
POLITECHNIKA ŚLĄSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ



Rozprawa doktorska

mgr inż. Agata BRZEZIŃSKA

**Uwarunkowania strukturalne wpływające na poprawę właściwości
mechanicznych odlewniczych stopów Al-Cu
po zastosowaniu odkształcania SPD**

Promotor: dr hab. inż. Kinga Rodak, prof. PŚ

Katowice, styczeń 2021 r.

Pragnę serdecznie podziękować Pani dr hab. inż. Kindze Rodak, prof. PŚ za opiekę naukową, życzliwość, wyrozumiałość, poświęcony czas oraz cenne wskazówki udzielane podczas badań i opracowywania wyników.

Dziękuję również Panu dr inż. Tomaszowi Mikuszewskiemu, Panu dr hab. inż. Dariuszowi Kucowi prof. PŚ, Panu dr hab. inż. Mateuszowi Koziolowi prof. PŚ, Panu dr hab. inż. Tomaszowi Rzychoniowi oraz Panu mgr inż. Dawidowi Niemcowi za życzliwość i pomoc w trakcie realizacji badań eksperymentalnych.

Dziękuję także wszystkim koleżankom i kolegom z Katedry Zaawansowanych Materiałów i Technologii za cenne wskazówki pomocne w przygotowaniu niniejszej pracy.

SPIS TREŚCI

<u>SPIS WAŻNIEJSZYCH OZNACZEŃ I SKRÓTÓW</u>	4
<u>1. WPROWADZENIE</u>	5
<u>2. PRZEGLĄD LITERATURY</u>	6
2.1. ODKSZTAŁCALNOŚĆ MATERIAŁÓW POLIKRYSTALICZNYCH	6
2.1.1. NISKOTEMPERATUROWE ODKSZTAŁCANIE	7
2.1.2. WYSOKOTEMPERATUROWE ODKSZTAŁCANIE	14
2.1.3. NADPLASTYCZNOŚĆ	18
2.2. MECHANIZMY ODKSZTAŁCANIA KOMPOZYTÓW I STOPÓW ODLEWNICZYCH	23
2.3. MATERIAŁY METALICZNE ORAZ KOMPOZYTY METALOWE O SZCZEGÓLNYCH WŁAŚCIWOŚCIACH WYTRZYMAŁOŚCIOWYCH I FUNKCJONALNYCH PODDAWANYCH ODKSZTAŁCANIU SPD	28
2.4. TECHNIKA KOBo	36
<u>3. CEL I ZAKRES BADAŃ</u>	38
<u>4. BADANIA WŁASNE</u>	40
4.1. MATERIAŁ DO BADAŃ	40
4.2. STANOWISKO DO BADAŃ SPD	41
4.3. METODYKA BADAŃ	43
<u>5. WYNIKI BADAŃ</u>	47
5.1. CHARAKTERYSTYKA STOPÓW AL-Cu PO ODLANIU	47
5.2. CHARAKTERYSTYKA MIKROSTRUKTURY STOPÓW AL-Cu ODKSZTAŁCANYCH METODĄ KOBo	53
5.3. CHARAKTERYSTYKA WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH STOPÓW AL-Cu ODKSZTAŁCANYCH METODĄ KOBo	72
5.4. CHARAKTERYSTYKA WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNYCH STOPÓW AL-Cu ODKSZTAŁCANYCH METODĄ KOBo	89
<u>6. DYSKUSJA WYNIKÓW</u>	91
<u>7. WNIOSKI</u>	98
<u>LITERATURA</u>	99

Spis ważniejszych oznaczeń i skrótów

- SPD – *ang. severe plastic deformation* – duże odkształcenie plastyczne
- KoBo – odkształcenie w warunkach cyklicznej zmiany drogi odkształcenia
- ECAP – *ang. equal channel angular pressing* – przeciskanie przez kanał kątowy
- HPT – *ang. high pressure torsion* – skręcanie pod wysokim ciśnieniem
- ARB – *ang. accumulative roll bonding* – walcowanie pakietowe
- UFG – *ang. ultrafinegrained* – materiały ultradrobnoziarniste
- SFE – *ang. stacking fault energy* – energia błędu ułożenia
- GNBs – *ang. geometrically necessary* – granice geometrycznie niezbędne
- LABs – *ang. low angle boundaries* – granice wąskokątowe, o dezorientacji poniżej 15°
- HABs – *ang. high angle boundaries* – granice szeroko kątowe, o dezorientacji powyżej 15°
- DRX – *ang. dynamic recrystallization* – rekrytalizacja dynamiczna
- CDRX – *ang. continous dynamic recrystallization* – ciągła rekrytalizacja dynamiczna
- GDRX – *ang. geometrically dynamic recrystallization* – geometryczna rekrytalizacja dynamiczna
- GBS – *ang. grain boundary slipping* – poślizg po granicach ziarn
- EBS – *ang. electron back-scatter diffraction* – dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych
- LM – *ang. light microscopy* – mikroskopia świetlna
- SEM – *ang. scanning electron microscopy* – skaningowa mikroskopia elektronowa
- STEM – *ang. scanning transmission electron microscopy* – skaningowo transmisyjna mikroskopia elektronowa
- XRD – *ang. x-ray diffraction* – dyfrakcja promieniowania rentgenowskiego
- R_m – wytrzymałość na rozciąganie, MPa
- $R_{0,2}$ – granice plastyczności przy odkształceniu 0,2 %, MPa
- A_t – wydłużenie do zerwania, %
- HV – twardość mierzona metodą Vickersa
- λ – stopień przerobu

1. Wprowadzenie

W ostatnich latach duży wysiłek naukowców koncentruje się na wytwarzaniu materiałów o szczególnych właściwościach wytrzymałościowych oraz użytkowych. Mowa tutaj o materiałach złożonych pod względem struktury do których należą materiały kompozytowe oraz wieloskładnikowe stopy odlewnicze. Ostatnio, większość takich materiałów wytwarza się technikami dużych odkształceń plastycznych (SPD), które cechują się nano-lub ultradrobnoziarnistą strukturą zapewniającą odpowiedni zestaw wymaganych właściwości zarówno wytrzymałościowych jak i użytkowych. Procesy cyklicznego odkształcenia np. metoda KoBo mogą doprowadzić zarówno do wzrostu właściwości wytrzymałościowych a jednocześnie wpłynąć na poprawę właściwości plastycznych, co jest niezwykle ważne w przypadku materiałów wieloskładnikowych. Do otrzymania odpowiednich właściwości w przypadku takich materiałów warunkiem szczególnie ważnym jest dobór technik SPD.

Prezentowana praca poświęcona jest wytwarzaniu ultradrobnoziarnistych materiałów bazujących na stopach odlewniczych z układu Al-Cu. Z przeglądu literatury wynika, że wytrzymałość stopów Al-Cu można zwiększyć poprzez dodatek Cu, która z Al tworzy twardą fazę międzymetaliczną odporną na działanie temperatury. Z drugiej strony, obecność w stopie dużej ilości fazy międzymetalicznej utrudnia proces deformacji. Brak synergicznego oddziaływania jeśli chodzi o zapewnienie w takich materiałach odpowiednich właściwości fizycznych, wytrzymałości a zarazem przy zachowaniu wysokiej plastyczności sprawia, że materiały takie nie mogą być potencjalnie analizowane jako materiały o wyjątkowych właściwościach funkcjonalnych. Naprzeciw tym problemom wychodzi możliwość zastosowania wspomnianych technik SPD. Zastosowanie metod SPD będzie ważnym narzędziem do wytworzenia materiałów o pożądanych właściwościach mechanicznych i funkcjonalnych. Jak dotąd w dostępnej literaturze nie ma wielu doniesień odnośnie wykorzystania technik SPD do rozdrabniania tychże stopów.

W pracy przeprowadzono badania strukturalne nad rozdrobnionymi stopami odlewniczymi o różnej zawartości Cu za pomocą metody KoBo. Przeanalizowano wpływ rozdrobnienia struktury na właściwości wytrzymałościowe i fizyczne badanych stopów. Uzyskane wyniki badań stanowiąc będą podstawę do uogólnienia mało rozpoznanych rozważań w tej dziedzinie.

2. Przegląd literatury

2.1. Odształcalność materiałów polikrystalicznych

Odształcenie materiału definiuje się jako zmianę jego zewnętrznego kształtu pod wpływem działania naprężeń zewnętrznych. Wyróżnia się dwa podstawowe rodzaje odkształceń:

Odształcenie sprężyste definiowane jako nietrwała zmiana kształtu metalu/stopu w stanie stałym. W tym przypadku, w materiale pod wpływem niewielkich naprężeń zewnętrznych, następuje nieznaczne przemieszczenie atomów względem położenia równowagowego. Po usunięciu tych naprężeń, siły wewnętrzne przywracają atomom pierwotne położenie równowagowe. Materiał wraca do swego pierwotnego kształtu.

Odształcenie plastyczne jest trwałą zmianą kształtu metalu/stopu w stanie stałym. Naprężenia zewnętrzne powodują przemieszczenie atomów tak znacznie, że siły wewnętrzne działające między atomami nie są zdolne do przywrócenia im położenia pierwotnego. Po usunięciu naprężeń zewnętrznych atomy przechodzą do innego położenia równowagowego. Zdolność metalu do trwałego odkształcania się bez utraty spójności nazywa się plastycznością. Im wyższy stopień odkształcenia do pojawienia się pierwszych oznak naruszenia spójności – tym większa plastyczność [1-5].

Odształcalność zależy od budowy krystalograficznej, składu fazowego, wielkości ziarna oraz struktury granic ziaren. Odształcalność zależy również od warunków procesu odkształcenia, np. stanu naprężenia, prędkości odkształcenia, temperatury odkształconego materiału. Np. stan naprężenia w którym dominuje trójosiowe ściskanie sprzyja dobrej odkształcalności. Nieodpowiednie dobranie warunków procesu może doprowadzić do utraty spójności materiału. Zgodnie z kryterium von Misesa materiały polikrystaliczne odkształcane plastycznie muszą posiadać co najmniej pięć niezależnych systemów poślizgu, aby zapewnić ciągłość na granicach ziaren [6-8].

Efektom odkształcenia plastycznego, oprócz zmiany kształtu materiału jest również zmiana kształtu ziaren. Ziarna ulegają wydłużeniu w kierunku maksymalnego wydłużenia próbki. Uzyskanie określonej, uprzywilejowanej orientacji ziaren w wyniku procesu odkształcenia skutkuje wytworzeniem w materiale anizotropii właściwości. Anizotropia jest zjawiskiem niepożądanym, gdyż wiąże się z niejednorodnością odkształcenia. Niekiedy jednak wytwarzana jest celowo np. w blachach aby poprawić właściwości magnetyczne [9-11].

2.1.1. Niskotemperaturowe odkształcanie

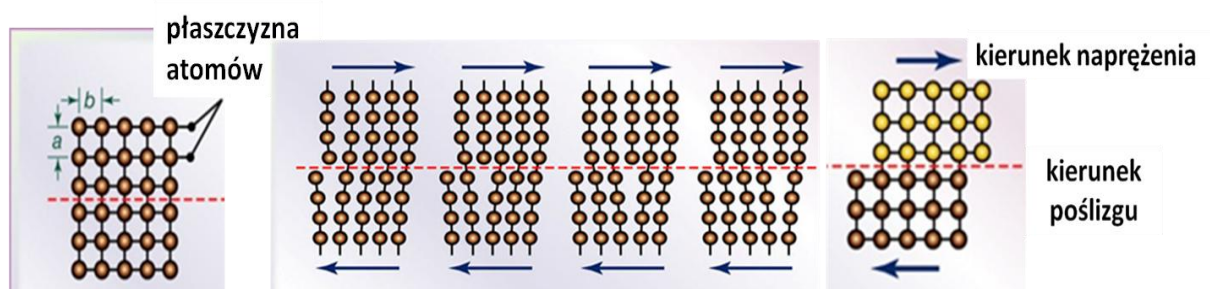
Odształcenie plastyczne na zimno metali odbywa się na drodze poślizgu i bliźniakowania. Mechanizm poślizgu może działać samodzielnie, natomiast do zainicjowania bliźniakowania potrzebny jest poślizg [12-14].

Poślizg polega na przesunięciu (ściananiu) jednej części kryształu względem drugiej pod działaniem naprężeń stycznych, o odległość będącą całkowitą wielokrotnością odległości międzyatomowej, w najgęściej upakowanych atomami płaszczyznach i kierunkach (systemach poślizgu – tabela 1), bez zmiany budowy krystalicznej obu części kryształu [12-13].

Tabela 1. Systemy poślizgu dla wybranych metali krystalizujących w układach A1, A2 i A3 oraz fazy międzymetalicznej [15]

Metal	Płaszczyzna poślizgu	Kierunek poślizgu
Cu, Al, Ni, Ag, Au	{111}	$\langle 110 \rangle$
Fe- α , W, Mo	{110}	$\langle 111 \rangle$
Fe- α , W	{211}	$\langle 111 \rangle$
Fe- α , K	{321}	$\langle 111 \rangle$
Cd, Zn, Mg, Ti- α , Be	{0001}	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
Ti- α , Mg, Zr	{10 $\bar{1}0$ }	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
Ti- α , Mg	{10 $\bar{1}1$ }	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$
Al ₂ Cu	{110}	$\langle 001 \rangle$
	{110}	$\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$
	{200}	$\langle 001 \rangle$
	{112}	$\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$

Poślizg polega na przemieszczaniu się dyslokacji przy naprężeniach stycznych równych lub większych od naprężenia krytycznego (rys. 1).



Rys. 1. Mechanizm poślizgu [16]

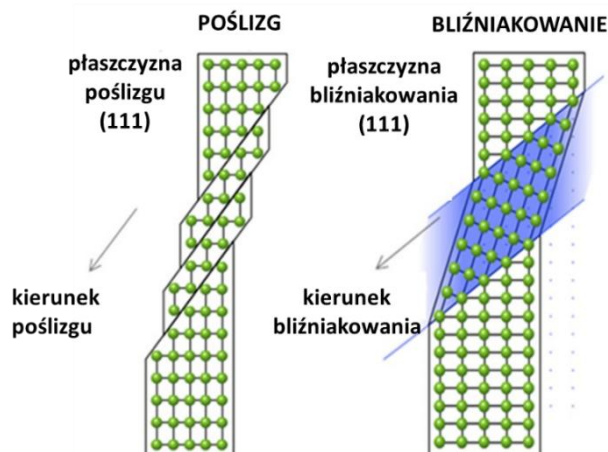
Translacja sieci krystalicznych zachodzi w określonych systemach poślizgu. W wyniku działania naprężenia ścinającego na sieć krystaliczną, dochodzi do przesunięcia części kryształu o jeden parametr sieci za pośrednictwem ruchu dyslokacji krawędziowej poruszającej się po płaszczyźnie poślizgu, a na powierzchni kryształu tworzy się tzw. uskoki [15].

Poślizg (poślizg dyslokacyjny) zachodzący wzdłuż pojedynczych płaszczyzn krystalograficznych tworzy lokalnie równoległe linie i pasma poślizgu widoczne jako uskoki

będące efektem wyjścia dyslokacji na zewnątrz, których grubość wynosi średnio około 100 parametrów sieci. Kontynuowanie odkształcenia plastycznego nie ma wpływu na dalszy rozwój istniejących linii, natomiast sprzyja powstawaniu nowych. Poślizg nie zachodzi jednocześnie we wszystkich możliwych płaszczyznach i kierunkach poślizgu. Jest procesem niejednorodnym i rozpoczyna się w płaszczyznach poślizgu o najmniejszym oporze ruchu dyslokacji, czyli w płaszczyznach i kierunkach najgęściej obsadzonych atomami. Podczas wzrastającego odkształcania włączają się do procesu kolejno te płaszczyzny i kierunki poślizgu, które są najbardziej uprzywilejowane względem kierunku działania sił zewnętrznych. Odkształcenie w polikryształach zaczyna się w ziarnach w których orientacja jest najbardziej korzystna dla zajścia poślizgu. W efekcie, podczas odkształcania zwiększa się liczba aktywnych płaszczyzn poślizgu oraz swobodnych dyslokacji. Dochodzi wówczas do krzyżowania się pasm poślizgu, co powoduje wzajemne blokowanie się dyslokacji. Poślizg jako mechanizm odkształcenia plastycznego dominuje w przypadku bardzo plastycznych metali o strukturze A1, jak np.: Au, Ag, Cu, Al, Pb. Odmianą poślizgu dyslokacyjnego jest poślizg poprzeczny, któremu ulegają jedynie dyslokacje śrubowe podczas działania dostatecznie dużych naprężeń. Ma to miejsce w przypadku, gdy płaszczyzny poślizgu pierwotnego i porzecznego mają wspólny kierunek poślizgu. W metalach o strukturze A1 dyslokacje śrubowe mogą poruszać się w płaszczyznach gęstego upakowania typu $\{111\}$, wówczas ich wspólnym kierunkiem jest kierunek $\langle 110 \rangle$ [15-18].

W przypadku, gdy poślizg atomów na duże odległości jest energetycznie utrudniony np. odkształcanie miedzi lub ich stopów w niskiej temperaturze - zachodzi mechanizm bliźniakowania. Zainicjowanie tego mechanizmu odkształcenia wymaga wyższego naprężenia w porównaniu z poślizgiem [15].

Bliźniakowanie polega na jednorodnym ścinaniu kolejnych warstw kryształu w płaszczyznach bliźniakowania przy udziale dyslokacji bliźniakujących wprowadzonych w ruch przez naprężenia styczne. W wyniku działania tego mechanizmu, zbliźniona część kryształu doznaje skręcenia względem części nieodkształconej o kąt, przy którym obie części kryształu pozostają wobec siebie lustrzanym odbiciem. W procesie bliźniakowania, w odróżnieniu od poślizgu, poszczególne atomy przesuwają się na odległości mniejsze niż odległości międzyatomowe. Mechanizm ten umożliwia wystąpienie niewielkiego odkształcenia plastycznego (rys. 2) [15,19].



Rys. 2 Schemat: a) kryształu po zainicjowaniu poślizgu, b) zbliźnionego kryształu [20]

Bliźniakowanie występuje najczęściej w metalach mniej plastycznych np. o strukturze A3 lub innych strukturach o niskiej symetrii, np.: Cd, Mg, Zn, Sn, Bi, Sb, Si. Można je jednak zaobserwować również w strukturze miedzi i jej stopów (struktura A1). Udział bliźniakowania

w odkształceniu plastycznym jest na ogół nieznaczny, ale ma duży wpływ na całkowitą wartość odkształcenia, gdyż umożliwia powstawanie nowych płaszczyzn poślizgu (rys. 2). W wielu przypadkach bliźniakowaniu sprzyja duża prędkość odkształcania oraz niska temperatura. Proces bliźniakowania dominuje w tych metalach, w których liczba systemów jest niska (tabela 2) [15, 19].

Tabela 2. Systemy bliźniakowania dla metali krystalizujących w układach A1, A2 i A3 [15,21].

Metal	Typ sieci	Płaszczyzna poślizgu	Kierunek poślizgu
Ag, Au, Cu	A1	{111}	$\langle 112 \rangle$
Fe- α , Ta	A2	{112}	$\langle 111 \rangle$
Cd, Zn, Mg, Ti- α	A3	{10 $\bar{1}$ 2}	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$

Na podstawie licznych obserwacji i badań nad różnymi metalami a także stopami wykazano, że ze wzrostem odkształcenia metal stopniowo traci swoje właściwości plastyczne, a do jego dalszego odkształcania wymagane jest coraz większe naprężenie. Ze wzrostem odkształcenia rośnie bowiem gęstość wad budowy krystalicznej, a także wakansów i dyslokacji. Zaburzeniu ulega periodyczny układ atomów w sieci, a jednocześnie pola naprężeń tych wad oddziałują na siebie wzajemnie. Wzrost odkształcenia powoduje zwiększenie: wytrzymałości na rozciąganie, granicy plastyczności i twardości. Natomiast zmniejszeniu ulegają właściwości plastyczne: wydłużenie i przewężenie. Na właściwości fizyczne silnie wpływa wzrost koncentracji defektów punktowych, powoduje to zwiększenie rezystancji elektrycznej czy pętli histerezy magnetycznej. Wady budowy krystalicznej powodują wzrost

ilości zmagazynowanej w materiale energii odkształcenia, skutkując odejściem od warunków równowagi termodynamicznej [19].

Ilość zmagazynowanej energii odkształcenia plastycznego zależy od całkowitej energii zużytej na odkształcenie, właściwości odkształcanego metalu (czystość, energia błędu ułożenia), a także warunków w jakich przeprowadzona jest obróbka (temperatura, szybkość oraz stopień odkształcenia). Im niższa jest SFE materiału i temperatura procesu, a większa szybkość i stopień odkształcania, tym większa ilość energii zostaje zgromadzona w materiale (zazwyczaj ok. 10% całkowitej energii zużytej na odkształcenie) [19].

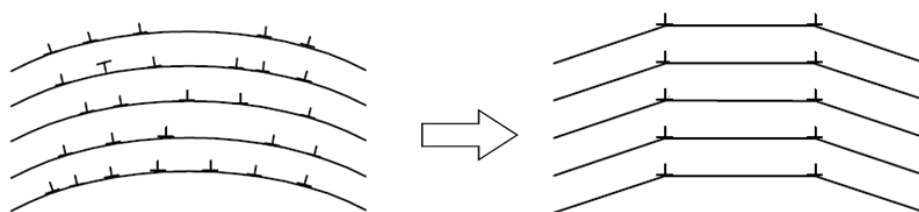
Odształcalność fazy Al₂Cu. Komórka elementarna fazy Al₂Cu zawiera 12 atomów Cu i 8 atomów Al. Dyslokacje o wektorze Burgersa [001] poruszające się na płaszczyźnie (110) posiadają szeroki rdzeń dyslokacyjny, dzięki temu mogą ulegać procesowi poślizgu tworząc płaskie błędy ułożenia. Przy użyciu symulacji komputerowych [17] analizowano ruch dyslokacji [001] na płaszczyźnie (110). Analizy strukturalne wykazały, że dyslokacje takie mogą dysocjować na dwie dyslokacje częściowe. Każda z takich dyslokacji posiada wektor Burgersa $\frac{1}{2}$ [001]. Dyslokacje doznają łatwego poślizgu w temperaturze pokojowej. Eksperymenty in-situ wykonane z wykorzystaniem TEM wykazały, że oprócz poślizgu dyslokacji o wektorze Burgersa $\frac{1}{2}$ [001] może odbywać się również proces wspinania, co jest związane ze zmianą rdzenia dyslokacji. Badano również oddziaływanie nie współpłaszczyznowych dipoli dyslokacyjnych. Wykazano, że rozciągnięte dyslokacje na płaszczyznach poślizgu mogą również wspinać się w temperaturze pokojowej, a zjawisku temu towarzyszy tworzenie wakansów. Fakt ten powoduje niestabilność strukturalną fazy międzymetalicznej podczas odkształcenia plastycznego. Podatność fazy międzymetalicznej na proces wspinania, który jest inicjowany poprzez wzajemne interakcje dyslokacji będzie sprzyjać tworzeniu dużej liczby wakansów. Duża populacja wakansów umożliwia dyfuzję pierwiastków stopowych, zatem może to przyspieszyć np. wydzielanie Al z Al₂Cu. Dodatkowo, łatwe wspinanie dyslokacji zmniejsza podatność fazy międzymetalicznej na poślizg dyslokacyjny ograniczając proces ścinania pod wpływem odkształcenia [21-25].

Statyczne procesy odbudowy struktury. W wyniku odkształcenia plastycznego dochodzi do wytworzenia stanu tzw. równowagi nietrwałej, jest to stan metastabilny o podwyższonej energii swobodnej. Stan ten jest trwały dla materiałów pozostających w temperaturze otoczenia. Zwiększenie temperatury materiału dostarcza energii cieplnej i umożliwia aktywację procesów dyfuzyjnych podczas których, atomy powracają do położenia równowagi. Stan taki sprzyja zanikowi powstałych wcześniej defektów strukturalnych. Wydziela się również zmagazynowana energia odkształcenia. Wraz z odbudową struktury przywrócone zostają właściwości jakie materiał posiadał przed odkształceniem [26-28].

W celu usunięcia następstw odkształcenia na zimno i usunięcia zmagazynowanej energii, stosuje się procesy wyżarzania. Stopień uwolnienia energii jest uzależniony od temperatury i czasu wyżarzania. Zjawiska zachodzące podczas nagrzewania dzieli się na: zdrowienie i poligonizację, rekrytalizację pierwotną, rozrost ziarna i rekrytalizację wtórną [26-28].

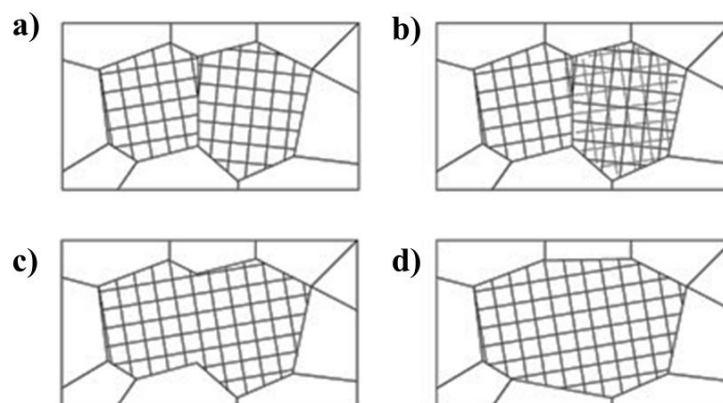
Zdrowienie jest procesem odbudowy struktury, który zachodzi w temperaturze wyższej od temperatury otoczenia. Polega na częściowym uporządkowaniu odkształconej struktury poprzez zmniejszenie stężenia defektów punktowych w wyniku ich rekombinacji i dyfuzji oraz zmniejszeniu gęstości defektów liniowych do konfiguracji o niższej energii swobodnej. Zmiany te mają charakter *substrukturalny* (tzn. zachodzą „wewnątrz” ziarna).

W wyższej temperaturze wyżarzania następuje proces poligonizacji. Po procesie odkształcenia dyslokacje w metalu rozmieszczone są w sposób nieuporządkowany. Uporządkowanie dyslokacji krawędziowych prowadzi do powstania podziaren (rys. 3) tj. obszarów nieznacznie różniących się orientacją krystaliczną [29].



Rys. 3. Schemat tworzenia podziaren [30]

Tworzeniu podziaren towarzyszy poślizg i wspinanie się dyslokacji w czasie którego, defekty o przeciwnych znakach znoszą się wzajemnie (ulegają anihilacji). Zanik defektów punktowych oraz zmiana układu dyslokacji powoduje częściowe wydzielenie energii odkształcenia (mniejsze jednak niż w przypadku rekrytalizacji), a tym samym częściową relaksację naprężeń oraz przywrócenie niektórych właściwości fizycznych np. przewodności elektrycznej. Kolejnym etapem obniżania energii podczas zdrowienia jest proces koalescencji, czyli zrastania się podziaren i ziaren o małym kącie dezorientacji (rys. 4) [26, 29].



Rys. 4. Schemat koalescencji podziaren [31]

Procesy zdrowienia i poligonizacji zachodzących mogą z dużą intensywnością już przy niskich temperaturach w związku z czym przy tak silnym porządkowaniu struktury proces rekrytalizacji nie występuje. Gdy działają procesy zdrowienia następuje zmniejszanie się twardości i wytrzymałości oraz wzrost plastyczności.

Rekrytalizacja powoduje istotne zmiany struktury obejmujące powstawanie nowych, wolnych od dyslokacji ziaren. W wyniku rekrytalizacji można przywrócić właściwości metalu sprzed umocnienia. Rekrytalizacja rozpoczyna się w temperaturze zwanej temperaturą rekrytalizacji T_r (wyższej niż zdrowienie). Wartość T_r nie jest stałą cechą materiału, lecz zależy od wielu czynników takich jak: czystość materiału, zmagazynowana energia odkształcenia oraz warunki wygrzewania. Znając czystość materiału można w przybliżeniu wyznaczyć jego T_r , wykorzystując zależność Boczwarę (1) [32-33]:

$$T_r = \alpha \cdot T_t \quad (1)$$

gdzie: T_t – temperatura topnienia [K],

α – współczynnik określający czystość materiału:

- dla czystych metali 0,4 (dla bardzo czystych nawet 0,1÷0,2);
- dla stopów o strukturze roztworu stałego 0,6;
- dla stopów wielofazowych 0,8.

Doświadczalnie stwierdzono, że temperatura rekrytalizacji T_r jest tym niższa im:

- większe odkształcenie
- większa szybkość odkształcenia
- mniejsze ziarno wyjściowe
- mniejsza szybkość nagrzewania po odkształceniu

Ze względu na niejednoznaczność wartości temperatury rekrytalizacji, w praktyce wprowadzono pojęcie progowej temperatury rekrytalizacji, która jest najniższą temperaturą rekrytalizacji przy dużych odkształceniach (60÷70%) i czasie wygrzewania 1-2 godziny.

Proces rekrytalizacji zależy od czasu. Im wyższa jest temperatura rekrytalizacji, tym krótszy czas jest potrzebny do zapoczątkowania i zakończenia rekrytalizacji. Dłuższy czas procesu jest w pewnym stopniu kompensowany niższą temperaturą procesu i na odwrót [32-33].

Rekrytalizacja pierwotna polega na zarodkowaniu w odkształconym materiale nowych nieodkształconych ziaren, ich rozroście, aż do całkowitego pochłonięcia obszarów zdefektowanych. Zarodki nowych ziaren powstają w miejscach o podwyższonej energii, tam gdzie odkształcenie struktury jest największe np. na granicach ziaren czy skupiskach dyslokacji. Na wielkość ziarna po rekrytalizacji wpływa szybkość tworzenia zarodków nowych ziaren V_z oraz szybkość ich wzrostu V_w , które zwiększają się ze wzrostem stopnia umocnienia. Jeżeli $V_z > V_w$ to w wyniku rekrytalizacji powstanie drobne ziarno, natomiast

jeżeli $V_z < V_w$ to powstanie duże ziarno. Przez zarodek rekrytalizacji rozumie się obszar wolny od dyslokacji posiadający promień większy od krytycznego. Warunkiem koniecznym, aby materiał mógł doznać rekrytalizacji, jest jego umocnienie w wyniku zastosowanego odkształcenia. Energia potrzebna do zarodkowania jest większa niż do wzrostu ziarna. Dlatego też, przy stosunkowo niewielkich odkształceniach, skutkiem dalszego wygrzewania może być, zamiast tworzenia nowych ziaren, rozrost ziaren pierwotnych, co skutkuje otrzymaniem struktury gruboziarnistej. Efekt ten zwany zgmiotem krytycznym Z_k jest zjawiskiem niepożądanym, gdyż ma niekorzystny wpływ na właściwości mechaniczne i technologiczne materiału [32-34].

W procesie rekrytalizacji istotną rolę odgrywa migracja istniejących granic. Przemieszczanie granicy zachodzi na skutek pochłaniania przez nią atomów odkształczanych obszarów i dołączanie ich do nowych ziaren, prawie wolnych od dyslokacji. Główną siłą napędową przesuującą granicę jest energia odkształcenia. W niskich temperaturach proces rekrytalizacji postępuje powoli, natomiast w wysokich jest bardzo szybki [32-34].

Po zakończeniu procesu rekrytalizacji pierwotnej, gdy nowe ziarna zetkną się ze sobą swoimi granicami, po wyczerpaniu materiału umocnionego, utworzona w wyniku rekrytalizacji pierwotnej struktura znajduje się w stanie równowagi metastabilnej.

Wygrzewanie materiału, już po zakończeniu rekrytalizacji, prowadzi do stopniowego rozrostu nowopowstałych ziaren. Efekt ten jest konsekwencją dążenia materiału do dalszego obniżania energii swobodnej poprzez eliminowanie nieuporządkowanych elementów struktury jakimi są granice ziaren. Wzrost ziaren odbywa się w wyniku migracji szerokokątowych granic ziaren utworzonych podczas rekrytalizacji, co powoduje wzrost liczby średniej wielkości ziaren i zanik ziaren małych. Granice ziaren migrują w kierunku środka ich krzywizny, na skutek czego, małe ziarna zanikają, zaś duże rozrastają się. Najszybszy rozrost ziaren następuje w początkowym okresie wygrzewania, gdy jest duża siła pędna procesu, natomiast z upływem czasu zachodzi on coraz wolniej. Rozrost ziarna może nastąpić w wyniku zakończenia procesu odkształcania w zbyt wysokiej temperaturze lub bardzo powolnego chłodzenia po przeróbce plastycznej. Gdy wielkość ziaren jest statycznie jednorodna, mówi się o normalnym wzroście ziaren. Rozrost ziaren jest zjawiskiem niekorzystnym, gdyż powoduje zmniejszenie wytrzymałości i plastyczności materiałów [32-34].

Rozrostowi ziarna często towarzyszy zjawisko rekrytalizacji wtórnej, które polega na przyśpieszonym (anomalnym) wzroście niektórych ziaren, kosztem otaczających je sąsiadów. Rekrytalizacja wtórna jest spowodowana częściowym lub całkowitym zahamowaniem wzrostu ziaren podczas rekrytalizacji pierwotnej, zbyt krótkim czasem wyżarzania lub

teksturą. Rekryształizacja wtórna zachodzi podczas wyżarzania w temperaturze znacznie wyższej od temperatury rekryształizacji. W procesie rekryształizacji wtórnej, w przeciwieństwie do procesu rekryształizacji pierwotnej, nie występuje okres inkubacji niezbędny do powstania zarodków rekryształizacji pierwotnej. Rekryształizacja wtórna jest zjawiskiem niepożądanym, gdyż wytworzoną w jej wyniku strukturę cechuje silne zróżnicowanie wielkości ziarna, co z kolei powoduje dodatkowe naprężenia wewnątrz materiału. Właściwości materiału po rekryształizacji mogą być takie same jak przed umocnieniem. Różnice pomiędzy zdrowieniem i rekryształizacją przedstawiono w tabeli 3 [32-34].

Tabela 3. Różnice pomiędzy zdrowieniem i rekryształizacją [26, 29].

Zdrowienie	Rekryształizacja
Rozpoczyna się po podgrzaniu	Rozpoczyna się po okresie inkubacji
Szybkość procesu w czasie stopniowo maleje	Początkowo szybkość procesu rośnie (przy zrekrystalizowaniu 50% materiału), a następnie maleje
Zachodzi poniżej temperatury rekryształizacji	Zachodzi powyżej temperatury rekryształizacji
Nie powstają nowe ziarna, a jedynie następuje zanik defektów punktowych i porządkowanie dyslokacji - poligonizacja	Powstają nowe, nieodkształcone ziarna
Wywiera nieznaczny wpływ na zmianę właściwości mechanicznych metalu	Wywiera wpływ na zmianę właściwości mechanicznych metalu w tym większym stopniu im większe było umocnienie
Nie zmienia się orientacja krystalograficzna	Zmienia się orientacja krystalograficzna

Znajomość zjawisk zachodzących podczas zgniotu i rekryształizacji znajduje swoje praktyczne zastosowanie głównie w procesach kształtowania na drodze wielowariantowej obróbki plastycznej. Ponieważ podczas odkształcenia plastycznego materiał umacnia się, tracąc jednocześnie właściwości plastyczne, często aby kontynuować jego obróbkę, konieczne jest zastosowanie wyżarzania rekryształizującego zmiękczonego i uplastyczniającego metal. Poprzez dobór warunków odkształcania i kontrolę rekryształizacji można w szerokim zakresie sterować właściwościami mechanicznymi materiału co umożliwia uzyskiwanie elementów wykonanych z tego samego metalu (bądź stopu) w różnym stanie umocnienia [26, 29, 32-34].

2.1.2. Wysokotemperaturowe odkształcanie

Podczas odkształcenia plastycznego na gorąco, zachodzą procesy podobne do tych jakie mają miejsce podczas odkształcania na zimno. Zapoczątkowany jest poślizg dyslokacji w licznych systemach poślizgu, jednocześnie przebiegają procesy aktywowane cieplnie wspinanie dyslokacji i poślizg poprzeczny stanowiące zdrowienie dynamiczne. Po dłuższym odkształceniu plastycznym na gorąco (w wyższych temperaturach) następuje rekryształizacja dynamiczna. W procesach wysokotemperaturowych prędkość wspinania dyslokacji krawędziowych zależy od koncentracji i ruchliwości wakansów, miarą tego procesu jest

współczynnik samodyfuzji. Zgodnie z klasyczną teorią dyslokacji [15, 35], dyslokacje o przeciwnych znakach ułożone na przeciwko siebie mogą anihilować, lub dyslokacje o tych samych znakach i na tej samej płaszczyźnie mogą przegrupować się w układy podgranic o relatywnie niskiej energii. Kombinacja tych dwóch procesów prowadzi do poligonizacji. Ruchliwe dyslokacje o wektorze Burgersa b_m , łączą się z dyslokacjami “lasu” o wektorze Burgersa b_f , w rezultacie dyslokacje tworzą węzeł i powstają dyslokacje o wektorze Burgersa $b_m + b_f$, w efekcie tego zjawiska dochodzi do zmniejszenia długości linii dyslokacyjnej, co bezpośrednio przekłada się na zmniejszenie gęstości dyslokacji.

Struktury dyslokacyjne obrazujące ewolucję zmian gęstości dyslokacji zostały dobrze zbadane dla materiałów (głównie polikryształów) odkształcanych w niskich temperaturach. Relacja pomiędzy naprężeniem, a gęstością dyslokacji jest dobrze udokumentowana na przykład w pracach [15, 35]. Przedmiotem badań Lana [36] był wpływ temperatury i wartości odkształceń na ewolucję struktury dyslokacyjnej. Próbkę do badań rozciągano do różnych wartości odkształcenia ze stałą prędkością. Liniowy przebieg umocnienia na krzywych odkształcania był kontrolowany przez jednorodny rozkład dyslokacji w przypadku temperatur 173K lub przez pojawienie się struktur komórkowych w przypadku $T > 213K$. Do opisu zmian struktury dyslokacyjnej podczas odkształcenia zastosowano zależność (2)

$$\tau - \tau_0 - KGbL^{-1} \quad (2)$$

gdzie: τ_0 - naprężenie ścinania = 0

τ - naprężenie ścinania

L - średnica komórki dyslokacyjnej

K - stała której wartość wynosi około 10

Ewolucja struktury dyslokacyjnej ma decydujący wpływ na historię odkształcania. O prędkość umacniania materiału decydują przede wszystkim procesy przecinania dyslokacji, gdyż łatwość przebiegu poślizgu zależy od sposobu w jaki ślizgające się dyslokacje pokonują (przecinają) lasy dyslokacji, które należą do różnych systemów poślizgu. Procesowi umocnienia towarzyszą również te procesy, które są związane ze zmniejszeniem energii, mianowicie: kształtowanie się dipoli dyslokacyjnych (dwie dyslokacje poruszające się w równoległych płaszczyznach poślizgu), czy kształtowanie siatek dyslokacyjnych lub granic niskokątowych. Intensyfikacja zdrowienia, jak wcześniej wspomniano zależy od możliwości wspinania dyslokacji lub możliwość zaistnienia poślizgu poprzecznego. Możliwość ta jest ograniczona w metalach i stopach o niskiej SFE. Im niższa SFE, tym intensywniej zachodzą procesy umocnienia a wolniej przebiegają procesy odbudowy struktury [35].

Do zainicjowania zarodków rekrytalizacji istotne jest spełnienie odpowiednich warunków strukturalnych materiału przed zainicjowaniem rekrytalizacji. Jak podano w pracy [35] granice ziaren o kącie dezorientacji $9 \div 18^\circ$ są potencjalnym miejscem do zarodkowania, takie granice posiadają dostateczną ruchliwość i umożliwiają trwały wzrost zarodków. Etap zarodkowania i wzrostu zarodków następuje w wyniku migracji ruchliwych granic ziaren, które przemieszczają się na odległości znacznie wyższe niż odstępy między dyslokacjami [35]. Kształt zarodka zdaniem autorów [35] zależy od względnej prędkości migracji poszczególnych segmentów granicy tzn. kiedy pochylenie granic zmienia się miejscowo lub rozkład dyslokacji w deformowanej osnowie jest niejednorodny. Przyjęto założenie, że liczba miejsc do zainicjowania wzrasta gdy energia granic ziaren maleje.

Opis strukturalny procesu rekrytalizacji obejmuje kilka modeli [35-36]:

- Model Hu-Li - polegający na koalescencji sąsiednich podziaren w wyniku wspinania dyslokacji lub ich poślizgu. Zjawisko to prowadzi do zanikania wspólnej granicy wskutek uzyskania identycznej orientacji sąsiednich podziaren.
- Model Becka i Sperry'a - zarodkowanie przez migrację granicy wywołaną odkształceniem. Granica migruje w kierunku ziarna drobniejszego gdyż powoduje to zmniejszenie całkowitej energii układu.
- Model Doherty -Cahna - uprzywilejowana koalescencja podziaren w sąsiedztwie granic ziaren.
- Model Dillamore'a i wsp. migracja granic podziaren w pasmach odkształcenia.

Wymienione modele zakładają występowanie niejednorodności strukturalnej odkształcanego materiału. Najczęściej analizowane źródła lokalnych niestabilności to:

- duże krzywizny sieci (dezorientacja dużego stopnia);
- zróżnicowane gradienty energii zmagazynowanej;
- zróżnicowane wielkości podziaren.

Niektóre mikrostruktury metali i stopów odkształcane w wysokich temperaturach, charakteryzują się granicami ziaren mocno postrzępionymi o kształcie “zębów”. Postrzępienie granic zwiększa się, gdy temperatura wzrasta a prędkość maleje. Kształtowanie się charakterystycznych granic pochodzi z oddziaływania pomiędzy granicami ziaren i granicami podziaren. Kiedy odkształcenie wzrasta, podziarna rozprzestrzeniają się z obszarów granic ziaren do środka ziarna. Granice podziaren zwiększają dezorientację i prowadzą do zarodkowania dynamicznie rekrytalizujących ziaren [35-37].

W stopach aluminium kształtowanie się tzw. “zębów” następuje bardzo szybko. Wysokie wartości SFE przyczyniają się do przyspieszenia formowania się podziaren [42].

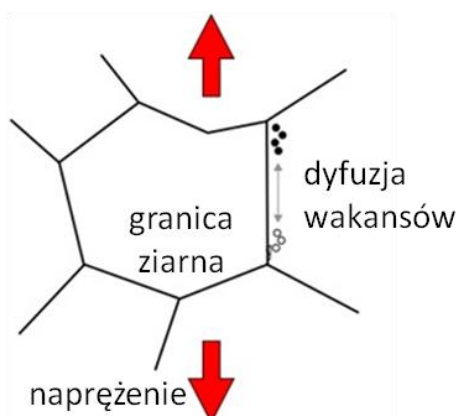
Kształtujące się zęby granic ziaren wielokrotnie ulegają migracji i rozpadowi przybierając nowe kształty. Dopiero przy większych wartościach odkształceń zęby odrywają się i powstają drobne podziarna lub ziarna “dynamicznie zdrowione”. Ze wzrostem odkształcenia podziarna wykazują coraz większą dezorientację. Wzrost kątów dezorientacji prowadzi do uruchomienia frontu rekrytalizacji. Zęby kształtują się pod wpływem określonych warunków: średnica podziaren powinna wynosić około 2-10 μm , częstość występowania zębów wzrasta z odkształceniem, a ich wielkość ze wzrostem temperatury i obniżeniem prędkości odkształcenia [37-39].

Szybkość rekrytalizacji dynamicznej wzrasta ze wzrostem temperatury oraz stopnia odkształcenia. W stopach posiadających niską SFE dominującym procesem jest rekrytalizacja dynamiczna (DRX). Powoduje ona usuwanie umocnienia odkształceniowego, podnosi plastyczność i zmniejsza opór płynięcia [33]. W materiałach o dużej SFE pojawia się zjawisko ciągłej rekrytalizacji dynamicznej (CDRX). Związane jest to z ciągłą absorbcją dyslokacji w graniach podziaren, co prowadzi do powstania granic szerokokątowych.

Innymi mechanizmami odkształcenia plastycznego na gorąco są pełzanie dyfuzyjne oraz poślizg po granicach ziaren realizowany przez nadplastyczne pełzanie lub dyfuzję chemiczną. Nie są to zjawiska charakterystyczne dla typowych procesów odkształcania plastycznego. Najczęściej występują jako niekontrolowane mechanizmy niszczenia metali.

Pełzanie dyslokacyjne jest podstawowym mechanizmem odkształcenia w podwyższonych temperaturach. Polega na tym, że w miarę odkształcenia następują procesy aktywowane cieplnie – zdrowienie i rekrytalizacja dynamiczna.

Pełzanie dyfuzyjne następuje w skutek przepływu wakansów z obszarów przyległych do granic ziaren, ułożonych prostopadle do kierunku działania naprężeń rozciągających do granic ziaren, w przybliżeniu zgodnych z tym kierunkiem. Ukierunkowany przeciwnie przepływ mas powoduje odkształcenie ziaren (rys.5). Ich wydłużenie jest zgodne z kierunkiem obciążenia [38-40].



Rys.5. Schemat pełzania dyfuzyjnego [41]

Poślizg po granicach ziaren (granicach międzyfazowych) polega na przesuwaniu się i obrotach ziaren wzdłuż ich granic szerokokatowych. Mechanizm wymaga ciągłego generowania granic ziaren a występująca przy tym stała wartość naprężenia uplastyczniającego wskazuje na równowagę pomiędzy szybkością ich generowania i zaniku. Spójność odkształconego materiału wymaga uruchomienia procesów akomodacyjnych (odkształcenia sprężystego ziaren, pełzania lub poślizgu dyslokacyjnego, a także pełzania dyfuzyjnego). Mechanizm ten dominuje przy odkształceniu nadplastycznym [40].

2.1.3. Nadplastyczność

Zdolność materiałów metalicznych do osiągnięcia bardzo dużego, równomiernego wydłużenia przy dużej odporności na lokalizację odkształcenia definiuje się jako nadplastyczność. Zjawisko to jest charakterystyczne dla wybranych grup materiałów w tym stopów Al, które spełniają określone kryteria [42-45]:

- posiadają strukturę charakteryzującą się drobnymi i równoosiowymi ziarnami, których wielkość nie przekracza 1 μm ;
- proces odkształcania zachodzi z niewielką prędkością odkształcania rzędu 10^{-4}s^{-1} ;
- proces odkształcania przebiega w wysokiej temperaturze odkształcania - $0,5-0,7 T_{\text{top}}$.

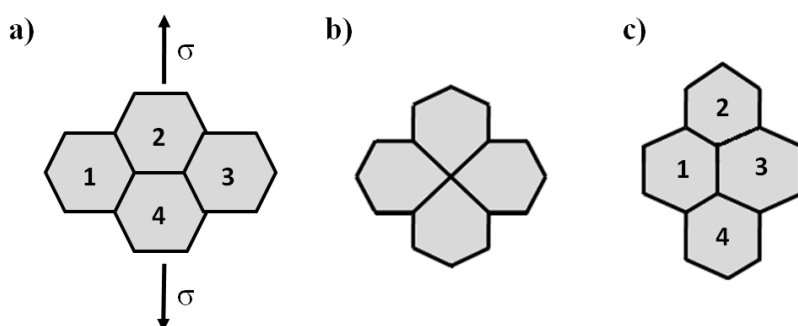
Wyróżnia się dwa rodzaje nadplastyczności [43-45]:

- nadplastyczność przemiany fazowej – powstaje w niektórych stopach w wyniku czasowego osłabienia wiązań międzyatomowych podczas przemiany fazowej,
- nadplastyczność strukturalna – w tym przypadku odkształcenie przebiega na skutek poślizgu po granicach ziaren oraz poprzez pełzanie dyfuzyjne i dyslokacyjne.

Liczne badania naukowe [43, 45-50] koncentrowały się na rozpoznaniu mechanizmu odkształcenia nadplastycznego. Ogólne kryteria odkształcenia nadplastycznego są kontrolowane przez trzy mechanizmy: poślizg granicy ziaren (GBS – grain boundary sliding), poślizg dyslokacji lub kierunkowy przepływ dyfuzyjny. Powszechnie uważa się jednak, że poślizg po granicach ziaren jest dominującym mechanizmem kontrolującym proces odkształcenia nadplastycznego [45]. Odkształceniu nadplastycznemu towarzyszą różne procesy (opisane w rozdziale 3. Odkształcalność materiałów polikrystalicznych) jak na przykład: migracja granic ziaren, statyczny/dynamiczny rozrost ziaren, rotacja ziaren, poligonizacja oraz rekrytalizacja. Wykazano, że podczas deformacji migracja i poślizg granicy ziarna następują jednocześnie w celu zapewnienia akomodacji międzykrystalicznej. Proces migracji granic ziaren jest następstwem „koncentracji” naprężeń wynikających z poślizgu po granicy ziaren. Poślizg po granicach ziaren realizowany jest poprzez obrót i wzajemne przemieszczanie ziaren na wspólnej granicy. Takie zachowanie prowadzi do

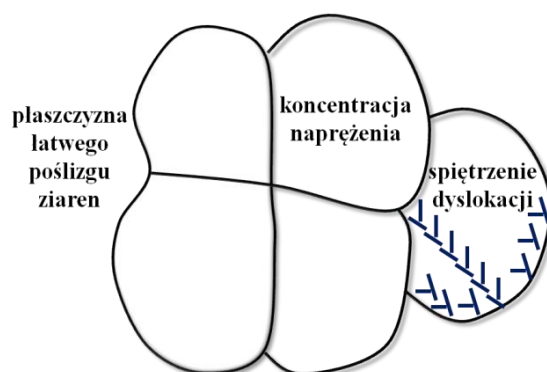
odkształcenia bez naruszenia wewnętrznej budowy ziaren, przez co ziarna nie zmieniają swego kształtu.

Wielu badaczy [45-47, 51-57] próbowało opracować model wyjaśniający proces takiego odkształcenia plastycznego. Ashby i Verrall zaproponowali klasyczną teorię mechanizmu GBS z pełzaniem dyfuzyjnym, którego model teoretyczny przedstawiono na rys.6. W wyniku działającego naprężenia następuje poślizg granic ziaren prowadzący do odkształcenia w kierunku działania naprężeń głównych. Prowadzi to do realizacji odkształcenia przy zachowaniu pierwotnego kształtu ziaren. Należy jednak zauważyć, że chociaż kształt ziaren pozostaje taki sam to ogólna morfologia ulega zmianie i obserwuje się zjawisko tzw. makrowydłużenia. Ashby i Verrall wyjaśnili, że różnica naprężeń na początku i na końcu odkształcenia jest kompensowana przez dyfuzję granic ziaren oraz dyfuzję objętościową.



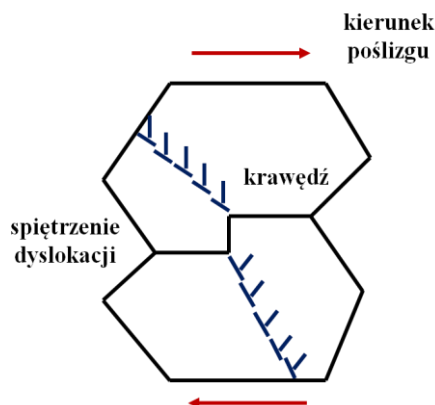
Rys. 6. Model teoretyczny Ashby-ego – Verralla zmiany położenia ziaren w skutek odkształcenia nadplastycznego a) położenie wyjściowe, b) stan pośredni, c) stan końcowy [58]

W literaturze znane są również inne teorie opisujące poślizg granic ziaren (GBS). Model proponowany przez Balla-Hutchinsona (rys.7.) zakłada, że podczas deformacji granice ziarna są odpowiednio wyrównane i przesuują się w grupach. Gdy poślizg jest blokowany przez inne ziarna, lokalne naprężenia powodują przemieszczenie ziarna blokującego, poprzez gromadzenie dyslokacji na przeciwległej granicy ziaren. Naprężenie wsteczne może zatrzymać dalsze generowanie i przemieszczenie dyslokacji. Gromadzące się dyslokacje mogą wspinać się do i wzdłuż granicy ziarna [59-60].



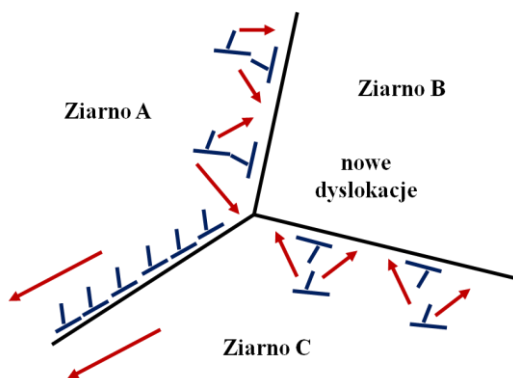
Rys.7. Model poslizgu granic ziaren (GBS) wg Balla-Hutchinsona [58]

Model proponowany przez Mukherjeego (rys.8) dotyczy przemieszczenia dyslokacji powstających na nierównych granicach pojedynczego ziarna. Natomiast mechanizm kompensowania naprężeń na skutek generowania i oddziaływania jest taki sam jak w przypadku modelu Balla-Hutchisona.



Rys.8. Model przesuwania granicy ziarna wg. Mukherjeego[58]

Inne podejście do tego zagadnienia zaproponował Grifkins [58, 61], wg. którego granice ziaren przesuwają się wokół potrójnych styków granic ziaren (rys.9). W tych miejscach dochodzi do generowania nowych dyslokacji i ich wspinania się wzdłuż granic ziaren. Przemieszczenie dyslokacji jest ograniczone do obszaru „płaszcza” na granicy ziarna i nie występuje w rdzeniu ziarna. Zgodnie z modelem, ziarna mogą się przesuwać, zmieniając miejsca w przestrzeni trójwymiarowej.



Rys.9. Model przesuwania granicy ziarna wg. Grifkinsa [45]

Zaprezentowane mechanizmy odkształcenia mogą zachodzić tylko w warunkach nadplastyczności, gdyż wtedy występują zjawiska akomodacji polegające między innymi na częściowym obrocie ziaren. Innym, również ważnym czynnikiem akomodacyjnym jest dyfuzja zachodząca wewnątrz ziaren. W wyniku działających na ziarno naprężeń, zachodzi migracja wakansów z miejsc rozciąganych w stronę miejsc ściskanych. Prowadzi to, do transportu masy i w konsekwencji do wydłużenia ziaren w kierunku rozciągania [45, 61].

W przypadku odkształceń realizowanych w sposób konwencjonalny istnieje ryzyko związane z możliwością wystąpienia pęknięć na granicach ziaren.

Technologie kształtowania nadplastycznego są technikami służącymi do wytwarzania różnorodnych i skomplikowanych elementów ze względu na wykorzystanie małej siły, dużych odkształceń plastycznych, a w rezultacie przy niskich nakładach energii. Przeprowadzono badania nadplastyczności różnych materiałów w tym: stopów aluminium [45-47, 52-53, 55-56], stopów tytanu [48], stopów magnezu [54], stopów wysokoentropowych [61] oraz nadstopów niklu [61].

Stopy aluminium ze względu na niską gęstość i wysoką wytrzymałość w połączeniu z wyjątkową odpornością na korozję są najczęściej stosowanymi stopami w przemyśle lotniczym, motoryzacyjnym, przemyśle morskim i chemicznym. Technologie kształtowania nadplastycznego z powodzeniem stosuje się do produkcji części samochodowych (błotniki, drzwi wewnętrzne i tarcze hamulcowe). W celu zwiększenia efektu nadplastyczności, stopy przechodzą przez kilka zaawansowanych technologii formowania, takich jak krio odkształcanie, a także odkształcanie z wykorzystaniem technik (SPD) np. ECAP, HPT, ARB. Zastosowanie tych technik redukuje wielkość ziarna wyjściowego, co sprzyja uzyskaniu wyraźnego efektu nadplastyczności. Ważnym elementem poprawiającym efekt nadplastyczności jest również obróbka mechaniczno- termiczna (TMP), bazująca na zasadach rekrytalizacji statycznej i rekrytalizacji dynamicznej.

Furukawa inni [62] opracowali termomechaniczny proces produkcji blach ze stopu Al-Mg-Si o składzie chemicznym Al-5,2% Mg-2,1% Li-0,12% Zr (% wag.) o właściwościach nadplastycznych. Przeprowadzone jednoosiowe próby rozciągania przy początkowych szybkościach odkształcenia w zakresie od 0,01 do 0,0005/s w przedziale temperatur 450–570°C, wykazały, że stop osiąga wydłużenia na poziomie 580–915%. Duan i in. [45] badali nadplastyczność stopu Al-Mg_{0,15}Sc-0,10Zr, stosując prostą obróbkę mechaniczno-termiczną. Ich praca ujawniła, że walcowana na zimno blacha stopowa wykazywała doskonałą nadplastyczność (wydłużenie $\geq 800\%$) w zakresie temperatur od 450°C do 500°C i dużym zakresie prędkości odkształceń 0,01–0,1/s. Maksymalne wydłużenie 1579% osiągnięto w temperaturze 475°C. Xu i in. [46] przeprowadzili badania nadplastyczności dla Al-6.1Mg-0.25Sc-0.1Zr (% wag.) po zastosowaniu oryginalnej asymetrycznej technologii walcowania. Arkusze stopu zostały poddane zarówno odkształceniom płaskim, jak i dodatkowym odkształceniom ścinającym wzdłuż kierunku walcowania. Stop uzyskał nadplastyczność (wydłużenie $> 1000\%$) w przedziale temperatury 450°C – 500°C przy stosunkowo dużej prędkości odkształcania od 0,01/s do 0,25/s. Najwyższe wydłużenie wynoszące 3200% osiąga się przy 500°C i prędkości 0,05/s. W porównaniu z tymi samymi

materiałami wytwarzanymi przez tradycyjne walcowanie, technologia asymetrycznego walcowania może zwiększyć naprężenie oraz wydłużenie nawet 10-krotnie. Xinming Zhang i in. [47] przeprowadzili badania nadplastyczności stopu 2A97 Al-Li w zakresie temperatury 480°C-490°C i prędkości 0.001–0.0025/s. Stop wykazuje obiecujące wydłużenie, w zakresie od 600% do 850%. Najwyższe wydłużenie 850% osiągnięto w 490°C. Również Wang i in. [61] przeprowadzili badania nadplastyczności stopu Al-Zn-Mg-Cu poddanego termo-obróbce w temperaturze 500°C– 535°C i wysokiej prędkości odkształcania 0,01/s. Wyniki wykazały, że stop Al-Zn-Mg-Cu wykazuje doskonałą stabilność termiczną nawet do początkowej temperatury topnienia. Najwyższe wydłużenie wynoszące 3250% uzyskano w 535°C i 0,01/s. Mikhaylovskaya i in. [52] porównał właściwości nadplastyczne dwóch stopów aluminium AA7XXX z dodatkami Sc i Zr, wyróżniających się obecnością oraz brakiem grubych eutektycznych cząstek Al₉FeNi. Wyniki eksperymentalne wykazały, że stop z dodatkami Sc (0,1%) i Zr (0,2%) i eutektycznymi cząsteczkami Al₉FeNi wykazuje znaczną nadplastyczność (wydłużenie 300% –915%) w zakresie temperatury 400°C – 500°C. Najwyższa ciągliwość - 915% występuje w temperaturze 480°C przy prędkości 0,01/s. Natomiast, stop z takimi samymi dodatkami Sc (0,1%) i Zr (0,2%) i bez cząstek Al₉Fe osiągnął wydłużenie większe niż 340%.

Procesy nadplastycznego odkształcania w stopach analizowano również w oparciu o zmiany strukturalne. Wykazano, że o ile początkowa struktura ziaren cechuje się dużym udziałem granic wąskokątowych (<15°), to po osiągnięciu odpowiedniego odkształcenia udział granic wąskokątowych maleje. Proces takich zmian strukturalnych obserwowano między innymi w [50]. Autorzy prac [50-61] twierdzą, że tego typu zmiany strukturalne są następstwem występowania zjawiska rekrytalizacji dynamicznej DRX podczas odkształcania nadplastycznego. Oczywistym jest również fakt, że w miarę kumulacji odkształcenia nadplastycznego rośnie udział losowo zorientowanych ziaren kosztem ziaren o określonej orientacji. Stwierdzone znaczne „osłabienie” tekstury przy odkształceniu, jest typowe dla nadplastyczności kontrolowanej przez poślizg granic ziaren [50].

Proces nadplastyczności związany jest również z propagacją, poślizgiem, anihilacją i rekombinacją dyslokacji. Podczas procesów rekrytalizacji dyslokacje ulegają absorpcji oraz anihilacji, co powoduje ogólne zmniejszenie gęstości dyslokacji.

W stopach, które nie wykazują typowej struktury ziarnistej np. w materiałach typu duplex ułamek objętościowy, skład fazowy, frakcja objętościowa faz oraz wielkość ziaren fazy odgrywają kluczową rolę podczas odkształcania nadplastycznego [50]. W szczególności, gdy struktura krystaliczna obu faz jest różna. Przykładowo, w stopach tytanu fazy - HCP α i BCC β wykazują różne właściwości podczas odkształcania, a także posiadają różne

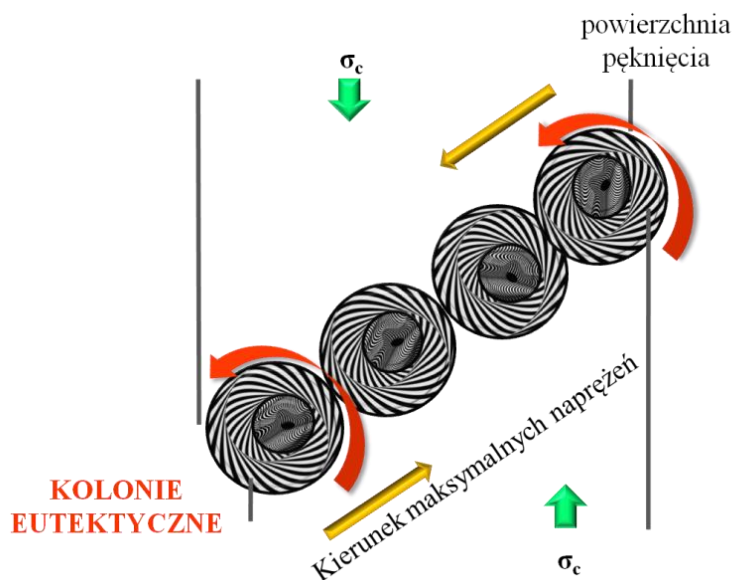
charakterystyki dyfuzyjne [50]. Faza β BCC jest bardziej miękka niż faza α w podwyższonych temperaturach z powodu wyższej dyfuzyjności i większej liczby systemów poślizgu. Optymalną temperaturę nadplastycznego płynięcia dla materiałów dwufazowych zaobserwowano dla takiego składu chemicznego, który zapewniał udział objętościowy fazy α/β bliski 50/50 [50]. Na ten wynik składały się obserwacje strukturalne, które wykazały niewielki rozrost ziarna na wskutek procesów dynamicznych, wysoką gęstość granic międzyfazowych, i odpowiednią ilość miękkiej odkształcalnej fazy β , która wpłynęła na poprawę mechanizmów: odkształcenia nadplastycznego i pełzania dyfuzyjnego. Dowiedziono, że udział objętościowy fazy β może odgrywać kluczową rolę w mechanizmach odkształcania i właściwościach nadplastycznych stopów Ti. Faza β wykazując wysoką dyfuzyjność, ulega jednocześnie wzrostowi ziarna w podwyższonych temperaturach, w związku z tym może być narażona na utratę stabilności. Natomiast wysoka zawartość substancji rozpuszczonej w fazie β hamuje wzrost ziaren tej fazy, dodatkowo zawartość rozpuszczonych atomów wraz ze wzrostem temperatury wpływa na stabilność ziarna [50].

2.2. Mechanizmy odkształcania kompozytów i stopów odlewniczych

Podjęcie do odkształcalności stopów odlewniczych Al-Cu nie zostało jednoznacznie rozpoznane. Niemniej jednak mechanizmy odkształcania można odnieść do badań prowadzonych dla szkieł metalicznych na bazie stopów Al-Cu-Ti [62]. Autorzy prac analizowali mechanizmy odkształcania, głównie w oparciu o próby statycznego rozciągania i ściskania. Mechanizmy te, były dodatkowo wyjaśniane w oparciu o badania topografii w miejscu pęknięć, a także w oparciu o analizy morfologii powierzchni bocznych próbek za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) i mikroskopii sił atomowych (AFM). Autorzy pracy [62] podkreślali również, że odkształcalność szkieł metalicznych ograniczona jest przede wszystkim układem strukturalnym powstałym podczas krzepnięcia. W przedmiotowej literaturze niewiele jest szczegółowych badań na temat roli poszczególnych faz podczas deformacji. Autorzy wskazują [62], że w ciągu ostatnich kilku dziesięcioleci metody pomiaru nanotwardości stały się powszechną techniką badania właściwości mechanicznych w nanoskalach i mogą dostarczyć informacji na temat indywidualnego udziału danej fazy w procesie odkształcania, a także mogą ułatwić wyjaśnienie procesów odkształcania materiałów o złożonej strukturze.

Badania SEM przeprowadzone dla stopu odlewniczego [63] ujawniły heterogeniczność eutektycznej struktury płytkowej, gdyż kolonie eutektyczne składają się z nano- i sub-mikronowych obszarów. Wykazano, że pasma ścinania obecne w strukturze po odkształceniu są faliste, co wskazywało na zdolność materiału do przenoszenia naprężeń

ścinających podczas deformacji. Ponadto wykazano, że propagacja pasm ścinania jest nieciągła. Badania SEM ujawniły powstawanie równoosiowych wgłębień o miseczkowatym kształcie o wklęsłym konturze na powierzchni przełomu. Wielkość wgłębień wynosiła ok. 3000-4000 nm, i była prawie identyczna z wielkością submikronowych kolonii eutektycznych. Charakter przełomu sugerował, że wgłębienia na powierzchni przełomu są wynikiem rotacji kolonii eutektycznych. Zauważono także, że ruchowi obrotowemu kolonii eutektycznych towarzyszy złożony proces odkształcenia o turbulentnym przepływie, który wpływa na rozproszenie lokalizacji naprężeń ścinających. Liczne badania [63] nad mechanizmem deformacji wykazały, że ruch obrotowy kolonii eutektycznych, w tym niejednorodności strukturalne (np. zmiana kształtu) skutecznie rozpraszają lokalizację odkształcenia ścinającego, co skutkuje poprawą plastyczności w skali makroskopowej. Granice rozdziału struktury lamelarniej w koloniach eutektycznych są w stanie skutecznie absorbować naprężenia. Właściwości absorbowania naprężeń przypisano pasmom ścinania rozprzestrzeniającym się wzdłuż granic kolonii eutektycznych. Wyniki badań strukturalnych ujawniają, że to głównie granice kolonii eutektycznej, a także granice rozdziału struktury lamelarniej odgrywają istotną rolę podczas odkształcenia plastycznego. Duże zagęszczenie falistych i nieciągłych pasm ścinania powstających wokół kolonii eutektycznych można uznać za dowód rotacji kolonii eutektycznej podczas deformacji [63]. Rys. 10 obrazuje schemat ruchu obrotowego kolonii eutektycznych podczas odkształcania.

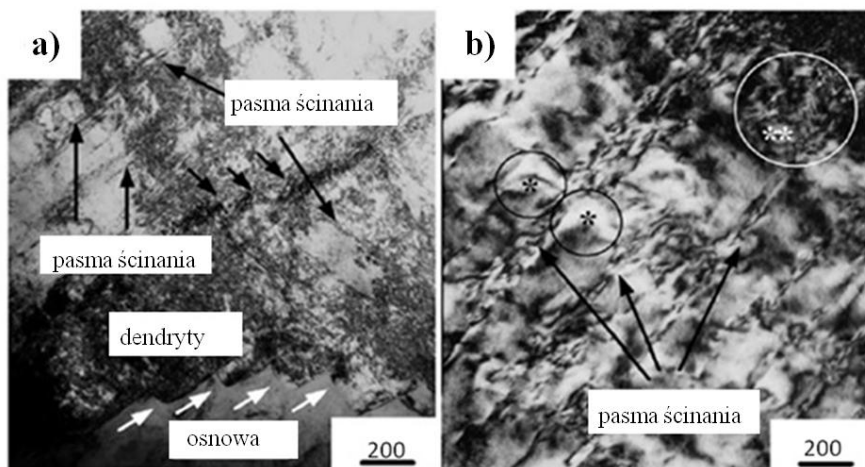


Rys. 10. Ruch obrotowy kolonii eutektycznych [63]

Większość prowadzonych badań [63-65] wskazywała, że miękkie dendryty w skali mikrometrycznej są odpowiedzialne za dobre właściwości plastyczne. Niewiele natomiast było informacji pozwalających zinterpretować funkcję nanostrukturalnej eutektycznej osnowy.

Autorzy wielu prac [66-67] są zgodni co do tego, że generowanie pasm poślizgu jest zwykle inicjowane na styku sztywnej osnowy eutektycznej z plastyczną fazą α -Al jako efekt niedopasowania faz podczas odkształcenia plastycznego. W miarę wzrostu odkształcenia pasma poślizgu rozprzestrzeniają się przez ziarna fazy α -Al, dopóki nie zostaną zatrzymane po drugiej stronie granicy. Wraz ze wzrostem przyłożonego naprężenia, powstaje coraz więcej pasm poślizgu. Duże naprężenia nagromadzone w plastycznej fazie α -Al powodują znaczne odkształcenie sieci [66-67].

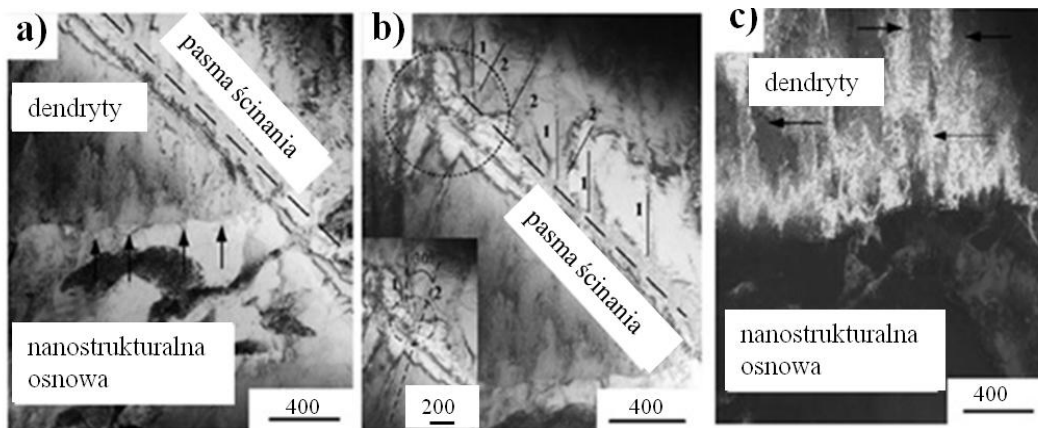
Autorzy pracy [68-69] uznali, że przy nanokrystalicznej osnowie eutektycznej, udział fazy dendrytycznej roztworu stałego α -Fe (Al) jest niezwykle ważny. Gdyż na styku dendrytu z osnową rozwijają się lokalne naprężenia, które prowadzą do zarodkowania pierwotnych pasm ścinania, które następnie propagują przez osnowę eutektyczną, dopóki nie zostaną zablokowane przez dendryty. Ciągliwa faza dendrytyczna może służyć jako miejsce inicjowania pasm ścinania, a także może opóźniać lub hamować ich propagację. Wraz ze wzrostem naprężenia powstaje wiele pasm ścinania, aby skompensować odkształcenie w całej objętości próbki. Przykład uskoków będących wynikiem generowania pasm ścinania na granicy rozdziału osnowa- faza pokazano na rys. 11a oraz 12 a. Dodatkowo w dendrytach obecne były jednorodnie rozmieszczone pasma ścinania (rys.11,12).



Rys. 11 a-b. Struktura dyslokacyjna w odkształconej próbce materiału wielofazowego [68].
Białymi strzałkami zaznaczono tzw. "Zęby" na granicy rozdziału faz.

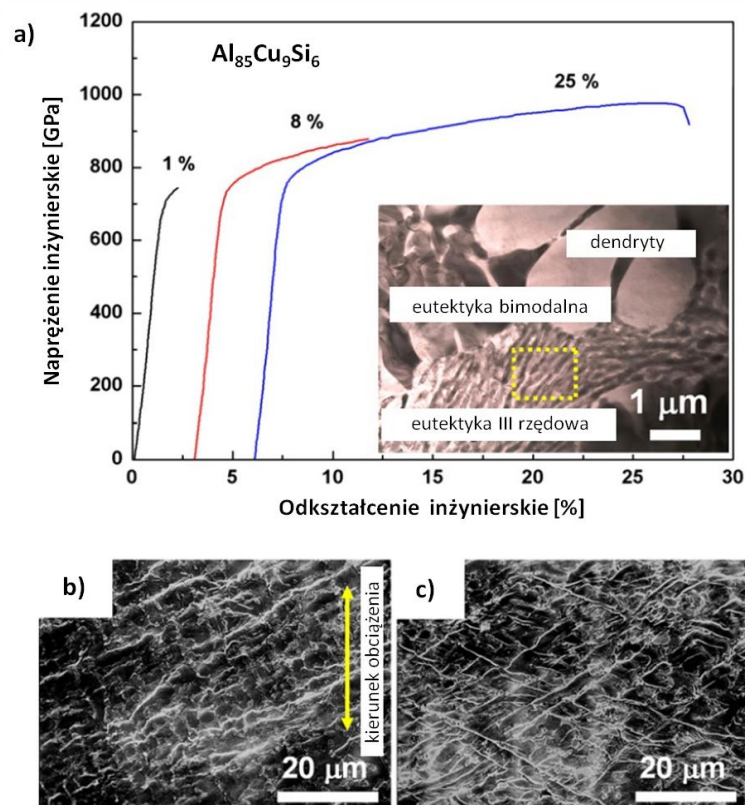
Przeprowadzone przez [68-69] badania wskazują na dużą gęstość dyslokacji (splotów dyslokacji) występującą w dendrytach fazy α -Al. (rys.11a). Deformacja twardej fazy międzymetalicznej (Al_2Cu) występuje na skutek generowania pasm ścinania. Autorzy twierdzą, że pasma ścinania są inicjowane w twardej fazie międzymetalicznej, a ich propagacja jest zatrzymywana w obszarach fazy ciągłej. Przykład pokazany na rys. 12 a, b) obrazuje akomodację pasm poślizgu na granicy rozdziału. Pasma ścinania przechodzące przez granicę rozdziału generują silny kontrast odkształceniowy. Natomiast

rys. 11 a, b) oraz rys.12 c) obrazują szczegółową morfologię pasm ścinania w dendrytach. Autorzy zauważyli, że propagacja pasm ścinania była zatrzymana wewnątrz dendrytu, gdyż kontrast dyslokacyjny był mniejszy wewnątrz dendrytu aniżeli przy granicy rozdziału.

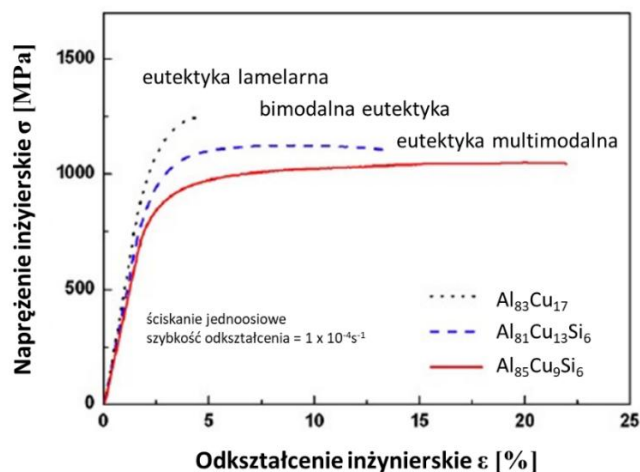


Rys. 12. Mikrostruktura ukazująca dendryt i nanostrukturalną osnowę [68].
Pasma ścinania wskazano strzałkami

Uznano, że bimodalny i multimodalny układ mikrostrukturalny stopów odlewniczych jest korzystny w otrzymaniu wysokiej wytrzymałości na styku dendryt-osnowa i ułatwia lepszy „transfer” poślizgu z osnowy do dendrytów. Przykładowe charakterystyki naprężenie-odkształcenie dla stopu $Al_{85}Cu_9Si_6$ po rozciąganiu przedstawiono na rys. 13. Natomiast dla stopów AlCu i AlCuSi przedstawiono na rys. 14 [70].



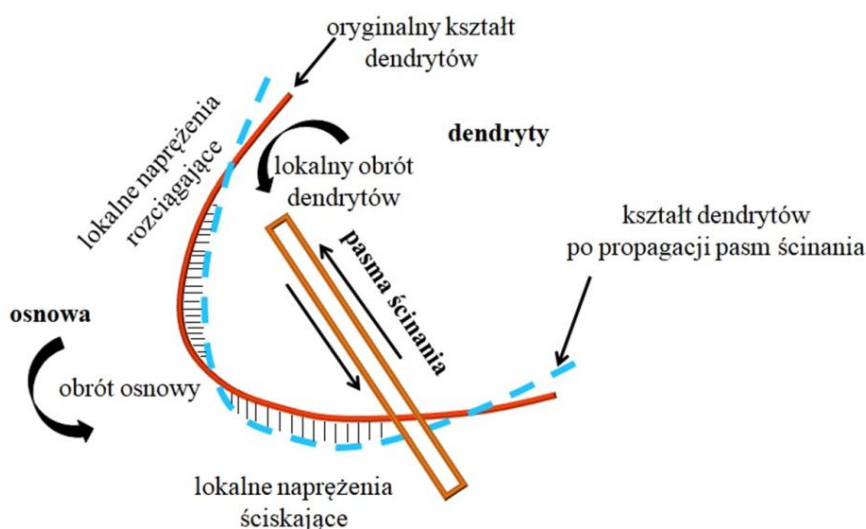
Rys. 13. Krzywa naprężenie-odkształcenie stopu $Al_{85}Cu_9Si_6$ po testach ściskania,
b-c) mikrostruktura stopu uzyskana za pomocą SEM [70]



Rys. 14. Krzywe napężenie-odkształcenie uzyskane podczas ściskania dla Al-Cu-Si ultra drobnych kompozytów [70]

Autorzy pracy [70] zwracają uwagę, że pasma ścinania, które zarodkują na interfejsach dendryt/matryca propagują do dendrytów i matrycy. Jednakże dalsza propagacja pasm ścinania może być zatrzymywana przez umocnione dendryty. Wykazali, że szerokość pasm ścinania w środkowych obszarach dendrytów jest znacznie mniejsza niż w pobliżu obszarów międzyfazowych. Sugeruje to, że następuje stopniowe zmniejszanie naprężenia ścinającego. Niejednorodny rozkład nagromadzonych odkształceń w dendrytach może dodatkowo zatrzymać propagację pasm ścinania. Autorzy dowodzą, że gdyby rozkład odkształceń w dendrytach był jednorodny, istniałaby idealna równowaga podczas propagacji pasm ścinania. W tym przypadku, odporność na propagację pasm ścinania zależy tylko od wewnętrznych właściwości dendrytów, np. wiązania atomowego. W przeciwnym razie, jeśli rozkład odkształceń w dendrytach jest niejednorodny, to taki brak równowagi powoduje obrót dendrytów w celu uwolnienia naprężeń ścinających. Ponadto nierównowagowe naprężenia ścinające w dendrytach mogą powodować obrót matrycy nanostrukturalnej, powodując jednocześnie lokalne zmiany objętości na styku z dendrytami. Szczegółowe badania mikrostrukturalne w obszarach wykazujących oddziaływanie pasm ścinania i dendrytów ujawniają, że nowe pasma poślizgu przechodzą przez pasma ścinania pod kątem 30° do wcześniej utworzonych pasm. Wskazuje to, że nagromadzone odkształcenie w dendrytach może zostać uwolnione podczas kolejnej propagacji pasm ścinania. Dlatego propagacja pasm ścinania w niejednorodnie umocnionych dendrytach najpierw oddziałuje z uprzednio utworzonymi pasmami poślizgu, powodując nierównowagę naprężeń ścinających. Ta nierównowaga naprężeń ścinających inicjuje obrót dendrytów. Pasma ścinania penetrując granicę rozdziału między dendrytem a nanostrukturalną matrycą, tworzą morfologię „stopni” o czym poprzednio wspomniano. Propagacja i oddziaływanie pasm ścinania w materiałach o złożonej strukturze daje płaską krzywą napężenie-odkształcenie (rys.14) [70].

Kolejnym mechanizmem odkształcania odlewniczych materiałów wieloskładnikowych, według przeprowadzonej dyskusji, jest odkształcenie poprzez obrotowy ruch dendrytów wywołujący propagację pasm ścinania. Prowadzi to do lokalnej zmiany objętości w obszarach pomiędzy dendrytami i osnową. Rys 15 schematycznie obrazuje występowanie lokalnej zmiany objętości wywołanej przez obrót dendrytów [71].



Rys. 15. Migracja granicy rozdziału faz [71]

Lokalne zmiany objętości towarzyszą procesowi odkształcania, która wpływa również na nanostrukturalną osnowę [71-76].

2.3. Materiały metaliczne oraz kompozyty metalowe o szczególnych właściwościach wytrzymałościowych i funkcjonalnych poddawanych odkształcaniu SPD

Do niedawna, problematyka odkształcania SPD była analizowana w odniesieniu do metali i ich stopów w kontekście rozpoznania mechanizmów rozdrabniania oraz analizowania tego efektu w odniesieniu do poprawy właściwości mechanicznych czy funkcjonalnych. Ostatnio problematyka odkształcania SPD została przeniesiona na materiały dużo bardziej złożone pod względem struktury, czego przykładem mogą być materiały kompozytowe czy stopy odlewnicze. W grupie materiałów kompozytowych szczególnie znanych i powszechnie stosowanych są kompozyty o osnowie Al [71-82]. Przykładowo, kompozyty o osnowie aluminiowej powstające w warunkach ex-situ, wzmocnione cząstkami ceramicznymi cieszą się dużym zainteresowaniem w przemyśle lotniczym i motoryzacyjnym ze względu na ich wysokie właściwości wytrzymałościowe, odporność na zużycie, właściwości izotropowe, oraz dobre właściwości mechaniczne w podwyższonej temperaturze. Istotne są też względy ekonomiczne wytwarzania takich materiałów, mianowicie - stosunkowo łatwa produkcja bez ponoszenia wysokich kosztów. Metalurgia proszków, która jest jednym z procesów wytwarzania materiałów kompozytowych, niesie jednak za sobą

liczne problemy do których należy wysoki poziom porowatości resztkowej osnowy, a także aglomeracja cząstek wzmacniających, które wpływają negatywnie na właściwości mechaniczne kompozytu [71-82]. Liczne badania wykazały, że kompozyty takie cechują się niską plastycznością, co ograniczać może ich zastosowanie. Jednym ze sposobów zwiększenia wytrzymałości, a także plastyczności było stosowanie cząstek ceramicznych o wymiarze nanometrycznym [78-79].

Kompozyty o osnowie aluminiowej, wytwarzane są również technikami odlewania in-situ, podczas którego, powstające fazy wzmacniające są zwykle termodynamicznie stabilne [78]. Doskonałym przykładem kompozytów, które produkuje się techniką in-situ, a które następnie są odkształcane plastycznie są kompozyty Al-Cu. Kompozyty te, formowane i zgrzewane wybuchowo, ze względu na doskonałe właściwości termiczne i elektryczne wydają się zastępować czystą miedź w przemyśle motoryzacyjnym i lotniczym [73, 79].

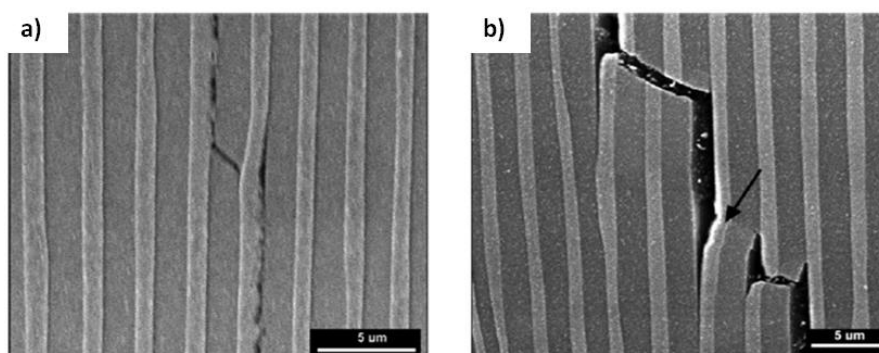
Przy odkształcaniu kompozytów technikami SPD, warunki procesu muszą być tak dobrane, by nie spowodować zniszczenia kruchego zbrojenia poprzez generowanie w nim pęknięć, a połączenie między komponentami zachowało ciągłość. Dlatego korzystne jest przeprowadzanie odkształcenia w temperaturach wysokich lub podwyższonych. Wykazano, że zastosowanie technik SPD do odkształcania materiałów kompozytowych sprzyja zmniejszeniu mikroporów pierwotnych w osnowie i na granicy rozdziału, sprzyja rozbiciu skupisk fazy zbrojącej, ponadto cząstki i osnowa ulegają rozdrobnieniu, co w efekcie prowadzi do wzrostu umocnienia [78-79].

Możliwość zastosowania technik SPD w odniesieniu do stopów na bazie aluminium zwraca szczególną uwagę inżynierów, ze względu na możliwość tworzenia lekkich elementów konstrukcyjnych, których gęstość jest czterokrotnie niższa w porównaniu do gęstości stali. Jednakże ich granica plastyczności jest również trzykrotnie niższa niż np. stali. Zastosowanie tych materiałów w temperaturze powyżej 300°C jest dyskusyjne. Stąd podejmowane są wysiłki w celu opracowania stopów na bazie Al o podwyższonej wytrzymałości w temperaturze pokojowej, a także w temperaturze podwyższonej (<400°C) [71-82].

Jak podają dane literaturowe [83], w celu poprawy właściwości wytrzymałościowych, powinno stosować się materiały o dużym udziale fazy międzymetalicznej. Dlatego przy opracowywaniu stopów na bazie Al przeznaczonych do zastosowań w wysokiej i podwyższonej temperaturze skoncentrowano się na wytwarzaniu stopów o dużej objętości frakcji faz międzymetalicznych typu: Al-Al₂Cu, Al-Al₃Ni i Al-Al₃Sc. Prowadzi się również badania nad stopami z grupy Al-Si i Al-Cu w kierunku osiągnięcia lepszych właściwości mechanicznych w podwyższonej temperaturze. Stopy Al-Cu pomimo słabej lejućności

i wrażliwości na pękanie, posiadają dobre właściwości termomechaniczne przy temperaturze pracy silnika przekraczającej 250°C. W związku z tym, stanowią atrakcyjny zamiennik popularnych stopów Al-Si w nowoczesnych silnikach spalinowych. Niemniej jednak, stopy Al-Si nadal są jednym z najbardziej rozpoznawalnych materiałów, których wytrzymałość na rozciąganie wynosi poniżej 500 MPa [83-87].

Dobre właściwości wytrzymałościowe stopów Al-Cu wynikają z ich zdolności do umocnienia wydzieleniowego. Większość stopów na bazie Al jest utwardzana wydzieleniowo lub dyspersyjnie, co daje maksymalną wytrzymałość na rozciąganie ok. 400 MPa. W odlewniczych stopach Al-Cu powstaje heterogeniczna mikrostruktura złożona z fazy α -Al oraz związków międzymetalicznych, do których należy faza θ -Al₂Cu, stanowiąca wzmocnienie plastycznej fazy α -Al. Kształty faz, ich udział objętościowy, a także ich lokalne rozmieszczenie są istotne przy rozpatrywaniu takich właściwości jak: wytrzymałość na rozciąganie w wysokiej temperaturze, zmęczenie cieplne czy odporność na pełzanie. Jest to szczególnie ważne, gdyż takie materiały poddawane są trwałym obciążeniom mechanicznym np. podczas pracy silników spalinowych. Obciążenia te, prowadzą do lokalnie zmieniających się naprężeń wewnętrznych. W efekcie, naprężenia zlokalizowane głównie w sztywnych cząstkach faz międzymetalicznych mogą inicjować proces pękania [83]. Na rys. 16 przedstawiono mikrostrukturę stopu NiAl-Cr(Mo) po próbie ściskania po odkształceniu 3,5% i 10%. W próbce po odkształceniu 3,5% nie są widoczne wyraźne pęknięcia, niemniej dekohezja zostaje zainicjowana wzdłuż granic faz. Pęknięcia były zatrzymywane w plastycznej fazie. Podczas odkształcania 10% propagacja pęknięć następuje zarówno w fazie twardej jak i miękkiej.



Rys. 16. Mikrostruktura stopu NiAl-Cr(Mo): a) po ściskaniu 3,5%, b) 10% [87]

Szczegółowe badania wpływu struktury stopu Al-Cu na właściwości mechaniczne przedstawiono w pracy [88-90]. Stop Al-4%Cu oraz stop Al-7%Cu z zawartością Mn i Fe poddano odkształceniom rozciągającym. Wykazano, że niejednorodna mikrostruktura obecna w odlewniczych stopach Al-Cu ma duże znaczenie dla właściwości mechanicznych

w podwyższonych temperaturach. Otrzymano właściwości wytrzymałościowe, które są lepsze niż w przypadku stopów Al-Si, w których nie dochodzi do umocnienia wydzieleniowego. Sztywne i kruche fazy międzymetaliczne θ -Al₂Cu wzmacniają plastyczną osnowę α -Al. Niedopasowanie modułów sprężystości osnowy i fazy międzymetalicznej ($E_{\alpha\text{-Al}} \sim 70$ GPa, $E_{\text{Al}_2\text{Cu}} \sim 100$ GPa), które zwiększają się wraz ze wzrostem temperatury oraz różnica współczynnika rozszerzalności cieplnej ($\text{CTE}_{\alpha\text{-Al}} \sim 25$ ppm/K, $\text{CTE}_{\text{Al}_2\text{Cu}} \sim 17$ ppm/K), mogą jednak powodować powstanie makronaprężeń. Przeprowadzone badania [87] wykazały, że wytrzymałość na rozciąganie osnowy α -Al jest mniejsza niż 200 MPa, natomiast wytrzymałość na rozciąganie fazy θ -Al₂Cu wynosi 600 MPa w temperaturze otoczenia, a w temperaturze 300°C wynosi 420 MPa.

Związki międzymetaliczne jak wspomniano, są atrakcyjnym materiałem do zastosowań wysokotemperaturowych ze względu na ich wysoką temperaturę topnienia, odporność na utlenianie, wysoką przewodność cieplną i stosunkowo niską gęstość. Jednak jako materiały konstrukcyjne cechują się słabym poziomem właściwości mechanicznych i funkcjonalnych spośród których należy wymienić: niską ciągliwość, niską odporność na pękanie w temperaturze pokojowej, nieodpowiednia odporność na pełzanie. Aby uplastyczyć materiał o złożonej strukturze z dużą zawartością fazy międzymetalicznej, należy przeanalizować odkształcalność poszczególnych składników fazowych pod wpływem odkształcania SPD [91-97].

Techniki dużych odkształceń plastycznych (SPD) pojawiły się w 1991 r. jako sposób przetwarzania i odkształcania materiałów w celu rozdrobnienia ziarna i zwiększenia właściwości mechanicznych. W ciągu minionych 20 lat techniki SPD cieszyły się dużym zainteresowaniem, zarówno w zakresie badań podstawowych, jak i w zakresie rozwoju potencjału technologicznego. Obecnie, za pomocą różnych technik SPD, można wytwarzać jednorodne materiały wykazujące rozdrobnienie ziarna nawet do poziomu nanometrycznego, pod warunkiem wybrania odpowiednich sposobów odkształcania i zapewnienia wystarczająco dużego odkształcenia [1, 91-95]. W ciągu ostatnich dwóch dekad opracowano i udoskonalono różne techniki SPD, takie jak sekwencyjne prasowanie kątowe (ECAP), skręcanie pod wysokim ciśnieniem (HPT), akumulacyjne walcowanie wielowalcowe [98], mielenie kulowe (BM), obróbka powierzchniowa za pomocą mechanicznego ścierania (SMAT) i dynamiczne odkształcenie plastyczne (DPD). Wszystkie te techniki zostały intensywnie analizowane pod kątem wytwarzania materiałów ultradrobnoziarnistych (UFG) lub nanokrystalicznych (NC). Wykazano również, że spośród różnych procesów SPD, ECAP jest najbardziej uniwersalną techniką stosowaną do wytwarzania dużych objętości materiałów. Ponieważ geometria przekroju pozostaje niezmienną po prasowaniu ECAP,

to powtarzalne procesy odkształcania można łatwo wykonać dla tej samej próbki. Technika ta może zapewnić wystarczająco wysokie odkształcenie, potrzebne do uzyskania jednorodnej mikrostruktury i dokładnego rozdrobnienia ziarna [99].

Udokumentowano, że rozdrobnienie ziarna i jego ujednorodnienie podczas SPD wynika ze wzajemnego oddziaływania dyslokacji w metalach o średniej lub dużej energii błędu ułożenia (SFE), np. Al, Cu, Fe, Ni. Przeprowadzone badania wskazują, że tworzenie nano- i ultra drobnoziarnistych struktur odbywa się głównie poprzez akumulację, interakcję i przestrzenną reorganizację dyslokacji. W literaturze [99-106] znany jest mechanizm podziału dyslokacji, który określa rolę granic geometrycznie niezbędnych (GNBs) i granic przypadkowych (IDB) w powstawaniu szerokokątowych granic ziaren. Wykazano również, że wraz ze wzrostem stopnia deformacji, najbardziej znaną cechą mikrostruktury jest wzrost udziału szerokokątowych granic ziaren. Procesowi SPD towarzyszy proces anihilacji dyslokacji. Rozdrobnienie ziarna do poziomu nanometrycznego w materiałach o wysokiej lub średniej SFE można uzyskać za pomocą metod SPD, przy niezwykle rygorystycznych warunkach deformacji, ograniczając ruch dyslokacji, a jednocześnie inicjując proces bliźniakowania. Bliźniakowanie jak wspomniano, jest istotnym mechanizmem odkształcenia w materiałach o niskiej wartości SFE i odgrywa kluczową rolę w rozdrabnianiu ziarna. W wyniku rozdrobnienia ziarna takie materiały zwykle mają bardzo wysoką wytrzymałość, kilkakrotnie wyższą niż ich gruboziarniste odpowiedniki (CG) [99-103].

Odształcenie SPD odgrywa ważną rolę w rozdrabnianiu struktur stopów o składzie eutektycznym lub eutektoidalnym. Jest to przede wszystkim skuteczny sposób uzyskania właściwości nadplastycznych [100, 104]. Metodę ECAP z powodzeniem zastosowano dla stopu eutektycznego Al-33%Cu w temperaturze 400°C do odkształcenia ϵ równego 8. Wykazano, że po odkształceniu mikrostruktura składa się z ziaren o średniej wielkości ok. $1,1 \mu\text{m} \pm 0,3 \mu\text{m}$. Proces odbywa się poprzez mechaniczne ścinanie płytek poszczególnych faz, ponadto występuje dodatkowy efekt „mieszania” dwóch faz przez oddziaływanie silnego odkształcenia ścinającego, które towarzyszy technice ECAP powodując w efekcie końcowym proces sferoidyzacji struktury eutektycznej. Wraz ze wzrostem liczby przepustów ECAP w materiale uzyskuje się w pełni jednorodną, drobnoziarnistą, równoosiową strukturę typu duplex [104-105].

Badania nad stopami wieloskładnikowymi z wykorzystaniem SPD obejmowały m.in. zmiany mikrostruktury odlewanych stopów Al-7%Si, poprzez zastosowanie techniki ECAP. Mikrostruktura po procesie odlewana składała się z obszarów dendrytycznych oraz obszarów eutektycznych. Podstawowym składnikiem w układzie binarnym stopu Al-Si jest roztwór

stały fazy α . Pierwotna faza α posiada kształt niemal sferoidalny. Obszary eutektyczne, zawierają głównie nieregularne wydzielenia Si oraz niewielką ilość igieł fazy FeSi. Podczas zastosowania 4 przepustów z udziałem drogi B_c (obrót kęsa o 90° w tym samym kierunku, pomiędzy kolejnymi przejściami) zaobserwowano rozdrobnioną strukturę pierwotnych dendrytów fazy α , a wydzielenia Si pozostały nieodkształcone, nawet po odkształceniu równym 16. Odkształcenie spowodowało powstanie ziaren fazy α o wielkości 300 nm. Natomiast wydzielenia Si obecne w eutektyce nie ulegały dystrybucji nawet po ośmiu przejściach przez kanał, poprzez co mikrostruktura pozostała niejednorodna. Taki efekt strukturalny jak wskazują autorzy, znajduje odzwierciedlenie w mniejszej plastyczności przy próbach rozciągania. W celu osiągnięcia homogenicznej mikrostruktury niejednorodnie rozmieszczone cząstki w osnowie powinny podlegać przemieszczeniom. Ważnym czynnikiem ułatwiającym proces dystrybucji faz i ich homogenizacji jest proces dyfuzji stymulowany wzrostem temperatury podczas odkształcenia. Procesy dyfuzyjne mogą obejmować dyfuzję masową w otaczającej matrycy, a także dyfuzję międzyfazową w granicach rozdziału cząstka-matryca. Procesy te mogą być istotnym czynnikiem poprawiającym plastyczność tych materiałów [70]. Wykazano, że równomierny rozkład wydzieleni Si w materiale wyraźnie opóźnia lokalizację odkształceń i prowadzi do poprawy ciągliwości [70].

Materiały o drobnoziarnistej mikrostrukturze wykazują wyższą wytrzymałość i niższą plastyczność niż materiały gruboziarniste. Niektóre metale po zastosowaniu ECAP wykazują jednak znacznie wyższą ciągliwość niż materiały gruboziarniste [88]. Przeprowadzone w pracy [88] badania pokazały, w jaki sposób dochodzi do poprawy właściwości mechanicznych odlewanego stopu Al-11% Si poprzez zastosowanie metody RD-(ECAP). Poprzez zastosowanie RD-ECAP udarność stopu Al-11% Si uległa poprawie w stosunku do materiału wyjściowego [88, 96]. Autorzy wskazują, że odlewniczy stop Al-11%Si cechuje się niską wytrzymałością na rozciąganie i niską ciągliwością w temperaturze pokojowej. Jest to związane z mikrostrukturą tego stopu, gdyż mikrostruktura odlewanego stopu Al-11%Si składa się z dużych dendrytów roztworu stałego oraz znacznych rozmiarów obszarów eutektycznych. Ponadto występują wady odlewnicze, takie jak mikro skurcze odlewnicze i porowatości gazowe. Są one głównymi przyczynami niskich właściwości wytrzymałościowych w temperaturze pokojowej. Podczas odkształcania RD-ECAP dendryty i obszary eutektyczne uległy rozdrobnieniu, a wady odlewnicze wyeliminowane. Stop po czterech przejściach przez kanał RD-ECAP wykazywał znacznie wyższą wytrzymałość na rozciąganie i znacznie lepszą ciągliwość w porównaniu ze stopem odlewanym. Wytrzymałość na rozciąganie zależała zarówno od wielkości ziarna,

jak i morfologii faz. Podczas obróbki T6 w stopach Al-11%Si powstały bardzo drobne wydzielenia faz, takie jak Al_2Cu i Mg_2Si , które spowodowały wzrost właściwości mechanicznych. Dodatkowo, uzyskano wielkość ziarna ok. 300 nm. Wykazano, że próbki odkształcane po 32 przejściach przez kanał mają 10-krotnie większe wydłużenie (~15%) niż stop po odlewaniu (~1,5%). Granica plastyczności, zauważalnie wzrosła po pierwszych czterech przejściach RD-ECAP o około 40%. Granica plastyczności malała stopniowo o około 20%, gdy liczba przejść RD-ECAP wzrosła do 16. Przyczyną spadku właściwości wytrzymałościowych było tworzenie ziaren o dużym udziale granic szerokokątowych [96].

Wang i in. [97] zastosowali odkształcenie MDF dla stopu 2219 Al-Cu, który jest stosowany do produkcji zbiorników paliwowych ze względu na wysoką wytrzymałość tego materiału w niskich temperaturach (do -250°C) i dobrą spawalność. Udział masowy Cu w tym stopie wynosi od 5,8% do 6,8%, co przekracza maksymalną rozpuszczalność Cu w Al. Jak wskazują autorzy, gruboziarniste cząstki fazy Al_2Cu w stopie mogą działać jako inicjatory pęknięć, ponieważ na grubych cząstkach mogą być indukowane duże naprężenia podczas deformacji, które mogą zmniejszać plastyczność stopu. Autorzy wskazują, że w celu poprawy właściwości mechanicznych, grubsze cząstki muszą być rozdrobnione lub rozpuszczone. Wykazano, że pod wpływem odkształcania SPD, na granicy rozdziału fazy Al_2Cu i roztworu stałego ze względu na różnice w stałych sprężystości poszczególnych faz dochodzi do niekompatybilności odkształceń, co prowadzi do koncentracji naprężeń. Odkształcenie plastyczne generuje ponadto dodatkowe defekty sieci krystalicznej, które mogą być miejscem inicjującym pękanie fazy Al_2Cu . Autorzy wykazali również, że podczas odkształcania MDF wystąpiło rozdrobnienie fazy Al_2Cu . Przeprowadzone badania wytrzymałości na rozciąganie wykazały, że grube fazy działały jako miejsca inicjacji pęknięć. Im większa liczba grubszych faz, tym łatwiej dochodziło do połączeń pęknięć, a w efekcie odkształcenie było odpowiednio niższe. Natomiast wraz ze wzrostem temperatury odkształcania, zmniejszała się liczba pierwotnych gruboziarnistych faz. Udowodniono, że sferoidalne fazy obecne w stopie podczas odkształcania MDF w podwyższonych temperaturach wykazywały na większą ciągliwość. W związku z tym uzyskiwano wyższy poziom wydłużenia podczas badań wytrzymałościowych. Rosnąca temperatura odkształcania mogła zwiększyć szybkość dyfuzji atomów Cu w osnowie Al, co przyczyniło się do równomiernego rozkładu tych faz [97].

Koncepcja zastosowania metody HPT do wytwarzania kompozytów wzmocnianych fazami międzymetalicznymi była przeanalizowana w [106]. Zastosowanie tej metody umożliwiło tworzenie faz międzymetalicznych, głównie dlatego, że materiały po zastosowaniu HPT mają o kilka rzędów wielkości wyższy współczynnik dyfuzji

ze względu na wysoki udział granic ziaren w stanie nierównowagowym w porównaniu do innych metod SPD.

W pracy [106] zaproponowano wytwarzanie kompozytu Al-Cu metodą *in situ*, z próbek, które złożone były z trzech płyt Al/Cu/Al, a proces obejmował dwie operacje: skręcania HPT pod ciśnieniem 5,0 GPa, przy prędkości obrotowej 2 obr/min., podczas 5 obrotów i kolejne wyżarzanie w 450°C/30 min. Zaproponowany proces odkształcenia miał na celu wytworzenie kompozytu Al-Cu z trzema równowagowymi fazami międzymetalicznymi, w tym: Al₂Cu, AlCu, i Al₄Cu₉. W kompozycie Al-Cu otrzymanego drogą *in situ* prawie wszystkie fazy znalazły się w stanie równowagi termodynamicznej. Po zastosowaniu HPT przy 5 GPa, po 5 obrotach uzyskano strukturę nanokrystaliczną. Sukcesywne wyżarzanie spowodowało tworzenie się faz międzymetalicznych. Autorzy wskazują, że połączenie HPT z wyżarzaniem doprowadziło do wytworzenia kompozytu z twardymi fazami międzymetalicznymi wewnątrz miękkiej matrycy Cu. Fakt ten daje perspektywę wytwarzania kompozytów z metalową osnową o unikalnych właściwościach mechanicznych i fizycznych poprzez zastosowanie technik SPD [106].

W pracy [107] przeprowadzono badania strukturalne stopu tytanu po zastosowaniu kucia. Granice rozdziału β -Ti/FeTi stanowią źródła i jednocześnie ujścia dyslokacji w ultracienkich lamelach. W miękkiej fazie α wzrasta gęstość dyslokacji. Następnie w wyniku postępującego odkształcania tworzą się liczne pasma ścinania, które przechodząc przez granice rozdziału tworzą morfologię w postaci stopni na granicy rozdziału. Nagromadzenie znacznej gęstości dyslokacji sprzyja rozwojowi granic dyslokacyjnych, jednocześnie wzrasta naprężenie potrzebne do odkształcenia stopu. Zauważono także, że odkształcenie plastyczne ultracienkich lameli eutektyki jest niejednorodne. Ewolucja struktury dyslokacyjnej podczas odkształcania zależy od orientacji kolonii i kierunku wzrostu płytek. Gdy aktywność dyslokacji została zapoczątkowana na granicy rozdziału, wówczas lokalna orientacja β -Ti/FeTi zaczęła się zmieniać. Takie przemieszczenia przyczyniają się do dalszego wzrostu umocnienia. Wykazano, że obecność granic dyslokacyjnych, splotów dyslokacji i zmiana orientacji w sąsiednich lamelach zwiększa poziom naprężeń podczas odkształcania. Wygenerowane naprężenia są pomocne w zarodkowaniu pasm ścinania, które przecinają ultra cienkie płytki. Duże odkształcenie plastyczne powoduje dodatkowo przemieszczenie lameli i zmianę odstępów między nimi. Zgodnie z przeprowadzonymi obserwacjami, autorzy pracy [107] wykazali, że zmiany mikrostrukturalne w lamelach analizowanego stopu, po odkształceniu SPD przebiegają zgodnie z następującymi etapami:

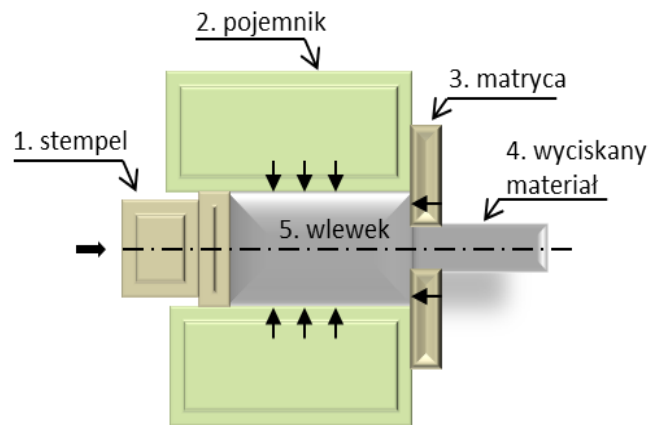
- gromadzenie się dyslokacji we wnętrzu i na granicy lameli,

- odkształcenie lameli,
- wzajemne przesunięcie,
- wygenerowanie pasm ścinania,
- przecinanie.

Odształcenie plastyczne ultra drobnych lameli z dużym udziałem obszarów międzyfazowych wywołuje ewolucję poślizgu dyslokacyjnego i generuje dużą gęstość dyslokacji do ok. $7 \cdot 10^{15}/m^2$.

2.4. Technika KoBo

W technologii KoBo cykliczna zmiana schematu obciążenia wywołana jest dodatkowo działającym momentem obrotowym w sposób cykliczny z określoną częstotliwością (rys. 17) [108-110].



Rys. 17. Schemat współbieżnego wyciskania metodą KoBo: 1- stempel, 2- pojemnik, 3- cyklicznie obracana matryca z rowkami na powierzchni czołowej, 4- wyciskany wsad, 5- wlewek

Cykliczny sposób odkształcenia powoduje, że w strukturze dochodzi do ciągłej destabilizacji, poprzez zlokalizowane plastyczne płynięcie odbywające się w pasmach ścinania. Periodyczna zmiana drogi odkształcenia prowadzi do obniżenia oporu plastycznego płynięcia. Pod względem energetycznym dostarczona do metalu praca jest w dużej części kumulowana w postaci naprężeń wewnętrznych, a także rozpraszana, co prowadzi do wzrostu temperatury a także do wzrostu temperatury narzędzi roboczych. W podejściu strukturalnym na temat odkształcania tą techniką wysunięto postulat lepkiego płynięcia metalu bazującego na zagadnieniach mechaniki płynów [108, 111]. Wykazano, że w materiale generowany jest nawet proces nadplastyczności. Zauważono również, że ze zmianą kierunku obrotu matrycy tworzą się intensywne procesy związane z przecinaniem dyslokacji i generowaniem defektów punktowych. Nadmiarowa w stosunku do równowagowej koncentracja defektów punktowych i ich gradient na promieniu cyklicznie skręcanego materiału są dominującymi elementami plastycznego płynięcia aktywowanego w procesie KoBo [108, 111]. W wyniku ciągłej zmiany kąta obrotu matrycy w materiale utrzymuje się wysoka koncentracja atomów

międzywęzłowych o niskiej energii migracji szczególnie w obszarach pasm ścinania. Wspomniana nadplastyczność wywołana odkształcaniem KoBo z jednej strony jest efektem zmniejszenia wielkości ziarna i ujednorodnienia struktury, a z drugiej strony zauważono, że nadplastyczność jest generowana w wyniku odkształcenia cyklicznie zmienną drogą. Wykazano również, że do zainicjowania nadplastyczności niezbędna jest obecność metastabilnych przeszkód na drodze mobilnych dyslokacji. Rolę przeszkód pełnią defekty punktowe. Defekty punktowe wygenerowane w nadmiarze mają skłonność do skupiania się w postaci nanoklasterów. Część z nich przekształca się w pętle wakancji, pozostałe stanowią klastry atomów międzywęzłowych. Zatem zjawisko nadplastyczności może być skutkiem nadmiarowych obecności atomów międzywęzłowych w strukturze materiału. Eksperymenty wyciskania z wykorzystaniem metody KoBo niekiedy wywołują nadplastyczny sposób płynięcia metalu niezależnie od wielkości ziarna.

Zgodnie z licznymi danymi literaturowymi [111-114] na temat technologii KoBo, procesy kształtowania plastycznego ze zmienną drogą odkształcenia mogą być prowadzone jako niskotemperaturowe z zastosowaniem prędkości i stopni przerobów, które są znacznie wyższe niż w procesach wysokotemperaturowych. Wytworzone materiały posiadają ultradrobnoziarnistą jednorodną strukturę oraz odpowiednie właściwości mechaniczne. Utrzymanie stałych niezmiennych parametrów procesu sprzyja uzyskaniu tych samych właściwości materiału w całej objętości. Metoda ta była stosowana podczas plastycznego kształtowania materiałów trudno odkształcalnych np. kompozytów: kompozyty o osnowie aluminiowej, kompozyty na osnowie srebra, kompozyty na osnowie manganowej z włóknami węglowymi oraz cząstkami węgla szklanego. Stosowano technologię KoBo również do odkształcania stopów aluminium, tytanu, brązów, stopów magnezu. Technologia KoBo była wykorzystywana do przetwarzania złomu aluminiowego, odpadowych wiór ze stopów Al, Ti, Mg. Metoda ta może być również stosowana jako proces niskotemperaturowego odkształcania wlewków bez wstępnych operacji cieplnych np. homogenizacji.

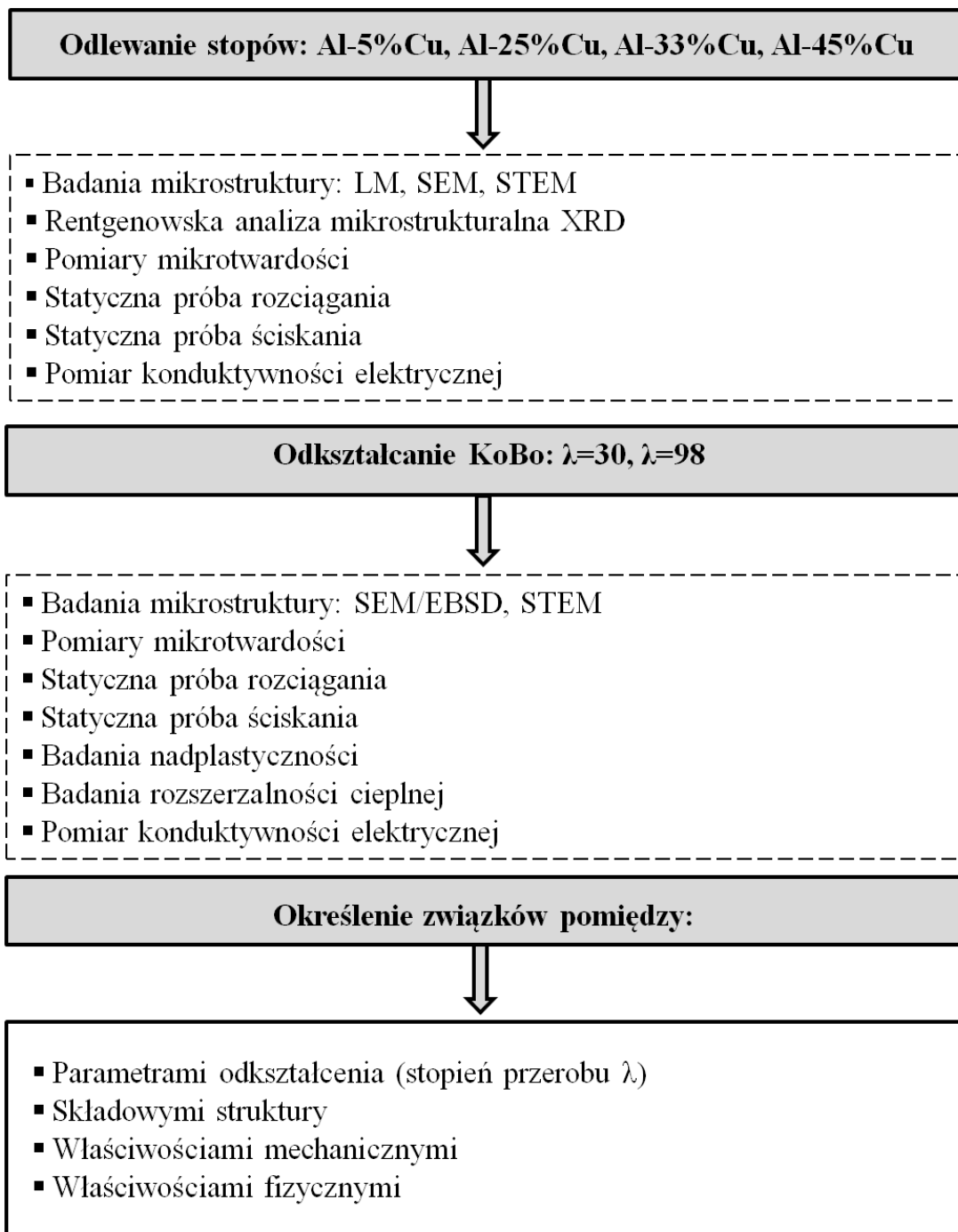
3. Cel i zakres badań

Zasadniczym celem badawczym pracy było poznanie zjawisk strukturalnych jakie zachodzą w odlewniczych stopach Al-Cu pod wpływem odkształcania SPD z wykorzystaniem metody KoBo.

Do realizacji pracy wytypowano następujące cele naukowe:

- Rozdrobnienie stopów: granicznego, podeutektycznego, eutektycznego i nadeutektycznego z układu Al-Cu przy użyciu techniki SPD,
- Określenie zmian strukturalnych po zastosowaniu SPD (kształt, wielkość ziaren, struktura dyslokacyjna, typ utworzonych granic),
- Określenie mechanizmu rozdrobnienia struktury stopów Al-Cu,
- Określenie wpływu odkształcenia na wytrzymałość, plastyczność (nadplastyczność) i właściwości fizyczne,
- Ustalenie zależności pomiędzy strukturą, a właściwościami mechanicznymi,
- Określenie mechanizmu odkształcania rozdrobnionej struktury.

Do zrealizowania podjętych celów przeprowadzono badania doświadczalne, które przedstawiono schematycznie na rys.18.

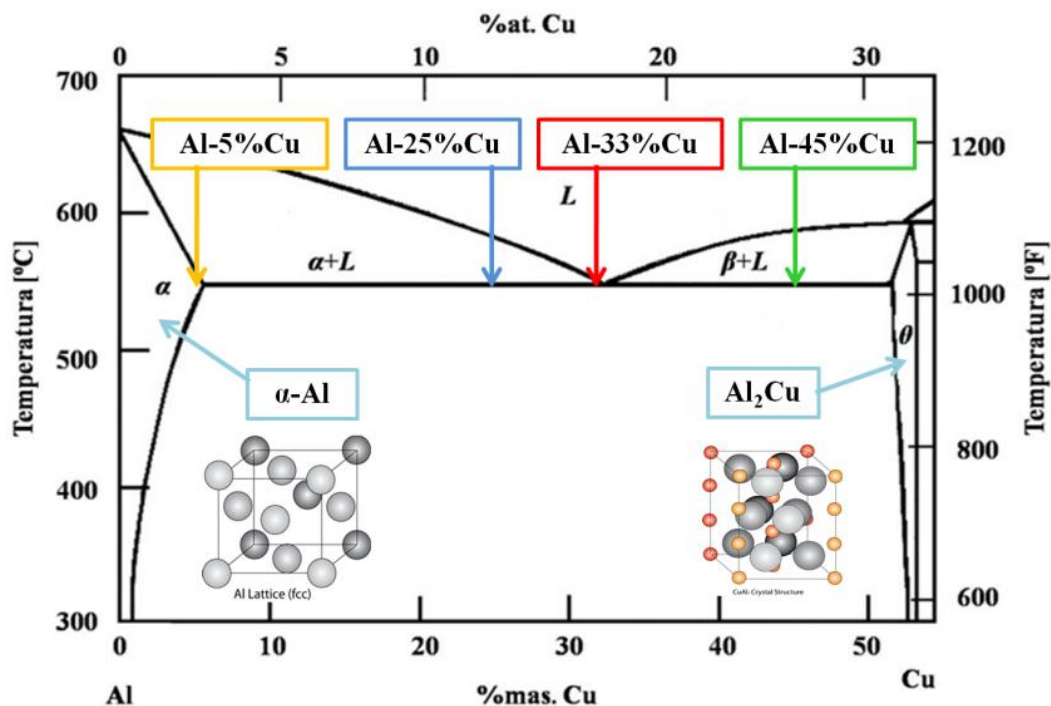


Rys. 18. Plan badań

4. Badania własne

4.1. Materiał do badań

Materiał do badań stanowiły wlewki stopów Al-Cu o składach chemicznych (% masowy): graniczny Al-5%Cu, podeutektyczny Al-25%Cu, eutektyczny Al-33%Cu, nadeutektyczny Al-45%Cu. Na rys. 19 przedstawiono układ równowagi fazowej z zaznaczonymi składami chemicznymi stopów.



Rys. 19. Układ równowagi fazowej Al-Cu

Materiał uzyskano poprzez stopienie materiałów wsadowych w postaci czystego aluminium (99,99%) i czystej miedzi (99,99%) w piecu indukcyjnym Leybold-Heraeus. Po całkowitym roztopieniu materiałów w tyglu, materiał odlewano do formy piaskowej o średnicy 50 mm. Po wystudzeniu wlewków (rys. 20) odcinano ich stopę i głowę a następnie poddawano je toczeniu mechanicznemu do średnicy 49 mm i obcinano na długość 100 mm (rys. 20). Składy chemiczne stopów podano w tabeli 4.

Tabela 4. Skład chemiczny wytworzonych stopów

stop	Al [% mas.]	Cu [% mas.]
Al-5%Cu	94,90	5,10
Al-25%Cu	74,60	25,40
Al-33%Cu	66,81	33,19
Al-45%Cu	55,05	44,95

4.2. Stanowisko do badań SPD

Wlewki w stanie po odlewaniu i toczeniu poddano odkształcaniu SPD. Przykład próbek po odlewaniu i odkształceniu pokazano na rys. 20. Materiał poddawano wyciskaniu na zimno na zmodernizowanym układzie prasy hydraulicznej poziomej KoBo 2,5 MN. Recypient nagrzewano do temp. 150 °C. Proces prowadzono przy stałej wartości kąta obrotu matrycy 8°. Wewnętrzną powierzchnię recypienta oraz matrycę pokrywano środkiem smarnym Lagraf Naftochem. Po upływie 5-8 minut od rozpoczęcia wyciskania następował wypływ prasówki z prędkością ok 10 mm/s. Próbki wyciskano do średnicy 9 mm i 5 mm (stopień przerobu wynosił odpowiednio $\lambda=30$ i $\lambda=98$ obliczony wg zasady stałej objętości (4).

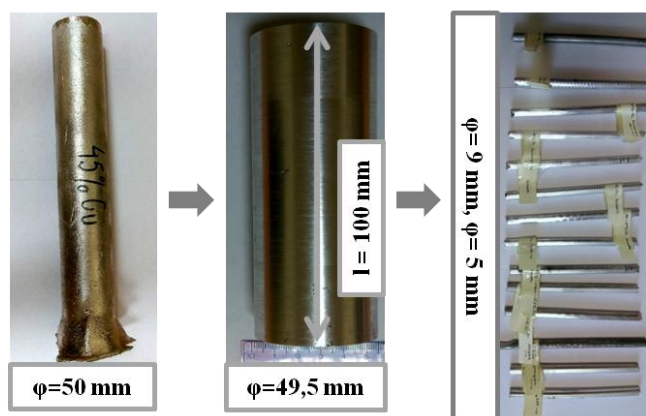
$$V_o = V_k$$

$$l_o \cdot \pi \frac{d_o^2}{4} = l_k \cdot \pi \frac{d_k^2}{4}$$

$$l_o \cdot d_o^2 = l_k \cdot d_k^2 /: l_o d_k^2$$

$$\lambda = \frac{d_o^2}{d_k^2} = \frac{l_k}{l_o} \quad (4)$$

gdzie : V_o – objętość początkowa, V_k – objętość końcowa, l_o – długość początkowa, l_k – długość końcowa, d_o – średnica początkowa, d_k – średnica końcowa



Rys. 20. Przykłady wyglądu próbek: a) odlew, b) wlewki po toczeniu, c) pręty po wyciskaniu

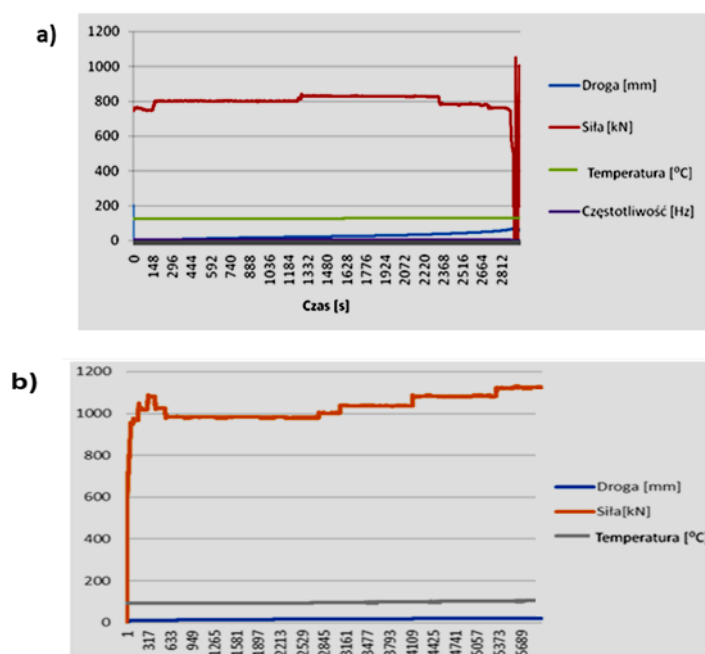
Tabela 5. Parametry zastosowane podczas odkształcania KoBo stopów Al-Cu

Temp. nagrzewania wlewka, °C	-
Temp. nagrzewania recypienta, °C	150
Siła nacisku, kN	750
Kąt obrotu matrycy, °	8
Prędkość wypływu prasówki, mm/s	10
Stopień przerobu λ	30 i 98

Podczas prowadzenia prób wyciskania rejestrowano parametry procesowe przy zastosowaniu oprogramowania WykRys zainstalowanego na komputerze podłączonym do urządzenia. Rejestrację parametrów procesowych rozpoczynano w momencie rozpoczęcia posuwu tłoczyska z jego pozycji stacjonarnej do pozycji roboczej. Rejestrowano następujące parametry procesowe w funkcji czasu wyciskania:

- droga tłoczyska w mm,
- siła w układzie hydraulicznym w kN,
- temperatura nagrzewania recypienta w °C,
- częstotliwość obrotu matrycy w Hz

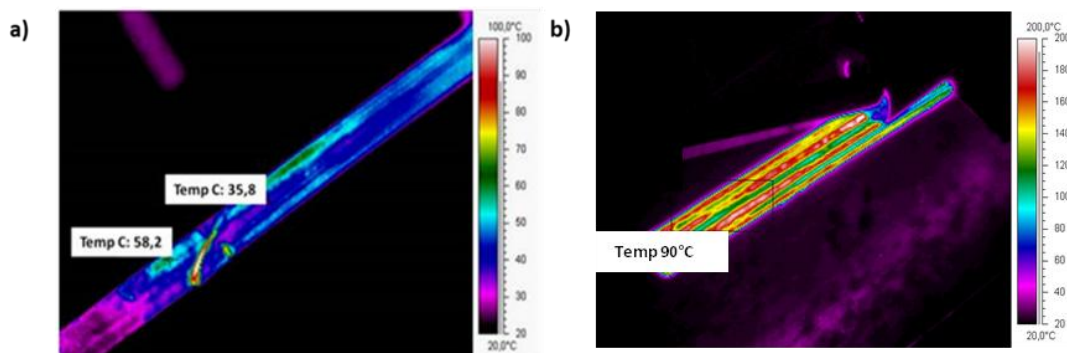
Przykładowe wykresy przedstawiające wybrane wyniki pomiarów zarejestrowanych podczas wyciskania stopów metodą KoBo przedstawiono na rys. 21.



Rys.21. Przykładowe wykresy zarejestrowanych parametrów procesowych podczas wyciskania dla:
a) stopu Al-33%Cu $\lambda=98$ b) stopu Al-45%Cu $\lambda=98$

W trakcie prowadzenia prób wyciskania podjęto dla wybranych próbek próbę rejestracji temperatury wychodzącej z urządzenia prasówki przy zastosowaniu mobilnego systemu termowizyjnego ThermoCam SC640 FlirSystems wraz z oprogramowaniem do analizy termograficznej. Z uwagi na fakt, że prasówka po opuszczeniu matrycy pokonuje jeszcze drogę około 500 mm do momentu wyłonienia się na zewnątrz oraz dodatkowo niską prędkość wyciskania i wysoki współczynnik przewodzenia ciepła badanych materiałów, temperatura wyciśniętych prętów dość szybko się obniżała. Przykłady termogramów dla stopu Al-33%Cu po zastosowaniu metody KoBo pokazano na rys. 22. Badania wykazały wzrost temperatury powierzchni próbek w trakcie procesu odkształcania. Zarejestrowano temp. w zakresie od ok. 36° do 58° dla stopu Al-33%Cu dla stopnia przerobu $\lambda=30$, oraz od ok. 67° do 90° dla stopnia

przerobu $\lambda=98$. Podobne zmiany temperatury obserwowano dla pozostałych stopów. Badania termowizyjne nie ujawniły dużego wzrostu temperatury na powierzchni materiału, niemniej jednak nie można wykluczyć wzrostu temperatury wewnątrz próbki – w obszarach które były intensywnie odkształcane.



Rys.22 Termogram wyciśniętego drutu ze stopu Al-33%Cu a) przy stopniu przerobu $\lambda=30$, b) przy stopniu przerobu $\lambda=98$

4.3. Metodyka badań

W ramach pracy doktorskiej wykorzystane zostały metody badawcze mikrostruktury na różnym stopniu szczegółowości oraz przeprowadzono badania właściwości mechanicznych i fizycznych.

Badania strukturalne

Mikroskopia świetlna

Po pobraniu próbek do badań stopy zostały zainkludowane w materiale przewodzącym. Następnie próbki wyszlifowano na papierach o gradacji 120, 220, 320, 500 i 1200 oraz wypolerowano z użyciem past diamentowych DP- Spray Struers o gradacji 6, 3 i 1 μ m. Próbkę wytrawiono w odczynniku: 5g NaF, 2g NaOH, 93g H₂O. Badania strukturalne wykonano za pomocą mikroskopu świetlnego (LM) firmy Olympus HX51 z automatycznym stolikiem skanującym w osiach X-Y-Z i komputerowym stanowiskiem dokumentacji cyfrowej na bazie kamery DD-12 wspomaganą programem Analysis służącym do analizy obrazu. Wykorzystano techniki obserwacji w polu jasnym i świetle spolaryzowanym.

Mikroskopia skaningowa

Materiał do badań z wykorzystaniem mikroskopu skaningowego stanowiły próbki wcześniej wykorzystane do badań na mikroskopie świetlnym oraz próbki do badań faktograficznych uzyskane po przeprowadzeniu statycznej próby rozciągania, badań nadplastyczności oraz próby ściskania. Badania mikrostruktury przeprowadzono na skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM) HITACHI-3400N wyposażonym w działo elektronowe z włóknem wolframowym przy napięciu przyspieszającym 30 kV. Pomiar kątów dezorientacji pomiędzy sąsiednimi podziarnami/ziarnami wykonano za pomocą

elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM) - PHILIPS XL30 z przystawką do analizy składu chemicznego. Mikroskop jest wyposażony w działo z zimną emisją polową oraz detektor dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD. Do ujawnienia struktury materiału przy wykorzystaniu metody SEM/EBSD zastosowano polerowanie mechaniczne a następnie elektrolityczne. Dodatkowo w oparciu o metodę SEM/EBSD wyznaczono średnią średnicę ziaren. Rozgraniczenie ziarna od podziarna przeprowadzono na podstawie pomiaru kąta dezorientacji. Granicą podziału był kąt wynoszący 15° . W pomiarach średniej średnicy ziarna nie uwzględniano ziaren leżących na obrzeżu obrazu.

Skaningowo Transmisyjna Mikroskopia Elektronowa

Ze stopów Al-Cu poprzez cięcie elektrolityczne odcięto plasterki o grubości ok. 1 mm. Próbki szlifowano na papierach o gradacji ziarna 500 i 1200 do grubości ok. 0,05 mm. Tak przygotowany materiał został poddany ścienianiu elektrolitycznemu za pomocą urządzenia Struers TenuPol-5 w temp. 5°C przy napięciu 40 V. Jako elektrolit użyto: wody destylowanej 90 ml, alkoholu etylowego 730 ml, butylu celulozowego 100 ml, kwasu nadfluorowego 78 ml. Do chłodzenia zastosowano ciekły azot. Po osiągnięciu perforacji cienkie folie zostały wypłukane w wodzie, metanolu i spirytusie, a następnie osuszone. Obserwacji mikrostruktury cienkich folii dokonano na skaningowo transmisyjnym mikroskopie elektronowym (STEM) firmy Hitachi HD-2300A z działem typu FEG, który jest wyposażony w emiter Schotk'ego. Mikroskop pracuje przy napięciu przyspieszającym 200 kV. Badania przeprowadzono w polu jasnym oraz technice ZC kontrast.

Rentgenowska analiza mikrostrukturalna

Rentgenowską analizę fazową przeprowadzono na dyfraktometrze X'Pert³ Powder stosując lampę o anodzie miedzianej ($\lambda_{\text{CuK}\alpha} - 1,5406 \text{ \AA}$) zasilaną prądem o natężeniu 30 mA przy napięciu 40 kV. Zastosowano detektor paskowy PiXcel 1D z monochromatorem. Rejestracji dokonano z krokiem $0,02^\circ$ w zakresie kątowym od 10° do $90^\circ 2\theta$. Badania przeprowadzono na próbkach litych o wymiarach 10 mm x 5 mm. Identyfikacji faz krystalicznych występujących w materiale dokonano przy pomocy bazy danych International Centre for Diffraction Data (ICDD PDF-4+).

Badania właściwości fizycznych

Badania dylatometryczne

Stanowisko do badań dylatometrycznych składa się z: dylatometru, kontrolera TASC, zasilacza, układu chłodzącego, pompy próżniowej oraz komputera posiadającego oprogramowanie do przeprowadzania badania i analizy wyników. Badanie rozszerzalności cieplnej wykonano przy użyciu dylatometru firmy Netzsch model DIL 402C wyposażonego w wysokotemperaturowy piec próżniowy. Dylatometr umożliwia równoczesną rejestrację

zmian długości próbki oraz temperatury w zależności od upływającego czasu. Próbkę badanego materiału w kształcie walca umieszcza się w łożu próbki otoczonym piecem, który podgrzewa próbkę. Zmiany długości próbki przenoszone są przez popychacz i mierzone indukcyjnie przez przetwornik umieszczony w rurze. Badana próbka po zwymiarowaniu zostaje umieszczona na dwóch podstawkach w łożu próbek. Urządzenie automatycznie dociska próbkę przy pomocy popychacza do płytki blokującej. Następnie umieszcza się nośnik próbek w piecu. Po odpompowaniu powietrza z zamkniętej instalacji i ustaleniu przepływu gazu ochronnego rozpoczyna się badanie dylatometryczne. Przed badaniem próbki o średnicy $\varphi=6$ i długości 20 mm zostały odfuszczone. Badanie rozszerzalności cieplnej zostało wykonane w zakresie temperatur od 40 do 400°C z szybkością nagrzewania 5k/min w atmosferze ochronnej argonu. Po zamknięciu pieca odpompowano powietrze z układu i włączono przepływ argonu wynoszący 20ml/min.

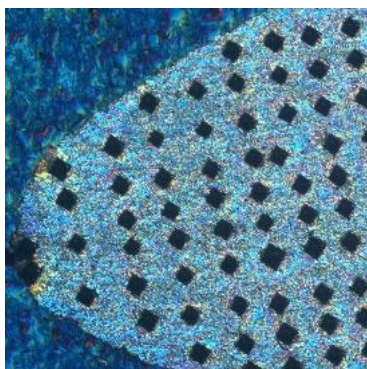
Pomiary konduktywności elektrycznej

Pomiary konduktywności elektrycznej zostały wykonane przy użyciu urządzenia Foerster Sigmatest 2.069. W niniejszej pracy konduktywność podawano w jednostce mS/m – zgodnej z Międzynarodowym Układem Jednostek Miar SI.

Badania właściwości mechanicznych

Pomiary mikrotwardości

Pomiary mikrotwardości przy obciążeniu 0,2 kg. Do wykonania pomiarów użyto urządzenia Future-Tech FM-700. Zastosowano metodę Vickersa. Wykonywano również mapy rozkładu twardości. Przykład wykonanych pomiarów mikrotwardości do stworzenia mapy przedstawiono na rys. 23.



Rys. 23. Przykład próbki po wykonanych pomiarach mikrotwardości $HV_{0,2}$

Statyczna próba ściskania

Statyczną próbę ściskania przeprowadzono na maszynie INSTRON 4469 o głowicy 50 kN i prędkości przesuwu 5 mm/min (rys.24). Próba została wykonana w temperaturze otoczenia na próbkach o średnicy $\varphi = 4$ mm i długości $l = 6$ mm w stanie wyjściowym oraz po odkształcaniu KoBo $\lambda = 30$ i $\lambda = 98$. Dla każdego wariantu realizowano po 3 testy.



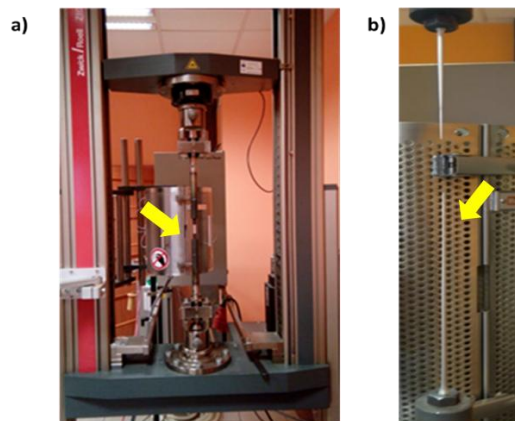
Rys.24. Przykładowy obraz próbki przygotowanej do przeprowadzenia statycznej próby ściskania

Statyczna próba rozciągania

Statyczną próbę rozciągania przeprowadzono na prętach o średnicy $\varphi=5\text{mm}$ oraz długości pomiarowej $l=70\text{ mm}$. Użyto maszyny wytrzymałościowej firmy INSTRON 4505/5500. Próby przeprowadzono dla próbek w stanie po odlaniu oraz odkształcaniu KoBo $\lambda=30$ i $\lambda=98$. Próby prowadzono w temperaturze otoczenia dla wszystkich założonych w pracy stopów.

Badania nadplastyczności

Badania nadplastyczności zostały wykonane na maszynie Zwick/Roell Z100 (rys.25). Próby zostały przeprowadzone w temperaturze 300 °C i 400 °C na prętach o średnicy $\varphi=5\text{mm}$ oraz długości pomiarowej $l = 70\text{ mm}$. Zastosowano prędkość odkształcania $0,0001\text{s}^{-1}$. Próby przeprowadzono dla każdego z badanych w pracy składu chemicznego w stanie po odlaniu oraz odkształcaniu KoBo $\lambda=30$ i $\lambda=98$. Dla każdego wariantu realizowano po 3 testy.



Rys. 25. Przykład: a) próbki w maszynie wytrzymałościowej, b) próbki po odkształceniu

5. Wyniki badań

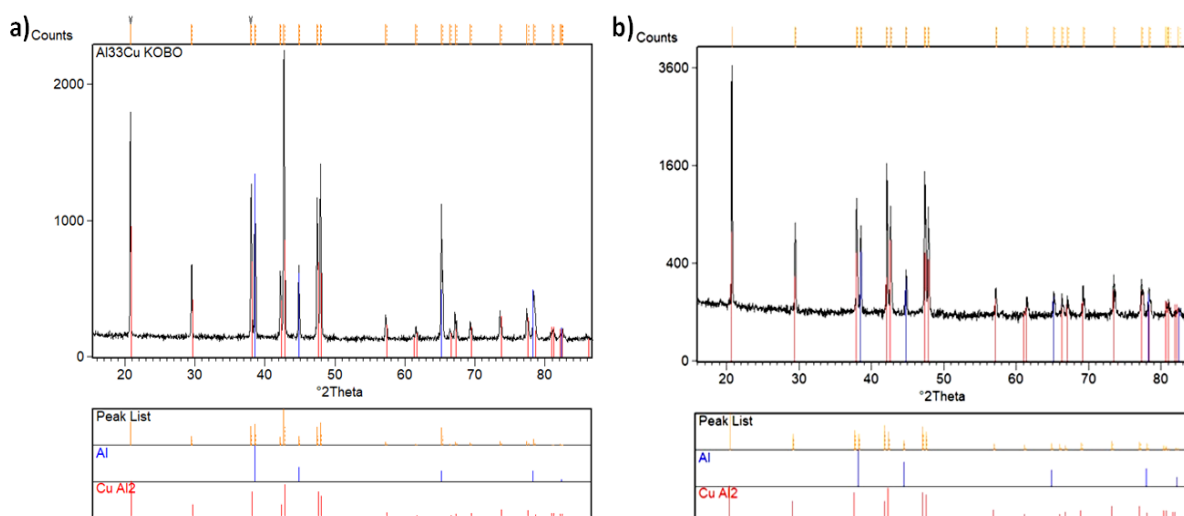
5.1. Charakterystyka stopów Al-Cu po odlaniu

Makrostruktura stopów Al-Cu analizowana na przekrojach poprzecznych nie wykazuje nieciągłości wewnętrznych. Przykładowy obraz makrostruktury stopu Al-33%Cu przedstawiono na rys. 26.



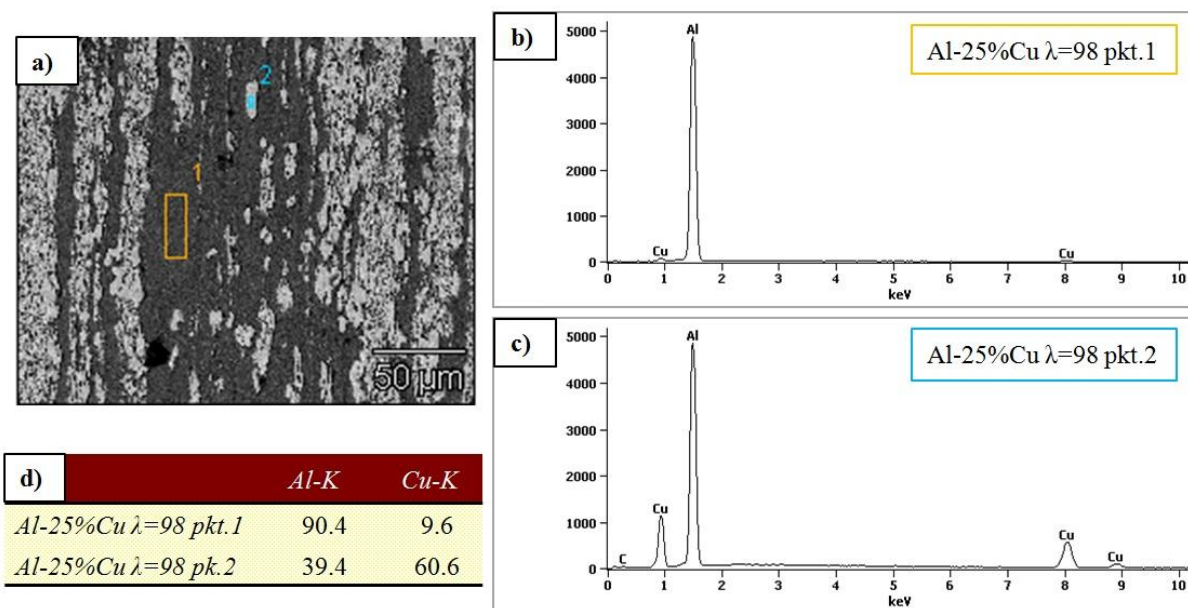
Rys. 26. Makrostruktura stopu Al-33%Cu

Analiza widm XRD wskazuje na to, iż mikrostruktura stopów zarówno po odlaniu jak i odkształceniu KoBo składa się z roztworu stałego fazy fcc- α Al i fazy międzymetalicznej (C16) Al_2Cu . Zawartość fazy Al_2Cu zwiększa się wraz ze wzrostem zawartości Cu. Przykładowy dyfraktogram dla stopu Al-33%Cu i Al-45%Cu przedstawiono na rys. 27.

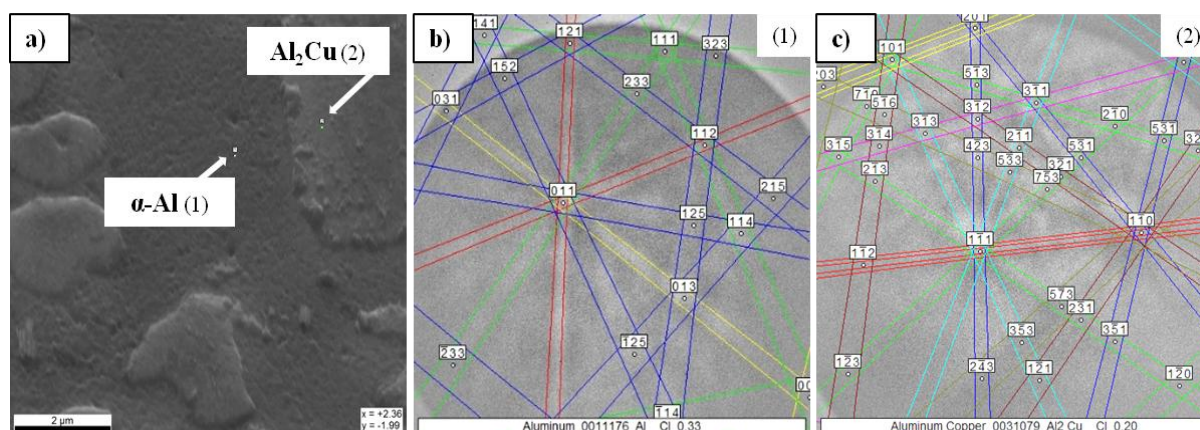


Rys. 27. Dyfraktogram rentgenowski stopu a) Al-33%Cu po odkształceniu KoBo $\lambda=98$, Al-45%Cu po odkształceniu KoBo $\lambda=98$

Analizy składu chemicznego stopów dokonano metodą SEM/EDS. Przykład analizy pokazano na rys. 28. Analizy składu fazowego dokonano również z zastosowaniem elektronowego mikroskopu skaningowego przy wykorzystaniu metody EBSD. Przykładowy obraz mikrostruktury stopu Al-25%Cu wraz z rozwiązaniem dyfrakcji Kikuchi'ego przedstawiono na rys. 29.



Rys. 28. a) Mikrostruktura stopu Al-25%Cu, b-d,) analiza punktowa stężenia pierwiastków Al i Cu w stopie Al-25%Cu λ=98

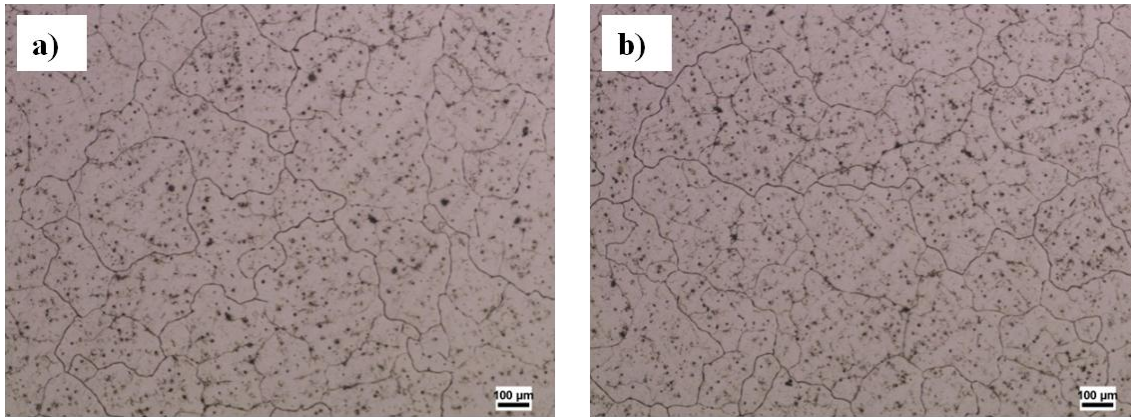


Rys.29. a) Mikrostruktura stopu Al-25%Cu z zaznaczonymi punktami analizy 1 i 2, b,c) rozwiązanie dyfrakcji Kikuchi'ego z zaznaczonych miejsc 1 i 2 na rys. a.

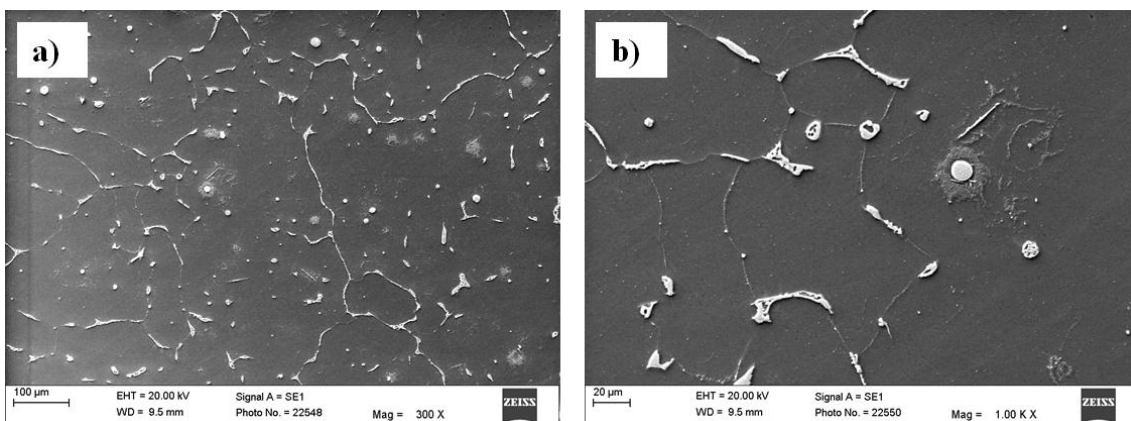
Stop Al-5%Cu

Za pomocą badań LM wykazano, że zarówno w środku próbek jak i na brzegach struktura stopu była porównywalna (rys. 30). Mikrostrukturę stopu w stanie po odlewaniu obserwowano przy użyciu LM i SEM (rys. 30-32). Ponieważ ilość Cu w stopie Al-Cu jest wyższa niż maksymalna rozpuszczalność Cu w Al to w przypadku składu granicznego, dodatkowa (nadmiarowa) ilość Cu utworzy fazę Al_2Cu . Faza $\alpha\text{-Al}$ o niższej średniej liczbie atomowej (duża zawartość Al) jest ciemniejsza, natomiast faza Al_2Cu jest jaśniejsza na obrazach uzyskanych z wykorzystaniem SEM (rys.31). W mikrostrukturze widoczne były stosunkowo duże wydzielania fazy Al_2Cu usytuowane wzdłuż granic dendrytycznych tworzących z fazą $\alpha\text{-Al}$ obszary eutektyczne (rys. 31a). Ponadto w osnowie $\alpha\text{-Al}$ wyróżniono

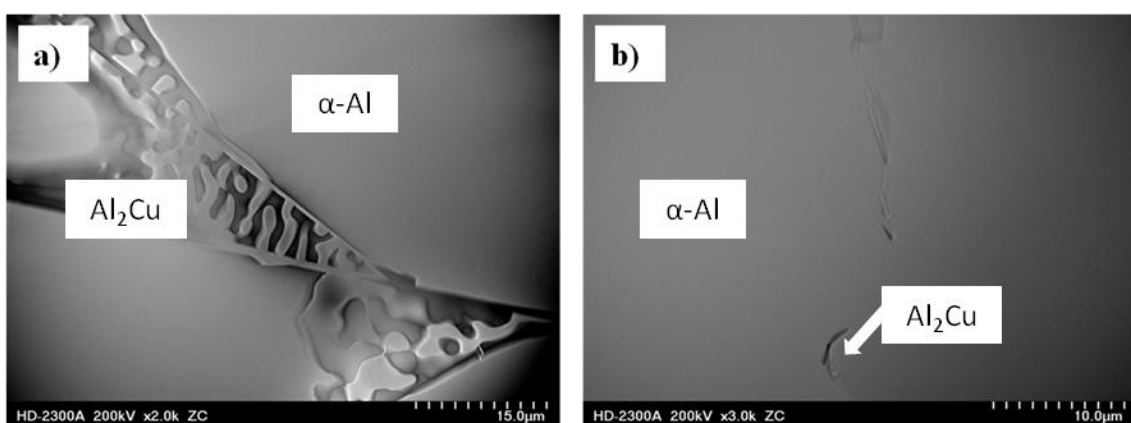
drobne wydzielenia fazy Al_2Cu w kształcie igieł, a także wydzielenia równoosiowe (rys. 31 b). Na podstawie badań STEM ujawniono obecność fazy $\alpha\text{-Al}$ i Al_2Cu . Nie stwierdzono defektów liniowych w postaci dyslokacji. Obszary eutektyczne cechowały się nieregularną budową (rys. 32).



Rys. 30. Mikrostruktura stopu Al-5\%Cu po odlaniu, przekrój poprzeczny:
a) środek próbki, b) brzeg próbki



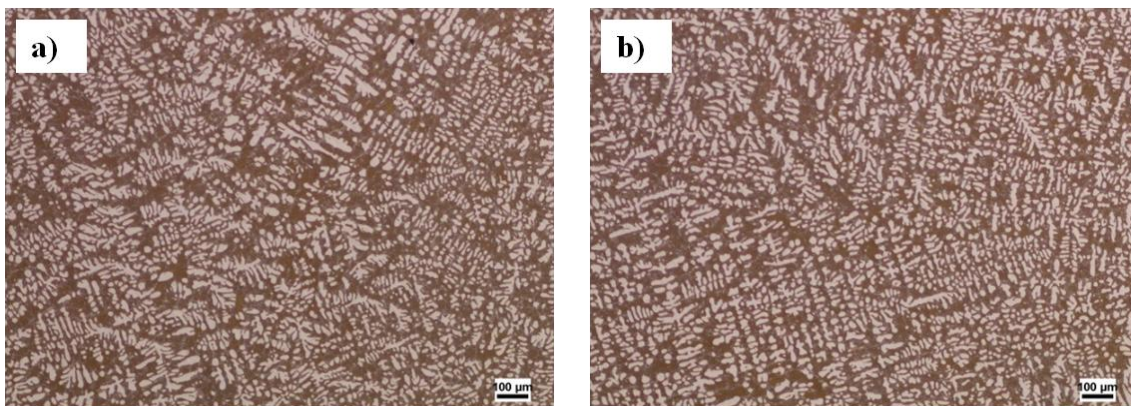
Rys. 31. a-b) Mikrostruktura stopu Al-5\%Cu po odlaniu, przekrój poprzeczny



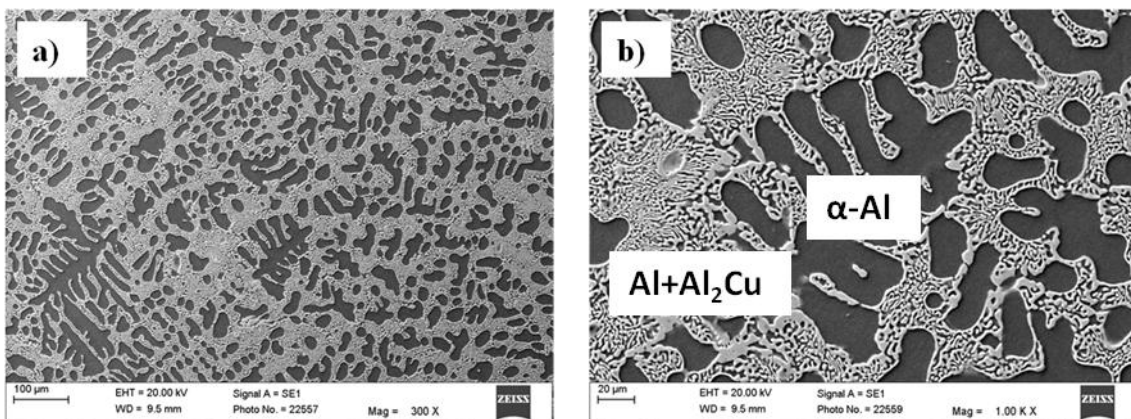
Rys. 32. a-b) Mikrostruktura stopu Al-5\%Cu po odlaniu

Stop Al-25%Cu

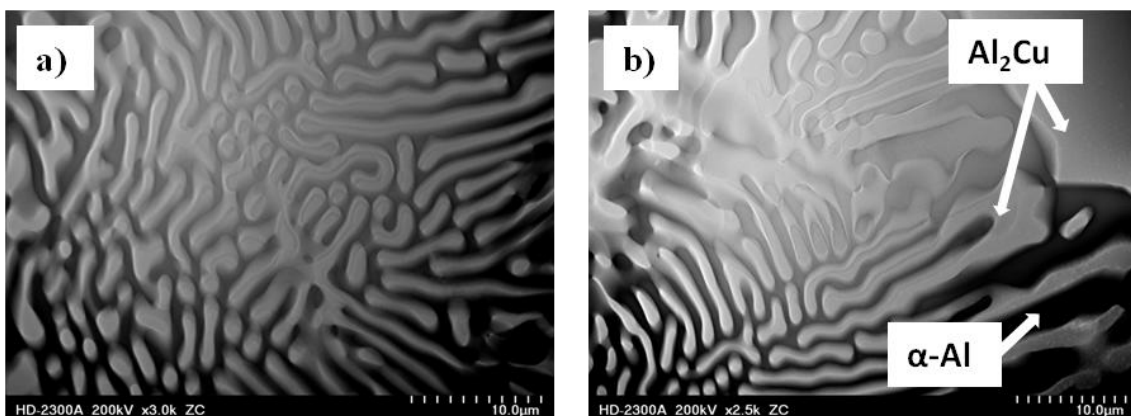
Na rys. 33 przedstawiono mikrostrukturę stopu Al-25%Cu obserwowaną z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego przy brzegu oraz w środku odlewu. Nie stwierdzono wyraźnych różnic w strukturze materiału. W stopie podeutektycznym Al-25%Cu obserwowano dendryty fazy α -Al. Pomędzy ramionami dendrytów widoczne były obszary eutektyczne składające się z fazy α -Al i fazy Θ -Al₂Cu (rys. 34). Na podstawie badań STEM (rys. 35) stwierdzono, że w obszarach eutektycznych szerokość płytek fazy α -Al wynosi ok. 0,74 μ m, a fazy Al₂Cu -1,33 μ m.



Rys. 33. a-b) Mikrostruktura stopu Al-25%Cu: a) środek próbki, b) brzeg próbki



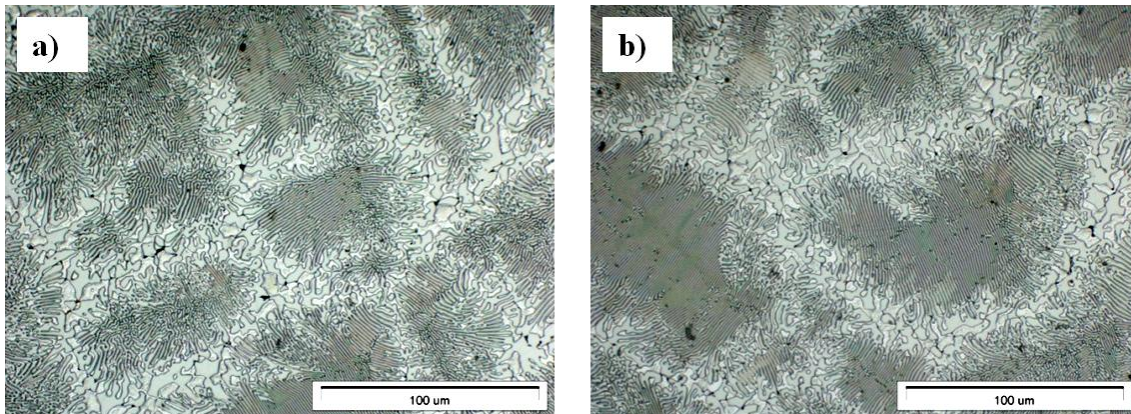
Rys. 34. a-b) Mikrostruktura stopu Al-25%Cu w stanie po odlewaniu



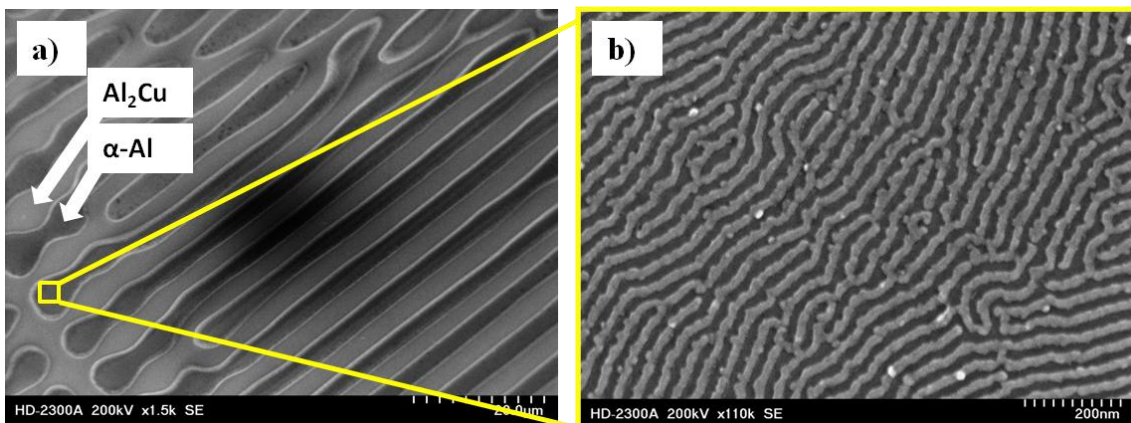
Rys. 35. a-b) Mikrostruktura stopu Al-25%Cu w stanie po odlewaniu

Stop Al-33%Cu

Na rys. 36 przedstawiono mikrostrukturę stopu eutektycznego z wyraźnymi koloniami eutektycznymi o budowie lamelarniej (płytkowej) składającej się z naprzemiennych układów fazy θ -Al₂Cu i osnowy α -Al. Szczegółowe badania z wykorzystaniem mikroskopu STEM (rys.37) wskazują obecność eutektyki wtórnej w osnowie fazy α -Al. Szerokość płytek fazy Al₂Cu w eutektyce pierwotnej wynosi ok. 4,5 μ m, natomiast w eutektyce wtórnej ok. 0,02 μ m.



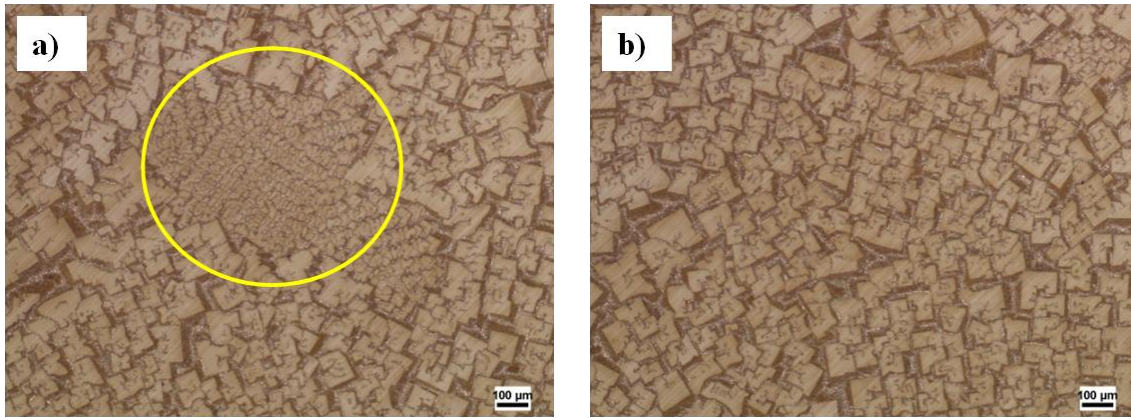
Rys. 36. a-b) Mikrostruktura stopu Al-33%Cu: a) środek próbki, b) brzeg próbki



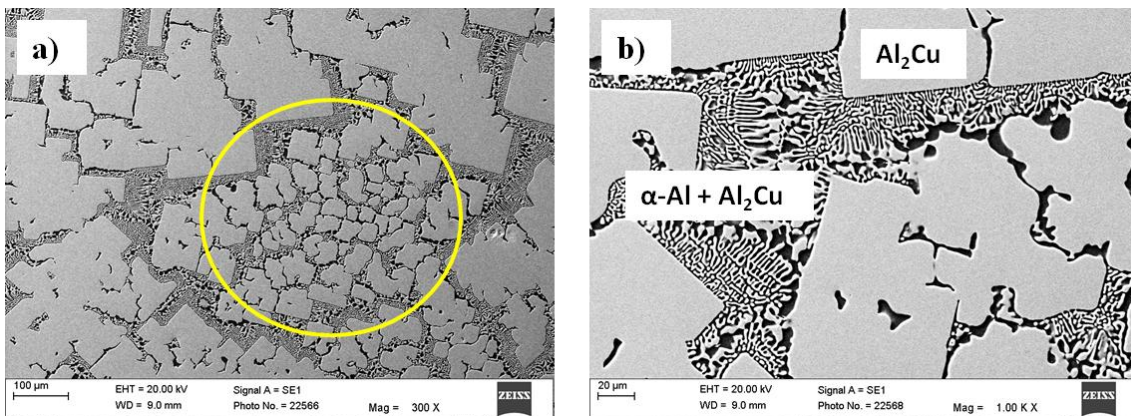
Rys. 37. a-b) Mikrostruktura stopu Al-33%Cu w stanie po odlewaniu: a) eutektyka pierwotna, b) eutektyka wtórna

Stop Al-45%Cu

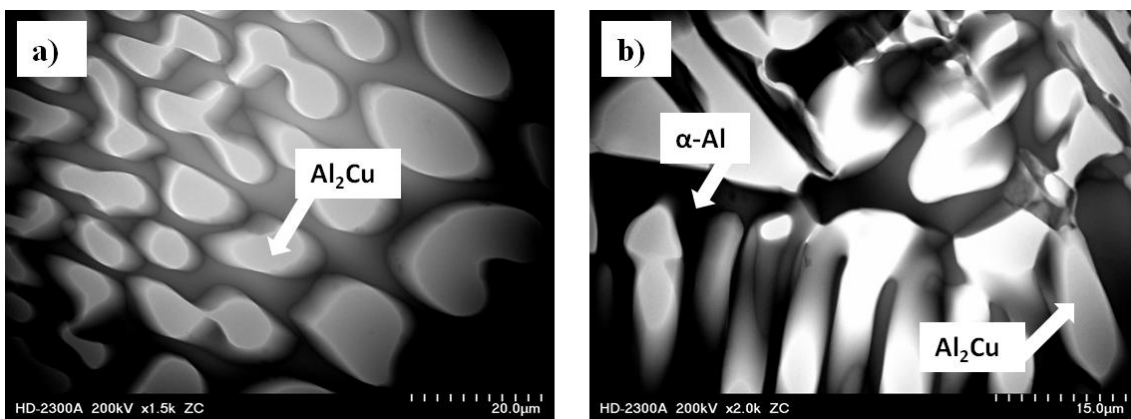
Mikrostruktura stopu nadeutektycznego (rys. 38) charakteryzuje się występowaniem dendrytów roztworu stałego α -Al oraz fazy Θ -Al₂Cu. Faza Θ -Al₂Cu przybiera kształt prostokątno-rombowy o średniej wielkości powyżej 200 μ m. Lokalnie występują skupiska fazy Al₂Cu o znacznie mniejszych rozmiarach (rys. 38 a i rys. 39 a). Obszary eutektyczne cechują się nieregularnymi kształtami (rys. 39b i rys. 40).



Rys. 38. a-b) Mikrostruktura stopu Al-45%Cu: a) środek próbki, b) brzeg próbki



Rys. 39. a-b) Mikrostruktura stopu Al-45%Cu w stanie po odlewaniu



Rys. 40. a-b) Mikrostruktura stopu Al-45%Cu w stanie po odlewaniu

Na próbkach po odlewaniu zbadano twardość $HV_{0,2}$ oraz konduktywność elektryczną, wyniki zamieszczono w tabeli 6. Na podstawie przeprowadzonych badań wykazano, że w stopach, wraz ze wzrostem zawartości fazy międzymetalicznej dochodzi do wzrostu twardości. W przypadku stopu Al-45%Cu twardość rośnie ponad dwa trzy w porównaniu do stopu Al-5%Cu. Jednocześnie spada konduktywność elektryczna, która dla stopu Al-5%Cu, Al-25%Cu i Al-33%Cu wynosi ponad 20 mS/m w przypadku stopu Al-45%Cu spada do wartości ok. 16 mS/m.

Tabela 6. Wyniki twardości oraz konduktywności elektrycznej na odlewach

stopy	HV0,2	γ [mS/m]
Al-5%Cu	50	24,58
Al-25%Cu	120	23,80
Al-33%Cu	67	21,90
Al-45%Cu	177	16,85

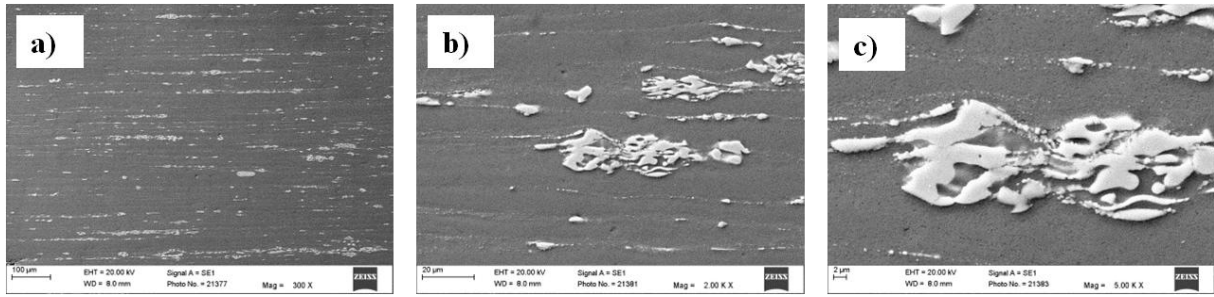
5.2. Charakterystyka mikrostruktury stopów Al-Cu odkształczanych metodą KoBo

Mikrostruktura stopu Al-5%Cu

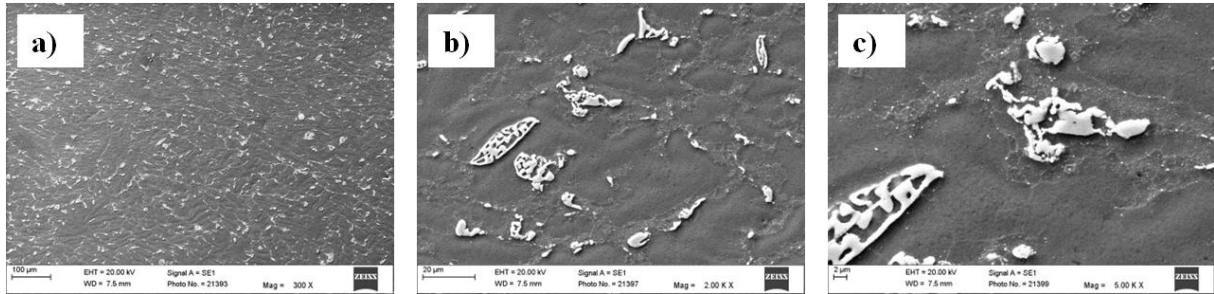
Na przekroju wzdłużnym (rys. 41a) widać pasmową strukturę materiału typową dla materiału wyciskanego. Na rys. 41-44 przedstawiono mikrostrukturę stopu Al-5%Cu po odkształcaniu KoBo. W mikrostrukturze próbek pobranych z przekroju poprzecznego widoczne są efekty odkształcania w postaci zdeformowanych obszarów dendrytycznych (rys. 42 a). Przy zastosowaniu większych powiększeń (rys. 41 b-c, rys. 42 b-c) widać, że faza międzymetaliczna ma nieregularny kształt, ponadto widoczne są bardzo drobne wydzielения fazy międzymetalicznej. Zastosowanie większego stopnia przerobu (rys. 43-44) nie wpływa istotnie na zmianę struktury. Trudno na tym stopniu szczegółowości stwierdzić różnicę w rozdrobnieniu struktury. Badania struktury z wykorzystaniem techniki SEM/EBSD przedstawiono na rys. 45. Stop Al-5%Cu po odkształceniu KoBo zawiera fazy międzymetaliczne (zielony obszar widoczny na mapach EBSD), które są rozmieszczone losowo w matrycy α -Al. Analiza SEM/EBSD wykazała dwa rodzaje wydzieleni faz Al_2Cu : małe, kuliste wydzielения oraz sporadycznie obserwowane, podobne do tych przedstawionych na obrazach SEM (rys. 41-44), wydzielения masywne o nieregularnych kształtach. Wyraźnie wyróżnia się pasmowa struktura na przekroju wzdłużnym świadcząca o zastosowaniu dużego odkształcenia (rys. 45a, d). Brak masywnych wydzieleni o nieregularnych kształtach (rys. 45 a) (w przeciwieństwie do obserwowanych na rys. 45 d) może świadczyć o tym, że w analizowanych mikroobszarach nie występowały duże wydzielения. Charakterystyczna struktura włóknista widoczna na przekroju wzdłużnym badanych próbek jest wynikiem procesu wyciskania KoBo. O ile nie następuje wyraźna zmiana orientacji krystalograficznej w obrębie fazy α -Al, tak w obszarach fazy Al_2Cu dochodzi do rozdrobnienia (rys. 45 b-c). Zróżnicowana kolorystyka w obrębie fazy z Al_2Cu (rys. 45 c) wskazuje na przypadkową orientację powstałych ziaren. Wzrost odkształcenia (wzrost stopnia przerobu λ) wprowadza zauważalne zmiany w mikrostrukturze stopu. Mianowicie, wraz ze wzrostem odkształcenia następuje rozdrobnienie fazy α -Al (rys. 45 d-f). Widać to szczególnie wyraźnie w mikrostrukturze uzyskanej przy dużych powiększeniach

(rys. 45 f). Faza Al_2Cu jest również rozdrabniana pod wpływem odkształcenia (rys. 45 e,f). Potwierdzeniem przeprowadzonej analizy są również badania ilościowe uzyskane przy użyciu SEM/EBSD (rys. 46-47). Średnia średnica ziaren fazy $\alpha\text{-Al}$ maleje ze wzrostem odkształcenia od $12,65\ \mu\text{m}$ do $2,72\ \mu\text{m}$ odpowiednio dla $\lambda=30$ i $\lambda=98$. Podobne zmiany w rozdrobnieniu struktury zauważono dla fazy Al_2Cu . W tym przypadku średnia średnica ziaren maleje od $4,83\ \mu\text{m}$ do $2,59\ \mu\text{m}$ (rys. 46). Średnia dezorientacja dla fazy $\alpha\text{-Al}$ wynosi $22,6^\circ$ oraz $5,7^\circ$ dla fazy Al_2Cu (rys.47). Badania tekstury materiałów odkształcanych KoBo wykonano za pomocą techniki EBSD. Uzyskane techniką EBSD obrazy przedstawiają lokalną teksturę materiału i nie jest to ujęcie globalne (rys. 48). Badania wykonano na przekroju wzdłużnym z uwzględnieniem głównego kierunku odkształcania w pobliżu połowy grubości próbek. Wyznaczone za pomocą techniki EBSD figury biegunowe ujawniły obecność kilku rodzajów tekstury. We wszystkich niemal przypadkach na figurach biegunowych $\{001\}$ zauważalne jest grupowanie się punktów przy czym rozkład gęstości biegunów pochodzących od płaszczyzn z określonego typu na powierzchni rzutu stereograficznego jest niejednorodny. W stopie Al-5\%Cu tekstura jest obserwowana dla fazy $\alpha\text{-Al}$ natomiast ziarna fazy Al_2Cu są niemal zorientowane przypadkowo. Brak wyraźnej tekstury od fazy Al_2Cu może świadczyć o małym udziale tej fazy w objętości materiału.

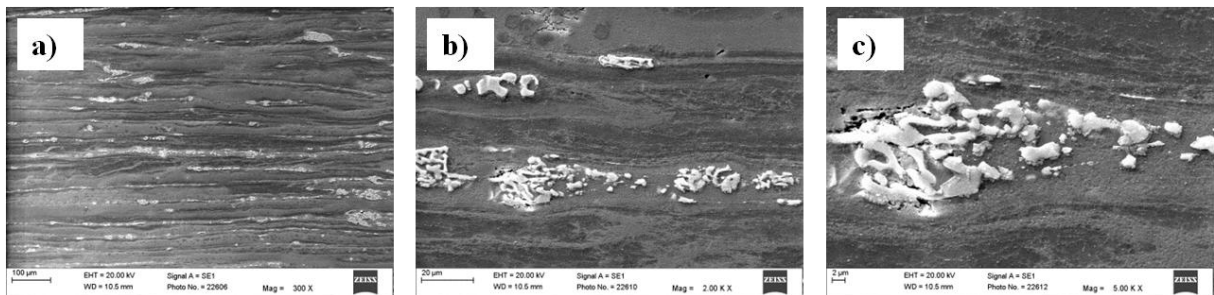
Mikrostrukturę stopu Al-5\%Cu po odkształceniu SPD, analizowaną z wykorzystaniem STEM przedstawiono na rys. 49-50. Zauważono, że widoczne małe cząstki Al_2Cu są skutecznymi barierami dla ruchu dyslokacji (rys. 49-50). Ponadto wewnątrz fazy $\alpha\text{-Al}$ tworzą się granice podziaren (rys.49 a, b, 50 a, b). Nie stwierdzono istotnych różnic w rozwoju struktury dyslokacyjnej oraz zmian w oddziaływaniu między dyslokacjami, a wydzieleniami fazy Al_2Cu ze wzrostem λ . Zasadniczo, badania STEM ujawniły obecność splotów dyslokacji (rys. 49 a, b, 50 a) oraz efekty działającego mechanizmu Orowana związanego ze wzajemnym oddziaływaniem dyslokacji i wydzieleni.



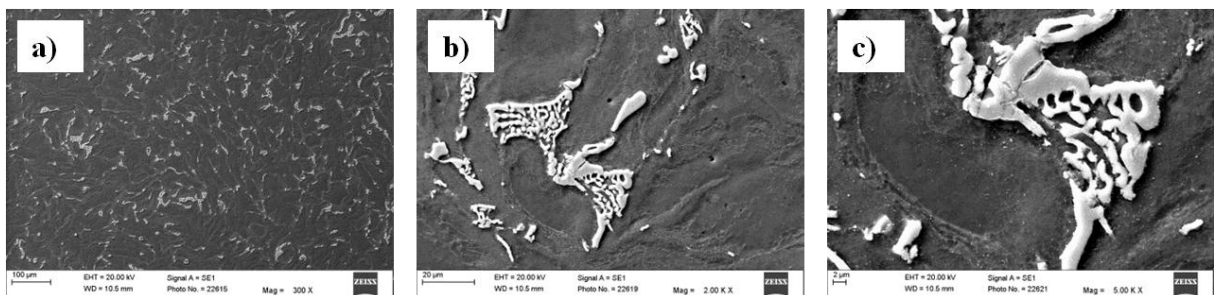
Rys. 41. a-c) Mikrostruktura przekroju wzdłużnego stopu Al-5%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



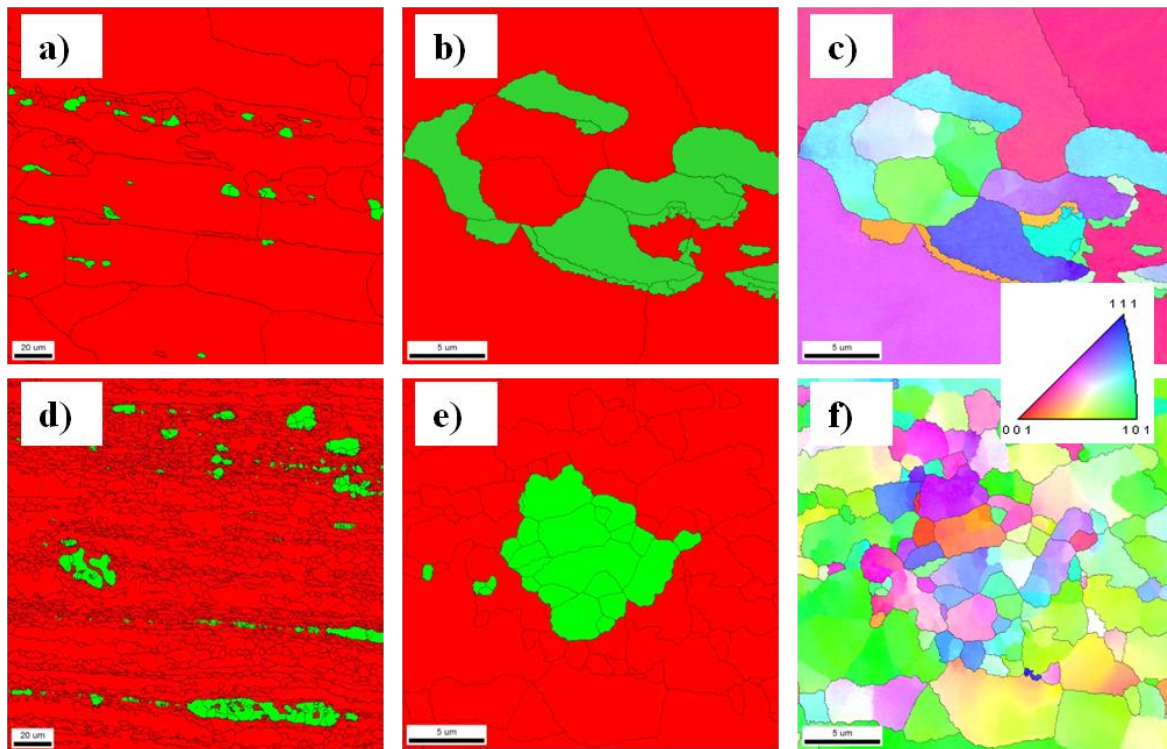
Rys. 42. a-c) Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-5%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



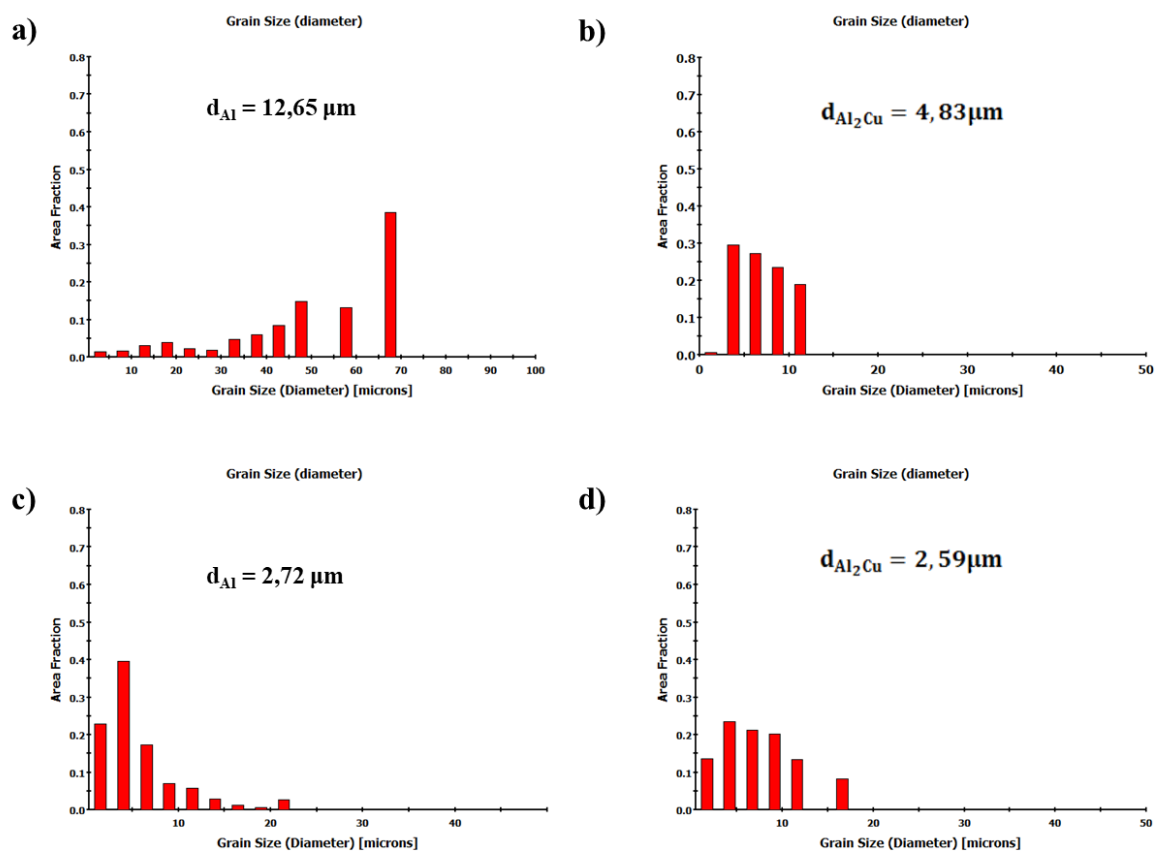
Rys. 43. a-c) Mikrostruktura przekroju wzdłużnego stopu Al-5%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$



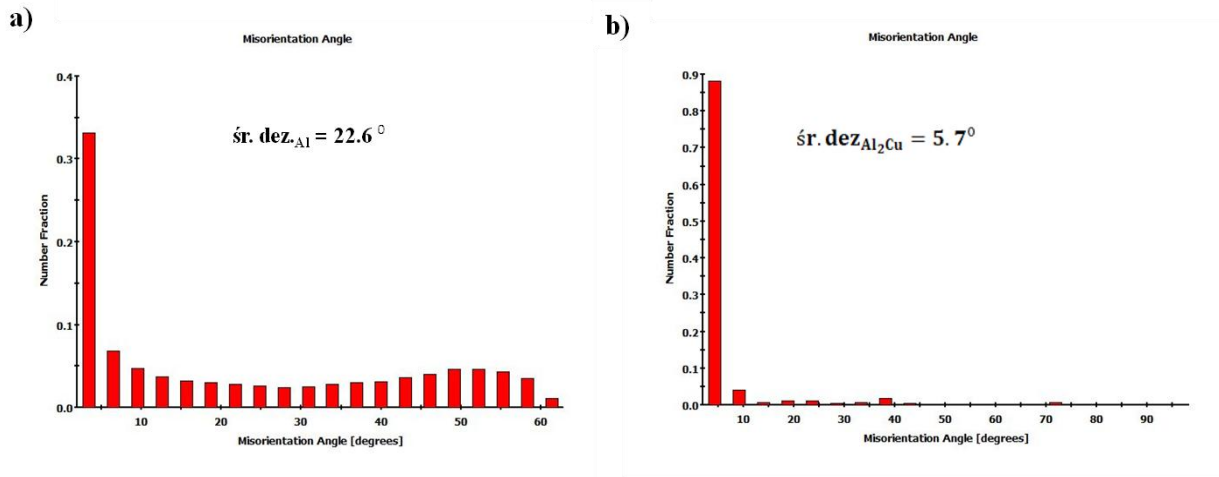
Rys. 44. a-c) Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-5%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$



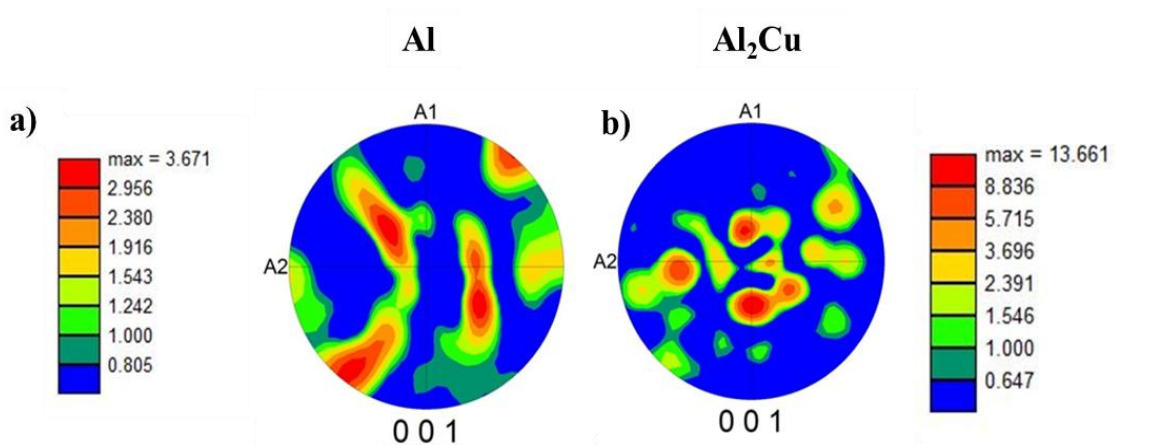
Rys. 45. Analiza EBSD a-c) przekroju wzdłużnego stopu Al-5%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, d-f) przekroju wzdłużnego stopu Al-5%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



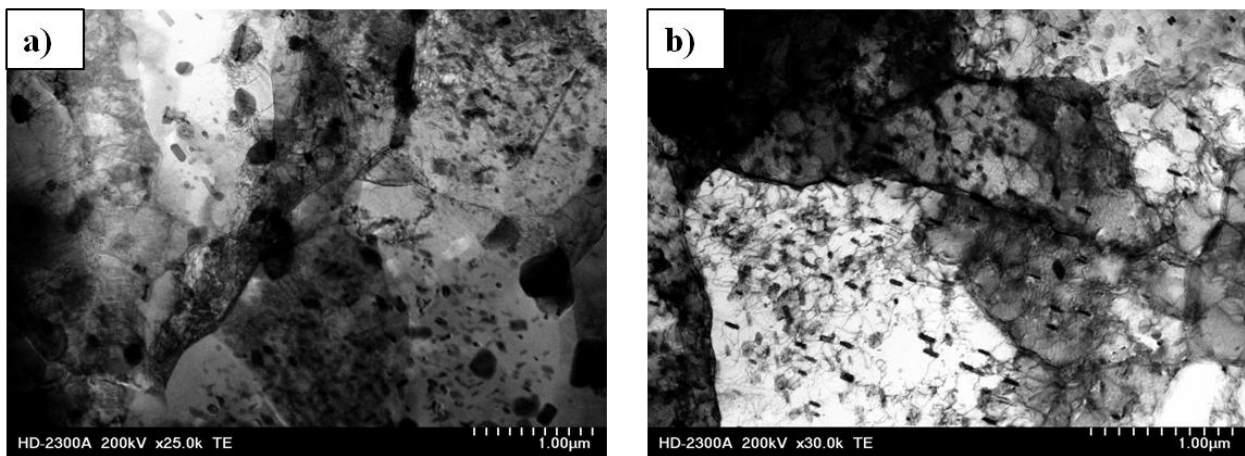
Rys. 46. Rozkład wielkości ziarna stopu Al-5%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu: a) $\lambda=30$, b) $\lambda=98$



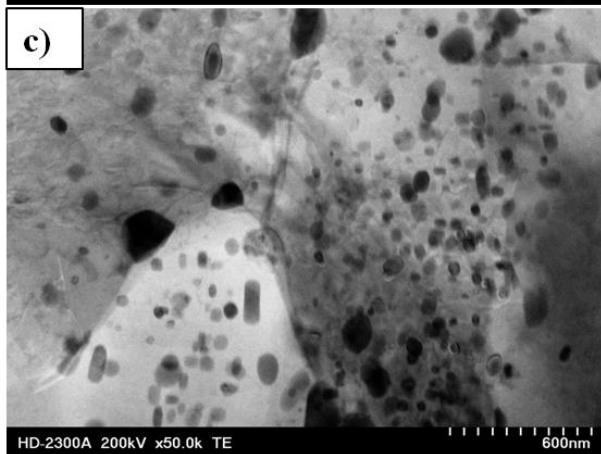
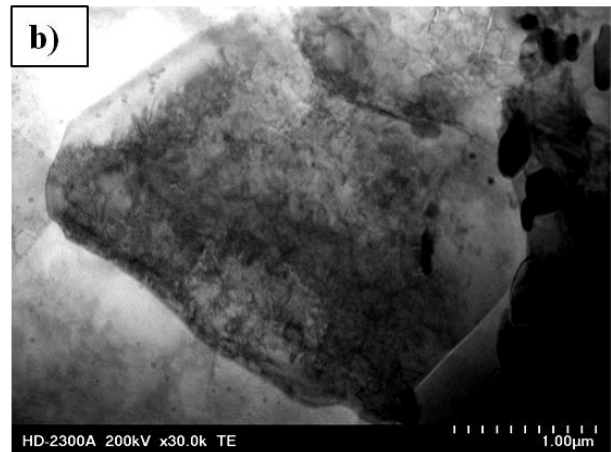
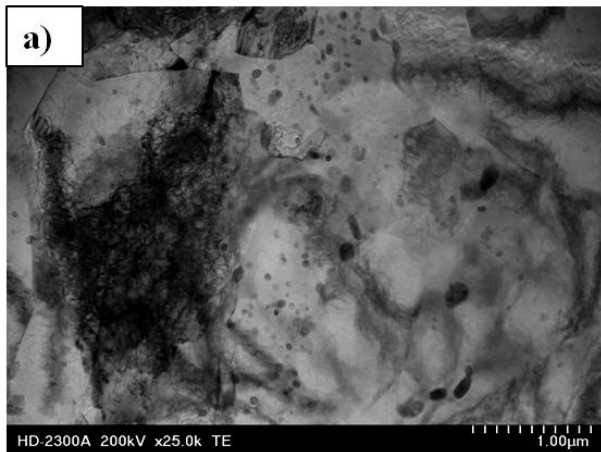
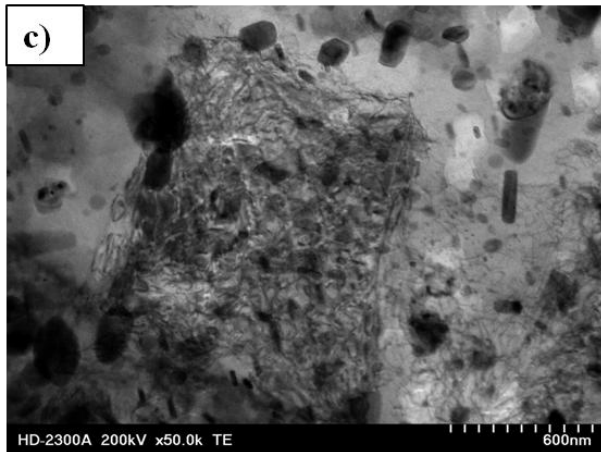
Rys. 47. Rozkład kątów dezorientacji ziaren w stopie Al-5%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$



Rys. 48. Mapa zmian orientacji krystalograficznej stopu Al-5%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$



Rys. 49 a-c). Mikrostruktura stopu Al-5%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



Rys. 50 a-c) Mikrostruktura stopu Al-5%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$

Mikrostruktura stopu Al-25%Cu

Na rys. 51-54 pokazano mikrostrukturę stopu Al-25%Cu po odkształceniu KoBo. W tym przypadku dochodzi do widocznego rozdrobnienia struktury w porównaniu ze stanem wyjściowym (rys. 33-34). Faza międzymetaliczna ulega rozdrobnieniu i przybiera bardziej równoosiowy kształt (rys. 52). Efekty rozdrobnienia widać również na przekroju wzdłużnym (rys. 51). Materiał zachowuje pasmową strukturę zgodnie z kierunkiem odkształcenia. W stopie Al-25%Cu proces deformacji wiąże się z rozdrobnieniem i dystrybucją fazy α -Al oraz fazy Al_2Cu . Na podstawie przeprowadzonych badań mikrostruktury wykazano, że struktura po odkształceniu KoBo przy $\lambda=30$ nie jest całkowicie rozdrobniona. Dość często

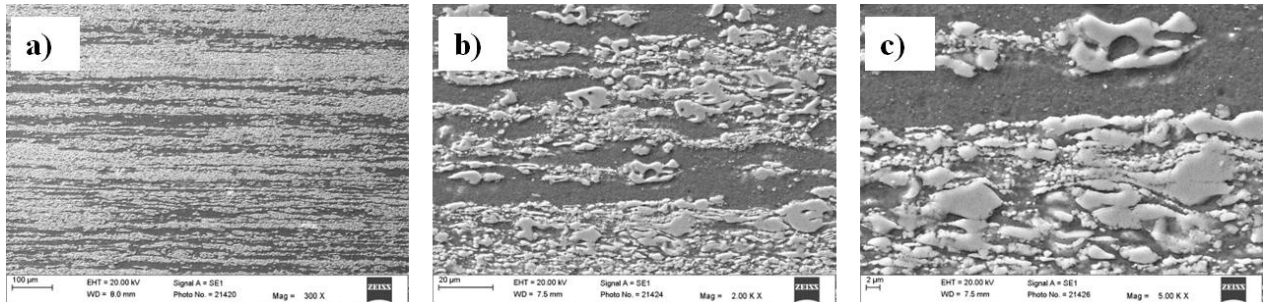
obserwuje się masywne mikroobszary fazy Al_2Cu (rys. 51 c, 52 c). Natomiast mikrostruktura stopu Al-25%Cu po $\lambda=98$ ulega znacznej redystrybucji, a faza Al_2Cu charakteryzuje się bardziej równoosiowym kształtem w porównaniu do odkształcenia $\lambda=30$ (rys. 53 a,c, 54 a,c). Z tego względu mikrostruktura faz $\alpha\text{-Al}$ i Al_2Cu jest znacznie bardziej jednorodna w porównaniu z mikrostrukturą obserwowaną dla stopu odkształconego przy $\lambda=30$.

Na podstawie badań SEM/EBSD wykazano, że wzrost stopnia odkształcenia (wzrost λ) wpływa na rozdrobnienie zarówno fazy Al_2Cu , jak i rozdrobnienie fazy $\alpha\text{-Al}$ poprzez utworzenie wielu granic ziaren/podziaren (rys. 55). Szczegółowe dane ilościowe przedstawione na rys. 56-57 wskazują na stopniowe rozdrobnienie stopu ze wzrostem odkształcenia, co przejawia się wzrostem średniej dezorientacji ziaren a także zmniejszeniem wielkości ziaren obu faz. Na rys. 56 przedstawiono rozkład wielkości ziaren. Ze wzrostem odkształcenia maleje średnia średnica ziaren fazy $\alpha\text{-Al}$ z $4,07\ \mu\text{m}$ do $2,39\ \mu\text{m}$. Maleje również średnia średnica ziarna fazy Al_2Cu z $3,64\ \mu\text{m}$ do $2,37\ \mu\text{m}$. Rozdrobnienie fazy Al_2Cu zachodzi intensywniej w porównaniu z fazą $\alpha\text{-Al}$. Średni kąt dezorientacji fazy $\alpha\text{-Al}$ po odkształceniu $\lambda=30$ i $\lambda=98$ jest porównywalny (rys. 57 a, c). Natomiast w przypadku faz Al_2Cu rośnie z $15,4^\circ$ do $25,5^\circ$ (rys. 57 b, d). Z rozkładów kątów dezorientacji wynika, że mimo iż faza $\alpha\text{-Al}$ i Al_2Cu cechują się dużymi kątami dezorientacji (granice szerokokątowe), to frakcja granic wąskokątowych wynosi ok. 50% dla $\alpha\text{-Al}$ oraz 60% Al_2Cu przy $\lambda=98$.

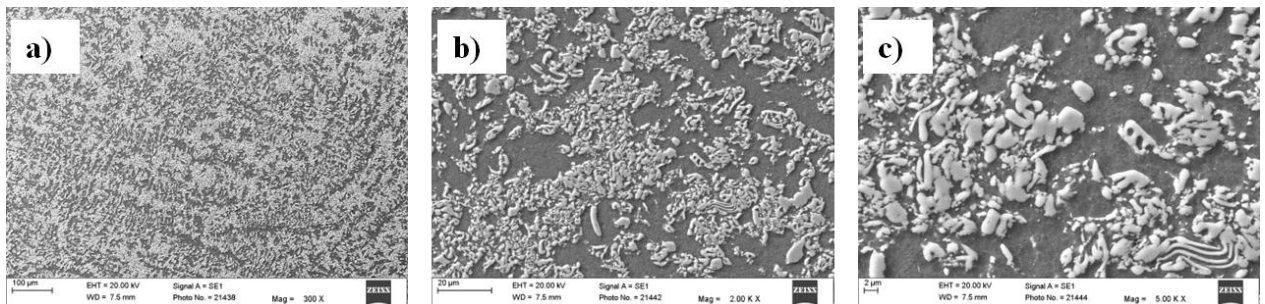
W przypadku stopu Al-25%Cu zarówno ziarna fazy $\alpha\text{-Al}$ jak i Al_2Cu odznaczają się uprzywilejowaną orientacją. Wysokie wartości maximów intensywności tekstury po odkształceniu $\lambda=30$ dla fazy Al_2Cu oznacza uprzywilejowaną orientację ziaren dookoła jednego kierunku krystalograficznego. Ze wzrostem odkształcenia wartości maximów intensywności tekstury są mniejsze, co może świadczyć o większej przypadkowości orientacji krystalitów (rys.58).

Szczegółowe badania z wykorzystaniem STEM (rys. 59, 60) wykazały, że ziarna fazy $\alpha\text{-Al}$ posiadają dużą gęstość dyslokacji, szczególnie w obszarach, w których zaobserwowano małe cząstki fazy Al_2Cu (rys. 59 a-c). W obszarach $\alpha\text{-Al}$, gdzie małe cząstki fazy Al_2Cu nie są widoczne, gęstość dyslokacji jest niewielka (rys. 59 b). Rola małych i bardzo małych cząstek fazy Al_2Cu jest taka sama jak w stopie Al-5%Cu. Małe cząstki fazy Al_2Cu są odpowiedzialne za blokowanie granic ziaren/podziaren, a także za blokowanie ruchu dyslokacji (rys. 59c). W fazie masywnej Al_2Cu , po odkształceniu, powstają dyslokacje, które oddziałują ze sobą i tworzą granice ziaren/podziaren (rys.59b-c, 60a-b). W rozdrobnionej fazie Al_2Cu istnieją granice ziaren/podziaren, które nie są wyraźnie zdefiniowane, ponadto kontrast dyfrakcyjny wewnątrz ziaren jest niejednorodny (rys. 60b).

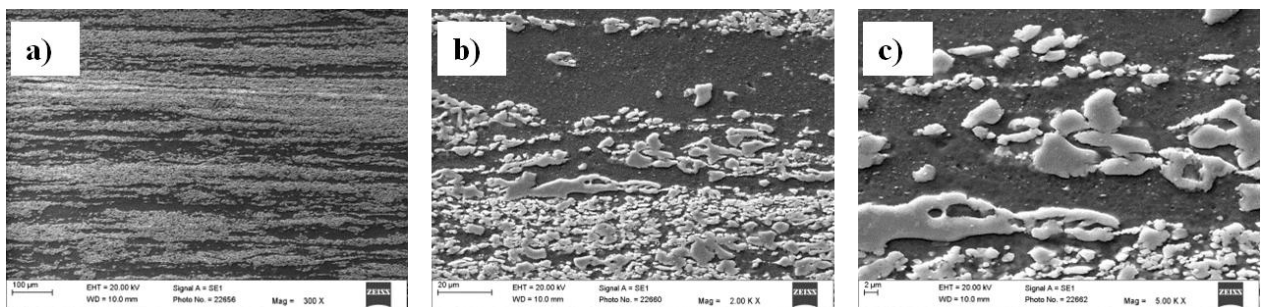
Jest to typowa cecha obecności naprężeń wewnętrznych i odkształceń sprężystych sieci krystalicznej. Większe ziarna fazy Al_2Cu zawierają chaotycznie rozmieszczone dyslokacje (rys. 59 b, c). Gęstość dyslokacji różni się w zależności od wielkości ziarna, niektóre ziarna są prawie wolne od dyslokacji (rys. 60 b). Na rys. 60 strzałkami zaznaczono nanopustki powstałe w fazie Al_2Cu tworzące się na styku granic dyslokacyjnych oraz granic faz międzyfazowych.



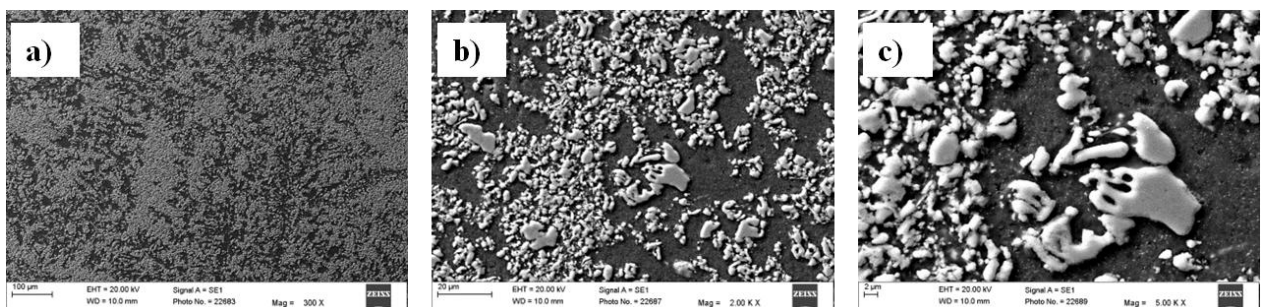
Rys. 51. Mikrostruktura przekroju wzdłużnego stopu Al-25%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



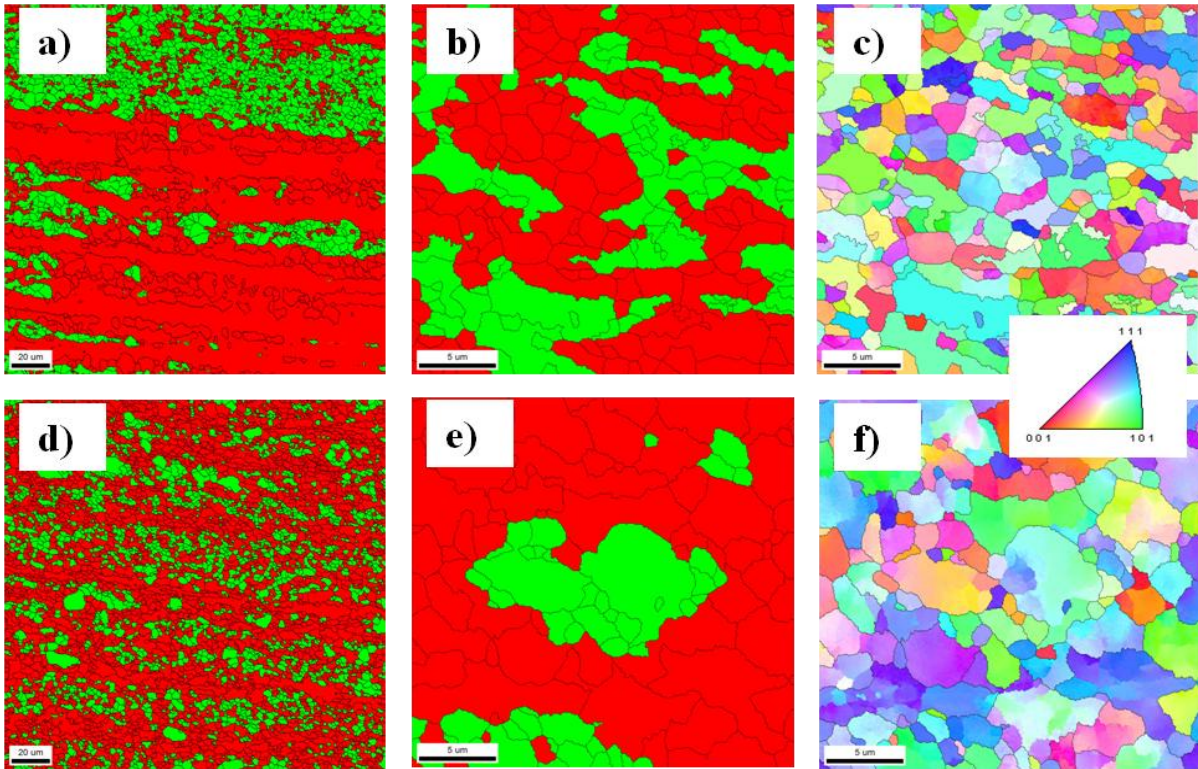
Rys. 52. Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-25%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



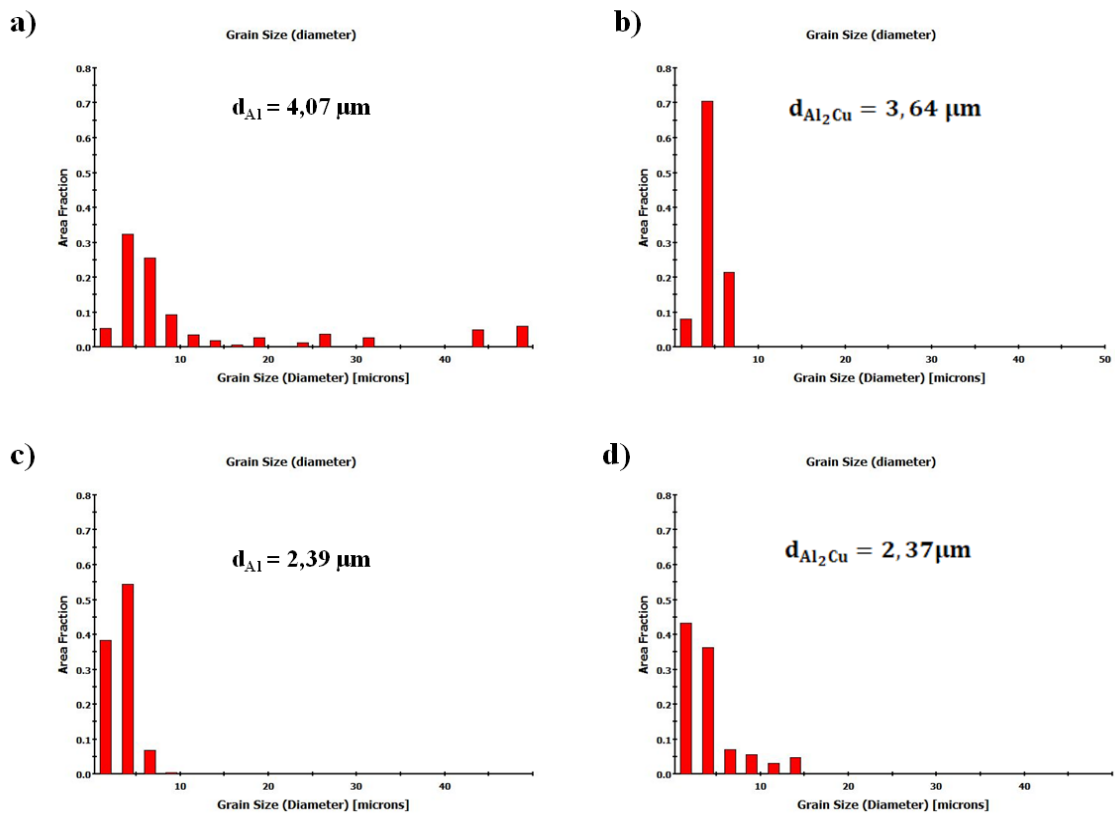
Rys. 53. Mikrostruktura przekroju wzdłużnego stopu Al-25%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$



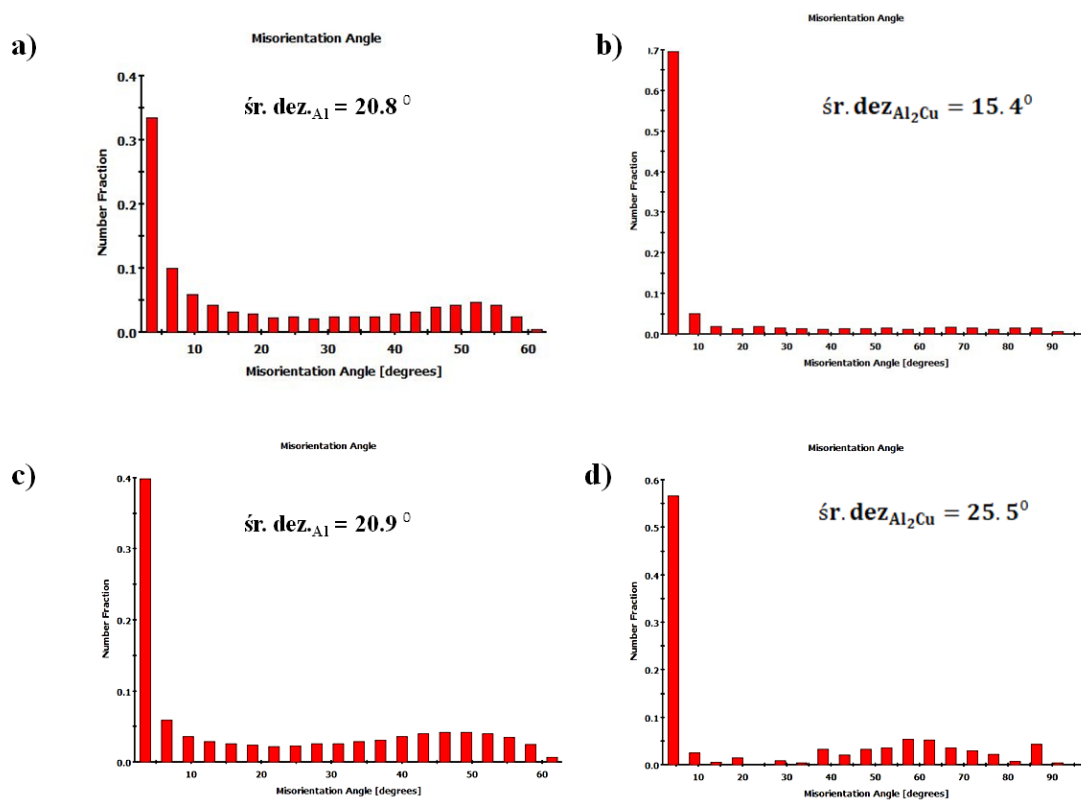
Rys. 54. Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-25%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$



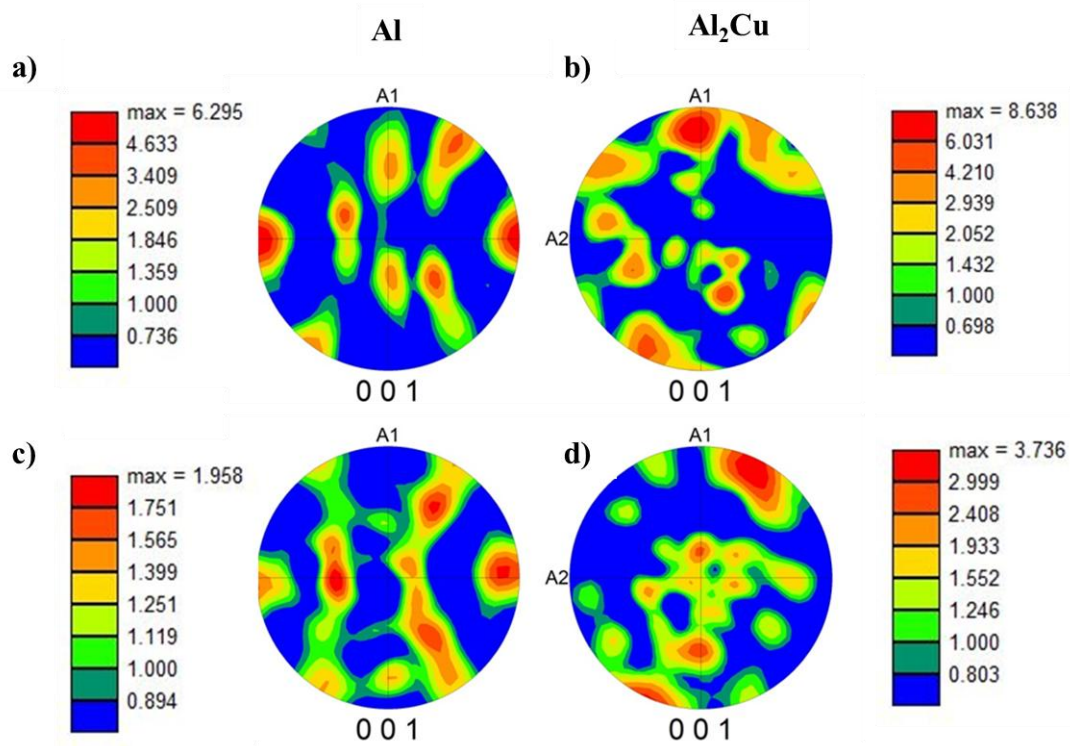
Rys. 55. Analiza EBSD a-c) przekroju wzdłużnego stopu Al-25%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, d-f) przekroju wzdłużnego stopu Al-25%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



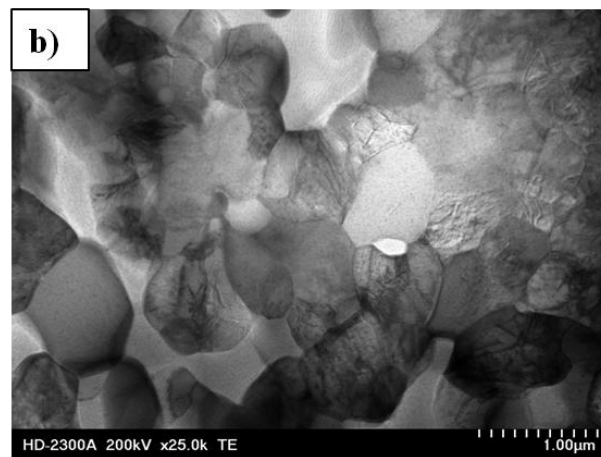
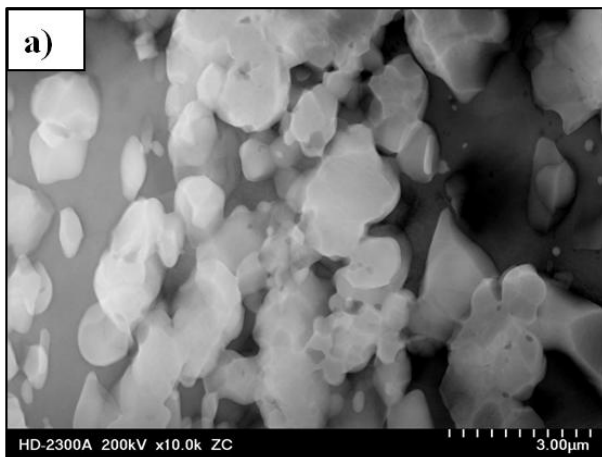
Rys. 56. Rozkład wielkości ziarna stopu Al-25%Cu a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



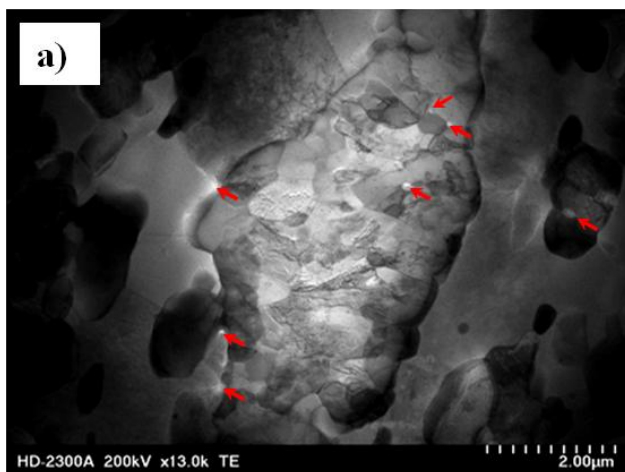
Rys. 57. Rozkład kątów dezorientacji ziaren w stopie Al-25%Cu a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



Rys. 58. Mapa zmian orientacji krystalograficznej stopu Al-25%Cu a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$: a, c) α -Al, b, d) Al_2Cu



Rys. 59.a-c) Mikrostruktura stopu Al-25%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$

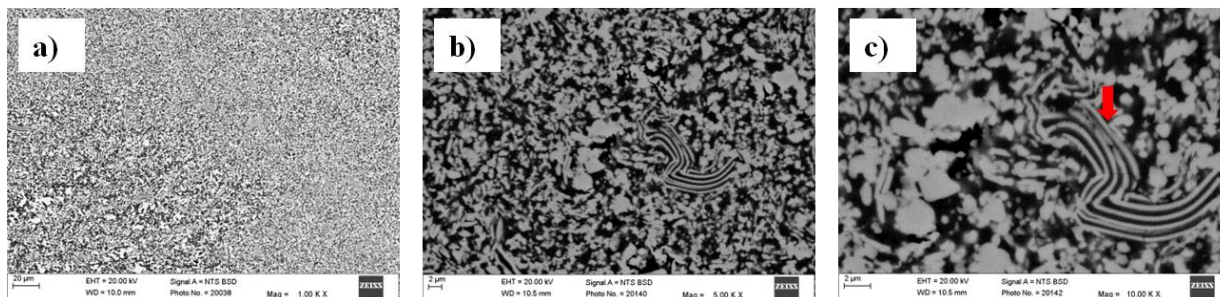


Rys. 60.a-b) Mikrostruktura stopu Al-25%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$

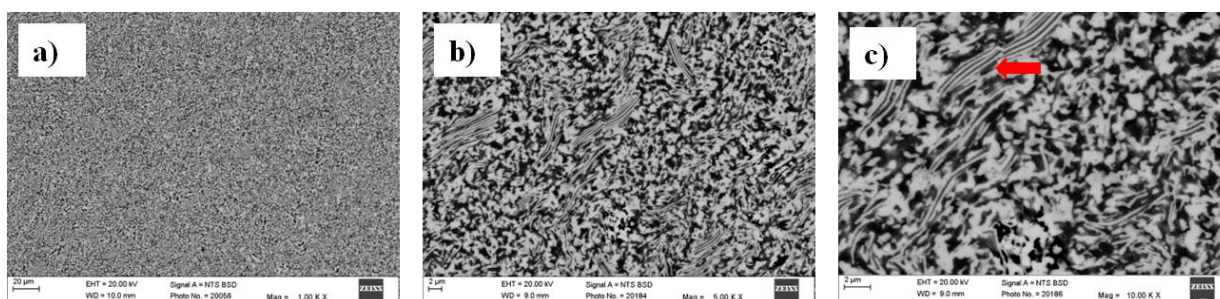
Mikrostruktura stopu Al-33%Cu

Wzrost zawartości Cu do 33% prowadzi do tworzenia lamelarnych układów typowych dla stopu o strukturze eutektycznej. Mikrostrukturę stopu złożonego z lamelarnych naprzemiennych układów fazy α -Al i Al_2Cu po rozdrobnieniu metodą KoBo pokazano na rys. 61-62. Faza międzymetaliczna ulega znacznemu rozdrobnieniu i przybiera równoosiowy kształt. Obserwuje się w wybranych obszarach, że rozdrobnienie stopu

z wykorzystaniem metody KoBo nie obejmuje całej objętości materiału. Obserwuje się zarówno dla odkształcenia $\lambda=30$ jak $\lambda=98$ pozostałości pierwotnej struktury lamelarnej (rys. 61 b-c, 62 b-c). Nie można stwierdzić wyraźnych różnic w rozdrobnieniu ziarna w zależności od stopnia przerobu na tym poziomie szczegółowości struktury

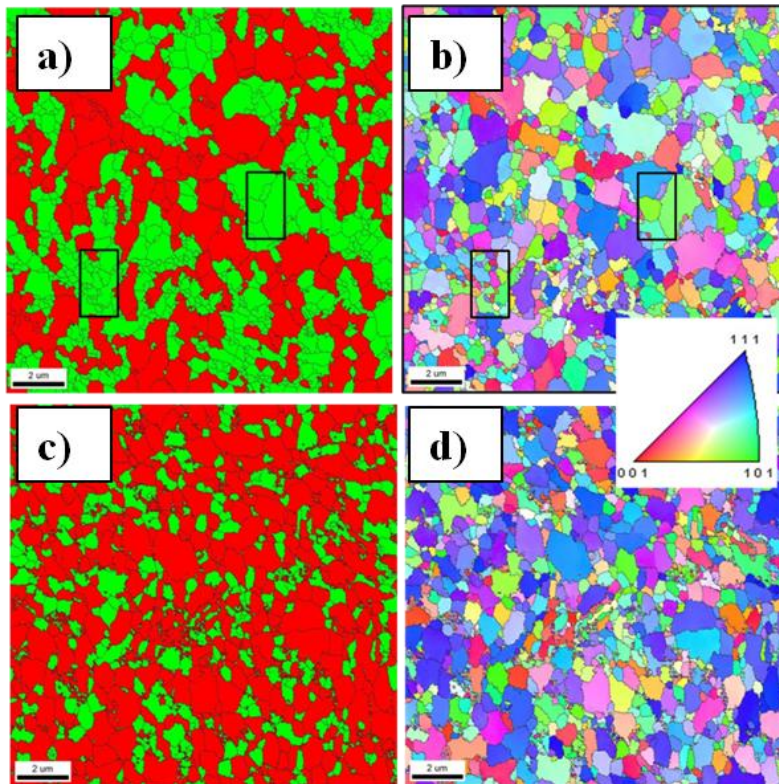


Rys. 61. Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-33%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$

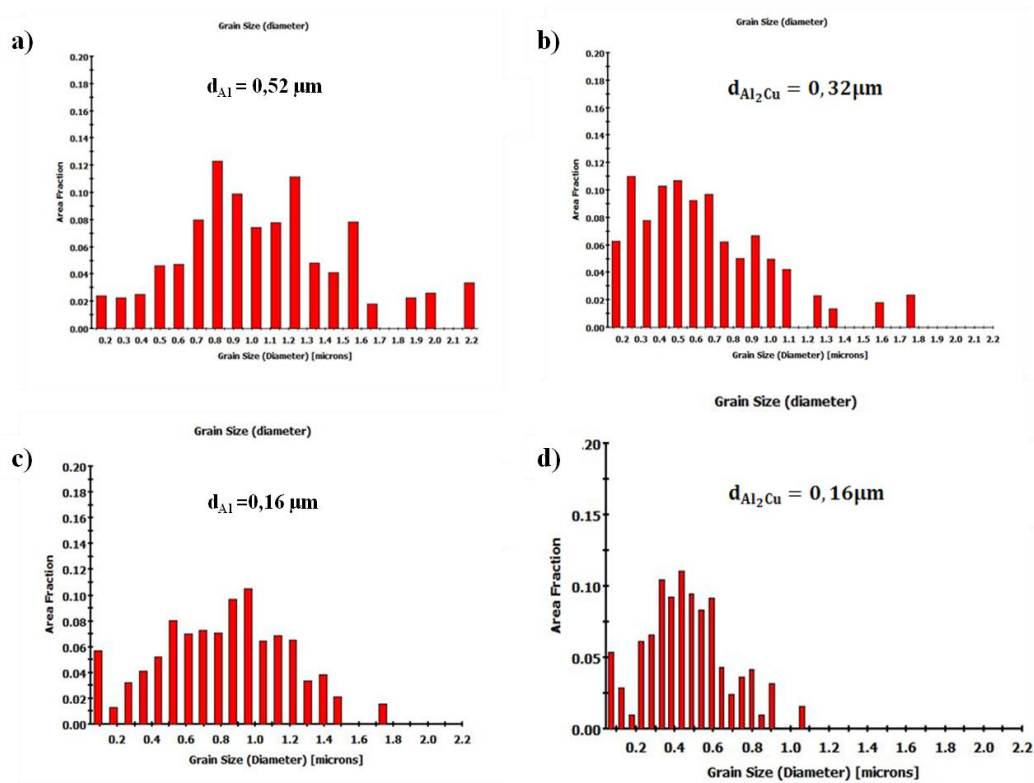


Rys. 62. Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-33%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$

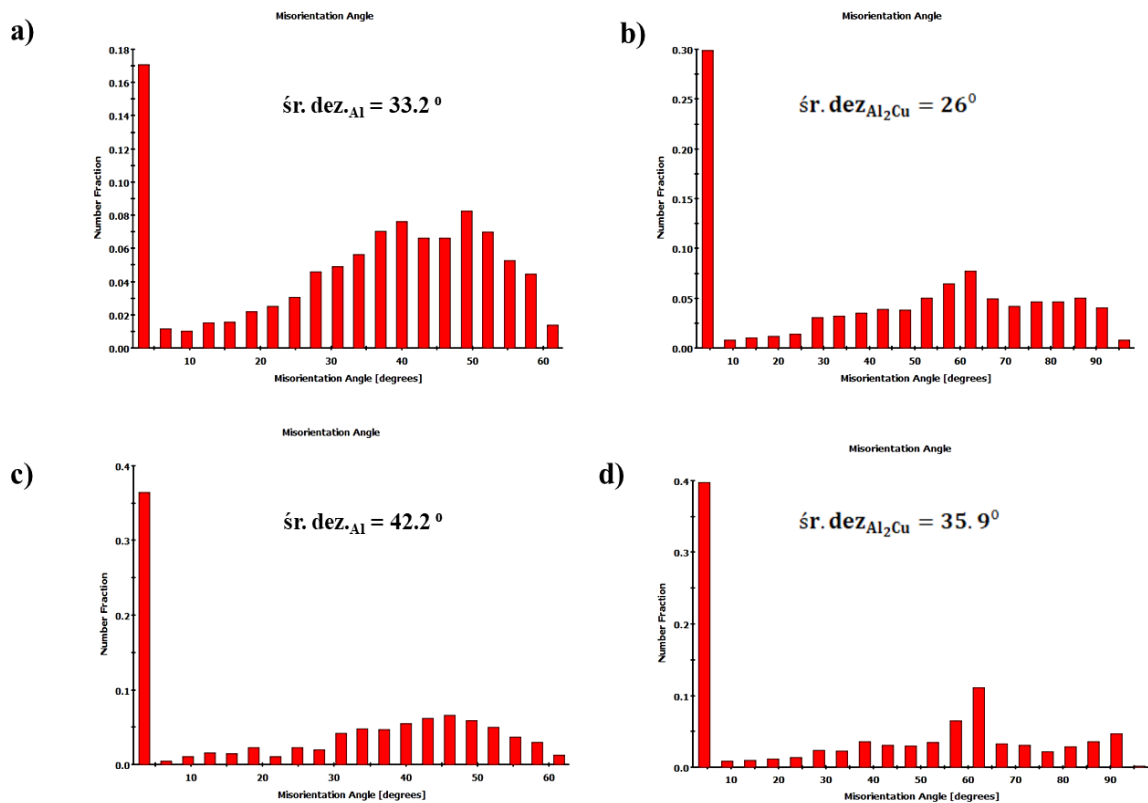
Analiza mikrostruktury SEM/EBSD wykonana dla stopu Al-33%Cu pokazuje losową orientację rozdrobnionej struktury obu faz α -Al i Al_2Cu (rys. 63). Mikrostruktura SEM/EBSD wskazuje, że ziarna w większości przypadków są równoosiowe, a część ziaren ma wymiar nanometryczny (<100 nm) (rys. 63 b, d). Ze wzrostem odkształcenia dochodzi do rozdrobnienia struktury i utworzenia granic szerokokątowych (rys. 65). Odpowiednie rozkłady wielkości ziaren dla stopu po odkształceniu $\lambda=30$ jak $\lambda=98$ pokazano na rys. 64. Średnia średnica ziaren fazy α -Al maleje ze wzrostem odkształcenia z $0,52$ μm do $0,16$ μm . Natomiast średnia średnica ziaren fazy Al_2Cu maleje z $0,32$ μm do $0,16$ μm . Średnia dezorientacja ziaren fazy α -Al rośnie od ok. 33° do 42° . Natomiast średnia dezorientacja ziaren fazy Al_2Cu rośnie od 26° do ok. 36° .



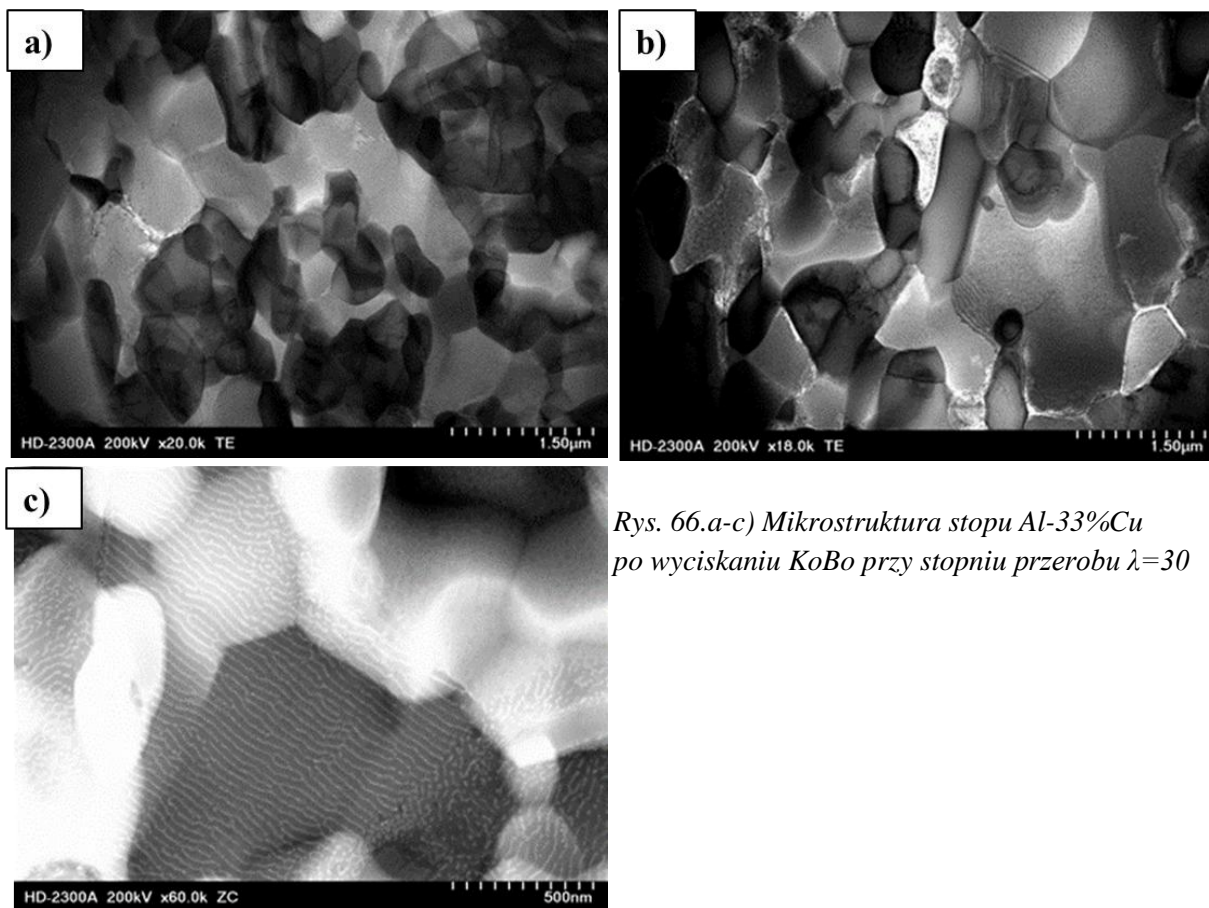
Rys. 63. Analiza EBSD a-b) przekroju wzdłużnego stopu Al-33%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) przekroju wzdłużnego stopu Al-33%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



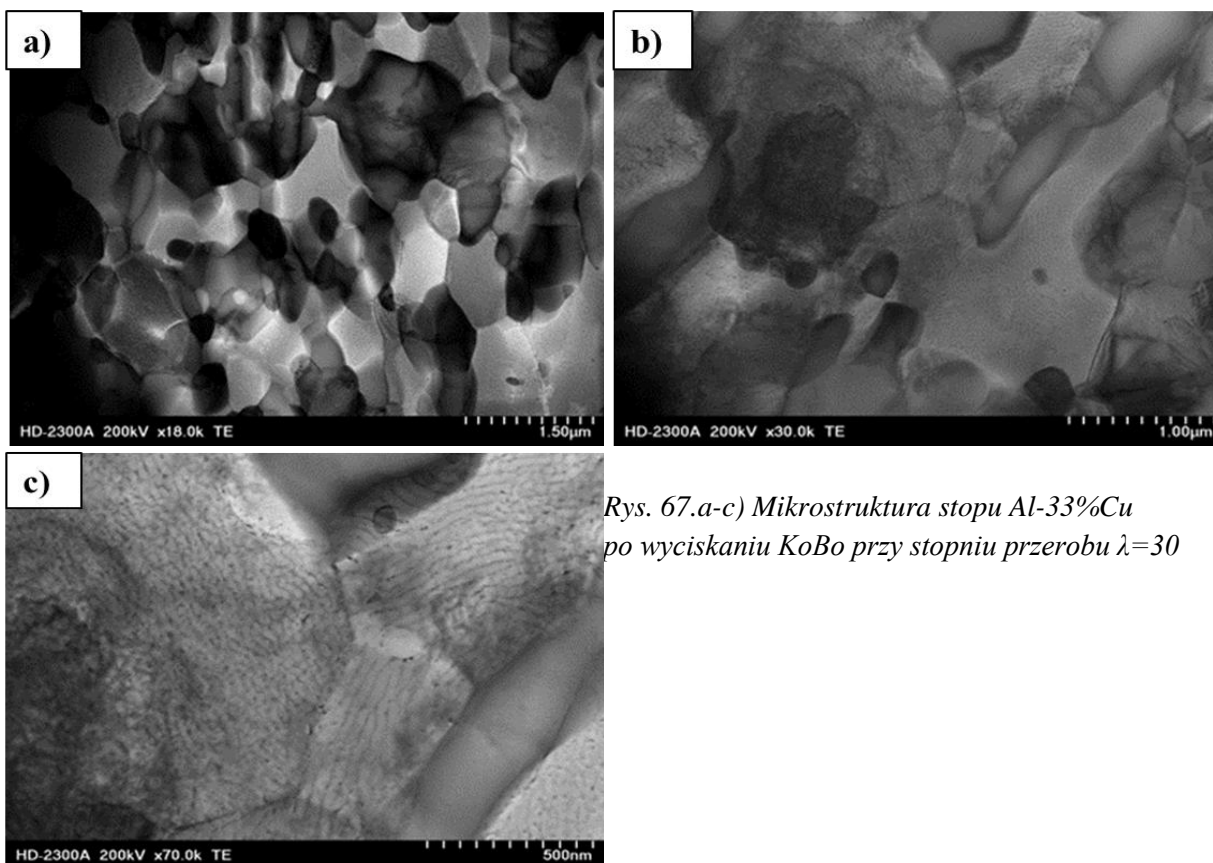
Rys. 64. Rozkład wielkości ziarna stopu Al-33%Cu a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



Rys. 65. Rozkład kątów dezorientacji ziaren w stopie Al-33%Cu
 a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



Rys. 66.a-c) Mikrostruktura stopu Al-33%Cu
 po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



Rys. 67.a-c) Mikrostruktura stopu Al-33%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$

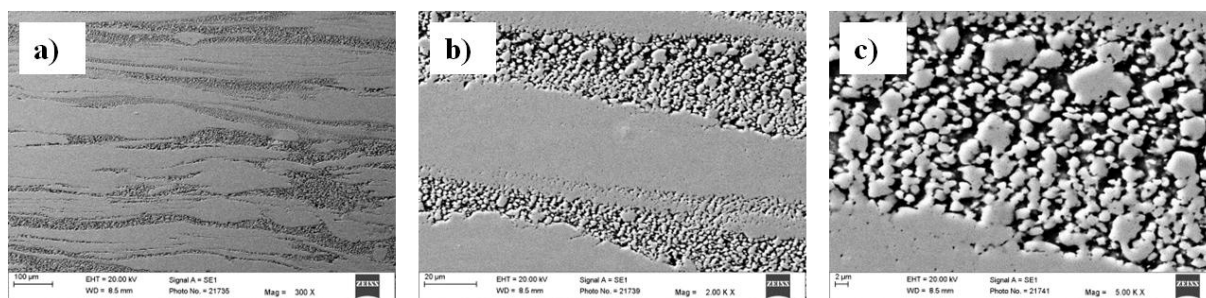
Rozdrobnienie ziaren fazy Al_2Cu oraz $\alpha\text{-Al}$ jest szczególnie dobrze widoczne w przypadku zastosowania STEM, chociaż trudno doszukać się różnic strukturalnych pomiędzy próbkami odkształcanymi z wykorzystaniem różnych wartości odkształcenia λ , gdyż obrazy struktury są podobne (rys. 66 a, 67 a). W przypadku niektórych ziaren zaobserwowano specyficzny kontrast „naprężeniowy”. Ten typ kontrastu jest typową cechą nierównowagowych granic ziaren o dużej energii wewnętrznej i naprężeniach dalekiego zasięgu spowodowanych absorpcją dużej liczby dyslokacji w sieci krystalicznej (rys. 66 b). W fazie Al_2Cu widoczne są również przegrupowania dyslokacji, w wyniku czego tworzone są granice podziaren (rys. 66 b, 67 b). W fazie $\alpha\text{-Al}$ występuje eutektyka wtórna (rys. 66 c, 67 c). Rola eutektyki wtórnej sprowadza się do generowania znacznych ilości dyslokacji w wyniku wzrastającego odkształcenia (rys. 67c).

Mikrostruktura stopu Al-45%Cu

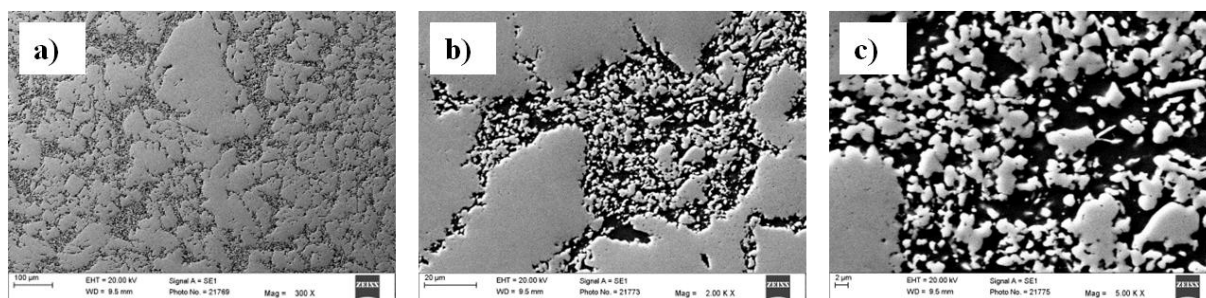
Na podstawie badań SEM wykazano, że w stopie Al-45%Cu również dochodzi do rozdrobnienia struktury, niemniej jednak znaczna frakcja fazy międzymetalicznej Al_2Cu nie ulega rozdrabnianiu (rys. 68-71). Pozostają obszary fazy Al_2Cu praktycznie nie rozdrobnione (rys. 68b, 69b, 71b, 71c). Zastosowanie większego stopnia przerobu na tym poziomie szczegółowości nie ujawnia znacznych różnic w strukturze. Struktura posiada niejednorodny charakter jeśli chodzi o wielkość występującej fazy międzymetalicznej (rys. 69b, 71b, c).

Na rys. 72 przedstawiono mapy SEM/EBSD stopu po odkształceniu KoBo po zastosowaniu różnych wartości λ . Proces KoBo prowadzi do rozdrobnienia ziarna w obu fazach, a także prowadzi do redystrybucji faz. Proces rozdrobnienia jest szczególnie widoczny dla fazy Al_2Cu . Można zauważyć, że redystrybucja nie występuje w całej objętości masywnej fazy Al_2Cu i jest najbardziej intensywna na styku dwóch faz (rys. 72 a, b). Masywna faza w części środkowej rozdrabnia się najtrudniej. Wzrost odkształcenia intensyfikuje proces fragmentacji, co powoduje tworzenie granic szerokokątowych w całej objętości masywnej fazy Al_2Cu (rys. 72 d, e). Podczas odkształcania KoBo redystrybucja fazy Al_2Cu nie jest całkowita. Mimo, że mikrostruktura Al_2Cu w całej objętości jest rozdrobniona poprzez utworzenie granic dyslokacyjnych (rys. 72 d), nie obserwuje się znaczącego zmniejszenia wielkości ziaren zarówno fazy Al_2Cu , jak i fazy $\alpha\text{-Al}$ ze wzrostem deformacji. Średnie średnice ziarna obliczone dla poszczególnych faz są prawie porównywalne dla $\lambda = 30$ i $\lambda = 98$ (rys. 73). Średnia średnica ziarna fazy $\alpha\text{-Al}$ zmienia się od 2,54 do 2,28 μm natomiast dla fazy Al_2Cu zmienia się od 2,19 μm do 2,13 μm . Średnia wartość dezorientacji dla fazy $\alpha\text{-Al}$ rośnie od 20,4° do ok. 27° natomiast dla fazy Al_2Cu zmienia się od ok 20° do 38° (rys. 74).

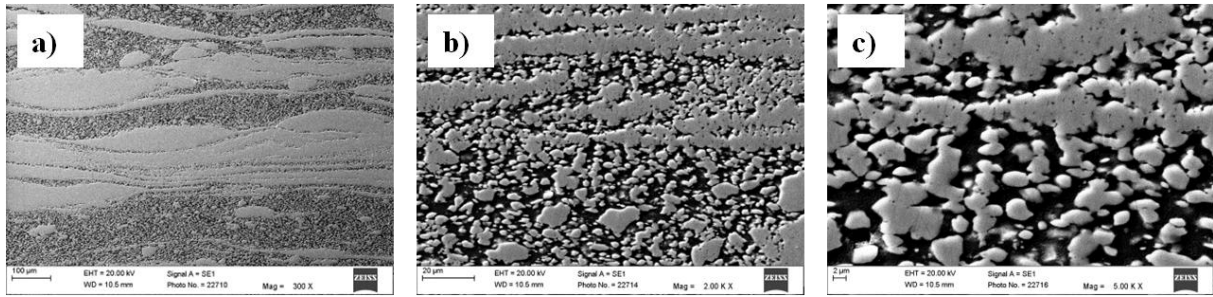
W stopie Al-45%Cu (rys.75) ziarna fazy α jak i Al_2Cu cechują się teksturą. Maksyma intensywności tekstury w przypadku fazy Al_2Cu są dużo wyższe niż dla fazy α . Niższe wartości uzyskanych maksimów intensywności tekstury dla fazy Al_2Cu po odkształceniu $\lambda=98$ w porównaniu do odkształcenia $\lambda=30$ świadczą o znacznym rozdrobnieniu ziaren i dystrybucji fazy Al_2Cu .



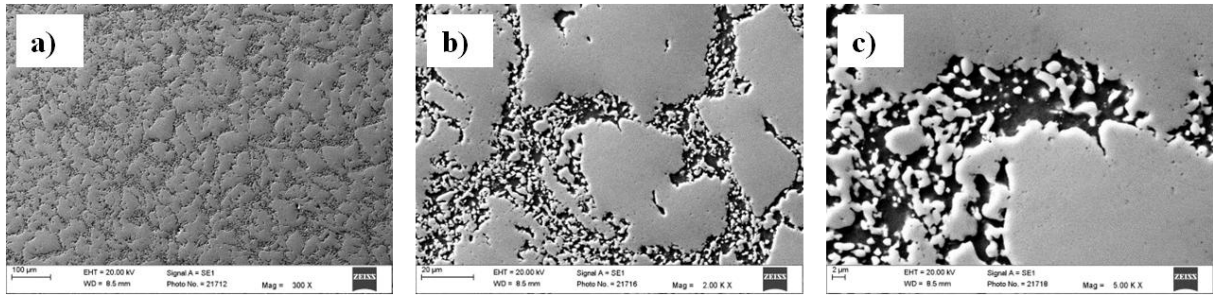
Rys. 68. Mikrostruktura przekroju wzdłużnego stopu Al-45%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



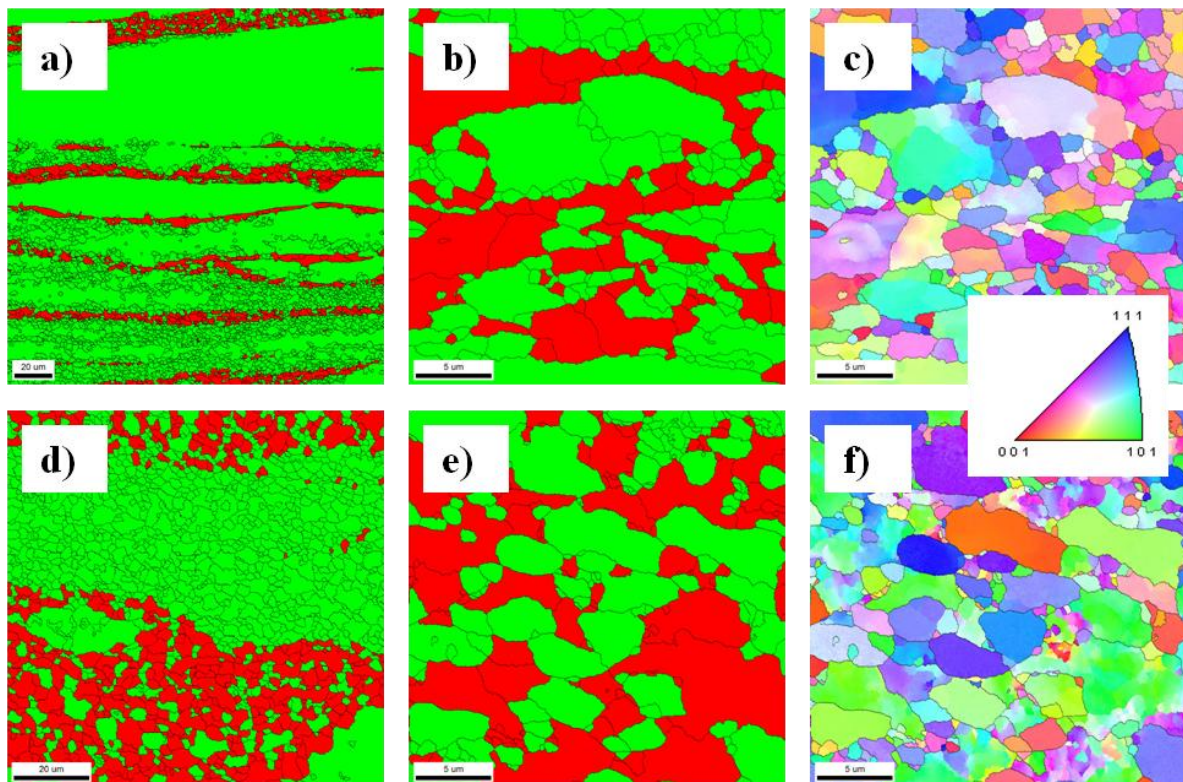
Rys. 69. Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-45%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



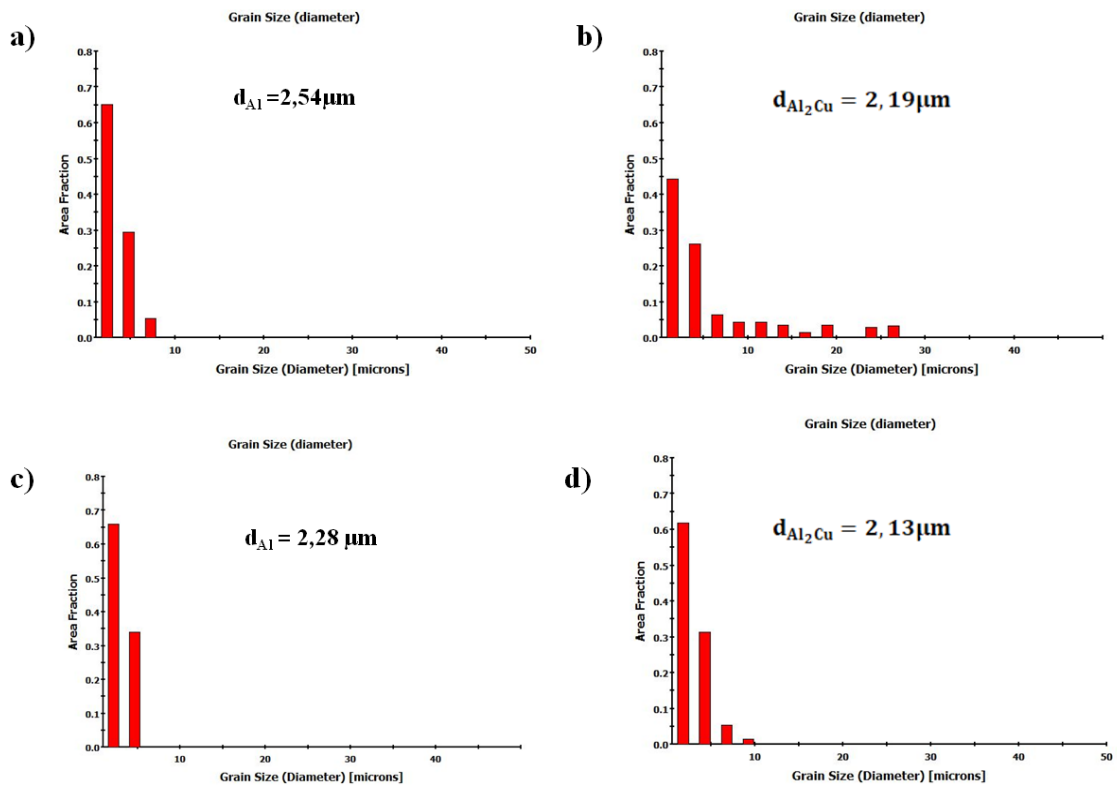
Rys. 70. Mikrostruktura przekroju wzdłużnego stopu Al-45%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$



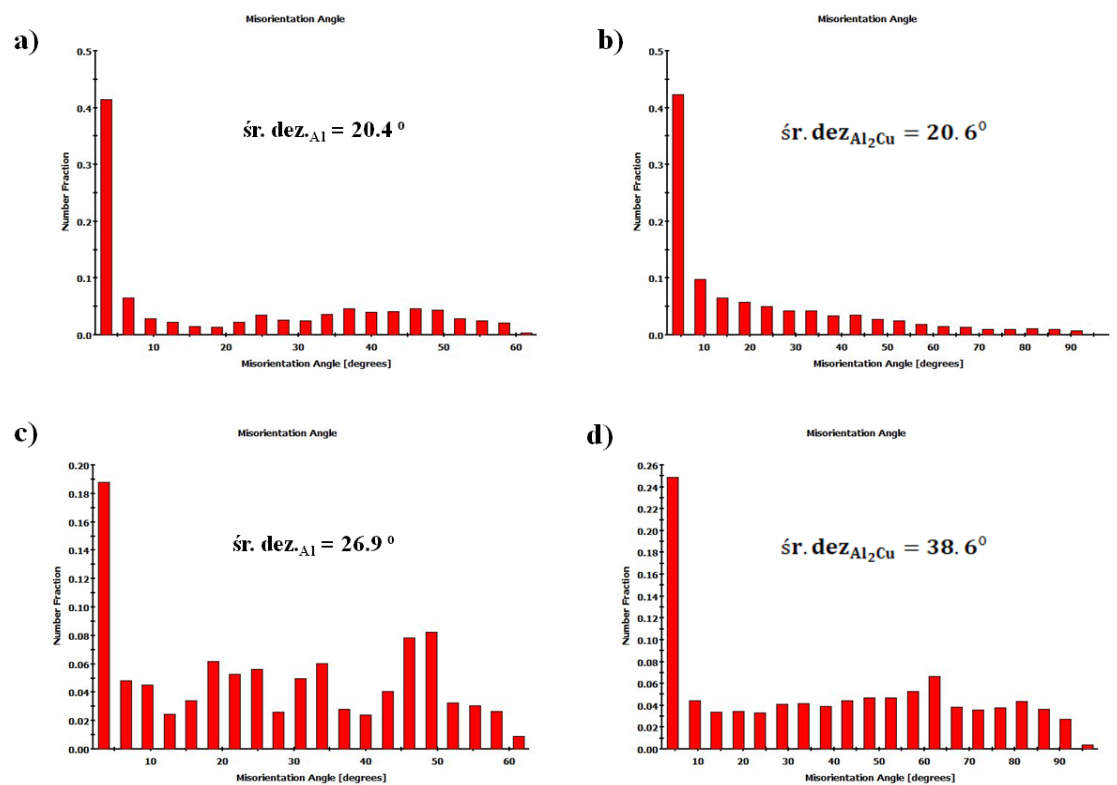
Rys. 71. Mikrostruktura przekroju poprzecznego stopu Al-45%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$



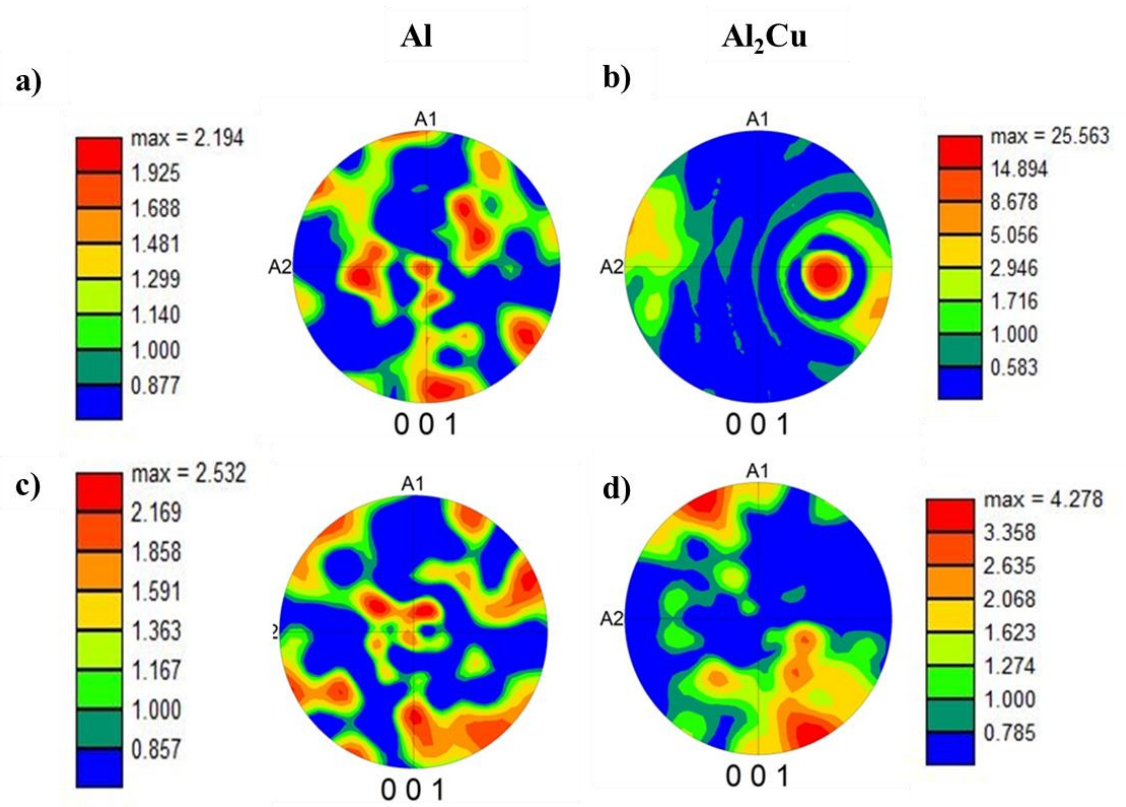
Rys. 72. Analiza EBSD a-c) przekroju wzdłużnego stopu Al-45%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, d-f) przekroju wzdłużnego stopu Al-45%Cu wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



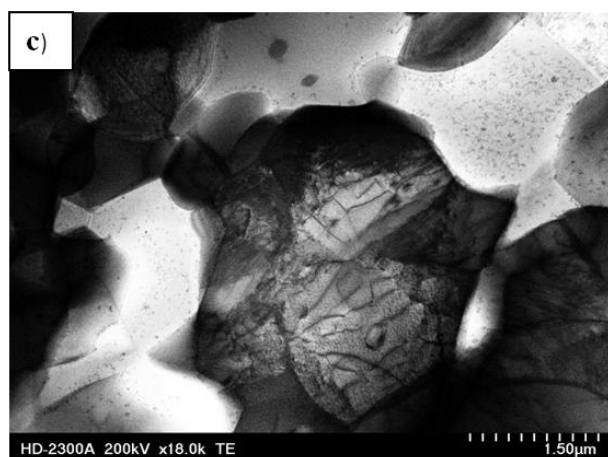
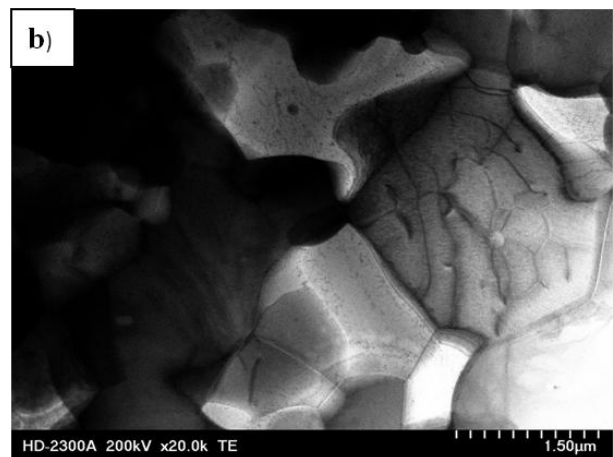
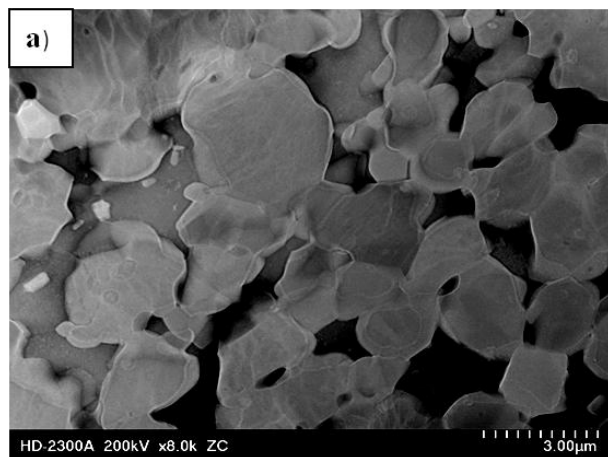
Rys. 73. Rozkład wielkości ziarna stopu Al-45%Cu a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



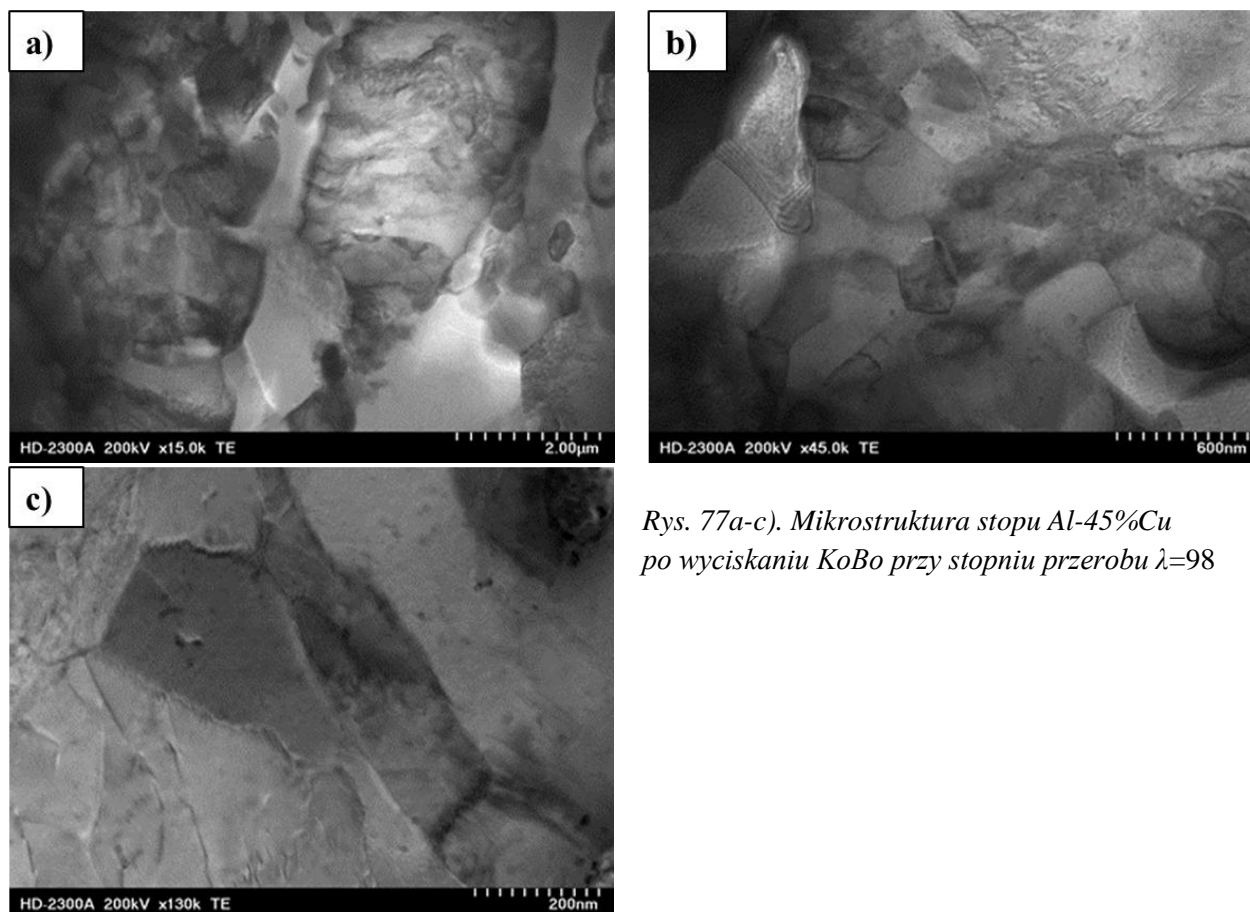
Rys. 74. Rozkład kątów dezorientacji ziaren w stopie Al-45%Cu a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



Rys. 75. Mapa zmian orientacji krystalograficznej stopu Al-45%Cu a-b) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$, c-d) wyciskanego przy stopniu przerobu $\lambda=98$



Rys. 76a-c). Mikrostruktura stopu Al-45%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=30$



Rys. 77a-c). Mikrostruktura stopu Al-45%Cu po wyciskaniu KoBo przy stopniu przerobu $\lambda=98$

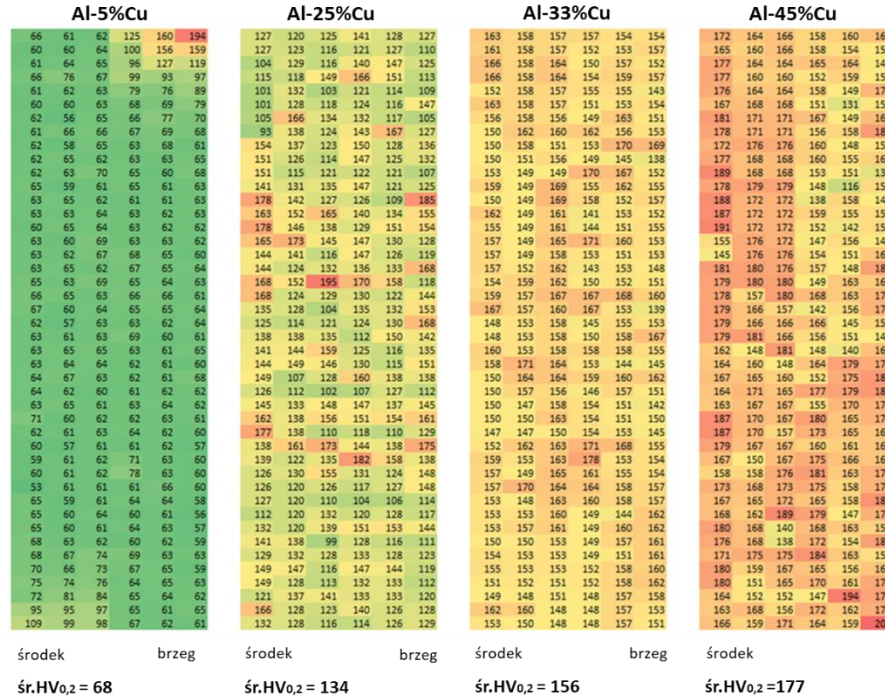
Wiele ziaren rozdrobnionej fazy Al_2Cu obserwowano z wykorzystaniem STEM (rys. 76, 77). Obserwowano we wnętrzu rozdrobnionej fazy swobodne dyslokacje (rys. 76, a, b) a niekiedy sploty dyslokacyjne (rys. 76 c). W masywnych wydzieleniach fazy Al_2Cu przy wzroście odkształcenia (rys. 77 a) obserwowano dużą ilość defektów liniowych (rys. 77a), które tworzą sploty dyslokacji ale również podziarna/ziarna o wymiarach poniżej 300 nm (rys. 77 b,c). Cechą charakterystyczną takiej mikrostruktury jest to, że granice kilku bardzo małych ziaren wydają się być nieregularne, jak pokazano na rys. 77 b, c. Ziarna te cechują się słabym kontrastem dyfrakcyjnym. Wskazuje to na wysoki poziom naprężeń wewnętrznych i odkształceń sprężystych sieci krystalicznej. W przypadku ziaren o śr. 200–300 nm wnętrza i granic ziaren/podziaren są wolne od dyslokacji (rys. 77c).

5.3. Charakterystyka właściwości mechanicznych stopów Al-Cu odkształczanych metodą KoBo

Wyniki pomiarów twardości

Na rys. 78 przedstawiono przykładowe mapy rozkładu mikrotwardości dla badanych stopów po zastosowaniu metody KoBo przy $\lambda=30$. Obszary o większej mikrotwardości są najprawdopodobniej odpowiednikiem obecności fazy Al_2Cu . Uzyskane wyniki średnich pomiarów wskazują, że mikrotwardość rośnie wraz ze wzrostem udziału fazy

międzymetalicznej w stopach. W stosunku do stanu wyjściowego wzrasta poziom mikrotwardości po zastosowaniu odkształcenia KoBo $\lambda=30$ o ok. 15-20 HV_{0,2} dla stopu Al-5%Cu i Al-25%Cu i ok. 100HV_{0,2} dla stopu Al-33%Cu. Stop Al-45%Cu wykazywał taki sam wynik pomiarów HV_{0,2} dla odlewu i po odkształceniu KoBo.

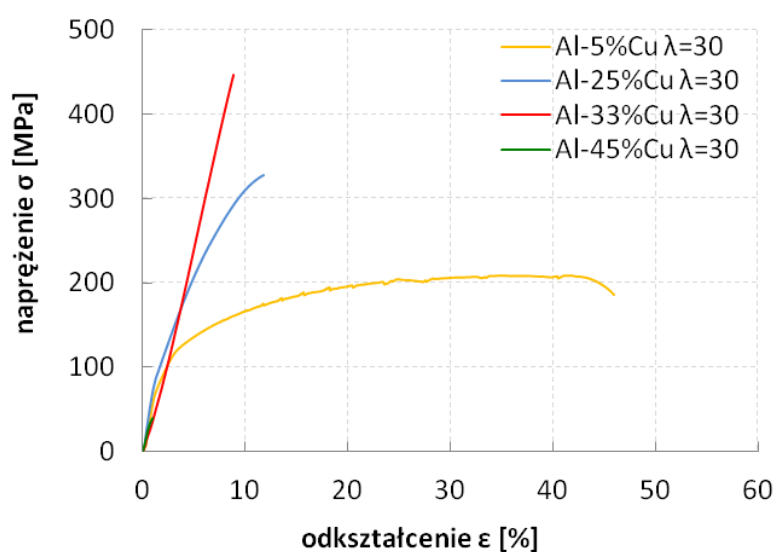


Rys. 78. Przykładowy rozkład pomiarów twardości na przekroju wzdłużnym próbek stopu odkształcanego przy stopniu przerobu $\lambda=30$: a) Al-5%Cu, b) Al-25%Cu, c) Al-33%Cu, d) Al-45%Cu

Rozciąganie w temperaturze otoczenia

Właściwości mechaniczne odkształczanych próbek pokazano w tabeli 7 i 8 oraz na rys. 79 i 80. Różnica pokazanych właściwości mechanicznych jest spowodowana zmianą składu chemicznego stopów i wartością odkształcenia λ . Duży udział fazy α -Al w mikrostrukturze charakteryzuje wysoką plastyczność stopu. Dla próbkę Al-5%Cu wydłużenie do zerwania (A_c) wynosi ponad 45%, podczas gdy dla stopu Al-45%Cu wartość A_c zmienia się jedynie w zakresie od 1% do 7% w zależności od wartości λ . Wzrost frakcji fazy Al₂Cu, wpływa na poprawę właściwości mechanicznych. W wyniku czego uzyskano wyższe wartości twardości, granicy plastyczności ($R_{p0,2}$) i wytrzymałości na rozciąganie (R_m). Na przykład R_m mieści się w zakresie od 440 MPa do 480 MPa dla stopu Al-33%Cu, natomiast dla stopu Al-5%Cu, w którym udział fazy międzymetalicznej jest nieznaczny, R_m mieści się w zakresie od 190 MPa do 200 MPa w zależności od wartości λ . Dla stopu Al-45%Cu przy $\lambda = 30$, R_m wynosi tylko 39 MPa przy wydłużeniu do zerwania ($A_c = 1\%$). Odkształcony stop Al-45%Cu przy $\lambda = 30$ nie ulega umocnieniu, lecz jedynie kruchemu pękaniu. Efekt odkształcenia (wzrost λ) jest w tym przypadku szczególnie widoczny, gdyż można zauważyć, że odkształcenie KoBo

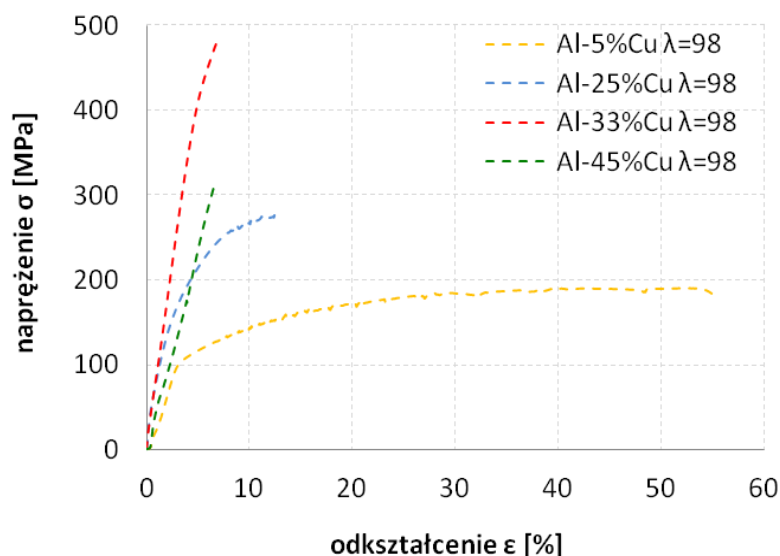
wyraźnie uplastycznia materiał. Zarówno wartości R_m , jak i A_c rosną wraz z odkształcaniem (tabela 7, 8). Najwyższe właściwości mechaniczne uzyskano dla stopu Al-33%Cu przy jednoczesnym wzroście wydłużenia do zerwania, przy $\lambda=98$ (A_c) $\sim 7\%$. Uzyskane wyniki są zgodne z przeprowadzonym pomiarem mikrotwardości. Najmniejszą twardość uzyskano dla stopu Al-5%Cu – ok. 70HV_{0,2}, tymczasem dla stopu Al-45%Cu twardość wynosiła powyżej 177 HV_{0,2}. Wzrost wartości λ jak wspomniano wpływa również na zmiany właściwości mechanicznych. Na przykład: dla stopu Al-33%Cu R_m wzrasta o około 40 MPa wraz ze wzrostem odkształcenia. W przypadku stopów Al-5%Cu i Al-25%Cu R_m nieznacznie zmniejsza się wraz ze wzrostem odkształcenia (odpowiednio o około 17 MPa i 48 MPa).



Rys. 79. Wyniki statycznej próby rozciągania w temp. otoczenia dla $\lambda=30$

Tabela 7. Wyniki statycznej próby rozciągania dla $\lambda=30$

	R_m [MPa]	$R_{p0.2}$ [MPa]	A_c [%]
Al-5%Cu $\lambda=30$	208	75	46
Al-25%Cu $\lambda=30$	328	92	12
Al-33%Cu $\lambda=30$	446	438	9
Al-45%Cu $\lambda=30$	39	38	1

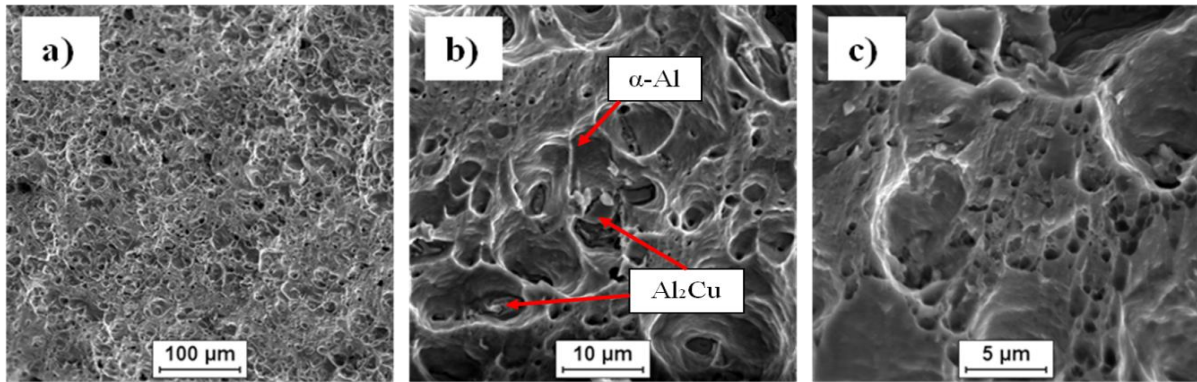


Rys. 80. Wyniki statycznej próby rozciągania w temp. otoczenia dla $\lambda=98$

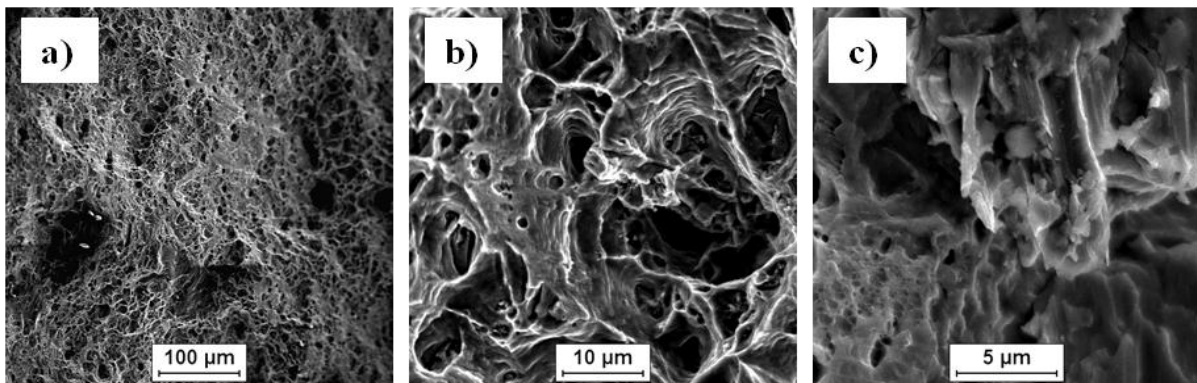
Tabela 8. Wyniki statycznej próby rozciągania dla $\lambda=98$

stop	R_m [MPa]	$R_{p_{0.2}}$ [MPa]	A_c [%]
Al-5%Cu $\lambda=98$	191	104	55
Al-25%Cu $\lambda=98$	280	126	13
Al-33%Cu $\lambda=98$	483	398	7
Al-45%Cu $\lambda=98$	310	68	7

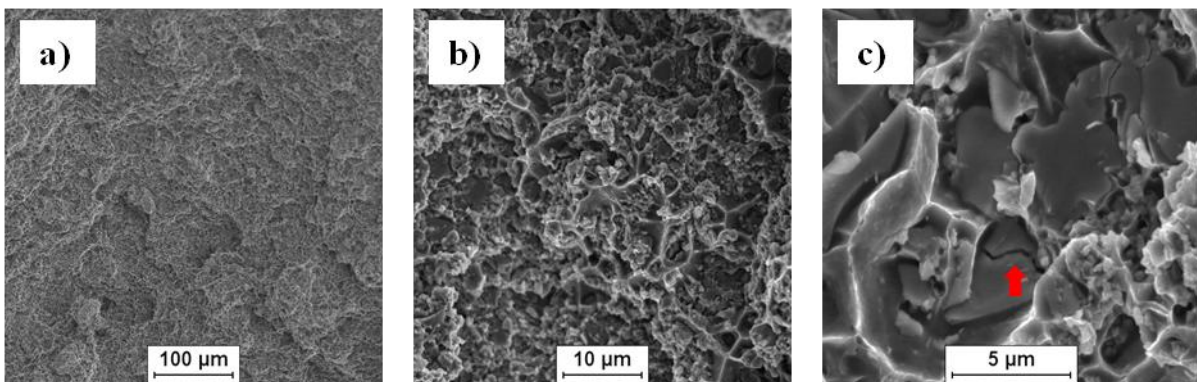
Prezentowane wyniki statycznej próby rozciągania znajdują odzwierciedlenie w przeprowadzonych badaniach faktograficznych przedstawionych na rys. 81-86. Stop Al-5%Cu charakteryzuje się przełomem ciągliwymi z charakterystycznymi pustkami rys. 81, 82. Stwierdzono obecność licznych pustek o różnej średnicy, co jest spowodowane obecnością fazy Al_2Cu o różnej wielkości. Dużo pustek o różnych rozmiarach obserwowano również na powierzchni przełomu stopu Al-25%Cu (rys. 83, 84) z powodu niejednorodności rozkładu wielkości fazy Al_2Cu . Pęknięcia fazy Al_2Cu świadczą o tym, iż przez cząstki przechodzi odkształcenie. Stwierdzono ponadto liczne oderwania fazy Al_2Cu od osnowy (rys. 83 c, 84 c). Przełomy stopu Al-33%Cu charakteryzują się występowaniem licznych płaszczyzn bez wyraźnie głębokich pustek o charakterze plastycznym jak w przypadku stopu Al-5%Cu. Powstałe pustki w stopie Al-33%Cu są przede wszystkim wynikiem propagacji odkształcenia plastycznego po granicach rozdziału faz (rys. 85c, 86c).



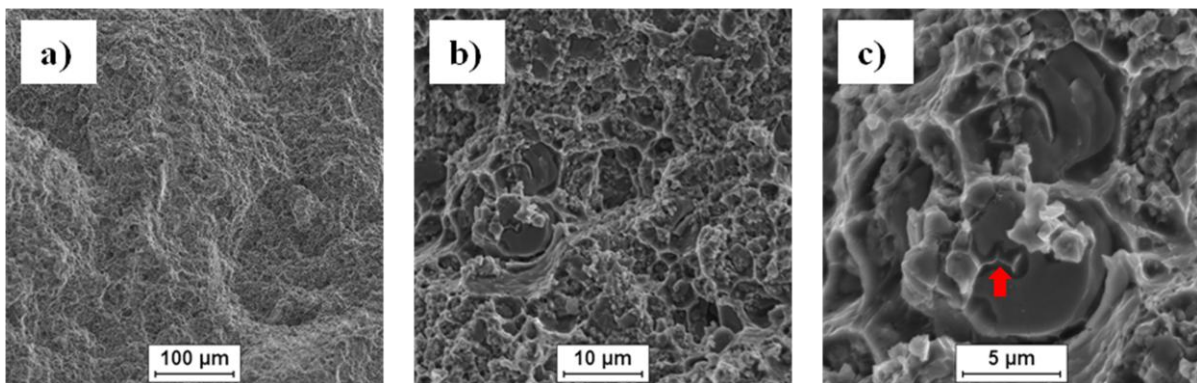
Rys.81. Przelom stopu Al-5%Cu $\lambda=30$ po rozciąganiu w temp. otoczenia



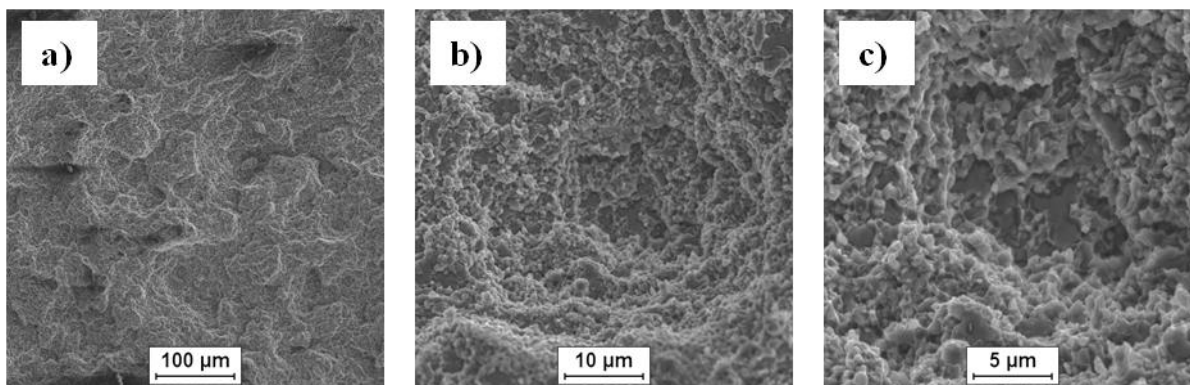
Rys.82. Przelom stopu Al-5%Cu $\lambda=98$ po rozciąganiu w temp. otoczenia



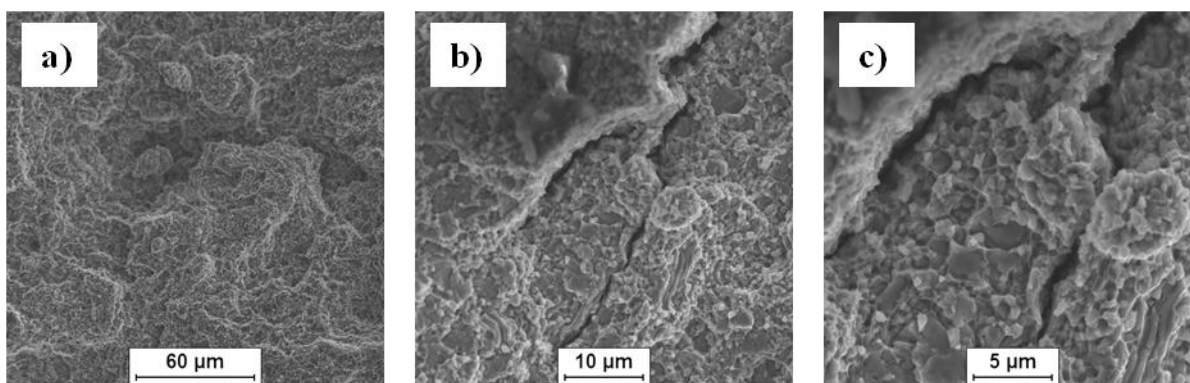
Rys.83. Przelom stopu Al-25%Cu $\lambda=30$ po rozciąganiu w temp. otoczenia



Rys.84. Przelom stopu Al-25%Cu $\lambda=98$ po rozciąganiu w temp. otoczenia



Rys.85. Przełom stopu Al-33%Cu $\lambda=30$ po rozciąganiu w temp. otoczenia

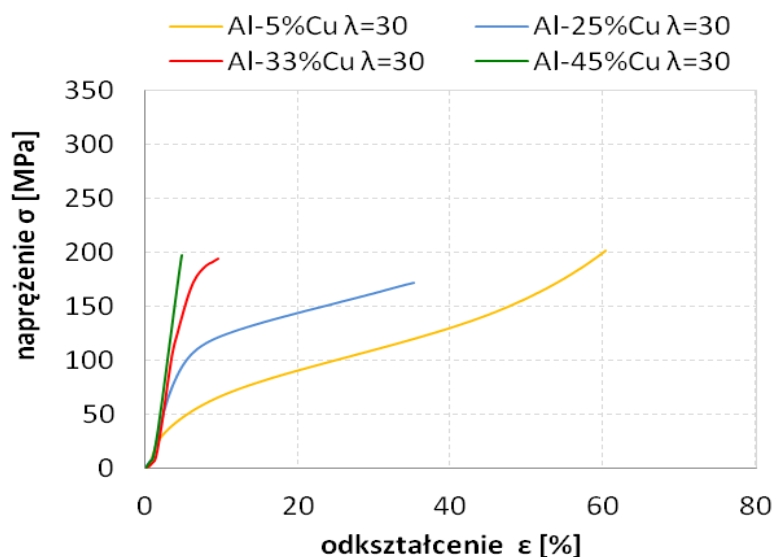


Rys.86. Przełom stopu Al-33%Cu $\lambda=98$ po rozciąganiu w temp. otoczenia

Statyczna próba ściskania

Wyniki statycznej próby ściskania przedstawiono na rys. 87 i 88 oraz w tabelach 8 i 10. Wytrzymałość na ściskanie (R_c) stopu Al-5%Cu dla próbek po odkształceniu $\lambda=30$ i dla $\lambda=98$ jest prawie porównywalna. Wartość R_c przekracza 200 MPa. Wytrzymałość na ściskanie R_c stopu Al-25%Cu jest wyższa w porównaniu ze stopem Al-5%Cu, ale tylko dla wyższej wartości odkształcenia $\lambda=98$. Dla stopu Al-25%Cu odkształconego przy $\lambda=98$ R_c wynosi 340 MPa. Stop Al-25%Cu odkształcony przy $\lambda=30$ wykazał niższą wytrzymałość na ściskanie R_c (~ 170 MPa), najprawdopodobniej z powodu pęknięć powstających podczas ściskania (tabela 11). Należy zauważyć, że testy ściskania przeprowadzone dla stopu Al-25%Cu zostały przerwane z powodu pęknięcia próbek. Zniszczenie stopu Al-25%Cu przy $\lambda=30$ nastąpiło dość nagle, a próbki wykazały niemal płaskie pęknięcia pod kątem około 45° w stosunku do osi próbki (tabela 11), co jest charakterystyczną cechą materiałów kruchych. Po odkształceniu przy $\lambda=98$ stop Al-25%Cu również ulega zniszczeniu, lecz bez ewidentnego udziału pęknięć ścinających, z tego powodu wartość R_c jest około dwa razy wyższa niż dla próbki odkształconej przy $\lambda=30$. Wytrzymałość na ściskanie R_c dla stopu Al-33%Cu po odkształceniu $\lambda=30$ i $\lambda=98$ wynosi odpowiednio 194 MPa oraz 218 MPa. Otrzymane wytrzymałości na ściskanie po odkształceniu $\lambda=98$ są wyższe aniżeli uzyskane dla stopu Al-45%Cu. O ile odkształcenie względne dla stopu Al-33%Cu wynosi (~10%) i (~18%)

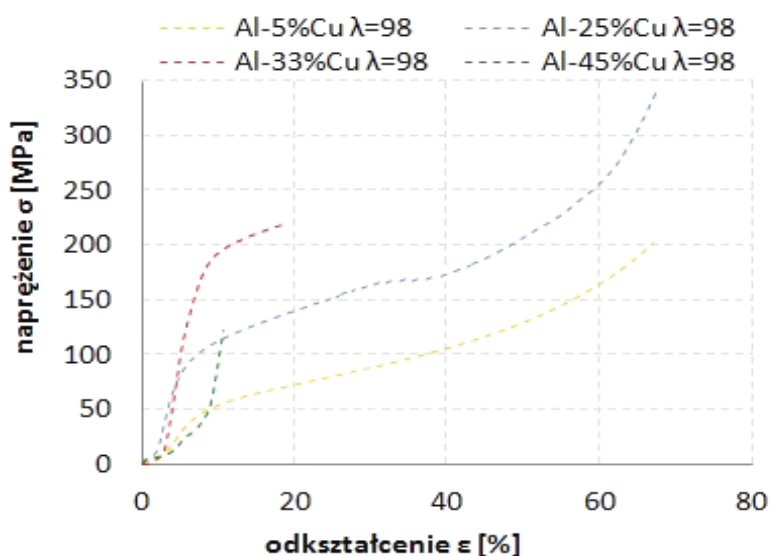
odpowiednio dla odkształcenia $\lambda=30$ i $\lambda=98$, tak w przypadku stopu Al-45%Cu, skrócenie względne jest około 2 razy mniejsze. Świadczy to o utracie plastyczności próbek zawierających duży udział fazy międzymetalicznej. Wzrost odkształcenia λ dla analizowanych stopów po przeprowadzonej próbie ściskania wskazuje na poprawę właściwości plastycznych.



Rys. 87. Wyniki statycznej próby ściskania w temp. otoczenia dla $\lambda=30$

Tabela 9. Wyniki statycznej próby ściskania dla $\lambda=30$

stop	σ [MPa]	ϵ [%]
Al-5%Cu $\lambda=30$	202	60
Al-25%Cu $\lambda=30$	172	35
Al-33%Cu $\lambda=30$	194	10
Al-45%Cu $\lambda=30$	197	5











Rys. 88. Wyniki statycznej próby ściskania w temp. otoczenia dla $\lambda=98$

Tabela 10. Wyniki statycznej próby ściskania dla $\lambda=98$

stop	σ [MPa]	ϵ [%]
Al-5%Cu $\lambda=98$	203	67
Al-25%Cu $\lambda=98$	340	67
Al-33%Cu $\lambda=98$	218	18
Al-45%Cu $\lambda=98$	123	11

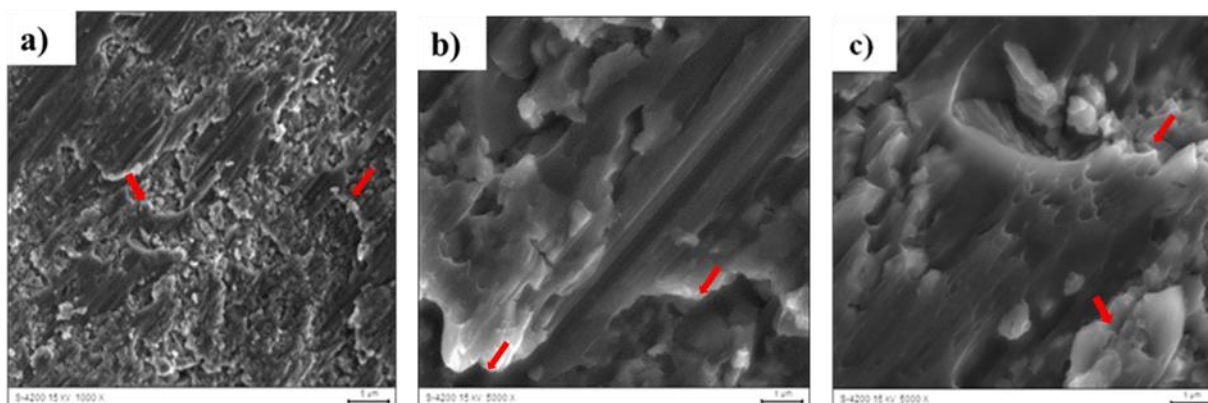
Zestawienie wyglądu próbek po przeprowadzonej próbie ściskania pokazano w tabeli 11.

Tabela 11. Przełomy próbek po ściskaniu

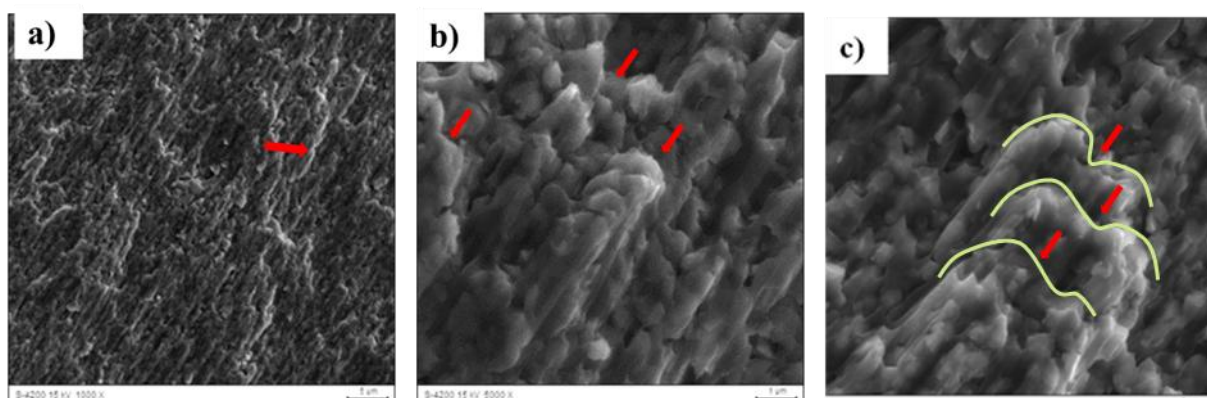
Al-5%Cu $\lambda=30$		Al-5%Cu $\lambda=98$	
Al-25%Cu $\lambda=30$		Al-25%Cu $\lambda=98$	
Al-33%Cu $\lambda=30$		Al-33%Cu $\lambda=98$	
Al-45%Cu $\lambda=30$		Al-45%Cu $\lambda=98$	

Na rys. 89 i 90 pokazano powierzchnie przełomów po próbie ściskania dla stopów Al-25%Cu oraz Al-33%Cu po zastosowaniu odkształcenia $\lambda=30$. Wykazano, że w obu przypadkach mechanizmem inicjującym proces pęknięcia jest ścinanie. Na podstawie

przeprowadzonych badań należy stwierdzić, że odkształcenie plastyczne stopów odbywa się poprzez formowanie i propagację licznych pasm odkształcania i ścinania. Przykłady propagacji pasm ścinania oznaczono strzałkami. Wykazano jednak pewne różnice w morfologii przelomów. Mianowicie w stopie Al-33%Cu można zauważyć znacznie większą gęstość pasm ścinania przebiegających w różnych kierunkach w porównaniu ze stopem Al-25%Cu, który nie posiada tak równomiernie rozmieszczonych składników struktury. W przypadku stopu Al-33%Cu liczne i drobne pasma ścinania są wynikiem rozdrobnienia struktury i wytworzenia w miarę równoosiowych ziaren. Należy sądzić, iż rozdrobniona struktura do poziomu ultradrobnoziarnistego szczególnie widoczna dla składu eutektycznego po zastosowaniu odkształcania KoBo jest kompromisem pomiędzy wytrzymałością a plastycznością.



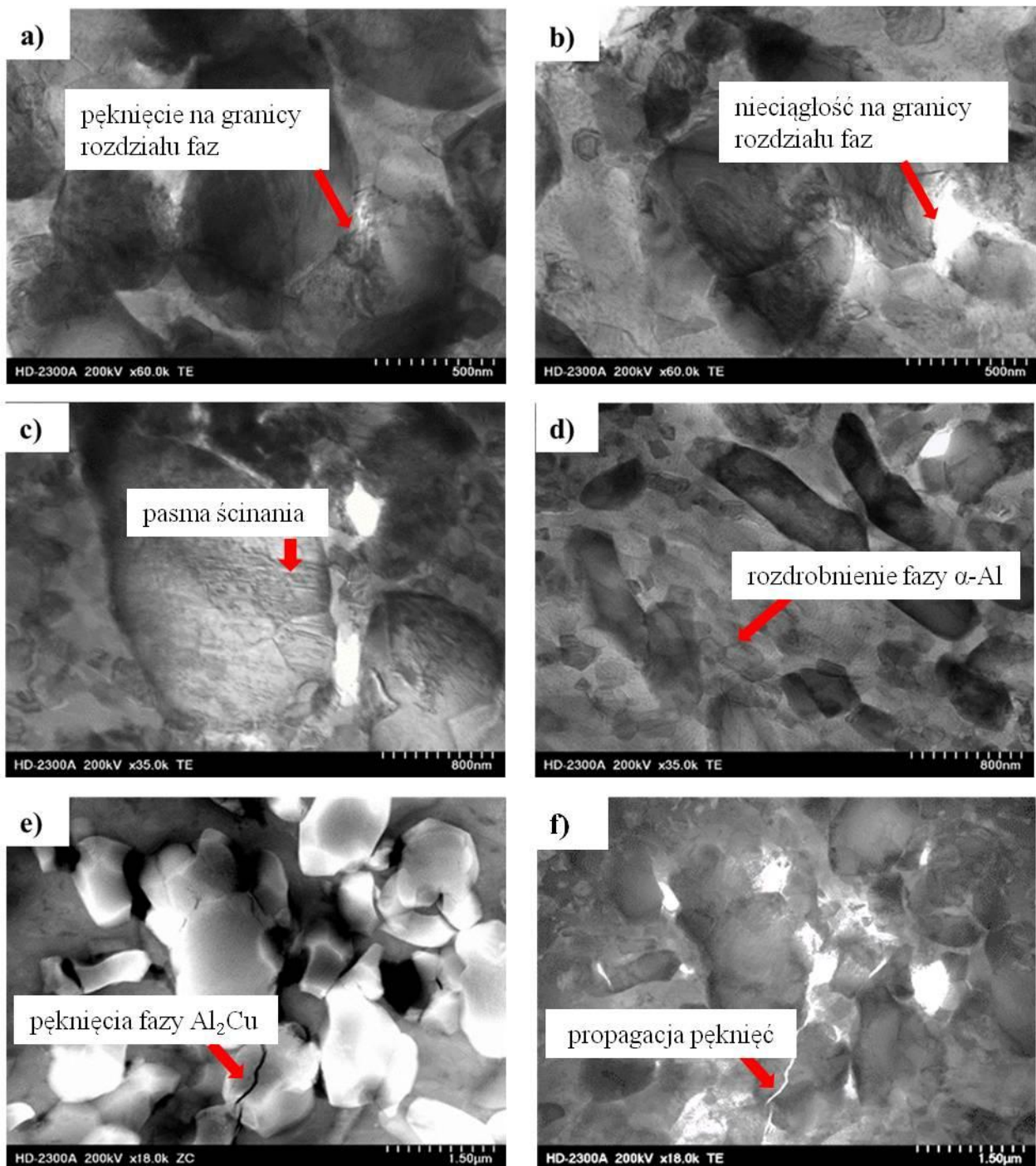
Rys.89. Mikrostruktura przelomu po ściskaniu stopu Al-25%Cu $\lambda=30$



Rys.90. Mikrostruktura przelomu po ściskaniu stopu Al-33%Cu $\lambda=30$

Przykładowe obrazy mikrostruktur dla stopu Al-25%Cu po odkształceniu $\lambda=30$ po przeprowadzonej próbie ściskania pokazano na rys. 91. Reakcja fazy Al_2Cu i $\alpha-Al$ w stopie Al-25%Cu na proces odkształcenia jest zróżnicowana. O ile w roztworze stałym $\alpha-Al$ dochodzi pod wpływem odkształcenia do znacznego rozdrobnienia ziarna (rys. 91 c, d) tak w przypadku fazy Al_2Cu dochodzi do wygenerowania znacznej ilości dyslokacji (rys. 91a, b). Odkształceniu fazy międzymetalicznej towarzyszy duży udział naprężeń, który jest

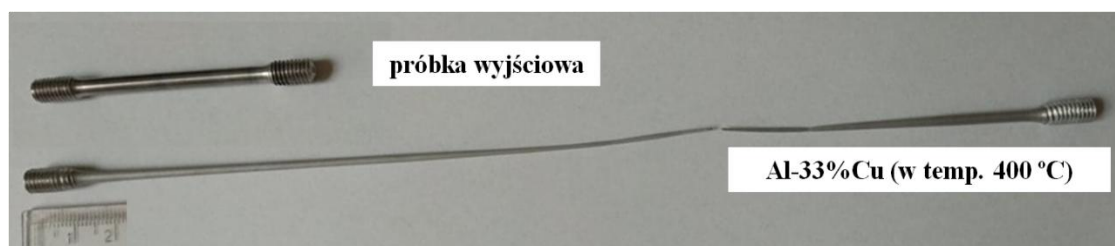
szczególnie widoczny w obszarach w pobliżu granic rozdziału dwóch faz (rys. 91 a). Na granicy rozdziału dochodzi również do zainicjowania pasm ścinania, które propagują w głąb fazy międzymetalicznej (rys. 91 b, c). Na granicy rozdziału pomiędzy dwoma fazami dochodzi do powstawania nieciągłości (rys. 91a-d). Wygenerowane na granicy rozdziału nieciągłości niekiedy łączą się (rys. 91c). Zaobserwowano również pęknięcia, które rozwijają się w obrębie fazy międzymetalicznej i nie ulegają dalszej penetracji (rys. 91 e), jednakże są również obserwowane przypadki, gdzie wyraźne nieciągłości na granicy rozdziału propagują poprzez fazę międzymetaliczną, a materiał ulega de kohezji (rys. 91 f).



Rys.91a-f. Mikrostruktura próbki po ścisnaniu stopu Al-25%Cu, $\lambda=30$

Badania nadplastyczności

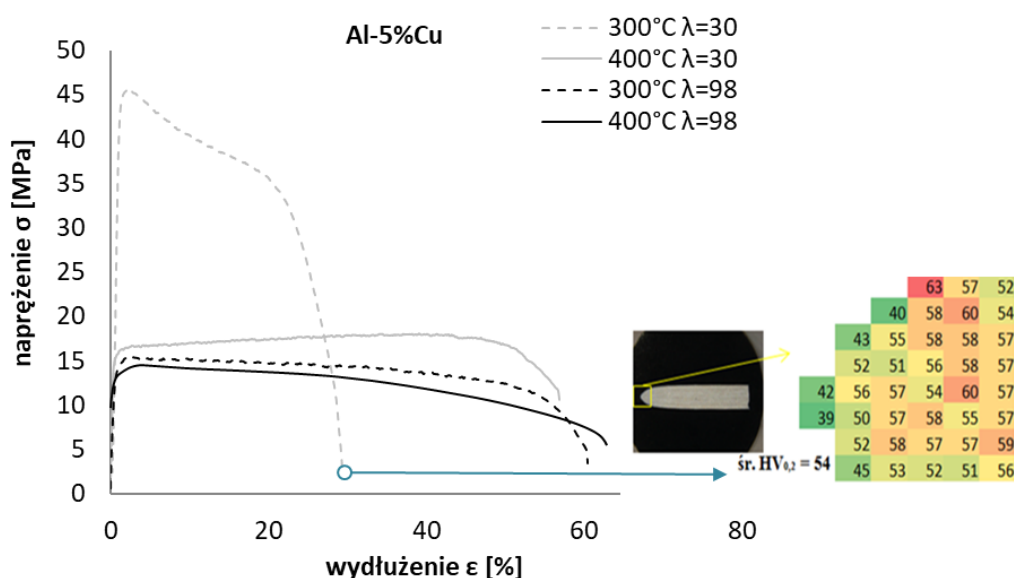
Próbki uzyskane w wyniku odkształcania KoBo poddano odkształceniu z wykorzystaniem statycznej próby rozciągania w temp. 300 °C i 400 °C. Przykładowy wygląd próbek po rozciągnięciu przedstawiono na rys. 92. Natomiast charakterystyki uzyskane w statycznej próbie rozciągania dla stopów Al-5%Cu, Al-25%Cu i Al-33%Cu przedstawiono na rys. 93-95. Wyniki badań zebrano również w tabelach 12-14.



Rys.92. Przykładowy wygląd próbek w stanie wyjściowym i po przeprowadzonym badaniu nadplastyczności

Z przeprowadzonych badań wynika, że uzyskane naprężenia i wydłużenia zależą od temperatury odkształcenia oraz wartości λ . Jak pokazano na rys. 93, naprężenie na krzywych płynięcia dla stopu Al-5%Cu uzyskane w temperaturze 300°C i $\lambda=30$ gwałtownie wzrosły do wartości maksymalnych wynoszących około 46 MPa, a następnie dość szybko malały. Zniszczenie próbek następowało przy wydłużeniu około 30%. Gdy próbki były odkształcane przy $\lambda=98$, maksymalne naprężenia malały i wynosi około 15 MPa. Wydłużenie wynosiło około 60%. Dla próbek odkształconych w 400°C przy $\lambda=30$ i $\lambda=98$, wartość maksymalnego naprężenia zawiera się w przedziale od 10 MPa do 17 MPa. Jednocześnie próbki osiągały wydłużenie w przedziale od ok. 56% do ok. 63%. Należy zauważyć, że próbki odkształcone w 300°C przy $\lambda=98$ charakteryzują się podobnym poziomem wartości naprężeń maksymalnych jak i podobnym poziomem wydłużenia jak próbki odkształcone w 400°C. Stop Al-5%Cu wykazywał maksymalne wydłużenie w temperaturze 400°C. Typowa charakterystyka krzywych płynięcia (zbliżanie się do stanu ustalonego) wskazywała na występowanie efektów w których zaczyna dominować proces zdrowienia dynamicznego podczas odkształcenia. Wpływ temperatury odkształcenia na efekt nadplastyczności w przypadku stopu Al-25%Cu jest znaczący (rys. 94). Nadplastyczne właściwości stopu są wyraźnie widoczne przy wyższej temperaturze odkształcenia. Dla próbek odkształconych w 400°C przy $\lambda=30$ i $\lambda=98$, maksymalne naprężenia na krzywych płynięcia są porównywalne i wynoszą około 13 MPa - 14 MPa. Jednocześnie próbki osiągają wydłużenie w przedziale od ok. 780% do ok. 830%. Wzrost wydłużenia w przypadku próbek odkształconych w temperaturze 400°C prowadzi jedynie do wzrostu wydłużenia. Kiedy próbki są odkształcane w temperaturze 300°C, to wzrost wartości λ wpływa na obniżenie

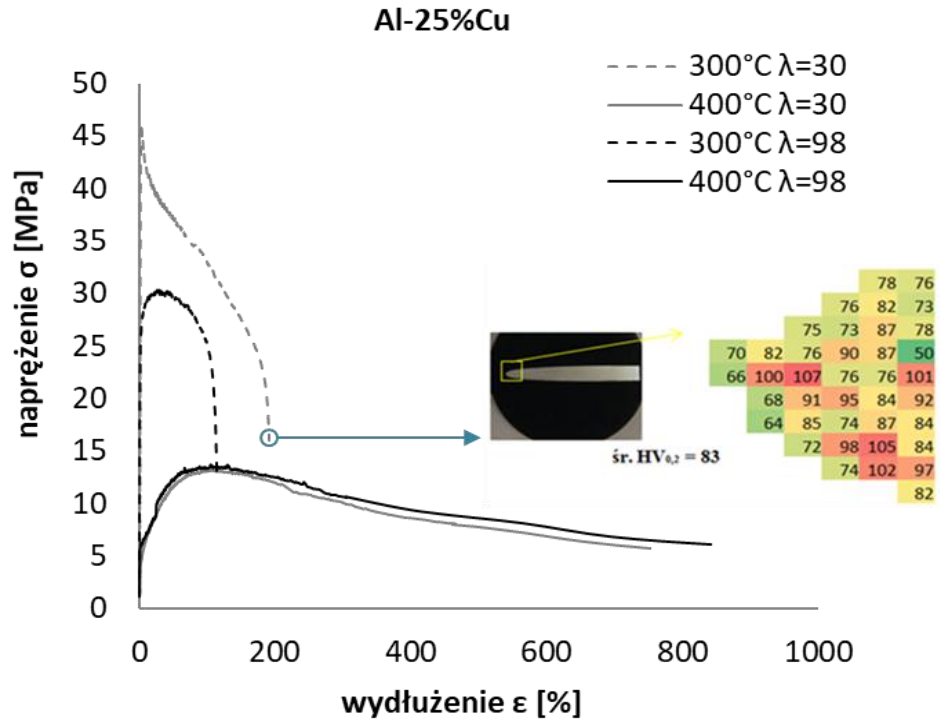
maksymalnego naprężenia i zwiększenie wydłużenia. Chociaż w tej temperaturze stop nie wykazuje właściwości nadplastycznych. Podobne charakterystyki odkształcenia jak dla opisanego wcześniej stopu Al-25%Cu zaobserwowano dla stopu Al-33%Cu. W tym przypadku wzrost wydłużenia (odpowiednio o ok. ~990% i ~1100% dla odkształcenia $\lambda=30$ i $\lambda=98$) odnotowano podczas odkształcenia w temperaturze 400°C, przy obniżeniu wartości naprężeń maksymalnych o ok. 7-10 MPa (rys. 95, tabela 13 i 14). Próbkę stopu Al-33%Cu zachowują dość wysoki poziom naprężeń maksymalnych równy 48 MPa i 22 MPa odpowiednio dla $\lambda=30$ i $\lambda=98$. Wartość wydłużenia przekraczała 300% dla próbek odkształconych dla $\lambda=98$. Na podstawie przeprowadzonych eksperymentów należy zauważyć, że maksymalne wydłużenie badanych stopów osiągnięte zostało w temperaturze 400°C. Minimalną wartość naprężenia maksymalnego, a jednocześnie maksymalne wydłużenie do zniszczenia uzyskano dla stopu Al-33%Cu, który cechował się równoosiową ultradrobnoziarnistą strukturą.



Rys. 93. Krzywe naprężenie-odkształcenie w temp. 300 °C i 400 °C dla stopu Al-5%Cu odkształcanego przy $\lambda=30$ i $\lambda=98$

Tabela 12. Zestawienie wyników wytrzymałościowych dla stopu Al-5%Cu w temp. 300°C i 400°C odkształcanego przy $\lambda=30$ i $\lambda=98$

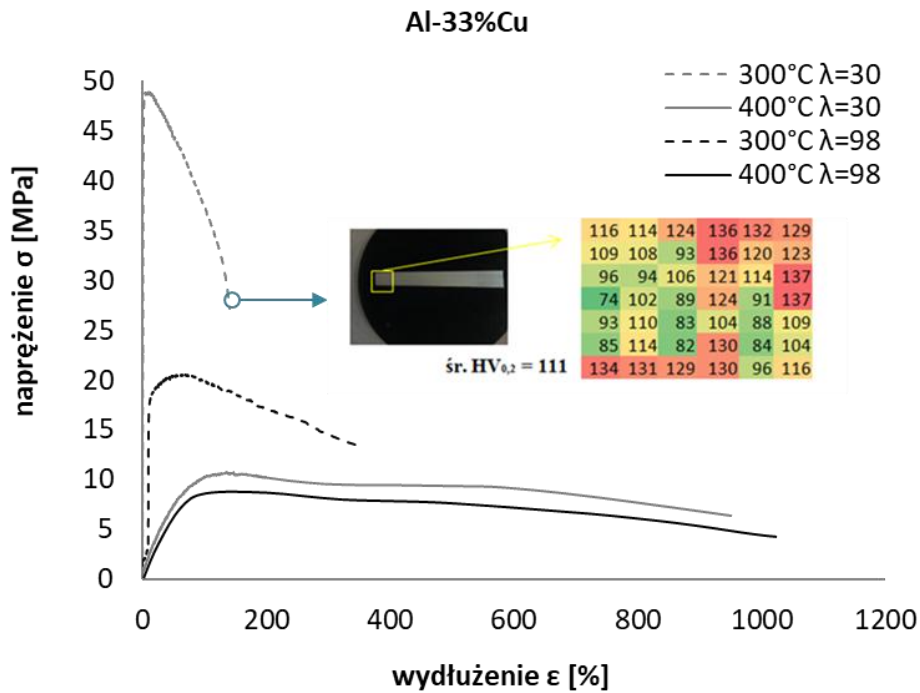
	300 °C		400 °C	
	$\lambda=30$	$\lambda=98$	$\lambda=30$	$\lambda=98$
σ_{max} [MPa]	45,7	15,5	18,1	14,2
ϵ_{max} [%]	29,3	60,4	56,8	63,4



Rys. 94. Krzywe naprężenie-odkształcenie w temp. 300°C i 400°C dla stopu Al-25%Cu odkształcanego przy λ=30 i λ=98

Tabela 13. Zestawienie wyników wytrzymałościowych dla stopu Al-25%Cu w temp. 300°C i 400°C odkształcanego przy λ=30 i λ=98

	300 °C		400 °C	
	λ=30	λ=98	λ=30	λ=98
σ_{max} [MPa]	46,3	30,4	13,3	13,7
ε_{max} [%]	191,9	114,4	787,3	826,6



Rys. 95. Krzywe napężenie-odkształcenie w temp. 300°C i 400°C dla stopu Al-33%Cu odkształcanego przy $\lambda=30$ i $\lambda=98$

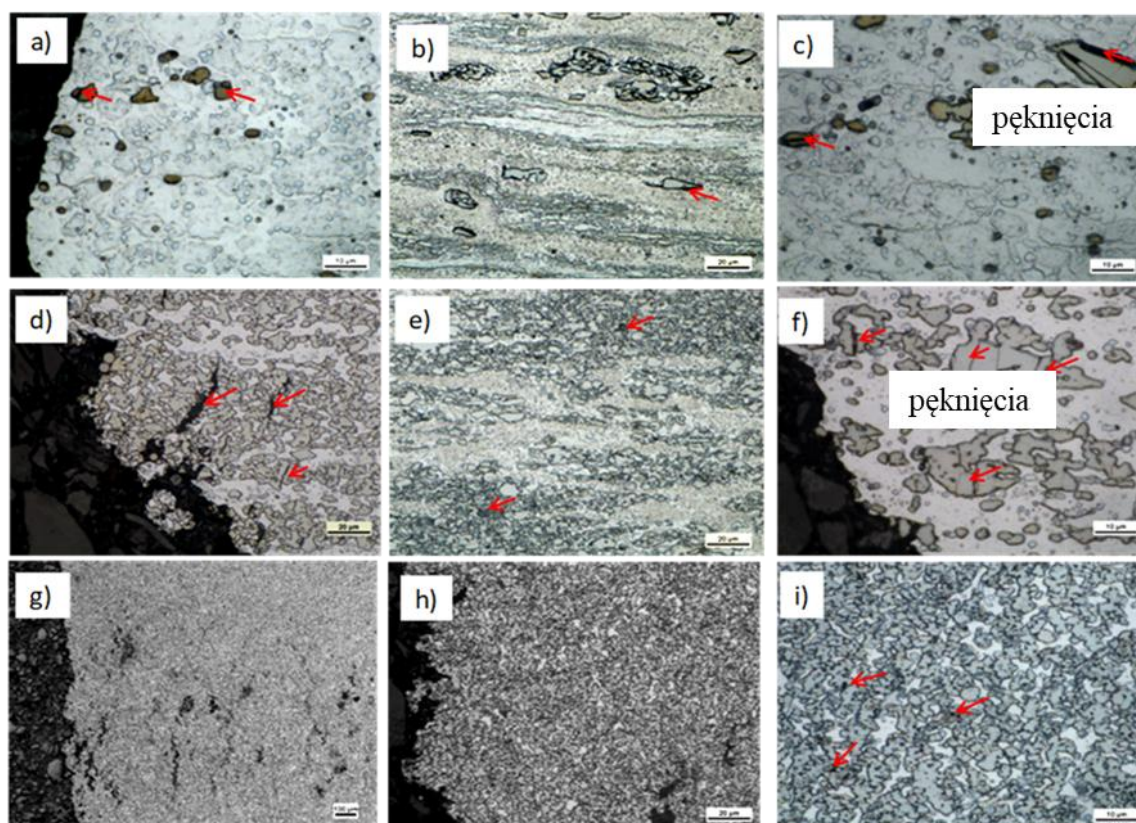
Tabela 14. Zestawienie wyników wytrzymałościowych dla stopu Al-33%Cu w temp. 300°C i 400°C odkształcanego przy $\lambda=30$ i $\lambda=98$

	300 °C		400 °C	
	$\lambda=30$	$\lambda=98$	$\lambda=30$	$\lambda=98$
σ_{\max}	48,8	20,6	10,7	10,2
ϵ_{\max}	140,4	344,6	987,2	1085,2

Przedstawione na rys. 96 mikrostruktury obrazują wybrane przykłady wysokotemperaturowego (400°C) odkształcenia badanych stopów dla $\lambda = 98$. W pierwszej kolejności uwzględniono zmiany mikrostrukturalne widoczne w pobliżu miejsca pęknięcia w celu wizualizacji mechanizmu pękania materiałów. Na rysunku 96 a-c pokazano, że wiele dużych cząstek i cząstek średniej wielkości, pęka lub odrywa się od matrycy z powodu ich przypadkowej orientacji. Ponieważ w stopie Al-5%Cu wydzieleń fazy międzymetalicznej dużej i średniej wielkości jest stosunkowo niewiele, to charakter pękania zależy głównie od osnowy, która jest plastyczna. Nieciągłości widoczne w obszarach międzyfazowych (rys.96 c) powstałe w wyniku niedopasowania sieci krystalograficznych są również widoczne. Natomiast bardzo małe wydzielienia obecne w osnowie nie wspomagają procesu pękania materiału (rys.96 b).

W próbkach Al-25%Cu pęknięcia powstają w fazie Al_2Cu i rozprzestrzeniają się w obrębie fazy Al_2Cu w kierunku prostopadłym do kierunku rozciągania (rys. 96 f). Powstawaniu dużych nieciągłości (rys. 96 d) sprzyjają liczne pęknięcia występujące w masywnych obszarach faz międzymetalicznych. Bardzo często rozmiar pęknięcia jest określony przez wielkość fazy (rys. 96 f). Podczas kolejnego odkształcenia drobne pęknięcia łączą się i powstaje wyraźne pęknięcie. Pęknięcia rozprzestrzeniają się w poszczególnych fazach międzymetalicznych prawdopodobnie z powodu ich wzajemnej bliskości. Pęknięcie jest zatrzymywane w obszarze plastycznej fazy $\alpha-Al$ (rys. 96 d).

W przypadku stopu Al-33%Cu, w którym odległości między poszczególnymi fazami są znacznie mniejsze, powstałe pęknięcia są zatrzymywane lub absorbowane przez fazę $\alpha-Al$. W takim przypadku powstaje wiele mniejszych pęknięć (rys. 96 i). Przebieg pęknięć (rys. 96 g, h) nie jest tak wyraźny jak w przypadku stopu Al-25%Cu, który charakteryzuje się niejednorodną strukturą z nieregularnym rozkładem faz $\alpha-Al$ i Al_2Cu . Podczas wysokotemperaturowego odkształcania siły wzajemnego oddziaływania między fazą międzymetaliczną a fazą $\alpha-Al$ wydaje się być wyjątkowo silne.



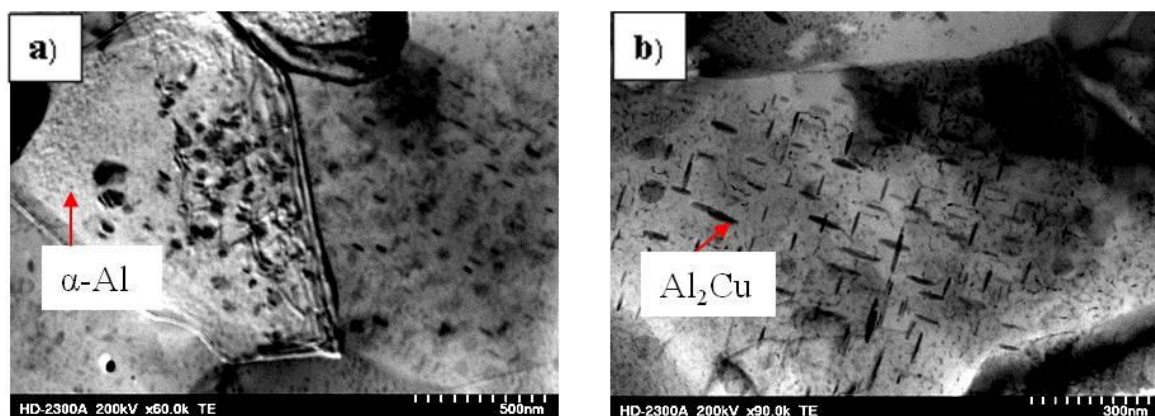
Rys. 96. Mikrostruktura stopu Al-Cu po próbie rozciągania w temperaturze $400^{\circ}C$: a, b, c) Al-5%Cu; d, e, f) Al-25%Cu; g, h, i) Al-33%Cu

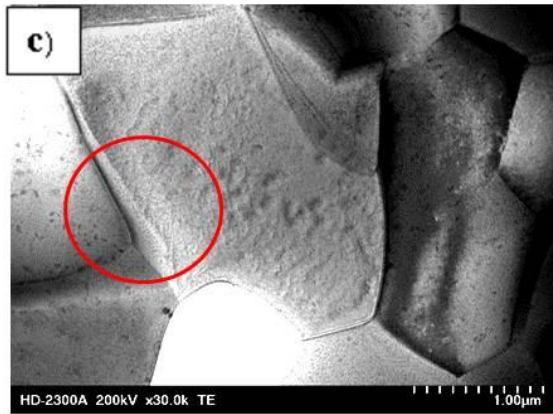
Na podstawie uzyskanych danych, do analizy mikrostrukturalnej z zastosowaniem STEM, wybrano próbki odkształcone w temperaturze $400^{\circ}C$ przy $\lambda=98$ (rys. 97-99). Wyboru dokonano na podstawie uzyskanych charakterystyk nadplastyczności przedstawionych

na rys.93-95 oraz na podstawie dotychczas przeprowadzonych badań, wskazujących na to że wysoka wartość odkształcenia skutkuje dużo większą jednorodnością mikrostruktury i znaczącym rozdrobnieniem ziarna. Obserwacje STEM wykazały obecność dobrze wykształconych ziaren fazy α -Al o dużej dezorientacji (rys. 97a). Dyslokacje obecne wewnątrz ziaren są wynikiem obecności dużej liczby wydzieli fazy Al_2Cu (rys.97b). Niektóre granice ziaren ulegają przesunięciu i skręceniu (rys.97c).

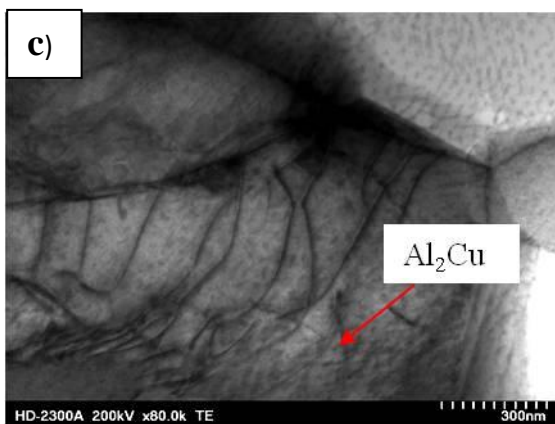
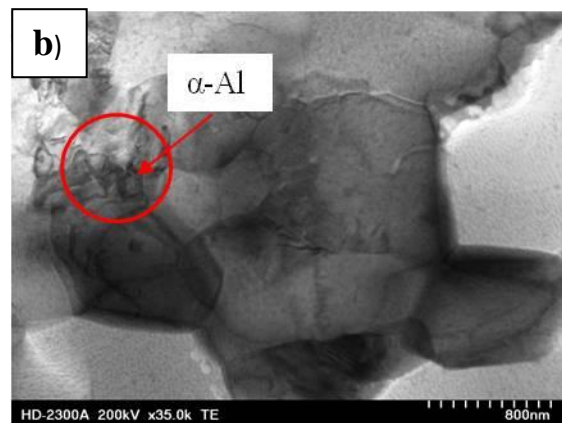
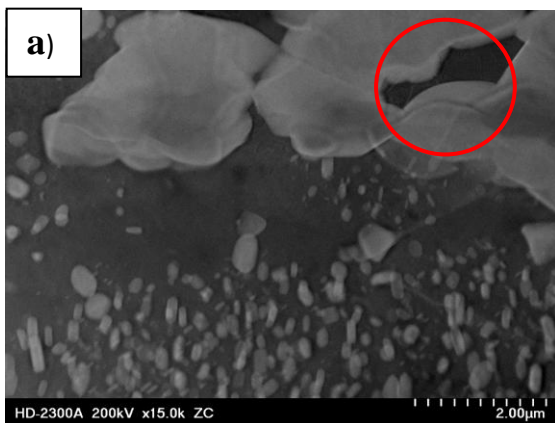
W stopie Al-25%Cu odkształcanym w temperaturze 400°C dyslokacje występują zarówno w fazie masywnej Al_2Cu , jak i α -Al. (rys. 98 b, c). Dyslokacje występujące w fazie Al_2Cu w wyniku odkształcenia, tworzą liczne sploty dyslokacyjne bez śladów tworzenia granic wąsko- i szerokokątowych (rys. 98c), co było widoczne dla fazy α -Al (rys.98 b). Zjawisko to wskazuje na różnice w procesie deformacji obu faz. Dyslokacje nagromadzone w obszarach fazy α -Al w wyniku odkształcenia generują nowe granice i powodują powstawanie nowych ziaren prawdopodobnie dzięki procesowi ciągłej odbudowy struktury (rys.98 b).

Prawdopodobnym mechanizmem nadplastyczności jest duże poślizg po granicach ziaren [74]. Taka sytuacja jest szczególnie charakterystyczna dla stopów Al-25%Cu (rys. 97a) oraz Al-33%Cu (rys. 99 a, b). Ewidentnym przykładem potwierdzającym poślizg po granicach ziaren (przesuwania się granic ziaren i ich stopniowe skręcanie się w kierunku rozciągania jest rys. 99 a, b oraz 98 a. Przesuwanie granic ziaren jest łatwiejsze w przypadku ziaren ultradrobnych o wysokim udziale granic szerokokątowych, czego przykładem jest stop Al-33%Cu. Maksymalne wydłużenie pokazane w procesie rozciągania w 400°C (rys. 99) jest wynikiem dużej ruchliwości granic ziaren.

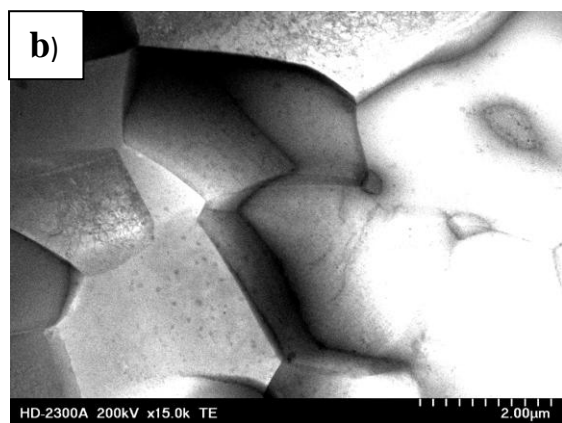
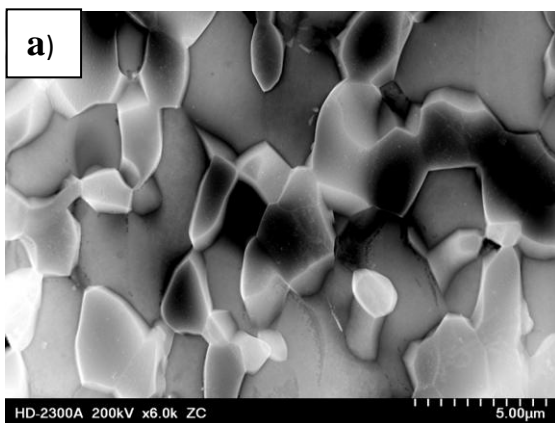


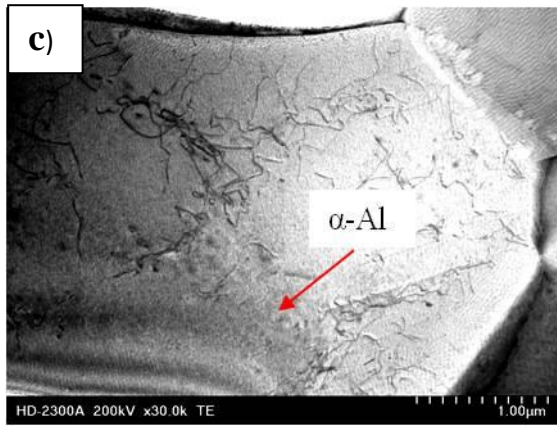


Rys. 97 a-c). Mikrostruktura stopu Al-5%Cu
 $\lambda=30$, 400 °C



Rys. 98 a-c). Mikrostruktura stopu Al-25%Cu
 $\lambda=30$, 400 °C





Rys. 99 a-c). Mikrostruktura stopu Al-33%Cu
 $\lambda=30$, 400 °C

Mapy mikrotwardości próbek po badaniach nadplastyczności (w temp. 300°C) dla stopów Al-5%Cu, Al-25%Cu i Al-33%Cu przedstawiono na rys. 93-95. Z przeprowadzonych pomiarów twardości wynika, że średnia twardość materiałów maleje w porównaniu do materiałów po odkształcaniu KoBo.

5.4. Charakterystyka właściwości fizycznych stopów Al-Cu odkształczanych metodą KoBo

Konduktywność elektryczna

Dokonano pomiarów konduktywności elektrycznej próbek przy odkształceniu $\lambda=30$. Wyniki zebrano w tabelicy 15. Konduktywność elektryczna stopów po odkształcaniu KoBo rośnie w porównaniu do stanu po odlewaniu (tablica 6). Np. dla stopu Al-5%Cu w stanie po odlewaniu konduktywność elektryczna wynosiła 30,65 [MS/m] a po odkształcaniu KoBo 24,58 [MS/m].

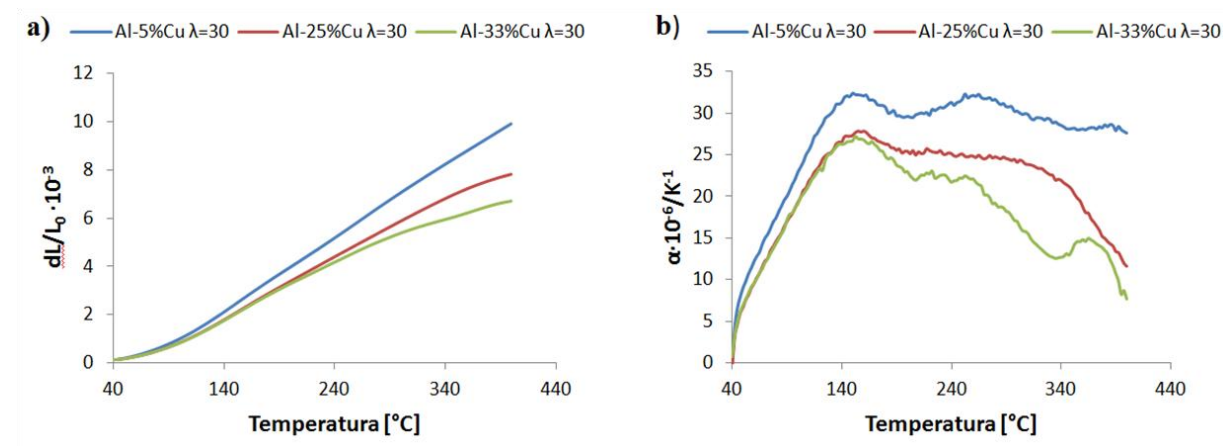
Tabela 15. Wyniki konduktywności elektrycznej stopu Al-Cu po odkształcaniu KoBo $\lambda=30$

γ [MS/m]	
stop	$\lambda=30$
Al-5%Cu	30,65
Al-25%Cu	25,40
Al-33%Cu	31,29
Al-45%Cu	15,65

Badania dylatometryczne

Rozszerzalność cieplna (rozszerzalność termiczna) jest jedną z podstawowych właściwości fizycznych. Właściwość ta polega na zwiększaniu się wymiarów materiału w miarę wzrostu ich temperatury. Rozszerzalność cieplną określa się często poprzez współczynnik rozszerzalności cieplnej. Np. współczynnik rozszerzalności liniowej dla miedzi

i aluminium wynoszą odpowiednio: $\text{Cu}=17\cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$, $\text{Al}=23\cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$. Na rys. 100 przedstawiono zmianę wartości współczynnika rozszerzalności cieplnej w zakresie temperatur od 40-400°C, dla poszczególnych stopów Al-Cu po odkształceniu KoBo $\lambda=30$. Wydłużenie względne stopów rośnie ze wzrostem temperatury badania. Największy wzrost wydłużenia względnego wykazano dla stopu Al-5%Cu, najmniejszy natomiast dla stopu Al-33%Cu. Współczynnik rozszerzalności liniowej analizowano w zakresie temperatury od 40-400°C. Dla wszystkich analizowanych stopów odnotowuje się niemal liniowy wzrost współczynnika rozszerzalności liniowej w zakresie temperatur od 40 do ok. $\sim 140^\circ\text{C}$. W temp. ok. 140°C współczynnik rozszerzalności cieplnej α wynosi dla stopu Al-5%Cu ok. $\sim 33\cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$, natomiast dla stopów Al-25%Cu i Al-33%Cu ok. $26\cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$. Powyżej temperatury 140-150°C w przypadku wszystkich stopów odnotowano spadek współczynnika α . O ile dla stopu Al-5%Cu spadek współczynnika α jest nieznaczny ok. $\sim 28\cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$ to w przypadku stopów Al-25%Cu i Al-33%Cu spadek współczynnika α jest znaczny i wynosi odpowiednio ok. $\sim 7\cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$ i $\sim 12\cdot 10^{-6} [\text{K}^{-1}]$. Wzrost współczynnika α ze wzrostem temperatury wyjaśnia się w oparciu o wzrost amplitudy drgań atomów, co powoduje wzrost średniej odległości międzyatomowej. Wzrost średniej odległości międzyatomowej bezpośrednio przekłada się na wzrost wymiarów materiału poddanego działaniu temperatury. Kryształy o sieci tetragonalnej do których należy faza Al_2Cu wykazują anizotropię strukturalną. Dlatego szczególnie dla tej grupy materiałów podaje się dwa liniowe współczynniki przypisując je głównym kierunkom krystalograficznym. Zatem dla tej grupy materiałów powinien być przeprowadzony pomiar współczynnika α w kierunku poprzecznym i wzdłużnym do głównej osi próbki. Pomiaru tego nie dokonano ze względu na wymiary próbek. Ponadto próbki do badań pochodziły z testów po odkształceniu KoBo w związku z tym wyraźna tekstura materiału wpływać może na wyniki zmian współczynnika α ze zmianą temperatury.



Rys. 100. Wyniki badań rozszerzalności cieplnej: a) wydłużenie względne, b) zmiana współczynnika rozszerzalności cieplnej

6. Dyskusja wyników

Zgodnie z danymi doświadczalnymi, przedstawione w pracy binarne stopy z układu Al-Cu stanowią wyłącznie materiał odlewniczy (rys. 30, 33, 36, 38). Proces KoBo dał możliwość uzyskania prętów na których przeprowadzono kolejne badania. Przebieg badań KoBo pozwolił na przeprowadzenie efektywnego odkształcenia, bez homogenizacji wlewków. Ujawniono pasmowość struktury, która była skorelowana z kierunkiem wyciskania (rys. 43, 51, 68), co bezpośrednio jest związane z teksturą odkształcanego materiału (rys. 48, 58, 75).

W warunkach cyklicznie zmiennej drogi odkształcenia działają mechanizmy, które skutecznie przebudowują pierwotną strukturę odlewów w strukturę podatną do dalszego odkształcenia plastycznego wykazaną w statycznych próbach rozciągania i ściskania. Występujące fazy uległy rozdrobnieniu oraz redystrybucji, co było następstwem zastosowania cyklicznej zmiany drogi odkształcenia.

Na podstawie rentgenowskiej analizy strukturalnej (XRD) we wszystkich badanych stopach stwierdzono roztwór stały α -Al (sieć regularna, grupa przestrzenna $Fm-3m$, 225) i fazę Al_2Cu (sieć tetragonalna, grupa przestrzenna $I4/mcm$, 140) (rys. 27). We wszystkich przypadkach identyfikacja wymienionych faz jest jednoznaczna.

Z wykorzystaniem metody KoBo rozdrobniono stopy Al-Cu o dużym udziale twardej fazy międzymetalicznej Al_2Cu . Zastosowana w tym przypadku metoda do rozdrobnienia ziarna jest szczególna, gdyż należy do technik SPD, gdzie dzięki zmianie drogi odkształcenia podczas wyciskania w połączeniu z odwracalnym skręcaniem matrycy może wzrosnąć temperatura zdeformowanego materiału. Z tego powodu w mikrostrukturze może z dużą łatwością powstać nadmiarowa nierównowagowa koncentracja wakansów w postaci klastrów. Fakt ten sprawia, że w ten sposób odkształcony materiał jest bardzo podatny na deformację, a mikrostruktura w wielu przypadkach jest znana jako dynamicznie zdrowiona. Efekty odbudowy struktury są szczególnie dobrze widoczne, gdy proces przebiega w jednej operacji, jak przedstawiono w omawianym eksperymencie. Dlatego metoda ta może być pomocna w uzyskaniu odpowiednich właściwości plastycznych, nawet w odniesieniu do materiałów odlewniczych, które były przedmiotem niniejszych badań. Ponadto jak wspomniano w części literaturowej zaproponowana technika wyeliminowała obecność wad odlewniczych, takich jak: skurcze odlewnicze lub porowatości gazu, które są przyczyną niskiej wytrzymałości. Na podstawie przeprowadzonych badań strukturalnych wykazano, że proces odkształcania struktury w analizowanych stopach jest złożony, ponieważ obejmuje procesy rozdrobnienia ziarna dwóch faz α -Al i Al_2Cu o różnych preferencjach odkształceniowych z powodu różnej struktury krystalograficznej. Z tego względu różne mechanizmy strukturalne,

są odpowiedzialne za tworzenie nowych ziaren, a tym samym prowadzą do różnych charakterystyk strukturalnych. W przeprowadzonych badaniach wykazano, że generowanie dyslokacji i ich wzajemnych konfiguracji oraz generowanie granic ziaren nierównowagowych determinują właściwości mechaniczne. Należy zauważyć również, że ważnym elementem strukturalnym odpowiedzialnym za wzrost plastyczności podczas SPD jest rodzaj granic ziaren [115-117]. Wiadomo, że struktury drobnoziarniste wytwarzane technikami SPD zwykle zawierają duży udział granic wąskokątowych powstałych ze ścian komórek dyslokacyjnych [105, 117]. Warto również wspomnieć, że otrzymywanie drobnoziarnistych struktur z wykorzystaniem technik SPD jest dość trudnym zadaniem [105, 118], szczególnie wtedy gdy frakcja fazy międzymetalicznej jest stosunkowo duża.

Twarde fazy Al_2Cu w stopie Al-5\%Cu po zastosowaniu SPD wpływają na zwiększenie granicy plastyczności dzięki działającemu mechanizmowi Orowana, a także zwiększają efekt umocnienia odkształceniowego ze względu na generowanie układów dyslokacyjnych, które są niezbędne do zachowania kompatybilności odkształcenia plastycznego. Rola wydzielen fazy międzymetalicznych została wyraźnie potwierdzona w eksperymencie i pokazana głównie na rys. 49-50. W mikrostrukturze obserwowano wydzielenia fazy międzymetalicznej o różnych wymiarach od kilku do kilku mikrometrów (rys. 41c, 42c, 44c, 66-67). Obecność drobnej i masywnej fazy Al_2Cu w odkształconej mikrostrukturze stopu Al-5\%Cu jest dość skuteczna w zmniejszaniu wielkości ziarna (rys. 46, 49b, 50c). Z literatury wiadomo, że szczególnie duże wydzielenia mogą działać jako miejsca inicjacji pęknięć, ze względu na indukowane wysokie naprężenia podczas odkształcania, które zmniejszają w efekcie plastyczność stopu [119]. Dlatego, aby poprawić właściwości mechaniczne stopu, grubsze cząstki muszą zostać zmiażdżone lub rozpuszczone w osnowie [105]. Z drugiej jednak strony na styku faz Al_2Cu i $\alpha\text{-Al}$ pod wpływem SPD dochodzi do niekompatybilności odkształcenia z powodu koncentracji naprężeń w tych obszarach. Z tego względu różnice stałych sprężystych poszczególnych faz i efekt odkształcania SPD, który ponadto generuje dodatkowe defekty w sieci krystalicznej, mogą przyczyniać się do fragmentacji struktury [105]. W prezentowanej pracy efekty te były również obserwowane. Masywne wydzielenia fazy intensyfikowały rozdrobnienie struktury (rys. 45 b, c) Należy zauważyć, że stosunkowo jednolity rozkład cząstek obserwowany w stopie wpływa na wzrost właściwości plastycznych (rys. 79, 80, tabela 7-8). Powszechnie uważa się, że aluminium i jego stopy należą do grupy materiałów podlegających jedynie dynamicznemu zdrowieniu [120]. Jednak, przy wystarczająco dużym naprężeniu proces intensywnego zdrowienia dynamicznego prowadzi do tworzenia granic szerokokątnych, w wyniku czego obserwowana struktura składa się z równoosiowych ziaren, które są typowe

dla procesów ciągłej rekrytalizacji [72, 121]. Mechanizm ten można przypisać stopowi Al-5%Cu. Średnia średnica ziaren fazy α -Al wynosiła ok. 3 μm , a nowe ziarna są oddzielone granicami szerokokątowymi (rys.46c). Jest zatem prawdopodobne, że takie małe ziarna powstały w wyniku ciągłej rekrytalizacji, której znamioną cechą jest ciągły wzrost orientacji między poszczególnymi ziarnami/podziarnami. Szczególnie istotną cechą zdeformowanego stopu jest trudność w uzyskaniu nanometrycznej i ultradrobnej struktury (do 1 μm) ze względu na wysoki wskaźnik dynamicznego zdrowienia, który niekorzystnie wpływa na poprawę wytrzymałości.

Struktura ta zapewnia zatem wysoki poziom plastyczności przy względnie niskiej wytrzymałości (tabela 7-8). Zastosowanie większej wartości odkształcenia nie jest wyraźnie skuteczne w poprawie wytrzymałości na rozciąganie oraz ściskanie (rys. 87-88, tabela 9-10), ale jest skuteczne jeśli chodzi o poprawę właściwości plastycznych. Drobnodziarnista struktura z dużym udziałem granic szerokokątowych (rys.47a) i równomiernie rozmieszczonymi wydzieleniami fazy jest głównym powodem znacznej poprawy plastyczności tego stopu. Przeprowadzone badania potwierdzają wnioski podane w pracach [105].

Rola fazy międzymetalicznej w stopie Al-25%Cu jest odmienna aniżeli w stopie Al-5%Cu, chociaż małe wydzielenia fazy odgrywają taką samą rolę w hamowaniu ruchu dyslokacji jak w stopie Al-5%Cu (rys. 60 c). Niemniej jednak duże masywne fazy Al_2Cu ulegają fragmentacji i przegrupowaniu (rys. 52c, 54c, 59a-b), a efektywność w rozdrobnieniu ziarna fazy Al_2Cu jest lepsza niż w przypadku fazy dendrytycznej α -Al, o czym świadczą wyniki ilościowe pomiarów EBSD (rys. 55-57).

Cykliczne metody odkształcenia powodują przesunięcia granic ziaren fazy i ich wzajemną rotację (rys. 59 a, b). W rezultacie wraz ze wzrostem odkształceń struktura jest znacznie bardziej jednorodna a właściwości plastyczne rosną, jak pokazano (rys. 79-80, 87-88, tabela 7-10).

Aby zapobiec niejednorodności w rozkładzie naprężeń, duże wydzielenia muszą przemieszczać się. W redystrybucji poszczególnych faz, a w rezultacie ich ujednorodnienia jak opisano w literaturze [72, 117], ważnym czynnikiem może być proces dyfuzji międzyfazowej na granicach rozdziału cząstka-osnowa, który może zapewnić ciągłość deformacji na granicach międzyfazowych.

Ponieważ odkształcenie plastyczne w twardych fazach jest mniejsze, podczas gdy miękkie dendryty α -Al niosą znacznie większe odkształcenie plastyczne, to na granicach rozdziału materiał powinien odkształcać się w sposób ciągły, aby nie powodować pęknięć. Zapewnienie ciągłości deformacji na granicach rozdziału jest niezwykle trudne w sytuacji, gdy wielkości faz przekraczają kilka lub nawet kilka mikrometrów, a ponadto ich kształt

jest nieregularny, jak pokazano na rys. 55 b, e. Wpływ takiego braku ciągłości w odkształceniu na granicach rozdziału można zaobserwować na rys. 60a.

Reakcją stopu na różnice naprężeń w obu fazach jest z pewnością rozdrobniona struktura wewnątrz fazy Al_2Cu (rys. 60 a, b). Przy odkształcaniu KoBo, nowe ziarna powstają poprzez indukowanie ciągłego odkształcenia, poprzez: tworzenie splotów dyslokacji, ich wzajemnych przemieszczeń, stopniowego wzrostu dezorientacji ziarna do uzyskania typowych wartości charakteryzujących granie ziaren [122]. Należy zauważyć, że mikrostruktury odkształcane przez KoBo (drobne ziarna z granicami szerokokątowymi) (rys. 55-57) mają wysoki poziom resztkowych naprężeń wewnętrznych, które mogą powodować niestabilną mikrostrukturę i właściwości (rys. 59c, 60a). Sytuację tę obserwuje się w fazie Al_2Cu , w której z łatwością mogą tworzyć się ziarna nierównowagowe (rys. 60). Innymi słowy, zdeformowana mikrostruktura tworzy dużą gęstość lokalnych składowych o wysokiej zmagazynowanej energii odkształcenia, które mogą działać jako miejsca zarodkowania dla nowych ziaren. Z drugiej strony na styku połączenia granic nowo utworzonych ziaren w przestrzeniach fazy Al_2Cu dochodzi do powstania nano –pustek (rys. 60). Jest to efekt generowania naprężeń związany z tworzeniem nowych ziaren lub może wynikać z zainicjowania procesu poślizgu utworzonych granic ziaren w wyniku odkształcania KoBo. Należy dodać iż warunki do nadplastycznego odkształcenia mogły być spełnione, jeśli uwzględnimy wzrost temperatury podczas odkształcania oraz wzrost temperatury wynikający z podgrzania matrycy przed rozpoczęciem procesu.

Wyniki statycznej próby rozciągania i ściskania wykazały, że stop Al-25%Cu może osiągnąć zarówno wysoką wytrzymałość na rozciąganie ($R_m \approx 280$ MPa), jak i dobrą ciągliwość (tj. wydłużenie przy zerwaniu $\sim 13\%$), gdy proces odkształcania jest realizowany przy wyższym stopniu przerobu λ (tabela 8). Wysoka wartość granicy plastyczności $R_{p0,2} \sim 130$ MPa jest kombinacją różnych mechanizmów umocnienia, tj. umocnienia wydzieleniowego, umocnienia odkształceniowego poprzez generowanie wysokiej gęstości dyslokacji oraz umocnienia wynikającego z rozdrobnienia ziarna. Zmniejszenie plastyczności wydaje się być typowym zjawiskiem pojawiającym się podczas procesów SPD. Jednak w przypadku zastosowanego odkształcenia ($\lambda=98$) zaobserwowano poprawę właściwości plastycznych (tablica 7-8). Zjawisko to można przypisać nierównowagowym granicom ziaren [122].

Podobne obserwacje dotyczące rozdrobnionej struktury wskazano dla stopu Al-45%Cu. Na podstawie obserwacji STEM (rys. 76, 77) wykazano, że podczas deformacji w stopach Al-45%Cu wytworzono złożony stan naprężenia. Proces rozdrabniania ziarna jest inicjowany w obszarze granic rozdziału (rys. 72 a, b) i wraz z postępem deformacji przesuwa

się w kierunku środkowych części fazy Al_2Cu (rys. 72 d), obejmując swym zasięgiem znaczną część fazy międzymetalicznej. Wyraźny gradient deformacji występujące w fazie Al_2Cu podczas odkształcania. Obserwacje pokazały, że koncentracja naprężeń ścinających w pobliżu granic rozdziału indukuje zarodkowanie i migrację dyslokacji, ułatwiając w ten sposób odkształcenie plastyczne w fazie Al_2Cu . Duże ilości dyslokacji (rys. 76c, 77a) wprowadzone w celu dostosowania niekompatybilności odkształceń są korzystne i ostatecznie przyczyniają się do powstania struktury nanokrystalicznej, jak pokazano na rys. 77c. W obszarach, w których powstają struktury nanokrystaliczne, nowe ziarna są oddzielone granicami szerokokątowymi, a nowe ziarna są prawie wolne od defektów.

Podczas deformacji w fazie Al_2Cu obserwuje się mechanizm związany z niezachowawczym ruchem dyslokacji [118]. Mechanizm ten zapewnia kanały szybkiej dyfuzji podczas deformacji plastycznej i wskazuje na niestabilność strukturalną fazy Al_2Cu . Z tego powodu proces przemieszczania dyslokacji, w tym wpływ wad punktowych na przemieszczanie dyslokacji, może wpływać na efektywne rozdrobnienie ziarna w masywnej fazie Al_2Cu . Sytuacja ta związana jest z faktem, że w przypadku stopu Al-25%Cu i stopu Al-45%Cu procesy rozdrabniania mogą przebiegać łatwiej niż w przypadku fazy $\alpha\text{-Al}$. Obserwacje strukturalne przeprowadzone z zastosowaniem metody STEM (rys. 77) potwierdziły wyniki badań ilościowych uzyskanych z zastosowaniem metody SEM/EBSD (rys. 72-74). Wzrost udziału fazy międzymetalicznej Al_2Cu w stopie Al-45%Cu, w porównaniu ze stopami dotychczas omówionymi, powoduje wzrost właściwości wytrzymałościowych i zmniejszenie właściwości plastycznych. Wysoki udział fazy Al_2Cu sprawia, że wysoki poziom wytrzymałości na rozciąganie (tabela 7-8) oraz ściskanie (tabela 9-10) jest niemożliwy do osiągnięcia.

Na podstawie przeprowadzonych badań wytrzymałościowych wykazano, że przyczyną niskiej plastyczności stopu był duży udział fazy Al_2Cu , który jednocześnie przyczynił się do wzrostu umocnienia (rys. 79-80). Z drugiej strony słaba koherencja granic rozdziału między roztworem stałym a fazą mogła stanowić przyczynę pęknięć i wczesnej lokalizacji odkształcenia podczas próby rozciągania. W stopach które zawierały duży udział fazy Al_2Cu mikropęknięcia powstawały w płaszczyznach maksymalnego ścinania (tabela 11).

Wzrost wartości λ zwiększa podatność na odkształcenie, co wykazano zarówno w statycznych próbach rozciągania, jak i ściskania. Z powodu zastosowania odkształcenia $\lambda = 98$ dochodzi do zmian strukturalnych w postaci wzrostu średniej dezorientacji ziarna, zmniejszenia wielkości ziarna (rys.72-74) i aktywacji procesów odbudowy struktury, które były obecne zarówno w ziarnach fazy $\alpha\text{-Al}$ jak i Al_2Cu (rys. 76 b, c).

Struktura lamelarna stopów eutektycznych Al-33%Cu jest szczególna pod względem procesów SPD, ponieważ dzięki odkształceniu struktura ta przekształca się w strukturę równoosiową ultradrobnych ziaren, co jest skuteczne w przypadku uzyskania właściwości nadplastycznych materiału.

W pracy [94] metodę ECAP z powodzeniem wykorzystano do rozdrabniania struktury stopu Al-33%Cu w temperaturze 400°C dla odkształcenia $\epsilon=8$. Ogólna mikrostruktura eutektyczna stopniowo ewoluje od struktury charakteryzującej się niejednorodnymi cechami do jednorodnej struktury o średniej wielkości ziarna ok. 1,1 μ m. Zgodnie z podaną literaturą proces dystrybucji struktury lamelarnej do równoosiowej po deformacji SPD obejmuje: akumulację dyslokacji wewnątrz i na granicy lameli, deformację lameli i ich przemieszczenie przy udziale pasm ścinania. Przedstawiony schemat deformacji struktury lamellarnej potwierdzają badania przeprowadzone w niniejszej pracy. Naprężenia generowane w granicach rozdziału są pomocne w zarodkowaniu pasm ścinania, które dzielą każdą kolonię eutektyczną na mniejsze objętości. Wraz ze wzrostem deformacji uzyskuje się w pełni jednorodną, drobnoziarnistą, równoosiową strukturę typu duplex (rys. 61-62) [94]. Tak rozdrobniona struktura, z dużą frakcją ziaren poniżej 1 μ m (rys. 63-64), powoduje wzrost właściwości mechanicznych, które są najwyższe z pośród wszystkich analizowanych stopów (tabela 7-10).

Eksperymentalne i teoretyczne badania zachowania takich materiałów sugerują, że można uzyskać dodatkową poprawę właściwości mechanicznych poprzez zmniejszenie grubości lameli i/lub powierzchni ich rozdziału [82]. Stop Al-33%Cu wykazał bimodalną strukturę lamelarną składającą się z mikrometrycznych płytek α -Al i fazy Al₂Cu (rys. 37a). Szczegółowe badania z wykorzystaniem mikroskopu STEM wskazują obecność wtórnej eutektyki w osnowie fazy α -Al. (rys. 37b). W takich strukturach efekt umacniający wynika z szybkiego generowania dyslokacji (rys. 67c) i ich wzajemnych przemieszczeń. Wraz z dalszym wzrostem deformacji gęstość dyslokacji w najdrobniejszych ziarnach szybko osiąga nasycenie, a zatem proces magazynowania dyslokacji zwalnia. Zauważono, że odkształcenie plastyczne ultradrobnych lameli eutektyki jest niejednorodne (rys. 66-67). Granice rozdziału są źródłami dyslokacji (rys. 67 b, c). Nagromadzenie znacznej gęstości dyslokacji wspomaga tworzenie ziaren nierównowagowych w fazie Al₂Cu (rys. 67 b). Na podstawie przeprowadzonych badań przelomów pochodzących z próbek poddanych ściskaniu (rys. 90) oraz na podstawie przedmiotowej literatury wynika, że propagowanie licznych, drobnych pasm ścinania może opóźnić zarodkowanie pęknięć, co jest jednoznaczne ze skłonnością materiału do większego odkształcenia. Innymi słowy zainicjowanie jednorodnego odkształcenia plastycznego w objętości próbki, które zależy

oczywiście od stopnia rozdrobnienia mikrostruktury, będzie sprzyjać polepszeniu właściwości plastycznych stopu (tabela 7-10).

Stopy Al-Cu po odkształcaniu wykazywały strukturę ultradroboziarnistą. Poddane statycznej próbie rozciągania w temperaturze 300°C i 400°C z prędkością 0,0001s⁻¹ wykazywały wydłużenie w zakresie od ok. 60% do 1000%. Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że najlepsze właściwości nadplastyczne stopy osiągnęły w temperaturze 400°C. Maksymalne wydłużenie do zniszczenia uzyskano dla stopu Al-33%Cu po odkształceniu $\lambda=98$ (rys. 95, tabela 14). Stop ten charakteryzował się ultradroboziarnistą równoosiową strukturą. Wpływ temperatury odkształcenia na właściwości nadplastyczne jest ściśle powiązany z mikrostrukturą. Zgodnie z danymi literaturowymi [123], ze wzrostem temperatury odkształcenia plastycznego wzrasta energia atomów poszczególnych składników strukturalnych i dochodzi do wyższej aktywności atomów [123-124]. Jest to równoznaczne z tym, że siła wiązań międzyatomowych maleje. Powoduje to znaczne zniesienie bariery dyslokacyjnych, a tym samym zmniejszenie naprężenia płynięcia plastycznego. Maksymalne wydłużenie wykazane dla stopu Al-33%Cu po odkształceniu $\lambda=98$ w procesie rozciągania w 400°C jest wynikiem dużej ruchliwości granic ziaren (rys. 97 c, 98 a, 99 a, b). Migracja atomów pełni również ważną rolę w procesie wysokotemperaturowego odkształcania. Wzrost wartości odkształcenia λ w przypadku próbek odkształconych w temperaturze 400°C w większości przypadków prowadzi do wzrostu wydłużenia (tabela 12-14).

Z przeglądu literatury wynika, że poślizg po granicach ziaren jest podstawowym mechanizmem odpowiedzialnym za nadplastyczność [123, 125]. Dodatkowo pełzanie dyfuzyjne oraz poślizg dyslokacyjny mogą koordynować proces nadplastycznego płynięcia. Pomimo, że poślizg granic ziaren jest uznany za podstawowy mechanizm odkształcenia to można spotkać stopy, gdzie ujawnia się dużą aktywność poślizgu dyslokacyjnego np. stopy Al-Mg-Mn, w których udział poślizgu dyslokacyjnego wynosi nawet 40%. Natomiast w stopie AA5083 [126] stwierdza się migrację granic ziaren w połączeniu z procesami dynamicznej odbudowy struktury– rekrystalizacji, która towarzyszy procesowi odkształcenia wysokotemperaturowego. Kluczowym mechanizmem odkształcania w temp 300-400 °C w analizowanych stopach jest poślizg po granicach ziaren. Granice ziaren szczególnie fazy międzymetalicznej ulegają w łatwy sposób znacznemu przesunięciu oraz obrotom pod wpływem odkształcenia plastycznego (rys. 97c, 99 a, c). Wykazano ponadto, że przesuwanie granic ziaren jest łatwiejsze w przypadku ziaren ultra drobnych o wysokim udziale granicach szerokokatowych, czego przykładem jest stop Al -33%Cu. Stop Al-25%Cu wykazywał podobnie wysokie właściwości nadplastyczne, niemniej jednak z uwagi na dużą niejednorodność strukturalną uzyskano mniejsze wydłużenie.

7. Wnioski

1. Odlewnicze stopy Al-Cu o różnej początkowej strukturze zostały z powodzeniem odkształcone z wykorzystaniem metody KoBo. Metoda ta umożliwiła rozdrobnienie fazy α -Al oraz Al_2Cu do poziomu ultradrobnoziarnistego.

2. Podczas odkształcania KoBo często obserwowano wysoki poziom naprężeń wewnętrznych i odkształcenia sprężyste w ziarnach faz Al_2Cu . Obserwacje te potwierdziły, że wytworzone ziarna charakteryzują się stanem nierównowagi.

3. Konsekwencją rozdrobnienia ziarna jest wzrost właściwości mechanicznych uzyskiwany w próbach statycznego ściskania i rozciągania. Obserwuje się znaczną poprawę właściwości mechanicznych przy rozciąganiu wraz z poprawą plastyczności wraz ze wzrostem odkształcenia.

4. Zastosowana wartość odkształcenia (λ) odgrywa istotną rolę w odkształceniu KoBo. Jeżeli próbki są odkształcone przy $\lambda = 98$, wówczas ziarna są rozdrobnione do mniejszych rozmiarów, dodatkowo mikrostruktura jest jednorodna. Wzrost odkształcenia powoduje wzrost właściwości plastycznych przy spadku właściwości wytrzymałościowych.

5. Podgrzewanie recypienta i dodatkowo silne odkształcenia plastyczne przyczyniły się do wzrostu temperatury, w wyniku czego zaobserwowano procesy związane z formowaniem się ziaren równoosiowych z dużym udziałem granic szerokokątowych. Tak wytworzona mikrostruktura jest pomocna w uzyskaniu właściwości nadplastycznych.

6. Próbki odkształcone szczególnie w 400°C wykazywały właściwości nadplastyczne. Zjawisko to dotyczy głównie stopów Al-25%Cu i Al-33%Cu. Eutektyczny stop Al-33%Cu ze względu na ultradrobnoziarnistą strukturę wykazuje największe wydłużenie podczas próby rozciągania.

7. Mechanizm poślizgu granic ziaren jest prawdopodobnie inicjowany już podczas odkształcenia KoBo. Podczas deformacji KoBo powstają nano/mikropustki, które obserwuje się głównie w obszarach fazy Al_2Cu . Te elementy mikrostrukturalne w warunkach odkształcenia nadplastycznego ułatwiają odkształcanie za pomocą mechanizmu poślizgu po granicy ziaren.

Literatura

- [1] K. Rodak, Kształtowanie struktury i właściwości mechanicznych Cu i Al metodą ściskania z oscylacyjnym skręcaniem, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2012.
- [2] R. Bretin, M. Levesque, P. Pilvinc, P. Bocher, Neighborhood effect within polycrystalline materials: Elastoplastic micromechanical analysis by cellular automaton and finite element, *International Journal of Fatigue* 137, 105634 (2020).
doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105634
- [3] Tjong S.C., Chen H., Nanocrystalline materials and coatings, *Materials Science Engineering A*, vol. 45, 2004.
doi: 10.1016/j.mser.2004.07.001
- [4] J. Gubicza, N. Q. Chinh, Gy, Kraillics, I. Schiller, T. Ungar, Microstructure of ultrafine-grained fcc metals produced by severe plastic deformation, *Current Applied Physics* 6 (2006) 194-199.
doi: 10.1016/j.cap.2005.07.039
- [5] D. V. Louzguine-Luzgin, L. V. Louzguina-Luzgina, H. Kato, A. Inoue, Investigation of Ti-Fe-Co bulk alloys with high strength and enhanced ductility, *Acta Materialia* 53 (2005) 2009-2017.
doi: 10.1016/j.actamat.2005.01.012
- [6] H. Gleiter, Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, *Acta Materialia* 48 (1), 2000.
doi: 10.1016/S1359-6454(99)00285-2
- [7] L. D. Marks, Experimental studies of small particle structures, *Reports on Progress in Physics* 57 (1994).
- [8] X. H. An, S. D. Wu, Z. G. Wang, Z. F. Zhang, Significance of stacking fault energy in bulk nanostructured materials: Insight from Cu and its binary alloys as model systems, *Progress in Materials Science* 101 (2019) 1-45.
doi. 10.1016/j.pmatsci.2018.11.001
- [9] Shan Gong, M. Ravi Shankar, Effect of microstructural anisotropy on severe plastic deformation during material removal at micrometer length-scales, *Materials and Design* 194, 108874 (2020).
doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108874
- [10] J. Polak, Cyclic Deformation, Crack Initiation, and Low-Cycle Fatigue, Reference Module in Materials Science and Materials Engineering 2016.
doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.00890-0
- [11] J. Gubicza, Correlation between processing conditions, Lattice defect structure and mechanical performance of ultrafine-grained materials, *Acta Physica Polonica A Vol. 128* (2015) 479-485.
doi: 10.12693/APhysPolA.128.479
- [12] B. Gruber, I. Weißensteiner, T. Kremmer, F. Grabner, G. Falkinger, A. Schökel, F. Spieckermann, R. Schäublin, P. J. Uggowitzer, S. Pogatscherab, Mechanism of low

temperature deformation in aluminium alloys, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 795, 139935 (2020).
doi.org/10.1016/j.msea.2020.139935

[13] R. Schneider, B. Heine, R.J. Grant, Mechanical behaviour of commercial aluminium wrought alloys at low temperatures.
doi.org/10.5772/5836

[14] X. Ma, Q. Jiao, L. J. Kecskes, J. A. El-Awady, T. P. Weihs, Effect of basal precipitates on extension twinning and pyramidal slip: A micro-mechanical and electron microscopy study of a Mg–Al binary alloy, *Acta Materialia* 189, pp. 35-46, (2020).
doi.org/10.1016/j.actamat.2020.02.037

[15] D. Hull, *Dyslokacje*. PWN, Warszawa 1982

[16] <http://www.continuummechanics.org/metalplasticity.html>

[17] Y. Zhang, R. Li, P. Chen, X. Li, Z. Liu, Microstructural evolution of Al₂Cu phase and mechanical properties of the large-scale Al alloy components under different consecutive manufacturing processes, *Journal of Alloys and Compounds* 808, 151634, (2019).
doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.07.346

[18] E. F. Prados, V. L. Sordi, M. Ferrante, The effect of Al₂Cu precipitates on the microstructural evolution, tensile strength, ductility and work-hardening behaviour of a Al–4 wt.% Cu alloy processed by equal-channel angular pressing, *Acta Materialia* 61 (1), pp. 115-125, (2013).
doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.038

[19] Y. J. Wu, R. Zhu, J. T. Wang, W. Q. Ji, Role of twinning and slip in cyclic deformation of extruded Mg–3%Al–1%Zn alloys, *Scripta Materialia* 63, pp. 1077-1080, (2010).
doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.08.008

[20] <https://physics.aps.org/articles/v9/19>

[21] S. J. Wang, D. Y. Xie, J. Wang, A. Misra, Deformation behavior of nanoscale Al–Al₂Cu eutectics studied by in situ micropillar compression, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 800, 140311 (2021).
doi.org/10.1016/j.msea.2020.140311

[22] J. Wang, S. Shin, A. Y. Nobakht, A. Shyam, Structural deformation and transformation of θ' -Al₂Cu precipitate in Al matrix via interfacial diffusion, *Computational Materials Science* 156, pp. 111-120, (2019).
doi.org/10.1016/j.commatsci.2018.09.024

[23] H. He, Y. Yi, S. Huang, Y. Zhang, Effects of deformation temperature on second-phase particles and mechanical properties of 2219 Al-Cu alloy, *Materials Science and Engineering A* 712 (2018) 414-423.
doi: 10.1016/msea.2017.11.124

[24] Y. Nasedkina, X. Sauvage, E. V. Bobruk, M. Y. Murashkin, R. Z. Valiev, N. A. Enikeev, Mechanism of precipitation induced by large strains in the Al-Cu system, *Journal of Alloys and Compounds* 710 (2017) 736-747.
doi: 10.1016/j.jallcom.2017.03.312

-
- [25] S.J. Wang, G. Liu, J. Wang, A. Misra, Characteristic orientation relationship in nanoscale Al-Al₂Cu eutectic, *Materials Characterization* 142 (2018) 170-178.
doi: 10.1016/j.matchar.2018.05.037
- [26] Y. Z. Tian, Z. F. Zhang, Bulk eutectic Cu-Ag alloys with abundant twin boundaries, *Scripta Materialia* 66 (2012) 65-68.
doi: 10.1016/j.scriptamat.2011.09.024
- [27] E. C. Kurum, H. B. Dong, J. D. Hunt, Microsegregation in Al-Cu alloys *Metallurgical and materials transactions A*, 36A, november 2005-3103.
- [28] E. F. Prados, V. L. Sordi, M. Ferrante, Microstructural development and tensile strength of an ECAP- deformed Al-4wt.(%)Cu alloy, *Materials Research*, Vol. 11, No.2. 199-205, 2008.
doi: 10.1590/S1516-14392008000200015
- [29] C. L. Yang, Z. J. Zhang, T. Cai, P. Zhang, Z. F. Zhang, Recovery of strain-hardening rate in Ni-Si alloys, *Scientific Reports*.
doi. 10.1038/srep15532
- [30] PN-84/H-04507/01 „Mikroskopowe metody określania wielkości ziarna”
- [31] Z. Bojar, Przetakiewicz W., Ziencik H., *Materiałoznawstwo Tom II*. WAT, Warszawa 1995.
- [32] H. E. Hu, L. Zhen, B. Y. Zhang, L. Yang, J. Z. Chen, Microstructure characterization of 7050 aluminum alloy during dynamic recrystallization and dynamic recovery, *Materials Characterization* 59 (9), pp. 1185-1189, (2008).
doi.org/10.1016/j.matchar.2007.09.010
- [33] K. Edalati, Z. Horita, T. Furuta, S. Kuramoto, Dynamic recrystallization and recovery during high-pressure torsion: Experimental evidence by torque measurement using ring specimens, *Materials Science and Engineering A* 559, pp. 506-509, (2013).
dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.132
- [34] Y. Lu, R. Ma, Y. Wang, Texture evolution and recrystallization behaviors of Cu–Ag alloys subjected to cryogenic rolling, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 25, 2948–2957, (2015).
doi: 10.1016/S1003-6326(15)63921-8
- [35] A. H. Cottrell, *Theory of dislocations*, *Progress in Metal Physics*, vol. 4, pp. 251-255, (1953).
- [36] Y. Lan, Evolution of dislocation structures and deformation behavior of iron at different temperatures part I. Strain hardening curves and cellular structure. *Metallurgical Transactions A*, Volume 23 A, pp. 537-543, 1992.
- [37] M. A. Valdes-Taberno, R. Sancho-Cadenas, I. Sabirov, M. Yu Murashkin, I. A. Ovid'ko, F. Galvez, Effect of SPD processing on mechanical behavior and dynamic strain aging of an Al-Mg alloy in various deformation modes and wide strain rate range, *Materials Science and Engineering A* 696 (2017) 348-359.
doi: 10.1016/j.msea.2017.04.024

-
- [38] S. Zhao, C. Meng, F. Mao, W. Hu, G. Gottstein, Influence of severe plastic deformation on dynamic strain aging of ultrafine grained Al-Mg alloys, *Acta Materialia* 76 (2014) 54-67. doi: 10.1016/j.actamat.2014.05.004
- [39] M. H. Shaeri, M. Shaeri, M. T. Salehi, S. H. Seyyedain, M. R. Abutalebi, Effect of equal channel angular pressing on aging treatment of Al-7075 alloy, *Progress in Natural Science Materials International* 25 (2015) 159-168. doi:10.1016/j.pnsc.2015.03.005
- [40] K. Rodak, Microstructure characterization of ultrafine grained Cu alloys processed by methods with cyclic scheme of deformation, *Inżynieria Materiałowa* 2 (222) (2018) 46-55. doi: 10.15199/28.2018.2.1
- [41] A. G. Guy, *Wprowadzenie do nauki o materiałach*, PWN, Warszawa 1997.
- [42] M. Myshlyaev, S. Mironov, G. Korznikova T. Konkova, E. Korznikova, A. Aletdinov, G. Khalikova, EBSD study of superplastically strained Al-Mg-Li alloy, *Materials Letters* 275, 128063, (2020). doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128063
- [43] S. Bi, Z. Y. Liu, B. H. Yu, G. N. Ma, L. H. Wu, B. L. Xiao, Z. Y. Ma, Superplastic deformation behavior of carbon nanotube reinforced 7055 Al alloy composites, *Materials Science and Engineering A* 797, 140263, (2020). doi.org/10.1016/j.msea.2020.140263
- [44] L. Ye, X. Zhang, D. Zheng, Superplastic behavior of an Al-Mg-Li alloy, *Journal of alloys and compounds*, vol. 487, pp. 109–115, (2009). doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.07.148
- [45] Y. L. Duan, L. Tang, Y. Deng, X. W. Cao, G. F. Xu, and Z. M. Yin, Superplastic behavior and microstructure evolution of a new Al-Mg-Sc-Zr alloy subjected to a simple thermomechanical processing, *Materials Science and Engineering A*, vol. 669, pp. 205–217, 2016.
- [46] G. Xu, X. Cao, T. Zhang, Y. Duan, X. Peng, and Y. Deng, Achieving high strain rate superplasticity of an Al-Mg-Sc-Zr alloy by a new asymmetrical rolling technology, *Materials Science and Engineering A*, vol. 672, pp. 98–107, 2016. doi.org/10.1016/j.msea.2016.06.070
- [47] X. Zhang, L. Xie, L. Ye, and Panzhang, “Effect of aging treatment on grain refinement and superplasticity of 2A97 aluminum-lithium alloy,” *Heat Treatment of Metals*, vol. 39, pp. 88–92, 2014.
- [48] J. Das, K. B. Kim, F. Baier, W. Loser, J. Eckert, High-strength Ti-base ultrafine eutectic with enhanced ductility, *Applied Physics Letters* 87, 161907 (2005). doi: 10.1063/1.2105998
- [49] M. R. Azpeitia, E. E. M. Flores, J. L. H. Rivera, G. T. Villasenor, Microstructural changes in a Zn–Al eutectoid alloy modified with 2wt.%Cu after superplastic deformation, *J. Mater. Res. Technol.* 9 (3), 5610-5618, (2020). doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.086

-
- [50] X. Wang, Q. Li, R. Wu, X. Zhang, L. Ma, A Review on Superplastic Formation Behavior of Al Alloys, *Advances in Materials Science and Engineering*, (2018).
doi.org/10.1155/2018/7606140
- [51] J. Gubicza, N. Q. Chinh, T. Csanadi, T. G. Langdon, T. Ungar, Microstructure and strength of severely deformed fcc metals, *Materials Science Engineering A* 462 (2007) 86-90.
doi: 10.1016/j.msea.2006.02.455
- [52] A. V. Mikhaylovskaya, O. A. Yakovtseva, V. V. Cheverikin, and A. D. Kotov, Superplastic behaviour of Al-Mg-Zn-Zr-Sc-based alloys at high strain rates, *Materials Science and Engineering A*, vol. 659, pp. 225–233, 2016.
doi.org/10.1016/j.msea.2016.02.061
- [53] Z. Y. Ma and R. S. Mishra, Development of ultrafine-grained microstructure and low temperature superplasticity in friction stir processed Al–Mg–Zr, *Scripta Materialia*, vol. 53, no. 1, pp. 75–80, 2005.
doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.03.018
- [54] T. Y. M. Al-Naib and J. L. Duncan, Superplastic metal forming, *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 12, no. 6, pp. 463–470, 1970.
doi.org/10.1016/0020-7403(70)90074-3
- [55] H. Akamatsu, T. Fujinami, Z. Horita, and T. G. Langdon, Influence of rolling on the superplastic behavior of an Al-Mg-Sc alloy after ECAP, *Scripta Materialia*, vol. 44, no. 5, pp. 759–764, 2001.
- [56] M. Li, Q. Pan, Y. Shi, X. Sun, and H. Xiang, High strain rate superplasticity in an Al–Mg–Sc–Zr alloy processed via simple rolling, *Materials Science and Engineering A*, vol. 687, pp. 298–305, 2017.
doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.091
- [57] J. Wadsworth and A. R. Pelton, Superplastic behavior of a powder-source aluminum-lithium based alloy, *Scripta Metallurgica*, vol. 18, no. 4, pp. 387–392, 1984.
doi.org/10.1016/0036-9748(84)90459-9
- [58] J. W. Wyrzykowski, E. Pleszakow, J. Sieniawski, *Odkształcenie i pękanie metali*. Warszawa, WNT, 1999.
- [59] M. W. Grabski, *Nadplastyczność Strukturalna Metali*, Katowice, Wydawnictwo Śląsk, 1975.
- [60] D. H. Bae and A. K. Ghosh, Grain size and temperature dependence of superplastic deformation in an Al–Mg alloy under isostructural condition, *Acta Materialia*, vol. 48, no. 6, pp. 1207–1224, 2000.
doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00445-0
- [61] K. Wang, F. C. Liu, Z. Y. Ma, and F. C. Zhang, Realization of exceptionally high elongation at high strain rate in a friction stir processed Al–Zn–Mg–Cu alloy with the presence of liquid phase, *Scripta Materialia*, vol. 64, no. 6, pp. 572–575, 2011.
doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.11.050
- [62] M. R. Rezaei, S. G. Shabestari, S. H. Razavi, Effect of ECAP consolidation temperature on the microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Ti metallic glass reinforced

aluminum matrix composite, *Journal of Materials Science & Technology* 33 (201) 1031-1038.

doi: 10.1016/j.jmst.2016.10.013

[64] T. Maity, B. Roy, J. Das, Mechanism of lamellae deformation and phase rearrangement in ultrafine β -Ti/FeTi eutectic composites, *Acta Materialia* 97 (2015) 170-179.

doi: 10.1016/j.actamat.2015.07.007

[65] J. M. Park, S. W. Sohn, D. H. Kim, K. B. Kim, W. T. Kim, J. Eckert, Propagation of shear bands and accommodation of shear strain in the Fe₅₆Nb₄Al₄₀ ultrafine eutectic-dendrite composite, *Applied Physics Letters* 92, 091910 (2008).

doi: 10.1063/1.2892038

[66] Z. P. Chen, H. Yu, Y. Wu, H. Wang, X. J. Liu, Z. P. Lu, Nano-network mediated high strength and large plasticity in an Al-based alloy, *Materials Letters* 84 (2012) 59-62.

doi: 10.1016/j.matlet.2012.06.037

[67] J. M. Park, K. B. Kim, D.H. Kim, N. Mattern, R. Li, G. Liu, J. Eckert, Multi-phase Al-based ultrafine composite with multi-scale microstructure, *Intermetallics* 18 (2010) 1829-1833.

doi: 10.1016/j.intermet.2010.02.042

[68] K. B. Kim, J. Das, W. Xu, Z. F. Zhang, J. Eckert, Microscopic deformation mechanism of a Ti_{66.1}Nb_{13.9}Ni_{4.8}Cu₈Sn_{7.2} nanostructure-dendrite composite. *Acta Materialia* 54 (2006) 3701-3711.

doi: 10.1016/a.actamat.2006.04.006

[69] K. B. Kim, J. Das, F. Baier, J. Eckert, Lattice distortion/disordering and local amorphization in the dendrites of a Ti_{66.1}Cu₈Ni_{4.8}Sn_{7.2}Nb_{13.9} nanostructure-dendrite composite during intersection of shear bands. *Applied Physics Letters* 86 (2005)

[70] J. M. Park, K. B. Kim, D. H. Kim, N. Mattern, R. Li, G. Liu, J. Eckert, Multi-phase Al-based ultrafine composite with multi-scale microstructure, *Intermetallics* 18, pp. 1829-1833, 2010

[71] K. B. Kim, J. Das, W. Xu, Z. F. Zhang, J. Eckert, Microscopic deformation mechanism of a Ti_{66.1}Nb_{13.9}Ni_{4.8}Cu₈Sn_{7.2} nanostructure-dendrite composite, *Acta Materialia* 54 (2006) 3701-3711.

doi: 10.1016/j.actamat.2006.04.006

[72] H. Jia, R. BjØrge, K. Marthinsen, Y. Li, The deformation and work hardening behaviour of a SPD processed Al-5Cu alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 697 (2017) 239-248.

doi: 10.1016/j.jallcom.2016.11.353

[73] N. E. Prasad, A. A. Gokhale, R. J. H. Wanhill, *Aluminum - lithium alloys, processing, properties and applications*, Butterworth-Heinemann is an of Elsevier, 2014.

[74] S. Kobayashi, T. Yoshimura, S. Tsurekawa, T. Watanabe, J. Cui, Grain boundary microstructure-controlled superplasticity in Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy, *Materials Transactions*, vol.44. no.7 (2003) 1469-1479.

-
- [75] X. Wu, M. Yang, F. Yuan, G. Wu, Y. Wei, X. Huang, Y. Zhu, Heterogeneous lamella structure unites ultrafine-grain strength coarse-grain ductility.
doi: 10.1073/pnas.1517193112
- [76] G. Rai, N. J. Grant, On the measurements of superplasticity in an Al-Cu alloy, *Metallurgical Transactions A* 6A (1975).
- [77] L. Zhuo, H. Wang, T. Zhang, Hierarchical ultrafine-grained network mediated high strength and large plasticity in an Al-based alloy, *Materials Letters* 124 (2014) 28-31.
doi: 10.1016/j.matlet.2014.03.040
- [78] W. S. Tian, D. S. Zhou, F. Qiu, Q. C. Jiang, Superior tensile properties of in situ nano-sized TiCp/Al-Cu composites fabricated by reaction in melt method, *Materials Science and Engineering A* 658 (2016) 409-414.
doi: 10.1016/j.msea.2016.02.015
- [79] M. Aravind, P. Yu, M. Y. Yau, H. L. Dickon Ng, Formation of Al₂Cu and AlCu intermetallics in Al(Cu) alloy matrix composites by reaction sintering, *Materials Science and Engineering A* 380 (2004) 384-393.
doi: 10.1016/msea.2004.04.013
- [80] M. H. Daneshifar, A. Papi, M. Alishahi, Fabrication of Al-Si/Mg₂Si in-situ composite by friction stir processing, *Materials Letters*, vol. 282, 128832, 2021.
doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128832
- [81] C. S. Tiwary, S. Kashyap, K. Chattopadhyay, Development of alloys with high strength at elevated temperatures by tuning the bimodal microstructure in the Al-Cu-Ni eutectic system, *Scripta Materialia* 93 (2014) 20-23.
doi: 10.1016/j.scriptamat.2014.08.020
- [82] J. T. Kim, S. W. Lee, S. H. Hong, H. J. Park, J. Y. Park, N. Lee, Y. Seo, W. M. Wang, J. M. Park, K. B. Kim, Understanding the relationship between microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Si ultrafine eutectic composites, *Materials and Design* 92 (2016) 1038-1045.
doi: 10.1016/j.matdes.2015.12.080
- [83] **A. Brzezińska**, A. Urbańczyk-Gucwa, R. Molak, K. Rodak, Microstructural features and mechanical properties after applying rolling with cyclic movement of rolls of an Al-Li alloys. *Archives of Metallurgy and Materials* 64 (2019), 4, 1533-1540.
doi: 10.24425/amm.2019.130123
- [84] K. Rodak, **A. Brzezińska**, J. Sobota, Refinement of Al-5%Cu and Al-25%Cu alloys by means of KoBo methods, *Archives of Metallurgy and Materials* 65 (2020), 4, 1477-1482.
doi: 10.24425/amm.2020.133716
- [85] J. M. Garcia-Infanta, A. P. Zhilyaev, F. Carreno, O. A. Ruano, J. Q. Su, S. K. Menon, T. R. McNelley, Strain path and microstructure evolution during severe deformation processing of as-cast hypoeutectic Al-Si alloy, *Journal of Materials Science* (2010) 45:4613-4620.
doi: 10.1007/s10853-010-4530-4

-
- [86] A. Berezina, T. Monastyrskaya, O. Davydenko, O. Molebny, S. Polishchuk, Effect of severe plastic deformation on structure properties of Al-Sc-Ta and Al-Sc-Ti alloys, *Nanoscale Research Letters* (2017) 12:220.
doi: 10.1186/s11671-017-1995-y
- [87] S. W. Lee, J. T. Kim, S. H. Hong, H. J. Park, J. Y. Park, N. S. Lee, Y. Seo, Y. Suh, J. Eckert, D. H. Kim, J. M. Park, K. B. Kim, Micro-to-nano-scale deformation mechanisms of a bimodal ultrafine eutectic composites, *Scientific Reports*.
doi. 10.1038/srep06500
- [88] Y. Naedkina, X. Sauvage, E. V. Bobruk, M. Yu. Murashkin, R. Z. Valiev, N. A. Enikeev, Mechanisms of precipitation induced by large strains in the Al-Cu system, *Journal of Alloys and Compounds* 710, pp. 736-747, (2017).
doi: 10.1016/j.allcom.2017.03.312
- [89] J. T. Kim, S. H. Hong, H. J. Park, Y. S. Kim, G. H. Park, J. Y. Park, N. Lee, Y. Seo, J. M. Park, K. B. Kim, Improving the plasticity and strength of Fe-Nb-B ultrafine eutectic composite, *Materials and Design* 76 (2015) 190-195.
doi: 10.1016/j.matdes.2015.03.053
- [90] M. Zha, Y. Li, R. H. Mathiesen, R. Bjørge, H. Roven, Microstructure evolution and mechanical behavior of a binary Al-7Mg alloy processed by equal-channel angular pressing, *Acta Materialia* 84 (2015) 42-54.
doi: 10.1016/j.actamat.2014.10.025
- [91] M. Schobel, E. Fernandez, R. Koos, J. Bernardi, Elasto-plastic deformation in Al-Cu cast alloys for engine components, *Journal of Alloys and Compounds* 775 (2019) 617-627.
doi. 10.1016/j.jallcom.2018.10.109
- [92] P. V. Liddicoat, X. Z. Liao, Y. Zhao, Y. Zhu, M. Y. Murashkin, E. J. Lavernia, R. Z. Valiev, S. P. Ringer, Nanostructural hierarchy increase the strength of aluminium alloys, *Nature Communications*.
doi. 10.1038/ncomms1062
- [93] S. Qu, X. H. An, H. J. Yang, C. X. Huang, G. Yang, Q. S. Zang, Z. G. Wang, S. D. Wu, Z. F. Zhang, Microstructural evolution and mechanical properties of Cu-Al alloys subjected to equal channel angular pressing, *Acta Materialia* 57 (2009) 1586-1601.
doi: 10.1016/j.actmat.2008.12.002
- [94] J. Wang, S. B. Kang, H. W. Kim, Z. Horita, Lamellae deformation and structural evolution in an Al-33%Cu eutectic alloy during equal-channel angular pressing, *Journal of Materials Science* 37 (2002) 5223-5227.
- [95] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, The process of grain refinement in equal-channel angular pressing, *Acta Materialia* vol. 46 (9), pp. 3317-3331, 1998.
doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00494-1
- [96] A. Korneva, B. Straumal, A. Klimametov, L. Lityńska-Dobrzyńska, G. Cios, P. Bała, P. Zięba, Effect of high pressure torsion on microstructure of Cu-Sn alloys with different content of Hume Rothery phase, *Materials Characterization* 118 (2016) 411-416.
doi: 10.1016/j.matchar.2016.06.019

-
- [97] X.L. Wang, L. Li, W. Mei, W.L. Wang, J. Sun Dependence of stress-induced omega transition and mechanical twinning on phase stability in metastable β Ti-V alloys, *Materials Characterization* 107 (2015), pp. 149-155
doi: 10.1016/j.matchar.2015.06.038
- [98] H. He, Y. Yi, S. Huang, Y. Zhang, Effects of deformation temperature on second-phase particles and mechanical properties of 2219 Al-Cu alloy, *Materials Science & Engineering A* 712 (2018) 414-423.
doi: 10.1016/j.msea.2017.11.124
- [99] V. N. Danilenko, S. N. Sergeev, J. A. Baimova, G. F. Korznikova, K. S. Nazarov, R. Kh. Khisamov, A. M. Glezer, R. R. Mulyukov, An approach for fabrication of Al-Cu composite by high pressure torsion, *Materials Letters* 236 (2019) 51-55.
doi: 10.1016/j.matlet.2018.09.158
- [100] K. X. Wei, J. Horky, W. Wei, M. J. Zehetbauer, D. Setman, E. Schafner, J. Hu, Enhancing tensile properties of Cu and Cu-Al alloys cryogenically processed by high pressure torsion, *Journal of Alloys and Compounds* 771 (2019) 317-321.
doi: 10.1016/j.allcom.2018.08.247
- [101] J. M. Park, T. E. Kim, S. W. Sohn, D. H. Kim, K. B. Kim, W. T. Kim, J. Eckert, High strength Ni-Zr binary ultrafine eutectic-dendrite composite with large plastic deformability, *Applied Physics Letters* 93, 031913 (2008).
doi: 10.1063/1.2952755
- [102] J. M. Park, K. B. Kim, W. T. Kim, M. H. Lee, J. Eckert, D. H. Kim, High strength ultrafine eutectic Fe-Nb-Al. Composites with enhanced plasticity, *Intermetallics* 16 (2008) 642-650.
doi: 10.1016/j.intermet.2008.01.005
- [103] V. N. Danilenko, S. N. Sergeev, J. A. Baimova, G. F. Korznikova, K. S. Nazarov, R. Kh. Khisamov, A. M. Glezer, R. R. Mulyukov, An approach for fabrication of Al-Cu alloy composite by high pressure torsion, *Materials Letters* 236 (2019) 51-55.
doi: 10.1016/j.matlet.2018.09.158
- [104] Z. Liu, X. Chen, X. Han, Y. Gu, The dissolution behavior of Θ' phase in Al-Cu binary alloy during equal channel angular pressing and multi-axial compression, *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 4300-4305.
doi: 10.1016/j.msea.2010.03.046
- [105] N. V. Thuong, H. Zuhailawati, A. A. Seman, T. D. Huy, B. K. Dhindaw, Microstructural evolution and wear characteristics of equal channel angular pressing processed semi-solid-cast hypoeutectic aluminium alloys. *Materials and Design* 67 (2015) 448-456.
doi: 10.1016/j.matdes.2014.11.054
- [106] M. Das, G. Das, M. Ghosh, M. Wegner, V. Rajnikant, S. Ghosh Chowdhury, T. K. Pal, Microstructures and mechanical properties of HPT processed 6063 Al alloy, *Materials Science and Engineering A* 558 (2012) 525-532.
doi: 10.1016/j.msea.2012.08.040

[107] C. H. Lee, S. H. Hong, J. T. Kim, H. J. Park, G. A. Song, J. M. Park, J. Y. Suh, Y. Seo, M. Qian, K. B. Kim, Chemical heterogeneity-induced plasticity in Ti-Fe0Bi ultrafine eutectic alloys, *Materials Design* 60 (2014) 363-367.
doi: 10.1016/j.matdes.2014.03.048

[108] W. Bochniak, *Teoretyczne i praktyczne aspekty plastycznego kształtowania metali. Metoda KoBo*. Wydawnictwo AGH, Kraków 2009.

[109] A. Korbel, W. Bochniak, J. Borowski, L. Błaż, P. Ostachowski, M. Łagoda, Anomalies in precipitation hardening process of 7075 aluminum alloy extruded by KOBO method, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 216, pp. 160-168, 2015.
doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.09.008

[110] L. Blaza, M. Sugamata, J. Kaneko, J. Sobota, G. Wloch, W. Bochniak, A. Kula, Structure and properties of 6061 + 26 mass% Si aluminum alloy produced via coupled rapid solidification and KOBO-extrusion of powder, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209 (9), pp. 4329-4336, 2009.
doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.11.012

[111] W. Bochniak, A. Korbel, KOBO Type Forming: forging of metals under complex conditions of the proces, *Journal of Materials Processing Technology* 134 (1), pp. 120-134, 2003.
doi.org/10.1016/S0924-0136(02)01033-6

[112] **A. Brzezińska**, T. Mikuszewski, J. Sobota, K. Rodak, Mikrostruktura i właściwości mechaniczne eutektycznego stopu Al-33%Cu po zastosowaniu odkształcania metodą KoBo. *Obróbka Plastyczna Metali* vol. XXIX nr 2 (2018) 139-150.
ISSN 0867-2628

[113] **A. Brzezińska**, K. Rodak, Rozdrabnianie struktury stopu CuCr0,6 za pomocą metod KoBo i COT. *Obróbka Plastyczna Metali* vol. XXIX nr 4 (2018), s. 369–380.
ISSN 0867-2628

[114] **A. Brzezińska**, J. Sobota, K. Rodak, Charakterystyka struktury i właściwości stopu CuCr0.6 po zastosowaniu cyklicznego odkształcania metodą KoBo. *Przegląd Mechaniczny* 8 (2017) 42-45.
doi: 10.15199/148.2017.7-8.6

[115] M. Kawasaki, H. Iee, J. Jang, T. G. Langdon, Strengthening of metals through severe plastic deformation. *Reviews on Advanced Materials Science* 48 (2017) 13-24.

[116] J. Gubicza, G. Ribarik, G. R. Goren-Muginstein, A. R. Rosem, T. Ungar, The density and character of dislocation in cubic and hexagonal polycrystals determined by X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A* 309-310 (2001) 60-63.
doi: 10.1016/S0921-5093(00)01666-X

[117] Q. Zhou, J. Wang, A. Misira, P. Huang, F. Wang, K. Xu, Dislocations interaction induced structural instability in intermetallic Al₂Cu. *Computational Materials* 24 (2017) 1-7.

[118] G. J. Tucker, D. L. McDowell, Non-equilibrium grain boundary structure and inelastic deformation using atomistic simulation. *Int. J. Plast.* 27 (2011) 841-857.

-
- [119] A. Ma, N. Saito, M. Takagi, Y. Nishida, H. Iwata, K. Suzuki, I. Shigematsu, A. Watazu, Effect of severe plastic deformation on tensile properties of a cast A-11%Si Alloy. *Materials Science and Engineering A* 395 (2005) 70-76.
- [120] E. Prados, V. Sordi, M. Ferrante, Tensile behavior of an Al-4%Cu alloy deformed by equal channel angular pressing on the strength and toughness of Al-Cu alloys. *Materials Science and Engineering A* 503 (2009) 68-70.
- [121] M. R. Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, R. Jamaati, M. Hoseini, J. A. Szpunar, Textural evolution of nanostructured AA5083 produced by ARB. *Materials Science Engineering A* 556 (2012) 351-357.
doi:10.1016 / j.msea.2012.06.098
- [122] A. Korbel, W. Bochniak, Liquid – like behavior of solid metals. *Manufacturing Letters* 11 (2017) 5-7.
- [123] R. K. Islamgaliev, N. F. Yunusova, M. A. Nikitina, K. M. Nesterov, The effect of alloying elements on superplasticity in an ultrafine-grained aluminum alloy. *Reviews on Advanced Materials Science* 25 (2010) 241-248.
- [124] L. Bhatta, A. Pesin, A. P. Zhilyaev, P. Tandon, Ch. Kong, H. Yu, Recent development of superplasticity in aluminum alloys. *A Review Metals* 10 (2010) 1-26.
- [125] M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami, Low temperature superplasticity and its deformation mechanism in grain refinement of Al-Mg alloy by multi-axial alternative forging, *Materials Transactions* 11 (2003) 2288-2297.
- [126] J. Vang, S. Kang, H. Kim, Z. Horita, Lamellae deformation and structural evolution in an Al-33%Cu eutectic alloy during equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Science* 37 (2002) 5223-5227.

Streszczenie

Zasadniczym celem badawczym pracy było poznanie zjawisk strukturalnych jakie zachodzą w odlewniczych stopach Al-Cu pod wpływem odkształcania SPD z wykorzystaniem metody KoBo oraz ich wpływ na właściwości materiału. Z przeglądu literatury wynika, że wytrzymałość stopów Al-Cu można zwiększyć poprzez dodatek Cu, która z Al tworzy twardą fazę międzymetaliczną odporną na działanie temperatury. Z drugiej strony, obecność w stopie dużej ilości fazy międzymetalicznej utrudnia proces deformacji. Rozwiązaniem tego problemu jest zastosowanie techniki SPD. Jak dotąd w dostępnej literaturze nie ma wielu doniesień odnośnie wykorzystania technik SPD do rozdrabniania tychże stopów.

Prace eksperymentalne objęły wykonanie odlewów stopu granicznego, podeutektycznego, eutektycznego i nadeutektycznego z układu Al-Cu, a następnie rozdrobnienie materiału przy użyciu techniki KoBo. Praca miała na celu: określenie zmian strukturalnych po zastosowaniu SPD (wielkość ziaren, struktura dyslokacyjna, typ utworzonych granic), zdefiniowanie mechanizmu rozdrobnienia struktury stopów Al-Cu, sformułowanie wpływu odkształcenia na wytrzymałość, plastyczność (nadplastyczność) i właściwości fizyczne oraz ustalenie zależności pomiędzy strukturą, a właściwościami mechanicznymi.

Do realizacji zadań zastosowano badania mikrostruktury obejmujące mikroskopię świetlną, skaningową oraz skaningowo transmisyjną mikroskopię elektronową i rentgenowską analizę mikrostrukturalną. Właściwości mechaniczne materiału oceniono na podstawie pomiarów mikrotwardości, statycznej próby rozciągania, statycznej próby ściskania oraz badań nadplastyczności. Wykonano pomiary rozszerzalności cieplnej oraz konduktywności elektrycznej.

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że metoda KoBo umożliwia rozdrobnienie fazy α -Al oraz Al_2Cu do poziomu ultradrobnoziarnistego. Zastosowana wartość odkształcenia (λ) odgrywa istotną rolę w odkształceniu KoBo. Jeżeli próbki są odkształcone przy $\lambda=98$, wówczas ziarna są rozdrobnione do mniejszych rozmiarów, dodatkowo mikrostruktura jest jednorodna. Wzrost odkształcenia powoduje wzrost właściwości plastycznych przy spadku właściwości wytrzymałościowych. Konsekwencją rozdrobnienia ziarna jest wzrost właściwości mechanicznych uzyskiwany w próbach statycznego ściskania i rozciągania. Obserwuje się znaczną poprawę właściwości mechanicznych przy rozciąganiu wraz z poprawą plastyczności wraz ze wzrostem odkształcenia. Próbki odkształcone szczególnie w 400°C wykazywały właściwości nadplastyczne. Zjawisko to dotyczy głównie stopów Al-25%Cu i Al-33%Cu. Eutektyczny stop Al-33%Cu ze względu na

ultradrobnoziarnistą strukturę wykazuje największe wydłużenie podczas próby rozciągania. Mechanizm poślizgu granic ziaren jest prawdopodobnie inicjowany już podczas odkształcenia KoBo. Podczas deformacji KoBo powstają nano/mikropustki, które obserwuje się głównie w obszarach fazy Al_2Cu . Te elementy mikrostrukturalne w warunkach odkształcenia nadplastycznego ułatwiają odkształcanie za pomocą mechanizmu poślizgu po granicy ziaren.

Abstract

The main research objective of this work was to study the structural phenomena occurring in Al-Cu alloys under the influence of SPD deformation using the KoBo method and their influence on the material properties. The literature review shows that the strength of Al-Cu alloys can be increased by the addition of Cu, which with Al forms a hard intermetallic phase resistant to temperature. On the other hand, the presence of a large amount of intermetallic phase in the alloy hinders the deformation process. The solution to this problem is to use the SPD technique. So far, there are not many reports in the available literature regarding the use of SPD techniques to grind these alloys.

The experimental work included the fabrication of boundary, hypoeutectic, eutectic and hypereutectic alloy castings from the Al-Cu system, followed by grinding of the material using the KoBo technique. The work was aimed at: determining the structural changes after SPD application (grain size, dislocation structure, type of boundaries formed), defining the mechanism of structure fragmentation of Al-Cu alloys, formulating the effect of deformation on strength, ductility (superplasticity) and physical properties, and establishing the relationship between structure and mechanical properties.

Microstructure studies including light microscopy, scanning and scanning-transmission electron microscopy and X-ray microstructural analysis were used to accomplish the tasks. The mechanical properties of the material were evaluated by microhardness measurements, static tensile test, static compression test and superplasticity tests. Thermal expansion and electrical conductivity measurements were performed.

Based on the study, it was found that the KoBo method enables the α -Al and Al₂Cu phases to be fragmented to the ultrafine-grained level. The applied strain value (λ) plays an important role in the deformation of KoBo. If the samples are deformed at $\lambda=98$, then the grains are fragmented to smaller sizes, in addition, the microstructure is homogeneous. An increase in strain causes an increase in plastic properties with a decrease in strength properties. The consequence of grain fragmentation is an increase in mechanical properties obtained in static compression and tensile tests. A significant improvement in tensile mechanical properties is observed along with an improvement in ductility with increasing strain. The samples deformed especially at 400°C showed superplastic properties. This phenomenon mainly affects Al-25%Cu and Al-33%Cu alloys. The eutectic Al-33%Cu alloy due to its ultrafine-grained structure shows the highest elongation during tensile test. The grain boundary slip mechanism is probably initiated already during KoBo deformation. These microstructural elements under superplastic deformation conditions facilitate deformation by a grain boundary sliding mechanism.