecnie obserwuje się silny wzrost produkcji oraz obszarów zastosowań materiałów ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych. Te nowoczesne materiały konstrukcyjne znajdują się w polu zainteresowania świata nauki oraz przemysłu przede wszystkim ze względu na unikatowe właściwości, które uwidaczniają się wraz z silnym rozdrobnieniem składników strukturalnych. Dobrze poznane i opisane efekty towarzyszące zmniejszeniu wielkości ziarna w stalach, jak mechanizm Halla-Petcha, czy zjawisko obniżenia temperatury przejścia w stan kruchy są na tyle istotne z punktu widzenia potencjalnych obszarów zastosowań, że koniecznym jest ciągła poprawa stanu wiedzy na ten temat. W dłuższej perspektywie dominującym czynnikiem dla rozwoju technologii produkcji materiałów ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych może stać się zwiększenie produkcji zminiaturyzowanych maszyn i urządzeń. Przy znacznie zmniejszonej skali wymiarów wyrobu obecnie stosowane materiały mogą wykazywać niepożądaną z punktu widzenia mechaniki anizotropię własności.

Pomimo wielu niezaprzeczalnych zalet wynikających z rozdrobnienia mikrostruktury, występują również pewne negatywne czynniki, które wciąż uniemożliwiają powszechne zastosowanie materiałów ultradrobnoziarnistych. Należą do nich takie zjawiska jak gwałtowna utrata plastyczności pojawiająca się przy redukcji wielkości ziarna do ok 1 µm i poniżej. Obszarem badawczym wymagającym szczególnej uwagi wydaje się być jednak możliwość przewidywania zachowania się materiałów ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych w warunkach obciążeń dynamicznych.

Istnieją przesłanki, które pozwalają mieć nadzieję na rozwiązanie przynajmniej części problemów związanych z zastosowaniem nowoczesnych materiałów ultradrobnoziarnistych w warunkach działania bardzo dużych ($\dot{\varepsilon} > 1000s^{-1}$) prędkości odkształcenia. Pogłębiona analiza mechanizmów odkształcenia oraz umocnienia, a także związków pomiędzy procesem wytwarzania, rozwojem mikrostruktury oraz własnościami mechanicznymi materiałów ultradrobnoziarnistych, a ich zachowaniem się w warunkach obciążeń dynamicznych jest podstawowym problemem badawczym przedstawionym w niniejszej pracy.

2. Wpływ podstawowych czynników procesowych i materiałowych na własności mechaniczne metali i ich stopów

Odkształcenie plastyczne przebiega na drodze następujących mechanizmów: odkształcenie bez defektów, poślizg, pełzanie dyslokacji, bliźniakowanie, odkształcenie wywołane naprężeniami przemiany fazowej oraz poprzez pełzanie dyfuzyjne [1][2]. To, który z mechanizmów będzie dominującym jest zależne od aktualnie występujących warunków obciążenia i charakterystyki materiału.

Odkształcenie bez defektów zachodzi wówczas, gdy przyłożone naprężenie przewyższa teoretyczną wytrzymałość materiału na ścinanie, co sprawia, że do odkształcenia materiału z zachowaniem jego budowy krystalicznej niepotrzebne są defekty struktury. Wszystkie pozostałe mechanizmy wykorzystują przemieszczanie się defektów struktury krystalicznej [3].

Mechanizmy odkształcenia w pełni dyfuzyjne to pełzanie, wśród których wyróżnić można: pełzanie Coble'a – będące efektem przemieszczania się defektów punktowych wzdłuż granic ziarn oraz pełzanie Nabarro-Herringa – w którym defekty punktowe przemieszczają się w objętości ziarna. Oba te mechanizmy zachodzą z bardzo małą prędkością i nie mają znaczenia w przypadku obciążeń dynamicznych.

Innym mechanizmem, według którego zachodzi odkształcenie są przemiany bezdyfuzyjne lub częściowo dyfuzyjne przemiany fazowe, takie jak przemiana martenzytyczna i bainityczna. Podczas przemiany martenzytycznej wszystkie atomy podlegają małym przemieszczeniom względem atomów sąsiednich w wyniku zmiany sieci krystalicznej na tetragonalną. Przemiana ta następuje przez wielokrotne niejednorodne ścinanie wraz z towarzyszącymi im poślizgami i bliźniakowaniem, które są niezbędne dla zachowania kształtu ziarna austenitu, w którym zachodzi przemiana [4]. Podobny mechanizm obserwuje się w przypadku przemiany bainitycznej, jednak ze względu na to, że jest to przemiana częściowo dyfuzyjna, odkształcenia jej towarzyszące są mniejsze.

W warunkach rzeczywistych procesów odkształcania metali, głównie ze względu na to, że osiągane odkształcenia są duże, wyżej opisane mechanizmy odgrywają znikomą rolę. Znaczenie praktyczne mają właściwie dwa pozostałe mechanizmy odkształcenia: poślizg i bliźniakowanie. Oba mechanizmy są mechanizmami dyslokacyjnymi. Wynika z tego, że proces odkształcania warunkowany jest możliwością przemieszczania się dyslokacji. Zatem, aby móc poprawnie zdefiniować zmiany własności mechanicznych będące efektem odkształcania, konieczne jest zapoznanie się z mechanizmami przemieszczania się dyslokacji w strukturze krystalicznej.

2.1. Wpływ parametrów procesowych

Wpływ zarówno parametrów procesowych, jak i materiałowych na zmiany własności mechanicznych metali i ich stopów można w sposób uogólniony przedstawić jako zmiany wartości naprężenia które musi być pokonane dla kontynuacji plastycznego płynięcia. Naprężenie plastycznego płynięcia σ często przedstawia się jako funkcję chwilowych wartości trzech podstawowych parametrów procesowych: odkształcenia ε , temperatury T i prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon}$, co bezpośrednio wynika z opisu stanu mechanicznego w mechanice ośrodków ciągłych, który opisuje stan równowagi mechanicznej w sposób analogiczny do stanu równowagi termodynamicznej. W przypadku równowagi termodynamicznej można taką funkcję przedstawić jako:

$$f(P,V,T) = 0 \tag{1}$$

gdzie: P- ciśnienie V- objętość T- temperatura

Natomiast, w przypadku równowagi mechanicznej jako:

$$f(\sigma, \varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = 0 \tag{2}$$

Ogólnie, równanie konstytutywne dla opisu naprężenia plastycznego płynięcia można przedstawić jako sumę opisu poszczególnych parametrów procesowych:

$$d\sigma = \left(\frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon}\right)_{\dot{\varepsilon},T} d\varepsilon + \left(\frac{\partial\sigma}{\partial\dot{\varepsilon}}\right)_{\varepsilon,T} d\dot{\varepsilon} + \left(\frac{\partial\sigma}{\partial T}\right)_{\dot{\varepsilon},\varepsilon} dT$$
(3)

Parametry procesowe nie są jednak funkcjami stanu, jak to ma miejsce w przypadku ciśnienia, objętości i temperatury, ponieważ odkształcenie plastyczne jest procesem nieodwracalnym. Z tego też powodu należy w opisie konstytutywnym uwzględnić również zmienność tych parametrów oraz wpływ czynników mikrostrukturalnych, które dodatkowo ulegają zmianie w trakcie procesu odkształcania.

2.1.1. Odkształcenie

Zgodnie z hipotezą wytężeniową Hubera-Misesa-Hencky'ego obciążony materiał przejdzie w stan plastyczny, jeśli skalarna wartość naprężenia jednoosiowego, którego skutek działania w danym punkcie będzie taki sam jak skutek działania złożonego stanu naprężeń σ_H , przekroczy wartość krytyczną równą naprężeniu uplastyczniającemu.

Stan naprężenia można rozłożyć na dwa stany podstawowe: stan hydrostatyczny (część aksjatorowa) – który odpowiada za równomierny wzrost lub zmniejszenie objętości i powoduje jedynie odkształcenie sprężyste oraz na czyste ścinanie (część dewiatorowa), w którym mogą występować naprężenia zarówno normalne jak i styczne (suma naprężeń normalnych jest równa zero). W przypadku materiałów nieściśliwych, lub takich w których odkształcenie sprężyste jest pomijalnie małe, naprężenie hydrostatyczne przyjmuje się jako równe 0, a wówczas za odkształcenie przyjmuje się jedynie odkształcenie plastyczne, za które odpowiedzialna jest tylko składowa pochodząca od czystego ścinania. Wykorzystując pojęcie drugiego niezmiennika

dewiatora tensora naprężenia - \hat{I}_2 intensywność naprężenia można zapisać jako: $\sigma_H = \sqrt{3}|\hat{I}_2|$. Zależność pomiędzy intensywnością naprężenia stycznego τ_H i normalnego σ_H wyrażona jest wzorem: $\tau_H = \frac{\sigma_H}{\sqrt{3}}$ [5].

Każdy tensor odkształcenia podobnie jak tensor naprężeń można rozdzielić na dwie podstawowe składowe odkształcenia:

- 1. Odkształcenie objętościowe
- 2. Odkształcenie postaciowe

Odkształcenie objętościowe opisuje zmianę objętości ciała bez zmiany jego postaci – czyli opisuje odkształcenie sprężyste. Dla materiałów nieściśliwych wartość odkształcenia

objętościowego przyjmuje się jako równą 0, a wtedy tensor odkształcenia jest równy dewiatorowi tensora odkształcenia, który opisuje odkształcenie postaciowe – czyli jest ilościowym opisem odkształcenia plastycznego.

Czyste ścinanie τ powoduje występowanie odkształceń trwałych – czyli postaciowych i opisane jest przez dewiator stanu odkształcenia. Ze względu na niemożność porównania ze sobą złożonego schematu stanu odkształcenia wprowadzono pojęcie intensywności odkształcenia ε_H , przez które rozumie się takie odkształcenie liniowe, na którego wykonanie należy zużyć taką samą pracę, jak na realizację złożonego stanu odkształcenia. Intensywność odkształceń postaciowych γ_H zatem jest funkcją drugiego niezmiennika tensora odkształcenia i wyrażona jest wzorem:

$$\gamma_H = 2\sqrt{\left|\widehat{M_2}\right|} = \sqrt{3} \,\varepsilon_H \tag{4}$$

gdzie:

 γ_H – intensywność odkształceń postaciowych $\widehat{M_2}$ – drugi niezmiennik dewiatora odkształcenia ε_H – intensywność odkształcenia

W sensie fizycznym odkształcenie postaciowe γ , czyli odkształcenie trwałe jest ilościowym efektem przemieszczania się dyslokacji w obrębie sieci krystalicznej, a zatem dyslokacje są podstawową jednostką plastycznego ścinania [2].

Wielkość tego odkształcenia jest iloczynem: długości wektora Burgersa b, gęstości dyslokacji ρ oraz średniego przemieszczenia dyslokacji x.

$$\gamma = b\rho x \tag{5}$$

W ujęciu całościowym odkształcenie plastyczne metali jest warunkowane możliwością ruchu dyslokacji. Odkształcanie metali jest jednak procesem, który zachodzi w określonym przedziale czasowym i jest ściśle związane z gęstością dyslokacji i szybkością ich ruchu, co wyrażone może być równaniem zaproponowanym przez Orowana:

$$\dot{\gamma} = b\rho \frac{dx}{dt} \tag{6}$$

Z przedstawionego równania wynika, że prędkość odkształcenia postaciowego jest wprost proporcjonalna do gęstości dyslokacji ρ i szybkości ich ruchu $\frac{dx}{dt}$. Te dwie wielkości z kolei są zależne od parametrów procesowych jakimi są: stan naprężenia, czas, temperatura oraz historia odkształcenia.



Rys. 1. Siły Peierlsa-Nabarro: a) ruch dyslokacji z jednego miejsca równowagi do kolejnego; b) wykres naprężenia Peierlsa-Nabarro w zależności od położenia atomów w sieci w trakcie ruchu dyslokacji [6].

Na poziomie atomowym ruch dyslokacji wywołany przyłożonym naprężeniem blokowany jest przez siły Peierlsa-Nabarro, które mają zwrot przeciwny do kierunku ruchu dyslokacji. Dyslokacja przemieszczając się z jednego stanu równowagowego położenia atomów w sieci do innego musi pokonać tę barierę energetyczną za pomocą siły wynikającej z przyłożonego naprężenia (rys. 1). Naprężenie wymagane do aktywowania ruchu dyslokacji bez dodatkowej pomocy ze strony innych zjawisk jest nazywane naprężeniem Peierlsa-Nabarro τ_{PN} .

Związek pomiędzy odkształceniem na poziomie pojedynczego ziarna, a makroskopowym tensorem odkształcenia można wyrazić jako iloczyn prędkości odkształcenia ścinającego $\dot{\gamma}$ i symetrycznym tensorem orientacji Schmidta M_{ij} , który uwzględnia fakt obecności wielu płaszczyzn łatwego poślizgu, a także kąt nachylenia płaszczyzny do kierunku działania siły. Jednak taka interpretacja fizyczna odkształcenia uwzględnia tylko mechanizm poślizgu dyslokacji, a pomija efekt ich wspinania [3].

Zgodnie z teorią Taylora [7] do zachowania ciągłości odkształcenia materiał musi mieć możliwość uruchomienia przynajmniej 5 niezależnych systemów poślizgu.

Bailey i Hirsh opisali związek pomiędzy gęstością dyslokacji, a przyłożonym naprężeniem stycznym, który przedstawili za pomocą następującego równania:

$$\tau_G = \alpha G b \sqrt{\rho} \tag{7}$$

gdzie:

 α – stała *G* – moduł ścinania τ_G – tzw. atermiczne naprężenie styczne ρ – gęstość dyslokacji

Umocnienie materiału w trakcie odkształcania wyrazić można poprzez naprężenie uplastyczniające σ , które jest związane z naprężeniem stycznym przez współczynnik Taylora M:

$$\sigma = M\tau = MGb\sqrt{\rho} \tag{8}$$

Równanie to uwzględnia gęstość dyslokacji, rozumianą jako suma gęstości tzw. dyslokacji statystycznie zmagazynowanych τ_s i tzw. geometrycznie niezbędnych τ_g . Efektywne naprężenie styczne τ pochodzące od obu rodzajów dyslokacji można wyrazić za pomocą równania:

$$\tau = \left[\tau_s^\beta + \tau_G^\beta\right]^{1/\beta} \tag{9}$$

gdzie β traktowane jest jako stała materiałowa, która określa tzw. współczynnik interakcji i używana jest do oceny czułości oddziaływania pomiędzy dyslokacjami statystycznie zmagazynowanymi i geometrycznie niezbędnymi.

Po przekształceniach [8], w których składowe τ_S i τ_G przedstawiono jako:

$$\tau_s = \alpha_s G b_s \sqrt{\rho_s} \tag{10}$$

$$\tau_g = \alpha_g G b_g \sqrt{\rho_g} \tag{11}$$

otrzymano końcową postać równania Taylora w następującej postaci:

$$\sigma = M\tau = M\alpha_s G b_s \sqrt{\rho} \tag{12}$$

gdzie:

lpha – stała

G – moduł ścinania

b_s – wektor Burgersa dyslokacji statystycznie zmagazynowanych

 τ_G – tzw. atermiczne naprężenie styczne

ho – gęstość dyslokacji

M – współczynnik Taylora

Podział na dyslokacje statystycznie zmagazynowane i geometrycznie niezbędne zaproponowany przez Ashby'ego wynika bezpośrednia z teorii Sachsa a później i Leffersa, który rozwinął teorię Taylora omówioną powyżej, zgodnie z którą dla zachowania ciągłości odkształcenia konieczne jest uruchomienie przynajmniej 5 niezależnych systemów poślizgu. Zauważyli oni, że Taylor uzależnił naprężenia wewnątrz ziarna jedynie od jego orientacji. W materiale rzeczywistym występuje jeszcze dodatkowo interakcja z sąsiednimi ziarnami. Taylor ponadto założył, że odkształcenie wewnątrz ziaren jest jednorodne. Jeżeli uwzględni się niejednorodność odkształcenia wewnątrz ziaren, jak również wzajemne oddziaływanie ziaren na siebie, to aby utrzymać ciągłość odkształcenia wystarczą jedynie trzy niezależne systemy poślizgu. Niedopasowanie systemów poślizgu w pobliżu granicy ziarna jest wtedy kompensowane przez dyslokacje geometrycznie niezbędne. Wynikiem tego zjawiska jest znaczne zwiększenie gęstości dyslokacji w pobliżu granic ziarn. Gęstość dyslokacji geometrycznie niezbędnych jest liniowo zależna od odkształcenia i opisana została przez Ashby'ego [9] wzorem:

$$\rho_g = \left(\frac{1}{\lambda_g}\right) \frac{4\gamma}{b} \tag{13}$$

gdzie:

 ho_g - gęstość dyslokacji geometrycznie niezbędnych

 λ_{g} – parametr charakteryzujący mikrostrukturę ("odległość poślizgu")

- γ odkształcenie w płaszczyźnie poślizgu
- *b* wektor Burgersa

Dyslokacje geometrycznie niezbędne powodują dodatkową akumulację defektów i dodatkowo są znacznie mniej ruchliwe. Ich ruchliwość rośnie znacznie wolniej wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia niż dyslokacji statystycznie zmagazynowanych. Dyslokacje geometrycznie niezbędne są ponadto przeszkodą dla ruchu dyslokacji statystycznie zmagazynowanych, przez

co podnoszą opór odkształcenia plastycznego. Są one jednak niezbędne po to, by utrzymać efekt trwałej zmiany kształtu i kompensować niejednorodność odkształcenia.

Dyslokacje statystycznie zmagazynowane tworzone są przez odkształcenie jednorodne. Poruszają się one w objętości kryształu po płaszczyznach poślizgu i akumulują się w wyniku przypadkowego spotkania z przeszkodami lub innymi dyslokacjami, w tym geometrycznie niezbędnymi, które blokują ich ruch. Dyslokacje statystycznie zmagazynowane są bardziej mobilne i szybko reagują na zmianę prędkości odkształcenia.

Jeśli warunki procesu odkształcania utrudniają przemieszczanie się dyslokacji, wówczas uruchamiany jest kolejny mechanizm odkształcenia, tj. mechaniczne bliźniakowanie. Mechanizm odkształcenia przez bliźniakowanie można podzielić na dwie grupy: bliźniaki tworzące granice koherentne i bliźniaki tworzące granice niekoherentne [10]. Granice koherentne pokrywają się dokładnie z płaszczyzną bliźniaczą i najczęściej powstają w wyniku wyżarzania (tzw. bliźniaki wyżarzania) metali o sieci RSC (Regularna Ściennie Centrowana) i małej energii błędu ułożenia (EBU). Granice te charakteryzują się niską energią (3-10% energii granic wysokokątowych). Drugą grupę tworzą granice bliźniacze niekoherentne. W tym wypadku płaszczyzna granicy nie pokrywa się z płaszczyzną bliźniaczą w 100%, ale tworzy z nią pewien kąt. Różnica ta jest kompensowana przez dyslokacje. Im wiekszy jest kąt odchylenia od granicy bliźniaczej, tym liczba dyslokacji jest większa, a tym samym i energia takiej granicy. Takie bliźniaki tworzą się podczas odkształcania metali, nazywane są bliźniakami mechanicznymi. W metalach o sieci RPC (Regularna Przestrzennie Centrowana) i HZ (Heksagonalna Zwarta) proces tworzenia się bliźniaków jest dominującym. W metalach o sieci HZ mechanizm bliźniakowania jest podstawowym mechanizmem odkształcenia. W metalach o sieci RSC bliźniaki mechaniczne powstają tylko przy bardzo niskiej temperaturze, albo przy dużej prędkości odkształcenia. Większość bliźniaków odkształcenia ma kształt soczewkowaty i to odchylenie od prostej granicy bliźniaczej jest kompensowane przez dyslokacje. Przez to energia takiej granicy jest wysoka. Tłumaczy to trudność zarodkowania bliźniaków odkształcenia, ale z drugiej strony ułatwia generowanie dyslokacji koniecznych do propagacji bliźniaka, a tym samym jego wzrostu.

Bliźniakowaniu sprzyja oprócz niskiej temperatury odkształcania również duża prędkość odkształcenia. Podobny efekt daje też obecność pierwiastków stopowych, jednak tylko tych substytucyjnych, ponieważ w metalach zarówno o sieci RPC jak i HZ pierwiastki międzywęzłowe utrudniają powstawanie bliźniaków. Bliźniaki utworzone przez odkształcenie w niskiej temperaturze różnią się od tych powstałych przy odkształceniu dynamicznym. Bliźniaki mechaniczne (powstałe przy ciśnieniu 45GPa) zarodkują w znacznie większym stopniu z powodu wysokiej siły pędnej wywołanej dużym naprężeniem. Mechanizm bliźniakowania wykazuje silną zależność od wielkości ziarna. Im większe ziarno, tym większa skłonność metalu do bliźniakowania [2].

Podczas odkształcenia przez bliźniakowanie odkształcenie postaciowe jest znacznie większe niż przy poślizgu, ponieważ podczas poślizgu przemieszczenie zachodzi tylko w jednej płaszczyźnie poślizgu, a podczas bliźniakowania zachodzi w wielu płaszczyznach równoległych do płaszczyzny bliźniaczej [10].

2.1.2. Temperatura

Opór jaki stawia sieć krystaliczna przemieszczającym się dyslokacjom najczęściej opisywany jest mechanizmem Peierlsa-Nabarro i odzwierciedla mechanikę przemieszczania się dyslokacji w idealnym monokrysztale. W materiale rzeczywistym występuje szereg defektów sieci, które dodatkowo oddziałują z dyslokacjami gdy te przemieszczają się w objętości materiału. Defekty te poprzez utrudnianie ruchu dyslokacji sprawiają, że rośnie opór odkształcenia plastycznego wynikający ze wzrostu naprężenia koniecznego do pokonania przeszkód przez dyslokację. Wpływ temperatury na opór odkształcenia plastycznego ogólnie wynika z faktu, że energia cieplna zwiększa amplitudę drgań atomów, zatem pomaga dyslokacji przezwyciężyć bariery blokujące jej ruch.

Ruch dyslokacji jest zależny od temperatury, zatem jest mechanizmem aktywowanym cieplnie. Fundamentalnym równaniem opisującym stan aktywowany jest równanie Arrheniusa:

$$p = A \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \tag{14}$$

gdzie:

- p stała szybkość reakcji
- A współczynnik proporcjonalności
- E energia aktywacji
- k stała Boltzmana
- T temperatura

Równanie powyższe opisuje prawdopodobieństwo, przy którym mechanizm aktywowany przekroczy barierę energetyczną blokującą zajście zjawiska. Wynika z tego, że wzrost temperatury obniża wartość naprężenia koniecznego do pokonania przeszkody.

Równanie Arrheniusa można odnieść do częstotliwości drgań dyslokacji w sieci. Prawdopodobieństwo, że dyslokacja pokona przeszkodę można przedstawić jako stosunek liczby udanych "skoków" nad przeszkodą ν do liczby podjętych prób, przy założeniu, że dyslokacja musi mieć energię większą bądź równą energii przeszkody. Odnosząc to prawdopodobieństwo do czasu otrzymuje się częstotliwość. Zatem częstotliwość z jaką dyslokacja pokonuje przeszkodę ν można przedstawić w postaci równania Arrheniusa w następujący sposób:

$$\nu = \nu_0 \, exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \tag{15}$$

gdzie:

 ν_0 – częstotliwość wibracyjna dyslokacji

 ΔG – energia aktywacji ruchu dyslokacji

Nie wszystkie przeszkody mogą być pokonane dzięki wzrostowi energii cieplnej. Ruch dyslokacji blokowany jest przez różnego typu przeszkody o różnym rozmieszczeniu i różnej długości. Mniejsze i węższe bariery nazywane są przeszkodami bliskiego zasięgu, z kolei te dłuższe i szersze są nazywane przeszkodami dalekiego zasięgu. Stąd wynika konieczność rozróżnienia wpływu różnych czynników strukturalnych na naprężenie uplastyczniające.

W odpowiedzi na to zaproponowano opis naprężenia płynięcia jako sumę dwóch składowych: składowej nieaktywowanej cieplnie τ_G (atermicznej), która opisuje naprężenie konieczne do pokonania przeszkód dalekiego zasięgu oraz składowej aktywowanej cieplnie τ^* (termicznej), która wyraża naprężenie konieczne do pokonania przeszkód bliskiego zasięgu.

$$\tau = \tau_G + \tau^* \tag{16}$$

Odkształcanie to proces, w którym dostarcza się energię mechaniczną do materiału w celu zmiany jego kształtu. Zgodnie z zasadą zachowania energii w każdym układzie izolowanym suma wszystkich rodzajów energii jest stała w czasie, zatem bilans energetyczny musi być równy 0.

W zależności od rozpatrywanego czasu odkształcania za układ można przyjąć albo objętość odkształcanego materiału - jeśli czas odkształcenia jest krótki, albo materiał wraz z jego otoczeniem - jeśli czas odkształcania jest dłuższy. Taka forma uproszczenia nie wpływa w znaczący sposób na zaburzenie wyniku. W ten sposób proces odkształcania w warunkach quasi-statycznych należy rozpatrywać jako sekwencję ciągłych stanów równowagi, gdzie energia odkształcenia jest zamieniana na ciepło, a ciepło jest rozpraszane do otoczenia odkształcanego materiału – warunki izotermiczne. Odwrotna sytuacja jest, gdy proces odkształcania przebiega z dużą prędkością. Wtedy odkształcany materiał można rozpatrywać jako układ izolowany i w obszarze odkształcanym występują warunki adiabatyczne. Wówczas prawie cała energia odkształcenia, zamieniana na energię cieplną powoduje wzrost temperatury układu.

Dla warunków pośrednich należy uwzględniać oba warianty, czyli zarówno generowanie ciepła odkształcenia jak i jego dyssypację.

Wraz ze wzrostem temperatury zmienia się również odpowiedź mechaniczna materiału na przyłożone naprężenie. Zgodnie z rys. 2 wyróżnić można 4 obszary różnego oddziaływania warunków odkształcenia na plastyczne płynięcie.

W obszarze I przyjmuje się, że odkształcenie jest kontrolowane przez ruchliwość dyslokacji krawędziowych. Obszar ten obejmuje swoim zakresem niewielkie prędkości odkształcenia i zakres temperaturowy zbliżony do temperatury pokojowej. W tym zakresie naprężenie uplastyczniające jest stosunkowo mało wrażliwe na prędkość odkształcenia i temperaturę.

W obszarze II, który obejmuje niższy zakres temperaturowy i wyższe prędkości odkształcenia, warunki odkształcania (prędkość odkształcenia i temperatura) wyraźnie bardziej oddziałują na naprężenie uplastyczniające. Dla tego obszaru przyjmuje się, że mechanizm odkształcenia jest kontrolowany przez aktywację termiczną ruchu dyslokacji, a energia aktywacji jest funkcją działającego naprężenia i temperatury. Przeszkodami, które wymagają energii aktywacji do ich pokonania są:

- naprężenie Peierls'a Nabarro
- las dyslokacji
- ruch progów będących częścią dyslokacji śrubowych
- poślizg poprzeczny dyslokacji śrubowych
- wspinanie dyslokacji krawędziowych

Obszar III, który pokrywa się w dużej części z obszarem II, podobny jest do niego pod kątem wrażliwości na temperaturę i prędkość odkształcenia, jednak różni się mechanizmem odkształcenia, gdyż w tym zakresie zwiększa swój udział odkształcenie na drodze bliźniakowania. Szeroki zakres wspólny wynika z tego, że początek bliźniakowania jest silnie warunkowany czynnikami materiałowymi.

Obszar IV odpowiada stanowi, w którym aktywacja cieplna wciąż działa, ale naprężenie uplastyczniające jest w głównej mierze warunkowane wrażliwością materiałów na prędkość odkształcenia powodowanego zmniejszeniem ruchliwości dyslokacji z powodu ich tłumienia.



Rys. 2. Wpływ temperatury i prędkości odkształcenia na naprężenie uplastyczniające oraz mechanizmy odkształcenia plastycznego [10].

Funkcję szybkości zamiany pracy odkształcenia plastycznego na ciepło w warunkach procesu beztarciowego przedstawia się za pomocą następującego równania:

$$\beta = \frac{\rho_p c_p T}{\sigma_H \dot{\varepsilon}_p} \tag{17}$$

gdzie:

 β – stała

 ho_p – gęstość materiału odkształcanego

c_p – ciepło właściwe

 \dot{T} – prędkość chłodzenia

 σ_H – intensywność naprężenia

 $\dot{\varepsilon}_p$ – intensywność prędkości odkształcenia plastycznego

Zatem przyrost temperatury przedstawić można za pomocą równania:

$$\Delta T = \frac{\beta}{\rho_p c_p} \int_{0}^{\varepsilon_f} \sigma_H d\varepsilon$$
(18)

gdzie: ε_f – odkształcenie całkowite

Współczynnik β dla większości materiałów przyjmuje się za równy $\beta = 0.9$, jednak w pracy [11] wykazano, że parametr ten może się różnić w zależności od wielkości odkształcenia i może sięgać nawet wartość $\beta = 1$.

Wzrost temperatury w trakcie odkształcania plastycznego niesie ze sobą pewne zagrożenia. Najbardziej niekorzystnymi czynnikami są te, które mogą bezpośrednio prowadzić do zniszczenia materiału. Podczas gdy zwykle naprężenie maleje wraz ze wzrostem temperatury w przypadku indukowanej cieplnie niestabilności mechanicznej może zachodzić koncentracja odkształcenia, lokalizacja ciepła, a nawet tworzenie pasm ścinania [12]. Lokalny wzrost temperatury prowadzi do pojawienia się niestabilności plastycznej, ponieważ naprężenie uplastyczniające maleje wraz ze wzrostem temperatury, co z kolei przekłada się na lokalizację odkształcenia w miejscu, w którym plastyczne płynięcie jest ułatwione. Odkształcenie dalej prowadzi do dalszego wzrostu temperatury. W ten sposób lokalnie powstają warunki adiabatyczne, w wyniku których

w materiale tworzą się tzw. adiabatyczne pasma ścinania. Wartość odkształcenia potrzebna do zainicjowania niestabilności odkształcenia maleje wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia i obniżeniem temperatury [2]. W warunkach odkształcania z dużymi prędkościami efekt ten jest pogłębiony również ze względu na fakt, iż naprężenia nie oddziałują na materiał izotropowo, a poruszają się mechanizmem falowym, gdzie lokalnie naprężenie wzrasta silniej niż w pozostałych miejscach. Przy tym po lokalnym osiągnięciu naprężenia uplastyczniającego pozostała część materiału odkształcona sprężyście ulega odciążeniu i naprężenie lokalizuje się w miejscu początkowego osiągnięcia naprężenia uplastyczniającego. Coffey i Armstrong zaproponowali wprowadzenie globalnego współczynnika lokalizacji temperatury, który jest stosunkiem całkowitej objętości próbki V_0 do objętości odkształcanej plastycznie V_p [12].

$$dT = \left(\frac{V_0}{V_p}\right) \frac{1}{\rho c} \tau \, d\gamma \tag{19}$$

gdzie:

- V_0 całkowita objętość próbki
- V_p objętość odkształcona plastycznie
- τ chwilowa wartość naprężenie
- c ciepło właściwe
- ρ gęstość materiału
- $d\gamma$ przyrost odkształcenia postaciowego

Strukturalne efekty występowania zjawiska w postaci adiabatycznych pasm ścinania jest różny w zależności od materiału. W stalach austenitycznych wzrost temperatury może być na tyle duży, że może doprowadzić do stopienia materiału w objętości pasma (np. próbka przyspawała się do kowadła w trakcie testu ściskania na młocie spadowym), natomiast w stali ferrytycznej w wyniku wzrostu temperatury może zajść przemiana austenityczna, a następnie już po ustąpieniu obciążenia w wyniku bardzo intensywnej wymiany ciepła między materiałem pasma a pozostałą częścią objętości próbki zachodzi przemiana martenzytyczna. Stąd pomimo zauważalnego makroskopowego podobieństwa, mikrostrukturalnie pasma te różnią się między sobą – w stalach bez przemiany fazowej pasma ścinania są miejscem silnego rozdrobnienia struktury do poziomu, gdzie niemożliwe jest rozróżnienie ziarn za pomocą mikroskopii optycznej, a w stalach gdzie występuje przemiana martenzytyczna pojawia się martenzyt, który ze względu na to, że przemiana zachodzi przy wysokim ciśnieniu i z bardzo dużą prędkością nie wykazuje charakterystycznej iglastej morfologii [13].

2.1.3. Prędkość odkształcenia

W ujęciu makroskopowym prędkość odkształcenia metali jest efektem akumulacji poślizgów powodowanych ruchem dyslokacji w jednostce czasu. Zależność pomiędzy tensorem prędkości odkształcenia w skali makro, a odkształceniem postaciowym opisana jest przez wspomniany już wcześniej symetryczny tensor orientacji Schmidta M_{ij}, lub w prostszej formie za pomocą współczynnika Taylora M. Jednocześnie odkształcenie wyrażone jest wspomnianym wcześniej równaniem Orowana, zatem intensywność prędkości odkształcenia w skali makro można przedstawić jako:

$$\dot{\varepsilon}_H = \sqrt{\frac{2}{3}M_{ij}M_{ij}} = \frac{b\rho\nu}{M}$$
(20)

gdzie:

 $\dot{\varepsilon}_H$ – intensywność prędkości odkształcenia

- M_{ij} symetryczny tensor orientacji Schmidta
- *M* współczynnik Taylora
- v prędkość ruchu dyslokacji
- ho gęstość dyslokacji
- b wektor Burgersa

W przypadku gdy rozpatrujemy naprężenie uplastyczniające jako sumę składowych cieplnej i atermicznej, dla opisu ruchu dyslokacji można również użyć podobnego zabiegu. Gdy energia cieplna w pełni wystarczy do pokonania przeszkód krótkiego zasięgu, wówczas naprężenie uplastyczniające tożsame jest jedynie ze składową atermiczną, której opis uwzględnia przeszkody dalekiego zasięgu. Poniżej tej specyficznej temperatury mechanizmem regulującym ruch dyslokacji jest aktywacja cieplna. Dynamika dyslokacji dla zakresu aktywacji cieplnej jest warunkowana przez czas. Ten w powyższym równaniu znajduje się w jednostce prędkości dyslokacji i można go podzielić na dwie składowe: czas przemieszczania się dyslokacji pomiędzy przeszkodami t_r , oraz czas oczekiwania dyslokacji przed przeszkodą t_w .

$$\Delta t = t_w + t_r \tag{21}$$

Jeżeli przekroczenie przez dyslokację przeszkody jest aktywowane cieplnie, to można na podstawie równania (15) przedstawić czas oczekiwania jako odwrotność częstotliwości prób pokonania przeszkody v_0 :

$$t_w = \frac{1}{\nu_0} \exp \frac{\Delta G}{kT} \tag{22}$$

gdzie:

tw – czas oczekiwania dyslokacji przed przeszkodą

- ν_0 częstotliwość prób pokonania przeszkody
- k stała Boltzmana

T – temperatura

 ΔG – energia aktywacji

Jednocześnie, jeśli jest to główny mechanizm blokujący ruch dyslokacji, to można uznać, że czas przemieszczania się dyslokacji pomiędzy przeszkodami jest pomijalnie mały w stosunku do czasu oczekiwania: $t_w \gg t_r$, zatem $\Delta t \simeq t_w$.

Jednak na prędkość dyslokacji wpływ ma jeszcze jeden czynnik jakim jest wartość przyłożonego naprężenia. Jak można zauważyć na wykresie przedstawionym na rys. 3 przy założeniu, że czas przemieszczania dyslokacji pomiędzy przeszkodami jest niezależny od przyłożonego naprężenia (założenie jest dopuszczalne jedynie w pewnym zakresie prędkości odkształcenia, o czym później) czas oczekiwania na przekroczenie przeszkody jest krótszy dla wyższych naprężeń, a tym samym całkowita prędkość przemieszczania się dyslokacji jest wyższa.



Rys. 3. Czas oczekiwania dyslokacji przed przeszkodą oraz czas przemieszczania dyslokacji pomiędzy przeszkodami przy dwóch poziomach naprężenia σ_1 oraz σ_2 ($\sigma_1 < \sigma_1$) [6].

Ostatecznie prędkość odkształcenia można wyrazić równaniem:

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right) \tag{23}$$

gdzie: $\dot{\gamma}_0 = v_0 \rho b x$

Po przekształceniu tego równania tak, aby uzyskać fluktuację energii aktywacji wynikającej z drgań cieplnych atomów w sieci ΔG w funkcji prędkości odkształcenia otrzymano równanie:

$$\Delta G = kT \ln \frac{\gamma_0}{\dot{\gamma}} \tag{24}$$

Przyrównując powyższe równanie do zaproponowanego przez Kocksa równania opisującego oddziaływanie przeszkód bliskiego zasięgu z dyslokacjami:

$$\Delta G = G_0 \left(1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_{G_0}} \right)^p \right)^q \tag{25}$$

można dojść, po przekształceniach do równania na naprężenie styczne w funkcji temperatury:

$$\tau^* = s\tau_{G_0} \left[kT \ln\left(\frac{\dot{\gamma}_0^*}{\dot{\gamma}}\right) \right]$$
(26)

gdzie:

s – odwrotność równania (25)

Odnosząc to do podstawowego równania $\tau = \tau_G + \tau^*$ dzielącego naprężenie płynięcia na składową cieplną i atermiczną widać (rys. 4), że dla temperatury 0 K naprężenie plastycznego płynięcia osiąga maksymalną wartość, ponieważ mechanizm aktywacji cieplnej nie jest obecny. Jednak wraz ze wzrostem temperatury w trakcie odkształcania naprężenie plastycznego płynięcia, pomniejszone o aktywowaną cieplnie składową cieplną dąży do temperatury T_0 . Ta z kolei rośnie wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia, co sprawia, że naprężenie plastycznego płynięcia jest wprost proporcjonalne do prędkości odkształcenia. Przy stałym odkształceniu wzrost naprężenia z jednoczesnym obniżeniem temperatury lub zwiększeniem prędkości odkształcenia jest jednakowy, tak długo jak $\Delta G = T \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}\right)$ są równe dla obu przypadków (zwiększenia temperatury, lub prędkości odkształcenia) [12].



Rys. 4. Naprężenie płynięcia w funkcji temperatury dla różnych prędkości odkształcenia; zaznaczono cieplną σ^* oraz atermiczną σ_G składową naprężenia [6].

Zależność temperaturowa składowej atermicznej jest niewielka i wpływ na nią ma jedynie zmiana modułu ścinania G, który nieznacznie maleje ze wzrostem temperatury. Natomiast z powyższego wykresu wynika, że w temperaturze 0 K, jak również powyżej temperatury T_0 naprężenie płynięcia jest niezależne od prędkości odkształcenia. To stwierdzenie jest prawdziwe jedynie dla zakresu, gdzie na ruch dyslokacji dominujący wpływ ma mechanizm pokonywania przeszkód na drodze aktywacji cieplnej tzn. dla prędkości odkształcenia nie przekraczających $\dot{\varepsilon}$ =10² s⁻¹.

Prędkość przemieszczania się dyslokacji (co bezpośrednie związane jest z prędkością odkształcenia) w funkcji przyłożonego naprężenia została zbadana dla różnych materiałów. Gilmann i Johnston [14] na podstawie badań prędkości dyslokacji *v* wykazali, że można ją opisać następującą zależnością:

$$v = f(\sigma) e^{-E/kT}$$
(27)

co dla stałej temperatury można przedstawić w uproszczonej postaci:

$$v = K\sigma^m \tag{28}$$

gdzie: K – stała m – jak na rys. 5

Podobne wyniki uzyskali inni badacze dla innych materiałów i wszystkie wykazują podobne właściwości. Schematycznie można to zjawisko przedstawić za pomocą wykresu sporządzonego przez Rhode'go i Pitta, który przedstawia prędkość dyslokacji w funkcji przyłożonego naprężenia.



Rys. 5.Schematyczne przedstawienie zależności prędkości ruchu dyslokacji od przyłożonego naprężenia dla niklu. Wyróżniono trzy zakresy odpowiadające zachowaniu się dyslokacji podczas odkształcenia: zakres I - m_l>1, zakres II - m_{II} =1, zakres III - m_{III} <1 [15].

Na przytoczonym wykresie można wyróżnić trzy główne zakresy I, II i III. Odpowiadają one współczynnikowi "m" w równaniu (27), gdzie dla zakresu I - $m_I > 1$, dla zakresu II - $m_{II} = 1$, a dla zakresu III - $m_{III} < 1$. Prędkość dyslokacji wraz ze wzrostem przyłożonego naprężenia asymptotycznie dąży do granicy, która odpowiada prędkości propagacji sprężystych fal ścinania. Widoczne na wykresie obszary odpowiadają trzem mechanizmom, które regulują istotę przemieszczania się dyslokacji w odpowiadających im zakresach prędkości. Dla zakresu I jest to omówiony powyżej aktywowany cieplnie ruch dyslokacji. Mechanizm drugi obejmuje zakres płynięcia lepkoplastycznego, gdzie ruch dyslokacji hamowany jest oporem fononowym. Natomiast w przypadku zakresu III istotny wpływ na ruch dyslokacji mają efekty relatywistyczne.

Dla prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon}$ =~10²s⁻¹ naprężenia wywołujące ruch dyslokacji są już na tyle duże, że znaczenie blokowania dyslokacji na przeszkodach krótkiego zasięgu traci dominujący wpływ na całkowity czas przemieszczania się dyslokacji. Wraz z dalszym wzrostem prędkości odkształcenia to czas przemieszczania się pomiędzy przeszkodami (" t_r " równania (21)), ma decydujące znaczenie. Energia zmagazynowana w postaci defektów struktury wynosi zwykle 5-20% całkowitej energii odkształcenia. Oznacza to, że ok. 90% z całkowitej energii włożonej w proces odkształcenia musi być hamowane poprzez siły przeciwne do kierunku przyłożonego naprężenia. Siły te są efektem oddziaływania następujących mechanizmów oporu [6]:

- lepkość fononowa
- rozpraszanie fononowe
- efekt cieplno-sprężysty
- lepkość elektronowa
- promieniowanie anharmoniczne
- lepkość płaszczyzn poślizgu.

Wśród powyższych jedynymi mechanizmami, które nie są aktywowane cieplnie są opory fononowy

i elektronowy. Opór fononowy jest oddziaływaniem dyslokacji z drganiami termicznymi, a elektronowy z elektronami, stąd w temperaturze pokojowej i wyższych dominującym mechanizmem tłumienia ruchu dyslokacji jest opór fononowy, a w niskich elektronowy.

W sensie ilościowym naprężenie płynięcia w stanie lepkoplastycznym można opisać przez analogię do drugiego prawa Newtona:

$$F = am \tag{29}$$

Gdy za siłę potrzebną do przemieszczenia się dyslokacji o wektor Burgersa przyjmie się τb , wówczas za masę należy uznać pewną wielkość, która przez analogię do ruchu płynów jest oporem płynięcia. Siły te mogą być wyrażone jako lepkie zachowanie siała stałego, a odnosząc to do ruchu dyslokacji można przedstawić za pomocą następującego równania:

$$\tau b = Bv \tag{30}$$

gdzie:

B – tłumienie lepkościowe

v – prędkość ruchy dyslokacji

 τ – naprężenie ścinające

b – wektor Burgersa

Przedstawiając prędkość dyslokacji przez przekształcenie równania Orowana, a naprężenie ścinające jako $\tau = \frac{1}{2}\sigma$, naprężenie uplastyczniające pochodzące od efektu tłumienia ruchu dyslokacji można wyrazić za pomocą wzoru:

$$\sigma = \frac{2BM}{\rho b^2} \dot{\varepsilon} \tag{31}$$

Efekty relatywistyczne występujące przy wyższych prędkościach nie będą tu omówione, gdyż wykraczają poza zakres prędkości odkształcenia badany w ramach niniejszej pracy.

Podsumowaniem omówionych powyżej mechanizmów jest wykres opracowany przez Campbella i Fergusona (rys. 6), który w czytelny sposób obrazuje omawiane efekty, które w całościowym ujęciu składają się na zjawisko wrażliwości metali i stopów na prędkość odkształcenia. Wykres można rozpatrywać poprzez analogię do rys. 2 Przy stosunkowo niskich temperaturach (<0,3 T_m) wpływ temperatury i prędkości odkształcenia zależy od zakresu prędkości odkształcenia w procesie odkształcania – zakres I. W tym zakresie obserwuje się niewielki wpływ zarówno temperatury, jak i prędkości odkształcenia na wartość naprężenia płynięcia – w tym obszarze dominuje składowa atermiczna τ_G . Dominujący wpływ na ruch dyslokacji mają wewnętrzne pola naprężeń wywołane przez przeszkody dalekiego zasięgu. W tym zakresie naprężenie płynięcia zależne jest od temperatury jedynie poprzez jej wpływ na wartość modułu ścinania G. Obszar II to zakres, gdzie dominującym mechanizmem jest cieplna aktywacja ruchu dyslokacji, przez co składowa cieplna równania (16) staje się częścią równania, od której w większym stopniu zależy finalnie naprężenie płynięcia. Składowa ta wynika bezpośrednio z równania Orowana (6), a szczegółowo opisana jest równaniem (26). W tym zakresie na ruch dyslokacji decydujący wpływ mają pola naprężeń generowane przez przeszkody krótkiego zasięgu, takie jak las dyslokacji, grupy atomów pierwiastków roztworowych, jak również naprężenia Peierlsa-Nabarro. W obszarze IV gwałtowny wzrost naprężenia płynięcia związany jest ze zjawiskiem tłumienia ruchu dyslokacji przez efekty fononowe.



Rys. 6. Wykres zależności naprężenia płynięcia od prędkości odkształcenia i temperatury dla stali niskowęglowej [16].

Należy zauważyć, że efekt czułości na prędkość odkształcenia w skali makroskopowej wywiera stabilizujący wpływ na proces odkształcania. W przeciwieństwie do opisanego w podrozdziale 2.1.2. efektu indukowanej cieplnie niestabilności mechanicznej i lokalizacji odkształcenia, zjawisko czułości na prędkość odkształcenia i związany z tym lokalny wzrost naprężenia uplastyczniającego przeciwdziała generowaniu niestabilności plastycznej.

Podsumowanie

Czynnikiem, który wywiera korzystny wpływ na makroskopową stabilność procesu odkształcania jest zjawisko umocnienia odkształceniowego. Podobnie jak w przypadku prędkości odkształcenia, w wyniku lokalnego wzrostu odkształcenia na skutek umocnienia odkształceniowego wzrasta lokalne naprężenie uplastyczniające. Jest ono związane z szybszym przyrostem gęstości dyslokacji, która jest fizycznym efektem odkształcenia. Należy tutaj rozróżnić jednak wpływ poszczególnych mechanizmów umocnieniowych na wartość naprężenia plastycznego płynięcia, od wzrostu wartości tego naprężenia, który następuje wraz ze wzrostem odkształcenia.

Na umocnienie odkształceniowe główny wpływ wywiera składowa atermiczna. Opisana jest równaniem Taylora:

$$\tau_G = \alpha G b \sqrt{\rho_s + \rho_g} \tag{32}$$

Wiąże ona bezpośrednio umocnienie materiału z przyrostem wartości odkształcenia, który reprezentowany jest poprzez całkowity wzrost gęstości dyslokacji. W powyższym równaniu udział ma kilka składowych, które są zależne od materiału, stąd w analizie umocnienia należy uwzględnić szereg czynników mikrostrukturalnych. Składowa ta jest w niewielkim stopniu zależna od temperatury, natomiast prędkość odkształcenia wpływa na składową atermiczną jedynie poprzez oddziaływanie na przyrost temperatury, który zmienia wartości stałych materiałowych. Zaobserwowano, że umocnienie odkształceniowe maleje wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia, co jest skutkiem zjawiska nagrzewania adiabatycznego. Jeżeli prędkość odkształcenia jest wystarczająco duża, wówczas większość energii odkształcenia zamieniana jest na ciepło i zostaje zmagazynowana w materiale powodując wzrost temperatury.

Z kolei wpływ temperatury i prędkości odkształcenia ma znaczący wpływ na składową cieplną. Składowa cieplna fizycznie jest interpretowana jako opór dla ruchu dyslokacji wynikający z przeszkód Peierlsa obecnych w sieci. Wskazuje to, że lepko-cieplna część naprężenia płynięcia w głównej mierze kontroluje proces plastycznego płynięcia poprzez wpływ na granicę plastyczności i jest prawie niezależna od dalszego odkształcenia plastycznego.

Wynika z tego, że zależnie od tego, czy zmienną jest prędkość odkształcenia, a stałą temperatura początkowa, czy odwrotnie, skutkować będzie jedynie różnicą w granicy plastyczności, natomiast krzywa umocnienia będzie niemal identyczna.

Oceniając stabilność procesu odkształcania należy zatem rozpatrywać szereg czynników, które mogą doprowadzić do utraty stateczności. Powyżej omówione zjawiska i ich wpływ na stabilność plastyczną można w ogólnym stwierdzeniu przedstawić za pomocą kryterium niestabilności plastycznej, które w uproszczeniu mówi, że materiał tak długo zachowa zdolność do równomiernego odkształcania, jak długo zachowa zdolność do wzrostu naprężenia uplastyczniającego. Oznacza to, że początek niestabilnego płynięcia następuje, gdy przyrost naprężenia uplastyczniającego przyjmie wartość 0.

$$d\sigma = \left(\frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon}\right)_{\dot{\varepsilon},T} d\varepsilon + \left(\frac{\partial\sigma}{\partial\dot{\varepsilon}}\right)_{\varepsilon,T} d\dot{\varepsilon} + \left(\frac{\partial\sigma}{\partial T}\right)_{\dot{\varepsilon},\varepsilon} dT = 0$$
(33)

W statycznej próbie rozciągania, zgodnie z powyższym kryterium moment utraty stateczności jest wtedy, gdy materiał osiągnie poziom naprężenia równy wytrzymałości na rozciąganie. Wówczas tworzy się przewężenie, ponieważ wzrost naprężenia spowodowany zmniejszeniem się przekroju poprzecznego próbki będzie większy od przyrostu naprężenia w wyniku umocnienia odkształceniowego. Wówczas kryterium niestabilności przyjmuje postać kryterium Considère:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma \tag{34}$$

Wzrost naprężenia uplastyczniającego może również wystąpić nie tylko na skutek umocnienia odkształceniowego, ale również jako efekt zjawiska czułości materiału na prędkość odkształcenia *m*. Warunek niestabilności przyjmuje wówczas postać kryterium Harta wyrażonego równaniem:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} \le \sigma(1-m) \tag{35}$$

gdzie: $m = \frac{d \log \sigma}{d \log \dot{\epsilon}}$

Wynika z tego, że gdy współczynnik m=0 to kryterium Harta przyjmuje postać kryterium Considère.

Na podstawie badań doświadczalnych można stwierdzić, że kryterium Considère poprawnie opisuje przejście ze stanu odkształceń równomiernych, natomiast po pojawieniu się niestabilności stan odkształcenia jest kontrolowany przez czynnik czułości na prędkość odkształcenia opisany kryterium Harta.

Zastosowanie teorii dyslokacji do fizycznej interpretacji procesu odkształcania pokazuje, że wzrost naprężenia plastycznego płynięcia jest wynikiem działania mechanizmów umocnienia, na które wpływ mają oprócz opisanych wcześniej parametrów procesowych również czynniki mikrostrukturalne.

2.2. Wpływ czynników mikrostrukturalnych

Jak wykazano w poprzednim rozdziale, zjawisko umocnienia jest kluczowe dla utrzymania stabilności procesu odkształcania. Umocnienie obserwowane w trakcie odkształcania jest efektem złożonym działania co najmniej kilku mechanizmów umocnienia jednocześnie. Należą do nich:

- umocnienie odkształceniowe
 - o umocnienie dyslokacyjne
 - o umocnienie od podstruktury
- umocnienie cząstkami faz obcych
- umocnienie roztworowe
- umocnienie od granic ziarn
- umocnienie wielofazowe
- umocnienie od tekstury
- umocnienie wynikające z czułości na prędkość odkształcenia

Przedstawione mechanizmy i sposób ich oddziaływania różnią się w zależności od materiału i są warunkowane czynnikami mikrostrukturalnymi. Zatem do poprawnego opisu własności mechanicznych konieczne jest najpierw zdefiniowanie oddziaływania czynników mikrostrukturalnych.

2.2.1. Skład chemiczny

Skład chemiczny jest podstawowym czynnikiem mikrostrukturalnym, który zwykle pozostaje niezmienny w przeciągu całego procesu technologicznego – od wytopu do ostatecznego wyrobu. Oddziałuje on na wszystkie pozostałe czynniki, stąd szczegółowy opis wpływu składu chemicznego na poszczególne czynniki będzie opisany w odpowiadającym im podrozdziałom.

W warunkach rzeczywistych czyste metale najczęściej nie występują. Materiały metaliczne zawierają domieszki innych pierwiastków tworząc stopy. Różne pierwiastki w różny sposób i z różną intensywnością oddziałują na własności takiego stopu. W stalach pierwiastki stopowe występują w postaci:

- roztworów stałych (ferrytu α i δ lub austenitu γ)
- węglików, azotków lub węglikoazotków
- związków międzymetalicznych
- wtrąceń niemetalicznych
- faz obcych

Roztwory stałe oraz różne wydzielenia w decydujący sposób oddziałują na własności stali mikrostopowych.

Czyste metale krystalizują w określonej sieci krystalicznej. Mogą one podlegać pewnym przemianom alotropowym wynikającym ze zmian energii swobodnej, która zmienia się wraz z temperaturą. W stopach jednak pierwiastki domieszek mogą tworzyć z metalem osnowy roztwory stałe, które mogą zniekształcać sieć krystaliczną pierwiastka osnowy, przesuwać zakresy przemian alotropowych, a nawet zmieniać sieć na inną. Atomy domieszek mogą zajmować różne miejsce w strukturze sieci krystalicznej. W przypadku sieci RSC oraz RPC, jakie najczęściej występują w stalach, atomy domieszek mogą zająć jedną z dwóch pozycji w sieci – substytucyjną, gdzie atom zajmuje miejsce żelaza w węźle, lub międzywęzłową, gdzie atom zajmuje miejsce i przestrzenią pomiędzy atomami żelaza

tworzącymi sieć. Obecność atomów obcych powoduje sprężyste odkształcenie sieci krystalicznej żelaza. Odkształcenia jakie wywołują atomy międzywęzłowe znajdujące się w lukach oktaedrycznych sieci żelaza α powoduje powstanie pola naprężeń ścinających, natomiast w austenicie naprężeń ściskających (stan hydrostatycznego ściskania). Pole naprężeń dokoła dyslokacji krawędziowej ma zarówno składowe normalne jak i styczne, dokoła dyslokacji śrubowej tylko styczne. Stąd w żelazie α występuje silne oddziaływanie wszystkich dyslokacji z atomami międzywęzłowymi, które skutkiem tego są do dyslokacji przyciągane, tworząc dookoła nich atmosfery Cottrella i zmniejszając ich ruchliwość. W żelazie γ oddziaływanie atomów międzywęzłowych z dyslokacjami jest znacznie słabsze i ogranicza się w zasadzie do dyslokacji krawędziowych [17].

Obecność atomów domieszek utrudnia ruch dyslokacji poślizgowych powodując utwardzenie roztworu stałego. Możliwość utwardzenia stopu jest ograniczona przez rozpuszczalność danego pierwiastka, przy czym zwykle im mniejsza jest granica rozpuszczalności tym większe odkształcenie sieci. Atomy międzywęzłowe wpływają o wiele silniej utwardzająco niż atomy substytucyjne, ale ich wpływ jest zwykle mały ze względu na bardzo małą rozpuszczalność w ferrycie. Pierwiastki tworzące roztwór stały w żelazie (szczególnie te substytucyjne) generują punktowe zniekształcenia sieci krystalicznej, są więc przeszkodami bliskiego zasięgu, tym samym wpływają głównie na składową cieplną naprężenia uplastyczniającego.

Pierwiastki tworzące z żelazem roztwór stały w stalach można podzielić ze względu na oddziaływanie na sieć krystaliczną na: pierwiastki austenitotwórcze, ferrytotwórcze oraz te sprzyjające przemianie eutektoidalnej.

Do pierwiastków austenitotwórczych zalicza się przede wszystkim mangan i nikiel (czasem również kobalt, chociaż ten w zakresie do 50% względem żelaza nieznacznie rozszerza pole ferrytu). Rozszerzają one pole austenitu na tworzonym z żelazem wykresie podwójnym, a przy dostatecznie dużym udziale mogą rozszerzyć zakres stabilności austenitu w stalach do temperatury pokojowej.

Do pierwiastków ferrytotwórczych zalicza się pierwiastki takie jak krzem, fosfor, glin, chrom, molibden, wolfram, wanad, tytan. Przy dostatecznie dużych zawartościach mogą całkowicie zamknąć pole austenitu tworząc stop o stabilnej sieci RPC w pełnym zakresie temperaturowym. Pierwiastki te oddziałują ferrytotwórczo jedynie wówczas, gdy znajdują się w roztworze. Część z nich jednak ma silne działanie węglikotwórcze – w postaci węglików, azotków czy węglikoazotków nie wykazują działania ferrytotwórczego, jak również nie umacniają roztworowo osnowy.

Wpływ wybranych pierwiastków na wybrane własności stali przedstawiono na rys. 7.



Rys. 7. Wpływ pierwiastków stopowych na własności ferrytu: twardość i udarność.

Pierwiastki takie jak miedź, złoto, węgiel i azot wykazują działanie austenitotwórcze, jednakże powodują, że austenit, który jest stabilny w wysokich temperaturach, w trakcie chłodzenia ulega przemianie eutektoidalnej.

Atomy pierwiastków międzywęzłowych – w stalach są to azot i węgiel – ze względu na to, że są relatywnie małe i mogą dyfundować w roztworze przeskakując pomiędzy lukami oktaedrycznymi, cechują się dużą ruchliwością. Dzięki temu mogą zajmować takie miejsca w sieci krystalicznej, które minimalizują energię swobodną układu. Miejscami o podwyższonej energii są granice ziarn. Atomy pierwiastków międzywęzłowych dyfundując do granic ziarn obniżają ich energię poprzez zajęcia miejsc, które tworzą luki w przestrzeniach międzywęzłowych. Zjawisko to jest bardziej intensywne w niższych temperaturach (jednak wyższych niż 80°C, która jest uważana za graniczną temperaturę dla dyfuzji węgla w stalach). Wraz ze wzrostem temperatury różnica w segregacji węgla po granicach ziarn w stosunku do ich wnętrza traci na znaczeniu. Zatem w niższych temperaturach obecność atomów pierwiastków międzywęzłowych w roztworze stałym stabilizuje granice ziarn, które są przeszkodami dalekiego zasięgu. Wynika z tego, że atomy pierwiastków międzywęzłowych oddziałują zarówno na składową cieplną, jak również na składową atermiczną [2].

W stalach mikrostopowych, głównie ze względu na poprawę spawalności, dąży się do maksymalnej opłacalnej ekonomicznie redukcji zawartości pierwiastków międzywęzłowych w roztworze stałym. Osiąga się to poprzez związanie ich w postaci węglików, azotków i węglikoazotków. Zarówno węgiel jak i azot tworzą z metalami przejściowymi układu okresowego trwałe związki. W zależności od tego w jakich warunkach powstały i z jakim pierwiastkiem metalicznym są utworzone, węgliki, azotki lub węglikoazotki tworzą różne wydzielenia o zróżnicowanej wielkości i morfologii. Szerzej ten proces będzie omówiony w podrozdziale 2.2.6.

Wpływ ilościowy obecności pierwiastków roztworowych na umocnienie przedstawiono w pracy [18][19]. Na umocnienie roztworowe składa się suma umocnienia od poszczególnych pierwiastków, z których każdy oddziałuje na umocnienie z określoną wagą. Opis ten wyrażony jest równaniem:

$$\sigma_{ss} = \sum_{0}^{i} k_i c_i \tag{36}$$

gdzie:

 k_i – współczynnik umocnienia dla danego pierwiastka i

 c_i – zawartość procentowa pierwiastka i w roztworze

Uwzględniając najczęściej stosowane pierwiastki dodawane do stali mikrostopowych powyższe równanie przyjmuje postać:

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

2.2.2. Sieć krystaliczna

W przypadku większości metali odmiana alotropowa występująca w niższych temperaturach zawsze jest tą, która posiada większy stopień upakowania struktury krystalicznej. Wyjątkowe pod tym względem jest żelazo, które ze względu na wyjątkową strukturę elektronową i związany z nią magnetyzm zanikający w temperaturze 770°C posiada w temperaturze niższej niż 912°C sieć RPC. Umożliwia to zachodzenie procesów przemian nierównowagowych austenitu, co znacznie poszerza zakres zastosowań stopów żelaza.

Stale w zakresie ferrytycznym i austenitycznym wykazują różną charakterystykę. Wpływ sieci krystalicznej na własności mechaniczne wiąże się z tym, że dla sieci RPC dominującym mechanizmem jest cieplna aktywacja ruchu dyslokacji, natomiast w sieci RSC dominujący wpływ na naprężenie płynięcia ma składowa atermiczna. Metale o sieci RPC wykazują silną zależność naprężenia uplastyczniającego od temperatury i prędkości odkształcenia, podczas gdy na naprężenie uplastyczniające materiałów RSC mocniej oddziałuje umocnienie odkształceniowe [20]. Inaczej mówiąc, podstawowym mechanizmem dla RSC (ale też dla HZ) jest ścinanie lasu dyslokacji oraz pokonywanie grup atomów pierwiastków roztworowych. Dla RPC główną barierą bliskiego zasięgu jest naprężenie Peierlsa-Nabarro. Naprężenie Peierlsa-Nabarro jest także mechanizmem kontrolowanym przez prędkość dla materiałów ceramicznych. Różna natura tych barier jest niezmiernie ważna i jest odpowiedzialna za główne różnice we wrażliwości na prędkość odkształcenia pomiędzy metalami o sieci RSC i RPC [6]. Objętość aktywowana dla metali RPC jest dużo mniejsza niż dla struktury RSC.

Ferrytyczne stale nierdzewne mają nieco wyższą granicę plastyczności od austenitycznych, ale umocnienie odkształceniowe jest niższe przez co wytrzymałość na rozciąganie dla obu jest podobna [20]. Efekt ten jest wyraźnie zobrazowany na rys. 8. W przypadku metali o strukturze RPC wzrost prędkości odkształcenia powoduje przede wszystkim wzrost granicy plastyczności, a przyrost umocnienia odkształceniowego jest mało istotny.

Dla czystych metali o strukturze RSC, naprężenie uplastyczniające wzrasta wraz z prędkością odkształcenia i obniża się wraz ze wzrostem temperatury, natomiast wpływ tych parametrów na granicę plastyczności jest niemal niezauważalny.



Rys. 8. Wykresy krzywych płynięcia w zależności od temperatury i prędkości odkształcenia, dla metali i stopów o różnej sieci krystalicznej.

W przypadku stopów metali, oraz dla metali o sieci RPC w wysokich temperaturach – ze względu na mniejsze znaczenie składowej cieplnej – występuje mechanizm mieszany. Wówczas zjawisko czułości na prędkość odkształcenia jest mniej wyraźne.

Stale ferrytyczne są czułe na prędkość odkształcenia i temperaturę [3][21]. W strukturach gruboziarnistych wynika to z małej mobilności dyslokacji śrubowych. W przypadku struktur rozdrobnionych lub umocnionych odkształceniowo bierze udział dodatkowo składowa atermiczna, przez co zmniejsza się czułość na temperaturę odkształcenia, a tym samym (zakładając, że naprężenie Peierlsa-Nabarro jest niezależne od wielkości ziarna) również czułość na prędkość odkształcenia. Różnice wynikają także z faktu, że objętość aktywowana dla metali RPC jest dużo mniejsza niż dla struktury RSC.

Charakterystyczne dla metali o sieci RPC jest powstawanie podziarn. Wynika to z faktu, że w metalach o tej sieci mobilność dyslokacji jest stosunkowo duża. Ze względu na łatwy poślizg poprzeczny dyslokacji w wielu kierunkach w strukturze RPC, w stalach ferrytycznych struktura komórkowa tworzy się stosunkowo łatwo. W metalach o strukturze RSC wielkość komórek dyslokacyjnych stabilizuje się na pewnym poziomie i nie ulega zmianie pomimo wzrostu energii odkształcenia. Metale o strukturze RPC wykazują silniejszą tendencję do umocnienia odkształceniowego między innymi dlatego, że w przeciwieństwie do metali o strukturze RSC wielkość komórek dyslokacyjnych może się w sposób ciągły zmniejszać wraz ze wzrostem odkształcenia. Struktura dyslokacyjna jest jednak znacznie bardziej nieuporządkowana w metalach o sieci RPC, gdy są one odkształcene z bardzo dużymi prędkościami odkształcenia [3].

Dla stali ferrytycznych w warunkach odkształcania quasi-statycznego obserwuje się przede wszystkim poślizg poprzeczny, natomiast w niskich temperaturach oraz dla bardzo dużych prędkości odkształcenia wzrasta udział bliźniakowania. Bliźniakowanie mechaniczne może występować zarówno w materiałach o strukturze RSC, jak i RPC.

Badania mikrostrukturalne wykazały, że w stalach ferrytycznych dominującym mechanizmem odkształcenia jest poślizg dyslokacji, a dla stali austenitycznych zwłaszcza w temperaturach bliższych temperaturze pokojowej pojawia się bliźniakowanie, które zmienia własności plastyczne [20].

Rodzaj sieci krystalicznej jest podstawowym czynnikiem, który ma wpływ na charakter odkształcania metali, natomiast w obrębie jednej sieci mogą występować znaczne różnice w charakterystyce reologicznej. Różnice te są warunkowane przede wszystkim energią błędu ułożenia.

2.2.3. Energia Błędu Ułożenia (EBU)

Sieć krystaliczna regularna ściennie centrowana charakteryzuje się najgęstszym upakowaniem atomów. Zapewnia to ułożenie atomów w sekwencjach płaszczyzn ABCABC. Oznacza to, że atomy w co trzeciej warstwie znajdują się bezpośrednio w położeniu pionowym względem siebie. W takiej sieci przemieszczenie się dyslokacji o wektor Burgersa *b* jest schematycznie przedstawiony na rys. 9.



Rys. 9. Układ atomów w sieci RSC na płaszczyźnie poślizgu (111) w przypadku obecności jednostkowej dyslokacji krawędziowej [10].

Można zauważyć, że przemieszczenie atomu wzdłuż kierunku wektora Burgersa z jedego położenia do drugiego wymaga uniesienia atomu na wysokość o jaką atom warstwy niższej "wystaje" ponad położenie równowagowe atomu przemieszczającego się. Wydatek energetyczny konieczy do zrealizowania takiego ruchu jest znaczny. Może on być jednak obniżony, jeżeli drogę atomu podzieli się na dwie składowe prowadzące przez położenie pośrednie (rys. 10). Wówczas ruch atomu wzdłuż wektora *a* wymaga umiesienia atomu o minimalną wysokość oddzielającą dwie pozycje o minimum energii. Podobnie jest w przypadku przemieszczenia atomu o wektor *d*. W ten sposób dyslokacja przemieszczająca się o wektor Burgersa *b* ulega dysocjacji – czyli zostaje podzielona na dwie dyslokacje cząstkowe o wektorach *a* i *d*. Pośrednie położenie atomu odpowiada pozycji węzłowej wypadającej w płaszczyźnie leżącej powyżej.



Rys. 10. Ułożenie pośrednie warstwy atomów (po obydwu stronach warstwy są dyslokacje cząstkowe a i d) [10].

Sprawia to, że przemieszczająca się dyslokacja w położeniu chwilowym generuje zaburzenie ułożenie sekwencji płaszczyzn z ABCABC na ABCACAB. Takie zjawisko nazywa się błędem ułożenia. Przemieszczenie jednego rzędu atomów wiąże się ze znaczną akumulacją energii w wąskim obszarze. Jest ona minimalizowana poprzez rozszerzenie obszaru błędu ułożenia, jak to pokazano na rys. 11.



Rys. 11.Dyslokacja rozciągnięta w sieci RSC [10]

Szerokość błędu ułożenia jest różna dla różnych pierwiastków, a energia powierzchniowa związana z szerokością takiej dyslokacji rozciągniętej nazywana jest Energią Błędu Ułożenia (EBU). Różnicę tą można pokazać na przykładzie aluminium i miedzi. Aluminium ma dużą EBU (240 mJ/m²), a odstęp między dyslokacjami cząstkowymi o wektorach przemieszczenia *a* i *d* wynosi jedną odległość atomową. Miedź z kolei ma małą EBU (40 mJ/m²) i odległość między dyslokacjami cząstkowych dla dyslokacji krawędziowych i 5 dla dyslokacji śrubowych - jest to związane z wyższą energią dyslokacji krawędziowych. Im dany metal ma większą EBU, tym mniejsza jest częstotliwość występowania tych błędów w sieci.

W sieci regularnej przestrzennie centrowanej dysocjacja dyslokacji przebiega w nieco inny sposób ze względu na to, że sieć ta nie ma płaszczyzny o najgęstszym upakowaniu. Droga atomu z jednego położenia równowagowego do innego o najmniejszej energii ruchu przebiega w sposób "zygzakowaty" jak pokazano na rys. 12, ale przemieszczenie nie zachodzi poprzez stan metastabilny położenia przejściowego.



Rys. 12. *Płaszczyzna* $(1\overline{1}0)$ *w sieci RPC z oznaczeniem wektorów Burgersa* [10].

Błąd ułożenia w sieci RPC wyglądał będzie wówczas tak jak pokazano na rys. 13. Biorąc pod uwagę, że częstotliwość występowania błędów ułożenia w sieci RPC jest bardzo mała sugeruje to dużą EBU.



Rys. 13. Sekwencja płaszczyzn {112} w sieci RPC widoczna na przekroju poprzecznym [10].

Konsekwencje występowania błędów ułożenia są bardzo istotne, ponieważ o ile zdysocjowana dyslokacja może poruszać się wzdłuż płaszczyzny poślizgu, to gdy napotka ona przeszkodę, musi zmienić płaszczyznę poślizgu. Do uruchomienia mechanizmu wspinania się dyslokacji konieczne jest najpierw odwrócenie mechanizmu dysocjacji dyslokacji – czyli jej asocjacja, ponieważ zmienić płaszczyznę poślizgu może jedynie dyslokacja jednostkowa. Asocjacja dyslokacji wymaga działania na dyslokację odpowiednich naprężeń. Asocjacja zachodzi łatwiej w metalach o dużej EBU, gdzie szerokość błędu jest mała, a trudniej w metalach o małej EBU, gdzie błąd ułożenia jest szerszy [22].

W metalach o dużej EBU może zachodzić również mechanizm poślizgu poprzecznego aktywowanego cieplnie, w którym asocjacja dyslokacji zachodzi w krótkim obszarze i następnie zmienia płaszczyznę dysocjacji na taką, z którą dana dyslokacja jest w osi. Dalej dyslokacja przemieszcza się już w nowej płaszczyźnie.

Zjawisko dysocjacji dyslokacji jest efektem, który utrudnia poślizg poprzeczny dyslokacji, przez co sprzyja tworzeniu spiętrzeń dyslokacji przed przeszkodami. Zmniejszona ruchliwość dyslokacji z kolei powoduje wzrost współczynnika umocnienia Considère $\left(\frac{\partial\sigma}{\partial\varepsilon}\right)$. Mniejsza ruchliwość dyslokacji dyslokacji wpływa też na zmniejszenie zdolności materiałów do poligonizacji [17].

Ma to bezpośredni wpływ na charakter zmian strukturalnych będących efektem odkształcenia, takich jak procesy zdrowieniowe i rekrystalizacja. Metale o wysokiej EBU takie jak aluminium i jego stopy, cyrkon i jego stopy, uran, stale stopowe ferrytyczne i żelazo α w pewnym zakresie temperaturowym wykazują tendencję do ulegania zdrowieniu dynamicznemu, natomiast metale o niskiej EBU, takie jak srebro, miedź i jej stopy, stale węglowe i austenityczne, żelazo γ , cynk magnez i niektóre fazy międzymetaliczne, z reguły ulegają rekrystalizacji dynamicznej (rys. 14). W metalach o wysokiej EBU zdrowienie dynamiczne wystarczająco efektywnie obniża energię zakumulowaną, co uniemożliwia zajście rekrystalizacji [23].



Rys. 14. Wykresy przedstawiające wpływ temperatury i prędkości odkształcenia na mechanizmy zdrowieniowe w metalach o małej i dużej EBU.

W austenicie EBU jest mała, przez to dyslokacje są zdysocjowane i mają małą zdolność do wspinania się a tym samym silną tendencję do blokowania na przeszkodach. Ze względu na to w austenicie silniejszy jest efekt umocnienia odkształceniowego. Zatem mała EBU silniej wpływa na zwiększenie udziału składowej atermicznej. W ferrycie EBU jest duża więc dyslokacje łatwo ulegają asocjacji, a tym samym ich łatwość do wspinania się sprawia, że dyslokacje są względnie ruchliwe. Wzrost temperatury ułatwia dodatkowo przemieszczanie się dyslokacji poprzez aktywowany cieplnie poślizg porzeczny. Stąd w ferrycie dominujący wpływ na zmianę naprężenia uplastyczniającego ma składowa cieplna.

Domieszki zarówno te rozpuszczone w osnowie jak i te w postaci wydzieleń zmniejszają EBU, ponieważ segregują w dyslokacjach [22]. Szczególnie duży wpływa mają na to atomy pierwiastków międzywęzłowych, które wykazują większą zdolność do dyfuzji. Energia sprężysta zniekształcenia sieci krystalicznej wynikająca z obecności pierwiastków rozpuszczonych w osnowie może być częściowo relaksowana przez dyslokację cząstkową. Obniża to całkowitą energię błędu ułożenia. Z uwagi na to, że dyslokacje są znacznie bardziej ruchliwe niż atomy domieszek, to pierwiastki te hamują przemieszczanie się dyslokacji. Podobny efekt generuje obecność wydzieleń, szczególnie tych dyspersyjnych i koherentnych z osnową.

Istotny jest również wpływ EBU na mechanizm bliźniakowania, ponieważ zachodzi ono na skutek nagłego poślizgowego ruchu dyslokacji cząstkowych. W metalach o wysokiej EBU trudniej zachodzi bliźniakowanie. Ponieważ domieszki stopowe w metalach o sieci RSC obniżają EBU, to tym samym zwiększa się tendencja metali do uruchomienia bliźniakowania. W czystym aluminium bliźniaki praktycznie nie występują, natomiast w stalach austenitycznych w temperaturach zbliżonych do pokojowej mechanizm ten zachodzi nawet w wyniku jedynie aktywacji cieplnej [6].

2.2.4. Skład fazowy

Przemiany alotropowe żelaza i jego stopów nadają stalom unikatowe właściwości i własności. Poprzez przemiany fazowe można w stosunkowo łatwy sposób kształtować własności stali tak, aby uzyskać pożądaną kombinację charakterystyk wytrzymałościowych i plastycznych wytworzonego materiału.

W projektowaniu i wytwarzaniu nowoczesnych stali często pożądane własności uzyskiwane są na drodze wygenerowania struktury wielofazowej. Materiały takie umożliwiają osiąganie zróżnicowanych własności, gdyż ostateczny efekt zależy od udziału objętościowego składników strukturalnych o często odmiennej charakterystyce mechanicznej.

Podstawowymi odmianami alotropowymi żelaza jest żelazo α o strukturze RPC oraz żelazo γ o strukturze RSC. Czyste żelazo ma marginalne znaczenie w technice, powszechnie występuje natomiast w postaci stopów nazywanych stalami. Roztwór stały żelaza α z pierwiastkami stopowymi nazywany jest ferrytem, a żelaza γ - austenitem. W formie równowagowej skład fazowy w głównej mierze determinowany jest przez skład chemiczny stopu. Zgodnie z układem żelazo-cementyt fazy równowagowe występujące w stalach węglowych (czyli zgodnie z definicją stali zawartość węgla jest niższa niż 2,14%) to: ferryt, austenit, perlit oraz cementyt.

Ferryt i austenit poprzez różnicę w objętości luk międzyatomowych w sieci krystalicznej (większa w austenicie) różnią się rozpuszczalnością pierwiastków międzywęzłowych – szczególnie węgla. Maksymalna rozpuszczalność węgla w austenicie wynosi 2,14%C. W ferrycie wynosi ona 0,02%C. Stąd przy powolnym chłodzeniu z temperatury odpowiadającej zakresowi austenitu, w wyniku niższej rozpuszczalności węgla w roztworze stałym węgiel w wyniku procesów dyfuzyjnych wydziela się w postaci cementytu.

Cementyt to węglik żelaza (Fe₃C) który zawiera 6,67% węgla. Jest to faza ceramiczna o strukturze rombowej. W stalach występuje w trzech odmianach strukturalnych – jako cementyt drugorzędowy wydzielony bezpośrednio z austenitu w temperaturze powyżej przemiany eutektoidalnej, jako produkt przemiany eutektoidalnej – perlit, oraz w postaci cementytu trzeciorzędowego wydzielonego z ferrytu w wyniku zmiany rozpuszczalności węgla w ferrycie wraz z obniżeniem temperatury.

Przemiana perlityczna jest równowagową przemianą eutektoidalną austenitu. Ten składnik strukturalny jest płytkową mieszaniną cementytu i ferrytu w stosunku 1:7. Zawartość węgla w tej fazie wynosi 0,77%. W zależności od zawartości węgla w stali w wyniku obniżania temperatury austenitu wydziela się z niego ferryt – w stalach podeutektoidalnych, lub cementyt w stalach nadeutektoidalnych, aż do temperatury A₁, w której stężenie węgla w austenicie osiąga wartość 0,77%. Wówczas zachodzi przemiana perlityczna.

Znacznie wyższa rozpuszczalność węgla w austenicie w stosunku do ferrytu sprawia, że w trakcie przyspieszonego chłodzenia austenit może podlegać również przemianom nierównowagowym. Wyróżnić można dwa główne rodzaje nierównowagowego rozpadu austenitu: przemianę bezdyfuzyjną – martenzytyczną oraz przemianę łączącą cechy dyfuzyjne i bezdyfuzyjne – bainityczną.

Produktem przemiany martenzytycznej jest martenzyt. Powstaje w wyniku przechłodzenia austenitu poniżej temperatury M_s. Podczas tej przemiany zachodzi przebudowa sieci krystalicznej regularnej ściennie centrowanej austenitu na regularną przestrzennie centrowaną. W zależności od ilości węgla rozpuszczonego w austenicie, im wyższa wartość tym większe jest tetragonalne zniekształcenie sieci krystalicznej austenitu. Przemiana ta zachodzi z prędkością

rozchodzenia się dźwięku w ośrodku. Postęp przemiany hamowany jest przez naprężenia ściskające wynikające z większej objętości fazy martenzytycznej względem austenitu. Powoduje to, że po przemianie może pozostać w strukturze pewna objętość nieprzemienionego austenitu – nazywana austenitem szczątkowym.

Przemiana bainityczna jest przemianą pośrednią dyfuzyjno-bezdyfuzyjną. Produktem przemiany jest bainit - mieszanina przesyconego węglem ferrytu oraz wydzieleń cementytu. W zależności od warunków produkt przemiany bainitycznej może przybierać zróżnicowaną formę. Szerzej to zagadnienie będzie omówione w kolejnym podrozdziale.

Omówione pokrótce fazy występujące w stalach charakteryzują się odmiennymi własnościami mechanicznymi. Zarówno ferryt jak i austenit są fazami stosunkowo miękkimi i plastycznymi. Obecność pozostałych faz znacznie zwiększa własności wytrzymałościowe stali. Ich wpływ na końcowe własności zależy w dużej mierze od morfologii występujących faz. Produkty przemian nierównowagowych mogą mieć dodatkowo różne własności, w zależności od zawartości węgla w austenicie przed przemianą. Zależnie od tego stężenia martenzyt może być najtwardszą z występujących w stali faz, gdy stężenie węgla jest wysokie, ale może również występować tzw. martenzyt bezwęglowy, który jest fazą ciągliwą i podatną na odkształcanie. Podobnie jest z bainitem. Dodatkowo własności bainitu w dużej mierze zależą od temperatury przemiany. Bainit powstały w temperaturach 350-550°C nazywany jest bainitem górnym. Ma on niższe własności wytrzymałościowe od bainitu dolnego, a jego morfologia sprawia, że jest mało odporny na pękanie, zatem ma słabe własności plastyczne. W niższych temperaturach, ale jednocześnie nie niższej niż temperatura M_s powstaje bainit dolny, który ma nieco niższe własności wytrzymałościowe od martenzytu, ale znacznie lepsze w stosunku do niego własności plastyczne.

Obecność faz o wyższych własnościach wytrzymałościowych w składzie strukturalnym stali zwiększa składową atermiczną naprężenia uplastyczniającego. Im więcej martenzytu, szczególnie w postaci drobnych wysp, tym silniejsze umocnienie od składowej atermicznej [24]. Podobny efekt zaobserwowano w obecności perlitu [25]. Poprawia to ciągliwość przy dużych prędkościach odkształcenia. Wynika to z faktu, że podczas odkształcania materiałów wielofazowych następuje szybsza akumulacja dyslokacji, szczególnie tych geometrycznie niezbędnych. Ich rolą jest kompensowanie różnic w odkształcaniu fazy miękkiej i sztywnej. Szybsze generowanie dyslokacji, szczególnie tych nieruchomych sprawia, że utrudniony jest ruch dyslokacji poślizgowych, a tym samym wzrasta prędkość umocnienia odkształceniowego, stąd pozytywny wpływ rozdrobnionej fazy twardej na własności plastyczne. Szczególnie czynnik ten ma istotne znaczenie w metalach o sieci RPC, które charakteryzują się małym umocnieniem odkształceniowym.

W materiałach wielofazowych umocnienie odkształceniowe zachodzi zgodnie z prawem mieszaniny faz. Oznacza to, że rozkład odkształceń w objętości materiału jest różny w zależności od charakterystyki danej fazy. Najczęściej do obliczeń własności wytrzymałościowych struktur wielofazowych wykorzystuje się jedną z dwóch hipotez: równych odkształceń lub równych naprężeń (rys. 15).



Rys. 15.Schematyczne przedstawienie odkształcania się materiału dwufazowego o fazach twardej i miękkiej wg hipotezy jednakowych naprężeń i jednakowych odkształceń [26].

Zgodnie z hipotezą równych odkształceń w całej objętości materiału średnie naprężenie układu będzie rosło w sposób liniowy proporcjonalnie do wzrostu udziału objętościowego fazy o wyższych własnościach wytrzymałościowych. Równanie takie można zapisać w postaci:

$$\sigma_{\pm r} = X_1 \sigma_1 + X_2 \sigma_2 \tag{38}$$

Hipoteza równych naprężeń natomiast można wyrazić za pomocą następującego równania:

$$\varepsilon_{\pm r} = X_1 \varepsilon_1 + X_2 \varepsilon_2 \tag{39}$$

Graficzne przedstawienie powyżej opisanych hipotez przedstawiono na rys. 16.



Rys. 16. Schematyczne przedstawienie hipotezy: a) równych odkształceń; b) równych naprężeń; w układzie dwufazowym. f₂ – udzieł objętościowy fazy 2 [3].

To która hipoteza lepiej odzwierciedla rzeczywiste warunki odkształcania jest zależne od stanu naprężenia oraz od morfologii struktury.

2.2.5. Morfologia składników mikrostrukturalnych

Granice ziarn są powierzchniowym defektem struktury krystalicznej. Są one przeszkodą w ruchu dyslokacji poślizgowych. Od morfologii składników struktury (zwłaszcza ziarn ferrytu i austenitu) zależy jaką drogę w objętości ziarna może przebyć dyslokacja. Im mniejsza wielkość ziarna, a tym samym odległość między granicami, tym krótsza droga swobodna dyslokacji, a przez to utrudniony ich poślizg. Granice ziarn są przeszkodami dalekiego zasięgu, a zatem oddziałują głównie na składową atermiczną naprężenia uplastyczniającego odpowiadającą za umocnienie odkształceniowe [25]. Zagadnienie morfologii składników strukturalnych nie daje się jednak w łatwy sposób sklasyfikować jedynie pod kątem oddziaływania na poszczególną składową, ze względu na subtelność zmian strukturalnych i specyfiki ich oddziaływania. Pomimo tego, że przysparza trudności w kwestii opisu teoretycznego, to korzyści płynące z kontrolowania zjawisk mikrostrukturalnych stwarzają szerokie możliwości kształtowania własności mechanicznych.

Zagadnienie wielkości ziarna jest jednym z nich, ze względu na to, że wraz ze wzrostem umocnienia odkształceniowego wynikającego z udziału składowej atermicznej naprężenia uplastyczniającego redukcja wielkości ziarna wpływa również na wzrost granicy plastyczności, na którą dominujący wpływ ma składowa cieplna. Zależność ta jest wyrażona za pomocą reguły Halla-Petcha, opisanej równaniem zależności dolnej granicy plastyczności od wielkości ziarna ferrytu:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k \ d^{-\frac{1}{2}} \tag{40}$$

gdzie:

 σ_y – granica plastyczności

 σ_0 – naprężenie uplastyczniające monokryształu

d – średni wymiar ziarna

k – stała materiałowa, współczynnik umocnienia

Fizyczna interpretacja równania Halla-Petcha jest taka, że dyslokacje poruszające się wzdłuż pasma poślizgu natrafiają na granicę ziarna. Pierwsza dyslokacja zatrzymując sią na granicy jest "popychana" przez kolejne dyslokacje poruszające się wzdłuż tego samego pasma, generując coraz większy nacisk na granicę, a tym samym na sąsiednie ziarno. Im większe ziarno, tym więcej dyslokacji porusza się wzdłuż pasma poślizgu i tym samym szybciej akumulacja energii na granicy przekroczy wartość niezbędną do wygenerowania źródła dyslokacji w pobliżu granicy w sąsiednim ziarnie. To naprężenie odzwierciedla współczynnik *k* [27].

W stalach ferrytycznych stała k zależy silnie od uprzedniej obróbki cieplnej. W materiale ochłodzonym powoli z wysokiej temperatury stała k ma wartość znacznie większą niż po szybkim ochłodzeniu, zapobiegającym segregacji węgla na granicach ziarn. Segregacja taka powoduje zwiększenie oporu jaki ruchowi dyslokacji stawiają granice ziarn [17].

Wraz ze zmniejszeniem wielkości ziarna w metalach o sieci RSC obserwuje się wzrost współczynnika czułości na prędkość odkształcenia, natomiast dla sieci RPC wpływ rozdrobnienia jest zdecydowanie słabszy, a nawet odwrotny. Potwierdza to tezę, że w metalach o strukturze RPC umocnienie odkształceniowe jest mniej wrażliwe na obniżenie temperatury lub wzrost prędkości odkształcenia niż dla RSC. W przypadku metali o strukturze RSC czułość na prędkość odkształcenia wzrasta wraz ze wzrostem stopnia rozdrobnienia (rys.17). Efekt ten jest obserwowany w całym zakresie prędkości odkształcenia. W przypadku metali o strukturze RPC rozdrobnienie struktury ogólnie obniża czułość na prędkość odkształcenia, natomiast w przypadku materiału nanostrukturalnego ten wpływ jest do pominięcia. W strukturach RPC zmniejszająca się w miarę wzrostu stopnia rozdrobnienia wrażliwość na prędkość odkształcenia wynika ze wzrostu znaczenia poślizgu dyslokacyjnego, podczas gdy w metalach o strukturze RSC, związany z rozdrobnieniem silny wzrost współczynnika czułości na prędkość odkształcenia świadczy o odkształcenia przebiegającym na drodze dyfuzji po granicach ziarn [3].


Rys. 17.Zmiana współczynnika czułości na prędkość odkształcenia w funkcji wielkości ziarna dla metali o strukturach RSC a); oraz RPC b) [28].

W stalach morfologia ferrytu najczęściej jest kontrolowana na etapie wytwarzania drogą termomechanicznej przeróbki plastycznej. W dużej mierze jest ona pochodną morfologii i stanu austenitu, z którego powstaje w wyniku przemiany ferrytycznej (rys. 18).



Rys. 18. Schemat przedstawiający podstawowe sposoby wykorzystania przeróbki cieplno-plastycznej do uzyskania drobnoziarnistej struktury.

Struktura metalu odlanego tzw. struktura lana jest z reguły gruboziarnista. W wyniku przeróbki plastycznej na gorąco w wysokich temperaturach w austenicie materiał poddawany jest dużym odkształceniom, głównie w celu mechanicznego ujednorodnienia składu chemicznego i strukturalnego. W takich warunkach zachodzi ciągły proces rekrystalizacji: dynamicznej w trakcie odkształcania, a także metadynamicznej w przerwach pomiędzy odkształceniami. W zależności od obecności w składzie chemicznym dodatków mikrostopowych wraz z obniżeniem temperatury może zachodzić proces wydzieleniowy (szerzej tematyka wydzieleń

będzie opisana w podrozdziale 2.2.6.). Obecność wydzieleń hamuje procesy rekrystalizacji. W takich warunkach ziarna austenitu odkształcają się i ulegają umocnieniu w wyniku wzrostu w ich wnętrzu gęstości dyslokacji. Powstałe podgranice dyslokacyjne dodatkowo są "szpilowane" przez bardzo drobne wydzielenia indukowane odkształceniem (Nb(C,N)) co w znaczący sposób zwiększa umocnienie odkształceniowe. Austenit ma strukturę RSC. W tej sieci krystalicznej dominująca jest składowa atermiczna, która głównie wpływa na umocnienie odkształceniowe (dodatkowo wzmocnione efektem wydzieleniowym), a wpływ temperatury i prędkości odkształcenia jest niewielki. W przypadku gruboziarnistego austenitu, odkształcanego w warunkach dynamicznego obciążenia, wpływ temperatury odkształcania na naprężenie uplastyczniające jest znacznie ograniczony, jednak przeciwny efekt uzyskuje się w przypadku małych prędkości odkształcenia lub struktury drobnoziarnistej [3].

Poza warunkami chłodzenia stan i morfologia austenitu mają istotny wpływ na przemianę ferrytyczną i jej produkty (rys. 19). Jeżeli ulegający przemianie austenit jest zrekrystalizowany i wielkość ziarna jest duża, to przy niskiej prędkości chłodzenia powstanie gruboziarnisty ferryt, ponieważ liczba potencjalnych miejsc zarodkowania nowej fazy jest mała. Miejscami łatwego zarodkowania są granice ziarn, zatem im drobniejszy austenit, przy tej samej wartości prędkości wzrostu zarodków, tym mniejsza finalna średnica ziarna ferrytu. Rozdrobnienie produktów przemiany austenitu można również uzyskać przez zwiększenie prędkości zarodkowania drogą zwiększenia przechłodzenia. Większy stopień przechłodzenia w celu zwiększenia prędkości zarodkowania można uzyskać, podobnie jak ma to miejsce podczas przemiany martenzytycznej (korzystny wpływ gruboziarnistości na hartowność) jeśli ziarno austenitu jest duże. Jednak przy zbyt szybkim chłodzeniu takiej struktury zamiast drobnego ferrytu poligonalnego może powstać ferryt iglasty lub bainit, które charakteryzują się znacznie niższą udarnością [27].

Ferryt iglasty jest fazą składającą się z nierównoosiowych ziarn wykazujących silnie rozwiniętą podstrukturę, która powstaje podczas ciągłego chłodzenia austenitu. Własności wytrzymałościowe tej fazy są podobne do ferrytu bainitycznego, z tą różnicą że iglaste ziarna składające się na mikrostrukturę ferrytu iglastego ułożone są w chaotyczny sposób i mają nieregularny kształt, w przeciwieństwie do ferrytu bainitycznego, w którym ziarna są ułożone w pakiety równoległych listew [29].

Przemiana austenitu umocnionego, który został odkształcony poniżej temperatury rekrystalizacji powoduje znaczne zwiększenie miejsc łatwego zarodkowania nowej fazy. Dla takiego austenitu możliwe jest uniknięcie powstania ferrytu iglastego przy znacznie wyższej prędkości chłodzenia. Im wyższe odkształcenie zakumulowane w austenicie, tym szybciej maleje średnica ziarna ferrytu po przemianie (rys. 20) [30]. Zjawisko to ma jednak pewne ograniczenia. Jak wykazano w [31][32] minimalne odkształcenie, które efektywnie oddziałuje na rozdrobnienie ziarna ferrytu po przemianie jest równe $\varepsilon = 0,15$, natomiast górną granicą odkształcenia zakumulowanego, powyżej którego dalszy przyrost odkształcenia przestaje być efektywny w rozdrobnieniu ziarna ferrytu jest równy $\varepsilon = 2$ (rys.21).



Rys. 19. Morfologia produktów przemiany austenitu w zależności od warunków jego powstawania [33].



Rys. 20.Wpływ odkształcenia austenitu w temperaturze 850 °C (poniżej temperatury rekrystalizacji) i początkowej wielkości ziarna austenitu w stali zawierającej 0,03 %Nb, na wielkość ziarna ferrytu [30].







Podczas wyższych prędkości chłodzenia zachodzi przemiana bainityczna. Klasyfikacja produktów tej przemiany pod kątem morfologii składników struktury jest znacznie bardziej skomplikowana. Bainit jest mieszaniną produktów przemian dyfuzyjnych i bezdyfuzyjnych. Ze względu na szybkość przemiany w zjawiskach dyfuzyjnych biorą udział jedynie pierwiastki międzywęzłowe. W przesyconym węglem ferrycie powstającym podczas przemiany bainitycznej powstają wydzielenia drugiej fazy. Na podstawie formy tej drugiej fazy dokonuje się klasyfikacji bainitu. Na podstawie pracy [34] można rozróżnić pięć morfologii niskowęglowych stali mikrostopowych: bainit ziarnisty, bainit górny, zdegenerowany bainit górny, bainit dolny i zdegenerowany bainit dolny.



Rys. 22.Schematyczne przedstawienie rodzaju drugiej fazy i jej udziału objętościowego w strukturze bainitu ziarnistego [34].

Bainit ziarnisty powstaje w najwyższych temperaturach, zatem dyfuzja w trakcie tej przemiany jest najintensywniejsza. W niskowęglowych stalach mikrostopowych, ze względu na bardzo małe zniekształcenie sieci atomami międzywęzłowymi, węgiel może dyfundować szybko i na relatywnie duże odległości. W wyniku tego może być on spychany na froncie przemiany ferrytycznej, stąd mikrostruktura bainitu ziarnistego składa się z nieregularnych ziarn ferrytu i znajdujących się pomiędzy nimi cząstek drugiej fazy. Ziarna ferrytu w bainicie ziarnistym mają nieregularne granice. Często widoczne po trawieniu są również podgranice. Wzrost ferrytu jest kontrolowany dyfuzyjnie, zatem przemiana zachodzi w sposób zapewniający chwilowe minimum energii swobodnej granic. Z tego powodu faza o wyższej energii – austenit przyjmuje formę maksymalnie możliwie zbliżoną do kuli – stąd ziarnista morfologia produktów przemiany. Pozostały austenit jest znacznie wzbogacony w węgiel. Ostateczny produkt rozpadu tego austenitu uzależniony jest od prędkości chłodzenia oraz od końcowej temperatury przemiany (rys. 22). Intensywność dyfuzji węgla wzrasta wraz z zakumulowanym odkształceniem, dlatego umocniony odkształceniowo austenit wykazuje silniejszą tendencję do tworzenia bainitu ziarnistego, nawet przy wyższych prędkościach chłodzenia.



Rys. 23.Bainit ziarnisty w stali: a) o zawartości węgla 0,06%, wolnej od domieszki boru; b) o zawartości węgla 0,045% zawierającej domieszkę boru [34].

Charakterystyczny dla ferrytu ziarnistego obecnego w mikrostrukturze bainitu ziarnistego jest brak cementytu (rys. 23). Węgiel znajduje się w drugiej fazie. Zidentyfikowano różne formy tej fazy: zdegenerowany perlit lub cementyt w formie szczątkowej, bainit, mieszaninę produktów "niekompletnej" przemiany, mieszaninę martenzytu z austenitem szczątkowym oraz czysty martenzyt.

Przy wyższych prędkościach chłodzenia udział dyfuzji jest mniejszy, a produktem przemiany jest bainit górny. Przyjmuje on formę pakietu listew ferrytu z wydzieleniami drugiej fazy w formie cienkich listew ulokowanych na granicach pomiędzy listwami ferrytu (rys. 24). Gdy drugą fazą jest cementyt, taka struktura jest nazywana bainitem górnym. Gdy druga faza przyjmuje formę wzbogaconego w węgiel austenitu szczątkowego i martenzytu, wtedy taką strukturę określa się jako zdegenerowany bainit górny.



Rys. 24. Zdjęcia mikrostruktury bainitu górnego a), oraz zdegenerowanego bainitu górnego b) [34].

Bainit dolny powstaje w niższych temperaturach niż bainit górny. Różni się on od bainitu górnego przede wszystkim tym, że wydzielenia cementytu powstają w nim wewnątrz listew ferrytu (rys.25). Podobnie jak w przypadku bainitu górnego, podobną strukturę, w której w miejsce cementytu powstaje mieszanina martenzytu i austenitu szczątkowego, ale wewnątrz listew ferrytu, nazywana jest zdegenerowanym bainitem dolnym.



Rys. 25. Zdjęcia mikrostruktury bainitu dolnego a), oraz zdegenerowanego bainitu dolnego b) [34].

Jeśli prędkość chłodzenia struktury austenitu jest na tyle duża, ulega on martenzytycznej przemianie bezdyfuzyjnej. Pierwiastkiem silnie sprzyjającym przemianie martenzytycznej jest węgiel. W stalach niskowęglowych uzyskanie przemiany martenzytycznej, z uwagi na małą zawartość węgla jest bardzo trudne, ponieważ wymagana krytyczna prędkość chłodzenia jest bardzo wysoka. Gdy stal niskowęglowa nagrzana jest do temperatury odpowiadającej zakresowi

dwufazowemu, wówczas zawartość węgla w austenicie jest wyższa niż we współistniejącym ferrycie. Podczas intensywnego chłodzenia takiej struktury można uzyskać krytyczną prędkość chłodzenia dla pozostałych ziarn austenitu. Finalna struktura składać się będzie z ferrytu oraz równomiernie rozłożonych w strukturze drobnych ziarn martenzytu. Stale takie nazywane są stalami Dual-Phase (DP).

W stalach o wyższej zawartości węgla, o strukturze ferrytyczno-perlitycznej naprężenie płynięcia rośnie wraz ze zmniejszaniem się wielkości ziarna, bez zmniejszenia wydłużenia. W stalach ferrytycznych własności wytrzymałościowe również wzrastają, ale wydłużenie silnie maleje [25]. Ma to związek z korzystnym oddziaływaniem obecności fazy o wyższych własnościach wytrzymałościowych na składową atermiczną naprężenia uplastyczniającego, a tym samym na silniejszy wzrost umocnienia odkształceniowego. Podobny efekt obserwowany jest również w stalach DP.

Zmniejszenie wielkości ziarna jest efektywną metodą poprawy własności wytrzymałościowych, jednak własności plastyczne takiego materiału zależą również od morfologii składników strukturalnych. Przemiana ferrytyczna austenitu w stalach ferrytyczno-perlitycznych, zmienia charakter, przy rozdrobnieniu ziarna austenitu do średnicy 2 µm i mniejszej. Powstała struktura składa się z dyspersyjnego cementytu sferoidalnego w osnowie ferrytycznej. Taki materiał wykazuje słabszą odkształcalność, w porównaniu do struktury ferrytyczno-perlitycznej [25].

Powstała w wyniku przemian austenitu struktura może ulegać zmianom na skutek przyłożonego odkształcenia. Ferryt będący fazą krystalizującą o sieci krystalicznej RPC ma dużą EBU, stąd procesy rekrystalizacji w wyniku odkształcenia zachodzą z trudem. Niemniej, jeśli zakumulowane odkształcenie jest dostatecznie duże, może również nastąpić rekrystalizacja ferrytu. Znacznie łatwiej zachodzi jednak zjawisko zdrowienia dynamicznego lub w wyniku poligonizacji struktury dyslokacyjnej. Odkształcenie ferrytu może być efektywną metodą kształtowania morfologii składników struktury – szczególnie w zakresie wielkości ziarna. Tą drogą można uzyskać silne rozdrobnienie. Wpływ odkształcenia na redukcję wielkości ziarna jest efektywny do wartości odkształcenia akumulowanego $\varepsilon = 4$ (rys. 26). Zwiększenie odkształcenia powyżej tej wartości nie powoduje dalszego rozdrobnienia struktury [35].





Rys. 26.Wpływ wielkości odkształcenia zakumulowanego na udział objętościowy wysokokątowych granic ziarn podczas odkształcania [35]

Rys. 27. Wpływ morfologii struktury na charakter przełomu w próbie udarności [36].

W wyniku odkształcenia w zakresie ferrytycznym zmieniać może się również morfologia innych składników strukturalnych. Perlit w stalach ferrytyczno-perlitycznych w wyniku przyłożenia dużego odkształcenia przestaje być strukturą płytkową, a cementyt będący częścią perlitu przyjmuje postać dyspersyjnych sferoidalnych cząstek [37].

Wielkość ziarna ma istotny wpływ na temperaturę przejścia w stan kruchy. Zauważalne jest znaczne obniżenie tej temperatury w materiałach ferrytycznych wraz ze wzrostem rozdrobnienia struktury. Materiały gruboziarniste, które wykazują przełom kruchy, wraz ze wzrostem rozdrobnienia w sposób ciągły zwiększa sie udział przełomu plastycznego (rys. 27) [36].

Materiały o silnie rozdrobnionej strukturze charakteryzują się małym umocnieniem odkształceniowym, co prowadzi do niestabilności plastycznej, a przez to niskiej udarności. Testy na młocie Charpy'ego wykazują wprawdzie, że temperatura przejścia w stan kruchy jest niższa, jednak energia łamania w wyższych temperaturach jest znacznie niższa niż w materiałach nierozdrobnionych [21][38] (rys. 28).



Rys. 28.Wpływ wielkości ziarna na energię łamania w wyższych temperaturach oraz temperaturę przejścia w stan kruchy [21].

2.2.6. Proces wydzieleniowy i cząstki fazy dyspersyjnej

Poza pierwiastkami stopowymi znajdującymi się w roztworze stałym, które zostały omówione w podrozdziale 2.2.1., szczególną rolę odgrywają pierwiastki, które występują w strukturze w postaci cząstek faz obcych. Wyróżnić spośród nich można cząstki dyspersyjne w postaci cząstek obcych jak np. wtrącenia niemetaliczne. Są one niekoherentne z osnową. Innym rodzajem cząstek są wydzielenia. Ten rodzaj cząstek jest fazą wtórną, która wydziela się z roztworu w wyniku zmiany rozpuszczalności i są najczęściej koherentne z osnową, zwłaszcza w zakresie ich małych rozmiarów. Mechanizm umocnienia w wyniku obecności tych cząstek odgrywa szczególnie ważną rolę w stalach mikrostopowych.

Wydzielenia będą koherentnymi z osnową generują naprężenia sprężyste sieci krystalicznej w ich pobliżu. To pole naprężeń jest przeszkodą dalekiego zasięgu dla przemieszczeń dyslokacji, zatem proces wydzieleniowy wpływa na składową atermiczną naprężenia płynięcia. Charakter oddziaływania cząstek z osnową i przemieszczającymi się w niej dyslokacjami jest zależny od następujących czynników:

- składu chemicznego wydzieleń
- wielkości wydzieleń
- stopnia koherencji z osnową
- rozmieszczenia w osnowie

Wszystkie te parametry są ze sobą ściśle powiązane i nie jest możliwe omówienie ich osobno. W stalach mikrostopowych wydzielenia tworzą węgliki, azotki i węglikoazotki przede wszystkim takich pierwiastków jak tytan, niob i wanad. Te trzy pierwiastki tworzą wydzielenia o różnej wielkości. Największe są wydzielenia wanadu, które też powstają w najniższej temperaturze. Węglikoazotki niobu, indukowane odkształceniem tworzą najmniejsze cząstki, których średnica dochodzi do 10 nm. Taka wielkość cząstek ułatwia ich lokowanie w granicach ziarn austenitu i efektywne ich blokowanie. Dodatkowo rozpuszczalność niobu w austenicie gwałtownie maleje w temperaturach ~900-1150°C, przez co proces wydzieleniowy węglikoazotków niobu jest w efektywny sposób wykorzystywany w procesach termomechanicznej przeróbki plastycznej do hamowania rekrystalizacji austenitu. Wegliki i azotki tytanu rozpuszczają się w najwyższych temperaturach, dochodzących niemal do temperatury topnienia stali, stąd obecność mikrododatków tytany skutecznie zapobiega rozrostowi ziarna austenitu w początkowych etapach procesów przeróbki cieplno-plastycznej. Wydzielenia tytanu mają wielkość kilkudziesięciu nanometrów. Wielkości cząstek mogą się różnić w wyniku oddziaływania temperatury, gdyż wtedy może dochodzić do dyfuzyjnego wzrostu wydzieleń i ich koalescencji. W wyniku wzrostu wydzieleń stopień niedopasowania struktury krystalicznej takiej cząstki z osnową może osiągnąć poziom, przy którym dojdzie do utraty koherencji wydzielenia i osnowy. Tworzy się wtedy niekoherentna granica międzyfazowa i taka cząstka oddziałuje z osnową w podobny sposób jak cząstki dyspersyjne.

Zjawisko umocnienie metali w obecności cząstek wydzieleń zostało opisane za pomocą dwóch mechanizmów: Motta-Nabarro oraz Orowana-Ashby'ego. Dla małych i "miękkich" wydzieleń koherentnych z osnową dominującym mechanizmem umocnienia wydzieleniowego jest mechanizm Motta-Nabarro. Tłumaczy on wzrost naprężenia plastycznego płynięcia jako efekt wzrostu oporu przemieszczania się dyslokacji w osnowie na skutek napotkania przeszkody w postaci wydzielenia. Dyslokacja może przeciąć takie wydzielenie jedynie wtedy, gdy jest ono koherentne z osnową i płaszczyzna poślizgu osnowy jest zgodna z płaszczyzną poślizgu w wydzieleniu. Intensywność umocnienia wg tego mechanizmu zależy od odległości pomiędzy wydzieleniami, a także od ich twardości. Im twardsze wydzielenie, z tym większą trudnością dyslokacja je ścina. Schematycznie, a także na zdjęciach z TEM przedstawiono mechanizm Motta-Nabarro na rys. 29.



Rys. 29. Przedstawienie ścinania z cząstek faz obcych wg mechanizmu Motta-Nabarro: schematycznie, oraz na zdjęciu z mikroskopu elektronowego [39].

Umocnienie następuje wtedy, gdy odległość pomiędzy wydzieleniami jest zbliżona do promienia krzywizny, który może osiągnąć dyslokacja pod działaniem pola naprężeń. Przyrost naprężenia płynięcia w wyniku oddziaływania dyslokacji z wydzieleniami opisano równaniem.

$$\sigma_p = C\sqrt{fr} \tag{41}$$

gdzie:

f – udział objętościowy wydzieleń

r – średni promień wydzielenia

C - stała

Umocnienie wydzieleniowe wg mechanizmu Orowana-Ashby'ego przebiega inaczej. Jest to podstawowy mechanizm umocnienia cząstkami dyspersyjnymi i mamy z nim do czynienia w przypadku, gdy wydzielenia są niekoherentne z osnową, duże, twarde. Wtedy przemieszczająca się dyslokacja, której ruch hamuje wydzielenie, wygina się wokół niego. Przy dużym wygięciu dyslokacja może pozostawić wokół wydzielenia pętlę dyslokacyjną. Efektem tego jest, że zwiększony opór przepływu kolejnych dyslokacji i wzrost ich gęstości. Mechanizm Orowana-Ashby'ego zilustrowano i opatrzono zdjęciem z TEM na rys. 30.





Rys. 30. Przedstawienie tworzenia pętli dyslokacyjnej wokół z cząstek faz obcych wg mechanizmu Orowana-Ashby'ego: schematycznie, oraz na zdjęciu z mikroskopu elektronowego [39].

Umocnienie od mechanizmu Orowana Ashby'ego zostało opisane równaniem:

$$\sigma_p = \frac{0.538 \ Gbf^{1/2}}{r} ln\left(\frac{r}{2b}\right) \tag{42}$$

gdzie:

G – moduł ścinania

- f udział objętościowy wydzieleń
- b wektor Burgersa
- r średni promień wydzielenia

Oddziaływanie wymienionych mechanizmów z dyslokacjami generuje odmienny efekt. Ścinanie cząstek miękkich powoduje wzrost prędkości umocnienia, ale również z powodu lokalnej zmiany mechanizmu umocnienia dochodzi do lokalizacji odkształcenia i ewentualnej koncentracji naprężeń.

W przypadku obciążeń cyklicznych może być to przyczyną powstawania pęknięć zmęczeniowych. Obecność twardych wydzieleń wymuszająca umocnienie zgodne z mechanizmem OrowanaAshby'ego powoduje znaczny, a zarazem równomierny wzrost efektów umocnienia odkształceniowego w procesie odkształcania, ze względu na zwiększenie gęstości dyslokacji (rys. 31).

Wzrost umocnienia w efekcie działania ww. mechanizmów jest silnie zależny od wielkości cząstek. Zależność dominacji danego mechanizmu względem drugiego jest dobrze zilustrowane na rys. 32. Istnieje krytyczna średnica cząstki wydzielenia, przy której umocnienie osiąga maksymalną wartość. Średnica ta zależy do składu chemicznego, zarówno wydzielenia jak i materiału osnowy. Przekłada się to na stopień koherencji, jak również na wartość modułu ścinania takiej cząstki.



b), d) cząstki "miękkie" powodują koncentrację poślizgów c), e) cząstki "twarde" sprzyjają jednorodnemu poślizgowi



Rys. 31. Mechanizm koncentracji odkształcenia w Rys. 32. Schematyczne przedstawienie oddziaływania następstwie ścinania cząstek wg mechanizmu Motta-Nabarro b) i d); równomierny rozkład odkształcenia w następstwie umocnienia wg mechanizmu Orowana Ashby'ego c) i e).

mechanizmów Motta-Nabarro oraz Orowana-Ashby'ego na umocnienie, w funkcji wielkości cząstek fazy obcej [3].

Istotny wpływ na mechanizm umocnienia wydzieleniowego ma EBU osnowy. Wydzielenie znajdujące się w płaszczyźnie poślizgu dyslokacji jest przeszkodą w jej ruchu. Dyslokacja, poza opisanymi powyżej mechanizmami ścinania i tworzenia pętli dyslokacyjnej, może ominąć wydzielenie poprzez zmianę płaszczyzny poślizgu. W metalach o dużej EBU zjawisko wspinanie dyslokacji zachodzi w łatwiejszy sposób, ponieważ szerokość błędu ułożenia jest mała, a zatem łatwiej zachodzi asocjacja dyslokacji cząstkowych. Omijanie wydzieleń może również zachodzić na drodze aktywowanego cieplnie poślizgu poprzecznego dyslokacji opisanego w podrozdziale 2.2.3.

Obecność wydzieleń sprzyja umocnieniu odkształceniowemu, ponieważ w wyniku oddziaływania dyslokacji z wydzieleniami znacznie wzrasta gęstość dyslokacji. W wyniku tego zjawiska następuje utrudniony poślizg dyslokacji poprzez wzajemne ich blokowanie. Szczególnie w wyniku zmiany płaszczyzny poślizgu, gdyż taka dyslokacja przecina kierunek poślizgu dyslokacji wynikający ze stanu naprężeń oddziałujących na ziarno.

Obecność cząstek faz obcych wpływa na wzrost atermicznej składowej naprężenia uplastyczniającego, a tym samym wpływa na zwiększenie umocnienia odkształceniowego. To umocnienie odkształceniowe korzystnie wpływa na stateczność plastyczną materiału, przez co ma korzystny wpływ na plastyczność materiałów w skali makro, również w warunkach obciążeń dynamicznych.

2.2.7. Orientacja krystalograficzna – tekstura

Z procesami wytwarzania metodami przeróbki plastycznej wiąże się zagadnienie tekstury odkształcenia. Materiały steksturowane charakteryzują się anizotropią własności, w podobny sposób jak monokryształ. W procesie wytwarzania stali tekstura austenitu może być dziedziczona przez nierównowagowe produkty rozpadu austenitu. Im większy podczas przemiany jest udział procesów bezdyfuzyjnych, tym silniejsze dziedziczenie tekstury. Podczas przemiany dyfuzyjnej tekstura na ogół zanika, a produktem przemiany są równoosiowe ziarna o statystycznie równomiernie zróżnicowanej teksturze.

Uprzywilejowana tekstura jest zależna od takich parametrów jak: skład chemiczny, temperatura odkształcania, wstępne steksturowanie, historia odkształcenia, rodzaj sieci krystalicznej oraz metoda odkształcania i wielkość odkształcenia. Ostatnie dwa czynniki mają decydujący wpływ na rozwój tekstury [40].

Odkształcenie poprzez bliźniakowanie wywołuje nagłą zmianę orientacji krystalograficznej w poprzek płaszczyzny bliźniaczej, podczas gdy poślizg generuje obrót sieci do takiej orientacji, zgodnie z którą kierunek łatwego poślizgu będzie zgodny z kierunkiem siły wywołującej odkształcenie.

W metalach o sieci RSC bliźniakowanie zachodzi zgodnie z systemem {111} <112>, a poślizg zgodnie z systemem {111} <110>. W trakcie walcowania metali krystalizującej w tej sieci, zgodnie z kierunkiem odkształcenia układa się płaszczyzna najgęściej upakowana, natomiast kierunek różni się w zależności od mechanizmu odkształcenia. Istotną rolę ponadto odgrywa w sieci ściennie centrowanej EBU. W metalach o dużej EBU dominującym mechanizmem odkształcenia jest poślizg, a tekstura wraz ze wzrostem zakumulowanego odkształcenia będzie się wyostrzać zgodnie z systemem {112} <111>. Z drugiej strony metale o małej EBU wykazują tendencję do uruchamiania mechanizmu bliźniakowania jako dodatkowego względem poślizgu. Finalna tekstura będzie składać się głównie z systemu {011} <211> oraz częściowo z systemu {011} <100>.

Tekstura odkształcenia zależy również od temperatury walcowania. Metale, które w niskiej temperaturze odkształcają się przez mechanizm bliźniakowania i poślizgu przy wyższych temperaturach odkształcania wykazują teksturę charakterystyczną dla odkształcenia jedynie przez poślizg.

W metalach o sieci RPC kierunek poślizgu zawsze przebiega wzdłuż prostej <111>, natomiast płaszczyzną poślizgu mogą być płaszczyzny {110}, {112} i rzadziej {123}. W konsekwencji odkształcenia powstaje tekstura włóknista dwóch typów: α (przebiegająca od systemu {001}<110> do {111}<110>) oraz γ (przebiegająca od systemu {111}<110> do {111}<112>). Na teksturę w tej sieci niemal nie mają wpływu dodatki stopowe, zarówno te w roztworze jak i te w postaci wydzieleń, jak również temperatura. Tekstura zmienia się jedynie wraz ze wzrostem wartości odkształcenia. Przy odkształceniu przekraczającym wartość $\varepsilon = 3$ tekstura typu α staje się dominująca, a tekstura typu γ zanika [40].

Dla stali odkształcanych w zakresie ferrytycznym, w temperaturze wyższej niż 600°C wpływ tekstury na własności wytrzymałościowe nie przekracza 10% wartości granicy plastyczności. W niższych temperaturach przyrost ten jest większy, jednak wpływ tekstury staje się istotny dopiero, gdy wartość przyłożonego odkształcenia będzie większa niż około $\varepsilon = 0,25$. Wpływ tekstury na anizotropię własności mechanicznych w zależności od końcowej temperatury walcowania przedstawiono na rys. 33.



350 78 % 52 % 28 % 0 % (QT) 300 250 Energia łamania, 200 150 100 50 0 100 300 400 500 200 Temperatura, K

Rys. 33. Wpływ mechanizmów umocnienia na granicę plastyczności w stali mikrostopowej w zależności od temperatury odkształcania [3].

Rys. 34. Wpływ redukcji pola przekroju w wyniku walcowania na zmianę energii łamania w próbie udarności na młocie Charpy'ego, w funkcji temperatury [41].

Prace [41][42][43][44], w których hartowaną stal poddano wyżarzaniu a następnie walcowaniu kalibrowemu w temperaturze 500°C, wykazały silną teksturę włóknistą <110>||RD przy redukcji pola przekroju walcówki równym 78%. Otrzymano strukturę ultradrobnoziarnistych wydłużonych ziarn o średnicy przekroju ~0,3 μm i drobnodyspersyjnego cementytu sferoidalnego o średnicy cząstek kilkudziesięciu nanometrów. Materiał ten w próbach udarności na młocie Charpy'ego wykazał znaczący wzrost udarności (rys. 34).



Rys. 35. Diagram Yoffee'go przedstawiający stal o strukturze wydłużonych ultradrobnoziarnistych ziarn o silnej teksturze włóknistej w kierunku {110}. Przełom łupliwy na płaszczyźnie wzdłużnej (równoległej do kierunku walcowania RD) powoduje zwiększoną udarność spowodowaną delaminacją (krzywa 1). Ułożenie płaszczyzn łupliwości w kierunkach 2 (krzywa 2) powoduje zmniejszenie udarności [41].

Tekstura odkształcenia powstała w wyniku walcowania została zorientowana w taki sposób, że płaszczyzna łatwego pękania w ferrycie {100} znajdowała się wzdłuż osi próbki. Wraz z obniżaniem temperatury próby, przy temperaturze pokojowej materiał ulegał stopniowej delaminacji wzdłuż płaszczyzny łatwego pękania. Energia pochłonięta na zarodkowania pęknięć powstałych w wyniku tej delaminacji była tak wysoka, że nie zachodził złom próbki w teście. Wraz z dalszym obniżaniem temperatury pęknięcia propagowały wzdłuż kierunków zorientowanych pod kątem 45° do kierunku działania siły. Wówczas obserwowana udarność znacząco spadła (rys. 35).

Badanie orientacji krystalograficznej ziarn może być wykorzystane również w inny sposób niż tylko do określenia tekstury materiału w skali makroskopowej. Poprzez różnicę w orientacji krystalograficznej sąsiadujących ze sobą ziarn można wyznaczyć kąt dezorientacji granicy, co pozwala na zdefiniowanie, czy obserwowana granica jest granicą wąsko-, czy szerokokątową, a tym samym odróżnić granice ziarn od podstruktury.

Identyfikacja odmian bainitu jedynie na podstawie obserwacji mikrostruktury sprawia wiele trudności. Również obserwacje za pomocą SEM lub TEM nie zawsze dają jednoznaczne wyniki. Kryterium dla identyfikacji rodzaju bainitu można wyznaczyć na podstawie histogramów rozkładu kąta dezorientacji w granicach analizowanej mikrostruktury. W pracy [34] przedstawiono wzorcowy (rys. 36) oraz przykładowy rzeczywisty (rys. 37) rozkład kąta dezorientacji dla bainitu ziarnistego, bainitu górnego i bainitu dolnego.

Zgodnie z tym kryterium bainit dolny wykazuje wysoki stosunek ilości granic o kącie dezorientacji 50-60° i niewielką ilość granic o małym kącie dezorientacji <20°. Bainit górny przeciwnie, charakteryzuje się dużym udziałem granic o niewielkim kącie dezorientacji <20° oraz niewielkim pikiem dla ilości granic o dużym kącie dezorientacji >50°. W bainicie ziarnistym dezorientacja orientacji ziarn jest znacznie bardziej przypadkowa, z niewielkim zwiększeniem intensywności występowania granic o kącie dezorientacji przy około 45° oraz mniejszym, ale również wzrostem poniżej 20°.



Rys. 36. Klasyfikacja bainitu na podstawie kąta dezorientacji granic ziarn [34].



Rys. 37. Mapy orientacji ziarn wraz z histogramami kąta dezorientacji granic ziarn ferrytu wykonane w technice EBSD dla: a) bainitu ziarnistego; b) bainitu górnego; c) bainitu dolnego [34].

2.3. Ocena roli stopnia rozdrobnienia mikrostruktury w kształtowaniu własności mechanicznych

Efekt znaczącego rozdrobnienia mikrostruktury można uzyskać dwoma podstawowymi sposobami. Pierwszy z nich "bottom–up" umożliwia wytworzenie materiału nanokrystalicznego w wyniku konsolidacji proszku lub osadzania par metali. Zastosowanie tych technik jest trudne do implementacji w praktyce przemysłowej, stosowane są najczęściej w celach poznawczych.

Częściej stosowane jest tzw. podejście "top-down", w którym rozdrobnienie mikrostruktury uzyskiwane jest z wykorzystaniem technologii procesowych np. drogą przeróbki plastycznej. Ogólnie techniki te dzieli się na dwie grupy: SPD (Severe Plastic Deformation) – techniki silnej akumulacji odkształcenia, oraz techniki ATP (Advanced Thermomechanical Processing) – gdzie rozdrobnienie struktury uzyskuje się w wyniku zastosowania technologii przeróbki cieplno-plastycznej. Schematycznie podział ten przedstawiono na rys. 38.



Rys. 38. Podział i schematyczne przedstawienie wybranych technik rozdrabniania struktury umożliwiających uzyskanie struktur ultradrobnoziarnistych – SPD (Severe Plastic Deformation) oraz ATP (Advanced Thermomechanical Processing) [45].

Techniki SPD polegają na tym, że materiał odkształca się plastycznie, bez istotnej zmiany jego kształtu w stosunku do stanu wyjściowego. Tym samym głównym efektem takiego procesu jest wprowadzenie do materiału efektów mikrostrukturalnych bardzo dużego odkształcenia. Dotychczasowe badania wskazują, że efekty metody SPD można zaobserwować po przekroczeniu całkowitego odkształcenia zakumulowanego $\varepsilon = 4$. Odkształcanie odbywa się bez udziału przemian fazowych, najczęściej w temperaturach bliskich temperaturze pokojowej.

Jedną z technik SPD jest proces wielokierunkowego ściskania w systemie MaxStrain [46]. Polega on na ściskaniu próbki o przekroju kwadratowym. Próbka jest ściskana naprzemiennie w dwóch kierunkach z zadaną wielkością odkształcenia, z jednoczesnym zablokowaniem płynięcia w trzecim kierunku. Schematycznie zasady tej techniki przedstawiono na rys. 39.



Rys. 39. Schematyczne przedstawienie procesu ściskania wieloosiowego w systemie MaxStrain.

Akumulacja odkształcenia powoduje rozwój struktury dyslokacyjnej. W materiałach ferrytycznych odkształcenie i związane z nim zjawisko generowania dyslokacji sprawia, że początkowo równomiernie rozłożone dyslokacje ze wzrostem odkształcenia zaczynają tworzyć podstrukturę złożoną z granic wąskokątowych. Dalszy wzrost odkształcenia powoduje "wyostrzanie granic" i w wyniku przyśpieszonego przemieszczania się dyslokacji do podgranic finalnie prowadzi do ich konwersji w granice szerokokątowe. Przedstawiony proces zachodzi w sposób ciągły, zatem dalsza akumulacja odkształcenia powoduje generowanie podstruktury w ziarnach wolnych od efektów odkształcenia. Tego typu proces nazywany jest rekrystalizacją ciągłą lub "*in situ*" [3].

W metalach o sieci RSC ziarna ulegają rozdrobnieniu na drodze generowania przypadkowo rozmieszczonych dyslokacji, które następnie przemieszczają się tworząc strukturę komórkową. Mechanizm ten występuje szczególnie w stopach o dużej EBU. Przy dalszym odkształcaniu komórki dyslokacyjne przekształcają się w podziarna, o granicach wąskokątowych. W wyniku dalszego odkształcania podziarna ulegają rotacji, tworząc granice szerokokątowe [47].

Odkształcenie metali o sieci HZ jest znacznie trudniejsze, z powodu ograniczonej ilości aktywnych systemów poślizgu. Również rozdrobnienie struktury w tej sieci jest trudne, z powodu dużej tendencji tych materiałów do rekrystalizacji dynamicznej. Rozdrobnienie struktury w sieci HZ przebiega poprzez zarodkowanie drobnych ziarn na bliźniakach odkształcenia lub granicach ziarn. Mechanizm ten powoduje, że metale te mają silną tendencję do niejednorodności wielkości ziarna [47].

Akumulacja odkształcenia stosunkowo łatwo zachodzi w materiałach umocnionych wydzieleniowo, w których zjawisko umocnienia odkształceniowego przebiega znacznie szybciej. Dodatkowymi przeszkodami dla przemieszczających się dyslokacji są w tym wypadku atomy pierwiastków mikrostopowych w roztworze oraz dyspersyjne wydzielenia, które powodują że w pobliżu takiej cząstki szybciej tworzy się granica wąskokątowa, a w efekcie podstruktura. Uporządkowanie podstruktury dyslokacyjnej jest co prawda trudniejsze ze względu na przeszkody na które napotykają przemieszczjące się dyslokacje, ale tym samym przyśpieszony wzrost gęstości dyslokacji powoduje zwiększenie liczby tworzących się komórek dyslokacyjnych, co w efekcie prowadzi do jeszcze silniejszego rozdrobnienia mikrostruktury [3]. Także ruchliwość takiej podgranicy, a przy dalszym odkształceniu – granicy szerokokątowej, jest znacznie mniejsza, ze względu na to, że wydzielenia przemieszczają się jedynie dyfuzyjnie, a dynamika dyfuzji jest tak mała, że w procesie odkształcania jest pomijalna.



Rys. 40. Krzywe płynięcia dla stali średniowęglowej o strukturze ferrytyczno-perlitycznej, odpuszczonego martenzytu oraz o strukturze ultradrobnoziarnistej a) [37]; krzywe płynięcia dla różnego stopnia rozdrobnienia struktury w stali poddanej walcowaniu pakietowemu b) [48].

Znacznie bardziej złożonym procesem jest zaawansowana przeróbka cieplno-plastyczna (Advanced Thermomechanical Processing - ATP). Efekty połączonych procesów odkształcania, wymiany ciepła i związanych z nimi efektów mikrostrukturalnych dają możliwość kształtowania mikrostruktury w bardzo szerokim zakresie. Szczegółowe zagadnienia odgrywające kluczową rolę w rozwoju mikrostruktury w procesach ATP zostały omówione w poprzednich podrozdziałach.

Wraz z rozdrobnieniem mikrostruktury wzrastają własności wytrzymałościowe materiałów metalicznych. Stal ferrytyczno-perlityczna o zawartości węgla 0,15% (stal SM490 wg JIS) przy rozdrobnieniu do zakresu ultradrobnoziarnistego (średnia średnica ziarna ~0,7 μm) wykazuje podobne własności wytrzymałościowe jak stal HT780QT (wg JIS) ulepszona cieplnie (rys. 40 (a)) [37]. Wzrost własności wytrzymałościowych w zależności o wielkości ziarna pokazano na rys. 40 (b), gdzie rozdrobnienie uzyskano na drodze walcowania pakietowego stali (ARB). Tak wytworzony materiał następnie wyżarzano w zadanych temperaturach, w wyniku czego uzyskano rozrost ziarna [48].

Analiza krzywych płynięcia przedstawionych na rys. 40 (b) wykazuje gwałtowne pogorszenie własności plastycznych, gdy rozdrobnienie ziarna dochodzi do ~1 μm. Zjawisko to jest niezależne od rodzaju sieci krystalograficznej i zostało potwierdzone zarówno dla stali IF, jak i aluminium gatunku 1100 (rys.41) [49].



Rys. 41. Krzywe płynięcia dla: aluminium serii 1100 a); stali IF b). Różny stopień rozdrobnienia struktury uzyskano w wyniku walcowania pakietowego i następnego wyżarzania [49].



Rys. 42. Wpływ wielkości ziarna na własności wytrzymałościowe i plastyczne dla: aluminium serii 1100 a); oraz stali IF b); o strukturze rozdrobnionej w procesie walcowania pakietowego [49].

Wykresy przedstawione na rys. 42 pokazują, że przy średnicy ziarna ~1 µm drastycznie zmniejsza się zapas plastyczności tj. dochodzi do zbliżenia się granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie. Wynika z tego, że materiał o strukturze silnie rozdrobnionej traci zdolność do umocnienia odkształceniowego, stąd nagła utrata plastyczności.

Zwiększenie atermicznej składowej naprężenia uplastyczniającego w wyniku wprowadzenia drobnodyspersyjnego martenzytu wyspowego lub sferoidalnego cementytu korzystnie wpływa na własności plastyczne, jak pokazano na rys. 43.



Rys. 43. Krzywe płynięcia dla stali SS400 (wg JIS) o strukturze ultradrobnoziarnistej ferrytyczno-cementytowej.



Rys. 44. Wpływ wielkości ziarna i temperatury odkształcania na charakter płynięcia stali odkształcanej z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^3 \text{ s}^{-1}$.

Rozdrobnienie ziarna ferrytu zwiększa energię odkształcenia w warunkach obciążeń dynamicznych występujących w próbie rozciągania z prędkością 10³s⁻¹ zarówno w temperaturze pokojowej, jak i w niższych (rys. 44) [50].

Należy zauważyć, że materiały ultradrobnoziarniste wykazują organiczoną plastyczność jedynie w warunkach występowania jednoosiowego rozciągania. W momencie pojawienia się przewężenia, czyli utraty stabilności odkształcenia, gdy pojawiają się obwodowe naprężenia ściskające, materiały te nie są kruche, a wykazują stosunkowo duże wydłużenie w zakresie odkształceń przewężeniowych. Wynika z tego, że materiały ultradrobnoziarniste mogą być odkształcane plastycznie, czynnikiem sprzyjajacym jest złożony schemat stanu naprężenia np. w procesach spęczania, walcowania, czy zginania [48]. Potwierdzono to w testach technologicznych zginania oraz tłoczenia (rys. 45 oraz 46), w których ultradrobnoziarnistą stal niskowęglową poddano zginaniu o kąt 180°, oraz próbie wytłaczania ze współczynnikiem ciągnienia 1,9. W obu próbach nie zaobserwowano pęknięć [51].

Wzrost własności wytrzymałościowych wraz z redukcją wielkości ziarna opisany jest równaniem Halla-Petcha. Obliczana za pomocą tego równania granica plastyczności stosunkowo dokładnie odzwierciedla rzeczywistość, jednak przy rozdrobnieniu ziarna do poziomu zblizonego do 0,1 µm pojawiają cię odstępstwa od tej reguły. Początkowo granica plastyczności silnie wzrasta, jednak w pewnym zakresie tendencja ta się odwraca. Zjawisko to określa się jako "odwrócona reguła Halla-Petcha" (rys. 47) [52].



Rys. 45. Odkształcenie blachy z ultradrobnoziarnistej stali Rys. 46. Próba wytłaczania próbki z niskowęglowej stali ultradrobnoziarnistej [51].



Rys. 47. Wykres obrazujący przyrost własności wytrzymałościowych wraz z rozdrobnieniem mikrostruktury, zgodnie z regułą Halla-Petcha [52].

W pracach [2] [53][54] zaproponowano model, który uwzględnia to zjawisko w zakresie przejściowym, przy czym wciąż kwestionowane jest występowanie obszaru odpowiadającego malejącej granicy plastyczności. Brak dalszego wzrostu własności wytrzymałościowych wraz z postępującym rodrobnieniem struktury w zakresie kilkudziesięciu nanometrów tłumaczy się poprzez wzrost stosunku objętości strefy przygranicznej kryształu względem jego wnętrza. Hipoteza ta opiera się na założeniu, że umocnienie od granic ziaren jest efektem oddziaływania czterech czynników: a) granice ziarn oddziałują jak bariery plastycznego płynięcia, b) granice ziarn są źródłami dyslokacji, c) anizotropia sprężysta powoduje dodatkowe naprężenia w sąsiedztwie granic ziarn, d) w sąsiedztwie granic ziarn występuje wielokrotny poślizg, a wnętrze ziarna jest zdominowane przez pojedynczy system poślizgu. Wynika z tego, że obszar przyległy do granic ziaren umacnia się w znacznie większym stopniu i tempie od wnętrza ziarna, stąd zmiana nachylenia wykresu powoduje zmianę tzw. współczynnika nachylenia *k* w równaniu Halla-Petcha (rys. 48).

Rozdrobnienie ziarna w sposób istotny wpływa na udarność materiałów metalicznych. Struktura ultradrobnoziarnista, ze względu na mały udział umocnienia odkształceniowego charakteryzuje się obniżeniem udarności rozumianej jako obniżenie energii łamania w wyższych temperaturach (ang. upper shelf energy) (rys. 49) [21] [55].



Rys. 48. Zmiana współczynnika nachylenia k z równania Halla-Petcha przy rozdrobnieniu: żelaza a); i miedzi b); do poziomu ultradrobnoziarnistego [53].



Rys. 49. Energia łamania w funkcji temperatury dla stali ferrytyczno-perlitycznej (F/P), ultradrobnoziarnistej ferrytyczno-cementytowej (Uf-FC), hartowanej (Q) i ulepszanej cieplnie (QT) [56].

Rys. 50. Energia łamania w funkcji temperatury dla stali o różnej wielkości ziarna. d_α – średnia wielkość ziarna; DBTT_{subsize} – temperatura przejścia w stan kruchy [21].

W pracy [56] wykazano, że materiał ultradrobnoziarnisty z dyspersyjnym cementytem charakteryzuje się podobną energią łamania w wyższych temperaturach, jak ten sam materiał o strukturze ferrytyczno-perlitycznej i ziarnie o większej średnicy (rys. 50). Udarność jest również wyższa dla stali ultradrobnoziarnistych w porównaniu do tych samych stali ulepszanych cieplnie, przy zachowaniu podobnych własności wytrzymałościowych.

Dowiedziono, że rozdrobnienie struktury w sposób isototny obniża temperaturę przejścia w stan kruchy [36][37][43][56][57][58]. W pracy [37] przedstawiono analizę wpływu własności plastycznych wraz ze wzrostem zakumulowanego odkształcenia na ciepło gruboziarnistej struktury ferrytyczno- perlitycznej. Wykazano, że do wartości odkształcenia $\varepsilon = 0,7$ następuje silne umocnienie odkształceniowe i towarzyszący mu intensywny rozwój podstruktury. W tym przedziale gwałtownie spada wydłużenie równomierne w próbie rozciągania, nieco wzrasta



Rys. 51. Wykresy: a) wytrzymałości na rozciąganie (TS), dolnej granicy plastyczności (LYS) oraz odkształcenia równomiernego (U.El); oraz b) temperatury przejścia w stan kruchy (vTrs) i energii łamania przy temperaturach -40°C (vE-40°C) i -196°C (vE-196°C); w funkcji odkształcenia zakumulowanego o wartości ε=0,7; 1,5; 2,4; 3,0 oraz 3,8. Odkształcenie zadano w procesie walcowania bruzdowego materiału o początkowej strukturze ferrytyczno-perlitycznej [37].





temperatura przejścia w stan kruchy, a energia łamania w temperaturze -40°C maleje (rys. 51). Wraz z dalszą akumulacją odkształcenia obserwuje się gwałtowny spadek temperatury przejścia w stan kruchy, który jest związany z "wyostrzaniem" się granic i zwiększaniu ich kąta dezorientacji z granic wąskokątowych w szerokokątowe. Wraz z odkształceniem zakumulowanym w zakresie od $\varepsilon = 0,7$ aż do $\varepsilon = 3,8$ obserwuje się ciągły wzrost własności wytrzymałościowych, natomiast wydłużenie równomierne jest niemal niezmienne. Wyraźne różnice obserwuje się natomiast w udarności. W zakresie odkształcenia zakumulowanego $\varepsilon = 1,5$ materiał praktycznie nie wykazuje kruchego przełomu nawet w temperaturze ciekłego azotu (-196°C), natomiast energia łamania przy -40°C osiąga plateau na poziomie ok 250 J. W temperaturze -196°C energia łamania osiąga maksimum przy $\varepsilon = 3$ (ok 100 J), a potem nieznacznie maleje. Przedstawione wyniki wskazują, że rozdrobnienie struktury w istotny sposób obniża temperaturę przejścia w stan kruchy, natomiast niekorzystny wpływ na własności plastyczne wywiera obecność podstruktury i granic wąskokątowych.

Wytrzymałość zmęczeniowa stali o strukturze ultradrobnoziarnistej rośnie równolegle wraz ze wzrostem wytrzymałości i kształtuje się na poziomie zbliżonym do stali ulepszonych cieplnie (rys. 52) [58].

W pracy [59] badano niskowęglową stal ultradrobnoziarnistą o wielkościach ziarna 0,8 i 1 µm. Wykazano znaczny wzrost wytrzymałości zmęczeniowej stali o strukturze rozdrobnionej w porównaniu do struktury gruboziarnistej. Wyniki dla próbki bez karbu były zgodne z regułą Halla-Petcha. W pracy [60] wykazano, że niskowęglowa stal ultradrobnoziarnista o średniej wielkosci ziarna ~1 µm charakteryzuje się niższą niż w strukturze gruboziarnistej progową intensywnością naprężenia dla propagacji pęnięcia ΔK_{th} . Dla średniej i wyższej intensywności naprężenia, przy takim samym naprężeniu średnim stal ultradrobnoziarnistą charakteryzuje niższa prędkość propagacji pęknięcia, niż dla podobnej stali o strukturze ferrytyczno-perlitycznej, jak i tej samej po ulepszaniu cieplnym. Na rys. 53. widać, że przy wyższej intensywności naprężeń pęknięcie zmęczeniowe jest bardziej rozbudowane.

Badania przeprowadzone na ultradrobnoziarnistej stali o zawartości węgla od 0,05 do 0,15% i wielkości ziarna od 0,7 do 0,9 μm wykazały, że rozdrobnienie struktury poprawia wysokocyklową wytrzymałość zmęczeniową, a nie wpływa na niskocyklową [61].



Rys. 53. Zdjęcia SEM profilu pęknięć zmęczeniowych dla stali ultradrobnoziarnistej przy różnej wartości ΔK [60].

3. Modelowanie wpływu bardzo dużych prędkości odkształcenia na własności reologiczne stali

Własności reologiczne metali i stopów opisywane są zazwyczaj za pomocą modeli, które odzwierciedlają zmiany naprężenia uplastyczniającego w funkcji parametrów procesowych przede wszystkim odkształcenia, prędkości odkształcenia i temperatury. Najczęściej przyjmuje się, że podstawową reakcją materiału na zmieniające się warunki odkształcania w opisie jego reologii jest zmiana naprężenia plastycznego płynięcia. Nie opracowano modelu uniwersalnego, który poprawnie opisuje zachowanie się każdego materiału, w każdych warunkach, dlatego powstało wiele modeli reologicznych opartych często na odmiennych założeniach, które zostały opracowane pod kątem różnych zastosowań. Modele te można podzielić na trzy podstawowe grupy: modele empiryczne -analityczne (obliczeniowe), modele empiryczne nie analityczne (np. oparte na sieciach neuronowych) oraz modele oparte na podstawach fizycznych.

W modelach empirycznych naprężenie płynięcia jest zwykle reprezentowane jako funkcja trzech parametrów: odkształcenia, prędkości odkształcenia oraz temperatury, co pozwala na zgrubne przybliżenie wartości naprężenia plastycznego płynięcia w przypadku najczęściej występujących prędkości odkształcenia: $\dot{\varepsilon} < 10^3 s^{-1}$. Podstawowym problemem jest jednak to, że niemal wszystkie parametry równań empirycznych można uznawać za stałe jedynie w niewielkim zakresie wartości ε , $\dot{\varepsilon}$ i T, a do tego wymagają one bardzo dużej ilości danych doświadczalnych. Dlatego modele konstytutywne bazujące na modelach strukturalno-mechanicznych stają się coraz bardziej popularne ponieważ pozwalają przewidywać reologię materiału w znacznie szerszym zakresie zmienności podstawowych parametrów procesu obciążania [12].

Modele bazujące na podstawach fizycznych uwzględniają, poza parametrami procesowymi szerokie spektrum parametrów materiałowych. Obejmują one zakres analizy od skali atomowej, aż do skali makro tj. ośrodka ciągłego. Z tego powodu często równania konstytutywne tych modeli przyjmują rozbudowaną postać. Ich podstawową zaletą jest możliwość uwzględnienia dużej liczby parametrów procesowych jak i materiałowych oraz łatwość ich modyfikacji w razie zaistnienia specyficznych warunków procesu odkształcania, historii odkształcenia, czy działających mechanizmów odkształcenia.

Dobór odpowiedniego modelu reologicznego jest kluczowy dla procesów projektowania, jednak warunkiem koniecznym dla ich właściwej implementacji jest poprawny dobór stałych występujących w wykorzystywanych równaniach oraz walidacja w warunkach rzeczywistych. Modele bazujące w większym stopniu na podstawach fizycznych wymagają większej liczby testów weryfikujących, co w przypadku wielu modeli jest uciążliwe i kosztowne, ale rekompensatą jest większa dokładność odwzorowania warunków rzeczywistych.

Specyfika umacniania się stali mikrostopowych w warunkach obciążeń dynamicznych wymaga, aby poprawnie dobrany model reologiczny uwzględniał przede wszystkim czynnik wrażliwości naprężenia uplastyczniającego na gradient odkształcenia i prędkości odkształcenia, co jest cechą charakterystyczną obciążeń dynamicznych. Równie istotnym jest by model reologiczny uwzględniał charakterystyczne dla stali mikrostopowych dodatkowe mechanizmy umocnienia tj. wydzieleniowy oraz roztworowy. W przypadku podjętego w pracy problemu badawczego kolejnym obszarem analizy modeli reologicznych jest uwzględnienie stopnia rozdrobnienia mikrostruktury.

W kolejnych podrozdziałach opisano przykładowe modele, które w różnym stopniu uwzględniają wymienione wymagania, a przede wszystkim w sposób dostateczny uwzględniają cechy fizyczne metali, czynniki mikrostrukturalne oraz wpływ bardzo dużych prędkości odkształcenia.

3.1. Model Johnsona-Cooka

Model Johnsona-Cooka jest szeroko rozpowszechnionym multiplikatywnym modelem reologicznym, w którym wyznacza się iloczynową postać równania konstytutywnego jako funkcję parametrów procesowych: odkształcenia, prędkości odkształcenia i temperatury [62][63][64].

$$\sigma = f(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) \tag{43}$$

W tym modelu naprężenie uplastyczniające opisane jest następującym równaniem:

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = (A + B\varepsilon^n) \left(1 + C \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) \right) \left(1 - \left(\frac{T - T_R}{T_m - T_R}\right)^m \right)$$
(44)

gdzie A, B, C, n, m są stałymi wyznaczanymi doświadczalnie, T_R T_m są odpowiednio temperaturami odniesienia tzn. temperaturą pokojową oraz temperaturą topnienia.

Fakt, że części równania opisujące poszczególne parametry procesowe są względem siebie niezależne znacznie upraszcza etap doboru stałych, jednak negatywnie wpływa na dokładność modelu. Charakterystyczny jest wąski zakres stosowalności modelu, adekwatny jedynie do zakresu parametrów dla jakich został skalibrowany. Na niedokładność modelu wpływa również brak uwzględnienia historii odkształcenia (a tym samym stanu materiału) w równaniu konstytutywnym.

3.2. Model MTS (Mechanical Threshold Stress)

Zagadnienie zmienności zarówno parametrów procesowych, jak i parametrów materiałowych w trakcie procesu odkształcania zostało uwzględnione w modelu MTS [3][65][66][67]. Model zakłada, że naprężenie płynięcia jest funkcją aktualnych wartości temperatury i prędkości odkształcenia, ale również wewnętrznej zmiennej stanu wyrażonej za pomocą parametru nazwanego naprężeniem progowym - $\hat{\sigma}$ (mechanical threshold stress). Ta wewnętrzna zmienna stanu jest funkcją dwóch składowych: atermicznej (σ_a), która jest niezależna od odkształcenia i cieplnej, na wartość której wpływają zarówno parametry procesowe, jak i historia odkształcenia:

$$\sigma = s(\dot{\varepsilon}, T)\hat{\sigma} \tag{45}$$

Naprężenie progowe jest definiowane jako naprężenie uplastyczniające dla danej mikrostruktury w temperaturze zera bezwzględnego 0 K. Odpowiada ono granicy plastyczności w temperaturze 0 K, zatem w stanie, gdy nie jest aktywowana składowa cieplna naprężenia uplastyczniającego. Wartość naprężenia progowego można wyznaczyć poprzez ekstrapolowanie naprężenia uplastyczniającego mierzonego w warunkach eksperymentu, gdzie temperatura i prędkość odkształcenia jest dobrana tak, aby uzyskać stałą wartość wyrażenia $T \ln\left(\frac{\varepsilon_0}{\varepsilon}\right)$, gdzie $\dot{\varepsilon}_0 = 10^8 s^{-1}$. Zależność ta ma liniowy charakter, a naprężenie progowe wyznacza się w wyniku ekstrapolowania prostej do temperatury 0 K (rys. 54).



Rys. 54. Naprężenie płynięcia w funkcji temperatury i prędkości odkształcenia – na wykresie zaznaczono naprężenie progowe - *ô* (threshold stress).

Dane doświadczalne pozwalają również na wyznaczenie atermicznej składowej naprężenia uplastyczniającego, zatem:

$$\sigma = \sigma_a + (\hat{\sigma} - \sigma_a) \, s(\dot{\varepsilon}, T) \tag{46}$$

Biorąc pod uwagę spadek wartości modułu ścinania *G* wraz ze wzrostem temperatury równanie należy zapisać jako:

$$\frac{\sigma}{G(T)} = \frac{\sigma_a}{G(T)} + s(\dot{\varepsilon}, T) \frac{\hat{\sigma} - \sigma_a}{G_0}$$
(47)

Składowa cieplna wyrażona jest za pomocą współczynnika skalującego s, który można w ogólny sposób opisać jako:

$$s(\dot{\varepsilon},T) = \left[1 - \frac{kT}{G} \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}\right)\right]$$
(48)

Poprzez uwzględnienie kształtu przeszkód opisanych w formie potęgowej zaczerpniętej z równania Kocksa p oraz q (równanie (25)) jakie mogą być pokonane w wyniku aktywacji cieplnej oraz znormalizowanej energii aktywacji (g_0) uwzględnionej w równaniu $G_0 = G(T)b^3g_0$, współczynnik s przyjmuje formę:

$$s(\dot{\varepsilon},T) = \left[1 - \left(\frac{kT}{g_0 b^3 G(T)} \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}\right)\right)^{\frac{1}{q}}\right]^{\frac{1}{p}}$$
(49)

Funkcja *s* jest różna dla opisu składowej pochodzącej od prędkości odkształcenia, temperatury oraz od umocnienia odkształceniowego. Współczynniki s_i , s_e oraz s_{ε} wynikają z mięknięcia temperaturowego, czułości na prędkość odkształcenia oraz umocnienia odkształceniowego i oblicza się je za pomocą następujących równań:

$$s_i = \left[1 - \left(\frac{k T}{g_{0i}b^3 G(T)} ln \frac{\dot{\varepsilon}_{0i}}{\dot{\varepsilon}}\right)^{\frac{1}{q_i}}\right]^{\frac{1}{q_i}}$$
(50)

$$s_p = \left[1 - \left(\frac{k\,T}{g_{0i}b^3G(T)}\ln\frac{\dot{\varepsilon}_{0p}}{\dot{\varepsilon}}\right)^{\frac{1}{q_p}}\right]^{\frac{1}{p_p}}$$
(51)

$$s_{\varepsilon} = \left[1 - \left(\frac{k T}{g_{0i} b^3 G(T)} ln \frac{\dot{\varepsilon}_{0\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}} \right)^{\frac{1}{q_{\varepsilon}}} \right]^{\frac{1}{p_{\varepsilon}}}$$
(52)

Ostatecznie model przyjmuje postać równania konstytutywnego:

$$\frac{\sigma}{G(T)} = \frac{\sigma_a}{G(T)} + s_i(\dot{\varepsilon}, T) \frac{\hat{\sigma}_i}{G_0} + s_p(\dot{\varepsilon}, T) \frac{\hat{\sigma}_p}{G_0} + s_\varepsilon(\dot{\varepsilon}, T) \frac{\hat{\sigma}_\varepsilon}{G_0}$$
(53)

gdzie:

 $\hat{\sigma}_i$ - związane jest z umocnieniem roztworowym

 $\hat{\sigma}_p$ - związane jest z interakcją dyslokacji z przeszkodami Peierlsa-Nabarro

Umocnienie odkształceniowe natomiast wynika ze zmodyfikowanego prawa Voce'a:

$$\frac{d\hat{\sigma}_{\varepsilon}}{d\varepsilon} = \theta_{II}(\dot{\varepsilon}) \left(1 - \frac{\hat{\sigma}_{\varepsilon}}{\hat{\sigma}_{\varepsilon S}(\dot{\varepsilon}, T)} \right)^{\kappa} + \theta_{IV}$$
(54)

gdzie:

- θ_{II} wielkość umocnienia pochodząca od przeszkód bliskiego zasięgu
- θ_{IV} wielkość umocnienia odpowiadająca obszarowi IV na wykresie Campbella i Fergusona (rys. 6)
- κ stałą materiałowa mieszcząca się w zakresie $1\div 5$

Model MTS uważany jest za jeden z najdokładniejszych modeli reologicznych, jednak jego powszechne zastosowanie jest ograniczone, ze względu na konieczność wykonania dużej ilości precyzyjnych testów kalibrujących koniecznych do wyznaczenia wszystkich stałych równań konstytutywnych i parametrów procesowych.

3.3. Model Zerilli'ego-Armstronga

U podstaw modelu Zerilli'ego – Armstronga (Z-A) [68] leży fakt, iż metale o sieci krystalicznej RSC wykazują znaczne zróżnicowanie czułości na prędkość odkształcenia w porównaniu z metalami o sieci RPC. Z powodu odmiennego zachowania się metali krystalizujących w tych sieciach model zakłada istnienie dwóch różnych równań konstytutywnych opisujących reologię dla każdego rodzaju metalu o innej sieci krystalicznej. Podstawą modelu jest teoretyczny opis aktywowanego cieplnie ruchu dyslokacji, a zatem decydującym o zachowaniu się materiału jest oddziaływanie dyslokacji z przeszkodami bliskiego zasięgu. W metalach o sieci RSC dominującym mechanizmem

utrudniającym ruch dyslokacji jest pokonywanie przez nie tzw. lasu dyslokacji. Dla metali o sieci RPC z kolei podstawową przeszkodą jest pokonanie naprężeń Peierlsa-Nabarro.

W modelu Z-A dokonuje się podstawowego podziału na składową atermiczną i składową cieplną naprężenia uplastyczniającego:

$$\sigma = \sigma_a(struktura) + \sigma^*(\dot{\varepsilon}, T, struktura)$$
(55)

Cześć atermiczną wyznacza się poprzez badania plastometryczne w wysokich temperaturach, natomiast wpływ wielkości ziarna został w modelu uwzględniony poprzez implementację równania Halla-Petcha. Różny charakter wpływu wielkości ziarna w zależności od rodzaju sieci krystalicznej został uwzględniony w parametrze k_y w równaniu Halla-Petcha. Stała ta jest miarą skłonności do spiętrzania dyslokacji w trakcie odkształcania, a tym samym opisuje zdolność rozprzestrzeniania się poślizgu poprzez granice ziaren. W metalach o sieci RPC współczynnik ten ma znacząco wyższą wartość niż w metalach o sieci RSC [3].

Różnice w opisie składowej cieplnej naprężenia uplastyczniającego dla sieci wynikają z różnicy powierzchni aktywacji, czyli powierzchni objętej przez dyslokację podczas pokonywania przeszkody, odpowiednio dla sieci RPC i RSC. W metalach o sieci RPC powierzchnia aktywacji jest stała, natomiast w metalach o sieci RSC zmienia się i zależy od wielkości odkształcenia. Charakter zmiany powierzchni aktywacji kształtuje się proporcjonalnie do $\varepsilon^{1/2}$.

Składową cieplną naprężenia uplastyczniającego można przedstawić za pomocą zależności:

$$\sigma^* = \frac{M\Delta G_0}{Ab} \exp(-\beta T)$$
(56)

gdzie:

M – współczynnik orientacji Schmidta

 ΔG_0 – wysokość bariery energii swobodnej w temperaturze 0 K

A – powierzchnia aktywacji

b – wektor Burgersa

 β – parametr zależny od odkształcenia i prędkości odkształcenia

Parametr β za pomocą stałych c_3
i c_4 wyraża wpływ prędkości odkształcenia w
g równania:

$$\beta = -c_3 + c_4 \ln \dot{\varepsilon} \tag{57}$$

Zatem wyrażając stałe materiałowe zależnie od sieci krystalicznej, dla RPC - c_1 , a dla RSC - c_2 , składową cieplną naprężenia uplastyczniającego można zapisać w formie:

dla RPC
$$\sigma^* = c_1 \exp(-c_3 T + c_4 T \ln \dot{\varepsilon})$$
(58)

dla RSC
$$\sigma^* = c_2 \varepsilon^{1/2} \exp(-c_3 T + c_4 T \ln \dot{\varepsilon})$$
(59)

Dla metali o strukturze sieci krystalicznej RPC został dodatkowo uwzględniony wzrost umocnienia odkształceniowego poprzez wprowadzenie stałej c_5 i wykładnika umocnienia n umieszczonych w równaniu Ludwika: $\Delta \sigma = c_5 \varepsilon^n$.

Ostateczna forma dwóch równań konstytutywnych modelu dla omówionych rodzajów sieci krystalicznej przyjmuje postać:

• Dla sieci RPC

$$\sigma = \sigma_a + c_1 \exp(-c_3 T + c_4 T \ln \dot{\varepsilon}) + c_5 \varepsilon^n + k_y d^{-1/2}$$
(60)

• Dla sieci RSC

$$\sigma = \sigma_a + c_2 \varepsilon^{1/2} \exp(-c_3 T + c_4 T \ln \dot{\varepsilon}) + k_v d^{-1/2}$$
(61)

Model ten jest silnie oparty na podstawach fizycznych i uwzględnia szeroki zakres zjawisk mikrostrukturalnych, stąd wysoka dokładność otrzymywanych wyników. Dodatkowym jego atutem jest względnie duża podatność na modyfikacje, co wynika z addytywnego charakteru równań konstytutywnych.

Istotnym ograniczeniem modelu dla metali o strukturze sieci krystalicznej RPC jest, że część pochodząca od równania Ludwika, czyli część opisująca umocnienie odkształceniowe jest niezależna od temperatury i prędkości odkształcenia. Z tej przyczyny model, choć z dobrą dokładnością przewiduje granicę plastyczności, to przewidywane umocnienie odkształceniowe w zakresie plastycznego płynięcia często różni się od rzeczywistego.

3.4. Model KHL (Khan Huang Liang)

Model KHL (Khan Huang Liang) [69] został opracowany na podobnych założeniach co model **Bodnera-Partoma** [70]. Równanie konstytutywne opisuje model ciała sprężysto – lepkoplastycznego z umocnieniem odkształceniowym, z uwzględnieniem historii obciążenia. Model uwzględnia fakt, że na całkowite odkształcenie składa się zarówno część sprężysta, jak i plastyczna. Są one opisane w postaci osobnych składowych, które są funkcją zmiennych stanu na każdym etapie obciążania i odciążania. Model jest niezależny od jakichkolwiek kryteriów plastyczności, jak również warunków obciążenia i odciążenia [69]. Umocnienie odkształceniowe jest wyrażone poprzez wprowadzenie pracy odkształcenia plastycznego jako reprezentacji zmiany stanu. Model został opracowany pod kątem zastosowania w szerokim zakresie prędkości odkształcenia ($10^{-5}s^{-1} \div 10^{4}s^{-1}$) oraz temperatury.

W pierwotnej formie równanie konstytutywne przedstawiono jako [71]:

$$\sigma = \left[A + B\left(1 - \frac{\ln \dot{\varepsilon}}{\ln D_0^p}\right)^{n_1} \varepsilon^{n_0}\right] e^{C \ln \dot{\varepsilon}} (1 - T^{*m})$$
(62)

gdzie:

$$T^* = \left(\frac{T - T_r}{T_m - T_r}\right)$$

 T_m – temperatura topnienia

 T_r – temperatura odniesienia

T – aktualna temperatura

 n_1 , n_0 , A, B, C, m – stałe materiałowe

 $D_0^p = 10^6 s^{-1}$ – stała wartość odniesienia

Dalszy rozwój modelu [72] pozwolił na lepsze odwzorowanie zależności umocnienia odkształceniowego od odkształcenia, prędkości odkształcenia i temperatury, a także poprzez wprowadzenie do równania konstytutywnego zależności Halla-Petcha umożliwił uwzględnienie wpływu wielkości ziarna [73]. W celu dostosowania modelu do poprawnego opisu materiałów o mikrostrukturze silnie rozdrobnionej tj. do poziomu nanometrycznego, zastosowano kolejną

modyfikację, w której uwzględniono bi-liniową zależność Halla-Petcha [74]. Równanie konstytutywne z uwzględnieniem modyfikacji przedstawiono w formie:

$$\sigma = \left(a + \frac{k}{\sqrt{d}}\right) \left[1 + \frac{B}{a} \left(1 - \frac{\ln \dot{\varepsilon}}{\ln D_0^p}\right)^{n_1} \varepsilon^{n_0}\right] \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}^*}\right)^C \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_r}\right)^m \tag{63}$$

gdzie:

a i *k* – stałe materiałowe otrzymane z bi-liniowej zależności Halla-Petcha przy $\dot{\varepsilon}^* = 1s^{-1}$ dla materiału o wielkości ziarna 60 nm

 n_1 , n_0 , B, C, m – stałe materiałowe

 $\dot{\varepsilon}$ – aktualna prędkość odkształcenia

Bi-liniowość zależności Halla-Petcha (rys. 55) odzwierciedla zmianę charakteru przyrostu granicy plastyczności wraz z rozdrobnieniem struktury, tzn. odejście od liniowego przyrostu umocnienia który obowiązuje dla mikrostruktury gruboziarnistej. Przedstawienie tej zależności jako bi-liniowej odzwierciedla zjawisko gwałtownego wzrostu granicy plastyczności wraz z rozdrobnieniem struktury w zakresie nanometrycznym (patrz również rys. 47)



Rys. 55. Granica plastyczności (σ_Y) w funkcji pierwiastka średniej średnicy ziarna ($d^{-0,5}$) dla nanokrystalicznego żelaza przy prędkości odkształcenia 10⁻⁴ s⁻¹; aproksymowane dla liniowej oraz dla bi-liniowej zależności Halla-Petcha [74].

Dalszego rozwoju modelu dokonano [75][76] poprzez zastąpienie zmodyfikowanej bi-liniowej zależności Halla-Petcha równaniem zaproponowanym w [77]. Uwzględniono tym samym rozwój mikrostruktury w trakcie odkształcenia na drodze (przedstawionej w poprzednim rozdziale 2.3.) rekrystalizacji in-situ tj. powstawania podstruktury dyslokacyjnej, a następnie "wyostrzania" się granic i przekształcania się ich z wąskokątowych na szerokokątowe. Podejście to umożliwia uwzględnienie w modelu tzw. odwróconej zależności Halla-Petcha, zgodnie z którą przy rozdrobnieniu struktury do pewnego poziomu nie następuje dalszy wzrost granicy plastyczności. Zjawisko to opisano wcześniej w podrozdziale 2.3. Po takiej modyfikacji pierwszy człon równania został zastąpiony równaniem:

$$\sigma_d = a + M\alpha G b \sqrt{3b D_B \theta_{LAB} (1-f)} + k \sqrt{D_B f}$$
(64)

gdzie:

M i α – stałe materiałowe

b – wektor Burgersa

G – moduł ścinania

f – gęstość granic szerokokątowych

 θ_{LAB} – średni kąt dezorientacji granic wąskokątowych

D_B – średnia odległość między granicami mierzona metodą siecznych

Ostatecznie równanie konstytutywne zmodyfikowanego modelu KHL przyjmuje postać:

$$\sigma = \left[a + M\alpha G b \sqrt{3b D_B \theta_{LAB} (1 - f)} + k \sqrt{D_B f} \right] \\ * \left[1 + \frac{B}{a} \left(1 - \frac{\ln \dot{\varepsilon}}{\ln D_0^p}\right)^{n_1} \varepsilon^{n_0}\right] \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}^*}\right)^C \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_r}\right)^m$$
(65)

Model KHL wykazuje dużą zgodność z wynikami doświadczalnymi, a przy tym charakteryzuje się względną łatwością w zastosowaniu. W podstawowej formie wymaga niewielkiego nakładu pracy na wyznaczenie stałych i poprawnie przewiduje zachowanie się materiałów w szerokim zakresie wielkości ziarna. Dzięki podatności na dalsze modyfikacje dodatkowo uzyskano poprawę dokładności przewidywanego naprężenia uplastyczniającego dla materiałów o strukturze rozdrobnionej do poziomu nanometrycznego, jednak kosztem zwiększenia nakładu pracy na kalibrację parametrów modelu.

4. Cel i teza pracy

Materiały konstrukcyjne o strukturze silnie rozdrobnionej znajdują się w obszarze zainteresowania zarówno świata nauki, jak i przemysłu przede wszystkim ze względu na unikatowe w stosunku do tradycyjnych materiałów konstrukcyjnych własności mechaniczne i eksploatacyjne. Szereg atrakcyjnych, z punktu widzenia różnych obszarów zastosowań, własności i właściwości materiałów ultradrobnoziarnistych uwidacznia się dopiero wraz ze zwiększonym stopniem rozdrobnienia podstawowych składników strukturalnych. Dobrze poznane i opisane efekty towarzyszące zmniejszeniu wielkości ziarna w metalach i ich stopach np. umocnienie mechanizmem Halla-Petcha, czy zjawisko obniżenia temperatury przejścia w stan kruchy są na tyle istotne z punktu widzenia potencjału aplikacyjnego, że koniecznym jest poszerzanie stanu wiedzy na ten temat. Już obecnie, ale przede wszystkim w najbliższej przyszłości, ze względu na intensywny rozwój inżynierii materiałów ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych dodatkowym, bardzo ważnym obszarem zastosowania tego typu materiałów może stać się obszar zminiaturyzowanych narzędzi i urządzeń. W tym wypadku ze względu na bardzo małe wymiary wyrobu obecnie stosowane materiały konstrukcyjne powodują problemy z uzyskaniem odpowiedniej jakości powierzchni i dokładności wymiarowej, ale przede wszystkim wykazują wysoką anizotropię własności. Kolejnym, istotnym obszarem możliwych zastosowań efektów realizacji pracy jest możliwość oceny oraz prognozowania związków pomiędzy stopniem rozdrobnienia mikrostruktury, mechanizmami umocnienia roztworowego oraz wydzieleniowego, a warunkami obciążenia dynamicznego, tj. bardzo dużymi $(\dot{\epsilon} > 1000s^{-1})$ prędkościami odkształcenia. Wiadomym jest, że dokładność stosowanych w symulacjach numerycznych modeli reologicznych, w tym również wrażliwość na prędkość odkształcenia materiałów konstrukcyjnych jest silnie zależna od właściwego odwzorowania roli prędkości odkształcenia. Zagadnienie to otwiera nowy obszar badawczy w przypadku materiałów ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych.

Zwiększenie stopnia rozdrobnienia podstawowych składników strukturalnych, przede wszystkim ziaren-krystalitów niesie ze sobą pewne ograniczenia, których zniesienie lub przynajmniej dogłębne poznanie, pozwoli w sposób bardziej przewidywalny wykorzystać zalety oferowane przez tę grupę nowoczesnych materiałów konstrukcyjnych. Jednym z fundamentalnych problemów w zastosowaniu materiałów o strukturze silnie rozdrobnionej jest gwałtowna utrata plastyczności pojawiająca się przy redukcji wielkości ziarna poniżej 1 µm. Kolejną niewiadomą jest wrażliwość materiałów ultradrobnoziarnistych lub nanokrystalicznych umocnionych cząstkami faz obcych np. dyspersyjnymi wydzieleniami na prędkość odkształcenia.

• Cel pracy

Celem głównym pracy jest badanie związków pomiędzy silnie rozdrobnioną mikrostrukturą, umocnioną dyspersyjnymi cząstkami wydzieleń, a własnościami mechanicznymi w warunkach działania obciążeń dynamicznych. Cel ten wynika z założenia, że wprowadzenie do mikrostruktur ultradrobnoziarnistych dodatkowych mechanizmów umocnienia w postaci umocnienia od dyspersyjnych cząstek faz obcych, jak również wielofazowość badanych materiałów umożliwi poprawę własności wytrzymałościowych i plastycznych.

• Teza pracy:

Umocnienie dyspersyjnymi cząstkami wydzieleń materiałów ultradrobnoziarnistych i nanostrukturalnych pozwala na istotną poprawę ich własności mechanicznych w warunkach działania bardzo dużych prędkości odkształcania.

5. Badania własne

Ideę główną badań podjętych w ramach niniejszej pracy ujęto schematycznie na rys. 56. Polegała ona na analizie wpływu wzajemnego oddziaływania mechanizmów umocnienia pochodzących od rozdrobnienia mikrostruktury do poziomu ultradrobnoziarnistego oraz umocnienia cząstkami dyspersyjnymi na własności mechaniczne materiału w warunkach obciążeń dynamicznych.



Rys. 56. Schematyczne przedstawienie obszaru badawczego.

Zastosowana metodyka badawcza obejmowała dwa zasadnicze etapy. Pierwszy z nich pozwolił na wytworzenie materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, a następnie poddanie ich analizie mikrostrukturalnej. W drugim etapie badano własności mechaniczne materiałów wytworzonych w pierwszym etapie. Badania te wykonywano w różnych warunkach, tj. schematach stanu obciążenia oraz prędkości odkształcenia.

Plan badań obejmował:

- ✓ wytworzenie materiałów ultradrobnoziarnistych i nanostrukturalnych metodami "top-down" tj. na drodze dużej akumulacji odkształcenia plastycznego (procesów SPD): ciągnienie wielostopniowe w zakresie prędkości odkształcenia od 0,1 s⁻¹ do 1000 s⁻¹ z odkształceniem całkowitym $\varepsilon > 4,3$, wieloosiowe ściskanie - test MaxStrain z całkowitymi odkształceniami: $\varepsilon = 10$ i $\varepsilon = 20$,
- ✓ wytworzenie w specjalnych procesach przeróbki cieplno-plastycznej (procesy ATP) struktur ultradrobnoziarnistych, bimodalnych i wielofazowych,
- ✓ pełną charakterystykę wytworzonych materiałów obejmującą analizę mikrostrukturalną, badania własności mechanicznych, tekstury i niejednorodności mikrostrukturalnej,
- ✓ badania reakcji mechanicznej badanych materiałów w warunkach udarowych na młocie Charpy'ego oraz dla bardzo dużych prędkości odkształcania (500-2000 s⁻¹), przy wykorzystaniu młota spadowego i dynamicznych testów rozciągania,
- ✓ opracowanie charakterystyki mechanicznej w postaci krzywych plastycznego płynięcia dla badanych materiałów o różnym odkształceniu zakumulowanym z wykorzystaniem stanowiska SHPB,
- ✓ analizę mechanizmów umocnienia aktywowanych w badanych materiałach w warunkach niejednorodnej propagacji fali naprężeń i odkształceń z wykorzystaniem udarowych testów Taylora.

- ✓ charakterystykę zależności pomiędzy stopniem rozdrobnienia mikrostruktury a morfologią pustek (voids) wywołanych akumulacją impulsowych naprężeń rozciągających wytworzonych podczas tzw. "spall testu",
- ✓ analizę i dokumentację efektów strukturalnych będących odpowiedzią badanych materiałów na zadane obciążenie,
- ✓ analizę teoretyczną otrzymanych wyników i opracowanie modelu opisującego wpływ rozdrobnienia mikrostruktury na własności mechaniczne stali mikrostopowych ferrytycznych

i austenitycznych, umocnionych dyspersyjnymi cząstkami faz obcych, odkształcanych w warunkach obciążeń dynamicznych.

5.1. Materiał badawczy

Materiały wykorzystane do badań to stale z mikrododatkami stopowymi. Skład chemiczny badanych materiałów przedstawiono w tablicy 1. Stal ferrytyczna X70 (wg standardu API) w stanie początkowym znajdowała się w formie blachy o grubości 14,65 mm otrzymanej w wyniku walcowania z obróbką cieplno-plastyczną. Stal ferrytyczna M_F (Mikrostopowy Ferryt) w stanie początkowym dostarczona była w formie pręta kwadratowego □40 mm otrzymanego w wyniku walcowania na gorąco oraz walcówki ϕ 6,5 mm również wyprodukowanej z tego samego wytopu jednak w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej w postaci walcowania z kontrolowanym chłodzeniem. Stal austenityczna M_A (Mikrostopowy Austenit) w stanie początkowym została dostarczona w formie blachy o grubości 22,5 mm wytworzonej w procesie walcowania na gorąco oraz w postaci walcówki ϕ 6,5 mm z tego samego wytopu wykonanego na potrzeby niniejszej pracy. Struktury początkowe badanych stali przedstawiono na rys. 57.

Materiał	С	Mn	Si	Ni	Мо	Nb	Ti	V	Al	Ν	Fe
X70	0,06	1,62	0,3	0,22	0,08	0,057	0,02	0,046	0,037	0,0063	Bal.
M_F	0,07	1,36	0,27	0,08	0,02	0,067	0,031	-	0,02	0,0098	Bal.
M_A	0,047	1,64	0,3	30,81	-	0,05	0,002	-	0,005	-	Bal.

Tablica 1. Skład chemiczny materiału badawczego.



Rys. 57. Mikrostruktura początkowa materiałów badawczych.

Stal M_F wybrano ze względu na korzystne połączenie wysokich własności wytrzymałościowych - wynikających z oddziaływania licznych mechanizmów umocnienia - z bardzo dobrymi własnościami plastycznymi. Obecność pierwiastków mikrostopowych (Nb i Ti) zapewnia wystąpienie mechanizmu umocnienia wydzieleniowego, a także pośrednio oddziałuje na umocnienie od granic ziarn w wyniku intensyfikacji zjawiska rozdrobnienia struktury w wyniku zatrzymania rekrystalizacji i umocnienia odkształceniowego austenitu podczas walcowania z obróbką cieplno-plastyczną. Dodatki Mn i Si zapewniają umocnienie roztworowe stali, a zawartość węgla jest na tyle wysoka, że w strukturze obecny jest perlit, który wnosi wkład do umocnienia wielofazowego. Skład oraz morfologia składników mikrostruktury stali sprawiają, że nadaje się ona do dalszej przeróbki plastycznej na zimno.

Stal M_A jest stopem modelowym opracowanym dla stali mikrostopowych. Ze względu na wysoką zawartość niklu ma ona w temperaturze pokojowej strukturę sieci krystalicznej RSC. Skład chemiczny stopu został tak dobrany, aby w wysokich temperaturach, w których stale mikrostopowe przechodzą w zakres austenityczny, stop modelowy charakteryzował się podobną wartością EBU. Dzięki temu po "zamrożeniu" mikrostruktury możliwe jest obserwowanie efektów mikrostrukturalnych zachodzących w wysokich temperaturach. Stop uznano za odpowiedni materiał badawczy dla oceny wpływu rodzaju sieci krystalicznej, jako porównawczy dla stali M_F.

Stal X70 wykorzystano do badań, ze względu na podobieństwo składu chemicznego do stali M_F (co w założeniu powinno zapewnić podobieństwo efektów strukturalnych), a jednocześnie jest to powszechnie stosowany materiał, który szczególnie często stosowany jest w przemyśle wydobywczym jako stal przeznaczona do budowy rurociągów. Z tego względu wybrana stal w postaci wyrobu płaskiego - blachy po walcowaniu na gorąco, pozwoliła na ocenę możliwości aplikacyjnych prezentowanych wyników badań.

5.2. Zastosowane techniki badawcze

5.2.1. Procesy odkształcania

5.2.1.1. System MaxStrain

Do wytworzenia materiałów ultradrobnoziarnistych metodą silnej akumulacji odkształcenia (SPD) wykorzystano system MaxStrain, który stanowi wyposażenie symulatora termomechanicznego Gleeble 3800. Badania wykonano w Instytucie Metalurgii Żelaza w Gliwicach. Metodyka badań przedstawiona została w podrozdziale 2.3.

5.2.1.2. Ciągnienie wielostopniowe

Wielostopniowe ciągnienie wykonano w dwóch etapach w laboratorium Katedry Plastycznej Przeróbki Metali WIMiIP AGH. W pierwszym etapie proces ciągnienia walcówki ze średnicy \$\overline{6,5} mm na drut o średnicy \$\overline{1}\$ mm odbywał się na ciągarce ławowej z zastosowaniem optymalnych dla realizacji procesu ciągnienia parametrów procesowych. W kolejnym etapie wytworzone druty ciągniono na ciągarce bębnowej, która umożliwiła osiągnięcie liniowej prędkości ciągnienia w zakresie 10÷1500 mm/s.

5.2.1.3. Walcowanie z przeróbką cieplno-plastyczną

Proces walcowania przeprowadzono na walcarce laboratoryjnej typu kwarto znajdującej się na wyposażeniu laboratorium walcowniczego Katedry Plastycznej Przeróbki Metali WIMiIP AGH, o średnicy walców roboczych ¢100 mm i walców oporowych ¢400 mm. Szerokość beczek walców wynosiła 200 mm. Walcarka umożliwia osiągnięcie liniowej prędkości walcowania 0,66 m/s.

5.2.2. Badania mikrostrukturalne

Badania dylatometryczne wykonano na dylatometrze odkształceniowym BÄHR DIL 805 A/D znajdującym się na wyposażeniu Instytutu Przeróbki Plastycznej Metali TUB Freiberg, który umożliwia zarówno nagrzewanie (indukcyjnie), jak i chłodzenie (sprężonym azotem) z prędkością do 100 K/s oraz odkształcenie z prędkością liniową ściskania do 200 mm/s.

Obserwację mikrostruktury wykonano na próbkach szlifowanych, a następnie polerowanych zawiesiną tlenku glinu. Próbki do badań EBSD polerowano dodatkowo zawiesiną krzemionki koloidalnej. Próbki trawione były przy pomocy 3% nitalu. Cienkie folie przygotowano poprzez trawienie chłodzonym do temp. 10°C roztworem kwasu chlorowego (VII) z etanolem w stosunku 1:10. Lamele wycinano techniką FIB na mikroskopie SEM/Ga-FIB FEI Helios NanoLab™ 600i w Laboratorium Naukowo-Badawczym Nanores we Wrocławiu.

Zdjęcia mikrostruktury wykonano na mikroskopie optycznym Zeiss Axio Imager M1m i Reichert Metavar. Badania techniką EBSD wykonano na mikroskopie skaningowym FEI Nova NanoSEM 450,

a obserwację przełomów na próbkach udarnościowych na mikroskopie FEI Inspect S50, znajdującymi się na wyposażeniu Katedry Inżynierii Powierzchni i Analiz Materiałów WIMiIP AGH w Krakowie. Obserwacje mikrostruktury w Międzynarodowym Centrum Mikroskopii Elektronowej dla Inżynierii Materiałowej na AGH wykonano z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego z działem z emisją polową w Zeiss Merlin Gemini II, natomiast obserwacje metodą elektronowej mikroskopii prześwietleniowej wykonano na mikroskopach FEI Tecnai G2 20 TWIN oraz JEOL JEM-2010ARP.

Analizę rentgenowską wykonano w Katedrze Metaloznawstwa i Metalurgii Proszków WIMiIP AGH, przy pomocy dyfraktometru rentgenowskiego Bruker AXS D8 Advance z lampą kobaltową generującą promieniowanie rentgenowskie o długości fali 1,7902Å.

5.2.3. Badania wytrzymałościowe

Badania wytrzymałościowe w warunkach quasi-statycznych wytworzonych materiałów wykonano na maszynach wytrzymałościowych Instron 4502 i Zwick Z250. Analizę pól przemieszczeń i odkształceń w trakcie badań wykonano przy pomocy systemu do cyfrowej korelacji obrazu Q400 (Digital Image Correlation – DIC). Badania wykonano w Katedrze Przeróbki Plastycznej Metali WIMiIP AGH.

Badania udarności wykonano przy pomocy młota Charpy'ego o energii łamania 294,2 Nm (30 kpm). Ściskanie w warunkach udarowych wykonano na młocie spadowym o maksymalnej wysokości zrzutu bijaka 9m. Badania wykonano w Katedrze Plastycznej Przeróbki Metali AGH.

Badania w warunkach bardzo dużych prędkości odkształcenia dla próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej przeprowadzono na Wojskowej Akademii Technicznej w Warszawie z wykorzystaniem techniki dzielonego pręta Hopkinsona (Split Hopkinson Pressure Bar – SHPB).

Badania dla wyższych prędkości odkształcenia wykonano w Los Alamos National Laboratory, Los Alamos NM USA z wykorzystaniem testu dzielonego pręta Hopkinsona (Split Hopkinson Pressure Bar - SHPB), testu Taylora oraz Spall test.

Wszystkie ww. badania wykonano na potrzeby niniejszej pracy. Opis zastosowanych metod badania własności wytrzymałościowych w warunkach obciążeń dynamicznych przedstawiono w kolejnych podrozdziałach.

5.2.3.1. Młot Charpy'ego

Próba udarności z wykorzystaniem młota Charpy'ego polega na tym, że próbka z naciętym karbem łamana jest w wyniku uderzenia łba wahadła młota. Wahadło podniesione na wysokość h (rys. 58) posiada pewną energię potencjalną. W wyniku zwolnienia blokady wahadła uderza ono w próbkę umieszczoną w najniższym miejscu ruchu wahadła, gdzie osiąga ono maksymalną energię kinetyczną. Prędkość uderzenia zależna jest od długości ramienia wahadła, a energia uderzenia zależy jeszcze dodatkowo od masy łba wahadła.



Rys. 58. Schematyczne przedstawienie młota Charpy'ego i wartości charakterystycznych dla próby udarności.

Próbka o znormalizowanych wymiarach ulega złamaniu (lub nie, jeśli energia uderzenia jest zbyt mała – wtedy próba uznana jest na nieważną) w wyniku uderzenia łba wahadła. Złom próbki pochłania część energii uderzenia. Wahadło resztę energii kinetycznej w dalszym ruchu zamienia na energię potencjalną. Poprzez pomiar wysokości h_1 określa się energię pozostałą po złomie próbki. Zatem energia łamania próbki to różnica energii początkowej wahadła i jego energii po złomie próbki. Wartość tej energii w przeliczeniu na pole powierzchni pod karbem jest określane jako praca łamania i jest wartością udarności, charakterystyczną dla danego materiału.

5.2.3.2. Młot spadowy

Młot spadowy jest urządzeniem, które służy do badania zachowania się materiałów w warunkach oddziaływania obciążenia przez swobodnie spadający bijak młota (rys. 59). Konstrukcja urządzenia zapewnia ruch bijaka jedynie poprzez jeden stopień swobody – w osi pionowej. Energię z jaką obciążana jest próbka wyznacza się poprzez zamianę energii potencjalnej wynikającej z masy bijaka młota oraz wysokości z jakiej ten bijak jest swobodnie zrzucany, na energię kinetyczną.



Rys. 59. Schematyczne przedstawienie zasady działania młota spadowego
Prosta konstrukcja urządzenia pozwala na zastosowanie pewnych modyfikacji stanowiska pomiarowego. Poprzez zastosowanie kowadła z tensometrycznym czujnikiem siły możliwe jest rejestrowanie przebiegu siły w czasie, podczas odkształcania próbki powodowanego uderzeniem bijaka młota. Inną modyfikacją może być zastosowanie ograniczników, które uniemożliwiają odkształcenie próbki do wysokości końcowej próbki nie mniejszej, niż założona przed próbą.

Zorganizowane w ten sposób stanowisko pomiarowe umożliwia zatem badanie odpowiedzi mechanicznej materiałów w szerokim zakresie zadanego odkształcenia oraz prędkości odkształcenia.

5.2.3.3. Metoda dzielonego pręta Hopkinsona - SHPB

Podwaliny pod tą technikę badawczą położył Bertram Hopkinson w 1914r. [78], a we współczesnej formie opracowana została przez Kolsky'ego w 1949 r. [79], stąd często nazywana jest również metodą pręta Kolsky'ego. Opiera się ona na pomiarze fal naprężeń w układzie liniowo usytuowanych prętów, pomiędzy którymi umieszczona jest próbka. Schematycznie układ ten przedstawiony jest na rys. 60.



Rys. 60. Schematyczne przedstawienie układu do badań metodą dzielonego pręta Hopkinsona – SHPB.

Bijak, najczęściej wystrzeliwany za pomocą działa gazowego, uderzając w pręt padający (incident bar) wywołuje w nim impuls naprężenia. Profil fali naprężeń jest mierzony za pomocą czujników tensometrycznych przyklejonych do powierzchni pręta. Fala dalej częściowo jest przekazywana do próbki, a w części odbija się od powierzchni swobodnej pręta oraz powierzchni granicznej pręt-próbka. W wyniku przemieszczania się fali przez próbkę ulega ona odkształceniu. Fala naprężeń przekazywana jest znów dalej na pręt przekazujący, gdzie jej profil jest mierzony podobnie jak w pręcie padającym. Na podstawie porównania trzech zmierzonych fal (fala padająca, fala odbita i fala przekazana) można wyznaczyć krzywą plastycznego płynięcia badanego materiału oraz przebieg zmian prędkości odkształcenia w czasie.

Technika ta jest szeroko rozpowszechniona jako bardzo użyteczna metoda wyznaczania własności mechanicznych materiałów w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych. Pozwala ona na osiągnięcie prędkości odkształcenia w zakresie od $10^2 s^{-1} \div 10^4 s^{-1}$. Liczne modyfikacje metody pozwoliły na zastosowanie również odmiennego schematu obciążeń, tj. rozciągania, skręcania oraz ścinania.

5.2.3.4. Test Taylora

Pod koniec lat 30-tych XX wieku Geoffrey Taylor opracował metodę służącą ocenie wytrzymałości materiałów poddanych obciążeniom dynamicznym podczas ściskania. Została ona opublikowana dopiero po zakończeniu II Wojny Światowej w pracach [80][81]. Metoda ta polega na wystrzeleniu próbki walcowej z określoną, dużą prędkością w kierunku sztywnej tarczy. Ocenę stanów mechanicznych dla danej prędkości początkowej oraz stopnia odkształcenia plastycznego dokonuje się na podstawie pomiaru całkowitej długości próbki po zderzeniu z tarczą oraz na podstawie długości strefy nieodkształconej, zgodnie z równaniem:

$$\sigma = \frac{\rho V^2 (L - X)}{2(L - L_1) \ln(L - X)}$$
(66)

gdzie:

 ρ – gęstość materiału próbki V – prędkość zderzenia próbki z tarczą, L, X, L₁ – jak na rys. 61



Rys. 61. Schematyczne przedstawienie testu Taylora.

Test Taylora jest powszechnie wykorzystywaną techniką badawczą, jednak rzadko stosuje się ją w celu wyznaczania naprężenia płynięcia, ze względu na niejednorodność odkształcenia występującą w próbie. Niemniej jednak, ze względu na szeroki zakres odkształceń, prędkości odkształceń oraz efektów cieplnych oddziałujących również na mikrostrukturę badanych materiałów próba ta jest bardzo użyteczna w analizie własności reologicznych materiałów poddawanych obciążeniom udarowym oraz w walidacji różnych modeli konstytutywnych [82].

W trakcie zderzenia próbki z tarczą odkształcenie odbywa się na drodze propagacji fal naprężeń. W momencie zetknięcia się czoła próbki z powierzchnią tarczy, w kierunku tylnej części próbki zaczyna się przemieszczać szybko poruszająca się fala naprężeń sprężystych. W ten sam sposób, jednak z niższą prędkością porusza się również fala odkształceń plastycznych. Fala sprężysta porusza się z prędkością rozchodzenia się dźwięku w materiale próbki, natomiast prędkość przemieszczania się czoła fali plastycznej jest tym wyższa im wyższa jest prędkość zderzenia. Fala sprężystych naprężeń ściskających odbijając się od końcowej, nie obciążonej powierzchni próbki powraca już jako fala naprężeń rozciągających. W chwili, gdy fale te spotkają się następuje zahamowanie dalszego odkształcenia plastycznego. W wyniku testu powstaje próbka, w której wygenerowany jest ciągły gradient odkształcenia oraz prędkości odkształcenia od zerowego – w tylnej nie obciążonej części próbki, do maksymalnego w miejscu zetknięcia się próbki ze sztywną przeszkodą. Lokalna wartość naprężenia, odkształcenia oraz prędkości odkształcenia zależna jest od prędkości początkowej próbki oraz jej smukłości. Ze względu a wysokie gradienty wartości odkształcenia oraz prędkości odkształcenia (dochodzącej do 10⁵s⁻¹) próba ta jest szczególnie przydatna w walidacji modeli reologicznych i mikrostrukturalnych stosowanych w procesach symulacji komputerowej zachowania się materiałów poddanych obciążeniom dynamicznym.

5.2.3.5. Próba zderzeniowa płyt (Spall test)

Test zderzeniowy płyt umożliwia uzyskanie warunków procesu obciążenia, które istotnie różnią się od tych uzyskiwanych w konwencjonalnych badaniach dynamicznych np. w próbie SHPB zarówno przy rozciąganiu, jak i ściskaniu. W próbie Spall test płaska płyta jest wystrzeliwana w kierunku płyty-próbki z dużą prędkością. Płytki mogą być wykonane z tych samych lub różnych materiałów. Zderzenie obu płyt generuje obciążenie materiału w postaci impulsu naprężenia. Odkształcenie powstałe w wyniku oddziaływania tego rodzaju obciążenia jest jednokierunkowe,

a intensywność tego naprężenia dużo wyższa w porównaniu do testu SHPB. Prędkości odkształcenia osiągane w próbie Spall test mogą być rzędu 10⁵s⁻¹ i wyższe. Charakter próby, w której materiał podlega początkowo ściskaniu a następnie rozciąganiu w wyniku nałożenia się fal naprężeń wchodzących do próbki oraz odbitych od powierzchni swobodnej sprawia, że zderzeniowa próba płyt jest unikatowa może być podstawą do skalibrowania i walidacji modeli odwzorowujących zachowanie się materiałów w warunkach oddziaływania bardzo wysokiego ciśnienia (rzędu 10-20 GPa) w bardzo krótkim czasie, podobnie jak ma to miejsce w teście Taylora.

W chwili t₀ (rys.62) - moment zderzenia powierzchni płyt – fala uderzeniowa propaguje do wnętrza obu nieobciążonych płyt jako fala naprężeń ściskających. Po odbiciu się od powierzchni swobodnych fala ta powraca, ale już jako fala naprężeń rozciągających. Z powodu tego, że grubość płytki uderzającej jest mniejsza niż płytki-próbki, miejsce w którym dwie fale rozciągające nakładają się na siebie znajduje się w pewnej niewielkiej odległości od tylnej ściany płytki-próbki – w miejscu oznaczonym jako SP. W tym miejscu naprężenie rozciągające jest tak duże, że prowadzi do rozerwania próbki i tworzy się w ten sposób kolejna powierzchnia swobodna, od której w dalszej kolejności odbijają się fale naprężeń.

Przemieszczanie tylnej powierzchni swobodnej próbki jest mierzone za pomocą systemu VISAR (Velocity Interferometer System for Any Reflector). Na podstawie tych pomiarów można wykreślić wykres prędkości tej powierzchni w czasie (rys. 63), dzięki czemu możliwe jest wyznaczenie szeregu parametrów: (1) dynamicznej granicy sprężystości Hugoniota HEL (Hugoniot Elastic Limit), (2) ścieżki odciążenia, na podstawie historii profilu prędkości tylnej powierzchni swobodnej próbki, oraz (3) wyznaczenia progowych warunków dla zapoczątkowania pęknięcia rozdzielczego (spall) materiałów [83] tzw. wytrzymałości na spalację.



Rys. 62. Wykres rozchodzenia się fali naprężeń w czasie próby zderzeniowej płyt. X – odległość od powierzchni zderzenia, t – czas od chwili zetknięcia się płyt, d – powierzchnia swobodna płyty uderzającej, T – powierzchnia swobodna płytypróbki, SP – moment zarodkowania pęknięcia rozdzielczego, E – profil fali sprężystej, P – profil fali odkształceń plastycznych, R – profil odbitej fal sprężystej, S – profil odbitej fali odkształceń plastycznych.

Rys. 63. Profil prędkości powierzchni swobodnej płytypróbki w czasie zarejestrowany za pomocą systemu VISAR. Na wykresie zaznaczone wielkości charakterystyczne próby.



Zderzenie wywołuje w próbce falę uderzeniową sprężystą i plastyczną. Amplitudą sprężystej fali uderzeniowej jest σ_{HEL} . Jest to maksymalne naprężenie dla propagacji jednokierunkowej fali sprężystej. To naprężenie jest własnością materiałową. Po przekroczeniu tego naprężenia materiał płynie plastycznie. Naprężenie σ_{HEL} może być wyznaczone poprzez zmierzoną doświadczalnie prędkość powierzchni swobodnej próbki, która odpowiada szokowi sprężystemu u_{HEL} .

$$\sigma_{HEL} = \frac{1}{2}\rho \ C_L \ u_{HEL} \tag{67}$$

gdzie: C_L – sprężysta prędkość dźwięku.

Granica plastyczności przy wysokiej prędkości odkształcenia Y_0 może być obliczona za pomocą równania:

$$Y_0 = \frac{\sigma_{HEL}}{\left(\frac{K}{2G} + \frac{2}{3}\right)} \tag{68}$$

gdzie: G – moduł ścinania, a K – moduł ściśliwości.

Wyznaczenie profilu przemieszczenia tylnej ściany próbki umożliwia określenie wielkości, na podstawie których można obliczyć wytrzymałość rozdzielczą materiałów σ_s . Definiowana ona jest jako najwyższe naprężenie rozciągające jakiemu poddana jest próbka przed rozdzieleniem tj. utrata spójności. Wytrzymałość rozdzielcza często jest obliczana za pomocą równania:

$$\sigma_s = \frac{1}{2}\rho \ C_L \ \Delta V_s \tag{69}$$

5.3. Wytworzenie materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej przy zastosowaniu wybranych procesów przeróbki plastycznej

Rozdrobnienie składników strukturalnych, przede wszystkim ziaren w badanych w niniejszej pracy stalach uzyskano stosując trzy podstawowe techniki: wieloosiowe ściskanie - system MaxStrain, wielostopniowe ciągnienie oraz procesy przeróbki cieplno-plastycznej. Zostaną one opisane w poniższych podrozdziałach.

Dla każdej z zastosowanych metod rozdrabniania mikrostruktury dokonano analizy mikrostrukturalnej wytworzonych materiałów technikami adekwatnymi do stopnia rozdrobnienia. W tym celu wykorzystano obserwacje za pomocą mikroskopu świetlnego oraz mikroskopów elektronowych -mikroskopii skaningowej SEM i transmisyjnej TEM. Pomiaru wielkości ziarna dokonano w oparciu o zastosowanie technik EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) (dla SEM) i ASTAR (dla TEM), bazujących na metodzie mapowania dyfrakcji wiązki elektronów.

5.3.1. Wieloosiowe ściskanie - system MaxStrain

Próbki w postaci prostopadłościanów o wymiarach 10x10x27 mm zostały pobrane z materiałów M_F i M_A. Próbki zostały wycięte wzdłuż kierunku walcowania. Procesy ściskania naprzemiennego prowadzono tak, że w kierunku długości próbki plastyczne płynięcie było zablokowane. Próbka była obracana pomiędzy poszczególnymi gniotami o 90°. Procesy odkształcania przeprowadzono w temperaturze pokojowej do momentu osiągnięcia sumarycznego odkształcenia zakumulowanego równego $\varepsilon = 10$ oraz $\varepsilon = 20$. Następnie próbki poddano wyżarzaniu rekrystalizującemu w temperaturze 500 °C przez 1 godzinę.

Próbki odkształcane za pomocą systemu MaxStrain przecięto w płaszczyźnie osi głównej tj. wzdłuż jej długości. Obserwacje mikrostruktur rozpoczęto od obserwacji za pomocą mikroskopu optycznego w celu oceny nieciągłości materiału, a następnie z miejsc pozbawionych wad pobrano próbki do obserwacji za pomocą mikroskopii elektronowej. Schematycznie przebieg procesu ściskania wieloosiowego wraz z zaznaczonym miejscem obserwacji struktur przedstawiono na rys. 64.

Wyniki badań mikrostrukturalnych zamieszczono w tablicy 2. W pierwszej kolumnie przedstawiono zdjęcia TEM omawianych mikrostruktur dla stali M_F oraz zdjęcia z analizy nieciągłości dla stali M_A, w kolumnie drugiej otrzymane z analizy EBSD mapy Eulera z naniesionymi granicami szerokokątowymi (czarne) i wąskokątowymi (czerwone). W trzeciej kolumnie przedstawiono histogramy częstotliwości występowania ziarn w zadanym zakresie średnic oraz histogramy rozkładu kąta dezorientacji granic ziarn w zadanym zakresie kątów.



Rys. 64. Schematyczne przedstawienie procesu odkształcania w systemie MaxStrain, wraz z zaznaczonym miejscem obserwacji mikrostruktury.

Tablica 2. Wyniki badań mikrostruktury próbek wytworzonych wg procedury MaxStrain. Kolumna pierwsza: zdjęcia TEM oraz zdjęcia analizy nieciągłości wykonane za pomocą mikroskopu optycznego; Kolumna druga: Mapy Eulera otrzymane z analizy EBSD wraz z naniesionymi granicami szerokokątowymi (czarne) i wąskokątowymi (czerwone); Kolumna trzecia: histogramy częstotliwości występowania ziarn w zadanym zakresie średnic oraz histogramy rozkładu kąta dezorientacji granic ziarn w zadanym zakresie kątów.



Na podstawie badań mikrostrukturalnych tj. map granic wąsko- i szerokokątowych oraz histogramów kąta dezorientacji granic w badanych próbkach można zauważyć odmienny mechanizm rozdrobnienia mikrostruktury w sieci RSC i RPC. W stali M_F wraz ze wzrostem odkształcenia tworzy się podstruktura dyslokacyjna, a wraz z dalszym wzrostem odkształcenia zwiększa się kąt dezorientacji granic wąskokątowych. Natomiast w stali M_A podstruktura dyslokacyjna (komórkowa) tworzy się w ziarnach pierwotnych w sposób ciągły. W stali ferrytycznej nowe dyslokacje w pierwszej kolejności "wyostrzają" ścianki komórek dyslokacyjnych, natomiast w stali austenitycznej powstające w wyniku odkształcania nowe dyslokacje tworzą nową podstrukturę. Wskazuje to na większą zdolność do przemieszczeń dyslokacji w stali ferrytycznej lub na tendencję do bardziej intensywnego obrotu ziaren w ferrycie niż w austenicie.

5.3.2. Ciągnienie wielostopniowe

Wsadem do procesów ciągnienia badanych stali, zarówno M_F jak i M_A były walcówki ϕ 6,5 mm. Procesy ciągnienia przeprowadzono na ciągarce ławowej ze średnią prędkością odkształcania 0,01 s⁻¹, w dwudziestu trzech przepustach, bez wyżarzania międzyoperacyjnego, dochodząc do średnicy ciągnionych drutów równej ϕ 1 mm. Do smarowania wykorzystano proszek mydła sodowego. Sumaryczne odkształcenie zakumulowane wyniosło $\varepsilon = 3,74$.

Część wytworzonych w ten sposób drutów poddano wyżarzaniu rekrystalizującemu. Stal M_F wyżarzano w temperaturze 650°C przez czas 15 min, natomiast stal M_A w tej samej temperaturze, ale przez 30 min. Warunki wyżarzania (czas i temperatura) zostały dobrane w taki sposób, aby uzyskać pełną rekrystalizację, bez selektywnego rozrostu ziarna. Przykładowe mikrostruktury stali przed i po wyżarzaniu przedstawiono na rys. 65.

Wytworzone druty o średnicach ϕ 1,0 mm, zarówno w stanie umocnionym, jak i wyżarzonym poddano następnie dalszemu ciągnieniu na ciągarce bębnowej redukując ich średnicę do ϕ 0,75 mm. Jako smar w trakcie procesu zastosowano olej rzepakowy. Sekwencja zastosowanych gniotów została schematycznie przedstawiona na rys. 66.

Sumaryczne odkształcenie zakumulowane w przypadku drutów nie poddanych wyżarzaniu wyniosło $\varepsilon = 4,32$, natomiast dla drutów wyżarzonych wartość ta wyniosła $\varepsilon = 0,18$. W trakcie ciągnienia zastosowano dwie prędkości odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 0,5$ s⁻¹ oraz $\dot{\varepsilon} = 1000$ s⁻¹ **nazywanych dla uproszczenia w dalszej części pracy dotyczącej procesu ciągnienia odpowiednio prędkością "quasi-statyczną" i "dynamiczną"**.



Rys. 65. Zdjęcia mikrostruktury stali M_F przed wyżarzaniem (a) i po wyżarzaniu (b) oraz stali M_A przed wyżarzaniem (c) i po wyżarzaniu (d)



Rys. 66. Schemat sekwencji gniotów realizowanych podczas ciągnienia na ciągarce bębnowej.

W związku z bardzo silnym rozdrobnieniem mikrostruktury drutów uzyskanym w procesach wielostopniowego ciągnienia, do oceny wielkości wytworzonych składników strukturalnych zastosowano mikroskopię elektronową TEM, ponieważ minimalny możliwy krok pomiarowy w technice EBSD okazał się niewystarczający. Mikrostruktury wraz z dyfraktogramami dla drutów ciągnionych dynamicznie przedstawiono w tablicy 3. Próbki, w których wykonano analizę mikrostrukturalną pobrano z obszarów w pobliżu osi ciągnionych drutów.

Obserwacje mikrostruktury wykonane za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego wykonane na próbkach z drutów po ciągnieniu wielostopniowym. Potwierdziły wnioski z obserwacji map EBSD próbek badanych materiałów po odkształcaniu z wykorzystaniem systemu MaxStrain.

M_F z wyżarzaniem międzyoperacyjnym	<u>500 nm</u>	200 nm
M_F bez wyżarzania międzyoperacyjnego	<u>51/nm</u>	200 nm
M_A z wyżarzaniem międzyoperacyjnym	5 <u>11m</u>	2 <u>00</u> nm
M_A bez wyżarzania międzyoperacyjnego	1 <u>0 1/nm</u>	<u>200</u> nm

Tablica 3. Zdjęcia mikrostruktury z TEM drutów o średnicy ϕ 0,75 mm ze stali M_A i M_F wraz z dyfraktogramami.

W drutach wytworzono na drodze silnej akumulacji odkształcenia ultradroboziarnistą mikrostrukturę, zarówno w stali M_F, jak i M_A. Wyraźnie widoczna dobrze uformowana podstruktura dyslokacyjna z granicami wąskokątowymi jest obecna w drutach ze stali M_A zarówno tych, które poddane były wyżarzaniu międzyoperacyjnemu jak i tych bez wyżarzania. W stali M_F bardziej zaznacza się tendencja do zwiększania kąta dezorientacji w granicach niż do tworzenia nowych podziarn lub układów komórkowych. W większych ziarnach, obecnych w mikrostrukturze drutów ze stali M_F, poddanych wyżarzaniu międzyoperacyjnemu, struktura dyslokacyjna jest nieuporządkowana, co wskazuje, że trudniej zachodzi proces tworzenia struktur komórkowych. Obraz dyfrakcyjny tej struktury, gdzie punkty dyfrakcyjne są rozciągnięte, wskazuje na znaczne, ale płynne przejścia zmiany orientacji w obrębie jednego krystalitu. W stali austenitycznej wyraźnie widoczne są nowopowstające punkty dyfrakcyjne wyłaniające się wewnątrz smug, co wskazuje na silną tendencję do reorganizacji struktury dyslokacyjnej.

Ferrytyczna stal mikrostopowa wymaga większej akumulacji odkształcenia i większej gęstości dyslokacji do utworzenia wyraźnej podstruktury dyslokacyjnej w porównaniu do stali austenitycznej. Granice wąskokątowe jednak szybko ulegają przekształceniu w granice szerokokątowe, ze względu na większą podatność tej struktury na rotację krystalitów. Wydzielenia skutecznie hamują zdolność dyslokacji do przemieszczania się i ograniczają ich zasięg. W mikrostopowej stali austenitycznej wydzielenia nie są tak skuteczną barierą w hamowaniu ruchu dyslokacji, ale z kolei ograniczają zasięg ich ruchu, co przejawia się w postaci szybkiego tworzenia granic wąskokątowych na wydzieleniach.

5.3.3. Walcowanie z obróbką cieplno-plastyczną

W pierwszej części badań próbki płaskie ze stali X70 o wymiarach 14,65x30x150 mm pobrane z blachy walcowanej na gorąco poddano walcowaniu na zimno na walcarce laboratoryjnej kwarto. Zastosowano prędkość obrotową walców równą 80 obr/min. Proces walcowania przeprowadzono w 10 przepustach, aż do osiągniecia końcowej grubości próbki 7 mm. Całkowite odkształcenie zakumulowane po procesie walcowania na zimno wyniosło $\varepsilon = 0,74$.

Z otrzymanych płaskowników pobrano próbki do badań dylatometrycznych. Próbki cylindryczne o wymiarach ϕ 5x10 mm wycięto wzdłuż kierunku walcowania. Próbki poddawano nagrzewaniu do temperatury 1200°C z prędkościami nagrzewania: 1; 10; 30; 50; 70 oraz 100°C/s w celu wyznaczenia kinetyki przemiany austenitycznej podczas nagrzewania. Wyniki przedstawiono na rys. 67. Badania dylatometryczne nie wykazały znaczących różnic w wysokości temperatury końca przemiany austenitycznej, a temperatura ta nie przekracza 890°C.



Rys. 67. Wykres przedstawiający zmianę temperatury początku i końca przemiany austenitycznej dla zimnowalcowanej stali X70 w zależności od prędkości nagrzewania.

Na podstawie ustalonej temperatury charakterystycznej Ac₃ wybrano cztery temperatury, do których następnie nagrzewano odkształcone próbki. Temperaturę 890°C wytypowano jako tą, która odpowiada najniższej temperaturze istnienia jednorodnego austenitu. Ze względu na to, że badania laboratoryjne z wykorzystaniem dylatometru odkształceniowego nie odwzorowują rzeczywistego procesu walcowania na walcarce laboratoryjnej, zastosowano również temperaturę wyższą, tak aby w momencie przyłożenia odkształcenia temperatura próbki możliwie zbliżona była do warunków rzeczywistych walcowania tj. do temperatury 890°C. Spadek temperatury próbki na czas przenoszenia z pieca, do umieszczenia jej pomiędzy walcami oszacowano na 10°C, stąd kolejną temperaturę ustalono jako 900°C. Ze względu na możliwe odchylenia rzeczywistych temperatur procesu walcowania przeprowadzonych w warunkach laboratoryjnych od tych, które zostały zaplanowane w schemacie badań oraz możliwy wpływ tych rozbieżności na kinetyki przemian austenitu, jak i morfologie produktów przemiany austenitu odkształcanego poniżej temperatury rekrystalizacji, zdecydowano się na włączenie do schematu badawczego próbek nagrzewanych do temperatury 920°C. Odkształcanie austenitu w temperaturach wyższych od temperatury rekrystalizacji i zbadanie produktów jego rozpadu wymagało nagrzania próbki do temperatury wyższej od temperatury rekrystalizacji, którą na podstawie składu chemicznego oszacowano na 980°C. Z tego powodu ostatnią temperaturą w przedstawionym schemacie badawczym przeróbki cieplno-plastycznej była temperatura 1000°C.

W kolejnej części badań próbki pobrane z walcowanych na zimno płaskowników nagrzewano na dylatometrze odkształceniowym do wybranych temperatur: 890; 900; 920 i 1000°C z prędkością nagrzewania 1°C/s. Próbki wytrzymywano w zadanej temperaturze przez 3 minuty. Następnie dla każdej temperatury ściskano po jednej próbce, z odkształceniem równym $\varepsilon = 0,34$ natomiast druga z próbek nie była odkształcana. Po odkształcaniu próbki chłodzono do temperatury pokojowej z prędkością 100°C/s. Na otrzymanych krzywych dylatometrycznych (rys. 68) wyznaczono temperatury początku i końca przemiany bainitycznej. Na przekroju poprzecznym, wzdłuż osi próbek wykonano zgłady metalograficzne. Zdjęcia mikrostruktur trawionych 3% nitalem przedstawiono na rys. 68 (kolor obramówki zdjęcia mikrostruktury odpowiada kolorowi krzywej dylatometrycznej).

Badania na dylatometrze odkształceniowym potwierdziły zasadność wybranych temperatur dla planowanych badań walcowania z przeróbką cieplno-plastyczną, gdyż mikrostruktura oraz charakter krzywej dylatometrycznej dla temperatur nagrzewania 890 i 900°C wykazywały duże podobieństwo. Zakres przemiany bainitycznej w przypadku próbki nagrzewanej do 920°C wydłużył się, jednocześnie uzyskany został mniejszy stopień rozdrobnienia mikrostruktury. Natomiast zdecydowanie odmienny charakter krzywej dylatometrycznej oraz morfologię mikrostruktury zaobserwowano w przypadku próbki nagrzewanej do temp 1000°C.





Rys. 69. Zdjęcia ujawnionego ziarna austenitu pierwotnego dla próbek zimnowalcowanych nagrzewanych do temperatury: a) 900°C; b) 920°C; c) 1000°C, przy dwóch powiększeniach.

Z walcowanych na zimno płaskowników pobrano próbki do badań wielkości ziarna austenitu pierwotnego. Próbki sześcienne o długości krawędzi 7 mm umieszczano w piecu komorowym nagrzanym do temperatur 900, 920 oraz 1000°C, na czas 10 min, a następnie chłodzono w 10% wodnym roztworze NaCl zmieszanym z lodem. Z tak przygotowanych próbek wykonano zgłady metalograficzne. W celu ujawnienia granic pierwotnego austenitu powierzchnie zgładów trawiono na ciepło w temperaturze 120°C w odczynniku: 10g CrO₃, 50g NaOH 1,5g kwasu pikrynowego i 100ml wody destylowanej. Zgłady wykonano przy powierzchni wyciętych próbek, gdzie szybkość odprowadzania ciepła w czasie hartowania była największa. Ujawnione granice ziarn austenitu przedstawiono na rys. 69.

We wszystkich trzech przypadkach mikrostruktura austenitu pierwotnego miała charakter bimodalny, przy czym wielkość ziarna w przypadku próbki nagrzewanej do temperatury 920°C

była znacznie większa, przy jednoczesnym zachowaniu charakteru bimodalnego. Mikrostruktura w próbce nagrzewanej do temperatury 900°C wykazywała bardzo duże podobieństwo do tej obserwowanej próbce nagrzewanej do 1000°C, z nieznaczną różnicą w stopniu niejednorodności wielkości ziarna tj. nieco większą bimodalnością struktury charakteryzuje się próbka nagrzewana do 1000°C.

W celu potwierdzenia interpretacji otrzymanych wyników analizy ziarna pierwotnego austenitu wykonano ponowną ocenę z wykorzystaniem metody ujawniania ziarna austenitu przez nawęglanie. Otrzymane w ten sposób wyniki potwierdziły, że wielkość ziarna austenitu kształtuje się na poziomie zbliżonym do tego ujawnionego za pomocą trawienia roztworem kwasu pikrynowego.

Na podstawie wyników z wykonanych badań dylatometrycznych oraz wstępnego walcowania zaplanowano dwa schematy przeróbki cieplno-plastycznej (rys. 70) w celu wytworzenia silnie rozdrobnionej mikrostruktury.



Rys. 70. Schemat przedstawiający 2 warianty historii przeróbki termomechanicznej ferrytu mikrostopowego X70, każdy dla 6 próbek.

Próbki po walcowaniu na zimno nagrzewano przez 10 min w piecu komorowym do trzech temperatur: 900, 920 oraz 1000°C. Następnie wykonano procesy walcowania wieloprzepustowego. W ten sposób badano wpływ historii odkształcania na końcową morfologię struktury poprzez zróżnicowanie liczby przepustów przy jednakowym sumarycznym odkształceniu. Próbki walcowano w jednym przepuście ($\varepsilon = 0,34$) - schemat A oraz w dwóch przepustach, z odkształceniami odpowiednio ε =0,15 i ε =0,18 – schemat B. Kolejnym badanym czynnikiem procesowym, wpływającym na końcową morfologię mikrostruktury była prędkość chłodzenia. Wybrano dwa warianty chłodzenia po walcowaniu: na powietrzu oraz w wodzie. Ostatecznie otrzymano 12 wariantów historii przeróbki cieplno-plastycznej. Zastosowane w badaniach schematy termomechaniczne dla każdego z wariantów przedstawiono na rys. 71.



Rys. 71. Schematy termomechaniczne dla próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej.

Oceny mikrostruktur próbek pobranych z materiałów poddanych przeróbce cieplno-plastycznej dokonano na podstawie obserwacji mikrostruktury na mikroskopie optycznych oraz skaningowym. Zdjęcia mikrostruktur próbek reprezentujących zastosowane schematy przeróbki cieplno-plastycznej przedstawiono w tablicy 4. Przedstawione mikrostruktury dotyczą przekrojów poprzecznych w płaszczyznach wzdłuż kierunku walcowania. Wyniki analizy EBSD dla poszczególnych wariantów przedstawiono w tablicy 5.



Tablica 4. Zdjęcia mikrostruktur próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej.



Z uzyskanych wyników badań mikrostrukturalnych, obserwując uzyskane z analizy EBSD histogramy pokazujące wielkości ziarna wynika, że wartości obliczonych wielkości ziaren są zaniżone w stosunku do obserwowanych na obrazach mikrostruktur. Przyczyną może być fakt, że w badanych mikrostrukturach obserwowany jest udział dużej liczby ziaren o bardzo małych średnicach, poniżej zdolności rozdzielczej zastosowanej metody EBSD. Na podstawie obserwacji mikrostruktur można stwierdzić, że efekt rozdrobnienia mikrostruktury najsilniej występuje dla wariantu 4A, stąd próbkę tą poddano badaniu za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego. Badanie to, że względu na znacznie wyższą rozdzielczość pozwoliło także na ocenę struktury dyslokacyjnej oraz gęstości i wielkości wydzieleń (rys. 72). Ocenę wielkości ziarna dokonano poprzez nałożenie na siebie map figur biegunowych wyznaczonych w trzech osiach i następnie, na tak otrzymanej mapie, poprzez ręczne wykreślenie granic ziarn obliczono średnią wielkość ziarna metodą Jeffriesa (tablica 6.).

Tablica 5. Wyniki analizy EBSD wykonanej na próbkach wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej. Opis umiejscowienia zdjęć w tabeli zamieszczono w pierwszym wierszu. Dla mapy rozkładu frakcji zrekrystalizowanej: czerwony – ziarna umocnione, żółty – ziarna z podstrukturą, niebieski – ziarna zrekrystalizowane











Rys. 72. Zdjęcia mikrostruktury próbki 4A wykonane przy wykorzystaniu TEM, przy różnych powiększeniach. Widoczne: wielkość wydzieleń, struktura dyslokacyjna, wielkość ziarna

Tablica 6. Mapy figur biegunowych wyznaczonych w trzech osiach, zdjęcie mikrostruktury oraz zidentyfikowane ziarna w próbce 4A – na podstawie metody ASTAR.



Próbki otrzymane w wyniku walcowania poddano dyfrakcyjnej analizie rentgenowskiej (XRD). Dyfraktogramy badanych materiałów przedstawiono na rys. 73 oraz 74 W celu poprawy czytelności wykresów poszczególne dyfraktogramy przesunięto w osi intensywności. W celu lepszego zobrazowania wyników na osi kątów naniesiono znaczniki odpowiadające kątom dyfrakcji austenitu oraz ferrytu.



Rys. 73. Dyfraktogramy próbek walcowanych wg schematu A.



Rys. 74. Dyfraktogramy próbek walcowanych wg schematu B.

Na podstawie dyfraktogramów obliczono udział objętościowy austenitu w badanych próbkach wg wzoru:

$$V\gamma[\%] = \frac{C \cdot \frac{I\gamma}{I\alpha}}{1 + C \cdot \frac{I\gamma}{I\alpha}} \cdot 100\%$$
(70)

gdzie:

- $V\gamma$ udział procentowy fazy γ
- $I\gamma$ intensywność linii dyfrakcyjnej od fazy γ
- I α intensywność linii dyfrakcyjnej od fazy α
- C współczynnik zależny od geometrii pomiaru i rodzaju badanego materiału

Intensywność linii dyfrakcyjnych wyznaczono za pomocą dwóch metod - przyjmując jako wartość wysokość piku albo jego pole powierzchni. Wyniki obliczeń przedstawiono w tablicy 7.

Materiał		Intensywno	ść lini dy	ZAWARTOŚĆ AUSTENITU				
Oznaczenie		Austenit		Ferr	yt	z wysokości	z pola pow.	
OZHQOZCHIC	Tło	Wysokość I ₁₁₁		Wysokość I ₁₁₀		111/110	111/110	
1A	200	337	137	2 980	2 780	6,26%	5,73%	
2A	200	262	62	2 509	2 309	3,50%	2,83%	
3A	200	232	32	2 237	2 037	2,09%	1,12%	
4A	200	223	23	2 545	2 345	1,31%		
5A	200	218	18	2 188	1 988	1,21%		
6A	200	212	12	2 032	1 832	0,88%		
1B	150	186	36	2 046	1 896	2,51%	3,47%	
2B	150	205	55	2 249	2 099	3,41%	4,20%	
3B	150	224	74	2 356	2 206	4,36%	4,88%	
4B	150	160	10	1 589	1 439	0,93%		
5B	150	161	11	1 785	1 635	0,88%		
6B	150	166	16	1 743	1 593	1,37%		

Tablica 7. Obliczenia zawartości austenitu w walcowanych próbkach.

W celu oceny stopnia steksturowania ferrytu (jako dominującego składnika strukturalnego) porównano intensywności kolejnych linii dyfrakcyjnych 110 oraz 200 w walcowanych próbkach względem materiału wolnego od tekstury. Przyjęto swoisty wskaźnik steksturowania tzn. jeżeli jego wartość jest równa 1, to materiał nie wykazuje tekstury. Im bardziej wartość odbiega od 1 tym większe steksturowanie materiału. Wyniki stopnia steksturowania przedstawiono w tablicy 8. Austenitu, ze względu na zbyt mały udział objętościowy w końcowej strukturze wytworzonych materiałów nie poddano analizie.

Tablica 8. Stopień steksturowania materiału poddanego walcowaniu z przeróbką cieplno-plastyczną.

Wskaźnik	1A	2A	3A	4A	5A	6A	1B	2B	3B	4B	5B	6B	Materiał początko wy	Próbka zimno walco wana
110/200	0,8	0,8	0,9	0,8	0,9	0,9	0,7	0,6	0,6	0,9	0,7	0,8	0,6	0,6

Ferrytyczne stale mikrostopowe z rodziny HSLA, z uwagi na złożoność zjawisk mikrostrukturalnych zachodzących w trakcie odkształcania, wymagają kompleksowego podejścia z uwzględnieniem, poza umocnieniem od granic ziarn, roztworowym i wydzieleniowym również umocnienia pochodzącego od wielofazowości składników strukturalnych. W ramach niniejszej pracy podjęto próbę kompleksowej analizy omówionych związków pomiędzy mikrostrukturą, a mechanizmami umocnienia, stosując różne warunki przeróbki cieplno-plastycznej w celu zróżnicowania rozwoju mikrostruktury, jej składu oraz stopnia rozdrobnienia oraz wynikających z nich własności.

Próbki walcowane wg schematu B (walcowanie w dwóch przepustach) wykazują znaczny udział podstruktury dyslokacyjnej. Próbki 1A i 4A, które były nagrzewane do temp 900°C i następnie walcowane w jednym przepuście charakteryzują się podobną morfologią składników strukturalnych – liczne równomiernie rozłożone ziarna równoosiowe. Nieco silniejsze rozdrobnienie widoczne jest w próbce 4A. Próbki chłodzone na powietrzu wykazują obecność austenitu szczątkowego, który jest nieobecny w próbkach chłodzonych w wodzie. Struktura próbek 2A i 3A wyraźnie odbiega od pozostałych. Wykazują one bimodalny rozkład wielkości ziarna, gdzie pośród ziaren równoosiowych znajdują się klastry ziaren o znacznie mniejszej średnicy. Struktury te wykazują znaczny udział frakcji zrekrystalizowanej. Próbki chłodzone w wodzie (poza próbką 4A) charakteryzują się strukturą dwufazową ferrytyczno-bainityczną. W próbkach, które nagrzewane były do temperatury 1000°C wyższy jest udział objętościowy bainitu względem ferrytu, niż w próbkach nagrzewanych do niższych temperatur. Charakterystycznym dla tych struktur jest, że duże wyspy bainitu otoczone są ciągłym układem ziaren ferrytu.

Badania mikrostruktury próbek nagrzewanych do 900°C wskazują, że w próbkach odkształcanych w jednym przepuście w trakcie odkształcania rozpoczęła się przemiana fazowa, która zakończyła się już po ustaniu obciążenia. Powstałe w trakcie odkształcania, w wyniku blokowania się dyslokacji na wydzieleniach miejsca o podwyższonej energii umożliwiały powstanie zarodków przemiany fazowej, a tym samym rozpoczęło indukowaną odkształceniem przemianę fazową austenitu. Po ustaniu działania odkształcenia zarodki nowej fazy wzrastały, a węgiel i azot spychany przed frontem przemiany został zepchnięty do drobnych obszarów na granicach ziarn. W miejscach tych ze względu na brak możliwości zajścia przemiany martenzytycznej pozostał on w formie austenitu szczątkowego. Gdy chłodzenie odbywało się z wyższą prędkością – w wodzie – prędkość zarodkowania była większa niż prędkość wzrostu zarodka, stąd silniejszy efekt rozdrobnienia mikrostruktury. Szybkie chłodzenie sprawiło również, że front przemiany poruszał się szybciej niż zachodziła dyfuzja węgla i azotu, przez co pierwiastki te "uwięzione" zostały w strukturze przesyconego ziarnistego ferrytu bainitycznego. Efekt podzielenia wartości odkształcenia na dwa przepusty widoczny jest w próbkach 1B i 4B. W powierzchniowych warstwach materiału widać większy udział frakcji odkształconej, podczas gdy w części środkowej ziarna wykazują podstrukturę. Efekt ten, szczególnie w połączeniu z charakterystyką procesu walcowania, gdzie występuje silniejsza akumulacja odkształcenia w warstwach przypowierzchniowych, sugeruje, że wielkość zadanego odkształcenia 0,15 w pierwszym przepuście była zbyt mała, aby zapewnić wpływ tego odkształcenia w całej grubości pasma. Dodatkowo odkształcenie to było również zbyt małe, aby w jego trakcie zaszła indukowana odkształceniem przemiana fazowa austenitu. Wskazuje na to większa wielkość ziarna w środkowej części próbki. Przemiana fazowa rozpoczęła się już po zadaniu pierwszego gniotu, w czasie inkubacji nowej fazy pomiędzy przepustami. Drugi przepust odbywał się już w zakresie dwufazowym, na co wskazuje obecność silnej podstruktury dyslokacyjnej, która jest efektem zadanego odkształcenia w temperaturze odpowiadającej obecności struktury ferrytycznej. Z końcem drugiego przepustu przemiana jeszcze się nie zakończyła, z tego powodu w próbce chłodzonej w wodzie przemiana pozostałego po odkształceniu austenitu prowadziła do powstania bainitu.

Przeprowadzona analiza mikrostrukturalna próbek nagrzewanych do temperatury 920°C wykazała znaczące zróżnicowania. W próbce walcowanej w jednym przepuście ponad 80% struktury próbki jest wolne od strukturalnych efektów odkształcenia, co wskazuje, że zastosowane odkształcenie musiało odbywać się w całości w austenicie, a przemiana austenityczna rozpoczęła się już po ustaniu obciążenia. Obecność ponad 20% frakcji wykazującej

podstrukturę w próbce 3A sugeruje, że w wyniku nagrzania do wyższej temperatury część węglików uległa rozpuszczeniu. Pierwiastki węglikotwórcze po przejściu do roztworu podnoszą temperaturę przemiany ferrytycznej [84], stąd koniec procesu odkształcenia, pomimo nagrzania do wyższej temperatury mógł zakończyć się już po rozpoczęciu przemiany ferrytycznej. Taką interpretację wspiera również porównanie wykresów CTP dla badanych próbek. Wyraźnie próbki nagrzewane do temperatury 1000°C wykazują opóźnienie zajścia przemiany jak również obniżenie temperatury przemiany bainitycznej, a taki efekt wynika z rozpuszczenia pierwiastków węglikotwórczych w austenicie.

Umocniony w wyniku odkształcenia austenit po ustaniu obciążenia uległ przemianie ferrytycznej. Węgiel i azot spychane na froncie przemiany, podobnie jak w wolno chłodzonych próbkach nagrzewanych do temp 900°C, sprawiły, że utworzyły się drobne kolonie umocnionych ziarn austenitu. W miejscach tych, ze względu na wzrost objętości fazy ferrytycznej względem austenitu, wysokie ciśnienie pod koniec przemiany, oddziałujące na austenit, który jeszcze nie uległ przemianie, doprowadziło do tego, że powstały klastry bardzo drobnych ziarn przesyconego ferrytu i austenitu szczątkowego. Podobny efekt w postaci występowania klastrów bardzo drobnych ziarn występuje w próbce 2B walcowanej w dwóch przepustach, jednak klastrów tych jest mniej. Całkowicie inna jest jednak charakterystyka pozostałych ziarn. Są one bardzo duże z silnie rozwiniętą podstrukturą dyslokacyjną. Orientacja w obrębie jednego ziarna może się zmieniać w bardzo dużym stopniu, bez wygenerowania wewnątrz granic szerokokątowych. Podziarna formujące się wewnątrz dużych ziarn są bardzo drobne, a podstruktura jest uformowana w bardziej uporządkowany sposób, niż w próbce 1B. Obecność podstruktury świadczy o tym, że drugi przepust miał miejsce już po rozpoczęciu przemiany ferrytycznej. Histogram kąta dezorientacji w granicach ziaren, w których praktycznie nieobecne są granice o kącie dezorientacji 20-45° świadczy z kolei o tym, że przemiana, przynajmniej częściowo miała charakter przemiany bainitycznej.

Próbki 5A i 5B nagrzewane do 920°C wykazują bardzo podobną morfologią składników struktury. Również histogram kąta dezorientacji granic ziarn jest niemal taki sam i wykazuje charakter przemiany bainitycznej. Próbka walcowana w dwóch przepustach wykazuje nieco większy udział podstruktury, natomiast rozdrobnienie ferrytu, tworzącego podobnie jak w próbce 4B ciągłe obszary oddzielające wyspy bainitu, jest większe w próbce walcowanej w jednym przepuście.

Próbki nagrzewane do temperatury 1000 °C, jak już wcześniej wspomniano, charakteryzują się wyższą zawartością pierwiastków węglikotwórczych w roztworze austenitu, stąd silniejsza skłonność w takich materiałach do zajścia przemiany bainitycznej. Jedynie próbka 3A walcowana w jednym przepuście i chłodzona na powietrzu wykazuje morfologię bainitu ziarnistego, natomiast pozostałe próbki wskazują na silny udział przemiany w bainit górny. Próbki odkształcone w jednym przepuście charakteryzują się wyższym udziałem ferrytu co wskazuje na zajście przemiany indukowanej odkształceniem. Próbka 3B walcowana w dwóch przepustach wykazuje obecność silnie wykształconej podstruktury, natomiast morfologia ziaren wskazuje na zajście przemiany bainitycznej, stąd stwierdzić można, że przed drugim przepustem mogła, przynajmniej częściowo, zajść przemiana bainityczna. Próbki chłodzone w wodzie mają wyraźnie morfologie mieszaniny ferrytu i bainitu górnego. Morfologia bainitu różni się od tego otrzymanego w próbkach chłodzonych z niższej temperatury – przyjmuje ona bardziej charakter pierzasto-iglasty. Wynika to z faktu, że temperatura nagrzewania i odkształcenia była wyższa niż temperatura zatrzymania rekrystalizacji austenitu. Ta temperatura graniczna jest z kolei silnie zależna od obecności wydzieleń w stali. Wydzielenia intensywnie hamują zjawisko rekrystalizacji poprzez "szpilowanie" granic ziarn. W badanej stali temperatura ta została oszacowana na ~980°C. W tej temperaturze niemal całkowicie rozpuszczone zostały węgliki i azotki wanadu oraz następuje silna intensyfikacji rozpuszczania się w austenicie weglikoazotków niobu. W konsekwencji tego odkształcenie w temperaturze wyższej od temperatury zatrzymania rekrystalizacji austenitu (RST) nie powoduje akumulacji efektów odkształcenia, a zamiast tego prowadzi do relaksacji energii na drodze rekrystalizacji. Jak opisano w podrozdziale 2.2.5. austenit umocniony wykazuje tendencję do przemiany w strukturę bainitu ziarnistego, natomiast austenit pozbawiony zakumulowanych efektów odkształcenia przed przemianą przemienia się w bainit iglasty. Wynika z tego, że w próbkach walcowanych w dwóch przepustach (3B i 6B) podczas pierwszego przepustu zaszła rekrystalizacja metadynamiczna. W czasie inkubacji pomiędzy przepustami zaszło rozpoczęła się przemiana ferrytyczna. Drugie odkształcenie odbywało się już w zakresie dwufazowym. Próbki odkształcane w jednym przepuście charakteryzują się obecnością licznych kolonii bardzo drobnych ziarn, co sugeruje, że przyłożone odkształcenie było wystarczająco duże, aby zapoczątkować proces indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej, natomiast pozostała część austenitu uległa rekrystalizacji, a następnie przemianie: w ferryt ziarnisty w przypadku wolnego chłodzenia (próbka 3A), lub w bainit górny podczas szybkiego chłodzenia (próbka 6A). Znacznie bardziej rozwinięta podstruktura widoczna w próbce 6A w porównaniu do próbki 6B wynika z tego właśnie zjawiska, bainit górny zawiera bowiem znaczną ilość granic wąskokątowych w strukturze.

Podsumowanie – ocena wielkości ziarna

Zastosowane metody i techniki wytwarzania pozwoliły na uzyskanie materiałów o mikrostrukturze silnie rozdrobnionej w szerokim zakresie wielkości ziarna oraz o zróżnicowanym składzie fazowym.

W próbkach wytworzonych techniką MaxStrain stal M_F posiadała mikrostrukturę składająca się z ferrytu i cementytu o średniej wielkości ziarna ferrytu 1,1 µm po odkształceniu $\varepsilon = 10$ oraz 0,8 µm po odkształceniu $\varepsilon = 20$. Średnia wielkość ziaren austenitu w przypadku stali M_A po odkształceniu $\varepsilon = 10$ wyniosła 1,1 µm, a po odkształceniu $\varepsilon = 20$ wyniosła 0,8 µm. Zaobserwowano również istotne różnice w rozwoju mikrostruktury obu badanych stali podczas wyżarzania po odkształceniu. W przypadku stali ferrytycznej powstała po odkształceniu $\varepsilon = 10$ podstruktura dyslokacyjna występująca wewnątrz ziaren ferrytu charakteryzuje się dużą niejednorodnością. Natomiast po zastosowaniu odkształcenia $\varepsilon = 20$ obserwowany jest wyraźny wzrost stopnia rozdrobnienia oraz kąta dezorientacji w granicach ziaren. W przypadku stali M_A już przy odkształceniu $\varepsilon = 10$ udział granic szerokokątowych jest znaczny. Wewnątrz tych ziaren austenitu widoczna jest rozwinięta w znacznym stopniu podstruktura dyslokacyjna. Po odkształceniu $\varepsilon = 20$ mikrostruktura austenitu również charakteryzuje się zwiększonym stopniem rozdrobnienia.

W przypadku ciągnienia wielostopniowego drutów uzyskano bardzo drobnoziarnistą mikrostrukturę w obu badanych stalach mikrostopowych tj. M_A oraz M_F. Wytworzone druty w stanie umocnionym (bez wyżarzania międzyoperacyjnego) zarówno w przypadku stali M_F, jak i M_A posiadały jednorodną mikrostrukturę o średniej wielkości ziaren na poziomie niższym niż 200 nm. Zaobserwowano jednak różnice w morfologii składników mikrostruktur badanych stali. W przypadku stali M_A ziarna są zbliżone do równoosiowych, natomiast w stali M_F ziarna często były wydłużone. W obu przypadkach charakterystycznym był niski poziom podstruktury dyslokacyjnej, pomimo braku wyżarzania międzyoperacyjnego. Biorąc pod uwagę silny stopień

rozdrobnienia mikrostruktury należy przypuszczać, że jest to efekt zaawansowanej rekrystalizacji in situ.

W drutach, w których zastosowano wyżarzanie międzyoperacyjne, po uzyskaniu średnicy 1 mm wyraźnie widoczne są różnice w charakterze tworzącej się podstruktury dyslokacyjnej obu gatunków stali. W stali M_A powstała doskonale widoczna podstruktura dyslokacyjna z uformowanymi granicami wąskokątowymi wewnątrz większych ziarn austenitu. Zarówno ziarna jak i podziarna były równoosiowe. Mniejsze ziarna charakteryzują się wielkością zbliżoną do wielkości komórek dyslokacyjnych, co wskazuje na ciągły proces "wyostrzania" się granic w trakcie odkształcania. W stali M_F ziarna mają znacznie bardziej nieregularny kształt. Podstruktura dyslokacyjna wewnątrz ziaren jest mało wyrazista. Ogólnie zaobserwowano, że w drutach poddanych wyżarzaniu międzyoperacyjnemu mikrostruktura była niejednorodna z powodu zjawiska ciągłego formowania się nowych ziarn, a średnia wielkość ziaren nie przekraczała średnicy 1 µm.

W przypadku badań wykonanych z zastosowaniem walcowania z przeróbką cieplno-plastyczną rozwój mikrostruktury charakteryzowała dużo większa niejednorodność. Na podstawie oceny mikrostruktur, udziału objętościowego oraz morfologii poszczególnych składników strukturalnych oraz histogramów pokazujących stopień dezorientacji w granicach ziaren, zgodnie ze wzorem zaproponowanym w [34] (rys. 36) zidentyfikowano dominującą fazę występującą w każdej z mikrostruktur. Zidentyfikowany skład fazowy dla każdego z wariantów przedstawiono w tablicy 9. Na tablicy umieszczono również wartości średnie średnic ziaren. Zostały one wyznaczona na podstawie map z analizy EBSD, gdzie za minimalną powierzchnię ziarna przyjęto 0,2 µm². Średnicę ziarna przyjęto jako średnicę zastępczą, tj. średnicę okręgu odpowiadającego wartości pola powierzchni ziarna.

Wariant	Składniki struktury	Średnia średnica	Średnia średnica	
		ziarna (EBSD), μm	ziarna (ASTAR), μm	
1A	Bainit ziarnisty + austenit	2,28		
1B	Bainit ziarnisty + austenit	2,33		
2A	Bainit ziarnisty + austenit	2,23		
2B	Bainit ziarnisty/bainit górny + austenit	2,12		
3A	Bainit ziarnisty + austenit	2,19		
3B	Bainit górny + austenit	2		
4A	Bainit ziarnisty	1,76	1,67	
4B	Bainit górny + ferryt	1,99		
5A	Bainit górny + ferryt	1,89		
5B	Bainit górny + ferryt	2,02		
6A	Bainit górny/bainit dolny + ferryt	1,73		
6B	Bainit górny/bainit dolny + ferryt	1,71		

Tablica 9. Wyniki pomiaru wielkości ziarna próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej oraz zidentyfikowany skład fazowy.

Próbki nagrzewane do temperatury 1000°C wykazały najwyższy stopień rozdrobnienia mikrostruktury. Należy jednak zaznaczyć, że tak mała wielkość ziarna wynika z niedoskonałości zastosowanej metody pomiarowej. Przy iglastej strukturze bainitycznej uzyskany w ten sposób wynik jest niemiarodajny. Z pozostałych próbek największe rozdrobnienie wystąpiło w przypadku próbki 4A. Pomiary wielkości ziarna zweryfikowano przy wykorzystaniu oprogramowania do obróbki danych z EBSD "Chanel 5" za pomocą oprogramowania ASTAR. W tym wypadku obliczona średnia średnica ziaren wyniosła $d_{ave} = 1,67 \ \mu m$.

5.4. Badania własności mechanicznych

Zasadniczym celem niniejszej pracy jest zbadanie związków pomiędzy silnie rozdrobnioną mikrostrukturą, umocnioną dyspersyjnymi cząstkami wydzieleń, a własnościami mechanicznymi w warunkach działania obciążeń dynamicznych.

Badane zagadnienia charakteryzuje wysoki stopień złożoności, dlatego w dalszej części pracy, poza



głównymi materiałami badawczym dołączono wyniki wykonanych badań referencyjnych, które w istotny sposób uzupełniają przeprowadzone analizy. Badania te dołączono tam, gdzie było to konieczne w celu uzyskania bardziej jednoznacznej interpretacji zachodzących w badanych materiałach zjawisk. Pozwoliło to w bardziej czytelny sposób przeprowadzić dyskusję wyników badań. Fragmenty te oznaczono niebieską krawędzią na marginesie strony.

🗸 🛛 Badania referencyjne – analiza mechanizmów umocnienia

Ze względu na skomplikowanie zagadnienia, które łączy trzy odrębne grupy czynników wpływających na własności mechaniczne materiałów tj. rozdrobnienie mikrostruktury, umocnienie cząstkami dyspersyjnymi oraz dynamiczne warunki obciążenia, dyskusję wyników zdecydowano się przeprowadzić na drodze eliminacji poszczególnych grup. Takie podejście pozwoliło na bardziej jednoznaczne przedstawienie związków pomiędzy badanymi grupami czynników a własnościami mechanicznymi. Wyniki badań zaprezentowane w tej części stanowią zbiór badań uzupełniających względem głównego programu badań wykonanych w niniejszej pracy.



Rys. 75. Schematyczne przedstawienie obszarów badawczych będących przedmiotem badań referencyjnych.

Analiza wpływu rozdrobnienia struktury na mechanizmy umocnienia w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych

Analizę wpływu rozdrobnienia mikrostruktury na własności stali ferrytyczno-cementytowych przeprowadzono w pracy [85]. Stal o składzie chemicznym: 0.15% C, 0.4% Si, 1.5% Mn, 0.014% P oraz 0.004% S, poddano procesowi, w którym w wyniku różnej kombinacji odkształcenia i obróbki cieplnej otrzymano materiały Umocnienie cząstkami dyspersyjnymi Pynamiczne mikrostruktury Dynamiczne warunki obciążenia

o wielkości ziarna: 0,47 µm; 0,7 µm; 1,1 µm; 1,5 µm; 1,8 µm; 3,2 µm; 13,6 µm. Następnie próbki wykonane z tego materiału poddano rozciąganiu z trzema prędkościami odkształcenia: 3,3 x 10^{-4} s⁻¹; 10 s⁻¹; 10³s⁻¹. Otrzymane krzywe przedstawiono na rys. 76.



Rys. 76. Krzywe płynięcia stali ferrytyczno-cementytowej o różnej wielkości ziarna, otrzymane w wyniku rozciągania z prędkościami odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 3,3x10^{-4}s^{-1}, \dot{\varepsilon} = 10^0s^{-1}$ oraz $\dot{\varepsilon} = 10^3s^{-1}$; w temperaturze pokojowej.



Rys. 77. Wykresy dla próbek ze stali ferrytyczno-cementytowej o różnej wielkości ziarna: (a) naprężenie płynięcia przy odkształceniu 7% i 12% jako funkcja odwrotności wielkości ziarna; (b) różnica naprężenia płynięcia przy odkształceniu 7% pomiędzy próbkami rozciąganymi z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 3,3x10^{-4}s^{-1}$ a $\dot{\varepsilon} = 10^3s^{-1}$ w funkcji naprężenia płynięcia przy $\dot{\varepsilon} = x10^3s^{-1}$;

Na przedstawionych krzywych widać, że wraz z rozdrobnieniem wielkości ziarna naprężenie płynięcia rośnie a plastyczność maleje. Materiał ten wykazuje czułość na prędkość odkształcenia. Porównanie wartości naprężenia płynięcia zmierzonego dla każdej krzywej przy odkształceniu umownym 7% i 12% (rys. 77(a)) pokazało, że kąt nachylenia linii trendu odpowiadającej danej prędkości odkształcenia - reprezentujący stopień umocnienia odkształceniowego jest podobny dla różnych prędkości odkształcenia. Wzrost prędkości odkształcenia wpływa zatem jedynie na składową cieplną naprężenia płynięcia. Z kolei przyrost naprężenia płynięcia przy prędkości odkształcenia 10⁴s⁻¹ względem odkształcenia quasi-statycznego jest niemal stały, niezależnie od stopnia rozdrobnienia struktury (rys.77(b)). Wnioskować zatem można, że rozdrobnienie struktury wpływa jedynie na składową atermiczną naprężenia płynięcia.

Analiza wpływu obecności cząstek faz obcych na mechanizmy umocnienia oddziałujące w materiałach ultradrobnoziarnistych

Istotny wpływ wprowadzenia dodatkowego mechanizmu w postaci umocnienia wydzieleniowego na plastyczność został już wykazany w pracy [86]. Stale M_F oraz IF (o składzie chemicznym: 0,0022% C; 0,112% Mn; 0,002% Ti; 0,037% Al) poddano procedurze MaxStrain, w wyniku której próbki o początkowej strukturze gruboziarnistej po



odkształceniu $\varepsilon = 20$ wykazały średnią wielkość ziarna poniżej 1 µm. Materiały te zarówno w stanie początkowym, jak i po MaxStrain poddano następnie statycznej próbie rozciągania na maszynie wytrzymałościowej. Na krzywe rozciągania (rys. 78) naniesiono wyznaczone na podstawie kryterium Considère wartości odkształcenia, przy którym w materiale następuje utrata stateczności. Wykazano, że gruboziarnista stal IF charakteryzuje się lepszą plastycznością (rozumianą jako większy zakres odkształceń równomiernych) od stali M_F.

Po rozdrobnieniu struktury do zakresu ultradrobnoziarnistego w przypadku obu stali plastyczność ulega pogorszeniu, jednak dla stali IF spadek plastyczności jest znacznie większy niż dla stali mikrostopowej M_F. Dodatkowo stal mikrostopowa, dzięki większej liczbie mechanizmów umocnienia dłużej zachowała zdolność do odkształcania w zakresie odkształceń równomiernych niż stal IF, podczas gdy w materiale o strukturze gruboziarnistej to stal IF charakteryzowała się lepszą plastycznością. Wynika z tego, że wprowadzenie dodatkowych mechanizmów umocnienia od cząstek dyspersyjnych obniża skłonność materiałów do utraty plastyczności wraz z rozdrobnieniem struktury do wielkości ziarna poniżej 1 µm.



Rys. 78. Krzywe płynięcia wyznaczone przy rozciąganiu quasi-statycznym stali M_F (na rys. oznaczonej jako Y) oraz IF dla struktury gruboziarnistej (a) i ultradrobnoziarnistej uzyskanej w wyniku odkształceniu wg procedury MaxStrain z odkształceniem $\varepsilon = 20$ (b). Na krzywych zaznaczono moment utraty stabilności odkształcenia wyznaczony z kryterium Considère.

Analiza wpływu obecności cząstek faz obcych na mechanizmy umocnienia w warunkach obciążeń dynamicznych

Próbki cylindryczne z czterech wybranych materiałów, o wymiarach ϕ 5x38,1 mm poddano testowi Taylora [87], który został szczegółowo omówiony w podrozdziale 5.2.3.4. Doboru materiałów dokonano w taki sposób, aby każdy z nich reprezentował inny dominujący mechanizm umocnienia odkształceniowego. Wybrane materiały to:



stal ferrytyczno-perlityczna, umocniona cząstkami faz obcych - M_F, stal bainityczna - 20MnB4 (o składzie chemicznym: 0,21% C; 0,94% Mn; 0,24% Si; 0,02% Al; 0,09% Cu), stal niskowęglowa – LC (o składzie chemicznym: 0,03% C; 0,37% Mn; 0,14% Cu) oraz stal wolna od atomów międzywęzłowych – IF (o składzie chemicznym: 0,0022% C; 0,112% Mn; 0,002% Ti; 0,037% Al). Próbki we wszystkich przypadkach zostały wykonane z walcówek walcowanych z przeróbką cieplno-plastyczną. Działo gazowe zainstalowane w dostępnej aparaturze do wykonywania testu Taylora miało średnicę przewodu 7,62 mm, dlatego koniecznym było przyklejenie krążków z poliwęglanu dostosowujących średnicę próbek do przewodu lufy. Przykładowe zdjęcia próbek przed i po próbie razem z naklejonymi krążkami przedstawiono na rys. 79. Próbki wystrzeliwano z trzema prędkościami: 220 m/s, 270 m/s oraz 300 m/s. Zdjęcia wszystkich próbek po wykonanych wystrzeleniach, wraz z zaznaczoną średnicą stopy próbki przedstawiono na rys. 80.



Rys. 79. Próbka do testu Taylora przed i po próbie.

Po wykonaniu strzelań odzyskane próbki przecinano wzdłuż osi za pomocą elektrodrążarki drutowej. Na otrzymanym przekroju wykonano zgłady metalograficzne. Zdjęcia mikrostruktur wraz z zaznaczonym obszarem z którego je wykonano przedstawiono na rys. 81. W środkowej części na rys.81 umieszczono wynik symulacji rozkładu odkształceń na przekroju próbki ze stali M_F wystrzelonej z prędkością 300 m/s.



Rys. 81. Zdjęcia mikrostruktur próbek po teście Taylora wraz z zaznaczonym obszarem z którego je wykonano. W środkowej części rozkład odkształcenia w próbce podczas testu uzyskany z symulacji komputerowej.

W dalszej kolejności na zgładach wykonano mapy twardości. Pomiary twardości dokonano metodą Vickersa z obciążeniem 5 kg. Odstępy pomiędzy kolejnymi pomiarami wynosiły 0,7 mm, za wyjątkiem próbek ze stali IF. Tam ze względu na niskie własności wytrzymałościowe tej stali, aby uniknąć zaburzenia dokładności pomiarów odstępy pomiędzy odciskami zwiększono do 1 mm. Otrzymane mapy rozkładu twardości przedstawiono na rys. 82.



Rys. 82. Mapy rozkładu twardości na przekroju próbek po teście Taylora.



Rys. 83. Wykresy względnego przyrostu twardości w odkształconej części próbki względem obszaru nieodkształconego HV5, /HV50

Pomiary twardości wykonane w osi próbki posłużyły również do wykonania wykresów (rys. 83) opisujących względny przyrost twardości w odkształconej części próbki do obszaru niedotkniętego odkształceniem plastycznym HV5_x/HV5₀. Natomiast pomiary długości strefy, która uległa odkształceniu względem strefy, która nie została dotknięta odkształceniem przedstawiono w tablicy 10.

Stal	Prędkość wystrzelenia	Początkowa długość	Długość próbki po	Część odkształcona		Część nieodkształcona	
		próbki, mm	próbie, mm	mm	%	mm	%
IF	220 m/s	38	29,3	18,8	64,2	10,5	35,8
	270 m/s	38	25,4	16,7	65,7	8,7	34,3
	300 m/s	38	23,6	16,6	70,3	7	29,7
LC	220 m/s	38	29,9	17,5	58,5	12,4	41,5
	270 m/s	38	27	16,3	60,4	10,7	39,6
	300 m/s	38	24,9	15,6	62,7	9,3	37,3
20MnB4	220 m/s	38	31,6	20,4	64,6	11,2	35,4
	270 m/s	38	29,2	17,7	60,6	11,5	39,4
	300 m/s	38	27,4	18,2	66,4	9,2	33,6
M_F	220 m/s	38	32	21,8	68,1	10,2	31,9
	270 m/s	38	29,2	20,5	70,2	8,7	29,8
	300 m/s	38	28,2	19,7	69,9	8,5	30,1

Tablica 10. Pomiary długości strefy odkształconej i nieodkształconej w próbkach po teście Taylora.

Krzywe rozciągania badanych materiałów w warunkach quasi-statycznych przedstawiono na rys. 84. Dodatkowo na wykresie umieszczono w celu porównania krzywe płynięcia uzyskane w próbie ściskania za pomocą pręta Hopkinsona (SHPB) (szczegółowy opis metodyki znajduje się w podrodziale 5.2.3.3.) w warunkach obciążeń dynamicznych z prędkościami odkształcenia 4500 oraz 5800 s⁻¹ dla stali LC oraz M F.



Rys. 84. Krzywe płynięcia badanych stali.

Stal IF o najniższych własnościach wytrzymałościowych umocniona jest jedynie poprzez węgliki i azotki tytanu. Tytan w tej stali ma przede wszystkim za zadanie związać węgiel i azot, aby nie znajdował się w roztworze ferrytu. Węgliki i azotki tytanu dodatkowo "szpilują" granice ziarn, blokując ich rozrost w podwyższonych temperaturach oraz wzrost odporności na pękanie. Stal LC umocniona jest roztworowo, poprzez dodatek manganu i poprzez zawartość węgla przekraczającą graniczną rozpuszczalność w ferrycie - przez co tworzy się w strukturze niewielka

ilość perlitu. Stal 20MnB4 jest typowym przykładem stali bainitycznej, w której umocnienie pochodzi od umocnienia roztworowego (Mn, Si), rozdrobnienia ziarna, ale przede wszystkim obecności w strukturze bainitu, którego tworzenie wspomaga dodatek boru. Stal M_F charakteryzuje się najbardziej złożoną kombinacją mechanizmów umocnienia spośród badanych stali. Mikrododatki stopowe, przede wszystkim niobu, w połączeniu przeróbką cieplno-plastyczną, oprócz umocnienia roztworowego i wielofazowego (od perlitu) wprowadzają dodatkowy mechanizm umocnienia w postaci umocnienia wydzieleniowego, a także efektywne umocnienie od redukcji wielkości ziarna. W czytelny sposób odwzorowane jest to na wykresach krzywych płynięcia, gdzie kolejne dodatkowe mechanizmu umocnienia sprawiają, że materiał prezentuje wyższe własności wytrzymałościowe.

Poprawne zrozumienie oddziaływania mechanizmów umocnienia w warunkach obciążeń quasi-statycznych jest podstawą do zrozumienia zachowania się materiałów w warunkach obciążeń dynamicznych. Dzięki większej liczbie aktywnych mechanizmów umocnienia, przy wysokich prędkościach odkształcenia stal mikrostopowa wciąż zachowuje zdolność do umocnienia odkształceniowego, natomiast stal LC tej właściwości nie wykazuje. Fakt ten ma bezpośredni wpływ na zachowanie się próbek w warunkach odpowiadających testowi Taylora.

We wszystkich badanych próbkach obszar odkształcenia zwiększał się wraz ze wzrostem prędkości zderzenia próbek z płytą oporową. Jednak zarówno wartość odkształcenia jak i prędkości odkształcenia w trakcie próby nie są jednorodne. Wyraźnie widoczne jest to na mapach rozkładu twardości na przekroju próbki.

Stal LC wykazuje największą czułość na prędkość odkształcenia, na co wskazuje gwałtowny przyrost twardości zaraz na początku strefy odkształconej. Efekt tej pogłębia się jeszcze bardziej wraz ze wzrostem prędkości zderzenia. Wpływ prędkości odkształcenia na twardość zauważalny jest również dla stali IF. Nieco inaczej zjawisko to obecne jest w przypadku stali 20MnB4 oraz M_F. Tam zwiększenie prędkości zderzenia z 270 m/s do 300 m/s nie powoduje wyraźnych zmian w czułości na prędkość odkształcenia wyrażonej poprzez względny przyrost twardości. Wynika z tego, że czułość na prędkość odkształcenia w stalach maleje, gdy obecne są mechanizmy umocnienia pochodzące od umocnienia roztworowego i wydzieleniowego. Należy jednak wspomnieć, że istotne znaczenie ma również struktura początkowa, tj. wielkość ziarna, a także skład i morfologia składników strukturalnych. Znacząco silniejsze rozdrobnienie składników struktury, jak również obecność bainitu i kolonii perlitu w badanych stalach pełnią stabilizującą role w trakcie umocnienia odkształcenia wrzenie.

Gwałtowny przyrost twardości obserwowany na trójwymiarowych mapach w przypadku próbek ze stali LC i 20MnB4 świadczy o tym, że rozpoczęcie plastycznego płynięcia hamowane jest przez jakąś barierę. Po jej pokonaniu umocnienie odbywa się w bardziej płynny sposób. Efekt ten nie występuje w przypadku stali M_F oraz IF. Sprawia to, że rozkład odkształcenia w tych materiałach jest bardziej jednorodny, co bardziej predestynuje te materiały do zastosowania w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych, z powodu ograniczenia tendencji do lokalizacji odkształcenia.

Porównanie wyników otrzymanych na drodze pomiarów twardości na przekroju próbek poddanych testowi Taylora pozwala stwierdzić, że liczba mechanizmów umocnienia obecnych w badanych stalach ma istotny wpływ na czułość na prędkość odkształcenia. Obecność dodatkowych przeszkód dla ruchu dyslokacji sprawia, że rozkład odkształcenia jest bardziej jednorodny. Zjawisko to nabiera szczególnego znaczenia w przypadku oddziaływania obciążeń

dynamicznych, gdzie na materiał oddziałują w istotny sposób siły bezwładności, a powstałe wówczas gradienty naprężeń pogłębiają tendencję do lokalizacji odkształceń.

Jednorodność odkształcenia na długości próbki ze stali IF, pomimo niewielkiej liczby mechanizmów umocnienia, wynika z uwarunkowań mikrostrukturalnych - co wskazuje, że w przypadku oddziaływania dynamicznych warunków obciążenia w zmianie własności wytrzymałościowych jeszcze większej wagi nabierają czynniki mikrostrukturalne. Gruboziarnistość struktury i mała liczba miejsc łatwego generowania dyslokacji, takich jak granice ziarn, czy granice międzyfazowe sprawia, że pojawia się dodatkowy mechanizm odkształcenia jakim jest bliźniakowanie. W warunkach wysokich prędkości odkształcenia, przy gruboziarnistości materiału lub w warunkach odkształcenia w niskiej temperaturze w analizie materiałów o sieci krystalicznej RPC należy uwzględnić również ten mechanizm odkształcenia.

Podsumowanie

Przeprowadzone badania referencyjne potwierdzają zasadność przyjętego kierunku badań, w którym założono, że wprowadzenie dodatkowego mechanizmu umocnienia w postaci umocnienia wydzieleniowego pozwoli na poprawę plastyczności materiałów ultradrobnoziarnistych. Również badania w warunkach obciążeń dynamicznych potwierdzają założoną tezę, zgodnie z którą umocnienie wydzieleniowe poprawia zdolność materiałów do stabilnego odkształcania w zakresie odkształceń równomiernych.

Przeprowadzone badania wstępne dają zatem podstawy do kontynuacji badań oraz niezbędną bazę wiedzy umożliwiającą poprawne zidentyfikowanie kluczowych czynników wpływających na zachowanie się materiałów ultradrobnoziarnistych umocnionych cząstkami faz obcych w warunkach obciążeń dynamicznych. Dzięki temu możliwa będzie pełna weryfikacja wyników otrzymanych badań, które poprowadzą do potwierdzenia, lub obalenia przedłożonej w niniejszej pracy tezy.

Badania własności mechanicznych wytworzonych materiałów

Wytworzone materiały ultradrobnoziarniste o wielkości ziarna od 100 nm do 3 µm poddano w kolejnych badaniach testom plastometrycznym w szerokim zakresie prędkości odkształcenia. Charakterystyki badanych materiałów dokonano na podstawie serii testów o zróżnicowanym sposobie przyłożonych obciążeń. W pierwszej kolejności jako punkt odniesienia dla dalszych badań wykonano ocenę własności mechanicznych w warunkach oddziaływania obciążeń quasistatycznych. Analizę zachowania się materiałów w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych, z uwzględnieniem przedstawionych powyżej wyników badań referencyjnych prowadzono zaczynając od prób udarności wykonanych na młocie Charpy'ego. Prędkości odkształcenia w zakresie przejściowym, gdzie procesowi odkształcenia zaczynają towarzyszyć zjawiska falowe, badano w warunkach zarówno rozciągania, jak i ściskania na młocie spadowym. Krzywe płynięcia w szerokim zakresie prędkości odkształcenia wyznaczono w próbie ściskania za pomocą dzielonego pręta Hopkinsona. Najwyższe prędkości odkształcenia uzyskano w zderzeniowej próbie płyt (Spall test), gdzie badano wytrzymałość rozdzielczą przy ekstremalnie wysokiej prędkości odkształcenia. Plan przeprowadzonych badań schematycznie przedstawiono na rys. 85.


Rys. 85. Schematycznie przedstawiony plan badań wytrzymałościowych wytworzonych materiałów.

5.4.2. Testy rozciągania w warunkach quasi-statycznych 5.4.2.1. Materiał po wieloosiowym ściskaniu

Ze stali M_F oraz M_A poddanych na etapie przygotowania procedurze MaxStrain wycięto elektroiskrowo próbki do testów rozciągania w warunkach quasi-statycznych, z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 0,001 \, s^{-1}$. Krzywe rozciągania oraz sposób przygotowania próbek przedstawiono na rys. 86.



Rys. 86. Krzywe płynięcia przy rozciąganiu próbek z materiału wytworzonego metodą MaxStrain. Schematycznie zaznaczono miejsce wycięcia próbek do rozciągania oraz zamieszczono zdjęcie wyciętych próbek.

Krzywe płynięcia wskazują na większą plastyczność stali M_A po wstępnym (MaxStrain) odkształceniu $\varepsilon = 10$, natomiast przy większym odkształceniu i rozdrobnieniu ziarna do poziomu poniżej 1 µm materiał gwałtownie traci zdolność do odkształceń plastycznych. W próbce obecna jest duża liczba nieciągłości, co widoczne jest na zdjęciach przekroju próbek z mikroskopu optycznego zaprezentowanych w tablicy 2. W przypadku stali M_F również następuje pogorszenie plastyczności, ale uzyskiwane przełomy mają charakter przełomów rozdzielczych tj. kruche z wyraźną obecnością przełomów poślizgowych. W przypadku stali M_F odkształceniem wstępnym $\varepsilon = 20$ w porównaniu z $\varepsilon = 10$ wytrzymałość na

rozciąganie zwiększyła się o ok. 50 MPa, a wydłużenie równomierne zmniejszyło się odpowiednio z $\varepsilon = 0,18$ do $\varepsilon = 0,12$. Badane stale poddane odkształceniu wstępnemu $\varepsilon = 10$ wykazują podobną granicę plastyczności, jednak po jej przekroczeniu stal ferrytyczna umacnia się dużo szybciej niż stal austenityczna. W stali M_F odkształconej z odkształceniem $\varepsilon = 20$ efekt ten jest jeszcze bardziej pogłębiony. Kruchość stali M_A poddanej odkształceniu $\varepsilon = 20$ można wyjaśnić podobnie, jak zostało to opisane w pracy [37], gdzie wykazano, że obecność podstruktury ma negatywny wpływ na własności plastyczne. W połączeniu z silnym rozdrobnieniem i związanym nim pogorszeniem plastyczności materiał podczas próby rozciągania pękał krucho.



5.4.2.2. Materiał po wielostopniowym ciągnieniu

Rys. 87. Krzywe rozciągania próbek ciągnionych quasi-statycznie na ciągarce ławowej.

Na rys. 87 przedstawiono wykresy rozciągania drutów ciągnionych z małymi prędkościami. Widoczny jest znaczny przyrost własności wytrzymałościowych i wyraźne pogorszenie własności plastycznych. We wszystkich trzech przypadkach niemal niezauważalna jest różnica pomiędzy krzywymi rozciągania dla drutów o średnicach 1 mm oraz 0,75 mm. Dla stali ferrytycznych wyraźnie widoczny jest efekt wpływu wydzieleń na zachowanie się materiałów poddanych odkształceniu w próbie jednoosiowego rozciągania.

Badania referencyjne – wpływ obecności cząstek faz obcych na umocnienie odkształceniowe

W celu uzupełnienia badań głównych niniejszej pracy wykonano badania uzupełniające, referencyjne dla stali niskowęglowej LC. Stal LC charakteryzuje się podobnym składem chemicznym do stali M_F, jednak nie zawiera pierwiastków mikrostopowych. Dzięki temu możliwa jest ocena przez porównanie wpływu cząstek faz obcych na kształtowanie mikrostruktury oraz własności mechaniczne. Z uwagi na to, że stal LC jest materiałem odniesienia dla dalszej analizy, wyniki prób rozciągania drutów z tej stali zostaną przedstawione jako pierwsze.

W stali LC poddanej procesowi ciągnienia nie badano wielkości ziarna, jednak można założyć, że przy odkształceniu zakumulowanym $\varepsilon = 3,74$ wielkość ziarna została zredukowana do średniej średnicy mniejszej niż 1 µm. Na tym etapie badano wpływ prędkości ciągnienia na własności stali ultradrobnoziarnistej po odkształceniu z prędkościami odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 0,5$ s⁻¹ oraz $\dot{\varepsilon} = 1000$ s⁻¹. Przy silnej akumulacji odkształcenia w procesie ciągnienia zgromadzona energia odkształcenia (energia związana ze wzrostem gęstości dyslokacji oraz wzrostem naprężeń

sprężystych – naprężeń własnych) jest wystarczająca, aby w materiale zaszedł proces rekrystalizacji *in situ*. Zauważalne jednak są różnice w akumulacji odkształcenia, które zaobserwować można na wykresach rozciągania na maszynie wytrzymałościowej próbek z drutów pobranych po każdym etapie ciągnienia (rys. 88).

Już po pierwszym ciągu, przy podobnym wydłużeniu zauważalny jest przyrost własności wytrzymałościowych w próbce ciągnionej dynamicznie w stosunku do próbki ciągnionej quasi-statycznie. Po kolejnym ciągu nastąpił dalszy wzrost własności wytrzymałościowych w obu przypadkach, natomiast wyraźna jest różnica w wydłużeniu obu próbek oraz w charakterze umocnienia. Próbka ciągniona quasi-statycznie przy silnym umocnieniu odkształceniowym wykazuje niewielki zakres odkształcenia plastycznego, natomiast odkształcenie plastyczne próbki po ciągnieniu dynamicznym jest o 1/3 większe. Próbka po trzecim ciągu przy ciągnieniu quasi-statycznym osiągnęła niższe własności wytrzymałościowe od próbki po drugim ciągu, a także wykazała gorszą plastyczność. Niższy był również współczynnik umocnienia odkształceniowego, jednak próbka rozciągała się przez pewien czas przy niewielkim umocnieniu. Po ciągnieniu dynamicznym materiał, względem tego po poprzednim ciągu, nie wykazał spadku własności wytrzymałościowych, natomiast pogorszyła się jego plastyczność. Po odkształceniu do średnicy ϕ 0,8 mm w próbce ciągnionej quasi-statycznie nastąpił wzrost wytrzymałości oraz poprawa własności plastycznych. Próbka wykazała niewielkie umocnienie odkształceniowe. W próbce ciągnionej dynamicznie przeciwnie – nastąpił spadek własności wytrzymałościowych, jak również pogorszenie plastyczności. Po ostatnim ciągu, w którym uzyskano drut o średnicy φ0,75 mm, próbka ciagniona quasi-statycznie uległa zerwaniu niemal natychmiast po przejściu w stan plastyczny, osiągając takie same własności wytrzymałościowe jak próbka po poprzednim ciągu. W próbce ciągnionej dynamicznie po ostatnim ciągu nastąpiło kolejne ciągłe pogorszenie plastyczności, jednak zwiększyły się własności wytrzymałościowe.



Rys. 88. Krzywe rozciągania drutów ze stali LC ciągnionych dynamicznie i statycznie.

Krzywe rozciągania drutów po każdym etapie ciągnienia wskazują na to, że warunki procesu doprowadziły do rekrystalizacji *in situ* w obu wariantach zastosowanych prędkości odkształcenia. Sam proces rekrystalizacji zachodził jednak inaczej dla obu przypadków. Przy pierwszym ciągu poprawę własności plastycznych wiązać można z początkiem zarodkowania ziaren zrekrystalizowanych. Podczas ciągnienia dynamicznego akumulacja energii odkształcenia jest wyższa, stąd już w kolejnym ciągu w wyniku wzrostu temperatury i akumulacji odkształcenia zaszła pełna rekrystalizacja. W kolejnych ciągach zachodziło zjawisko obniżenia plastyczności

w wyniku akumulacji efektów odkształcenia, jednak bez wyraźnego dalszego wzrostu własności wytrzymałościowych.

W procesie quasi-statycznym początkowy wzrost energii zmagazynowanej w wyniku odkształcenia jest mniejszy, niż przy ciągnieniu dynamicznym, stąd początek rekrystalizacji wymagał wyższej akumulacji odkształcenia. Wpływ na kinetykę procesu rekrystalizacji ciągłej (*in situ*) miała również temperatura, która w procesie quasi-statycznym ze względu na dyssypację energii cieplnej była niższa niż przy ciągnieniu dynamicznym, stąd początek zjawiska rekrystalizacji przejawiający się spadkiem własności wytrzymałościowych można zaobserwować można już po ciągu trzecim, a wyraźny wzrost plastyczności wiązany ze zjawiskiem rekrystalizacji nastąpił po czwartym ciągu.

Porównanie własności drutów gotowych, po ciągnieniu quasi-statycznym i dynamicznym, z drutem wsadowym $\phi 1$ mm ciągnionym quasi-statycznie wskazuje na poprawę zarówno własności wytrzymałościowych jak i plastycznych, w przypadku zastosowania procesu ciągnienia dynamicznego. Po ciągnieniu quasi-statycznym zaobserwowano nieznaczny wzrost własności wytrzymałościowych, przy osiągnięciu takiej samej plastyczności.

Pełna ocena efektów strukturalnych będących efektem zwiększenia prędkości odkształcenia w trakcie procesu ciągnienia drutów ze stali niskowęglowej oraz ich wpływu na własności mechaniczne wymaga dalszych prac, gdyż sformułowanie jednoznacznych wniosków nie jest możliwe bez przeprowadzenia dodatkowych do już wykonanych badań mikrostrukturalnych na transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Niemniej uzyskane wyniki mogą stanowić tło dla interpretacji podobnego zakresu badań zrealizowanego w niniejszej pracy dla stali mikrododatkami stopowymi M_F.

Próbki ze stali M_F oraz M_A po procedurze przygotowania opisanej w rozdziale 5.3.1. podano próbie rozciągania na maszynie wytrzymałościowej, z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 0.01 \, s^{-1}$. Krzywe płynięcia przedstawiono na rys. 89 i 90.

Zauważalna jest prawidłowość, zgodnie z którą druty po ciągnieniu dynamicznym charakteryzują się krzywą o mniejszym nachyleniu, niż druty po ciągnieniu quasi-statycznym, zarówno w przypadku stali ferrytycznej jak i austenitycznej, jak również w przypadku zastosowania wyżarzania międzyoperacyjnego i bez.

Duża akumulacja odkształcenia i wynikające z niego silne rozdrobnienie struktury w badanych drutach sprawiają, że materiały te charakteryzują się słabą plastycznością, a ich krzywe rozciągania bardziej przypominają charakterem materiały ceramiczne. W przypadku drutów poddanych wyżarzaniu międzyoperacyjnemu druty z obu stali wykazują znacznie większe wydłużenie, jednak już po drugim ciągu po wyżarzaniu plastyczność spada do wartości podobnych jak w drutach nie poddanych wyżarzaniu. Jednocześnie materiał w tym stanie, pomimo podobnej plastyczności, charakteryzuje się tym, że własności wytrzymałościowe drastycznie spadają - w stali austenitycznej są niższe o ok 1/3, a w stali ferrytycznej o połowę.



Rys. 89. Krzywe rozciągania drutów ze stali M_F poddanej wyżarzaniu międzyoperacyjnemu i nie, ciągnionej quasistatycznie i dynamicznie.

Stal M_F poddana wyżarzaniu, po przekroczeniu granicy plastyczności niemal nie wykazuje umocnienia odkształceniowego, natomiast w stali M_A umocnienie występuje. Szczególna charakterystyka stali M_F poddanej wyżarzaniu międzyoperacyjnemu wynika z tego, że po przekroczeniu granicy plastyczności w statycznej próbie rozciągania występuje swoista równowaga pomiędzy ciągłym generowaniem nowych dyslokacji i ich anihilacją - na granicach ziarn które są wolne od efektów odkształcenia. Podobny efekt zaobserwowano dla polikrystalicznego magnezu w pracy [88].

W pierwszym ciągu po wyżarzaniu, w przypadku stali M_F efekt odkształcania przy znikomym umocnieniu odkształceniowym wciąż jest obecny, ale w mniejszym zakresie, natomiast w przypadku stali M_A już po pierwszym ciągu zanika pozytywny wpływ wyżarzania na plastyczność. Po pierwszym ciągu stal M_F wciąż nie wykazuje umocnienia odkształceniowego, ale odkształcenie po ciągnieniu dynamicznym jest dwukrotnie wyższe niż w po ciągnieniu quasi-statycznym. Po drugim ciągu wpływ wyżarzania na plastyczność zanika i ponownie materiał przybiera charakterystykę zbliżoną bardziej do materiału kruchego.



Rys. 90. Krzywe rozciągania drutów ze stali M_A poddanej wyżarzaniu międzyoperacyjnemu i nie, ciągnionej quasi-statycznie i dynamicznie



Rys. 91. Zdjęcia mikrostruktury stali M_F pozyskane z TEM dla druków ciągnionych do średnicy ϕ 0,8 mm i ϕ 0,75 mm.

Odmienny charakter krzywych można zaobserwować również w przypadku drutów o średnicy ϕ 0,8 mm ze stali M_F ciągnionej dynamicznie oraz ze stali M_A ciągnionej quasi-statycznie. W obu przypadkach zaobserwować można zmianę kąta nachylenia krzywej, które można zidentyfikować jako granicę plastyczności, a dalsze odkształcenie odbywa się przy bardzo dużym

umocnieniu odkształceniowym. Zjawisko to można wiązać z rekrystalizacją dynamiczną zachodzącą w trakcie rozciągania. W stali M_A drut o średnicy ϕ 0,8 mm wykazuje natomiast podobny charakter, ale nieco wyższą plastyczność. Na rys. 91 zamieszczono porównanie zdjęć mikrostruktur z TEM wykonanych na próbkach ze stali M_F dla drutów średnicy ϕ 0,8 mm i ϕ 0,75 mm po ciągnieniu dynamicznym.

Zdjęcie mikrostruktury drutu o średnicy ϕ 0,8 mm pokazuje silnie nieuporządkowaną strukturę z bardzo dużą gęstością dyslokacji. Jest to efektem zastosowania dużej prędkości odkształcenia. W takich warunkach dyslokacje nie mają czasu, aby utworzyć uporządkowaną podstrukturę. Dopiero podczas odkształcenia z małą prędkością odkształcenia, jaka występowała w próbie rozciągania zachodził proces ciągłego uporządkowania struktury. Wynika z tego, że przy odkształceniu równym $\varepsilon = 4,19$ osiągnięta została krytyczna gęstość nieuporządkowanych dyslokacji. Kolejne odkształcenie wywołało zjawisko ciągłej rekrystalizacji, niezależnie od prędkości odkształcenia, która w próbie rozciągania była niska, a w kolejnym ciągu dynamicznego ciągnienia wysoka. Struktura w drucie o średnicy ϕ 0,75 mm wykazuje wyraźnie "wyostrzone" granice ziarn, a dyfraktogram uwidacznia wyższe uporządkowanie struktury przejawiające się w postaci bardziej wyraźnych punktów dyfrakcyjnych.

Duży udział wydzieleń oraz granic szerokokątowych powstałych w procesie ciągnienia z dużą akumulacją odkształcenia ułatwia akumulacją defektów, w szczególności podczas zastosowania dużej prędkości odkształcenia generowanej podczas ciągnienia dynamicznego. Można zatem stwierdzić, że mechanizmy umocnienia wygenerowane w oparciu o umocnienie roztworowe i wydzieleniowe mogą być efektywnie wykorzystane do redukcji wielkości ziarna w drutach ze stali mikrostopowej i że w znaczący sposób wpływają na własności mechaniczne wpływając na wzrost zarówno wytrzymałości, jak i plastyczności szczególnie w warunkach ciągnienia z dużą prędkością.

Dominujący mechanizm odpowiedzialny za umocnienie odkształceniowe zmienia się wraz z temperaturą odkształcania, jak również wzrostem temperatury w wyniku odkształcania i jest związany z różną EBU – wysoką w M_F i niską w M_A. Połączeniem oddziaływania tych efektów jest wzrost umocnienia odkształceniowego oraz wzrost plastyczności. Brak znaczącego przyrostu niejednorodności umocnienia odkształceniowego na przekroju badanych drutów, dla stali M_A można wiązać z faktem, że w austenicie wraz ze wzrostem temperatury, maleje tendencja do bliźniakowania kosztem większego udziału poślizgu dyslokacji. Widocznym jest, że druty ze stali mikrostopowej, zarówno M_F jak i M_A wykazywały gorszą plastyczność kiedy zostały wytworzone przy niższej prędkości ciągnienia.

Otrzymane wyniki, zgodnie z którymi plastyczność materiałów wzrasta w wyniku zastosowania wyższej prędkości odkształcenia jest zgodne z wynikami opublikowanymi w [89], gdzie stwierdzono że niższa prędkość odkształcenia powoduje szybsze zarodkowanie pęknięć, ponieważ przy wyższej prędkości odkształcenia szybciej generowane są nowe dyslokacje, przez co nie mogą one ulec spiętrzaniu w uprzywilejowanych miejscach.

Odnosząc otrzymane wyniki do wyników próby rozciągania próbek po ciągnieniu dla stali LC można stwierdzić, że w stali bez dodatku pierwiastków mikrostopowych brak jest widocznych różnic w plastyczności wytworzonych materiałów pomiędzy drutami ciągnionymi z niską i wysoką prędkością odkształcenia. Wynika z tego zatem, że w warunkach odkształcania materiałów o strukturze silnie rozdrobnionej, obecność w strukturze cząstek faz obcych przyczynia się do poprawy własności plastycznych po procesie ciągnienia z wysoką prędkością odkształcenia względem materiałów pozbawionych mechanizmu umocnienia wydzieleniowego.

5.4.2.3. Materiał wytworzony w wyniku walcowania z przeróbką cieplno-plastyczną

Własności wytrzymałościowe wytworzonych materiałów zbadano w próbie rozciągania. Zastosowane próbki miały taki sam kształt jak próbki do rozciągania wycięte z materiału poddanego przetwarzaniu za pomocą procedury MaxStrain. Na wykresach przedstawionych na rys. 92 i 93 przedstawiono porównanie krzywych rzeczywistych i umownych dla przeprowadzonych prób rozciągania, wraz ze zdjęciem mikrostruktury oraz rozkładem odkształcenia w momencie osiągnięcia wytrzymałości na rozciąganie z systemu DIC. Zbiorcze wykresy umownych krzywych rozciągania dla schematu A oraz B przedstawiono na rys. 94.

Tablica 11. przedstawia następujące zarejestrowane parametry: wydłużenie odczytane z maszyny po uwzględnieniu korekcji o sztywność układu, wytrzymałość na rozciąganie, granicę plastyczności odczytaną z systemu DIC, zapas plastyczności.

Ze względu na małą smukłość zastosowanych próbek (stosunek długości części rozciąganej do jej przekroju poprzecznego) otrzymane wartości odkształcenia nie mogą być odniesione wprost do próbek zestandaryzowanych, jednak pozwalają na ocenę jakościową tj. porównanie plastyczności badanych materiałów. Własności wytrzymałościowe mogą już jednak być na podstawie otrzymanych krzywych wyznaczone z wystarczająco wysoką dokładnością.

Wyraźnie widoczne jest, że w wytworzonym materiale brak jest wyraźnej granicy plastyczności, która występuje w materiale wsadowym. Uzasadnionym jest twierdzenie, że materiał ten nie ulega starzeniu, ponieważ próby rozciągania wykonane zostały po upływie długiego czasu od chwili wykonania procesu walcowania. Fakt ten wskazuje również, zgodnie z [90], że rozpad austenitu nastąpił na drodze przemiany bainitycznej, gdyż bainityczne produkty przemiany austenitu nie wykazują wyraźnej granicy plastyczności. Dodatkowo struktura bainityczna charakteryzuje się wysokim zapasem plastyczności.

	Wydłużenie		Rm,	R _e ,	Re/R _m			
	mm	A2,%	MPa	MPa				
1A	3,444	57	630	301	0,48			
1B	3,069	51	653	460	0,61			
2A	3,331	56	607	331	0,55			
2B	2,899	48	667	610	0,91			
3A	3,266	54	602	424	0,70			
3B	2,779	46	687	615	0,90			
4A	2,643	44	855	698	0,82			
4B	2,586	43	847	630	0,74			
5A	2,549	42	902	730	0,81			
5B	2,531	42	915	747	0,82			
6A	2,339	39	1038	857	0,83			
6B	2,133	36	1026	812	0,79			
Wsad	2,742	46	656	590	0,90			



Wsad



Tablica	11.	Раг	rametry	zarejestrowo	nne i	obliczone	па
рс	dsta	wie	próby	rozciągania	próbe	k poddan	ych
przeróbce cieplno-plastycznej.							





Rys. 933. Krzywe płynięcia przy rozciąganiu quasi-statycznym próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplnoplastycznej. Do każdej z próbek załączono zdjęcie mikrostruktury oraz rozkład odkształcenia w momencie osiągnięcia wytrzymałości na rozciągania wyznaczony za pomocą systemu DIC. Granica plastyczności wyznaczona z systemu DIC. Wytrzymałość na rozciąganie wyznaczona z maksymalnej siły rozciągania.



Rys. 944. Zebrane krzywe płynięcia przy rozciąganiu quasi-statycznym próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej. Schemat A – próbki walcowane na gorąco w jednym przepuście; schemat B – próbki walcowane na gorąco w dwóch przepustach.

W przypadku schematu walcowania z jednym gniotem próbki chłodzone na powietrzu wykazują lepszą plastyczność od próbek chłodzonych w wodzie. Największym zakresem odkształceń równomiernych charakteryzuje się próbka 1A. Prawdopodobną przyczyną takiego zachowania się tego materiału jest obecność w strukturze ok. 6% austenitu szczątkowego. W porównaniu z materiałem wsadowym zauważalnie niższa jest granica plastyczności próbek chłodzonych na powietrzu, natomiast wytrzymałość na rozciąganie jest niewiele niższa lub porównywalna (w przypadku próbki 1A). Próbki chłodzone w wodzie wykazują zdecydowanie wyższą zarówno wytrzymałość na rozciąganie, jak i granicę plastyczności, przy czym wydłużenie całkowite jest zbliżone. W próbkach chłodzonych na powietrzu prawie dwukrotnie zwiększył się zakres odkształceń równomiernych w porównaniu do materiału wsadowego. Z kolei w próbkach chłodzonych w wodzie próbka nagrzewana przed walcowaniem do 900°C wykazuje nieco większy zakres odkształceń równomiernych, natomiast w próbkach nagrzewanych do 920°C i 1000°C utrata stabilności odkształcania następuje wcześniej. Uwagę zwraca fakt, że próbka 4A przy niewielkiej poprawie własności plastycznych charakteryzuje się również własnościami wytrzymałościowymi wyższymi o ok 200 MPa niż materiał wsadowy.

Próbki walcowane w dwóch przepustach, gdy zastosowano chłodzenie przyspieszone, charakteryzowały się podobnymi własnościami wytrzymałościowymi w porównaniu do próbek walcowanych w jednym przepuście, jednak ich plastyczność nieco się pogorszyła. Gdy chłodzone były na powietrzu, w porównaniu do materiału wsadowego we wszystkich trzech próbkach (1B, 2B oraz 3B) zarejestrowano nieco wyższe własności plastyczne, a w próbkach 2B i 3B również wytrzymałościowe. W porównaniu do próbek walcowanych w jednym przepuście z kolei, poprawie uległa wytrzymałość na rozciąganie, jednak zakres odkształceń równomiernych znacznie się pogorszył. Granica plastyczności w tych próbkach zbliżyła się do poziomu granicy plastyczności materiału wsadowego.

Różnice w wartościach wytrzymałości na rozciąganie w wariantach z chłodzeniem na powietrzu i w wodzie pokazują, że umocnienie pochodzące od obecności drugiej, twardszej fazy wpływa na wzrost własności wytrzymałościowych efektywniej niż umocnienie od wydzieleń. Zaobserwowano, że zarówno w schemacie odkształcenia w dwóch przepustach, jak i w jednym najwyższe własności wytrzymałościowe osiągnęła próbka nagrzewana do temperatury 1000°C, gdzie pierwiastki tworzące węgliki i azotki uległy częściowo rozpuszczeniu przechodząc do roztworu, a tym samym poprawiały hartowność.

5.4.2.4. Materiał wytworzony w wyniku walcowania z przeróbką cieplnoplastyczną - rozciąganie ze zmiennym odkształceniem na długości strefy odkształcenia

W celu pogłębienia analizy umocnienia odkształceniowego wykonano próbę rozciągania specjalnie zaprojektowanych próbek o łukowej strefie odkształcenia. Wymiary i kształt próbek przedstawiono na rys. 95(c). Próbki z badanego materiału rozciągano do momentu osiągnięcia maksimum siły rozciągania – wtedy próbę przerywano. Siła ta odpowiadała osiągnięciu w najwęższym miejscu bazy pomiarowej maksymalnej wartości naprężenia rozciągającego. Ze względu na to, że oddalając się od środka próbki wzdłuż jej długości próbka była coraz szersza, to malało naprężenie w danym miejscu próbki, a tym samym również wynikowe odkształcenie. Podczas rozciągania rejestrowano również odkształcenie za pomocą systemu DIC, dzięki czemu możliwe było zarejestrowanie gradientów odkształcenia w rozciąganej próbce. Na otrzymanych w ten sposób próbkach wykonano następnie mapy twardości za pomocą metodą Vickersa z obciążeniem 5 kg. Połączona analiza uwzględniająca odkształcenie oraz wynikającą z niego zmianę własności wytrzymałościowych reprezentowaną poprzez przyrost twardości pozwala na ocenę występującego w próbkach zjawiska umocnienia odkształceniowego. Mapy odkształcenia i twardości dla poszczególnych próbek przedstawiono na rys. 96, a wykresy siły rozciągania w funkcji wydłużenia, uzyskane w próbie przedstawiono na rys. 95 (a) i (b).



Rys. 95. Wykresy siły rozciągania w funkcji wydłużenia przy rozciąganiu próbek o łukowej strefie odkształcenia, dla schematu walcowania z jednym przepustem (a) oraz z dwoma przepustami (b). Zaznaczono również wymiary rozciąganych próbek (c).

W obu schematach walcowania najmniejszym umocnieniem, a także najmniejszym zakumulowanym odkształceniem charakteryzują się próbki nagrzewane do 1000°C. Świadczy to o tym, że duży objętościowo udział bainitu ujemnie wpływa na zdolność materiału do odkształcania w zakresie stabilnego odkształcenia. Różnica pomiędzy próbkami 6A i 6B oraz fakt, że umocnienie odkształceniowe w przypadku próbki 6B jest zauważalnie wyższe niż w próbce 6A wynika z tego, że w okresie inkubacyjnym pomiędzy przepustami nastąpi proces wydzieleniowy, a tym samym zwiększy się zdolność do umocnienia odkształceniowego. Dla próbek chłodzonych na powietrzu również w przypadku próbek nagrzewanych do 1000°C umocnienie odkształceniowe jest najmniejsze, chociaż różnica względem tych nagrzewanych do 900°C i 920°C jest niewielka. Próbki 4B, 5A i 5B, które mają strukturę mieszaniny ferrytu i bainitu górnego wykazują wysoki przyrost umocnienia, ale w niewielkim zakresie odkształceń. Próbka 4A osiąga wyższe odkształcenie w środkowej części bazy pomiarowej, jednak lokalizacja odkształcenia jest wyraźniejsza, a zatem zdolność do umocnienia odkształceniowego badanego materiału jest nieco niższa.





Rys. 96. Zestawione razem mapy rozkładu odkształceń oraz mapy rozkładu twardości w próbkach wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej. Próbki o łukowym kształcie strefy odkształcenia rozciągano do momentu osiągnięcia maksimum siły rozciągania.

5.4.3. Badania w warunkach obciążeń dynamicznych

5.4.3.1. Próba udarności - młot Charpy'ego

Próbki otrzymane w wyniku walcowania z przeróbką cieplno-plastyczną poddano badaniu udarności na młocie Charpy'ego o energii łamania 30 kpm (oprócz próbki pierwszej walcowanej wg wariantu termomechanicznego 1B, która była łamana jako pierwsza – ta była łamana na młocie o energii 5kpm, ale przełom nie nastąpił) w temperaturze pokojowej. Próbę wykonano dla dwóch próbek z każdego wariantu termomechanicznego.

Przełomy wykonano na próbce o wymiarach przedstawionych na rys. 97. Próbki pozyskano w wyniku szlifowania obustronnego walcowanego pasma - redukcja grubości z 5mm na 4mm. Wybrana grubość próbki – 4mm wynikała z faktu, że proces wstępnego walcowania na zimno w 10 przepustach na walcarce o średnicy walców roboczych 100 mm generuje stosunkowo duży stopień niejednorodności odkształcenia na grubości pasma. W celu zbadania odpowiedzi materiału na obciążenia udarowe wykonanie próbek zgodnie z normą (maksymalna wówczas dostępna grubość próbki wyniosłaby 2,5 mm) wymagałoby usunięcia materiału równego połowie grubości walcowanego pasma.



Rys. 97. Zdjęcie próbek ze stali wytworzonej w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej wykorzystanych do badania udarności oraz ich wymiary.

Próbki wykonano dla materiałów wytworzonych zgodnie z wszystkimi schematami przeróbki cieplno-plastycznej (podrozdział 5.3.3.), jak również dla materiału w stanie początkowym oraz dla materiału walcowanego na zimno. Próbka po walcowaniu na zimno została zeszlifowana o 1,5mm z obu stron, tak aby pozyskać materiał o własnościach symetrycznych pod kątem niejednorodności na grubości pasma. Jako że wymiary próbki nie były zgodne z normą, jak również z powodu tego, że test Charpy'ego jest nieskalowalny, próbki z materiału wejściowego wykonano zarówno o grubości próbki 4 mm, jak i standardowej 10 mm, po to aby zdefiniować punkt odniesienia dla analizy jakościowej oraz również w mniejszym zakresie analizy ilościowej.

W tablicy 12. przedstawiono wyniki prób udarnościowych. Na niebiesko zaznaczono udarność materiału wejściowego, zielonym kolorem oznaczono próby w których próbki wykazały wyższą, a na czerwono niższą średnią udarność niż ta w materiale wejściowym. Zdjęcia próbek po łamaniu, wraz ze zdjęciami przełomów wykonanymi na mikroskopie stereoskopowym jak również skaningowym przedstawiono w tablicy 13.

	Próbka 1				Próbka 2				Średnia
	kpm	N*m	Pole przekroju	KCV	kpm	N*m	Pole przekroju	KCV	KCV
Wsad 10x10	22	215,7	0,8	270	23,1	226,5	0,8	283	276
wsad 4x10	6	58,84	0,32	184	6,2	60,8	0,32	190	187
odkszt na zimno	3	29,42	0,32	92	3,6	35,3	0,32	110	101
1A	6,4	62,76	0,32	196	6	58,84	0,32	184	190
2A	6,2	60,8	0,32	190	6	58,84	0,32	184	187
3A	6,5	63,74	0,32	199	6,6	64,72	0,32	202	201
4A	5,8	56,88	0,32	178	5,3	51,98	0,32	162	170
5A	5,5	53,94	0,32	169	5,2	50,99	0,32	159	164
6A	5,6	54,92	0,32	172	5,3	51,98	0,32	162	167
1B	nie złamana przy	/ 5kpm	0,32	0	6,4	62,76	0,32	196	196
2B	6,4	62,76	0,32	196	6,37	62,47	0,32	195	196
3B	6,2	60,8	0,32	190	6,4	62,76	0,32	196	193
4B	5,4	52,96	0,32	165	5,6	54,92	0,32	172	169
5B	5,8	56,88	0,32	178	5,6	54,92	0,32	172	175
6B	4,8	47,07	0,32	147	4,8	47,07	0,32	147	147

Tablica 12. Zestawienie wyników próby udarności próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej.

	Zdjęcie makroskopowe	Zdjęcie przełomu przy	Zdjęcie przełomu przy
	przełomu	powiększeniu 1000x	powiększeniu 6000x
Wsad 4x10		1000 dd HV may s 600 WD EE CT0 24.004 KJ 84 8 2 mm	
1A			
2A		SE =112 2000 V 1000 v 43 164 mit Attra dawn modo dol = FW mig s spok WD SC = 110 2500 W 1000 x 40 106 mm Attra dawn	See FID 22 00X78000 # 6.0(11.5 mm) AIP 6681 mode del HV mog # 661 HV MV HV
3А		meda dali HW magi si sodi VD EC ETIO 25.01 W1 M04 S 0 8.7 mm	moto dat HV mays kyot WD12µm
4A			

Tablica 13. Zdjęcia przełomów próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej, po łamaniu na młocie Charpy'ego.





W stosunku do materiału w stanie wejściowym, na podstawie analizy energii łamania, wytworzone materiały wykazują wyraźny, dominujący podział ze względu na warunki chłodzenia. Próbki chłodzone po walcowaniu na powietrzu charakteryzują się energią łamania nieco wyższą lub równą do tej w próbce w stanie wejściowym, natomiast dla próbek chłodzonych w wodzie ta energia jest znacznie niższa.

Przyglądając się bardziej szczegółowo wynikom próby można zauważyć, że w przypadku walcowania wg schematu A, próbki 1A oraz 2A niemal nie różnią się energią łamania od materiału wejściowego. Wzrost energii łamania zaobserwowano natomiast w przypadku próbki walcowanej wg schematu 3A i należy zauważyć, że wzrost ten jest największy spośród wszystkich łamanych próbek. Schemat walcowania B (dwa przepusty na gorąco) z kolei w każdym przypadku wykazuje zwiększenie energii łamania dla próbek chłodzonych na powietrzu, a otrzymane wyniki są do siebie bardzo zbliżone.

Gdy odniesie się wyniki otrzymane podczas prób udarnościowych na młocie Charpy'ego do zdjęć przełomów wykonanych na skaningowym mikroskopie elektronowym i zdjęć mikrostruktur z mikroskopu optycznego można zauważyć wyraźną zależność, wg której bimodalność rozkładu wielkości ziarna jest w każdym przypadku czynnikiem, który wpływa na wzrost energii łamania. Najmniejszy stopień bimodalności wielkości ziarna zaobserwować można w próbkach 1A i 2A i tam też energia łamania jest niemal identyczna z materiałem wejściowym. Zdjęcia SEM przełomów wskazują na dość równomierne rozłożenie wielkości kraterów, gdzie brzegi kraterów wprost odpowiadają granicom ziarn. Wartym odnotowania jest jednak fakt, że pomimo rozdrobnienia ziarna w przypadku tych próbek energia łamania nie uległa obniżeniu. Zdjęcia SEM wskazują na nieco wyższą ciągliwość granic ziarn w przypadku tych próbek, który to efekt rekompensuje utratę ciągliwości w miarę zbliżania się do granicy 1 µm średnicy ziarn.

Próbka 3A wykazuje najlepszą udarność spośród wszystkich badanych próbek. Może się to wiązać z faktem, że wielkość ziarna w tej próbce jest największa, a zarodki nowych drobnych ziarn są równomiernie rozłożone w strukturze. Dodatkowo morfologia ferrytu wykazuje się znacznym stopniem równoosiowości ziarn ferrytu. Próbka 3B wykazuje gorsze własności udarnościowe, ponieważ w zdjęciach struktury pozyskanych z mikroskopu optycznego jak również na zdjęciach przełomu z mikroskopu elektronowego zauważyć można, że oprócz większych ziarn ferrytu znajdują się w strukturze konglomeraty silnie rozdrobnionych ziarn i te

miejsca mogą stawać zarodkami pęknięć. Dodatkowo ferryt w tej próbce nie ma charakteru równoosiowego, a przyjmuje raczej formę bainitu górnego.

Próbki walcowane wg schematów 1B oraz 2B charakteryzują się wysoką udarnością, a wiązać to można z morfologią ich struktury. Obserwowane przełomy z SEM jak i zdjęcia mikrostruktur wskazują na względnie równomierne rozłożenie zarówno większych jak i silnie rozdrobnionych ziarn, co z jednej strony zapewnia wzrost wytrzymałości pochodzący od rozdrobnienia struktury, a jednocześnie nie generuje miejsc uprzywilejowanych (jak w przypadku konglomeratów bardzo drobnych ziarn) do inicjacji i propagacji pęknięć.

W przypadku próbek chłodzonych w wodzie zaobserwować można znaczne rozbieżności w wartości energii łamania dla próbek pochodzących z tego samego schematu walcowania (z wyjątkiem próbki 6B, która charakteryzuje się też najniższą energią łamania). Świadczyć to może o tym, że kluczowym czynnikiem dla udarności materiałów jest moment inicjacji pęknięcia. Wnioskować o tym można po tym, że próbki pobrane do badań były z jednego płaskownika i miejsce pobrania próbek było dokładnie obok siebie, przez co wykluczyć można jako przyczynę różnic niejednorodność warunków wytworzenia materiału jak również miejsca pobrania próbki. Niejednorodności mikrostrukturalnej nie potwierdzają również zdjęcia z mikroskopu optycznego. Pewnych danych dostarczają zdjęcia wykonane z użyciem SEM, które ujawniają obszary gdzie występowały pęknięcia kruche. W przypadku wszystkich próbek chłodzonych w wodzie krawędzie kraterów widoczne na zdjęciach przełomów są niższe wskazując na niższą ciągliwość materiału. Wynikać to może z naprężeń jakie pozostały po procesie szybkiego chłodzenia, które nie uległy zrelaksowaniu, jak miało to miejsce w materiale chłodzonym na powietrzu. Wynikać to może również z tego, że w strukturze obecne są produkty przemian bezdyfuzyjnych. Liczba i wielkość ziarn, które można zidentyfikować na zdjęciach przełomów wskazuje, że rozdrobnienie fazy ferrytycznej jest podobne, a charakter przełomów współgra z możliwą do zaobserwowania na zdjęciach mikrostruktury charakterystyczną morfologią składającą się z fragmentów twardej fazy bainitycznej otoczonej silnie rozdrobnioną strukturą ziarn ferrytu. Mikrostruktura obserwowana za pomocą mikroskopu optycznego wskazuje na większy udział bainitu w próbce walcowanej wg schematu 6B niż w tej walcowanej wg schematu 6A, a także różnice w jego morfologii. W próbce 6B zauważyć można iglasty charakter bainitu zarówno na zdjęciach z mikroskopu optycznego jak i na mapach EBSD, stąd też różnice w energii łamania występujące pomiędzy tymi próbkami. Poza próbką 4A skład fazowy został zidentyfikowany jako mieszanina ferrytu i bainitu górnego. Udarność w próbce 4A nie różni się znacznie od pozostałych próbek chłodzonych w wodzie. Wysokość kraterów w tej próbce jest nieco niższa niż kraterów w próbach ferrytyczno-bainitycznych, co wskazuje na to, że przesycony węglem bainit ziarnisty ma niższą udarność niż ferryt, przez co makroskopowa udarność próbek charakteryzuje się podobną energią łamania.

5.4.3.2. Próba ściskania - młot spadowy

Próbki z materiału poddanego przeróbce cieplno-plastycznej w procesie walcowania badano w próbie ściskania na młocie spadowym. Doświadczenia wykonano jedynie dla schematu B (walcowanie na gorąco w dwóch przepustach). Próbki o wymiarach \$4,5 mm x 4,5 mm ściskano w przyrządzie umożliwiającym pomiar siły w czasie. Otrzymane dane dla poszczególnych próbek przedstawiono na wykresach na rys. 98.



Rys. 98. Wykresy siły ściskania w czasie otrzymane w próbie ściskania na młocie spadowym, dla próbek wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej, dla schematu walcowania w dwóch przepustach.

Nie zarejestrowano jedynie parametrów dla próbki 2B odkształconej z prędkością odkształcenia 800 s⁻¹, z powodu awarii przyrządu. Próbki badano z prędkością odkształcenia: 800 s⁻¹ oraz 1800 s⁻¹. Próbki po ściskaniu przecinano wzdłuż osi i na przekroju wykonano zgłady metalograficzne. Zdjęcia mikrostruktur po odkształceniu przedstawiono w tablicy 14.

Zarówno na zaprezentowanych wykresach, jak i zdjęciach mikrostruktur można wyróżnić dwojaki charakter odpowiedzi materiału na zadane obciążenie. Próbki chłodzone w wodzie charakteryzują się równomiernym rozkładem odkształcenia na poziomie mikrostrukturalnym. Struktura bainitu ziarnistego odkształconego z prędkością odkształcenia zarówno 800 s⁻¹ jak i 1800 s⁻¹ nie wykazuje różnic. Wartości sił zarejestrowane w trakcie ściskania są bardzo podobne dla obu zastosowanych prędkości odkształcenia – materiał nie wykazuje zatem czułości na prędkość odkształcenia.



Tablica 14. Zdjęcia mikrostruktur próbek po ściskaniu na młocie spadowym z prędkościami odkształcenia 800 oraz 1800 s⁻¹.



Odmiennie zachowują się natomiast próbki, które po walcowaniu chłodzone były w wodzie. Materiał o mikrostrukturze składającej się z mieszaniny faz ferrytu oraz bainitu górnego wykazuje znaczną różnicę w odpowiedzi na zadane odkształcenie. Przy niższej prędkości odkształcenia - 800 s⁻¹ poziom siły jest podobny do tej zarejestrowanej podczas odkształcania próbek chłodzonych na powietrzu. Gdy prędkość odkształcenia została zwiększona do 1800 s⁻¹, poziom siły jaki został zarejestrowany wzrósł dwukrotnie.

Również mikrostruktura po odkształceniu różni się w przypadku zastosowanych prędkości odkształcenia. Mikrostruktura próbek odkształcanych z niższą prędkością odkształcenia składa się z wysp nieodkształconego bainitu górnego otoczonego wyraźnie "powyciąganą" fazą ferrytyczną. Ferryt, który jest składnikiem strukturalnym o znacznie niższych własnościach wytrzymałościowych odkształcał się w większym stopniu i odkształcenie zakumulowane w tej fazie kompensowało makroskopowe odkształcenie całej próbki we wszystkich trzech wariantach: 4, 5 oraz 6. Przy zastosowaniu wyższej prędkości odkształcenia - 1800 s⁻¹, morfologia składników mikrostruktury po odkształceniu jest inna. Wyspy bainitu ulegają "pokruszeniu" i struktura ulega ujednorodnieniu. Efektem takiego zachowania się mikrostruktury podczas odkształcania jest wyższa czułość na prędkość odkształcenia materiału o strukturze dwufazowej.

5.4.3.3. Próba rozciągania - młot spadowy

W dalszej części badań dokonano próby adaptacji młota spadowego do analizy zachowania się materiałów podczas rozciągania w warunkach obciążeń dynamicznych. W tym celu skonstruowany został przyrząd przedstawiony na rys. 99(a). Za jego pomocą badano zachowanie się wytworzonych drutów w warunkach zrywania udarowego. Bijak o masie 27kg zrzucano z wysokości 1 m. Przykładowy wykres siły w czasie, zarejestrowany został dla próbki ze stali M_F ciągnionej quasi-statycznie, bez wyżarzania międzyoperacyjnego (rys.99(b)).



Rys. 99. Zaprojektowany przyrząd do zrywania drutów w warunkach udarowych na młocie spadowym (a); przykładowy wykres siły w czasie zarejestrowany na górnym i dolnym czujniku (b). Na wykresie zaznaczono punkty charakterystyczne dla procesu zrywania drutów.

Niewielka liczba prób zrywania determinowana ilością materiału dostępnego do badań, a tym samym wynikające z tego ograniczenia sprawiły, że otrzymana baza danych nie pozwala na w pełni krytyczną ocenę wyników badań. Rzetelna ocena wymaga dalszych badań weryfikacyjnych wykonanych na drutach z innych materiałów o różnych własnościach wytrzymałościowych.

5.4.3.4. Próba ściskania - dzielony pręt Hopkinsona - SHPB

Próbom ściskania z wykorzystaniem dzielonego pręta Hopkinsona poddano zarówno materiał wytworzony w wyniku walcowania z przeróbką cieplno-plastyczną jak również wytworzony w systemie MaxStrain. Z tego powodu podrozdział ten będzie podzielony na dwie części.

Materiał wytworzony w wyniku walcowania z przeróbką cieplno-plastyczną

Materiał wytworzony na drodze walcowania z przeróbką cieplno-plastyczną poddawano próbie ściskania na stanowisku SHPB. Sposób pobrania próbek do testów ściskania przedstawiono na rys.101(b). Oczekiwana prędkość odkształcenia wynosiła ok. $\dot{\varepsilon} = 2000 \text{ s}^{-1}$. Wartość odkształcenia uzyskana w próbach była wypadkową energii bijaka wystrzeliwanego z działa gazowego i oporu



Rys. 100. Wykresy ściskania próbki ze stal X70 w stanie dostawy: ściskanie quasi-statyczne oraz ściskanie z wykorzystaniem SHPB (a); Schemat pobrania próbek do prób ściskania (b).



Rys. 101. Wykresy ściskania próbek ze stali, wytworzonych w wyniku przeróbki cieplno-plastycznej: ściskanie quasi-statyczne oraz ściskanie z wykorzystaniem SHPB.

plastycznego ściskanej próbki. Dla uwzględnienia efektu wpływu prędkości odkształcenia na własności badanych materiałów zastosowano również niższe prędkości odkształcenia. Takie same próbki ściskano na maszynie wytrzymałościowej z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ i z odkształceniem równym temu uzyskanemu na urządzeniu Hopkinsona. Dodatkowo wykonano również próby ściskania z prędkościami niższymi niż $\dot{\varepsilon} = 1000 \text{ s}^{-1}$, jednak ze względu

na małą energię osiąganą przez bijak przy wymaganej małej prędkości, badane próbki ulegały niewielkiemu odkształceniu, nieznacznie wykraczającemu poza zakres sprężysty.

Próbki w próbie ściskania dla wszystkich zastosowanych wariantów przeróbki cieplno-plastycznej wykazują czułość na prędkość odkształcenia. Przyrost naprężenia uplastyczniającego wraz ze zwiększeniem prędkości odkształcenia z 0,01 s⁻¹ do 2000 s⁻¹ powoduje przyrost naprężenia płynięcia o ok. 200 MPa. Najwyższą czułością na prędkość odkształcenia charakteryzuje się próbka 4A, którą również cechuje największy stopień rozdrobnienia mikrostruktury.

Próbki chłodzone po walcowaniu na powietrzu wykazują podczas późniejszego odkształcania wyższe umocnienie odkształceniowe niż próbki chłodzone w wodzie. Charakter umocnienia odkształceniowego i jego zmiana wraz z postępującym odkształceniem dla każdej z próbek jest taka sama jak w próbkach ściskanych quasi-statycznie.

W próbkach chłodzonych w wodzie widoczna jest tendencja do mniejszego umocnienia odkształceniowego im wyższa temperatura nagrzewania przed walcowaniem. Próbki 4B oraz 6B ściskano dodatkowo z prędkością odkształcenia 4000 s⁻¹. Zestawienie krzywych płynięcia dla tych stali razem ze zdjęciami struktury po odkształceniu z prędkością 0,01 s⁻¹ oraz 200s⁻¹ pokazano na rys. 102. Podczas odkształcenia quasi-statycznego próbka 4B umacnia się podczas odkształcania silniej niż próbka 6B. Ma to związek z tym, że w próbce 4B większy jest udział w strukturze ferrytu względem bainitu. W trakcie odkształcenia z prędkością odkształcenia 2000 s⁻¹ próbka 4B umacnia się w całym zakresie odkształcenia, natomiast przy prędkości 4000 s⁻¹ w trakcie odkształcania umacnia się aż do momentu, gdzie wykres naprężenia płynięcia osiąga "plateau". Próbka 6B natomiast przy prędkości odkształcenia 2000 s⁻¹ naprężenie bardzo szybko osiąga maksimum, a później maleje w sposób jednostajny. Próbka 4B nie wykazuje czułości na prędkość odkształcenia w zakresie pomiędzy 2000 – 4000 s⁻¹, natomiast w próbce 6B efekt ten wstępuje.



Rys. 102. Krzywe płynięcia przy ściskaniu dla próbek 4B oraz 6B, odkształcanych z prędkościami odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 0.01 \, s^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 2000 \, s^{-1}$ oraz $\dot{\varepsilon} = 4000 \, s^{-1}$. Na wykresie zamieszczono dodatkowo mikrostruktury próbek po odkształceniu.

Różnice w zachowaniu się materiałów nagrzewanych do 900 i 1000°C (rys. 103) można wytłumaczyć obecnością większej ilości wydzieleń w stali nagrzewanej do niższej temperatury, ponieważ mikrododatki wanadu, w próbce która nagrzewana była przed walcowaniem do 900°C, nie uległy dostatecznemu rozpuszczeniu. W stali nagrzewanej do 1000°C znajdujący się w roztworze wanad, podczas przyspieszonego chłodzenia po walcowaniu nie miał wystarczająco dużo czasu, aby utworzyć węgliki i austenit z rozpuszczonym wanadem uległ przemianie bainitycznej.

Najwyższym umocnieniem odkształceniowym spośród stali chłodzonych w wodzie charakteryzuje się próbka 4A. Zawiera ona najmniejszy udział w strukturze bainitu górnego, a jednocześnie ze względu na najniższą temperaturę nagrzewania zawiera najwięcej węglików w strukturze.

Prędkość chłodzenia w próbkach chłodzonych na powietrzu była mniejsza, stąd czas inkubacji dla procesu wydzieleniowego był wystarczający. Z tego powodu wszystkie warianty termomechaniczne w których chłodzenie odbywało się na powietrzu charakteryzują się wysokim umocnieniem odkształceniowym.

Przy danych temperaturach nagrzewania próbki walcowane w dwóch przepustach charakteryzują się podczas ściskania quasi-statycznego wyższymi własnościami wytrzymałościowymi od próbek walcowanych w jednym przepuście, gdy są chłodzone na powietrzu. Gdy chłodzone są w wodzie, próbki walcowane w jednym przepuście mają wyższe własności wytrzymałościowe. Wyjątkiem jest próbka 4A, dla której naprężenie płynięcia jest niższe niż dla próbki 4B. Podobnie zachowują się te materiały również przy odkształceniu z pośrednią prędkością odkształcenia – niższą niż 1000 s⁻¹.

Przy odkształceniu z dużą prędkością odkształcenia – większą od 1400 s⁻¹ w próbkach chłodzonych na powietrzu różnice pomiędzy próbkami walcowanymi wg schematu A i B są takie same, jak przy ściskaniu quasi-statycznym. W próbkach chłodzonych w wodzie jest inaczej. Przyrost własności wytrzymałościowych w próbkach nagrzewanych przed walcowaniem do 1000°C jest taki sam, niezależnie czy walcowanie realizowane było w jednym czy w dwóch przepustach. W próbkach nagrzewanych przed walcowaniem do 900°C przyrost naprężenia



Rys. 103. Zestawione krzywe płynięcia przy ściskaniu dla próbek nagrzewanych podczas przeróbki cieplno-plastycznej do temperatur: 900°C oraz 1000°C.

płynięcia w próbce walcowanej w jednym przepuście jest znacznie większy niż w próbce walcowanej w dwóch przepustach. Naprężenie płynięcia przy ściskaniu próbki 4A z prędkością odkształcenia 2100 s⁻¹ jest wyższe niż dla próbki 4B ściskanej z prędkością odkształcenia 2200 s⁻¹ – a tym samym przyjmuje charakter taki sam jak pozostałe próbki chłodzone w wodzie.

Wynika z tego, że próbka 4A charakteryzująca się drobnoziarnistą strukturą bainitu ziarnistego, umocnionego cząstkami faz obcych wykazuje największą czułość na prędkość odkształcenia, zachowując przy tym wciąż dużą zdolność do umocnienia odkształceniowego. Taką próbkę wybrano zatem do dalszych badań z wykorzystaniem transmisyjnego mikroskopu elektronowego.

Tablica 15. Zdjęcia mikrostruktur próbki 4A wykonane za pomocą TEM. Dla porównania pierwsze zdjęcie wykonane na mikroskopie optycznym.



Analizę mikrostruktury przeprowadzono na próbkach ze stali walcowanej wg wariantu 4A (odkształcenie na zimno, nagrzewanie do 900°C, walcowanie w jednym przepuście, chłodzenie w wodzie). Analizowano próbki w stanie po walcowaniu oraz po odkształceniu o wartości $\varepsilon = 0,25$ z dwoma prędkościami odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 0,01$ s⁻¹ oraz $\dot{\varepsilon} = 2100$ s⁻¹. Zdjęcia mikrostruktur wykonanych za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego przedstawiono w tablicach 15, 16 i 17.

Zdjęcia z TEM pokazują, że pierwotna struktura próbki 4A składa się z silnie rozdrobnionych składników, bez wyraźnych śladów odkształcenia. Na dyfraktogramie widać liczne pierścienie, których liczba jest znacznie wyższa, niż ta odpowiadająca jedynie strukturze ferrytycznej.

Tablica 16. Zdjęcia mikrostruktur próbki 4A odkształconej w próbie ściskania z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$, wykonane za pomocą TEM. Dla porównania pierwsze zdjęcie wykonane na mikroskopie optycznym.



Prawdopodobnie pierścienie te pochodzą od licznych węglików. Punkty na dyfraktogramie są wyraźne i nie rozciągnięte, co świadczy o tym, że zakumulowana energia odkształcenia nie jest duża, a materiał jest względnie wolny od mikrostrukturalnych efektów odkształcenia. W strukturze obecne są również ziarna bainitu oraz liczne wydzielenia o różnej wielkości: od kilku do kilkuset nm.



Tablica 17. Zdjęcia mikrostruktur próbki 4A odkształconej w próbie ściskania z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 2000 \, \text{s}^{-1}$, wykonane za pomocą TEM. Dla porównania pierwsze zdjęcie wykonane na mikroskopie optycznym.

W interpretacji strukturalnych efektów odkształcenia w warunkach, z jakimi obciążano przedstawione powyżej próbki, przydatnym może być materiał odniesienia jakim są meteoryty żelazne. Mnogość odmiennych efektów mikrostrukturalnych wynikająca z silnie zróżnicowanych warunków obciążenia, historii odkształcenia, jak również ekspozycji na zmienne oddziaływanie temperaturowe jakim poddawane są meteoryty sprawia, że wykorzystanie tego materiału jako

materiału referencyjnego może być użyteczne do pogłębienia dyskusji nad związkami pomiędzy mikrostrukturą a warunkami odkształcenia.

✓ Badania referencyjne – strukturalne efekty odkształcenia w meteorycie

Struktura meteorytów żelaznych znajdowanych na Ziemi jest sumą nakładających się na siebie efektów strukturalnych wynikających ze złożoności historii oddziaływania warunków otoczenia ma meteoryt. Efekty te dzieli się na pierwotne i wtórne. Pierwotne to te, które odbywają się w warunkach skrajnie wolnego chłodzenia, gdzie przemiany fazowe takie jak np. krzepnięcie fragmentu ciekłego jądra kształtującego się ciała niebieskiego lub przemiana ferrytyczna, odbywa się z prędkością chłodzenia 0,5-500°C/ 10⁶ lat. Efekty wtórne to takie które zostały wygenerowane w wyniku oddziaływania meteorów z innymi ciałami niebieskimi, jak np. kolizje z innymi meteorami, przelot w pobliżu gwiazd, czy wreszcie wpadnięcie w atmosferę ziemską i zderzenie z powierzchnią Ziemi.

Badany w pracy [91] meteoryt należy do grupy "Meteoryt Morasko". Jest to grupa meteorytów pochodząca z jednego meteoru, który uległ eksplozji w wyniku przejścia przez atmosferę ziemską. W wyniku zderzenia się fragmentów meteorytu z Ziemią powstała grupa kraterów znajdująca się w dzielnicy Poznania – Morasko. To od niej pochodzi nazwa meteorytu. Skład chemiczny meteorytu zawiera: 0,02% C; 6,75% Ni, 0,15% Cu, 0,53% Co, 0,05% Ge; 92,2% Fe. W miejscu tym utworzono rezerwat przyrody.

Zdjęcie powierzchni badanego meteorytu oraz zdjęcie zgładu makroskopowego z jego przekroju przedstawiono na rys. 104. Czerwoną linią zaznaczono odcięty fragment, z którego wykonano cienkie folie do badań na TEM.



Rys. 104. Zdjęcie powierzchni zewnętrznej meteorytu: (a), oraz zdjęcie makroskopowe przekroju (b). Widoczna duża niejednorodność struktury i wielkość ziarn pierwotnych.

Na strukturę pierwotną meteorytu składa się kilka bardzo dużych ziarn o średniej średnicy 22 mm. Na granicy tych dużych ziarn znajdują się eutektyki fosforowe w postaci fosforków żelazo-niklowych (Fe,Ni)₃P. Wewnątrz ziarn pierwotnych zidentyfikowano 2 rodzaje wydzieleń: podłużne kryształy o przekroju kwadratowym fosforków żelaza – rys. 105(a) oraz węgliki typu MC rys. 105(b).



Rys. 105. Zdjęcie dwóch rodzajów wydzieleń obecnych w strukturze meteorytu: fosforki żelaza w postaci kolumn o przekroju kwadratowym (a) oraz liczne węgliki typu MC (b). Zdjęcia wykonane za pomocą SEM.

Strukturalne efekty odkształcenia zidentyfikowane jako wtórne mogą powstać w wyniku odkształcenia podczas zderzeń w przestrzeni kosmicznej, w temperaturze bliskiej 0 K, oraz podczas zderzenia z Ziemią, gdzie temperatura jest znacznie wyższa w wyniku nagrzewania się podczas wcześniejszego przelotu meteorytu przez atmosferę. Kolumny fosforków żelaza są pokruszone na mniejsze kawałki w miejscach, gdzie przecinają je bliźniaki. Fragmenty fosforków powstałe w wyniku pokruszenia jednego wydzielenia często są znacznie oddalone od siebie, co świadczy o dużym odkształceniu. Same bliźniaki często również są zdeformowane. Świadczy to o tym, że pierwotna struktura została odkształcona w niskiej temperaturze, gdzie głównym mechanizmem odkształcenia jest bliźniakowanie. Na rys. 106(a) widać granice ziarn. Przecinają się one z bliźniakami, ale nie zmieniają ich kształtu, co świadczy o tym, że powstały później, bowiem granica ziarn jest barierą dla propagacji bliźniaków, a w tym przypadku bliźniaki przekraczają granice.



Rys. 106. Zdjęcia struktury bliźniaczej i wtórnych granic ziarn (a) oraz bliźniaków odkształcenia w obecności kolumnowych fosforków żelaza (b)

Odkształcanie, które miało miejsce w atmosferze Ziemi odbywało się za pomocą mechanizmu poślizgu dyslokacji, o czym świadczy ich gęstość, która znacznie przekracza gęstość w materiale wyżarzonym. Gęstość dyslokacji w objętości materiału nie jest jednorodna i zmienia się w zakresie od 10⁹cm⁻² do 10¹¹cm⁻². Na rys.107 widać, że w obszarach, gdzie obecna jest niewielka liczba wydzieleń linie dyslokacji mają identyczną orientację krystalograficzną - leżą na tej samej płaszczyźnie, wzdłuż kierunku typu <111> i mają ten sam wektor Burgersa (rys. 107(a),(b),(c)). Sklasyfikować je można jako dyslokacje śrubowe. Obecność bliźniaków i dyslokacji w jednym obszarze rys. 107(b) świadczyć może o tym, że obecność bliźniaków w materiale przed odkształceniem umożliwia tworzenia się dyslokacji, chociaż utrudnia ich przemieszczanie,

a przez do utrzymania kształtu konieczne jest wygenerowanie większej liczby dyslokacji. Jest to zjawisko przeciwne do tego, gdzie obecność dyslokacji przed odkształceniem znacznie utrudnia tworzenie się bliźniaków odkształcenia [6].



Rys. 107. Struktura dyslokacyjna w różnych miejscach w badanym meteorycie. Widoczna różna gęstość dyslokacji: a) $\rho = 2,1 \times 10^9 cm^{-2}$; b) $\rho = 9 \times 10^9 cm^{-2}$; c) $\rho = 1,2 \times 10^9 cm^{-2}$; d) $\rho = 4 \times 10^{10} cm^{-2}$.

W innych obszarach, gdzie gęstość dyslokacji jest znacznie większa, dyslokacje są splątane, a ich obrazy nakładają się na siebie (rys. 107(d)). Widoczne są również liczne wydzielenia. Dyslokacje leżą na różnych płaszczyznach i mają różne wektory Burgersa. Wspinanie się dyslokacji na sąsiednie płaszczyzny zachodzi wówczas, gdy dyslokacja napotka przeszkodę w płaszczyźnie, po której się porusza, a w badanym materiale wykazano obecność licznych wydzieleń w postaci węglików (rys. 105(b)), które stanowią przeszkody w ruchy dyslokacji. Wysoka gęstość dyslokacji widoczna na rys. 107(d) jest zatem efektem odkształcenia plastycznego fragmentu materiału umocnionego cząstkami faz obcych, poddanego odkształceniu z dużą prędkością w wyniku zderzenia meteorytu z powierzchnią Ziemi.

Przeprowadzone obserwacje oraz analizy wyników wyraźnie wskazują jak złożonym może być związek pomiędzy warunkami, w których odbywa się odkształcanie a wynikającym z tego rozwojem mikrostruktury oraz mechanizmów umocnienia.

W świetle analizy strukturalnych efektów odkształcenia obserwowanych w meteorycie bardziej czytelne stają się wyniki obserwacji mikrostruktury w próbce 4A poddanej odkształceniu w warunkach obciążeń quasi-statycznych i dynamicznych.

Próbka po odkształceniu z prędkością odkształcenia 0,01 s⁻¹ wykazuje silny rozwój podstruktury i dużą zmianę orientacji krystalograficznej w obrębie jednego ziarna. Obecność wydzieleń ułatwia akumulację mikrostrukturalnych efektów odkształcenia. Struktura dyslokacyjna wykazuje tendencję do uporządkowania. Widoczne jest to na mapie dyfrakcji, gdzie zauważyć

można zarysy podziarn. Dyslokacje układają się w warkocze, które przy dalszym odkształceniu ulegają przekształceniu w granice podziarn.

Znacznie silniej efekty odkształcenia zaobserwować można w próbce odkształcanej z prędkością odkształcenia 2000 s⁻¹. Zdjęcia z mikroskopu optycznego wskazują, że mikrostruktura jest wyraźnie bardziej rozdrobniona niż w próbce odkształcanej z niższą prędkością. Zmiana orientacji krystalograficznej w obrębie ziaren jest płynna i nie tworzy wyraźnej podstruktury. Zdjęcia struktury dyslokacyjnej, na których widać znaczną akumulację ilości dyslokacji blokujących się na licznych bardzo drobnych wydzieleniach są podobne do tych obserwowanych we fragmencie meteorytu, w którym obecne były wydzielenia węglików.

W mikrostrukturze próbki ściskanej z dużą prędkością odkształcenia zaobserwowano również obszary, które można zidentyfikować jako bliźniaki odkształcenia. W strukturze austenitu bliźniaki przybierają formę równoległych linii, jednak w strukturze krystalograficznej ferrytu mogą one przyjmować mniej regularny kształt. Dyfraktogram z tego miejsca, gdzie można zaobserwować "zdublowanie" pojedynczych punktów dyfrakcyjnych daje podstawy do takiej interpretacji, jednak nie daje wystarczającej pewności. Potwierdzenie występowania tego zjawiska przy tak silnym rozdrobnieniu struktury wymaga wykonania dodatkowych badań.

Materiał wytworzony na drodze zastosowania systemu MaxStrain

Próbki o strukturze ultradrobnoziarnistej ze stali M_F oraz M_A, wytworzone z wykorzystaniem systemu MaxStrain poddano również badaniom przy wykorzystaniu dzielonego pręta Hopkinsona. Próbki po odkształceniu zakumulowanym $\varepsilon = 0$; 10; 20 oraz materiał wyjściowy w postaci walcówki poddawano próbie ściskania z prędkościami odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 3750 \div 6000$ s⁻¹. Krzywe płynięcia badanych stali przedstawiono na rys. 108.

Krzywe otrzymane w wyniku ściskania wskazują, że w stali austenitycznej odkształcanej w warunkach dużych prędkości odkształcenia różnice w wielkości ziarna otrzymanego materiału wpływają na charakter umocnienia odkształceniowego, ale niemal nie wpływają na granicę plastyczności. Im silniejsze rozdrobnienie, tym umocnienie odkształceniowe jest silniejsze. Inaczej wygląda krzywa dla stali po odkształceniu na gorąco, ze względu na silnie rozrośnięte ziarno w wyniku walcowania na gorąco w temperaturze powyżej 1200°C – stąd znacznie niższe własności wytrzymałościowe stali M_A.

Stal ferrytyczna zachowuje się inaczej. Tutaj wraz z rozdrobnieniem mikrostruktury wzrasta przede wszystkim granica plastyczności. Zakres płynięcia plastycznego podzielić można na dwie fazy: umocnienia odkształceniowego oraz płynięcia przy stałym naprężeniu. W próbce o największym ziarnie umocnienie obejmuje cały zakres odkształcenia, jakiemu poddano próbkę podczas testu. Próbka wykonana z walcówki, gdzie ziarno jest mniejsze, zakres umocnienia jest mniejszy, a po nim pojawia się płynięcie przy braku umocnienia odkształceniowego. Próbki odkształcone wg procedury MaxStrain osiągają stan ustalonego płynięcia jeszcze szybciej, po krótkim etapie umocnienia odkształceniowego. Próbka o ziarnie rozdrobnionym do średniej średnicy poniżej 1 µm zakres umocnienia ma niewielki i szybko osiąga stan płynięcia bez umocnienia.



Rys. 108. Krzywe płynięcia otrzymane w wyniku ściskania z wykorzystaniem dzielonego pręta Hopkinsona, materiałów wytworzonych w systemie MaxStrain przedstawionych na wykresach w różnej konfiguracji.

Analiza literaturowa z obszaru badań materiałów w warunkach stosowania bardzo wysokich prędkości odkształcenia wykazała, że odkształcanie wybranej grupy materiałów w warunkach obciążeń dynamicznych wykazuje pewną osobliwość w postaci występowania dużego piku naprężenia w momencie przejścia w stan plastyczny. Efekt ten odnotowany został przez wielu badaczy i jest uznany jako zjawisko charakterystyczne dla procesu odkształcania w warunkach obciążeń dynamicznych. W pracy [92] próbowano wyjaśnić naturę tego zjawiska jako wynik przesuwania się w początkowym etapie odkształcenia sztywnych bloków materiału, które dopiero po chwili ulegają uplastycznieniu. Taka interpretacja nie wyjaśnia jednak, dlaczego podczas odkształcania jednych materiałów efekt ten występuje, a dla innych nie.

Wykresy na rys. 108, a szczególnie dla stali M_F pokazują wyraźną korelację występowania efektu piku naprężenia w momencie uplastycznienia z wielkością ziarna. Materiał o wielkości ziarna 15 μ m nie wykazuje piku naprężenia niezależnie od prędkości odkształcenia przy jakiej jest ściskany. W próbkach pobranych z walcówki pik naprężenia występuje, jednak nie jest on duży. Bardzo wyraźnie zarysowany jest natomiast pik naprężenia w próbkach o silnie rozdrobnionej strukturze wytworzonej w procesie MaxStrain. Największy wzrost naprężenia obserwuje się w próbce o wielkości ziarna 0,8 μ m i największej prędkości odkształcenia. W próbce o wielkości ziarna 1,1 μ m, odkształcenej z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 3750$ s⁻¹

chwilowa wartość naprężenia jest równa maksymalnemu naprężeniu płynięcia, natomiast przy większej prędkości odkształcenia, a także silniejszym rozdrobnieniu mikrostruktury pik ten przekracza naprężenie płynięcia w trakcie odkształcenia plastycznego.

W stali M_A pik naprężenia występuje jedynie w próbkach wykonanych z materiału wsadowego tj. walcówki i jest podobnej wielkości co w stali M_F. Dla porównania wykonano również próby ściskania walcówki ze stali LC (rys.109), gdzie również występuje charakterystyczny pik naprężenia i jest on większy, niż w stalach z wydzieleniami pierwiastków węglikotwórczych. Wynika z tego, że jako przyczynę pojawiania się piku naprężenia w chwili osiągnięcia granicy plastyczności można wykluczyć obecność w strukturze cząstek faz obcych.



Rys. 109. Krzywe płynięcia otrzymane w wyniku ściskania z wykorzystaniem dzielonego pręta Hopkinsona, materiałów wytworzonych w systemie MaxStrain.

W próbach ściskania w podwyższonych temperaturach 200°C oraz 400°C (rys.109) zarejestrowano stopniowe "rozmycie" omawianego piku naprężenia wraz z rosnącą temperaturą odkształcania. Przy temperaturze testu 200°C pik wciąż jest wyraźny. Przy temperaturze 400°C pik ulega znacznemu zmniejszeniu i maksymalna wartość naprężenia w piku nie przekracza wartości naprężenia przy dalszym płynięciu plastycznym materiału. Dla stali M_F odkształconej w procedurze MaxStrain z odkształceniem $\varepsilon = 10$, jednak odkształcanej przy nieco niższej prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 4500$ s⁻¹, pik naprężenia zanika już przy temperaturze

200°C. Takie zachowanie się materiału w podwyższonych temperaturach świadczy o tym, że efekt występowania piku naprężenia przy osiągnięciu granicy plastyczności jest zjawiskiem wrażliwym temperaturowo.

Możliwym wyjaśnieniem tego zjawiska może być efekt utwierdzania się dyslokacji na granicach ziaren w sieci krystalicznej ferrytu, a chwilowy wzrost naprężenia może być związany z trudnością propagacji dyslokacji poprzez granicę do sąsiedniego ziarna. W wyniku podniesienia temperatury, drgania atomów w obrębie granic ziarn sprawiają, że chwilowo bariera energetyczna dla ruchu dyslokacji poprzez granicę może zostać pokonana i oderwanie się dyslokacji od granicy wymaga mniejszego naprężenia.

Inne wyjaśnienie tego zjawiska można wiązać z efektem bezwładności aktywacji ruchu dyslokacji i wynikającym z tego wystąpieniem w pierwszej kolejności bliźniakowania w początkowej fazie odkształcenia, a dopiero później uruchomienia mechanizmu odkształcenia dyslokacyjnego poślizgu, które odbywa się już przy niższym naprężeniu. Ta hipoteza wydaje się być jednak mniej prawdopodobna, ze względu na fakt, że w stali austenitycznej, gdzie mechanizm bliźniakowania jest łatwiejszy do zainicjowania w niższych temperaturach, zjawisko piku naprężenia przy przejścia materiału w stan plastyczny nie jest obecne, lub jest obecne, ale w znacznie ograniczonym zakresie w próbkach pobranych z walcówki.

Przyczynę występowania opisanego powyżej zjawiska należy zatem wyjaśniać w oparciu o przedstawione krzywe płynięcia oraz łączyć raczej z efektami strukturalnymi związanymi z granicami ziarn. Pełne wyjaśnienie tego mechanizmu wymaga jednak wykonania pogłębionych badań za pomocą elektronowej mikroskopii transmisyjnej.

Z wykresów przedstawionych na rys. 109 dodatkowo widać, że w stali pozbawionej oddziaływania mechanizmu umocnienia wydzieleniowego odkształcenie odbywa się w całości bez umocnienia odkształceniowego. Łącząc to z wynikami literaturowymi (patrz rozdział 2.), z których wynika, że materiały o wielkości ziarna zbliżonej do 1 µm tracą zdolność do umocnienia odkształceniowego, a tym samym plastyczność, a także z prezentowanymi w niniejszej pracy wynikami, można stwierdzić, że wprowadzenie do materiału cząstek faz obcych poprawia zdolność do odkształcenia materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych i przesuwa zakres gwałtownego spadku własności plastycznych do niższych zakresów wielkości ziarna.

Specyfiką odkształcenia w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych jest znaczny przyrost temperatury w trakcie odkształcania ze względu na brak czasu na dyssypacje energii cieplnej. Energia odkształcenia jest niemal całkowicie zamieniana na energię cieplną, stąd niezbędną staje się analiza wpływu temperatury na proces płynięcia w procesach odkształcania z dużą prędkością odkształcenia. Szczególnego znaczenia nabiera poznanie charakteru wzajemnego oddziaływania tych parametrów dla materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze, dodatkowo umocnionej cząstkami faz obcych, z uwagi na brak w literaturze danych z tego obszaru.

Wpływ podwyższonej temperatury na naprężenie płynięcia badanych stali jest odmienny dla sieci krystalicznej RPC i RSC, co widoczne jest na wykresach zaprezentowanych na rys. 109. W stali M_A krystalizującej w sieci RSC wpływ wzrostu temperatury na charakter płynięcia przejawia się przede wszystkim w obszarze umocnienia odkształceniowego, przy czym wpływ na granicę plastyczności jest mniejszy. Przy silniejszym rozdrobnieniu mikrostruktury do średniej wielkości ziarna 0,8 µm stal ta zachowuje większą zdolność do umocnienia odkształceniowego niż gdy wielkość ziarna jest na poziomie 1,1 µm. W temperaturze 200 °C tendencja ta nawet się
pogłębia, przy czym stal o wielkości ziarna 0,8 µm wciąż umacnia się wraz z odkształceniem, natomiast dla stali o wielkości ziarna 1,1 µm zakres umocnienia odkształceniowego jest niewielki, a dalej materiał płynie już przy stałym naprężeniu. W stali M_F, która krystalizuje w sieci RPC wzrost temperatury wpływa przede wszystkim na obniżenie granicy plastyczności. Zmiana charakteru umocnienia odkształceniowego ze wzrostem temperatury odkształcania jest niezauważalna dla stali o strukturze silniej rozdrobnionej, natomiast różnica obserwowalna jest już dla stali o średniej średnicy ziarna 1,1 µm. W temperaturze pokojowej ten materiał zachowuje zdolność do umocnienia odkształceniowego na początkowym etapie odkształcenia, a potem płynie przy stałym naprężeniu. W temperaturze podwyższonej natomiast szybko traci zdolność do umocnienia i przy dalszym płynięciu zachodzi zjawisko mięknięcia cieplnego. Wynika z tego, że zarówno dla stali M_A jak i M_F, przy podwyższaniu temperatury odkształcania materiał o silniej rozdrobnionej strukturze zachowuje większą zdolność do umocnienia odkształcania potem płynie przy stałym naprężeniu.

Ogólny charakter krzywych płynięcia zarejestrowanych dla stali M_A i M_F w badanych warunkach odkształcania przedstawia charakterystyczne dla tych sieci krystalicznych zachowanie zgodne z tym prezentowanym w podrozdziale 2.2.2., przy czym wpływ rozdrobnienia struktury na naprężenie płynięcia jest tożsamy z prezentowanym tam wpływem temperatury oraz prędkości odkształcenia. Wynika z tego, że tak jak zmiana temperatury i prędkości odkształcenia wpływa przede wszystkim na składową cieplną naprężenia płynięcia. Istotną nowością w niniejszej pracy jest wykazanie, że w obecności cząstek faz obcych rozdrobnienie struktury do poziomu ultradrobnoziarnistego wpływa również na składową cieplna naprężenia uplastyczniającego. Zjawisko sprzeczności to stoi w wynikami badań referencyjnych [85] dla ultradrobnoziarnistych stali 7 ferrytyczno-cementytowych, w których wykazano, że rozdrobnienie struktury nie wpływa na składową cieplną, a jedynie na składową atermiczną.

Fakt zmiany oddziaływania granic ziaren zarówno na składową cieplną jaki atermiczną można wyjaśnić tym, że przy silnym rozdrobnieniu struktury granice ziaren przestają już być jedynie barierą dalekiego zasięgu, a stają się barierami bliskiego zasięgu, a tym samym większy wpływ na naprężenie uplastyczniające ma składowa cieplna. Zgodnie z tym rys. 8 prezentowany w rozdziale 2.2.2. należy zmodyfikować w sposób przedstawiony na rys. 110.



Rys. 110. Wykresy krzywych płynięcia w zależności od temperatury i prędkości odkształcenia, dla metali i stopów o różnej sieci krystalicznej zmodyfikowany w oparciu o wnioski z niniejszej pracy.

Takie zjawisko możliwe jest jednak tylko w połączeniu z obecnością w materiale wydzieleń cząstek faz obcych, które poprawiają zdolność materiału do umocnienia odkształceniowego. Materiały ultradrobnoziarniste bowiem charakteryzują się brakiem umocnienia odkształceniowego, a odkształcenie zachodzi w głównej mierze w obszarze niestabilności

plastycznej. Zatem obecność wydzieleń w stali ultradrobnoziarnistej zapewnia wystarczający zapas plastyczności do realizacji procesów kształtowania plastycznego w warunkach stabilności plastycznej.

5.4.3.5. Próba zderzeniowa płyt - Spall test

Z materiału poddanego procedurze MaxStrain pobrano próbki o wymiarach ϕ 2x1 mm. Płytę uderzającą o grubości 0,635 mm wystrzeliwano z prędkością ~380 m/s. Próbka-cel umieszczona była w specjalnym uchwycie zapewniającym jednoosiowe obciążenie próbki. Jako wynik testu rejestrowano prędkość powierzchni swobodnej próbki-celu w trakcie zderzenia, a także strukturę na przekroju próbki odzyskanej po próbie. Test wykonano na próbkach ze stali ferrytycznej poddanej odkształceniu (system Max_Strain): $\varepsilon = 0$; 10; 20 oraz na jednej próbce ze stali austenitycznej poddanej odkształceniu $\varepsilon = 10$. Wykresy zmian prędkości powierzchni swobodnej w trakcie próby przedstawiono na rys. 111. Widma prędkości otrzymanej z systemu VISAR dla badanych próbek, z naniesionymi wartościami charakterystycznymi oraz zdjęciem zgładu poprzecznego próbek po teście przedstawiono na rys. 112 - 115.

Wyraźnie widocznym jest w przedstawionych wynikach to, że stal austenityczna i ferrytyczna wykazują odmienną charakterystykę w warunkach występowania rozciągania z bardzo dużą prędkością odkształcenia wywołanego falą naprężeń rozciągających. Stal M_A w wyniku oddziaływania fali rozciągającej tworzy pustki, które poprzez łączenie się ze sobą tworzą pęknięcie. W stali M_F mechanizm zniszczenia wygląda tak, że w obszarze oddziaływania fali naprężeń rozciągających przekraczających wytrzymałość rozdzielczą materiału pojawiają się w strukturze liczne mikropęknięcia, które następnie napotykając inne pęknięcia tworzą siatkę o wysoce rozwiniętej powierzchni.

Obliczono wytrzymałość rozdzielczą badanych materiałów zgodnie z równaniem (69) z rozdziału 5.2.3. Gęstość stali M_F (p=7855 kg/m³) oraz M_A (p=8169 kg/m³) obliczono na podstawie składu chemicznego, a za prędkość rozchodzenia się fali sprężystej przyjęto prędkość dźwięku w stali - C_L=5800 m/s [6]. Wartości wytrzymałości rozdzielczej dla badanych materiałów to odpowiednio: M_F_{ε=0}=3417 MPa; M_F_{ε=10}=2392 MPa; M_F_{ε=20}=3075 MPa; oraz M_A_{ε=10}=6515 MPa. Interpretacji wyników dokonano w oparciu o wykres prezentowany na rys.63.



Rys. 111. Wykresy zmian prędkości powierzchni swobodnej próbek w czasie próby, badanych w warunkach testu zderzeniowego płyt.

Wartości wytrzymałości rozdzielczej otrzymane w wyniku obliczeń wskazują wyższą wytrzymałość rozdzielczą stali M_F odkształconej w procesie MaxStrain z odkształceniem $\varepsilon = 20$ w porównaniu do tej odkształconej z odkształceniem $\varepsilon = 10$. Obserwacje mikrostruktury pokazują jednak, że próbka po odkształceniu $\varepsilon = 20$ uległa prawie pełnemu rozdzieleniu, natomiast próbka po odkształceniu $\varepsilon = 10$ nie pękła w całości. Wynika z tego, że materiał o silniejszym rozdrobnieniu mikrostruktury wykazuje gorszą plastyczność, ale jednocześnie jego zniszczenie wymaga pochłonięcia większej ilości energii. Energia pochłonięta przez wygenerowanie pęknięcia w tej próbce była tak duża, że próbka po teście wciąż znajdowała się w uchwycie, w którym umieszczona została z lekkim wciskiem. Wszystkie pozostałe próbki zostały wybite z uchwytów w trakcie próby.



Rys. 112. Widmo prędkości powierzchni swobodnej próbki ze stali $M_{A_{\varepsilon=20}}$ otrzymanej z systemu VISAR, oraz zdjęciem zgładu poprzecznego próbki po teście.



Rys. 113. Widmo prędkości powierzchni swobodnej próbki ze stali M_F_{ε=0}. otrzymanej z systemu VISAR, z naniesionymi wartościami charakterystycznymi oraz zdjęciem zgładu poprzecznego próbki po teście.



Rys. 114. Widmo prędkości powierzchni swobodnej próbki ze stali M_F_{ε=10}. otrzymanej z systemu VISAR, z naniesionymi wartościami charakterystycznymi oraz zdjęciem zgładu poprzecznego próbki po teście.



Rys. 115. Widmo prędkości powierzchni swobodnej próbki ze stali M_Fε=20. otrzymanej z systemu VISAR, z naniesionymi wartościami charakterystycznymi oraz zdjęciem zgładu poprzecznego próbki po teście.

Na wykresach z systemu VISAR dla próbek ze stali M_F poddanej procedurze MaxStrain widać powtarzające się chwilowe gwałtowne obniżenia prędkości powierzchni swobodnej próbki. Interpretować można to jako moment łącznia się pęknięć w większe. Wykres prędkości dla próbki M_F_{$\epsilon=20$} urywa się bardzo szybko po pojawieniu się pęknięcia, natomiast wykres spektrum prędkości powierzchni swobodnej przedstawia dalej właściwie ruch tylko części próbki od strony powierzchni swobodnej.

Różnice w zachowaniu się próbek $M_{F_{\epsilon=10}}$ oraz $M_{F_{\epsilon=20}}$ można wyjaśnić tym, że w stali o silniejszym rozdrobnieniu mikrostruktury do poziomu ultradrobnoziarnistego (poniżej 1 µm) opóźniony jest moment zarodkowania pęknięć, a naprężenie osiągnięte w momencie pojawienia się pęknięć jest wyższe – stąd wyższa wytrzymałość rozdzielcza dla próbki $M_{F_{\epsilon=20}}$. Opóźniony moment zarodkowania pęknięć i wyższe naprężenie z drugiej strony powoduje, że po przekroczeniu naprężenia progowego pojawia się większa ilość pęknięć, co prowadzi do pogorszenia plastyczności na etapie propagacji pęknięć w strukturze.

Próbka $M_{F_{\epsilon=0}}$ wykazuje najwyższą wytrzymałość rozdzielczą spośród próbek ze stali M_{F} . Charakter pęknięć na przekroju próbki po teście jest nieco inny. W próbkach odkształconych w procedurze MaxStrain pęknięcia po teście zderzeniowym są równoległe do powierzchni zderzenia. W próbce nieodkształconej natomiast pęknięcia mają bardziej przypadkowe kierunki. Wiązać to można z faktem, że struktura RPC posiada płaszczyznę łatwego pękania {100}. W strukturze, gdzie granice ziarn nie zajmują większej części objętości materiału polikrystalicznego materiał w mikroskali przestaje być izotropowy. Wówczas zorientowanie poszczególnych ziaren względem kierunku oddziałującego naprężenia może powodować, że pęknięcia mają bardziej przypadkowy kierunek, a tym samym energia tworzenia nowych powierzchni na licznych pęknięciach jest wyższa. Różny kierunek pęknięć utrudnia łączenie się pęknięć ze sobą, stąd najwyższa wytrzymałość rozdzielcza próbki o największym ziarnie.

Całkowicie odmienne zachowanie prezentuje próbka ze stali austenitycznej. W takcie oddziaływania naprężeń ściskających mechanizm zniszczenia postępował na drodze zarodkowania i wzrostu pustek. Sieć krystaliczna RSC nie posiada płaszczyzny łatwego pękania, stąd pole naprężeń wokół zarodka pęknięcia przyjmuje formę kulistą. Z powodu trudności w wytworzenia próbek do testu zderzeniowego z pozostałych materiałów, a tym samym braku punktu odniesienia do interpretacji wyników prób, nie ma możliwości pogłębienia analizy zjawiska zniszczenia rozdzielczego dla próbek ze stali M_A.

Przykład zastosowania modelowania do przewidywania własności mechanicznych stali ultradrobnoziarnistych umocnionych cząstkami faz obcych w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych

Przedstawiona w poprzednich rozdziałach baza danych eksperymentalnych, połączona ze stosunkowo szeroką analizą teoretyczną zagadnienia zachowania się materiałów o silnie rozdrobnionej mikrostrukturze, poddanych obciążeniom w warunkach dynamicznych, stanowi stabilną podbudowę do dalszych prac w kierunku przewidywania własności materiałów ultradrobnoziarnistych. Wstęp do tych prac, mogący stanowić wytyczenie kierunku dalszych badań przedstawiony będzie w niniejszym rozdziale.

Do przeprowadzenia symulacji komputerowych procesu płynięcia materiałów ultradrobnoziarnistych umocnionych cząstkami faz obcych, w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych zdecydowano oprzeć się na modelu KHL (patrz rozdział 3.4.). Rozwinięte formy równania powstałe na drodze modyfikacji pierwotnego równania stosunkowo dobrze oddają charakter płynięcia przy założonych parametrach. Konstrukcja równania umożliwia dalsze rozwijanie modelu pod kątem konkretnych założeń. Dostosowanie modelu do będących przedmiotem niniejszej pracy stali ultradrobnoziarnistych umocnionych cząstkami faz obcych, o przedstawionym składzie chemicznym stawia konieczność uwzględnienia w równaniu modelowym dodatkowo mechanizmów umocnienia: od cząstek faz obcych oraz roztworowego.

Równanie KHL w formie rozwojowej przedstawione w równaniu (65) [76] w rozdziale 3.4.:

$$\sigma = \left[\sigma_0 + M\alpha Gb\sqrt{3bD_B\theta_{LAB}(1-f)} + k\sqrt{D_B f}\right] * \left\{1 + \frac{B}{a} \left(1 - \frac{\ln\dot{\varepsilon}}{\ln D_0^p}\right)^{n_1} \varepsilon^{n_0}\right] \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}^*}\right)^C \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_r}\right)^m$$
(71)

zmodyfikowano poprzez uwzględnienie w parametrze σ_0 wspomnianych mechanizmów umocnienia:

$$\sigma = \left[\sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_p + M\alpha G b \sqrt{3b D_B \theta_{LAB} (1 - f)} + k \sqrt{D_B f} \right] * \\ * \left[1 + \frac{B}{a} \left(1 - \frac{\ln \dot{\varepsilon}}{\ln D_0^p}\right)^{n_1} \varepsilon^{n_0}\right] * \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}^*}\right)^C \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_r}\right)^m$$
(72)

wyrażonych w formie równań:

• Orowana-Ashby'ego – dla umocnienia od cząstek faz obcych (patrz rozdział 2.2.6.):

$$\sigma_p = \frac{0.538 \, Gbf^{1/2}}{r} ln\left(\frac{r}{2b}\right) \tag{73}$$

• Gladmana[18][19] – dla umocnienia roztworowego (patrz rozdział 2.2.1.):

$$\sigma_{ss} = 37[Mn] + 83[Si] + 59[Al] + 38[Cu] + 11[Mo] + 2918[N]$$
(74)

Parametry modelu dla stali M_F zidentyfikowano poprzez zastosowanie pakietu Solver programu Microsoft Excel z wykorzystaniem metody najmniejszych kwadratów.

Minimalizowaną funkcję celu stanowił sumaryczny błąd średniokwadratowy pomiędzy zmierzonymi, a obliczonymi wartościami naprężenia uplastyczniającego. Poszukiwanymi wartościami były następujące parametry zmodyfikowanego modelu KHL: σ_0 , *B*, n_0 , n_1 , *C*, *m* oraz *k*. Wartości parametrów *M*, α , G, b przyjęto z literatury dla ferrytu. Ze względu na specyfikę odkształceń dynamicznych, w poszukiwaniu optymalnych parametrów modelu ograniczono się do zakresu trwałych odkształceń plastycznych – powyżej umownej granicy plastyczności. Wartości zidentyfikowanych parametrów przedstawiono w tablicy 18.

М	α	G <i>,</i> MPa	b, nm	K, MPa nm ^{-0,5}	σ ₀ , MPa	σ _{ss} , MPa	σ _p , MPa	В	n1	n _o	С	m
2,75	0,24	81700	0,248	5950	963	73	17	77	0,0086	0,111	0,000 6	1,024

Tablica 18. Zidentyfikowane parametry modelu KHL

Opracowana modyfikacja modelu posłużyła następnie do przeprowadzenia próby przewidywania krzywej płynięcia stali $M_{F_{\epsilon=20}}$ oraz materiału walcówki w warunkach ściskania z prędkością odkształcenia 6000 s⁻¹, w temperaturach: pokojowej, 200°C oraz 400°C. Krzywe płynięcia pozyskane z obliczeń porównano następnie z danymi eksperymentalnymi otrzymanymi w próbie ściskania z wykorzystaniem dzielonego pręta Hopkinsona. Wyniki przedstawione na rys. 116 świadczą o dość dobrej zgodności modelu.



Rys. 116. Porównanie obliczonych i zmierzonych krzywych plastycznego płynięcia dla różnych wariantów procesowych i materiałowych.

Dodatkowo, ocenę możliwości wykorzystania zaproponowanej, zmodyfikowanej wersji modelu KHL do przewidywania zachowania się materiału poddanego odkształcaniu w warunkach obciążeń dynamicznych, dokonano na drodze symulacji komputerowej z wykorzystaniem metody elementów skończonych. Wykorzystano komercyjny pakiet Abaqus (moduł Dynamic Implicit), w którym za pomocą procedury użytkownika (UHARD) zaimplementowano zmodyfikowany model KHL. W programie Abaqus opracowano dwuwymiarowy model próbki osiowosymetrycznej o wymiarach ϕ 2,5 x 2,5 mm, który następnie poddano ściskaniu ze stałą prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 4500$ s⁻¹. W celu przyśpieszenia obliczeń modelowano tylko ½ próbki, wykorzystując symetrię procesu. Do symulacji przyjęto jako materiał badawczy stal $M_F_{\epsilon=20}$ w dwóch stanach początkowych tj. po odkształceniu MaxStrain 10 oraz MaxStrain 20. Dane w postaci wielkości ziarna, udziale objętościowym wąsko- i szerokokątowych granic ziaren oraz średnim kącie dezorientacji granic wąskokątowych (zestawione w tablicy 19.) pozyskano

z analizy EBSD. Symulacja polegała na ściskaniu próbki z zadaną stałą prędkością odkształcenia do określonej wysokości końcowej, odpowiadającej odkształceniu rzeczywistemu $\varepsilon = 0,25$.

Próbka	Odkształcenie wstępne MaxStrain	D _B , nm	θ _{LAB} , deg	Udział objętościowy wysokokątowych granic po odkształceniu wstępnym, HABs
1	10	1100	7,02	0.419
2	20	800	8,17	0.779

Tablica 19. Dane wejściowe do symulacji komputerowej procesu ściskania w warunkach odkształceń dynamicznych.



Rys. 117. Przykładowe wyniki symulacji próby ściskania za pomocą zmodyfikowanego pręta Hopkinsona z prędkością odkształcenia 4500s⁻¹. Rozkłady intensywności naprężenia Misesa oraz intensywności prędkości odkształcenia. Materiał: M_F po wstępnym odkształceniu MaxStrain 10 -a), b). Ferryt po wstępnym odkształceniu MaxStrain 20 -c),-d).

Przykład uzyskanych wyników w postaci map rozkładów intensywności naprężenia Misesa oraz intensywności prędkości odkształcenia przedstawiono na rys. 117. Uzyskane różnice w poziomie naprężenia i prędkości odkształcenia oraz ich rozkładach wynikają bezpośrednio z uwzględnienia w modelu poszczególnych składowych mechanizmów umocnienia tj. od granic ziarn, wydzieleniowego, roztworowego oraz odkształceniowego i od podstruktury.

7. Podsumowanie i wnioski

W pracy przedstawiono kompleksową analizę zagadnienia związków pomiędzy silnie rozdrobnioną mikrostrukturą, umocnioną dyspersyjnymi cząstkami wydzieleń, a własnościami mechanicznymi w warunkach działania obciążeń dynamicznych.

W wyniku analizy aktualnego stanu wiedzy, przedstawionej w pierwszej części pracy poczyniono wstępne założenie, że wprowadzenie do materiałów ultradrobnoziarnistych dodatkowych mechanizmów umocnienia od dyspersyjnych cząstek faz obcych, jak również wielofazowość badanych materiałów umożliwi poprawę własności wytrzymałościowych i plastycznych.

W celu potwierdzenia słuszności postawionych założeń zbudowano plan badań, w których, w wyniku realizacji zastosowania różnych metod rozdrabniania mikrostruktury metodami Top-Down, wytworzono materiały ultradrobnoziarniste o zróżnicowanej morfologii składników strukturalnych. Dla każdej z zastosowanych metod rozdrabniania struktury dokonano analizy mikrostrukturalnej technikami adekwatnymi do stopnia rozdrobnienia.

Do badań wykorzystano również materiały referencyjne (stale niskowęglowe LC, typu IF, meteoryt) co pozwoliło na umiejscowienie uzyskiwanych wyników w szerszym polu analizy. Na podstawie tych badań wykazano, że materiał ultradrobnoziarnisty, w którym nie stwierdzono obecności wydzieleń wykazuje słabszą plastyczność zarówno w warunkach obciążeń quasi-statycznych jak i dynamicznych. Zdolność do umocnienia odkształceniowego takiego materiału jest ograniczona. Stwierdzono, że rozdrobnienie mikrostruktury do poziomu ultradrobnoziarnistego nie wpływa na zmianę składowej cieplnej naprężenia plastycznego płynięcia, a tym samym materiał wykazuje niewielką czułość na prędkość odkształcenia oraz temperaturę odkształcania. Umocnienie od rozdrobnienia mikrostruktury przejawia się jedynie we wzroście granicy plastyczności. Przedstawione wyniki badań wykazały, że w warunkach odkształcania z małymi prędkościami odkształcenia mikrostruktur ultradrobnoziarnistych następuje pogorszenie plastyczności zarówno w przypadku stali, w której występuje mechanizm umocnienia wydzieleniowego, jak i w stali bez wydzieleń. Znamiennym jest jednak fakt, że dla stali IF spadek plastyczności jest znacznie większy niż dla stali mikrostopowej M_F. Dodatkowo stal mikrostopowa, dzięki większej liczbie mechanizmów umocnienia wykazuje lepszą zdolność do odkształceń plastycznych - równomiernych niż stal IF. Natomiast w materiale o strukturze gruboziarnistej to stal IF charakteryzowała się lepszą plastycznością. Wynika z tego, że wprowadzenie dodatkowych mechanizmów umocnienia od cząstek dyspersyjnych obniża skłonność materiałów do utraty plastyczności wraz z rozdrobnieniem struktury. W ramach tej części badań uzyskano Interesujące wyniki z przeprowadzonych testów Taylora oraz badań własności mechanicznych. W efekcie przeprowadzonych badań wykazano, że zrozumienie działania mechanizmów umocnienia oraz ich ograniczeń w warunkach obciążeń quasi-statycznych jest podstawą do zrozumienia zachowania się badanych materiałów w warunkach obciążeń dynamicznych. Dzięki większej liczbie aktywnych mechanizmów umocnienia, przy wysokich prędkościach odkształcenia stal mikrostopowa wciąż zachowuje zdolność do umocnienia odkształceniowego, natomiast stal LC tej właściwości nie wykazuje. Fakt ten pozwolił na bardziej jednoznaczną interpretację wyników przeprowadzonych badań w przypadku innych gatunków stali poddanych testom Taylora. Gwałtowny przyrost twardości obserwowany na trójwymiarowych mapach twardości na przekroju próbek otrzymanych w wyniku testu Taylora, w przypadku próbek ze stali LC i 20MnB4 świadczy o tym, że rozpoczęcie plastycznego płynięcia jest skutecznie wstrzymywane. Po pokonaniu tej przeszkody umocnienie odbywa się w bardziej płynny sposób. Efekt ten nie występuje w przypadku stali M_F oraz IF. Sprawia to, że rozkład odkształcenia w tych materiałach jest bardziej jednorodny, co bardziej predestynuje te materiały do zastosowania w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych, z powodu ograniczenia tendencji do lokalizacji odkształcenia.

Wniosek: Czułość na prędkość odkształcenia w stalach maleje, gdy obecne są mechanizmy umocnienia pochodzące od umocnienia roztworowego i wydzieleniowego. Należy jednak zaznaczyć, że istotne znaczenie ma również struktura początkowa, tj. wielkość ziarna, a także skład i morfologia składników strukturalnych. Znacząco silniejsze rozdrobnienie składników mikrostruktury, jak również obecność bainitu i dyspersyjnych kolonii perlitu w badanych stalach pełnią stabilizującą rolę w trakcie umocnienia odkształceniowego, ponieważ są efektywną przeszkodą w ruchu dyslokacji w trakcie odkształcenia z dużymi prędkościami.

Wniosek: Porównanie wyników otrzymanych na drodze pomiarów twardości na przekroju próbek poddanych testowi Taylora pozwala stwierdzić, że liczba mechanizmów umocnienia obecnych w badanych stalach ma istotny wpływ na czułość na prędkość odkształcenia. Obecność dodatkowych przeszkód dla ruchu dyslokacji sprawia, że rozkład odkształcenia jest bardziej jednorodny. Zjawisko to nabiera szczególnego znaczenia w przypadku oddziaływania obciążeń dynamicznych, gdzie na materiał oddziałują w istotny sposób siły bezwładności, a powstałe wówczas gradienty naprężeń pogłębiają tendencję do lokalizacji odkształceń.

Przeprowadzone badania referencyjne potwierdziły zasadność przyjętego kierunku badań, w którym założono, że wprowadzenie dodatkowego mechanizmu umocnienia w postaci umocnienia wydzieleniowego pozwoli na poprawę plastyczności materiałów ultradrobnoziarnistych. Również badania w warunkach obciążeń dynamicznych potwierdzają założoną tezę, zgodnie z którą umocnienie wydzieleniowe poprawia zdolność materiałów do stabilnego odkształcania w zakresie odkształceń równomiernych.

W celu udowodnienia postawionej tezy pracy w kolejnych etapie badań wytypowane różne techniki rozdrobnienia mikrostruktury. Ogólnie zastosowano procesy, w których mikrostruktura została rozdrobniona na drodze efektów SPD (Severe Plastic Deformation) oraz ATP (Advanced Thermomechanical Processing). W pierwszym przypadku zastosowano proces wieloosiowego ściskania (system MaxStrain) oraz procesy wielostopniowego ciągnienia, natomiast w drugim przypadku wykorzystano procesy walcowania w warunkach przeróbki cieplno-plastycznej. Efektem wykonanych badań była dyskusja uzyskanych wyników oraz wpływu parametrów procesowych na stopień rozdrobnienia mikrostruktury badanych stali mikrostopowych tj. M-F (mikrostopowy ferryt) oraz M_A (mikrostopowy austenit).

Wniosek: Duży udział wydzieleń oraz granic szerokokątowych powstałych w procesie ciągnienia z dużą akumulacją odkształcenia ułatwia akumulację defektów, w szczególności podczas zastosowania dużej prędkości odkształcenia podczas ciągnienia dynamicznego. Można zatem stwierdzić, że mechanizmy umocnienia wygenerowane w oparciu o umocnienie roztworowe i wydzieleniowe mogą być efektywnie wykorzystane do redukcji wielkości ziarna w drutach ze stali mikrostopowej i że w znaczący sposób wpływają na własności mechaniczne powodując nie tylko wzrost wytrzymałości, ale również plastyczności, szczególnie w warunkach ciągnienia z dużą prędkością.

W następnym etapie badań wytworzone materiały ultradrobnoziarniste o wielkości ziarna od 100 nm do 3 µm poddano testom plastometrycznym w szerokim zakresie prędkości odkształcenia. W próbach rozciągania w warunkach quasi-statycznych wyznaczono wstępne charakterystyki wytrzymałościowe wytworzonych materiałów, które następnie były punktem odniesienia dla testów z większymi prędkościami odkształcenia. Charakterystyki badanych materiałów wykonano na podstawie serii testów o zróżnicowanym sposobie przyłożonych

obciążeń. W pierwszej kolejności jako punkt odniesienia dla dalszych badań wykonano ocenę własności mechanicznych w warunkach oddziaływania obciążeń quasi-statycznych. Analizę zachowania się materiałów w warunkach oddziaływania obciążeń dynamicznych, z uwzględnieniem przedstawionych powyżej wyników badań referencyjnych prowadzono zaczynając od prób udarności wykonanych na młocie Charpy'ego. Prędkości odkształcenia w zakresie przejściowym, gdzie procesowi odkształcenia zaczynają towarzyszyć zjawiska falowe, badano w warunkach zarówno rozciągania jak i ściskania na młocie spadowym. Krzywe płynięcia w szerokim zakresie prędkości odkształcenia wyznaczono w próbie ściskania za pomocą dzielonego pręta Hopkinsona. Najwyższe prędkości odkształcenia uzyskano w zderzeniowej próbie płyt (Spall test), gdzie badano wytrzymałość rozdzielczą przy ekstremalnie wysokiej prędkości odkształcenia.

Interesujące wyniki uzyskano w przypadku procesów wielostopniowego ciągnienia z różnymi prędkościami. Odnosząc otrzymane wyniki do wyników próby rozciągania próbek po ciągnieniu dla stali LC, która nie wykazuje obecności mechanizmu umocnienia wydzieleniowego, można stwierdzić, że w stali bez dodatku pierwiastków mikrostopowych brak jest widocznych różnic w plastyczności wytworzonych materiałów pomiędzy drutami ciągnionymi z niską i wysoką prędkością odkształcenia. Wynika z tego zatem, że w warunkach odkształcania materiałów o strukturze silnie rozdrobnionej, obecność w strukturze cząstek faz obcych przyczynia się do poprawy własności plastycznych po procesie ciągnienia z wysoką prędkością odkształcenia w porównaniu do materiałów pozbawionych mechanizmu umocnienia wydzieleniowego.

W kolejnych badaniach ocenie poddano procesy walcowania w warunkach przeróbki cieplno-plastycznej (ATP), w których zmieniając parametry procesowe wytworzono materiały o złożonych mikrostrukturach, również ultradrobnoziarniste. Szczególna cechą wytworzonych w procesach ATP mikrostruktur była ich bimodalność. Gdy odniesie się wyniki otrzymane podczas prób udarnościowych na młocie Charpy'ego do zdjęć przełomów wykonanych na skaningowym mikroskopie elektronowym i zdjęć mikrostruktur z mikroskopu optycznego można zauważyć wyraźną zależność, wg której bimodalność rozkładu wielkości ziarna jest w każdym przypadku czynnikiem który wpływa na wzrost energii łamania.

Próby ściskania na młocie spadowym wykazały, że :

Wniosek: Wielofazowość mikrostruktury w warunkach silnego rozdrobnienia wielkości ziarna sprawia, że materiały takie mają większą zdolność do przenoszenia obciążeń dynamicznych. W strukturze dwufazowej ferrytyczno-bainitycznej wyspy bainitu ulegają rozdrobnieniu i struktura ulega ujednorodnieniu. Efektem takiego zachowania się mikrostruktury podczas odkształcania jest wyższa czułość na prędkość odkształcenia materiału o strukturze dwufazowej.

Wykonane badania pokazały, że próbki chłodzone po walcowaniu na powietrzu wykazują wyższe umocnienie odkształceniowe niż próbki chłodzone w wodzie. Charakter umocnienia odkształceniowego i jego zmiana wraz z postępującym odkształceniem dla każdej z próbek są takie same jak w próbkach ściskanych quasi-statycznie. Prędkość chodzenia w próbkach chłodzonych na powietrzu była mniejsza, stąd czas inkubacji dla procesu wydzieleniowego był wystarczający. Z tego powodu wszystkie warianty termomechaniczne, w których chłodzenie odbywało się na powietrzu charakteryzują się wysokim umocnieniem odkształceniowym. Wynika z tego, że próbki charakteryzujące się drobnoziarnistą strukturą bainitu ziarnistego, umocnionego cząstkami faz obcych wykazują największą czułość na prędkość odkształcenia, zachowując przy tym wciąż dużą zdolność do umocnienia odkształceniowego.

Istotną nowością w niniejszej pracy jest wykazanie, że w obecności cząstek faz obcych rozdrobnienie struktury do poziomu ultradrobnoziarnistego wpływa również na składową cieplną naprężenia uplastyczniającego. Zjawisko to stoi w sprzeczności z wynikami badań referencyjnych [84] dla ultradrobnoziarnistych stali ferrytyczno-cementytowych, w których wykazano, że rozdrobnienie struktury nie wpływa na składową cieplną, a jedynie na składową atermiczną.

Wniosek: Fakt zmiany oddziaływania granic ziaren zarówno na składową cieplną, jak i atermiczną można wyjaśnić tym, że przy silnym rozdrobnieniu mikrostruktury granice ziaren przestają już być jedynie barierą dalekiego zasięgu, a stają się barierami bliskiego zasięgu, a tym samym większy udział w naprężeniu uplastyczniającym bierze składowa cieplna. Takie efekty obserwuje się jednak tylko w połączeniu z obecnością w materiale wydzieleń cząstek faz obcych, które poprawiają zdolność materiału do umocnienia odkształceniowego.

Wniosek: Materiały ultradrobnoziarniste charakteryzują się ograniczonym umocnieniem odkształceniowym, a odkształcenie zachodzi w głównej mierze w obszarze niestabilności plastycznej. Zatem obecność wydzieleń w stali ultradrobnoziarnistej zapewnia wystarczający zapas plastyczności do realizacji procesów kształtowania plastycznego w warunkach stabilności plastycznej.

Badania plastometryczne stali M_F wykazały również, że w strukturze, gdzie granice ziarn nie zajmują większej objętości materiału, w mikroskali przestaje on być izotropowy.

Wniosek: Zorientowanie poszczególnych ziaren względem kierunku oddziałującego naprężenia może powodować, że pęknięcia mają bardziej przypadkowy kierunek, a tym samym energia tworzenia nowych powierzchni na licznych pęknięciach jest wyższa. Różny kierunek pęknięć utrudnia łączenie się pęknięć ze sobą, stąd najwyższa wytrzymałość rozdzielcza próbki o największym ziarnie. Całkowicie odmienne zachowanie prezentuje próbka ze stali austenitycznej M_A. W trakcie oddziaływania naprężeń ściskających mechanizm zniszczenia postępował na drodze zarodkowania i wzrostu pustek. Sieć krystaliczna RSC nie posiada płaszczyzny łatwego pękania, stąd pole naprężeń wokół zarodka pęknięcia przyjmuje formę kulistą.

Zebraną bazę danych doświadczalnych wykorzystano w celu modyfikacji modelu reologicznego KHL opracowanego dla materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze poprzez dodanie do równania konstytutywnego składowych pochodzących od umocnienia wydzieleniowego i roztworowego.

Opracowana modyfikacja modelu posłużyła następnie do przeprowadzenia próby przewidywania krzywej płynięcia stali $M_F_{\epsilon=20}$ oraz materiału walcówki w warunkach ściskania z prędkością odkształcenia 6000 s⁻¹, w temperaturach: pokojowej, 200°C oraz 400 °C. Krzywe płynięcia pozyskane z obliczeń porównano z danymi eksperymentalnymi otrzymanymi w próbie ściskania z wykorzystaniem dzielonego pręta Hopkinsona. Uzyskane wyniki świadczą o dość dobrej zgodności modelu z doświadczeniami.

Przeprowadzone w pracy badania oraz analiza ich wyników pozwoliły na udowodnienie postawionej tezy pracy oraz dostarczyły nową wiedzę, która może być wykorzystana w celu lepszego zrozumienia zjawisk zachodzących w nowoczesnych materiałach konstrukcyjnych, w których wysokie własności wytrzymałościowe wynikają z silnego rozdrobnienia mikrostruktury oraz obecności dyspersyjnych cząstek faz obcych. Szczególne znaczenie uzyskanych wyników z realizacji pracy związane jest z poprawą odporności badanych materiałów na obciążenia dynamiczne.

8. Bibliografia

- M. F. Ashby, "A first report on deformation-mechanism maps" *Acta Metall.*, vol. 20, no. 7, pp. 887–897, 1972.
- [2] M. A. Meyers, D. J. Benson, O. Vöhringer, B. K. Kad, Q. Xue, and H. H. Fu, "Constitutive description of dynamic deformation: Physically-based mechanisms" *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 322, no. 1–2, pp. 194–216, 2002.
- [3] J. Majta, *Odkształcenie i właśności: stale mikrostopowe: Wybrane zagadnienia*. Kraków: Uczelniane wydawnictwa naukowo-dydaktyczne, 2008.
- [4] L. Dobrzański, *Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*. Warszawa: Wydawnictwa Naukowo Techniczne, 2002.
- [5] J. Łuksza, *Mechanika ośrodków ciąłych: wybrane zagadnienia*. Kraków: Wydawnictwa AGH, 2014.
- [6] M. A. Meyers, *Dynamic Behavior of Materials*. John Wiley & Sons Inc., 1994.
- [7] G. Taylor, "Plastic strain in metals" J. Inst. Met., vol. 62, pp. 307–324, 1938.
- [8] M. Stefańska-Kądziela, "Odkształcanie plastyczne w warunkach dynamicznego obciążenia" rozprawa doktorska, Akademia Górniczo-Hutnicza, 2006.
- [9] M. F. Ashby, "The deformation of plastically non-homogeneous alloys" in *Strengthening Methods in Crystal*, A. K. and R. B. Nicholson, Ed. Amsterdam: Elsevier, 1971.
- [10] K. Przybyłowicz, *Fizyczne podstawy odkształcenia plastycznego metali*. Kraków: Wydawnictwo AGH, 1989.
- [11] R. Kapoor and S. Nemat-Nasser, "Determination of temperature rise during high strain rate deformation" *Mech. Mater.*, vol. 27, no. 1, pp. 1–12, 1998.
- [12] E. El-Magd, "Mechanical properties at high strain rates" *Le J. Phys. IV*, vol. 04, no. C8, pp. C8-149-C8-170, 1994.
- [13] B. Dodd, S. M. Walley, R. Yang, and V. F. Nesterenko, "Major steps in the discovery of adiabatic shear bands" *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 46, pp. 4454–4458, 2015.
- [14] W. G. Johnston and J. J. Gilman, "Dislocation velocities, dislocation densities, and plastic flow in lithium fluoride crystals" *J. Appl. Phys.*, vol. 30, no. 2, pp. 129–144, 1959.
- [15] R. W. Rohde and C. H. Pitt, "Stress relaxation in nickel single crystals between 77°-350°K" J. Appl. Phys., vol. 39, no. 7, pp. 3186–3192, 1968.
- [16] J. D. Campbell and W. G. Ferguson, "The temperature and strain-rate dependence of the shear strength of mild steel" *Philos. Mag. A J. Theor. Exp. Appl. Phys.*, vol. 21, p. 63, 1970.
- [17] T. Malkiewicz, *Metaloznawstwo Stopów Żelaza*. Łódź: Państwowe Wydawnictwo Naukowe, 1976.
- [18] T. Gladman, D. Dulieu, and I. D. McIvor, "Structure-Property Relationships in High-Strength Microalloyed Steels" in *Microalloying* '75, 1976, p. 32.
- [19] J. Majta, *Complete Model for Niobium-Microalloyed Steels Deformed under Hot Working Conditions*. Kraków: Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, 2000.
- [20] F. H. Abed, "Constitutive modeling of the mechanical behavior of high strength ferritic

steels for static and dynamic applications" *Mech. Time-Dependent Mater.*, vol. 14, no. 4, pp. 329–345, 2010.

- [21] A. A. Howe, "Industry perspective on ultrafine grained steels" *Mater. Sci. Technol.*, vol. 25, no. 7, pp. 815–819, 2009.
- [22] K. Przybyłowicz, *Strukturalne aspekt odkształcania metali*. Warszawa: Wydawnictwa Naukowo Techniczne, 2002.
- [23] L. Błaż, *Dynamiczne procesy strukturalne w metalach i stopach*. Kraków: Wydawnictwa AGH, 1998.
- [24] N. Tsuchida, Y. Izaki, T. Tanaka, and K. Fukaura, "Effects of temperature and strain rate on stress-strain curves for dual-phase steels and their calculations by using the Kocks-Mecking model" *ISIJ Int.*, vol. 52, no. 4, pp. 729–734, 2012.
- [25] N. Tsuchida, Y. Tomota, and K. Nagai, "High-speed Deformation for an Ultrafine-grained Ferrite-Pearlite Steel" *ISIJ Int.*, vol. 42, no. 12, pp. 1594–1596, 2002.
- [26] D. R. Lesuer, C. K. Syn, O. D. Sherby, J. Wadsworth, J. J. Lewandowski, and W. H. Hunt, "Mechanical behaviour of laminated metal composites" *Int. Mater. Rev.*, vol. 41, no. 5, pp. 169–197, 1996.
- [27] T. Gladman, *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*. Londyn: MANEY for the Institute of Materials, 1997.
- [28] M. A. Meyers, A. Mishra, and D. J. Benson, "The deformation physics of nanocrystalline metals: Experiments, analysis, and computations" *JOM*, vol. 58, no. 4, pp. 41–48, 2006.
- [29] H. Zhao, B. P. Wynne, and E. J. Palmiere, "Conditions for the occurrence of acicular ferrite transformation in HSLA steels" *J. Mater. Sci.*, vol. 53, no. 5, pp. 3785–3804, 2018.
- [30] S. Torizuka, O. Umezawa, K. Tsuzaki, and K. Nagai, "Refinement of Ferrite-Pearlite Structures through Transformation from Heavily Deformed Austenite in a Low Carbon Si-Mn Steel" *Mater. Sci. Forum*, vol. 284–286, pp. 225–230, 2009.
- [31] T. Inoue, S. Torizuka, K. Nagai, K. Tsuzaki, and T. Ohashi, "Effect of plastic strain on grain size of ferrite transformed from deformed austenite in Si-Mn steel" *Mater. Sci. Technol.*, vol. 17, no. 12, pp. 1580–1588, 2013.
- [32] T. Inoue, S. Torizuka, and K. Nagai, "Formation of uniformly fine grained ferrite structure through multidirectional deformation" *Mater. Sci. Technol.*, vol. 17, no. 11, pp. 1329–1338, 2001.
- [33] R. Manna, "Heat Treatment, CCT, TTT for steels" 2015. [Online]. Available: https://webcache.googleusercontent.com/search?q=cache:txuU1o0H2lYJ:https://www .phase-trans.msm.cam.ac.uk/2012/Manna/Part2.pdf+&cd=1&hl=en&ct=clnk&gl=my. [Accessed: 02-Feb-2020].
- [34] S. Zajac, V. Schwinn, and K. H. Tacke, "Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels" *Mater. Sci. Forum*, vol. 500–501, pp. 387–394, 2005.
- [35] A. Belyakov, Y. Kimura, Y. Adachi, and K. Tsuzaki, "Microstructure Evolution in Ferritic Stainless Steels during Large Strain Deformation" *Mater. Trans.*, vol. 45, no. 9, pp. 2812–2821, 2005.
- [36] K. Nagai, "Ultrafine-grained ferrite steel with dispersed cementite particles" J. Mater.

Process. Technol., vol. 117, no. 3, pp. 329–332, 2001.

- [37] S. Torizuka, S. V. S. N. Murty, and K. Nagai, "Technology development for the production of steel bars with ultrafine grained ferrite structure through multi-pass warm caliber roling" *New Dev. Long Forged Prod. Proc.*, pp. 229–238, 2006.
- [38] S. Takaki, K. Kawasaki, and Y. Kimura, "Mechanical properties of ultra fine grained steels," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 117, no. 3, pp. 359–363, 2001.
- [39] F. . Humpreys and V. Ramaswami, in *High voltage electron microscopy : proceedings of the third International Conference*, 1973, pp. 268–272.
- [40] L. A. I. Kestens and H. Pirgazi, "Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures" *Mater. Sci. Technol.*, vol. 32, no. 13, pp. 1303–1315, 2016.
- Y. Kimura and T. Inoue, "Influence of warm tempforming on microstructure and mechanical properties in an ultrahigh-strength medium-carbon low-alloy steel" *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 44, no. 1, pp. 560–576, 2013.
- [42] Y. Kimura and T. Inoue, "Combined Effect of Ausforming and Warm Tempforming on the Strength and Toughness of An Ultra-High Strength Steel" *ISIJ Int.*, vol. 56, no. 11, pp. 2047–2056, 2016.
- [43] Y. Kimura and T. Inoue, "Influence of Carbon Content on Toughening in Ultrafine Elongated Grain Structure Steels" *Tetsu-to-Hagane*, vol. 100, no. 9, pp. 1104–1113, 2014.
- [44] Y. Kimura, T. Inoue, and K. Tsuzaki, "Tempforming in medium-carbon low-alloy steel" J. *Alloys Compd.*, vol. 577S, pp. S538–S542, 2013.
- [45] L. Li and J. Virta, "Ultrahigh strength steel wires processed by severe plastic deformation for ultrafine grained microstructure" *Mater. Sci. Technol.*, vol. 27, no. 5, pp. 845–862, 2012.
- [46] W. C. Chen, D. Ferguson, H. Ferguson, R. S. Mishra, and Z. Jin, "Development of Ultrafine Grained Materials Using The MAXStrain[®] Technology" *Mater. Sci. Forum*, vol. 357–359, pp. 425–430, 2001.
- [47] G. Faraji, H. S. Kim, and H. T. Kashi, *Severe plastic deformation*. Elsevier Inc., 2018.
- [48] N. Tsuji, "Ways to Manage Both Strength and Ductility in Nanostructured Steels" in Advanced Steels: The Recent Scenario in Steel Science and Technology, Y. Weng, H. Dong, and Y. Gan, Eds. Springer-Verlag Berlin Heidelberg and Metallurgical Industry Press, 2011, pp. 119–129.
- [49] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, and Y. Minamino, "Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing" *Scr. Mater.*, vol. 47, no. 12, pp. 893–899, 2002.
- [50] N. Tsuchida, Y. Tomota, and K. Nagai, "Tensile Deformation Behavior at High Strain Rate for Ultrafine-grained Ferrite-cementite Steels" *Tetsu-to-Hagane*, vol. 90, no. 12, pp. 1043–1049, 2004.
- [51] M. Kiuchi, "Integrated production technologies for ultra-fine grained steel sheets" *ISIJ Int.*, vol. 48, no. 8, pp. 1133–1141, 2008.
- [52] J. R. Greer and J. T. M. De Hosson, "Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect" *Prog. Mater. Sci.*, vol. 56, no. 6, pp. 654–724, 2011.

- [53] M. A. Meyers and E. Ashworth, "A model for the effect of grain size on the yield stress of metals" *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 46, no. 5, pp. 737–759, 1982.
- [54] D. J. Benson, H. H. Fu, and M. A. Meyers, "On the effect of grain size on yield stress: Extension into nanocrystalline domain" *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 319–321, pp. 854–861, 2001.
- [55] R. Song, D. Ponge, and D. Raabe, "Mechanical properties of an ultrafine grained C-Mn steel processed by warm deformation and annealing" Acta Mater., vol. 53, no. 18, pp. 4881–4892, 2005.
- [56] T. Hanamura, F. Yin, and K. Nagai, "Ductile-Brittle Transition Temperature of Ultrafine Ferrite/Cementite Microstructure in a Low Carbon Steel Controlled by Effective Grain Size" ISIJ Int., vol. 44, no. 3, pp. 610–617, 2008.
- [57] R. Song, D. Ponge, D. Raabe, J. G. Speer, and D. K. Matlock, "Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels" *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 441, no. 1–2, pp. 1–17, 2006.
- [58] K. Nagai, "Ultrafine grained steels: Basic research and attempts for application" Can. Metall. Q., vol. 44, no. 2, pp. 187–194, 2005.
- [59] M. D. Chapetti, H. Miyata, T. Tagawa, T. Miyata, and M. Fujioka, "Fatigue strength of ultra-fine grained steels" *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 381, no. 1–2, pp. 331–336, 2004.
- [60] M. D. Chapetti, H. Miyata, T. Tagawa, T. Miyata, and M. Fujioka, "Fatigue crack propagation behaviour in ultra-fine grained low carbon steel" *Int. J. Fatigue*, vol. 27, no. 3, pp. 235–243, 2005.
- [61] H. Beladi, G. L. Kelly, and P. D. Hodgson, "Ultrafine grained structure formation in steels using dynamic strain induced transformation processing" *Int. Mater. Rev.*, vol. 52, no. 1, pp. 14–28, 2007.
- [62] G. R. Johnson and W. H. Cook, "A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures" *International Symposium on Ballistics*. pp. 541–547, 1983.
- [63] P. S. Follansbee, "On the Definition of State Variables for an Internal State Variable Constitutive Model Describing Metal Deformation" *Mater. Sci. Appl.*, vol. 05, no. 08, pp. 603–609, 2014.
- [64] W. Moćko and Z. L. Kowalewski, "Zastosowanie wybranych równań konstytutywnych do opisu właściwości mechanicznych stali wysokoazotowej typu VP159" *Model. Inżynierskie*, vol. 43, pp. 203–210, 2012.
- [65] P. S. Follansbee, *Fundamentals of Strength*. New Jersey: John Wiley & Sons Inc., 2014.
- [66] L. Kyzioł, "Wpływ temperatury i szybkości odkształcania na charakterystyki wytrzymałościowe materiałów metalicznych" Zesz. Nauk. Akad. Morskiej w Gdyni, no. 100, pp. 109–119, 2017.
- [67] P. S. Follansbee, "Structure Evolution in Austenitic Stainless Steels—A State Variable Model Assessment" *Mater. Sci. Appl.*, vol. 06, no. 06, pp. 457–463, 2015.
- [68] F. J. Zerilli and R. W. Armstrong, "Dislocation-mechanics-based constitutive relations for material dynamics calculations" *J. Appl. Phys.*, vol. 61, no. 5, pp. 1816–1825, 1987.

- [69] R. Liang and A. S. Khan, "A critical review of experimental results and constitutive models for BCC and FCC metals over a wide range of strain rates and temperatures" *Int. J. Plast.*, vol. 15, no. 9, pp. 963–980, 1999.
- [70] S. R. Bodner and Y. Partom, "Constitutive Equations for Elastic-Viscoplastic Strain-Hardening Materials" *J. Appl. Mech.*, vol. 42, no. 2, pp. 385–389, 1975.
- [71] A. S. Khan and R. Liang, "Behaviors of three BCC metal over a wide range of strain rates and temperatures: Experiments and modeling" Int. J. Plast., vol. 15, no. 10, pp. 1089– 1109, 1999.
- [72] A. S. Khan and R. Liang, "Behaviors of three BCC metals during experiments and modeling" *Int. J. Plast.*, vol. 16, pp. 1443–1458, 2000.
- [73] A. S. Khan, Y. S. Suh, and R. Kazmi, "Quasi-static and dynamic loading responses and constitutive modeling of titanium alloys" *Int. J. Plast.*, vol. 20, no. 12, pp. 2233–2248, 2004.
- [74] A. S. Khan, Y. S. Suh, X. Chen, L. Takacs, and H. Zhang, "Nanocrystalline aluminum and iron - Mechanical behavior at quasi-static and high strain rates, and constitutive modeling" *Int. J. Plast.*, vol. 22, no. 2, pp. 195–209, 2006.
- [75] K. Muszka, J. Majta, and P. D. Hodgson, "Modeling of the mechanical behavior of nanostructured HSLA steels" ISIJ Int., vol. 47, no. 8, pp. 1221–1227, 2007.
- [76] K. Muszka, "Wpływ rozdrobnienia struktury na mechanizmy umocnienia stali niskowęglowych odkształcanych plastycznie" rozprawa doktorska, Akademia Górniczo-Hutnicza, 2008.
- [77] N. Hansen, "Hall-Petch relation and boundary strengthening" *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 8 SPEC. ISS., pp. 801–806, 2004.
- [78] B. Hopkinson, "A Method of Measuring the Pressure Produced in the Detonation of High Explosives or by the Impact of Bullets" *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 213, no. 497–508, pp. 437–456, 1914.
- [79] H. Kolsky, "An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading" *Proc. Phys. Soc. Sect. B*, vol. 62, no. 11, pp. 676–700, 1949.
- [80] G. Taylor, "Testing of materials at high rates of loading" J. Inst. Civ. Eng., vol. 26, pp. 486–519, 1946.
- [81] G. Taylor, "The use of flat-ended projectiles for determining dynamic yield stress I. Theoretical considerations" *Proc. R. Soc. London. Ser. A. Math. Phys. Sci.*, vol. 194, no. 1038, pp. 289–299, 1948.
- [82] J. Field, S. Walley, N. Bourne, and J. Huntley, "Experimental methods at high rates of strain" J. Phys. IV Collog., vol. 4 (C8), pp. C8-3-C8-22, 1994.
- [83] A. M. Rajendran and S. J. Bless, "High Strain Rate Material Behavior" Dayton, Ohio, 1985.
- [84] J. Pacyna, *Metaloznawstwo, wybrane zagadnienia*. Kraków: Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, 2005.
- [85] N. Tsuchida, H. Masuda, Y. Harada, K. Fukaura, Y. Tomota, and K. Nagai, "Effect of ferrite grain size on tensile deformation behavior of a ferrite-cementite low carbon steel" *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 488, no. 1–2, pp. 446–452, 2008.

- [86] K. Doniec, "Mikrostrukturalne aspekty ograniczonej plastyczności materiałów o strukturach silnie rozdrobnionych" rozprawa doktorska, Akademia Górniczo-Hutnicza, 2011.
- [87] R. Bloniarz, J. Majta, C. Trujillo, E. Cerreta, and K. Muszka, "The mechanisms for strengthening under dynamic loading for low carbon and microalloyed steel" Int. J. Impact Eng., vol. 114, no. 2017, pp. 53–62, 2018.
- [88] M. Hamid and H. M. Zbib, "Dislocation Density-Based Multiscale Modeling of Deformation and Subgrain Texture in Polycrystals" JOM, vol. 71, no. 11, pp. 4136–4143, 2019.
- [89] Z. Pan and T. J. Rupert, "Damage nucleation from repeated dislocation absorption at a grain boundary" *Comput. Mater. Sci.*, vol. 93, pp. 206–209, 2014.
- [90] "Advanced Structural Steels part three," Total Materia, 2009. [Online]. Available: https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=KTS&NM=258. [Accessed: 10-Jan-2020].
- [91] W. Osuch, R. Błoniarz, G. Michta, and I. Suliga, "Evolution of the Dislocation Structure of Iron Meteorite" Archives of Metallurgy and Materials [w druku].
- [92] W. E. Carrington, L. V. Marie, and D. S. Gayler, "The use of flat-ended projectiles for determining dynamic yield stress. III. Changes in microstructure caused by deformation under impact at high-striking velocities" *Proc. R. Soc. Lond. A. Math. Phys. Sci.*, vol. 194, pp. 323–31, 1948.